

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Engenharia de Materiais

Renata Vazgauska Inacio

Caracterização Microestrutural e Cristalográfica do Meteorito NWA 859
Taza

São Paulo
2018

Departamento de Engenharia
Metalúrgica e de Materiais
Escola Politécnica da USP

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo

Engenharia de Materiais

Renata Vazgauska Inacio

Caracterização Microestrutural e Cristalográfica do Meteorito NWA 859
Taza

Trabalho de Formatura apresentado à Escola
Politécnica da Universidade de São Paulo.

Área de concentração: Engenharia de Materiais

Orientador: Prof. Dr. Eduardo Franco de Monlevade

São Paulo

2018

TF-2018
Inlc
H 2018 N
2835 320

DEDALUS - Acervo - EPMT



31800009331

Catálogo-na-publicação

Inacio, Renata

Caracterização Microestrutural e Cristalográfica do Meteorito NWA 859
Taza / R. Inacio -- São Paulo, 2018.
71 p.

Trabalho de Formatura - Escola Politécnica da Universidade de São
Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

1.Meteorito 2.Relações de Orientação 3.Fe-Ni 4.Kurdjumov-Sachs
5.Nishiyama-Wasserman I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica.
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais II.t.

AGRADECIMENTOS

Ao Professor Eduardo Franco de Monlevade, por toda ajuda e orientação.

Ao Professor Marcelo Ferreira Moreira pela concessão da amostra na qual este trabalho se baseia.

Aos técnicos e funcionários do departamento pelo auxílio durante a realização dos procedimentos experimentais.

RESUMO

Meteoritos são meteoros que resistiram à entrada na atmosfera da Terra e alcançaram o solo. Os meteoritos são agrupados em três categorias: rochosos, metálicos e mistos. Os meteoritos metálicos são compostos majoritariamente por Fe e Ni, mas podem conter menor teor de Ni, Ga, Ge, Ir, Cr, Co, Cu, As, Sb W, Re, Pt e Au. Uma forte característica dos meteoritos metálicos é a presença da estrutura de Widmanstätten, que é em muitos casos visível a olho nu. Essa estrutura se caracteriza pela presença de agulhas de uma fase α , conhecida como kamacita, envolta por uma fase γ , denominada taenita. Também é possível observar a plessita, que consiste em uma fina mistura de kamacita e taenita.

Foi realizada a caracterização microestrutural e cristalográfica de uma amostra do meteorito NWA 859, encontrado em Taza, Marrocos. A amostra foi observada no microscópio óptico após ataque com reagente de Beraha, com aumentos de 50, 100, 200, 500 e 1000 vezes. Foi possível identificar a estrutura de Widmanstätten claramente em todas as imagens, mesmo com menor aumento. Na realidade, as agulhas de kamacita eram visíveis até mesmo a olho nu.

A amostra também foi analisada no EBSD com aumentos de 270 e 1450 vezes. Foram gerados um mapa de fases, onde foi possível observar as agulhas de kamacita envoltas pela taenita e plessita, um mapa de orientação, onde foi possível visualizar que, no geral, não há desorientação expressiva dentro de uma mesma fase.

Além disso, foram geradas figuras de polo dos planos $\{1\ 1\ 0\}$, $\{1\ 1\ 1\}$ e $\{1\ 0\ 0\}$ tanto da fase alfa quanto da fase gama em dois pares de grão, que confirmaram a existência da relação de Kurdjumov-Sachs em um dos pares e a de Nishiyama-Wasserman no outro. Além da análise visual da sobreposição das figuras de polo, as relações K-S e N-W também foram confirmadas com o auxílio de um software, a partir dos ângulos de Euler.

Por fim, foram plotados gráficos com medidas de desorientação dentro dos próprios grãos para identificar a existência de maclas. Um pico de desorientação de 60° em um grão de kamacita indicou a existência de macla. Não foram encontradas evidências de macla no grão de taenita analisado.

ABSTRACT

Meteorites are meteors that have beared up the entrance into Earth's atmosphere and have reached the ground. Meteorites are grouped into three main categories: stony meteorites, iron meteorites and stony-iron meteorites. Iron meteorites are mainly composed of Fe and Ni, but may contain minor amounts of Ni, Ga, Ge, Ir, Cr, Co, Cu, As, Sb W, Re, Pt and Au.

One of the main features of metallic meteorites is the presence of Widmanstätten pattern, which is sometimes visible to the naked eye. This structure is characterized by the presence of needles of a phase α , known as kamacite surrounded by phase γ , called taenite. It is also possible to see the plessite, which consists of a fine mixture of kamacite and taenite.

A microstructural and crystallographic characterization of a sample of the meteorite NWA 859, found in Taza, Morocco, was carried out. The sample was observed on the optical microscope after a Beraha's solution etching, with magnification of 50, 100, 200, 500 and 1000x. It was possible to clearly identify the Widmanstätten pattern in all the images, even with the 50x magnification. In fact, the kamacite needles were visible even to the naked eye.

The sample was also analyzed in the EBSD with magnification of 270 and 1450x. A phase map was generated, in which it was possible to observe the kamacite needles surrounded by taenite and plessite, and an orientation map, in which it was possible to visualize that, in general, there is no expressive misorientation between points in the same phase.

Furthermore, pole figures of the $\{110\}$, $\{111\}$ and $\{100\}$ planes of both the alpha phase and the gamma phase were generated for two pairs of grains, which confirmed the existence of the Kurdjumov-Sachs relation in one of the pairs and of Nishiyama-Wasserman in the other. In addition to the visual analysis of the overlapping of the pole figures, the K-S and N-W relationships were also confirmed by inputting the Euler angles on a software.

Finally, charts were plotted with measures of disorientation between points in the same grain to identify twin boundaries. A disorientation peak of 60° in a kamacite grain indicates the existence of twinning. No evidence of twinning was found on the analyzed taenite grain.

SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS.....	2
RESUMO	3
ABSTRACT	4
1. INTRODUÇÃO	13
2. OBJETIVOS	14
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	15
3.1 METEORITOS	15
3.1.1 HISTÓRICO.....	15
3.1.2 CLASSIFICAÇÃO DOS METEORITOS	18
3.1.3 METEORITOS METÁLICOS.....	19
3.2 EBSD	33
3.2.1 A TÉCNICA.....	33
3.2.2 REPRESENTAÇÃO DOS DADOS	37
4. MATERIAIS E MÉTODOS	42
4.1 MATERIAL	42
4.2 ANÁLISE DE MICROESTRUTURA	45
4.2.1 MICROSCOPIA ÓPTICA.....	45
4.2.2 EBSD	45
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	49
5.1 MICROSCOPIA ÓPTICA.....	49
5.2 EBSD	52
5.2.1 MAPAS DE FASE.....	52
5.2.2 MAPA DE ORIENTAÇÃO	54
5.2.3 FIGURAS DE POLO CONTÍNUAS.....	55

5.2.4	FIGURAS DE POLO DISCRETAS	58
5.2.5	DESORIENTAÇÃO INTERNA DO GRÃO	63
5.2.6	EDS	68
6.	CONCLUSÃO	69
7.	BIBLIOGRAFIA.....	70

ÍNDICE DE FIGURAS

<i>Figura 1 - Estátua Iron Man, feita a partir do fragmento de um meteorito [3].....</i>	<i>16</i>
<i>Figura 2 - Imagem da conta encontrada em um túmulo na necrópole de Gerzeh. Atualmente o objeto está no Museu de Manchester [4].....</i>	<i>17</i>
<i>Figura 3 - Classificação dos meteoritos [2]</i>	<i>19</i>
<i>Figura 4 - Estrutura de Widmanstätten em um meteorito metálico [8]</i>	<i>23</i>
<i>Figura 5 - Diagrama Fe-Ni [9].....</i>	<i>24</i>
<i>Figura 6 - Seções isotérmicas do diagrama Fe-Ni-P a 850, 650 e 550°C [12].....</i>	<i>27</i>
<i>Figura 7 -Região do diagrama Fe-Ni onde o mecanismo III pode ser aplicado [12]</i>	<i>29</i>
<i>Figura 8 - Ilustração dos componentes do EBSD [17].....</i>	<i>34</i>
<i>Figura 9 – Lei de Bragg [19]</i>	<i>35</i>
<i>Figura 10 - A) Cones de difração gerado por uma fonte divergente de elétrons que satisfazem a Lei de Bragg em um único plano. B) Padrão de Kikuchi gerado no EBSD [17]</i>	<i>36</i>
<i>Figura 11 – Padrões esféricos de difração causados por diferentes orientações de uma estrutura cúbica [17]</i>	<i>37</i>
<i>Figura 12 - Ângulos de Euler [17]</i>	<i>38</i>
<i>Figura 13 - Mapa de Euler.....</i>	<i>39</i>
<i>Figura 14 - Mapas de Orientação utilizando Figuras de Polo Inversa utilizando diferentes direções de referência, sendo: A) Direção X, B) Direção Y e C) Direção Z. Em D) é possível observar a correspondência entre cores e orientações [17].....</i>	<i>39</i>
<i>Figura 15 -Distribuição de texturas em uma amostra de liga de Al Mg laminada a frio.....</i>	<i>40</i>
<i>Figura 16 - Processo de projeção estereográfica de um cristal [17]</i>	<i>41</i>
<i>Figura 17 - Localização de Taza, Marrocos, onde o meteorito NWA 859 foi encontrado</i>	<i>42</i>
<i>Figura 18 - Imagens de fragmentos do meteorito de Taza, Marrocos [21]</i>	<i>43</i>
<i>Figura 19 - Foto da amostra de meteorito</i>	<i>44</i>
<i>Figura 20 - Modelo de microscópio utilizado na análise de microestrutura do meteorito</i>	<i>45</i>
<i>Figura 21 - Captura de tela do software desenvolvido por Monlevade e Morita, que foi utilizado para realizar o cálculo dos ângulos entre kamacita e taenita.....</i>	<i>48</i>
<i>Figura 22 - Micrografias do meteorito NWA 859 com 50x de aumento. Ataque com reagente de Beraha</i>	<i>49</i>
<i>Figura 23 - Micrografias do meteorito NWA 859 com 100x de aumento. Ataque com reagente de Beraha</i>	<i>50</i>
<i>Figura 24 - Micrografias do meteorito NWA 859 com 200x de aumento. Ataque com reagente de Beraha</i>	<i>50</i>

<i>Figura 25 - Micrografias do meteorito NWA 859 com 500x de aumento. Ataque com reagente de Beraha</i>	51
<i>Figura 26 - Micrografias do meteorito NWA 859 com 1000x de aumento. Ataque com reagente de Beraha</i>	51
<i>Figura 27 - Mapa de fase com filtro de Índice de Qualidade com aumento 270x</i>	52
<i>Figura 28 - Mapa de fase dos ensaios com aumento 1450x</i>	53
<i>Figura 29 - Mapa de Orientação com filtro de Índice de Qualidade com aumento 270x</i>	54
<i>Figura 30 - Mapa de Orientação com aumento 1450x</i>	54
<i>Figura 31 - Figuras de polo obtidas na análise EBSD. Em a), as figuras de polo de fase alfa e em b) as figuras de polo da fase gama</i>	55
<i>Figura 32 - Figuras de polo da fase gama (111) e gama (110) com regiões de picos de intensidade ressaltadas em roxo</i>	56
<i>Figura 33 - Sobreposição dos polos (111) - gama e (110) - gama, indicados pelos pontos roxos, às figuras de polo (110) - alfa e (111) - alfa. As setas pretas indicam regiões onde ocorre sobreposição das curvas de nível</i>	56
<i>Figura 34 - Figuras de polo (110) - alfa e (100) - alfa</i>	57
<i>Figura 35 - Em a), figura de polo da fase gama (111) representada pelos (pontos roxos) sobrepostos à figura de polo da fase alfa (110). Em b), figura de polo da fase gama (110) sobreposta na figura de polo da fase alfa (100). As setas indicam as regiões onde ocorre a sobreposição, indicando paralelismo entre os planos (110) e (100)</i>	57
<i>Figura 36 - À esquerda, o mapa de orientação da amostra com aumento 270x. À direita, os grãos de kamacita (vermelho) e taenita (verde) que foram utilizados para construir as figuras de polo discretas</i>	58
<i>Figura 37 - Figuras de polo discretas do grão de fase α-kamacita vermelho da Figura 36 e do grão de fase γ-taenita verde da Figura 36. Pontos vermelhos indicam a distribuição de kamacita e pontos azuis indicam taenita</i>	59
<i>Figura 38 - Sobreposição das figuras de polo observadas na Figura 37. As setas indicam os pontos em que há correspondência entre $(110)_\alpha/(111)_\gamma$ e $(110)_\gamma/(111)_\alpha$</i>	59
<i>Figura 39 - À esquerda, o mapa de orientação da amostra com aumento 270x. À direita, os grãos de kamacita (roxo) e taenita (verde) selecionados para a construção das figuras de polo discretas</i>	60
<i>Figura 40 - Figuras de polo discretas do grão de fase α-kamacita roxo da Figura 39 e do grão de fase γ-taenita verde da Figura 39. Pontos vermelhos indicam a distribuição de kamacita e pontos azuis indicam taenita</i>	61
<i>Figura 41 - Sobreposição das figuras de polo observadas na Figura 37</i>	61
<i>Figura 42 - Figuras de polo $(110)_\alpha$ e $(100)_\alpha$, construídas a partir do grão roxo</i>	62

<i>Figura 43 – Sobreposição das figuras de polo (111)γ e (110)γ às figuras de polo (110)α e (100)α, respectivamente. Pontos vermelhos indicam a distribuição de kamacita e pontos azuis indicam taenita. As setas indicam as regiões onde ocorre os pontos vermelhos e azuis coincidem</i>	<i>62</i>
<i>Figura 44 - Mapa de Orientação com filtro de Índice de Qualidade com aumento 270 x. A seta branca indica os pontos em que foram realizadas medidas de desorientação dentro da kamacita.....</i>	<i>64</i>
<i>Figura 45 - Gráfico de desorientação (medida em graus) dentro de um grão de kamacita e relação à distância à extremidade da seta branca da Figura 43.....</i>	<i>64</i>
<i>Figura 46 - Mapa de Orientação com filtro de Índice de Qualidade com aumento 270 x. A seta branca indica os pontos em que foram realizadas medidas de desorientação dentro da taenita</i>	<i>65</i>
<i>Figura 47 - Gráfico de desorientação (medida em graus) dentro de um grão de taenita e relação à distância à extremidade da seta branca da Figura 45.....</i>	<i>66</i>
<i>Figura 48 - Figuras de polo dos planos (001), (110), (111) e (211), do grão vermelho, da parte superior à macla (pontos vermelhos) e inferior à macla (pontos pretos).....</i>	<i>67</i>
<i>Figura 49 - Sobreposição das figuras de polo da Figura 49. As setas indicam os pontos onde os pontos vermelhos e pretos coincidem.....</i>	<i>67</i>
<i>Figura 50 - Composição química medida por EDS em diferentes pontos da taenita.</i>	<i>68</i>
<i>Figura 51 - Medida de composição no EDS da fase kamacita.....</i>	<i>68</i>

ÍNDICE DE TABELAS

<i>Tabela 1 - Classificação dos sideritos de acordo com a composição</i>	<i>20</i>
<i>Tabela 2 - Relações de orientação Kurdjumov-Sachs e Nishiyama-Wasserman.....</i>	<i>33</i>
<i>Tabela 3 - Dados catalogados do Meteorito NWA 859.....</i>	<i>43</i>
<i>Tabela 4 - Composição Química do Meteorito NWA 859.....</i>	<i>44</i>
<i>Tabela 5 - Parâmetros das três análises EBSD realizadas.....</i>	<i>46</i>
<i>Tabela 6 - Ângulos entre planos da Kamacita e da Taenita calculados a partir do software.....</i>	<i>63</i>

LISTA DE ABREVIATURAS

CCC	Cúbico de Corpo Centrado
CFC	Cúbico de Faces Centradas
EBSD	Electron Back-Scattered Diffraction (Difração de Elétrons Retroespalhados)
K-S	Relação de orientação Kurdjumov-Sachs
N-W	Relação de orientação Nishiyama-Wasserman

1. INTRODUÇÃO

Os meteoritos despertam a curiosidade humana desde a Antiguidade, tendo feito parte da cultura e religião de inúmeros povos. Além de adorados como relíquias sagradas, também foram utilizados como fonte de minério de ferro em diversas civilizações antes do domínio do processo de redução do minério de ferro.

Mais tarde, tiveram grande importância no desenvolvimento científico: em 1863 um meteorito metálico foi utilizado por Henry Sorby, no primeiro estudo metalográfico conduzido, em uma época em que parecia absurdo estudar uma rocha utilizando um microscópio. [1] O primeiro diagrama de fases de ferro-níquel construído também se baseou uma amostra de meteorito. O resfriamento muito lento dos meteoritos, próximo à situação de equilíbrio, faz com que esses materiais sejam excelentes para o estudo das transformações de fase.

Sem dúvida, os meteoritos tiveram importante papel no desenvolvimento da metalurgia. Com o aprimoramento das técnicas de caracterização de materiais, o inverso também passou a ser uma realidade – atualmente geólogos e astrônomos se valem de métodos de estudos de metais para tentar compreender a origem do sistema solar, o processo de formação e resfriamento de corpos parentais e até mesmo a distribuição de elementos na crosta terrestre.

Neste cenário, a técnica EBSD (Difração de Elétrons Retroespalhados) se destaca como uma das principais ferramentas de análise de microestrutura, pois a partir do conjunto de dados gerados é possível realizar uma variada gama de análises, que inclui estudar as fases presentes na amostra e a relação de orientação entre elas.

2. OBJETIVOS

Este trabalho tem como objetivos:

- 1) Caracterizar a microestrutura de uma amostra do meteorito NWA 859 Taza.
- 2) Avaliar com auxílio da técnica EBSD, a existência das relações de orientação entre as fases kamacita e taenita.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Meteoritos

Meteoro é o fenômeno da passagem de um corpo sólido espacial - um meteoróide - geralmente originado de colisões entre cometas ou asteroides, que ao entrar na atmosfera da terra produz um efeito luminoso, e por isso são popularmente conhecidos como estrelas cadentes. O termo meteoro vem do grego *meteoros*, que significa "originado na atmosfera". Meteoritos são meteoros que conseguem atingir o solo terrestre após passarem pela atmosfera. [2]

Os meteoritos são objetos de estudo muito importantes para a humanidade. Antes da ida à lua e da invenção das sondas espaciais, os meteoritos eram os únicos materiais extraterrestres com os quais o homem tinha realmente contato. Enquanto estrelas, meteoros, o sol e outros planetas são estudados a partir das radiações visíveis e invisíveis que emitem, os meteoritos permitem análise física, química e mineralógica. [2]

O estudo de composição de meteoritos permite chegar a importantes conclusões sobre o desenvolvimento e a composição do nosso próprio planeta. Esses estudos permitem entender, por exemplo, a distribuição de materiais dentro da Terra, o que pode levar a conclusões importantes acerca de depósitos minerais que possuem relevância econômica. [2]

3.1.1 Histórico

O estudo científico dos meteoritos começou apenas há cerca de 200 anos atrás, mas a sua manipulação pelo homem começou muito antes disso. Na antiguidade esse tipo de fenômeno causava um intenso medo e curiosidade e era muito associado à mitos e religiões. Os meteoritos eram provavelmente utilizados em tribos inuítes e africanas como fonte de ferro metálico muito antes do domínio do processo de redução de minério de ferro. [2]

Estudos linguísticos demonstram que em muitas línguas a palavra ferro está relacionada às palavras "céu" ou "estrela". Por exemplo, em grego a palavra *sideros* significa ferro, e em latim a palavra *sidera* significa estrela. Em egípcio, a palavra utilizada para designar o ferro significa "metal proveniente do céu". [2]

Embora algumas civilizações nativas na Austrália, América e África não tenham feito uso do ferro proveniente dos meteoritos, outras, como egípcios, chineses, gregos e romanos demonstraram grande interesse acerca dos meteoritos e deixaram muitos registros sobre quedas observadas e meteoritos encontrados. A Grande Enciclopédia Chinesa possui registrados de mais de 200 anos de quedas observadas. Em Nogata, no Japão, um meteorito foi preservado no santuário de Shinto por mais de 1000 anos depois de ter caído em um templo acompanhado de um raio. [2] O meteorito Willamette, de 15 toneladas, era adorado pelos nativos norte americanos como uma rocha sagrada. [3]

A Iron Man é uma estátua que supostamente representa a divindade budista *Vaisravana* e foi encontrada pelos alemães no Tibet na década de 1930. Estudos comprovaram que a estátua foi manufaturada a partir de um fragmento de meteorito. A escolha desse material tão inapropriado para uma escultura indica que o artista provavelmente o escolheu por acreditar que o meteorito possuía atributos divinos. A foto da estátua Iron Man pode ser observada na Figura 1. [3]



Figura 1 - Estátua Iron Man, feita a partir do fragmento de um meteorito [3]

Também na Roma Antiga, os meteoritos eram vistos como uma mensagem dos deuses, e por isso eram guardados como relíquias sagradas. Após a morte de César, imperador de Roma, foram manufaturadas moedas especiais feitas a partir de metal meteórico. [2]

Lendas árabes de espadas que garantiram aos seus donos invulnerabilidade também decorrem do uso de meteoritos para produção de armas. Acredita-se também que a Pedra Negra, em Kaaba, que segundo a religião Islã caiu do céu no tempo de Adão e Eva, seja um meteorito, mas essa hipótese não foi cientificamente comprovada. [2]

Recentemente, em um sítio arqueológico em Gerzeh, no Egito, foram encontrados túmulos que continham contas metálicas de ferro. Uma das contas está ilustrada na Figura 2: [4]



Figura 2 - Imagem da conta encontrada em um túmulo na necrópole de Gerzeh. Atualmente o objeto está no Museu de Manchester [4]

Apesar das amostras estarem bastante comprometidas devido à oxidação, uma análise feita pela British Association for the Advancement of Science determinou a composição como sendo 7,5% níquel e 92,5% ferro. Buchwald realizou análises em MEV e Tomografia Raio X que confirmaram que o tubo metálico encontrado no tubo era feito de material proveniente de meteorito. [4]

Já na época da Idade Média, os meteoritos continuaram a ser vistos como uma mensagem divina, mas, diferentemente do viés positivo da Antiguidade, desta vez eram interpretados como um sinal de ira e castigo. [2]

Durante muito tempo na história da humanidade os meteoritos estiveram presentes em poemas, canções e lendas antigas, sendo um importante elemento da cultura de diversos povos. [2]

Mais tarde, no século XVIII, durante o Iluminismo, os cientistas passaram a ver os registros antigos de quedas de meteoritos como exagerados e fantásticos, e muitos cientistas passaram inclusive a negar a possibilidade de um objeto metálico cair do céu. O primeiro físico a escrever um ensaio científico sobre meteoritos foi Ernst

Chladni, que, em seu livro publicado em 1794 descreveu diversos relatos de quedas. O livro causou grande resistência e recebeu duras críticas da comunidade científica da época. Anos mais tarde, no entanto, suas teorias foram gradualmente aceitas e o estudo dos meteoritos foi reconhecido como ciência. [2]

Historicamente, até a história da metalografia foi motivada pelo estudo dos meteoritos. A construção do primeiro diagrama de fases ferro-níquel foi baseada em informações provenientes de meteoritos metálicos.

O estudo da macro e microestrutura de meteoritos proveem informações que podem ser úteis na avaliação tanto da estrutura interna da Terra quanto da história do nosso sistema solar. Eventos de colisão a altas velocidades no cinturão de asteroides resultam em meteoritos se dirigindo em direção à Terra. As colisões produzem deformações únicas na microestrutura. Devido às taxas de resfriamento serem da ordem de alguns graus por milhões de anos, meteoritos metálicos podem apresentar grãos metálicos da ordem de metros antes dos eventos de colisão. Estas baixas taxas de resfriamento resultam em transformações de fase que ocorrem em condições próximas às condições de equilíbrio. Por isso, o estudo de fragmentos de meteoritos é importante para estudar transformações de fase, comportamento dos materiais a altas deformações e a origem do Universo. [6]

3.1.2 *Classificação dos Meteoritos*

Meteoritos são compostos basicamente por três fases: silicatos, metais e sulfetos. Dependendo da proporção entre silicatos e metais eles são divididos em três classes: rochosos (aerólitos), metálicos (sideritos) e mistos (siderólitos). Os aerólitos são divididos em condritas (possuem silicatos arredondados chamados côndrulas) e acondritas (não apresentam estas estruturas). [7]

A Figura 3 ilustra a classificação dos meteoritos de acordo com a composição.

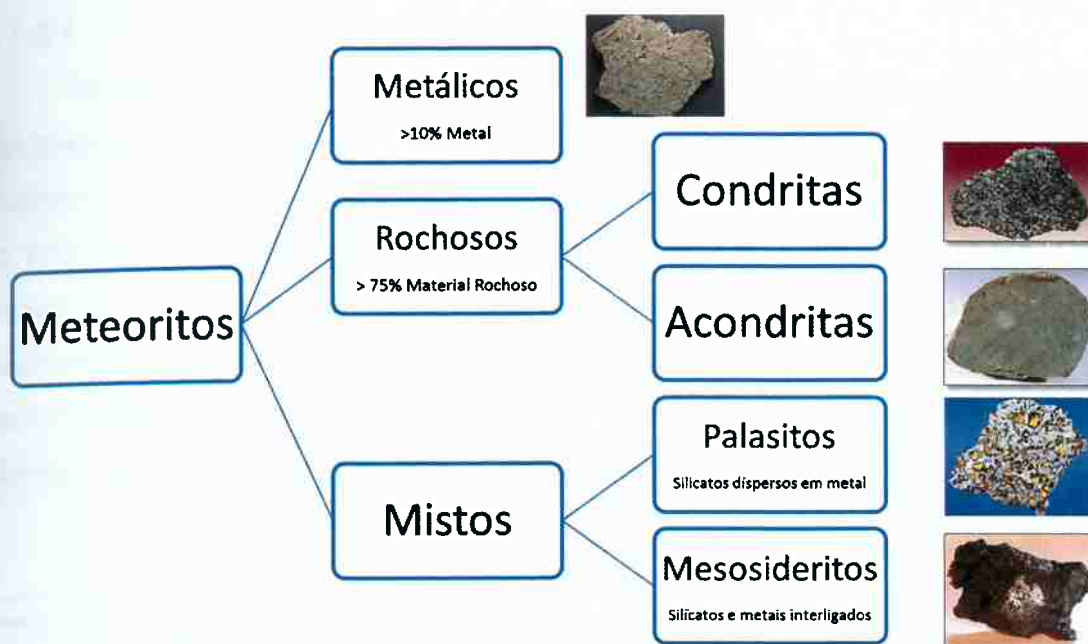


Figura 3 - Classificação dos meteoritos [2]

Quanto ao tamanho, os meteoritos apresentam um grande intervalo. Em uma extremidade está a poeira cósmica, termo que designa partículas de tamanho inferior a 0,1mm. Por serem tão pequenas, essas partículas apresentam uma enorme relação entre superfície e volume, de modo que elas não são fundidas ao entrarem na atmosfera terrestre, pois o calor gerado é perdido por radiação. No outro extremo, tem-se o meteorito de 10 toneladas encontrado na Cidade do México. Meteoritos tão grandes são raros, pois a maioria sofre grande perda de massa no momento de entrada na atmosfera. [2]

3.1.3 Meteoritos Metálicos

Sideritos (ou meteoritos metálicos) são ligas de Ferro-Níquel contendo pequenas quantidades de cobalto, fósforo, enxofre e carbono. O teor de Níquel varia de no mínimo 5,1 até 60% em massa, mas a maioria dos sideritos encontrados possui entre 5 e 12% em massa de níquel. O teor de Fe-Ni em um siderito corresponde a mais de 90% de sua massa. [8]

Os 10 maiores meteoritos encontrados pesam mais de 10 toneladas cada e a maioria são formados por monocristais de taenita (Fe-Ni CFC) que solidificaram lentamente no corpo parental (corpo celeste que deu origem ao meteorito). [8]

3.1.3.1 Classificação dos Meteoritos Metálicos

Medidas do teor de Ga e Ge em sideritos mostraram que os meteoritos podem ser classificados em quatro grupos (I-IV) de acordo com a composição desses elementos. Posteriormente, Wasson (1967) e Wasson et al. (1998) analisaram cerca de 700 meteoritos, inicialmente a respeito do teor dos elementos Ni, Ga, Ge e Ir e depois também de Cr, Co, Cu, As, Sb W, Re, Pt e Au, utilizando análise por ativação neutrônica. Este trabalho resultou na expansão dos grupos de classificação dos meteoritos para 14, como mostra a Tabela 1. Cerca de 15% dos sideritos analisados não se enquadram nesses grupos e por isso estão tabelados como desagrupados. [8]

Tabela 1 - Classificação dos sideritos de acordo com a composição [8]

Group	Number	Ni (wt%)	Structure ^b	Example	Reference
IAB ^c	~110	6-60	Og-D	Canyon Diablo	Choi et al. (1995)
IC	11	6-7	Ogg, Og	Bendego	Scott and Wasson (1976)
IIAB	78	5.3-6.5	H, Ogg	Coahuila	Wasson et al. (2007)
IIC	8	9.3-11.5	Opl	Ballinoo	Wasson (1969)
IID	21	9.6-11.1	Om, Of	Carbo	Wasson and Huber (2006)
IIE	17	7.2-9.5	Og-Of	Weekeroo Sta.	Wasson and Wang (1986)
IIF	6	11-14	Opl, D	Corowa	Kracher et al. (1980)
IIG	6	4.1-4.9	H	Bellsbank	Malvin et al. (1984)
IIIAB	~220	7.1-10.6	Om	Cape York	Wasson (1999)
IIICD ^c	12	12-23 ^d	Of-D	Tazewell	Choi et al. (1995)
IIIE	14	8.1-9.6	Og	Kokstad	Malvin et al. (1984)
IIIF	8	6.8-8.5	Og, Om	Clark Co.	Kracher et al. (1980)
IVA	61	7.5-12	Of	Gibeon	Wasson and Richardson (2001)
IVB	14	16-18	D	Hoba	Walker et al. (2008)
Ungrouped ^c	~110	6-35	Ogg-D	Butler	Scott (1979), Wasson (1990)

Além da classificação química, existe a classificação estrutural, que segrega os meteoritos em octadritos, hexadritos e ataxitos. A natureza e a escala da kamacita (fase α) observada nos meteoritos é uma das maneiras utilizadas para classificá-los. Hexadritas são meteoritos de kamacita monofásica com teor de níquel variando entre 5 e 6.5% em massa. Octadritas possuem estruturas de Widmanstätten visíveis a olho nu, com kamacitas de largura entre 0,2 a 3 mm e teor de níquel entre 6 e 12% em massa. Nas octadritas, o teor de níquel é geralmente inversamente proporcional à largura da kamacita. Ataxitas possuem estruturas de Widmanstätten microscópicas e o teor de níquel varia entre 10 a 20% em massa. [8]

A presença de P, S e C em sideritos leva à formação de precipitados como a schreibersita ($(\text{FeNi})_3\text{P}$), troilite (FeS), cohenita ($(\text{FeNi})_3\text{C}$) e outros carbonetos de Fe-Ni. [8]

3.1.3.2 . *Origem dos Meteoritos Metálicos*

Apesar de os meteoritos serem estudados há muitos anos, não existe uma teoria definida sobre a sua origem. No entanto, alguns fatos acerca dos meteoritos são conhecidos: [9]

- Segundo análises químicas e mineralógicas de meteoritos de diferentes classes, todos são aparentemente provenientes de um mesmo material parental. [9]
- Meteoritos compartilham da mesma origem do resto do sistema solar. [9]
- A formação de meteoritos metálicos pode geralmente ser explicada pela fusão e subsequente diferenciação do material de composição condrítica (rochosa).
- Sideritos foram formados a partir de uma grande massa de Fe-Ni fundido que foram cristalizados e resfriaram muito lentamente. [9]
- Medidas de idade indicam que os metais dos meteoritos analisados foram cristalizados cerca de $4,5 \times 10^9$ anos atrás. [9]

As principais teorias aceitas para a origem dos meteoritos diferem essencialmente no diâmetro do corpo parental.

A primeira teoria propõe corpos parentais que possuem raio intermediário entre o da Lua (raio de 1737km) e da Terra (6371km). A segunda teoria sugere que corpos parentais de tamanhos semelhantes ao da Lua se quebraram após o resfriamento em corpos secundários do tamanho de asteroides. Já de acordo com a terceira teoria, os corpos parentais possuem raio de até 250km. [9]

Ringwood (1961) descreve a formação de meteoritos da seguinte maneira: um grande corpo, com alta pressão interna é formado e aquecido pela sua própria radioatividade. Devido ao aquecimento, o corpo funde parcialmente, resultando na diferenciação entre um núcleo metálico e um manto condrítico (rochoso). O corpo então passa por um resfriamento, que dá origem à estrutura de Widmanstätten formada no núcleo de Fe-Ni. Depois, o corpo colide com outro, fragmentando-se. Essa teoria explicaria a origem de cohenitas de alta pressão e diamantes de grande tamanho encontrados dentro de meteoritos. Uhlig (1954) postulou que uma pressão de cerca de 10^5 atmosferas é necessária para a formação da estrutura de Widmanstätten em meteoritos metálicos com teor de níquel superior a 13%. [9] Em dois sideritos reportados foram encontrados diamantes mas apenas um deles teve

seus diamantes verificados por raios-X. A presença de diamantes é um forte argumento a favor da teoria de alta pressão. [7]

No entanto, também existem fortes argumentos contra a teoria da alta pressão. Allan e Jacobs (1956) calcularam que um corpo do tamanho da Lua não poderia fundir apenas pela sua própria radioatividade e ainda resfriar até a temperatura de formação da estrutura de Widmanstätten. Além disso, análises de sideritos indicam que a fase de kamacita em octadritas possui cerca de 7% em massa de níquel. Este teor de níquel é incompatível com os limites de solubilidade da kamacita a 50.000 atm. [9]

Foi proposto então que os meteoritos pudessem se formar à baixa pressão, e que a diferenciação ocorresse devido à aquecimentos localizados provenientes de reações químicas, formando um núcleo de alta pressão, onde os diamantes pudessem ser formados. Após colisões, o grande meteorito de diâmetro semelhante ao lunar se fragmentaria. No entanto, essa teoria é pouco provável, pois seria extremamente difícil quebrar o corpo parental tão grande sem que tenha ocorrido fusão. Além disso, a maior parte das condritas encontradas possuem composição uniforme, o que descarta a possibilidade de terem ocorrido aquecimentos localizados. [9]

Cristobalita, que é formada a pressões abaixo de 5000 atm, foi encontrada em sideritos. Análises demonstraram que as interfaces entre as fases α e γ apresentam composições compatíveis com o diagrama de equilíbrio Fe-Ni a baixa pressão. Os contra-argumentos à teoria da baixa pressão são que ataxitas (sideritos contendo teor de níquel superior a 16%) não apresentam padrão de Widmanstätten e diamantes e cohenita são instáveis a baixas pressões. [9]

Mais recentemente, foi proposto que os meteoritos que contém diamantes foram originados de um planeta, de dimensão entre Mercúrio e Marte. De acordo com esse estudo, só em um corpo planetário poderia ter havido a pressão necessária para a formação de um diamante. [10]

3.1.3.3 *Estrutura de Widmanstätten*

A estrutura de Widmanstätten foi descoberta independentemente por Thomson e por von Widmanstätten, em 1804 e 1808, respectivamente. O estudo da estrutura de Widmanstätten é a chave para compreender o tamanho, pressão interna e a história térmica do corpo parental. Estabelecendo parâmetros que controlam a

formação da estrutura de Widmanstätten, é possível tentar determinar as condições nas quais os meteoritos foram de fato formados. [9]

A estrutura de Widmanstätten contém duas fases: a kamacita (α -CCC, ferrita) e a taenita (γ -CFC, austenita).

A kamacita é definida como ferro ferrítico com até 7.5% Ni em solução sólida proveniente de um meteorito. O termo foi cunhado em 1861 por Reichenbach, o que significa que a kamacita foi reconhecida em meteoritos antes da ferrita ser identificada no aço. A palavra kamacita tem origem do grego *kamask*, que significa ripa ou viga. [11]

A taenita é austenita cúbica de face centrada com mais de 25% de níquel em solução sólida encontrada em um meteorito. [11]

Um outro termo, Plessita, é utilizado para se referir a estruturas que não são kamacita nem taenita, e sim uma fina mistura de ambas. [11]

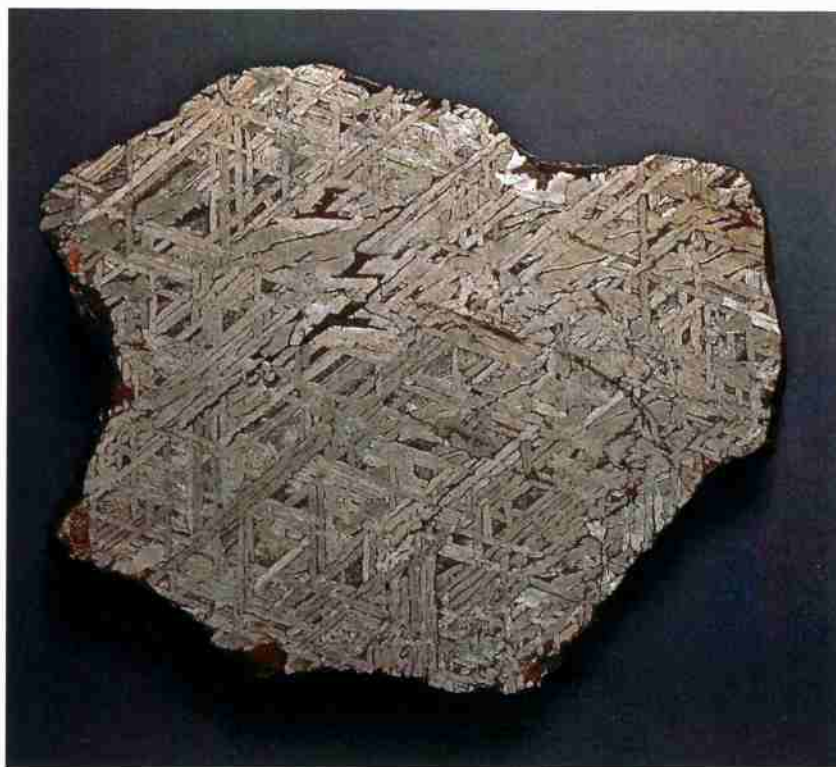


Figura 4 - Estrutura de Widmanstätten em um meteorito metálico [8]

A explicação convencional para a formação da estrutura de Widmanstätten se baseia no diagrama de equilíbrio Fe-Ni. Um meteorito com uma determinada composição inicialmente é composto pela fase taenita (γ). Ao resfriar, passa pela

região bifásica de $\alpha + \gamma$, onde a kamacita nucleia preferencialmente nos planos octaédricos $\{111\}$ da taenita, formando a estrutura de Widmanstätten. [9]

Em um meteorito com 10% Ni, por exemplo, a kamacita começa a precipitar quando a temperatura cai abaixo de 700°C, como pode ser observado no diagrama de fases da Figura 5. Com a redução da temperatura, a difusão do níquel da fronteira α/γ para a taenita se torna mais lenta devido à redução da taxa de difusão. Como consequência, o níquel é depositado na fase taenita próxima à interface α/γ (600 °C), enquanto a composição no centro da taenita permanece com o mesmo teor de níquel que tinha a 500°C. [9]

Enquanto os meteoritos estão resfriando (550, 500°C), as áreas pobres em níquel da fase γ são progressivamente super-resfriadas abaixo do equilíbrio e ocorre a precipitação da fase α . Como resultado dessa precipitação obtém-se uma fase $\alpha + \gamma$, conhecida como plessita. [9]

A kamacita possui um formato bidimensional (laminar). Continuando o resfriamento, a kamacita cresce às custas da taenita. [8], [9]

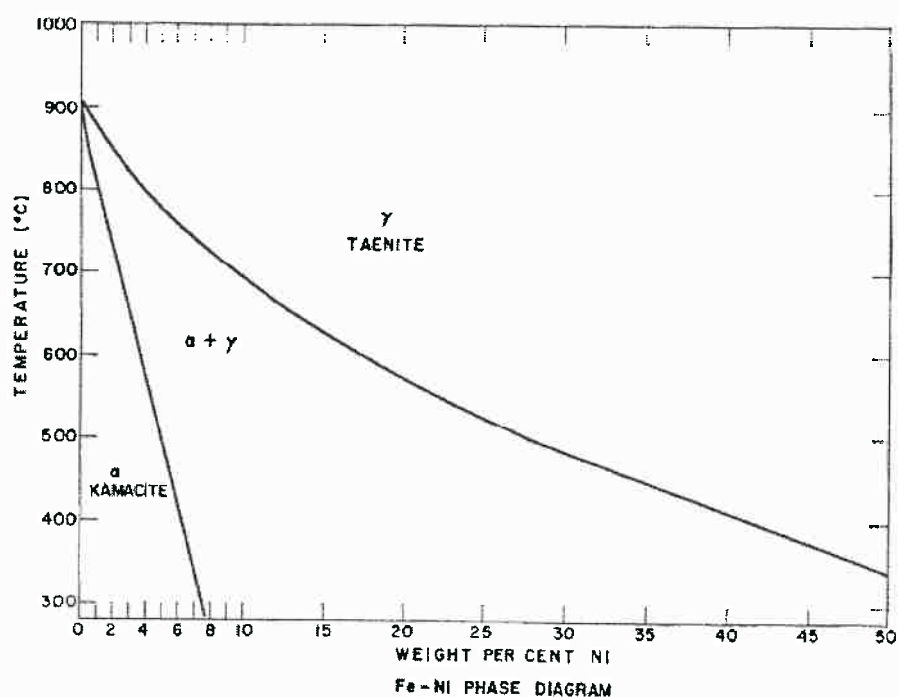


Figura 5 - Diagrama Fe-Ni [9]

Na descrição da formação da estrutura de Widmanstätten é essencial levar em consideração a inibição do crescimento da fase α devido aos baixos coeficientes de difusão e o decrescimento da largura da fase α conforme o teor de Ni do meteorito aumenta. Por isso, em octadritas a largura das agulhas de kamacita é geralmente inversamente proporcional ao teor de níquel. [9]

Existem evidências de que não é possível nuclear uma fase α em uma fase monocristalina γ antes que se forme uma fase martensítica α_2 . Reisener e Goldstein (2003) mostraram que a única maneira de uma fase α se formar durante o resfriamento de ligas Fe-Ni é por nucleação em contornos de grão. Deste modo, essa transformação não poderia ocorrer em um monocristal. [12]

Apesar dos meteoritos serem majoritariamente compostos por ferro e níquel, apresentam muitos outros elementos de menor teor em sua composição. Entre eles o fósforo se destaca devido à forte influência que exerce na temperatura de nucleação e na taxa de difusão do níquel conforme a estrutura de Widmanstätten se desenvolve. [8] Estudos experimentais demonstram que o fósforo, que está presente em meteoritos em até 2% em massa, possui uma influência significativa no desenvolvimento das estruturas de Widmanstätten. Isso porque a presença de fósforo modifica as interfaces $\alpha/(\alpha+\gamma)$ e $\gamma/(\alpha+\gamma)$ no diagrama de fases Fe-Ni, afetando os mecanismos de nucleação e crescimento da estrutura de Widmanstätten. [12]

Diversos estudos experimentais demonstraram que a kamacita α nucleia a partir de um monocristal de taenita em ligas de Fe-Ni contendo alto teor de P (por exemplo, uma liga de composição 0,3% P e 9,8% Ni), mas não em ligas de Fe-Ni contendo baixo teor de P (por exemplo, uma liga de composição 0,15% P e 9% Ni). [12]

No entanto, é possível observar estruturas de Widmanstätten até mesmo em meteoritos IVA com teores muito baixos de P (0,02% P, Jarosewich 1990; 0,005% P, Buseck et al. 1967 e 0,01% P Ruzicka 2003). Deste modo, é plausível presumir que outro mecanismo de transformação de fase controle a formação da estrutura de Widmanstätten em metais meteoríticos com baixo teor de fósforo. [12]

Yang e Goldstein fizeram uma avaliação sobre cinco mecanismos que podem explicar a formação da estrutura de Widmanstätten em meteoritos metálicos e

propuseram um quinto novo mecanismo para metais meteoríticos com baixo teor de fósforo: [12]

- Método I: Diagrama de Fases Fe-Ni

Utilizando simulações de computador, Wood (1964) e Goldstein e Olgvie (1965) utilizaram o mecanismo I para simular o crescimento de estruturas de Widmanstätten e obter as taxas de resfriamento dos corpos parentais. Neste estudo não foram incluídos os efeitos de outros elementos (P, C, S, Co, etc) no diagrama Fe-Ni. Estes autores descobriram ser necessário um super-resfriamento significativo (100-200°C) abaixo da curva $\gamma/(\alpha+\gamma)$ para que fosse alcançada a composição de Ni medida. [12]

Através de experimentos com ligas Fe-Ni, ficou evidenciado que não é possível nuclear a fase α diretamente a partir de um monocristal de taenita antes que seja formada martensita (fase α_2). No entanto, experimentos utilizando ligas de Fe-Ni-P demonstram que a fase α nucleia diretamente a partir de um monocristal de taenita antes que a martensita seja formada. [12]

O diagrama ternário Fe-Ni-P pode ser utilizado para explicar a formação da estrutura de Widmanstätten. A Figura 3 mostra secções isotérmicas a três diferentes temperaturas (850, 650 e 550°C). O processo de resfriamento de uma liga Fe-Ni-P com baixo teor de P pode ser acompanhado na figura através das amostras "B" e "C". [12]

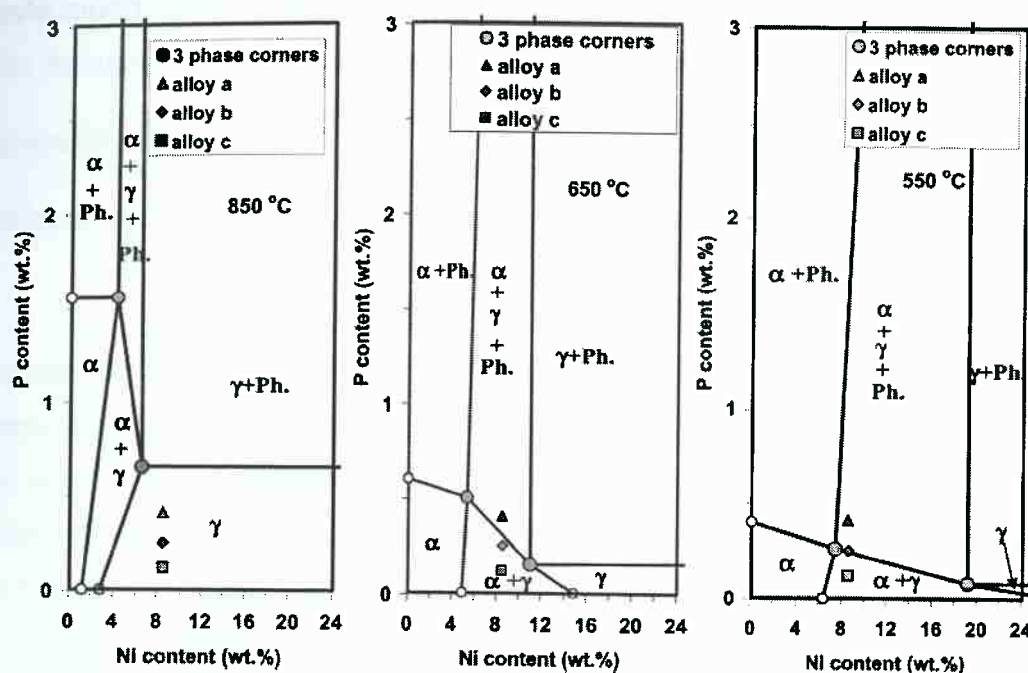


Figura 6 - Seções isotérmicas do diagrama Fe-Ni-P a 850, 650 e 550°C [12]

Iniciando o resfriamento a partir de uma fase γ , esses autores assumem que α nucleia a partir da interface $\gamma/(\alpha+\gamma)$ ou na região bifásica $\alpha+\gamma$ do diagrama Fe-Ni-P. Cálculos realizados por Moren e Goldstein (1979) mostram que um super-resfriamento de 120-190°C abaixo do equilíbrio $\gamma/(\alpha+\gamma)$ mostrado no diagrama Fe-Ni-P ocorreu em 9 dos 12 meteoritos IVA analisados. Para meteoritos IVA com baixo teor de fósforo, um super-resfriamento de 65-200°C foi calculado. Rasmussen et al. (1995) utilizou o mesmo mecanismo e método de cálculo em suas análises e registrou um super-resfriamento de 150 a 180°C abaixo do equilíbrio $\gamma/(\alpha+\gamma)$ para metais com alto teor de fósforo e para meteoritos IVA com baixo teor de fósforo não foi registrado super-resfriamento. [12]

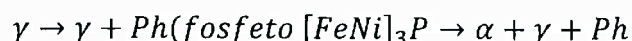
Os problemas relacionados ao mecanismo I são:

- 1) Narayan e Goldstein (1984) mostraram experimentalmente que α não nucleia a partir de um monocristal de taenita em ligas Fe-Ni com baixo teor de P. A kamacita não pode nuclear na região bifásica $\alpha+\gamma$ do diagrama ternário até que γ esteja saturado em P.
- 2) A temperatura de nucleação da fase α é abaixo da linha $(\alpha+\gamma)/(\alpha+\gamma+\text{Ph})$ ou abaixo da M_s (temperatura de início da transformação martensítica) para os meteoritos IVA com baixo teor de P cuja fase α nucleia sob um super-resfriamento significativo.

Deste modo, o mecanismo I ($\gamma \rightarrow \alpha + \gamma$) não pode explicar de maneira efetiva a formação da estrutura de Widmanstätten. [12]

- Mecanismo II

Goldstein e Doan (1972) propuseram que a reação:



em diagramas ternários Fe-Ni-P podem produzir uma estrutura de Widmanstätten. Este mecanismo foi observado experimentalmente através do resfriamento de ligas Fe-Ni com alto teor de P. A nucleação de α depende da entrada no campo $\alpha + \gamma + Ph$. Fosfetos devem estar presentes na fase γ . A fase γ (taenita) presente no meteorito mantém a orientação do monocristal de taenita original. A fase α (kamacita) presente forma um padrão de Widmanstätten com orientação do plano $\{1\ 1\ 0\}$ CCC paralela à da taenita – CFC $\{1\ 1\ 1\}$. Meteoritos que entram no campo trifásico $\alpha + \gamma + Ph$ através do campo $\gamma + Ph$ são definidos como meteoritos com alta concentração de fósforo. No entanto este mecanismo é incapaz de explicar a formação de estruturas de Widmanstätten em ligas Fe-Ni com baixo teor de P. [12]

- Mecanismo III:

Narayan e Goldstein (1984) descobriram experimentalmente que uma fase α não nucleia se o teor de P não for suficiente para entrar no campo $\alpha + \gamma + Ph$ por meio do campo $\gamma + Ph$, e é resfriado através do campo binário $\alpha + \gamma$. A fase α nucleia apenas se apenas quando γ está saturado de P e entra no campo $\alpha + \gamma + Ph$. [12]

A reação $\gamma \rightarrow (\alpha + \gamma) \rightarrow \alpha + \gamma + Ph$ é chamada mecanismo III.

A designação $(\alpha + \gamma)$, indica que a liga passa pelo campo $\alpha + \gamma$, porém sem a formação de kamacita.

Assim como no mecanismo II, no mecanismo III é observado que a microestrutura do meteorito mantém a orientação cristalina do monocristal de taenita original. A fase α – kamacita forma uma estrutura de Widmanstätten com orientação de CCC $\{1\ 1\ 0\}$ paralelo à orientação CFC $\{1\ 1\ 1\}$ da taenita. [12]

Os problemas relacionados ao mecanismo III são:

1) A temperatura de nucleação da kamacita é muito baixa ($<500^{\circ}\text{C}$) para meteoritos com baixo teor de P. Através de cálculos, é possível concluir que não é possível que uma estrutura de Widmanstätten cresça até os tamanhos observados em meteoritos com baixo teor de P a temperaturas abaixo de 500°C . Deste modo, o mecanismo III não pode ser aplicado para meteoritos com baixo teor de P.

2) A nucleação de martensita α_2 ocorrerá quando a temperatura M_s for maior que a temperatura na qual um meteorito de determinada composição ultrapassa a fronteira $(\alpha+\gamma)/(\alpha+\gamma+\text{Ph})$. Neste caso, a fase α_2 é formada antes da formação de kamacita pelo mecanismo III. Quando a fase α_2 é formada antes que seja alcançada a fronteira $(\alpha+\gamma)/(\alpha+\gamma+\text{Ph})$, a formação de fase α é suprimida.

Logo, o mecanismo III é aplicável apenas para um intervalo restrito de temperatura/teor de níquel, como demonstra a Figura 4. [12]

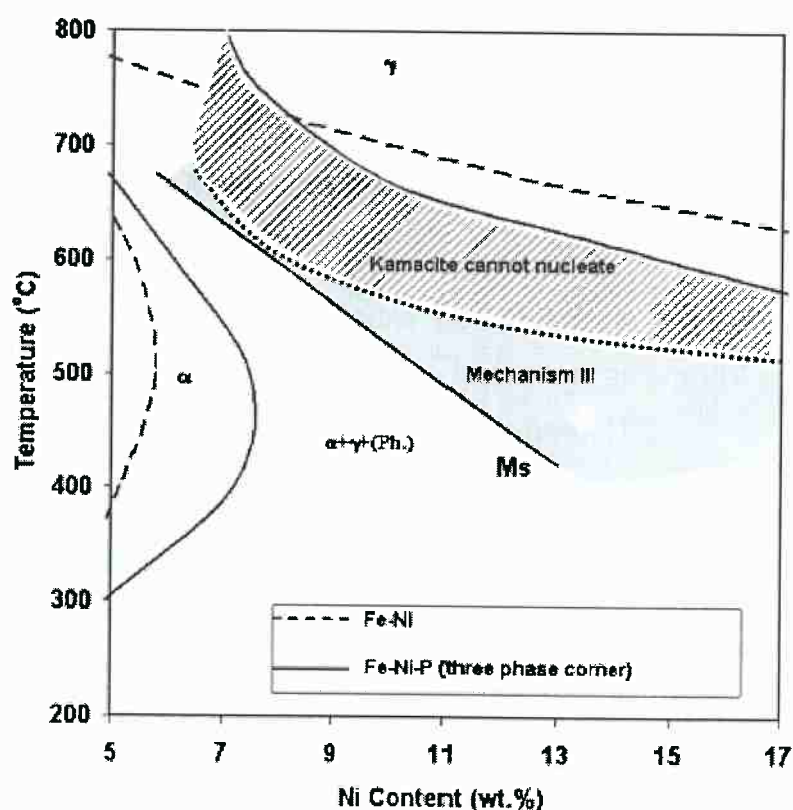


Figura 7 - Região do diagrama Fe-Ni onde o mecanismo III pode ser aplicado [12]

A temperatura máxima em que o mecanismo III pode ser aplicado é determinada pela interface $(\alpha+\gamma)/(\alpha+\gamma+\text{Ph})$. A temperatura mínima de aplicação desse

mecanismo é determinada pela intersecção entre a interface $(\alpha+\gamma)/(\alpha+\gamma+Ph)$ e a temperatura M_s . [12]

- Mecanismo IV:

Owen (1940) e Buchwald (1966) propuseram a reação $\gamma \rightarrow \alpha_2 \rightarrow \alpha + \gamma$ como mecanismo alternativo para a formação da estrutura de Widmanstätten em meteoritos. Esta reação é conhecida como mecanismo IV. [12]

Owen propôs que uma fase γ em alta temperatura é transformada na fase metaestável α_2 que reaquecida a temperaturas relativamente mais baixas se transforma em uma mistura de fases α e γ . [12]

Analogamente, Buchwald propôs que a formação da estrutura de Widmanstätten ocorre em uma reação de duas etapas:

- I) $\gamma \rightarrow \alpha_2$, onde ocorre a formação da martensita e
- II) $\alpha_2 \rightarrow \alpha + \gamma$, onde ocorre a decomposição da martensita a baixa temperatura.

Tanto Owen quanto Buchwald pressupõem que a fase γ se transforma completamente em α_2 e que a kamacita e a taenita da estrutura de Widmanstätten são resultado da decomposição da martensita. [12]

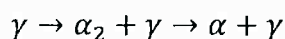
Simulações computacionais realizadas por Goldstein e Hopfe (2001) para sideritos IVA com baixo teor de P demonstraram que o mecanismo IV poderia ser um método viável de formação da estrutura de Widmanstätten. [12]

No entanto, muitos meteoritos analisados demonstraram um teor de Ni na taenita central de valor semelhante ao teor de níquel do meteorito. Aplicando o método IV, a composição da fase γ que nucleia a partir da martensita a $\sim 600^\circ\text{C}$ será $\sim 20\%$ em massa, valor muito superior à concentração de níquel no meteorito ($\sim 8\%$). Como a concentração de níquel na fase γ continua aumentando com o resfriamento, pode-se afirmar que é impossível que na taenita central a concentração de níquel seja a mesma que a concentração de níquel do meteorito. [12]

Deste modo, o mecanismo IV também não é ideal para explicar a formação da estrutura de Widmanstätten em sideritos com baixa concentração de fósforo. [12]

- Mecanismo V:

Yang e Goldstein (2003) argumentaram que não é necessário que a fase α_2 resfrie à temperatura na qual a fase γ é transformada completamente em α_2 para que a fase α_2 comece a se decompor na estrutura de Widmanstätten. A fase α_2 pode se transformar durante o resfriamento através do mecanismo V: [12]



Apesar de aparentemente semelhante ao mecanismo IV, as microestruturas resultantes e o processo de transformação de fase são bem diferentes. [12]

Taenita resfria a partir de uma alta temperatura até a temperatura 1 (T_1), que está acima de M_s . Na temperatura 2 (T_2), que é M_s , a taenita começa a se transformar em martensita α_2 , que possui o mesmo teor de níquel que a taenita. Com posterior resfriamento para a temperatura T_3 , que é ligeiramente acima da M_s , uma nova fase taenita γ nucleia na região de α_2 . A nova fase γ retém a orientação da taenita original. O conteúdo de níquel na nova fase γ é maior do que na fase γ pré-existente não transformada. Na temperatura T_4 , ligeiramente inferior à temperatura T_3 , toda a fase α_2 é transformada nas fases α e γ . A fase α formada tem o clássico padrão de Widmanstätten com as relações de orientação específicas com a taenita. Com posterior resfriamento para a temperatura T_5 , o equilíbrio é estabelecido entre as fases γ e α , e a fase α cresce na fase γ . Este processo continua até o final do resfriamento. [12]

Quatro fatores favorecem o mecanismo V em relação ao mecanismo IV: [12]

- 1) α_2 é metaestável e prefere se decompor a uma fase α estável durante o resfriamento.
- 2) α_2 decompõe em α e γ cresce de modo epitaxial na fase γ original a uma temperatura relativamente alta ($> 500^\circ\text{C}$).
- 3) Níquel pode difundir mais rapidamente tanto em α/α_2 quanto em γ a temperaturas relativamente altas.
- 4) O teor mínimo de níquel na taenita retida pode ser o mesmo teor do meteorito.

Deste modo, o mecanismo V é o que melhor explica a formação da estrutura de Widmanstätten em ligas com baixo teor de fósforo. [12]

3.1.3.4 *Relações de Orientação*

Em uma transformação de fase do tipo γ em α , é comum que a fase α seja nucleada nos contornos de grão da fase γ , visto que contornos de grão são regiões mais favoráveis à nucleação heterogênea. Deste modo, o núcleo de α formado substitui parte da superfície de separação dos grãos de γ , diminuindo sua energia de superfície. Em geral, o crescimento da ferrita na austenita ocorre com uma orientação definida, o que minimiza a energia interfacial. [13]

O crescimento da ferrita ocorre com a família de planos $\{1\ 1\ 0\}$ da estrutura CCC da ferrita paralela à família de planos $\{1\ 1\ 1\}$ da estrutura CFC da austenita, e com a família de direções $\langle 1\ 1\ 1 \rangle$ da estrutura CCC da ferrita paralela à família de direções $\langle 1\ 1\ 0 \rangle$ da austenita CFC. Essa relação foi descoberta por Kurdjumov e Sachs, e por isso ficou conhecida como relação de orientação Kurdjumov-Sachs, ou K-S. A relação K-S também pode ser descrita como uma rotação de 90° em torno da direção $\langle 1\ 1\ 2 \rangle$ ou então descrita pelos ângulos de Euler entre fase matriz e fase formada. No caso de a ferrita formar-se entre dois grãos, a relação é mantida em relação a um deles. O mesmo ocorre quando a ferrita se forma em plaquetas de Widmanstätten. As plaquetas são formadas a partir de saliências que se formam entre a interface ferrita-austenita. Quando a transformação ocorre a temperaturas mais baixas (menor velocidade de difusão) e os grãos de austenita forem grandes, são formadas plaquetas de espessura pequena, mas com grande área superficial para que ocorra difusão. Como o raio de curvatura na ponta da saliência é pequeno, o teor de carbono nessa região aumenta, e a velocidade de crescimento da saliência é alta. As plaquetas de Widmanstätten também apresentam relação de orientação cristalina K-S em relação à austenita. [13]

Outros autores importantes na descrição de relação entre orientação do cristal formado em relação a fase parental foram Nishiyama e Wasserman. A relação descoberta por eles descreve a transformação martensítica adifusional observada em uma liga de ferro contendo em torno de 30% Ni. [14]

As relações Kurdjumov – Sachs e Nishiyama – Wasserman estão expressas na Tabela 2.

Tabela 2 - Relações de orientação Kurdjumov-Sachs e Nishiyama-Wasserman [14]

Kurdjumov – Sachs (K-S)	$\{111\}_\gamma // \{011\}_\alpha$ $\langle 011 \rangle_\gamma // \langle 111 \rangle_\alpha$ Maclas
Nishiyama – Wasserman (N-W)	$\{111\}_\gamma // \{011\}_\alpha$ $\langle 112 \rangle_\gamma // \langle 011 \rangle_\alpha$

Segundo o estudo de Shek et al, nos estágios iniciais da formação da estrutura de Widmanstätten, a relação de orientação entre a austenita e a ferrita são próximas às de Kurdjumov-Sachs e Nishiyama-Wasserman e, com o crescimento das agulhas as relações de orientação na extremidade se tornam mais próximas à de Kurdjumov-Sachs. [14]

3.2 EBSD

3.2.1 A Técnica

A técnica que hoje conhecemos como EBSD (Electron Backscatter Diffraction) tem sua origem quando Kikuchi, em 1928, fez observações de difração de elétrons através de um cristal de mica. Por isso, o EBSD também é conhecido como BKD (Backscatter Kikuchi Diffraction). Apesar de Kikuchi ter feito experimentos de difração em mica em 1928, o primeiro sistema comercialmente disponível de EBSD data de 1994. Desde então, o uso da técnica EBSD aumentou ano após ano, devido à sua grande versatilidade.[15]

A técnica permite analisar microtexturas, identificar fases, distribuição de contornos de grão, microtexturas de deformação, medição de tensão, entre outros. Além disso, o EBSD realiza uma análise de difração automática rapidamente, com resolução espacial inferior a $0,5 \mu\text{m}$. [15]

Por ser uma extensão acoplada ao MEV, o EBSD conta com as vantagens do mesmo, como a capacidade de analisar amostras grandes, a possibilidade de realizar análise química em paralelo com a microestrutural e a possibilidade de analisar

superfícies rugosas. Outra vantagem da técnica EBSD é que o custo de implementação no equipamento de MEV é relativamente baixo. [15]

Para fazer qualquer análise na microestrutura de um material utilizando radiação, é necessário que o comprimento de onda do feixe de radiação utilizado seja comparável ou menor do que os espaçamentos interatômicos do cristal. Esta condição é necessária para que se forme um padrão discreto de difração. Por este motivo, feixes de elétrons são muito utilizados em caracterizações microestruturais, como no caso do MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura) e MET (Microscopia Eletrônica de Transmissão). [15] , [16]

A técnica EBSD consiste em colocar a amostra dentro da câmara do MEV, de modo que seja formado um pequeno ângulo entre o feixe incidente de elétrons e a amostra (geralmente cerca de 20°). Este ângulo tem como consequência o aumento da proporção de elétrons retroespalhados capazes de sofrer difração e escapar da superfície da amostra. [15]

Os elétrons difratados são detectados através de uma tela de fósforo, que fica fluorescente ao ser atingida pelos elétrons. Este procedimento é realizado ponto a ponto da amostra, a um passo determinado pelo usuário. A Figura 8 ilustra o esquema de funcionamento de um equipamento EBSD. [17], [18]

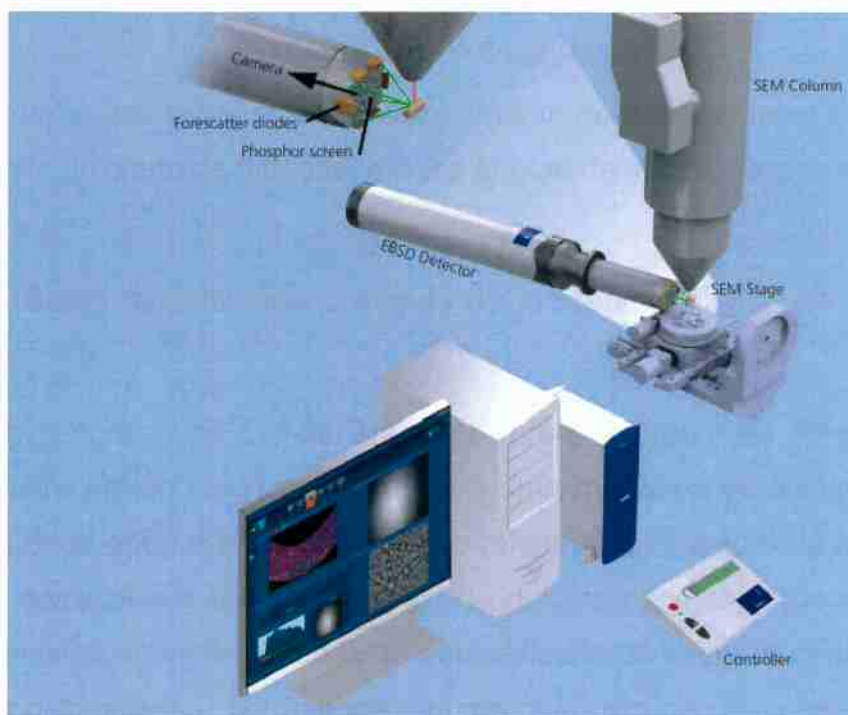


Figura 8 - Ilustração dos componentes do EBSD [17]

Os elétrons retroespalhados interagem apenas com as primeiras camadas atômicas da superfície da amostra. Deste modo, os padrões de difração obtidos via EBSD fornecem informações apenas sobre a microestrutura na superfície da amostra (aproximadamente 1mm). [18]

Quando o feixe de elétrons interage com a amostra, os átomos da amostra espalham parte dos elétrons de modo quase inelástico, com pequena dissipação de energia e formam uma fonte divergente de elétrons próxima à superfície da amostra. Alguns destes elétrons incidem em planos atômicos com ângulos que satisfazem a Lei de Bragg: [17]

$$n \cdot \lambda = 2d \sin \theta \quad [17]$$

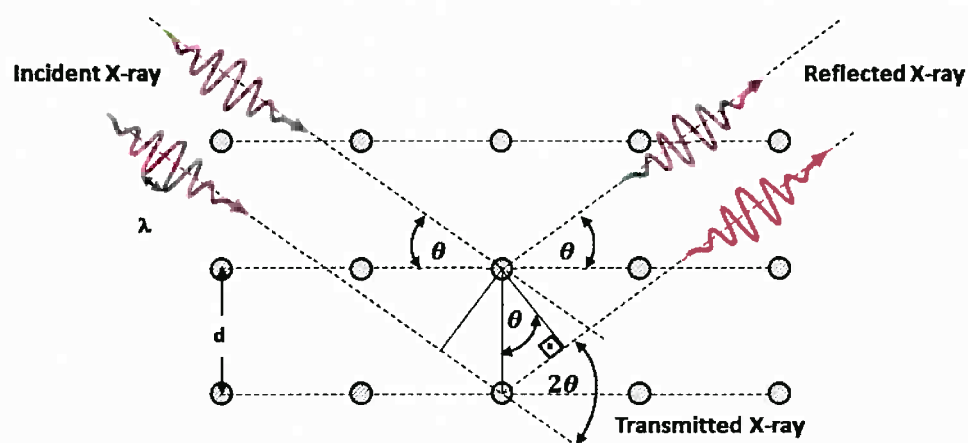


Figura 9 – Lei de Bragg [19]

Onde n é um número inteiro, λ é o comprimento de onda do feixe de elétrons, d é o espaçamento do plano de difração, e θ é o ângulo de incidência dos elétrons no plano. [17]

A Lei de Bragg assume que o ângulo de incidência é igual ao ângulo de reflexão. [16]

O número n contido na Lei de Bragg se refere à ordem de reflexão. Uma reflexão de primeira ordem ($n=1$) corresponde à uma mudança de caminho de um comprimento de onda entre o raio incidente e o refletido, enquanto uma reflexão de segunda ordem corresponde a uma diferença de dois comprimentos de onda. Esta diferença de dois comprimentos de onda de uma reflexão de segunda ordem em um plano (hkl) com distância d_{hkl} corresponde a uma diferença de um comprimento de onda de planos de átomos que apresentam metade do espaço interatômico, $\frac{1}{2}d_{hkl}$, ou

seja, planos com índices de Miller ($2h\ 2k\ 2l$). Deste modo, é comum representar uma reflexão de ordem n como uma reflexão de primeira ordem com espaçamento $\frac{d_{hkl}}{n}$ e com índices de Miller ($nh\ nk\ nl$). Neste caso, a Lei de Bragg é representada apenas por $\lambda = 2d \sin \theta$ [16]

A Lei de Bragg é fundamental para a análise em EBSD pois, conhecendo o comprimento de onda do feixe de elétrons emitido e medindo-se os ângulos de difração, é possível determinar a distância entre os átomos do plano. [15]

Os elétrons difratados pelos átomos da superfície da amostra formam cones emparelhados de alto ângulo que correspondem a cada plano de difração, como ilustrado na Figura 10 (cones verde e azul). A imagem produzida na tela de fósforo contém as bandas de Kikuchi, que são formadas em regiões onde a intensidade eletrônica aumentada interceptam a tela de fósforo. [17]

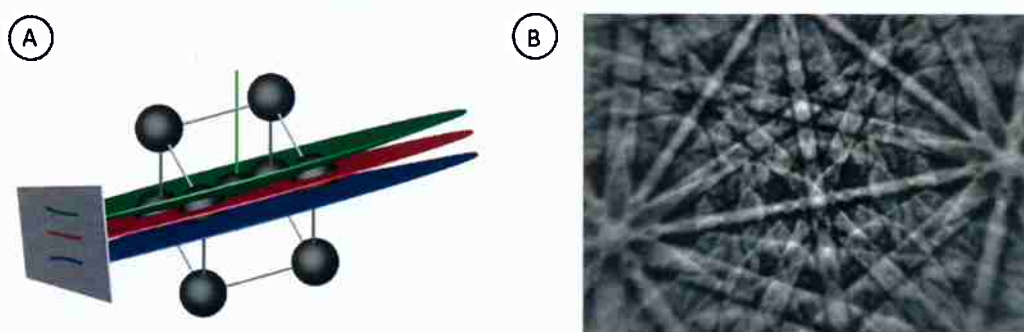


Figura 10 - A) Cones de difração gerado por uma fonte divergente de elétrons que satisfazem a Lei de Bragg em um único plano. B) Padrão de Kikuchi gerado no EBSD [17]

As linhas centrais do padrão de Kikuchi correspondem a onde os planos de difração interceptam a tela de fósforo. Deste modo, cada banda de Kikuchi pode ser indexada pelo índice de Miller do plano cristalino que a formou. O semi-ângulo dos

cones de elétrons difratados é $90^\circ - \theta$. Como para o EBSD esse ângulo é grande, as linhas de Kikuchi se aproximam a linhas retas. [17]

A largura w das bandas centrais do padrão de Kikuchi pode ser calculada pela expressão: [17]

$$w \approx 2l\theta \approx \frac{nl\lambda}{d}$$

Onde l é a distância da amostra à tela. Deste modo, planos com grande espaçamento d apresentam bandas de Kikuchi mais estreitas. Isto significa que o padrão de difração obtido está relacionado à estrutura cristalina da amostra. Logo, a partir da análise das bandas de Kikuchi é possível calcular a orientação do cristal de difração. Diferentes orientações da estrutura implicam em diferentes padrões de difração, como ilustra a Figura 11. [17]

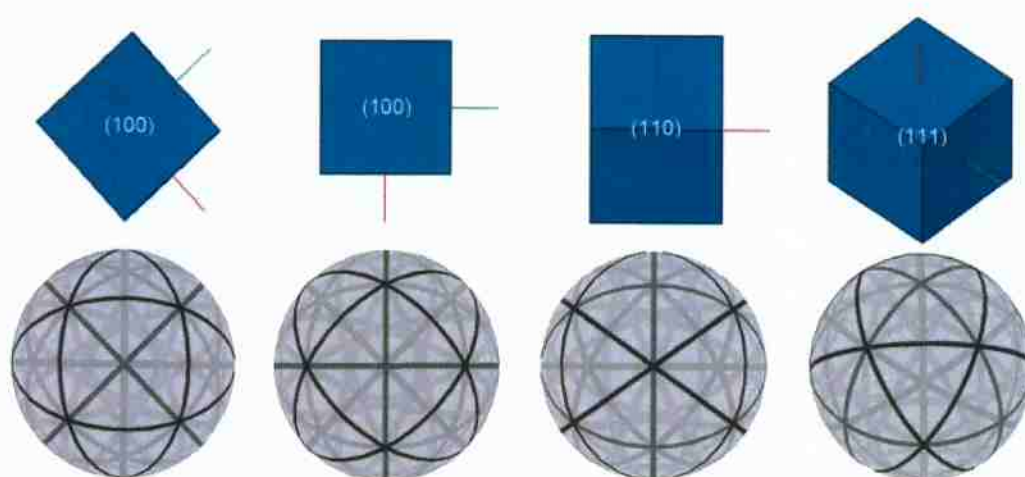


Figura 11 – Padrões esféricos de difração causados por diferentes orientações de uma estrutura cúbica [17]

3.2.2 Representação dos Dados

3.2.2.1 Mapa de Fases

A partir dos dados gerados em um ensaio de EBSD, é possível gerar diferentes mapas da superfície da amostra. É possível, por exemplo, gerar um mapa que mostre as distribuições das fases na área analisada da amostra. Para construir esse mapa a cada fase é designada uma cor. [17]

3.2.2.2 Mapa de Índice de Qualidade

O índice de qualidade do padrão, P , é um número que indica a medida de quão bem-definidas são as posições das bandas no EBSD. Logo, o índice de qualidade é influenciado por uma série de fatores, como fases presentes na amostra, orientação, contaminação, preparação da amostra e defeitos cristalinos locais. Mapas de índice de qualidade revelam grãos, contornos de grãos e danos na superfície. [17] O índice de qualidade também pode ser utilizado para determinar o grau de deformação do material, sendo que quanto maior a deformação, menor o IQ. O índice de qualidade é proporcional à soma dos picos da transformada de Hough, que consiste em uma técnica para detectar formas geométricas em imagens digitais. A transformada transforma as linhas de Kikuchi detectadas pelo EBSD na tela de fósforo em pontos, facilitando o armazenamento de dados e posterior processamento. Índices de qualidade bons estão por volta de 0,6 e índices de qualidade em amostras altamente deformadas estão próximos de zero. [18]

3.2.2.3 Mapas de Orientação

Ângulos de Euler são as representações mais comuns para descrever a orientação de uma amostra em relação ao cristal. Isso é feito rotacionando um sistema de coordenadas em relação a cada um dos eixos até que os sistemas de coordenadas coincidam. A forma mais comum e representar os ângulos de Euler é através da notação de Bunge, em que são utilizados três ângulos de Euler, φ_1 , Φ e φ_2 , onde φ_1 é o ângulo de rotação ao redor do eixo z , Φ é o ângulo de rotação ao redor do eixo x e φ_2 é o ângulo de rotação em torno do eixo z rotacionado, como ilustra a Figura 12 - Ângulos de Euler. [17]

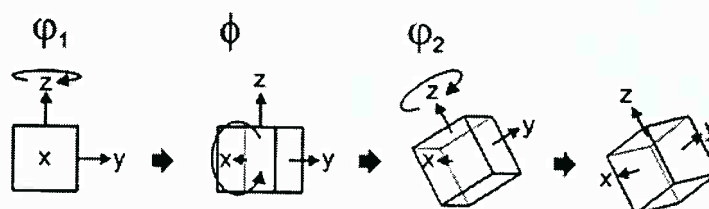


Figura 12 - Ângulos de Euler [17]

Os ângulos de Euler podem ser plotados utilizando o sistema de cores RGB, dando origem a um Mapa de Orientação também conhecido como Mapa de Euler. Uma limitação do Mapa de Euler é o fato de pequenas mudanças de orientação poderem ocasionar grandes mudanças de cor, dificultando a interpretação do mapa.

Na Figura 13, que ilustra um Mapa de Euler, é possível observar regiões em que pequenas variações de orientação ocasionam grandes variações de cores, resultando no aparecimento de manchas dentro de um mesmo grão. [17]

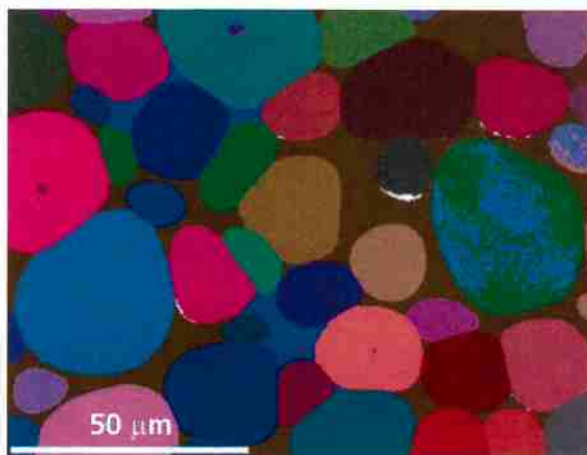


Figura 13 - Mapa de Euler

Para evitar este problema, pode-se utilizar a Figura de Polo Inversa (IPF), que utiliza um outro padrão de cores, mais fácil de interpretar e que geralmente não apresenta grande variação de cor para pequenas variações de orientação. O padrão de cores a ser utilizado em cada mapa é definido designando uma cor para cada uma das pontas da figura de polo inversa. Para cada mapa, uma direção de referência da amostra é escolhida, e a cor é definida de acordo com a orientação cristalina medida e a direção de referência escolhida. A Figura 14 ilustra três mapas de uma mesma amostra, utilizando três diferentes direções de referência. [17]

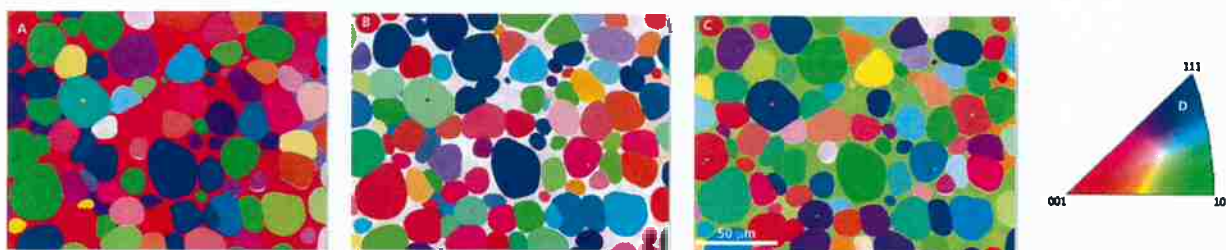


Figura 14 - Mapas de Orientação utilizando Figuras de Polo Inversa utilizando diferentes direções de referência, sendo: A) Direção X, B) Direção Y e C) Direção Z. Em D) é possível observar a correspondência entre cores e orientações [17]

3.2.2.4 Grãos e Contornos de grão

Um grão é um volume cristalino tridimensional cuja orientação cristalográfica difere da orientação de suas adjacências, mas internamente apresenta pequena variação. Para definir a distribuição de grãos a partir dos dados obtidos pelo EBSD é necessário definir um ângulo crítico de desorientação de modo que segmentos com

ângulo superior a este determinado serão considerados contornos de grão. Medindo a desorientação entre todos os pares de pontos registrados no ensaio EBSD é possível identificar os contornos entre os grãos. Associando esta análise com a identificação das fases presentes na amostra, é possível determinar a distribuição do tamanho de grão nas diferentes fases. A partir dessa distribuição é possível determinar estatisticamente se uma dada fase possui uma orientação preferencial. [17]

É possível construir um mapa de textura atribuindo diferentes cores para pontos com orientações próximas à diferentes referências. Estes mapas permitem avaliar a distribuição espacial das texturas de referências. A Figura 15 demonstra a distribuição de texturas em uma liga de Al-Mg laminada a frio, utilizando cinco texturas de referência diferentes, cada uma representada por uma cor.

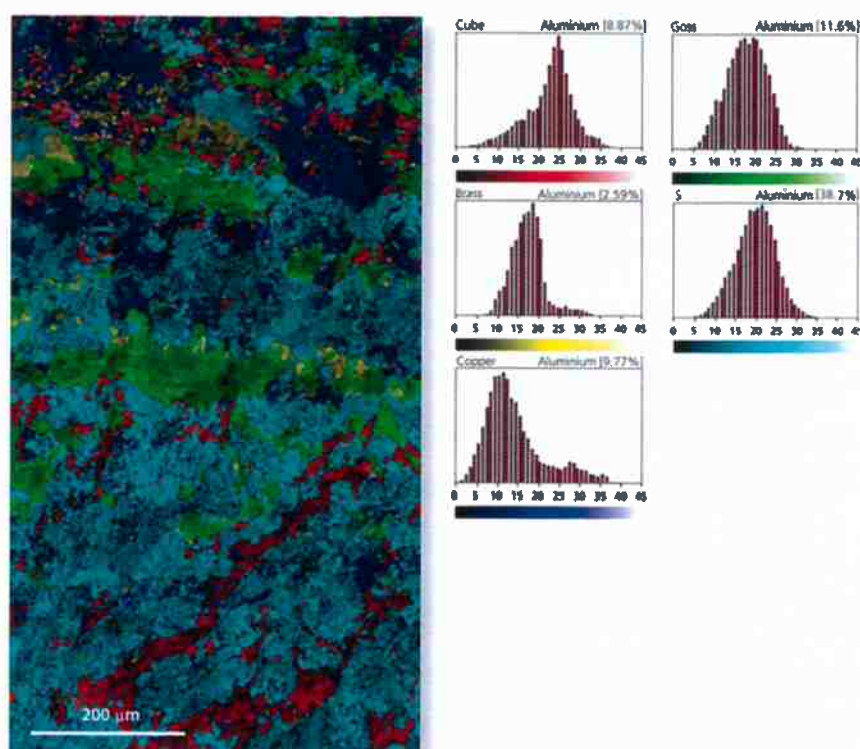


Figura 15 -Distribuição de texturas em uma amostra de liga de Al Mg laminada a frio

3.2.2.5 Figuras de Polo

Figuras de polo são ferramentas para representar informação de orientação 3D em 2D. Através delas é possível mostrar orientações de planos cristalográficos ou direções específicas da amostra. [17]

As figuras de polo mostram a projeção de um determinado conjunto de planos, onde os polos são projetados em uma esfera e, posteriormente em um círculo. Um modo de fazer isso é através da projeção estereográfica. [17]

A Figura 16 ilustra o procedimento de geração de uma figura de polo pelo método da projeção estereográfica do plano $[1\ 0\ 0]$.

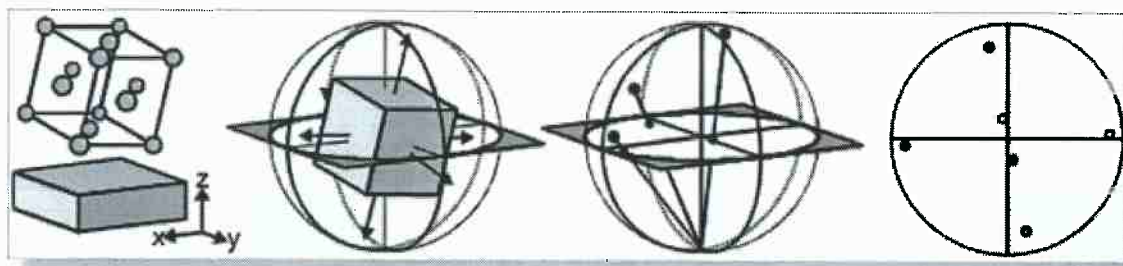


Figura 16 - Processo de projeção estereográfica de um cristal [17]

No canto esquerdo da figura é possível observar um cristal orientado em uma determinada maneira em relação à amostra. [17]

O segundo desenho demonstra a projeção em uma esfera das normais do plano $[1\ 0\ 0]$, que são 6 para esse cristal cúbico. Um plano que intercepta a circunferência e passa pelo seu centro forma, na intersecção plano-esfera, um círculo. [17]

Na terceira imagem da figura faz-se a junção dos pontos onde as normais do plano $[1\ 0\ 0]$ interceptam a esfera com o polo da esfera. Em geral, no campo da Ciência dos Materiais é convenção plotar no polo superior, enquanto na Geologia é mais comum utilizar o polo inferior. [17]

Ao olhar para a circunferência isolada na quarta imagem é possível ver a representação bidimensional das direções cristalográficas da estrutura tridimensional mostrada na primeira imagem. Isso pode ser feito com outros cristais para se obter a distribuição determinado plano na amostra. Se houver tendência na distribuição dos pontos, pode-se dizer que se tem uma textura. [17]

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Material

O estudo foi feito utilizando uma amostra do meteorito NWA 859, encontrado em Taza, uma cidade localizada no Norte do Marrocos. A queda do meteorito não foi observada, e os fragmentos foram encontrados em 2001. A localização de descoberta do meteorito pode ser observada na Figura 17.



Figura 17 - Localização de Taza, Marrocos, onde o meteorito NWA 859 foi encontrado

O nome oficial deste meteorito é Northwest Africa 859, sendo NWA 859 uma abreviação. Segundo o que determina o Guia de Nomenclatura de Meteoritos, todos os meteoritos catalogados recebem o nome do local onde foram encontrados. O nome busca ser o mais específico possível quanto ao local. Deste modo, é comum que os meteoritos recebam nomes de rios, lagos, bafas, cidades, parques, minas, entre outros. Evita-se dar nomes de países, continentes e estados sempre que for possível ser mais específico. No caso de meteoritos em que o local não possa ser determinado com muita precisão, pode ser dado o nome de uma região, como no caso do Northwest Africa. No caso de regiões em que meteoritos são comumente encontrados,

utiliza-se um mesmo prefixo para todos eles e adiciona-se um sufixo numérico conveniente. [20]

Este meteorito foi encontrado em múltiplos fragmentos, sendo que o maior deles possui massa de 110g e encontra-se na Universidade da Califórnia em Los Angeles (UCLA). [21]

Algumas imagens de fragmentos desse meteorito podem ser observadas na Figura 18.



Figura 18 - Imagens de fragmentos do meteorito de Taza, Marrocos [21]

Alguns dados catalogados do meteorito de Taza podem ser encontrados na Tabela 3.

Tabela 3 - Dados catalogados do Meteorito NWA 859 [22], [23]

Nome Oficial	Northwest Africa 859
Abreviação	NWA 859
Região de Origem	Taza, Marrocos, Northwest Africa
Tipo de Meteorito	Metálico
Grupo	Octaedrita Plessitica
Queda observada	Não
Data da descoberta	2001
Peso recuperado	75.3 kg

A Tabela 1 apresenta os dados de composição química do meteorito NWA 859.

Tabela 4 - Composição Química do Meteorito NWA 859 [23]

Elemento	Concentração (mg/g)
Ni	159.3
Co	13.1
Ge	2.2
Cu	2.96×10^{-1}
Ga	8.70×10^{-2}
Pt	3.77×10^{-2}
W	6.80×10^{-3}
Au	6.52×10^{-3}
As	5.40×10^{-8}
Ir	2.45×10^{-9}

A amostra de meteorito estudada foi fornecida pelo Professor Marcelo Ferreira Moreira, do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo (IPT). A amostra recebida já se encontrava cortada, embutida, lixada e polida.



Figura 19 - Foto da amostra de meteorito

4.2 Análise de Microestrutura

4.2.1 Microscopia Óptica

Inicialmente a amostra foi atacada com reagente de Beraha, solução aquosa 20% em volume de HCl e 1-2 mg de metabissulfito de potássio ($K_2S_2O_5$) para cada 100 ml de solução.

Após o ataque, a amostra foi analisada em um Microscópio Óptico Olympus BX60M. Foram capturadas imagens da amostra com aumentos de 50x, 100x, 200x, 500x e 1000x.



Figura 20 - Modelo de microscópio utilizado na análise de microestrutura do meteorito

4.2.2 EBSD

A amostra foi analisada no EBSD, em um equipamento Edax TSL, acoplado a um Microscópio Eletrônico de Varredura MEV-FEG F50. Para a realização do ensaio, a amostra foi inclinada 70° em relação à horizontal.

Para realizar o ensaio em EBSD foi realizado na amostra uma última etapa de polimento utilizando sílica coloidal 0,05 μm . A sílica coloidal é uma solução de dióxido de silício carregada negativamente, com pH entre 8 e 11. Uma desvantagem da utilização deste composto na etapa de polimento é que um filme de sílica é formado quase de modo instantâneo sobre a superfície da amostra. Deste modo, é imprescindível que a amostra seja lavada imediatamente após o polimento, pois, caso isso não seja feito, pode ser impossível retirar o filme posteriormente. [24]

A análise no EBSD foi realizada sem ataque metalográfico.

Foram realizados três ensaios da amostra no EBSD, cujos parâmetros estão descritos na Tabela 5.

Tabela 5 - Parâmetros das três análises EBSD realizadas

	Aumento	Passo	Pontos Analisados
1	x270	1,5 microns	324.362
2	x1450	0,4 microns	159.060
3	x1450	0,4 microns	159.060

Os dados coletados no EBSD foram analisados com auxílio do software TSL OIM Analysis 7 para a construção de mapas fase, mapas de orientação, índice de qualidade e figuras de polo discretas e contínuas.

Os mapas de fase e os mapas de orientação foram gerados para todos os ensaios. Já as análises das figuras de polo foram realizadas apenas com os dados do ensaio com aumento 270x.

O índice de qualidade foi utilizado como filtro nos mapas de orientação e de fase, de modo que pontos mais escuros apresentam menor índice de qualidade e pontos mais iluminados apresentam maior índice de qualidade.

A sobreposição de figuras de polo de planos correspondentes foi realizada para determinar relações de orientação entre os cristais de kamacita e taenita. No sistema cúbico os planos cristalográficos possuem o mesmo índice das direções normais a eles, de modo que podem-se utilizar figuras de polos de mesmo índice de Miller das direções da relação de orientação para identificar paralelismo entre os planos.

Foram construídas figuras de polo contínuas, que representam a distribuição de todos os pontos da amostra, para os planos $(110)\alpha$, $(111)\alpha$, $(100)\alpha$, $(110)\gamma$, $(111)\gamma$. Essas direções foram selecionadas por serem suficientes para determinar se existe a relação de orientação de K-S e N-W entre a taenita e a kamacita.

Após obter as figuras de polo, foram feitas sobreposições entre elas da seguinte maneira:

- a. $(110)\gamma$ sobreposto a $(111)\alpha$;

- b. $(111)\gamma$ sobreposto a $(110)\alpha$;
- c. $(110)\gamma$ sobreposto a $(100)\alpha$.

A partir das figuras sobrepostas a) e b) é possível determinar a existência da relação K-S. Já a partir das figuras sobrepostas b) e c), determina-se se ocorre a relação N-W.

As figuras de polo contínuas utilizam como conjunto todos os pontos analisados, de modo que é possível determinar se ocorre a relação de orientação entre dois pontos quaisquer da amostra. Já a partir das figuras de polo discretas foi possível determinar entre quais grãos a relação é válida. As figuras de polo discretas foram construídas para os mesmos planos utilizados nas figuras de polo contínuas.

Além disso, as relações de orientação foram calculadas algebricamente, segundo o procedimento descrito por Monlevade, e baseado nos ângulos de Euler que descrevem a desorientação entre a kamacita e a taenita. [24] O procedimento baseia-se em utilizar os ângulos de Euler para montar a matriz de transformação linear entre os dois reticulados. Assim, é possível, calcular os ângulos entre direções nos dois cristais.

O cálculo foi realizado com auxílio de um software desenvolvido por Monlevade e Morita. Uma captura de tela do software encontra-se na Figura 21. Inserindo como dados de entrada os três ângulos de Euler fornecidos pelo software OIM e os índices de Miller de dois planos, o software fornece o ângulo entre esses planos.

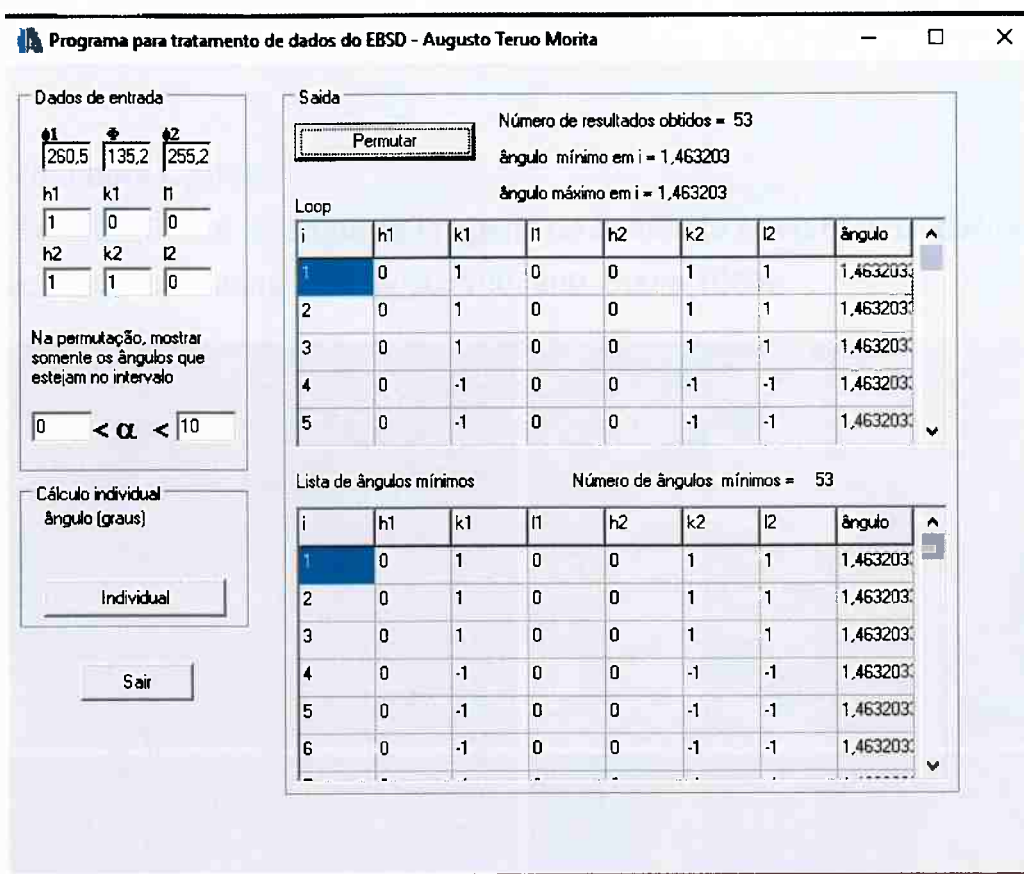


Figura 21 - Captura de tela do software desenvolvido por Monlevade e Morita, que foi utilizado para realizar o cálculo dos ângulos entre kamacita e taenita

Ao final foi plotado um gráfico que demonstra a desorientação dentro de um mesmo cristal de kamacita e outro analisando a desorientação dentro de um cristal de taenita. A variação de orientação entre pontos de um mesmo cristal foi realizada com o fim de estudar, por exemplo, a ocorrência de maclas.

5. Resultados e Discussão

5.1 Microscopia Óptica

As Figuras 22 a 26 mostram as imagens do meteorito NWA 859 obtidas no microscópio óptico com aumentos de 50, 100, 200, 500 e 1000x.

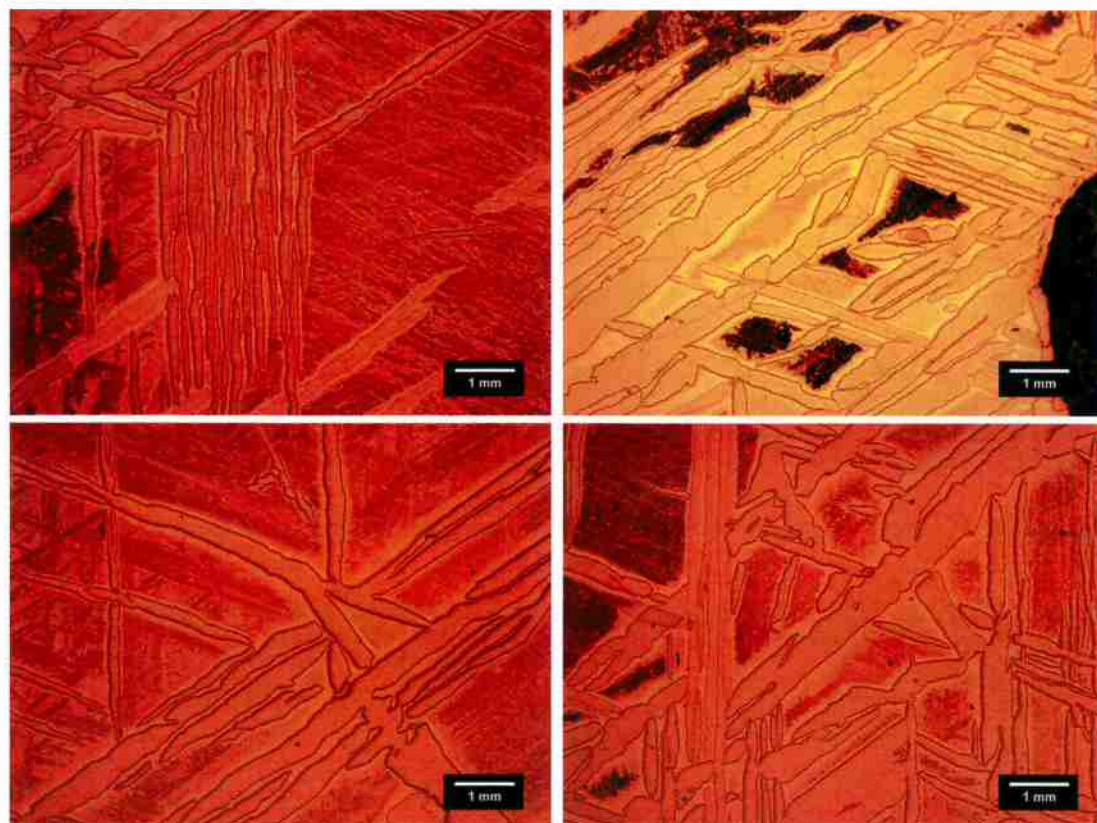


Figura 22 - Micrografias do meteorito NWA 859 com 50x de aumento. Ataque com reagente de Beraha

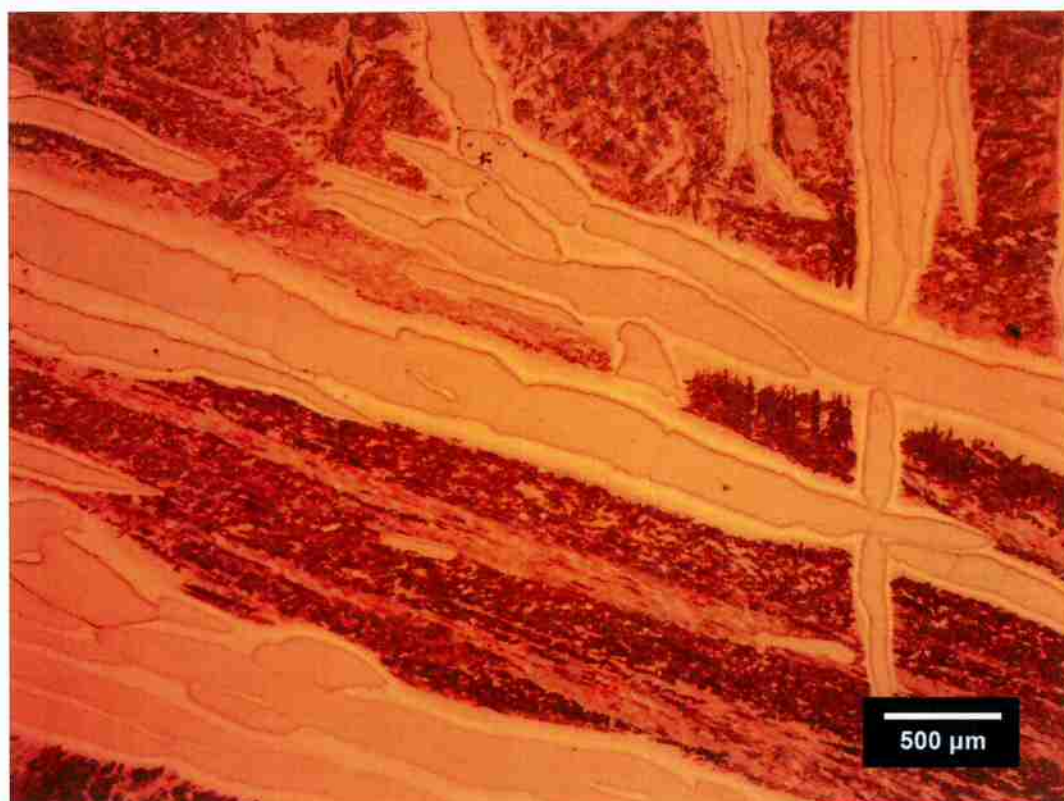


Figura 23 - Micrografias do meteorito NWA 859 com 100x de aumento. Ataque com reagente de Beraha

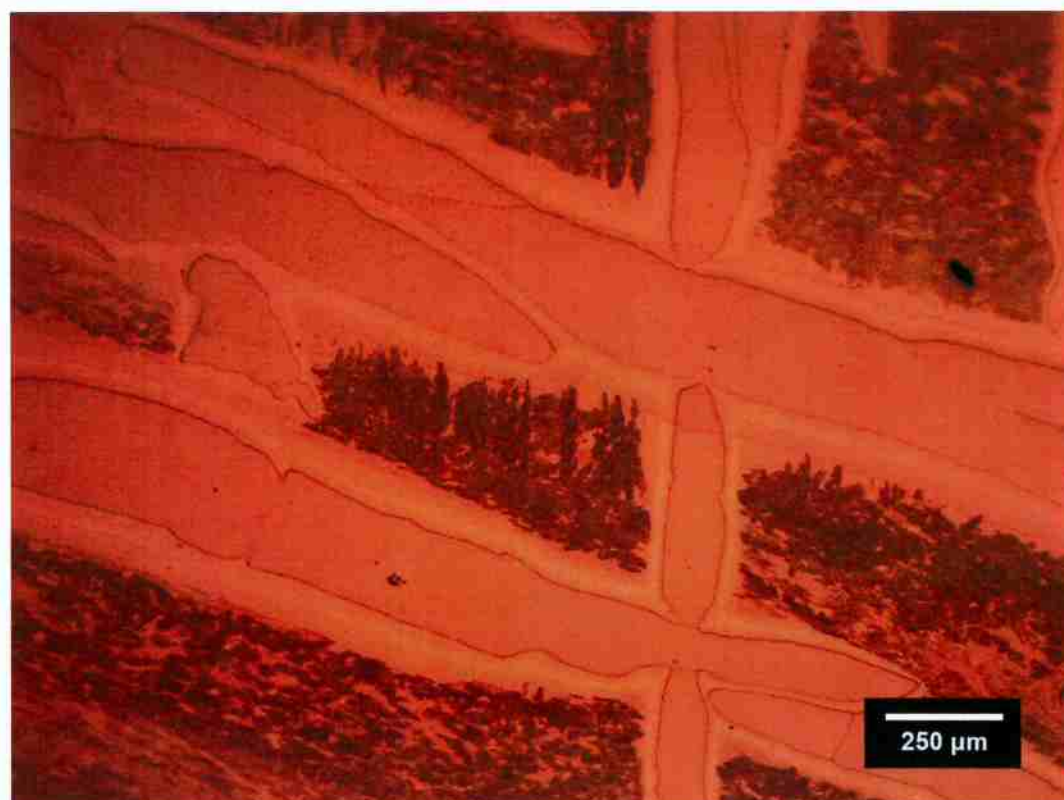


Figura 24 - Micrografias do meteorito NWA 859 com 200x de aumento. Ataque com reagente de Beraha

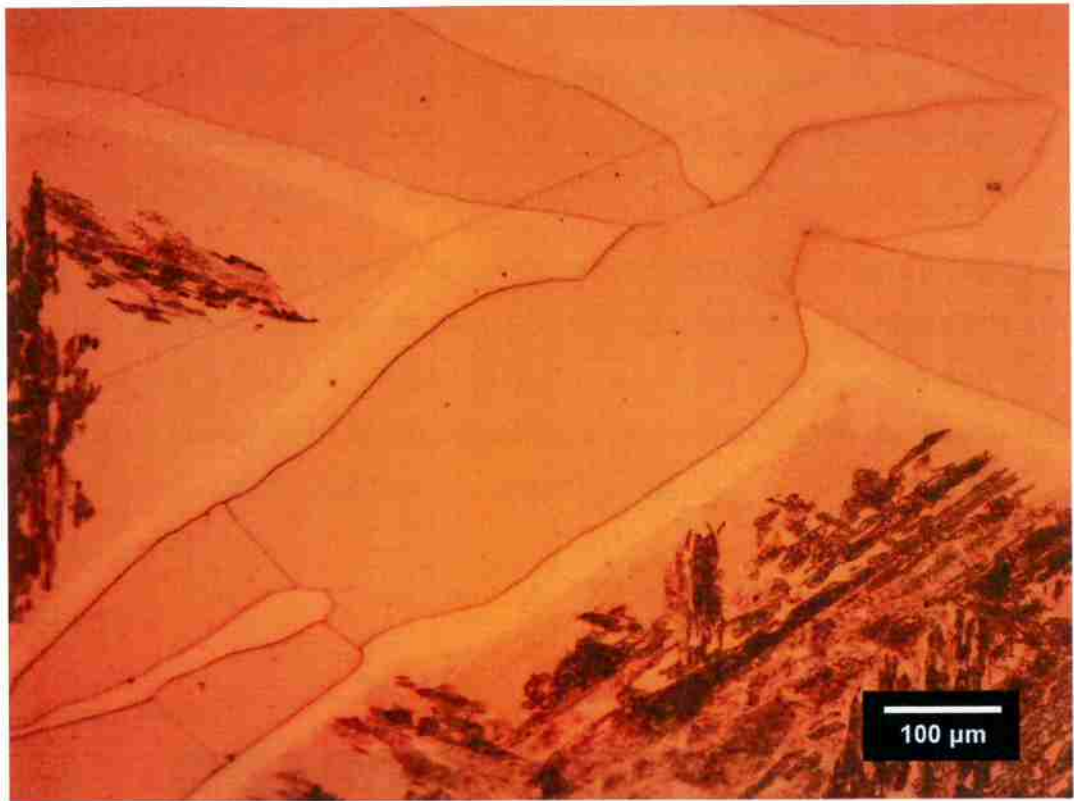


Figura 25 - Micrografias do meteorito NWA 859 com 500x de aumento. Ataque com reagente de Beraha

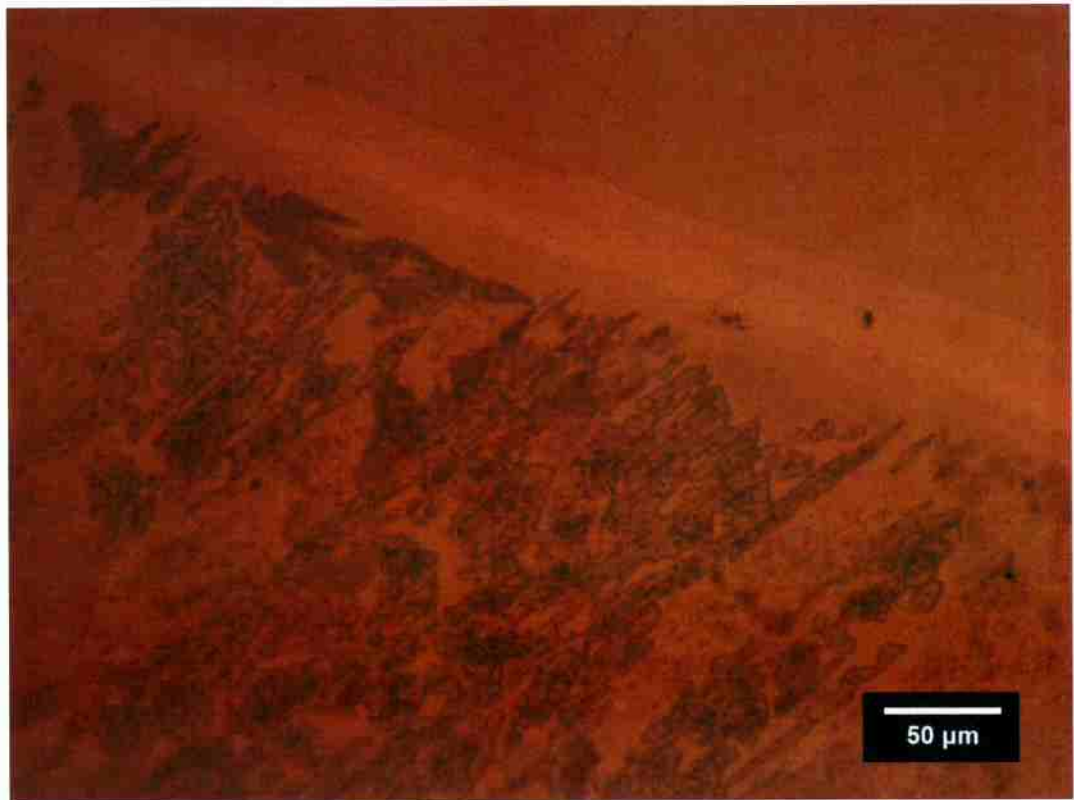


Figura 26 - Micrografias do meteorito NWA 859 com 1000x de aumento. Ataque com reagente de Beraha

Em todas as imagens é possível observar as agulhas de kamacita (fase α) envoltas pela taenita (fase γ). A fase escura corresponde à plessita. Essas conclusões a respeito da microestrutura a partir da micrografia derivam da comparação com os resultados obtidos por Goldstein et al. [8]

Na imagem com aumento de 1000x é possível observar em mais detalhes a estrutura heterogênea da plessita. Trata-se de uma estrutura formada por uma fina mistura de taenita e kamacita, formada devido ao super-resfriamento que ocorre em regiões da fase taenita pobres em níquel durante a solidificação do núcleo de Fe-Ni. Esse super-resfriamento ocasiona a precipitação de fase α na taenita, dando origem à estrutura da plessita.

5.2 EBSD

5.2.1 Mapas de fase



Figura 27 - Mapa de fase com filtro de Índice de Qualidade com aumento 270x

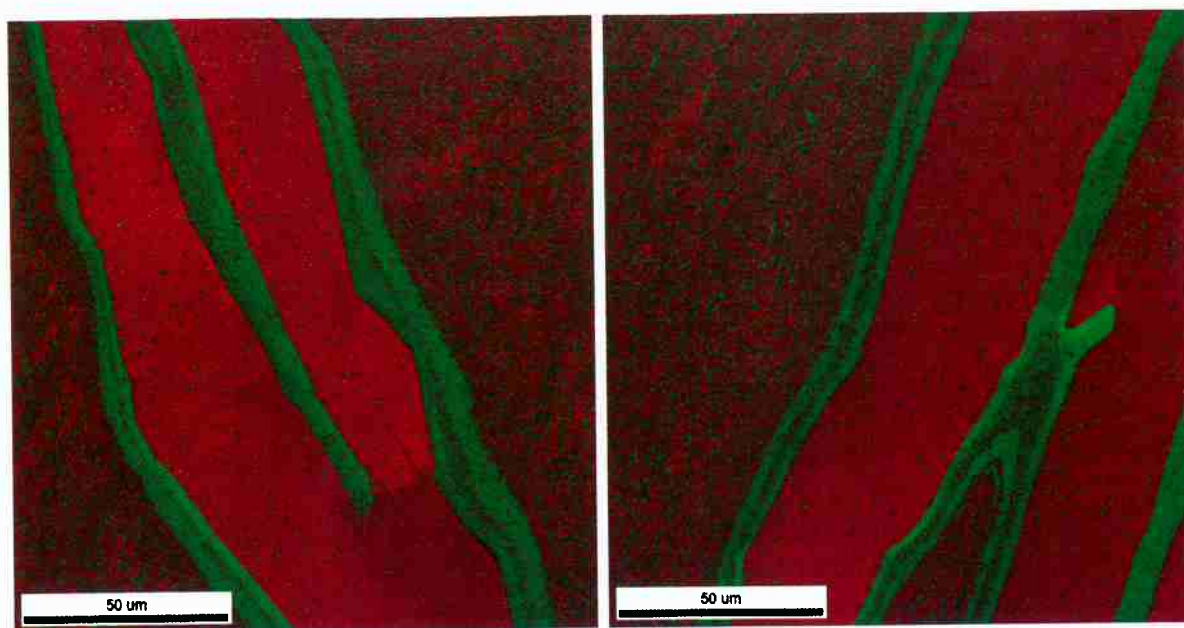


Figura 28 - Mapa de fase dos ensaios com aumento 1450x

Os mapas de fase confirmam que, de fato, as agulhas são compostas pela fase α -kamacita, indicada pela cor vermelha. A fase verde que envolve as agulhas corresponde à fase γ -taenita. Também é possível identificar a plessita como a região onde kamacita e taenita estão finamente misturadas. Devido à dimensão da plessita, ela não foi estudada neste trabalho. Isso, porém, é possível com EBSD feito em grandes aumentos.

5.2.2 Mapa de Orientação

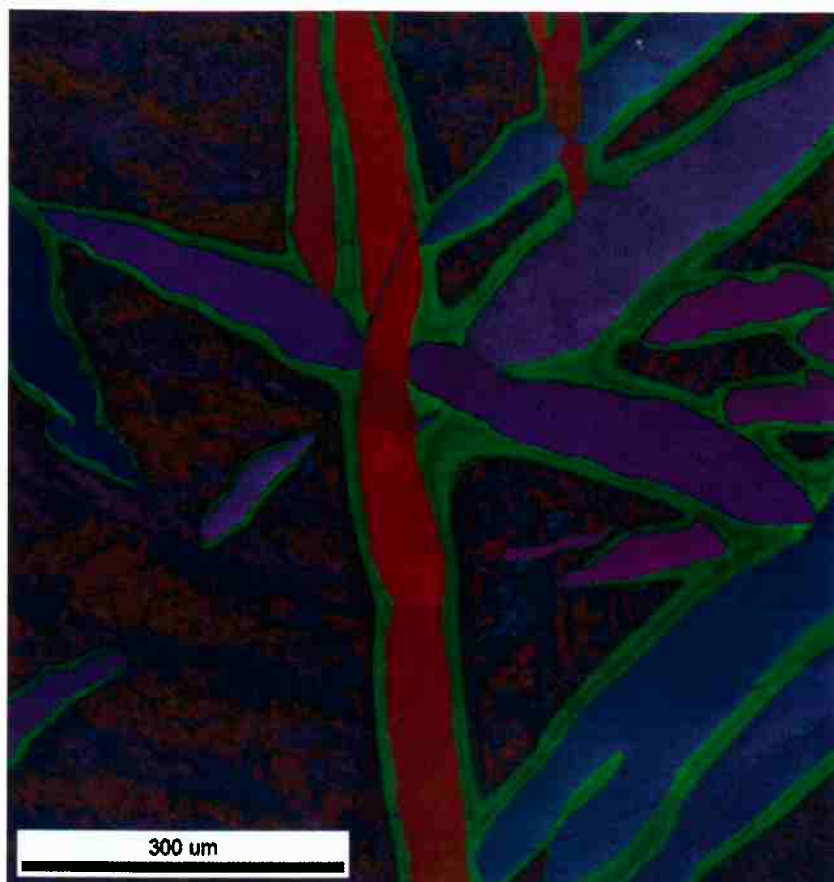


Figura 29 - Mapa de Orientação com filtro de Índice de Qualidade com aumento 270x

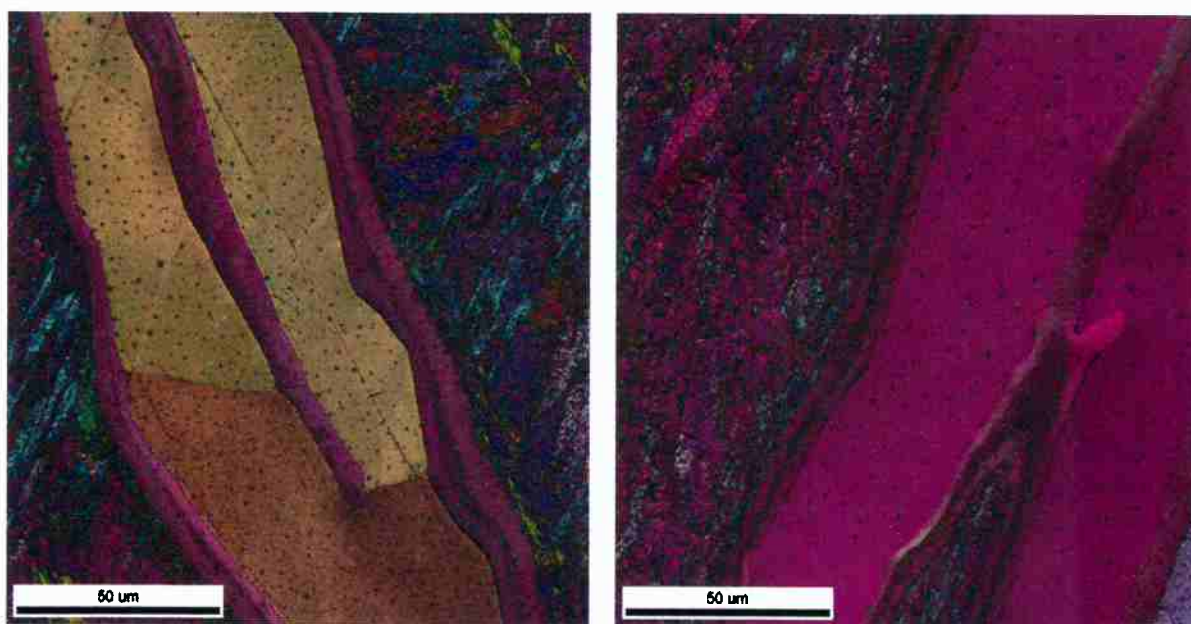


Figura 30 - Mapa de Orientação com aumento 1450x

A partir dos mapas de orientação é possível detectar os grãos presentes na amostra. Associando a análise do mapa de orientação com o mapa de fases, é possível observar a distribuição dos grãos em cada uma das fases.

5.2.3 Figuras de Polo Contínuas

As figuras de polo contínuas expostas na Figura 31 foram construídas para avaliar a existência de relações de orientação do tipo K-S. Nas duas figuras superiores têm-se as figuras polo $(111)_\gamma$ e $(110)_\gamma$, e nas figuras inferiores tem-se as figuras de polo $(110)_\alpha$ e $(111)_\alpha$.

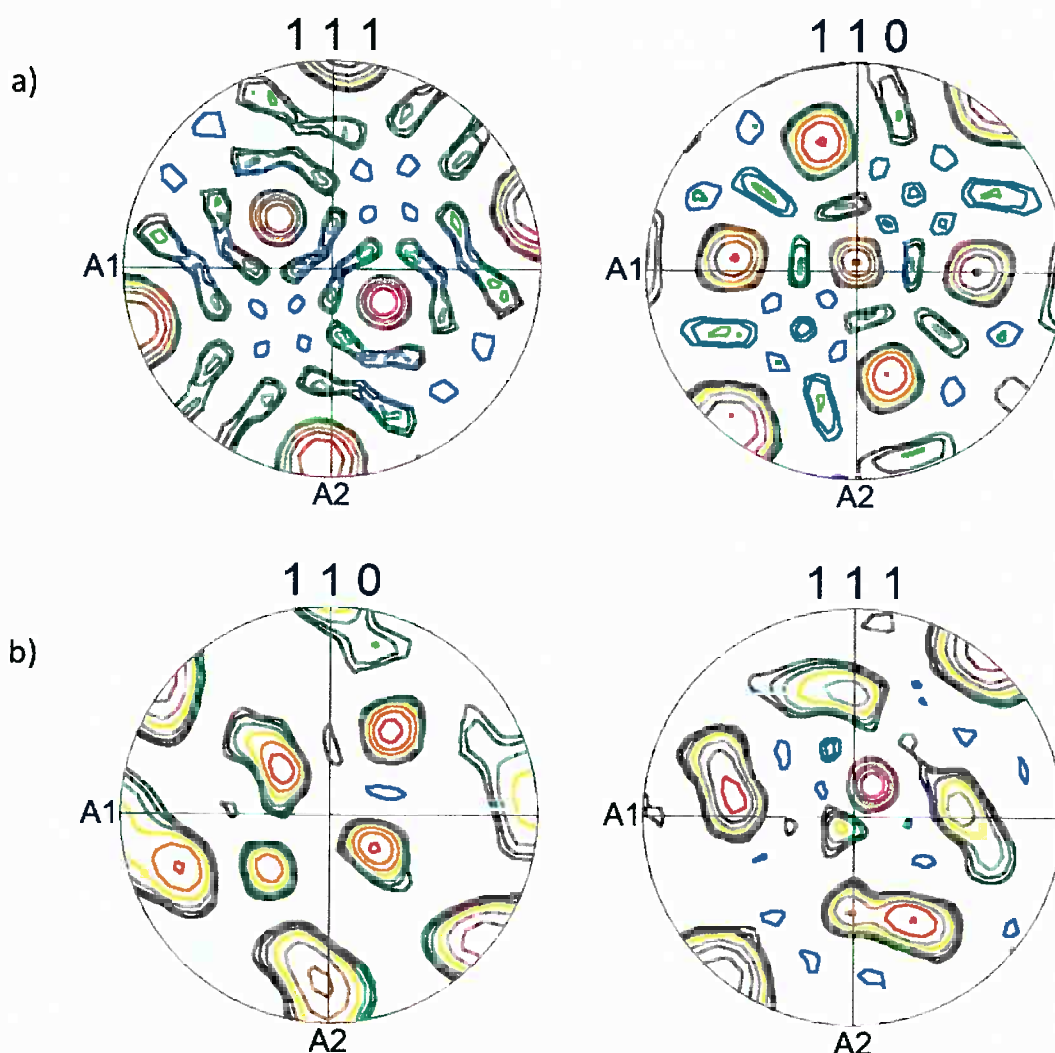


Figura 31 - Figuras de polo obtidas na análise EBSD. Em a), as figuras de polo de fase alfa e em b) as figuras de polo da fase gama

Para melhor avaliar o paralelismo entre os planos e direções, realizou-se a sobreposição das figuras da fase alfa sobre as figuras da fase. Para isso,

primeiramente destacou-se em roxo os polos das figuras $(111)\gamma$ e $(110)\gamma$, resultando na Figura 32.

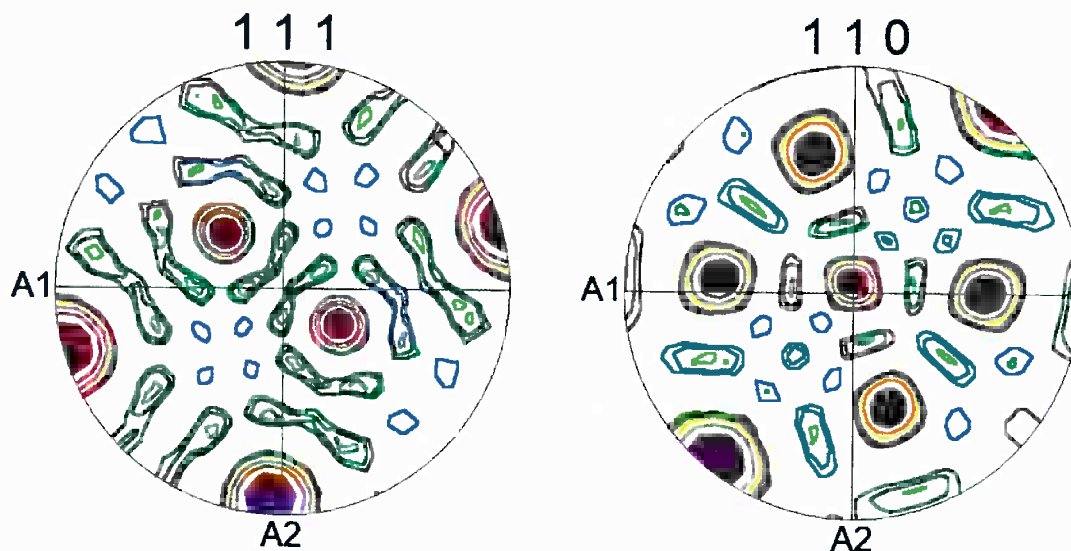


Figura 32 - Figuras de polo da fase gama (111) e gama (110) com regiões de picos de intensidade ressaltadas em roxo

Posteriormente, os pontos roxos da Figura 32 foram isolados e sobrepostos às figuras de polo presentes na Figura 31.b. O resultado da sobreposição encontra-se na Figura 33.

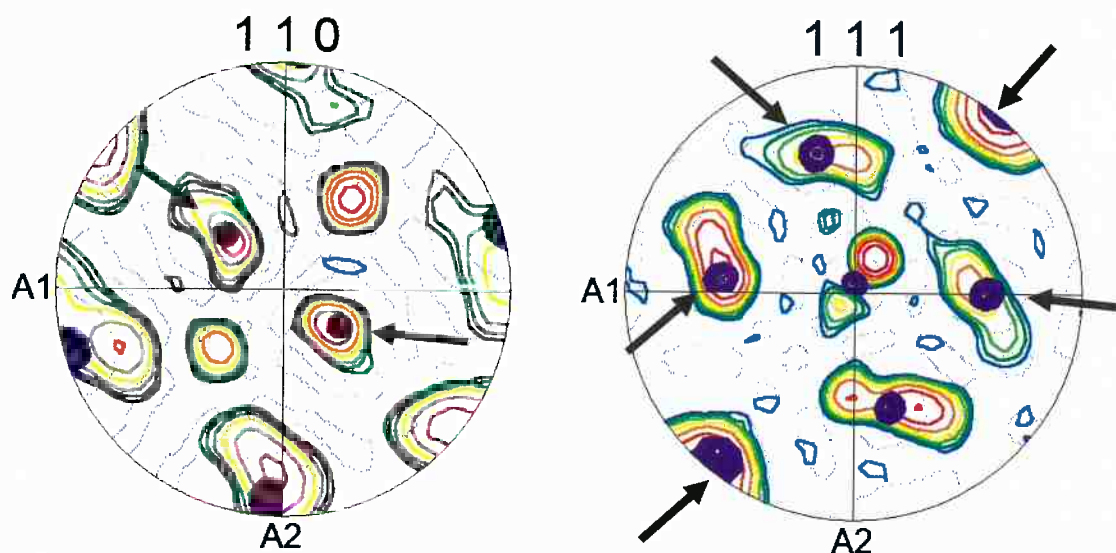


Figura 33 - Sobreposição dos polos (111) - gama e (110) - gama, indicados pelos pontos roxos, às figuras de polo (110) - alfa e (111) - alfa. As setas pretas indicam regiões onde ocorre sobreposição das curvas de nível

Observando a Figura 33, é possível afirmar que ocorre a relação de orientação K-S entre alguns pontos da amostra.

Para avaliar a existência da relação N-W, foi gerada a figura de polo contínua $(110)\alpha$ e $(100)\alpha$, presente na Figura 34.

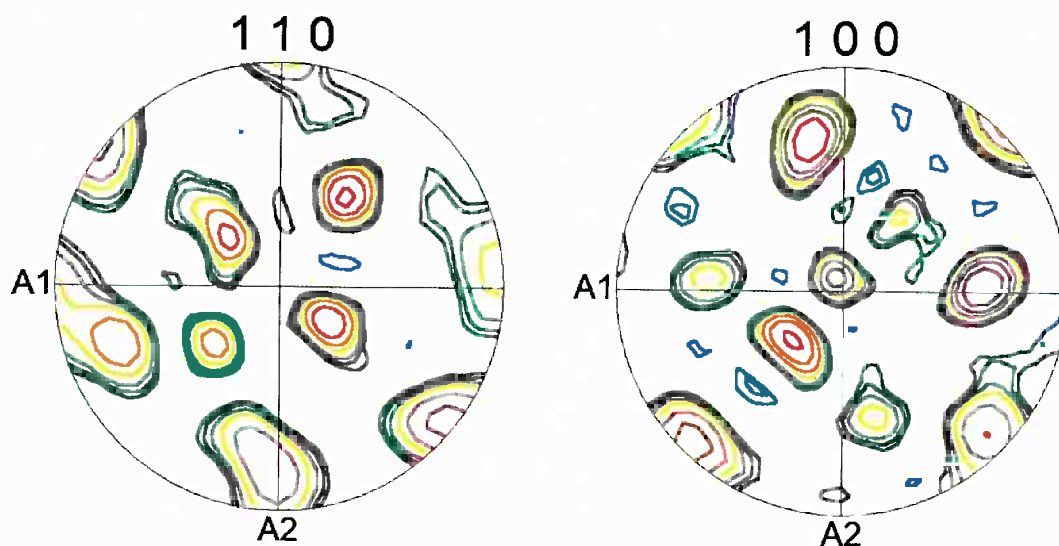


Figura 34 - Figuras de polo $(110) - \alpha$ e $(100) - \alpha$

Utilizando a mesma metodologia de sobreposição usada na verificação da relação K-S, foram sobrepostas as figuras de polo $(111)\gamma$ e $(110)\gamma$ às figuras de polo $(110)\alpha$ e $(100)\alpha$, respectivamente. O resultado da sobreposição encontra-se na Figura 35.

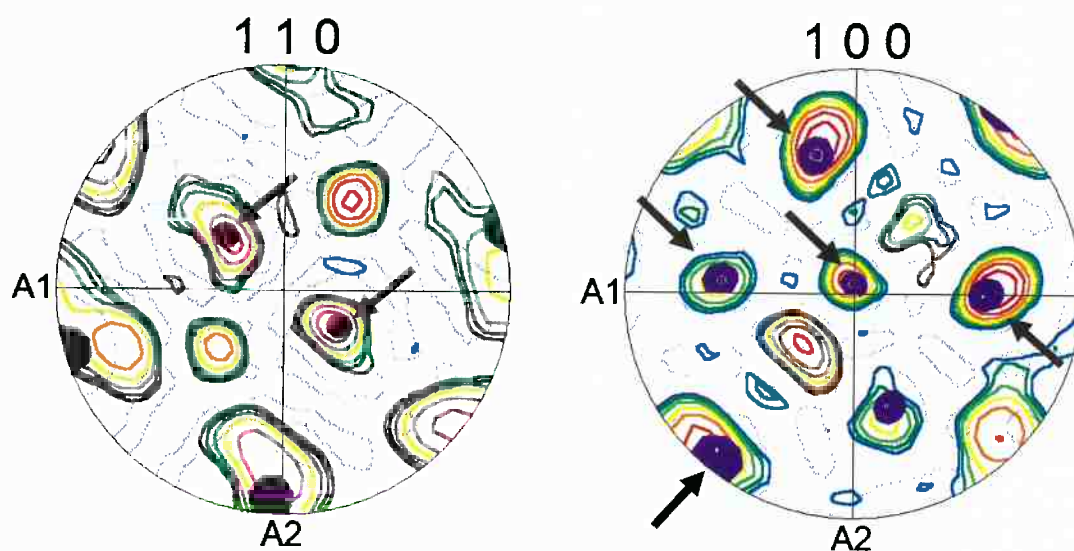


Figura 35 – Em a), figura de polo da fase gama (111) representada pelos (pontos roxos) sobrepostos à figura de polo da fase alfa (110) . Em b), figura de polo da fase gama (110) sobreposta na figura de polo da fase alfa (100) . As setas indicam as regiões onde ocorre a sobreposição, indicando paralelismo entre os planos (110) e (100)

5.2.4 Figuras de Polo Discretas

Utilizando esses os mesmos planos como referência das figuras de polo contínuas foram geradas também figuras de polo discretas. Em todas as figuras de polo discretas apresentadas a seguir, os pontos vermelhos indicam os pólos de kamacita e os pontos azuis, da taenita.

Ao contrário das figuras de polo contínuas, em que são plotados todos os pontos da amostra coincidentes com o plano de referência, nas figuras de polo discretas é necessário selecionar os pontos que se quer analisar.

Primeiramente, foram escolhidos um grão da fase α -kamacita cuja orientação no mapa de orientação da **Erro! Fonte de referência não encontrada.** estava representada pela cor vermelha, e um grão da fase γ -taenita cuja orientação estava representada pela cor verde. Os grãos escolhidos isolados encontram-se na Figura 36.

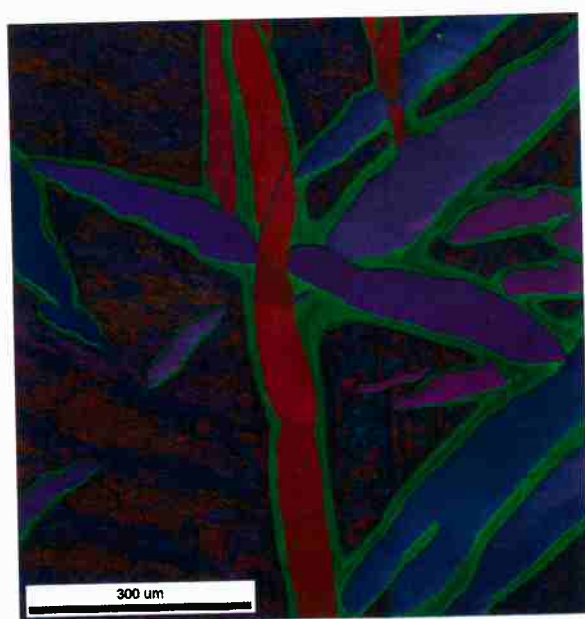


Figura 36 - À esquerda, o mapa de orientação da amostra com aumento 270x. À direita, os grãos de kamacita (vermelho) e taenita (verde) que foram utilizados para construir as figuras de polo discretas

As figuras de polo obtidas para estes grãos para os planos $(1\ 1\ 0)$ e $(1\ 1\ 1)$ estão na Figura 37.

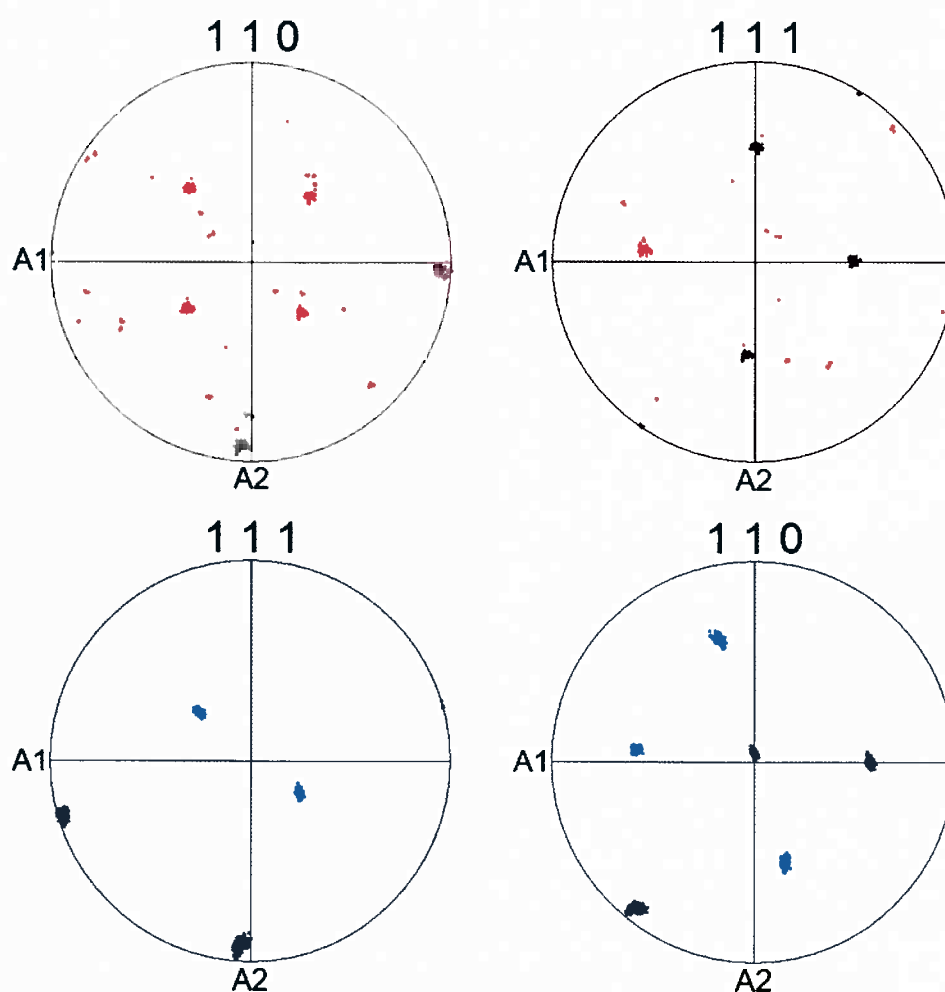


Figura 37 - Figuras de polo discretas do grão de fase α -kamacita vermelho da Figura 36 e do grão de fase γ -taenita verde da Figura 36. Pontos vermelhos indicam a distribuição de kamacita e pontos azuis indicam taenita

A sobreposição das figuras de polo da Figura 37 encontram-se na Figura 38.

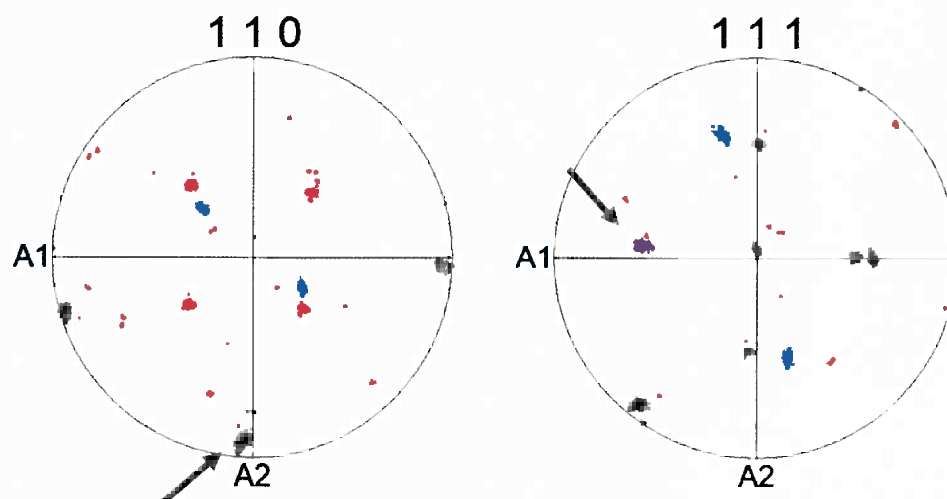


Figura 38 - Sobreposição das figuras de polo observadas na Figura 37. As setas indicam os pontos em que há correspondência entre $(110)\alpha// (111)\gamma$ e $(110)\gamma// (111)\alpha$

A partir da análise da Figura 38, pode-se afirmar, em alguns casos, a kamacita (grão vermelho) e a taenita (grão verde) apresentam relações bastante próximas à de Kurdjumov-Sachs.

Uma outra análise foi realizada para identificar a relação de orientação entre outro par de grãos de kamacita e taenita, explícitos na Figura 39.

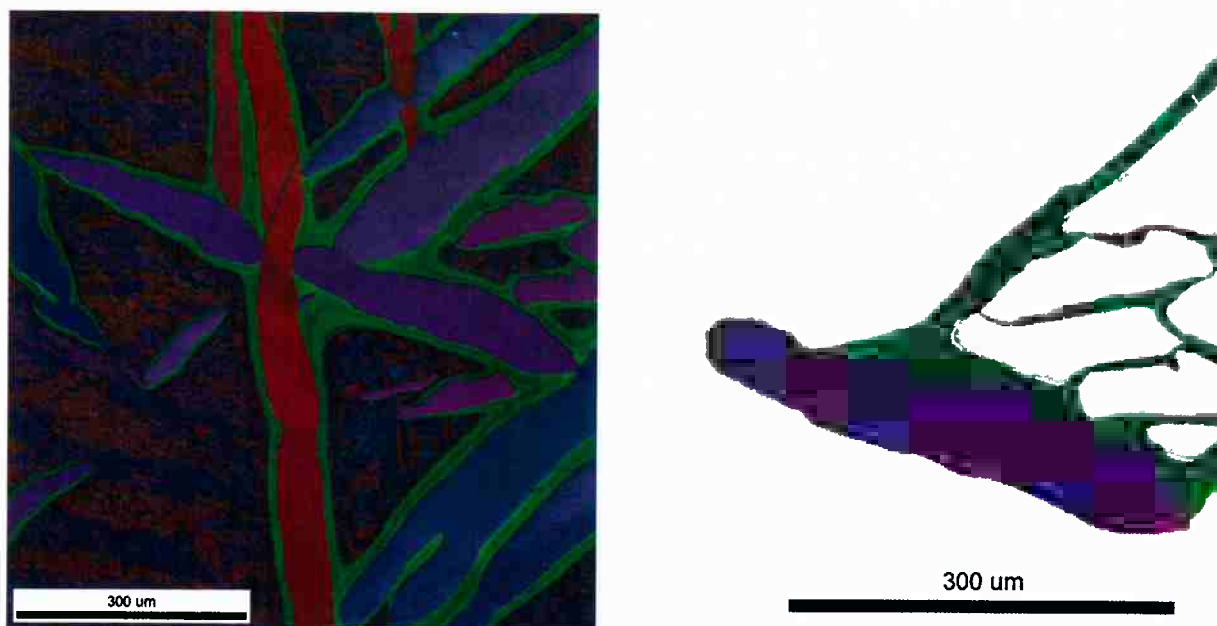


Figura 39 - À esquerda, o mapa de orientação da amostra com aumento 270x. À direita, os grãos de kamacita (roxo) e taenita (verde) selecionados para a construção das figuras de polo discretas

As figuras de polo para os planos (1 1 0) e (1 1 1) dos grãos isolados encontram-se na Figura 39.

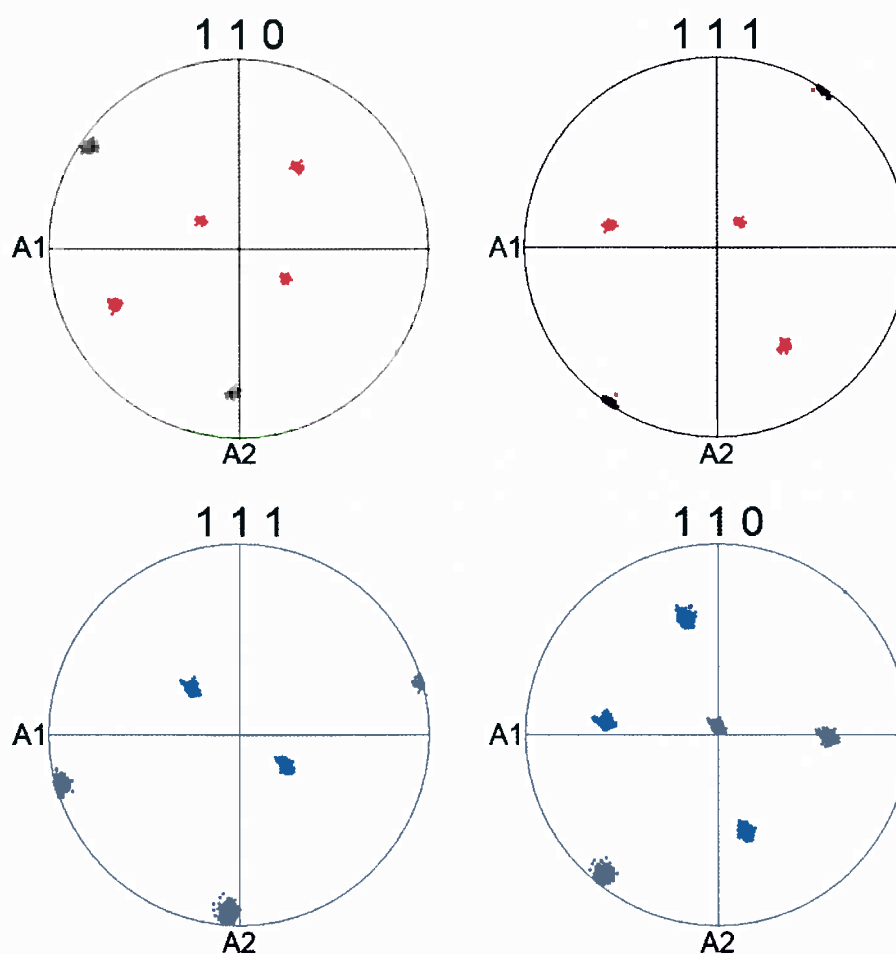


Figura 40 - Figuras de polo discretas do grão de fase α -kamacita roxo da Figura 39 e do grão de fase γ -taenita verde da Figura 39. Pontos vermelhos indicam a distribuição de kamacita e pontos azuis indicam taenita

A sobreposição das figuras de polo da Figura 40 pode ser encontrada na Figura 41.

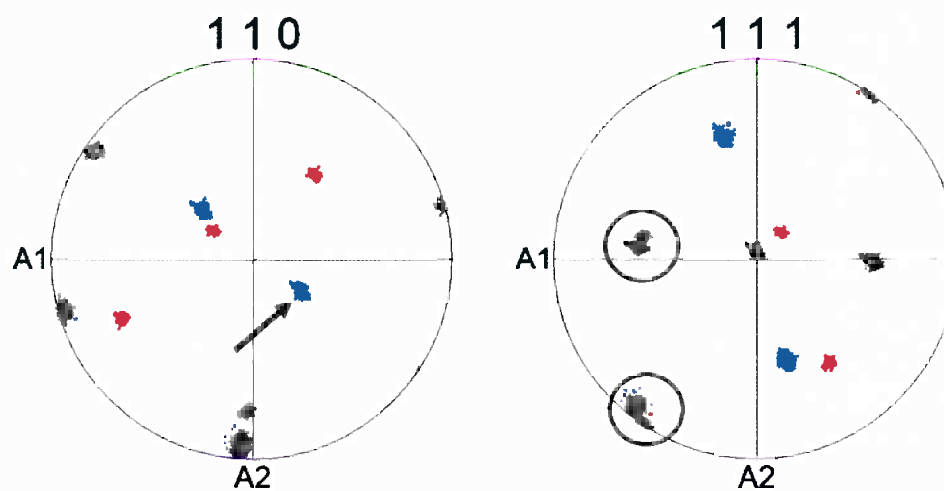


Figura 41 - Sobreposição das figuras de polo observadas na Figura 37.

As setas indicam os pontos de correspondência e os círculos indicam os pontos de pequeno desvio. Observando a Figura 41, nota-se que não ocorre a sobreposição dos pontos azuis e vermelhos, indicando que não ocorre a relação de K-S entre os grãos roxo (α -kamacita) e verde (γ -taenita).

Para avaliar se há ocorrência da relação de N-W foi construída uma figura de polo adicional, presente na referente ao plano $(100)\alpha$, presente na Figura 42.

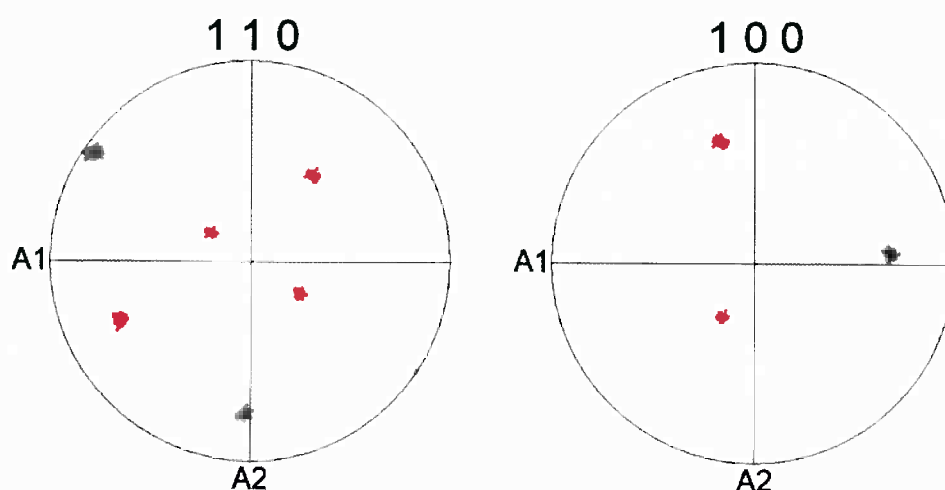


Figura 42 - Figuras de polo $(110)\alpha$ e $(100)\alpha$, construídas a partir do grão roxo

Fazendo a sobreposição das figuras de polo $(111)\gamma$ e $(110)\gamma$ às figuras de polo $(110)\alpha$ e $(100)\alpha$, respectivamente, obtém-se a Figura 43.

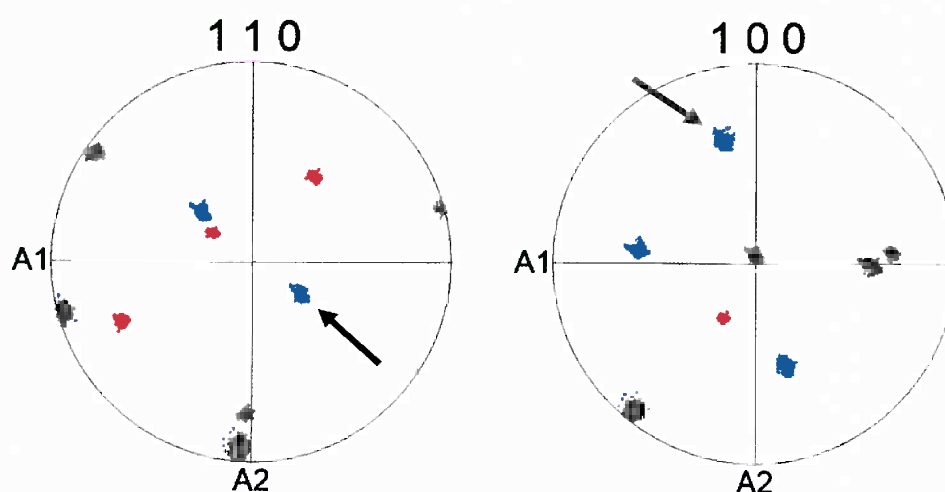


Figura 43 – Sobreposição das figuras de polo $(111)\gamma$ e $(110)\gamma$ às figuras de polo $(110)\alpha$ e $(100)\alpha$, respectivamente. Pontos vermelhos indicam a distribuição de kamacita e pontos azuis indicam taenita. As setas indicam as regiões onde ocorre os pontos vermelhos e azuis coincidem

A existência de pontos vermelhos e azuis que se sobrepõem na Figura 43 indica que, entre os grãos roxo e verde existe a relação de orientação de N-W.

Além da análise das figuras de polo, foi utilizado um software para cálculo dos ângulos entre os planos analisados. Os valores calculados para os ângulos entre planos envolvidos nas relações de orientação são dados na Tabela 6. Note que, confirmando o que se observa na figura de polo, para a partícula "roxa", observa-se a relação de N-W, corroborando a não coincidência dos polos envolvidos na relação K-S, havendo um pequeno desvio em relação a esta.

Tabela 6 - Ângulos entre planos da Kamacita e da Taenita calculados a partir do software

Vermelho/Verde		
Kamacita	Taenita	Ângulo
$\{0\ -1\ -1\}$	$\{1\ 1\ 1\}$	1,06°
$\langle -1\ 1\ 1 \rangle$	$\langle 1\ -1\ 0 \rangle$	1,73°
Roxo/Verde		
Kamacita	Taenita	Ângulo
$\{-1\ 0\ 1\}$	$\{1\ 1\ -1\}$	0,66°
$\langle 1\ 1\ 1 \rangle$	$\langle -1\ 1\ 0 \rangle$	3,84°
$\langle 0\ 1\ 0 \rangle$	$\langle 0\ 1\ 1 \rangle$	1,46°

5.2.5 Desorientação interna do grão

Foram realizadas medidas de variação de orientação dentro dos grãos, tanto na Kamacita como na taenita. Na Figura 44, pode-se ver o trajeto no qual a medida de desorientação foi realizada (seta branca) na kamacita. Já a Figura 45 mostra o gráfico que apresenta no eixo y a desorientação em graus e no eixo x a distância à extremidade da seta.

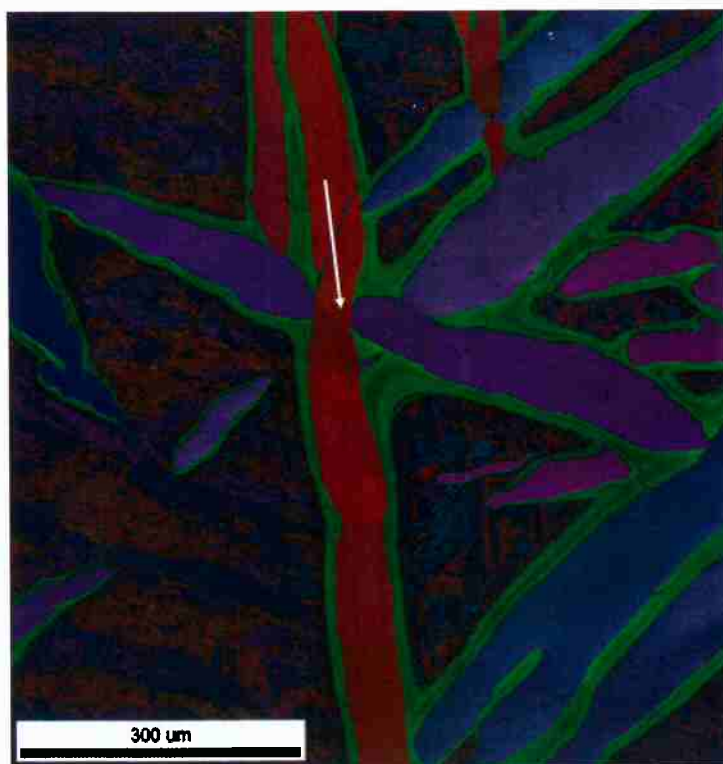


Figura 44 - Mapa de Orientação com filtro de Índice de Qualidade com aumento 270 x. A seta branca indica os pontos em que foram realizadas medidas de desorientação dentro da kamacita

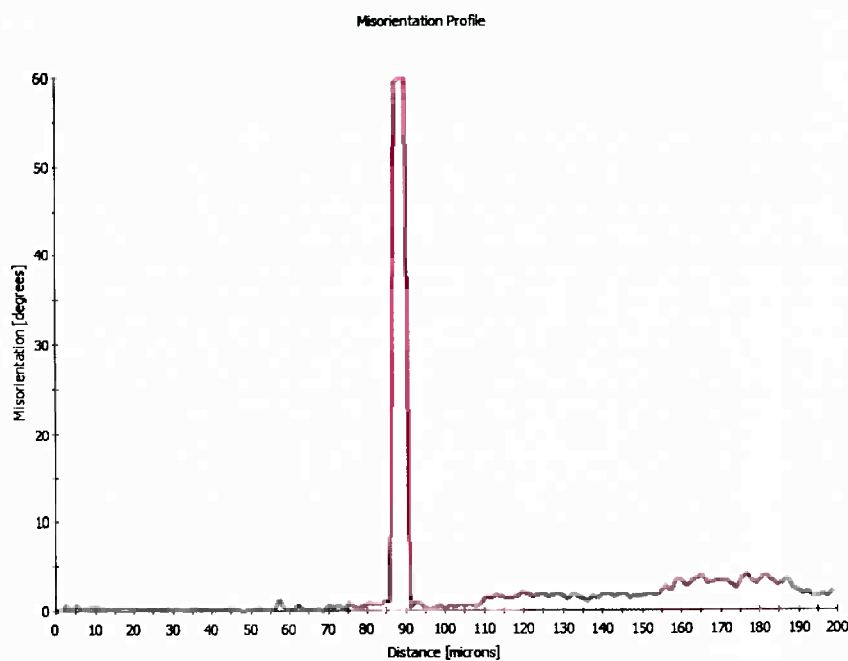


Figura 45 - Gráfico de desorientação (medida em graus) dentro de um grão de kamacita e relação à distância à extremidade da seta branca da Figura 43

A presença de um pico de desorientação de 60° no gráfico da Figura 45 é um indício da existência de macla nesse local. Observando a Figura 44, a região onde

ocorre a macla ocorre onde há uma linha roxa no grão vermelho. A desorientação entre o grão original e a região maclada foi identificada pelo software do EBSD como sendo de $59,9^\circ$ em torno de um **eixo** $\langle 111 \rangle$, típica de maclação. Note que isso não corresponde necessariamente a um plano de maclação $\{111\}$.

A mesma medida de ângulos de desorientação dentro do grão foi realizada em um grão de taenita, segundo a seta branca indicada na Figura 46.



Figura 46 - Mapa de Orientação com filtro de Índice de Qualidade com aumento 270 x. A seta branca indica os pontos em que foram realizadas medidas de desorientação dentro da taenita

O gráfico de desorientação por distância à extremidade da seta medida no grão de taenita pode ser encontrado na Figura 47.

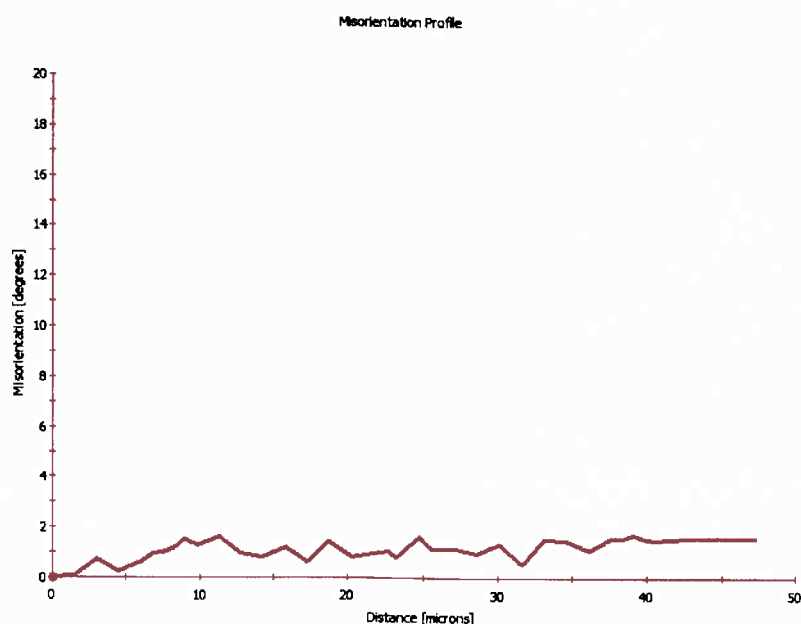


Figura 47 - Gráfico de desorientação (medida em graus) dentro de um grão de taenita e relação à distância à extremidade da seta branca da Figura 45

A partir do gráfico presente na Figura 47 é possível inferir que no grão de taenita (verde) não há presença de macla na região analisada, tampouco a desorientação observada justifica o contraste mostrado no mapa de qualidade de imagem ao longo da camada de taenita que envolve as agulhas de kamacita, uma vez que a desorientação dentro do cristal nos pontos analisados é inferior a 2°.

No grão vermelho, para avaliar a relação de orientação entre as regiões acima da macla e abaixo da macla, realizou-se a sobreposição das figuras de polo dos planos (0 0 1), (1 0 0), (1 1 1) e (2 1 1) de ambas as regiões, como pode ser visto nas Figuras 48 e 49.

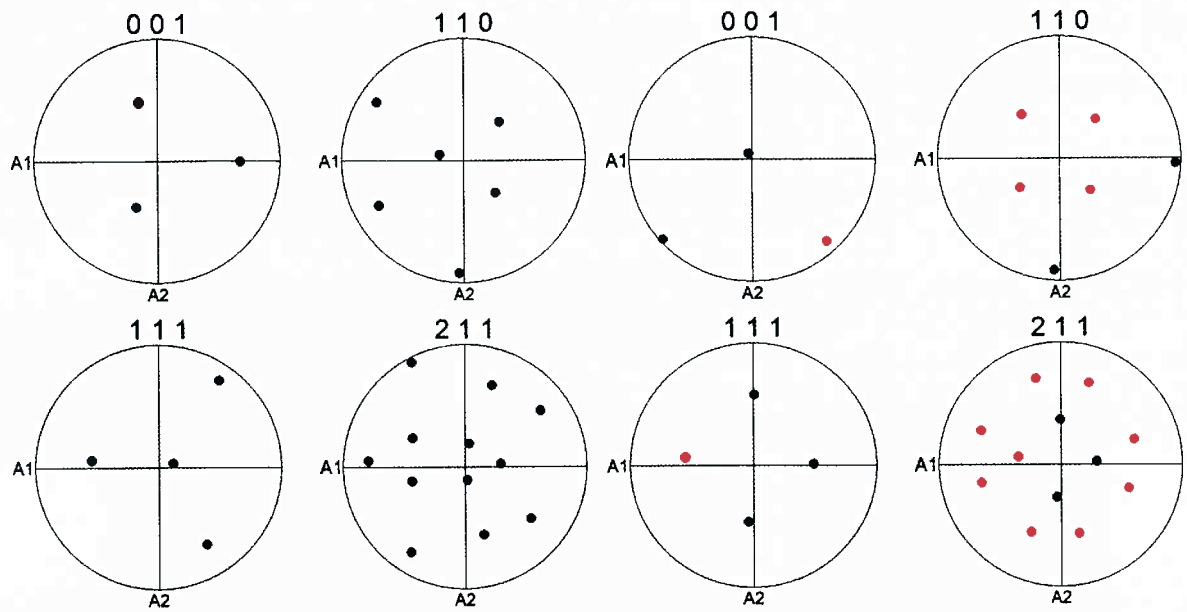


Figura 48 - Figuras de polo dos planos (001), (110), (111) e (211), do grão vermelho, da parte superior à macla (pontos vermelhos) e inferior à macla (pontos pretos)

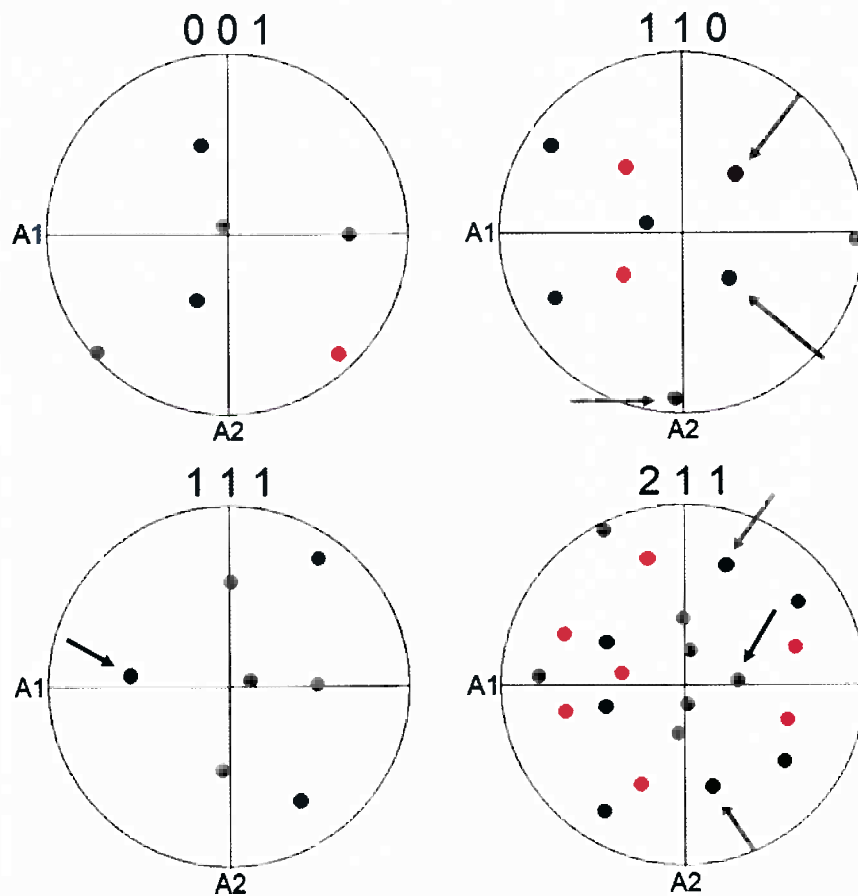


Figura 49 - Sobreposição das figuras de polo da Figura 49. As setas indicam os pontos onde os pontos vermelhos e pretos coincidem

A Figura 49 demonstra a sobreposição das figuras de polo da Figura 48. A partir dos pontos coincidentes é possível identificar que ocorrem coincidências entre os planos (2 1 1), (1 1 1) e (1 1 0), indicadas pelas setas.

5.2.6 EDS

A Figura 50 apresenta a composição química medida através do EDS em diferentes pontos, indicados em vermelho, da fase taenita.

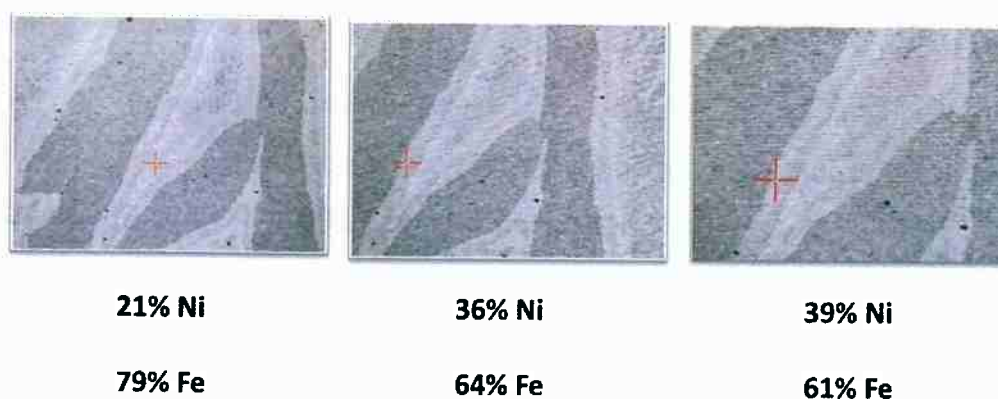


Figura 50 - Composição química medida por EDS em diferentes pontos da taenita.

Nota-se que a taenita apresenta grande variação de composição de acordo com o ponto escolhido. Este resultado é consistente com o diagrama de fases, que prevê um aumento de níquel próximo à interface α/γ .

A Figura 51 apresenta a composição química medida pelo EDS da fase kamacita.



Figura 51 - Medida de composição no EDS da fase kamacita

No caso da kamacita, as medidas de composição foram semelhantes nos diversos pontos analisados, sempre apresentando cerca de 5% de níquel. Essa medida de composição está dentro do teor de níquel que a literatura indica para a kamacita.

6. CONCLUSÃO

Entre um par de grãos de α -kamacita (vermelho) e γ -taenita (verde), foi observada a correspondência à relação de Kurdjumov-Sachs. Em outro par de grãos de α -kamacita (roxo) e γ -taenita (verde) foi identificada a relação Nishiyama-Wasserman.

No grão de kamacita indicado pela cor vermelha no mapa de orientação foi possível identificar a ocorrência de macla, evidenciada pela desorientação de aproximadamente 60° encontrada entre o grão original e a região maclada.

No grão de taenita analisado não foram encontrados pontos com diferença de orientação.

O ensaio EBSD se mostrou muito versátil, tanto para análises globais, como no caso das figuras de polo contínuas, como locais, como por exemplo a análise de existência de maclação. A base gerada a partir do padrão de Kikuchi permite ampla análise posterior, incluindo a criação de mapas de fase, mapas de orientação, figuras de polo e medidas de desorientação.

7. BIBLIOGRAFIA

1. AZEVEDO, C. R. F.; CAMPOS, B. A. Breve História da Metalografia. **Revista Metalurgia & Materiais**, n. 573, Novembro 2007.
2. HEIDE, F.; WLOTZKA, F. **Meteorites: Messengers from space**. [S.l.]: Springer, 1995.
3. BUCHNER, E. et al. Buddha from space—An ancient object of art made of a Chinga iron meteorite fragment. **Meteoritics & Planetary Science**, v. 9, n. 47, p. 1491-1501, 2012.
4. JOHNSON, D. et al. Analysis of a prehistoric Egyptian iron bead with implications for the use and perception of meteorite iron in ancient Egypt. **Meteoritics & Planetary Science**, v. 6, n. 48, p. 997-1006, 2013.
5. HE, Y. et al. Crystallographic relations between face- and body-centered cubic crystals formed under near-equilibrium conditions: Observations from the Gibeon meteorite, n. 54, p. 1323-1334, 2006.
6. NOLZE, G.; PAYTON, E. Messengers from Space: A Scanning Electron Microscopy Investigation. **Imaging & Microscopy**, 2013.
7. ANDERS, E. Origin, Age and Composition of Meteorites. **Space Science Reviews**, v. 3, p. 583-714, 1964.
8. GOLDSTEIN, J. I.; SCOTT, E. R. D.; CHABOT, N. L. Iron Meteorites: Crystallization, thermal history, parent bodies and origin. **Chemie der Erde Geochemistry**, Janeiro 2009. 293-325.
9. GOLDSTEIN, J. I.; OGILVIE, R. E. The growth of the Widmanstätten pattern in metallic meteorites. **Geochimica et Cosmochimica Acta**, v. 29, p. 893-920, 1965.
10. NABIEI, F. et al. A large planetary body inferred from diamond inclusions in a ureilite meteorite. **Nature Communications**, v. 9, 2018.
11. BUCHEWALD, V. F. **Handbook of Iron Meteorites**. [S.l.]: [s.n.], v. I.
12. YANG, J.; GOLDSTEIN, J. I. The formation of the Widmanstätten structure in meteorites. **Meteoritics & Planetary Science**, v. 2, n. 40, p. 239-253, 2005.
13. DOS SANTOS, R. G. **Transformações de fases em materiais metálicos**. [S.l.]: Unicamp.
14. SANTOS, C. N. D. **Aspectos Cristalográficos da Transformação Martensítica de uma Liga Fe-27%Ni**. Instituto Militar de Engenharia. [S.l.].

15. SCHWARTZ, A. J.; KUMAR, M.; ADAMS, B. L. **Electron Backscatter Diffraction in Materials Science**. 1ª. ed. New York: Kluwer Academic, 2000.
16. BRANDON, D.; KAPLAN, W. D. **Microstructural Characterization of Materials**. 2ª. ed. Chichester: Wiley, 2008.
17. OXFORD INSTRUMENTS. EBSD Explained. **Oxford Instruments**, 2015. Disponível em: <https://www.oxford-instruments.com/OxfordInstruments/media/nanoanalysis/EBSD/EBSD%20Explained/EBSD-Explained_web.pdf>. Acesso em: 23 abr. 2018.
18. CASTRO, N. A. **Controle da Textura e da Microestrutura Durante o Processo de Fabricação de Aços Elétricos Semiprocessados**. Escola Politécnica da USP. São Paulo. 2008.
19. KOT, M. **In-operando hard X-ray photoelectron spectroscopy study on the resistive switching physics of HfO₂-based RRAM**. Brandenburg University of Technology. [S.l.]. 2014.
20. THE METEORITICAL SOCIETY. Guidelines for Meteorite Nomenclature, 1980. Última edição em 2015. Disponível em: <<https://www.lpi.usra.edu/meteor/docs/nc-guidelines.pdf>>. Acesso em: 07 jun. 2018.
21. NORTHWEST Africa 859 meteorite (NWA 859), Northwest Africa Meteorites. **Mindat.org**. Disponível em: <<https://www.mindat.org/loc-237336.html>>.
22. NATURAL HISTORY MUSEUM. Data Portal. Disponível em: <<http://data.nhm.ac.uk/dataset/collection-specimens/resource/05ff2255-c38a-40c9-b657-4ccb55ab2feb/record/381285/dwc>>. Acesso em: 02 jun. 2018.
23. THE METEORITICAL SOCIETY. Meteoritical Bulletin Database, 2018. Disponível em: <<https://www.lpi.usra.edu/meteor/metbull.php>>. Acesso em: 02 jun. 2018.
24. MONLEVADE, E. F. D. **Relações de Orientação Resultantes da Precipitação de Austenita em Ferrita em Aço Inoxidável Duplex**. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. [S.l.]. 2002.
25. MSE CARNEGIE MELLON. Analysis of EBSD Data. **Carnegie Mellon University**, 2016. Disponível em: <<http://pajarito.materials.cmu.edu/rollett/27750/L17-EBSD-analysis-31Mar16.pdf>>. Acesso em: 28 abr. 2018.