
LUÍS AUGUSTO BATISTA DE MORAES

Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais
Escola Politécnica da Universidade de São Paulo

**CARACTERIZAÇÃO DA MICROESTRUTURA E DAS RELAÇÕES
DE ORIENTAÇÃO ENTRE AS FASES α (D0₃) E γ (A1) EM UMA
LIGA Fe-12Ni-15Si**

Trabalho de Formatura para
Graduação na Escola Politécnica da
Universidade de São Paulo

Orientador: Cláudio Geraldo Schön

**São Paulo
2002**

11/02/2024 - 01:11

Aos meus pais pelo apoio.

A minha mãe por não me deixar desistir
do curso.

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, Prof. Dr. Cláudio Geraldo Schön, pela escolha do tema e ajuda nas interpretações dos resultados. Aos técnicos do Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura do Departamento.

Este trabalho foi parcialmente financiado pela FAPESP, com recursos do projeto temático "Otimização da microestrutura, da microtextura e da mesotextura de materiais ferrosos avançados" (Proc. FAPESP 99/10796-8).

SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS	ii
SUMÁRIO	iii
LISTA DE FIGURAS	iv
LISTA DE TABELAS	vi
RESUMO	1
1) INTRODUÇÃO	2
2) LIGAS DO SISTEMA Fe-Ni-Si	3
3) ESTRUTURA CRISTALINA E MICROESTRUTURA DAS LIGAS DO SISTEMA Fe-Ni-Si	6
4) DIAGRAMAS DE FASES DO SISTEMA Fe-Ni-Si	10
5) TEXTURAS DE TRANSFORMAÇÕES DE FASES	15
6) DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS	25
6) MATERIAIS E MÉTODOS	35
6.1) Preparação das amostras	36
6.2) Análise da microestrutura através da técnica EBSD	37
6.3) Análise dos arquivos gerados nas varreduras EBSD	39
7) RESULTADOS	41
7.1) Amostra bruta de fusão	41
7.2) Amostra solubilizada a 900°C	43
7.3) Amostra solubilizada a 1000°C	45
7.4) Amostra solubilizada a 1050°C	63
7.5) Amostra solubilizada a 1100°C	65
8) DISCUSSÃO	67
9) CONCLUSÕES	71
10) BIBLIOGRAFIA	72

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Diagrama de fases na porção rica em Fe, do sistema Fe-Si.	5
Figura 2 - Micrografias óticas da (a) estrutura bifásica $\alpha + \gamma$ de uma liga Fe-18%Ni-8%Si (em massa) e (b) da estrutura bifásica $\sigma + \gamma$ de uma liga Fe-30%Ni-9%Si (em massa).	6
Figura 3 - Isotermas a 800°C, 1000°C, 1100°C e 1200°C do sistema Fe-Ni-Si.	11
Figura 4 - Projeção <i>liquidus</i> completa do sistema Fe-Ni-Si (% atômicas).	12
Figura 5 - Esquema das reações <i>liquidus</i> do sistema Fe-Ni-Si.	12
Figura 6 - Isoterma a 1000°C do diagrama de fases do sistema Fe-Ni-Si.	13
Figura 7 - Seção vertical a 15%Ni do diagrama de fases do sistema Fe-Ni-Si.	14
Figura 8 – (a) :Textura (ou componente) {001}<110> em uma chapa laminada; (b) : textura de fibra {hkl}<100> em fio trefilado.	16
Figura 9 - Sistema de eixos para a determinação de figuras de pólo diretas.	19
Figura 10 – (a): Esquema de uma figura de pólo direta (111); (b): figura de pólo direta de (a).	19
Figura 11 - Figura de pólo inversa [111] e o triângulo unitário sem os pontos simetricamente equivalentes.	20
Figura 12 - Definição dos ângulos de Euler (ϕ_1, ϕ, ϕ_2) conforme notação de Bunge.	20
Figura 13 - Seção de $\phi_2 = 45^\circ$ onde são mostradas as orientações pertencentes às fibras DL e DN.	23
Figura 14 - Ábacos de $\phi_2 = 0^\circ$ e $\phi_2 = 45^\circ$ para interpretar as FDOCs.	24
Figura 15 - FDOC de uma amostra de cobre laminado a frio 60% em seções de ϕ_2 constante.	24
Figura 16 - Visualização de um padrão de difração.	27
Figura 17 - Arranjo experimental típico usado em análises de EBSD.	28
Figura 18 - Seqüência de determinação dos padrões de Kikuchi : (a) padrão de Kikuchi obtido de uma amostra de Nb; (b) transformada de Hough de (a); (c) padrão de (a) identificado.	29
Figura 19 - Esquema de uma varredura de EBSD sobre uma microestrutura.	30
Figura 20 - Exemplos de padrões com índices de qualidade de imagem (IQ) diferentes.	30
Figura 21 - Figura de pólo direta em uma amostra de cobre, mostrando uma textura de fibra <100>.	31
Figura 22 - (a) Mapa de orientação de uma amostra de latão- 6% de deformação; (b) mapa de orientação da mesma região da amostra após recompletamento artificial dos pontos com CI menor do que 0,1; (c) triângulo unitário de referência das cores usadas.	33
Figura 23 – Mapa de orientação dos grãos, amostra bruta de fusão.	41
Figura 24 - Mapa de quantificação das fases, amostra bruta de fusão.	42
Figura 25 - Mapa de orientação dos grãos, amostra solubilizada a 900°C.	43
Figura 26 - Mapa de quantificação das fases, amostra solubilizada a 900°C.	44
Figura 27 - Mapa de quantificação das fases, amostra solubilizada a 1000°C.	45
Figura 28 - Mapa de quantificação das fases, amostra solubilizada a 1000°C.	47
Figura 29 - Mapa de quantificação das fases, amostra solubilizada a 1000°C.	49

Figura 30 - Mapa de orientação dos grãos, com indicação das regiões da amostra, amostra solubilizada a 1000°C.	50
Figura 31 - Mapa de orientação dos grãos, amostra solubilizada a 1000°C, região 1 da amostra.	51
Figura 32 - Mapa de orientação dos grãos, amostra solubilizada a 1000°C, região 2 da amostra.	52
Figura 33 - Mapa de orientação dos grãos, amostra solubilizada a 1000°C, região 3 da amostra.	53
Figura 34 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção <100> da fase α e a direção <110> da fase γ , amostra solubilizada a 1000°C.	54
Figura 35 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção <111> da fase α e a direção <011> da fase γ , amostra solubilizada a 1000°C.	55
Figura 36 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção <112> da fase α e a direção <011> da fase γ , amostra solubilizada a 1000°C.	55
Figura 37 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção <100> da fase α e a direção <110> da fase γ , região 1 da amostra solubilizada a 1000°C.	56
Figura 38 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção <111> da fase α e a direção <011> da fase γ , região 1 da amostra solubilizada a 1000°C.	57
Figura 39 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção <112> da fase α e a direção <011> da fase γ , região 1 da amostra solubilizada a 1000°C.	57
Figura 40 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção <100> da fase α e a direção <110> da fase γ , região 2 da amostra solubilizada a 1000°C.	58
Figura 41 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção <111> da fase α e a direção <011> da fase γ , região 2 da amostra solubilizada a 1000°C.	59
Figura 42 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção <112> da fase α e a direção <011> da fase γ , região 2 da amostra solubilizada a 1000°C.	59
Figura 43 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção <100> da fase α e a direção <110> da fase γ , região 3 da amostra solubilizada a 1000°C.	60
Figura 44 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção <111> da fase α e a direção <011> da fase γ , região 3 da amostra solubilizada a 1000°C.	61
Figura 45 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção <112> da fase α e a direção <011> da fase γ , região 3 da amostra solubilizada a 1000°C.	61
Figura 46 - Mapa de orientação dos grãos, amostra solubilizada a 1050°C	63
Figura 47 - Mapa de quantificação das fases, amostra solubilizada a 1050°C.	64
Figura 48 - Mapa de orientação dos grãos, amostra solubilizada a 1100°C.	65
Figura 49 - Mapa de quantificação das fases, amostra solubilizada a 1100°C.	66

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Equilíbrio entre as fases α , γ , σ e a fase líquida (% em massa).	7
Tabela 2 - Equilíbrio entre as fases α , γ , σ e a fase líquida (% atômica).	8
Tabela 3 - Principais relações de orientação entre as fases α (CFC) e γ (CFC).	18
Tabela 4- Frações volumétricas da fase γ presente nas áreas analisadas das amostras.	68

RESUMO

A microestrutura de uma liga de ferro contendo 12%at. de níquel e 15%at de silício será investigada para amostras no estado bruto de fusão e solubilizadas a temperaturas entre 800 e 1100°C. As microestruturas foram investigadas por meio da técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD - "*Electron Back-Scatter Diffraction*") através de microscopia eletrônica de varredura, com ênfase na caracterização da relação de orientação entre as fases A1 (CFC desordenada) e D0₃ (CCC ordenada tipo Fe₃Si). A liga no estado "bruto de fusão" apresenta-se monofásica D0₃.

1

1) INTRODUÇÃO

O intuito deste trabalho é de se caracterizar a microestrutura e relações de orientação entre as fases após tratamentos térmicos de solubilização, determinando a janela de processamento da liga em questão. O objetivo é uma posterior caracterização das propriedades mecânicas e também uma posterior análise de fenômenos associados ao desenvolvimento da textura desta liga.

A liga escolhida para o trabalho, concilia propriedades que a torna apta ao uso em aplicações em condições sujeitas a altas temperaturas, principalmente devido à resistência à oxidação e à corrosão. Em contrapartida as aplicações tecnológicas práticas desta ligas são limitadas devido a sua baixa tenacidade a temperatura ambiente.

A baixa tenacidade é uma característica intrínseca da fase ordenada $D0_3$ (tipo Fe_3Si). Uma possível estratégia para a produção de um material com tenacidade tolerável é o desenvolvimento de microestruturas bifásicas envolvendo uma fase mais tenaz. O sistema Fe-Ni-Si possibilita a fabricação deste tipo de microestrutura, envolvendo as fases $D0_3$ e A1 (desordenada CFC). O objetivo do presente trabalho é caracterizar uma possível janela de processamento para obtenção destas microestruturas na liga Fe-12Ni-15Si.

2) LIGAS DO SISTEMA Fe-Ni-Si

As ligas do sistema Fe-Ni-Si ainda não possuem aplicações tecnológicas ou industriais consagradas, sendo ainda objeto de investigação acadêmica. Elas têm sido estudadas principalmente por conciliarem propriedades que a tornam aptas ao uso em aplicações em condições a altas temperaturas, pois apresentam excelente resistência à corrosão e à oxidação. Em contrapartida sua baixa tenacidade à temperatura ambiente limita as aplicações práticas das ligas deste sistema.[10]

Ligas dos sistemas Fe-Si possuem aplicações onde, do ponto de vista tecnológico, apresentam uma ótima resistência à corrosão e à oxidação, boa resistência mecânica em altas temperaturas e boa relação resistência mecânica/densidade, sendo que a resistência à corrosão é superior a das ligas do sistema Fe-Al. Ligas do sistema Fe-Si possuem, entretanto, baixíssima tenacidade a temperatura ambiente, inferior mesmo a das ligas do sistema Fe-Al. Isto dificulta o seu uso em aplicações estruturais.

Trabalha-se atualmente em meios de se aumentar a tenacidade à temperatura ambiente das ligas do sistema Fe-Si, para que seja possível a sua conformação mecânica a fim de se produzir componentes com uso em aplicações estruturais.

No caso das ligas do sistema Fe-Al é sabido que adições de elementos de liga como cromo, boro e zircônio promovem um aumento da ductilidade em tração.[13]. Outra forma de se aumentar a tenacidade a frio nos aluminetos de ferro é o processamento termomecânico, envolvendo ciclos de laminação a morno (~600°C) e recristalização. Para as ligas baseadas no sistema Fe-Si é improvável que estas duas rotas de processamento resultem em algum aumento de ductilidade.[10]

A rota de processamento mais viável, para incrementar a tenacidade destas ligas é a produção de microestruturas bifásicas, as ligas do sistema Fe-Ni-Si possuem um grande potencial de utilização, devido a existência de um campo bifásico

envolvendo as fases $D0_3$ e A1 no diagrama de fases do sistema [3]. A fase A1 é uma fase CFC desordenada e, portanto, consideravelmente mais dúctil que a fase $D0_3$. Além disto, a fase A1 dissolve um teor considerável de silício e deve, desta forma, apresentar elevada resistência à oxidação e à corrosão.

Convém ressaltar também que as ligas baseadas no sistema Fe-Si apresentam propriedades elétricas e magnéticas excepcionais (por exemplo, caso dos “aços-silício”), enquanto que ligas do sistema Fe-Ni com a estrutura A1 apresentam o chamado efeito “INVAR¹”, que também é associado ao magnetismo da liga. Essas considerações sugerem que seja possível o emprego de ligas do sistema Fe-Ni-Si em aplicações para fins elétricos e magnéticos.

A solubilidade do silício na fase α -CCC das ligas do sistema Fe-Si é muito alta, e a fase CCC inclui algumas fases ordenadas como as fases α' (B2) e α'' ($D0_3$), como mostrado na Figura 1 [3]. Observa-se que a fase desordenada (CCC) exhibe uma transição contínua de ordem-desordem do tipo $A2 \rightarrow B2 \rightarrow D0_3$ em temperaturas elevadas, da ordem de 700°C.

¹ Efeito INVAR é uma redução anômala do coeficiente de dilatação térmica linear de ligas Fe-Ni contendo aproximadamente 15%at Ni.

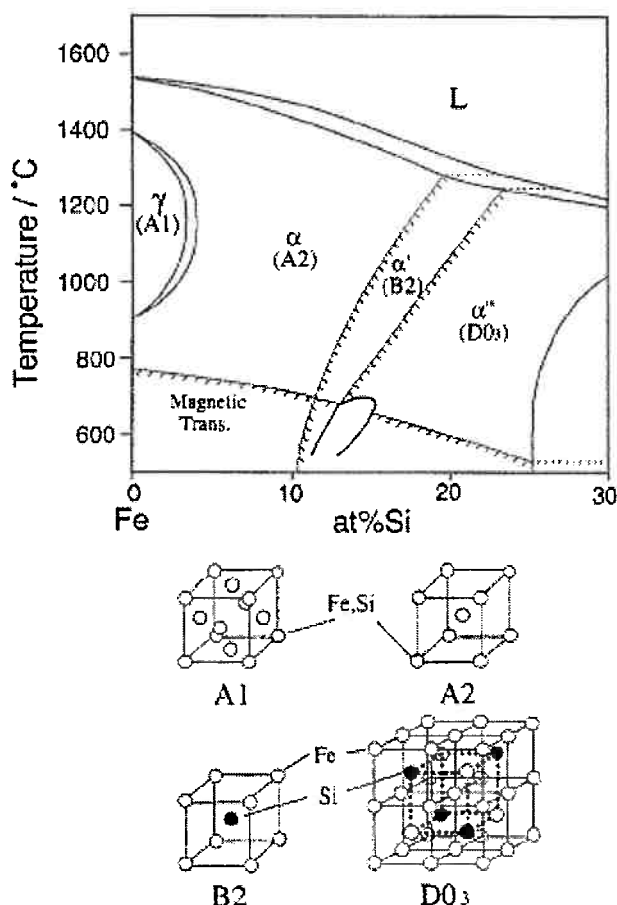


Figura 1 - Diagrama de fases na porção rica em Fe, do sistema Fe-Si.

Algumas investigações iniciais no diagrama de fases no sistema Fe-Ni-Si levaram a detecção de ligas na região entre 14 e 18% (em massa) de Ni, e entre 8 a 12% (em massa) de Si, que possuem a constante de permeabilidade "senperm". Isto pode ser atribuído a presença do composto intermetálico $\text{Fe}_{11}\text{Ni}_5\text{Si}_4$ (σ), resultante da reação peritética $\alpha + \gamma \rightarrow \sigma$, o que permite um importante controle nas propriedades magnéticas do material no sistema ternário Fe-Ni-Si.[5]

A despeito dessas interessantes observações, pouquíssimos estudos das fases de equilíbrio deste sistema foram realizados até o momento.

3) ESTRUTURA CRISTALINA E MICROESTRUTURA DAS LIGAS DO SISTEMA Fe-Ni-Si

A estrutura cristalina das ligas do sistema Fe-Ni-Si é do tipo cúbica, havendo transformações entre fases CCC e CFC.

As microestruturas típicas consistem de estruturas bifásicas $\alpha + \gamma$ e $\sigma + \gamma$ como observado por Ikeda et al [3], e são mostradas nas Figuras 2(a) e 2(b). Sendo que os corpos de prova foram atacados por meio de polimento eletrolítico, usando uma solução de uma parte de ácido perclórico e quatro partes de metanol, o que mostra a dificuldade de se atacar uma liga Fe-Ni-Si.[3]

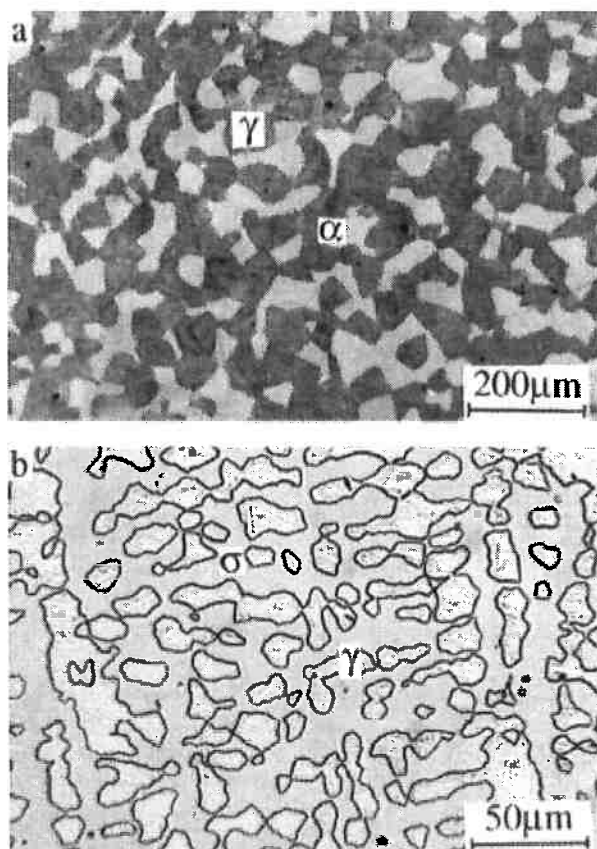


Figura 2 - Micrografias óticas da (a) estrutura bifásica $\alpha + \gamma$ de uma liga Fe-18%Ni-8%Si (em massa) e (b) da estrutura bifásica $\sigma + \gamma$ de uma liga Fe-30%Ni-9%Si (em massa).

As composições de equilíbrio das fases α , γ e σ , no sistema Fe-Ni-Si, nas temperaturas de 800°C, 1000°C, 1100°C e 1200°C, estão nas tabelas a seguir. Na Tabela 1 as porcentagens das fases estão em massa, e na Tabela 2 em porcentagem atômica.[3]

Tabela 1 - Equilíbrio entre as fases α , γ , σ e a fase líquida (% em massa).

Equilíbrio	α (% em massa)		γ (% em massa)		σ (% em massa)		L (% em massa)	
Temp (°C)	Ni	Si	Ni	Si	Ni	Si	Ni	Si
800	6,1	8,9	8,0	7,6	-	-	-	-
	10,1	12,9	12,8	10,9	-	-	-	-
	12,0	14,3	14,8	11,4	-	-	-	-
	15,2	16,9	17,3	11,8	-	-	-	-
	17,0	17,9	19,5	12,0	23,9	20,4	-	-
	-	-	27,3	20,4	12,0	23,1	-	-
1000	5,3	9,9	6,9	8,7	-	-	-	-
	9,7	13,4	11,4	11,8	-	-	-	-
	11,6	14,2	13,6	12,6	-	-	-	-
	15,4	16,3	16,7	13,6	-	-	-	-
	17,2	17,0	18,6	13,6	-	-	-	-
	20,1	18,1	21,3	14,3	-	-	-	-
	21,3	19,1	22,0	14,2	-	-	-	-
	22,6	20,7	22,6	14,8	-	-	-	-
	24,5	21,3	23,7	14,6	-	-	-	-
	27,7	22,3	25,2	14,4	-	-	-	-
1100	6,0	11,0	7,2	9,8	-	-	-	-
	9,8	13,6	11,2	12,3	-	-	-	-
	12,9	15,2	14,5	13,3	-	-	-	-
	18,0	17,3	19,3	15,5	-	-	-	-
	21,6	17,7	22,4	14,9	-	-	-	-
	25,5	19,2	26,0	15,7	-	-	-	-
	-	-	29,2	14,7	-	-	35,6	24,5
	-	-	32,7	15,5	-	-	37,5	24,6
1200	6,5	9,8	7,3	9,0	-	-	-	-
	10,3	12,8	11,3	11,6	-	-	-	-
	13,7	13,4	14,7	12,5	-	-	-	-
	19,0	15,1	20,0	13,4	-	-	-	-
	23,3	16,5	23,1	14,3	-	-	31,6	23,2
	-	-	23,5	14,9	-	-	30,9	22,5
	-	-	27,8	13,7	-	-	33,5	20,8

Tabela 2 - Equilíbrio entre as fases α , γ , σ e a fase líquida (% atômica).

Equilíbrio Temp (°C)	α (% atômica)		γ (% atômica)		σ (% atômica)		L (% atômica)	
	Ni	Si	Ni	Si	Ni	Si	Ni	Si
800	6,7	4,7	8,7	4,0	-	-	-	-
	11,3	6,9	14,1	5,8	-	-	-	-
	13,5	7,7	16,4	6,0	-	-	-	-
	17,3	9,2	19,1	6,2	-	-	-	-
	19,4	9,8	21,6	6,4	27,6	11,3	-	-
	-	-	31,4	11,2	14,2	13,0	-	-
1000	5,8	5,2	7,6	4,6	-	-	-	-
	10,9	7,2	12,7	6,3	-	-	-	-
	13,0	7,6	15,1	6,7	-	-	-	-
	17,5	8,8	18,7	7,3	-	-	-	-
	19,6	9,2	20,8	7,3	-	-	-	-
	23,0	9,9	23,8	7,7	-	-	-	-
	24,4	10,5	24,6	7,6	-	-	-	-
	26,1	11,5	25,3	7,9	-	-	-	-
	28,4	11,8	26,5	7,8	-	-	-	-
	32,2	12,4	28,1	7,7	-	-	-	-
	41,7	13,7	32,8	7,8	-	-	-	-
	-	-	-	-	-	-	-	-
1100	6,7	5,8	7,9	5,2	-	-	-	-
	11,0	7,3	12,5	6,5	-	-	-	-
	14,6	8,2	16,2	7,1	-	-	-	-
	20,5	9,4	21,8	8,4	-	-	-	-
	24,6	9,6	25,1	8,0	-	-	-	-
	29,2	10,5	29,2	8,4	-	-	-	-
	-	-	32,6	7,8	-	-	41,7	13,7
	-	-	36,6	8,3	-	-	44,0	13,8
1200	7,2	5,2	8,0	4,7	-	-	-	-
	11,5	6,8	12,5	6,2	-	-	-	-
	15,3	7,2	16,3	6,6	-	-	-	-
	21,4	8,1	22,3	7,1	-	-	-	-
	26,3	8,9	25,8	7,6	-	-	36,9	13,0
	-	-	26,3	8,0	-	-	35,9	12,5
	-	-	-	-	-	-	38,5	11,4

Observou-se também em ligas do sistema Fe-Ni-Si transformações martensíticas e o efeito de memória de forma. Formam-se estruturas martensíticas em amostras de ligas Fe-Ni-Si recozidas, sendo que a temperatura de início da transformação,

Ms, diminui e a morfologia da martensita formada tende a lenticular com o aumento do teor de silício na liga.[5]

4) DIAGRAMAS DE FASES DO SISTEMA Fe-Ni-Si

Tendo em vista o fato das ligas do sistema Fe-Ni-Si terem sido muito pouco estudadas, existem poucos diagramas de fases existentes deste sistema, inclusive alguns diagramas diferindo entre si em algumas regiões.

Na Figura 3 temos diagramas das isotermas a 800°C, 1000°C, 1100°C e 1200°C, do diagrama de fases do sistema Fe-Ni-Si.[3]

No caso das isotermas a 800 e a 1000°C observam-se dois conjuntos de linhas para o campo bifásico $\alpha + \gamma$. As linhas finas correspondem ao diagrama determinado por Inden [12] e as demais correspondem aos resultados obtidos das experiências de pares de difusão e de recozimento em amostras bifásicas por Ikeda et. al [3]. Nota-se que, apesar de as diferenças serem mínimas, elas causam uma diferença brutal de microestrutura prevista para a liga estudada no presente trabalho (Fe-12Ni-15Si). Por exemplo, a fração molar na fase A1 na isoterma a 1000°C é algo em torno de 50% de acordo com Inden [12] e quase nula de acordo com Ikeda et. al [3]. Os resultados do presente trabalho permitirão, portanto, definir qual é o diagrama correto do sistema.

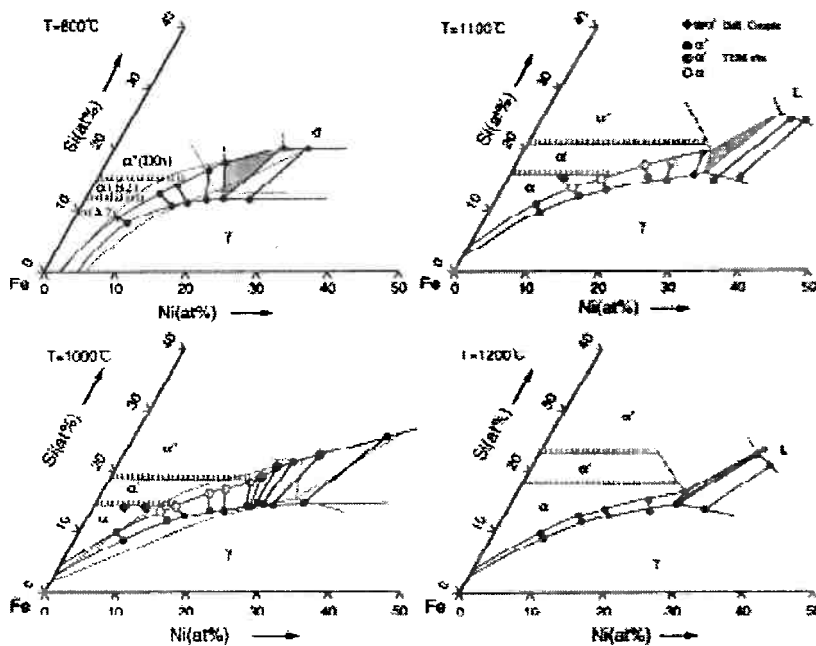


Figura 3 - Isotermas a 800°C, 1000°C, 1100°C e 1200°C do sistema Fe-Ni-Si.

Os resultados destes trabalhos de Ikeda et al encontram-se nas Tabelas 1 e 2.[3]

Das tabelas de composições de equilíbrio das fases α , γ e σ , no sistema Fe-Ni-Si, nas temperaturas de 800°C, 1000°C, 1100°C e 1200°C, apresentadas no item anterior (Tabelas 1 e 2), e das isotermas nas mesmas temperaturas, nota-se que a adição de Ni na porção rica em Fe das ligas binárias Fe-Si estabiliza a fase γ e diminui a largura da região de uma única fase (γ). A largura da região bifásica $\alpha + \gamma$ aumenta com a diminuição da temperatura e com a diminuição do teor de Ni.[3]

Temos a seguir, a projeção *liquidus* completa, e uma isoterma completa a 873K; e foram determinadas as isotermas a 723, 873, 1000, 1123, 1273 e 1400K (Figura 4).[6]

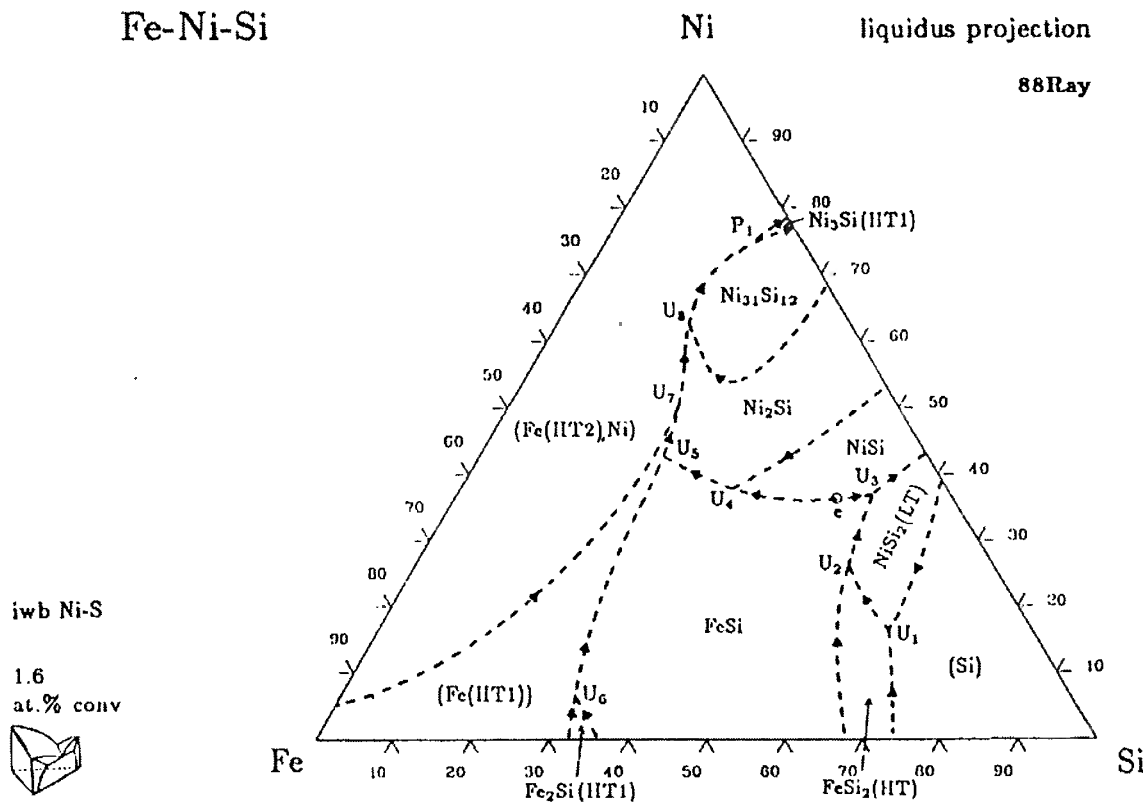


Figura 4 - Projeção *liquidus* completa do sistema Fe-Ni-Si (% atômicas).

O esquema das reações da projeção *liquidus* é apresentado na Figura 5:[6]

Reaction Scheme

Fe-Ni-Si

88Ray

- e : $l \rightleftharpoons \text{FeSi} + \text{NiSi}$
P₁ : $L + (\text{Fe}(\text{HT2}), \text{Ni}) + \text{Ni}_{31}\text{Si}_{12} \rightleftharpoons \text{Ni}_3\text{Si}(\text{HT1})$
U₁ : $L + (\text{Si}) \rightleftharpoons \text{FeSi}_2(\text{HT}) + \text{NiSi}_2(\text{LT})$
U₂ : $L + \text{FeSi}_2(\text{HT}) \rightleftharpoons \text{FeSi} + \text{NiSi}_2(\text{LT})$
U₃ : $L + \text{FeSi} \rightleftharpoons \text{NiSi} + \text{NiSi}_2(\text{LT})$
U₄ : $L + \text{NiSi} \rightleftharpoons \text{FeSi} + \text{Ni}_2\text{Si}$
U₅ : $L + \text{FeSi} \rightleftharpoons (\text{Fe}(\text{HT1})) + \text{Ni}_2\text{Si}$
U₆ : $L + \text{Fe}_2\text{Si}(\text{HT1}) \rightleftharpoons (\text{Fe}(\text{HT1})) + \text{FeSi}$
U₇ : $L + (\text{Fe}(\text{HT1})) \rightleftharpoons (\text{Fe}(\text{HT2}), \text{Ni}) + \text{Ni}_2\text{Si}$
U₈ : $L + \text{Ni}_2\text{Si} \rightleftharpoons (\text{Fe}(\text{HT2}), \text{Ni}) + \text{Ni}_{31}\text{Si}_{12}$

Figura 5 - Esquema das reações *liquidus* do sistema Fe-Ni-Si.

Das isothermas determinadas (723, 873, 1000, 1123, 1273 e 1400K), apresentaremos a de 1273K (1000°C) a título de exemplo, que se segue na Figura 6.[6]

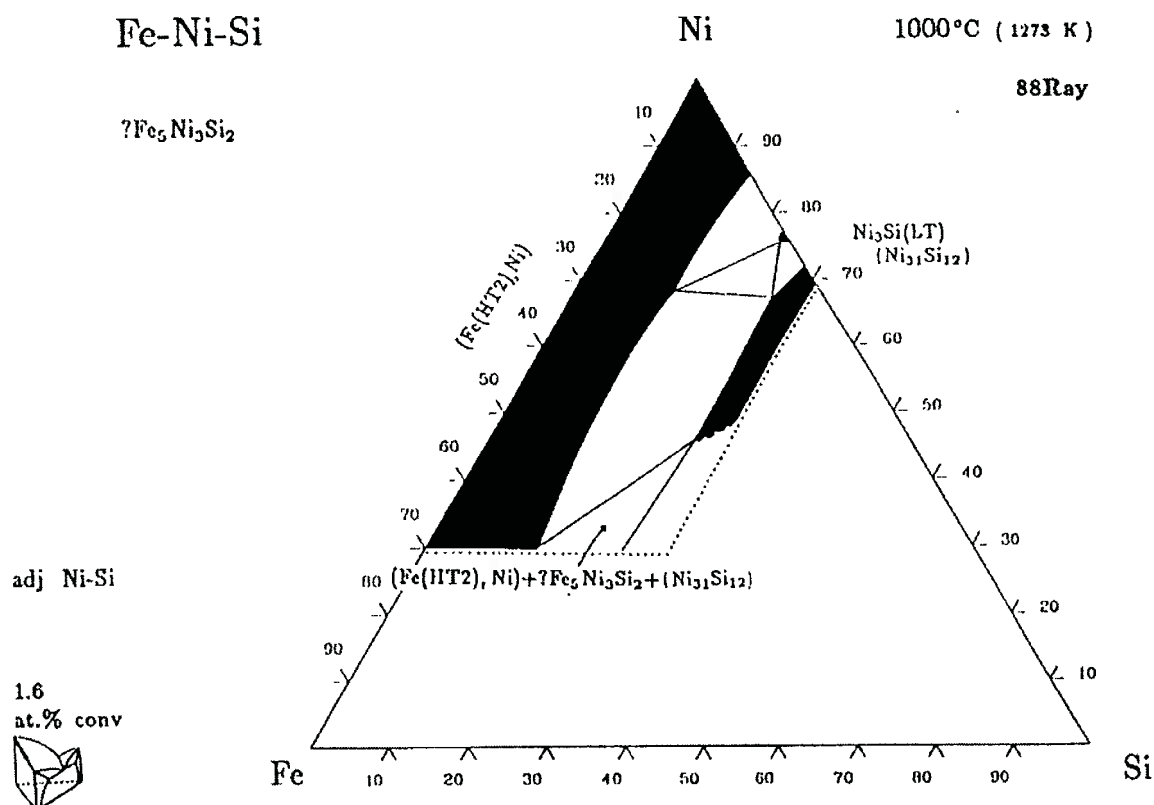


Figura 6 - Isotherma a 1000°C do diagrama de fases do sistema Fe-Ni-Si.

Devido a composição da liga deste de trabalho em questão, Fe-12Ni-15Si (% atômica), seria interessante observar a seção vertical a 12%Ni ou a 15%Ni (ou ainda a 73%Fe). Mas nenhuma destas seções foi encontrada na literatura, a mais próxima encontrada foi a seção vertical a 15% de Ni (% atômica), mostrada na Figura 7.[6]

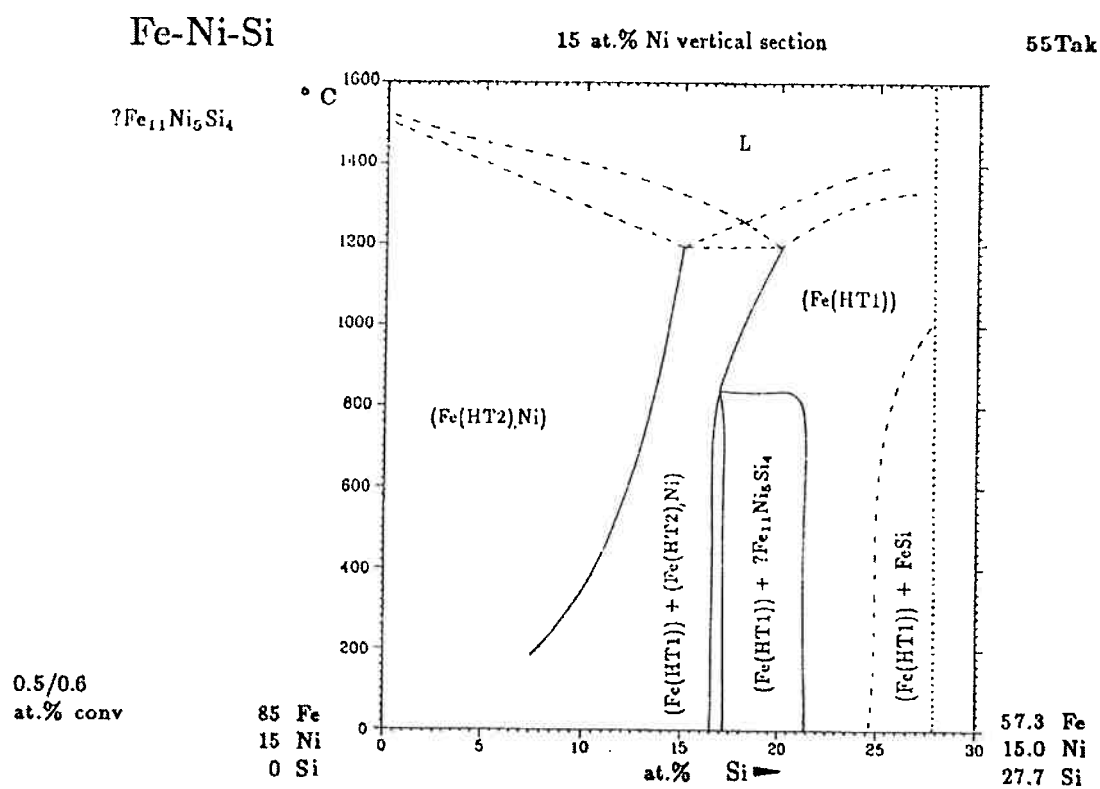


Figura 7 - Seção vertical a 15%Ni do diagrama de fases do sistema Fe-Ni-Si.

5) TEXTURAS DE TRANSFORMAÇÕES DE FASES

Os materiais policristalinos são constituídos de pequenos cristais, denominados *grãos*, entre os quais existem fronteiras chamadas de *contornos de grão*. As propriedades de um policristal dependem da forma, do tamanho e da orientação dos grãos. Cada grão em um policristal tem *orientação cristalográfica* diferente da dos seus vizinhos, os planos e as direções cristalinas têm orientação espacial diferente de grão para grão. As diferenças de orientação são habitualmente da ordem de dezenas de graus.

As orientações de todos os grãos podem estar concentradas, ao redor de alguma ou de algumas orientações particulares. Quando as orientações de todos os grãos estão concentradas ao redor de algumas orientações particulares, o policristal apresenta orientação preferencial ou *textura cristalográfica*. Assim, a textura pode ser genericamente definida como um estado no qual a distribuição de orientações dos grãos de um policristal não é aleatória. A textura não se refere à forma dos grãos, mas apenas a maneira como a rede cristalina desses grãos é arranjada espacialmente.

A orientação preferencial pode ser introduzida no material por diversos modos, como por exemplo: a deformação plástica; e a transformação de fase. No caso da transformação de fase, a textura do produto é chamada de *textura de transformação*.

Em geral, costuma dizer-se que a textura é formada por uma ou mais componentes, uma componente corresponde a uma orientação cristalina ideal, próxima da qual as orientações de um considerável volume do material (quantidade de grãos) se agrupam.

Para o caso de uma chapa laminada, uma componente é referida pelo plano cristalino $\{hkl\}$ que é paralelo ao plano da chapa e pela direção $\langle uvw \rangle$, pertencente ao plano $\{hkl\}$, a qual é paralela à direção de laminação (DL). Assim fixamos a posição do cristal em relação aos eixos DL (direção de laminação), DT

(direção transversal), DN (direção normal) da chapa - Figura 8 (a). Na literatura no idioma inglês: ND – "normal direction"; TD – "transverse direction"; e RD - "rolling direction".

No caso de produtos com simetria cilíndrica, como barras ou fios trefilados, as componentes são representadas pelas direções $\langle uvw \rangle$ paralelas à direção axial (DA) do fio ou barra, em torno das quais os grãos se arrumam, como pode ser visto na Figura 8 (b). Estas direções são normais de planos $\{hkl\}$ situados na seção reta do fio. A textura é então chamada de *textura de fibra*.

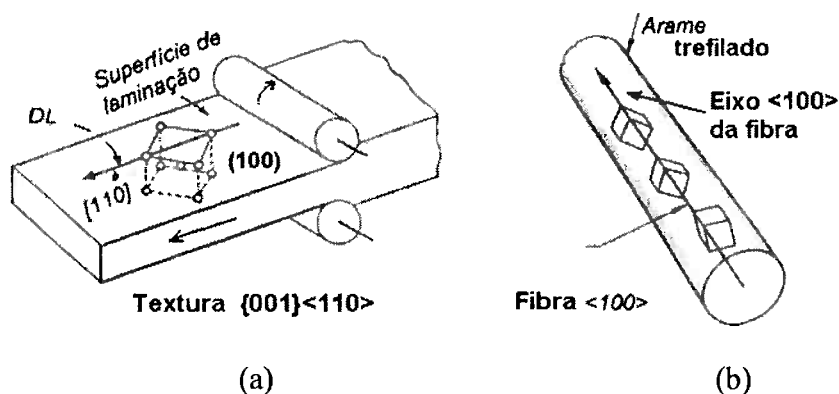


Figura 8 – (a) :Textura (ou componente) $\{001\}\langle 110 \rangle$ em uma chapa laminada; (b) : textura de fibra $\{hkl\}\langle 100 \rangle$ em fio trefilado.

Existem vários métodos de representar a textura de um material. Para qualquer dos métodos, é necessário que a identificação das orientações cristalinas existentes seja feita. Tem-se usado a difração de raios-X, através da qual pode-se medir as frações volumétricas do material associadas a uma certa orientação cristalina, a partir da intensidade que estas frações volumétricas do material difratam os raios-X incidentes. Num policristal, milhares de grãos são analisados simultaneamente, por meio desta técnica. Recentemente, o uso do EBSD ("*Electron Back-Scatter Diffraction*") em conjunto com a microscopia eletrônica de varredura (MEV) possibilitou a determinação da orientação individual de cada grão, muito rapidamente. A quantidade de grãos com cada uma das orientações existentes no policristal é feita por meio de um processo automatizado.[2]

Dependendo do tipo e da quantidade de elementos de liga em uma determinada liga, da taxa de resfriamento após um tratamento térmico ou termomecânico e do estado prévio da fase matriz (por exemplo: solubilizada, deformada, ou livre de deformação) a transformação de fase pode ocorrer das seguintes maneiras:

- de modo *difusional*, o que em geral resulta, em uma ou mais fases de nova composição;
- de modo *cisalhante*, resultando em uma fase de mesma composição e estrutura diferente;
- de modos simultâneos de difusão e cisalhamento, resultando em uma fase de características mistas (por exemplo: a bainita nos aços).

Em qualquer dos casos descritos acima, se o material da matriz possuir uma textura cristalográfica, o produto da transformação também irá adquirir uma textura, a qual pode ser relacionada de maneira precisa com a textura do material matriz. O que tem sido verificado nos aços (austenita transformando para ferrita ou bainita, por exemplo), ligas Fe-Ni, latões α - β , etc.[1]

As relações de orientação costumam ser expressas por planos e direções cristalinas da matriz e produto que mantêm uma relação de paralelismo entre si, como por exemplo, a relação abaixo:

$$\{h_1k_1l_1\} // \{h_2k_2l_2\}, \langle u_1v_1w_1 \rangle // \langle u_2v_2w_2 \rangle$$

Onde o subscrito 1 se refere à matriz, e o subscrito 2 se refere ao produto respectivamente.

Para qualquer relação de orientação específica, existe um eixo $[uvw]$ que é invariante com respeito à transformação, ou dizendo de outra maneira, é comum a ambas as fases. Assim, uma transformação deste tipo é descrita como uma rotação de ângulo ω em torno deste eixo.

No caso da relação de orientação entre as fases γ (CFC) e α (CCC) dos aços, que também é aplicada a sistemas cúbicos quaisquer de fases CFC e CCC, existem quatro relações de orientação possíveis (Tabela 3):[2]

- Relação de Bain (B)
- Relação de Kurdjumov e Sachs (KS)
- Relação de Nishiyama e Wassermann (NW)
- Relação de Greninger e Troiano (GT)

Na Tabela 3, temos as características das três primeiras, que são as principais relações de orientação entre as fases γ (CFC) e α (CCC).

Tabela 3 - Principais relações de orientação entre as fases α (CFC) e γ (CFC).

Relação de orientação	Correspondência entre as redes
Bain (B)	$\{001\}_{\gamma} \parallel \{001\}_{\alpha}$ $\langle 100 \rangle_{\gamma} \parallel \langle 110 \rangle_{\alpha}$
Kurdjumov e Sachs (KS)	$\{111\}_{\gamma} \parallel \{011\}_{\alpha}$ $\langle 011 \rangle_{\gamma} \parallel \langle 111 \rangle_{\alpha}$
Nishiyama e Wassermann (NW)	$\{111\}_{\gamma} \parallel \{011\}_{\alpha}$ $\langle 112 \rangle_{\gamma} \parallel \langle 011 \rangle_{\alpha}$

Sendo que a de Greninger e Troiano é pouco utilizada, já que é intermediária entre as de Kurdjumov-Sachs (KS) e Nishiyama-Wassermann (NW).

A relação mais utilizada para representar transformações de orientação entre as fases CFC e CCC é a relação de Bain.[2]

As orientações podem ser representadas bidimensionalmente sob a forma de figuras de pólo. Uma figura de pólo direta é uma projeção estereográfica das direções perpendiculares aos planos do reticulado, relativas a um sistema de três eixos de referência de um plano arbitrário. Os eixos deste sistema são as três componentes de uma textura em uma chapa laminada: DN – direção normal; DT – direção transversal; e DL – direção de laminação. Ou em inglês: ND – "normal direction"; TD – "transverse direction"; e RD - "rolling direction" (Figura 9).[9]

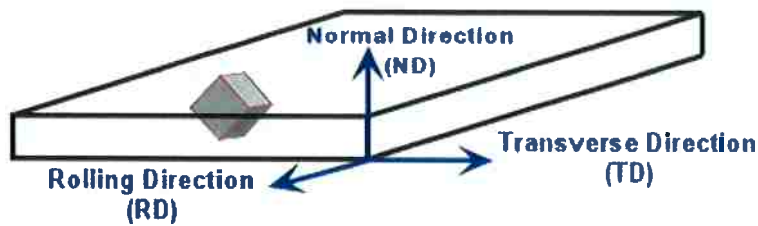


Figura 9 - Sistema de eixos para a determinação de figuras de pólo diretas.

As figuras de pólo podem ser diretas ou inversas. A seguir temos um exemplo de uma figura de pólo direta (111), Figura 10.

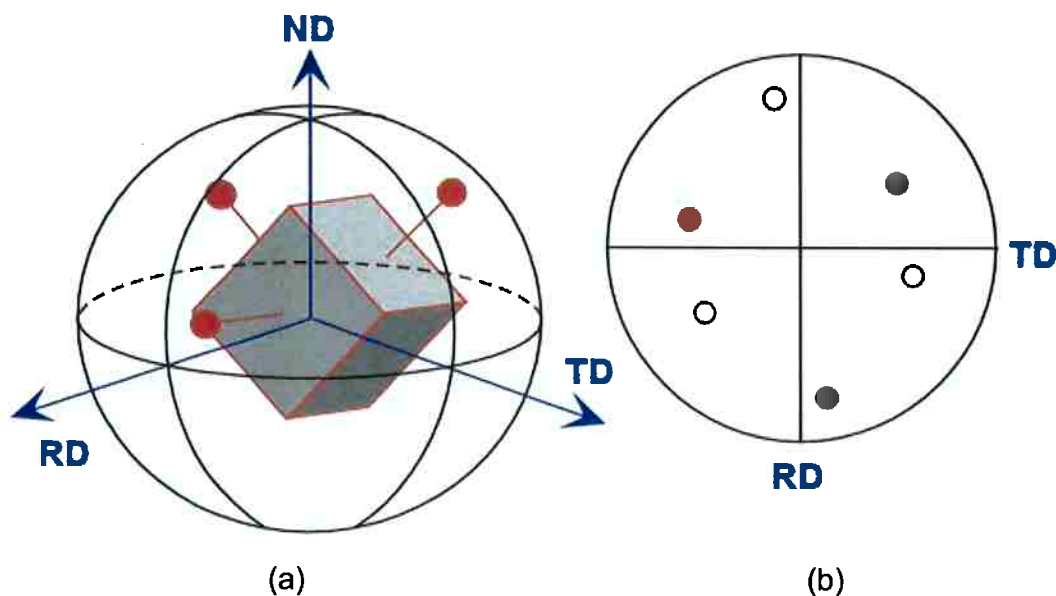


Figura 10 – (a): Esquema de uma figura de pólo direta (111); (b): figura de pólo direta de (a).

Já as figuras de pólo inversas, também são projeções estereográficas, mas mostram a posição de uma direção cristalográfica da amostra, em relação ao sistema de eixos da amostra (DN, DL, e DT; ou ND, RD, e TD). Então, uma figura de pólo inversa [111], mostra qual direção cristalográfica da amostra está alinhada com a direção normal do sistema de referência. Devido a simetria das orientações e desorientações, esta figura de pólo inversa [111] de uma amostra do sistema

cúbico mostraria vários pontos simetricamente equivalentes. Para se evitar isto, utiliza-se fazer sua representação em um triângulo unitário (Figura 11).[9]

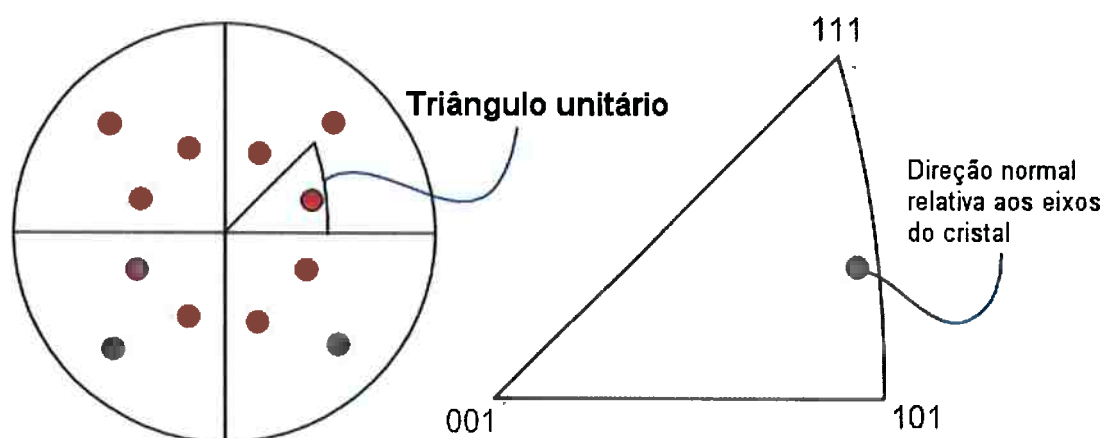


Figura 11 - Figura de pólo inversa [111] e o triângulo unitário sem os pontos simetricamente equivalentes.

As texturas de transformação, normalmente são apresentadas na forma de figuras de pólo inversas, figuras de pólo diretas, ou como Função de Distribuição de Orientação (FDOC) – do inglês "Orientation Distribution Function" (ODF). Neste último caso, é usada preferencialmente a notação de Bunge em ângulos de Euler (ϕ_1, ϕ, ϕ_2), na forma da seção de $\phi_2 = 45^\circ$, que contém todas as orientações do sistema cúbico (Figura 12).[1]

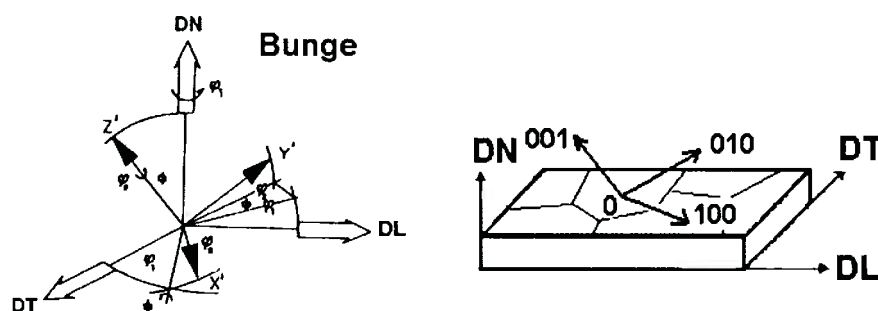


Figura 12 - Definição dos ângulos de Euler (ϕ_1, ϕ, ϕ_2) conforme notação de Bunge.

Isto porque apenas com figuras de pólo, temos informações incompletas e semiquantitativas, já que representam apenas os planos $\{hkl\}$ difratados pelo material. Já a FDOC especifica a freqüência de ocorrência de (ou probabilidade de encontrar) determinadas orientações $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ em uma amostra do material. Esta probabilidade, numa amostra sem textura, é igual à unidade. Na FDOC, a orientação de um cristal é definida por três ângulos de Euler, os quais constituem três rotações consecutivas que, aplicadas aos eixos $[100]$, $[010]$ e $[001]$ da célula cristalina do cristal, tornam os mesmos coincidentes com os eixos DL, DT e DN, respectivamente, da chapa ou amostra do material.[9]

As orientações podem ser representadas por meio de uma matriz de cossenos diretores que envolvem os três ângulos de Euler. De acordo com a notação de Bunge, a matriz de orientação $g = g(\varphi_1 \phi \varphi_2)$ é obtida pela multiplicação sucessiva das três matrizes correspondentes às rotações individuais $g = g_3 \cdot g_2 \cdot g_1$.

A Equação 1, a seguir, mostra a matriz de orientação de Bunge.[1]

$$g(\varphi_1 \phi \varphi_2) = \begin{bmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \phi & \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \phi & \sin \varphi_2 \sin \phi \\ -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \phi & -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 - \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \phi & \cos \varphi_2 \sin \phi \\ \sin \varphi_1 \sin \phi & \cos \varphi_1 \sin \phi & \cos \phi \end{bmatrix} \quad (1)$$

A matriz de orientação também pode ser representada a partir dos índices de Miller, da seguinte forma:[1]

$$g(h \ k \ l)(u \ v \ w) = \begin{bmatrix} \frac{u}{n} & \frac{kw - lv}{mn} & \frac{h}{m} \\ \frac{v}{n} & \frac{lu - hw}{mn} & \frac{k}{m} \\ \frac{w}{n} & \frac{hv - ku}{mn} & \frac{l}{m} \end{bmatrix} \quad (2)$$

onde os fatores de normalização são $m = \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$ e $n = \sqrt{u^2 + v^2 + w^2}$. Assim, pode-se relacionar os índices de Miller, que fixam a orientação $(hkl)[uvw]$ do cristal, com os ângulos de Euler, $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$, através das terceiras e primeiras colunas das matrizes, correspondentemente.[1]

Observa-se que os índices do plano $\{hkl\}$ dependem somente dos ângulos Φ e φ_2 enquanto a direção $\langle uvw \rangle$ é função dos três ângulos. É comum utilizarem-se os ângulos $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ no intervalo de 0 a $\pi/2$ rad. Isto permite a construção de gráficos, em seções de $\varphi_2 = \text{constante}$, onde os planos $\{hkl\}$ e as direções $\langle uvw \rangle$ que pertencem a estes planos estão representadas. Os planos são representados por linhas retas e as direções, por pontos sobre as linhas.

A FDOC é definida pela fração volumétrica de grãos com orientação $g = g(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ do seguinte modo:[1]

$$\frac{dV}{V} = f(g)dg = f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)d\varphi_1 d\Phi d\varphi_2 \quad (3)$$

onde:

$$dg = \frac{1}{8} \pi^2 \cdot \sin\Phi d\varphi_1 d\Phi d\varphi_2 \quad (4)$$

A função $f(g) = f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ é normalmente representada por uma série de harmônicos esféricos, $T_L^{\mu\nu}$, cujos coeficientes, $C_{\lambda\nu\mu}$, no caso de Bunge, descrevem a textura do material:[1]

$$f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{\nu=1}^{N(l)} C_l^{\mu\nu} T_l^{\mu\nu}(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) \quad (5)$$

A Figura 13 mostra um ábaco das orientações $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ que, para chapas laminadas de materiais do sistema cúbico, pertencem às fibras DL e DN, em coordenadas de Bunge. Costuma se usar a seção de $\varphi_2 = 45^\circ$, para o sistema cúbico, pois ela contém todas as orientações de interesse.[1]

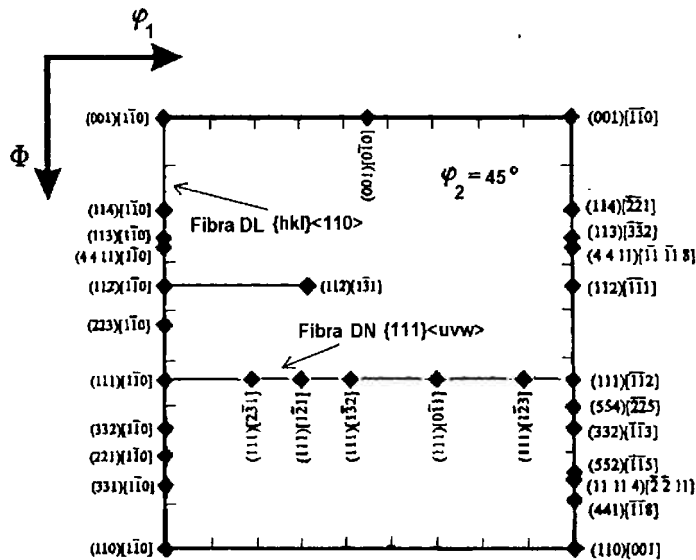


Figura 13 - Seção de $\varphi_2 = 45^\circ$ onde são mostradas as orientações pertencentes às fibras DL e DN.

A função de distribuição de orientações $f(g)$ pode ser calculada a partir de figuras de pólos diretas, obtidas por difração de raios-X, ou pode ser medida diretamente, usando-se a técnica de EBSD. Ela é normalmente representada graficamente por seções de $\varphi_2 = \text{constante}$, com curvas de nível de isovalor, para ser interpretada pelos ábacos anteriormente descritos. A Figura 14 mostra ábacos para $\varphi_2 = 0^\circ$ e $\varphi_2 = 45^\circ$.

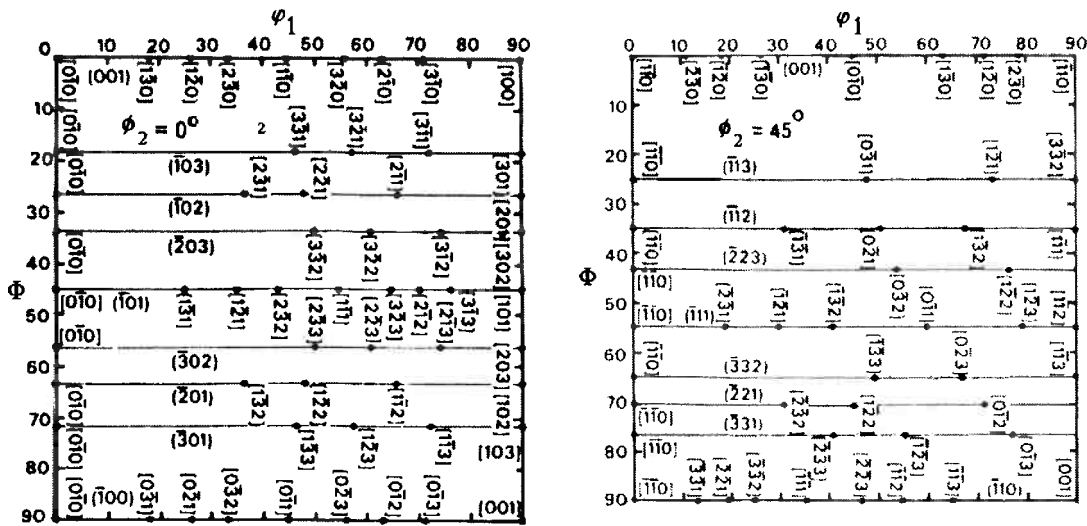


Figura 14 - Ábacos de $\phi_2 = 0^\circ$ e $\phi_2 = 45^\circ$ para interpretar as FDOCs.

A seguir temos um exemplo de representação gráfica de uma FDOC, através da técnica de EBSD, por meio de software apropriado (Figura 15).[1]

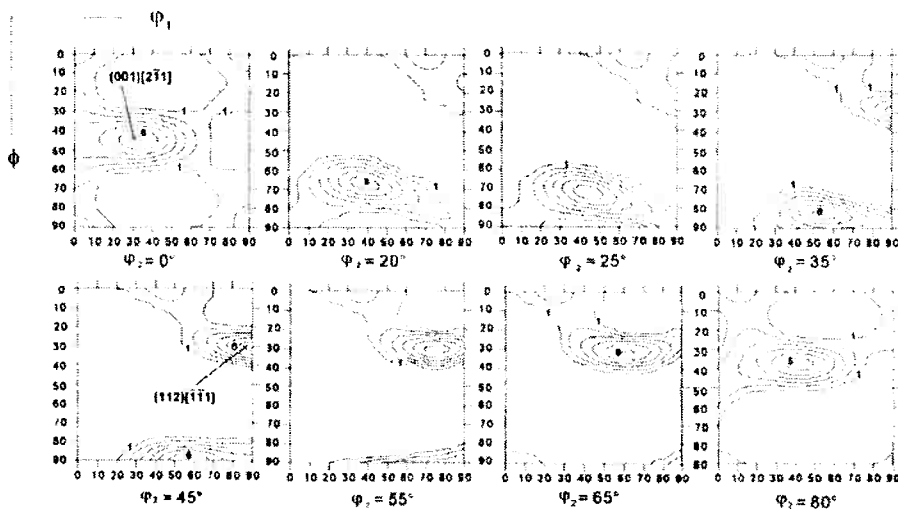


Figura 15 - FDOC de uma amostra de cobre laminado a frio 60% em seções de ϕ_2 constante.

6) DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS

O princípio de operação do microscópio eletrônico de varredura (MEV), baseia-se fundamentalmente na quantificação dos elétrons secundários emitidos por uma amostra como resposta a uma excitação eletrônica incidente. Esta medida de elétrons secundários permite uma definição qualitativa da morfologia e topografia da amostra.

O feixe de elétrons se origina em um cátodo geralmente de tungstênio aquecido através da passagem de uma corrente elétrica. Os elétrons emitidos são acelerados desde o cátodo através de uma grade e um ânodo aterrado. Este sistema de eletrodos é chamado de canhão de elétrons. Posteriormente, um sistema de lentes reduz o diâmetro do feixe de elétrons a aproximadamente 100 Å. A redução é realizada usando duas ou mais lentes magnéticas em série, cada uma capaz de reduzir o diâmetro do feixe de elétrons de um fator de 20 a 100 vezes. Uma corrente ajustável, é aplicada a uma bobina de deflexão para mover o feixe de elétrons através da amostra. A razão desta corrente, com a corrente na bobina de deflexão do tubo de raios catódicos é que determina a ampliação do microscópio.

Quando os elétrons primários alcançam a amostra, a interação destes com os átomos do material, dá origem a elétrons secundários. O número de elétrons secundários emitidos varia de acordo com a geometria e outras propriedades da amostra. Os elétrons secundários são coletados por um detetor, produzindo a imagem. Os elétrons "backscattered" (retroespalhados) e os fótons emitidos pela amostra através da ação do feixe de elétrons podem também ser usados para produzir imagens.[7]

A técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD – "Electron Back Scatter Diffraction") acoplada a um microscópio eletrônico de varredura (MEV), possibilita o conhecimento da rede cristalina de um material, e a determinação de domínios cristalinos com resolução de até 50nm. Desta maneira, pode-se analisar a "microtextura" (população de orientações individuais relacionadas a detalhes de

microestrutura) e a "mesotextura" (textura entre grãos ou geometria do contorno de grão) de um material cristalino.[4]

Quando um feixe de elétrons incide em um material cristalino montado com uma certa inclinação em relação ao feixe, os elétrons dispersam-se abaixo da superfície do material, sofrendo difração entre os planos cristalográficos. Da interação com o feixe de elétrons com a matéria, pode-se utilizar para fins de estudo, algumas resultantes desta interação, como por exemplo: raios-X, elétrons Auger, elétrons secundários, elétrons retroespalhados, elétrons absorvidos, e elétrons transmitidos. [11]

O feixe difratado de elétrons produz um padrão composto de bandas que se cruzam, que varia de material para material, chamado "padrão de difração de elétrons retroespalhados", ou em inglês, Electron Backscatter Diffraction Patterns (EBSD patterns ou EBSPs).[8]

Estes padrões surgem como resultado do espalhamento do feixe eletrônico em todas as direções à medida que ele penetra na amostra. Isto significa que todos os planos atômicos do cristal interagem com o feixe espalhado e sempre haverá alguns elétrons que incidem nos planos da rede com um ângulo que satisfaz à lei de Bragg.[8]

Utiliza-se o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) para este fim, e analisando-se os padrões de difração, estes padrões de difração podem ser visualizados colocando-se uma tela de fósforo ou uma película apropriada, próxima da amostra na câmara do MEV.[4]

Um exemplo da visualização de um padrão de difração é mostrado na Figura 16:[9]

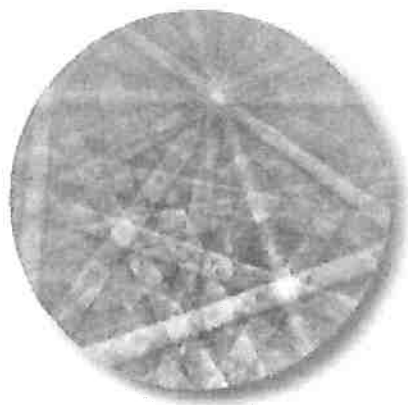


Figura 16 - Visualização de um padrão de difração.

As bandas deste padrão de difração mostrado são conhecidas como padrões de Kikuchi. Elas são relacionadas diretamente à estrutura do reticulado do cristal na região analisada. Elas se relacionam da seguinte maneira:

- A simetria do reticulado do cristal é refletida no padrão de difração.
- A largura e a intensidade das bandas são relacionadas diretamente as distâncias entre os átomos nos planos cristalinos.
- Os ângulos entre as bandas são relacionados diretamente aos ângulos entre os planos cristalinos no reticulado do cristal.

Os padrões de Kikuchi são, portanto, projeções da geometria dos planos da rede de um cristal.[8]

A Figura 17 mostra o arranjo experimental típico para a coleta dos padrões de Kikuchi. A amostra deve ser posicionada em ângulos entre 70° e 80° com relação ao feixe de elétrons, para que seja encurtado o percurso dos elétrons retroespalhados e seja diminuída a fração de elétrons absorvidos pela amostra. Os padrões de Kikuchi de alto ângulo formados são captados por uma tela de fósforo, atrás da qual é posicionada convenientemente uma câmera de TV compatível com o nível de luz. A imagem passa por um sistema de pré-processamento de sinal para que seja reduzido o ruído, a subtração de sinal de fundo incoerente, e para um aumento de contraste. Em seguida a imagem

processada é enviada a um sistema de identificação automática dos padrões captados.[4]

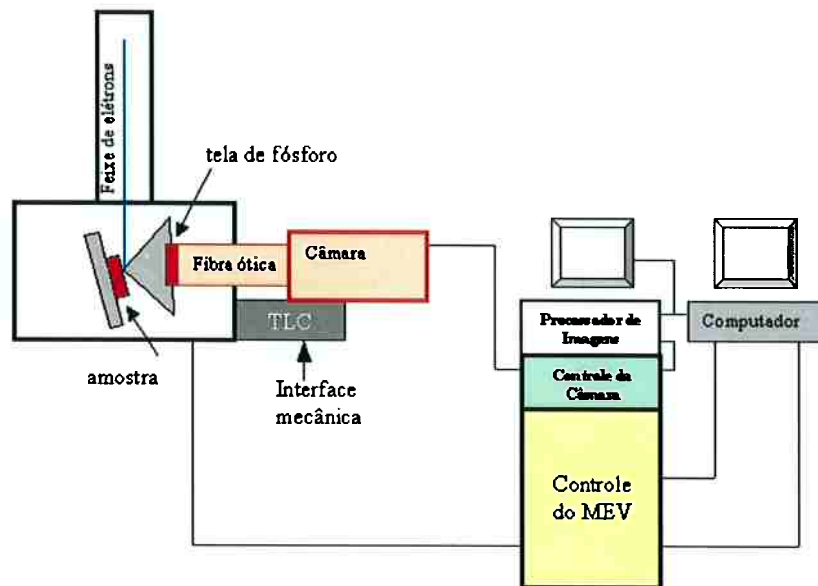


Figura 17 - Arranjo experimental típico usado em análises de EBSD.

Para que isto seja possível, a imagem é submetida à transformada de Hough, de modo que as linhas retas presentes na imagem dêem origem a pontos únicos no espaço de Hough. Estes pontos são identificados e a transformada de Hough inversa pode proporcionar linhas artificiais paralelas às bandas de Kikuchi.

Embora a largura da banda esteja diretamente relacionada à distância interplanar através da lei de Bragg, este fato raramente é utilizado devido à escolha da câmera: ou se privilegia a velocidade ou a resolução. Como é comum privilegiar a velocidade, a identificação dos padrões de Kikuchi costuma ser feita através da medição dos ângulos formados pelas linhas retas identificadas, sucedidas pela comparação com uma tabela dos ângulos teóricos correspondentes aos planos difratores do sistema cristalino em questão.

Tal comparação é usualmente feita através de uma metodologia de votação. Dentre as bandas identificadas, todas as possíveis combinações entre três linhas são consideradas. Procura-se então associar a cada trio de linhas, dois ângulos da tabela teórica. Dependendo da tolerância permitida, mais de uma solução

poderá existir para cada trio; da mesma forma como diferentes trios poderão ter uma mesma solução. Assim, cada solução terá um voto para cada cruzamento trio de linhas – par de ângulos. Define-se então um índice de confiança (CI), determinado por:

$$CI = \frac{N_1 - N_2}{NS}$$

onde N_1 é o número de votos da solução mais votada, N_2 é o número de votos da segunda solução mais votada e NS é o número total de soluções encontradas. Padrões com CI maior do que 0,1 terão 95% de chance de estarem corretamente identificados. A Figura 18 mostra a seqüência de identificação de um padrão de Kikuchi.[4]

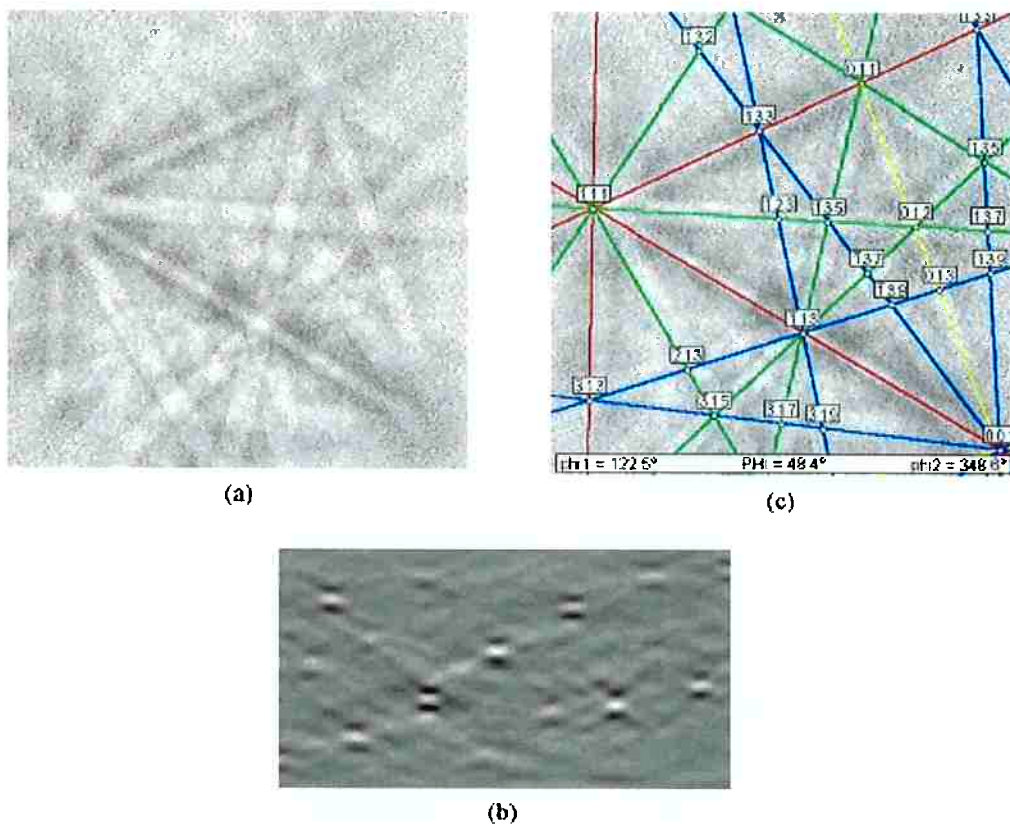


Figura 18 - Seqüência de determinação dos padrões de Kikuchi : (a) padrão de Kikuchi obtido de uma amostra de Nb; (b) transformada de Hough de (a); (c) padrão de (a) identificado.

O procedimento descrito anteriormente pode ser repetido em pontos tomados em intervalos constantes numa área previamente selecionada, como na Figura 19, obtendo-se como resultado um arquivo contendo: as coordenadas (x,y) do ponto analisado, os 3 ângulos de Euler capazes de levar os eixos de referência da célula unitária do domínio cristalino analisado a coincidir com os eixos de referência da amostra, o índice de qualidade (IQ) do padrão de Kikuchi analisado e o CI da indexação realizada.[8]

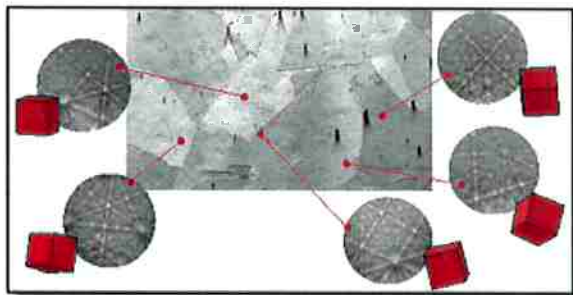


Figura 19 - Esquema de uma varredura de EBSD sobre uma microestrutura.

O índice de qualidade (IQ) descreve a qualidade de padrão EBSD. O IQ é dependente da amostra e da sua condição, mas ele não é um valor absoluto, e sim uma função cujos parâmetros são fatores técnicos utilizados para indexar o padrão, como por exemplo, o processamento do sinal de vídeo. Na Figura 20, o padrão da esquerda possui IQ maior do que o padrão da direita.[9]

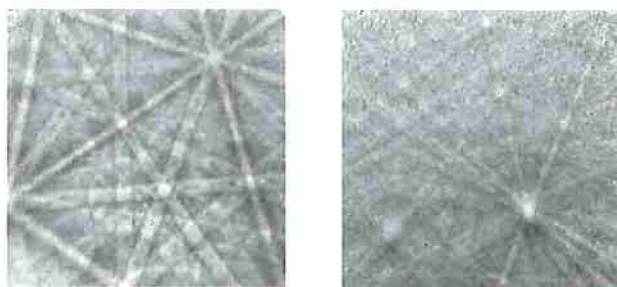


Figura 20 - Exemplos de padrões com índices de qualidade de imagem (IQ) diferentes.

No caso de materiais multifásicos, a fase cristalina que melhor se ajusta a cada ponto também é informada. Os sistemas atualmente existentes analisam cada

ponto em tempos da ordem de 0,3 a 0,1s, o que permite que, em algumas horas, milhares de pontos sejam analisados. A partir do arquivo gerado, diversas análises podem ser obtidas, como será visto a seguir.

Normalmente, depois de realizada a varredura por EBSD em uma amostra, a primeira forma de análise dos dados é a representação da textura obtida na região da amostra onde foi realizada a varredura, através da chamada figura de pólo, como mostrado na Figura 21.[4]

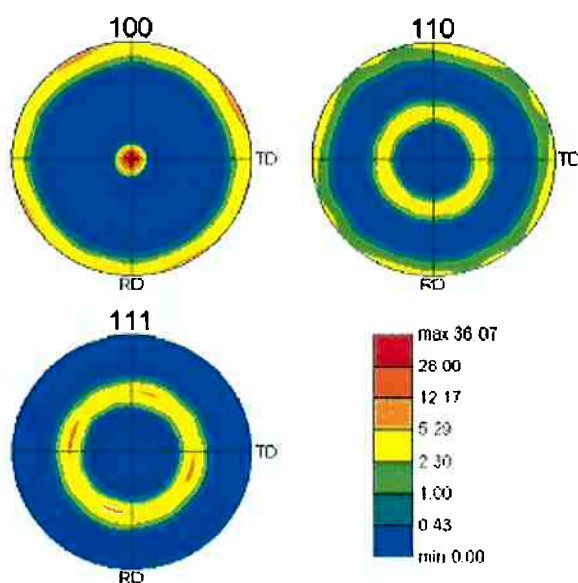


Figura 21 - Figura de pólo direta em uma amostra de cobre, mostrando uma textura de fibra <100>.

O EBSD é uma técnica de medida pontual da orientação. Para que os dados obtidos sejam válidos para toda a amostra, a região analisada deve ser verdadeiramente representativa da textura encontrada no volume da amostra. Mas a técnica de EBSD permite agora estudar grandes regiões do material com rapidez, dando origem a dados com significância estatística.

Alguns estudos indicam que no caso da presença de componentes fortes de textura (maior do que 100 vezes a intensidade de um material randômico), a análise de uma região com mais de 70 grãos, já é suficiente para tornar os

resultados comparáveis; já no caso da presença de componentes fracas de textura (maior do que 10 vezes a intensidade de um material randômico), necessita-se de pelo menos 250 grãos para tornar os resultados comparáveis.[4]

A resolução espacial em medidas de textura por EBSD é um aspecto muito importante. Alguns dos parâmetros relacionados à resolução espacial são: tipo de fonte de elétrons (densidade de corrente), voltagem de aceleração, número atômico da amostra analisada e sensibilidade da câmera utilizada. Assim, a determinação de um número para a resolução espacial não é uma tarefa fácil, devendo ser determinada de forma prática em cada caso com a variação dos parâmetros passíveis de controle em cada equipamento.

A existência desta limitação interfere não só na avaliação de amostras com tamanho de grão muito pequeno, mas também na avaliação de amostras submetidas a elevadas deformações, o que pode levar a uma avaliação desigual da textura.

Pode-se chamar de microscopia por imagem de orientação (MIO) às diversas formas de reconstrução da imagem inicialmente varrida e analisada por EBSD a partir do arquivo de dados gerado. Esta é uma ferramenta perfeita para estudos da textura local, do caráter cristalográfico das interfaces e de sua distribuição.

Em geral, um dos primeiros mapas que deve ser traçado após uma varredura de EBSD é o mapa referente ao índice de qualidade (IQ), no qual uma escala de cinza é atribuída a cada ponto, branco para o melhor índice e preto para o pior. Este mapa pode não só revelar eventuais problemas durante a coleta dos dados, tais como oscilações da corrente do feixe, mas por si só já revela o nível de distorção da rede.

A seguir, é conveniente construir um mapa de orientação (MO) como o mostrado na Figura 22, uma imagem na qual uma cor é atribuída ao plano paralelo àquele da amostra em cada ponto de coleta segundo um triângulo unitário de referência. Como mencionado anteriormente, somente os pontos com $CI > 0,1$ devem ser

considerados como aqueles corretamente indexados. Logo, se o sistema de análise de dados permitir, é conveniente retirar estes pontos e recompletar com orientações médias dos pontos vizinhos como realizado na Figura 14; tal operação deve ser realizada com muito cuidado, pois dados com índice de qualidade (IQ) e índice de confiança (CI) muito baixos podem levar a resultados completamente equivocados.[4]

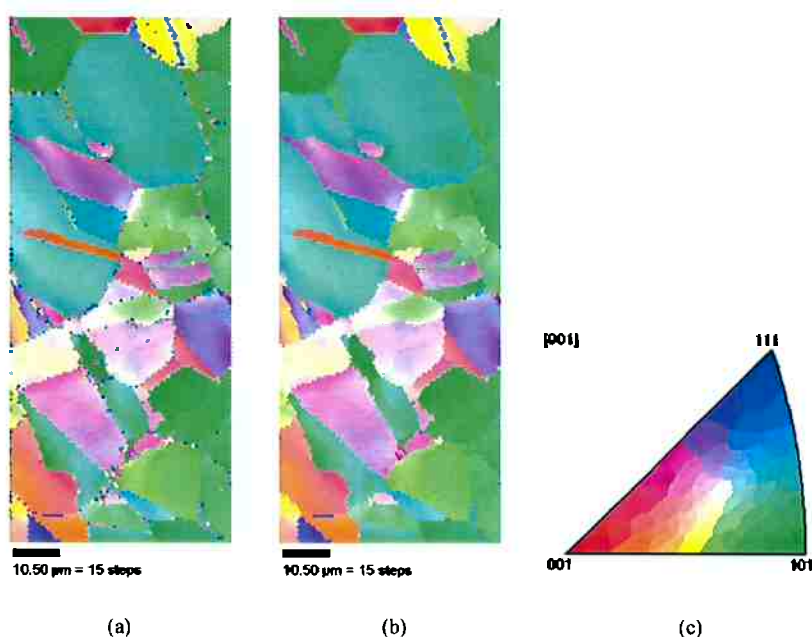


Figura 22 - (a) Mapa de orientação de uma amostra de latão- 6% de deformação; (b) mapa de orientação da mesma região da amostra após recompletamento artificial dos pontos com CI menor do que 0,1; (c) triângulo unitário de referência das cores usadas.

A construção do mapa de orientação permite a rápida constatação da presença de textura, possibilitando a sua associação imediata com a morfologia. Este tipo de análise permite ainda a rápida identificação de agregados de orientações.

O contorno de grão por vezes somente pode ser definido através da diferença de orientação com relação aos pontos vizinhos. Costuma-se então definir como contornos de baixo ângulo, aqueles com diferença de orientação inferior a 15° , e de alto ângulo aqueles com mais de 15° de diferença. Esta possibilidade de definir os contornos a partir da diferença de orientação permite observar a estrutura de contorno de grão de materiais de difícil ataque, ou até de contornos de subgrão.

Pode-se traçar curvas de desorientação sobre linhas de interesse, sendo possível fazer a distinção entre bandas de deformação e maclas a partir dos ângulos de desorientação envolvidos, permitindo assim a distinção de estruturas antes confundidas no microscópio ótico.

Em amostras bifásicas pode-se, por exemplo, estudar as relações de orientação existentes, como em ligas Fe-Ni, onde se observaram lamelas de martensita (CCC) circundadas por austenita (CFC). Pôde-se através dos mapas de orientação confirmar a relação de Kurdjumov-Sachs (KS), com os planos $\{111\}$ da austenita alinhados aos planos $\{110\}$ da martensita. Este tipo de análise é aplicável a quaisquer duas fases presentes em uma microestrutura, desde que suas dimensões sejam compatíveis com a resolução do equipamento utilizado e que seja possível realizar o polimento e ataque das mesmas.

A técnica de EBSD tornou possível estudar os contornos de grão sob um novo olhar, onde não só a morfologia e as dimensões são caracterizadas, mas também a sua cristalografia.

As várias formas de representação da textura cristalográfica buscam relacionar a orientação da célula unitária das redes cristalinas com os eixos macroscópicos da amostra. Para definir a cristalografia do contorno do grão, torna-se necessário fazer uso de formas de representação que relacionem as células unitárias de grãos vizinhos. Uma destas formas é através de um par eixo-ângulo capaz de levar uma rede cristalina à coincidência com a outra. Tal forma faz uso do fato de que sempre haverá pelo menos um eixo comum às duas redes cristalinas de uma mesma fase. Escolhido um eixo comum, basta determinar o ângulo de rotação necessário para levar as redes à coincidência. O par pode ser determinado matematicamente a partir dos ângulos de Euler de cada uma das redes.

6) MATERIAIS E MÉTODOS

Este trabalho foi realizado no próprio Depto. de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, na Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

Utilizaram-se os equipamentos do Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura, os quais estão inseridos no projeto temático "Otimização da microestrutura, da microtextura e da mesotextura de materiais ferrosos avançados" (Proc. FAPESP 99/10796-8). No contexto deste projeto temático, foi adquirida uma corrida de forno de levitação no instituto Max Planck para a pesquisa em aços (Düsseldorf, Alemanha) com a composição Fe-12Ni-15Si (% atômica), a qual foi objeto de estudo neste trabalho de formatura.

Também foi utilizado o Laboratório de Metalografia do departamento para a preparação das amostras para as análises no microscópio eletrônico de varredura, e fornos do Hall Tecnológico para o tratamento térmico de solubilização das amostras.

A composição em questão da liga foi escolhida de maneira a se obter uma microestrutura bifásica envolvendo as fases $D0_3$ e A1 na temperatura de cerca de 1000°C, de acordo com o diagrama de fases do sistema Fe-Ni-Si mostrado na Figura 1.[10]

Foram preparadas 8 amostras da liga em questão no seu estado bruto de fusão, sendo que 7 delas foram submetidas a um tratamento térmico de solubilização, por 5 horas, em diferentes temperaturas: 800°C, 850°C, 900°C, 950°C, 1000°C, 1050°C, e 1100°C, respectivamente.

Então se seguiu a caracterização da microestrutura por microscopia eletrônica de varredura, através da difração de elétrons retroespalhados (EBSD).

Com isto foi possível a caracterização das fases existentes na liga, e das suas relações de orientação, caracterizando uma textura de transformação de fase em questão.

6.1) Preparação das amostras

A amostra da liga em questão, obtida de uma corrida de forno de levitação no instituto Max Planck para a pesquisa em aços (Düsseldorf, Alemanha), no estado bruto de fusão, possui formato cilíndrico. Foram feitos cortes nesta amostra no cut-off, de modo a se obterem dois discos, com aproximadamente 0,5 cm de altura cada um. Cada um destes dois discos foi cortado novamente, de modo a se obterem 4 quartos de circunferência, totalizando 8 amostras para o trabalho.[10]

Durante o corte, pode-se notar a extrema fragilidade da liga, devido a sua baixíssima tenacidade a temperatura ambiente. Nenhuma das amostras ficou com a forma esperada, todas se partiram e apresentam pequenas trincas superficiais, mas isso não prejudicou as análises de caracterização da textura do material.

Uma das 8 amostras foi separada para ser a amostra bruta de fusão do trabalho, enquanto que as outras 7 foram submetidas ao tratamento térmico de solubilização ao ar por 5 horas em forno apropriado no Hall Tecnológico do próprio departamento, seguido por resfriamento em água.

As amostras solubilizadas praticamente não apresentaram sinais de oxidação, o que atesta as excelentes propriedades de resistência à oxidação do material.

A preparação das amostras para a análise no microscópio eletrônico de varredura seguiu as etapas de embutimento em resina de baquelite, polimento em 6 lixas d'água de granulometria decrescente (600 μ m, 450 μ m, 320 μ m, 200 μ m, 150 μ m e 100 μ m), polimento em discos abrasivos com pasta de diamante (6 μ m, 3 μ m, e 1 μ m), seguido por polimento em disco abrasivo com solução de sílica coloidal (0,4 μ m).

6.2) Análise da microestrutura através da técnica EBSD

Cada uma das 8 amostras, polida convenientemente, foi analisada no Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura, no Microscópio de Varredura Eletrônica marca Philips modelo XL-30, acoplado a um detetor de elétrons retroespalhados da Tex Sem Laboratories® (TSL). Para a aquisição dos dados utilizou-se o software OIM-Collection™, da Tex Sem Laboratories® (TSL).

Inicialmente a amostra é colocada na câmara de vácuo do MEV, é feito vácuo no interior desta câmara, e a amostra é posicionada convenientemente em relação ao feixe de elétrons do microscópio.

Então é selecionada através do software de aquisição dos dados, uma área de interesse a se realizar a análise através da técnica EBSD; como as amostras da liga em questão, notadamente as solubilizadas, possuíam tamanho de grão bastante grande, tomou-se cuidado no ato da seleção das áreas a serem analisadas. O aumento utilizado variou de 150X a 350X.

Apesar dos cuidados na preparação das amostras, algumas amostras apresentavam pequenos pontos de oxidação, e também se tomou o cuidado de selecionar-se áreas isentas de quaisquer pontos de oxidação, poeira ou manchas de secagem.

Através do software de aquisição de dados, é feita então a detecção dos padrões de difração da amostra verifica-se a área selecionada, e define-se um valor para o padrão chamado "step", o qual é relacionado com o valor da distância, de um ponto de incidência do feixe de elétrons na amostra, para o ponto seguinte. Como a varredura é feita linha a linha, os pontos de incidência do feixe, que fornecerão os dados da varredura, formarão uma grade, cujos pontos estarão igualmente espaçados nas direções verticais e horizontais.[8]

Portanto, valores de "step" altos resultam em tempos de varredura muito grandes, e valores de "step" baixos resultam em tempos menores de varredura. De acordo

com a dimensão da área escolhida, utilizaram-se valores de "step" de modo que o tempo de varredura fosse por volta de duas horas.

Em contrapartida, valores de "step" muito baixos, resultam em pouca resolução dos dados obtidos, principalmente nos casos de materiais com precipitados de dimensões muito reduzidas, os quais podem não ser detectados na varredura.

Além disso, antes da varredura, é preciso carregar o software de aquisição de dados, com arquivos que contém informações sobre os padrões de difração de cada tipo de material, para que durante a varredura, seja feita a comparação entre os dados destes arquivos, com o padrão de difração detectado na amostra. Foram escolhidos como referência os arquivos que continham informações sobre a estrutura CCC típica do ferro puro (Iron-alpha), e sobre a estrutura CFC típica do ferro puro (Iron-gama).

Ao início de cada varredura, observaram-se através do software de aquisição de dados, os valores dos índices de qualidade (IQ) e de confiança (CI) da amostra, caso estes índices não fossem satisfatórios, a varredura era interrompida e então se escolhia outra região da amostra, ou mesmo a amostra era submetida a novo polimento.

Nas amostras em que, após a análise dos dados dos arquivos gerados nas varreduras, se verificou a presença de fases dispersas, realizou-se varreduras nas regiões da amostra onde se verificou a presença destas fases, em regiões sucessivamente menores e com valores de "step" maiores. Sendo que nestes casos, o tempo total de varredura chegou a 12 horas, isto foi feito para uma melhor análise dos dados da varredura, para se possibilitar chegar a resultados mais significativos quanto as relações de orientação entre a fase matriz e a fase dispersa.

Após o término de cada varredura, o arquivo gerado pelo software de aquisição de dados era gravado para ser analisado.

6.3) Análise dos arquivos gerados nas varreduras EBSD

Os arquivos gerados nas varreduras pelo software de aquisição de dados, foram analisados pelo software OIM Analysis™, da Tex Sem Laboratories®.

Este software permite diversos tipos de análises do arquivo gerado, como: mapas de orientação dos grãos, figuras de pólo diretas e inversas, representação gráfica da Função de Distribuição de Orientação ("Orientation Distribution Function" – ODF), ângulos de desorientação entre dois pontos quaisquer, dentre outros.

Inicialmente através do software de análise, geraram-se mapas de orientação dos grãos, de cada uma das amostras, pelo método de figura de pólo inversa em relação à direção [001]. E em seguida, foram gerados mapas de orientação dos grãos, em cujos quais cada fase do material, foi representada um uma coloração diferente. No caso, a fase CCC foi representada na cor vermelha, e a fase CFC na cor verde.

Após serem geradas representações gráficas das ODFs para cada amostra, e de figuras de pólo diretas e inversas também para cada amostra, chegou-se a conclusão de que apenas as figuras de pólo inversas bastariam para a caracterização da relação de orientação entre as fases nas amostras da liga em questão.

Foram então geradas figuras de pólo inversas para as amostras que apresentaram as duas fases (CCC e CFC), para cada uma das fases presentes, em relação a algumas direções especiais. Direções estas descritas por Bain; Kurdjumov-Sachs; e Nishiyama e Wassermann como pertencentes as principais relações de orientação nas ligas metálicas, entre as estruturas CCC (α) e CFC (γ).

A partir da análise destas figuras de pólo acima descritas, conseguiu-se chegar a conclusões a respeito de relações de orientações entre as fases CCC e CFC presentes na amostras da liga Fe-Ni-Si estudada.

Das 8 amostras preparadas e analisadas, apenas 5 foram utilizadas para as conclusões acerca da caracterização da textura do material : a bruta de fusão, e as solubilizadas a 900°C, 1000°C, 1050°C, e 1100°C.

Uma dúvida antes do início do trabalho, a da existência ou não da fase CFC na liga com a composição analisada, Fe-12Ni-15Si, na faixa de temperaturas entre 900°C e 1100°C, prevista no diagrama de fases apresentado por Ikeda et al [3], foi esclarecida e discutida a seguir neste texto.

7) RESULTADOS

7.1) Amostra bruta de fusão

A Figura 23 mostra o mapa de orientação dos grãos, pelo método de figura de pólo inversa em relação à direção [001], para a amostra bruta de fusão.

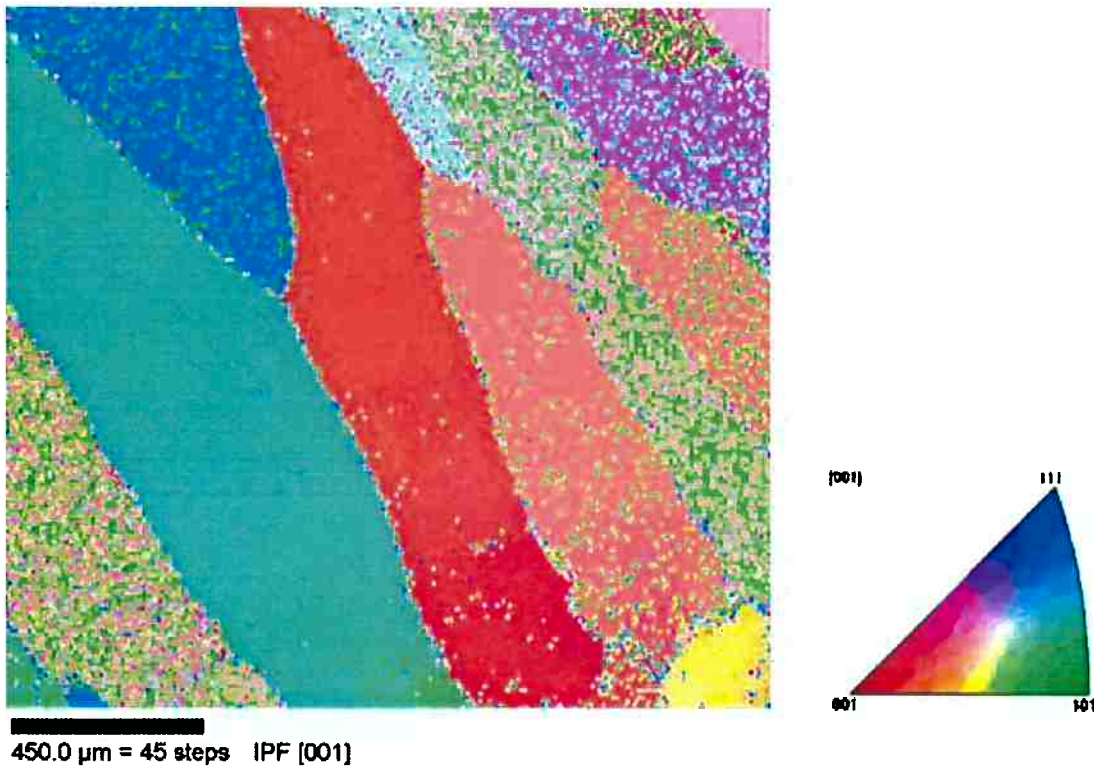


Figura 23 – Mapa de orientação dos grãos, amostra bruta de fusão.

A Figura 24 mostra o mapa de quantificação das fases, pelo método de codificação de cores para as fases α (CCC) e γ (CFC), para a amostra bruta de fusão.

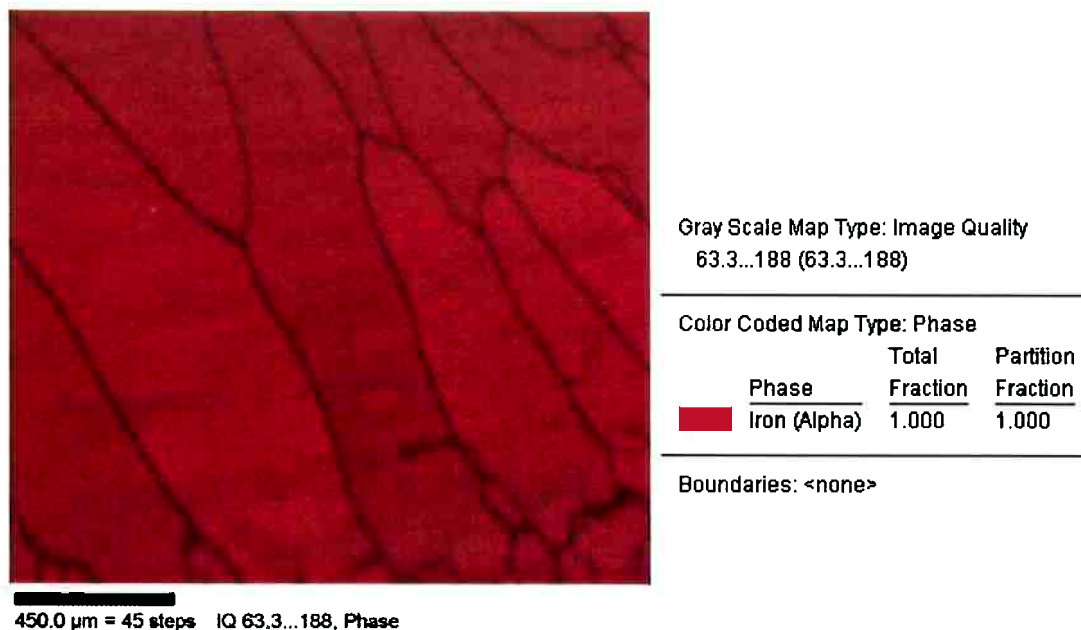


Figura 24 - Mapa de quantificação das fases, amostra bruta de fusão.

Observa-se que a microestrutura bruta de fusão apresenta-se monofásica D0_3 com grãos colunares muito longos (com dimensão maior da ordem de milímetros).

7.2) Amostra solubilizada a 900°C

A Figura 25 mostra o mapa de orientação dos grãos, pelo método de figura de pólo inversa em relação à direção [001], para a amostra solubilizada a 900°C.

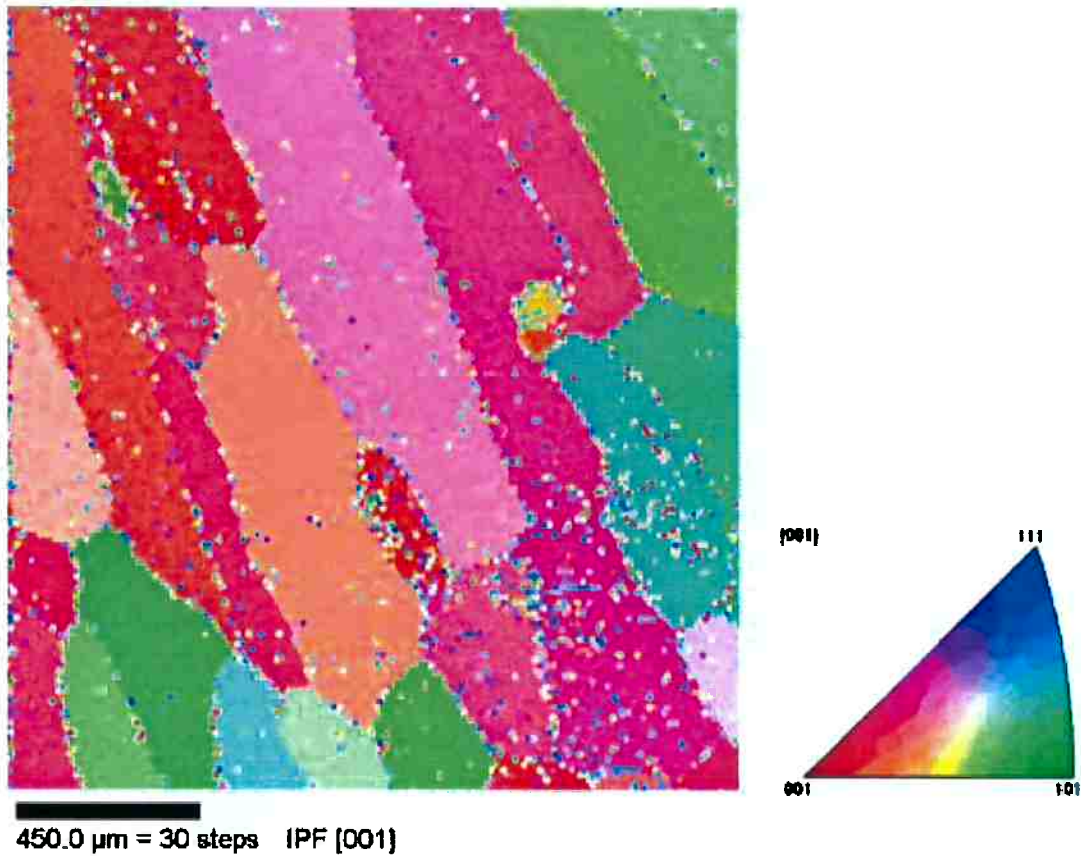


Figura 25 - Mapa de orientação dos grãos, amostra solubilizada a 900°C.

A Figura 26 mostra o mapa de quantificação das fases, pelo método de codificação de cores para as fases α (CCC) e γ (CFC), para a amostra solubilizada a 900°C.

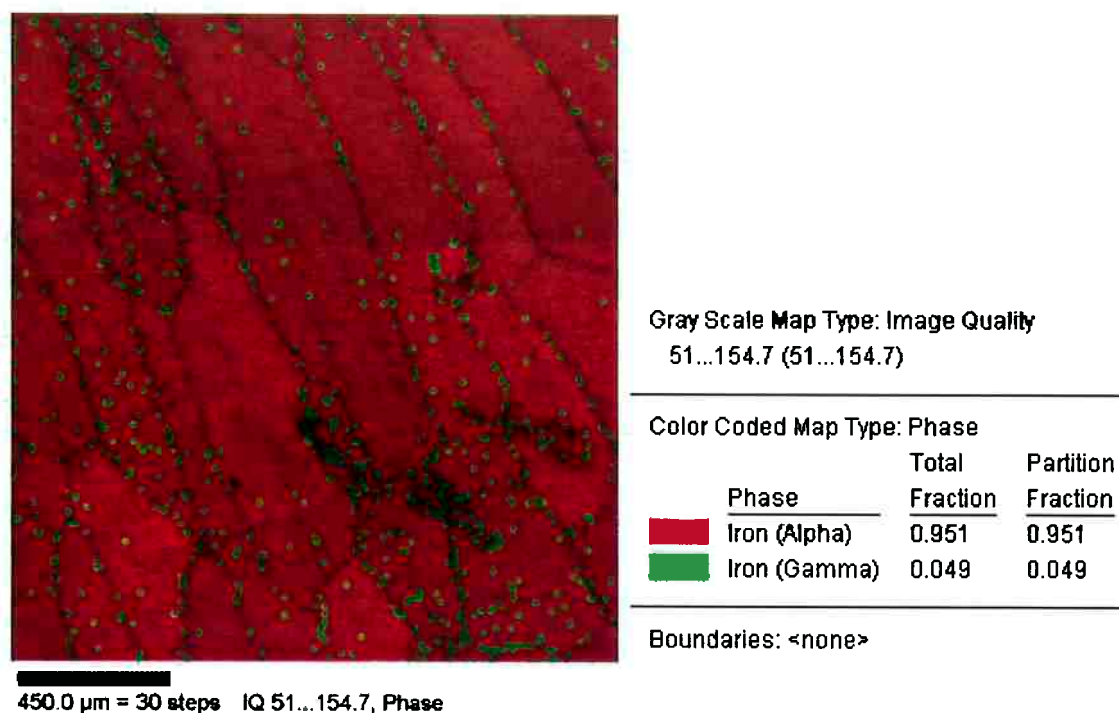


Figura 26 - Mapa de quantificação das fases, amostra solubilizada a 900°C.

A comparação com a estrutura bruta de fusão indica que não houve uma variação considerável na escala da microestrutura. A indicação da fase γ nesta temperatura pode corresponder a um erro de indexação, já que estas regiões se concentram com pontos com IQ baixo.

7.3) Amostra solubilizada a 1000°C

A Figura 27 mostra o mapa de quantificação das fases, pelo método de codificação de cores para as fases α (CCC) e γ (CFC), para a amostra solubilizada a 1000°C.

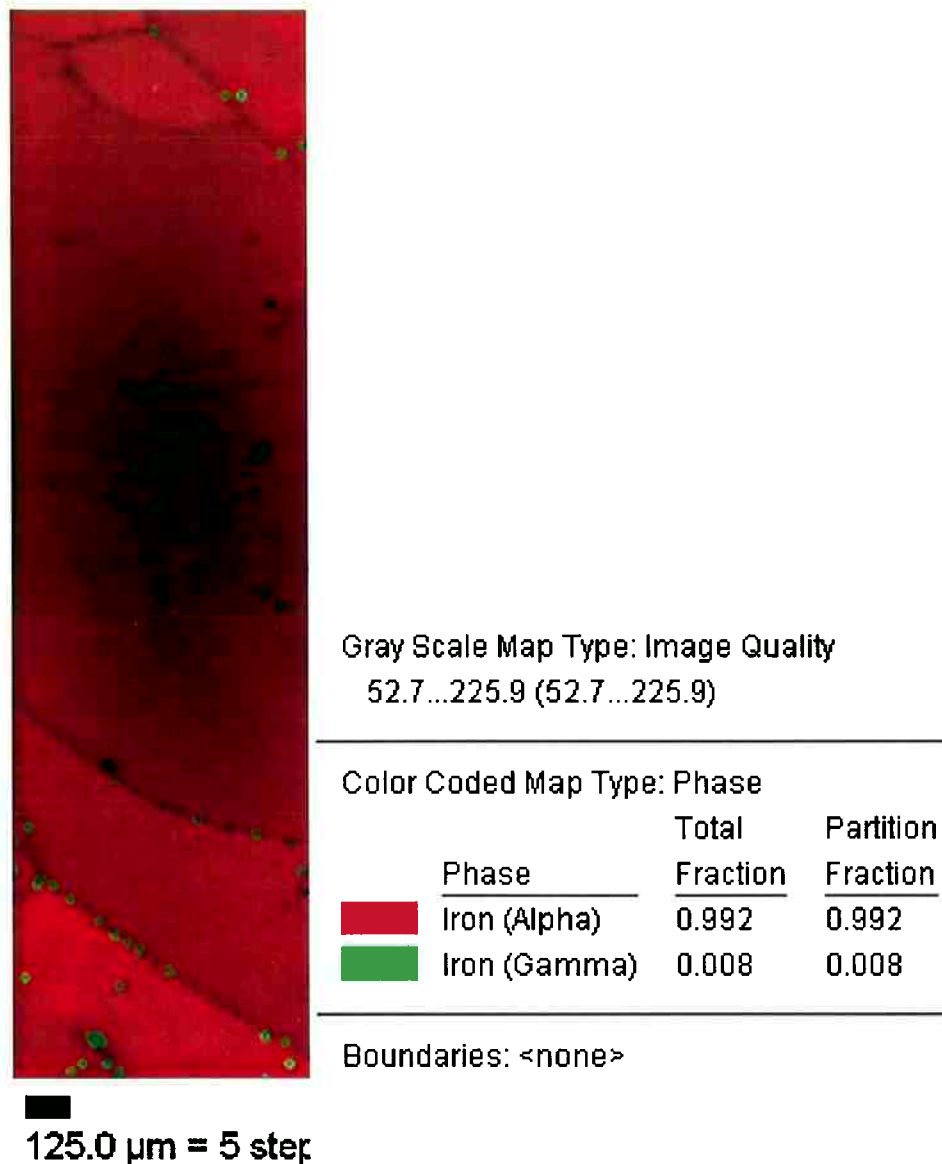


Figura 27 - Mapa de quantificação das fases, amostra solubilizada a 1000°C.

Nota-se que alguns pontos indexados como fase γ são observados na imagem. Como no caso anterior, entretanto, eles se concentram em uma região de IQ baixo.

A Figura 28 mostra o mapa de quantificação das fases, pelo método de codificação de cores para as fases α (CCC) e γ (CFC), em uma região da amostra um pouco abaixo da imagem anterior.

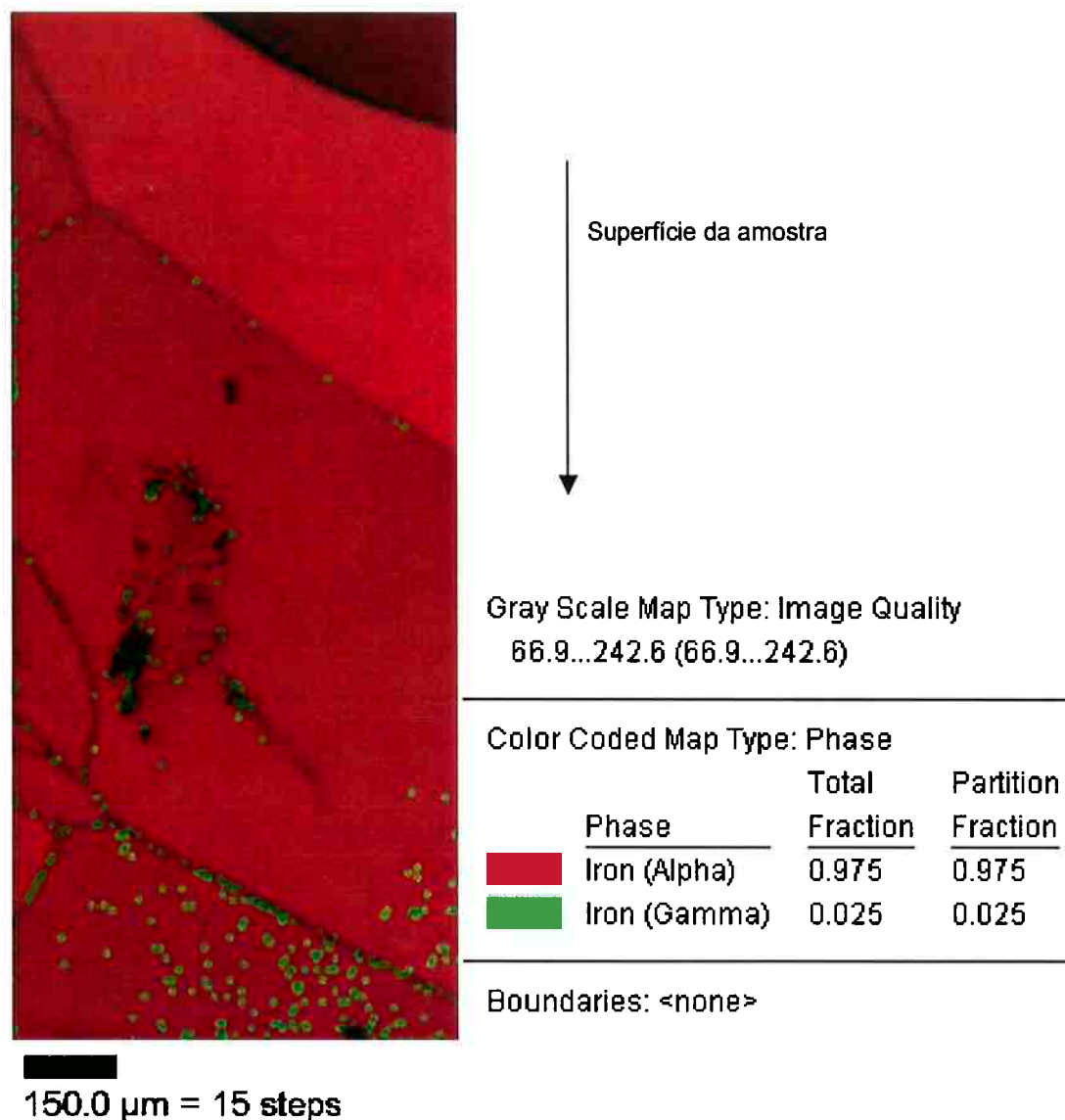


Figura 28 - Mapa de quantificação das fases, amostra solubilizada a 1000°C.

Nota-se que há uma distribuição assimétrica de pontos indexados como fase γ , cuja densidade aumenta na direção da superfície da amostra. Isto sugere que houve uma perda de silício durante a solubilização.

A Figura 29 mostra o mapa de quantificação das fases, pelo método de codificação de cores para as fases α (CCC) e γ (CFC), novamente em uma região da amostra um pouco abaixo da imagem anterior, de modo que a varredura foi feita em uma região rica em fase γ .

Esta varredura foi a mais detalhada de todas, sendo que foi utilizado um valor bastante alto para o "step". A partir dos mapas gerados desta varredura, foram feitas análises de três regiões diferentes da imagem, que se seguem no texto.



140.0 μm = 70 steps IQ 54.6...180.2, Phase

Gray Scale Map Type: Image Quality
54.6...180.2 (54.6...180.2)

Color Coded Map Type: Phase

Phase	Total Fraction	Partition Fraction
Iron (Alpha)	0.957	0.957
Iron (Gamma)	0.042	0.042

Boundaries: <none>

Figura 29 - Mapa de quantificação das fases, amostra solubilizada a 1000°C.

A Figura 30 mostra o mapa de orientação dos grãos, pelo método de figura de pólo inversa em relação à direção [001], da varredura anterior, e a indicação de três regiões distintas da imagem: região 1, região 2 e região 3.

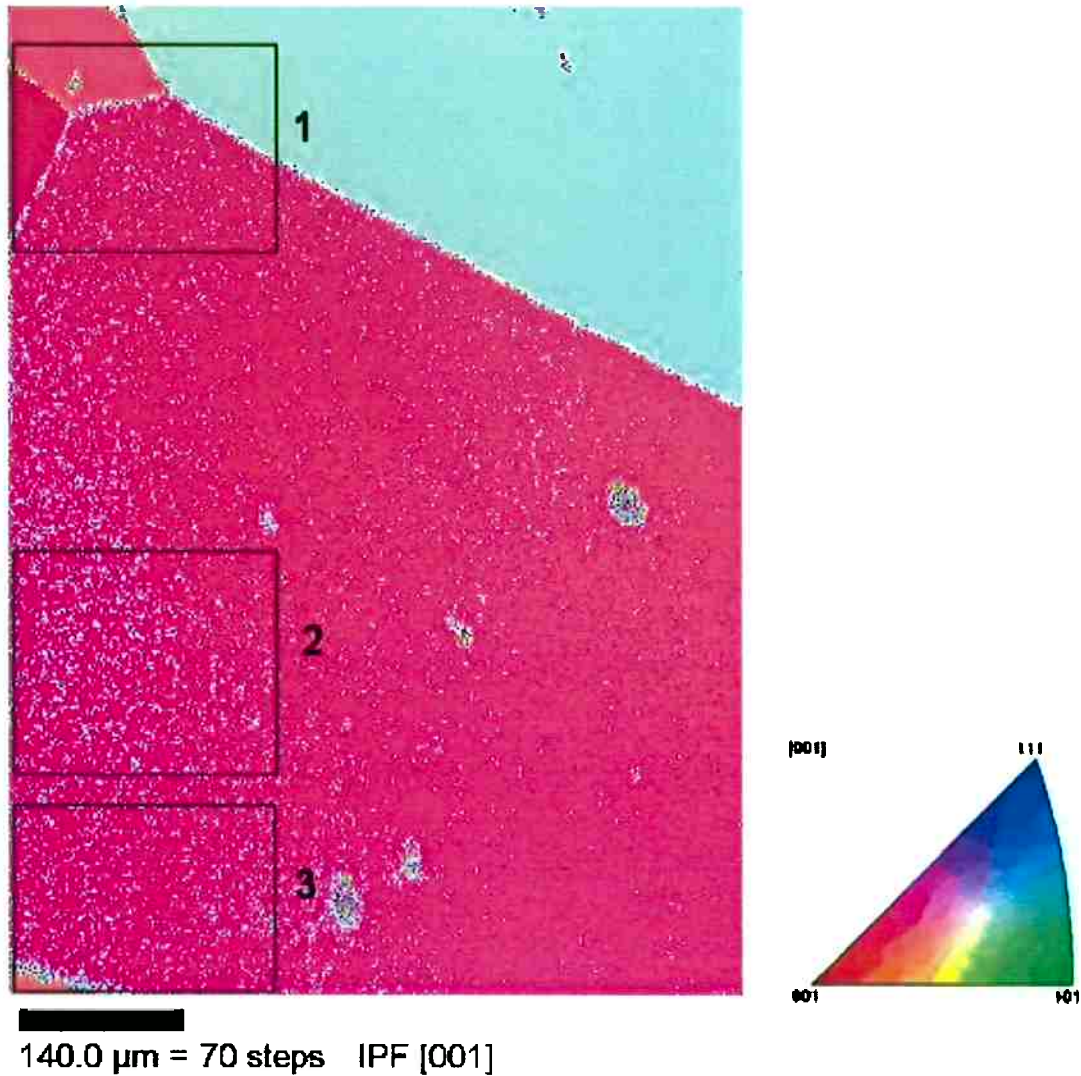


Figura 30 - Mapa de orientação dos grãos, com indicação das regiões da amostra, amostra solubilizada a 1000°C.

A seguir temos os mapa de orientação dos grãos, pelo método de figura de pólo inversa em relação à direção [001], das regiões 1, 2 e 3. Figuras 31, 32, e 33, respectivamente.

Região 1

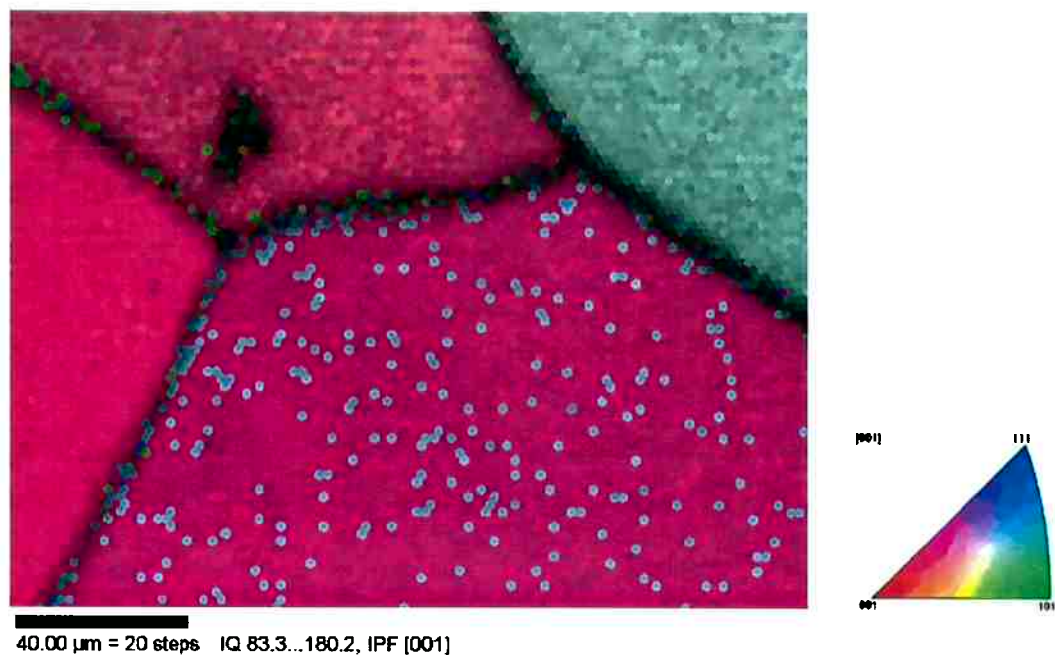


Figura 31 - Mapa de orientação dos grãos, amostra solubilizada a 1000°C, região 1 da amostra.

Primeiramente observa-se que todas as partículas indexadas como fase γ no grão inferior apresentam a mesma orientação cristalográfica e concentram-se em pontos com IQ elevado, de onde se conclui que elas correspondem realmente à fase CFC.

Região 2

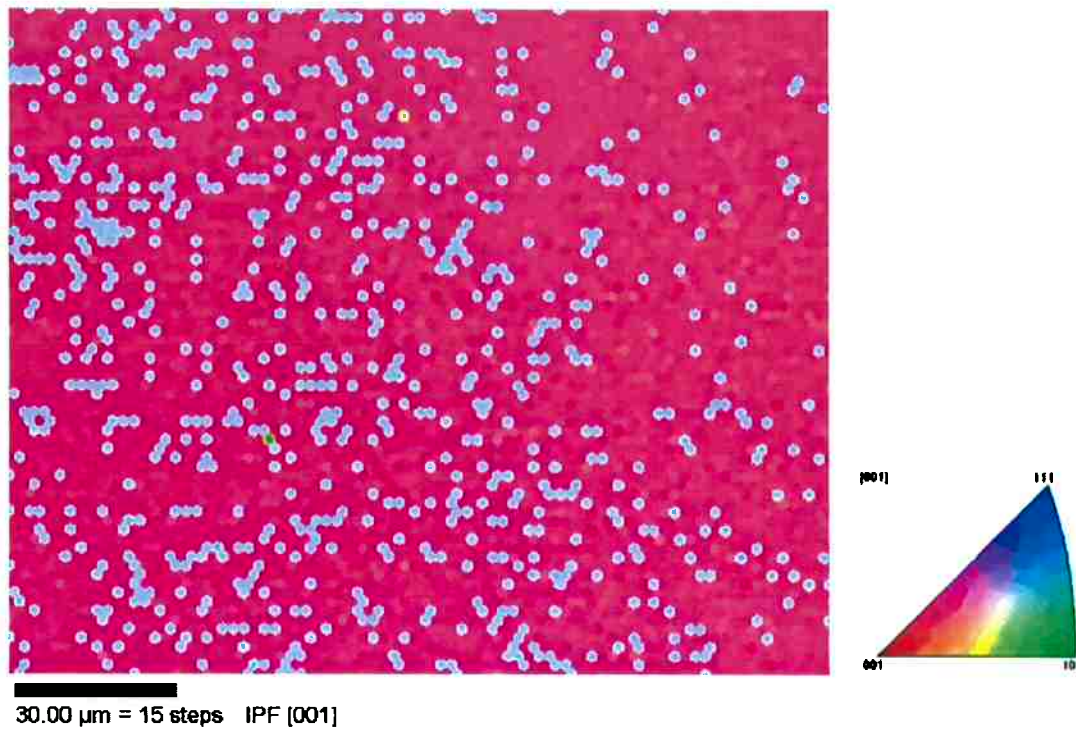


Figura 32 - Mapa de orientação dos grãos, amostra solubilizada a 1000°C, região 2 da amostra.

Na região 2 fica evidente que o tamanho dos precipitados é muito fino.

Nas regiões 1 e 3 fica evidente que há uma tendência à precipitação de fase γ no contorno de grão.

Região 3

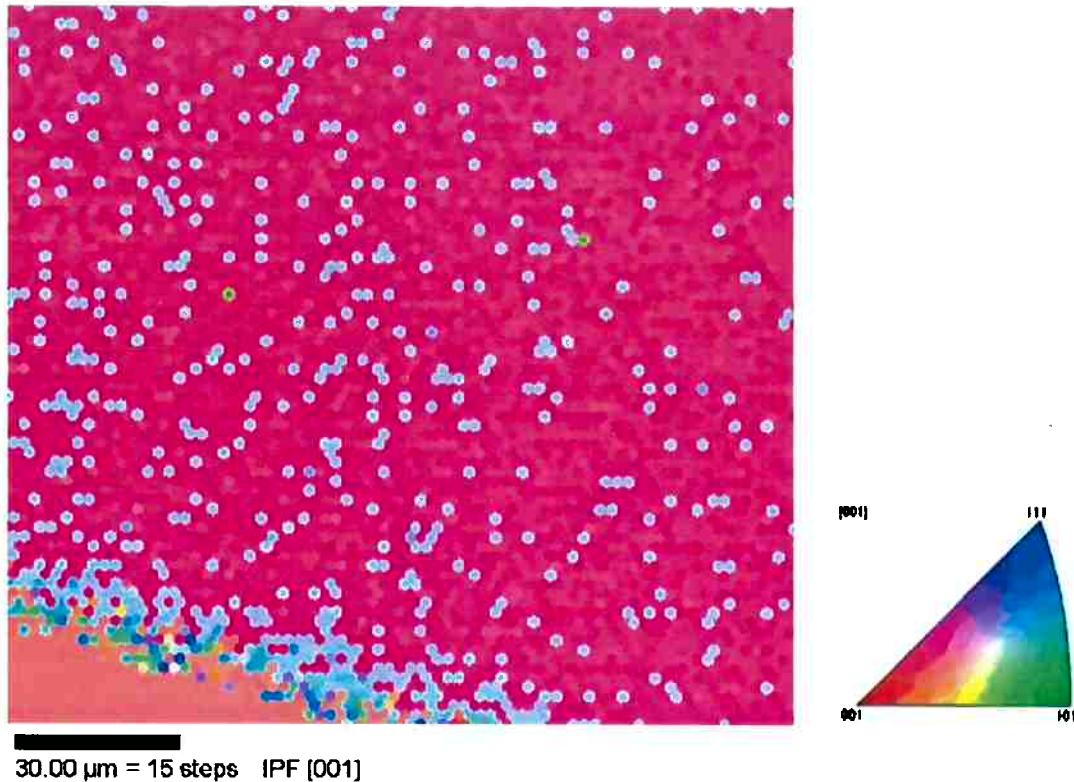


Figura 33 - Mapa de orientação dos grãos, amostra solubilizada a 1000°C, região 3 da amostra.

A seguir temos as figuras de pólo inversas, calculadas nas direções referentes às relações de orientação entre as fases γ (CFC) e α (CCC) aplicada aos sistemas cúbicos de fases CFC e CCC, (ver Tabela 3). Ou seja, verificou-se dentre as relações de Bain (B), Kurdjumov e Sachs (KS), e Nishiyama e Wassermann (NW), qual delas se aproxima mais da relação de orientação presente na amostra em questão.

Primeiramente, temos as figuras de pólo inversas calculadas a partir dos dados da varredura inteira, ou seja, de toda a área mostrada na Figura 30. Em seguida as figuras de pólo referentes aos dados das áreas das regiões seleccionadas.

Área total

As Figuras 34, 35, e 36, mostram respectivamente as figuras de pólo inversas, calculadas em relação às direções $\langle 100 \rangle_\gamma$ e $\langle 110 \rangle_\alpha$ (verificação da relação de Bain), $\langle 011 \rangle_\gamma \parallel \langle 111 \rangle_\alpha$ (verificação da relação KS), e $\langle 112 \rangle_\gamma \parallel \langle 011 \rangle_\alpha$ (verificação da relação NW), da área total da amostra.

A análise destas figuras fica prejudicada devido à presença de vários grãos da fase α que apresentam pouca ou nenhuma partícula da fase γ . Desta forma, optou-se por realizar a análise nas regiões ampliadas mostradas anteriormente.

Bain

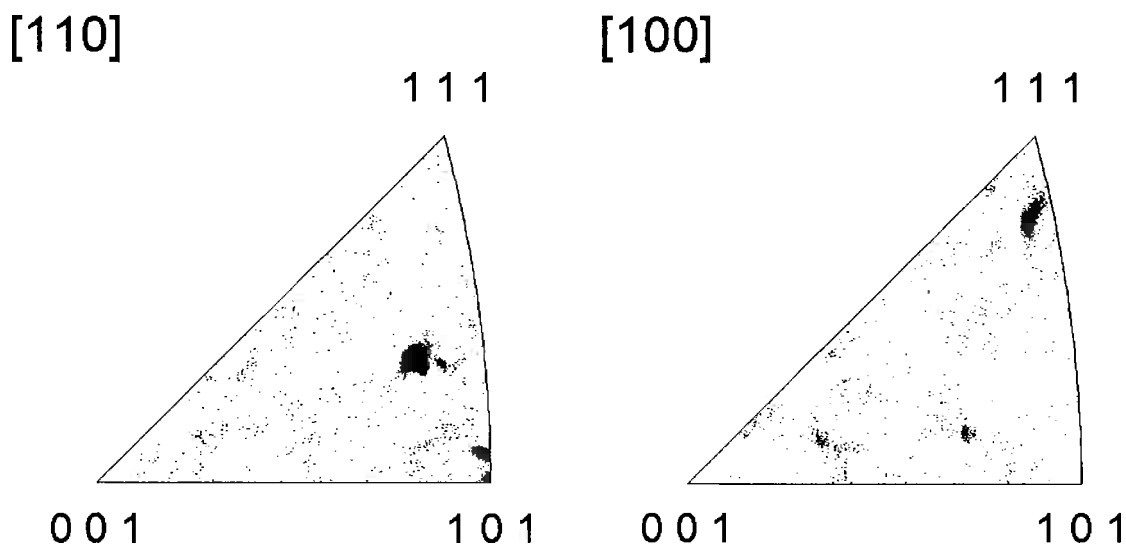
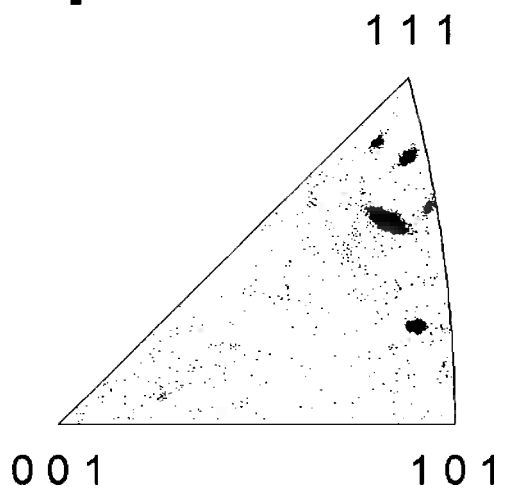


Figura 34 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção $\langle 100 \rangle$ da fase α e a direção $\langle 110 \rangle$ da fase γ , amostra solubilizada a 1000°C .

KS

[111]



[011]

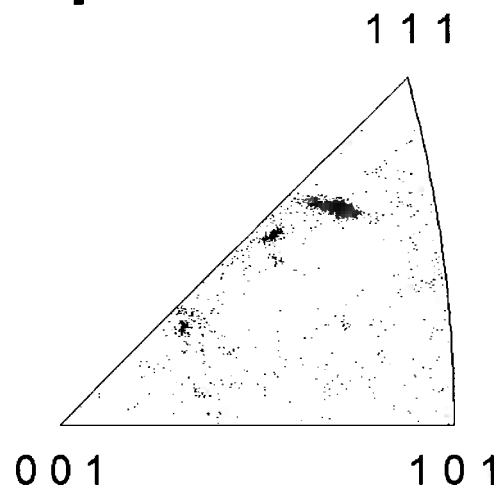
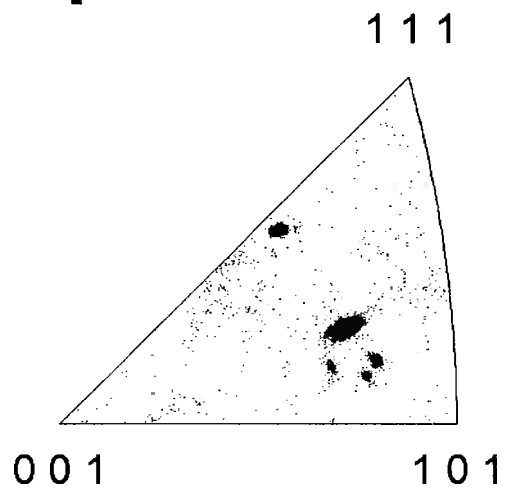


Figura 35 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção $\langle 111 \rangle$ da fase α e a direção $\langle 011 \rangle$ da fase γ , amostra solubilizada a 1000°C.

NW

[011]



[112]

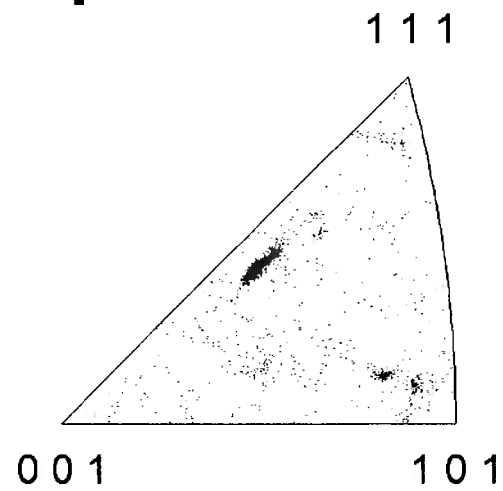


Figura 36 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção $\langle 112 \rangle$ da fase α e a direção $\langle 011 \rangle$ da fase γ , amostra solubilizada a 1000°C.

Região 1

As Figuras 37, 38, e 39, mostram respectivamente as figuras de pólo inversas, calculadas em relação às direções $\langle 100 \rangle_\gamma$ e $\langle 110 \rangle_\alpha$ (verificação da relação de Bain), $\langle 011 \rangle_\gamma \parallel \langle 111 \rangle_\alpha$ (verificação da relação KS), e $\langle 112 \rangle_\gamma \parallel \langle 011 \rangle_\alpha$ (verificação da relação NW), da região 1 da amostra.

Bain

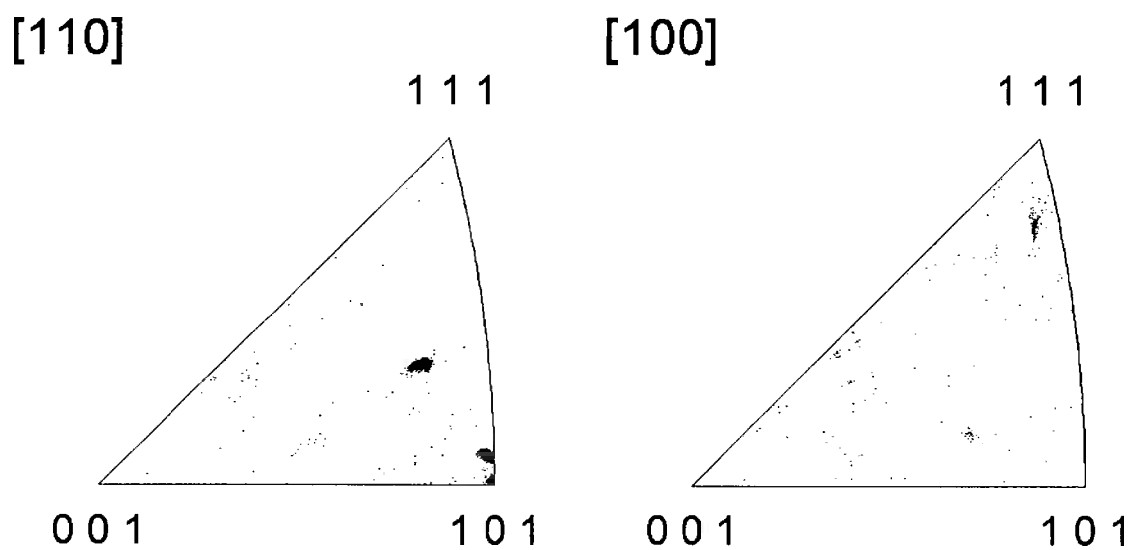
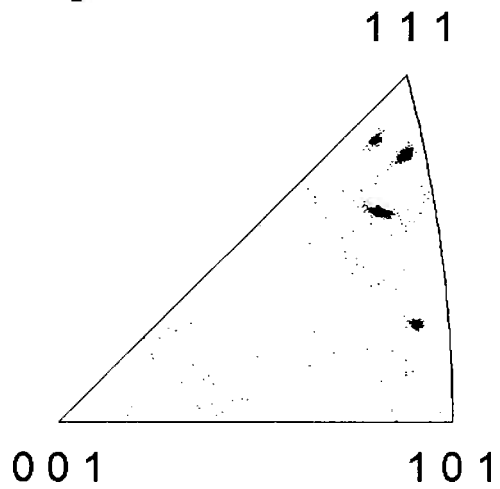


Figura 37 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção $\langle 100 \rangle$ da fase α e a direção $\langle 110 \rangle$ da fase γ , região 1 da amostra solubilizada a 1000°C .

KS

[111]



[011]

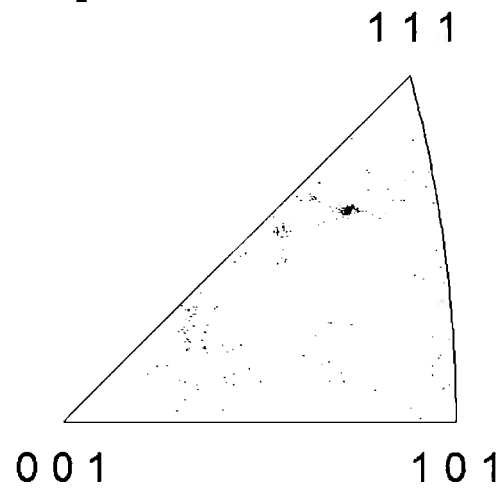
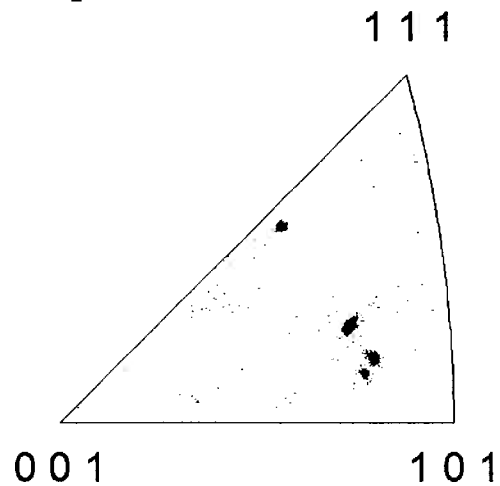


Figura 38 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção $\langle 111 \rangle$ da fase α e a direção $\langle 011 \rangle$ da fase γ , região 1 da amostra solubilizada a 1000°C.

NW

[011]



[112]

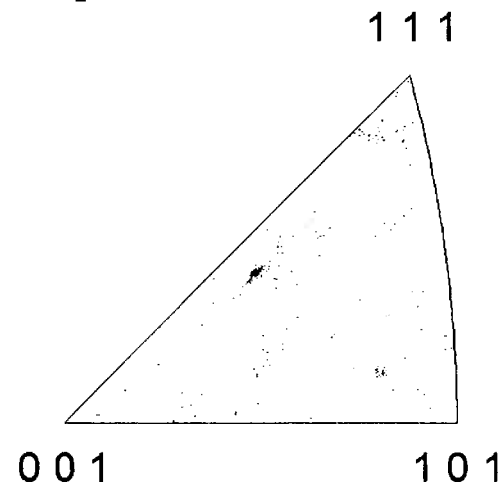


Figura 39 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção $\langle 112 \rangle$ da fase α e a direção $\langle 011 \rangle$ da fase γ , região 1 da amostra solubilizada a 1000°C.

Região 2

As Figuras 40, 41, e 42, mostram respectivamente as figuras de pólo inversas, calculadas em relação às direções $\langle 100 \rangle_\gamma$ e $\langle 110 \rangle_\alpha$ (verificação da relação de Bain), $\langle 011 \rangle_\gamma \parallel \langle 111 \rangle_\alpha$ (verificação da relação KS), e $\langle 112 \rangle_\gamma \parallel \langle 011 \rangle_\alpha$ (verificação da relação NW), da região 2 da amostra.

Bain

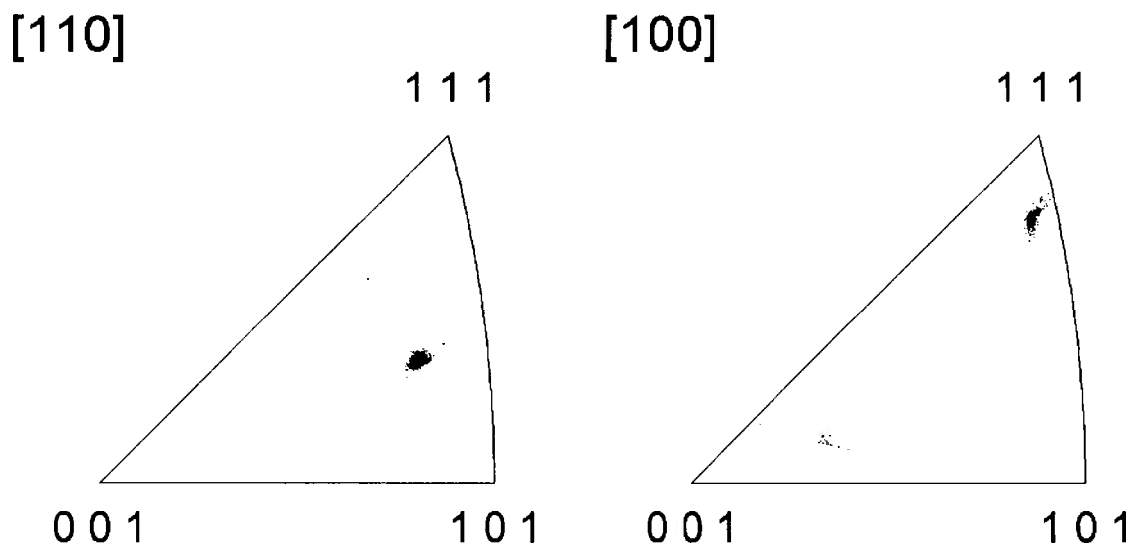
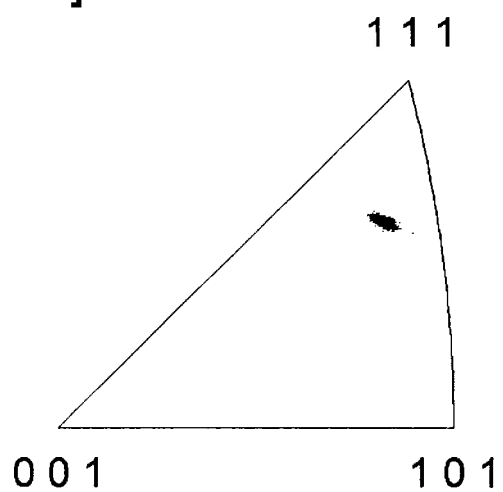


Figura 40 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção $\langle 100 \rangle$ da fase α e a direção $\langle 110 \rangle$ da fase γ , região 2 da amostra solubilizada a 1000°C .

KS

[111]



[011]

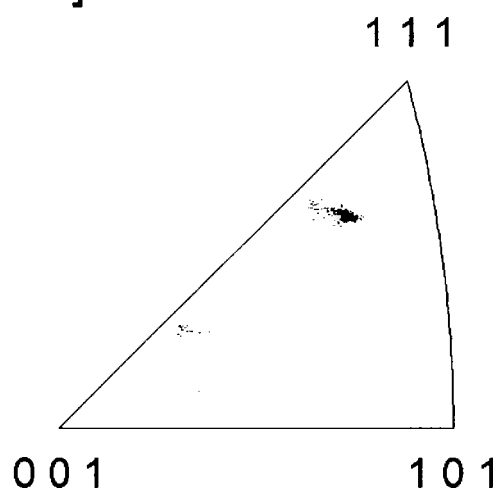
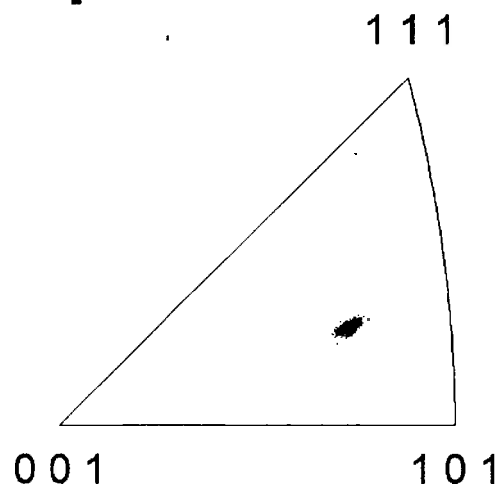


Figura 41 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção $\langle 111 \rangle$ da fase α e a direção $\langle 011 \rangle$ da fase γ , região 2 da amostra solubilizada a 1000°C.

NW

[011]



[112]

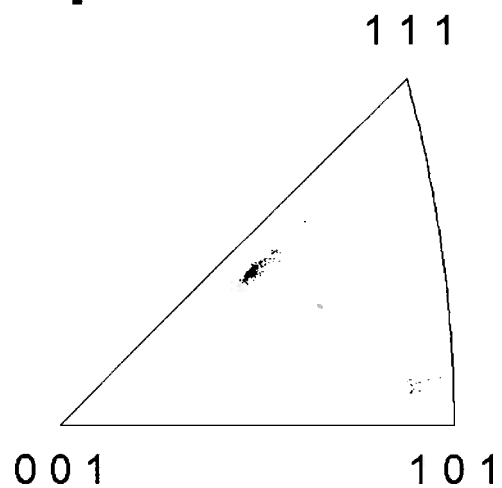


Figura 42 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção $\langle 112 \rangle$ da fase α e a direção $\langle 011 \rangle$ da fase γ , região 2 da amostra solubilizada a 1000°C.

Região 3

As Figuras 43, 44, e 45, mostram respectivamente as figuras de pólo inversas, calculadas em relação às direções $\langle 100 \rangle_\gamma$ e $\langle 110 \rangle_\alpha$ (verificação da relação de Bain), $\langle 011 \rangle_\gamma \parallel \langle 111 \rangle_\alpha$ (verificação da relação KS), e $\langle 112 \rangle_\gamma \parallel \langle 011 \rangle_\alpha$ (verificação da relação NW), da região 3 da amostra.

Bain

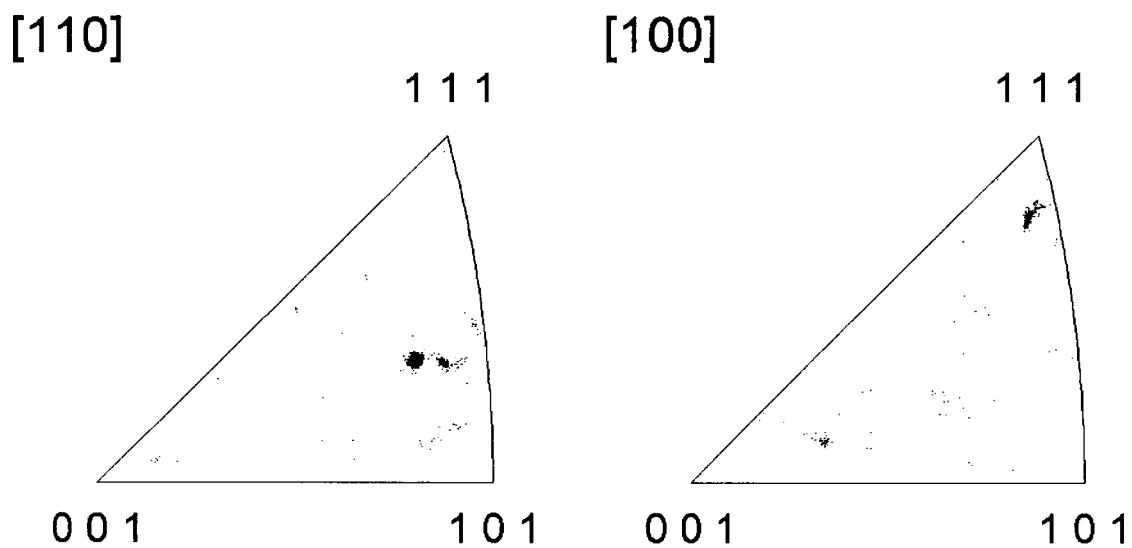
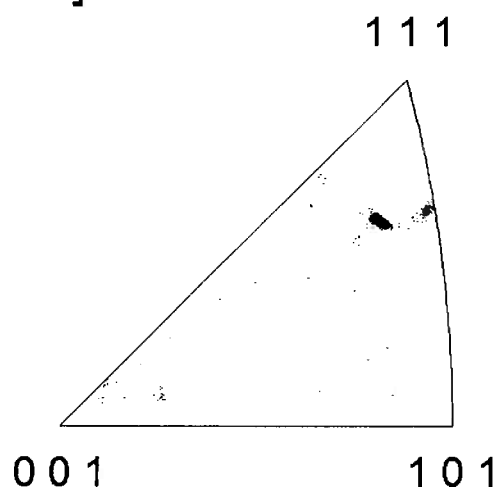


Figura 43 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção $\langle 100 \rangle$ da fase α e a direção $\langle 110 \rangle$ da fase γ , região 3 da amostra solubilizada a 1000°C .

KS

[111]



[011]

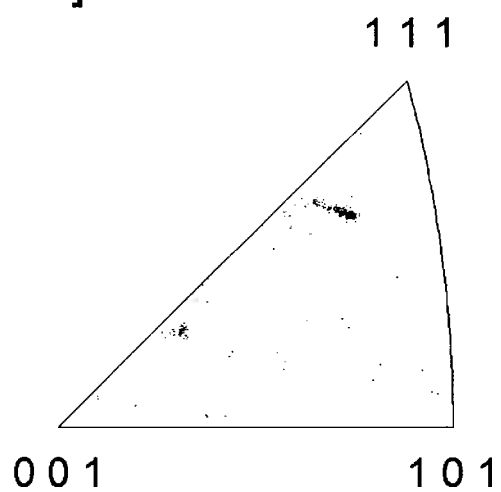
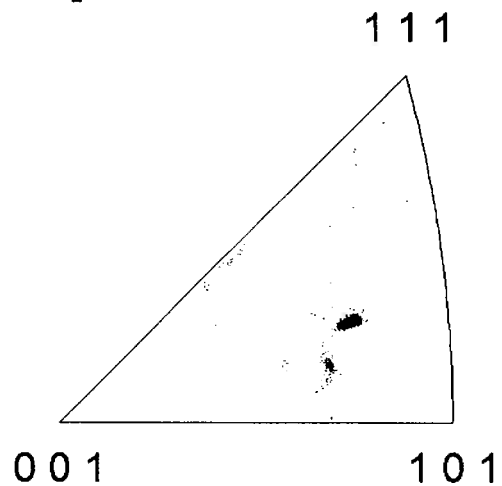


Figura 44 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção $\langle 111 \rangle$ da fase α e a direção $\langle 011 \rangle$ da fase γ , região 3 da amostra solubilizada a 1000°C .

NW

[011]



[112]

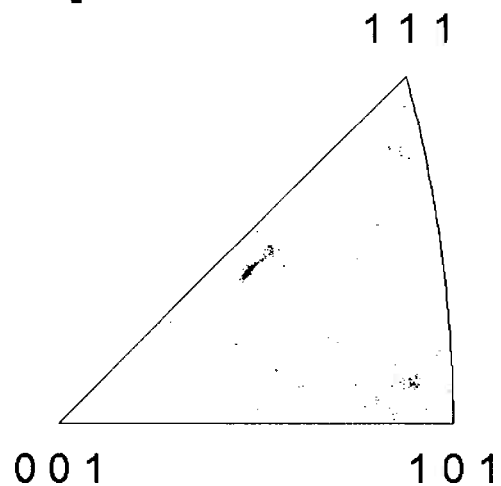


Figura 45 - Figura de pólo inversa calculada em relação a direção $\langle 112 \rangle$ da fase α e a direção $\langle 011 \rangle$ da fase γ , região 3 da amostra solubilizada a 1000°C .

A análise das figuras de pólo inversas correspondentes aos detalhes da figura 30 permite concluir que as fases α e γ apresentam uma relação de orientação que é mais bem aproximada pela relação de Kurdjumov-Sachs (KS).

Isto fica mais evidente na análise da região 2, onde observa-se apenas um grão de fase α e uma variante cristalográfica de fase γ .

7.4) Amostra solubilizada a 1050°C

A Figura 46 mostra o mapa de orientação dos grãos, pelo método de figura de pólo inversa em relação à direção [001], para a amostra solubilizada a 1050°C.

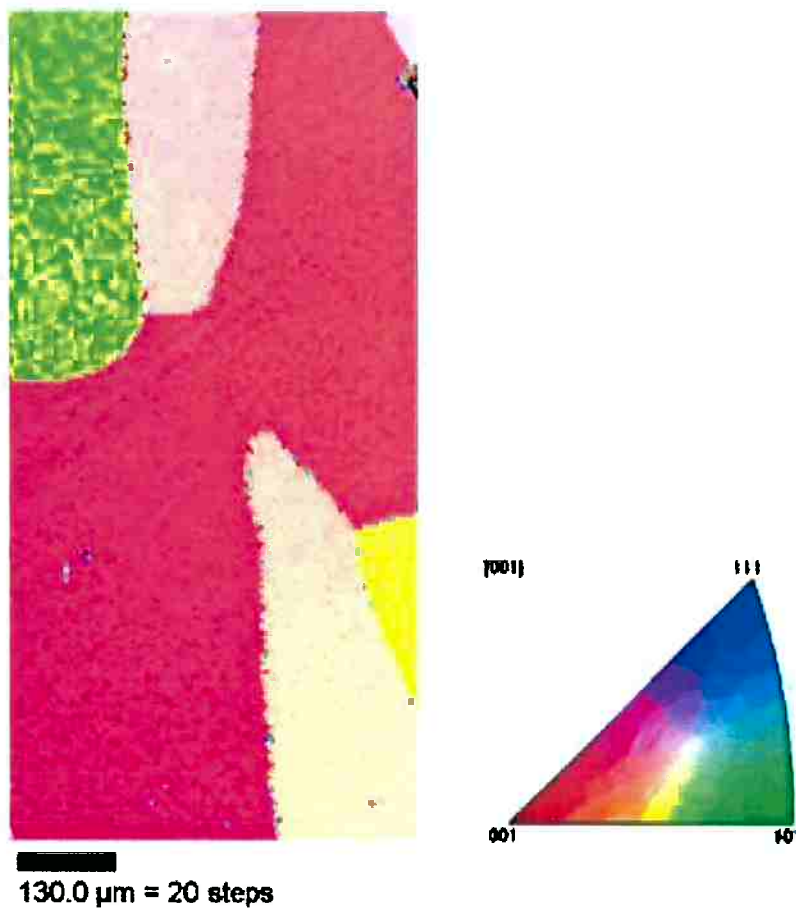


Figura 46 - Mapa de orientação dos grãos, amostra solubilizada a 1050°C

A Figura 47 mostra o mapa de quantificação das fases, pelo método de codificação de cores para as fases α (CCC) e γ (CFC), para a amostra solubilizada a 1050°C.



Figura 47 - Mapa de quantificação das fases, amostra solubilizada a 1050°C.

Praticamente não se observam pontos indexados como fase γ .

7.5) Amostra solubilizada a 1100°C

A Figura 48 mostra o mapa de orientação dos grãos, pelo método de figura de pólo inversa em relação à direção [001], para a amostra solubilizada a 1100°C.

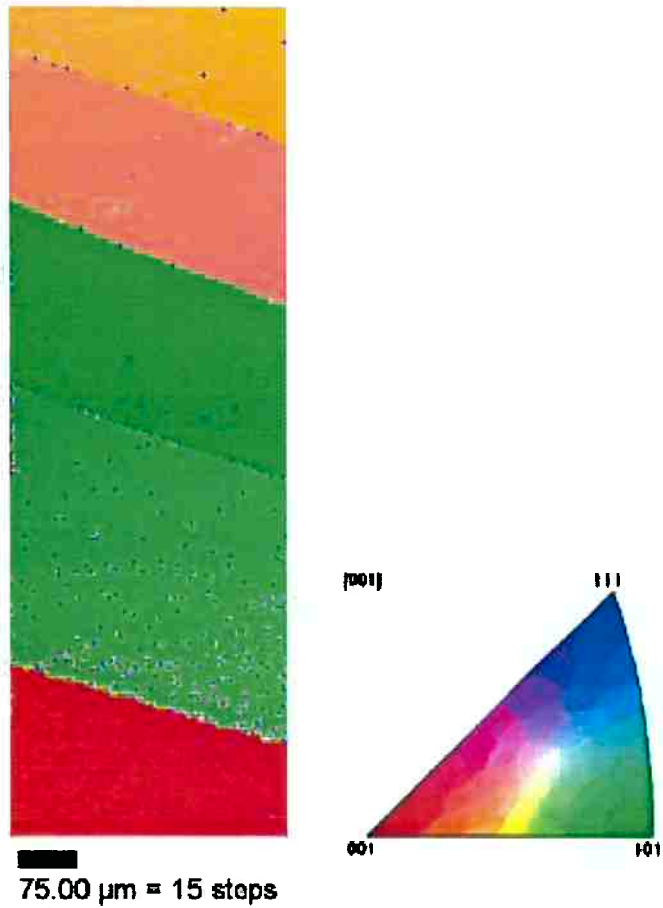


Figura 48 - Mapa de orientação dos grãos, amostra solubilizada a 1100°C.

A Figura 49 mostra o mapa de quantificação das fases, pelo método de codificação de cores para as fases α (CCC) e γ (CFC), para a amostra solubilizada a 1100°C.

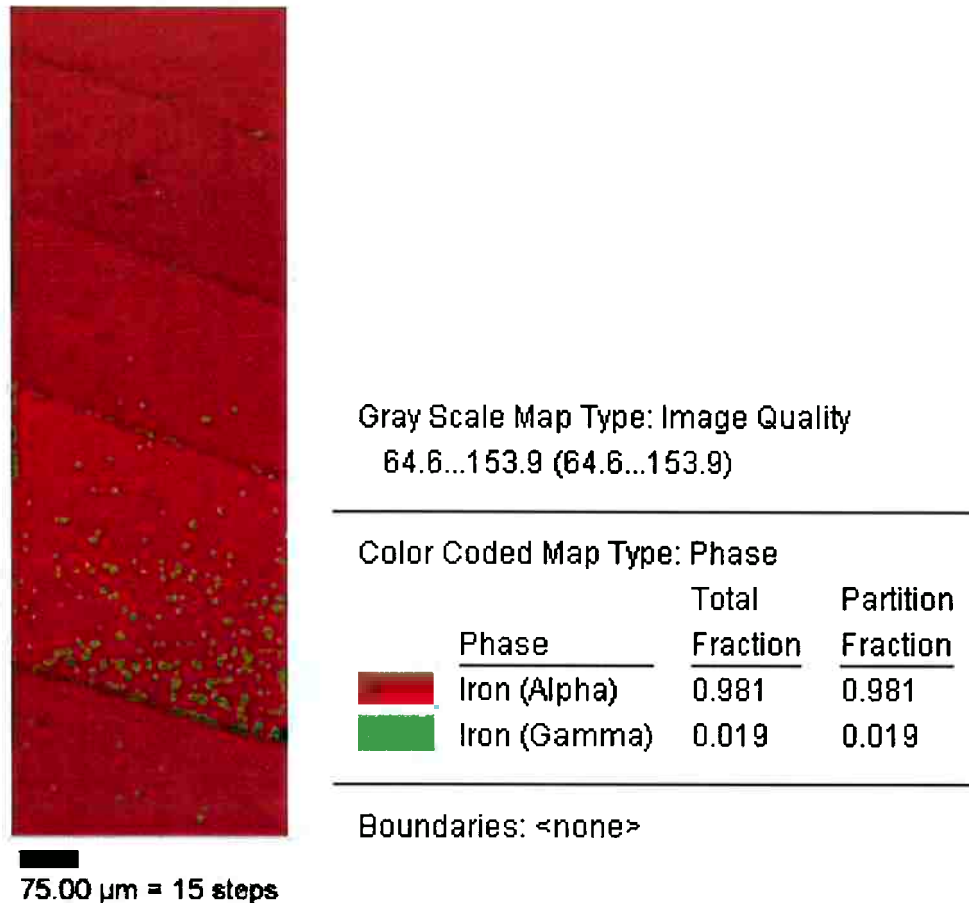


Figura 49 - Mapa de quantificação das fases, amostra solubilizada a 1100°C.

Nesta temperatura observam-se novamente alguns pontos indexados como fase γ . Como no caso da amostra solubilizada a 900°C, estes pontos estão associados a regiões de baixo IQ.

A baixa fração volumétrica da fase γ é observada em todas as temperaturas de solubilização é mais condizente por Ikeda et al [3]. O aumento de fração volumétrica de γ em regiões próximas à superfície da amostra parece sugerir que houve empobrecimento de silício da amostra durante o tratamento térmico ao ar.

8) DISCUSSÃO

Pelas imagens de orientação obtidas, através dos mapas de orientação dos grãos, pode-se notar que em alguns grãos, certos pontos não foram corretamente indexados durante as varreduras. Nota-se este fato nos mapas de orientação onde existem pontos representados em cores diferentes dentro de um mesmo grão.

Isto se deu provavelmente devido a fatores como: má condição da superfície da amostra, presença de pontos de oxidação na superfície da amostra, valor inadequado do "step", e tempo insuficiente da varredura. Pode-se notar mapas de orientação com pontos indexados incorretamente durante a varredura, nas amostras solubilizadas a 900°C e na amostra bruta de fusão. Embora isso tenha ocorrido, não houve prejuízo quanto a caracterização da relação de orientação entre as fases da liga em questão.

Observou-se a presença de precipitados de fase γ (CFC), nas amostras solubilizadas a 900, 1000, 1050 e 1100°C. Precipitados estes representados na cor verde nos mapas de quantificação das fases. Importante se notar que a fase γ se encontra na sua quase totalidade dispersa na fase matriz (α , CCC), principalmente no interior dos grãos, mas também a fase γ foi encontrada em menor quantidade em alguns contornos de grãos do material.

Interessante é o fato de que nas amostras analisadas, apenas alguns grãos possuem precipitados da fase γ dispersos. Na maioria dos grãos, inexistem estes precipitados. Esta observação aguça a curiosidade em torno deste material, e acena para novos estudos de microestrutura em ligas Fe-Ni-Si, para se analisar os motivos pelos quais alguns grãos possuem precipitados de fase γ dispersos, enquanto que outros grãos, inclusive os vizinhos, são constituídos essencialmente de fase α .

Quanto a quantidade da fase γ presente, observou-se que sua fração em volume nas amostras é muito pequena, girando entre 0,3% e 4,9% nas áreas das amostras analisadas. Devido ao fato de somente alguns grãos apresentarem a fase γ dispersa, a medida da fração volumétrica da fase γ no material se torna imprecisa, na medida em que seu valor dependeria de uma análise de uma varredura feita em uma região bastante grande da amostra, incluindo centenas de grãos, para que tivesse uma validade estatística. A Tabela 4 mostra as frações volumétricas da fase γ nas áreas analisadas das amostras.

Tabela 4- Frações volumétricas da fase γ presente nas áreas analisadas das amostras.

Amostra	Fração volumétrica de fase γ presente
Bruta de Fusão	0
900°C	4,9%
1000°C	4,2%
1050°C	0,3%
1100°C	1,9%

Como dito anteriormente, estes valores não possuem validade estatística, mas dão uma idéia da quantidade de fase γ presente no material.

Outro fato relevante em relação a fase γ presente, é o tamanho médio dos precipitados, o que pode ser observado nos mapas de orientação apresentados das amostras solubilizadas, que é da ordem de 1 a 2 μm .

As imagens de orientação da amostra solubilizada a 1000°C foram escolhidas para uma análise mais detalhada, pela quantidade e disposição dos precipitados da fase γ . Em um dos mapas de orientação dos grãos desta amostra, foram demarcadas 3 regiões distintas (Figura 30): uma superior; uma central (interior do grão rico em precipitados); e uma inferior. A região superior e a região inferior continham uma parte dos contornos de grão, bem como do grão adjacente (pobre em precipitados).

Através do software OIM Analysis, foram geradas figuras de pólo inversas calculadas em toda a área da varredura desta amostra solubilizada a 1000°C, e em cada uma destas regiões citadas. Estas figuras de pólo inversas foram calculadas de modo a se tentar descobrir, a relação de orientação presente entre a fase α (CCC) e a fase γ (CFC) do material. Para isto calculou-se as figuras de pólo em relação às direções previstas para transformações de fases envolvendo as fases α e γ em sistemas cúbicos, segundo Bain, Kurdjumov-Sachs, e Nishiyama-Wassermann.

Analisando primeiramente a região 2 da amostra, uma região rica em precipitados e localizada no interior de um mesmo grão, temos os resultados mais significativos, justamente pelo fato da região estar inteiramente no interior de um mesmo grão. Notou-se que a figura de pólo inversa calculada em relação à direção $\langle 111 \rangle$ da fase α e a direção $\langle 011 \rangle$ da fase γ apresentou a maior correspondência de pontos nos triângulos de orientação relativos a cada uma das fases (Figura 41). Esta relação corresponde à relação de Kurdjumov-Sachs (KS).

Ainda na região 2 da amostra, notou-se que as demais figuras de pólo, correspondentes as relações de Bain (B) e de Nishiyama-Wassermann (NW) não apresentavam correspondência de pontos relevante.

Seguindo com o cálculo das figuras de pólo inversas, tanto nas regiões 1 e 3, como na área total da varredura da amostra, não houve coincidência de pontos relevante. Mas isto já era esperado, devido ao fato de estarem presentes contornos de grão, e grãos de orientações diferentes. O cálculo das figuras de pólo inversas na área total de varredura, e nas regiões 1 e 3, serviram como uma contra-prova para o cálculo da figura de pólo inversa da região 2 (rica em precipitados).

Observando-se os mapas de orientação dos grãos de todas as amostras onde se verificou a presença de precipitados da fase γ , e percebeu-se que todos os precipitados possuíam a mesma orientação em relação a matriz, estando o precipitado no interior dos grãos, ou nos contornos de grão. O que praticamente

elimina a possibilidade de erro de indexação dos pontos. Caso se tratasse de erro de indexação, o software de análise poderia interpretar como sendo pertencente a fase γ , pontos com CI inadequado, ou áreas de oxidação na superfície da amostra, o que não foi o caso.

9) CONCLUSÕES

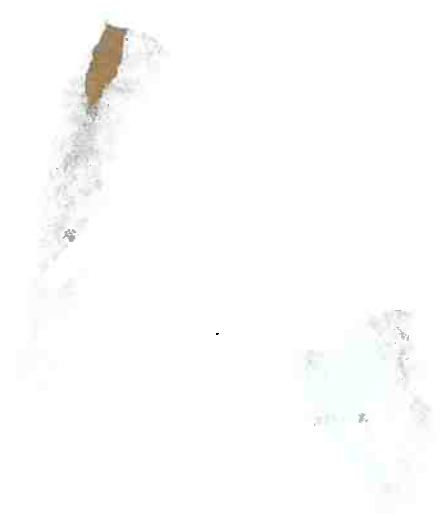
A principal conclusão que se pode tirar é acerca da textura de transformação de fase presente nas ligas do sistema Fe-Ni-Si. Pelas análises das figuras de pólo descritas na seção anterior, concluiu-se que a relação de orientação entre as fases α e γ presentes nas amostras da liga em questão, se aproxima mais da relação de Kurdjumov-Sachs (KS), conforme Figura 41.

Outras conclusões tiradas da observação dos mapas de orientação dos grãos das amostras analisadas são: os precipitados da fase γ (A1) se encontram dispersos na matriz de fase α (D0₃) principalmente no interior dos grãos, e em menor quantidade em alguns contornos de grão; os precipitados da fase γ se encontram dispersos somente em alguns grãos, sendo que em vários grãos inexistem estes precipitados; e as relações de equilíbrio entre as fases podem ser descritas pelo diagrama de fases obtido por Ikeda et al [3].

Também se pode concluir que não é possível, com a composição da liga em questão, produzir uma microestrutura com uma fração apreciável de γ . Para finalizar, concluiu-se que a liga estudada apresenta excelente resistência à oxidação ao ar em temperaturas entre 900 e 1100°C, porém há evidências de empobrecimento em silício próximo a superfície da amostra.

10) BIBLIOGRAFIA

- [1] VIANA, C., PAULA, A. **Texturas de deformação**. In: I WORKSHOP SOBRE TEXTURA E RELAÇÕES DE ORIENTAÇÃO, 2001, São Paulo. Anais. São Paulo: EDUSP, 2001. p. 23-37.
- [2] VIANA, C., LOPES, A. **Texturas de transformação de fases**. In: I WORKSHOP SOBRE TEXTURA E RELAÇÕES DE ORIENTAÇÃO, 2001, São Paulo. Anais. São Paulo: EDUSP, 2001. p. 131-143.
- [3] IKEDA et. al. **Phase equilibria in the Fe-rich portion of the Fe-Ni-Si system**. Journal of Alloys and Compounds, vol. 268. Elsevier Science, 1998. p. 130-136.
- [4] PINTO, A., LOPES, A. **A utilização da técnica EBSD em estudos de microtextura e macrotextura**. In: I WORKSHOP SOBRE TEXTURA E RELAÇÕES DE ORIENTAÇÃO, 2001, São Paulo. Anais. São Paulo: EDUSP, 2001. p. 1 -15.
- [5] HIMURO, Y., KAINUMA, R., ISHIDA, K. **Martensitic transformation and shape memory effect in ausaged Fe-Ni-Si alloys**. Institute of Steel and Iron of Japan International, 2002. n. 2, v. 42. p. 184 – 190.
- [6] VILLARS, P., PRINCE, A., OKAMOTO H. **Handbook of Ternary Alloy Phase Diagrams**. ASM International, 1995. v. 8, p. 10629 – 10641.
- [7] THORNTON, P. **Scanning Electron Microscopy, Applications to materials and device science**. Chapman and Hall Ltd, 1968.
- [8] TSL OIM and Delphi Phase Identification systems for the SEM, ACT and TOCA Electron Diffraction Systems for the TEM.
Disponível em: <<http://www.tsl-oim.com>>. Acesso em 15 de jun. 2002.
- [9] **TSL OIM Analysis, version 3**: OIM data analysis software. TSL, 1999-2002.

-
- [10] SANTOS, F., SCHÖN, C. **Caracterização microestrutural de uma liga Fe-12Ni-15Si nos estados "bruto de fusão" e solubilizado**. Projeto de Iniciação Científica. São Paulo, 2001. Não publicado.
- [11] PADILHA, A., FILHO, F. **Técnicas de Análise Microestrutural**. Ed. Hemus Ltda, 1985. p - 93.
- [12] R. KAINUMA, M. PALM, G. INDEN. Elsevier Science Ltd. **Intermetallics**, 1994. vol.2. p - 3221.
- [13] SCHÖN, C. **Deformação, recuperação e recristalização de materiais intermetálicos para fins estruturais**. In: I WORKSHOP SOBRE TEXTURA E RELAÇÕES DE ORIENTAÇÃO, 2001, São Paulo. Anais. São Paulo: EDUSP, 2001. p. 255 - 272.
- 
-