

**UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ**

**VINICIUS MARTINS MAIA**

**CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL POR DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS  
RETROESPALHADO (EBSD) DE UMA LIGA CR<sub>29,5</sub>CO<sub>29,5</sub>NI<sub>35</sub>AL<sub>4</sub>TI<sub>2</sub> COM  
EFEITO TWIP**

**TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO**

**LONDRINA**

**2021**

**VINICIUS MARTINS MAIA**

**CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL POR DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS  
RETROESPALHADO (EBSD) DE UMA LIGA  $\text{Cr}_{29,5}\text{Co}_{29,5}\text{Ni}_{35}\text{Al}_4\text{Ti}_2$  COM EFEITO  
TWIP**

**Structural characterization by electron backscatter diffraction (ebsd) of a  
 $\text{Cr}_{29,5}\text{Co}_{29,5}\text{Ni}_{35}\text{Al}_4\text{Ti}_2$  alloy with twip effect**

Trabalho de conclusão de curso de graduação  
apresentada como requisito para obtenção do título de  
Bacharel em Engenharia de Materiais da Universidade  
Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Orientador: Prof. Dr. Márcio Andreato Batista Mendes  
Co- orientador: Prof. Dr. Francisco Gil Coury

**LONDRINA**

**2021**



[4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/)

Esta licença permite remixe, adaptação e criação a partir do trabalho, para fins não comerciais, desde que sejam atribuídos créditos ao(s) autor(es) e que licenciem as novas criações sob termos idênticos. Conteúdos elaborados por terceiros, citados e referenciados nesta obra não são cobertos pela licença.

**VINICIUS MARTINS MAIA**

**CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL POR DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS  
RETROESPALHADO (EBSD) DE UMA LIGA  $Cr_{29,5}Co_{29,5}Ni_{35}Al_4Ti_2$  COM EFEITO  
TWIP**

Trabalho de Conclusão de Curso de Graduação  
apresentado como requisito para obtenção do título de  
Bacharel em Engenharia de Materiais da Universidade  
Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR).

Data de aprovação: 26/novembro/2021

---

Prof. Dr. Odney Carlos Brondino  
Doutorado em Engenharia de Materiais  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Silvia Midori Higa  
Doutorado em Engenharia de Materiais  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

---

Prof. Dr. Marcio Andreato Batista Mendes  
Doutorado em Engenharia de Materiais  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná

**LONDRINA**

**2021**

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço primeiramente aos meus pais, Valdir Maia Junior e Édina Martins Domingues Maia, que amo muito e estiveram ao meu lado sempre, principalmente me fornecendo a base para alcançar meus objetivos, à minha namorada Letícia Maluf, pelo tempo que passamos juntos e por me fazer uma pessoa melhor todos os dias.

Agradeço ao corpo docente e funcionários da UTFPR, principalmente meu orientador Márcio Andreato Batista Mendes, que me apoiou desde o início, assim como meu professor co-orientador Francisco Gil Coury.

Agradeço ao Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE)- UFSCar, que forneceu a estrutura para a elaboração deste trabalho, e aos colaboradores Vitor, Eduardo, Michelle, Lucas e Diego, que me ensinaram tanto.

E por fim, mas não menos importante, aos amigos de Londrina que se tornaram minha família: Danilo, Fernando, Vinícius, Gustavo, Vitor, João, Rene, Guilherme, Rafael, Letícia, Amanda, Isabela e Fernanda. E aos amigos de São Carlos: Hugo, Rodrigo, João, Ana, Laura e Fernanda, dentre todos os outros amigos e familiares que sempre torceram por mim.

## RESUMO

Ligas de Alta Entropia apresentam componentes com quantidades molares próximas, o que gera diversas propriedades características desses materiais, com aplicações em setores que requisitam alto desempenho em ambiente agressivo. Para uma avaliação da microestrutura referente à presença do efeito de maclagem por deformação mecânica (TWIP), uma das técnicas possíveis é a análise por difração de elétrons retroespalhados (EBSD) acoplado a um microscópio eletrônico de varredura (MEV), que é uma técnica muito difundida na caracterização cristalográfica e microestrutural de materiais. Neste contexto, o presente trabalho teve por objetivo a caracterização da liga  $\text{Cr}_{29,5}\text{Co}_{29,5}\text{Ni}_{35}\text{Al}_4\text{Ti}_2$  por EBSD, detalhando todo o processo relacionado às etapas para obtenção do melhor padrão de Kikuchi, avaliando também a presença de maclas de deformação através de imagens MEV, de mapas cristalográficos, e de curvas de desorientação cristalina, o que os resultados não se mostraram satisfatórios devido possivelmente à baixa resolução espacial do microscópio, ou o não controle do tamanho de *spot*, ou até mesmo a não presença do efeito TWIP na liga.

Palavras-chave: EBSD; Difração; Maclas de deformação; Ligas de alta entropia.

## ABSTRACT

High Entropy alloys have elemental constituents in the same molar quantity, which can generate several properties, characteristics, materials, with applications in sectors that require high performance in aggressive environments. For an assessment of the microstructure referring to the presence of the TWIP effect (deformation twins), one possibility is to analyze the material by backscattered electron diffraction (EBSD) associated with a scanning electron microscope (SEM), a technique that is very widespread in the crystallographic and microstructural characterization of materials. In this context, the present study aimed to characterize the  $\text{Cr}_{29,5}\text{Co}_{29,5}\text{Ni}_{35}\text{Al}_4\text{Ti}_2$  alloy by EBSD, detailing the entire process of elucidating the steps to obtain the best Kikuchi pattern, also evaluating the presence of evidence, in this case, deformation twins. through SEM images, crystallographic maps, and crystalline disorientation curves, as which results were not satisfactory, due possibly to the resolution of the equipment used, no controlling the spot size, or even the absence of the TWIP effect in the league.

Keywords: EBSD; Diffraction; Deformation twins; High entropy alloy.

## LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1: ESPESSURA DE MACLAS OBTIDA POR DEFORMAÇÃO MECÂNICA. ....	18
FIGURA 2: REPRESENTAÇÃO GRÁFICA DA VARIAÇÃO DO MÓDULO ELÁSTICO EM FUNÇÃO DA ORIENTAÇÃO CRISTALINA DO FERRO MONOCRISTAL. ....	20
FIGURA 3: ESQUEMA REPRESENTATIVO DE UMA ESFERA UNITÁRIA. ....	20
FIGURA 4: A) MICROESTRUTURA DE UMA LIGA NIAL DEFORMADA EM 70% A 900°C EM COMPRESSÃO. B) FIGURA DE POLO INVERSA NA MICROESTRUTURA MOSTRADA EM (A). C) FIGURA DE POLO DOS SUBGRÃOS, MOSTRANDO A DIFERENÇA ENTRE AS ORIENTAÇÕES 6 E 7. ....	21
FIGURA 5: ESQUEMA DA BOLHA DE INTERAÇÃO DO FEIXE DE ELÉTRONS COM A AMOSTRA. ....	23
FIGURA 6: ETAPAS DA ANÁLISE POR EBSD, DESDE A EMISSÃO DO FEIXE À ANÁLISE DE DADOS. ....	24
FIGURA 7: CAMINHO DO FEIXE NA DIFRAÇÃO. A) ESQUEMA DO QUAL SE EXTRAÍ A LEI DE BRAGG B) ESQUEMA REPRESENTATIVO DA DIFRAÇÃO DA FAMÍLIA DE PLANOS [200] DO SISTEMA CCC. ....	25
FIGURA 8: ESQUEMA DAS LINHAS DE KOSSEL E AS BANDAS DE KIKUCHI EM EBSD. A) DIAGRAMA ESQUEMÁTICO E B) PROJEÇÃO GEOMÉTRICA EM 2D DOS PARÂMETROS. ....	26
FIGURA 9: PADRÕES EBSD A) DIFRAÇÃO DE CARBETO DE TUNGSTÊNIO OBTIDA SEM FILTROS; B) SINAL DO BACKGROUND; C) PADRÃO COM REMOÇÃO DO BACKGROUND. ....	27
FIGURA 10: A) PROJEÇÃO ORIGINAL DA IMAGEM (X,Y). B) CORRESPONDÊNCIA DOS PONTOS NO ESPAÇO DE HOUGH. ....	28
FIGURA 11: EXEMPLO DE PADRÃO DE HOUGH. ....	28
FIGURA 12: FLUXOGRAMA DAS ETAPAS DE PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS. ....	30
FIGURA 13: ESQUEMA DO CORPO DE PROVA. ....	31
FIGURA 14: INSUMOS UTILIZADOS NO EMBUTIMENTO. DA ESQUERDA PARA A DIREITA: CATALISADOR, RESINA POLIÉSTER E MOLDE DE SILICONE. ....	31
FIGURA 15: POLITRIZ. ....	32
FIGURA 16: EQUIPAMENTO DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X, BRUKER. ....	33
FIGURA 17: EQUIPAMENTO MINIMET, <i>GRINDER POLISHER</i> - BUEHLER. ....	33
FIGURA 18: EQUIPAMENTO VIBROMET, <i>VIBRATORY POLISHER</i> - BUEHLER. ....	34
FIGURA 19: FLUXOGRAMA DA ETAPA DE PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS. ....	34
FIGURA 20: MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA, INSPECT. ....	35
FIGURA 21: DIFRATOGRAMA DA LIGA CR29,5CO29,5NI35AL4TI2. ....	36
FIGURA 22: IMAGENS MEV DA REGIÃO 1: (A) 400X, (B) 1600X COM ESPESSURA DAS MACLAS. ....	37
FIGURA 23: IMAGENS MEV DA REGIÃO 2: (A) 400X, (B) 1600X. ....	38

<b>FIGURA 24: ESPECTRO DE EDS DA LIGA CR29,5CO29,5NI35AL4TI2.....</b>	<b>39</b>
<b>FIGURA 25: ORGANOGRAMA DAS ALTERAÇÕES NOS PARÂMETROS DE HOUGH.....</b>	<b>41</b>
<b>FIGURA 26: IMAGEM DA TRANSFORMADA DE HOUGH: T1, T2, T3, T4 E T5.....</b>	<b>42</b>
<b>FIGURA 27: MAPEAMENTOS EBSD DAS FIGURAS DE POLO INVERSAS: T1, T2, T3, T4 E T5.....</b>	<b>43</b>
<b>FIGURA 28: ANÁLISE EBSD DA REGIÃO 2.....</b>	<b>45</b>
<b>FIGURA 29: MAPA OBTIDO POR EBSD DA FASE CRISTALINA FE (CFC).....</b>	<b>46</b>
<b>FIGURA 30: LOCALIZAÇÃO DOS SEGMENTOS DE RETA E CURVAS DE DISTÂNCIA X DESORIENTAÇÃO. (A) SEGMENTO DE RETA AB, (B) CURVA AB, (C) SEGMENTO DE RETA CD, (D) CURVA CD, (E) SEGMENTO DE RETA EF E (F) CURVA EF.....</b>	<b>47</b>
<b>FIGURA 31: FIGURAS DE POLO DA AMOSTRA NAS ORIENTAÇÕES (A) {111}, (B) {011} E (C) {001}.....</b>	<b>48</b>



## LISTA DE TABELAS

TABELA 1: MATERIAIS UTILIZADOS NO PROJETO. ....	29
TABELA 2: TABELA DE EQUIPAMENTOS QUE FORAM UTILIZADOS NO TRABALHO, ASSIM COMO SEUS FORNECEDORES. ....	29
TABELA 3: COMPARAÇÃO DOS VALORES OBTIDOS DA EQUAÇÃO DE BRAGG, PARA AS ESTRUTURAS CCC E CFC. ....	36
TABELA 4: VALOR OBTIDO PELA COMPARAÇÃO DOS ÂNGULOS DIFRATADOS. ....	37
TABELA 5: QUANTIFICAÇÃO DOS ELEMENTOS PRESENTES POR EDS. ....	39
TABELA 6: COMPARAÇÃO ENTRE A PROPORÇÃO ATÔMICA DO MODELO TEÓRICO E PRÁTICO. ....	39
TABELA 7: ALTERAÇÕES DOS PARÂMETROS DE HOUGH. ....	41
TABELA 8: PARÂMETROS DE INDEXAÇÃO FORNECIDOS PELO SOFTWARE. ....	44

## LISTA DE ABREVIATURAS

LAE	Ligas de alta entropia
TWIP	Maclação por deformação mecânica
TRIP	Plasticidade induzida por transformação de fase
EFE	Energia de falha de empilhamento
CFC	Cúbico de face centrada
CCC	Cúbico de corpo centrado
EBSD	Difração de elétrons retroespalhados
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
SE	Elétrons secundários
BSE	Elétrons retroespalhados
EBSP	Padrão de difração de elétrons retroespalhados
DRX	Difração de raios- X
EDS	Espectroscopia de energia dispersiva

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	13
<b>2 OBJETIVO</b> .....	14
<b>2.1 Objetivo Geral</b> .....	<b>14</b>
<b>2.2 Objetivos Específicos</b> .....	<b>14</b>
<b>3 JUSTIFICATIVA</b> .....	15
<b>4 REFERENCIAL TEÓRICO</b> .....	16
<b>4.1 Ligas de Alta Entropia (LAE)</b> .....	<b>16</b>
<b>4.2 Mecanismos de Deformação</b> .....	<b>17</b>
4.2.1 Efeito TWIP .....	17
4.2.3 Representações Estereográficas .....	20
<b>4.3 Difração de Elétrons Retroespalhados por Microscópio Eletrônico de Varredura</b> .....	<b>21</b>
4.3.1 Microscopia Eletrônica de Varredura .....	22
4.3.2 Difração de elétrons retroespalhados (EBSD) .....	23
4.3.3 Lei de Bragg para Difração .....	24
4.3.4 Padrões de Kikuchi .....	25
4.3.5 Indexação dos padrões de Kikuchi .....	26
<b>5 METODOLOGIA</b> .....	29
<b>5.1 Materiais</b> .....	<b>29</b>
<b>5.2 Métodos</b> .....	<b>29</b>
5.2,1 Preparação de amostras .....	30
<b>5.2 Avaliação por EBSD</b> .....	<b>34</b>
<b>6 RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	36
<b>6.1 Difração de raios X</b> .....	<b>36</b>
<b>6.2 Microscopia Eletrônica de Varredura</b> .....	<b>37</b>
6.2.1 Micrografias .....	37
6.2.2 Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) .....	38
<b>6.3 Difração de elétrons retro espalhados (EBSD)</b> .....	<b>39</b>
<b>7 CONCLUSÃO</b> .....	50
<b>8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....	51
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	52

## 1 INTRODUÇÃO

Setores industriais como aeroespacial, naval e petrolífero realizam esforços no desenvolvimento de inovações tecnológicas que possam suprir suas necessidades, que em muitos casos se traduzem em aplicações de elevada responsabilidade. Nesse aspecto, Ligas de Alta Entropia (LAE) despertam interesse devido a propriedades mecânicas, à resistência ao desgaste e a corrosão.

A liga  $\text{Cr}_{29,5}\text{Co}_{29,5}\text{Ni}_{35}\text{Al}_4\text{Ti}_2$  utilizada neste estudo apresenta elevada resistência mecânica e elevada tenacidade, as quais se devem à presença do efeito TWIP (*twinning induced plasticity* - plasticidade induzida por deformação), que corresponde a um mecanismo de deformação dos materiais metálicos, no qual sistemas de planos atômicos são ativados pela deformação, ou seja, é o método pelo qual um determinado sistema cristalino pode se deformar, gerando maclas de deformação.

Para avaliar a presença do efeito TWIP é realizada a caracterização estrutural do material onde é observado o desenvolvimento de maclas no interior dos grãos. Uma das técnicas mais difundidas para esse fim é a análise por difração de elétrons retroespalhados (EBSD) acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV), pois possibilita a avaliação da presença dessas estruturas de forma relativamente simples e rápida, quando sob controle dos parâmetros da análise, como a indexação correta.

As imagens obtidas por meio dessa técnica são geradas a partir do fenômeno de difração do sinal emitido pelos planos cristalográficos da amostra, as quais são representadas através dos padrões de difração. Linhas de Kikuchi é uma forma de difração e seu padrão possibilita a comparação com um banco de dados, identificando as fases e a orientação dos planos presentes na amostra, auxiliando na caracterização das ligas com efeito TWIP.

Em vista disso, o foco deste trabalho é a análise da maclação por deformação mecânica (efeito TWIP) através da análise de figuras de polo, de mapas cristalográficos e de curvas de desorientação cristalina, além de detalhar os procedimentos que são necessários para a obtenção de padrões favoráveis para a indexação das fases. Os resultados mostraram que o método de preparo da amostra e o método para encontrar os melhores parâmetros de aquisição de dados pela técnica de EBSD foram satisfatórios, porém não foi possível encontrar evidências do desenvolvimento de maclas induzidas por deformação.

## **2 OBJETIVO**

Para o presente trabalho foram determinados o objetivo geral e os objetivos específicos, que serão listados a seguir:

### **2.1 Objetivo Geral**

Obtenção de um método que otimize a aquisição de dados e a caracterização da liga  $\text{Cr}_{29,5}\text{Co}_{29,5}\text{Ni}_{35}\text{Al}_4\text{Ti}_2$  por difração de elétrons retroespalhados (EBSD) em microscópio eletrônico de varredura (MEV), para avaliação da presença do efeito TWIP.

### **2.2 Objetivos Específicos**

- Obtenção de uma estratégia eficiente de preparação de amostras;
- Determinação a fase e homogeneidade da liga;
- Otimização a aquisição de dados por EBSD;
- Avaliação da presença de maclas de deformação;
- Avaliação da presença do Efeito TWIP.

### 3 JUSTIFICATIVA

Ligas de Alta Entropia no geral, apresentam vasta aplicabilidade na área industrial, como por exemplo elevada resistência mecânica e a corrosão. Podem ser empregadas em setores que apresentam solicitações severas, como o setor petroquímico, aeroespacial e naval. A caracterização estrutural dessas ligas corresponde a uma contribuição para o aumento da base de dados e entendimento das propriedades desses materiais.

Determinar os mecanismos de deformação preveem o comportamento mecânico do material sob esforço, aumentando a possibilidade de novas aplicações para essa nova classe de ligas metálicas.

A análise por EBSD é uma técnica muito difundida para caracterização microestrutural, e contribui com informação sobre a estrutura cristalina das amostras de diferentes tipos de materiais, como, ligas metálicas, rochas ou cerâmicas. Porém em alguns casos apresenta dificuldade na indexação dos padrões obtidos na técnica, e faz-se necessários trabalhos, que, como este, apresentem detalhadamente as etapas para obtenção de padrões específicos.

## 4 REFERENCIAL TEÓRICO

Nesta seção serão abordados os assuntos essenciais para a presente proposta, sendo apresentada uma contextualização das Ligas de Alta Entropia (LAE) e o efeito de maclação por deformação mecânica (TWIP). Somado a isso, será abordado também um panorama da técnica de EBSD, como são formados os padrões obtidos e indexação, além de permear conceitos de difração, assim como padrões e linhas de Kikuchi.

### 4.1 Ligas de Alta Entropia (LAE)

Tradicionalmente, ligas metálicas apresentam composição baseada principalmente em um ou dois elementos majoritários, como, por exemplo, o ferro nos aços. Isso se dá devido a propriedades requeridas do componente em maior quantidade, e possibilidade de incremento de propriedades que os elementos de liga podem proporcionar ao elemento majoritário, como o carbono nos aços (YE *et al*, 2016).

Na última década, este paradigma começou a ser superado, devido ao desenvolvimento de técnicas de processamento como a solidificação rápida; porém com poucos reportes da literatura, não há vasto conhecimento das variáveis de processo de fabricação, e, assim, as ligas eram desenvolvidas essencialmente por tentativa e erro (YEH *et al*, 2004).

Com o avanço de ferramentas computacionais, foi possível a concepção de ligas multicomponentes com proporção molar semelhante. Estas ligas foram denominadas Ligas de Alta Entropia (LAE), sendo alguns exemplos os sistemas CuNiFeCrMo, FeCoNiCrCu, CrCoNiAl entre outros (CANTOR, 2004).

O processamento das LAE pode se dar por fusão a arco em atmosfera controlada, permitindo a obtenção de lingotes, ou por metalurgia do pó, após serem processadas por moagem reativa (VARALASKSHMI, *et al*, 2008). Tais rotas tornam economicamente inviável a fabricação de peças de maior volume, sendo restringidas para componentes relativamente pequenos (Ye, 2011), mas ainda assim são úteis para estudos em escala piloto.

Na literatura pode ser observado que as LAE podem apresentar propriedades muito interessantes quanto à resposta em fadiga, dureza, resistência ao desgaste, estabilidade térmica, resistência a corrosão, dentre outros (RIOS, 2014).

Nesse cenário, tem-se uma gama vasta de aplicações e estudos que podem ser realizados em LAE devido à possibilidade de fabricação de diferentes composições e proporções dos constituintes. Estes fatores influenciam diretamente a cinética de formação de fases, assim como quais mecanismos são ativados na deformação plástica (RIOS, 2014).

## 4.2 Mecanismos de Deformação

Em materiais cuja estrutura atômica apresenta ordem em longas distâncias, ou seja, sistemas cristalinos, a deformação plástica pode ocorrer pelo escorregamento de planos atômicos, mais precisamente pela movimentação de linhas de discordâncias. Materiais amorfos apresentam um escoamento viscoso, levando considerações reológicas, as quais não serão tratadas aqui (Callister, 2012).

Para os metais, há planos e direções preferenciais dentro de uma célula unitária para o deslizamento de discordâncias, o qual é guiado por aspectos da organização atômica, como densidade, tipo de estrutura cristalina e tipo de célula unitária (Callister, 2000).

Porém existem outros efeitos controlados pela cinética e termodinâmica, os quais são favorecidos a ocorrer; como por exemplo o efeito TRIP (*transformation induced plasticity* - plasticidade induzida por transformação de fase), no qual a deformação ocorre pela transformação de fase, geralmente austenita retida se transforma em martensita  $\alpha'$  ou  $\alpha$  uma vez que a energia livre de Gibbs para a reação martensítica é negativa e sua Energia de Falha de Empilhamento (EFE) é baixa. Outro mecanismo de deformação é o efeito TWIP (*twinning induced*) (De Cooman, 2018), que será discutido com mais detalhes na sequência.

### 4.2.1 Efeito TWIP

O Efeito TWIP se dá pela formação de maclas de deformação, na qual a estrutura do metal é preservada, mas há uma reorientação da rede cristalina, geralmente em estruturas austeníticas (CFC). Também como no efeito TRIP, é ativado



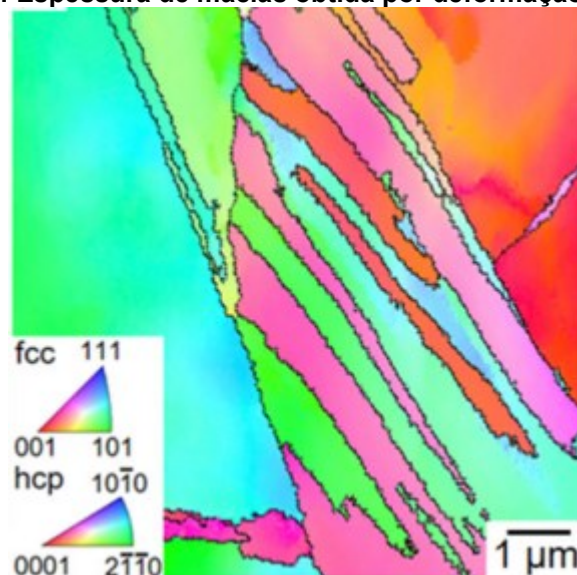
em planos/direções específicos e preferenciais, e ocorre quando a energia livre de Gibbs da reação martensítica é positiva e Energia de Falha de Empilhamento (EFE) relativamente baixa (De Cooman, 2018).

Existem na literatura alguns modelos clássicos do mecanismo para a maclação mecânica, porém com o avanço nos estudos de materiais nanocristalinos, há lacunas a serem preenchidas. São seis os modelos clássicos, os quais serão apenas citados, a fim de manter o escopo do trabalho:

- Mecanismo de Venables
- Mecanismo *cross-slip* de Cohen-Weertman Frank
- Mecanismo de escalagem por *cross-slip* Fujita-Mori
- Mecanismo por falha extrínseca de Mahajan-Chin
- Mecanismo de escalagem primário de Miura-Taamura-Narita Frank
- Mecanismo de ruptura parcial de discordância de Copley-kear-Byun

As maclas de efeito TWIP são formadas durante a deformação mecânica, se mostram com espessura nanométrica como pode ser visto na imagem pela Figura 1, e sua desorientação cristalina entre a matriz e a macla é de  $60^\circ$ , uma vez que a rede cristalina foi rotacionada, a fim de serem imagens especulares. (De Cooman, 2018),

**Figura 1: Espessura de maclas obtida por deformação mecânica.**



**Fonte: Wei et al, 2019.**

Para os aços, essa categoria (aços TWIP) se mostra de grande aplicabilidade uma vez que apresenta valores excepcionais de ductilidade, em grande parte explicados pela presença das maclas (De Cooman, 2018). Isso, juntamente com

valores de resistência à tração, ou seja, apresenta elevada tenacidade, elevando a aplicabilidade dessas ligas a uma gama de atuação onde podem ser empregados materiais com resposta a solicitações mecânicas severas (Gorni, 2008). Com isso, esse efeito é desejado também para as ligas de alta entropia, uma vez que ao agregar às propriedades de resistência ao desgaste e a corrosão, torna essa classe de materiais ainda mais interessante para as mais diversas aplicações.

#### 4.2.2 Efeito TWIP na Textura

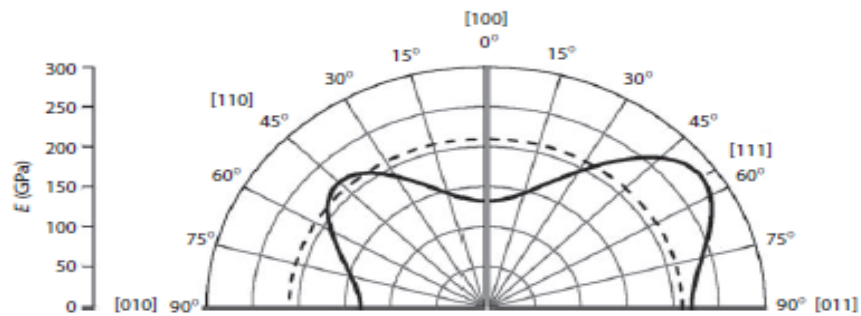
Primeiramente é preciso entender o que é textura. A textura se refere como os planos atômicos estão posicionados no cristal. A orientação preferencial dos grãos é natural de processos de fabricação, como, por exemplo, durante o processo de cristalização proveniente do estado líquido com taxas de resfriamento compatíveis com os processos industriais empregados em grande escala, ou através de tratamentos termomecânicos (RANDLE, V; ENGLER, O, 2014).

A textura nos materiais influencia drasticamente a maior parte das propriedades de um material, como por exemplo: módulo elástico, coeficiente de Poisson, resistência mecânica. Por exemplo, para ligas que apresentam o efeito TWIP, o aparecimento de textura cristalográfica pode evidenciar a sua presença.

Na Figura 2, pode-se observar a representação da variação do módulo elástico em função da textura, ou seja, um determinado material altera sua resiliência de acordo com a orientação da família de planos principais.

As propriedades que são dependentes de orientações cristalográficas dos materiais, necessitam de representações para a avaliação da textura, a fim de qualificar e controlar suas alterações e, muitas vezes, com as propriedades do material.

**Figura 2: Representação gráfica da variação do Módulo Elástico em função da orientação cristalina do Ferro monocristal.**



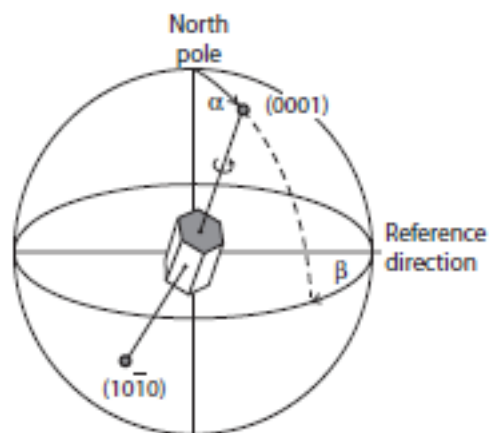
Fonte: RANDLE, V; ENGLER, O, 2014.

Para a avaliação da textura, são comumente utilizados alguns tipos de representações estereográficas, destacando-se as figuras de polo e figuras de polo inversas. Essas serão brevemente discutidas a seguir proporcionando maior entendimento dos resultados obtidos posteriormente.

#### 4.2.3 Representações Estereográficas

Segundo RANDLE, V; ENGLER, O (2009), sobre figuras de polo qualquer direção de um vetor 3-D em um cristal – a direção cristalográfica ou a normal para um plano cristalino pode ser descrita como um ponto em uma esfera unitária de referência, ou seja, uma esfera com raio igual à distância de um parâmetro de rede, como pode ser vista na Figura 3.

**Figura 3: Esquema representativo de uma esfera unitária.**

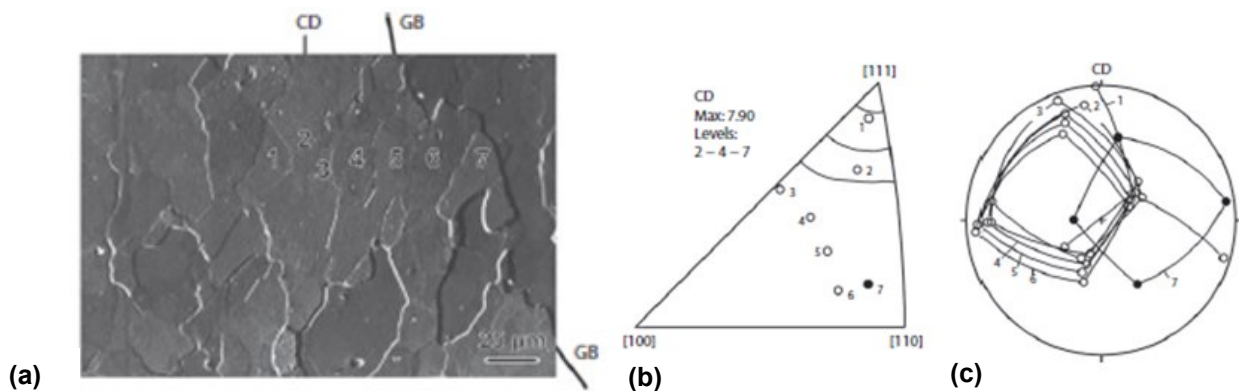


Fonte: RANDLE, V; ENGLER, O, 2014.

Figuras de polo são vastamente utilizadas no estudo da textura, pois em uma única projeção é possível expor toda a informação da textura de um material, as quais são marcadas através de símbolos ou números (Figura 4) representando a localização na microestrutura e permitindo uma correlação direta entre a figura de polo e a microestrutura.

A textura também pode ser representada em figuras de polo inversa, que podem ser representadas nas Figura 4b e 4c, as quais mostram uma distribuição cristalográfica de certos planos paralelos da amostra, mostrando mais claramente as orientações cristalográficas.

**Figura 4: a) Microestrutura de uma liga NiAl deformada em 70% a 900°C em compressão. b) Figura de Polo inversa na microestrutura mostrada em (a). c) Figura de Polo dos subgrãos, mostrando a diferença entre as orientações 6 e 7.**



Fonte: RANDLE, V; ENGLER, O, 2014.

Uma das técnicas utilizadas para obter dados de textura e cristalografia de um material cristalino é a difração de elétrons retroespalhados associada ao microscópio eletrônico de varredura que será tratada na próxima secção.

### 4.3 Difração de Elétrons Retroespalhados por Microscópio Eletrônico de Varredura

Para compreender os princípios da técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD, do inglês *electron backscatter diffraction*), faz-se necessário o entendimento do equipamento e dos conceitos físicos envolvidos na formação dos padrões que serão analisados, tópicos esses que serão discutidos a seguir.

#### 4.3.1 Microscopia Eletrônica de Varredura

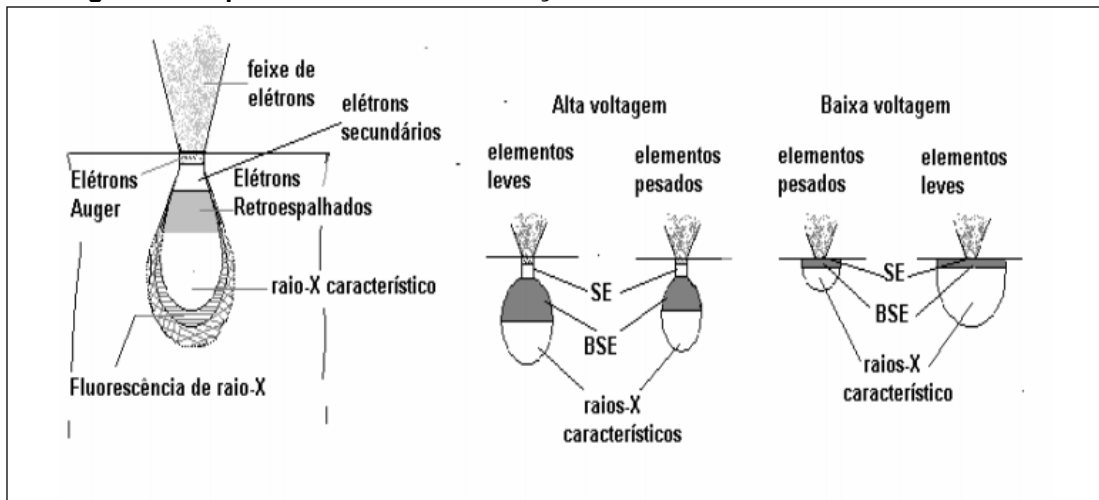
A análise por EBSD atualmente com maior aplicabilidade e facilidade no acesso é realizada no microscópio eletrônico de varredura (MEV), através de um detector específico acoplado ao microscópio. O MEV é um instrumento eletro-óptico que utiliza fonte de elétrons para iluminar a amostra. A radiação emitida (formada por elétrons acelerados dentro da coluna do equipamento, a qual comporta lentes eletromagnéticas) forma um feixe fino que varre a superfície da amostra e gera diferentes tipos de imagens dependendo do detector empregado (MCCALL, 2012).

Ao atingir a amostra, os elétrons apresentam duas formas de interação de espalhamento, elástica e inelástica. A primeira conserva a energia e o momento dos elétrons, gerando elétrons retroespalhados e difração; já a segunda apresenta uma transferência de energia feixe incidente-matéria, produzindo raios X, elétrons secundários, fônons ou plasmons (DAY, 1993).

Dependendo da aceleração e densidade do material, a interação do feixe com a amostra em uma região apresenta um determinado volume, chamado bolha de interação, que representa a interação dos elétrons em camadas mais profundas que a superfície do material, excitando elétrons em até alguns microns, produzindo grande intensidade de sinais, exemplificados na Figura 5, que com detectores apropriados podem fornecer diferentes informações, como, por exemplo: elétrons secundários (SE), possibilitando informações topográficas; elétrons retroespalhados (BSE) para contraste de composição (número atômico); difração de elétrons retroespalhados (EBSD), para determinar microestruturas, tamanho de grãos, orientações cristalográficas, presença de textura, construção de figuras de polo, entre outros (DEDAVID, B A; *et al*, 2007).

A análise da difração de elétrons retroespalhados por meio da técnica de EBSD é baseada na aquisição de padrões de difração e, depois, comparadas com um banco de dados para a identificação de mapas de difração. Esse processo será detalhado no tópico seguinte.

Figura 5: Esquema da bolha de interação do feixe de elétrons com a amostra.



Fonte: DEDAVID, B A; *et al*, 2007.

#### 4.3.2 Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)

O detector de EBSD é composto por um sensor (câmera CCD), uma tela de fósforo onde o padrão de difração pode ser projetado, assim como um *software* para controle de aquisição de dados, comparação dos padrões e armazenamento de dados (HUMPHREYS, 2001).

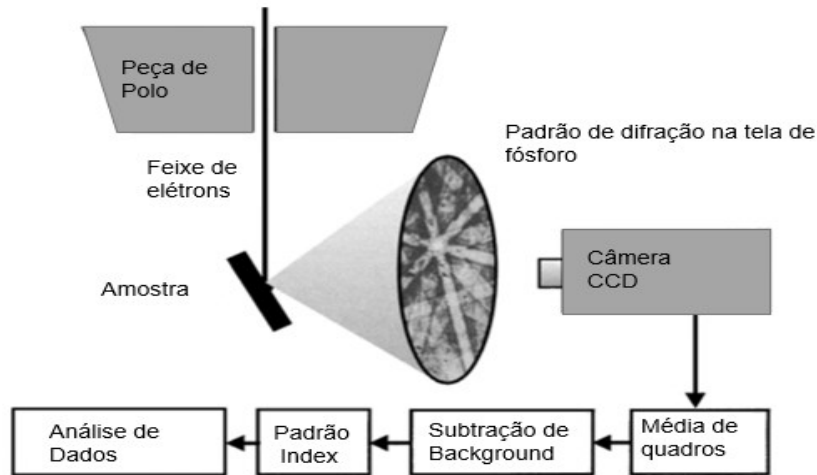
A amostra, durante a técnica, deve ser inclinada entre 60° e 70° com o feixe, e assim, conforme os elétrons sofrem espalhamento elástico, a probabilidade de escape é maior, considerando que sua emissão é proveniente de uma fonte pontual (MORALES L F G; *et al*, 2007).

Por sua natureza ondulatória, os elétrons são espalhados coerentemente pelos planos cristalográficos sofrendo o fenômeno de difração, também chamado interferência construtiva, o qual será melhor descrito na sequência, uma vez que se faz necessário seu entendimento para compreensão da técnica (MORALES L F G; *et al*, 2007).

Na Figura 6 é observada a representação da obtenção dos Padrões de Difração de Elétrons Retroespalhados (*electron backscattered patterns- EBSP*), exemplificando o procedimento realizado pelo *software*, que se dá por meio das seguintes etapas: média dos quadros, subtração de *background*, padrão de indexação e análise de dados.

O procedimento citado depende primeiramente da difração dos planos cristalográficos, de modo a gerar os padrões que serão analisados, os quais devem satisfazer a Lei de Bragg.

**Figura 6: Etapas da análise por EBSD, desde a emissão do feixe à análise de dados.**



Fonte: Adaptado de HUMPHREYS, F. J, 2001.

#### 4.3.3 Lei de Bragg para Difração

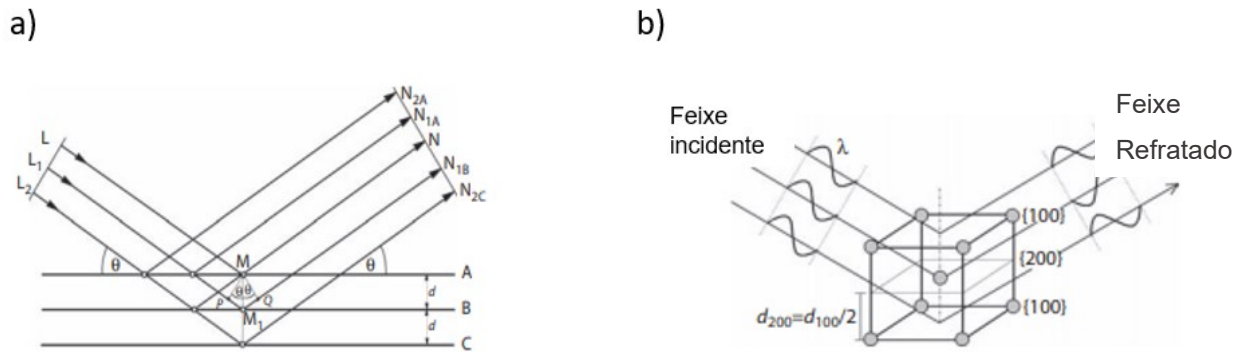
Segundo WILKINSON (2012), os elétrons que apresentam interações inelásticas podem sofrer subsequente difração. O sinal é aproveitado, se e somente se o ângulo de incidência entre o feixe e os planos cristalinos satisfizerem a Lei de Bragg (Equação 1).

$$n\lambda = 2d \operatorname{sen}\theta \quad \text{Equação 1}$$

sendo  $\lambda$  o comprimento de onda,  $d$  a distância interplanar entre os planos paralelos  $hkl$ ,  $\theta$  o ângulo entre o feixe incidente e o plano que o difrata.

Na Figura 7 está representada a difração dos planos cristalográficos de onde deriva a Lei de Bragg, assim como o esquema sob uma célula unitária na família de plano [200] de um sistema cúbico de corpo centrado (CCC).

**Figura 7: Caminho do feixe na difração. a) esquema do qual se extrai a Lei de Bragg b) esquema representativo da difração da família de planos [200] do sistema CCC.**



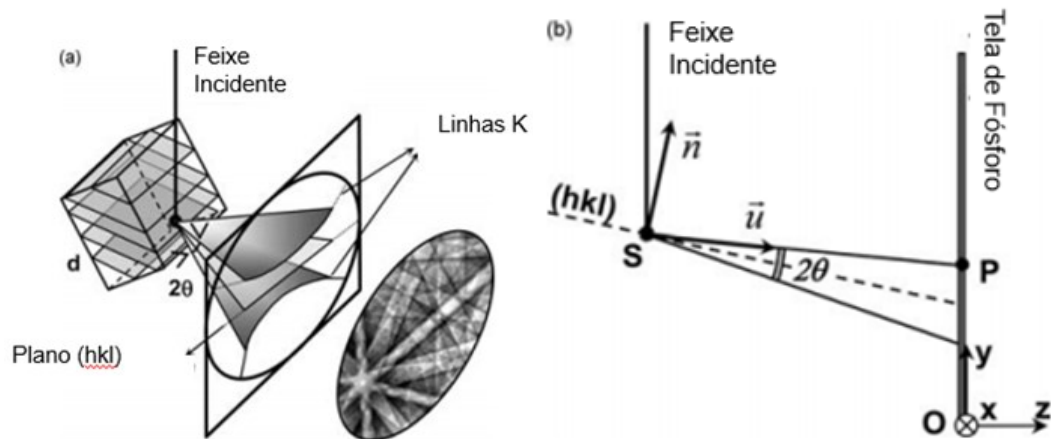
**Fonte: Adaptado de RANDLE, V; ENGLER, O, 2014.**

#### 4.3.4 Padrões de Kikuchi

Os padrões obtidos por EBSD consistem em várias bandas de elevada intensidade que se projetam na tela de fósforo e são captadas pela câmera CCD. As bandas denominadas bandas de Kikuchi são compostas por uma linha escura, mais próxima, e outra clara, mais distante do feixe difratado, e são representações estereográficas da difração, as quais apresentam geometria hiperbólica (Figura 8a) formada pela intersecção de cones de difração de Kossel com o plano do detector, um do lado superior e outro do lado inferior, como se observa na Figura 8. Cones de Kossel são formados devido à emissão de elétrons retroespalhados ocorrer em todas as direções, a difração ocorre em um intervalo de vetores em que o ângulo satisfaz a Lei de Bragg para difração (para uma família de planos  $hkl$ ) e não um único vetor. Com isso, o feixe difratado estará sobre um dos cones, tornando a representação em 2D na tela de fósforo um par de linhas hiperbólicas (MAURICE, 2008).



**Figura 8: Esquema das linhas de Kossel e as bandas de Kikuchi em EBSD. a) diagrama esquemático e b) projeção geométrica em 2D dos parâmetros.**



Fonte: Adaptado de Maurice, C; Fourtunier, R, 2008.

Pode-se obter diversas informações cristalográficas dos padrões de Kikuchi, tanto qualitativas, como quantitativas, como por exemplo, determinar pontos de nucleação da recristalização, deformações por trabalho a frio, assim como os contornos de grão e fases presentes (MAURICE, 2008).

#### 4.3.5 Indexação dos padrões de Kikuchi

Para a determinação das orientações cristalográficas, o usuário deve marcar diversos eixos de zona na tela do computador. As coordenadas são transferidas para um vetor 3-D  $r_i$ , descrito na Equação 2, provenientes da imagem em 2-D obtidas na tela de fósforo ( $x_i^s, y_i^s$ ). Para identificar as bandas, seleciona-se dois pontos do centro da banda ou marcando corretamente as arestas da banda.

$$r = \begin{pmatrix} X_i^s \\ Y_i^s \\ Z_i^s \end{pmatrix} = A \cdot \begin{pmatrix} X_i \\ Y_i \\ Z_i \end{pmatrix} = A \cdot \begin{pmatrix} X_I - X_{pc} \\ Y_I - Y_{pc} \\ Z_{SSD} \end{pmatrix}$$

Equação 2

Quando calibrado o sistema, as coordenadas do centro ( $x_{pc}, y_{pc}$ ) e a distância da amostra à tela  $z_{SSD}$  são conhecidos. Este mecanismo é utilizado para determinar e comparar os padrões de banda (RANDLE, V; ENGLER, O, 2014).

O maior problema com a indexação dos padrões obtidos é a resolução das bandas com baixo contraste, o que é comum em padrões dado o alto nível de ruído

presente nos padrões típicos de EBSD. Ou seja, o software não indexa ou indexa erroneamente bandas que representam a difração de um mesmo plano cristalino. Este aspecto é tratado pela convolução dos padrões com filtros, os quais comparam a região vizinha e reproduzem padrões. Porém, esse método é muito sensível à erros de calibração e distorções da imagem (RANDLE, V; ENGLER, O, 2014).

Após adquirir os padrões de difração, o processamento da imagem se dá a fim de obter condições ótimas para o reconhecimento de dados automático. A natureza e tipo de processamento varia de acordo com as condições da amostra e tipo de material.

Aqui será descrito um procedimento tipicamente utilizado para algumas ligas metálicas. Os passos para os processamentos estão representados na Figura 9 e são: (a) subtração, divisão de *background* (b), melhoramento de contraste (RANDLE, V; ENGLER, O, 2014).

**Figura 9: Padrões EBSD a) difração de carbeto de tungstênio obtida sem filtros; b) sinal do Background; c) padrão com remoção do Background.**



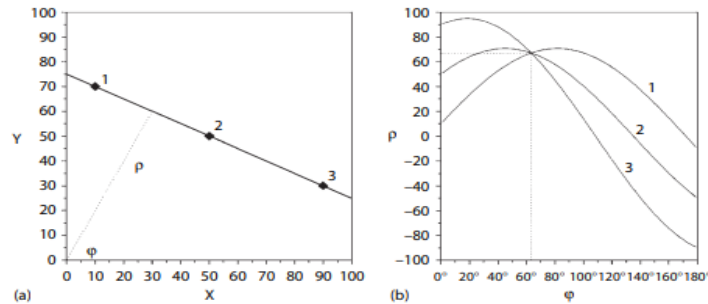
Fonte: RANDLE, V; ENGLER, O, 2014.

Segundo Engler (2014), se a amostra apresentar quantidade de grãos muito pequena, ou se o material for um monocristal, o Background não representará de fato o background aleatório pois conterá informações do padrão de kikuchi do grão preferencial. Assim deve-se alterar o foco das lentes objetivas ou rotacionar a amostra durante a aquisição de dados. Ainda, pode-se dividir o Background, resultando em melhores correções de contraste de cinza na imagem.

O próximo passo para a transformação do padrão e indexação é a transformada de Hough, ilustrado na Figura 10, a qual parametriza três pontos colineares em intersecções de curvas senoidais no espaço de Hough. Sua aplicabilidade se dá em

uma transformada aleatória ponderando os tons de cinza, homogeneização da imagem transformada sem efeitos de cinza (RANDLE, V; ENGLER, O, 2014).

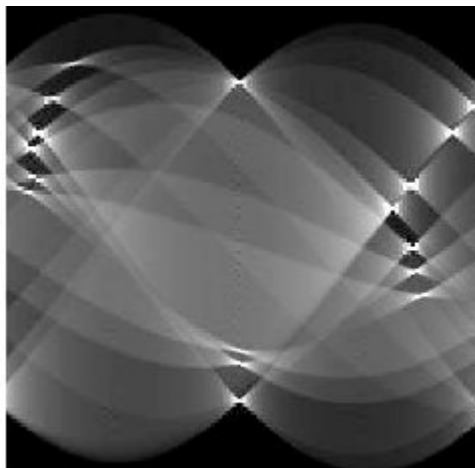
**Figura 10: a) projeção original da imagem (x,y). b) correspondência dos pontos no espaço de Hough.**



Fonte: RANDLE, V; ENGLER, O, 2014.

Randle, e Engler (2014) destacam a necessidade da identificação dos picos do espaço de Hough, onde uma linha se transforma em um ponto, em uma forma de borboleta, o que dá nome ao filtro de *butterfly filter* (Figura 11). Após a transformada é possível determinar com maior precisão o local das bandas do EBSD, ou seja, facilita a indexação.

**Figura 11: Exemplo de Padrão de Hough.**



Fonte: SIKORSKA, Sylwia, 2011.

## 5 METODOLOGIA

Para atingir as propostas deste trabalho, foi utilizada a metodologia abaixo, que foi subdividida em Materiais e Métodos.

### 5.1 Materiais

Na Tabela 1 estão dispostos os principais materiais que foram utilizados neste trabalho.

**Tabela 1: Materiais utilizados no projeto.**

<b>Materiais</b>
Liga Cr <sub>29,5</sub> Co <sub>29,5</sub> Ni <sub>35</sub> Al <sub>4</sub> Ti <sub>2</sub>
Resina epóxi
Catalisador da Resina
Jogo de Lixa
Panos para polimento
Alumina
Sílica coloidal

**Fonte: Autoria Própria.**

### 5.2 Métodos

Na Tabela 2 estão expostos os equipamentos utilizados na caracterização da liga Cr<sub>29,5</sub>Co<sub>29,5</sub>Ni<sub>35</sub>Al<sub>4</sub>Ti<sub>2</sub> por EBSD, assim como os fornecedores.

**Tabela 2: Tabela de equipamentos que foram utilizados no trabalho, assim como seus fornecedores.**

<b>Equipamento</b>	<b>Fabricante</b>
Politriz	AROTEC
Minimet	BUEHLER
Vibromet	BUEHLER
DRX	BRUKER
MEV	FEI
EBSD	EDAX

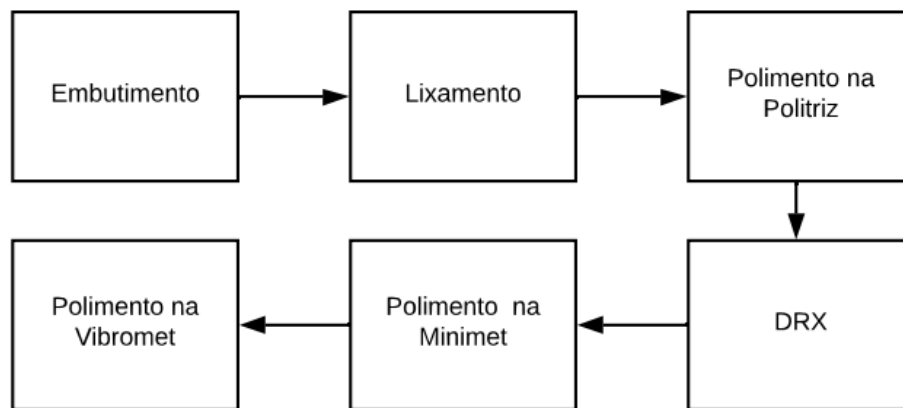
**Fonte: Autoria Própria.**

Os métodos utilizados foram divididos em 2 etapas: 1) preparação de amostras e 2) avaliação por EBSD.

### 5.2,1 Preparação de amostras

A etapa de preparação de amostras está representada na forma de fluxograma na Figura 12, e descrito detalhadamente a seguir.

**Figura 12: Fluxograma das etapas de preparação de amostras.**

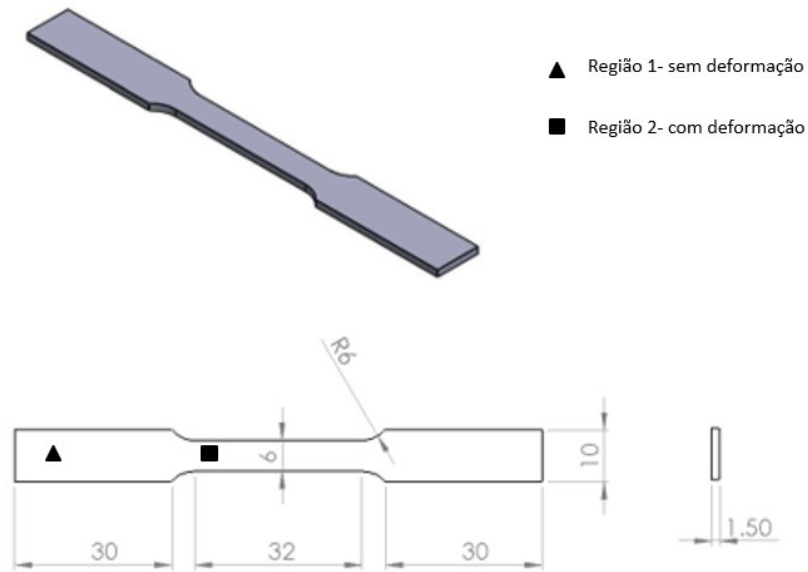


**Fonte: Autoria própria.**

A liga estudada foi fornecida pelo Professor Doutor Francisco Gil Coury, membro do corpo docente da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), e pelo doutorando Diego de Araújo Santana. O histórico metalúrgico da liga como recebida é descrito na sequência.

Primeiramente a liga foi processada por fundição convencional em molde de grafite, e forno de indução a vácuo, homogeneizada à 1200° C por 4 horas e resfriada em água. Secções foram laminadas a frio até uma espessura de 2 mm, intercalando com tratamentos térmicos de recristalização. Após isso, foi realizado o tratamento térmico de solubilização a 1200°C por 1 hora, resfriado em água e envelhecimento a 850°C. Posteriormente os corpos de prova foram usinados de acordo com a norma ASTM E8/E8M, que pode ser visto na Figura 13, e ensaiados mecanicamente através do ensaio de tração com taxa de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  até a fratura, gerando um aumento da textura na região próxima da estrição.

**Figura 13: Esquema do corpo de prova.**



**Fonte: ASTM E8 – Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials.**

Foi selecionada a secção do corpo de prova fraturado, a qual apresentava menor área longitudinal, uma vez que o equipamento de EBSD requer dimensões de aproximadamente  $3 \text{ cm}^2 \times 1 \text{ cm}$  (área superficial, e altura respectivamente) e não permite grandes variações. A preparação da amostra seguiu os seguintes passos:

- a) O embutimento a frio em resina poliéster realizado em molde de silicone, com um tempo de cura de 15 minutos, e o catalisador. Os insumos utilizados estão na Figura 14 a seguir.

**Figura 14: Insumos utilizados no embutimento. Da esquerda para a direita: catalisador, resina poliéster e molde de silicone.**



**Fonte: Autoria Própria.**

Após a cura da resina, pôde ser iniciada a etapa de lixamento e polimento, sendo esta parte a mais sensível do trabalho, uma vez que a técnica EBSD corresponde à difração entre planos atômicos e qualquer deformação superficial pode não gerar as linhas de Kikuchi, ocasionando em uma interpretação que não condiz com a realidade.

- b) O lixamento manual foi realizado com lixas de granulação mais grossa até as mais finas (80, 120, 400, 800, 1200, 2000), cuidou-se para que riscos não passassem de uma lixa mais grossa para uma mais fina, facilitando o polimento.
- c) O polimento se iniciou no equipamento politriz mostrado na Figura 15 com aluminaem suspensão 0,2  $\mu\text{m}$ , obtendo uma superfície espelhada.

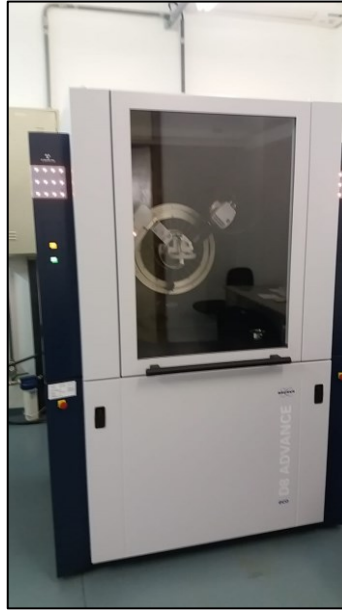
**Figura 15: Politriz.**



**Fonte: Autoria Própria.**

- d) A análise de EBSD requer que se saiba a estrutura cristalina do material previamente, pois compara as linhas de Kikuchi obtidas com as do banco de dados interno do *software*. Portanto, foi realizado uma análise de difração de raios X, com um passo de 2°/min, de 0 a 90° no equipamento DRX da BRUKER (Figura 16), localizado no LCE da UFSCar.

**Figura 16: Equipamento de Difração de raios X, BRUKER.**



**Fonte: Autoria Própria.**

- e) Para melhorar o acabamento superficial, utilizou-se o equipamento de polimento automático (Minimet) mostrado na Figura 17, durante 4 horas, força de 0 N, e o agente polidor utilizado foi alumina em suspensão 0,2  $\mu\text{m}$ .

**Figura 17: Equipamento Minimet, *Grinder Polisher*- BUEHLER.**



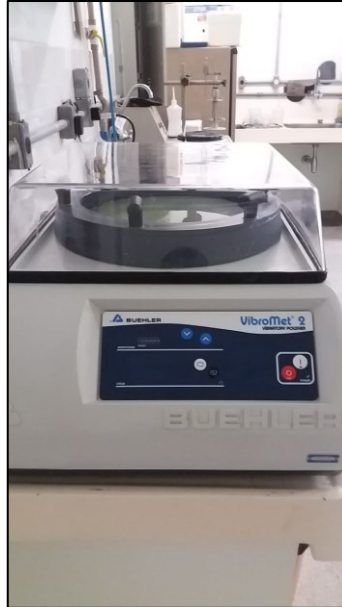
**Fonte: Autoria Própria.**

- f) Após isso, utilizou-se a Vibromet, vista na Figura 18, durante 1 hora, realizando a retirada da tensão residual, por ser um equipamento de polimento, o qual utiliza da vibração da mesa como força motriz para



obtenção de uma superfície espelhada, reduzindo muito a deformação localizada. Para esta etapa foi utilizada sílica coloidal.

**Figura 18: Equipamento Vibromet, *Vibratory Polisher*- BUEHLER.**

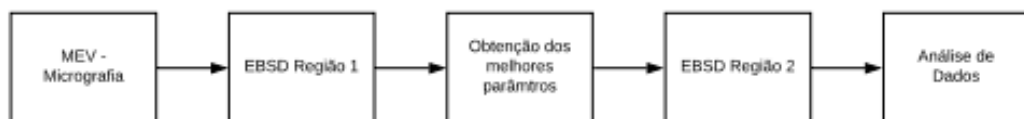


Fonte: Autoria Própria.

## 5.2 Avaliação por EBSD

Na Figura 19 pode ser observado um fluxograma com as etapas para a avaliação da amostra por EBSD e na sequência é detalhado cada passo tomado na realização da análise.

**Figura 19: Fluxograma da etapa de preparação de amostras.**



Fonte: Autoria própria.

- a) Primeiramente, utilizou-se o detector de BSE acoplado ao MEV (Figura 20), para gerar imagens com contraste suficiente para que seja possível a visualização de contornos de grão e maclas.

**Figura 20: Microscópio Eletrônico de Varredura, INSPECT.**



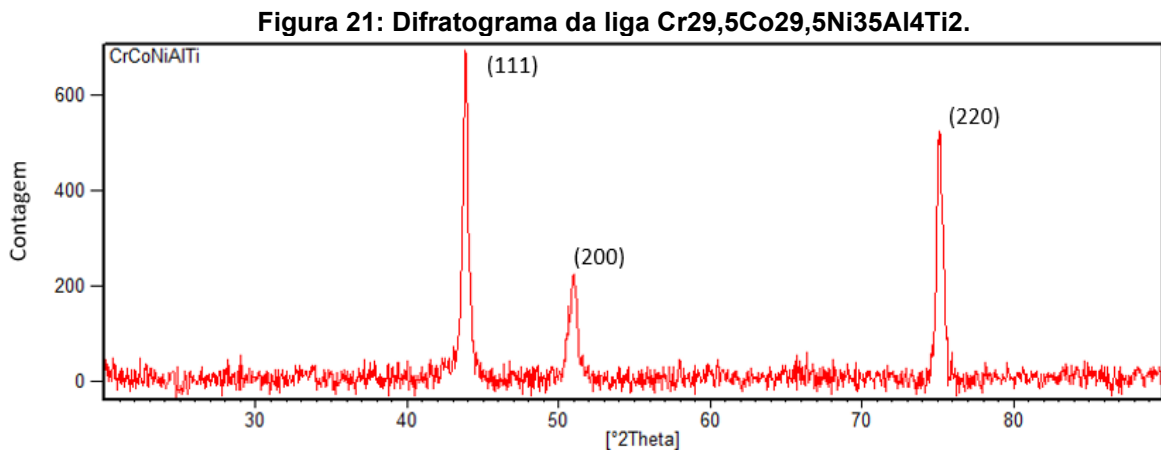
Fonte: site LCE.

- b) A análise por EBSD acoplado ao MEV foi realizada através de mapeamentos da amostra analisando a superfície da fratura até a sua extremidade. Foram realizados 5 mapeamentos da Região 1 (Figura 13), localizada na parte não deformada do corpo de prova, a fim de apresentar menores índices de deformação que a região perto da estrição. Durante a análise foi se alterando os seguintes parâmetros de aquisição do equipamento: Tipo de Transformada de Hough, Resolução de Hough, Máscara de convolução e Padrão de Tamanho do Feixe determinando as melhores condições de aquisição.
- c) Ao selecionar os valores ideais para a análise, efetuou-se um mapeamento de EBSD na Região 2 (Figura 13) mais próxima da estrição e, portanto, com maior grau de deformação, onde possivelmente seria encontrado maior densidade de maclas de deformação.
- d) Com o auxílio do *software* TSL OIM Analysis 7 para tratamentos de dados do EBSD, foram obtidas as curvas, imagens, figuras de polo, figuras de polo inversa e mapas de fase cristalográfica utilizadas no desenvolvimento das hipóteses propostas.

## 6 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 6.1 Difração de raios X

A análise de difração de raios X forneceu informações a respeito da estrutura cristalina, a qual é necessária para a análise EBSD, e foi obtido um conjunto de picos que se assemelham à estrutura cristalina cúbica como pode ser visto na Figura 21.



Fonte: Autoria própria.

Para determinar se a estrutura cúbica que o material apresenta é de corpo centrado (CCC) ou de face centrada (CFC), tem-se a diferença dos valores dos índices de Miller (h, k, l), através do desenvolvimento da Equação de Bragg.

**Tabela 3: Comparação dos valores obtidos da Equação de Bragg, para as estruturas CCC e CFC.**

	Estrutura
$\frac{\text{sen}^2\theta_A}{\text{sen}^2\theta_B} = \frac{1_A^2 + 1_A^2 + 0_A^2}{2_B^2 + 0_B^2 + 0_B^2} = 0,5$	CCC
$\frac{\text{sen}^2\theta_A}{\text{sen}^2\theta_B} = \frac{1_A^2 + 1_A^2 + 1_A^2}{2_B^2 + 0_B^2 + 0_B^2} = 0,75$	CFC

Fonte: Autoria própria.

Através da Figura 21, foram obtidos os valores dos ângulos difratados e em comparação entre os valores pode-se determinar que a estrutura é a CFC, pois o valor se aproximou de 0,75, conforme a Tabela 4.

Tabela 4: Valor obtido pela comparação dos ângulos difratados.

	$2\theta$	$\theta$	$\sin^2 \theta$	$\frac{\sin^2 \theta_A}{\sin^2 \theta_B}$
<b>A</b>	44°	22	0,1403	75,7%
<b>B</b>	51°	25,5	0,3705	

Fonte: Autoria própria.

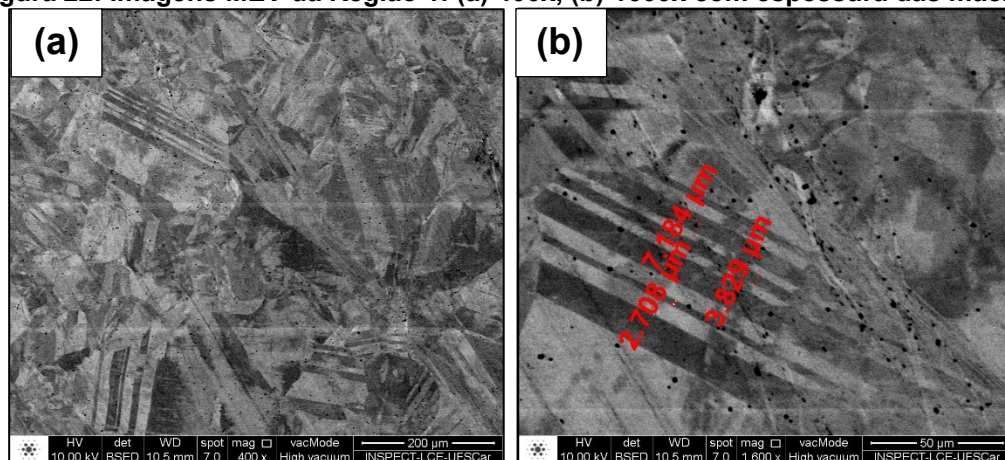
## 6.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

### 6.2.1 Micrografias

Nesta sessão são descritos os resultados obtidos na análise de MEV/EDS da amostra. Primeiramente, uma análise de micrografias posicionadas nas Regiões 1 e 2 (não estriccionada e estriccionada), evidenciando a microestrutura do material; após foi realizada uma análise química comprovando a homogeneidade esperada da composição da liga; e finalmente realizada a análise EBSD das Regiões 1 e 2.

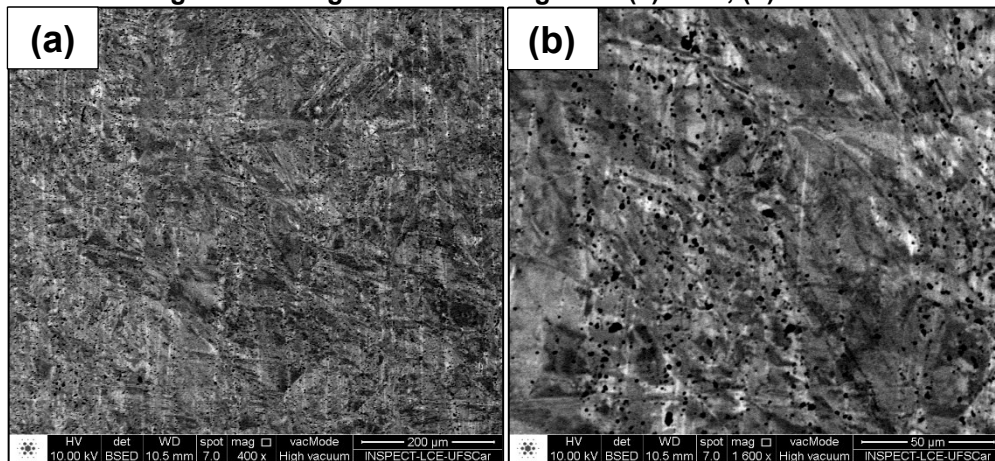
Na análise de imagens, foram obtidas micrografias MEV-BSE com a amostra inclinadas em 70°, alto valor de corrente (*spot size 7*) e baixa energia de aceleração (10 kV), a uma distância de trabalho (WD) de 10,5 mm. Nessas condições é obtido, pelo efeito de tunelamento atômico, contraste suficiente para distinguir contornos de grãos e maclas, tipo de imagem também conhecida como “*electron channeling contrast imaging*” (ECCI) como visto nas Figuras, para as Regiões 1 e 2, respectivamente.

Figura 22: Imagens MEV da Região 1: (a) 400x, (b) 1600x com espessura das maclas.



Fonte: Autoria própria.

Figura 23: Imagens MEV da Região 2: (a) 400x, (b) 1600x.



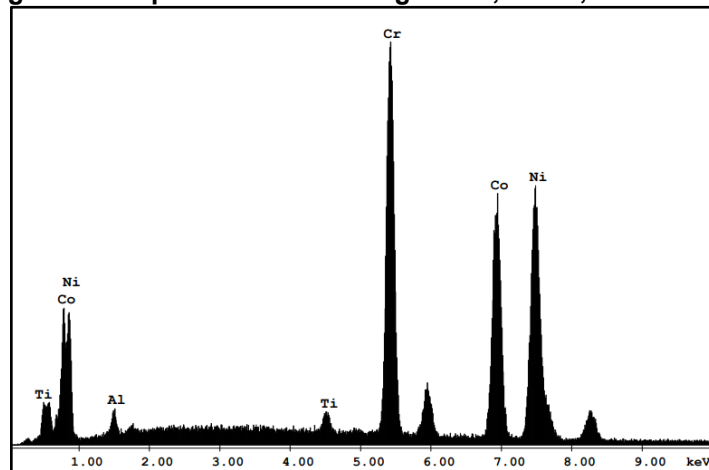
Fonte: Autoria própria.

As maclas que podem ser observadas Região 1, apresentam espessura entre 2 e 7  $\mu\text{m}$  e são provenientes do tratamento térmico de recozimento (maclas de recozimento). Por outro lado, na Região 2, estriccionada, não é possível observar contornos e nem maclas, possivelmente devido à deformação superficial.

### 6.2.2 Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

Foram realizadas 5 aquisições em pontos diferentes da amostra com o intuito de apresentar melhor estatística dos dados obtidos, e assim diminuindo os erros intrínsecos na inferência da composição de uma liga, uma vez que a análise é realizada em proporções micrométricas (no caso 100x, com barra de escala de 500  $\mu\text{m}$ ), e é necessário realizar a maior quantidade de análises para os que os resultados apresentem maior precisão e exatidão.

Na Tabela 5 estão expostos os resultados obtidos na análise de EDS de 05 (cinco) pontos da amostra. Estes valores foram comparados com os valores esperados para a liga (Tabela 6), apresentando um desvio padrão inferior a 1,2% para todos os elementos. Com isso, pode-se inferir que a liga apresenta homogeneidade e valores proporcionais de porcentagem atômica próximas ao esperado.

Figura 24: Espectro de EDS da liga Cr<sub>29,5</sub>Co<sub>29,5</sub>Ni<sub>35</sub>Al<sub>4</sub>Ti<sub>2</sub>.

Fonte: Autoria própria.

Tabela 5: Quantificação dos elementos presentes por EDS.

(At%)	Al	Ti	Cr	Co	Ni
1	3,44	1,24	28,99	30,00	38,36
2	3,69	1,19	28,87	29,79	36,46
3	3,75	1,15	29,11	29,87	36,11
4	3,54	1,16	29,25	29,86	36,18
5	3,38	1,21	28,79	30,52	36,11
<b>Média</b>	<b>3,56</b>	<b>1,19</b>	<b>29,00</b>	<b>30,01</b>	<b>36,64</b>
<b>Desvio Padrão</b>	<b>0,16</b>	<b>0,03</b>	<b>0,18</b>	<b>0,3</b>	<b>1,00</b>

Fonte: Autoria Própria.

Tabela 6: Comparação entre a proporção atômica do modelo Teórico e Prático.

(At%)	Al	Ti	Cr	Co	Ni
<b>Teórico</b>	3,56	1,19	29,00	30,01	36,64
<b>experimental</b>	4,00	2,00	29,50	29,50	35,00
<b>Desvio Padrão</b>	<b>0,31</b>	<b>0,57</b>	<b>0,35</b>	<b>0,36</b>	<b>1,16</b>

Fonte: Autoria Própria.

### 6.3 Difração de elétrons retro espalhados (EBSD)

A análise de EBSD foi realizada na região não deformada no ensaio de tração, que possivelmente apresentará uma análise mais facilitada, assim obtendo os melhores parâmetros para a análise subsequente da Região 2 de interesse.

Como citado anteriormente, existem diversos parâmetros de aquisição, as quais alteram a transformada de Hough, visualizadas pela alteração na imagem da transformada.

Os parâmetros alterados foram:

- a) Tipo: são dois tipos de algoritmos que indexam os padrões de Kikuchi de maneira diferente: Clássico + e Clássico;
- b) Resolução: entre alta e baixa; a alta resolução opera em dois estágios, quando em alta, utiliza primeiramente no tamanho do padrão no primeiro estágio, e no segundo o padrão progressivo, o que altera o tempo de processamento de cada ponto para obter a imagem.
- c) Máscara de convolução: otimiza a largura da banda específica quando no padrão borboleta;
- d) Tamanho do Padrão.

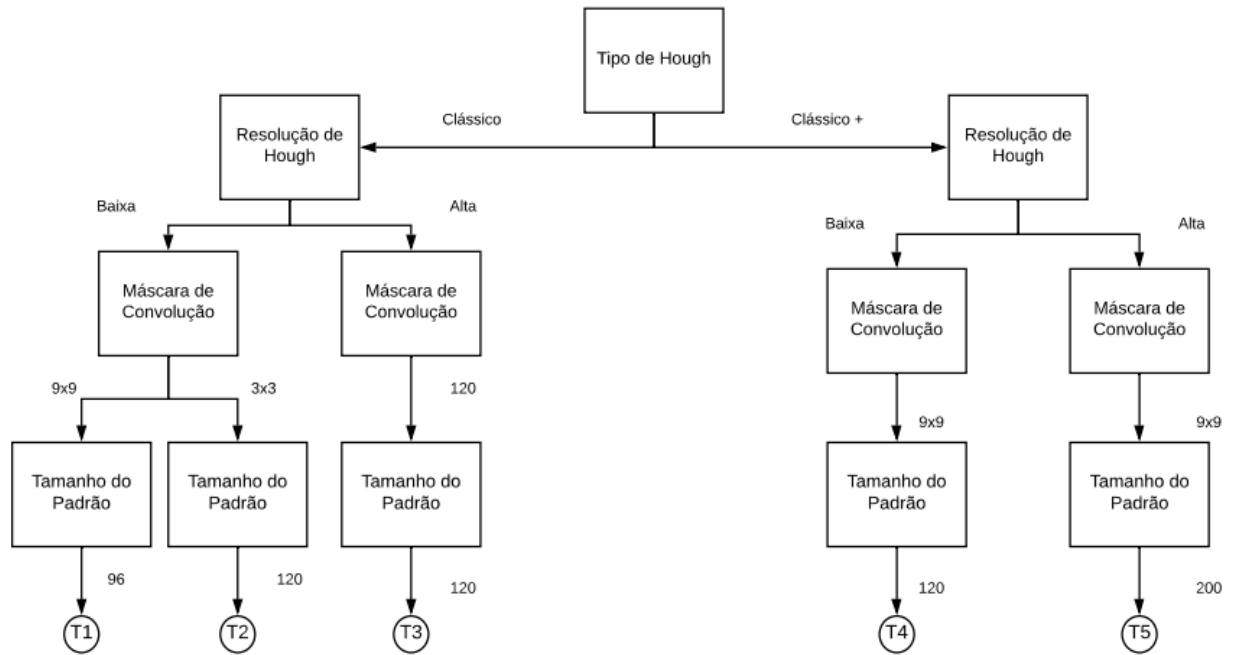
Os tipos de algoritmos usados influenciam nos outros parâmetros, como por exemplo: o Clássico utiliza a máscara de convolução para detectar os picos que auxilia quando as linhas de Kikuchi apresentam padrões com largura de bandas variadas.

A transformada de Hough é utilizada para encontrar linhas de alta intensidade na imagem, porém os padrões de Kikuchi são expressos em bandas, o que no espaço de Hough, as linhas não serão apresentadas como pontos, ou seja, a representação das características de borboleta nos padrões não será bem expressa, e neste ponto utiliza-se a Máscara de convolução e Tamanho do padrão.

Com essas alterações, procura-se um padrão de borboleta bem definido, como o visto anteriormente na Figura 11.

A Figura 25 mostra através de um organograma os 05 (cinco) testes, nomeados de T1 a T5, que foram realizados nos parâmetros de Hough, assim como a Tabela 7 apresenta os valores das alterações, as quais proporcionaram as imagens da transformada em cada grupo

**Figura 25: Organograma das alterações nos parâmetros de Hough.**



Fonte: Autoria própria.

**Tabela 7: Alterações dos parâmetros de Hough.**

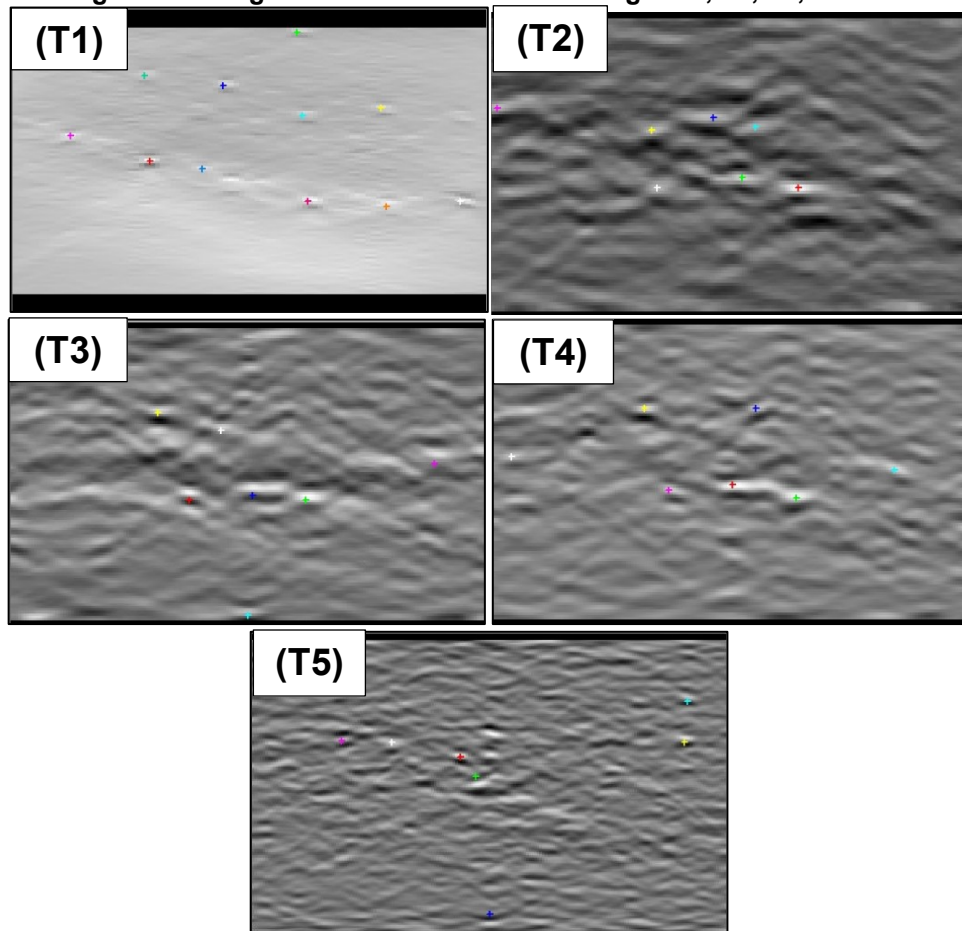
	<b>Tipo de Transformada de Hough</b>	<b>Resolução de Hough</b>	<b>Máscara de convolução</b>	<b>Tamanho do Padrão</b>
<b>T1</b>	Clássico	Baixa	9x9	96
<b>T2</b>	Clássico	Baixa	3x3	120
<b>T3</b>	Clássico	Alta	9x9	120
<b>T4</b>	Clássico +	Baixa	9x9	120
<b>T5</b>	Clássico +	Alta	9x9	200

Fonte: Autoria própria.

Na Figura 26, T5 não apresenta nitidez das linhas o suficiente para definir os pontos, assim como T2 e T3, os quais apresentam sobreposição de linhas da transformada, provavelmente provenientes da largura das bandas de Kikuchi. Já no T4, a resolução da imagem não permite a identificação correta dos pontos na transformada, como pode ser visto no ponto vermelho indexado na Figura 26. Portanto, o T1 é a melhor junção de parâmetros pelo formato de borboleta formado e a maior quantidade de pontos de intersecção identificados em relação aos outros testes, comparando com o exemplo da Figura 11.



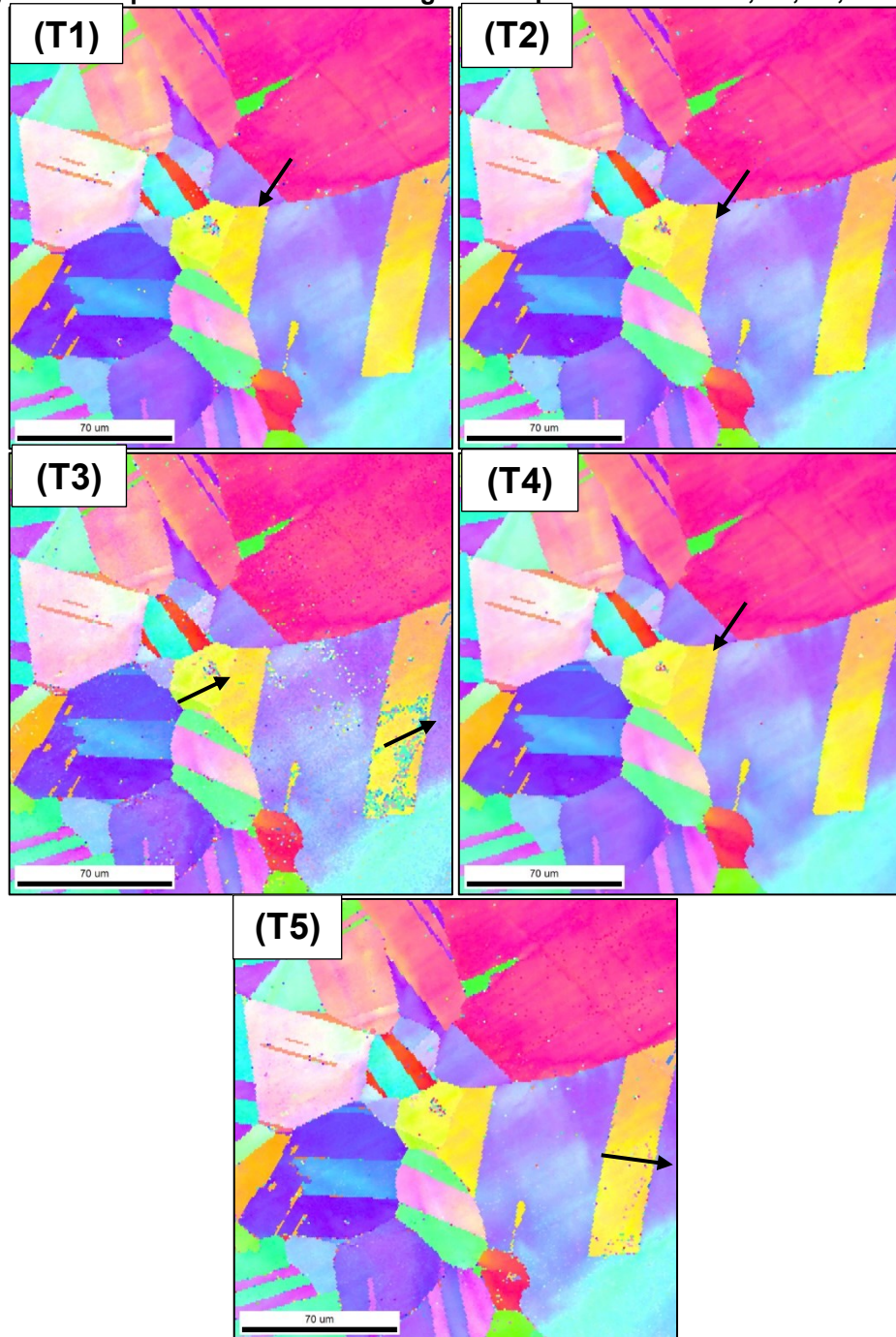
Figura 26: Imagem da Transformada de Hough: T1, T2, T3, T4 e T5.



Fonte: Autoria própria.

Com isso, para cada teste foi realizado um mapeamento EBSD, a fim de comprovar os melhores parâmetros de aquisição, e 05 (cinco) mapeamentos e obtenção das figuras de polo inversas, mostrados na Figura 27.

Figura 27: Mapeamentos EBSD das figuras de polo inversas: T1, T2, T3, T4 e T5.



Fonte: Aatoria própria.

Ao realizar uma análise visual das imagens dos mapeamentos obtidos, os pontos que discordam com seus vizinhos são aqueles que não foram indexados propriamente evidenciados com setas na Figura 27 (apresentam um padrão de Kikuchi que corresponde com o do banco de dados), ou seja, procura-se um teste que tenha a maior quantidade de pontos indexados e mais linhas definidas, no caso: maclas e contornos de grão.

O software *TSL OIM Data Collector* fornece parâmetros numéricos e podem ser comparados entre os testes para finalmente determinar qual conjunto de alterações proporciona o melhor mapeamento para essa amostra, os quais são expostos na Tabela 8.

Os parâmetros são:

- a) Tempo Hough: relação entre tempo de aquisição e processamento;
- b) Qualidade da Imagem: parâmetro computacional para quantidade de pontos indexados.

Esses parâmetros interferem diretamente na eficiência da análise, uma vez que se o Tempo de Hough for muito alto, então o software está processando os dados durante pouco tempo, que pode gerar mais pontos não indexados.

Já a Qualidade da Imagem, representa a altura média dos picos, ou seja, quanto melhor definido for um pico na transformada de Hough, o valor deste padrão será maior. Com isso, através de uma relação entre o tempo de Hough e a Qualidade da Imagem (TH/IQ), pode-se obter a melhor relação para a análise. Quanto menor o valor entre os parâmetros, melhor será a qualidade de indexação dos padrões.

**Tabela 8: Parâmetros de indexação fornecidos pelo software.**

<b>Teste</b>	<b>TH (%)</b>	<b>IQ</b>	<b>TH/IQ (10<sup>4</sup>)</b>
<b>T1</b>	0,55	5199,6	1,057773675
<b>T2</b>	0,63	470,5	13,39001063
<b>T3</b>	1,05	135,2	77,66272189
<b>T4</b>	2,83	446,8	63,3393017
<b>T5</b>	8,33	113,3	735,2162401

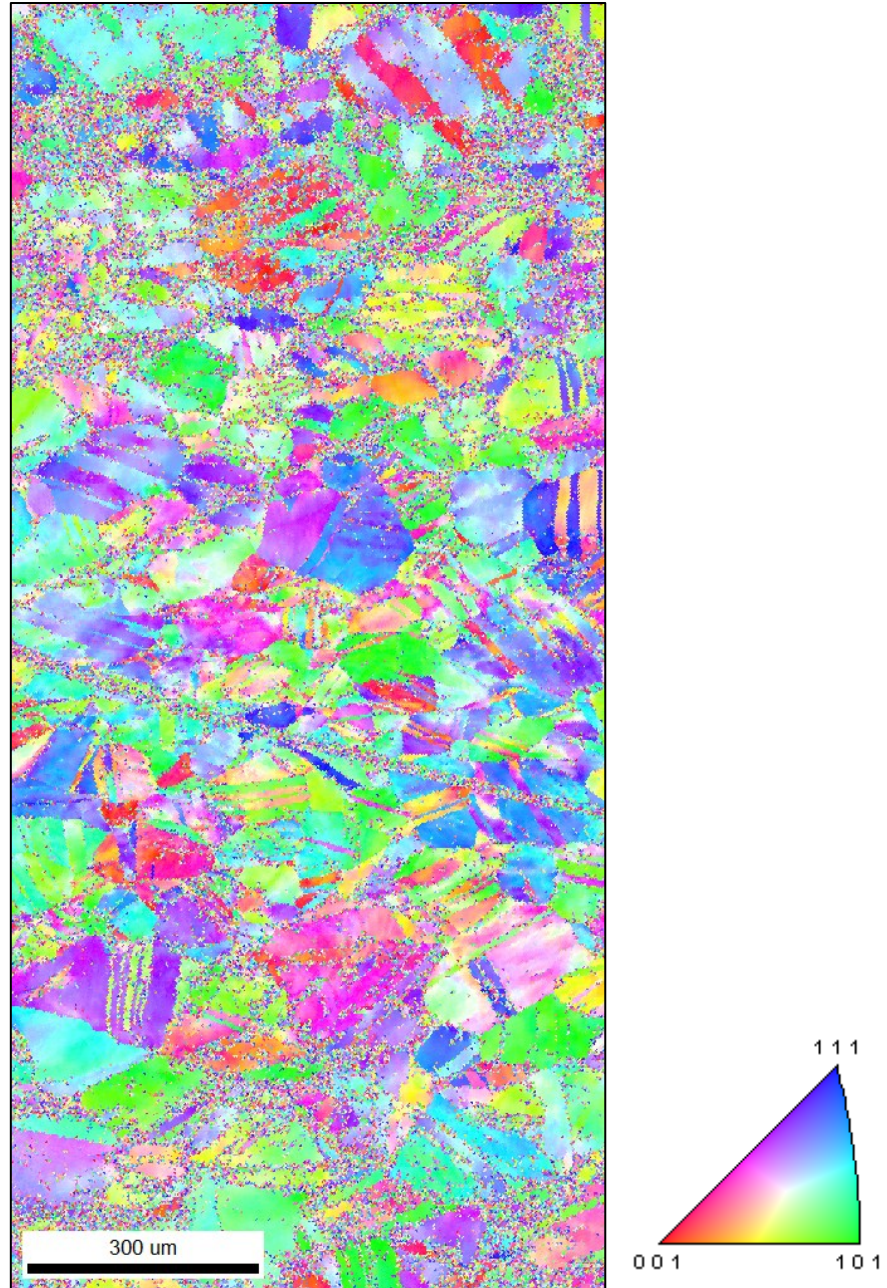
**Fonte: Autoria própria.**

Portanto, ao considerar a análise visual e o fator fornecido pelo software (TH/IQ) tem-se o T1 como mais provável de fornecer resultados satisfatórios para o EBSD da Região 2, comprovando os resultados obtidos nas imagens da Figura 26.

A análise da Região 2 pode ser vista na imagem da Figura 28. Para a aquisição foi escolhida uma escala maior em comparação com a Região 1, com o intuito de abranger a maior área possível. Na imagem é observado que não há predominância de uma cor, uma vez que cada grão representa uma orientação dos planos atômicos,

e assim não foi observada grande texturização nesta região durante o ensaio mecânico.

**Figura 28: Análise EBSD da Região 2.**

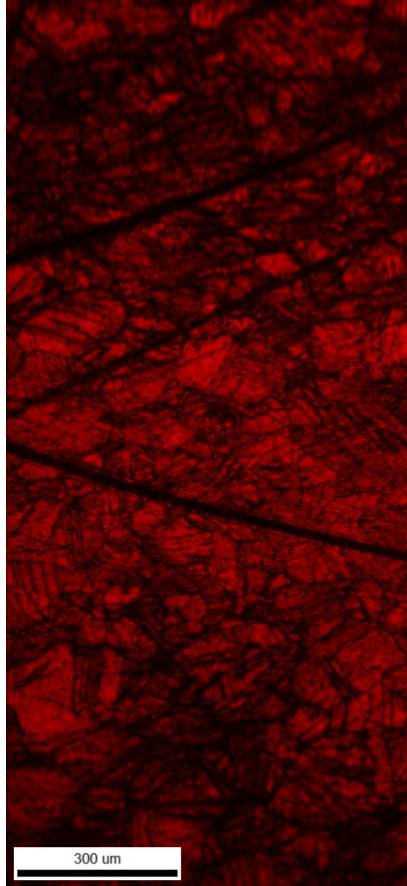


**Fonte: Autoria própria.**

No *software* TSL OIM Analysis foram obtidos diferentes tipos de informações cristalográficas, proporcionando uma interpretação dos resultados de maneira a auxiliar no cumprimento dos objetivos estipulados no trabalho. Esse *software* fornece diversos tipos de mapas cristalográficos, como por exemplo o mapa de fase cristalina, no qual fornece qual estrutura está presente em cada um dos pontos indexados. Como

pode ser observado na Figura 29, onde em vermelho estão os pontos que apresentam estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC), é visto grande uniformidade na amostra, confirmando os resultados vistos no ensaio de difração de raios X.

**Figura 29: Mapa obtido por EBSD da fase cristalina Fe (CFC).**



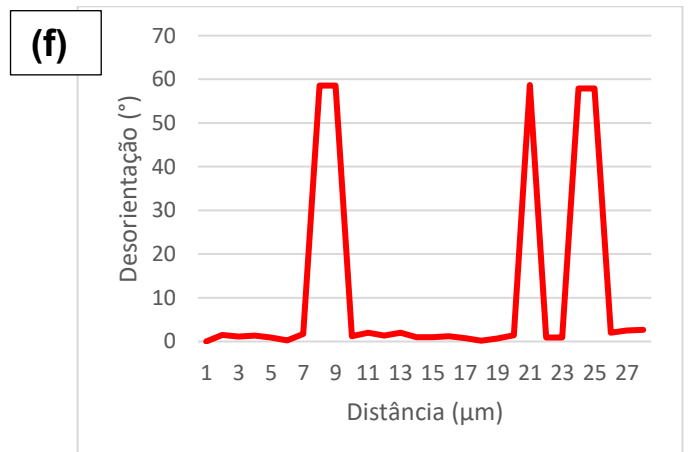
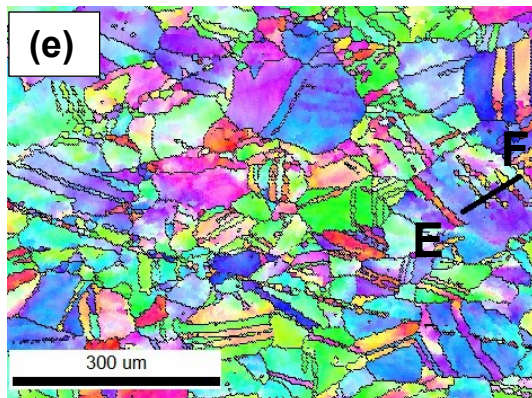
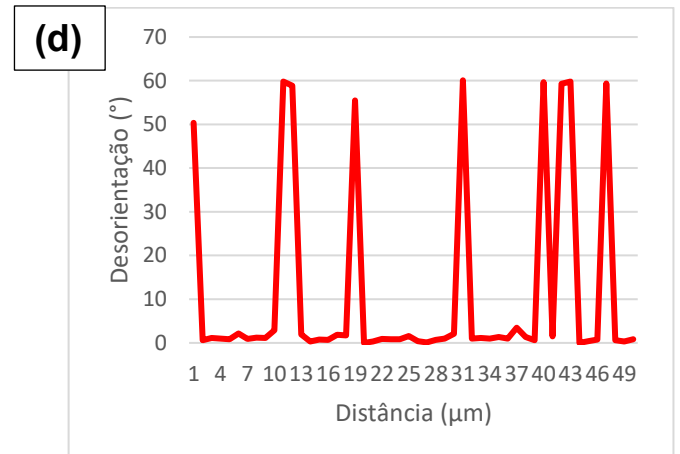
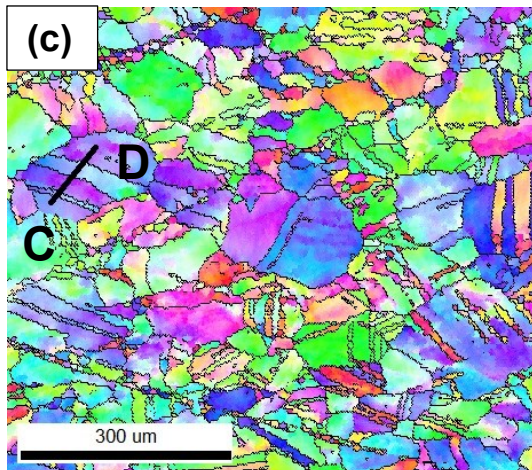
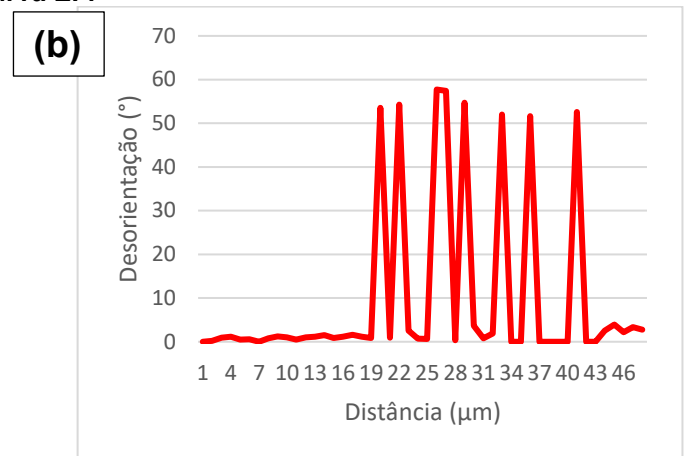
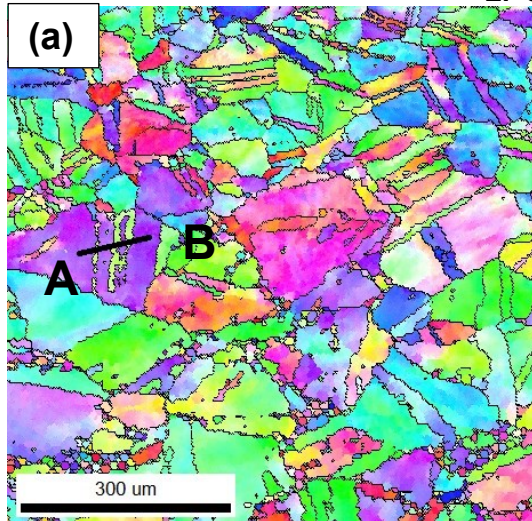
**Fonte: Autoria própria.**

Outra ferramenta utilizada foi a determinação do perfil de desorientação das maclas. Em forma de gráfico de linhas, essa informação revela a alteração de orientação cristalográfica referente ao ponto pregresso. Com isso, é possível visualizar a desorientação cristalográfica ao longo de uma reta traçada entre determinadas maclas, como pode ser visualizado na Figura 30, onde foi traçada uma reta preta em (a), (c) e (e) e obtido a desorientação cristalográfica (em graus) ao longo do traço nos gráficos (b), (d) e (f).

Dessa forma, as maclas presentes nesses resultados apresentam aproximadamente  $60^\circ$  de desorientação em relação ao grão em que estão; conseqüentemente, ao subtrair as coordenadas em x do início e final de cada pico que se aproxima de  $60^\circ$ , tem-se a espessura exata das maclas. Contudo, foi visto que a

espessura das maclas são da escala de alguns microns, sendo, portanto, provenientes do processo de recozimento.

**Figura 30: Localização dos segmentos de reta e curvas de distância x desorientação. (a) segmento de reta AB, (b) curva AB, (c) segmento de reta CD, (d) curva CD, (e) segmento de reta EF e (f) curva EF.**



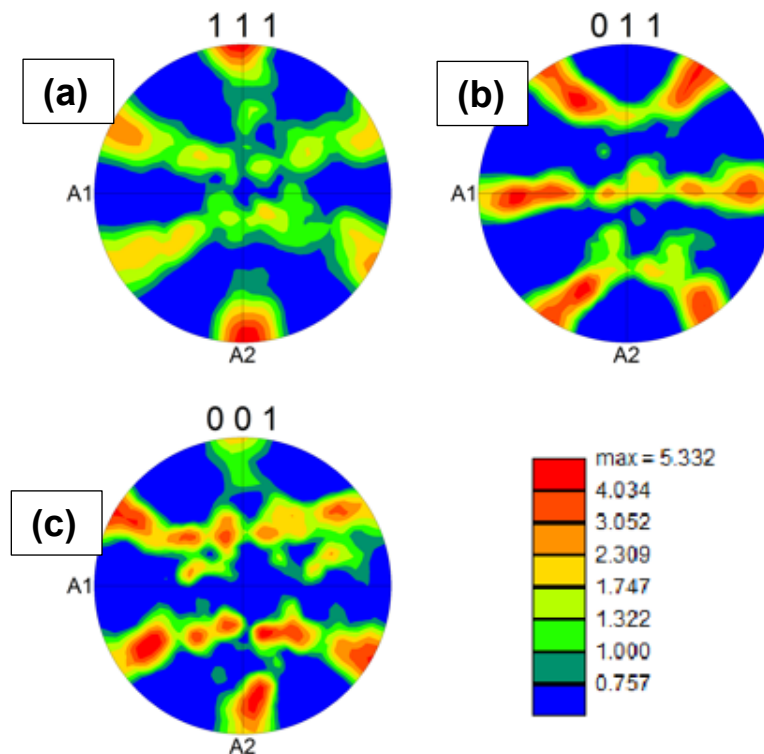
Fonte: Autoria própria.

Por fim, foram obtidas figuras de polo que mostram o grau de textura presente na região deformada da amostra, sendo mostradas na Figura 31. Foram plotadas nas orientações das famílias de planos  $\{111\}$ ,  $\{011\}$  e  $\{001\}$ , preferenciais no escorregamento para a estrutura cristalina CFC do material.

Pode ser observado na Figura 31 algumas regiões com intensidade máxima mostrada na legenda da Figura 31, que correspondem aos locais de maior acúmulo de pontos dispostos na figura de polo, ou seja, nas orientações cristalográficas que apresentam essa intensidade, há o maior acúmulo de pontos indexados na amostra.

Com isso fica demonstrada a presença de textura. No entanto, o grau de texturização presente no material é baixo, e uma vez que não foram observadas maclas na escala nanométrica, com a escala utilizada, a alteração nanométrica na microestrutura da liga não geraria mudanças consideráveis nas figuras de polo, que não torna possível afirmar a presença do efeito TWIP.

**Figura 31: Figuras de Polo da amostra nas orientações (a)  $\{111\}$ , (b)  $\{011\}$  e (c)  $\{001\}$ .**



**Fonte: Autoria própria.**

Na literatura, até o presente não foi reportado a presença do efeito TWIP para a liga estudada, porém acredita-se na ocorrência desse mecanismo devido ao

comportamento semelhante a outras ligas. Uma vez que não foram obtidas evidências, pode-se conjecturar sobre esse aspecto, ponderando:

- Durante a aquisição de dados, o tamanho do *spot size* a ser indexado não foi controlado para se manter inferior a 10 nm, o que pode ter gerado dados grosseiros, com baixa resolução espacial. Isso ocorreu devido à elevada demanda de tempo que seria necessário para a análise nessa configuração;
- O equipamento utilizado não apresenta resolução suficiente para identificar as maclas em escala nanométrica, por utilizar um filamento do tipo Tungstênio Convencional;
- Por fim, uma outra hipótese para as maclas não serem observadas é que o material não apresenta o Efeito TWIP, e utiliza outro mecanismo para deformação.



## 7 CONCLUSÃO

Neste trabalho obteve-se a otimização da análise de EBSD para a liga  $\text{Cr}_{29,5}\text{Co}_{29,5}\text{Ni}_{35}\text{Al}_4\text{Ti}_2$ , a qual foi avaliada quanto a presença do efeito TWIP, pela tentativa de observar maclas de deformação, por meio da obtenção de mapas cristalográficos e ferramentas obtidas pela análise de EBSD assistido por MEV. E foi possível concluir que:

- Foi obtido uma estratégia eficiente de preparação de amostras, em que o polimento permitiu a visualização das linhas de Kikuchi;
- A amostra apresenta estrutura CFC, observado no DRX e confirmado nos mapas de fase por EBSD;
- Através da análise de EDS, foi confirmado a homogeneidade da composição da amostra;

Foi obtido a melhor condição para os parâmetros do *software* de EBSD e da transformada de Hough;

- Os mapas cristalográficos obtidos por EBSD e as imagens obtidas por meio da análise de MEV, evidenciaram apenas a presença de maclas provenientes da recristalização;
- Foi observada a presença de textura em baixo grau;
- Não foram observadas evidencias da presença do Efeito TWIP.

## 8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar a análise de EBSD em um microscópio com filamento FEG, possibilitando a presença de sinal, porém com a largura do feixe reduzida, o que permite a análise em escala nanométrica, expondo as maclas de deformação.
- Utilizar a técnica de ASTAR acoplado ao microscópio eletrônico de transmissão (MET), para de forma semelhante ao item acima, apresentar as maclas de deformação.
- Identificar utilizando o MET as maclas de deformação com as imagens de campo claro e escuro, que permitem observar, ao inclinar a amostra, um contraste de difração entre grão e macla. Porém, para a utilização deste equipamento, deve-se realizar a análise em diversas amostras, uma vez que como a área analisada é pequena, pode ser difícil encontrar as maclas de deformação.
- Aumentar a quantidade de corpos de prova analisados, a fim de uma melhor estatística de resultados.

## REFERÊNCIAS

- CALLISTER, William. **Ciência E Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. Grupo Gen-LTC, 2000.
- CANTOR, Brain *et al.* Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys. **Materials Science and Engineering: A**, v. 375, p. 213-218, 2004.
- DAFÉ, Sara Silva Ferreira de *et al.* EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL, TEXTURA E COMPORTAMENTO MECÂNICO DO AÇO TRIP/TWIP 17MN-0, 06C APÓS LAMINAÇÃO A QUENTE, A FRIO E RECOZIMENTO. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, v. 13, n. 3, p. 224, 2016.
- DAY, Austin. **Developments in the EBSD technique and their application to grain imaging**. 1993. University of Bristol.
- DE COOMAN, Bruno C.; ESTRIN, Yuri.; KIM, Sung KYU. **Twinning- induced plasticity (TWIP) steels**. **ACT MATERIALIA**, c. 142, p. 283-362, 2018.
- DEDAVID, Berenice Anina; GOMES, Carmem Isse; MACHADO, Giovanna. **Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores**. EdIPUCRS, 2007.  
Disponível em: <http://www.ebsd.com/ebsd-explained/pattern-formation>, acesso em 23 de maio de 2019.
- F.B. Pickering, Physical Metallurgy and the Design of Steels, Applied Science Publishers Ltd., London, 1978, p. 150 – 162. **Geociências. Vol. 34, n. 1 (jan./jun. 2007), p. 19-34**, 2007.
- GORNI, Antonio Augusto. **Aços avançados de alta resistência: microestrutura e propriedades mecânicas**. Corte e Conformação de Metais, c.4, n. 44, p. 26-57, 2008.
- HUMPHREYS, F. J.  
Review grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction. **Journal of materials science**, v. 36, n. 16, p. 3833-3854, 2001.  
LAPLANCHE, G. *et al.* Reasons for the superior mechanical properties of medium-entropy CrCoNi compared to high-entropy CrMnFeCoNi. **Acta Materialia**, v. 128, p. 292-303, 2017.
- MAURICE, Claire; FORTUNIER, Roland. A 3D Hough transform for indexing EBSD and Kossel patterns. **Journal of microscopy**, v. 230, n. 3, p. 520-529, 2008.  
MCCALL, J. (Ed.).  
**Microstructural Analysis: Tools and Techniques**. Springer Science & Business Media, 2012.
- MORALES, Luiz Fernando Grafulha; HINRICHS, Ruth; FERNANDES, Luís Alberto D.'Ávila. A técnica de difração de elétrons retro-espalhados (EBSD) em microscópio eletrônico de varredura (MEV) e sua aplicação no estudo de rochas deformadas.
- MORAVCIK, Igor *et al.* Mechanical and microstructural characterization of powder metallurgy CoCrNi medium entropy alloy. **Materials Science and Engineering: A**, v. 701, p. 370-380, 2017.
- PARK, Harold S.; GALL, Ken; ZIMMERMAN, Jonathan A. Deformation of FCC nanowires by twinning and slip. **Journal of the Mechanics and Physics of Solids**, v. 54, n. 9, p. 1862-1881, 2006.
- SIKORSKA, Sylwia. Application of the Hough transform to digital image analysis. **Czasopismo Techniczne. Mechanika**, v. 108, n. 4-M/2, p. 457-463, 2011.
- ENGLER, Olaf; RANDLE, Valerie. **Introduction to texture analysis: macrotexture, microtexture, and orientation mapping**. CRC press, 2009.
- RIOS, C Triveno *et al.* **PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE LIGAS DE ALTA ENTROPIA**. Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais XXI, 2014, Cuiabá

Varalaskshmi S., Kamaraj M., Murty B. S., Synthesis and characterization of nanocrystalline AlFeTiCrZnCu high entropy solid solutions by Mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds*, 460 (2008) 253-257.

WEI, Daixiu *et al.* Novel Co-rich high performance twinning-induced plasticity (TWIP) and transformation-induced plasticity (TRIP) high-entropy alloys. **Scripta Materialia**, v. 165, p. 39-43, 2019.  
WILKINSON, Angus J.; BRITTON, T. Ben. Strains, planes, and EBSD in materials science. **Materials today**, v. 15, n. 9, p. 366-376, 2012.

William C. Leslie, *The Physical Metallurgy of Steels*, McGraw – Hill Book Company, Nw York, 1981, p. 293 – 295.

X. Ye, M. Ma, W. Liu, L. Li, M. Zhong, Y. Liu, Q. Wu, **Synthesis and characterization of high-entropy alloy AlFeCoNiCuCr by laser cladding**, *Advances in Materials Science and Engineering*, (2011), 7 pgs, doi: 10.11155/485942.

YANG, P. *et al.* Dependence of deformation twinning on grain orientation in a high manganese steel. **Scripta Materialia**, v. 55, n. 7, p. 629-631, 2006.

YE, Y. F. *et al.* High-entropy alloy: challenges and prospects. **Materials Today**, v. 19, n. 6, p. 349-362, 2016.

YEH, J.-W. *et al.* Nanostructured high-entropy alloys with multiple principal elements: novel alloy design concepts and outcomes. **Advanced Engineering Materials**, v. 6, n. 5, p. 299-303, 2004.