

# Análise da Macrot textura de um Aço Elétrico pelas técnicas de Difração e Raios-X e Difração de Elétrons Retroespalhados

Serna, M.M.<sup>aa</sup>; Galego E.<sup>b</sup>; Landgraf, F.J.G.<sup>c</sup>; Lima, N.B.<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - CNEN/SP; <sup>b</sup> Departamento de Metalurgia e Materiais -Escola Politécnica – USP; <sup>c</sup> Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares

## Resumo

*Neste trabalho são apresentados os resultados obtidos na análise da macrot textura de uma amostra de aço elétrico laminada e recristalizada utilizando-se as técnicas de difração de raios-X (DRX) e difração de elétrons retroespalhados (EBSD). São apresentadas as figuras de pólos medidas e calculadas por difração de raios-X, as figura de pólos calculadas para os dados obtidos por EBSD e gráficos da função distribuição de orientações (FDO). As componentes de textura identificadas pelas duas técnicas são as esperadas para o aço estudado.*

**Palavras-Chave:** Aço Elétrico, Textura, Difração de Raio-X, EBSD

## I. - Introdução

As propriedades magnéticas de um aço elétrico são fortemente influenciadas pela macrotextura do material e pelo tamanho de grão, de maneira que a caracterização destes parâmetros é de grande interesse não apenas acadêmico como também como variáveis do processo industrial.

A difração de raios-X (DRX) era até meados dos anos oitenta a principal técnica utilizada na avaliação da macrotextura através do levantamento experimental da figura de pólos, que fornece uma análise qualitativa. A partir destes dados após um conveniente tratamento matemático, obtém-se a função distribuição de orientações (FDO), que permite a análise quantitativa, das orientações preferenciais. No início dos anos oitenta foi desenvolvido um sistema de detecção para ser acoplado ao microscópio eletrônico de varredura, que permite a obtenção dos padrões de linhas de Kikuchi formados pelos elétrons retro-espalhados (EBSD), que por uma vez possibilita estudos da microtextura e mesotextura, impossíveis até então de serem realizados por difração de raios-X (Bunge,1992), e da macrotextura. A macrotextura neste caso é analisada através da obtenção de padrões para um número elevado de pontos, que são processados utilizando-se programa de computador, desenvolvido em geral pelo fabricante do sistema de detecção e que fornece a figura de pólos e a função distribuição de orientações.

A principal diferença experimental entre as duas técnicas é o volume da amostra analisado; na difração de raios-X a área analisada é limitada pela fenda de divergência que é escolhida de maneira que não seja necessária a correção para a absorção (Cullity,1968), podendo esta área ser da ordem de 10 mm<sup>2</sup> e a profundidade é determinada pelo comprimento de onda da radiação utilizada. Na técnica de EBSD a área analisada é determinada pela magnificação utilizada, sendo que para baixas magnificações há uma diminuição na exatidão na identificação do padrão obtido devido a desfocalização do feixe (Humphreys, 1999). A profundidade é da ordem 50 a 150nm e depende da inclinação da amostra. A desfocalização do feixe pode ser minimizada utilizando o foco dinâmico ou a movimentação da amostra (stage).

Com a técnica de EBSD, a orientação tri-dimensional de cada cristal é medida diretamente, enquanto que a medida por difração de raios-X é realizada em planos determinados, e esta diferença é evidenciada no levantamento da função distribuição de orientações. No tratamento matemático para levantamento da FDO, por difração de raios-X, apenas os índices pares da expansão em serie, equação (1) são considerados:

$$Ph_i(y) = \sum_{\ell=0}^{L_{\max}} \sum_{\nu=\ell}^{N(\ell)} \left\{ \frac{4\pi}{(2\ell+1)} \sum_{\mu=1}^{M(1)} C_{\ell}^{\mu\nu} \ddot{K}_{\ell}^{\mu}(h_i) \right\} \cdot \dot{K}_{\ell}^{\nu}(y) \quad (1)$$

Segundo Baudin e Penelle a parte ímpar da FDO representa cerca de 20% do total da FDO (Wilkinson, 1997) e Bunge, 1982, considera que os índices ímpares podem ser suprimidos sem alterações significativas escolhendo-se um valor apropriado para L<sub>máx</sub>. O truncamento da série em difração de raios-x normalmente é usado em L<sub>máx</sub>=22, para EBSD muito autores utilizam L<sub>máx</sub>=34 porém este valor depende do programa de análise utilizado, Paillard e co-autores sugerem que o truncamento em L<sub>máx</sub>=22 apresenta o mesmo resultados que em L<sub>máx</sub>=34 (Paillard,1993).

Neste trabalho são avaliados os resultados obtidos para as funções distribuição de orientações obtidos pelas técnicas de difração de raios-X e EBSD, utilizando-se o truncamento da série em L<sub>máx</sub>=22 para as duas técnicas.

## II. - Parte Experimental

A amostra analisada é do aço elétrico semiprocessado de "média eficiência" produzido pela CSN com o código CSNCORE 55700-II, obtido pelo refino do metal líquido pelo processo RH. Por este processo é possível a obtenção de um aço com menor teor de carbono, e eventualmente nível mais baixo de elementos como oxigênio, enxofre e nitrogênio.

A composição química nominal é de: 0,28% Si, 0,27% Al, 0,0021% de C, 0,40% de Mn, 0,089% de P e 0,007Sb. O material foi laminado a quente com redução de 96% e tratado termicamente por 5 horas a temperatura de 730°C. o tamanho de grão médio da amostra é de 12µm.

A análise por difração de raios-X foi realizada utilizando-se o difratômetro Rigaku, modelo DMAX-2100, com radiação de Mo Kα, pelo método de reflexão de Schultz, tendo sido obtidas as figuras de pólos das reflexões (110), (200), (220) e (311). Para a obtenção da FDO foi utilizado o programa computacional desenvolvido por Lima (Lima,1990).

Os padrões de difração de elétrons retroespalhados foram obtidos utilizando sistema de detecção da TSL acoplado ao microscópio eletrônico de varredura Philips, modelo XL-30. Os dados foram processados utilizando o programa "OIM", desenvolvido pela TSL.

A amostra foi preparada por lixamento, usado-se lixas: 120, 220, 320, 400, 600 e 1500, com posterior polimento em pasta de diamante de 6µm, 3µm e 1µm. O acabamento final foi realizado com sílica-coloidal.

## III. - Resultados e Discussões

A Figura 1 apresenta as figuras de pólos obtidas por difração de raios-X para as reflexões (110), (200), (211) e (310) que foram utilizadas para o cálculo da função distribuição de orientações (FDO) apresentada na Figura 2.

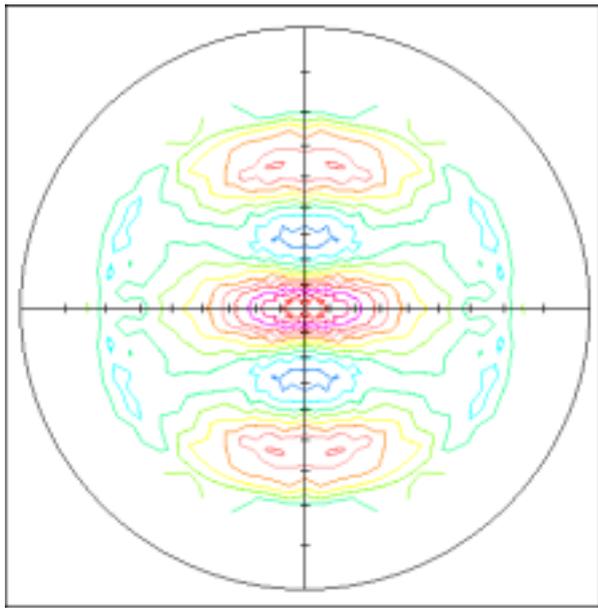
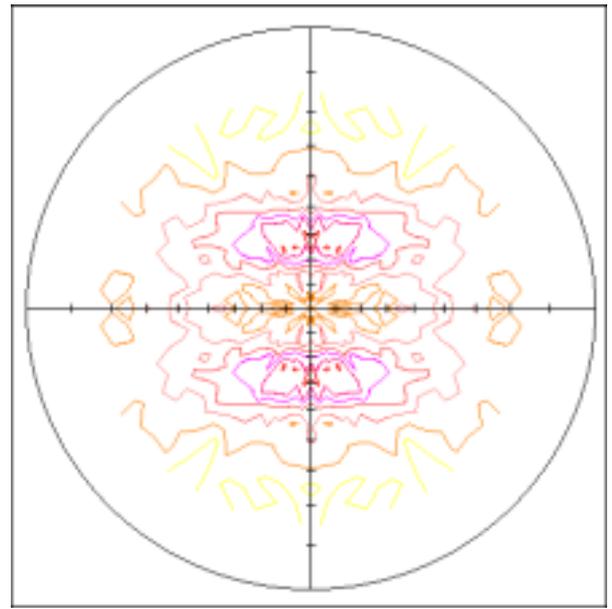
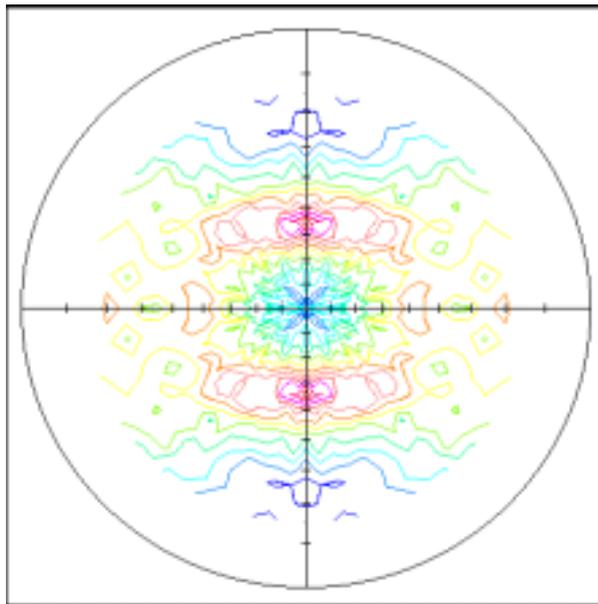
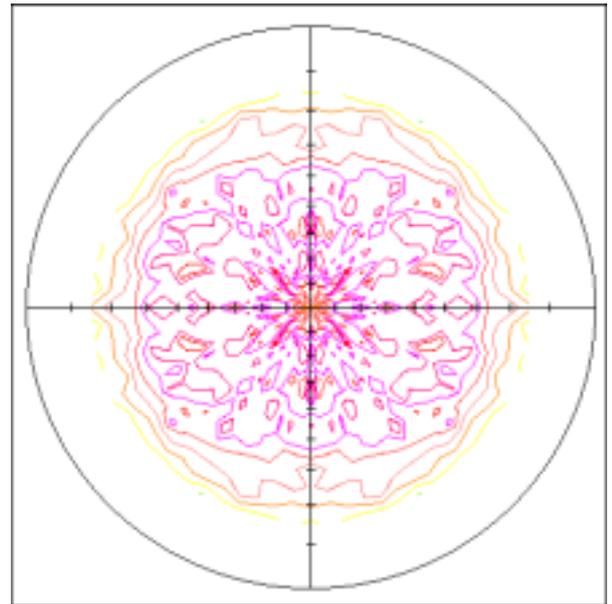
**a****c****b****d**

Figura 1: Figuras de pólos obtidas por difração de raios-X para as reflexões: (a) (110), b) (200), (c) (211) e (d) (310).

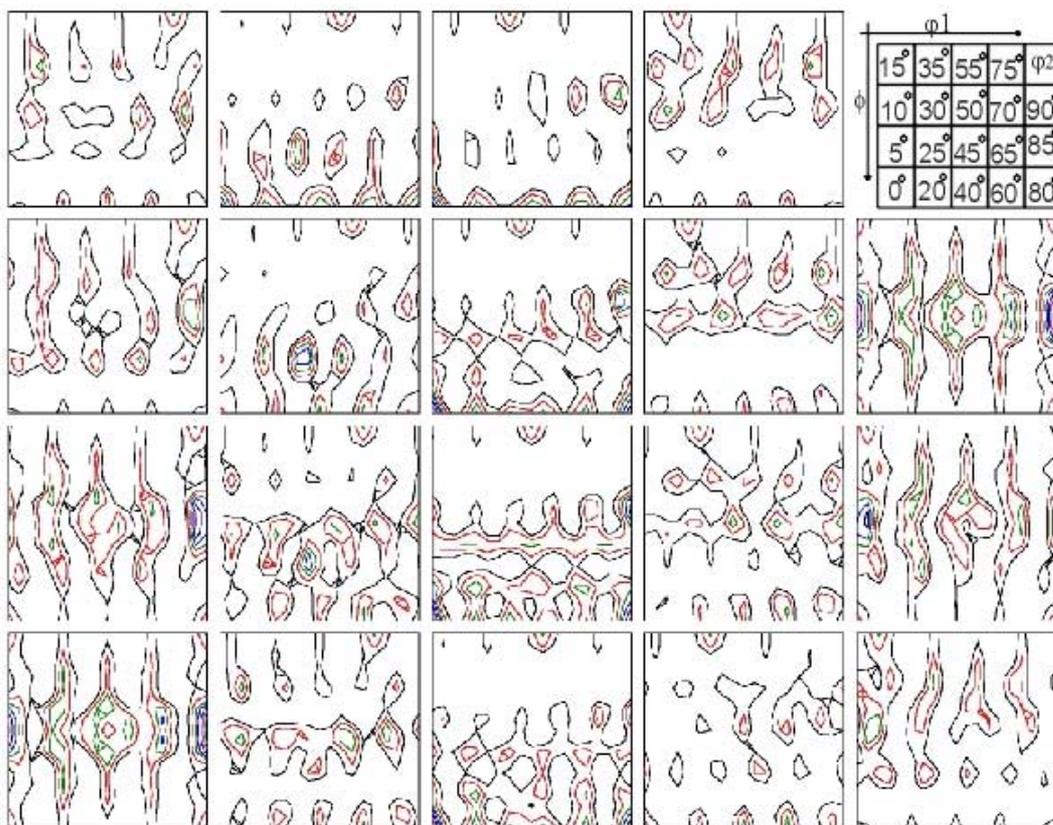


Figura 2: Função Distribuição de Orientações obtida com dados de difração de raios-X.

A Figura 3 (a) apresenta o mapa de grãos obtido por EBSD para uma área de aproximadamente 500  $\mu\text{m}$  x 1500  $\mu\text{m}$ , com aumento de 150 vezes, utilizando-se foco dinâmico. O índice médio de confiabilidade para os padrões obtidos foi de 0,11. Devido ao problema de desfocalização do feixe para o cálculo das figuras de pólos e da função distribuição de orientações utilizou-se apenas a região apresentada na Figura 3(b), o índice médio de confiabilidade para esta região foi de 0,17.

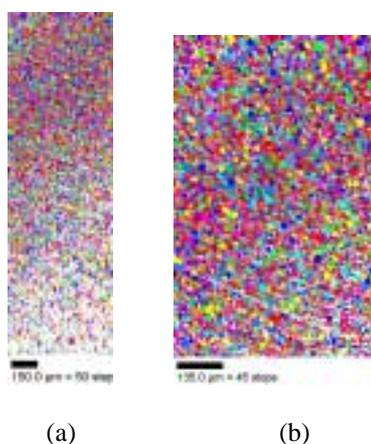


Figura 3: Mapas de Grãos obtidos por EBSD: (a) área total analisada e (b) área utilizada para cálculo.

Na Figura 4 é apresentada a figura de pólos discreta obtida por difração de elétrons retroespalhados. A partir destes dados calculou-se as figuras de pólos para as reflexões: (110), (200), (211) e (310). Para o cálculo da figura de pólos, o programa OIM impõe o uso de uma condição de simetria para a amostra (triclínica, ortorrômbica ou axial).

As figuras de pólos calculadas são apresentadas na Figuras 5, utilizando a simetria triclínica e na Figura 6 a condição de simetria utilizada foi a ortorrômbica, que seria a condição ideal para uma amostra de chapa laminada. As funções distribuição de orientações foram também calculadas para a condição de simetria triclínica e para a ortorrômbica e são mostradas nas Figuras 7 e 8, respectivamente.

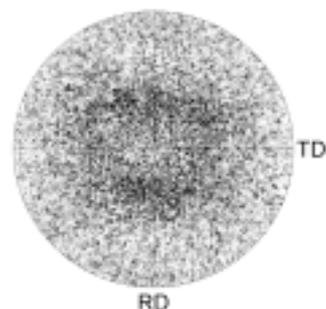


Figura 4: Figura de pólos discreta para a reflexão 200 obtida por EBSD.

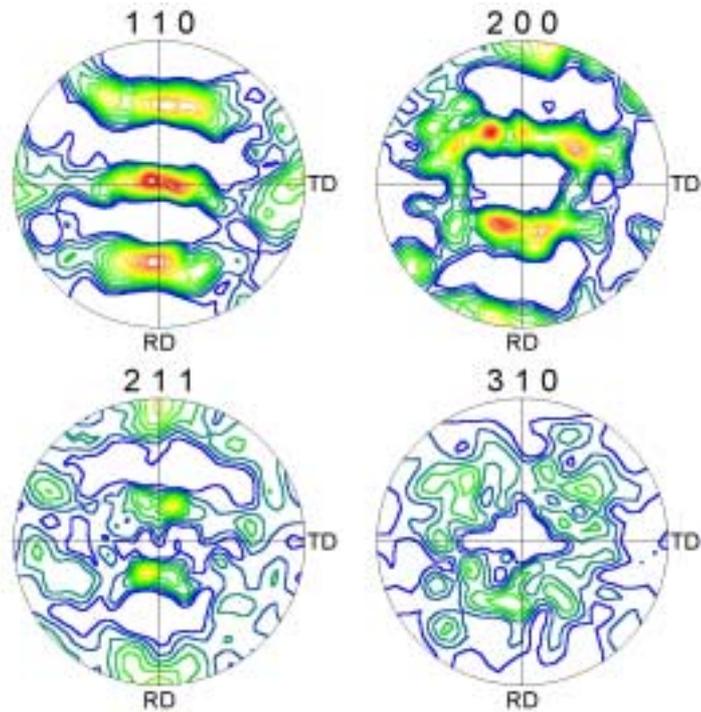


Figura 5: Figuras de pólos calculadas a partir dos padrões de EBSD para as reflexões: 110, 200, 211 e 310; considerando-se a simetria da amostra triclinica.

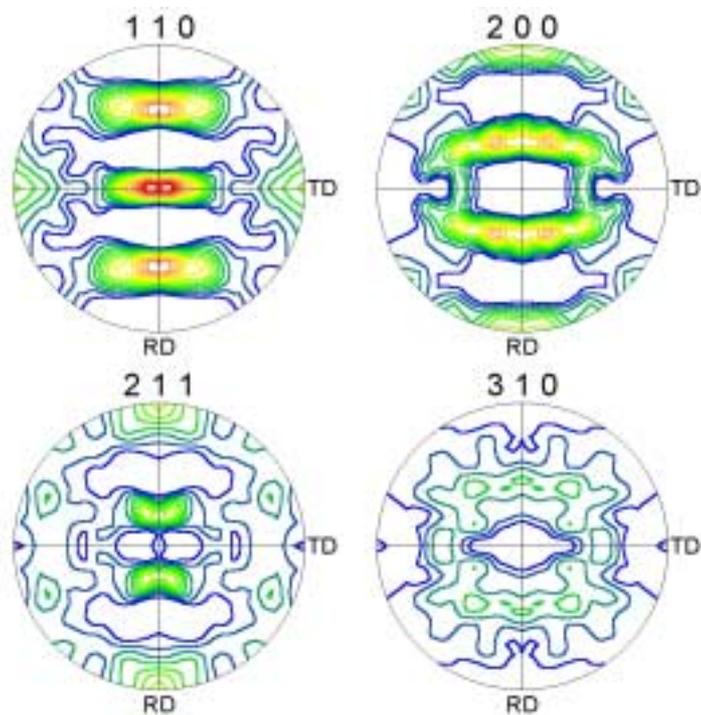


Figura 6: Figuras de pólos calculadas a partir dos padrões de EBSD para as reflexões: 110, 200, 211 e 310, considerando-se a simetria da amostra ortorrômbica.

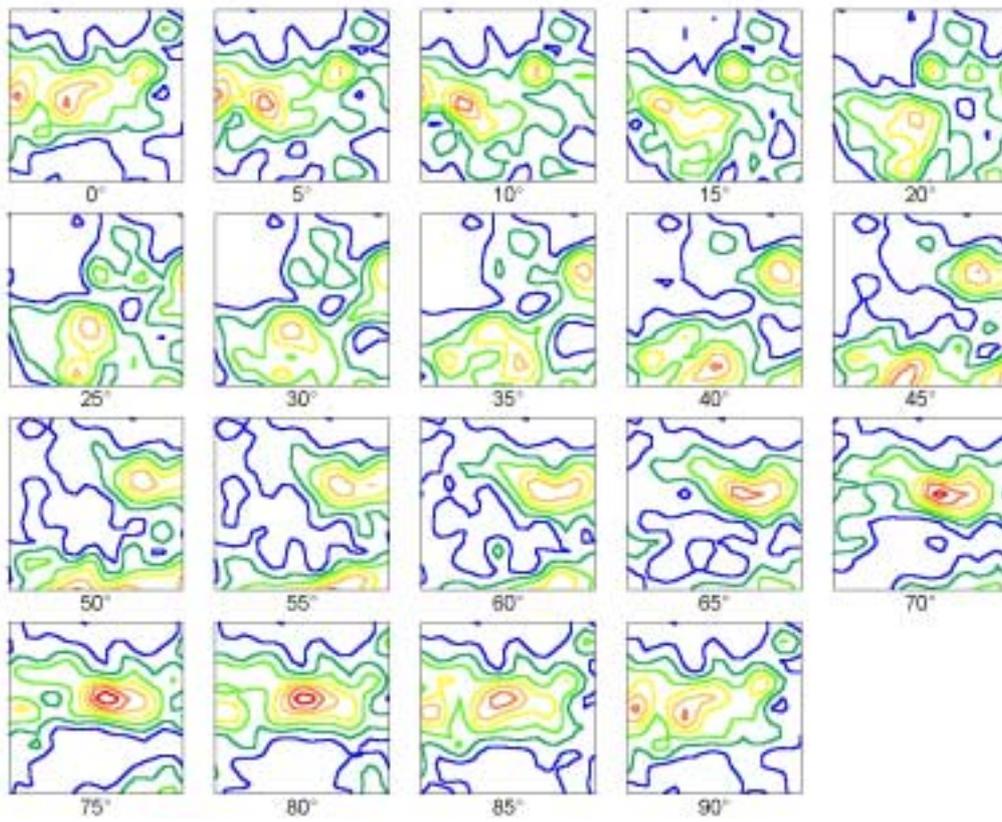


Figura 7: Função distribuição de orientações obtida por EBSD para a condição de simetria triclínica.

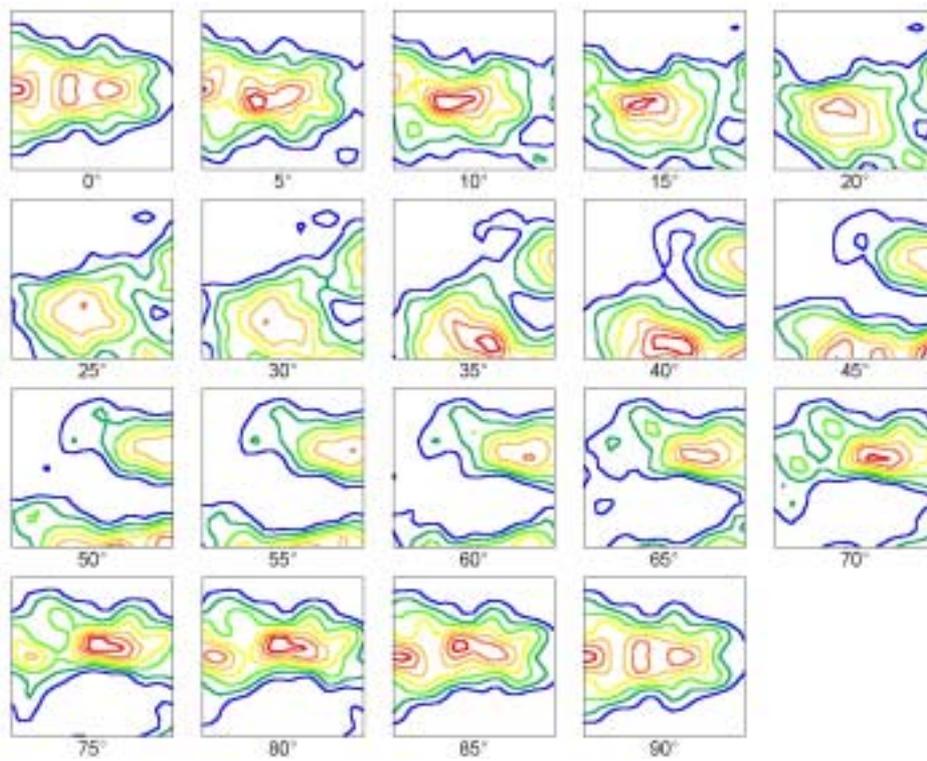


Figura 8: Função distribuição de orientações obtida por EBSD para a condição de simetria ortorrômbica.

A comparação entre as Figuras 1 e a Figura 4 permite verificar que há uma boa concordância entre os dados experimentais obtidos pelas duas técnicas.

A análise das figuras de pólos calculadas a partir dos dados obtidos por EBSD mostra que usando-se uma condição de menor simetria, como a triclinica, as figuras de pólos são semelhantes às calculadas impondo-se a condição de simetria ortorrômbica. Da mesma forma que na difração de raios-X, impor a condição de simetria ortorrômbica ajusta os dados de maneira que os quatro quadrantes da figura seja simétricos o que implica em melhor definição dos pólos.

A comparação das funções distribuições obtidas por EBSD obtidas para as simetrias: triclinica e ortorrômbica mostra maior semelhança entre elas do que as figuras de pólos calculadas considerando-se os pólos de maior intensidade.

A análise da FDO obtida a partir dos dados de difração de raios-X mostra a presença de duas fibras de orientação a 110 em  $\varphi_2=0^\circ$  e a 111 em  $\varphi_2 = 45^\circ$ , os pólos principais correspondem as orientações:  $\{110\}\langle 001 \rangle$ ,  $\{110\}\langle \bar{1}\bar{1} \rangle$  e  $\{211\}\langle \bar{1}\bar{1} \rangle$ , que correspondem as orientações presentes nas figuras de pólos.

A função distribuição de orientações obtida por EBSD apresenta pólos mais definidos com as orientações:  $\{110\}\langle 001 \rangle$ ,  $\{110\}\langle \bar{1}\bar{1} \rangle$  e  $\{211\}\langle \bar{1}\bar{1} \rangle$ , a fibra 110 é bem definida enquanto que a fibra 111 não é tão perceptível como na FDO calculada por difração de raios-X.

A presença a orientação  $\{110\}\langle \bar{1}\bar{1} \rangle$  na FDO calculada por difração de raios-X pode ser devida ao fato de que a FDO é calculada considerando-se apenas os coeficientes pares da série o que introduz a presença de pólos fantasmas (Mehnert,1999).

#### IV. - Conclusões

As componentes  $\{110\}\langle 001 \rangle$  e  $\{211\}\langle \bar{1}\bar{1} \rangle$  são as esperadas para este tipo de aço e foram facilmente identificadas tanto pelas figuras de pólos como pelas FDO obtidas por difração de raios-X e por EBSD.

As FDO calculadas por difração de raios-X e por EBSD são semelhantes e fornecem os mesmo resultados para as componentes principais. A FDO calculada por raios-X apresenta uma melhor definição da fibra 111.

#### V - Bibliografia

**Bunge H.J.**, Texture analysis in materials science mathematical methods, Butterworths, London, 1992

**Bunge H.J.** Texture – The Key to Physics in Polycrystalline Matter, Materials Science Forum, Vols. 273-275, 3-14, 1998.

**Cullity B.D.**, Elements of X-Ray Diffraction, Addison-Wesley Pub. Company, 1967.

**Lima, N.B.** Influência da Textura em Medidas de Tensão Residual, Tese de Doutorado, IPEN-USP, 1991.

**Humphreys, F.J.** Quantitative metallography by electron backscattered diffraction, Journal of Microscopy, 195, 3, 170-185, 1999.

**Mehnert K., Ubhi H.S., Day A.P.**, Comparison of Texture Data Measured by EBSD and Conventional X-Ray Diffraction, Proceedings of the Twelfth international Conference on Textures of Materials, 1, 217-222, 1999.

**Paillard P., Baudin T., Penelle R.**, Recrystallization Texture in Fe 3% Si Alloys Obtained by Direct Casting: Characterization by EBSD and X-Ray Diffraction, Material Science Forum, 1027-1032, 1996.

**Wilkinson, A.J.; Hirsch, P.B.** Electron Diffraction Based Techniques in Scanning Electron Microscopy of Bulk Materials. Micron., Vol 28, 279-308, 1997.