



AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

ESTUDO COMPARATIVO DA ANÁLISE DE MACROTESTURA  
PELAS TÉCNICAS DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X E  
DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS

MARILENE MORELLI SERNA

Dissertação apresentada como parte dos  
requisitos para obtenção do Grau de  
Mestre em Ciências na Área de  
Tecnologia Nuclear-Materiais.

Orientador:  
Dr. Nelson Batista de Lima

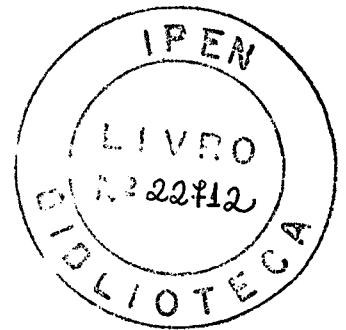
São Paulo  
2002

**INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES**

**Autarquia associada à Universidade de São Paulo**

**ESTUDO COMPARATIVO DA ANÁLISE DE MACROTEXTURA  
PELAS TÉCNICAS DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X E  
DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS**

MARILENE MORELLI SERNA



Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de Mestre em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear- Materiais.

Orientador:

Dr. Nelson Batista de Lima

**São Paulo**

**2002**

*Aos meus pais  
Vicente e Lenita  
e ao meu marido  
Eguiberto  
sem eles eu nada  
seria.*

## AGRADECIMENTOS

Ao Dr. *Nelson Batista de Lima* pela compreensão, paciência, respeito e incentivo demonstrados na orientação deste trabalho e como coordenador do Laboratório de Difração de Raios X do CCTM no IPEN pelo apoio que permitiu minha dedicação a este trabalho.

Ao Dr. *Angelo Fernando Padilha* pela utilização da infraestrutura do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

Ao Dr. *Arnaldo H. Paes de Andrade* pela utilização da infraestrutura do Centro de Ciência e Tecnologia dos Materiais do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares.

Ao *Eguiberto Galego* pela ajuda nas análises de microscopia eletrônica de varredura e pela confecção de programas de computador necessários ao desenvolvimento deste trabalho.

A *Marina Fuser Pillis* pelas sugestões, discussões e apoio ao longo desta jornada.

A *Vera Lucia Ribeiro Salvador* e *Marcos Antonio Scapin* pelas análises de fluorescência de raios X.

Ao *Nildemar A. Messias*, *Dileusa A.S. Galissi*, *Glauson A. Ferreira* e *Mariano Castagnet* pelo auxílio na preparação das amostras.

A *Raquel Camponucci Proiet* pelo auxílio na preparação metalográfica das amostras.

A *Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo* pelo apoio financeiro dado a este trabalho no âmbito do Projeto Temático “Otimização da microestrutura, da microtextura e da mesotextura em materiais ferrosos avançados”.

Ao meu marido *Eguiberto*, aos meus pais *Vicente* e *Lenita*, a minhas irmãs *Nara* e *Nuri*, ao meu cunhado *Nilton* e minha sobrinha *Monique* pela cooperação e compreensão nos momentos que precisei me ausentar e pelo enorme carinho que sempre demonstram.

# **ESTUDO COMPARATIVO DA ANÁLISE DE MACROTEXTURA PELAS TÉCNICAS DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X E DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS**

**Marilene Morelli Serna**

## **RESUMO**

A macrotextura é uma das principais características de materiais metálicos, pois muitas propriedades físicas dependem da direção cristalográfica. A análise da macrotextura até meados da década de 80 era realizada apenas pelas técnicas de difração de raios X e difração de nêutrons. A possibilidade da análise da macrotextura utilizando a técnica de difração de elétrons retroespalhados no microscópio eletrônico de varredura que permite correlacionar a medida da orientação com sua localização na microestrutura foi uma ferramenta muito bem-vinda na área de engenharia de materiais. Neste trabalho estudou-se o aspecto teórico das duas técnicas e utilizou-se de ambas para a análise da macrotextura de chapas das ligas de alumínio 1050 e 3003 com intensidade de textura, medidas através do índice "J" de textura, na faixa de 2,00 a 5,00. Os resultados obtidos pelas duas técnicas mostraram-se razoavelmente semelhantes, considerando-se que a estatística dos dados obtidos pela técnica de difração de elétrons retroespalhados é muito inferior a obtida pela técnica de difração de raios X.

**COMPARATIVE OF TEXTURE ANALYSIS BY USED OF  
X-RAY DIFFRACTION AND ELECTRON BACKSCATTERED  
DIFFRACTION**

**Marilene Morelli Serna**

**ABSTRACT**

The macrotexture is one of the main characteristics in metallic materials, which the physical properties depend on the crystallographic direction. The analysis of the macrotexture to middles of the decade of 80 was just accomplished by the techniques of X-ray diffraction and neutrons diffraction. The possibility of the analysis of the macrotextura using, the technique of electron backscattering diffraction in the scanning electronic microscope, that allowed to correlate the measure of the orientation with its location in the microstructure, was a very welcome tool in the area of engineering of materials. In this work it was studied the theoretical aspects of the two techniques and it was used of both techniques for the analysis of the macrotexture of aluminum sheets 1050 and 3003 with intensity, measured through the texture index " J ", from 2.00 to 5.00. The results obtained by the two techniques were shown reasonably similar, being considered that the statistics of the data obtained by the technique of electron backscatter diffraction is much inferior to the obtained by the X-ray diffraction.

## SUMÁRIO

1. Introdução .....	7
2. Objetivos.....	10
3. Difração de Raios X .....	11
3.1 Figura de Pólos .....	14
4. Difração de Elétrons .....	18
4.1 Formação do Padrão de Linhas de Kikuchi .....	18
4.2 Identificação do Padrão de Linhas de Kikuchi.....	19
4.3 Obtenção dos Padrões de Kikuchi no MEV.....	22
4.4 A Calibração Geométrica do Sistema.....	27
4.5 A Indexação do Padrão de Elétrons Retroespalhados .....	29
4.6 A Qualidade e Confiabilidade do Padrão.....	29
4.7 Preparação de Amostras para EBSD .....	30
5. Função Distribuição de Orientações.....	32
5.1 O Método da Expansão em Série .....	34
5.2 Cálculo dos Coeficientes $C_i^{\mu\nu}$ a partir das Figuras de Pólos Incompletas .....	36
5.3 Cálculo dos Coeficientes $C_i^{\mu\nu}$ a partir das Medidas Individuais de Orientações (EBSD) .....	38
5.4 O Índice “J” de Textura .....	40
5.5 O Parâmetro $\rho$ .....	40
6. Revisão Bibliográfica .....	43
7. Procedimento Experimental.....	51
8. Resultados e Discussões .....	55
8.1 Resultados Obtidos por Difração de Raios X.....	56
8.2 Resultados Obtidos por Difração de Elétrons Retroespalhados.....	62
8.3 Comparação Entre os Resultados das Duas Técnicas.....	75
9. Conclusões .....	80
Referências Bibliográficas.....	82

## 1. INTRODUÇÃO

Teoricamente no material policristalino os cristalitos ou grãos deveriam apresentar uma distribuição de orientações aleatória, porém devido aos processamentos a que são submetidos, como por exemplo: deformação e tratamento térmico, a distribuição deixa de ser aleatória e pode apresentar uma ou mais orientações preferenciais em relação a um sistema de coordenadas situado no material. Esta orientação cristalográfica preferencial do material é denominada de textura.

A textura como uma característica física macroscópica do material policristalino tem sido estudada utilizando-se a técnica de difração de raios X (DRX) desde 1930; inicialmente através da não uniformidade dos anéis de Debye-Scherrer e a partir da década de 50 com o advento do difratômetro de raios X através do levantamento de figuras de pólos. E a orientação cristalográfica de grãos individuais através do diagrama de pontos ou padrão de bandas de Kikuchi obtidos por microscopia eletrônica de transmissão.

Até o início dos anos setenta as técnicas de análise disponíveis para avaliação da orientação cristalográfica não permitiam correlacionar as orientações medidas com a microestrutura. No caso da avaliação da orientação utilizando-se o padrão de linhas de Kikuchi ou o diagrama de pontos no microscópio eletrônico de transmissão, a preparação da amostra em folha fina é pouco representativa do material como um todo (Drake e Vale, 1995). De maneira que era impossível levar a cabo estudos em que a textura indicava ser uma variável importante, como por exemplo: os mecanismos do início da recristalização, tanto no modelo da nucleação orientada como no modelo do crescimento orientado e a avaliação da anisotropia das propriedades macroscópicas.

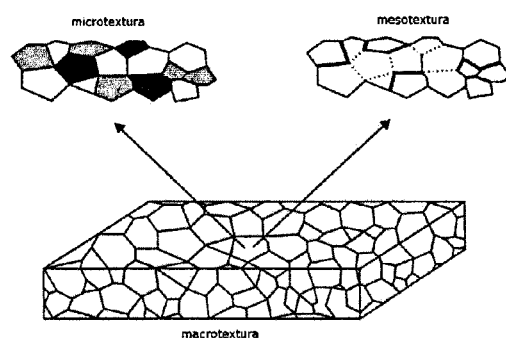
No início dos anos setenta Venables e Harland (1973) propuseram um novo arranjo experimental no microscópio eletrônico de varredura (MEV) que permitia a obtenção do padrão de linhas de Kikuchi, através da difração de elétrons retroespalhados, também conhecida por difração de Kikuchi retroespalhada. Este arranjo utilizava uma tela fluorescente acoplada a um circuito de câmera de vídeo. As imagens da câmara de vídeo

eram então registradas com uma câmera fotográfica de 35 mm e o padrão identificado pelo pesquisador. Esta técnica abriu caminho para o estudo da orientação correlacionada com a microestrutura (Field, 1997).

Nos anos oitenta, com o desenvolvimento de câmeras de vídeo mais sensíveis, de dispositivos que possibilitaram a aquisição das imagens por computadores e de algoritmos de indexação dos padrões sem a interferência do operador, a técnica tornou-se uma ferramenta importante na área de ciências dos materiais.

Atualmente a técnica recebe diversas denominações: Electron Backscattered (ou Backscattering ou Backscatter) Diffraction (EBSD), Orientation Imaging Microscopy (OIM) ou Automated Crystal lattice Orientation Mapping (ACOM) (Schwarzer,1997).

Desde então a textura passou a ser subdividida em três categorias. A macrotextura que representa as orientações preferenciais presentes na amostra como um todo, a microtextura que representa as orientações preferenciais medida em pontos determinados da amostra e a mesotextura que representa a relação de orientação entre os grãos. A Fig. 1.1 apresenta esquematicamente as relações entre macrotextura, microtextura e mesotextura (Randle,1992; Godec e Jenko,2000).



**Figura 1.1:** Ilustração esquemática das relações entre macrotextura, microtextura e mesotextura (Godec e Jenko,2000).

A técnica de análise da orientação cristalográfica através dos padrões de elétrons retroespalhados (EBSP, do inglês Electron Backscattered Pattern) obtidos no microscópio eletrônico de varredura, foi implementada comercialmente a cerca de vinte anos atrás. No decorrer deste tempo, os avanços nas áreas de instrumentação e informática

tornaram possível a aquisição de um número relevante de dados em pouco tempo. Este fato levou alguns pesquisadores a utilizar a técnica para a análise de macrotextura.

Segundo a literatura há ainda uma certa polêmica a respeito da análise de macrotextura pela técnica de difração de elétrons retroespalhados. Randle e Engler (2000) em *Introduction to Texture Analysis Macrotecture, Microtexture and Orientation Mapping*, dividem seu trabalho em duas partes, na primeira parte relacionada à análise de macrotextura os autores consideraram que as técnicas disponíveis para avaliação da macrotextura são a difração de raios X e a difração de nêutrons, e na segunda parte destinada à análise de microtextura como o campo de atuação da técnica de difração de elétrons retroespalhados. Porém, no capítulo destinado a avaliação e apresentação dos dados de microtextura os autores citam a possibilidade de avaliação da macrotextura a partir dos dados de microtextura sob condições especiais. Por outro lado, Wilkinson e Hirsch (1997) em um artigo de revisão sobre técnicas de microscopia eletrônica de varredura e Humphreys (1999), não só consideram a técnica para a medida da macrotextura como discorrem sobre as vantagens desta em relação à difração de raios X. A própria Randle anteriormente, em artigo publicado em 1994, afirmara que se um número suficiente de dados pontuais fossem coletados tornar-se-ia desnecessária a análise da macrotextura por difração de raios X.

Em ambas as técnicas a macrotextura de um material, em geral, é representada utilizando-se as figuras de pólos, a função distribuição de orientações representada no espaço de Euler, as figuras de pólos inversas e os gráficos de fibras. O tipo de representação é escolhido dependendo do objetivo da medida e também em função da análise do resultado.

## **2. OBJETIVOS**

Os objetivos deste trabalho são:

1. A realização de um estudo comparativo dos aspectos teóricos das técnicas de difração de raios X e difração de elétrons retroespalhados para a análise da macrotextura;
2. O estudo da influência da intensidade da textura nas medidas de macrotextura realizadas pelas técnicas de difração de raios X e difração de elétrons retroespalhados.

### 3. DIFRAÇÃO DE RAIOS X

A idéia da regularidade submicroscópica em três dimensões dos átomos em um sólido remonta ao século XVIII, quando foi sugerida pela primeira vez por René Just Haüy para explicar o hábito cristalino dos cristais naturais.

A comprovação desta idéia ocorreu em 1912 com as experiências de Max von Laue envolvendo a difração de raios X por redes cristalinas. Em sua experiência von Laue incidiu um feixe de raios X sobre um monocristal de cloreto de sódio e registrou o espectro de pontos obtidos em uma chapa fotográfica, onde cada ponto é formado pela difração do feixe incidente por um conjunto de planos cristalográficos. O experimento idealizado por von Laue é utilizado até os dias hoje para a orientação de monocristais e de grãos gigantes em materiais policristalinos.

Em 1913, Bragg propôs um modelo simples de ser demonstrado geometricamente que explica a formação dos picos de difração. Bragg postulou que o feixe de raios X incidente é refletido de forma especular pelos planos cristalinos, isto é o ângulo de incidência é igual ao ângulo de reflexão, e que um conjunto de feixes incidindo sobre o conjunto de planos sofre uma interferência construtiva e a condição para que isto ocorra é de que o espaçamento interplanar seja igual a um múltiplo inteiro do comprimento de onda incidente, equação (3.1). A Fig. 3.1 apresenta o diagrama esquemático utilizado para mostrar as relações angulares utilizadas na dedução de Bragg.

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (3.1)$$

onde:  $\lambda$  é o comprimento de onda incidente,  $d$  a distância interplanar e  $\theta$  o ângulo de incidência.

A dedução da lei de Bragg a partir deste esquema geométrico é bastante ilustrativa, porém a simplificação do modelo esconde conceitos importantes do fenômeno de difração. von Laue propôs uma formulação equivalente à de Bragg, mais elegante do

ponto de vista físico, porém utilizando um modelamento matemático mais complexo baseado na rede cristalina descrita no espaço recíproco ou espaço de Fourier.

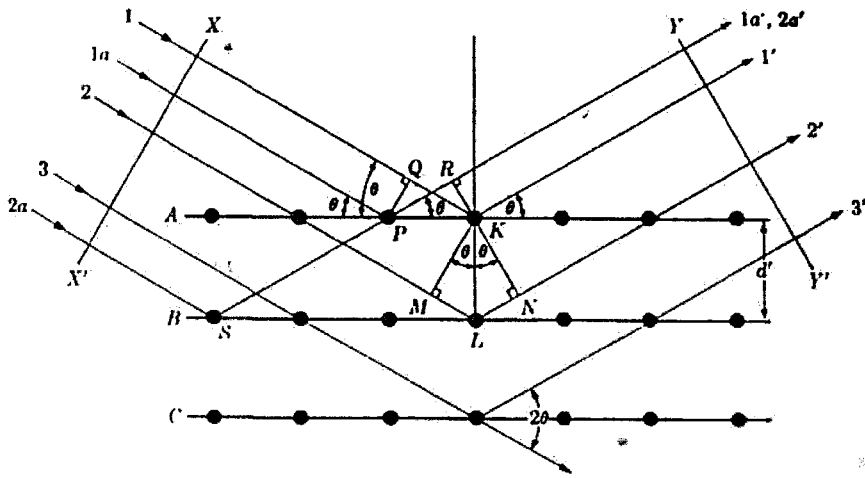


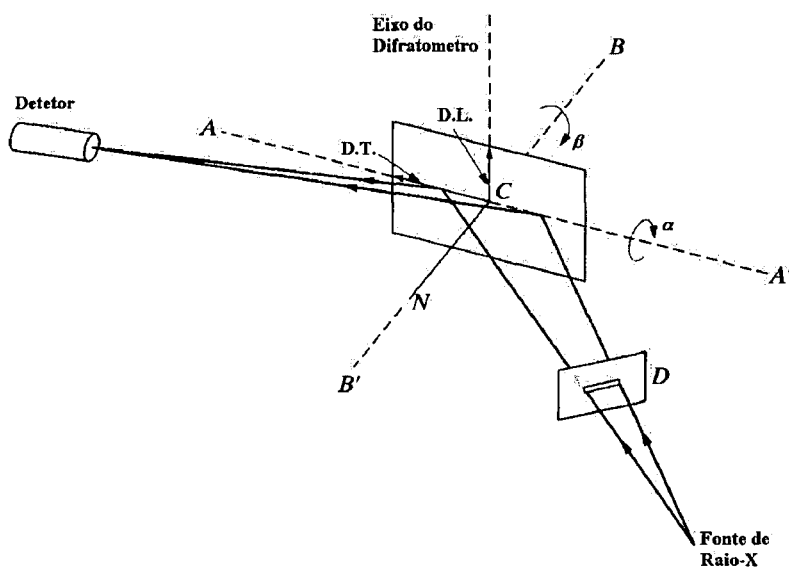
Figura 3.1: Diagrama utilizado na dedução da lei de Bragg (Cullity e Stock, 2001).

Von Laue postulou que o feixe incidente de raios X interage com os elétrons dos átomos acelerando-os, e estes passam a espalhar radiação em todas as direções com o mesmo comprimento de onda da radiação incidente, a interferência construtiva destas ondas ocorrerá em determinadas direções em função da posição dos átomos na estrutura cristalina originando o pico de difração. O comportamento proposto para o elétron neste caso é o de um elétron livre sobre o qual incide uma onda plana, neste caso os elétrons estão ligados, porém a frequência da onda incidente é muito maior que a frequência característica do elétron ligado, de maneira que ele se comporta como um elétron livre (Pessoa, 1985).

No caso de materiais policristalinos o feixe interage com muitos cristalitos e a difração por diferentes planos cristalinos ocorre ao mesmo tempo de maneira que cones de difração são formados. Neste caso, os cones de difração interceptam o filme fotográfico formando anéis, conhecidos como anéis de Debye.

Quando os materiais policristalinos apresentam orientação preferencial ocorre uma impressão não uniforme dos anéis, está foi a primeira maneira de se analisar a textura em material policristalinos. Este método fornece apenas informações qualitativas (Barret, 1952).

Na Fig. 3.4 apresenta-se a figura de pólos obtida a partir de dados experimentais. As distribuições de intensidade, assim como as simetrias entre os quadrantes da figura de pólos são conhecidas para determinados tipos de materiais e processos de deformação e/ou tratamento térmico ao qual o material foi submetido.



**Figura 3.2:** Esquema de posicionamento da amostra, no difratômetro de raios X, para coleta de dados para análise de textura (Cullity e Stock, 2001).

No difratômetro de raios X a análise de textura pode ser realizada utilizando-se a geometria de Bragg-Bretano, ou parafocal. A Fig. 3.2 apresenta o esquema de posicionamento da amostra, no difratômetro de raios X, em relação ao feixe de raios X, especificando os ângulos alfa ( $\alpha$ ) e beta ( $\beta$ ).

A análise utilizando o difratômetro de raios X apresenta as vantagens de que o fator de absorção é constante para a faixa de  $0^\circ$  a  $50^\circ$  (Cullity e Stocks, 2001) e de que a intensidade é medida de forma quantitativa por um detector. Para a obtenção de uma figura de pólo completa é necessário realizar-se medidas por transmissão e por reflexão do feixe de raios X.

A medida por transmissão é realizada para a faixa de ângulo alfa de  $50^\circ$  a  $90^\circ$  e a medida por reflexão para a faixa de  $0^\circ$  a  $50^\circ$ . Na medida por transmissão é necessário que a espessura da amostra seja transparente ao feixe de raios X, isto implica na necessidade de um afinamento da amostra, outro inconveniente nesta medida é a necessidade da correção

da absorção devido à variação do volume do material difratante, em função do ângulo alfa e variação da distância do feixe de raios X.

A medida por reflexão ou método de Schulz (Fig. 3.2), que será utilizada no desenvolvimento deste trabalho, apresenta além da vantagem do fator de absorção poder ser considerado constante também a de que a espessura da amostra somente é limitada pelo acessório de medida. Considerando-se estas vantagens, foram desenvolvidos métodos matemáticos que permitem a obtenção da figura de pólos completa a partir dos dados experimentais obtidos pelo método da reflexão para a faixa de ângulo alfa de  $0^\circ$  a  $75^\circ$  chamada de figura de pólo incompleta (Lima, 1986; Bunge, 1982).

A desfocalização é um efeito instrumental que ocorre devido à diferença de área irradiada em função do ângulo alfa. Para se efetuar as correções de desfocalização são realizadas medidas em uma amostra isenta de orientação cristalográfica, na qual teoricamente intensidade é constante, de maneira que variações no valor da intensidade em função do ângulo alfa são decorrentes da variação da área iluminada em função da geometria de medida.

Os dados experimentais obtidos são representados graficamente através da figura de pólos. Outras formas de representação da textura são a figura de pólos inversa e o espaço tridimensional de Euler, a partir dos resultados obtidos após o processamento dos dados.

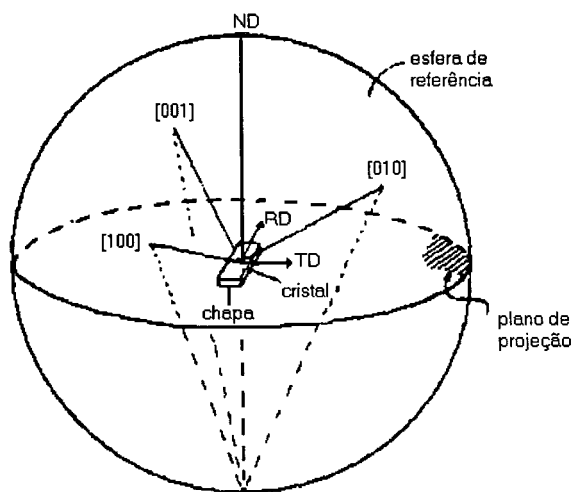
### **3.1 Figura de Pólos**

A figura de pólos é uma projeção estereográfica que mostra a variação da intensidade difratada pelo plano cristalográfico em relação a um sistema de eixos relativo à amostra.

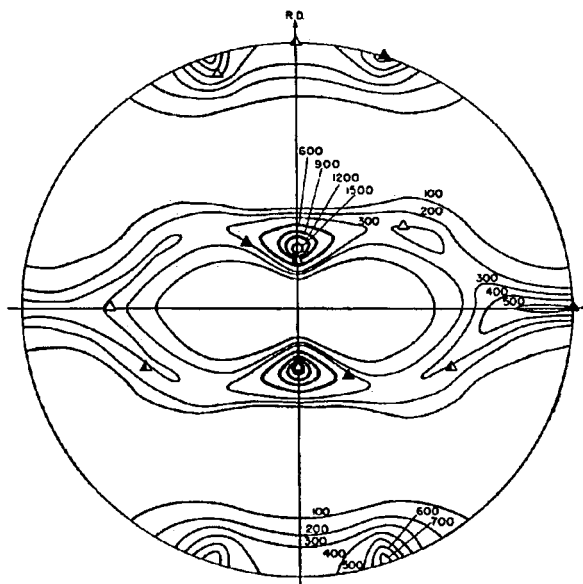
A Fig. 3.3 mostra a orientação da amostra em relação à esfera de referência e ao plano de projeção. A projeção estereográfica é a melhor forma de representar as relações angulares entre os planos do cristal, pois estas se mantêm constantes independentemente da distorção da área.

Na Fig. 3.4 é apresentada a figura de pólos obtida a partir de dados experimentais representada na forma de curva de níveis. A localização dos pólos do plano medido e as simetrias entre os quadrantes da figura de pólos são conhecidas para

determinados materiais em função do tipo de processamento ao qual o material foi submetido.



**Figura 3.3:** Posição da amostra em relação à esfera de referência e ao plano de projeção. A notação refere-se a amostras laminadas onde: RD é a direção de laminação, TD a direção transversal e ND a direção normal à superfície da chapa (Hatherly e Hutchinson).



**Figura 3.4:** Figura de pólos (111) de uma chapa de Al laminada com redução de 95% (Barrett, 1952).

A análise da figura de pólos consiste em se determinar quais são os planos cristalográficos predominantes que estão paralelos à superfície da amostra e as respectivas direções cristalográficas que são paralelas à direção de laminação (DL) em função da posição dos pólos da reflexão medida.

A determinação da orientação cristalográfica dos pólos que aparecem na figura de pólos é feita medido-se, com o auxílio da carta de Wulff, o ângulo entre o pólo (que representa a maior densidade de planos referentes à reflexão medida) e o centro da projeção (que representa a direção normal) e entre o pólo e a direção de laminação. A medida dos ângulos entre os pólos permite determinar o conjunto de pólos com a mesma orientação cristalográfica. Finalmente o índice referente à direção de laminação é obtido considerando-se que esta direção é perpendicular à direção normal a superfície e que deve satisfazer as relações angulares com os pólos presentes. A textura da amostra é denotada, por convenção, na forma  $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ , a notação  $\{hkl\}$  refere-se a família de planos que está paralela à superfície da chapa e  $\langle uvw \rangle$  a direção paralela à direção de laminação.

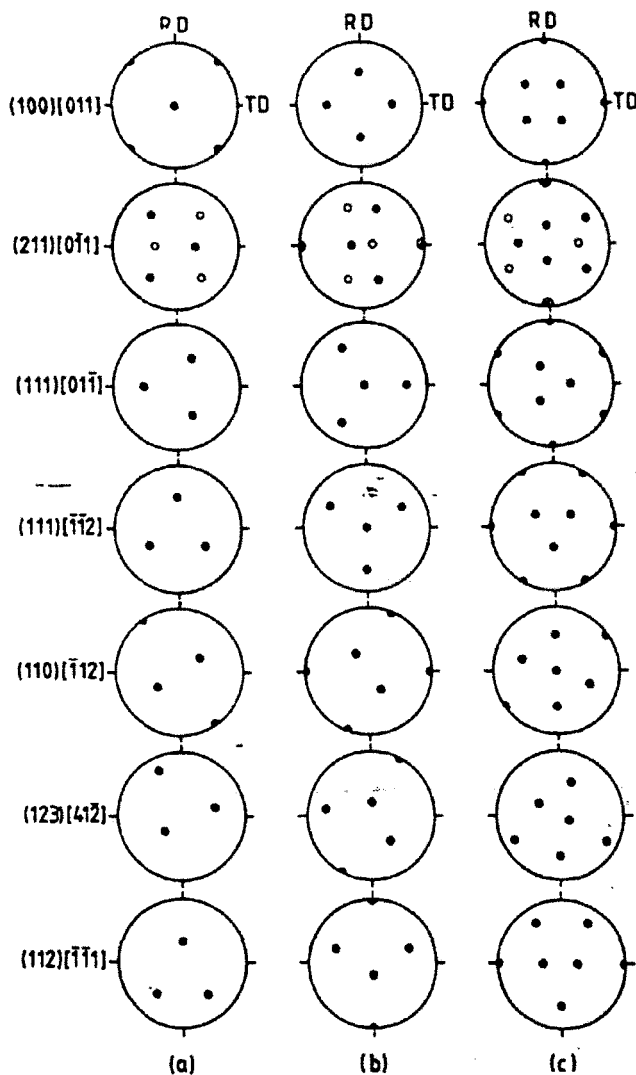


Figura 3.5: Projeções padrão para algumas orientações importantes em metais cúbicos, (a) pólos (100), (b) pólos (111) e (c) pólos (110) (Hatherley e Hutchinson).

No caso do sistema cúbico, onde o vetor normal ao plano e o plano são perpendiculares é possível calcular o ângulo entre o plano cristalográfico e a direção utilizando-se o produto escalar entre os vetores, definidos pelos índices (hkl).

Na Fig. 3.5 são mostradas algumas projeções padrão para orientações importantes encontradas em metais cúbicos. Os círculos sólidos representam pólos presentes e os círculos abertos possíveis pólos que dependem da simetria.

Em alguns casos, as orientações têm uma denominação específica, por exemplo: textura cubo W  $\{100\}\langle 001\rangle$ , Goss  $\{011\}\langle 100\rangle$ , tipo cobre C  $\{211\}\langle 111\rangle$ , tipo latão B  $\{011\}\langle 211\rangle$ , cubo rodado WRD  $\{250\}\langle 001\rangle$ , cubo gêmeo WT  $\{221\}\langle 122\rangle$ , alumínio S  $\{123\}\langle 634\rangle$ , alumínio/latão B/S  $\{681\}\langle 112\rangle$  (Caleyo et al., 2001).

Uma outra forma de representar a textura é a figura de pólos inversa. Neste caso o número de figuras de pólos inversas depende da simetria da amostra (Randle e Engler, 2000).

## **4. DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS**

O fenômeno da difração de elétrons foi observado pela primeira vez em 1927, através dos experimentos de Davisson-Germer nos Estados Unidos e Thomson na Escócia, que tinham por objetivo a verificação experimental do postulado de Louis de Broglie sobre a dualidade onda/ partícula para o elétron.

A experiência proposta por Davisson-Germer era semelhante à de von Laue para a difração de raios X por um monocristal, enquanto que a de Thomson assemelha-se ao método proposto por Debye-Scherrer para a difração de raios X por um agregado policristalino (Eisberg e Resnick, 1988).

O primeiro microscópio eletrônico de transmissão foi projetado por Ernest Ruska e Max Knoll em 1931, baseado nos trabalhos de Hans Busch e Dennis Gabor a respeito das propriedades das lentes magnéticas sobre o feixe de elétrons.

### **4.1 Formação do Padrão de Linhas de Kikuchi**

A formação de um padrão de linhas, originado por elétrons difratados pela rede cristalina, foi deduzida teoricamente em 1928 por Kikuchi e verificado experimentalmente por microscopia eletrônica de transmissão em 1934.

Os princípios básicos que regem a formação dos padrões de Kikuchi transmitidos e refletidos são os mesmos. Estes padrões podem ser explicados tanto pela teoria cinemática como pela teoria dinâmica da microscopia. Uma vez que para se determinar a orientação a partir dos mesmos é necessário apenas utilizar características geométricas, isto é, a posição das linhas no padrão, o modelo cinemático introduzido por Kikuchi em 1928 é suficiente. Outros detalhes como a distribuição de intensidade das bandas e a formação das linhas curvas, envelopes de Kikuchi, requerem a utilização da teoria dinâmica (Schwarzer, 1997).

A formação do padrão de linhas de Kikuchi ocorre quando o feixe de elétrons ao interagir com os átomos da amostra sofre espalhamento inelástico e incoerente. Estes

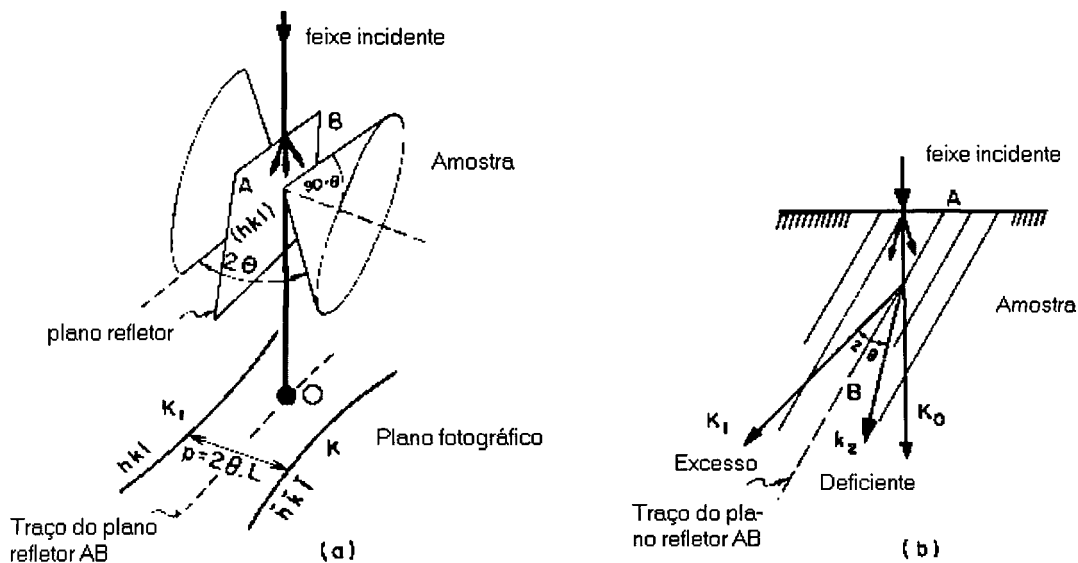
elétrons são então subseqüentemente re-espalhados coerentemente quando a lei de Bragg é satisfeita por um conjunto de planos.

A perda de energia dos elétrons no processo é da ordem de dezenas de elétron-volts, portanto pode-se considerar que o comprimento de onda incidente ( $\lambda$ ) é igual ao comprimento de onda difratado ( $\lambda'$ ), de maneira que a mesma construção da esfera Ewald pode ser usada para o padrão de linhas de Kikuchi (Thomas,1978).

A origem dos cones de Kossel está fixa no cristal, de maneira que quando a amostra é inclinada para um lado as linhas movimentam-se para o lado oposto do padrão como se estivessem fixadas na amostra. Devido a esta característica os padrões de linhas de Kikuchi são extremamente úteis para se determinar com precisão a orientação cristalográfica. O plano difratante é a bissetriz de cada par de Kossel, então o ângulo subtendido entre as linhas será igual a  $2\theta$  independente da orientação do cristal, há situações especiais quando esta regra não está estritamente correta, e é importante para planos difratantes de alto ângulo (Thomas,1978). Os padrões de linhas de Kikuchi apresentam todos os planos difratantes do cristal, e aplicando-se a lei de Bragg e o fator de estrutura apropriado é possível construir teoricamente o padrão de linhas.

## 4.2 Identificação do Padrão de Linhas de Kikuchi

Na Fig. 4.1(a) é apresentado um diagrama esquemático da geometria de formação das linhas de Kikuchi, quando a onda incide paralelamente ao plano difratante (AB) dois cones de Kossel de radiação de igual intensidade são difratados com os semivértices formando um ângulo de  $(90^\circ - \theta)$ . Estes cones interceptam o plano da tela fluorescente formando duas linhas de igual intensidade. Quando o plano AB não está paralelo ao feixe incidente, Fig. 4.1(b), a maior parte dos elétrons é espalhada na direção K1 e relativamente poucos elétrons são espalhados para a direção K2, as linhas de intercessão destes cones agora possuem intensidades distintas, a mais intensa (escura) correspondendo ao cone da região K1 situa-se próxima ao ponto de Bragg e a linha menos intensa (clara) correspondendo ao cone da região K2. Cada plano do cristal possui um par de linhas de Kikuchi, uma linha referente a orientação  $hkl$  e outra a reflexão  $\overline{hkl}$ , onde a intensidade depende do plano difratante.



**Figura 4.1:** Geometria de formação das linhas de Kikuchi (a) feixe incidente paralelo ao plano difratante, (b) plano difratante sob condição de Bragg (Thomas, 1978).

A identificação dos padrões de linhas de Kikuchi pode ser feita pela comparação com mapas de linhas de Kikuchi conhecidos ou pela medida dos parâmetros: distância e ângulos entre as linhas, inicialmente identificando-se a família de planos pela distância entre linhas e os planos pelo ângulo formado entre os diversos pares de linhas.

A distância angular entre as linhas de um par de Kossel é igual a  $2\theta$ , Fig. 4.1(a), temos que para diferentes conjuntos de pares de Kossel de espaçamento  $p_1, p_2, \dots$ :

$$p_1 = K2\theta_1, \quad p_2 = K2\theta_2, \quad p_n = K2\theta_n \quad (4.1)$$

onde:  $K$  é o comprimento efetivo da câmara ( $L$ ) na microscopia eletrônica de transmissão e no caso da microscopia eletrônica de varredura a distância entre a amostra e a tela fluorescente.

Usando-se esta relação é possível identificar as reflexões  $h_1k_1l_1 \dots h_nk_nl_n$ , o padrão pode então ser calibrado em termos das distâncias na tela fluorescente e os correspondentes ângulos.

A identificação de cada uma das famílias de planos é feita da seguinte maneira: na Fig. 4.2 é apresentado um esquema de linhas de Kikuchi composto de três pares de Kossel que se interceptam formando os ângulos  $\alpha, \beta$  e  $\gamma$ , os pontos de interseção A, B e C são chamados de eixos da zona ou pólos de Kikuchi.

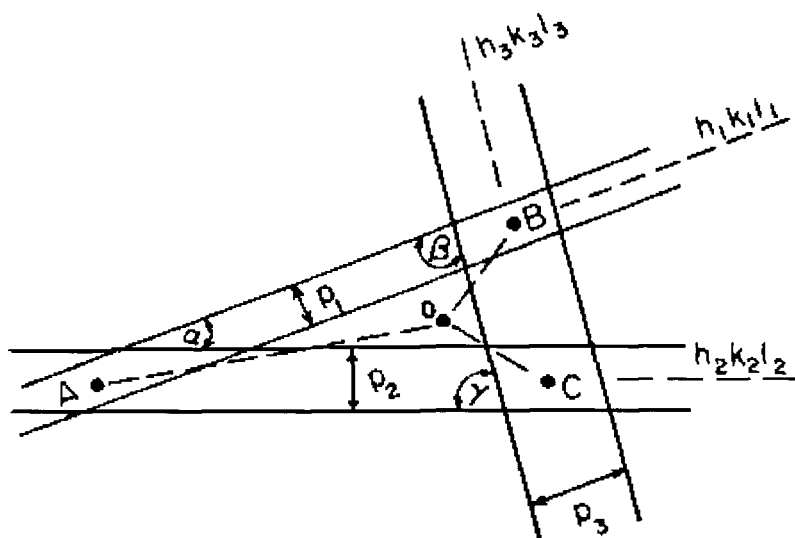


Figura 4.2: Esquema de padrão de linhas de Kikuchi ilustrativo para indexação da direção paralela ao feixe (Thomas, 1978).

Para os cristais cúbicos temos que:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (4.2)$$

Da relação acima:

$$p_1 d_1 = \lambda L, \quad p_2 d_2 = \lambda L \quad p_n d_n = \lambda L \quad (4.3)$$

portanto:

$$\frac{p_1}{p_2} = \frac{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2}}{\sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}}, \quad e \quad \frac{p_1}{p_3} = \frac{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2}}{\sqrt{h_3^2 + k_3^2 + l_3^2}} \quad (4.4)$$

Os valores de hkl são obtidos por tentativa e verificados a partir da medida do ângulo entre as linhas, utilizando o produto escalar:

$$\cos \alpha = \frac{(h_1 h_3 + k_1 k_3 + l_1 l_3)}{(\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2} \cdot \sqrt{h_3^2 + k_3^2 + l_3^2})} \quad (4.5)$$

Obtida a identificação de cada plano, o pólo de Kikuchi que é a reflexão perpendicular às reflexões co-planares é obtido pelo produto vetorial entre as reflexões.

Os índices da direção paralela ao feixe de elétrons são calculados medido-se as distâncias OA, OB e OC e convertendo-as em ângulos  $\hat{O}A$ ,  $\hat{O}B$  e  $\hat{O}C$  através da relação (4.1). Considerando os índices do eixo paralelo ao feixe como [uvw] temos que:

$$\begin{aligned} \cos \hat{O}A &= \frac{up_1 + vq_1 + wr_1}{\sqrt{u^2 + v^2 + w^2} \cdot \sqrt{p_1^2 + q_1^2 + r_1^2}} \\ \cos \hat{O}B &= \frac{up_2 + vq_2 + wr_2}{\sqrt{u^2 + v^2 + w^2} \cdot \sqrt{p_2^2 + q_2^2 + r_2^2}} \\ \cos \hat{O}C &= \frac{up_3 + vq_3 + wr_3}{\sqrt{u^2 + v^2 + w^2} \cdot \sqrt{p_3^2 + q_3^2 + r_3^2}} \end{aligned} \quad (4.6)$$

onde: pqr é a direção do pólo de Kikuchi.

Resolvendo o sistema de equações acima se obtêm a direção paralela ao feixe.

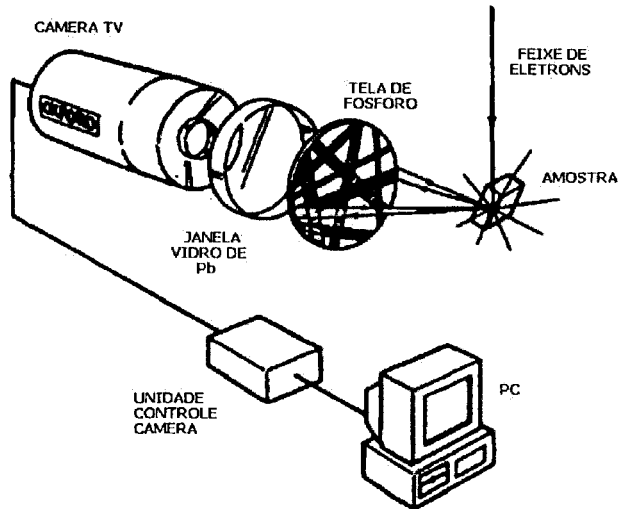
Quando se obtêm um padrão com ausência de pólos a identificação pode ser feita por comparação com os chamados mapas de Kikuchi, que são padrões de Kikuchi calculados (Thomas,1978; Schwarzer,1997).

### 4.3 Obtenção dos Padrões de Kikuchi no MEV

A obtenção do padrão de elétrons retroespalhados (EBSP do inglês: Electron Backscatter Pattern) no microscópio eletrônico de varredura é realizada utilizando-se o arranjo experimental apresentado na Fig. 4.3. O feixe de elétrons interage com a amostra que é posicionada formando um ângulo que varia de 0° a 80° em relação à posição normal da amostra no microscópio. Os elétrons retroespalhados incidem sobre a tela fluorescente, colocada o mais próximo possível da amostra, formando o padrão de Kikuchi. Na parte posterior da tela está situada uma câmera acoplada a um sistema de captura do padrão formado na tela possibilitando a digitalização do mesmo que será analisado por meio de programas de computadores específicos (Drake e Vale,1995).

As inclinações da amostra menores que 20° são utilizadas para estudos de superfície, a faixa de 20°-30° fornece padrões com maior intensidade de elétrons que sofreram espalhamento inelástico e ângulos maiores que 30° proporcionam padrões mais definidos, porém limitam a área analisada (Schwarzer,1997).

O padrão de elétrons retroespalhados nítido só é obtido se o feixe atingir um volume de amostra que seja virtualmente um cristal perfeito; regiões de subgrãos ou sob tensão produzem padrões que se sobrepõem ou que são encobertos pela radiação de fundo.



**Figura 4.3:** Esquema do arranjo experimental utilizado para obtenção dos padrões de elétrons retroespalhados no MEV (Drake e Vale, 1995).

A tensão de aceleração determina vários fatores. Tensões mais altas aumentam: a eficiência da tela fluorescente e o brilho do feixe primário e diminuem a interferência de campos magnéticos e elétricos externos, principalmente quando são utilizadas distâncias de trabalho grande, também proporcionam maior penetração do feixe de maneira que os elétrons retroespalhados podem estar sendo originados de camadas mais profundas, evitando desta maneira a análise das camadas mais superficiais que podem apresentar problemas de oxidação, contaminação ou deformação decorrente do processo de preparação de amostras. Por outro lado tensões de aceleração menores aumentam a resolução espacial e são úteis quando se deseja uma penetração menor do feixe.

Estes fatores, assim como o diâmetro do feixe, a preparação da amostra e a orientação do grão, determinam a qualidade do padrão formado sobre a tela fluorescente que será capturado pela câmera.

A qualidade da imagem, que é o padrão capturado pela câmara, depende dos ajustes de ganho eletrônico da câmera e do tipo de câmera utilizada. Os tipos mais utilizados são as CCD com elemento peltier e as SIT (silicon intensified target). A CCD trabalha em uma grande faixa de condições de operação do microscópio, a imagem neste

tipo de câmera só é adquirida após o acúmulo de um certo número de elétrons enquanto que na câmera SIT este tempo é muito menor.

A calibração do sinal da câmera de vídeo consiste de um procedimento que visa estabelecer um nível de sinal que será considerado como radiação de fundo. Este valor será subtraído do valor do sinal possibilitando obter o maior ganho possível deste; este procedimento é realizado para cada análise individualmente. O nível de radiação de fundo é obtido fazendo-se com que vários grãos contribuam para a formação de vários padrões ao mesmo tempo, utilizando-se baixa magnificação, de maneira que a imagem formada seja difusa e não permita a identificação de nenhum padrão, ou pela desfocalização da lente objetiva (Schwarzer,1997).

A imagem da câmara é digitalizada de maneira que possa ser analisada por meio de programas de computador. Esta imagem é composta por um determinado número de “frames”, quanto maior o número de “frames” melhor será a qualidade da imagem digitalizada, entretanto o tempo de aquisição de cada imagem será proporcionalmente maior. Em geral no processo de digitalização ocorre uma redução no número de “pixels” em relação à imagem inicial, para imagens de boa qualidade neste processo não ocorre perda significativa de informações (Lassen,1997)

A identificação dos pares de Kossel pelo olho humano é uma tarefa muito simples, e inicialmente os padrões eram identificados pelo operador, porém este procedimento é bastante demorado. O desenvolvimento de algoritmos computacionais que possibilitaram a identificação automática da orientação a partir da imagem digitalizada permitiu uma maior versatilidade para a técnica, entretanto implicaram na introdução de orientações identificadas erroneamente; estes algoritmos ainda hoje são objetos de estudos.

Os algoritmos mais utilizados atualmente em programas comerciais são: de Juul-Jansen & Schmidt, de Burns e da transformada de Hough. A exatidão e precisão da orientação do padrão utilizando-se o método de Burns e da transformada de Hough são equivalentes, a diferença reside no tempo de processamento (Wright,1993). Apresenta-se a seguir os princípios básicos do método da transformada de Hough que é o algoritmo utilizado pelo programa computacional OIM, desenvolvido por TexSEM Laboratories Inc., que será utilizado nas análises neste trabalho.

A transformada de Hough é uma transformação paramétrica que transforma um conjunto de pontos em um parâmetro espacial discreto, no qual cada ponto representa um

único exemplo da forma procurada. No caso da imagem do padrão de linhas de Kikuchi os pontos são os “pixels” da imagem digitalizada e a forma desejada é uma linha em duas dimensões (Lassen,1997).

A escolha mais natural no caso de linhas retas é a parametrização normal, ver Fig. 4.4, onde a origem do sistema de coordenada é coincidente com o centro da imagem digital. Uma vez que a imagem digital é uma matriz de n linhas (l) por m colunas (c) de “pixels” o centro é obtido pelas seguintes relações:

$$x_0 = \frac{(n-1)}{2} \text{ e } y_0 = \frac{(m-1)}{2} \quad (4.7)$$

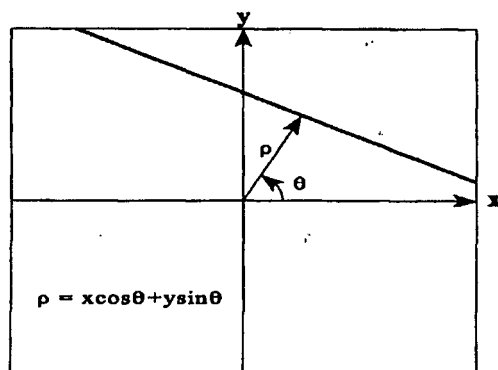
E as coordenadas (x,y) de cada “pixel” são dadas por:

$$(x_i, y_i) = (l - x_0, c - y_0) \quad (4.8)$$

De maneira que a parametrização é dada por:

$$\rho = x \cos \theta + y \sin \theta \quad (4.9)$$

onde:  $\rho$  é a distância da linha até a origem do sistema de coordenadas,  $\theta$  é o ângulo formado entre o eixo x e o vetor normal a reta e (x,y) as coordenadas do “pixel”. Restringindo o ângulo  $\theta$  ao intervalo  $[0, \pi[$  a distância  $\rho$  assume valores positivos e negativos, portanto  $\rho$  pertence ao intervalo  $[-R, R]$  onde R é a distância entre o centro e a borda da imagem.



**Figura 4.4:** Esquema ilustrativo dos parâmetros da transformada de Hough.

Para se calcular a transformada de Hough o espaço parametrizado deve ser quantizado para  $P \times \Theta$ , de modo que  $\rho$  assume valores do conjunto  $P = \{\rho_k \in \mathbb{R} \mid \rho_k = -R + (k + 0,5)\Delta\rho \wedge k \in [0, 1, \dots, N - 1]\}$  e  $\theta$  assume valores de

$\Theta = \{\theta_1 \in \mathbb{R} \mid \theta_1 = (1+0,5)\Delta\theta \wedge l \in [0,1,\dots,M-1]\}$ . O tamanho do intervalo quantizado é  $\Delta\rho = 2R/N$  e  $\Delta\theta = \pi/M$ . A escolha da resolução do parâmetro de espaço é de fundamental importância para se realizar a transformada de Hough e tem sido estudada exaustivamente. No caso dos padrões de linhas de Kikuchi valores de M e N entre 100 e 160 tem apresentado resultados frutíferos.

A transformada de Hough pode ser interpretada como um procedimento de reunião, onde cada “pixel” “vota” para todas as linhas nas quais está localizado. Os votos são somados em uma matriz  $TH(\rho_k, \theta_l)$  e a soma total indica a probabilidade relativa das diferentes linhas.

Este sistema implica que linhas longas no espaço imagem recebem maiores votos que as mais curtas, no caso específico de padrões de Kikuchi onde o interesse principal é identificar bandas formadas por linhas claras e escuras é necessário minimizar este erro introduzido pela aplicação da transformada de Hough. Isto pode ser feito adotando-se um número de “pixels” que será considerado como um valor limite e de normalização de maneira que:

$$TH(\rho_k, \theta_l) = \begin{cases} \frac{TH(\rho_k, \theta_l)}{THB(\rho_k, \theta_l)}, & THB(\rho_k, \theta_l) \geq \text{MIN} \\ 0, & THB(\rho_k, \theta_l) < \text{MIN} \end{cases} \quad (4.10)$$

onde:  $THB(\rho_k, \theta_l)$  corresponde a transformada de Hough para cada “pixel” tendo valor igual a 1 dentro da área de interesse de uma imagem artificial e MIN é um parâmetro escolhido pelo operador para o número de “pixels” mínimo que serão considerados na transformada da imagem real.

Este procedimento permite identificar as linhas na imagem digitalizada, porém devemos lembrar que o padrão de linhas de Kikuchi é na realidade formado por pares de linhas que correspondem aos diversos planos cristalográficos e o objetivo final é determinar as linhas de um mesmo par. Os algoritmos matemáticos com essa finalidade são bastante complexos e não serão abordados neste trabalho.

A obtenção do padrão de linhas de Kikuchi pode ser resumida nas seguintes etapas:

- Calibração do sinal analógico para obtenção da melhor relação entre as bandas e a radiação de fundo.

- Digitalização da imagem do padrão com profundidade de 8 bits, transformando-a num conjunto de “pixels” (vide Fig. 4.5(a)).
- Aplicação da transformada de Hough para determinação das linhas (vide Fig. 4.5(b)).

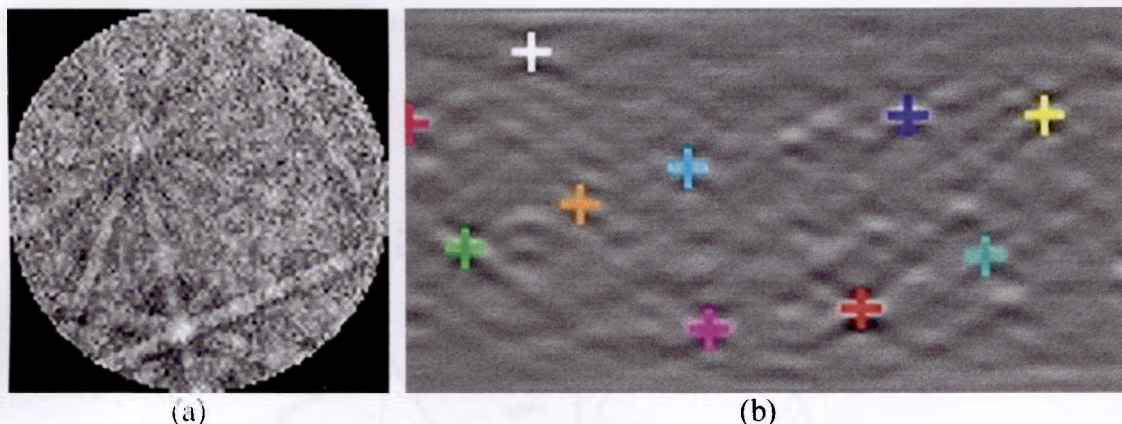


Figura 4.5: Aplicação da transformada de Hough (b) na imagem digitalizada do EBSP (a).

#### 4.4 A Calibração Geométrica do Sistema

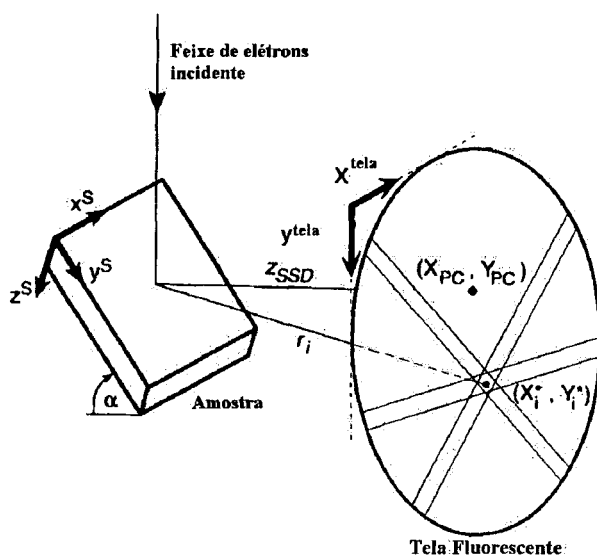
A orientação do padrão é identificada em relação ao feixe incidente, no caso de EBSD o arranjo experimental (Fig. 4.3) implica que o feixe incidente não é paralelo a nenhum dos eixos do sistema de coordenadas da amostra. Além disto a distância entre a amostra e a tela fluorescente e o ponto de intersecção do feixe com a tela não são fixos. Decorrem destes fatos a necessidade da calibração geométrica do sistema, isto é, determinar o centro do padrão (CP) e a distância entre a tela fluorescente ( $Z_{SSD}$ ); a imprecisão nestes parâmetros pode levar a indexações do padrão errôneas (Lassen,1999).

O centro do padrão (CP) representa o centro da projeção goniométrica do padrão (Fig. 4.6), e é definido por uma linha perpendicular a tela de fósforo que se origina no ponto em que o feixe atinge a amostra.

Existem vários métodos para a calibração do centro do padrão. O método geométrico que utiliza uma máscara colocada entre a amostra e a tela, este método proporciona exatidão e repetibilidade e também uma proteção para a tela fluorescente, porém a máscara interfere na digitalização do padrão (Randle e Engler,2000).

O método do padrão consiste na obtenção do EBSP de uma amostra com orientação conhecida, em geral Si monocristalino com a direção  $\langle 001 \rangle$  paralela a normal

da amostra e a direção  $\langle 110 \rangle$  paralela à direção da inclinação da amostra. Neste método o operador interage com o software identificando os pólos de Kikuchi no padrão obtido, a partir dos quais a posição do centro do padrão e a distância entre a amostra e a tela fluorescente são obtidos, ajustando-se pelo método dos mínimos quadrados a posição das bandas medidas com a posição calculada para as bandas. A principal desvantagem deste método é a necessidade de garantir que o posicionamento da amostra seja igual ao do padrão.



**Figura 4.6:** Esquema utilizado para determinar o centro do padrão (CP) (Randle e Engler,2000).

O método da autocalibração permite que a calibração seja realizada utilizando-se a amostra que será analisada. Neste método os parâmetros geométricos iniciais são obtidos em geral utilizando um dos métodos descritos acima. O padrão obtido para a amostra é indexado e cabe ao operador averiguar se o padrão calculado e o obtido são semelhantes, é possível alterar os parâmetros de maneira a se obter o melhor ajuste entre os padrões obtidos experimentalmente e calculado (OIM-Tutorial, 2000).

Os parâmetros geométricos ajustados têm validade em uma região bastante limitada, uma vez que com a varredura do feixe sobre a amostra implica na mudança destes parâmetros. Para magnificações inferiores a 300 vezes o erro introduzido é bastante significativo, mesmo utilizando recursos para a correção destes parâmetros como o foco dinâmico. Portanto a área de cada campo analisado acaba sendo bastante restrita.

## **4.5 A Indexação do Padrão de Elétrons Retroespalhados**

A indexação automática do padrão é realizada a partir das linhas identificadas pela transformada de Hough.

O programa computacional OIM permite escolher o número mínimo (desde que superior a três) e máximo de bandas identificadas pela transformada de Hough que serão utilizadas para a indexação do padrão e também oferece a opção de considerar ou não a medida da distância interplanar (OIM-Tutorial, 2000).

O algoritmo computacional pode ser resumido da seguinte forma: após a identificação das bandas são calculadas, a partir do algoritmo apresentado na seção “Identificação do Padrão de linhas de Kikuchi”, as possíveis orientações que satisfazem a todos os tripletos formados pelas bandas identificadas pela transformada de Hough, de acordo com as fases cristalinas preestabelecidas pelo operador (Wright e Adams, 1992).

O conjunto de orientações é formado por mapas de Kikuchi calculados que podem ser sobrepostos ao padrão obtido. A escolha do mapa (orientação) que apresenta o maior número de linhas coincidentes é realizada pelo operador.

Este procedimento torna a indexação do padrão, e conseqüentemente a análise como um todo, uma etapa bastante demorada. A fim de se atingir um nível de automação do sistema que permitisse a indexação do padrão sem a interferência do operador foram desenvolvidos algoritmos visando estabelecer índices de confiabilidade para cada uma das possíveis orientações de maneira que a escolha da melhor orientação fosse realizada a partir de um algoritmo matemático. Alguns autores propõem um valor da ordem de 17% a 20% para o número de padrões identificados erroneamente, no entanto este valor depende do número de “frames” escolhido para a digitalização do padrão e da qualidade do padrão.

A escolha entre o procedimento automático e o procedimento com a intervenção do operador para a indexação do padrão depende de vários fatores (Trimby et al., 2002).

## **4.6 A Qualidade e Confiabilidade do Padrão**

O processo descrito acima implica na introdução de diversos parâmetros que geram incertezas na identificação da orientação, para se avaliar estas são utilizados: o índice de qualidade da imagem (IQ) e o índice de confiabilidade da orientação (CI).

O índice de qualidade da imagem é função: de parâmetros do microscópio, como tensão de aceleração, corrente do filamento e diâmetro do feixe; da preparação da amostra; da calibração do processador do sinal captado pela câmera de vídeo; de características físicas da amostra; da orientação do cristal e dos defeitos no volume amostrado.

O índice de qualidade da imagem é determinado pela somatória das diferenças entre os valores do pico da transformada de Hough e o sinal de fundo (background). Ele também pode representar uma medida da integridade da célula cristalina (Field et al.,1999).

O índice de confiabilidade da indexação do padrão é o parâmetro que avalia a exatidão da indexação do padrão.

O cálculo do índice de confiabilidade é função do número de bandas identificadas na imagem, limitado pelo número máximo de bandas determinado pelo operador.

Os algoritmos mais comuns utilizados no cálculo do índice de confiabilidade utilizam um sistema de votos, onde cada uma das possíveis orientações recebe um determinado número de votos em função do número de tripletos identificados. Duas soluções são consideradas iguais quando o ângulo de desorientação entre elas é menor que  $5^\circ$  (Wright e Adams,1992).

Conforme descrito acima os índices de qualidade e confiabilidade dependem de fatores físicos da amostra e de parâmetros matemáticos utilizados na transformada de Hough e na calibração do centro do padrão. Portanto, os valores ideais destes índices devem ser estabelecidos para cada amostra individualmente (Doherty,2002 – Comunicação pessoal).

#### **4.7 Preparação de Amostras para EBSD**

A microscopia ótica e de varredura são as principais técnicas utilizadas na análise da microestrutura e, portanto os procedimentos de preparação da superfície estão bem estabelecidos. Para este tipo de análise a superfície é preparada através da remoção de camadas superficiais deformadas (Samuels,1982) através de lixamento utilizando lixas de carbeto de silício de 120, 220, 320, 400, 600 e 1500, e posterior polimento com pastas de diamante com granulometrias de 6, 3 e 1  $\mu\text{m}$ . Neste procedimento a camada deformada por

uma lixa é removida pela lixa seguinte de granulometria menor. Estima-se que a camada deformada é da ordem de duas vezes o tamanho da partícula utilizada para a remoção, de maneira que no final deste processo haverá uma camada superficial deformada de cerca de 2 $\mu$ m, que não influenciará na análise da microestrutura.

Para a análise pela técnica de difração de raios-x este procedimento é compatível, pois a penetração do feixe é muito maior, da ordem de 10 a 100  $\mu$ m dependendo do material e da radiação utilizada. Porém para a obtenção dos padrões de elétrons retroespalhados onde a informação obtida é de uma camada superficial com espessura de até 50 nm (Mehnert et al.,1999; Medevielle et al.,1998) a presença de uma camada superficial deformada pelo procedimento de preparação de amostra implica na não obtenção dos padrões ou mesmo na obtenção de padrões difusos decorrentes desta deformação que não representativos do estado real da microestrutura da amostra e que podem ser interpretados erroneamente (Schwarzer,1997; Medevielle et al.,1998).

O polimento final para remoção desta camada pode ser realizado por diversas técnicas, a mais citada na literatura é o eletropolimento (Kiaei et al.,1995; Humphreys,1999; Mehnert et al.,1999; Ubhi et al.,1995 e 1996; Rios et al.,2001). O polimento mecânico-químico com uma solução de ataque incorporada a alumina ou sílica coloidal e o polimento químico também são sugeridos por diversos autores (Schwarzer,1997).

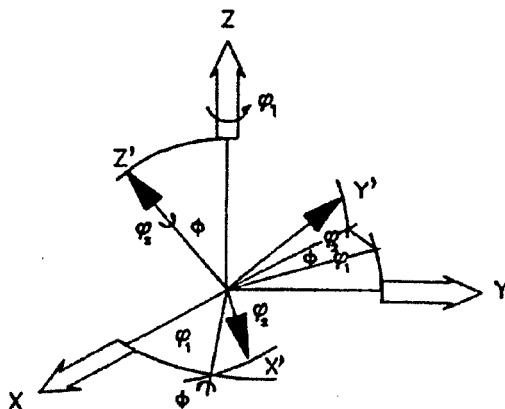
Katrakova e Mücklich (2001) sugerem em seu trabalho de preparação de amostras para análise por EBSD para diversos materiais e propõe a utilização do índice de qualidade da imagem (IQ) para avaliação da preparação da amostras, e descrevem diversas técnicas de preparação para diversos materiais metálicos. Porém não existe na literatura descrito um método confiável para se determinar com confiança que o processo de preparação da amostra possibilitou a retirada total da camada deformada.

## 5. FUNÇÃO DISTRIBUIÇÃO DE ORIENTAÇÕES

A função distribuição de orientações (FDO) (no inglês: orientation distribution function – ODF) é uma função densidade que descreve as densidades das orientações dos cristalitos presentes no volume considerado.

A análise quantitativa da textura obtida pela função distribuição de orientações somente é feita por métodos matemáticos. Williams usa uma solução iterativa pelo método dos mínimos quadrados, enquanto que Roe e Bunge propuseram, independentemente, o método da expansão em série usando esféricos harmônicos generalizados. A abordagem de Bunge (1982) é utilizada para a obtenção da função distribuição de orientações tanto para a técnica de EBSD utilizando o programa OIM, como para a técnica de difração de raios X com o programa de computador desenvolvido por Lima (1991).

Nesta seção é descrito o método dos harmônicos esféricos utilizado por Bunge para a determinação da função distribuição de orientações, e os métodos utilizados pelas duas técnicas para a obtenção dos coeficientes da expansão em série, considerando o caso de chapas laminadas onde a simetria da amostra é ortorrômbica e a para a simetria cúbica do cristal.



**Figura 5.1:** Definição dos ângulos de Euler entre os sistemas de eixos coordenados da amostra e do cristal.

Para se descrever a orientação de um cristalito em uma posição (x,y,z) dentro do material é necessário fixar um sistema de coordenada na amostra e outro no cristalito, a orientação pode ser descrita pelas rotações necessárias para que os dois sistemas sejam coincidentes. No caso das chapas laminadas o sistema da amostra é referenciado em relação à direção de laminação (DL), a direção transversal (DT) e a direção normal ao plano da chapa (DN) e nos cristalitos o sistema é fixado nas direções <100>, <010> e <001> do retículo de Bravais cúbico do arranjo atômico.

A Fig. 5.1 mostra a definição dos ângulos de Euler entre o sistema de eixos coordenados da amostra e o sistema de eixos coordenados do cristal quando este sofre uma rotação definida como:

$$g = g(\varphi_1, \phi, \varphi_2) \quad (5.1)$$

Escrevendo a rotação g explicitamente temos:

$$\begin{aligned} \varphi_1 &= \varphi_1(x, y, z) \\ \phi &= \phi(x, y, z) \\ \varphi_2 &= \varphi_2(x, y, z) \end{aligned} \quad (5.2)$$

portanto, para a descrição completa da orientação de um cristalito são necessárias três equações com três incógnitas cada uma, o tratamento matemático a partir destas equações para a descrição das orientações de muitos cristalitos visando o estudo de propriedades físicas que dependem da orientação cristalográfica é muito complicado.

Quando o interesse é a distribuição total das orientações dentro material, a microtextura, pode-se desconsiderar a posição e fazer a seguinte simplificação:

$$\frac{dV}{V} = f(g)dg \quad (5.3)$$

onde: dV é a totalidade dos elementos de volume da amostra que possuem a orientação g dentro do elemento de orientação dg e V o volume total da amostra.

No caso das medidas obtidas por EBSD onde a orientação de cada grão é medida individualmente a função distribuição do número de cristalitos (N) é definida de maneira similar:

$$\frac{dN}{N} = f(g)dg \quad (5.4)$$

A função distribuição de orientações é uma função densidade e, portanto pode ser normalizada de maneira que:

$$\oint f(g)dg = 1 \quad (5.5)$$

para uma amostra que não apresenta nenhuma orientação preferencial temos que:

$$f_r \oint dg = 1 \quad (5.6)$$

o elemento de orientação  $dg$  em termos dos ângulos de Euler é escrito como:

$$dg = \frac{1}{8\pi^2} \sin \phi d\phi d\varphi_1 d\varphi_2 \quad (5.7)$$

portanto:

$$f_r = 1.$$

Normalizada desta maneira a função é expressa em termos de múltiplos da distribuição aleatória.

## 5.1 O Método da Expansão em Série

Uma das possíveis soluções para a equação diferencial da função distribuição de orientações é a expansão em série de harmônicos esféricos, que expressa em termos dos ângulos de Euler tem-se:

$$f(\varphi_1, \phi, \varphi_2) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{m=-l}^{+l} \sum_{n=-l}^{+l} C_1^{mn} e^{im\varphi_2} P_l^{mn}(\phi) e^{in\varphi_1} \quad (5.8)$$

onde:  $P_l^{mn}(\phi)$  são certas generalizações das funções associadas de Legendre.

Como  $f(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$  é uma função distribuição de densidades, isto implica que é uma quantidade real então:

$$f(\varphi_1, \phi, \varphi_2) = f^*(\varphi_1, \phi, \varphi_2) \quad (5.9)$$

onde: o asterisco denota o complexo conjugado, isto implica que os coeficientes da expansão em série possuem a seguinte propriedade:

$$C_1^{-m-n} = (-1)^{m+n} C_1^{*mn}.$$

Outra consideração importante refere-se a simetria presente no cristal, assim como a simetria estatística presente na amostra, que fazem com que várias rotações sejam equivalentes.

A partir destas considerações é possível ver que para que  $f(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$  satisfaça a condição de quantidade real e as condições de simetria é necessário que alguns dos

coeficientes sejam nulos e outros iguais entre si, assim a expansão em série pode ser substituída pela expressão:

$$f(g) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{\nu=1}^{N(l)} C_l^{\mu\nu} \ddot{T}_l^{\mu\nu}(g) \quad (5.10)$$

onde:

$$\ddot{T}_l^{\mu\nu}(g) = \ddot{T}_l^{\mu\nu}(\varphi_1, \phi, \varphi_2) = e^{i\mu\varphi_2} P_l^{\mu\nu}(\phi) e^{i\nu\varphi_1} \quad (5.11)$$

e  $\ddot{T}_l^{\mu\nu}(g)$  são harmônicos esféricos generalizados simétricos, os pontos a esquerda indicam a simetria do cristal e os a direita da amostra, as funções simétricas são todas combinações lineares de funções usuais, portanto podem ser escrita como:

$$\ddot{T}_l^{\mu\nu}(g) = \sum_{m=-l}^{+l} \sum_{n=-l}^{+l} \dot{A}_l^{m\mu} \dot{A}_l^{n\nu} T_l^{mn}(g) \quad (5.12)$$

que pode ser escrita como:

$$\ddot{T}_l^{\mu\nu}(g) = \sum_{m=-l}^{+l} \dot{A}_l^{m\mu} T_l^{m\nu}(g) = \sum_{n=-l}^{+l} \dot{A}_l^{n\nu} T_l^{m\mu}(g) \quad (5.13)$$

desta maneira os coeficiente  $\dot{A}_l^{m\mu}$  expressam a simetria do cristal e os coeficiente  $\dot{A}_l^{n\nu}$  devem ser escolhido de maneira a satisfazer a simetria da amostra, os valores de  $M(l)$  e  $N(l)$  representam o número de soluções independentes que são enumeradas pelos índice  $\mu$  e  $\nu$ , respectivamente. Desta maneira os coeficientes  $\dot{A}_l^{m\mu}$  e  $\dot{A}_l^{n\nu}$  dependem apenas da simetria do cristal e da simetria da amostra, respectivamente.

Os harmônicos esféricos generalizados simétricos compõem um sistema de equações ortonormais de maneira que:

$$\oint \ddot{T}_l^{\mu\nu}(g) \ddot{T}_l^{*\mu'\nu'}(g) dg = \frac{1}{2l+1} \delta_{ll'} \delta_{\mu\mu'} \delta_{\nu\nu'} \quad (5.14)$$

Denotando os índices na equação (5.10) por  $l'$ ,  $\mu'$  e  $\nu'$  e multiplicando ambos os lados por  $\ddot{T}_l^{\mu\nu}(g)$  temos:

$$\oint f(g) \ddot{T}_l^{\mu\nu}(g) dg = \sum_{l'=0}^{\infty} \sum_{\mu'=1}^{M(l')} \sum_{\nu'=1}^{N(l')} C_{l'}^{\mu'\nu'} \oint \ddot{T}_l^{\mu'\nu'}(g) \ddot{T}_l^{\mu\nu}(g) dg \quad (5.15)$$

usando a equação (5.14) temos

$$C_l^{\mu\nu} = (2l+1) \oint f(g) \ddot{T}_l^{\mu\nu}(g) dg \quad (5.16)$$

portanto conhecendo os valores de  $f(g)$  é possível obter os coeficientes da expansão em série ou obtendo-se os coeficientes é possível obter a  $f(g)$ .

A maneira de calcular os coeficientes  $C_1^{\mu\nu}$  depende dos dados experimentais disponíveis.

## 5.2 Cálculo dos Coeficientes $C_1^{\mu\nu}$ a partir das Figuras de Pólos Incompletas

O cálculo dos coeficientes  $C_1^{\mu\nu}$  somente é possível a partir dos dados de figuras de pólos completas, porém a técnica de difração de raios X não permitem a obtenção destas utilizando apenas um tipo de arranjo experimental (reflexão ou transmissão). Lima et al. (1986) propuseram o seguinte método matemático para a obtenção da figura de pólo completa a partir de dados experimentais da figura de pólos incompleta medida pelo método da reflexão.

O método desenvolvido baseia-se no método proposto por Bunge utilizando também uma expansão em série para descrever matematicamente a figura de pólos:

$$Ph_i(y) = \sum_{l=0}^{L_{\text{máx}}} \sum_{v=1}^{N(l)} \left[ \frac{4\pi}{2l+1} \sum_{\mu=1}^{M(l)} C_1^{\mu\nu} \dot{K}_1^{*\mu}(h_i) \right] \bullet \dot{K}_1^{\nu}(y) \quad (5.17)$$

onde:  $h_i = (h_i, k_i, l_i)$  representa os índices de Miller do plano cristalográfico escolhido, y o sistema de coordenadas da amostra  $(\alpha, \beta)$ ,  $\dot{K}_1^{*\mu}$  e  $\dot{K}_1^{\nu}$  são os harmônicos esféricos de superfície simétricos do cristal e da amostra respectivamente, e  $C_1^{\mu\nu}$  os coeficiente a serem calculados.

O método se baseia na hipótese que:

$$\sum_i \int_B [Ph_i(y)_{\text{observado}} - Ph_i(y)_{\text{calculado}}]^2 dy = \text{mín} \quad (5.18)$$

onde: i é o número de figuras de pólos incompletas, B é a região analisada  $(0 < \alpha < \alpha_{\text{máx}})$  e  $(0 < \beta < \frac{\pi}{2})$ , o limite de  $\beta$  é definido pela simetria estatística da amostra.

Substituindo a equação (5.17) na equação (5.18) e introduzindo o fator de normalização  $N_i$ , temos:

$$\sum_i \int_B \left[ N_i \text{Ph}_i(y)_{\text{observado}} - \sum_{l=0}^{L_{\text{máx}}} \sum_{v=1}^{N(l)} \left[ \frac{4\pi}{2l+1} \sum_{\mu=1}^{M(l)} C_l^{\mu v} \dot{K}_l^{*\mu}(h_i) \right] \cdot \dot{K}_l^v(y) \right]^2 dy = \text{mín} \quad (5.19)$$

onde:

$$N_i = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi/\sqrt{2}} \int_0^{\sqrt{2}} \text{Ph}_i(y) dy \quad (5.20)$$

Para o caso da simetria do cristal cúbica a expressão (5.20) pode ser aproximada por:

$$N_i = \frac{\int_B \text{Ph}_i(y) dy}{\int_B dy} \quad (5.21)$$

Derivando a equação (5.19) em relação à  $C_l^{\mu v}$  e re-arranjando as variáveis:

$$\sum_i \int_B \dot{K}_v^{*\mu'}(h_i) \dot{K}_v^{v'}(y) \times \left[ N_i \hat{\text{Ph}}_i(y)_{\text{observado}} - \sum_{l=0}^{L_{\text{máx}}} \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{v=1}^{N(l)} \frac{4\pi}{2l+1} C_l^{\mu v} \dot{K}_l^{*\mu}(h_i) \dot{K}_l^v(y) \right] dy = 0 \quad (5.22)$$

$$\dot{K}_v^{*\mu}(h_i) \int_B \hat{\text{Ph}}_i(y)_{\text{observado}} \dot{K}_l^v(y) dy = A_l^{\mu v}(h_i) \quad (5.23)$$

$$\int_B \dot{K}_l^{*v}(h_i) \dot{K}_l^{v'}(y) dy = \xi_{ll'}^{vv'} \quad (5.24)$$

$$\sum_i \frac{4\pi}{2l+1} \dot{K}_v^{*\mu}(h_i) \dot{K}_v^{*\mu'}(h_i) = \alpha_{ll'}^{\mu\mu'} \quad (5.25)$$

Re-escrevendo a equação (5.22):

$$\sum_{l=0}^{L_{\text{máx}}} \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{v=1}^{N(l)} \frac{4\pi}{2l+1} C_l^{\mu v} \alpha_{ll'}^{\mu\mu'} \xi_{ll'}^{vv'} = \sum_i N_i A_l^{\mu v'}(h_i) \quad (5.26)$$

Para o caso da simetria da amostra ortorrômbica os harmônicos esféricos de superfície simétricos podem ser escritos como:

$$\dot{K}_l^v(y) = \frac{\varepsilon^v}{\sqrt{2\pi}} \bar{P}_1^{2(v-1)}(\cos\alpha) \cdot \cos[(2v-1)\beta] \quad (5.27)$$

onde:  $\varepsilon^v = 1$  para  $v=1$  e  $\varepsilon^v = \sqrt{2}$  para  $v \neq 1$  e  $\bar{P}_l(\cos\alpha)$  são os polinômios de Legendre associados. E também devido à simetria temos:

$$\xi_{\parallel}^{\nu\nu'} = \xi_{\parallel}^{\nu} \delta_{\nu\nu'}, \text{ onde } \delta \text{ é a função delta de Dirac.}$$

A equação (5.26) torna-se então:

$$\sum_{l=0}^{L_{\text{máx}}} \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{\nu=1}^{N(l)} \frac{4\pi}{2l+1} C_1^{\mu\nu} \alpha_{\parallel}^{\mu\nu} \xi_{\parallel}^{\nu} = \sum_i N_i A_1^{\mu\nu\nu'}(h_i) \quad (4.28)$$

onde os termos  $\alpha_{\parallel}^{\mu\nu}$  e  $\xi_{\parallel}^{\nu}$  dependem apenas da simetria do cristal e da amostra e o termo no segundo membro da equação dos dados experimentais. Desta maneira a partir do sistema formado pelas equações (5.28) é possível obter-se os coeficientes  $C_1^{\mu\nu}$  da expansão em série.

### 5.3 Cálculo dos Coeficientes $C_1^{\mu\nu}$ a partir de Medidas Individuais de Orientação (EBSD)

As medidas individuais de orientações fornecem o valor da  $f(g)$  diretamente, Bunge (1982) propôs um algoritmo para cálculo dos coeficientes  $C_1^{\mu\nu}$  a partir da equação (5.16), que pode ser escrita considerando-se as orientações de diversos cristais diferentes como:

$$C_1^{\mu\nu} = (2l+1) \frac{\sum_{i=1}^N V_i \ddot{T}_1^{*\mu\nu}(g_i)}{\sum_{i=1}^N V_i} \quad (5.29)$$

onde:  $\ddot{T}_1^{*\mu\nu}(g_i)$  é o harmônico esférico generalizado simétrico da orientação  $i$ ,  $V$  o volume do grão com orientação  $g_i$  e  $N$  o número de grão amostrados.

Neste algoritmo as orientações  $g_i$  são modeladas por uma função de Dirac, isto é  $g$  somente é diferente de zero para os pontos  $g=g_i$ . O valor de  $L_{\text{máx}}$  neste caso deve ser escolhido suficiente grande para que a  $f(g)$  calculada seja uma função suavizada de maneira que a largura média dos máximos seja da mesma magnitude da separação entre eles e suficientemente pequena para que orientações individuais não sejam resolvidas.

Esta abordagem implica no cálculo de  $f(g)$  negativas ao redor dos picos de máximo devido ao efeito de truncamento da série, o que não tem sentido no caso de uma função distribuição. Considerando isto alguns autores propuseram o modelamento de cada orientação por uma função gaussiana (Baudin e Penelle,1993), de modo que:

$$C_1^{\mu\nu} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N K T_1^{mn}(g_i) \quad (5.30)$$

onde:

$$K = \frac{e^{\left(\frac{-1^2\omega^2}{4}\right)} - e^{\left(\frac{-(1+1)^2\omega^2}{4}\right)}}{1 - e^{\left(\frac{-\omega^2}{4}\right)}} \quad (5.31)$$

onde:  $\omega$  é a largura do pico da gaussiana centrada na orientação  $g_i$ .

O parâmetro  $\omega$  está relacionado com a largura a meia altura da gaussiana por:

$$\omega = \frac{b}{2\sqrt{\ln 2}} \quad (5.32)$$

onde  $b$  representa o espalhamento ao redor da orientação.

Wagner et al. (1981) discutiram a escolha de  $\omega$  em função da escolha de  $L_{\text{máx}}$  da expansão em série e sugerem os valores de  $8^\circ$  e  $5^\circ$  para  $L_{\text{máx}}=22$  e  $L_{\text{máx}}=34$ , respectivamente. Posteriormente Wagner mostrou que  $\omega$  também pode ser relacionado com o “sharpness” da textura ( $p$ ) e com o número de medidas individuais.

Baudin e Penelle (1993) apud Wright e Adams sugerem a utilização da seguinte expressão no caso de material com estrutura cúbica e amostra com simetria ortorrômbica:

$$\omega = \left( \frac{\pi p}{2N} \right)^{1/3} \quad (5.33)$$

onde:  $p$  é o parâmetro que descreve o sharpness da textura ( $p=1$  para amostras aleatória e  $p \rightarrow 0$  para amostras fortemente texturadas) e  $N$  o número de medidas de orientações.

No caso da utilização do recurso de amostragem por malha do programa OIM para aquisição de dados os coeficientes  $C_1^{\mu\nu}$  passam a ser calculados pela expressão:

$$C_1^{\mu\nu} = \frac{(2l+1)}{N} \sum_{i=1}^N K T_1^{*mn}(g_i) \quad (5.34)$$

onde:  $N$  é o número de orientações medidas,  $K$  como definido na expressão (5.31) e  $T_1^{mn}$  são as funções harmônicas esféricas.

O uso da expressão (5.34) acarreta erro se o passo da malha for escolhido de maneira que cada grão seja amostrado uma única vez, neste caso o procedimento mais correto é a medida de orientações aleatória na amostra.

## 5.4 O Índice “J” de Textura

Para representar a intensidade de textura de um material Bunge (1982) propôs a utilização do índice “J” de textura definido como:

$$J = \frac{1}{8\pi^2} \int [f(g)]^2 dg \quad (5.38)$$

onde:  $f(g)$  é a função distribuição de orientações integrada no espaço de Euler. Para amostras sem textura  $f(g)=1$ , portanto  $J=1$  para um monocristal  $J \rightarrow \infty$ .

## 5.5 O Parâmetro $\rho$

Para a comparação entre as funções distribuição de orientações obtidas por difração de raios X e por EBSD, Pospiech propôs a análise da convergência entre os dados obtidos por EBSD e por difração de raios X utilizando o parâmetro estatístico  $\rho$ , o qual representa o desvio médio quadrático relativo entre as duas texturas (Randle e Engler,2000):

$$\rho_{0,N} = \frac{\int (F_0 - F_N)^2 dg}{\int F_N^2 dg} \cdot 100\% \quad (5.35)$$

onde:  $F_0$  é a função distribuição de orientações obtida por difração de raios X e  $F_N$  a função distribuição de orientações obtida por EBSD.

O número de medidas de orientações individuais  $N$  necessário para que o parâmetro  $\rho_{0,N}$  seja mínimo na comparação dos resultados obtidos pelas duas técnicas é determinado a partir do qual o valor do parâmetro  $\rho_{0,N}$  é praticamente constante. A Fig. 5.2 apresenta a evolução para uma amostra de Al-1,3%Mn.

Este parâmetro também pode ser utilizado para se determinar o número de orientações necessárias para que a função distribuição de orientações obtida a partir dos dados de EBSD seja estatisticamente representativa quando não se dispõe de uma função distribuição de orientações de referência. Neste caso define-se:

$$\rho_{N',N} = \frac{\int (F_{N'} - F_N)^2 dg}{\int F_N^2 dg} \cdot 100\% \quad (5.36)$$

onde:  $F_{N'}$  e  $F_N$  são as funções distribuição de orientações obtidas com  $N' < N$  dados de medidas de orientações individuais (vide Fig. 5.2).

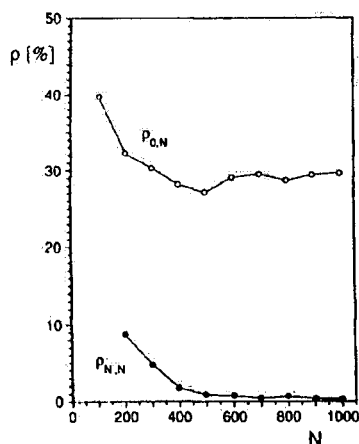


Figura 5.2: Evolução do parâmetro  $\rho_{0,N}$  e  $\rho_{N,N}$  para uma amostra de Al-1,3%Mn (Randle e Engler,2000).

O parâmetro  $\rho_{N,N}$  converge para zero, enquanto que o parâmetro  $\rho(0,N)$  tende a estabelecer um patamar em valor superior a zero. Esta diferença pode ser atribuída a existência de “phon” (isto é, uma componente aleatória) a qual é mais intensa nas medidas obtidas por EBSD, uma vez que todos os grãos mapeados contribuem para o cálculo da função distribuição de orientações (Baudin et al.,1995; Jura et al.,1996).

Os parâmetros  $\rho_{0,N}$  e  $\rho_{N,N}$  são influenciados por outros fatores como a intensidade de textura, a largura da gaussiana adotada para o cálculo da função distribuição de orientações, e o procedimento de amostragem.

Johansson ( 2001) em um trabalho comparativo entre funções distribuição de orientações obtidas por difração de neutrons e EBSD prôpos para o parâmetro  $\rho$  a seguinte definição:

$$\rho_{i,j} = \frac{\int (f_i - f_j)^2 dg}{\sqrt{\int f_i^2 dg \int f_j^2 dg}} \quad (5.37)$$

onde:  $f_i$  e  $f_j$  são as funções distribuição de orientações obtidas por difração de neutrons e EBSD, respectivamente.

Baudin e Penelle (1993) utilizaram para a comparação de duas funções distribuição de orientações obtidas por EBSD a expressão proposta por Wright e Adams:

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{J_{diff}} \sum_{j=1}^J [F_a(g_j) - F_b(g_j)]^2} \quad (5.38)$$

onde:  $F_a(g_i)$  e  $F_b(g_j)$  são as funções distribuição de orientações e  $J_{diff}$  o índice de textura diferencial definido como:

$$J_{diff} = \sum_{l,m,n} 4\pi^2 [{}^a f_{lmn} - {}^b f_{lmn}]^2 \quad (5.39)$$

onde:  ${}^a f_{lmn}$  e  ${}^b f_{lmn}$  são os coeficientes dos harmônicos esféricos.

Neste trabalho utilizou-se o parâmetro  $\rho'_{r,N}$ , que caracteriza a diferença entre as funções distribuição de orientações obtidas por difração de raios X e por difração de elétrons retroespalhados, definido como:

$$\rho'_{r,N} = \frac{\oint (F_r - F_N)^2 dg}{\oint F_r^2 dg} \cdot 100\% \quad (5.37)$$

onde:  $F_r$  é a função distribuição de orientações calculada a partir dos dados de difração de raios X e  $F_N$  a partir dos dados de difração de elétrons retroespalhados.

Randle e Engler (2000) apresentam a Fig. 5.3 a fim de ilustrar o efeito da amostragem na evolução do parâmetro  $\rho_{N',N}$  para uma amostra de  $Ni_3Al$  com tamanho de grão de  $40\mu m$ . Pode-se ver que a amostragem com passo de  $80\mu m$  converge mais rapidamente para zero, neste caso a orientação de cada grão é representada por uma medida única, este tipo de medida é chamada de textura de número, e são amostrados grão não contíguos. Quando se utiliza o passo de  $4\mu m$  cada grão será representado pela medida de 10 orientações, chamada de textura de volume, a convergência é mais lenta e para um valor diferente de zero.

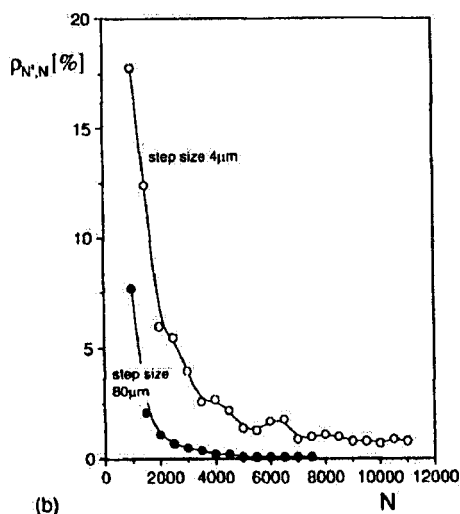


Figura 5.3: Influência do procedimento de amostragem no parâmetro  $\rho_{N',N}$  (Randle e Engler,2000).

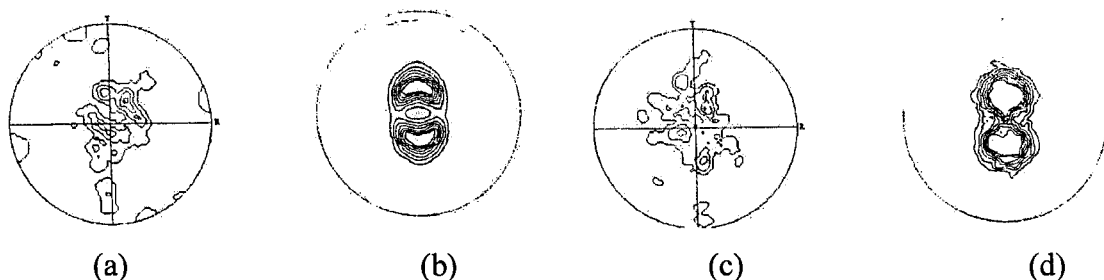
## 6. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O levantamento bibliográfico mostrou que a técnica de EBSD tem sido utilizada em ciências dos materiais como uma ferramenta importante em estudos que envolvem o conhecimento da orientação cristalográfica correlacionada com a microestrutura. No levantamento bibliográfico pode-se observar que existem duas correntes de pensamento quanto a utilização de EBSD para a análise de microtextura, uma mais conservadora que considera que a microtextura deve ser medida pela técnica de difração de raios X e que este resultado deve ser utilizado para corroborar as medidas de microtextura e outra que utiliza a técnica na medida da microtextura.

A forma de representação dos dados é a mais variada possível; para a microtextura são utilizados as figuras de pólos normal e inversa, a FDO (seção  $\varphi_2$  const=45°) e os gráficos de fibras; no caso dos dados de EBSD as formas mais comuns são a figura de pólo inversa e a FDO (seção  $\varphi_2$  const=45°). A seguir são apresentados resumos dos trabalhos levantados com comentários sobre a forma de apresentação dos resultados tendo em vista que o interesse está na forma de utilização das duas técnicas na análise da microtextura. Tomou-se o cuidado de manter a nomenclatura utilizada pelo autor para designar o tipo de textura analisada.

**Randle** (1994) utilizou a técnica de EBSD para a análise da homogeneidade da microtextura de aços intersticiais livres (IF), laminados a frio e recozidos, foram analisados grupos de 40 a 150 grãos contíguos no plano da chapa e no plano da espessura. A análise de dois grupos mostrou a existência de uma fibra  $\langle 111 \rangle$  no plano da chapas e a análise de vários grupos no plano da espessura apresentou pequenas diferenças que não comprometem a conclusão que a microtextura é homogênea, diferenças significativas são verificadas na análise de 50 ou menos grãos. Infelizmente no artigo os resultados são apresentados de maneira qualitativa não podendo neste caso avaliar a intensidade de textura da amostra.

Ubhi e Bowen (1995) utilizaram a técnica para a análise da textura de titânio laminado a frio e recozido, para a análise por EBSD foram coletados 100 dados pontuais; os resultados são apresentados qualitativamente na forma de figuras de pólos, mostradas na Fig. 6.1. Os autores consideraram que as figuras estão em razoável concordância entre si, talvez por um pouco de entusiasmo.



**Figura 6.1:** Figuras de pólos de uma amostra, de titânio laminado, obtidas por EBSD (a) e (c), e por difração de raios X (b) e (d) (Ubhi e Bowen,1995).

Kiaei et al. (1995) estudaram a textura global e textura local em aços para embutimento profundo pelas técnicas de difração de raios X e de EBSD, respectivamente, objetivando o estudo do modelo da nucleação orientada e do modelo do crescimento orientado. As amostras foram laminadas a frio industrialmente até redução de 70% e espessura final de 0,7 mm, recozidas em várias temperaturas até a recristalização total com uma taxa de aquecimento de 10 deg/s e resfriadas em água. As medidas de textura por difração de raios X foram realizadas na meia-espessura e as de EBSD na seção transversal. A medida da orientação por EBSD permite diferenciar grãos recristalizados de grão altamente recuperados, os padrões para os grãos recristalizados são estáveis e claros enquanto que para a matriz são borrados. Foram medidas 300 orientações de grãos recristalizados e 150 de grãos deformados na matriz. Foram também medidas as frações recristalizadas para as diversas temperaturas de tratamento térmico. Os resultados para textura global foram apresentados na forma de gráficos de fibras e os de textura local em figuras de pólos inversas para os grãos recuperados e recristalizados separadamente. Os autores concluem que os resultados das duas técnicas indicam que a textura da chapa laminada a quente é fraca, e que a laminada a frio pode ser descrita pelas fibras  $\alpha$  e  $\gamma$ .

Paillard et al. (1996) realizaram estudos da textura de recristalização em ligas de Fe-3%Si utilizando as técnicas de difração de raios X e EBSD, a textura das amostras laminadas a frio foram estudada por difração de raios X utilizando os dados de três figuras de pólos

incompletas pelo método harmônico com  $L_{\text{máx}}=22$ . Para as amostras recozidas ambas as técnicas foram utilizadas, para as amostras tratadas a temperaturas mais baixas deu-se preferência a técnica de difração de raios X e para amostras recozidas a temperaturas superiores a 1050°C, com tamanho de grão entre 200 e 400  $\mu\text{m}$  utilizou-se a técnica de EBSD. Para a obtenção dos coeficientes da expansão em série a partir dos dados obtidos por EBSD foi usado o método harmônico com  $L_{\text{máx}}=34$  e os dados ajustados por uma função gaussiana. O número de grãos necessário para uma boa estatística foi avaliado através do valor de  $f(g)$  máximo obtendo-se neste caso o valor de 200 medidas. Os resultados foram apresentados na forma de tabelas relacionando o tratamento térmico com as orientações encontradas.

**Baudin** et al. (1996) realizaram estudos comparativos de textura global e da textura local, em intermetálicos com mais de uma fase, utilizando as técnicas de difração de raios X e de EBSD, respectivamente. A função distribuição de orientações foi calculada pelo método harmônico utilizando o formalismo de Roe. A obtenção dos dados pela técnica de EBSD foi realizada pela movimentação da amostra. Para a liga de titânio composta das fases cúbica e hexagonal com aproximadamente a mesma fração volumétrica foi utilizada uma malha de  $X=Y=200\mu\text{m}$  e  $\Delta X=\Delta Y=1\mu\text{m}$ , os resultados foram apresentados na representação de seções do espaço de Euler para a seção  $\phi_1=90^\circ$  para ambas as técnicas. As figuras são semelhantes, porém o pólo de máxima intensidade encontra-se um pouco deslocado e não são apresentadas as legendas o que impossibilita uma comparação quantitativa. Os autores concluem que os resultados são similares uma vez que o máximo pelas duas técnicas é próximo a componente  $\{130\}\langle 001\rangle$  e atribuem as diferenças ao posicionamento da amostra durante o experimento e a escolha da largura da gaussiana utilizada. Concluem também que o número de grãos é suficiente para o cálculo da FDO. O tamanho de grão não é especificado pelos autores, uma micrografia inserida no trabalho sugere a presença de grãos  $\alpha$  da ordem de 5 a 10  $\mu\text{m}$  em uma matriz  $\beta$ . Os autores concluem que para as medidas de EBSD o parâmetro mais importante é a escolha do número de orientações para calcular a FDO, e que este depende do procedimento experimental, sugerem que uma primeira medida deve ser realizada por difração de raios X para verificar se a área utilizada na medida por EBSD é representativa da superfície total.

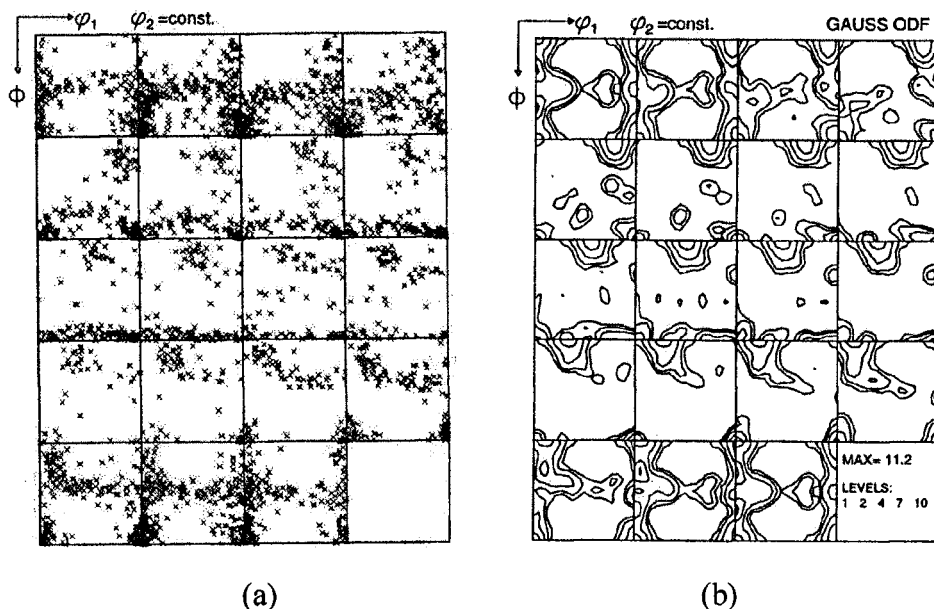
**Mishin** et al. (1997) usaram a técnica de EBSD para análise da microtextura de uma amostra de cobre laminado a quente, foram medidas 300 orientações em duas regiões separadas da amostra perfazendo uma área total de  $1,2 \times 10^5 \mu\text{m}^2$ . A análise da microtextura foi realizada por difração de raios X. Os resultados foram apresentados na forma de figuras de pólos inversas e FDO para as duas técnicas. As figuras de pólos inversas mostram uma boa concordância qualitativa dos dados, assim como as FDOs apresentadas; porém nestas últimas é possível ver que há uma diferença no valor máximo obtido nos dois casos, para microtextura o valor máximo de  $f(g)$  foi de 10,4 e para DRX foi de 7,1.

**Miroux** et al. (1998) estudaram o efeito do nível da laminação a frio na textura de recristalização de aços baixo carbono usando para a análise de microtextura a técnica de difração de raios X e para medidas de orientação local EBSD; são apresentadas no trabalho a título de comparação as FDOs das amostras: laminada a frio com redução de 90% e 100% e recristalizada obtidas por difração de raios X, e a FDO dos primeiros núcleos que aparece na amostra parcialmente recristalizada obtida por EBSD. As FDOs dos primeiros núcleos e da amostra 100% recristalizada são iguais, não são apresentados valores quantitativos uma vez que o interesse é verificar a mudança de orientação entre a amostra laminada e a recristalizada e estudar a orientação dos primeiros núcleos.

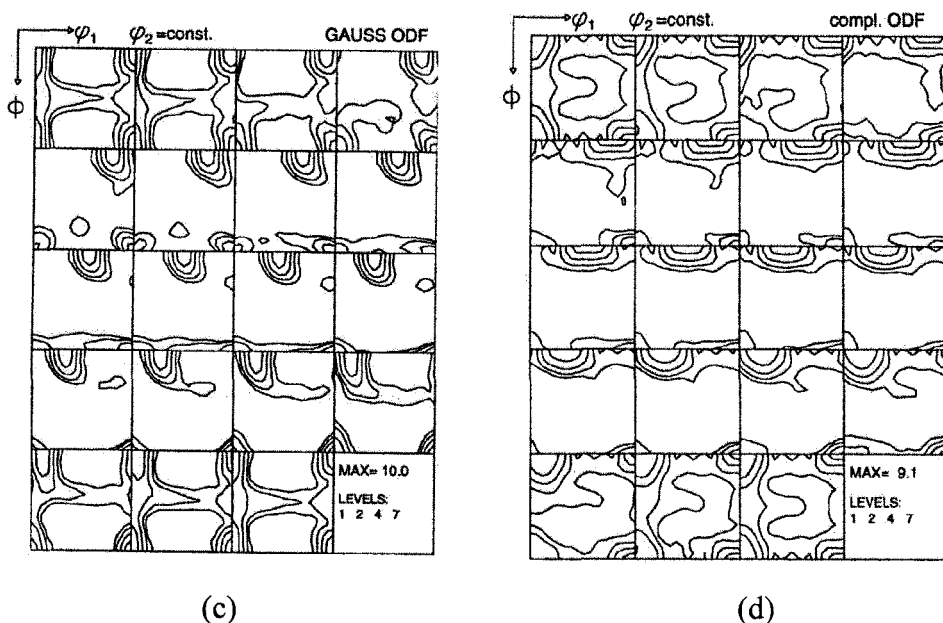
**Mehnert** et al. (1999) realizaram um estudo comparativo dos dados de textura medidos pelas técnicas de difração de raios X e por EBSD para uma amostra de zircaloy-4 (estrutura hexagonal) e para uma superliga a base de Ni de estrutura cúbica. Para a aquisição de dados foi utilizado o método de varredura por deslocamento da amostra percorrendo uma malha de  $500 \times 250$  e  $400 \times 100$  pontos com espaçamento de  $2 \mu\text{m}$ , para ambas as varreduras. Os resultados são apresentados na forma de figuras de pólos para os planos  $\{0002\}$  e  $\{11\bar{2}0\}$ . Para a amostra de zircaloy; as figuras apresentadas podem ser consideradas iguais quanto as posições dos pólos, sendo que para o plano  $\{0002\}$  o valor de máximo tem precisão na primeira casa decimal, já para o plano  $\{11\bar{2}0\}$  este valor apresenta diferença significativa. Os autores calcularam o fator de Kearns e obtiveram valores muito próximos para as duas reflexões. Os resultados para a liga de níquel foram apresentados na forma de figura de pólos do plano  $\{200\}$  e de FDOs para as duas técnicas

e apesar dos resultados serem apenas qualitativos, as figuras de pólos e as FDOs mostram-se semelhantes entre si e com valores de máximo muito próximos.

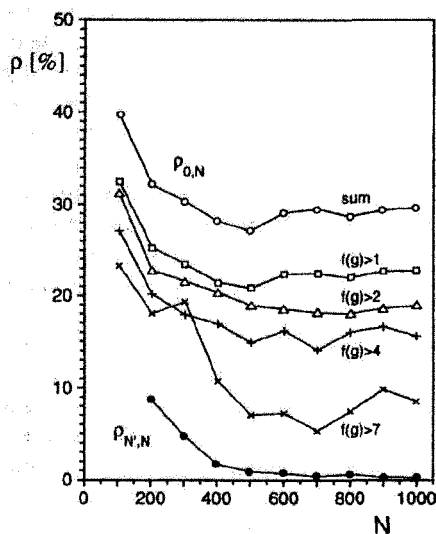
**Randle e Engler (2000)** apresentaram um estudo sistemático comparando as duas técnicas utilizando como material a liga de alumínio com 1,3% Mn, laminada até redução de 92% e recristalizada a 450°C. Na Fig. 6.2 são apresentadas: (a) a distribuição das orientações de 1.000 grãos no espaço de Euler, (b) a FDO calculada pelo método da expansão em série utilizando-se medidas de orientações de 100 grãos; (c) a FDO calculada para a distribuição apresentada em (a) e (d) a FDO obtida por difração de raios X. Os autores consideram que as Fig. 6.2(a) e (d) assemelha-se fortemente e que apenas detalhes finos e pequenas variações da intensidade não puderam ser resolvidos, entretanto, no decorrer do trabalho consideram que a comparação entre as FDO pelo método direto Fig. 6.2(a) e pelo método indireto Fig. 6.2(c) é dificultada uma vez que a intensidade no método direto depende da dimensão da célula e é afetada localmente pela distorção do espaço. Na Fig. 6.3 é apresentada a evolução do parâmetro  $\rho_{r,N}$  em função de conjuntos de  $f(g) > 1, 2, \dots$  etc., mostrando que  $\rho_{r,N}$  converge mais rapidamente para valores de  $f(g)$  mais altos.



**Figura 6.2:** FDOs de uma amostra de Al-1,3%Mn (laminado com redução de 92% e recristalizado por 10s a 450°C): (a) a distribuição das orientações de 1.000 grãos no espaço de Euler, (b) a FDO calculada pelo método da expansão em série utilizando-se medidas de orientações de 100 grãos; (c) a FDO calculada para a distribuição apresentada em (a) e (d) a FDO obtida por difração de raios X (Randle e Engler,2000).



**Figura 6.2:** FDOs de uma amostra de Al-1,3%Mn (laminado com redução de 92% e recristalizado por 10s a 450°C): (a) a distribuição das orientações de 1.000 grãos no espaço de Euler, (b) a FDO calculada pelo método da expansão em série utilizando-se medidas de orientações de 100 grãos; (c) a FDO calculada para a distribuição apresentada em (a) e (d) a FDO obtida por difração de raios X (Randle e Engler,2000).



**Figura 6.3:** Evolução do parâmetro  $\rho_{0,N}$  e  $\rho_{N,N}$  em função de conjuntos de  $f(g) > 1, 2, \dots$ etc (Randle e Engler,2000).

Engler (2001) apresentou resultados para macrotextura por difração de raios X e para microtextura para regiões com presença de bandas de cisalhamento, seu trabalho tinha por objetivo o estudo da textura local na nucleação da recristalização em bandas de

cisalhamento em ligas de Al-3%Mg. São apresentadas as FDOS obtidas por difração de raios X para as amostras: laminada a 90%, laminada a 90% e recristalizada e laminada a 97,5% e recristalizada; e para a técnica de EBSD as FDOs das regiões: da banda cubo, de contornos de grão, da banda de cisalhamento e da intersecção da banda de cisalhamento com os contornos de grãos; para estas análises foram medidos cerca de 350 grãos. É possível verificar que a textura total representa o conjunto das orientações encontradas nas regiões estudadas, o valor máximo de  $f(g)$  também mostra uma boa concordância.

**Caley** et al. (2001) estudando o desenvolvimento da textura de recristalização do tipo cubo em Fe-50%Ni utilizou a técnica de difração de raios X nas medidas de microtextura para as amostras laminadas e recristalizadas e a técnica de OIM para análise da microtextura varrendo uma área de  $300\mu\text{m}$  na direção de laminação por  $150\mu\text{m}$  na direção normal, com passo de  $1\mu\text{m}$  em forma de grade hexagonal. A partir dos dados de microtextura foi calculada a fração volumétrica das principais componentes de textura usando o método desenvolvido por Helming, os dados de EBSD foram classificados estatisticamente e os resultados apresentados na forma de gráficos de pontos e de barras mostrando uma boa concordância de comportamento dos dados de microtextura com a microtextura.

**Rios e Gottstein** (2001) usaram as técnicas de difração de raios X e EBSD para a análise de microtextura e microtextura, respectivamente, em Al-1%Mn para análise da evolução da textura em função da presença de contornos do tipo  $\Sigma 9$ . Os resultados apresentados na forma de gráficos de FDOs para ambas as técnicas discutem as mudanças de textura devido aos diferentes tratamentos térmicos a que foram submetidas às amostras e apresentam grande discrepância no valor de  $F(g)$  máximo, que são atribuídos ao pequeno número de grãos analisados.

**Johansson** et al. (2001) estudaram o gradiente de textura através da espessura da chapa de alumínio comercial, utilizando as técnicas de difração de nêutrons e EBSD com o objetivo de comparar os resultados e mostrar que a partir de dados de orientação individuais é possível representar a textura média. Porém os autores ressaltam que o conhecimento prévio, das possíveis orientações, obtidas por outros métodos é aconselhável.

**Park e Lee** (2001) estudaram a textura de deformação e de recristalização de tubos de Al-Mg-Si. Foram realizados tratamentos térmicos em diversas temperaturas e tempos e as micrografias apresentadas mostram que as amostras analisadas possuíam tamanho de grão médio variando de 100 a 500 $\mu$ m, com exceção de uma que apresentou crescimento anormal de grão. Para a textura global, analisada por difração de raios X, os resultados de todas as amostras foram apresentados na forma de figuras de pólos. A análise da textura local foi realizada em três amostras: deformada, tempo médio de recristalização e na amostra com crescimento anormal de grão; das figuras de pólos apresentadas apenas na da amostra deformada foi possível perceber a existência de pólos de orientação preferencial do plano considerado, e na amostra com grão anormal foi possível identificar a orientação do grão. A comparação dos resultados obtidos pelas duas técnicas, no entanto, não apresenta concordância para a orientação da amostra com crescimento anormal de grão.

## **7. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL**

No estudo experimental foram utilizadas as ligas de alumínio 1050 e 3003. As composições químicas nominais das ligas são apresentadas na Tab. 5.1. Na Tab. 5.2 são apresentadas as análises químicas realizadas por fluorescência de raios X.

**Tabela 5.1:** Composição química nominal das ligas utilizadas.

<b>Elemento</b>	<b>Liga</b>	
	<b>1050</b>	<b>3003</b>
Al	99,5	98,7
Mn	0,05	1-1,5
Mg	0,05	-
Si	0,25	0,6
Cu	0,05	0,05-0,2
Fe	0,4	0,7
Ti	0,03	-
V	0,05	-
Zn	0,05	0,1

O material foi recebido na forma de chapa após a etapa industrial de laminação a quente com espessura inicial de 5,75mm para a liga 1050 e de 6,8 mm para a liga 3003. Objetivando-se obter amostra com intensidade de textura variada o material foi laminado a frio com diversos graus de redução em laminador N° 35-LC-65-86 manufaturado por Indústria de Máquinas CHINELATTO Ltda., utilizando-se como lubrificante mistura de etanol com vaselina. A Tab. 5.3 apresenta a nomenclatura utilizada para cada amostra e a respectiva redução.

**Tabela 5.2:** Resultado das análises por fluorescência de raios X das ligas utilizadas.

Elemento	Liga	
	1050	3003
Al	Matriz	Matriz
Mn	0,02±0,01	1,06±0,01
Mg	0,04±0,01	0,05±0,01
Si	0,18±0,01	0,09±0,01
Cu	0,06±0,01	0,12±0,01
Fe	0,36±0,01	0,64±0,01
Ti	<0,01	<0,01
V	<0,01	<0,01
Zn	<0,01	<0,01

**Tabela 5.3:** Nomenclatura das amostras e respectiva redução por laminação a frio.

Amostra	Redução (%)
Al1050R60	60
Al1050R80	80
Al1050R94	94
Al3003R60	60
Al3003R80	80
Al 3003R80	90

As amostras foram submetidas a tratamento térmico a temperatura de  $(500\pm 2)^{\circ}\text{C}$ , para recristalização, em banho de sal tipo AVS250 da Brasimet, utilizando-se forno tipo poço Lindberg/Blue com controlador de temperatura Lindberg/Blue Modelo 240, a temperatura do banho foi controlada pela inserção de termopar no banho próximo à amostra e a temperatura medida por termômetro Fluke modelo 52. O resfriamento foi realizado em água a temperatura ambiente. Os tempos de tratamento térmico são apresentados na Tab. 5.4.

**Tabela 5.4:** Tempos de tratamento térmico a temperatura de  $(500\pm 2)^\circ\text{C}$  para recristalização.

Amostra	Tempo (s)
Al1050R60	90
Al1050R80	60
Al1050R94	40
Al3003R60	90
Al3003R80	60
Al3003R90	60

Para a preparação metalográfica as amostras foram embutidas em baquelita e lixadas com lixas 400, 600 e 1500, e polidas com pasta de diamante de 6, 3 e 1  $\mu\text{m}$ . O acabamento final foi realizado com polimento eletrolítico utilizando o equipamento Polectrol da marca Struers e como eletrólito a seguinte solução:

700 ml de etanol absoluto  
120 ml de água destilada  
100 ml de butil-glicol  
68 ml de ácido perclórico 70%.

As análises de textura por difração de raios X foram realizadas em um difratômetro da marca Rigaku, Modelo DMAX-2100, com acessório multipurpose, utilizando radiação de  $\text{Cu K}\alpha$  com foco ponto. O conjunto de fendas utilizado foi:  $1/4^\circ$  na posição de divergência, 4 mm na posição de espalhamento, 3 mm na posição de recepção, limitador de altura do feixe de 1,2 mm e fenda colimadora de Shulz. A Tab 5.5 apresenta a área iluminada em função do ângulo  $2\theta$ .

**Tabela 5.5:** Área iluminada para cada um dos planos medidos por difração de raios X.

Plano	Área ( $\text{mm}^2$ )
111	4
200	3
220	2,5
311	1

As análises por difração de elétrons retroespalhados foram realizada com o sistema de aquisição e identificação de padrões desenvolvidos pela TexSEM Laboratories Inc. e acoplado ao microscópio de varredura modelo XL-30 de Fei-Philips, utilizando tensão de aceleração de 20kV.

O cálculo da função distribuição de orientações foi realizado como o programa desenvolvido por Lima (1991) para os dados obtidos por difração de raios X utilizando as figuras de pólos para os planos {111}, {200}, {220} e {311}; e pelo programa OIM desenvolvido por TexSEM Laboratories Inc. para os dados de difração de elétrons retroespalhados.

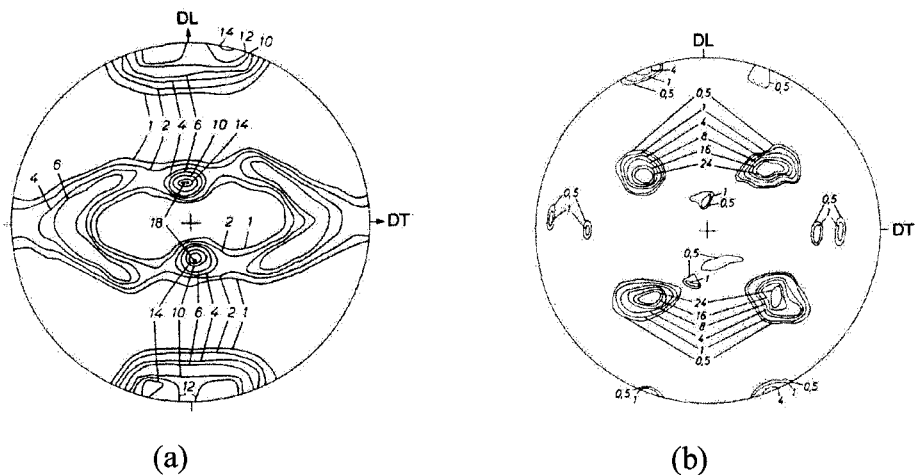
O programa OIM não oferece a opção de soma dos dados de orientações individuais dos vários campos varridos a fim de se realiza o cálculo da função distribuição de orientações. Para este fim foi desenvolvido um programa de computador em linguagem Delphi segundo informações fornecidas pelo desenvolvedor do software da TexSEM Laboratories Inc (TexSEM Laboratories Inc-comunicação pessoal)

## 8. RESULTADOS E DISCUSSÕES

As ligas de alumínio de alta pureza e com alto grau de deformação possuem texturas de deformação e de recristalização bastante típicas, as figuras de pólos do plano  $\{111\}$  que representam estas texturas são apresentadas na Fig. 8.1.

As amostras da liga 1050 apresentaram textura de deformação diferente do comportamento típico, porém a textura de recristalização apresentou o comportamento esperado. Já as amostras da liga 3003 utilizadas neste trabalho apresentaram após a etapa de laminação a frio a textura característica, assim como após a etapa de recristalização. Uma vez que o objetivo do trabalho é o estudo comparativo da análise da macrot textura pelas técnicas de difração de raios X e difração de elétrons retroespalhados para amostras com diferente intensidade de textura avaliada pelo índice "J" de textura este resultado foi considerado interessante e importante para o desenvolvimento do trabalho. O índice "J" de textura foi calculado a partir dos dados obtidos pela técnica de difração de raios X.

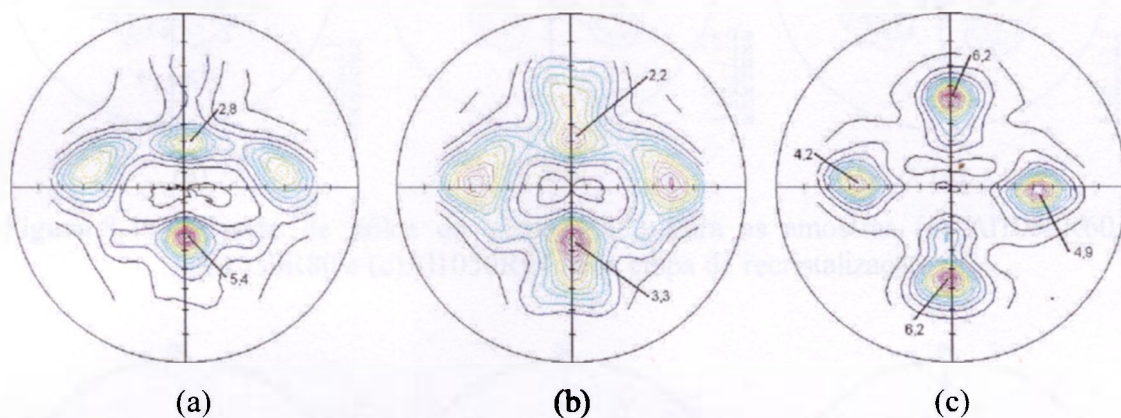
Os resultados são apresentados e discutidos em três etapas distintas. Inicialmente os resultados obtidos pela técnica de difração de raios X, na segunda etapa são apresentados os resultados obtidos pela técnica de difração de elétrons retroespalhados e na última etapa são comparados e discutidos os resultados obtidos pelas duas técnicas.



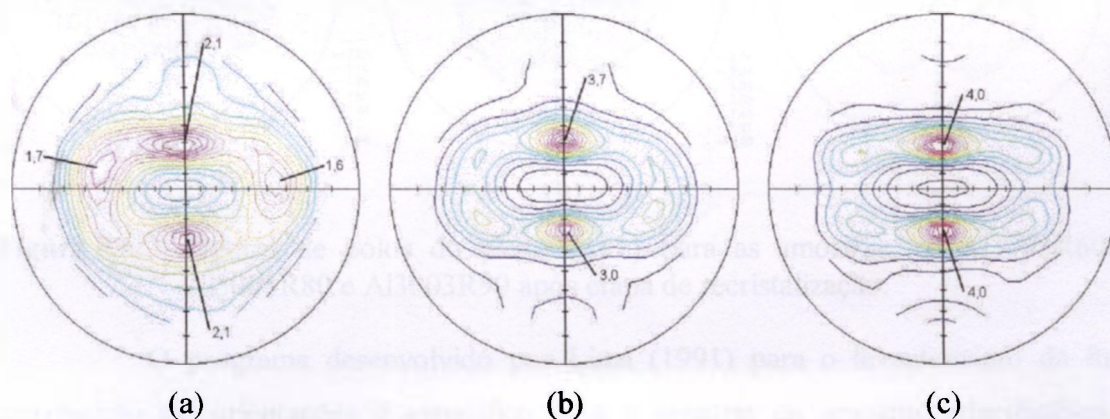
**Figura 8.1:** Figuras de pólos típicas do plano  $\{111\}$  para o alumínio deformado (a) e recristalizado (b) (Grewen e Huber, 1978).

## 8.1 Resultados Obtidos por Difração de Raios X

As Fig. 8.2 e 8.3 apresentam as figuras de pólos do plano {111} para as amostras das ligas 1050 e 3003 respectivamente, após a etapa de laminação a frio

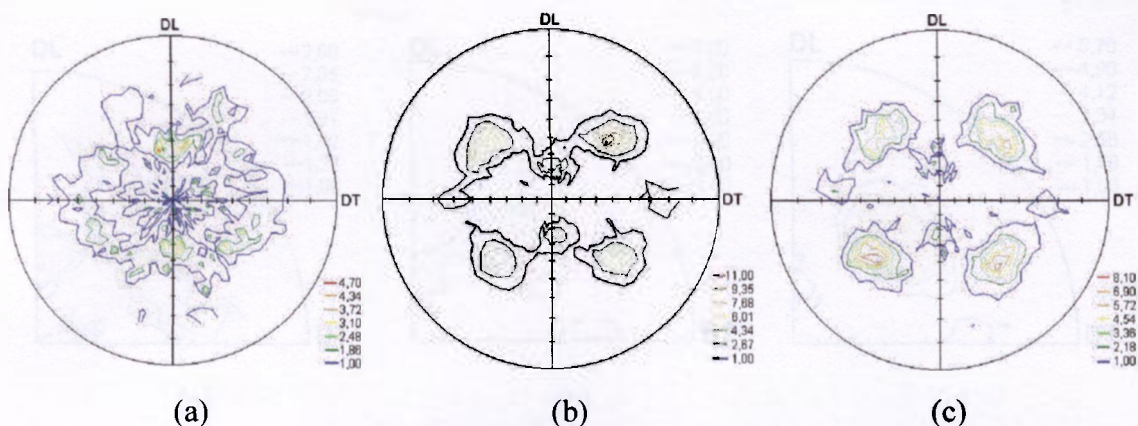


**Figura 8.2:** Figuras de pólos do plano {111} para as amostras (a) Al1050L60, (b) Al1050L80 e (c) Al1050L94 após etapa de laminação a frio.

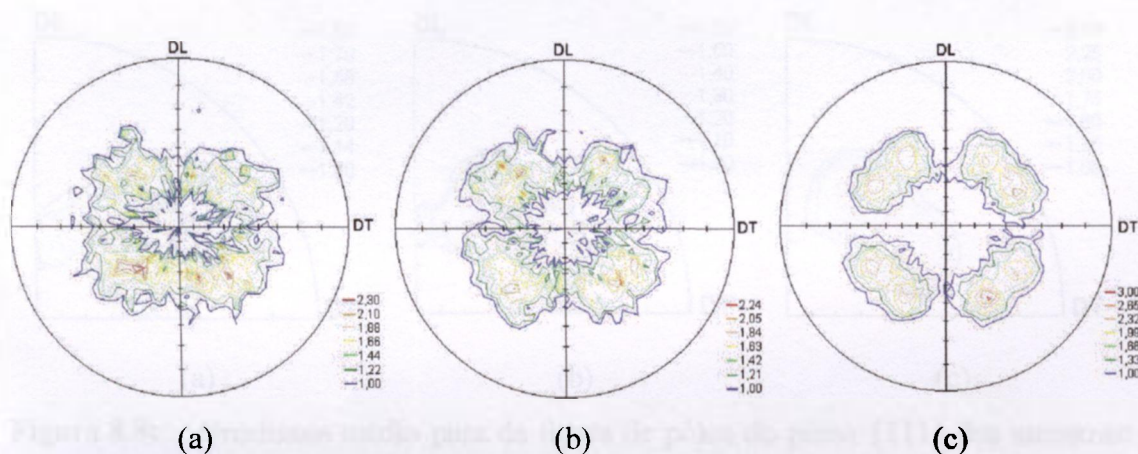


**Figura 8.3:** Figuras de pólos do plano {111} para as amostras (a) Al3003L60, (b) Al3003L80 e (c) Al3003L90 após etapa de laminação a frio.

As Fig. 8.4 e 8.5 apresentam as figuras de pólos do plano {111} obtidas experimentalmente para as amostras das ligas 1050 e 3003 respectivamente, após a etapa de recristalização. A análise das figuras de pólos mostra que, após esta etapa, há uma maior simetria dos pólos presentes, porém a intensidade entre eles apresenta pequenas diferenças. Também é possível verificar que obteve se recristalização completa.



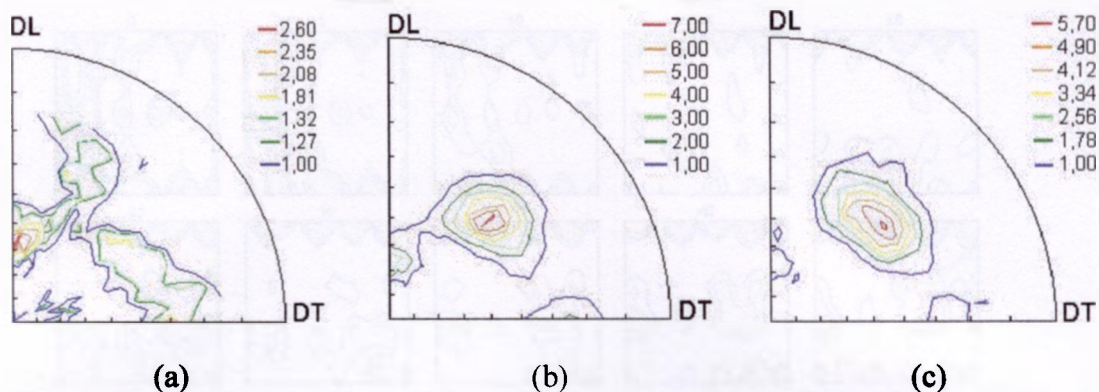
**Figura 8.4:** Figuras de pólos do plano {111} para as amostras (a) Al1050R60, (b) Al1050R80 e (c) Al1050R94 após etapa de recristalização.



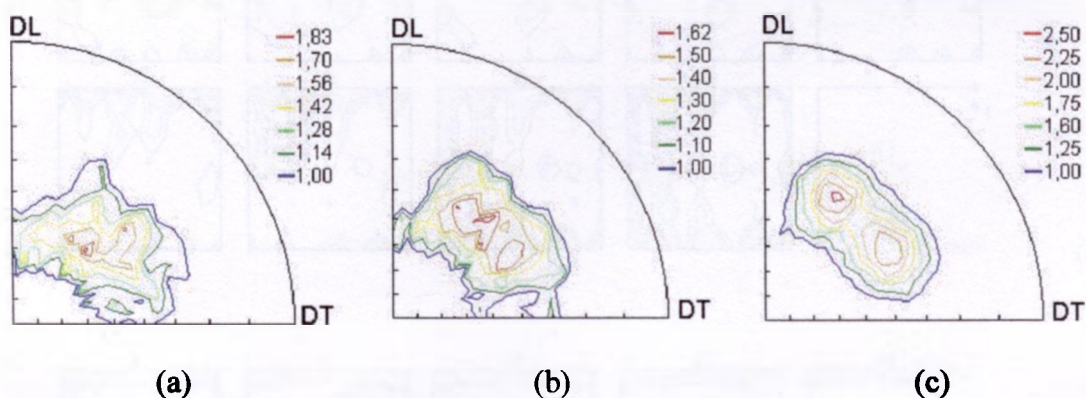
**Figura 8.6:** Figuras de pólos do plano {111} para as amostras (a) Al3003R60, (b) Al3003R80 e Al3003R90 após etapa de recristalização.

O programa desenvolvido por Lima (1991) para o levantamento da função distribuição de orientações é específico para a simetria da amostra ortorrômbica e a simetria do cristal cúbica. Assim sendo são utilizados apenas os dados de um dos quadrantes da figura de pólos.

A obtenção experimental da figura de pólos para todos os quadrantes tem por objetivo a avaliação da simetria da amostra de maneira a garantir a correta utilização do programa, e também permite que seja obtida a média aritmética para o valor da intensidade a partir da redução dos dados dos quatro quadrantes para um quadrante. Nas Fig. 8.7 e 8.8 são apresentados os quadrantes médios para o plano {111} das figuras de pólos apresentadas nas Fig. 8.5 e 8.6, respectivamente, e a partir destes dados é calculada a função distribuição de orientações.

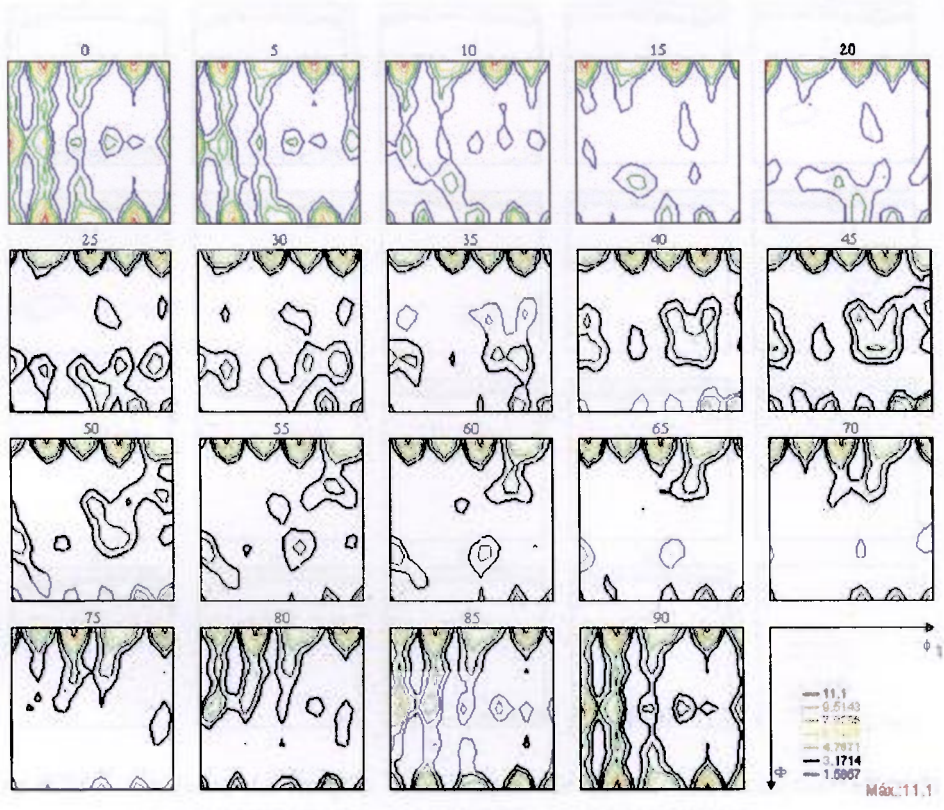


**Figura 8.7:** Quadrante médio para da figura de pólos do plano {111} das amostras: (a) Al1050R60, (b) Al1050R80 e (c) Al1050R94.

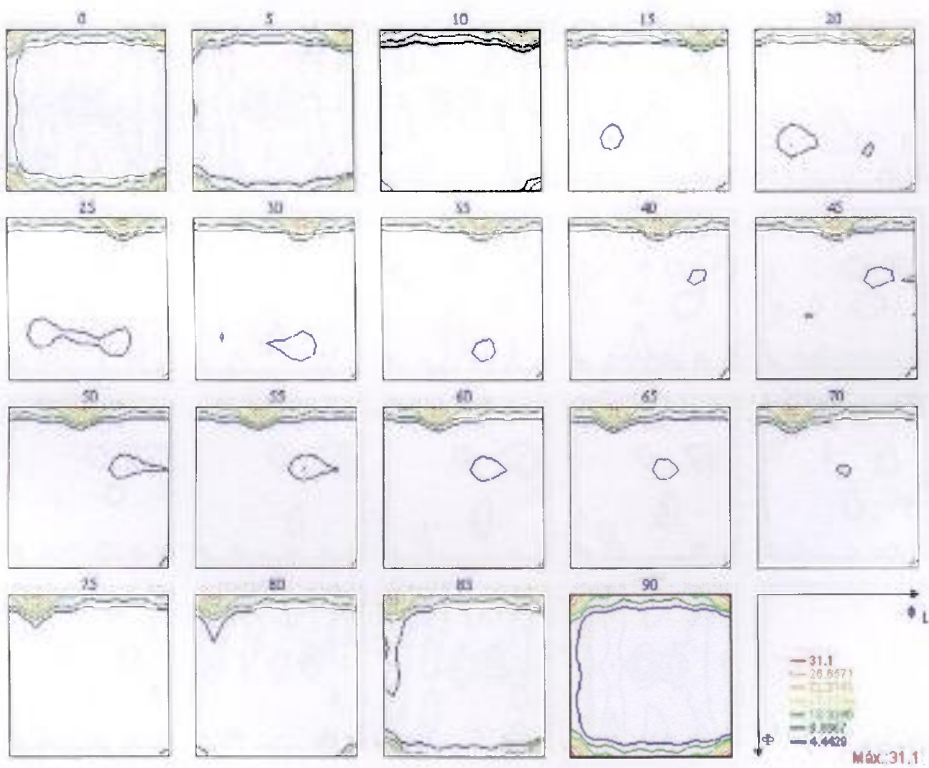


**Figura 8.8:** Quadrante médio para da figura de pólos do plano {111} das amostras: (a) Al3003R60, (b) Al3003R80 e (c) Al3003R90.

As funções distribuição de orientações foram calculadas para  $L_{\text{máx}}=22$ , utilizando os dados das figuras de pólos dos planos {111}, {200}, {220} e {311}. Os resultados são apresentados nas Fig. 8.9 e 8.10 para as ligas 1050 e 3003, respectivamente.



(a)



(b)

Figura 8.9: Gráficos da função distribuição de orientações calculadas para as amostras: (a) Al1050R60; (b) Al1050R80 e (c) Al1050R94.

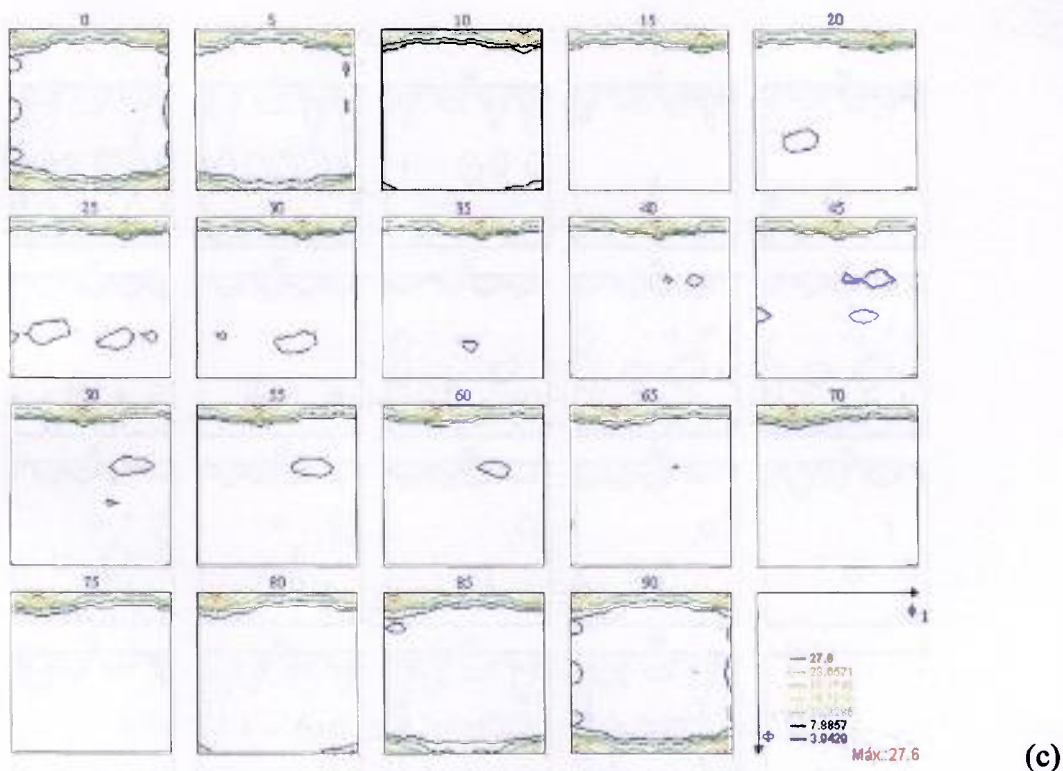


Figura 8.9: Gráficos da função distribuição de orientações calculadas para as amostras: (a) Al1050R60; (b) Al1050R80 e (c) Al1050R94.

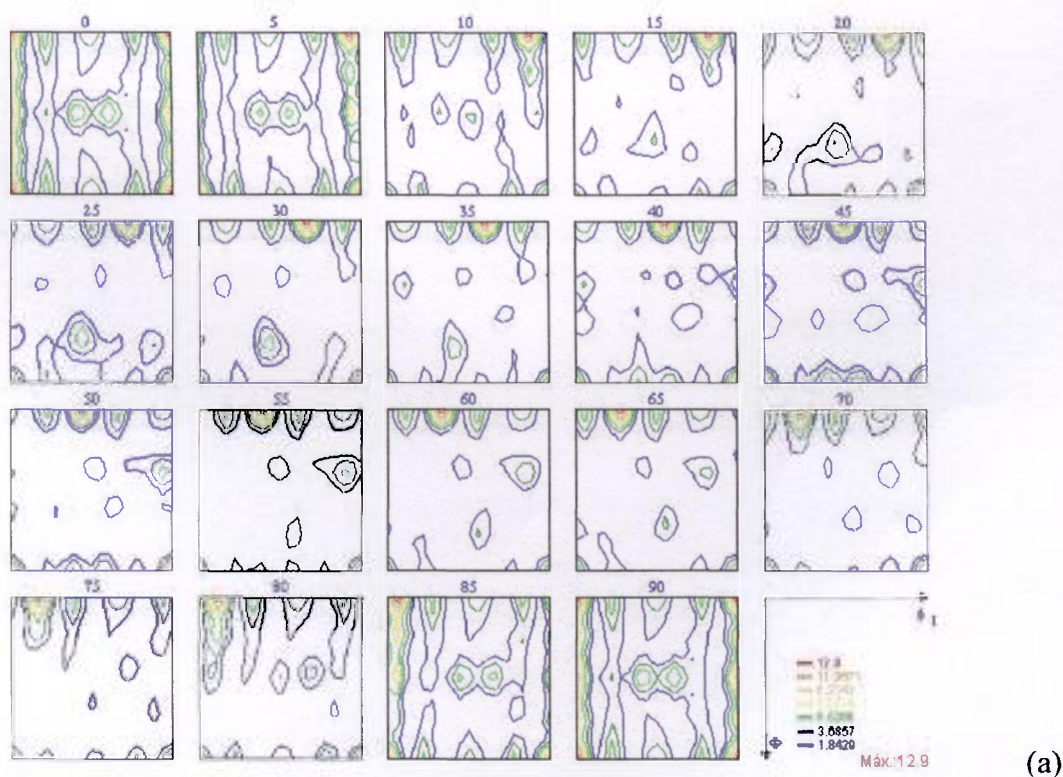
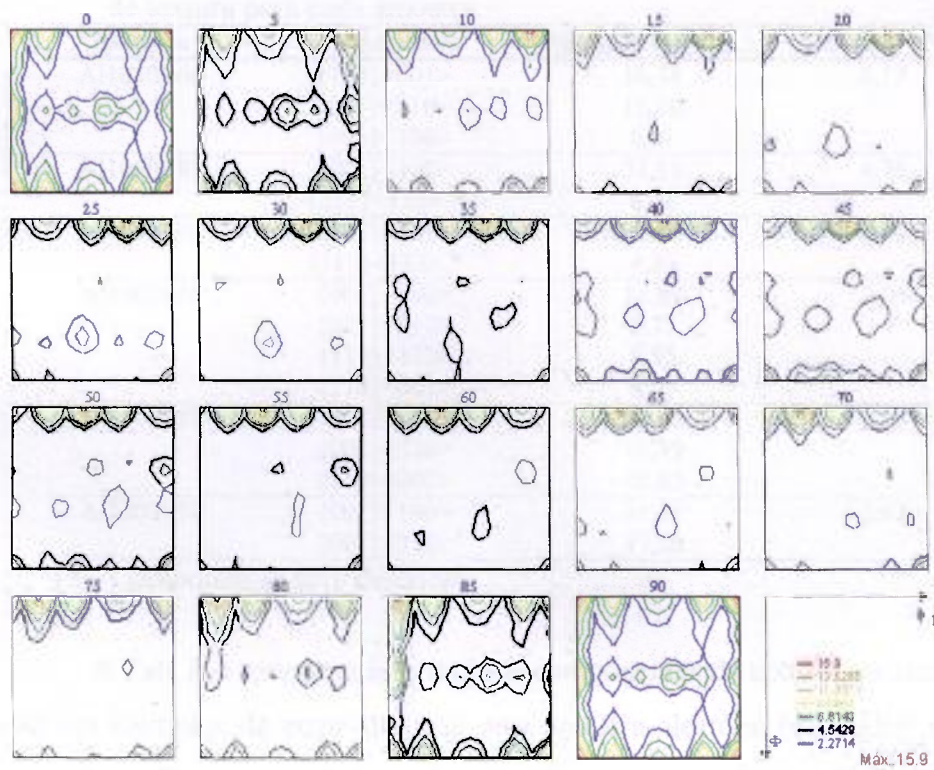
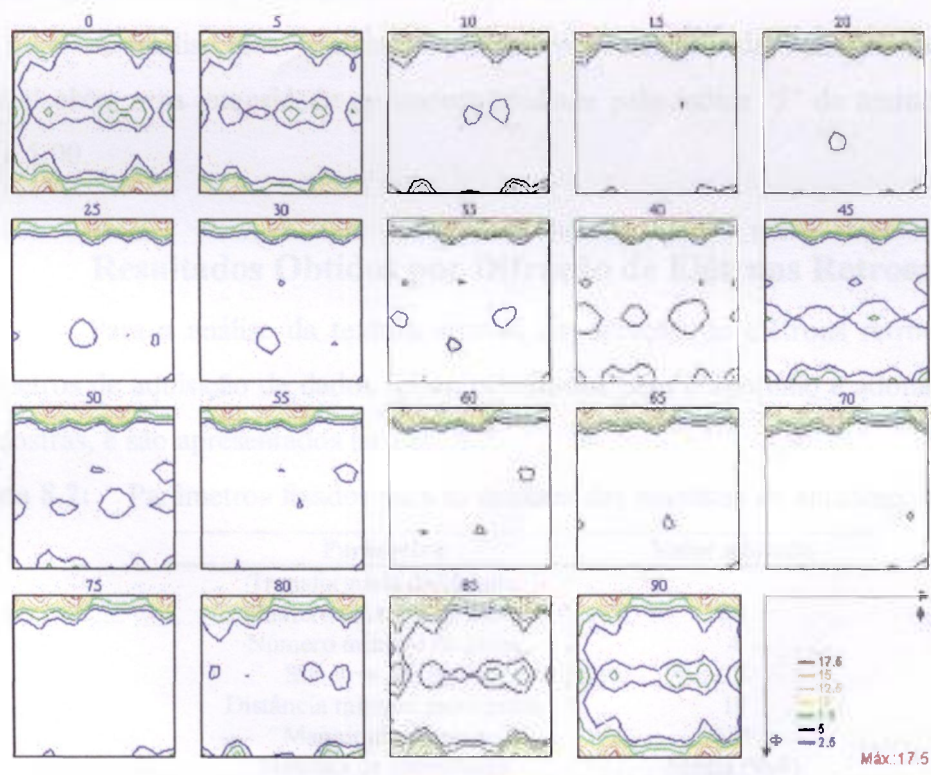


Figura 8.10: Gráficos da função distribuição de orientações calculadas para as amostras: (a) Al3003R60; (b) Al3003R80 e (c) Al3003R90.



(b)



(c)

**Figura 8.10:** Gráficos da função distribuição de orientações calculadas para as amostras: (a) Al3003R60; (b) Al3003R80 e (c) Al3003R90.

**Tabela 8.1:** Principais componentes de textura encontradas, sua intensidade e o índice “J” de textura para cada amostra.

Amostra	Componentes	Intensidade(T.R.)	Índice “J”
Al1050R60	{110}<001>	10,74	2,17
	{001}<310>	11,10	
	{001}<100>	8,31	
Al1050R80	{001}<100>	31,11	4,76
	{211}<132> *	8,02	
Al1050R94	{001}<100>	27,60	4,56
	{211}<132> *	4,30	
Al3003R60	{001}<100>	12,89	2,06
	{001}<310>	5,73	
	{110}<112>	5,95	
	{110}<001>	9,05	
Al3003R80	{001}<100>	15,90	2,53
	{001}<310>	10,39	
	{110}<001>	10,83	
Al3003R90	{001}<100>	16,23	3,62
	{001}<310>	17,50	

(\* - Componentes aproximados)

A Tab. 8.1 apresenta as principais componentes de textura e a suas intensidades expressa em múltiplos da intensidade de uma amostra aleatória (do inglês: times random, TR) e o índice “J” de textura para cada amostra, calculados a partir da função distribuição de orientações obtidas pela técnica de difração de raios X.

A análise dos resultados obtidos por difração de raios X mostra que foi possível obter uma intensidade de textura avaliada pelo índice “J” de textura variando de 2,00 a 5,00.

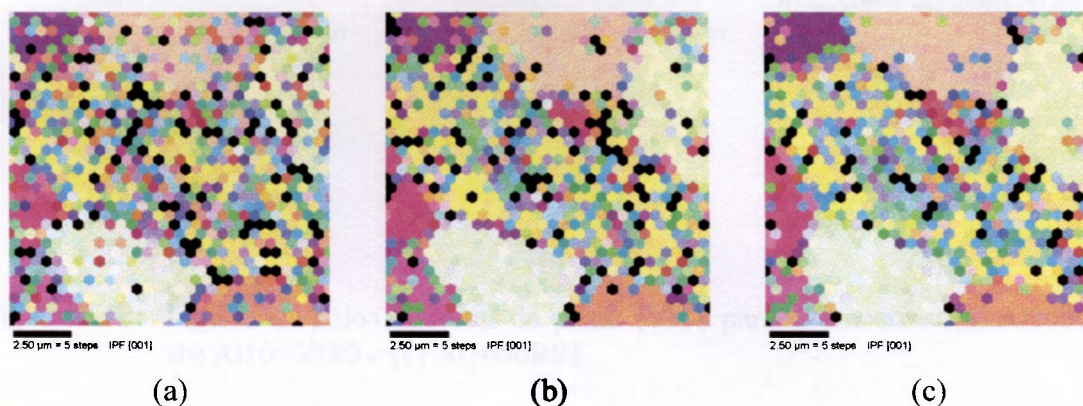
## 8.2 Resultados Obtidos por Difração de Elétrons Retroespalhados

Para a análise da textura através da difração de elétrons retroespalhados, os parâmetros de aquisição de dados foram otimizados para o alumínio e adotados para todas as amostras, e são apresentados na Tab. 8.2.

**Tabela 8.2:** Parâmetros fixados para as análises das amostras de alumínio.

Parâmetro	Valor adotado
Transformada de Hough:	
Número máximo de picos	10
Número mínimo de picos	4
Simetria dos picos	0,5
Distância mínima entre picos	10
Magnitude do pico	125
Máscara de convolução	Média (9x9)
Passo de $\theta$	1°
Fração $\rho$	96%
Número de “frames”	8

A Fig.8.11 apresenta os mapas de grãos de uma mesma região da amostra Al3003R60 analisada utilizando-se diferentes números de “frames” por ponto para a coleta do padrão. O tempo de análise para cada caso, mantendo-se constante o passo e área, foram de: 6 minutos para 8 “frames” por ponto, 13 minutos para 16 “frames” e de 24 minutos para 32 “frames” por ponto.



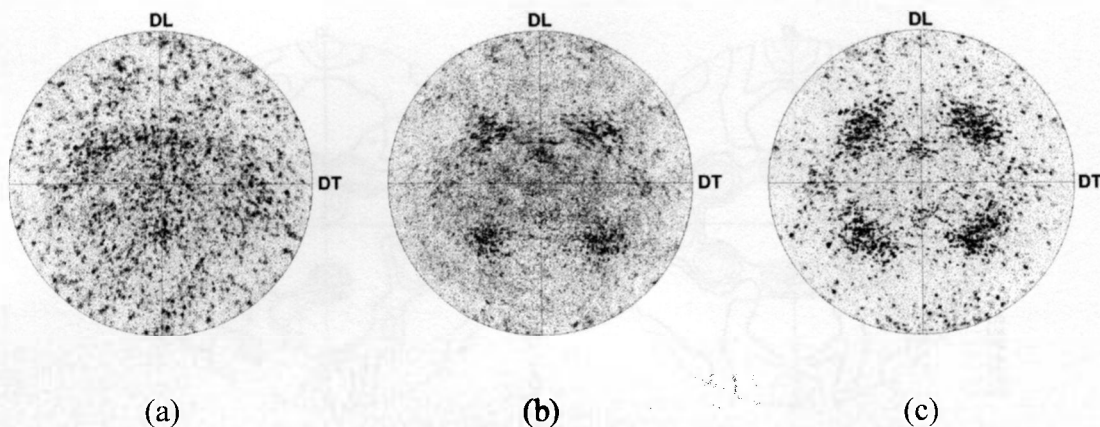
**Figura 8.11:** Mapas de grãos obtidos para a análise de um campo da amostra Al3003R60 utilizando-se: (a) 8 “frames” por ponto, (b) 16 “frames” por ponto e (c) 32 “frames” por ponto.

Os pontos pretos no mapa representam pontos onde não houve a identificação do padrão obtido ou não foi obtido padrão, pode-se observar que com o aumento do número de “frames” por ponto há uma diminuição no número de padrões não identificados. Além disso, aumentando-se o número de “frames” por ponto é possível perceber que regiões pertencentes a um mesmo grão passam a apresentar uma menor dispersão entre as orientações medidas. No entanto, é interessante observar que em alguns casos determinadas orientações foram medidas em uma configuração e não foram em outra, isto é não há repetição dos mesmos pontos pretos nas figuras, e em outros casos as orientações identificadas para um mesmo ponto são muito diferentes dependendo da configuração.

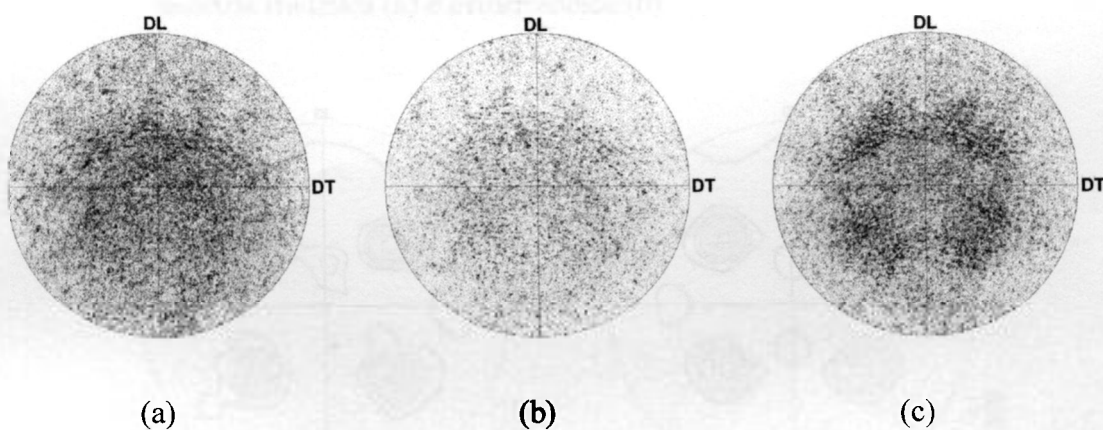
Uma vez que o objetivo é a intercomparação das técnicas foi adotado o parâmetro de oito “frames” por ponto visando que as análises não ultrapassassem um tempo não tão disparatado em relação à análise por difração de raios X.

A dimensão do campo e o passo foram determinados individualmente para cada amostra considerando-se o tamanho do grão, de modo que em média cada grão fosse representado por três pontos na varredura.

As figuras de pólos discretas do plano  $\{111\}$  obtidas para as amostras da liga 1050 e 3003 são apresentadas nas Fig. 8.12 e 8.13, respectivamente, o número de pontos representados é aproximadamente igual para todas as amostras.



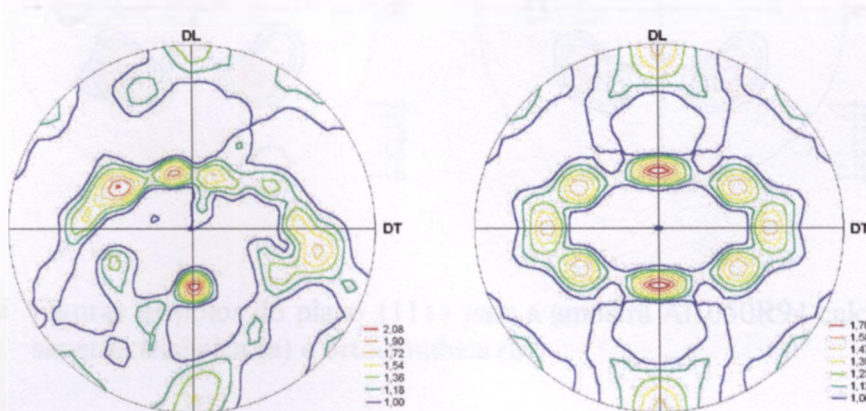
**Figura 8.12:** Figuras de pólos discretas do plano  $\{111\}$  para as amostras: (a) Al1050R60, (b) Al1050R80 e (c) Al1050R94.



**Figura 8.13:** Figuras de pólos discretas do plano  $\{111\}$  para as amostras: (a) Al3003R60, (b) Al3003R80 e (c) Al3003R94.

A análise das figuras discretas, considerando-se o número de pontos representados, permitiu avaliar a simetria e o espalhamento em torno das componentes principais das amostras, com exceção da amostra Al3003R80. O programa OIM não possui um recurso que permita apresentar a figura de pólos discreta na forma de curvas de níveis, no entanto, pode-se calcular a figura de pólos, a partir dos coeficientes  $C_{ij}^{uv}$ , e graficá-la na forma de curvas de níveis, porém neste caso é necessário definir uma simetria para a amostra. Teoricamente independente da imposição da simetria triclinica ou ortorrômbica,

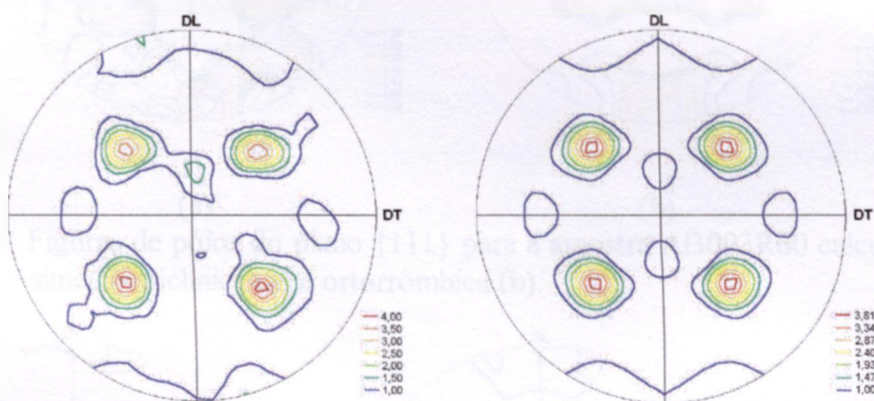
desde que a amostra apresente simetria os resultados deverão ser semelhantes. Nas Fig. de 8.14 a 8.19 são apresentadas as figuras de pólos do plano {111} utilizando no cálculo a simetria triclinica e a simetria ortorrômbica obtidas para as amostras.



(a)

(b)

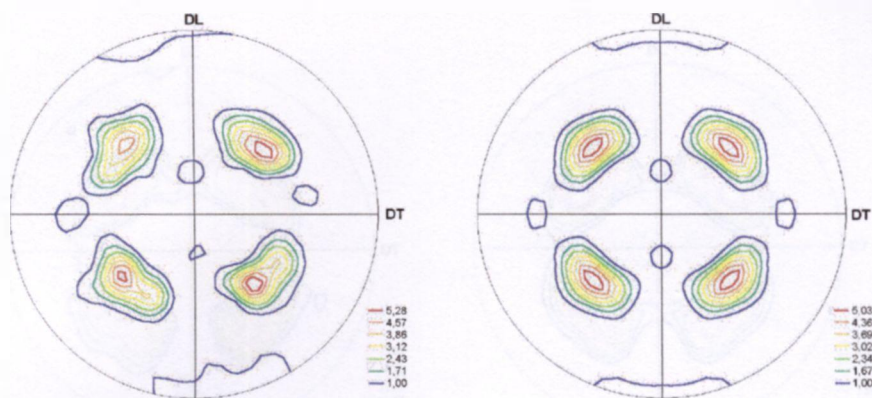
**Figura 8.14:** Figuras de pólos do plano {111} para a amostra Al1050R60 calculada com simetria triclinica (a) e ortorrômbica (b).



(a)

(b)

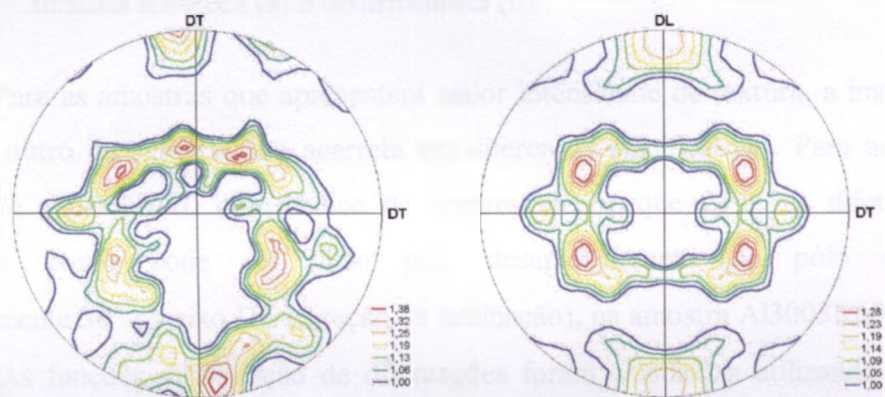
**Figura 8.15:** Figuras de pólos do plano {111} para a amostra Al1050R80 calculada como simetria triclinica (a) e ortorrômbica (b).



(a)

(b)

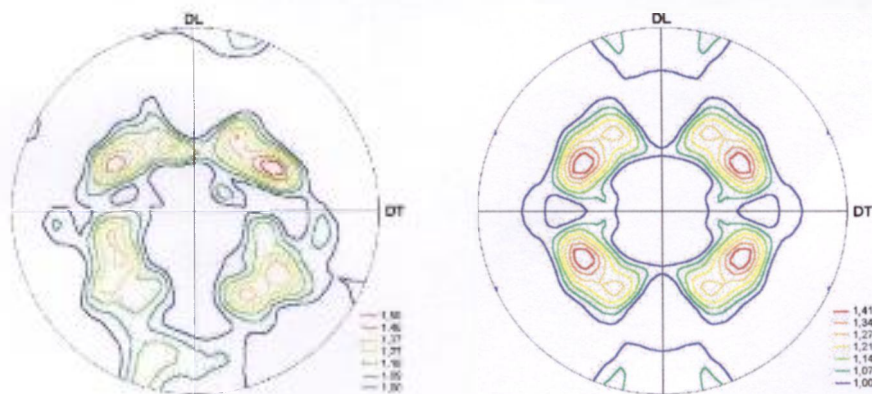
Figura 8.16: Figuras de pólos do plano {111} para a amostra Al1050R94 calculada como simetria triclinica (a) e ortorrômbica (b).



(a)

(b)

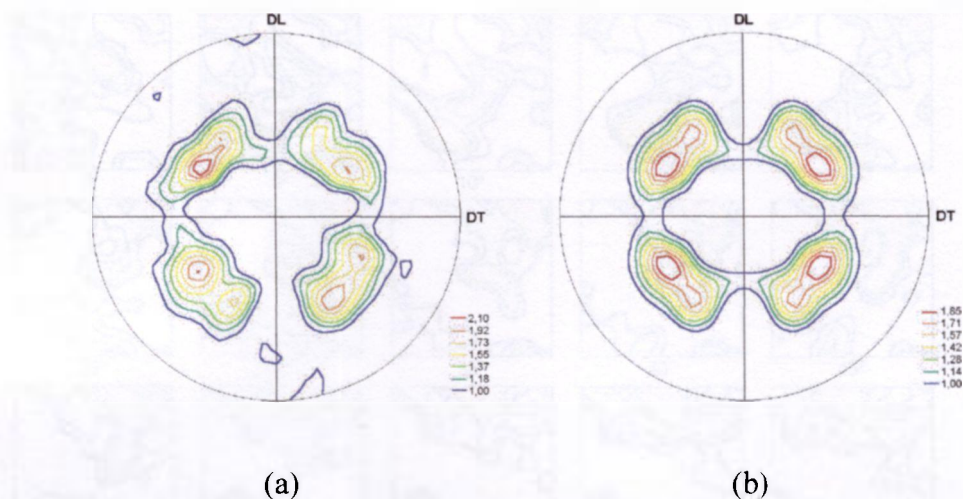
Figura 8.17: Figuras de pólos do plano {111} para a amostra Al3003R60 calculada como simetria triclinica (a) e ortorrômbica (b).



(a)

(b)

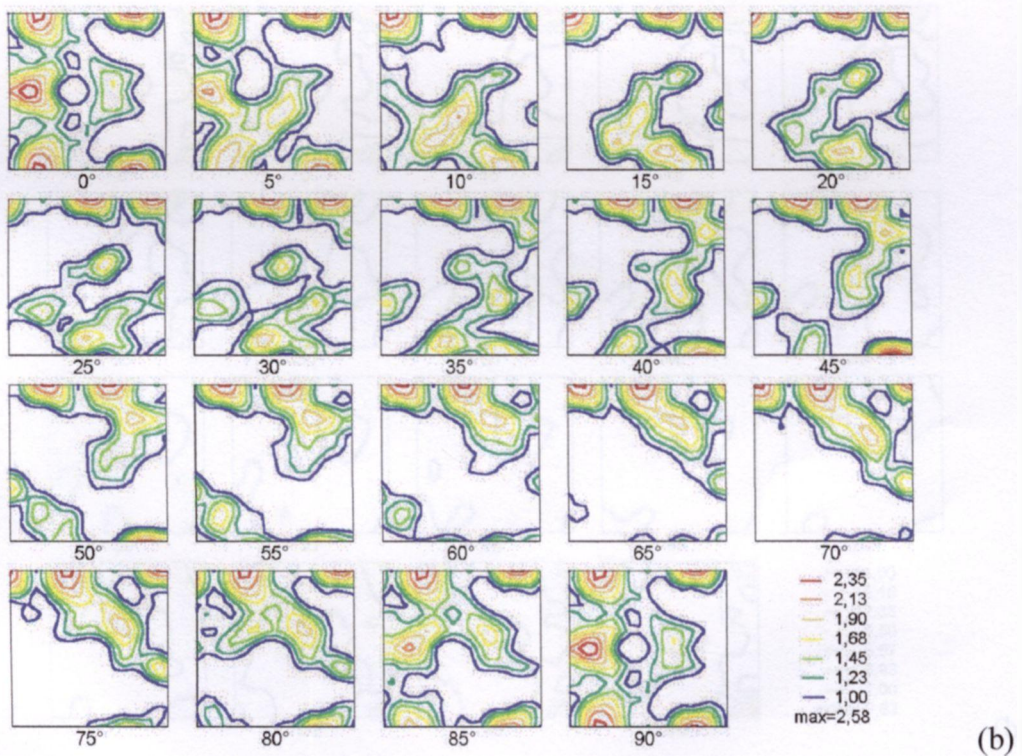
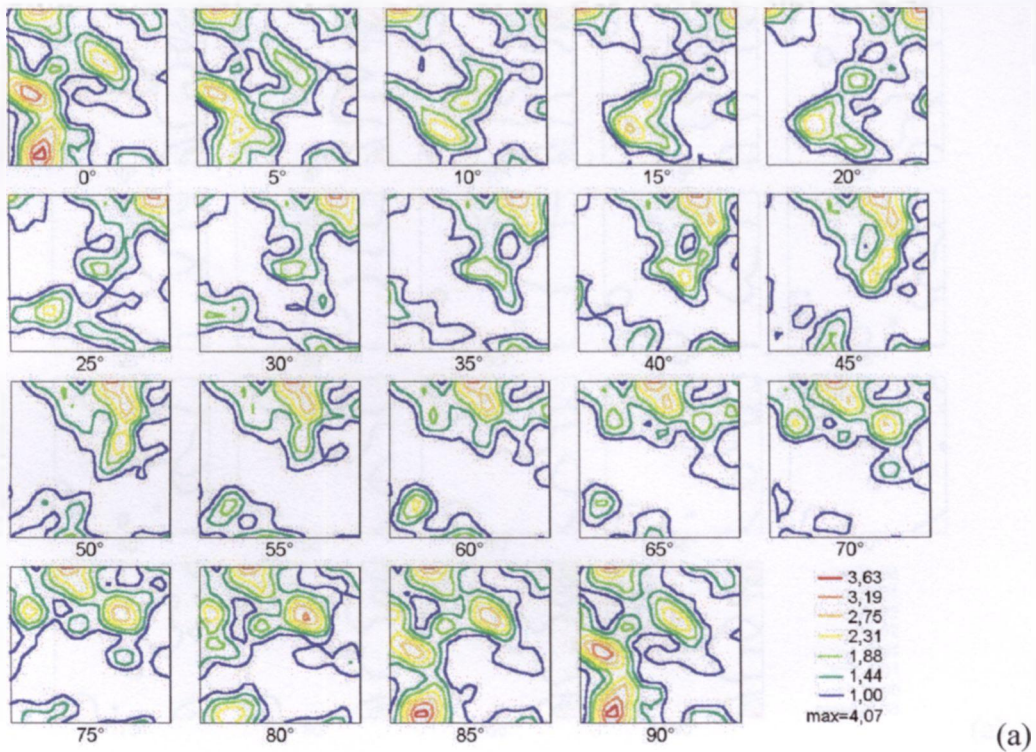
Figura 8.18: Figuras de pólos do plano {111} para a amostra Al3003R80 calculada como simetria triclinica (a) e ortorrômbica (b).



**Figura 8.19:** Figuras de pólos do plano  $\{111\}$  para a amostra Al3003R90 calculada como simetria triclinica (a) e ortorrômbica (b).

Para as amostras que apresentam maior intensidade de textura, a imposição de um tipo ou outro de simetria não acarreta em diferenças significativas. Para as amostras Al1050R60 e Al3003R60, com índice de textura menor que 2,50, as diferenças são significativas, como pode ser visto pelo desaparecimento do pólo situado a aproximadamente  $30^\circ$  no eixo DL (direção de laminação), na amostra Al3003R60.

As funções distribuição de orientações foram calculadas utilizando o método da expansão em série com  $L_{\text{máx}}=22$  e largura da gaussiana de  $5^\circ$  para todas as amostras. Também as funções distribuição de orientações foram calculadas para simetria triclinica e ortorrômbica e são apresentadas nas Fig. de 8.20 a 8.25.



**Figura 8.20:** Gráfico da função distribuição de orientações para a amostra Al1050R60: (a) triclinica e (b) ortorrômica.

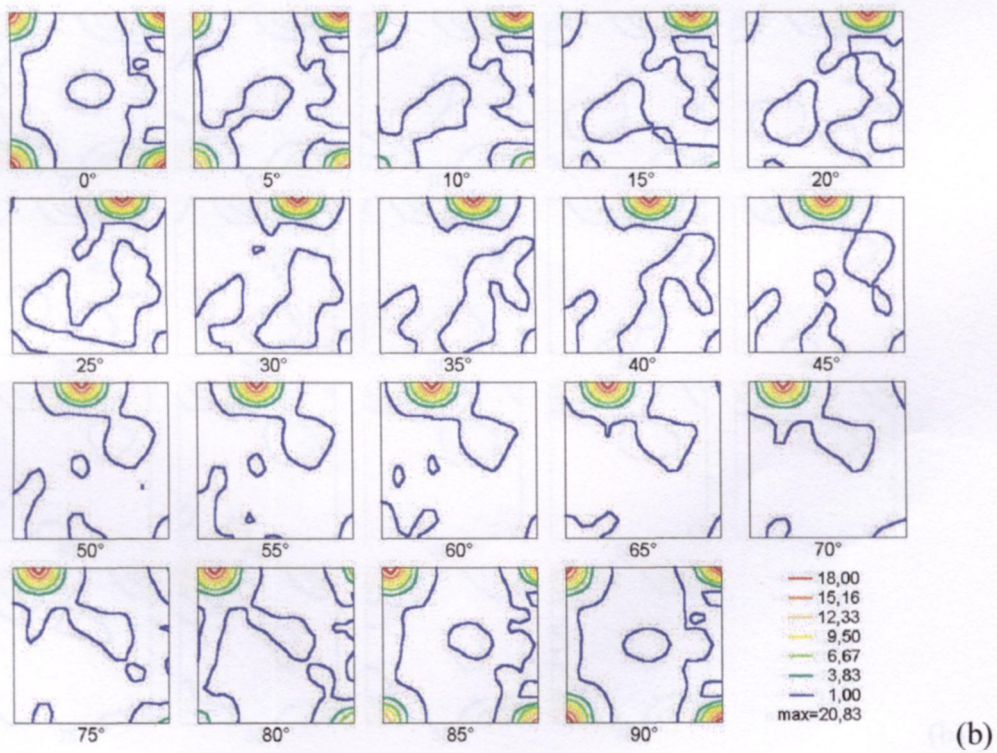
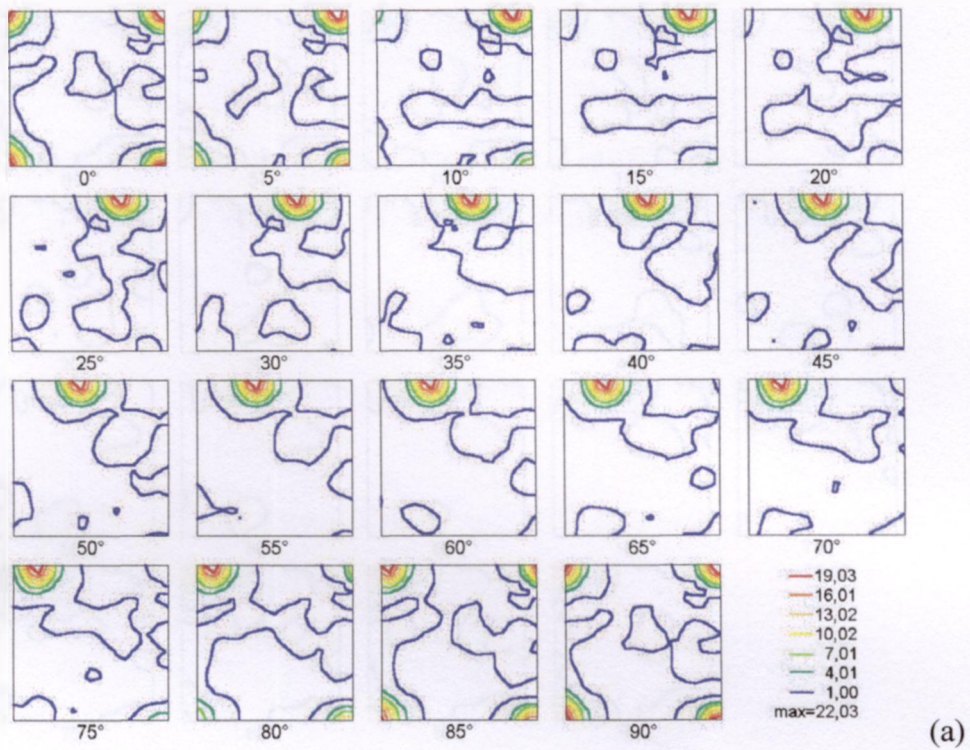


Figura 8.21: Gráfico da função distribuição de orientações para a amostra Al1050R80: (a) triclinica e (b) ortorrômbica.

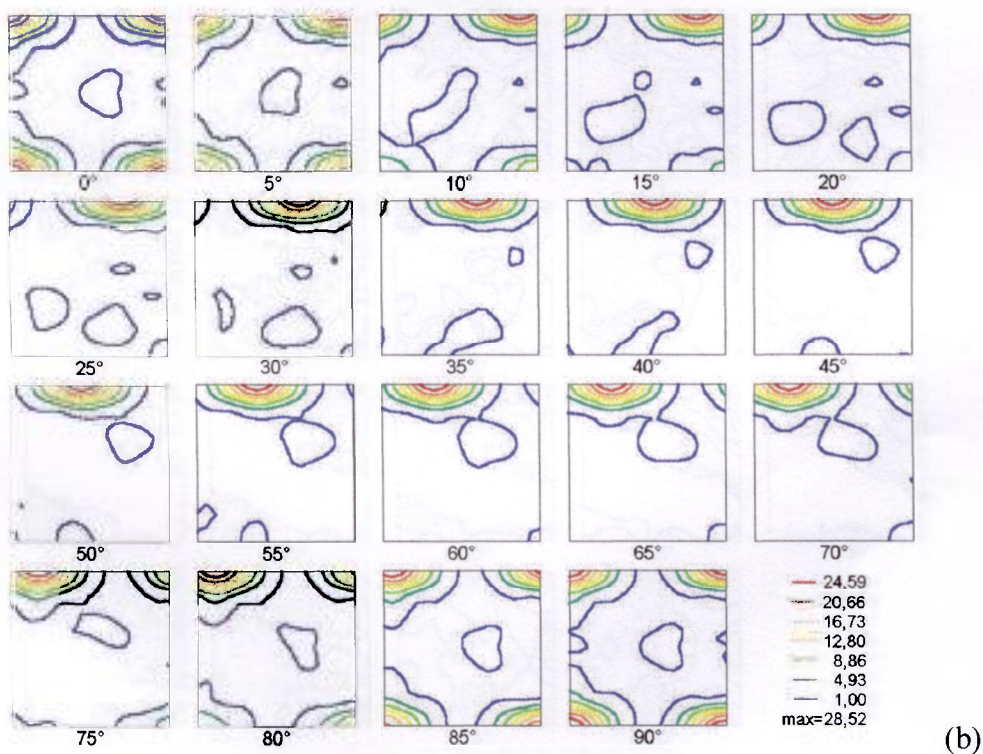
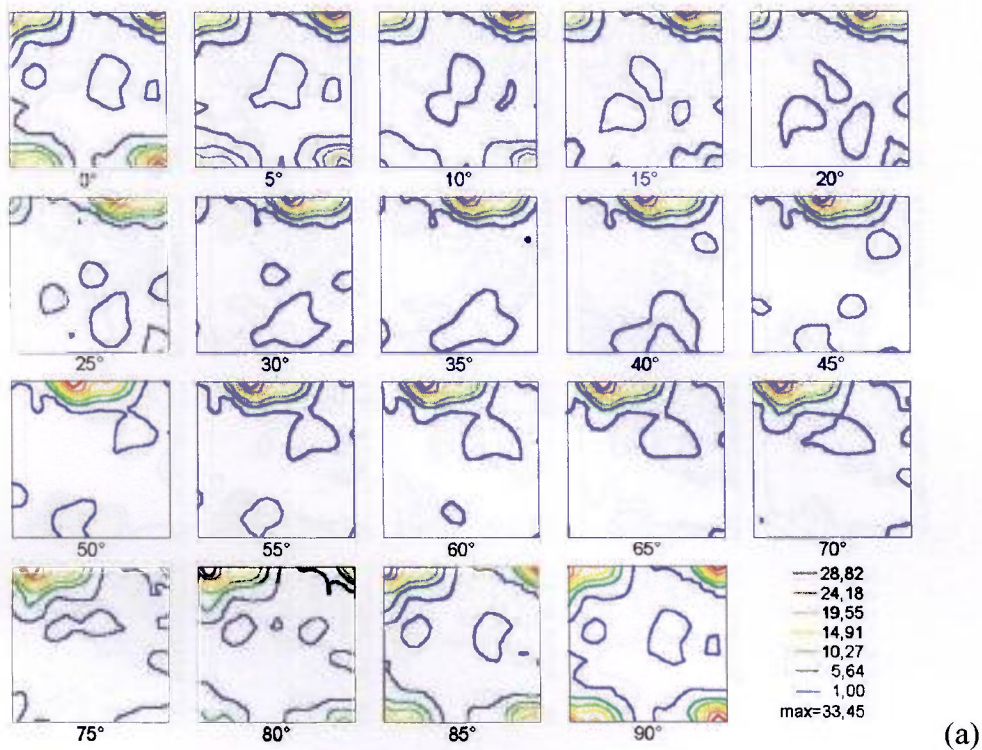


Figura 8.22: Gráfico da função distribuição de orientações para a amostra Al1050R94: (a) triclinica e (b) ortorrômbica.

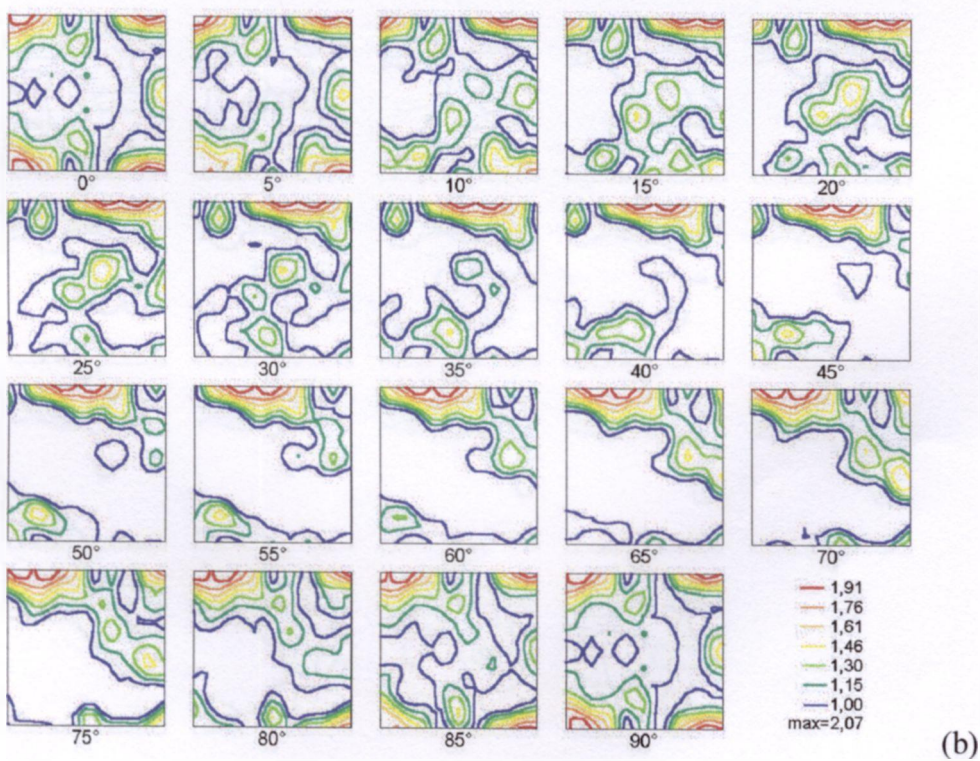
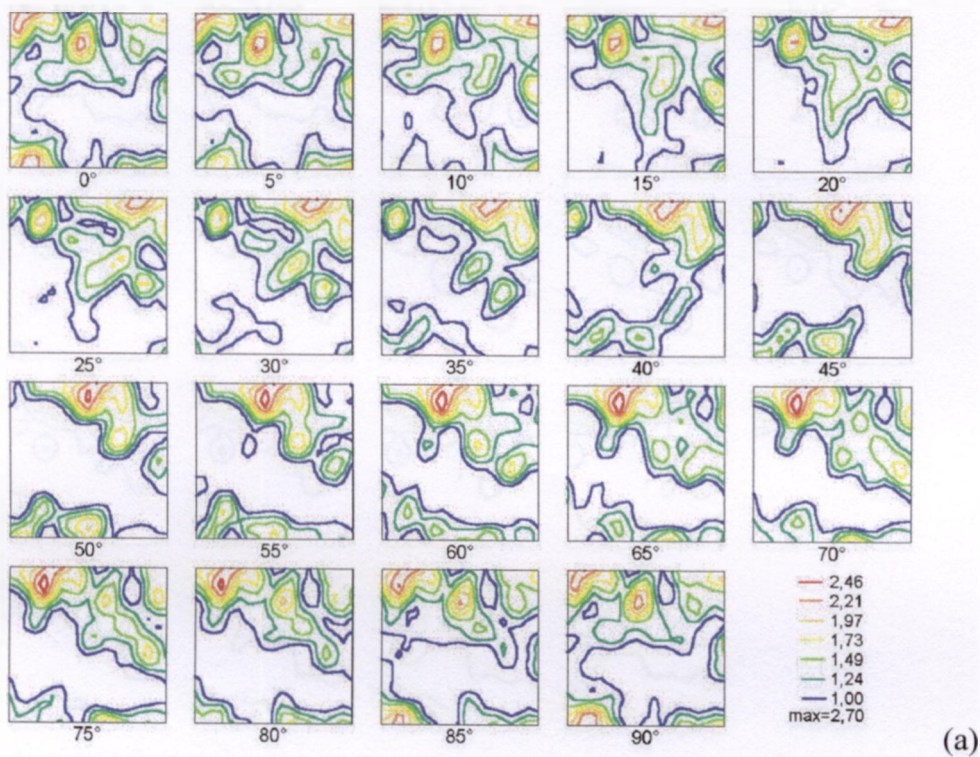
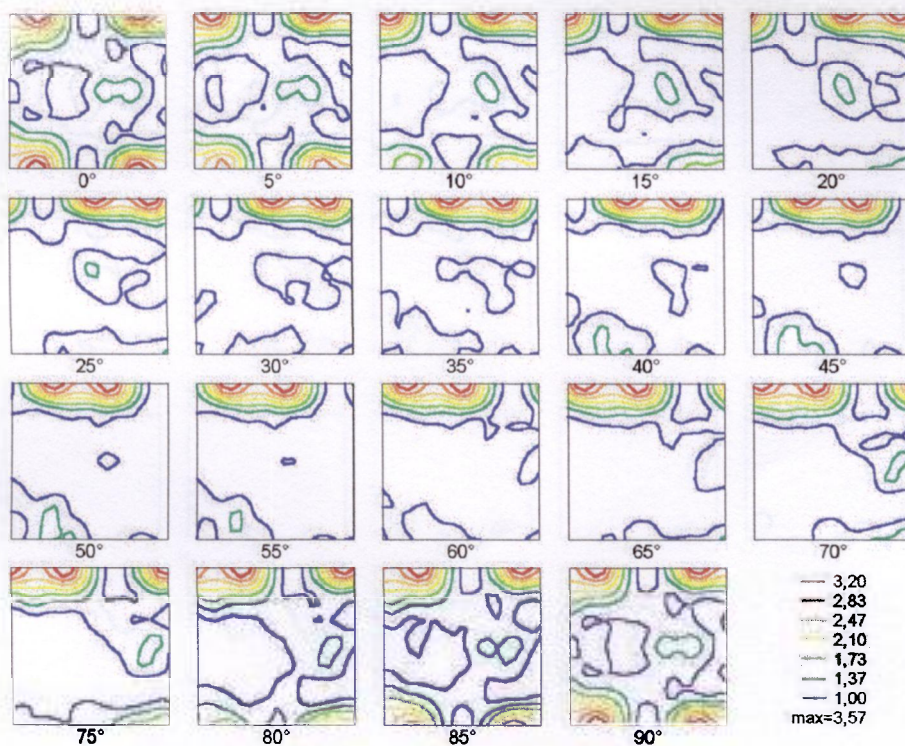


Figura 8.23: Gráfico da função distribuição de orientações para a amostra Al3003R60: (a) triclinica e (b) ortorrômbica.



(a)



(b)

Figura 8.24: Gráfico da função distribuição de orientações para a amostra Al3003R80: (a) triclinica e (b) ortorrômbica.

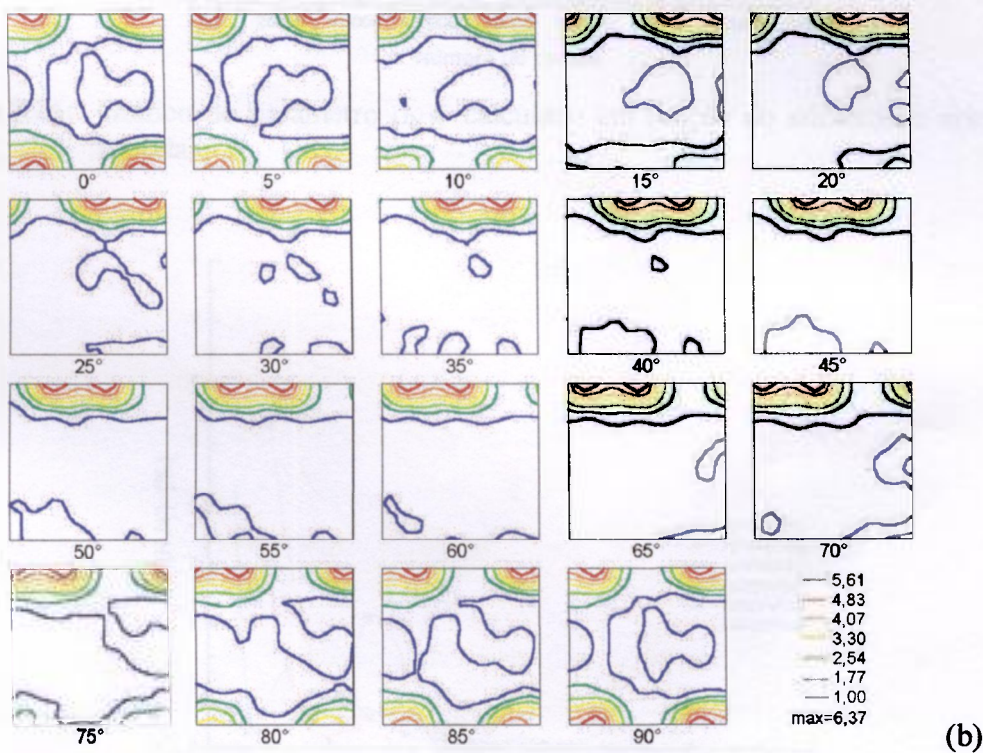
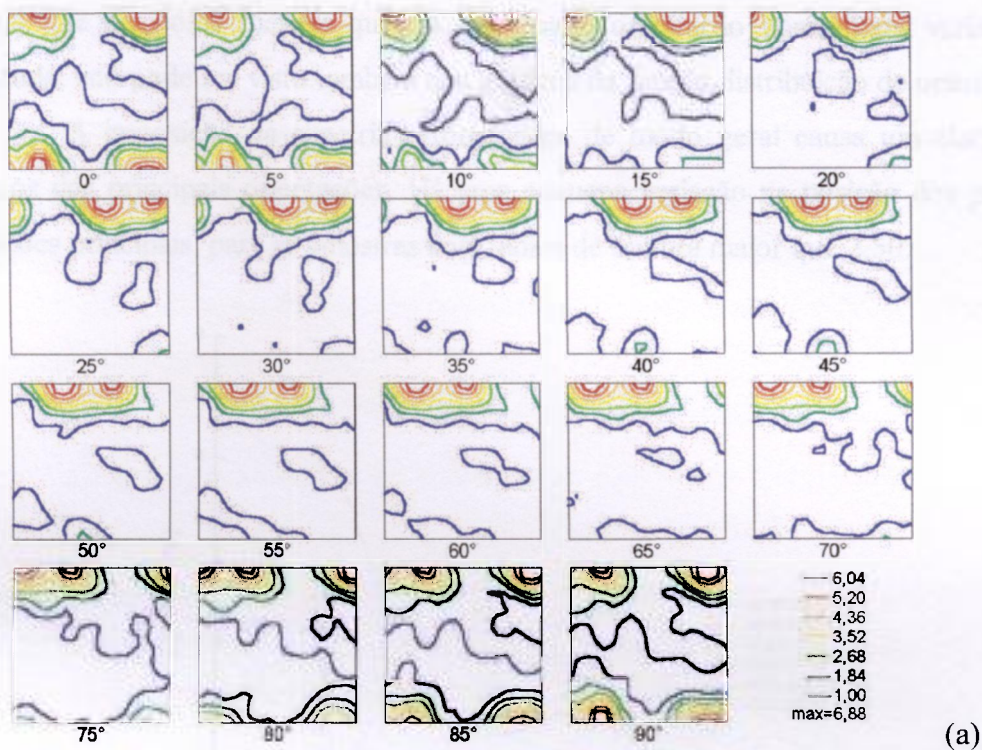


Figura 8.25: Gráfico da função distribuição de orientações para a amostra Al3003R90: (a) triclinica e (b) ortorrômbica.

As figuras de pólos calculadas impondo-se a condição de simetria triclinica mostram que os pólos mesmo quando da mesma orientação apresentam variações na intensidade, isto pode ser visto também nos gráficos da função distribuição de orientações.

A imposição da simetria ortorrômbica de modo geral causa um alargamento nos picos das principais orientações. Há uma pequena variação na posição dos picos das orientações principais, para as amostras com índice de textura maior que 2,50.

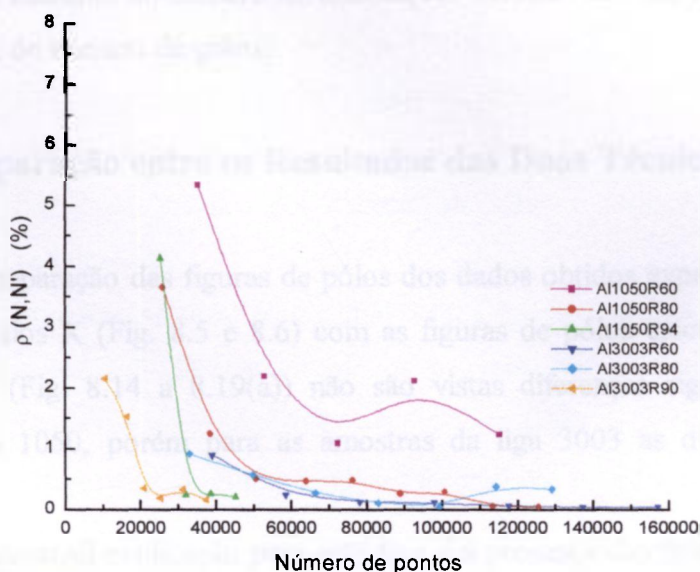


Figura 8.26: Gráfico do parâmetro  $\rho_{N,N'}$  calculado em função do número de orientações medidas.

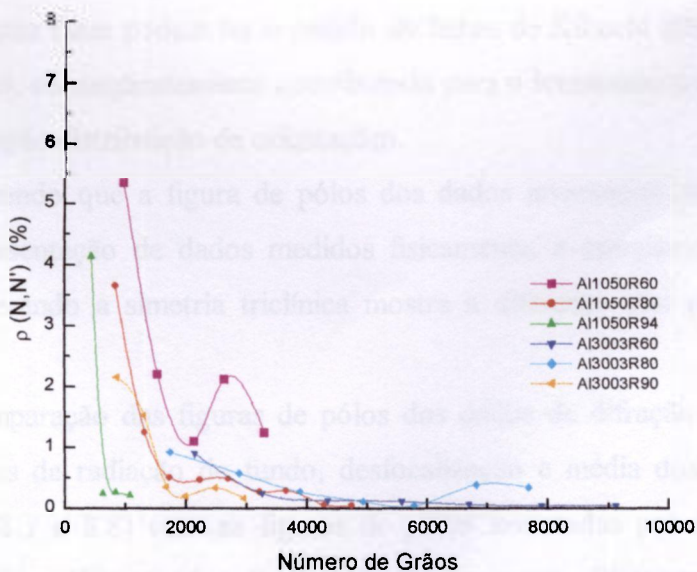


Figura 8.27: Gráfico do parâmetro  $\rho_{N,N'}$  calculado em função do número de grãos.

O parâmetro  $\rho_{N,N'}$  foi calculado em função do número de orientações medidas e do número de grãos as curvas obtidas são apresentadas nas Fig. 8.26 e 8.27, respectivamente.

As curvas levantadas para o parâmetro  $\rho_{N,N'}$  apresentam o comportamento esperado, isto é as diferenças percentuais tendem a diminuir com o aumento do número de pontos atingindo um patamar. A comparação entre os gráficos apresentados nas Fig. 8.25 e 8.26 mostra que o aumento do número de orientações medidas não implica no aumento, na mesma proporção, do número de grãos.

### 8.3 Comparação entre os Resultados das Duas Técnicas

Na comparação das figuras de pólos dos dados obtidos experimentalmente por difratometria de raios X (Fig. 8.5 e 8.6) com as figuras de pólos calculadas utilizando a simetria triclinica (Fig. 8.14 a 8.19(a)) não são vistas diferenças significativas para as amostras da liga 1050, porém para as amostras da liga 3003 as diferenças são mais significativas.

Uma possível explicação para este fato é a presença das fases dos precipitados na liga 3003. Por difratometria de raios X estas fases só interferem no resultado da medida se a quantidade for significativa e se os picos característicos se sobrepuserem aos picos do alumínio dos planos medidos. Já utilizando a técnica de difração de elétrons retroespalhados estas fases podem ter o padrão de linhas de Kikuchi identificado como um padrão de alumínio, conseqüentemente contribuindo para o levantamento tanto da figura de pólos como da função distribuição de orientações.

Lembrando que a figura de pólos dos dados levantados por difratometria de raios X é a representação de dados medidos fisicamente, a comparação destas com as calculadas considerando a simetria triclinica mostra a diferença real para as orientações identificadas.

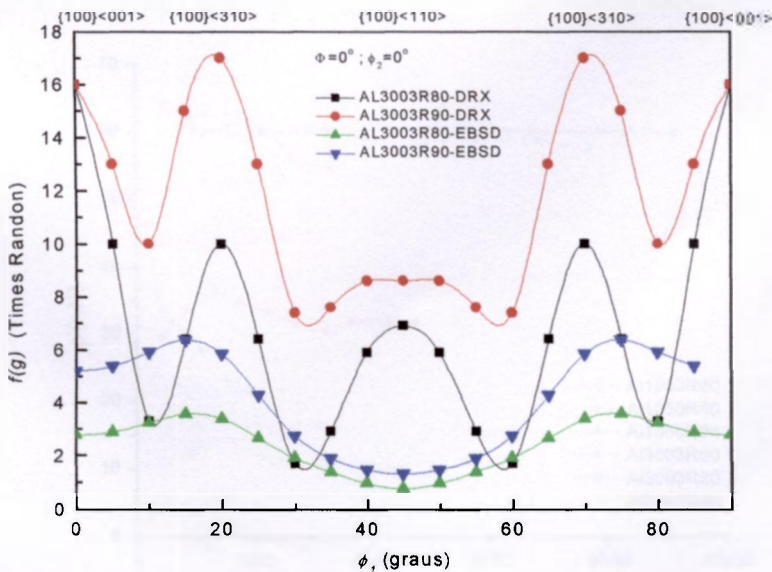
A comparação das figuras de pólos dos dados de difração de raios X após a etapa de correções da radiação de fundo, desfocalização e média dos dados dos quatro quadrantes (Fig. 8.7 e 8.8) com as figuras de pólos levantadas por EBSD utilizando a simetria ortorrômbica (Fig. 8.14 a 8.19 (b)) não apresenta diferenças significativas em ambas as ligas. Com exceção da amostra Al1050R80, onde o pólo situado sobre o eixo DL

existente na figura de pólos levantada por difração de raios X, não é visto na figura de pólos calculada como simetria ortorrômbica, apesar de ser identificável na figura de pólos discreta.

Já a comparação das figuras de pólos dos dados processados com os dados levantados considerando a simetria ortorrômbica mostra as diferenças que serão introduzidas no cálculo da função distribuição de orientações.

A comparação entre as funções distribuição de orientações, considerando apenas as calculadas impondo-se a simetria ortorrômbica, apresentam diferenças significativas. As amostras com menor intensidade de textura, Al1050R60 e Al3003R60, apresentam mais componentes de textura nas funções distribuição de orientações calculadas a partir dos dados obtidos por difração de elétrons retroespalhados, que é o esperado de acordo com a teoria.

Para as amostras Al3003R80 e Al3003R90 a função distribuição de orientações calculada a partir dos dados de difração de raios X apresenta como componentes principais as orientações:  $\{100\}\langle 001\rangle$  e  $\{100\}\langle 013\rangle$ , já as calculadas por difração de elétrons retroespalhados mostram que a componente principal de orientação está próxima a  $\{100\}\langle 013\rangle$ , isto pode ser mais bem visualizado no gráfico da fibra  $\{100\}$ //DN apresentado na Fig. 8.28; a presença da orientação  $\{100\}\langle 110\rangle$  esta relacionada ao fenômeno de ghost.



**Figura 8.28:** Gráfico da fibra  $\{100\}$ //plano da chapa para as amostras Al3003R80, Al3003R90 obtidas por difração de raios X e por EBSD.

As amostras Al1050R80 e Al1050R94 foram as que apresentaram maior semelhança entre as funções distribuições de orientações calculadas pelas duas técnicas.

A comparação da intensidade das orientações mostra diferença significativa independente do grau de textura, esta diferença tem sido observada com freqüência. Nos trabalhos publicados.

As Fig. 8.29 e 8.30 apresentam as curvas do parâmetro  $\rho'_{r,N}$  calculadas em função do número de orientações medidas e do número de grãos, respectivamente.

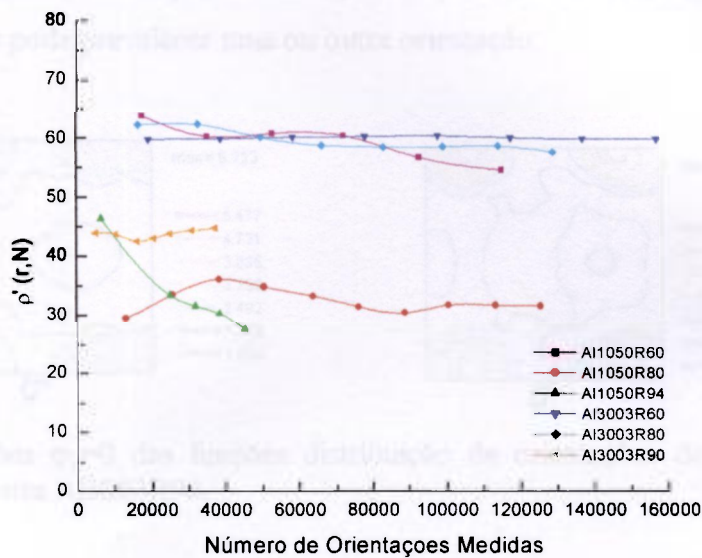


Figura 8.29: Gráfico do parâmetro  $\rho'_{r,N}$  calculado em função do número de orientações medidas.

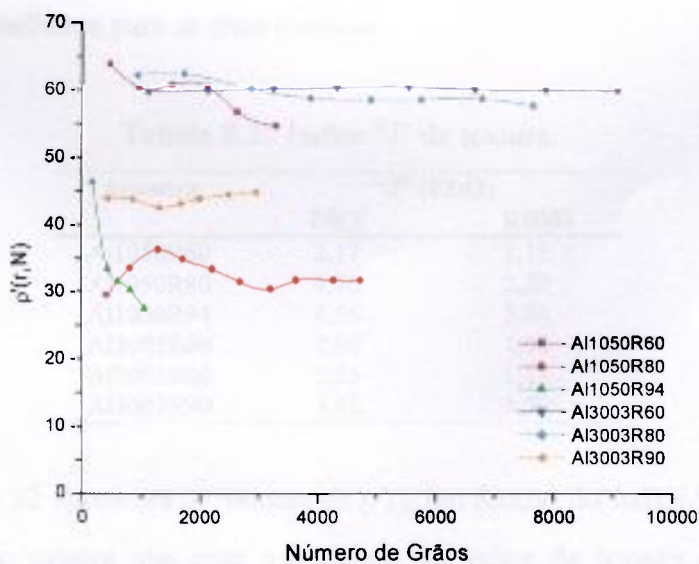
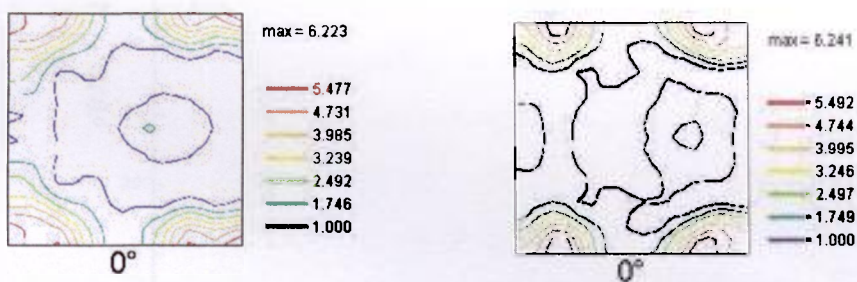


Figura 8.30: Gráfico o parâmetro  $\rho'_{r,N}$  calculado em função do número de grãos.

A análise do parâmetro  $\rho'_{r,N}$  mostra que para as amostras Al1050R80, Al1050R94, Al3003R60 e Al3003R80 a adição de mais pontos não deverá alterar o comportamento da curva. Para as amostras Al1050R60 e Al3003R90 não se estabeleceu o patamar da curva desejado; a curva em função do número de grãos, Fig.8.30, mostra que o aumento do número de pontos no caso destas amostras não corresponde ao aumento do número de grãos, o que é uma possível explicação para o comportamento da curva. Para a amostra Al3003R90, o comportamento ascendente da curva pode ser explicado pela presença de regiões com orientações distintas, como pode ser visto na Fig.8.31, de maneira na soma de campos pode prevalecer uma ou outra orientação.



**Figura 8.31:** Seções  $\varphi_2=0$  das funções distribuição de orientações de dois campos da amostra Al3003R90.

A Tab. 8.3 apresenta o índice “J” de textura calculado a partir da função distribuição de orientações para os dados obtidos pela técnica de difração de raios X e para os dados obtidos por difração de elétrons retroespalhados. Os valores obtidos apresentaram comportamento semelhante para as duas técnicas.

**Tabela 8.3:** Índice “J” de textura.

Amostra	“J” (FDO)	
	DRX	EBS
Al1050R60	2,17	1,15
Al1050R80	4,76	2,29
Al1050R94	4,56	5,64
Al3003R60	2,06	1,05
Al3003R80	2,53	1,13
Al3003R90	3,62	1,50

A Fig.8.32 apresenta os valores de  $\rho'_{r,N}$  em função do índice “J” de textura das amostras. O gráfico mostra que com o aumento do índice de textura o parâmetro  $\rho'_{r,N}$  diminui, este comportamento é explicado pelo fato de que, na análise por difração de

elétrons retroespalhados são observadas todas as orientações presentes, enquanto que na análise por difração de raios X contribuem para o levantamento da função distribuição de orientações apenas os planos analisados; com o aumento da intensidade a fração aleatória medida pela técnica de difração de elétrons retroespalhados diminui, de maneira que as diferenças entre as funções distribuições de orientação são devidas principalmente as principais orientações presentes e suas diferenças de intensidades.

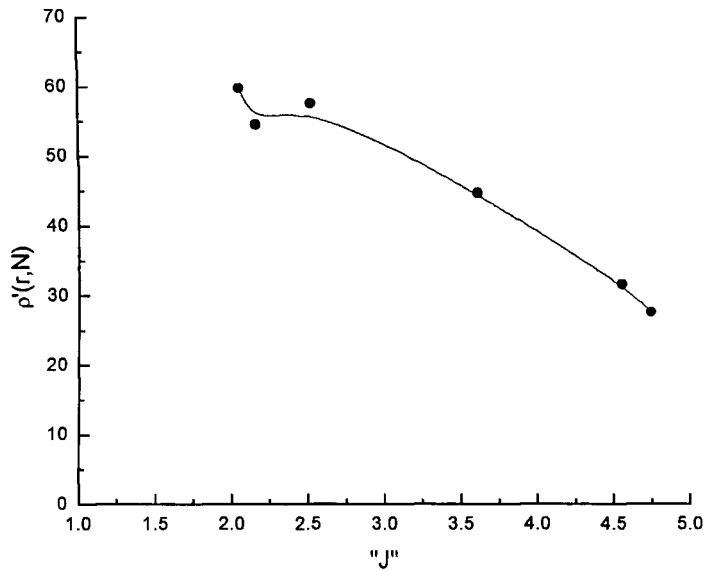


Figura 8.32: Gráfico do parâmetro  $\rho'_{r,N}$  em função do índice "J" de textura.

## 9. CONCLUSÕES

A análise global dos dados permite concluir que:

- os resultados obtidos por difração de raios X representam a macrotextura com maior confiabilidade, uma vez que a intensidade medida está fisicamente relacionada com o número de células unitárias que possuem uma determinada orientação;
- a boa avaliação da macrotextura por EBSD depende:
  1. da intensidade de textura: para amostras com índice “J” menor que 4,00 é necessária à obtenção de um grande número de medidas de orientações para que o parâmetro  $\rho_{N,N'}$  mantenha-se constante;
  2. o número de medidas de orientações necessárias para representar a macrotextura está relacionado com a microestrutura: amostras com presença de precipitados e que apresentem heterogeneidades na microestrutura necessitam de um número maior de medidas;
  3. o número de medidas de orientações é inversamente proporcional ao tamanho de grão. a simetria triclínica na análise por EBSD é um bom indicativo da qualidade do conjunto de dados obtidos, uma vez conhecida a simetria da amostra.

A comparação dos resultados obtidos pelas duas técnicas mostra que:

- as figuras de pólos obtidas pelas duas técnicas apresentam-se bastante semelhantes quando se utiliza a simetria triclínica;
- as funções distribuições de orientações para as amostras com intensidade de textura alta, com índice “J” de textura superior a 4,00 no caso deste estudo, apresentaram melhor concordância quanto as componentes de orientação presentes;
- os valores para intensidade de cada orientação não apresentaram concordância, e nenhum comportamento sistemático, este fato pode ser

atribuído a variações estatísticas nos dados de orientações obtidos por EBSD;

- a partir do parâmetro  $\rho'_{r,N}$  não é possível determinar se as diferenças são devidas à presença de componentes de orientação diferentes ou a diferença quantitativa das componentes.
- o gráfico  $\rho'_{r,N}$  x “J” mostra que os resultados obtidos pelas duas técnicas assemelham-se mais com o aumento do índice “J” de textura.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BARRETT, C.S. *Structure of Metals Crystallographic Methods, Principles, and Data*. 2.ed., New York, McGraw-Hill, 1952.
- BAUDIN, T.; PENELLE, R. Determination of the Total Texture Function from Individual Measurements by Electron Backscattering Pattern. *Metallurgical Transactions A*, v. 24A, p. 2299-2311, 1993.
- BAUDIN, T.; JURA, J.; PENELLE, R.; POSPIECH, J. Estimation of the Minimum Grain Number for the Orientation Distribution Function Calculation from Individual Orientation Measurements on Fe-3%Si and Ti-4Al-6V Alloys. *J.Appl.Cryst.*, v. 28, p. 582-589, 1995.
- BAUDIN, T.; DAHMS, M.; QUESNE, C.; PENELLE, R., Intermetallic Texture Analysis by X-Ray, Neutron and Electron Backscattered Diffraction. *Journal de Physique IV*, Colloque 2, v.6, p. C2-141-C2-146, 1996.
- BUNGE H.J. *Texture analysis in materials science mathematical methods*. 1.ed., Butterworths, 1982.
- CALEYO, F.; BAUDIN, T.; PENELLE, R.; VENEGAS, V. EBSD study of the development of cube recrystallization texture in Fe-50%Ni. *Scripta Materialia*, v.45, p. 413-420, 2001.
- CULLITY, B.D.; STOCK, S.R. *Elements of X-Ray Diffraction*. 3.ed., New Jersey, Prentice Hall, 2001.
- DRAKE, A.; VALE, S.H. Development of an Electron Backscatter Diffraction and Microtexture Measurement System. In: ELECTRON MICROSCOPY AND ANALYSIS GROUP CONF. EMAG95, Inst.Phys.Conf.Ser., 147, 4, pp 137-140, 1995.
- EISBERG, R.; RESNICK, R. *Física Quântica- Átomos, Moléculas, Sólidos, Núcleos e Partículas*. 4.ed., Rio de Janeiro, Campus, 1988.
- ENGLER, O. An EBSD Local Texture Study on the Nucleation of Recrystallization at Shear Bands in the Alloy Al-3%Mg. *Scripta Materialia*, v.44, p.229-236, 2001.
- FIELD, D.P. Recent advances in the application of orientation mapping. *Ultramicroscopy*, v.67, p. 1-9, 1997.
- FIELD D.P.; WEILAND, H.; BAGGETHUM, P. Imaging dislocation cell morphology in the SEM, *The Integration of Material, Process and Product Design*, Zabarás et al (Ed.), p. 27-32, 1999.
- GREWEN, J.; HUBER, J. Annealing Textures. In: HAESNNER, F. (Ed.). *Recrystallization of Metallic Materials*. Stuttgart, Riederer Verlag, 1978. p. 111-136.

- GODEC, M.; JENKO, M. Presentation Methods of Textures Measurements, *Materiali in Tehnologije*, v.34, 6, p, 359-364, 2000.
- HATHERLY, M.; HUTCHINSON, W.B. An Introduction to Textures in Metals, Monograf No.5, The Institution of Metallurgist.
- HUMPHREYS, F.J. Quantitative metallography by electron backscattered diffraction. *Journal of Microscopy*. v.195, 3, p. 170-185, 1999.
- JOHANSSON, S.; ZENG, X-H.; ANDERSSON N-E.; PENG, R.L. Measurement of average texture of cold aluminium sheet by electron back-scattering diffraction: a comparison with neutron diffraction. *Materials Science and Engineering A*, v.A315, p. 129-135, 2001.
- JURA, J.; POSPIEH, J.; GOTTSTEIN, G. Estimation of the Minimum Number of Single Grain Orientation Measurements for ODF Determination. *Z.Metallkd.*, v.87, p. 476-480, 1996.
- KATRAKOVA, D.; MÜCKLLICH, F. Specimen Preparation for Electron Backscatter Diffraction – Part I: Metals. *Prakt.Metallogr.*, v.38, p. 547- 565, 2001.
- KIAEI, M.; BACROIX, B.; SCHMITT, J.H. Development of Recrystallization Textures in Deep-Drawing Steels Measured by X-Ray Diffraction and EBSD. *Journal de Physique IV*, Colloque C3, v.5, p. C3-67-C3-75, 1995.
- KRIEGER-LASSEN, N.C. Automatic high-precision measurements of the location and width of Kikuchi bands in electron backscatter diffraction patterns. *Journal of Microscopy*, v.190, p. 375-391, 1998.
- KRIEGER-LASSEN, N.C. Source point calibration from arbitrary electron backscattering pattern. *Journal of Microscopy*, v. 195, p.204-211, 1999.
- LIMA, N.B., GALEGO, E., IMAKUMA, K. Análise de Textura por Meio de Figuras de Polos Incompleta, INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES 95, 1986.
- LIMA N.B. *Influência da Textura em Medidas de Tensão Residual*. 1991. Tese (Doutoramento) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo.
- MEDEVIELLE, A.; HUGON, I.; DUGNE, O. Electron Backscattering Diffraction (EBSD) Application for Nuclear Material. *Microstructural Science*, v.26, p. 26-29, 1998.
- 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 (ICOTOM-12)*, v. 1, p. 217-222, 1999.
- MIROUX A.; RÉGIÉ, H.; BACROIX, B. Effect of Cold Rolling Level on Recrystallization Textures in Low Carbon Steel Sheets – Modeling, Texture and Anisotropy of Polycrystals. *Materials Science Forum*, v. 273-275, p. 433-438, 1998.

- MISHIN, O.V.; GERTSMAN, V.Y.; GOTTSTEIN, G. Distributions of orientations and Misorientations in Hot-Rolled Copper. *Materials Characterization*, v. 38, p. 39-38, 1997.
- PAILLARD, P.; BAUDIN, T.; PENELLE, R. Recrystallization Texture in Fe 3% Si alloys Obtained by Characterization by EBSD and X-Ray Diffraction. *Materials Science Forum*, v.157-162, p. 1027-1032.
- PARK, H.; LEE, D.N. Deformaton and Annealing Textures of Draw AL-Mg-Si Tubes. *Journal of Materials Processing Technology*, v.113, p.551-555, 2001.
- RANDLE, V. Experimental Aspects of the Electron Bac-Scartter Diffraction Technique for Grain Boundary Characterization. *Materials Science Forum*, v.94-96, p.233-244, 1992.
- RANDLE, V. Application of electron backscatter diffraction to steel products. *Ironmaking and Steelmaking*, v.21, 3, p.209-214, 1994.
- RANDLE, V.; ENGLER, O. *Introduction to Texture Analysis- Macrotecture, Microtexture and Orientation Mapping*. 1.ed., The Netherlands, Gordon and Breach Science, 2000.
- RIOS, P.R.; GOTTSTEIN, G. Texture Evolution During Normal and Abnormal Grain Growth in na Al-1wt% Mn Alloy, *Acta Materialia*, v.49, p. 2511-2518, 2001.
- SAMUELS L.E. *Metallographic Polishing by Mechanical Methods*. American Society for Metals, p.101-111, 1982.
- SCHWARZER, R.A. Automated Crystal Lattice Orientation Mapping Using a Computer-controlled SEM, *Microan.* , v.28, 3, p. 249-267, 1997.
- THOMAS, G. *Kikuchi Electron Diffraction and Applications, Diffraction and Imaging Techniques in Material Science*. 2.ed., Netherlands, North-Holland, p. 399-427, 1978.
- TRIMBY, P.; DAY, A.; MEHNERT, K., SCHMIDT, N-H. Is fast mapping good mapping? A review of the benefits of high-speed orientation mapping using electron backscatter diffraction. *Journal of Microscopy*, v.205, p. 259-269, 2002.
- UBHI, H.S., BOWEN, A.W. An Electron Back-Scattered Diffraction Study of the Annealing Behaviour of Cold Rolled Titanium. *Titanium'95: Science and Technology*, p. 2265-2272, 1995.
- UBHI, H.S.; BOWEN, A.W. Analysis and Representation of electron backscattered diffraction texture data – examples from heat treat Al-Li alloy sheet. *Materials Science and Technology*, v.12, p. 800-886, 1996.
- VENABLES, J.A.; HARLAND, C.J. Electron back-scattering patterns – A new technique for obtaining crystallographic information in the scanning electron microscope, *Phil. Mag.*, v.27, p.1193-1200, 1973.
- WILKINSON, A.J.; HIRSCH, P.B. Electron Diffraction Based Techniques in Scanning Electron Microscopy of Bulk Material. *Micron.*, v.28, 4, p. 279-308, 1997.

WRIGHT, S.L. A Review of Automated Orientation Imaging Microscopy (OIM). *Journal of Computer-Assisted Microscopy*, v.5, 3, p. 207-221, 1993.