Unisanta Science and Technology, **2020, 1, August**
Published Online 2020 Vol.9 Nº1 http://periodicos.unisanta.br/index.php/sat)

UNISANTA
Science and Technology
ISSN 2317-1316

Proposta de Procedimento para Estimar a Rigidez em Metais Texturizados pela Análise dos Dados de *EBSD*

Willy Ank de Morais[1,2], Matheus Tavares Vasques[2], Rafael de Moura Nobre[2], Fernando José Gomes Landgraf[2]

[1]**UNISANTA**– Universidade Santa Cecília – Faculdade de Engenharia – Graduação em Engenharia Mecânica
Rua Oswaldo Cruz, 266 - Santos-SP, Brasil - CEP: 11045-100

[2]**USP** – Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais – Escola Politécnica
Av. Professor Mello Moraes, 2463 - Butantã, São Paulo-SP, Brasil, CEP: 05508-030

E-mail*:* willyank@unisanta.br
Received June, 2020

Resumo: A Difração de Elétrons Retroespalhados ou *EBSD* (*Electron Back Scatter Diffraction*) é uma técnica de caracterização dos materiais, empregada para avaliar o grau de orientação ou textura cristalina presente em sólidos cristalinos. Como várias características físicas e mecânicas, dentre estas, a rigidez elástica de materiais metálicos policristalinos, estão vinculados à sua textura cristalina, a técnica de *EBSD* torna-se uma importante fonte de informações para o estudo da correlação entre estrutura e processamento dos materiais de Engenharia. Assim sendo, o presente estudo apresenta um procedimento para determinar os módulos elásticos de materiais metálicos, cuja microtextura foi avaliada via *EBSD*. Para isso são empregadas equações da mecânica do contínuo aplicadas a monocristais, juntamente com os modelos de Voigt (isodeformação), Reuss (isotensão) e Hill para a generalização policristalina. O procedimento apresentado possui potencial de emprego na avaliação dos novos processos de manufatura aditiva (MA).

Palavras chave: Relação estrutura-propriedades; *EBSD*; Textura Cristalina; Módulo de Elasticidade.

Proposal of a Procedure to Estimate the Stiffness in Textured Metals through EBSD Data Analysis

Abstract: Electron Back Scatter Diffraction or EBSD is a material characterization technique used to evaluate the degree of crystalline orientation or the texture present in crystalline solids. As several physical and mechanical characteristics, among them, the elastic stiffness of polycrystalline metallic materials, are linked to its crystalline texture, the EBSD technique becomes an important source of information for the study the relationship between structure and processing of Engineering materials. Therefore, the present study presents a procedure to determine the elastic modules of metallic materials, whose microtexture was evaluated via EBSD. For this, continuous mechanics equations applied to single crystals are used, along with Voigt (isostrain), Reuss (isostress) and Hill models to polycrystalline generalization. The presented procedure has potential for use in the evaluation of new additive manufacturing (MA) processes.

Keywords: Structure-property relationship; EBSD; Crystalline texture; Elastic Modulus.

1. Introdução

O comportamento e o desempenho dos materiais de Engenharia dependem da conciliação entre a estrutura obtida, através de sua rota de fabricação ou processamento [1 ~ 3], e as propriedades necessárias a uma dada aplicação. Nos materiais cristalinos, metálicos ou cerâmicos, a obtenção de uma orientação cristalina, ou textura cristalográfica, ainda é uma opção restrita a

Copyright © 2020 ISESC.

processos de fundição sofisticados e demorados ou a condições e produtos de conformação mecânica, associados a tratamentos térmicos específicos. Os processamentos para a indução de uma textura cristalina, como a mostrada na Figura 1.a, atuam em um ou mais dos seguintes mecanismos [4]:

(1) textura de solidificação, que se desenvolve durante a fusão e solidificação;
(2) textura de deformação, que se desenvolve durante os vários processos de deformação, como laminação, forjamento, extrusão e compactação;
(3) texturas de recristalização e crescimento de grãos, que se desenvolvem quando o material fortemente deformado é recozido a temperaturas suficientemente altas e por períodos de tempo prolongados e
(4) texturas de transformação, que são exclusivamente os componentes de textura que se originam como resultado de transformações cristalográficas de uma fase original para uma fase final e são exclusivamente dependentes da textura presente na fase de origem.

Suwas e Ray [4] apontam que um material para ser considerado como fortemente texturizado precisa ter, ao menos, de 30 a 40% dos seus cristais formadores alinhados a uma direção específica. Assim sendo, a textura cristalina deve ser encarada e avaliada estatisticamente, em função das diversas orientações presentes. Apesar das limitações e complexidades na indução de orientações cristalinas nos materiais de Engenharia, existem vários exemplos de uso prático de material texturizado, por exemplo, na aplicação de aços laminados a frio para circuitos magnéticos ou visando conformação plástica [3 ~ 5].

O grande interesse na texturização cristalográfica de um material é a capacidade de configurar com maior precisão e amplitude suas propriedades mecânicas. Este é o caso dos módulos de rigidez (E, G e ν) de um material metálico, até então praticamente considerados constantes, por não serem facilmente ajustáveis pelos processos de fabricação tradicionais [2, 3].

Porém, com o crescente advento e incorporação de técnicas de manufatura aditiva de componentes metálicos, empregando-se feixes de energia [6 ~ 8], surgiram exemplos de casos de obtenção de uma orientação cristalográfica preferencial, graças a uma determinada conciliação de parâmetros de processamento [8 ~10]. Assim sendo, este processo de fabricação não só possui potencial para gerar produtos com geometrias complexas, mas também dotados de uma texturização cristalográfica adequada a certas aplicações bem específicas, tais como para implantes ósseos [11~13].

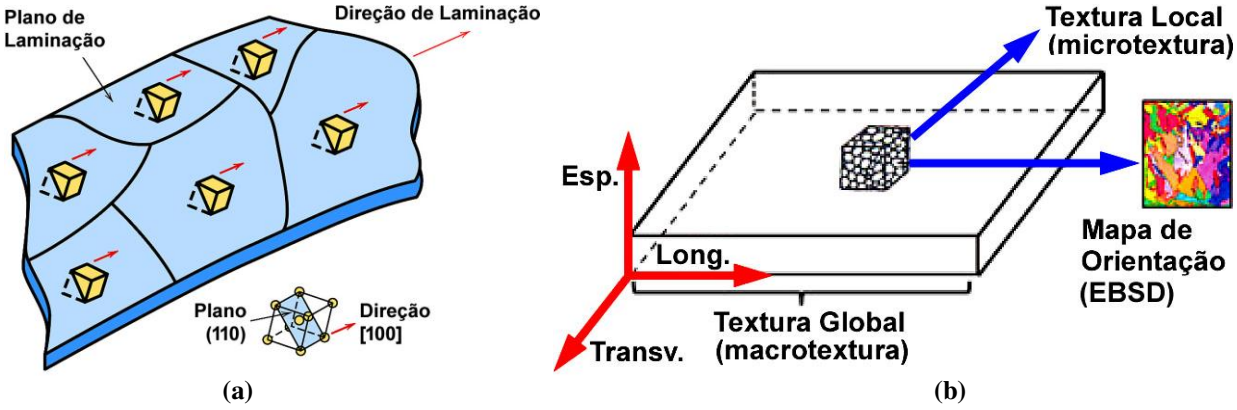


Figura 1. Representações gráficas da: (a) textura (110) [001] perfeita, objetivada pela laminação e recozimento de chapas de aço de estrutura CCC (adaptado de [3]) e (b) relação entre a textura global, ou macrotextura, e a textura local, ou microtextura, essa última associada a um mapa de orientação obtido por *EBSD* (adaptado de [4]).

2. Avaliação da Textura Cristalina por *EBSD*

A caracterização da texturização cristalina tem sido feita através de mapas de texturas, ou de orientação, obtidos através da técnica de Difração de Elétrons Retro-espalhados ou *EBSD* (*Electron Back Scatter Diffraction*) [8 ~10]. Tal técnica é geralmente empregada como um método de caracterização acessória ao microscópio eletrônico de varredura (MEV). Nesse caso, a interação do feixe de elétrons do MEV com a superfície da amostra produz elétrons retroespalhados, como ilustrado nas Figuras 2.a e 2.b. Esses elétrons interagem com os diferentes planos atômicos da amostra, gerando padrões de difração, como apresentado na Figura 2.c e 2.d [14].

Copyright © 2020 ISESC

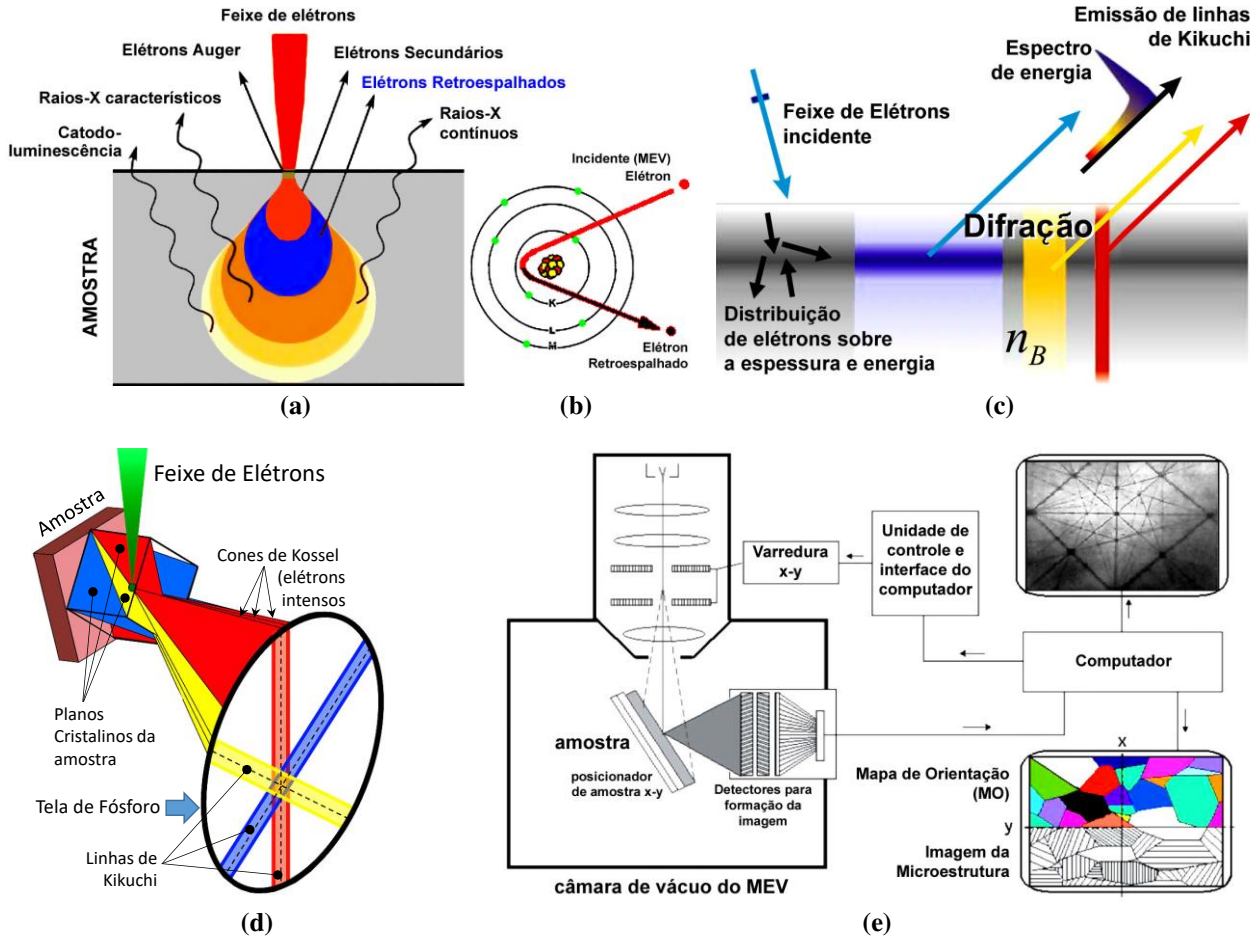


Figura 2. (a) Tipos de energias emitidas pela interação de um feixe de elétrons com uma amostra; (b) desvio atômico de um elétron oriundo do MEV, gerando um elétron retroespalhado; (c) faixa de espessuras de maior intensidade de elétrons restroespalhados na amostra para a geração dos cones de Kossel; (d) registro das linhas de Kikuchi, pela interseção dos cones de Kossel com uma tela de fósforo, conforme os planos atômicos presentes na amostra e (e) visão geral de um sistema para visualização da textura cristalográfica e dos grãos via MEV (adaptado de [14]).

A difração gera linhas de Kikuchi, que se apresentam como faixas brilhantes paralelas e podem ser interpretadas como sendo uma projeção gnomônica (projeção de uma esfera sobre um plano tangente a partir do seu centro) da rede de cristalina da amostra avaliada. Tal projeção pode ser observada sobre uma tela plana de fósforo ou por um detector de linhas de Kikuchi, conforme ilustrado pela Figura 2.e. Uma amostra plana deve ser inclinada a um ângulo de cerca de 70° [4, 14] para favorecer um melhor sinal para as linhas de difração, gerada pelos elétrons retroespalhados.

Assim, através da técnica de *EBSD* é possível analisar quantitativamente texturas cristalinas, para determinação de figuras de polos, sendo distinta e não apresentando as restrições impostas pela técnica convencional dos raios-X [14]. O emprego do *EBSD* automatizado, com recursos de análise computacional. Esta técnica abriu novos horizontes na análise quantitativa de texturas, sendo rapidamente incorporado nos laboratórios metalúrgicos, de materiais e geofísicos em todo o mundo a partir dos anos 2000, especialmente pela conciliação das seguintes condições [14]:

- disponibilidade de MEVs nos laboratórios de caracterização ao redor do mundo,
- facilidade de preparação de amostras,
- maior velocidade de aquisição de dados,
- acesso a informações complementares sobre a microestrutura em escala submicroscópica e
- capacidade de representar a textura cristalina graficamente, por meio de mapas de orientação (MOs), como o representado na Figura 1.b.

Copyright © 2020 ISESC

Nos MOs, são inferidas as orientações cristalinas através de uma varredura ponto-a-ponto sobre a superfície da amostra. Tipicamente, as orientações cristalinas principais, são representadas por tons de três cores básicas. Para o caso de estruturas cúbicas, por exemplo, são empregadas as cores vermelha, verde e azul para as respectivas famílias de direções/planos <100>, <110> e <111>, respectivamente representadas pelos seus índices de Miller, conforme ilustrado na Figura 3. As cores resultantes da mistura destas cores primárias, correspondem às orientações intermediárias, segundo descritas pelos seus respectivos índices de Miller e apresentados no padrão RGB na Tabela 1.

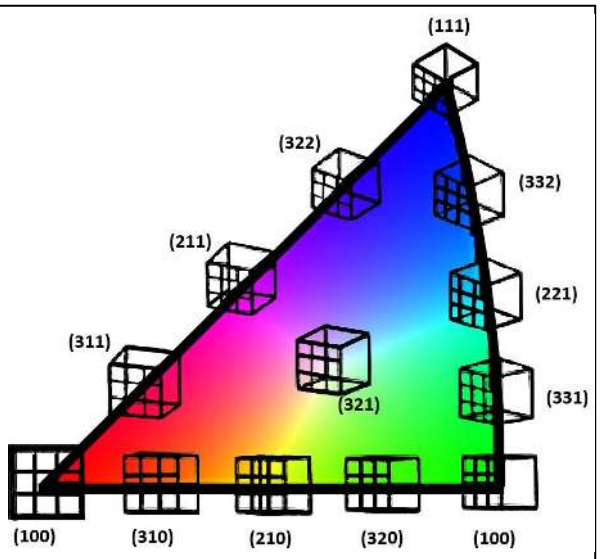


Figura 3. Triângulo de orientações cristalinas ilustrando o uso de cores nos mapas de orientação para designar direções cristalinas. Normalmente são descritas apenas os três planos principais, segundo os seus índices de Miller: (100), (110) e (111).

Uma grande vantagem da medição EBSD é que os dados de saída podem ser facilmente transformados em arquivos de texto, que podem ser trocados, pós-processados ou exportados para outros programas - para cálculos de textura, modelagem, etc. Os arquivos gerados podem possuir algumas variantes na forma de apresentar o conteúdo, mas todos eles possuem o mesmo tipo de informação:

- individualização da fase observada;
- as coordenadas (x, y) do pixel onde foi feita o registro do padrão de difração;
- a orientação do cristal no ponto avaliado, conforme os ângulos de Euler: φ_1, ϕ e φ_2 e
- parâmetros adicionais para caracterizar a qualidade do padrão de difração registrados pelo sistema, tais como:
  - *IQ* (*Image Quality*), relacionado ao contraste do padrão de *EBSD* no ponto de medição,
  - *CI* (*Confidence Index*), associado o grau de confiança no resultado obtido e
  - *Fit*, apresenta a diferença entre o ângulo medido pela interpretação dos dados de *EBSD* e o esperado teoricamente da rede cristalina avaliada.

Tabela 1. Associação das cores em um MO de um material cristalino cúbico.

Direção	u	v	w	R	G	B	COR
(100)	1	0	0	255	0	0	
(310)	3	1	0	255	85	0	
(210)	2	1	0	255	255	0	
(320)	3	2	0	85	255	0	
(110)	1	1	0	0	255	0	
(331)	3	3	1	0	255	85	
(221)	2	2	1	0	255	255	
(332)	3	3	1	0	85	255	
(111)	1	1	1	0	0	255	
(322)	3	2	2	85	0	255	
(211)	2	1	1	255	0	255	
(311)	3	1	1	255	0	85	
(321)	3	2	1	255	255	255	

3. Análise Cristalográfica

Os ângulos de Euler, φ_1, ϕ e φ_2, são empregados para referenciar a posição rotacional de um corpo rígido no espaço tridimensional. Na notação de Bunge [15], tais ângulos são empregados para descrever as rotações necessárias nos eixos de referência (XYZ) de uma amostra, de modo que estes passem a coincidir com os eixos de referência (X'Y'Z') de um cristal.

- o ângulo φ_1, representa uma primeira rotação do sistema de coordenadas da amostra ao redor do eixo Z, de forma que o operador tensorial desta rotação (XYZ $\rightarrow$ X_1Y_1Z) é dado pela Equação:

Copyright © 2020 ISESC

$$g_{\varphi 1} = \begin{pmatrix} cos\varphi_1 & sen\varphi_1 & 0 \\ -sen\varphi_1 & cos\varphi_1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (1)$$

- o ângulo ϕ, representa uma segunda rotação do sistema de coordenadas, porém agora ao redor do eixo X_1, de forma que o operador tensorial desta rotação ($X_1Y_1Z \rightarrow X_1Y_2Z_1$) é dado pela Equação (2) e

$$g_{\phi} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & cos\phi & sen\phi \\ 0 & -sen\phi & cos\phi \end{pmatrix} \quad (2)$$

- o ângulo φ_2, representa a terceira e última rotação do sistema de coordenadas, novamente ao redor do eixo Z, de forma que o operador tensorial desta rotação ($X_1Y_2Z_1 \rightarrow X_2Y_3Z_1 = X'Y'Z'$) é dado pela Equação (3).

$$g_{\varphi 2} = \begin{pmatrix} cos\varphi_2 & sen\varphi_2 & 0 \\ -sen\varphi_2 & cos\varphi_2 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (3)$$

A multiplicação desses três tensores em ordem, leva a um operador tensorial de transformação que correlaciona os valores de φ_1, ϕ e φ_2, medidos em cada ponto da amostra, às direções [uvw] e planos (hkl), descritivos da orientação dos cristais presentes nestes pontos [15, 16]:

$$g(\varphi_1, \phi, \varphi_2) = (hkl)[uvw] = \begin{bmatrix} u' & r' & h' \\ v' & s' & k' \\ w' & t' & l' \end{bmatrix} \quad (4)$$

O resultado obtido para esta multiplicação matricial dos tensores da Eq. (1), Eq. (2) e Eq. (3) oferece as seguintes equações gerais de conversão entre os ângulos de Bunge e os índices de Miller para planos (hkl) [5, 15]:

$$h = n \cdot sen\varphi_2 \cdot sen\phi \quad (5)$$
$$k = n \cdot cos\varphi_2 \cdot sen\phi \quad (6)$$
$$l = n \cdot cos\phi \quad (7)$$

da mesma foram, para as direções [uvw] [15]:

$$u = n'(cos\varphi_1 \cdot cos\varphi_2 - sen\varphi_1 \cdot sen\varphi_2 \cdot cos\phi) \quad (8)$$
$$v = n'(-cos\varphi_1 \cdot sen\varphi_2 - sen\varphi_1 \cdot cos\varphi_2 \cdot cos\phi) \quad (9)$$
$$w = n'(sen\varphi_1 \cdot sen\phi) \quad (10)$$

Assim, a partir de um arquivo, gerado por uma análise de EBSD, com os ângulos de Euler: φ_1, ϕ e φ_2 para os diferentes pontos medidos nas amostras passa a ser possível obter os respectivos valores dos índices de Miller do plano (hkl) e da direção [uvw] cristalográficos presentes nas coordenadas x, y do ponto avaliado. Graças ao acesso a estas informações, é possível realizar inúmeros cálculos, conforme citados ao final do item 1.1

4. Constantes de Rigidez de Monocristais

A textura cristalográfica influencia a maioria das propriedades mecânicas, físicas e químicas dos materiais policristalinos [1, 3~5, 17, 18]. Além disso, a presença de textura em um material leva à anisotropia de suas propriedades [17, 18]. Embora a maioria das propriedades seja afetada pela textura, as propriedades mecânicas são as mais estudadas devido à sua importância na Engenharia.

A Figura 4 apresenta, como exemplo relevante para o presente estudo, representações da dependência cristalográfica do módulo de Young (E), para materiais de diferentes estruturas cristalinas. Curiosamente, mesmo metais, tais como o alumínio e o cobre, que possuem de a mesma estrutura cristalina, cúbica de faces centradas (CFC), apresentam uma notória diferença na dependência entre a rigidez e suas direções cristalográficas, conforme ilustrado pela Figura 4 [17].

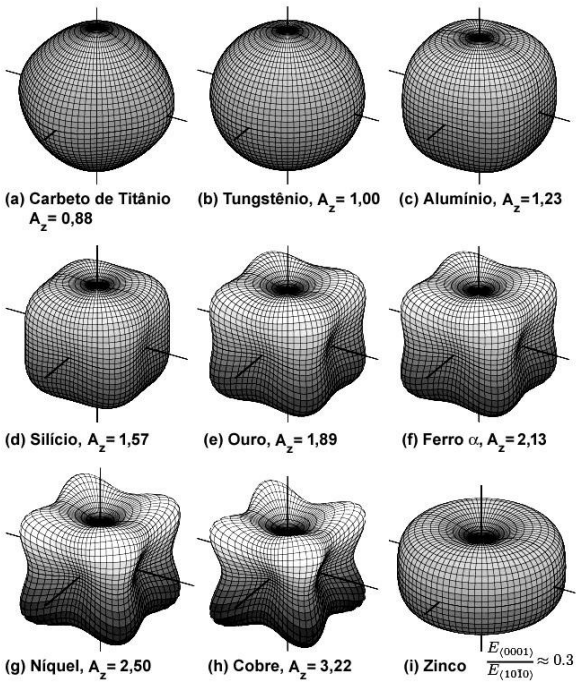


Figura 4. Dependência do módulo de Young (E) com a direção cristalina para alguns de Engenharia. Os valores de A são da anisotropia de Zener para esta propriedade (adaptado de [17]).

Copyright © 2020 ISESC

Sabe-se, da teoria da elasticidade, que a correlação entre os tensores de tensão e deformação é dada pela Lei de Hooke generalizada, que pode ser expressa pela notação simplificadora de Einstein como [1, 2]:

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \cdot \varepsilon_{kl} \quad (11)$$

na qual C_{ijkl} é um tensor de rigidez de quarta ordem com 81 constantes elásticas para um material anisotrópico. Utilizando a notação simplificadora de Voigt [18] para os componentes de tensão e deformação [1, 2]:

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} & \tau_{21} & \tau_{32} \\ \tau_{12} & \sigma_{22} & \tau_{23} \\ \tau_{13} & \tau_{23} & \sigma_{33} \end{pmatrix} \rightarrow \begin{pmatrix} \sigma_1 & \sigma_6 & \sigma_5 \\ \sigma_6 & \sigma_2 & \sigma_4 \\ \sigma_5 & \sigma_4 & \sigma_3 \end{pmatrix} \quad (12)$$

$$\varepsilon_4 = 2\varepsilon_{23} = \gamma_{23} \quad (13)$$

$$\varepsilon_5 = 2\varepsilon_{13} = \gamma_{13} \quad (14)$$

$$\varepsilon_6 = 2\varepsilon_{12} = \gamma_{12} \quad (15)$$

a Eq. (11) torna-se:

$$\begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{21} & C_{31} & C_{41} & C_{51} & C_{61} \\ C_{12} & C_{22} & C_{32} & C_{42} & C_{52} & C_{62} \\ C_{13} & C_{23} & C_{33} & C_{43} & C_{53} & C_{63} \\ C_{14} & C_{24} & C_{34} & C_{44} & C_{54} & C_{64} \\ C_{15} & C_{25} & C_{35} & C_{45} & C_{55} & C_{65} \\ C_{16} & C_{26} & C_{36} & C_{46} & C_{56} & C_{66} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{pmatrix} \quad (16)$$

Estruturas cristalinas diferentes apresentam simetrias distintas, de modo que nem todas as 36 constantes de rigidez, C_{ij}, da Eq. (16) são não nulas ou linearmente independentes. A Tabela 2 apresenta, para algumas redes cristalinas, os termos relevantes de C_{ij} [18].

Tabela 2. Constantes de rigidez que descrevem as propriedades dos policristais e monocristais de algumas estruturas cristalinas [18].

Estrutura	Constantes
Policristalino	Qualquer duas de(*): *K*, *G*, *E* e *ν*
Cúbica	C_{11}, C_{12} e C_{44}
Hexagonal	C_{11}, C_{12}, C_{13} e C_{44}
Tetragonal	C_{11}, C_{12}, C_{13}, C_{33}, C_{44} e C_{66}
Trigonal	C_{11}, C_{12}, C_{13}, C_{14}, C_{33} e C_{44}
Ortorrômbica	C_{11}, C_{12}, C_{13}, C_{22}, C_{23}, C_{33}, C_{44}, C_{55} e C_{66}

(*) módulos de rigidez volumétrica, de cisalhamento, de Young e coeficiente de Poisson, respectivamente.

Além disso, a Eq. (16) pode ser reescrita das duas seguintes formas, adotando a notação simplificadora de Einstein da seguinte forma e trocando a variável independente (ε_j deformação) pela dependente (σ_i tensão) de modo a obter:

$$\sigma_i = C_{ij} \cdot \varepsilon_j \quad (17)$$

$$\varepsilon_i = S_{ij} \cdot \sigma_j \quad (18)$$

de forma similar ao tensor C_{ij}, S_{ij} é um tensor com 36 constantes elásticas existentes em um material totalmente anisotrópico, porém associadas à flexibilidade (*compliance*). O tensor de flexibilidade é o tensor inverso do tensor de rigidez e vice-versa, de modo que a relação entre estes tensores é dada por:

$$C_{ij} \cdot S_{ij} = C_{ij} \cdot C_{ij}^{-1} = S_{ij}^{-1} \cdot S_{ij} = \delta_{ij} \quad (19)$$

Sendo δ_{ij} o delta de Kronecker ($\delta_{ij} = 0$, se i≠j e $\delta_{ij} = 1$, se i=j). Novamente, a consideração de uma estrutura cristalina com características de simetria, tal como a estrutura cúbica (vide Tab. 2), reduz o número de valores não nulos e/ou linearmente independentes dos componentes do tensor de flexibilidade (S_{ij}).

5. Equação de Hooke Aplicada a Monocristais de Estrutura Cúbica

Conforme apresentado na Tab. 2, o comportamento elástico de uma rede cristalina cúbica pode ser descrito através de seus três coeficientes de rigidez (C_{11}, C_{12} e C_{44}), ou, conforme a Eq. (19), pelos três coeficientes de flexibilidade (S_{11}, S_{12} e S_{44}) equivalentes daquela rede. Neste caso, a correlação entre tais coeficientes pode ser obtida, resolvendo-se a Eq. (19) e encontrando [18]:

$$S_{11} = \frac{C_{11}+C_{12}}{(C_{11}-C_{12})(C_{11}+2C_{12})} \quad (20)$$

$$S_{12} = -\frac{C_{12}}{(C_{11}-C_{12})(C_{11}+2C_{12})} \quad (21)$$

$$S_{44} = -\frac{1}{C_{44}} \quad (22)$$

O módulo de Young, E, pode ser obtido para uma determinada direção [uvw] de um cristal descrito pelos seus respectivos valores dos coeficientes de rigidez, através da equação [18]:

$$\{E_{[uvw]}\}^{-1} = S_{11} - (2S_{11} - 2S_{12} - S_{44})N^4 \quad (23)$$

Na qual N^4 é uma função calculada com base nos

Copyright © 2020 ISESC

cossenos diretores da direção [uvw]:

$$N^4 = n_1^2 n_2^2 + n_1^2 n_3^2 + n_2^2 n_3^2 \quad (24)$$

sendo que cada valor de *n* representa o cosseno diretor para a direção [uvw]:

$$n_1 = \frac{u}{\sqrt{u^2+v^2+w^2}} \quad (25)$$

$$n_2 = \frac{v}{\sqrt{u^2+v^2+w^2}} \quad (26)$$

$$n_3 = \frac{w}{\sqrt{u^2+v^2+w^2}} \quad (27)$$

Segundo Meyers e Chawla [1], a expressão para o módulo de cisalhamento, G, é um pouco mais complicada do que a do módulo de Young, E. Isso ocorre, porque a determinação de G envolve uma direção de cisalhamento e um plano de cisalhamento, enquanto que o módulo de Young, por outro lado, envolve apenas uma direção (a direção de extensão ou compressão). Porém, ao se considerar um esforço de torção atuando na direção perpendicular a um plano (hkl), ou seja, na direção [hkl], o cisalhamento passa a atuar em todas as direções do plano considerado tornando possível definir uma expressão mais simples para $G_{[hkl]}$ [18]:

$$\{G_{[hkl]}\}^{-1} = S_{44} + 2(2S_{11} - 2S_{12} - S_{44})N^4 \quad (28)$$

Para o coeficiente de Poisson, deve-se considerar as duas direções perpendiculares para sua definição: [hkl] de deformação longitudinal ao esforço aplicado e [h´k´l´] de deformação transversal associada. Desta forma, a expressão para este coeficiente fica [18]:

$$\nu_{\frac{[u'v'w']}{[uvw]}} = -\frac{S_{12}+(S_{11}-S_{12}-0{,}5\cdot S_{44})M^4}{S_{11}-(2S_{11}-2S_{12}-S_{44})N^4} \quad (29)$$

Na qual M^4 é uma função similar à N^4, porém calculada com base nos cossenos diretores da direção [h´k´l´]:

$$M^4 = m_1^2 m_2^2 + m_1^2 m_3^2 + m_2^2 m_3^2 \quad (30)$$

$$m_1 = \frac{u'}{\sqrt{u'^2+v'^2+w'^2}} \quad (31)$$

$$m_2 = \frac{v'}{\sqrt{u'^2+v'^2+w'^2}} \quad (32)$$

$$m_3 = \frac{w'}{\sqrt{u'^2+v'^2+w'^2}} \quad (33)$$

A anisotropia elástica cristalina pode ser definida, baseando-se nas constantes de rigidez através da fórmula introduzida por Zener, em 1948 [1, 17, 18]:

$$A_Z = \frac{2(S_{11}-S_{12})}{S_{44}} = \frac{2C_{44}}{C_{11}-C_{12}} \quad (34)$$

Expressões similares podem ser obtidas para outras estruturas cristalinas, porém estas serão mais complexas por envolverem mais constantes de rigidez ou flexibilidade, conforme apresentadas na Tab. 2. O acesso a estas informações pode ser obtido no livro de Nye [19], que apresenta a análise das constantes de rigidez e de flexibilidade. Também estão apresentadas as equações de cálculo do módulo de Young (E) para os 7 sistemas cristalinos: cúbico, hexagonal, tetragonal, ortorrômbico, monoclínico, trigonal, e triclínico [19].

6. Generalização da Rigidez em Materiais Policristalinos Através dos Modelos de Voigt (isodeformação) e Reuss (isotensão)

É possível empregar as propriedades dos cristais formadores de um material policristalino para acessar suas propriedades macroscópicas, mas para isso é necessário um procedimento de avaliação, pois a deformação de um grão não é independente da deformação do seu vizinho. Neste sentido, são empregados três modelos básicos, que consideram condições de contorno diferentes estabelecidas entre os diferentes cristais formadores do sólido policristalino [1, 3, 4]:

(a) o modelo Voigt, que assume um estado de deformação idêntico em todos os cristalitos;

$$E_V = \sum_{i=1}^{n} V_i \cdot E_i \quad (35)$$

$$G_V = \sum_{i=1}^{n} V_i \cdot G_i \quad (36)$$

(b) o modelo de Reuss, onde a tensão em cada grão deve ser igual à aplicada ao corpo de prova a granel e

$$\frac{1}{E_R} = \sum_{i=1}^{n} \frac{V_i}{E_i} \quad (37)$$

$$\frac{1}{G_R} = \sum_{i=1}^{n} \frac{V_i}{G_i} \quad (38)$$

(c) a aproximação de Hill, que emprega uma média aritmética dos limites superior (Voigt) e inferior (Reuss) acima.

Copyright © 2020 ISESC

As estimativas de Voigt e Reuss são fáceis de calcular, mas não necessariamente refletem as condições reais de interação entre os cristais de um material policristalino. Em 1952 Hill [18] demonstrou que os modelos de Voigt e Reuss constituíam limites rigorosos para os resultados reais ($E_R < E_{Efe} < E_V$,). Por isso, Hill sugeriu que fosse considerada a sua média aritmética como uma estimativa das propriedades elásticas. Geralmente, essas médias são designadas como valores de Voigt-Reuss-Hill (VRH), de modo que, para as constantes elásticas:

$$K_{VRH} = (K_V + K_R)/2 \quad (39)$$

$$G_{VRH} = (G_V + G_R)/2 \quad (40)$$

Para obter os valores dos módulos de cisalhamento, pode-se empregar a Eq. (36) e Eq. (38), já apresentadas. Os módulos volumétricos (K) podem ser determinados com base nos valores dos módulos de Young (E) e de cisalhamento (G), calculados pelos modelos de Voigt (V) e Reuss (R), Eq. (35) a (38), da seguinte forma (adaptado de [18]):

$$K_V = \frac{G_V \cdot E_V}{3(3G_V - E_V)} \quad (41)$$

$$K_R = \frac{G_R \cdot E_R}{3(3G_R - E_R)} \quad (42)$$

Como a Eq. (39) emprega os valores dos módulos volumétricos estimados pelos modelos de Voigt (K_V) e Reuss (K_R), esta não oferece exatamente o mesmo resultado da média aritmética entre os valores do módulo de elasticidade de Voigt (E_V) e Reuss (E_R). Apesar disso, a média entre os módulos, $E_{Efe} = (E_V+E_R)/2$, ainda pode ser considerada como uma boa aproximação do resultado real [18].

Adicionalmente, pode ser definido um novo parâmetro de anisotropia Voigt-Reuss-Hill, como sendo:

$$A_{VRH} = \frac{G_V - G_R}{G_V + G_R} \quad (43)$$

A relação entre esse parâmetro de anisotropia (A_{VRH}), Eq. (43), com o parâmetro de Zener (A), Eq. (34) pode ser escrita, para cristais cúbicos [18], como sendo:

$$A_{VRH} = \frac{(A_Z - 1)}{1 + A_Z^2 + (19/3)A_Z} \quad (44)$$

A diferença entre os limites de Voigt (G_V) e Reuss (G_R) e o módulo de cisalhamento G de um material policristalismo, estatisticamente isotrópico com grãos elasticamente anisotrópicos é dado em função da medida da anisotropia de Zener, A_Z, Eq. (34) [18].

7. Materiais e Métodos

7.1 Procedimento de Análise Proposto

Com o objetivo de avaliar a rigidez de um material policristalino, a partir de sua microtextura registrada por EBSD, propõem-se a seguinte metodologia de análise:

1. obter os dados de EBSD de uma amostra do material a ser avaliado;
2. acessar os dados obtidos, conforme descrito no item 2 deste trabalho:
   a. ou obtendo o arquivo com os dados gerados e registrados ponto a ponto na amostra, considerando um nível de qualidade mínimo (por exemplo, CI < 1, e ângulo de desalinhamento < 3°, respectivamente);
   b. ou empregando as informações da Fig. 3 ou Tab. 1 para interpretar os gráficos através de um *software* de processamento de imagens;
3. empregar as Equações (5) a (7) para obter os respectivos planos (hkl) e as Equações (8) a (10) para obter as respectivas direções <uvw>, para cada um dos pontos obtidos pela análise de EBSD na amostra;
4. obter da literatura, os valores das constantes de rigidez (C_{ij}) ou de flexibilidade (S_{ij}) para o material em questão, considerando sua estrutura cristalina, conforme a Tab. 2;
   a. caso necessário, empregar as Equações (19) a (22) para converter os valores obtidos de (Cij) ou de flexibilidade (Sij) entre si;
5. calcular os valores dos módulos elásticos de Young e de Cisalhamento (E, G), ponto a ponto, empregando:
   a. os valores das direções cristalinas [uvw], obtidos no passo 3,
   b. os valores das constantes de rigidez ou de flexibilidade, obtidos no passo 4 e
   c. as Equações (23) a (28);
6. usar os modelos de Voigt, Reuss e de Hill, através das Equações (35) a (42), para obter os valores das constantes elásticas do material policristalino avaliado;
7. A anisotropia elástica do material pode ser avaliada pelas Equações (34) e (38).

Copyright © 2020 ISESC

Os dados empregados neste trabalho foram oriundos de uma pesquisa realizada pelos autores, na qual foram confeccionadas amostras de uma liga Nb-48Ti pelo processo de Manufatura Aditiva (MA) de fusão em leito de pó. O material foi fabricado na forma de um cubo, com dimensões 10×10×10 mm, em um equipamento modelo *M2 Cusing*, da empresa *Concept Laser GmbH*, localizado no Instituto SENAI de Inovação em Sistemas de Manufatura e Processamento a Laser. A composição química, informada pelo fabricante do Pó, a *Advanced Powders & Coatings*, está descrita na Tabela 3.

Tabela 3. Composição química do pó da liga empregada na MA da amostra analisada neste estudo.

Ti %	Nb %	Ta %	Si %
48,00	51,87	0,12	0,001
Fe %	**Cr %**	**Al %**	
0,006	0,0027	0, 0012	

Fonte: Fornecedor do Pó (*Advanced Powders & Coatings*).

Na fabricação do material, impôs-se valores constantes de distância entre passes do feixe Laser de 0,105 mm e passo de rebaixamento de plataforma de 0,03 mm. A espessura de camada fundida em cada passe de varredura do Laser, após atingido o regime estacionário, tornou-se 60 µm, pois a fusão das camadas anteriores provoca uma contração. Assim a altura de fusão é o dobro do passo de descida, já que densidade aparente do pó era de aproximadamente 50%.

A amostra escolhida, foi fabricada com uma potência de Laser de 300 W e uma velocidade de varredura de 1300 mm/s. A densidade de energia associada ao processo produtivo foi de 73 J/mm^3 e a densidade relativa da amostra foi de 98,6% do valor teórico, segundo determinada pelo método de Arquimedes.

Para a análise de EBSD, empregou-se um MEV FEI modelo *Inspect* 50, do PMT-USP. Este aparelho foi operado com pressão da câmara de 5,7×10^{-3} Torr, tensão de aceleração de 15 kV, diâmetro do feixe de 4,5 µm, distância de trabalho de 11,5 mm, ângulo de inclinação de 70º, tamanho de passo 2,5 µm e área total analisada de 1400 µm^2.

Posteriormente, com o auxílio do *software* OIM *Analysis* 7™, foi possível obter representações da textura através do mapa de orientação (MO), figura de polo e função de distribuição de orientações (ODF, *Orientation Distribution Function*). A Figura 5 apresenta o MO obtido e cujos dados foram extraídos e exportados para uma planilha do *software Microsoft Excel®*.

As constantes de rigidez foram extraídas de extrapolações matemáticas, mostradas na Figura 6, sobre os dados publicados por Gutiérrez Moreno et al. [20], empregando a composição da Tab. 3, de forma a obter:

- Constantes de rigidez: C_{11} = 157,1 GPa, C_{12} = 115,1 GPa e C_{44} = 34,6 GPa,
- Constantes de flexibilidade: S_{11} =0,01675 GPa^{-1}, S_{12} =-0,00709 GPa^{-1} e S_{44} = 0,02894 GPa^{-1}.

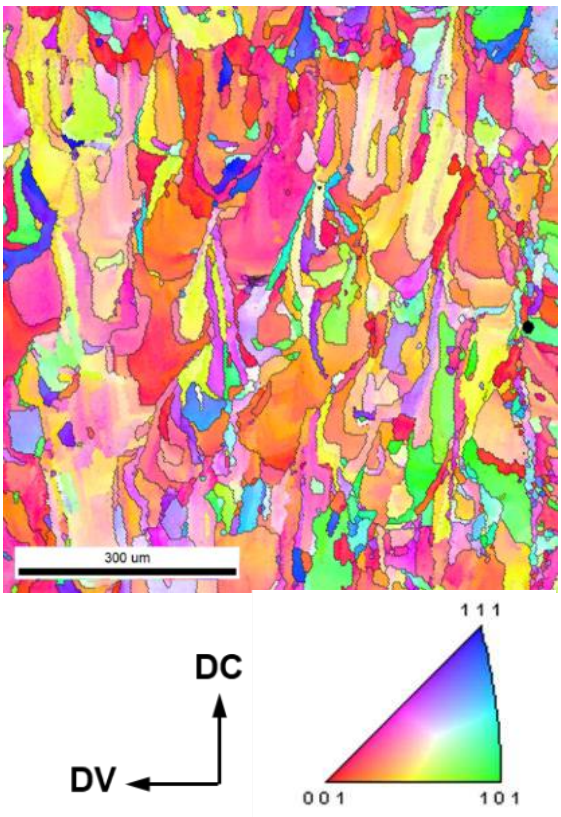
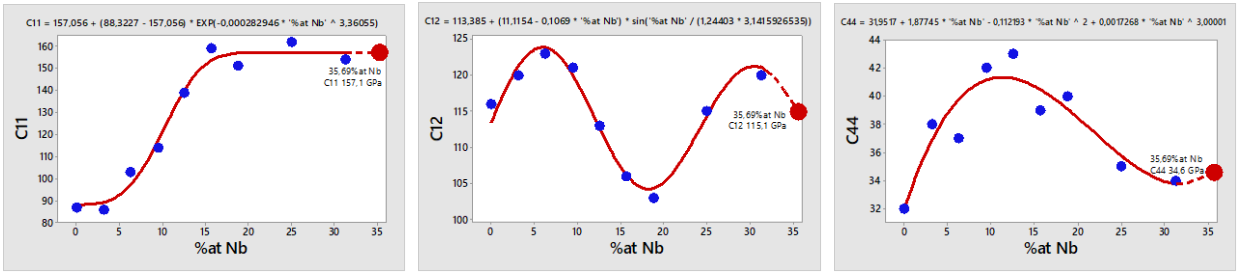


Figura 5. Mapa de orientação cristalográfica obtido por detector EBSD do MEV e imagem de microscopia ótica da amostra 3R21 da liga Nb-48Ti produzida por FLP com potência do laser de 300W e velocidade de varredura de 1300mm/s.

Apesar do uso dos resultados diretos do arquivo gerado pelo OIM *Analysis* 7™, também é possível empregar diretamente um mapa de orientação (MO), tal como o apresentado na Figura 5. Para isso, pode-se empregar como referências a Fig. 3 e Tab. 1, juntamente com um *software* de análise de imagens (passo 2.b) para extrair as orientações cristalográficas (hkl) e emprega-las nos cálculos. Porém um cuidado deve ser tomado com a orientação de referência empregada para gerar esta imagem, que deve obedecer a condição indicada no MO.

Copyright © 2020 ISESC



C_{11} C_{12} C_{44}

Figura 6. Gráficos e funções empregadas na interpolação e extrapolação dos coeficientes de rigidez (C_{ij}) das ligas Ti-Nb, para uma faixa de 0 a 33,3%$Nb_{atômico}$ (0 a 49%Nb_{peso}), obtidos dos dados de Gutiérrez Moreno et al. [20].

8. Resultados e Discussão

A sequência do procedimento proposto neste trabalho e descrito no item 6 foi empregada para analisar o arquivo associado ao mapa de orientação da Fig. 5. Com base nos critérios de qualidade especificados para esta análise (CI ≤ 1, Fit < 3°), foram obtidos 64.193 conjuntos de resultados para os três ângulos de Euler (φ_1, ϕ, φ_2,) e para as coordenadas (x e y), identificando o ponto avaliado. Os resultados desta análise estão ilustrados na Tabela 4 e os resultados finais obtidos estão apresentados na Tabela 5.

Apesar dos dados mostrados na Tabela 5 serem valores médios, estes apresentam uma dispersão fortemente associada com a anisotropia da amostra. Assim sendo, torna-se necessária uma análise de dispersão dos resultados obtidos, que está apresentada pelos histogramas reproduzidos na Figura 6, obtidos pelo *software Mintab* 17.

Pelos gráficos apresentados na Figura 7, pode-se perceber que há uma nítida presença de textura cristalina na amostra, especialmente para as direções cristalinas que promovem menores valores de E. Considerando que o material possui uma estrutura cúbica e que, nesta estrutura, a direção de menor rigidez é a família de direções {100} [1, 17], pode-se inferir que o material demonstra ter este tipo de textura. O mesmo tipo de análise pode ser feito para os valores de G, mas considerando, neste caso, a direção de rigidez torcional.

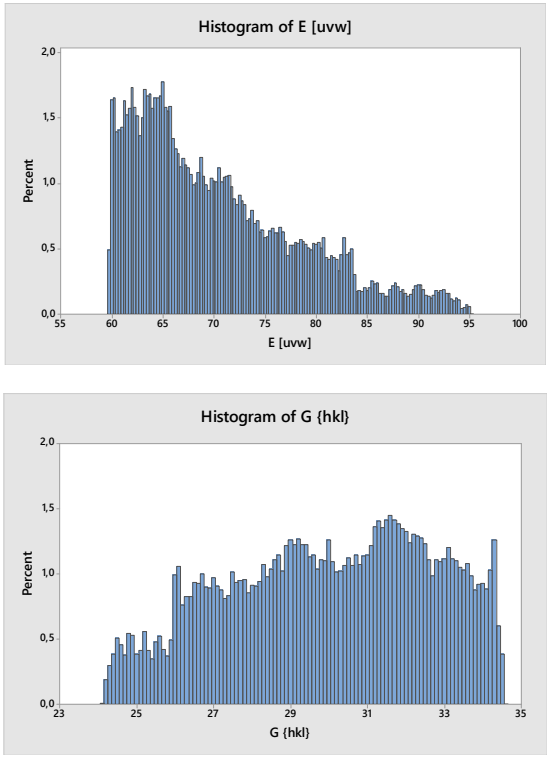


Figura 7. Histogramas com os valores calculados do módulo de Young (E) e de Cisalhamento (G) a partir dos dados gerados por EBSD na amostra avaliada.

Tabela 4 Trecho da planilha de análise dos dados gerados por EBSD na amostra avaliada.

Phi 1	Phi	Phi 2	h	k	l	u	v	w	N4 [uvw]	N4 [hkl]	E [uvw]$^{-1}$	E [uvw]	G [hkl]$^{-1}$	G [hkl]
2,982	2,569	1,209	0,507	0,192	-0,840	-0,224	0,971	0,086	0,0548	0,2170	0,0157	63,6	0,0371	27,0
5,635	2,133	2,588	0,445	-0,720	-0,533	-0,847	-0,145	-0,511	0,2080	0,3058	0,0129	77,8	0,0404	24,8
0,366	1,467	2,650	0,470	-0,877	0,104	-0,841	-0,408	0,356	0,2284	0,1801	0,0125	80,2	0,0357	28,0
0,374	1,464	2,648	0,471	-0,876	0,106	-0,838	-0,407	0,363	0,2309	0,1813	0,0124	80,5	0,0357	28,0

Copyright © 2020 ISESC

Tabela 5. Resultados médios finais obtidos para os módulos de Young (E), de cisalhamento (G) e volumétrico (K), a partir da análise dos dados gerados por EBSD.

	E [GPa]	G [GPa]	K [GPa]
Voigt	70,7	29,2	41,0
Reuss	69,9	28,9	40,0
Hill	70,3	29,0	40,5

9. Conclusões

A técnica de análise de textura pela Difração de Elétrons Retroespalhados ou *EBSD* (*Electron Back Scatter Diffraction*), atualmente incorporada em diversos laboratórios de caracterização de materiais, permite realizar análises baseadas na microtextura dos materiais.

Assim sendo, o presente trabalho apresentou e exemplificou a aplicação de um procedimento de estimativa das características de rigidez de um material cristalino, empregando a caracterização de sua micro-textura através da técnica de EBSD. O procedimento aqui apresentado é balizado em três etapas principais:

1. Caracterização – obter, a partir de mapas de orientação (EBSD), qual é a frequência dos planos (hkl) e direções [uvw] cristalinas presentes no material avaliado;
2. Micromecânica – calcular as constantes elásticas, pontualmente associadas aos pontos avaliados no material, a partir das constantes de rigidez (C_{ij}) de um monocristal do material e
3. Generalização Macroscópica – transposição das informações micromecânicas, através dos modelos de Voigh, Reuss e Hill, obtendo-se os valores das constantes elásticas do material no formato macroscópico e monolítico.

Particularmente, o uso do procedimento aqui apresentado para avaliar um material produzido por Manufatura Aditiva (MA) possibilitou não apenas estimar a sua rigidez, como também possibilita verificar o seu nível de anisotropia, a partir do seu perfil de rigidez, características associada ao desempenho do material sob condições de uso.

Futuramente, os autores deverão obter e avaliar um maior conjunto de resultados de análise de textura, que estejam vinculados a propriedades elásticas adequadamente medidas em ensaios. Com isso, objetiva-se que o procedimento aqui apresentado, totalmente balizado em equações vinculadas à literatura consultada, possa ser aperfeiçoado experimentalmente.

Referências

1 MEYERS, M.A. ; CHAWLA, K.K. **Mechanical Behavior of Materials**. 2nd Edition. Cambridge (UK): Cambridge University Press, 2009.

2 MORAIS, A. **Ensaios Mecânicos dos Materiais** - volume 1. São Vicente: WILLY ANK – Soluções para o Setor Metal-Mecânico, 2018.

3 CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e Engenharia de Materiais - Uma Introdução**. Rio de Janeiro: LTC, 2016.

4 SUWAS, S.; RAY, R. K. **Crystallographic Texture of Materials**. London: Springer-Verlag, 2014, p. 260.

5 MAGNABOSCO, A.S. Recristalização, Crescimento de Grãos e Textura Cristalina (Mód. 3, Cap. 2). In: MORAIS, W.A.; MAGNABOSCO, A.S.; MENEZES NETO, E.B.; **Metalurgia Física e Mecânica Aplicada**. São Paulo: ABM. 2ª ed., pp.257-288 , 2009.

6 DUTTA, B.; BABU, S.; JARED, B. H. Science, Technology and Applications of Metals in **Additive Manufacturing**. Amesterdan (Netherlands): Elsevier, 2019.

7 GIBSON, I.; ROSEN, D. W.; STRUCKER, B. **Additive Manufacturing Technologies** – **Rapid Prototyping to Direct Digital Manufacturing**. New York (USA): Springer, 2010.

8 DEBROY T.; Wei HL, ZUBACK J.S. et al. Additive manufacturing of metallic components—process, structure and properties. **Progress in Materials Science** 92, pp. 112–224, 2018.

9 THIJS, L.; SISTIAGA, M. L. M.; WAUTHLE, R.; XIE, Q.; KRUTH, J-P.; HUMBEECK, J. V. Strong morphological and crystallographic texture and resulting yield strength anisotropy in selective laser melted tantalum. **Acta Materialia** 61, pp. 4657–4668, 2013.

10 SUN, S. H.; HAGIHARA, K.; NAKANO, T. Effect of scanning strategy on texture formation in Ni-25 at.%Mo alloys fabricated by selective laser melting. **Materials and Design** 140, pp. 307–316, 2018.

11 ZADPOOR, A. A. Frontiers of Additively Manufactured Metallic Materials. **Materials** 11, pp. 1566-1576, 2018.

12 KOVALEVSKAYA, Zh. G.; SHARKEEV, Yu. P.; KHIMICH, M. A.; GLUKHOV I. A. Thermal stability of Ti-45Nb mechanically alloyed powder. **Letters on Materials** 8 (4), pp. 443-447, 2018.

Copyright © 2020 ISESC

13 COLLINS, P. C.; BRICE, D. A.; SAMIMI, P.; GHAMARIAN, I.; FRASER, H. L. Microstructural Control of Additively Manufactured Metallic Materials. **Annual Review of Materials Research** 46, pp.18.1-18.29, 2016.

14 SCHWARTZ, A. J.; KUMAR, M.; ADAMS, B. L.; FIELD, D. P. **Electron Backscatter Diffraction in Materials Science**. New York: Springer, 2009.

15 BUNGE, H. J. **Texture Analysis in Material Science**. Translated from German by Peter R. Morris. London: Butterworts & Co., 1982.

16 ENGLER, O.; RANDLE, V. **Introduction to Texture Analysis – Macrotexture, Microtexture, and Orientation Mapping**. Boca Raton (USA): Taylor & Francis Group, 2010.

17 ROESLER, J.; HARDERS, H.; BAEKER, M. **Mechanical Behaviour of Engineering Materials – Metals, Ceramics, Polymers, and Composites**. Berlin (Germany): Springer, 2007.

18 GRIMVALL, G. **Thermophysical Properties of** Materials. Enlarged and revised edition. Netherlands: Elsevier Science. 1999.

19 NYE, J. F. **Physical Properties of Crystals – Their Representation by Tensors and Matrices**. (Reprinted 2006). Oxford: Clarendon Press. 1985. P. 144.

20 GUTIÉRREZ MORENO, J. J. ; PAPAGEORGIOU, D.G.; EVANGELAKIS, G.A.; LEKKA, C.E. An ab initio study of the structural and mechanical alterations of Ti-Nb alloys. **J. Appl. Phys** 124, pp. 245102-1–245102-7, 2018.

Copyright © 2020 ISESC