UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA "JÚLIO DE MESQUITA FILHO" CAMPUS DE GUARATINGUETÁ

PATRICK EDUARDO MOREIRA GUIMARÃES

OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA DA LIGA DE ALUMÍNIO AA7075 PARA ANÁLISE POR DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS (EBSD)

> Guaratinguetá - SP 2016

PATRICK EDUARDO MOREIRA GUIMARÃES

OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA DA LIGA DE ALUMÍNIO AA7075 PARA ANÁLISE POR DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS (EBSD)

Trabalho de Graduação apresentado ao Conselho de Curso de Graduação em Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para obtenção do diploma de Graduação em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Luis Rogerio de Oliveira Hein

Guimarães, Patrick Eduardo Moreira G9630 Otimização do processo de preparação metalográfica da liga de alumínio AA7075 para análise por difração de elétrons retroespalhados (EBSD) / Patrick Eduardo Moreira Guimarães – Guaratinguetá, 2016. 39 f. : il. Bibliografia: f. 38-39 Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2016. Orientador: Prof. Dr. Luis Rogerio de Oliveira Hein 1. Ligas de alumínio 2. Metalografia 3. Eletrons – Difração I.Título CDU 669.715

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA "JÚLIO DE MESQUITA FILHO" CAMPUS DE GUARATINGUETÁ

PATRICK EDUARDO MOREIRA GUIMARÃES

ESTE TRABALHO DE GRADUAÇÃO FOI JULGADO ADEQUADO COMO PARTE DO REQUISITO PARA A OBTENÇÃO DO DIPLOMA DE "GRADUADO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS"

APROVADO EM SUA FORMA FINAL PELO CONSELHO DE CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

> Prof. Dr. MIGUEL ANGEL RAMIREZ GIL Coordenador

BANCA EXAMINADORA:

CON/M Prof. Dr. Luis Rogerio de Oliveira Hein Orientador/ UNESP – FEG

MSc. Camila Cristina Silva do Prado UNESP-FEG

Jeancho S. h. Rocha MSc. Leandro Silva Rosa Rocha UNESP - FEG

Dezembro de 2016

DADOS CURRICULARES

PATRICK EDUARDO MOREIRA GUIMARÃES

NASCIMENTO	04.07.1991 – Lorena / SP
FILIAÇÃO	Robson Luis Ferraz Guimarães Alzira Moreira Guimarães
2011 / 2016	Curso de Graduação Engenharia de Materiais - Universidade Estadual Paulista

De modo especial, aos meus pais, Robson e Alzira, pelos ensinamentos e constante incentivo para terminar o curso. EPÍFAGRE

Nem tudo que se enfrenta pode ser modificado, mas nada pode ser modificado até que seja enfrentado.

Albert Einstein

RESUMO

A metalografia é considerada uma das análises mais importantes para garantir a qualidade dos materiais no processo de fabricação e também para desenvolvimento de novas ligas. Devido à alta sensibilidade da técnica de EBSD, necessita uma superfície plana e isenta de deformações plásticas. Os polimentos mais comuns são eletrolítico e polimento mecânico com sílica coloidal, sendo somente o segundo utilizado neste trabalho. O objetivo principal é desenvolver técnicas de preparação metalográfica de ligas de AA7075 para análise de textura cristalográfica por difração de elétrons retroespalhados. A liga da classe 7XXX é uma liga tratável termicamente, que apresenta elevada resistência mecânica e baixa densidade, portanto, sendo muito utilizados em aplicações aeronáuticas. A técnica de EBSD permite análise cristalográfica de um material, ou seja, a determinação da orientação cristalina pontualmente ou em áreas específicas. É baseada na aquisição de padrões de difração em um microscópio eletrônico de varredura (MEV), cuja análise, conjugada ao controle da varredura pelo feixe do microscópio em linhas ou áreas da amostra, é integrada em um computador gerando mapas das de orientação cristalográfica. A imagem é processada e então comparada com padrões pré-estabelecidos. A preparação metalográfica foi realizada para 3 processos: polimento rotativo automático, polimento vibratório e polimento por deslizamento. O polimento rotativo automático foi o que apresentou melhor resultado, devido sua planicidade e baixa deformação plástica. Realizou-se DRX para gerar dados para a biblioteca do MEV e EDS para verificar se a composição química da amostra estava de acordo com a literatura, a qual estava na faixa especificada pela mesma. Apesar de problemas no decorrer do trabalho com a biblioteca do software, necessitando o desenvolvimento de uma para realização da comparação com padrões pré estabelecidos, foi possível desenvolver rotas com boa qualidade e baixo custo, adquirindo experiência no assunto e sendo possível executar a técnica em questão no estudo.

PALAVRAS CHAVES: Liga de Alumínio AA7075. Difração de elétrons retroespalhados. Preparação metalográfica EBSD.

ABSTRACT

The metallurgy is considered one of the most important tests to ensure the quality of materials in the manufacturing process and also to develop new alloys. Due to the high sensitivity of the elecrtron diffraction technique (EBSD) requires a flat and unstrained surface. The most common polishes are electrolytic and mechanical polishing with colloidal silica, being only the second used in this work. The main objective is to develop metallographic preparation techniques of AA7075 alloy for analysis of crystallographic texture by electron backscatter diffraction. The league 7XXX class is a treatable alloy heat, that features high mechanical strength and low density, thus being much used in aeronautical applications. The EBSD technique allows crystallographic analysis of a material, ie the determination of the crystal orientation punctually or in specific areas. It is based on the acquisition of diffraction patterns in a scanning electron microscope (SEM), whose analysis coupled to the control of the SEM beam lines or areas of the sample, it is integrated into a computer generating crystallographic orientation maps. The image is processed and then compared with pre-established standards. Metallographic preparation was carried out for 3 processes: automatic rotary polishing, vibratory grinding and polishing by sliding. The automatic rotary polishing showed the best result, because of its flatness and low plastic deformation. XRD was performed to generate data for SEM and EDS library to verify that the chemical composition of the sample was in agreement with the literature, which was in the range specified by the same. Despite problems in the course of working with the software library, necessitating the development of a for performing compared to pre-established standards, it was possible to develop routes with good quality and low cost, gaining experience in the subject and it is possible to perform the technique in question in the study.

KEYWORDS: Aluminum alloy AA7075. Electron backscatter diffraction. Metallographic preparation EBSD.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Esquema ilustrativo EBSD	18
Figura 2. Fluxograma indicando passos significativos numa observação típica EBSD	19
Figura 3. Difração de raio-x por um cristal.	21
Figura 4. Fluxograma dos procedimentos experimentais	22
Figura 5. Allied TechCut 4	23
Figura 6. Politriz automática Allied MetPrep 3 e sistema de dosagem AD-5	24
Figura 7. Buehler Minimet 1000.	25
Figura 8. Politriz vibratória Pace GIGA-0900	26
Figura 9. Microscópio óptico motorizado Zeiss AxioImager Z2m.	28
Figura 10. Microscópio eletrônico de varredura Zeiss EVO LS-15	28
Figura 11. Difratômetro de Raios-X Bruker D8 Advance ECO	29
Figura 12. Área analisada EDS amostra AA7075	30
Figura 13. Espectro análise EDS liga de Alumínio AA7075.	30
Figura 14. Espectro de difração de raios-X para AA7075.	31
Figura 15. Microscopia óptica obtida por polimento por rotativo automático para liga AA7075.	33
Figura 16. Microscopia óptica obtida por polimento por rotativo automático para liga AA7075.	33
Figura 17. Microscopia óptica obtida por polimento por rotativo automático para liga AA7075.	34
Figura 18. Microscopia óptica obtida por polimento por deslizamento para liga AA7075	34
Figura 19. Microscopia óptica obtida por polimento por vibratório para liga AA7075	35
Figura 20. Microscopia óptica obtida para liga AA7075 por polimento por polimento rotat automático e atacada com Keller	ivo 35
Figura 21. Padrão de kikuchi (2000x) AA7075.	36

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Designação das ligas trabalháveis segundo a American Aluminium Association.	16
Tabela 2. Condições para cada etapa de preparação metalográfica politriz rotativa automát utilizada para liga de Alumínio 7075.	tica 24
Tabela 3. Condições de polimento por deslizamento para liga de Alumínio 7075	26
Tabela 4. Condições para cada etapa de preparação metalográfica politriz rotativa automát utilizada para liga de Alumínio 7075.	tica 27
Tabela 5. Resultados análise EDS para AA7075	31
Tabela 6. Valores Tabelados composição química AA7075	31

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AAA	American Aluminum Association
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
EDS	Espectrometria de energia dispersiva de raios-x
DMT	Departamento de Materiais e Tecnologia
EBSD	Difração de elétrons retroespalhados
SEM	Scanning electron microscope
DRX	Difração de raios-X
CDIC	Contraste por interferência circular
n°	Número
NBR	Norma Brasileira Registrada
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas

LISTA DE SÍMBOLOS

°C	Grau Celsius				
N	Newton				
mm	Milímetro				
θ	Ângulo de incidência				
0	Grau				
min	Minuto				
S	Segundo				
μm	Micrometro				
nm	Nanometro				
Al	Alumínio				
Cr	Cromo				
Cu	Cobre				
Fe	Ferro				
Mg	Magnésio				
Mn	Manganês				
Ni	Níquel				
Si	Silício				
Ti	Titânio				
Zn	Zinco				
SiC	Carbeto de Silício				

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	13
1.1 OBJETIVOS	14
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
2.1 Alumínio 7075	15
2.2 DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS	17
2.2.1 Padrão de Kikuchi	
2.3 ESPECTROMETRIA DE ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS-X	19
2.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X	20
3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL E METODOLOGIA	
3.1 MATERIAL	22
3.2 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA	23
3.2.1 Politriz Rotativa Automática	23
3.2.2 Politriz Por Deslizamento	25
3.2.3 Politriz Vibratória	26
3.2.4 Ataque Químico	27
3.3 MICROSCOPIA	27
3.8 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X	29
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	30
4.1 ANÁLISE POR EDS	
4.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X	31
4.3 ANÁLISE MICROESTRUTURAL	
4.3.1 Polimento Rotativo Automático	
4.3.2 Polimento por Deslizamento	
4.3.3 Polimento Vibratório	35
4.3.4 Ataque Químico	35
4.6 DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS	
5. CONCLUSÕES	
REFERÊNCIAS BIBLIOGRAFICAS	

1 INTRODUÇÃO

A metalografia consiste basicamente no estudo dos produtos metalúrgicos, o qual com o auxílio de um microscópio permite observar e identificar a natureza, forma, quantidade, distribuição de diversos constituintes, etc. É considerada uma das análises mais importantes para garantir a qualidade dos materiais no processo de fabricação e também para desenvolvimento de novas ligas. O alumínio e algumas de suas ligas podem ser considerados como um dos mais difíceis se tratando de preparação metalográfica, devido à baixa dureza torna-se muito susceptível à deformação durante a preparação, o que leva um certo tempo de preparo entre o lixamento e polimento final (BAPTISTA, A. L. B et al. 1998).

Devido à alta sensibilidade da técnica de EBSD a deformações nas superfícies da amostra, a preparação das mesmas para análise tem extrema importância (MONLEVADE, E.F et al.2002). Uma amostra bem preparada não apresenta riscos, desvios de planicidade ou mesmo outros elementos diferente da estrutura original que interfira na identificação de aspectos microestruturais, como abrasivos decorrentes a fase de lixamento ou polimento. Para a análise EBSD deve obter uma preparação com o mínimo de deformação plástica residual, dado que a presença da mesma pode ser suficiente para causar perda substancial de definição do padrão de difração de elétrons. Sendo assim, o polimento mecânico com pasta ou suspensão de diamante até 1 µm não é suficiente, devendo adicionar um último estágio como polimento final (MENEZES, H. T. F, et al. 2008)

O tipo de polimento para EBSD vária conforme o material a ser analisado. Para amostras não condutoras deve realizar deposição de uma camada condutora de 2 a 3 nm de carbono ou ouro. Para zircônio ou ligas de zircônio deve-se realizar polimento iônico; microdispositivos eletrônicos deve-se realizar ataque por plasma. Para materiais isolantes e metais, no caso onde se enquadra a liga de AA7075, os polimentos finais são eletrolítico e mecânico (com alumina ou sílica coloidal), sendo a primeira a mais comum citada na literatura (KIAEI et al.,1995; HUMPHREYS,1999).

Polimento eletrolítico permite obter, por dissolução anódica de um metal em um eletrólito, uma superficie plana, polida e perfeitamente espalhada para a observação metalográfica. A teoria eletrolítica diz que se dois eletrodos são colocados em uma solução condutora os íons negativos dirigem-se para o eletrodo positivo (ânodo) e os íons positivos para o eletrodo negativo (cátodo). Polimento mecânico é realizado através de uma politriz, podendo ser de forma manual (amostra trabalhada manualmente no disco de polimento) ou automática

(quando as amostras são lixadas em dispositivos especiais, com controle de carga, velocidade, tempo e outras variáveis). O agente polidor mais utilizado é o diamante, mas também utiliza-se alumina ou sílica coloidal (ROHDE, R. A. et al. 2010)

A principal proposta do trabalho é desenvolver rotas metalográficas a partir de polimentos mecânicos e vibratório, desde o lixamento até polimento final com Sílica coloidal.

1.1 OBJETIVOS

O objetivo geral deste trabalho é desenvolver técnicas de preparação metalográfica adequadas para a análise de microestruturas de ligas de alumínio AA7075 por difração de elétrons retroespalhados (EBSD).

Para atender a este objetivo geral, devem ser atingidos os seguintes objetivos específicos:

- a) Avaliar e desenvolver o processo de lixamento, polimento (grosseiro e final) da liga AA7075 T6 em politriz rotativa automática, considerando os parâmetros de controle de carga, tempo de polimento, rotação (prato e cabeçote), lubrificação e dosagem de abrasivos, sempre visando à análise posterior por EBSD.
- b) Avaliar e desenvolver o processo de polimento mecânico final em politriz vibratória, sempre para a liga AA7075 na condição T6, considerando os parâmetros de carga aplicada, frequência de vibração, amplitude de vibração e tempo de polimento.
- c) Avaliar e desenvolver o processo de lixamento, polimento (grosseiro e final) da liga AA7075 T6 em politriz por deslizamento, sempre para a liga AA7075 na condição T6, considerando os parâmetros de carga, velocidade e tempo de polimento.
- d) Comparar os resultados, apoiado por análises em microscópio óptico com contraste por interferência circular (C-DIC), em microscópio eletrônico de varredura e difração de elétrons retroespalhados, avaliando os parâmetros de qualidade de indexação de estruturas e de qualidade de imagem.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 ALUMÍNIO 7075

O alumínio foi descoberto por Sir Humphrey Davy em 1809, tendo sido isolado pela primeira vez em 1825 por H. C. Oersted. Porém, apenas em 1886 foi desenvolvido um processo industrial econômico de redução. Nesse ano, dois cientistas trabalhando independentemente, Charles Martin Hall, nos Estados Unidos, e Paul Louis Héroult, na França, inventaram o mesmo procedimento eletrolítico para reduzir a alumina em alumínio (ABAL, 2004).

O alumínio comercialmente puro é um metal que combina um conjunto de propriedades expressivas, tais como leveza, alta ductilidade, boa resistência à corrosão e excelentes condutividades térmica e elétrica. Porem, em sua forma pura apresenta baixa resistência mecânica para aplicações estruturais, sendo assim, a maioria dos produtos em alumínio são obtidos a partir de uma liga, priorizando as propriedades desejadas. A maior parte dessas ligas são soluções sólidas de um ou mais elementos metálicos dissolvidos na matriz de alumínio. Essas soluções têm suas propriedades aumentadas por deformação plástica a frio (encruamento) ou por tratamento térmico. Os principais elementos de liga são: cobre, magnésio, manganês, silício e zinco. Outros elementos são adicionados em quantidades menores, agindo como refinadores de grão ou para produzir alguma propriedade especial.

A norma brasileira que classifica as ligas de alumínio é a NBR 6834, que segue a Aluminum Association (AA). As ligas de Alumínio são divididas em dois grandes grupos: ligas fundidas e ligas trabalháveis. Para a primeira, são aquelas em que a forma final do produto é conseguida através de transformações de um semimanufaturado (lâmina, chapa, vergalhão) obtido também por transformação mecânica a frio ou a quente de um tarugo ou placa produzida pela solidificação do metal líquido. Os processos mais comuns são: laminação, extrusão, trefilação e forjamento. Para identificar as ligas de alumínio trabalháveis utiliza-se um sistema de quatro números. O primeiro número serve para indicar o elemento majoritário (maior teor na composição) da liga; o segundo indica modificações na liga original ou nos limites de impurezas; os dois últimos dígitos identificam a liga de alumínio ou indicam a pureza do alumínio (BRANDT, 1990).

Liga ABNT (NBR6834)	Principal elemento químico da Liga			
1XXX	Alumínio não-ligado de no mínimo 99,99% de pureza			
2XXX	Cobre			
3XXX	Manganês			
4XXX	Silício			
5XXX	Magnésio			
6XXX	Magnésio e Silício			
7XXX	Zinco			
8XXX	Outros Elementos			
9XXX	Série não utilizada (reservada para uso futuro)			

Tabela 1. Designação das ligas trabalháveis segundo a American Aluminium Association.

Fonte: (AAA,2015)

As ligas trabalháveis podem ser **não tratáveis termicamente** e **tratáveis termicamente**. A primeira são aquelas em que o aumento das propriedades mecânicas só pode ser conseguido por deformação a frio, sendo as mesmas das séries 1XXX, 3XXX, 4XXX e 5XXX; a segunda são aquelas que apresentam a característica de reagir a tratamento térmico, conseguindo assim um aumento significante da resistência mecânica, por solubilização e envelhecimento. As ligas trabalháveis termicamente são das séries: 2XXX, 6XXX, 7XXX(American Society for Metals, 1982)

As classes 2XXX e 7XXX são de elevada resistência. São tão resistentes quanto ao aço estrutural, mas necessitam de proteção superficial. Estas são utilizadas quando o principal fator for resistência/peso, em situações que necessitem de elevados esforços.

A liga de alumínio 7075 e tem sido amplamente utilizada na indústria aeroespacial, automobilística e marinha, devido às suas excelentes propriedades, tais como peso leve, de elevada resistência à corrosão sob tensão e elevada resistência mecânica (LIANGGANG GUO et al. 2015). Placas de liga de alumínio com alta resistência e dureza elevada, são utilizadas em quadros principais, como longarinas, caixa de asas, e outros componentes chaves de aeronaves, o qual em aeronaves civis, chega a ser cerca de 70 – 80% dos materiais utilizados, reduzindo significantemente o peso das mesmas (TAO ZHANG et al. 2014)

2.2 DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS

A técnica de difração de elétrons retroespalhados (*electron back-scattered diffraction* – EBSD) é uma técnica de caracterização microestrutural quantitativa e geral em um microscópio de varredura (MEV). Fornece informações sobra a natureza cristalográfica de metais, minerais, semicondutores e cerâmica. Permite obter tamanho de grão, caráter do contorno de grão, textura, identificar fases e orientação cristalográfica de um material, seja pontual ou em áreas específicas (CURTIS, M. D et al. 1986)

É baseada na aquisição de padrões de difração em um microscópio eletrônico de varredura, cuja análise, conjugada ao controle da varredura pelo feixe do microscópio em linhas ou áreas da amostra, é integrada em um computador gerando mapas de orientação cristalográfica. A superfície da amostra a ser analisada é posicionada no porta-amostras a um ângulo de 70° a 80° em relação ao feixe de elétrons de modo a diminuir o percurso dos elétrons retroespalhados e diminuir a fração de elétrons absorvidos. O feixe de elétrons é direcionado para o ponto ou a área de interesse. O espalhamento elástico dos elétrons incidentes prova a difração na condição de Bragg, como os elétrons da amostra. As figuras de difração são capturadas por uma tela de fósforo posicionada no interior da câmara de vácuo e conectada a uma TV ou câmara CCD. (PINTO et al., 2003). A imagem é processada e então comparada com padrões pré-estabelecidos. Para a preparação metalográfica para análise das texturas cristalográficas por difração de elétrons retroespalhados, exige-se obtenção de superfícies perfeitamente planas ou e com grau extremamente baixo de deformação plástica.

Figura 1. Esquema ilustrativo EBSD



Fonte: EBSD, Principle and Applications. Dr. Emmanuelle Boehm-Courjault (École Polytechnique Fédérale de Lausanne)

2.2.1 Padrão de Kikuchi

A geometria de um padrão de kikuchi é única para uma determinada estrutura cristalina e orientação de rede cristalina. A largura de banda corresponde ao ângulo de Bragg, e a linha de centro de uma banda corresponde à linha de corte (imaginário) do conjunto de plano de redes com a tela. Ângulos interplanares são obtidos a partir das posições de linhas de centro no padrão. As intersecções das bandas correspondem as zonas dos eixos cristalográficos. Por isso, para indexar um padrão tem de conhecer as posições e larguras de algumas bandas no padrão. A orientação dos grãos pode então ser determinada com alta precisão, sem ter que medir intensidades de banda. A confiabilidade dos resultados, no entanto, depende da perceptibilidade de bandas nos padrões ruidosos e difusos.

A qualidade dos padrões de Kikuchi depende de muitos fatores - o material, o acabamento da superfície, voltagem de aceleração, o tempo de integração durante a aquisição, o desempenho do detector, e decisivamente no processamento de imagem (SUKKAU, J. et al. 2012)



Figura 2. Fluxograma indicando passos significativos numa observação típica EBSD

Fonte: adaptado de WIKINSON, A. J et al. (2012)

2.3 ESPECTROMETRIA DE ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS-X

Ao MEV pode ser acoplado o sistema de EDS (*Energy Dispersive System*), o qual possibilita a determinação da composição qualitativa e semi- quantitativa das amostras, a partir da emissão de raios X característicos. O limite de detecção é da ordem de 1%, mas pode variar de acordo com as especificações utilizada durante a análise, como o tempo de contagem, por exemplo (DUARTE, L. C. et al., 2003)

Permitem a obtenção de informações químicas em áreas da ordem de micrometros. As informações, qualitativas e quantitativas, sobre os elementos presentes são obtidas pela captação dos raios-X característicos resultantes da interação do feixe primário com a amostra. Usa um material semicondutor, para detectar os raios-X, e um analisador multicanal e converte

a energia de raios-X em uma contagem eletrônica. A partir do valor acumulado destas contagens é criado um espectro que representa a análise química da amostra. Para a análise quantitativa dos elementos, deve-se utilizar padrões com concentrações conhecidas dos elementos a serem analisados. Os raios-X característicos permitem a obtenção de um mapa de imagem da distribuição de um elemento em uma amostra não-homogênea. Quando um elétron, geralmente do feixe primário, interage inelasticamente com a amostra removendo um elétron de uma camada interna (K, L, M, N) deixa o átomo em um estado excitado de energia permitindo que um elétron de uma camada mais energética decaia para preencher o vazio. Este decaimento ocorre com emissão de energia na forma de um fóton de raios-X.

Como as diferenças de energia são bem definidas e específicas dos elementos estes fótons são denominados raios-X característicos e permitem identificar o elemento que está emitindo a radiação. Nesta aplicação, um determinado elemento é inicialmente selecionado para ser detectado e ter sua posição identificada. Quando o elemento é detectado, enquanto o feixe primário varre a área em análise, um ponto brilhante é mostrado na tela do CRT e a sua localização está relacionada com o local de detecção na amostra. Após várias passagens do feixe de elétrons sobre a área, é gerado um mapa de regiões brilhantes que representa a distribuição relativa do elemento previamente selecionado.

A técnica de EDS considera o princípio de que a energia de um fóton (E) está relacionada com a frequência eletromagnética (p) pela relação:

$$E = hp$$
 (Equação 1)

Onde "h" é a constante de Planck. Fótons com energias correspondentes a todo espectro de raios-X atingem o detector de raios-X quase que simultaneamente, e o processo de medida é rápido, o que permite analisar os comprimentos de onda de modo simultâneo.

2.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

A difração é um fenômeno característico do movimento ondulatório, e pode ser observada quando uma onda é "deformada" por um obstáculo de dimensões próximas ao seu comprimento de onda. A unidade de medida utilizada para comprimentos de onda de raios-X é o angstrom (Å), equivalente a 10-10m, e no espectro eletromagnético, os raios-X ocupam uma faixa entre 0,01Å e 100Å. No entanto, utiliza-se em difração a faixa de 0,5 a 2,5Å, já que os raios-X com comprimentos de onda da ordem de 1Å são da mesma ordem das dimensões dos espaçamentos atômicos nos cristais A técnica consiste na incidência da radiação em uma amostra e na detecção dos fótons difratados, que constituem o feixe difratado. Em um material

que onde os átomos estejam arranjados periodicamente no espaço, característica das estruturas cristalinas, o fenômeno da difração de raios-X ocorre nas direções de espalhamento que satisfazem a Lei de Bragg, teoria detalhada por Cullity (1978), Equação 1.

Admitindo que um feixe monocromático de determinado comprimento de onda (λ) incide sobre um cristal a um ângulo Θ , chamado de ângulo de Bragg, tem-se:

$$n\,\lambda = 2\,d\,sen\theta \tag{Equação 2}$$

Onde, Θ corresponde ao ângulo medido entre o feixe incidente e determinados planos do cristal, "d" é a distância interplanar, λ é o comprimendo de onda do feixe incidente e "n" a ordem de difração, representados na Figura 3.

Figura 3. Difração de raio-x por um cristal.



Fonte: GOBBO, L. A. et al. 2009.

O instrumento tradicional de medida mais utilizado é o difratômetro de raios-x, sendo utilizado para determinar ângulos para os quais ocorre difração em amostras pulverizadas.

3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL E METODOLOGIA

Na Figura 4 é apresentado o fluxograma que esquematiza as etapas do procedimento experimental seguido neste trabalho.

Figura 4. Fluxograma dos procedimentos experimentais



Fonte: Autor.

3.1 MATERIAL

O material utilizado para o presente trabalho foi fornecido pela empresa Alcoa em chapas de AA 7075 com espessura de 6,35 mm, tratados na condição T6 – solubilizada e envelhecida. Ligas da série 7XXX apresentam o zinco como principal elemento de liga, sendo termicamente tratáveis e com uma excelente relação de elevada resistência mecânica e baixa densidade.

A composição química do alumínio é apresentada na Tabela 6, do Capítulo 4, Subtítulo 4.1, a qual a mesma foi obtida através de espectrometria de energia dispersiva de raios-X (EDS) realizada em MEV do Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá (FEG/UNESP).

3.2 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA

Primeiramente utilizando uma serra de precisão (Figura 5), realizou-se um corte controlado com disco diamantado de 5" para metais e baixas taxas de carregamento. Usou-se a rotação em 200 rpm na intenção de obter a menor deformação possível na estrutura do material, o que poderia afetar na análise. Por fim, as amostras foram embutidas e então iniciadas as rotas de preparação de amostra.

Para evitar vestígios da etapa anterior, os quais podem provocar danos na superficie nas posteriores etapas, a cada troca de lixa ou suspensão de diamante, as amostras foram mergulhadas em um banho ultrassônico. Caso não se obtenha uma melhora progressiva do acabamento da amostra, deve-se repetir o passo da rota ou mesmo retornar uma etapa para corrigir isto.



Figura 5. Allied TechCut 4

Fonte: Autor

3.2.1 Politriz Rotativa Automática

O lixamento e polimento foram realizados em politriz automática Allied MetPrep 3, com cabeçote PH-3 e sistema de dosagem AD-5, apresentada na Figura 6.

Figura 6. Politriz automática Allied MetPrep 3 e sistema de dosagem AD-5



Fonte: Autor

Desenvolveu-se condições de preparação metalográfica para a liga de Alumínio 7075, apresentadas na Tabela 2. A carga utilizada foi de 8N.

Tabela 2. Condições para cada etapa de preparação metalográfica politriz rotativa automática utilizada para liga de Alumínio 7075.

	Abrasivo/Tamanho	Velocidade (RPM)	Sample RPM	Tempo (min)	Direção de Rotação	Dispenser
Lixament	320 SiC 600 SiC 1200 SiC 2000 SiC	300	140	3:30	Compensado	Água constante
Polimento grosseiro	6 μm diamante 3 μm diamante 1 μm diamante	300	140	4:30	Compensado	5 pulsos/min + óleo lubrificante
Polimento Final	0 ,02 μm SiO ₂	260	120	4:00	contra	-

Fonte: Autor

Utilizaram-se panos de polimento da marca Allied High Tech Products, sendo para o polimento grosseiro os panos Nylon (6 μ m e 3 μ m) e Vel-Cloth (1 μ m). Já para o polimento final utilizou-se o pano Chem-Pol.

3.2.2 Politriz Por Deslizamento

O lixamento e o polimento foram realizados em politriz por deslizamento Buehler Minimet 1000, apresentada na Figura 7.

Figura 7. Buehler Minimet 1000.



Fonte: http://www.buehler.com/MiniMet-1000.php

Desenvolveu-se condições de preparação metalográfica para a liga de Alumínio 7075, apresentadas na Tabela 3.

	Abrasivo/Tamanho	Velocidade (ciclos/min)	Tempo (min)	Carga	Lubrificante
Lixamento	320 SiC 600 SiC 1200 SiC 2000 SiC	15 25 30 30	4:00	2 lbs	Água
Polimento grosseiro	6 μm diamante 1 μm diamante	35	4:30	2 lbs	Pasta de diamante + óleo lubrificante
Polimento Fina	Ι 0,02 μm SiO ₂	35 / 40	4:00	2 lbs	-

Tabela 3. Condições de polimento por deslizamento para liga de Alumínio 7075.

Fonte: Autor

Para o polimento grosseiro de 6 μ m e 1 μ m utilizaram-se respectivamente os panos de polimento da Textmet1000. Já para o polimento final, utilizou-se o pano Microcloth.

3.2.3 Politriz Vibratória

O lixamento e polimento grosseiro foram realizados como uma pré-etapa em politriz automática Allied MetPrep 3 (Figura 6). O polimento final foi realizado em politriz Vibratória Pace GIGA-0900, apresentado na Figura 8.

Figura 8. Politriz vibratória Pace GIGA-0900



	Abrasivo/ Tamanho	Velocidade (RPM)	Sample RPM	Tempo (min)	Direção de Rotação	Dispenser
Lixamento	320 SiC 600 SiC 1200 SiC 2000 SiC	300	140	3:30	Compensado	Água constante
Polimento grosseiro	6 μm diamante 3 μm diamante 1 μm diamante	300	140	4:30	Compensado	5 pulsos/min + óleo lubrificante

Tabela 4. Condições para cada etapa de preparação metalográfica politriz rotativa automática utilizada para liga de Alumínio 7075.

Fonte: Autor

3.2.4 Ataque Químico

O ataque químico evidencia a microestrutura do material e é feito após a preparação inicial da amostra, quando a mesma se encontra polida. Para este trabalho, atacou-se com Keller (ASTM E3 e E407):

190 ml H₂O destilada;

5 ml HNO₃ concentrado;

3 ml HCl concentrado;

1 ml HF concentrado.

Ataque é feito por imersão até que a amostra fique opaca, de 8 a 15 segundos (Foi utilizado 15 segundos).

3.3 MICROSCOPIA

Após a preparação metalográfica das amostras, a caracterização das amostras foi feita utilizando-se microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, microanálise por EDS, difração de elétrons retroespalhados.

 a) Para a microscopia óptica as amostras foram fotografadas em um microscópio óptico motorizado Zeiss AxioImager Z2m, apresentado na Figura 9. Figura 9. Microscópio óptico motorizado Zeiss AxioImager Z2m.



Fonte: Camila Cristina Silva do Prado

b) Para microscopia eletrônica de varredura será utilizado um MEV (microscópio eletrônica de varredura) modelo Zeiss Evo LS-15, equipado com detector Oxford-HKL, apresentado na figura 10. As análises por EBSD contam com auxílio das bibliotecas HKL ICSD.

Figura 10. Microscópio eletrônico de varredura Zeiss EVO LS-15



Fonte: Camila Cristina Silva do Prado

Para uma melhor caracterização das microestruturas presentes, foi realizada uma análise em Difratômetro de Raios-X da marca Bruker, modelo D8 Advance ECO, apresentado na Figura 11.

A Difratometria de raios-x foi realizada para a amostra de Alumínio conforme recebida, varrendo as amostras desde $2\theta = 20^{\circ}$ até $2\theta = 90^{\circ}$.

Figura 11. Difratômetro de Raios-X Bruker D8 Advance ECO.



Fonte: Camila Cristina Silva do Prado

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 ANÁLISE POR EDS

Na Tabela 5 é apresentado os dados obtidos para a análise EDS realizada para a liga de Alumínio AA7075. Na Figura 12 é apresentado a área analisada e e na figura 13 o espectro resultante da análise EDS.

Figura 12. Área analisada EDS amostra AA7075



Fonte: Autor

Figura 13. Espectro análise EDS liga de Alumínio AA7075.



Fonte: Autor.

Elemento	% Massa	%Atômica
Mg	2,24	2,60
Al	89,97	93,99
Cr	0,20	0,11
Fe	0,26	0,13
Cu	1,55	0,60
Zn	5,98	2,58

Tabela 5. Resultados análise EDS para AA7075.

Fonte: Autor.

Tabela 6. Valores Tabelados composição química AA7075.

Composição	Cu	Mg	Mn	Fe	Si	Zn	Cr	Ni	Ti
% Massa	1,58	2,51	0,23	0,28	0,1	5,75	0,211	<0,001	0,06

Fonte: (adaptado de LIANGGANG GUO et al, 2015).

Nota-se que as porcentagens em peso da liga de Alumínio AA7075 utilizadas neste trabalho estão dentro dos valores esperados quando confrontado com a literatura.

4.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

A difração de raio-X teve por objetivo coletar dados para elaborar uma biblioteca da liga de alumínio para o software do EBSD.

Figura 14. Espectro de difração de raios-X para AA7075.



De acordo com o espectro obtido, percebe-se as fases de alumínio e de zinco, onde as outras fases estão formando soluções sólidas dentro da rede do alumínio e aparecem no DRX em concentrações inferiores aos limites de detecção, sendo omitidas por conta dessa limitação. A amostra estudada apresenta características superiores, quando comparado a Deaquino-Lara R. et al. (2014).

4.3 ANÁLISE MICROESTRUTURAL

É possível observar que o polimento rotativo automático (Figuras 15 e 16) obteve o melhor resultado devido apresentar a superfície com menor deformação plástica e plana e estar de acordo com a microestrutura esperada. Em seguida, o polimento por deslizamento (Figuras 17 e 18), apresenta certa deformação, a qual pode ser melhor visualizado comparando as Figuras (16 e 18) com contraste por interferência circular (CDIC). Por fim, no polimento vibratório (Figura 19), houve um resultado fora do esperado, com alguns riscos e interferência da sílica (aderiu à amostra). A sílica coloidal apresenta vantagens em sua capacidade praticamente universal de aplicação e não apresenta grandes riscos ao usuário quanto a sua manipulação, porém como desvantagem ocorre uma formação quase instantânea de um filme de sílica sobre a amostra, o qual se não lavado imediatamente após o polimento, a remoção será quase impossível, mesmo após alguns segundos. Além disso, a sílica tende a cristalizar-se quando desidratada, formando partículas superiores a das partículas de suspensão, então se isto ocorrer no pano de polimento, tem grandes chances de gerar riscos profundos na amostra, podendo perder até o pano (MENEZES, H. T. F. et al. 2008). Esses são alguns cuidados a serem tomados no uso dessa suspensão para obter resultados satisfatórios. Devido a isso, o procedimento deve sofrer ajustes e novos testes devem ser executados para melhores resultados.

4.3.1 Polimento Rotativo Automático



Figura 15. Microscopia óptica obtida por polimento por rotativo automático para liga AA7075 em Campo claro (BF) – 50x.

Fonte: Autor.

Figura 16. Microscopia óptica obtida por polimento por rotativo automático para liga AA7075. CDIC – 50x.



Fonte: Autor.

4.3.2 Polimento por Deslizamento

Figura 17. Microscopia óptica obtida por polimento por deslizamento para liga AA7075 em Campo claro (BF) - 50x.



Fonte: Autor.

Figura 18. Microscopia óptica obtida por polimento por deslizamento para liga AA7075. CDIC – 50x.



Fonte: Autor.

4.3.3 Polimento Vibratório



Figura 19. Microscopia óptica obtida por polimento por vibratório para liga AA7075 em Campo claro (BF) – 50x.

Fonte: Autor.

4.3.4 Ataque Químico

Na figura 20 é apresentado a microestrutura do AA7075 como fornecido atacado com keller.

Figura 20. Microscopia óptica obtida para liga AA7075 por polimento rotativo automático e atacada com Keller.



4.6 DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS

Ocorreram problemas quanto à biblioteca do MEV para a execução da indexação do EBSD, onde a HKL ICSD não disponha dos parâmetros necessários para execução correta do software e as bibliotecas disponíveis (domínio aberto) são somente para minerais. Com isso, não houve como realizar a comparação dos padrões difratados, havendo a necessidade de construir uma biblioteca para o alumínio. No entanto, foi possível gerar os padrões de kikuchi para as amostras de AA7075, representado na figura 21.

Figura 21. Padrão de kikuchi (2000x) AA7075.



Fonte: Autor.

De acordo com os objetivos apresentados podem ser apresentadas as seguintes conclusões:

- I. Conseguiu-se estabelecer rotas metalográficas eficientes para o Alumínio AA7075, permitindo a execução da técnica de Difração de elétrons retroespalhados (EBSD);
- II. Para este trabalho, nas condições executadas o polimento rotativo automático foi o que apresentou melhor resultado, com uma superfície plana e com baixa deformação;
- III. Apesar de problemas ocorridos durante algumas etapas do projeto, como o da necessidade de criar uma biblioteca para o software do MEV, uma excelente quantidade de informações foi adquirida sobre preparação metalográfica da liga de AA7075 para análise por difração de elétrons retroespalhados.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRAFICAS

AMERICAN ALUMINUM ASSOCIATION. **Ligas de alumínio.** Disponível em: http://www.aluminum.org> Acesso em: 14 ago. 2015.

BRANDT, J.L. Proprieties of pure aluminum. In: HATCH. J.E. (Ed.). Aluminum: properties and physical metallurgy. Metal Park, Ohio: ASTM, 1990, p. 1-24.

CULLITY, B. D. Elements of X-ray diffraction. 2.ed. New York: Addison Wesley Publishing, 1978.

DUARTE, L. C.; JUCHEM, P. L; PULZ, M.; BRUM, T. M. M.; CHODUR, N.; LICCARDO, A.; FISCHER, A. C; ACAUAN, R. B. Aplicações de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e sistema de energia dispersiva (EDS) no estudo de gemas: exemplos brasileiros. Porto Alegre: Instituto de Geociências, UFRGS, 2003.

GOBBO, L. A. **Aplicação da difração de raios-X e método de Rietveld no estudo de cimento Portland**. 2009. 273f. Tese (Doutorado em Recursos Minerais e Hidrogeologia) – Universidade de São Paulo, Instituto de Geociências, São Paulo, 2009.

HUMPHREYS, F.J. Quantitative metallography by electron backscattered diffraction. **Journal** of Microscopy, Oxford, v. 95, n. 3, p. 170-185, 1999.

LIANGGANG GUO, SHUANG YANG, HE YANG, JUN ZHANG. Processing map of as-cast 7075 aluminum alloy for hot. **Chinese Journal of Aeronautics**, aug. 2016.

MENEZES, H. T. F. Influência do resfriamento sub-zero após o envelhecimento na formação de austenita revertida em um aço maraging 350. 2008. 73f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais) – Centro de Tecnologia da Universidade Federal do Ceará, Fortaleza. 2008

MONLEVADE, E.F., **Relação de orientações resultantes da precipitação de austenita em ferrita em aço inoxidável dúplex.** Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo-2002

PINTO, A. L.; Lopes, A. M., In **Textura e relações de orientação: deformação plástica, recristalização e crescimento de grão.** São Paulo: André P. Tschiptschin Ed., IPEN, 2a ed. p. 441-459, 2003.

ROHDE, R. A. **Metalografica preparação de amostras**. 2010. Disponível em: ">http://www.urisan.tche.br/~lemm>. Acesso em: 20 set. 2015.

R. DEAQUINO-LARA, E. GUTIÉRREZ-CASTAÑEDA, I. ESTRADA-GUEL, G. HINOJOSA-RUIZ, E. GARCÍA SÁNCHEZ, J.M. HERRERA-RAMÍREZ, R. PÉREZ-BUSTAMANTE, R. MARTÍNEZ-SÁNCHEZ. Structural characterization of aluminium alloy 7075–graphite composites fabricated by mechanical alloying and hot extrusion. **Materials and design**, 2014.

SCHWARZER, R.A. Automated crystal lattice orientation mapping using a computer controlled SEM, **Microan.**, v.28, n. 3, p. 249-267, 1997.

SUKKAU, J.; SCHWARZER, R. A. Reconstruction of kikuchi patterns by intensity-enhanced radon transformation. **Pattern Recognition Letters**, v. 33, p. 739-743, 2012.

TAO ZHANG, YUN-XIN WU, HAI GONG, XI-ZHAO ZHENG, SHAO-SONG JIANG. Effects of rolling parameters of snake hot rolling on strain distribution of aluminum alloy 7075. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 24, n. 7, p. 2150-2156, 2014.

WIKINSON, A. J.; BRITTON, T. B. Strains, planes, and EBSD in materials science. **Materialstoday.** v. 15, n. 9, p. 366-376, 2012.