

Parâmetro de rede da ferrita em um aço δ -TRIP

Arturo de Souza, Gedalias C Rocha, Luan K C de Souza, Marcos V de Melo, Matheus D Braulio, Rafael H de Farias, Eustáquio de S Baeta Junior, Luiz P M Brandão
Instituto Militar de Engenharia (IME)
Praça General Tibúrcio, 80, 22290-270,
Praia Vermelha, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

RESUMO: Este trabalho tem como objetivo calcular o parâmetro de rede da ferrita em duas amostras de diferentes composições químicas de um aço δ -TRIP. Como base foram utilizados os métodos apresentados por Suryanarayana e Norton (1988). Os picos foram identificados, indexados e o parâmetro de rede calculado através dos métodos analítico, de Bradley-Jay, de Nelson-Riley e de Cohen. Como esperado a estrutura da ferrita foi indexada como Cúbica de Corpo Centrado e o parâmetro de rede obtido está em concordância com valores teóricos calculados.

ABSTRACT: This work had as objective to calculate the network parameter of ferrite in two samples of different chemical compositions of a δ -TRIP steel. As a base were used the methods submitted by Suryanarayana and Norton (1988). The peaks were identified, indexed and the network parameter calculated by analytical methods, of Bradley-Jay Nelson, Riley and Cohen. As expected the structure of ferrite was pegged as a cubic Body centered and the network parameter obtained are in agreement with theoretical values calculate.

PALAVRAS-CHAVE: Difração de raios-X. Parâmetro de rede. δ -TRIP

KEY-WORDS: X-Ray diffraction. Lattice parameter. δ -TRIP

1. INTRODUÇÃO

A difração de raios-x é um dos métodos usados em laboratório para determinar características precisas de diversos materiais. Com o auxílio de um aparelho que seja capaz de detectar os raios difratados na rede cristalina do elemento analisado, pode-se calcular os parâmetros de rede utilizando a Lei de Bragg[3].

Os dados captados experimentalmente são apresentados na forma de difratogramas que possibilitam extrair como informações as características do material através de picos das fases cristalinas, conforme os ângulos de difração dos planos, e dados do ensaio através das condições geometria, ótica e configuração do equipamento utilizado.

Outros métodos de se calcular o parâmetro de rede com precisão são os de Bradley-Jay, Nelson-Riley[3] e o de Cohen. Os dois primeiros utilizam extrapolação das funções descritas abaixo: Bradley-Jay:

$$g(\theta) = \cos^2\theta \quad (1)$$

Nelson-Riley:

$$f(\theta) = \frac{\cos^2\theta}{\sin\theta} + \frac{\cos^2\theta}{\theta} \quad (2)$$

A fim de calcular o parâmetro de rede, realiza-se a regressão linear, $Y = A + B.x$. As equações 3 e 4, mostradas a seguir, são referentes aos métodos Bradley-Jay e Nelson-Riley, respectivamente[3]:

$$a = a_0 + a_0 K.g(\theta) \quad (3)$$

$$a = a_0 + a_0 K.f(\theta) \quad (4)$$

O método de Cohen utiliza o método dos mínimos qua-

drados que visam minimizar os erros aleatórios. Para realização dos cálculos, é necessário encontrar as variáveis A e C, resultante do sistema formado pelas equações 8 e 9. A variável α é a soma dos quadrados dos índices de Miller. O parâmetro D é conhecido como “desvio” constante, o mesmo é inversamente proporcional à precisão[3].

$$C = \frac{D}{10} \quad (5)$$

$$\alpha = (h^2 + k^2 + l^2) \quad (6)$$

$$\delta = 10 \sin^2 2\theta \quad (7)$$

$$A \sum \alpha^2 + C \sum \alpha \delta = \sum \alpha \sin^2 \theta \quad (8)$$

$$A \sum \alpha \delta + C \sum \delta^2 = \sum \delta \sin^2 \theta \quad (9)$$

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Para a obtenção de dados foi utilizado o difratômetro PanAlytical, modelo MRD Pro, com anodo de Cobalto (Co) do Laboratório de Difração de Raios-X do IME.

No trabalho realizado foram utilizadas duas chapas na condição de laminadas a frio. Estas chapas foram lixadas e polidas conforme a ASTM E3-11 (2014)[1].

As amostras, denominadas de 3H e 4H possuem composições químicas dadas por[2]:

Tabela 1: Composição das amostras

Composição	C	Al
3H	0,407	3,636
4H	0,385	5,487

O processo consistiu em uma varredura das amostras com acoplamento $\theta/2\theta$ (ângulo de Bragg) no modo passo-a-passo, com os ângulos no intervalo de 30° a 130°, com *stepsize* de 0,0300°.

Para realizar a indexação dos picos e a análise qualitativa dos dados foi utilizado o programa X'pert High Score Plus.

A significância mínima adotada foi 30 e as fichas utilizadas são do Crystallographic Open Database (COD) de qualidade “User From Structure”.

Após a análise, foram obtidos, com precisão, os parâmetros de rede utilizando métodos e técnicas apresentadas no livro X-ray Diffraction de Suryanarayana e Norton (1998)[4].

Como forma de comparação foi calculado o parâmetro de rede teórico de uma estrutura CCC a partir do raio atômico do Ferro.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Com auxílio do software obteve-se o difratograma, retirou-se o *background* e localizou-se os picos. Conforme as figuras 1 e 2:

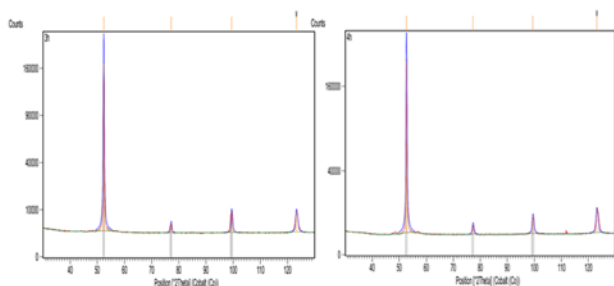


Figura 1: Difratograma 3H

Figura 2: Difratograma 4H

As fichas 96-901-3475 e 96-901-3485 do banco de dados COD (Crystallographic Open Database) foram selecionadas para os aços 3H e 4H.

Cálculos para indexação de materiais cúbicos foram realizados como forma de confirmar a estrutura CCC do material.

O parâmetro de rede foi encontrado para todas as amostras através do método analítico, de Bradley-Jay e Nelson-Riley, sendo $a = 0,286764$ em todos os casos. As figuras 3 a 6 mostram os gráficos utilizados para o cálculo de a .

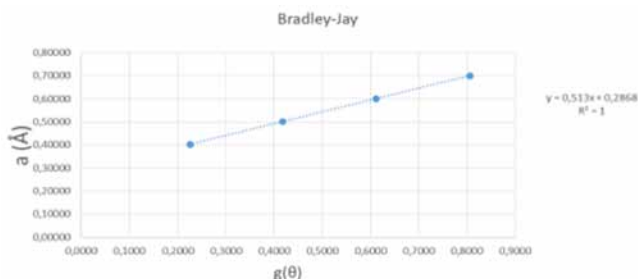


Fig. 3: Bradley-Jay para o aço 3H

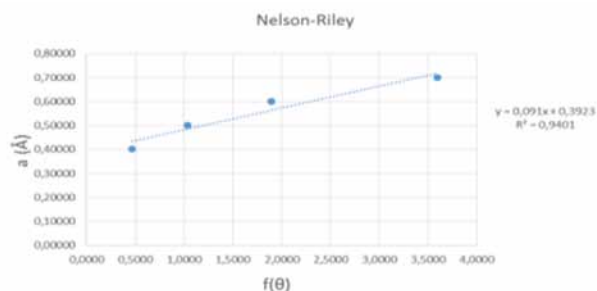


Fig. 4: Nelson-Riley para o aço 3H

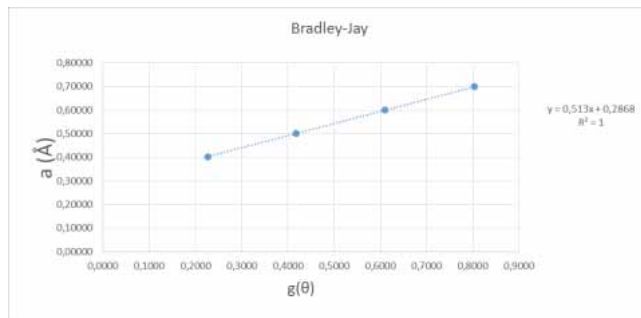


Fig. 5: Bradley-Jay para o aço 4H

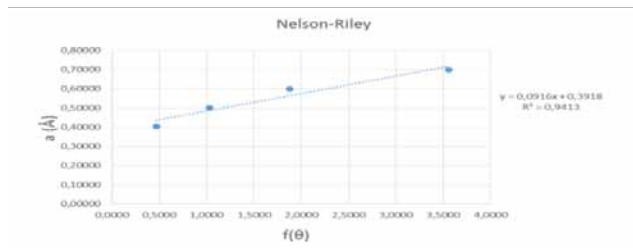


Fig. 6: Nelson-Riley para o aço 4H

O método de Cohen é um método analítico que minimiza os erros aleatórios, a Tabela 2 apresenta os valores de parâmetro de rede, A, C e D calculados por este método.

Tabela 2: Resultados para o método Cohen.

Amostra	A	C	D	a
3H	0,0970	0,0003	0,0031	2,8603
4H	0,0963	0,0002	0,0052	2,8676

Tomando como base o raio atômico do Ferro, $R=0,1241$ nm, o parâmetro de rede da célula CCC será de $a=0,2866$ nm. Como o raio atômico do alumínio, $R=0,1431$, é maior que o do Ferro e a presença de Carbono, mesmo que em pequena quantidade na rede CCC, aumenta o parâmetro de rede.

4. CONCLUSÃO

Com base nas análises feitas os parâmetros de rede encontrados são condizentes com o teórico.

Os métodos de Bradley-Jay e Nelson-Riley apresentaram valores idênticos para todas as amostras testadas, porém não apresentam o mesmo grau de precisão obtido pelo método de Cohen, que por isso é mais usual usá-lo.

Os parâmetros encontrados através do método de Cohen mostram uma variação condizente com a variação dos teores de elementos de liga, que era o esperado.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ASTM. 2014. ASTM E3-11 Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens. **2014**.
- [2] BAÊTA JUNIOR, E S. Caracterização de Aço TRIP com Alto Teor de Alumínio. Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, **2016**.
- [3] CULLITY, B D. Elements of X-Ray Diffraction. Addison-Wesley Publishing Company, **1978**.
- [4] SURYANARAYANA, C E NORTON, M G. X-Ray Diffraction - A Practical Approach. New York: Plenum press, **1988**.