

USO DE DRX NA QUANTIFICAÇÃO DE FASES EM AÇO SUPERMARTENSÍTICO

Tatiane de Almeida Lopes¹, Rodrigo Magnabosco²

^{1,2} Centro Universitário FEI

tatiane_alk@outlook.com, rodrmag@fei.edu.br

Resumo: O objetivo deste projeto é avaliar a possibilidade de utilizar a difração de raios-X tanto na caracterização quanto na quantificação da fração volumétrica das fases presentes num aço inoxidável supermartensítico (AISM) em diferentes estados de tratamento térmico. Foram utilizadas duas fontes de radiação para verificar a possibilidade de identificar a austenita retida, de menores dimensões. Pode-se concluir que há dificuldades em quantificar a fração volumétrica e realizar a caracterização este aço, mesmo que se façam mudanças na fonte de radiação.

1. Introdução

As propriedades mecânicas e de resistência a corrosão de AISM dependem da fração volumétrica das fases martensita e austenita, esta última oriunda tanto de reversão da martensita durante o revenimento, quanto de se manter retida durante a têmpera destes aços.

A difração de raios-X (DRX) possibilita a determinação de parâmetros cristalográficos de fases, além de permitir a avaliação da fração volumétrica de fases presentes numa amostra.

A difração de um feixe de raios-X de comprimento de onda λ ocorre quando a Lei de Bragg é satisfeita. Esta lei considera a difração de raios-X por um arranjo periódico de átomos e formula uma relação entre a distância interplanar (d_{hkl}) cujos índices de Miller sejam (hkl), a ordem de difração (n), equivalente ao ângulo de incidência e reflexão (θ) e o comprimento de onda (λ), como exposto na equação abaixo.

$$d_{hkl} = \frac{n * \lambda}{2 * \sin(\theta)}$$

Quando um feixe de raios X incide sobre um material sólido, uma fração desse feixe será dispersa em todas as direções pelos elétrons que estão associados a cada átomo ou íon que se encontra na trajetória do feixe. (CALLISTER, 2002). Além disso, há grande dificuldade na determinação do ângulo de difração e com precisão.

A quantificação das fases correspondentes aos picos encontrados é feita considerando-se que os grãos são aleatoriamente orientados, sendo a intensidade integrada de determinada fase α , I_α , num sistema que contém fase α e uma fase γ , relacionada à fração volumétrica da fase α , V_α , como exposto na equação a seguir (MOSER et al., 2014):

$$V_\alpha = \frac{\frac{1}{n} \sum_{n=1}^n \frac{I_\alpha}{R_\alpha}}{\frac{1}{n} \sum_{n=1}^n \frac{I_\alpha}{R_\alpha} + \frac{1}{m} \sum_{m=1}^m \frac{I_\gamma}{R_\gamma}}$$

Considerando-se: I= intensidade integrada; R= fator de espalhamento; V_α =fração volumétrica; n= número de picos de difração; m= número de picos da fase γ .

Vale ressaltar, ainda, o fator de espalhamento (R) que segundo Moser et al. (2014), deve ser o calculado conforme a seguinte equação:

$$R_{(hkl)} = \frac{F^2 * p * LP * DWF}{v^2}$$

Onde v é o volume da célula unitária, F o fator de estrutura, p o fator de multiplicidade, LP é o fator de multiplicidade, Lorentz-Polarização, e DWF é o fator de temperatura de Debye–Waller.

2. Metodologia

O material para o experimento foi concedido pela empresa CBMM – Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração, na forma de cubos devidamente polidos e de aproximadamente 10 mm de aresta, prontos para a realização da difração de raio-X. As amostras, antes de serem polidas, foram temperadas e posteriormente revenidas por 2h a 550, 575, 600, 625, 650 ou 700°C, portanto, apresentando distintas condições de tratamento. Vale ressaltar que as diferentes frações das fases a serem quantificadas são geradas conforme as diferentes condições de tratamento.

Todas as amostras foram analisadas no difratômetro de raios-X Shimadzu XRD7000, utilizando-se a radiação de Cu K α 1 ($\lambda=0,15406$ nm, com utilização de cristal monocromador) e radiação Cr K α 1 ($\lambda = 0,22897$ nm, utilizando-se filtro de V). Para visualizar os picos de difração a varredura no caso da radiação de Cu K α 1 foi de $40^\circ < 2\theta < 85^\circ$, e de $60^\circ < 2\theta < 160^\circ$ quando usada a radiação de Cr K α 1. Em ambas as situações, o passo utilizado foi de $0,02^\circ$ e taxa de varredura de $0,5^\circ/\text{min}$.

Com o ferritoscópio FISCHER modelo MP30 foi obtido o teor de fase magnética, correspondendo a ferrita e/ou martensita nas amostras, sendo possível ainda, verificar a média e o desvio padrão das 10 medidas por amostra.

3. Resultados e discussão

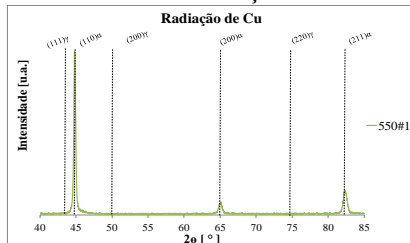
Na tentativa de melhor identificar a austenita retida, foi utilizada a radiação de Cr K α 1 ($\lambda= 0,22897$ nm), que possui comprimento de onda maior que a radiação de Cu K α 1 ($\lambda= 0,15406$ nm), deslocando os ângulos de difração para valores maiores, facilitando a identificação dos picos de difração. Em ambos os comprimentos de onda a martensita foi identificada pela comparação com o cartão ICDD.

A falta de picos da austenita na maioria das temperaturas, como na de 550°C (Figura 1), pode decorrer da incapacidade da difração de raio-X de captar

volumes extremamente finos, pois cristais pequenos difratam pouco. Estes volumes de austenita retida encontram-se entre agulhas de martensita, o que dificulta ainda mais a observação dos dados.

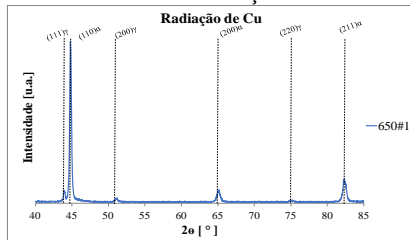
Apenas nas temperaturas de 625 °C e 650 °C há picos de austenita. Na Figura 2, observa-se que área abaixo dos de $\gamma(200)$ e $\gamma(220)$ foi de difícil captura dada a baixa intensidade difratada.

Figura 1 - Difratoograma do primeiro ensaio na temperatura de 550 °C em radiação Cu K α 1.



Fonte: Autora, 2018.

Figura 2 - Difratoograma do primeiro ensaio na temperatura de 650 °C em radiação Cu K α 1.

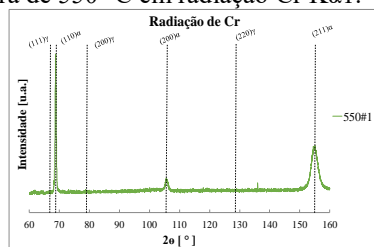


Fonte: Autora, 2018.

Na radiação Cr K α 1, também se observou que a área abaixo dos picos $\gamma(200)$ e $\gamma(220)$ foi de difícil determinação por provável baixa intensidade e ruído, como mostra a Figura 3.

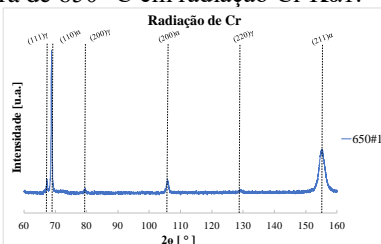
Nas temperaturas de 625 e 650°C houve picos da austenita, como exemplificado pela Figura 4.

Figura 3 - Difratoograma do primeiro ensaio na temperatura de 550 °C em radiação Cr K α 1.



Fonte: Autora, 2018.

Figura 4 - Difratoograma do primeiro ensaio na temperatura de 650 °C em radiação Cr K α 1.



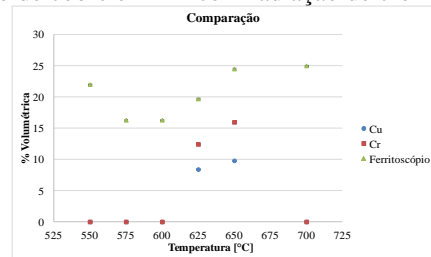
Fonte: Autora, 2018.

Mesmo com um comprimento de onda maior se comparado com o da radiação de Cu K α 1, a radiação de Cr K α 1 foi ineficiente para detectar os volumes finos de austenita.

A fração volumétrica de martensita foi obtida através do fator de espalhamento (R) que depende diretamente do parâmetro de rede a . Já fração volumétrica da austenita é calculada ao retirar a fração volumétrica da martensita do todo.

Ao realizar a comparação entre a técnica de ferritoscópio, a difração por raio-X de cobre e a de cromo, observa-se que nas temperaturas de 625°C e 650°C há basicamente a mesma tendência de aumento da fração volumétrica de austenita no ferritoscópio e na radiação de Cr K α 1. Isso provavelmente decorra do fato que na radiação de cromo os picos da austenita e da martensita estão mais separados, o que facilita o cálculo da área sob os picos de difração pelo software. A Figura 5 expõe essa tendência além de revelar que a fração de austenita é menor na temperatura de 625°C ao comparar com a de 650°C nas três situações.

Figura 5 - Comparação entre ferritoscópio, DRX com radiação de cobre e DRX com radiação de cromo.



Fonte: Autora, 2018.

4. Conclusões

Conclui-se que a utilização da difração de raios-X na caracterização e quantificação volumétrica em aço inoxidável supermartensítico não é totalmente viável mesmo com o uso de diferentes fontes de radiação (cobre ou cromo), provavelmente, pela incapacidade da técnica em capturar agulhas extremamente finas de austenita em meio à martensita.

5. Referências

CALLISTER Júnior, William D. Ciência e engenharia de materiais: uma introdução, 5ª ed., Rio de Janeiro: LTC, 2002.

N. H. MOSER et al. Martensite Formation in Conventional and Isothermal Tension of 304 Austenitic Stainless Steel Measured by X-ray Diffraction. Met. Mat. Trans. A, v. 45A, 2014.

Agradecimentos

Ao Centro Universitário FEI pela infraestrutura oferecida e para o CNPq pela concessão de bolsa de iniciação científica (Processo nº.167370/2017-0).

¹ Aluna de IC do Centro Universitário FEI. Projeto com vigência de 09/17 a 06/18.