
Conteúdo Extra: Medidas de tamanho de grão e Técnicas de
Caracterização Microestrutural.

Norma ASTM E112-13

- Os métodos de determinação de tamanho médio de grão presentes na norma ASTM E112, são compostos de métodos geométricos de medição e por isso podem ser aplicados para outros tipos de materiais (além de metais).
- A norma traz três métodos:
 - Comparativo
 - Método planimétrico (ou Jeffries)
 - Método do intercepto

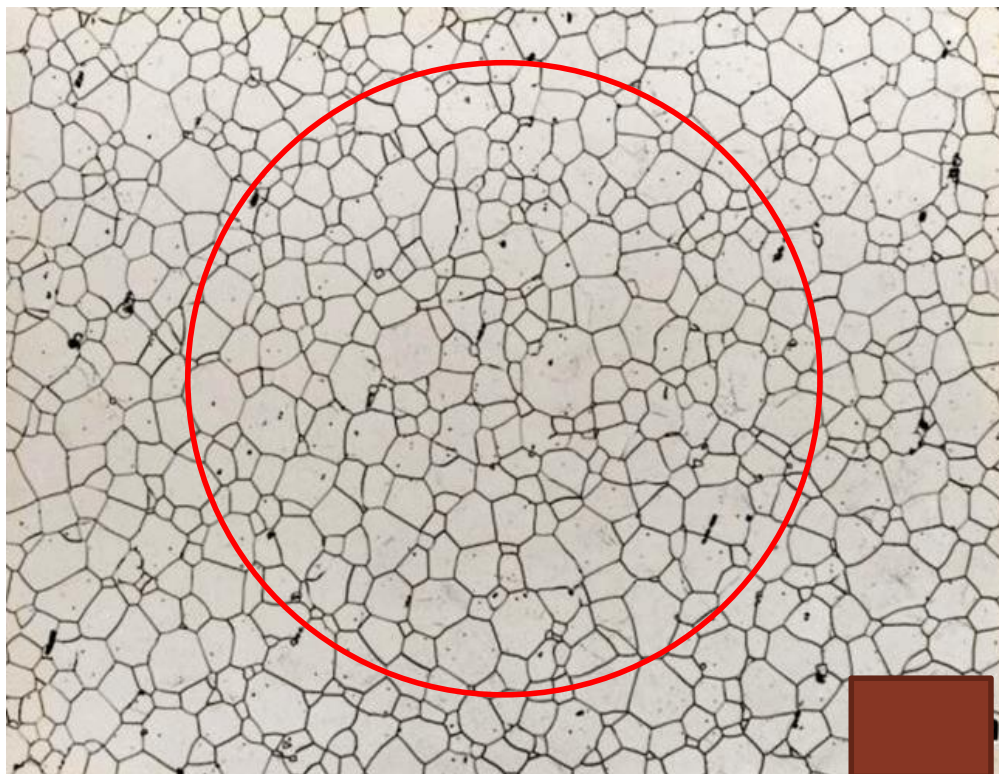
Número de grão ASTM, “G”

$$N_{AE} = 2^{G-1}$$

$$G = \frac{\log N_{AE}}{\log 2} + 1$$

- N_{AE} =número de grãos por polegada quadrada em aumento de 100x.
- “G” (vai de 0 a 14)

Método Planimétrico (Jeffries)

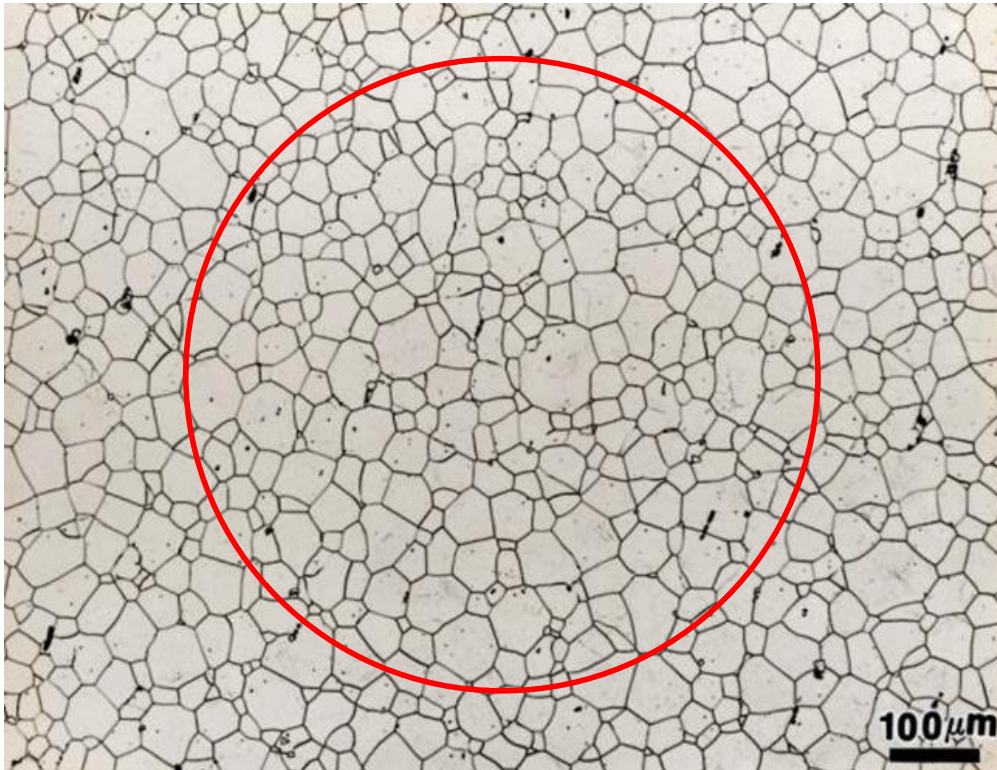


$$N_A = f \left(N_{inside} + \frac{N_{intercepted}}{2} \right)$$

Originalmente

- Desenha-se um círculo de 79,8mm de diâmetro (para obter uma área de 5000mm²). Micrografia deve conter pelo menos 50 grãos dentro do círculo.
- N_A = n° de grãos por mm² em um aumento de 1x.
- N_{inside} = n° de grãos dentro do círculo
- $N_{intercepted}$ = n° de grãos interceptados pelo círculo
- f = Jeffries multiplier (depende do aumento → $f = M^2/5000$)

Método Planimétrico (Jeffries)

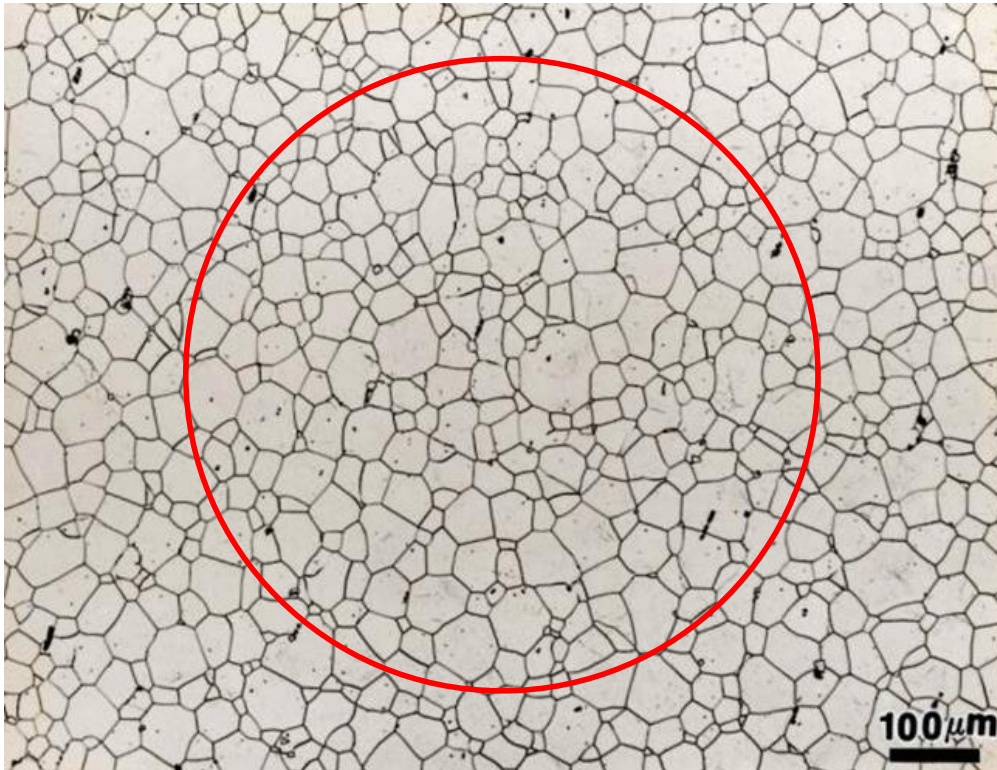


$$N_A = \frac{(N_{inside} + \frac{N_{intercepted}}{2})}{\text{Área do círculo}}$$

Se tivermos uma barra de escala

- Desenha-se um círculo contendo pelo menos 50 grãos. Usando-se a escala, mede-se a área desse círculo.
- N_A = n° de grãos por área.
- N_{inside} = n° de grãos dentro do círculo
- $N_{intercepted}$ = n° de grãos interceptados pelo círculo

Método Planimétrico (Jeffries)



$$N_A = \frac{(N_{inside} + \frac{N_{intercepted}}{2})}{\text{Área do círculo}}$$

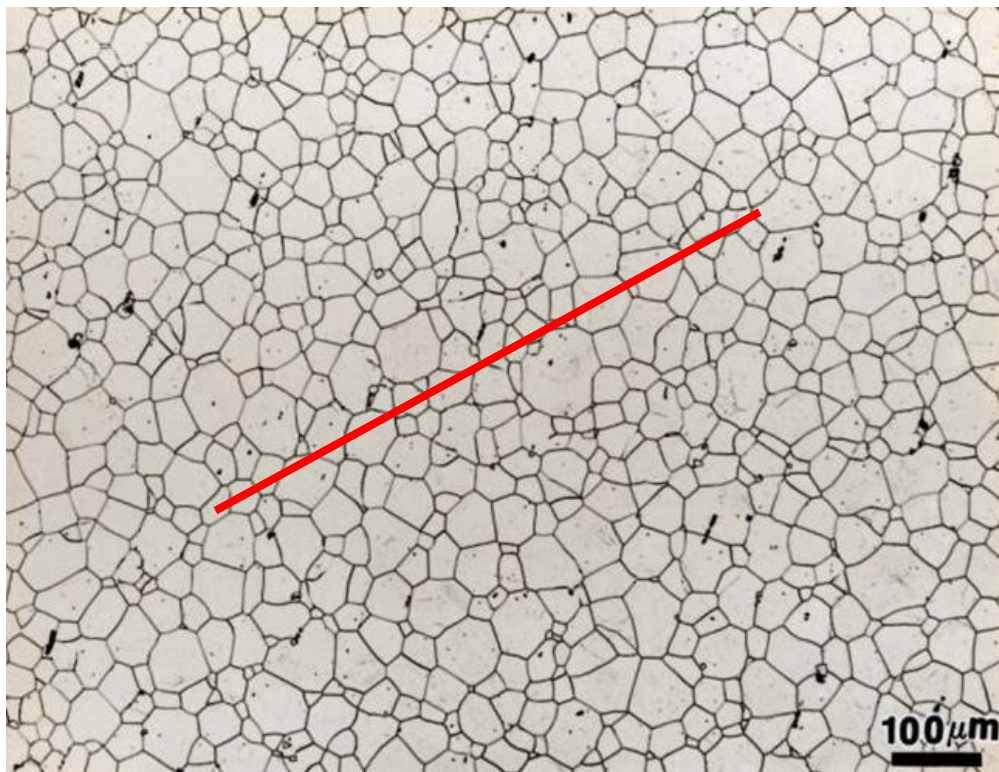
Após calculado N_A

- A área média dos grãos é $\rightarrow \bar{A} = \frac{1}{N_A}$
- O diâmetro médio do grão é $\rightarrow \bar{d} = \sqrt{\bar{A}} = \frac{1}{\sqrt{N_A}}$

Se quiser representar o tamanho de grão ASTM "G" (N_A em mm^2):

$$G = (3,322 \log N_A) - 2,95$$

Método do Intercepto Linear

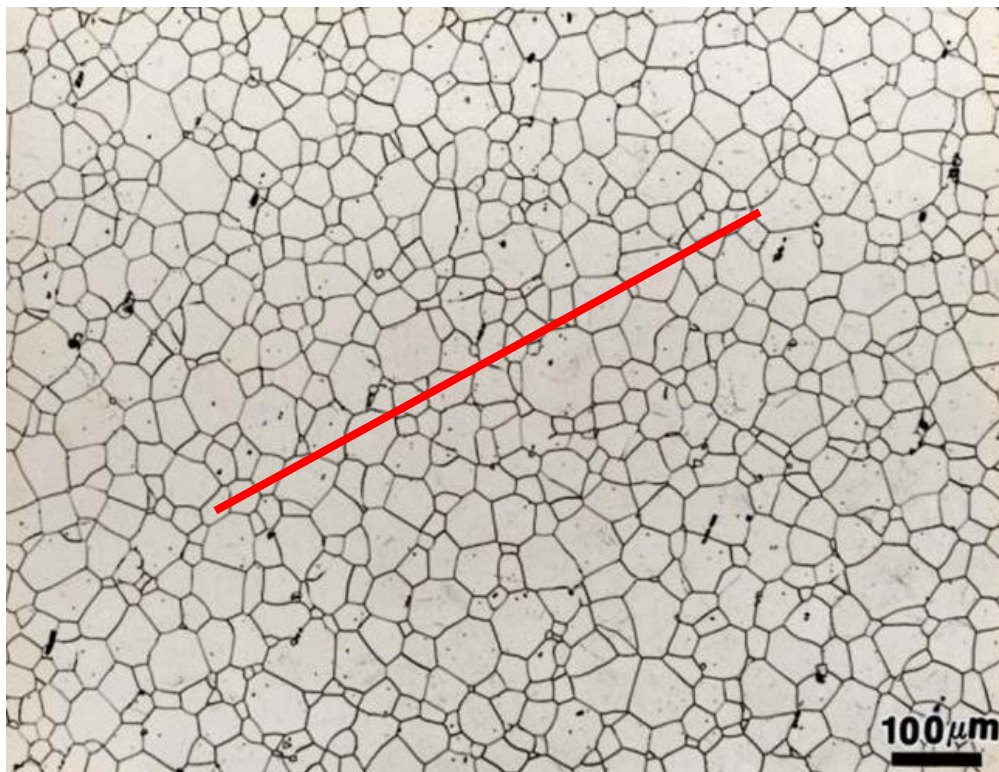


$$N_L = \frac{N}{L_t}$$

Com barra de escala

- Desenha-se uma linha com comprimento L_t .
- Essa linha vai interceptar um número de grãos “N” ou de contornos “P” (se a amostra for monofásica, $N=P$).
- Essa linha deve conter pelo menos 50 interseções.
- N_L é o número de interseções por unidade de comprimento.

Método do Intercepto Linear



$$N_L = \frac{N}{L_t}$$

Após calculado o N_L

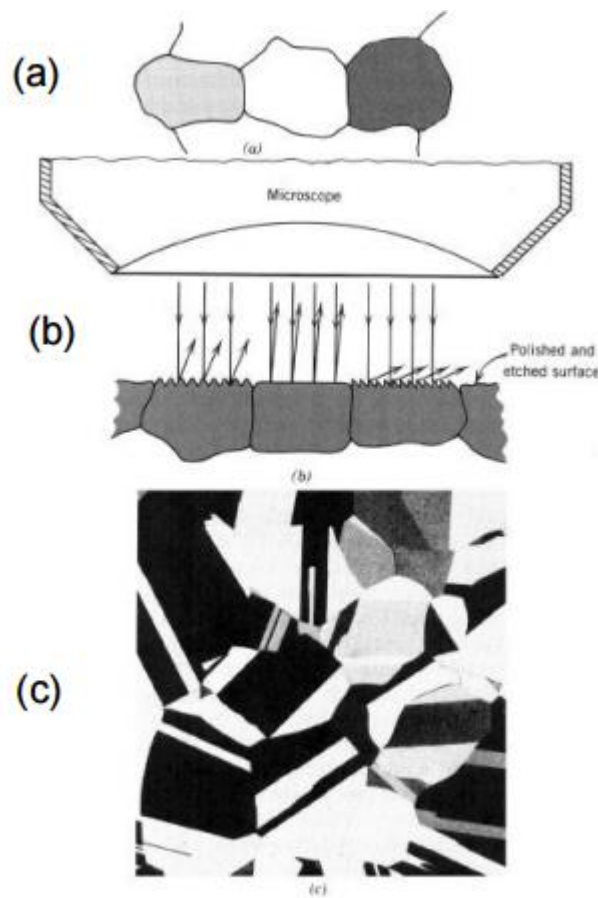
- O comprimento médio de interceptação, $\bar{l}$, é:

$$\bar{l} = \frac{1}{N_L}$$

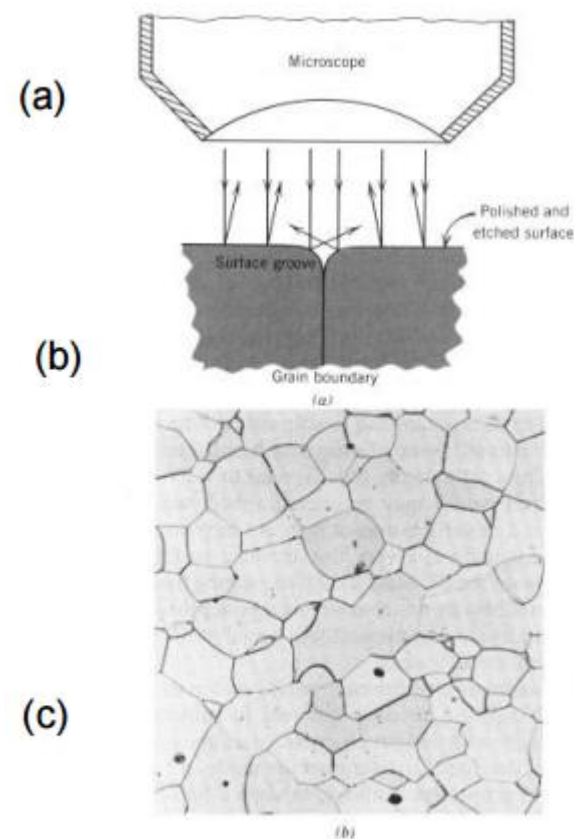
- Se $\bar{l}$ estiver em “mm”, o número de tamanho de grão ASTM é:

$$G = (-6,6457 \log \bar{l}) - 3,298$$

Observação microestrutural: Microscopia óptica

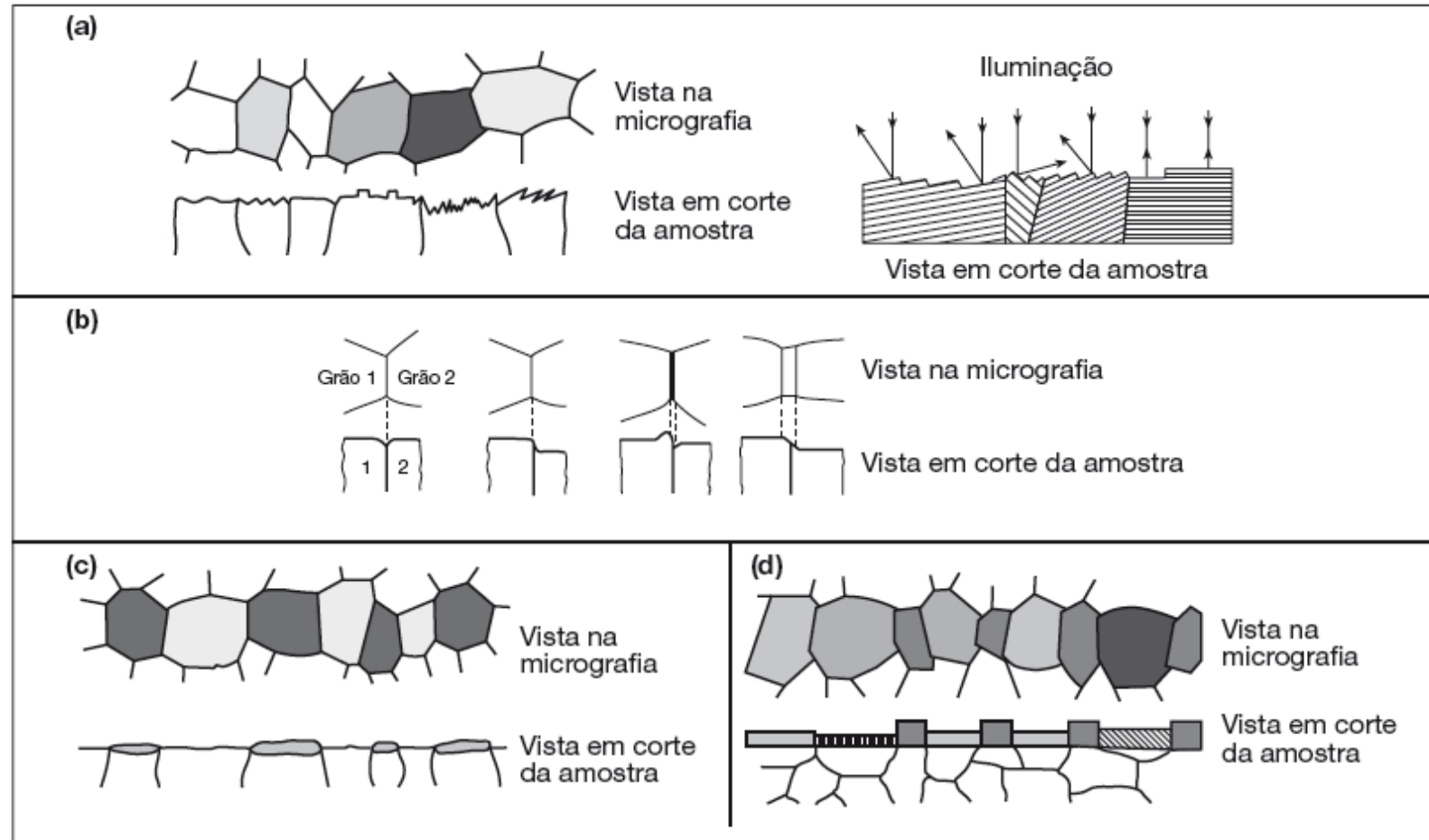


(a) e (b) Formação do contraste entre grãos.
(c) Micrografia óptica de um latão (Cu-Zn) policristalino. Aumento: 60X.

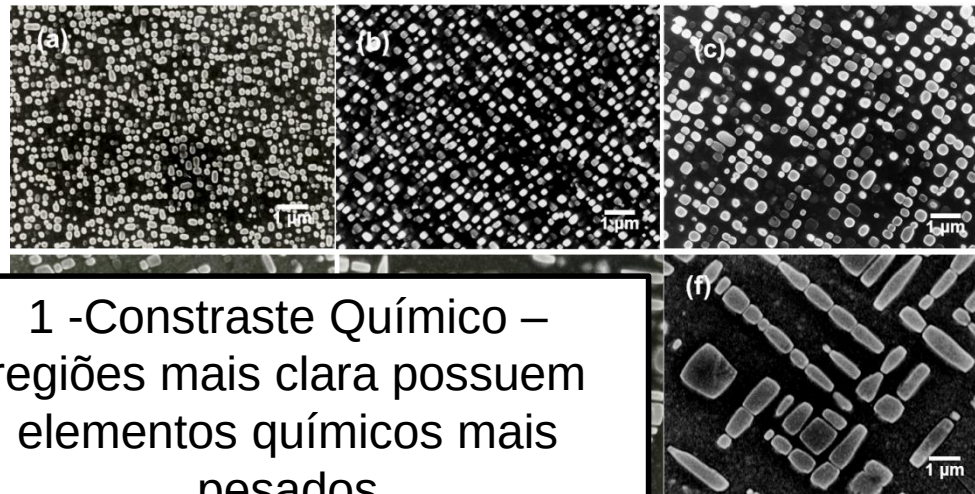
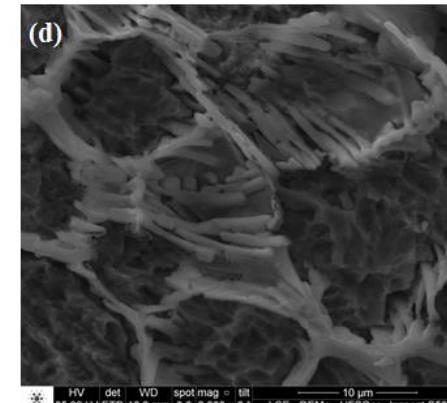
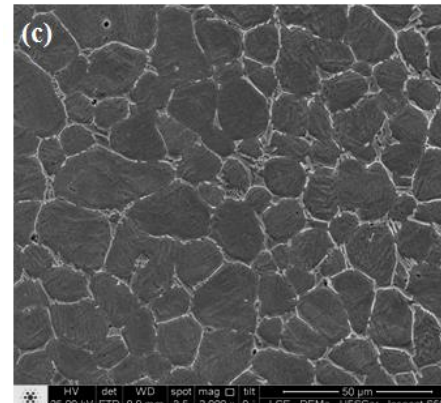


(a) e (b) Formação da imagem dos contornos de grão.
(c) Micrografia óptica de uma liga Fe-Cr. Aumento: 100X.

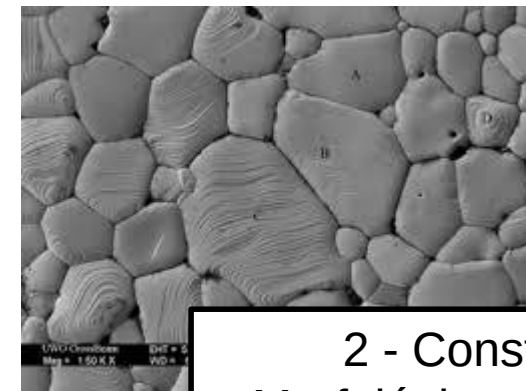
Observação microestrutural: Microscopia óptica



Observação microestrutural: Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

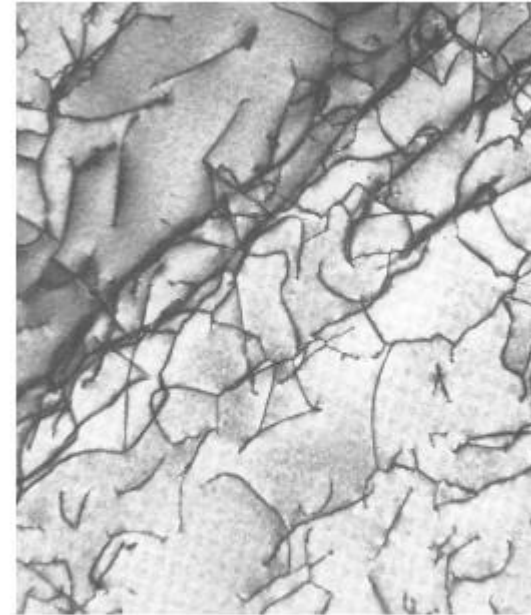
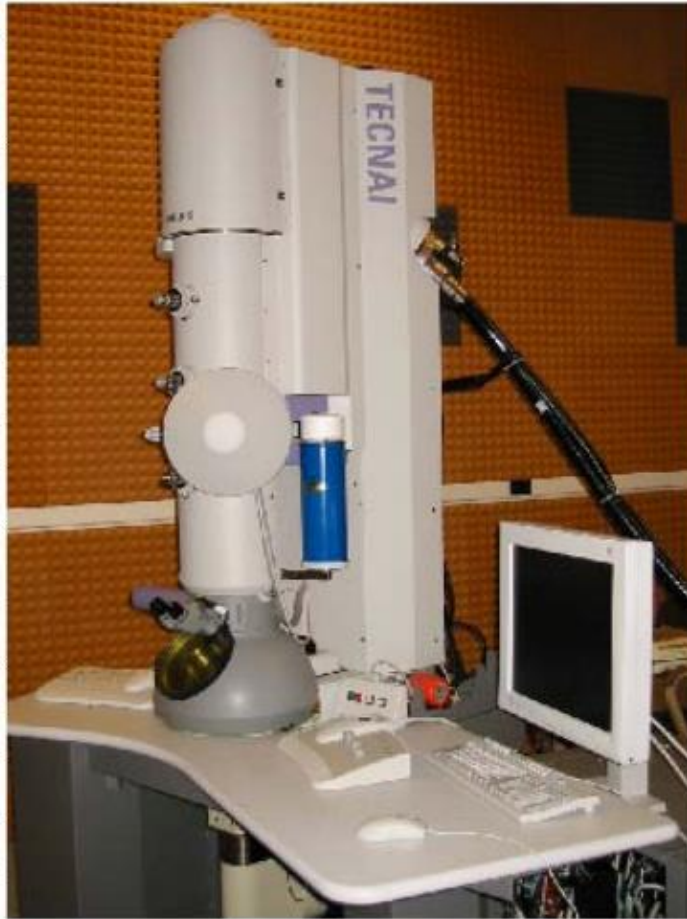


1 -Contraste Químico –
regiões mais clara possuem
elementos químicos mais
pesados



2 - Contraste
Morfológico: Contraste
segue topografia

Observação microestrutural: Microscopia eletrônica de transmissão (MET)

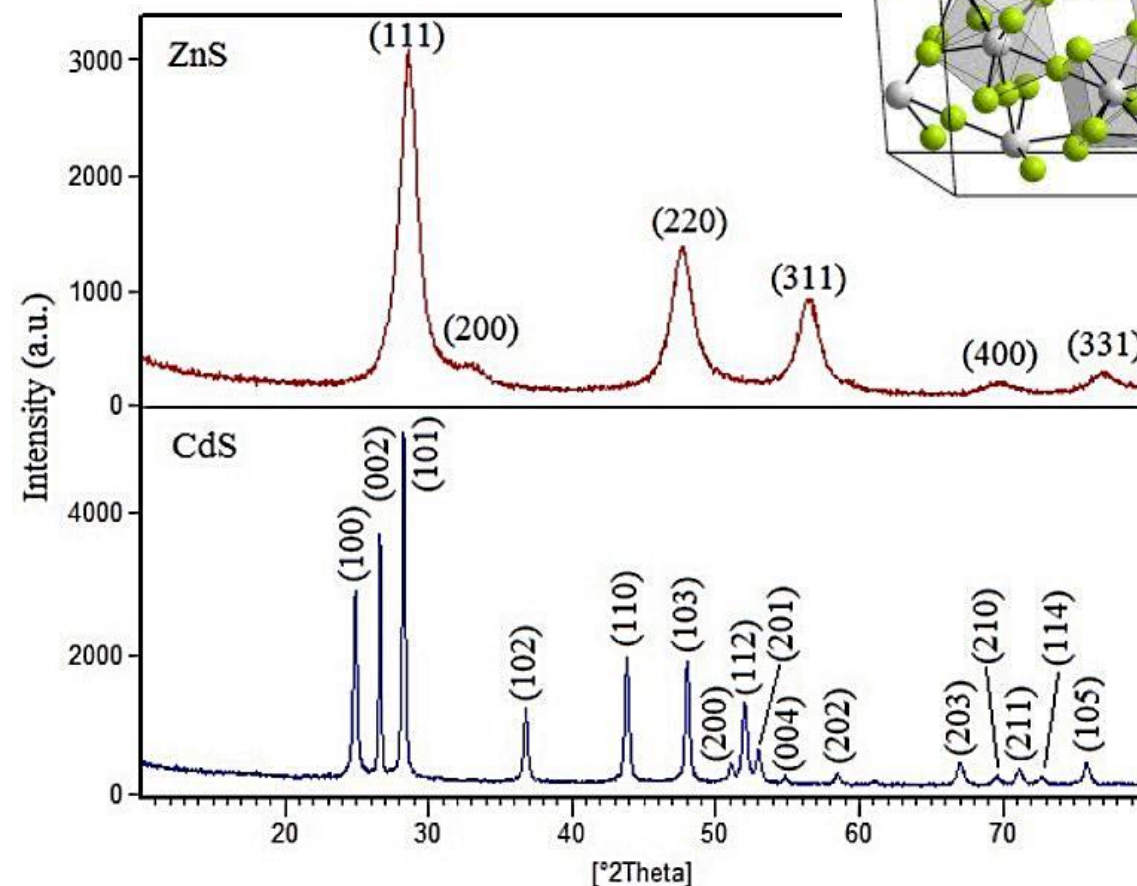
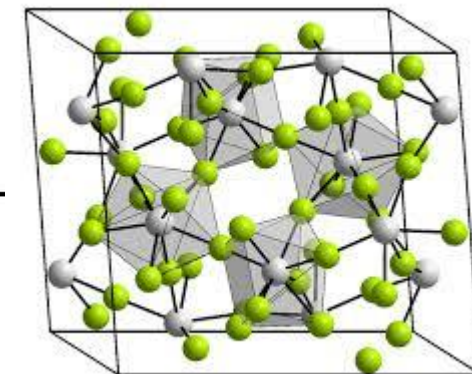
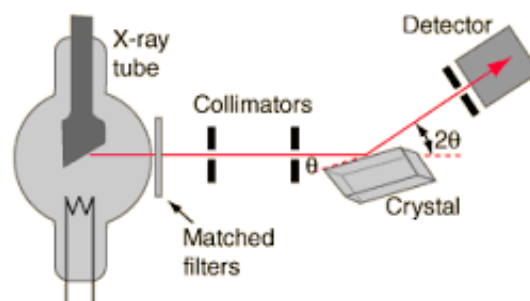
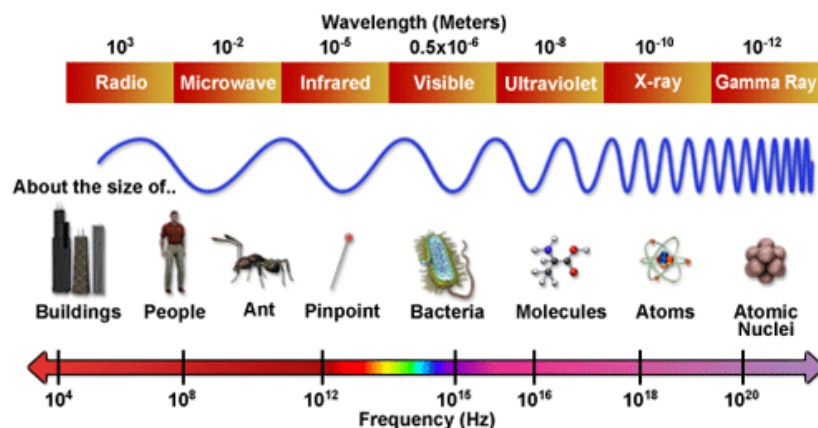


*Microscopia eletrônica de transmissão
de uma lâmina fina de uma liga
metálica contendo discordâncias*

Possui também contraste de difração – contraste depende da orientação cristalina do material

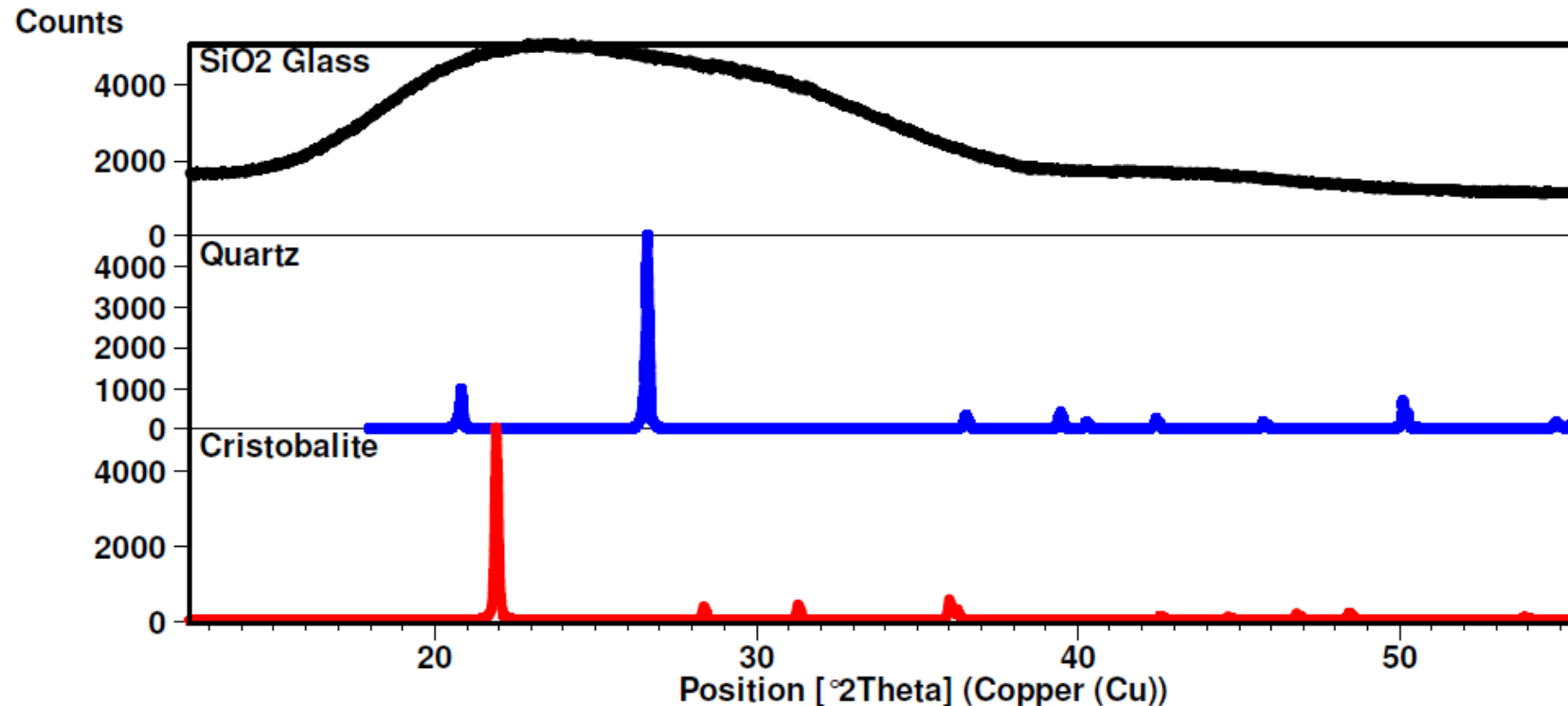
Introdução à Difração de Raios-X

Electromagnetic Spectrum



Introdução à Difração de Raios-X

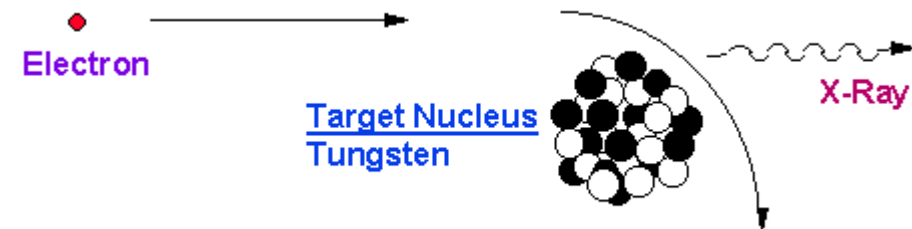
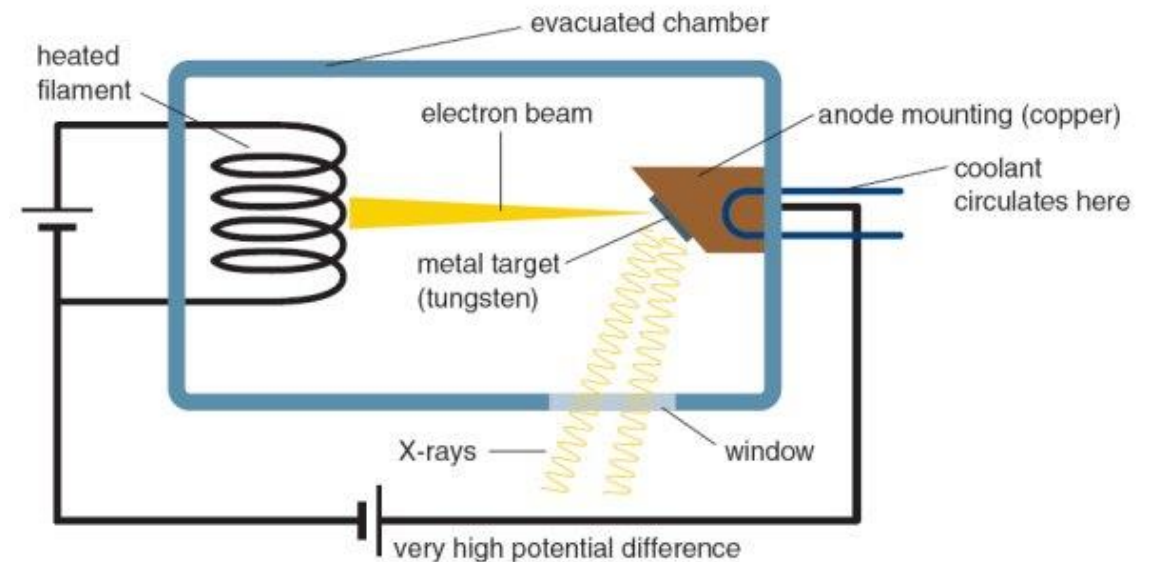
Vidro de sílica, quartzo e cristobalita. Todos são de mesma composição química, mas as estruturas são diferentes, logo, seus padrões de DRX também serão.



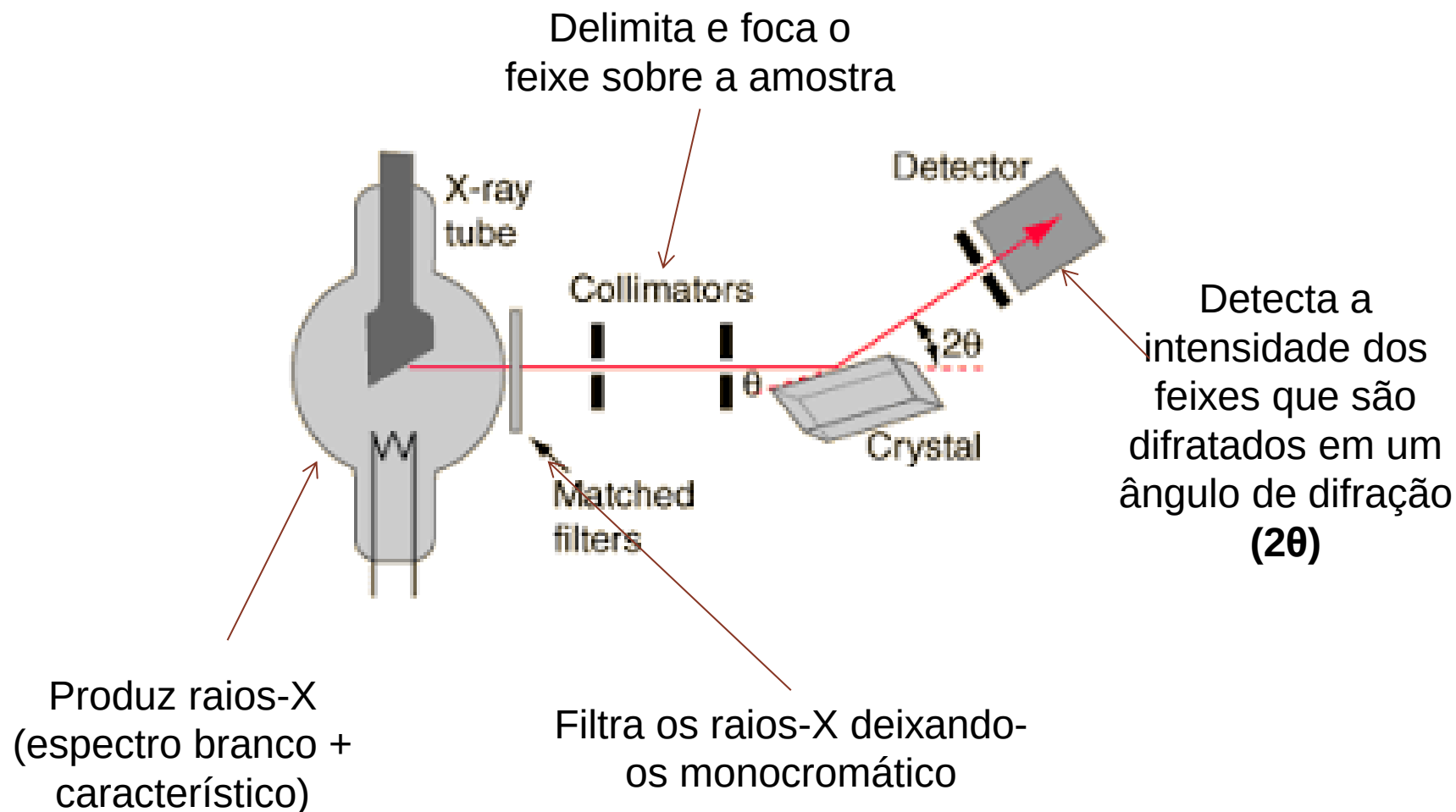
Introdução à Difração de Raios-X

Geração de raios-X:

- Raios-X são produzidos quando qualquer partícula eletricamente carregada com energia cinética suficiente é rapidamente desacelerada.
- Um **tubo de raio-X** consiste e uma fonte de elétrons e dois eletrodos metálicos. Uma alta voltagem é mantida entre os eletrodos, de modo que os elétrons são acelerados contra o ânodo (ou **alvo**) na onde eles impactam com alta velocidade.
- Raios-X são produzidos no ponto de impacto e são espalhados para todas as direções e direcionados por uma janela de Be.



Introdução à Difração de Raios-X

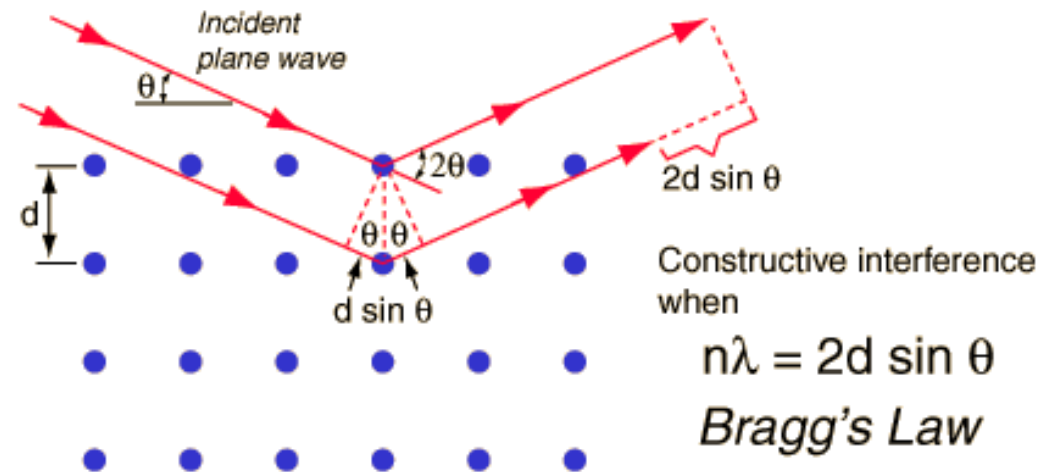


Introdução à Difração de Raios-X

A Lei de Bragg

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

- λ = comprimento de onda
- d = distância interplanar entre planos paralelos *hkl*.
- θ é o ângulo entre o feixe incidente e o plano que o difrata.
- 2θ é o ângulo entre o feixe transmitido e o feixe difratado. É chamado de **ângulo de difração**, e este é o ângulo geralmente medido.



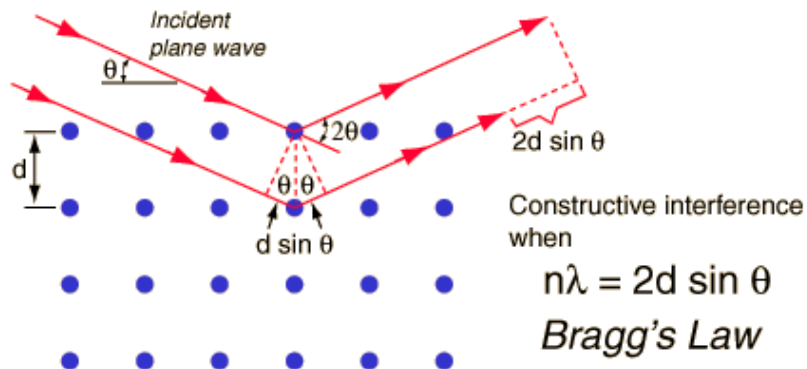
A lei de Bragg mostra a condição necessária para que ocorra a difração, isto é, para que duas ondas espalhadas sofram interação construtiva.

Introdução à Difração de Raios-X

A Lei de Bragg

O valor de d , a distância entre planos adjacentes no conjunto (hkl) , pode ser encontrado pelas seguintes equações.

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$



Cubic:
$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$$

Tetragonal:
$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

Hexagonal:
$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2}$$

Rhombohedral:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2) \sin^2 \alpha + 2(hk + kl + hl)(\cos^2 \alpha - \cos \alpha)}{a^2(1 - 3 \cos^2 \alpha + 2 \cos^3 \alpha)}$$

Orthorhombic:
$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

Monoclinic:
$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{\sin^2 \beta} \left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2 \sin^2 \beta}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} - \frac{2hl \cos \beta}{ac} \right)$$

Triclinic:
$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{V^2} (S_{11}h^2 + S_{22}k^2 + S_{33}l^2 + 2S_{12}hk + 2S_{23}kl + 2S_{13}hl)$$

Introdução à Difração de Raios-X

Resumo

- Os átomos de um material cristalino (arranjados de forma periódica) espalham raios-X (com mesmo λ que o feixe incidente) em todas as direções.
- Na maioria das direções não ocorre difração, pois os raios-X espalhados sofrem interferência destrutiva e anulam-se uns aos outros.
- Em poucas direções, aquelas que satisfazem a Lei de Bragg, ocorre a interferência construtiva (adição de amplitudes) entre os raios espalhados, e esse espalhamento é então chamado de difração.
- As direções das difrações são determinadas apenas pela **forma** e **tamanho** da célula unitária.

Sistema Cristalino
Parâmetros de rede

$$\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta \quad \leftarrow \quad \frac{1}{d_{hkl}} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad \text{P/ sistema cúbico}$$

Introdução à Difração de Raios-X

Intensidade dos feixes difratados

- A **posição e os átomos** interferem na **intensidade** do feixe difratado.
- Os átomos são centros de espalhamento de raios-X (ou outra radiação), na qual os raios são **espalhados pela ação dos elétrons** do átomo.

“Se a Lei de Bragg não é satisfeita, não ocorre difração. Porém, A Lei de Bragg pode ser satisfeita para um certo conjunto de planos atômicos e ainda pode não ocorrer difração.”

Introdução à Difração de Raios-X

Intensidade dos feixes difratados

- Algumas estruturas cristalinas não vão apresentar difração em determinados planos, mesmo que esses satisfaçam a lei de Bragg. São chamados de “reflexões” proibidas. Abaixo veja alguns exemplos para as estruturas mais comuns em metais.

Estrutura Cristalina	Difração não ocorre quando
CCC	$h+k+l = \text{número ímpar}$
CFC	h, k, l misto (pares e ímpares)
Hexagonal compacta	$h+2k=3n$ (n inteiro) e l ímpar

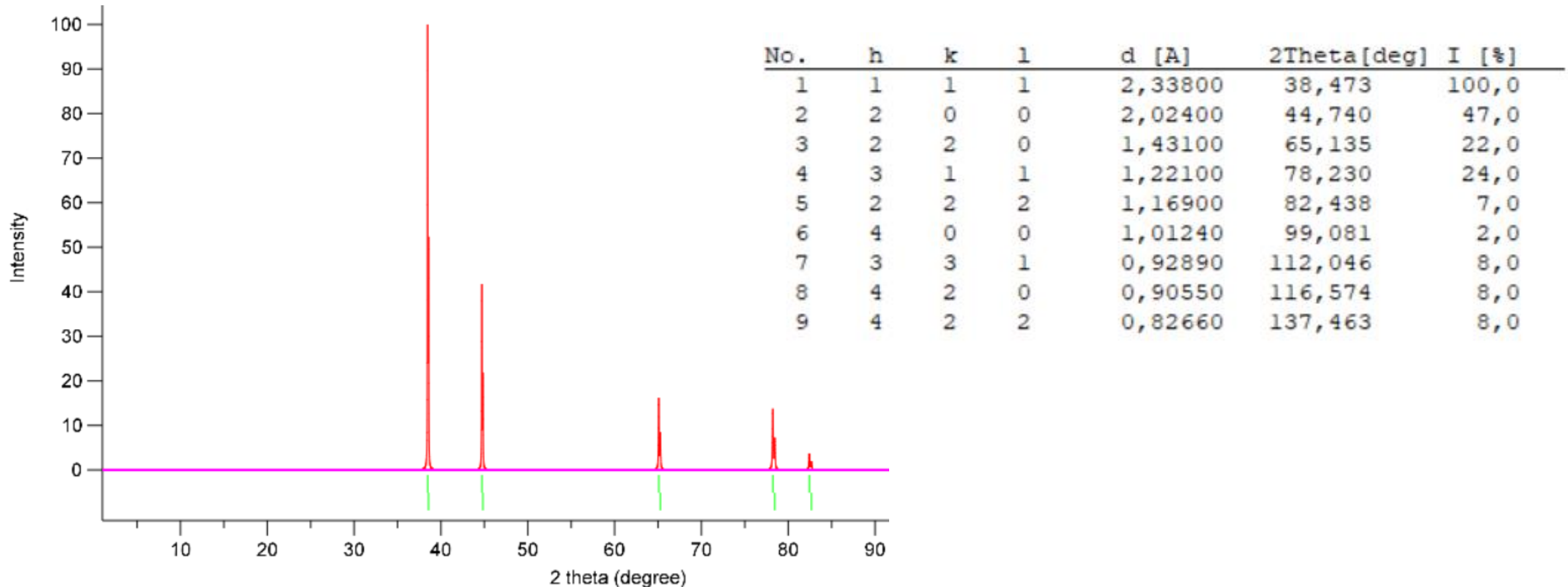
Introdução à Difração de Raios-X

Indexando padrões de DRX

- Na indexação:
- Tanto a posição dos picos quanto a intensidade dos picos devem ser compatíveis com o padrão das fases sendo indexadas.
- Cuidado com orientação preferencial (textura)!!!!

Introdução à Difração de Raios-X

Indexando padrões de DRX



Introdução à Difração de Raios-X

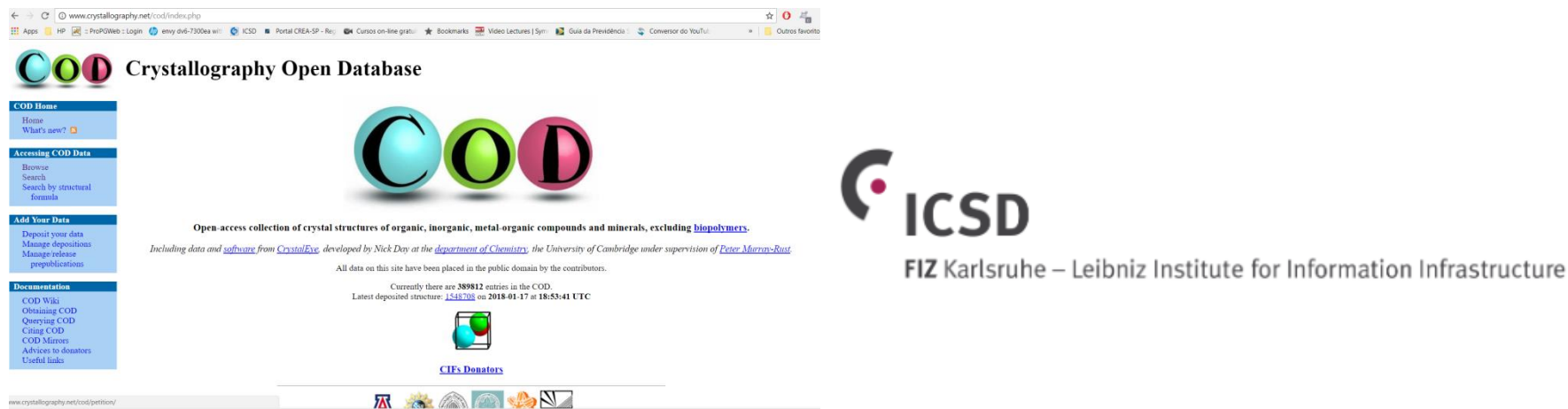
Indexando padrões de DRX

- Onde encontrar as informações cristalográficas de uma fase, como as contidas na tabela abaixo?
- Arquivos .cif (crystallographic file information)

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	2,33800	38,473	100,0
2	2	0	0	2,02400	44,740	47,0
3	2	2	0	1,43100	65,135	22,0
4	3	1	1	1,22100	78,230	24,0
5	2	2	2	1,16900	82,438	7,0
6	4	0	0	1,01240	99,081	2,0
7	3	3	1	0,92890	112,046	8,0
8	4	2	0	0,90550	116,574	8,0
9	4	2	2	0,82660	137,463	8,0

Introdução à Difração de Raios-X

Indexando padrões de DRX



Crystallography Open Database

Home
What's new?

Accessing COD Data
Browse
Search
Search by structural formula

Add Your Data
Deposit your data
Manage depositions
Manage release
prepublications

Documentation
COD Wiki
Obtaining COD
Querying COD
Citing COD
COD Mirrors
Advises to donors
Useful links

Open-access collection of crystal structures of organic, inorganic, metal-organic compounds and minerals, excluding [biopolymers](#).
Including data and [software](#) from [CrystalEye](#), developed by Nick Day at the [department of Chemistry](#), the University of Cambridge under supervision of [Peter Murrin-Bast](#).

All data on this site have been placed in the public domain by the contributors.

Currently there are **389812** entries in the COD.
Latest deposited structure: [1548708](#) on 2018-01-17 at 18:53:41 UTC

[CIFs Donators](#)

FIZ Karlsruhe – Leibniz Institute for Information Infrastructure

- ICSD (Inorganic Crystal Structure Database)→Pago (acesso pelo portal da CAPES)
- COD (Crystallographic Open Database)→Grátis

Introdução à Difração de Raios-X

Indexando padrões de DRX

- Como abrir o arquivo .cif com as informações cristalográficas de uma fase?
- Software VESTA (gratuito).

