

BR9230223  
INIS-BR--2985

**Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares**  
**Autarquia Associada à Universidade de São Paulo**

**Estudo de Parâmetros Experimentais Envolvidos na  
Determinação de Macrotensões Residuais, em Tubos de Aço  
Inoxidável, pelo Método da Difração de Raios-X**

*Luciana Ribeiro Guimarães*

Dissertação apresentada como parte  
dos requisitos para obtenção do  
título de Mestre em Ciências na  
Área de Tecnologia Nuclear.

**Orientador: Kengo Imakuma**

**São Paulo**

**1990**

*À minha mãe*

# Índice Geral

<b>Agradecimentos</b>	<b>i</b>
<b>Objetivos do Trabalho</b>	<b>ii</b>
<b>Resumo</b>	<b>iii</b>
<b>Synopsis</b>	<b>iv</b>
<b>I. Tensões Residuais</b>	<b>1</b>
<b>I.1 Tipos e Fontes</b>	<b>1</b>
<b>I.2 Efeitos das Tensões Residuais Sobre os Materiais</b>	<b>2</b>
<b>II. Princípios Básicos</b>	<b>6</b>
<b>II.1 Relações Elementares de Tensão</b>	<b>6</b>
<b>II.2 Relações Tensão-Deformação</b>	<b>8</b>
<b>II.3 Relações da Equação da Deformação com a Análise da Tensão por Difração de Raios-X</b>	<b>11</b>
<b>II.3.1 Equação da Tensão em Função do Ângulo de Difração</b>	<b>15</b>
<b>II.3.2 Equação da Tensão em Função do <math>\text{sen}^2\psi</math></b>	<b>16</b>
<b>III. Instrumentos e Técnicas</b>	<b>19</b>
<b>III.1 Difratómetro de Raios-X</b>	<b>19</b>
<b>III.1.1 Método do Detector Fixo</b>	<b>24</b>
<b>III.1.2 Método Parafocal</b>	<b>24</b>
<b>III.1.3 Feixe Paralelo</b>	<b>25</b>
<b>III.2 Câmaras de Filme</b>	<b>28</b>
<b>III.3 Técnicas Difratométricas para a Determinação da Tensão Residual</b>	<b>29</b>
<b>III.3.1 Técnica da Dupla-Exposição</b>	<b>29</b>
<b>III.3.2 Técnica da Múltipla-Exposição ou <math>\text{sen}^2\psi</math></b>	<b>31</b>
<b>III.3.3 Técnica da Simples-Exposição</b>	<b>32</b>
<b>IV. Método de Obtenção da Posição de Máximo do Pico de Difração</b>	<b>35</b>
<b>IV.1 Métodos Gráficos</b>	<b>35</b>
<b>IV.1.1 Biseção do Pico</b>	<b>35</b>
<b>IV.1.2 Extrapolação da Linha Lateral</b>	<b>36</b>

<b>IV.2</b>	<b>Método do Ajuste de Curvas</b>	<b>36</b>
<b>IV.2.1</b>	<b>Curva Gaussiana</b>	<b>37</b>
<b>IV.2.2</b>	<b>Curva de Cauchy</b>	<b>37</b>
<b>IV.2.3</b>	<b>Parábola</b>	<b>38</b>
<b>V.</b>	<b>Fatores de Correção e Principais Fontes de Erro</b>	<b>42</b>
<b>V.1</b>	<b>Fatores de Correção das Intensidades</b>	<b>42</b>
<b>V.2</b>	<b>Correções Devidas à Penetração do Feixe</b>	<b>44</b>
<b>V.3</b>	<b>Principais Fontes de Erro</b>	<b>45</b>
<b>V.3.1</b>	<b>Geometria da Amostra</b>	<b>46</b>
<b>V.3.2</b>	<b>Preparação da Amostra</b>	<b>46</b>
<b>V.3.3</b>	<b>Microestrutura e Microtensões</b>	<b>47</b>
<b>V.3.4</b>	<b>Tamanho de Grão</b>	<b>48</b>
<b>V.3.5</b>	<b>Seleção das Constantes Elásticas</b>	<b>48</b>
<b>V.3.6</b>	<b>Alinhamento do Difrátômetro</b>	<b>49</b>
<b>V.3.7</b>	<b>Posicionamento da Amostra</b>	<b>50</b>
<b>VI.</b>	<b>Materiais e Métodos</b>	<b>52</b>
<b>VI.1</b>	<b>Amostras</b>	<b>52</b>
<b>VI.2</b>	<b>Seleção dos Parâmetros Experimentais</b>	<b>53</b>
<b>VI.2.1</b>	<b>Radiação, Plano de Reflexão e Filtros</b>	<b>53</b>
<b>VI.2.2</b>	<b>Fendas</b>	<b>59</b>
<b>VI.2.3</b>	<b>Passo de Contagem e Números de Contagens</b>	<b>60</b>
<b>VI.3</b>	<b>Método Utilizado nas Medidas de Tensão Residual</b>	<b>61</b>
<b>VI.4</b>	<b>Aparelhos Utilizados</b>	<b>62</b>
<b>VI.4.1</b>	<b>Rigaku SG8</b>	<b>62</b>
<b>VI.4.2</b>	<b>Jeol JDX-11PA</b>	<b>63</b>
<b>VI.4.3</b>	<b>Rigaku Strainflex</b>	<b>65</b>
<b>VII.</b>	<b>Resultados e Discussões</b>	<b>66</b>
<b>VII.1</b>	<b>Rigaku SG8</b>	<b>66</b>
<b>VII.2</b>	<b>Jeol JDX-11PA</b>	<b>69</b>
<b>VII.3</b>	<b>Rigaku Strainflex</b>	<b>72</b>
	<b>Conclusões</b>	<b>77</b>
	<b>Bibliografia</b>	<b>79</b>

## Índice das Figuras

<b>Figura II.1</b>	<b>Tensões normais <math>\sigma</math> e tensões de cisalhamento <math>\tau</math>.</b>	<b>6</b>
<b>Figura II.2</b>	<b>Elipsóide de tensão-deformação.</b>	<b>10</b>
<b>Figura II.3</b>	<b>A medida da tensão por difração de raios-X está restrita a superfície da amostra e considera-se um sistema biaxial de tensões.</b>	<b>12</b>
<b>Figura II.4</b>	<b>Esquema mostrando a orientação dos planos da rede em <math>\sigma = 0^\circ</math> e <math>\sigma \neq 0^\circ</math>.</b>	<b>13</b>
<b>Figura II.5</b>	<b>Representação gráfica da equação da tensão.</b>	<b>18</b>
<b>Figura III.1</b>	<b>Esquema básico de um difratômetro de raios-X.</b>	<b>19</b>
<b>Figura III.2</b>	<b>Diagrama de blocos de um difratômetro básico.</b>	<b>21</b>
<b>Figura III.3</b>	<b>Ótica dos raios-X para o difratômetro padrão - "Soller Baffles" arranjadas horizontalmente.</b>	<b>26</b>
<b>Figura III.4</b>	<b>Ótica dos raios-X para difratômetros com feixe paralelo.</b>	<b>26</b>
<b>Figura III.5</b>	<b>Diagrama do exame da amostra por um difratômetro com feixe paralelo.</b>	<b>27</b>
<b>Figura III.6</b>	<b>Cone de reflexão produzido pelo feixe difratado em uma amostra policristalina.</b>	<b>32</b>
<b>Figura III.7</b>	<b>Esquema básico do arranjo na técnica da simples exposição.</b>	<b>33</b>
<b>Figura IV.1</b>	<b>Bissecção do pico.</b>	<b>35</b>
<b>Figura IV.2</b>	<b>Técnica da extrapolação da linha lateral.</b>	<b>36</b>
<b>Figura IV.3</b>	<b>Parábola por 3 pontos.</b>	<b>39</b>
<b>Figura VI.1</b>	<b>Difratograma TUBO 1.</b>	<b>56</b>
<b>Figura VI.2</b>	<b>Difratograma TUBO 2.</b>	<b>57</b>
<b>Figura VI.3</b>	<b>Difratograma PLACA 1.</b>	<b>58</b>

## **Índice das Tabelas**

<b>Tabela I.1</b>	<b>Principais características dos métodos disponíveis para medida de tensões residuais.</b>	<b>4</b>
<b>Tabela VI.1</b>	<b>Composição química (%) dos TUBOS 1 e 2.</b>	<b>52</b>
<b>Tabela VI.2</b>	<b>Degraus de absorção K dos elementos Fe, Cr e Ni.</b>	<b>53</b>
<b>Tabela VI.3</b>	<b>Comprimento de onda das radiações mais utilizadas na difração de raios-X.</b>	<b>54</b>
<b>Tabela VI.4</b>	<b>Ângulos de difração para o Fe austenítico com as radiações Cu <math>K\alpha</math>, Co <math>K\alpha</math> e Cr <math>K\alpha</math>.</b>	<b>54</b>
<b>Tabela VI.5</b>	<b>Radiações e Filtros</b>	<b>55</b>
<b>Tabela VI.6</b>	<b>Parâmetros experimentais adotados para as medidas nos TUBOS 1 e 2.</b>	<b>64</b>
<b>Tabela VII.1</b>	<b>Valores da tensão residual determinados para o TUBO 1 no difratômetro Rigaku SG-8, com a posição de máximo do pico obtida pelo método da parábola por três pontos.</b>	<b>67</b>
<b>Tabela VII.2</b>	<b>Valores da tensão residual determinados para o TUBO 2 no difratômetro Rigaku SG-8, com a posição de máximo do pico obtida pelo método da parábola por três pontos.</b>	<b>68</b>
<b>Tabela VII.3</b>	<b>Valores da tensão residual determinados para a PLACA 1 no difratômetro Rigaku SG-8, com a posição de máximo do pico obtida pelo método da parábola por três pontos.</b>	<b>68</b>

<b>Tabelas VII.4</b> Valores da tensão longitudinal presente no TUBO 1 obtidos a partir dos valores $2\theta$ /intensidade medidos no difratômetro Jeol JDX-11PA. a) método da parábola por 11 pontos; b) método da parábola por 3 pontos.	<b>70</b>
<b>Tabelas VII.5</b> Valores da tensão longitudinal presente no TUBO 2 obtidos a partir dos valores $2\theta$ /intensidade medidos no difratômetro Jeol JDX-11PA. a) método da parábola por 11 pontos; b) método da parábola por 3 pontos.	<b>71</b>
<b>Tabela VII.6</b> Tensão Residual Longitudinal nos TUBOS 1 e 2.	<b>73</b>

## **Agradecimentos**

**Gostaria de registrar meus sinceros agradecimentos às pessoas que, direta ou indiretamente, colaboraram na execução desse trabalho:**

**Ao *Dr.Kengo Imakuma* pela orientação, pelo incentivo e pela oportunidade.**

**Ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares IPEN-CNEN/SP, na pessoa do seu superintendente por ocasião do meu ingresso nesse Instituto, *Dr.Claudio Rodrigues*, pela oportunidade de realizar esse trabalho.**

**Ao *Dr. Luis Felipe C.P. de Lima* pelo apoio, incentivo, sugestões e discussões durante todas as etapas do programa de Mestrado.**

**A Metal Leve Indústria e Comércio S/A na pessoa de *Antonio Joaquim* pela colaboração no desenvolvimento desse trabalho e pela possibilidade de utilização de suas instalações.**

**A Aços Villares S/A na pessoa do *Eng.Alceu Ferraz C. Neto* pela atenção a mim dispensada e pela possibilidade de realizar as medidas em suas dependências.**

**Ao pessoal do Laboratório de Difração de Raios-X em especial ao *Msc. Luiz Gallego Martinez* e *Msc. Nelson B. de Lima* pela grande colaboração.**

**Ao CNPq pelo apoio financeiro durante parte desse trabalho.**

**A *Julia* e *Osmar* pela compreensão.**

**Aqueles cujos nomes foram involuntariamente omitidos, porém não esquecidos.**

## **Objetivos**

**Esse trabalho tem como objetivos:**

- **Determinar a macrotensão residual em dois tubos de aço 304L utilizando um difratômetro de raios-X convencional e comparar os resultados obtidos com outras medidas realizadas em difratômetros específicos para medidas de tensão residual.**
- **Avaliar a capacidade do Laboratório de Difração de Raios-X do IPEN para medir a tensão residual e desenvolver uma metodologia para realização dessas medidas como um trabalho de rotina.**
- **Estudar a validade da utilização do método da parábola por três pontos, recomendado pela SAE, na localização da posição de máximo do pico e sua influência no valor da tensão medida.**

**Estudo de Parâmetros Experimentais Envolvidos na  
Determinação de Macrotensões Residuais, em Tubos de Aço  
Inoxidável, pelo Método da Difração de Raios-X**

**Luciana Ribeiro Guimarães**

**Resumo**

São apresentados os princípios básicos relacionados à determinação de macrotensões residuais por difratometria de raios-X, discutidas as principais técnicas e fontes de erro envolvidas nas medidas.

Três difratômetros, Rigaku SG8, Jeol JDX-11PA e Rigaku Strainflex são utilizados para medir a tensão residual em dois tubos de aço 304L. Os valores obtidos serão comparados bem como a reprodutibilidade da medida em cada instrumento.

A viabilidade do método da parábola por três pontos para o cálculo da posição de máximo do pico de difração é discutida utilizando os valores da posição e intensidade obtidos em dois dos difratômetros citados.

# **Study of the Experimental Parameters Associated to the Determination of Residual Macro stresses, in Stainless Steel Tubes, through X-Rays Diffraction Method**

**Luciana Ribeiro Guimarães**

## **Synopsis**

The basic principles related to the determination of residual macro stresses by X-rays diffractometry are present, whereas different techniques associated with the respective experimental errors are discussed.

The residual stresses in two 304L stainless steel tubes were measured using three models of diffractometers, Rigaku SG-8, Jeol JDX-11PA and Rigaku Strainflex. The measured values of stresses as well as the reproducibilities are examined.

The suitability of peak location method, by fitting three data points to the parabolic function, is discussed through values of position and intensity obtained by two of the above diffractometers.

# **I. Tensões Residuais**

## **I.1 Tipos e Fontes**

De um modo geral, as tensões residuais podem ser definidas como as tensões que permanecem atuando no material mesmo quando forem retiradas todas as forças externas atuantes <sup>(1,2)</sup>. Essas tensões são classificadas de acordo com o volume do material sujeito à sua ação. Esse volume pode variar desde poucos angstroms ( $\text{\AA}^3$ ) até alguns milímetros ( $\text{mm}^3$ ) <sup>(2)</sup>, e a classificação é a seguinte <sup>(3)</sup>:

### **a) Tensões Residuais do Tipo I ou Macrotensões:**

São homogêneas no volume de vários grãos e causam deformações uniformes apreciáveis da rede cristalina na região em que atuam. Em geral são as de maior interesse para a engenharia devido aos seus efeitos sobre os materiais.

### **b) Tensões Residuais do Tipo II ou Pseudo-Macrotensões**

São homogêneas no volume correspondente a um grão, produzindo uma deformação diferente em cada grão sobre o qual atuam.

### **c) Tensões Residuais do Tipo III ou Microtensões**

São homogêneas em regiões bastante limitadas, menores que um grão. A presença das microtensões provoca pequenas flutuações no espaçamento dos planos da rede cristalina do material nos pontos aonde estão presentes.

Essas definições descrevem condições idealizadas e se referem exclusivamente a materiais sólidos policristalinos. Apesar, de na realidade, a maior parte dos materiais apresentar uma sobreposição das tensões do tipo I e III essas definições são válidas e utilizadas constantemente.

Nesse trabalho, como na maior parte da literatura específica, o termo tensão residual será utilizado para indicar as macrotensões.

As tensões residuais são introduzidas nos metais e outros materiais através de processos que resultem em uma deformação não uniforme e permanente na sua forma ou volume. Esses processos podem ser mecânicos como laminação, extrusão, usinagem ...etc...; térmicos como fundição, soldagens, tratamentos térmicos e químicos

como oxidação, corrosão e ainda uma combinação desses processos e outros que não tenham sido citados <sup>(1,4)</sup>.

## **I.2 Efeitos das Tensões Residuais Sobre os Materiais**

Os efeitos das tensões residuais sobre os materiais, na maioria dos casos são nocivos uma vez que podem causar deformações, acelerar transformações de fase e processos de corrosão. As tensões residuais também são capazes de provocar fraturas principalmente aquelas onde pequenas deformações estão envolvidas tais como fadiga, corrosão sob tensão ou trincas por fragilização <sup>(1,4)</sup>.

No entanto, a presença de tensões residuais de compressão na superfície de algumas peças pode ser benéfica. Essas tensões são introduzidas em processos de jateamento, laminação superficial, polimentos e outros processos de acabamento onde a penetração é pequena e por isso deformam muito mais a superfície que o interior da peça. A superfície será mantida em compressão pelo interior, enquanto o interior que foi menos trabalhado, é posto sob tração pela superfície. Sabe-se que esse padrão de tensão é desejável em engrenagens, molas, eixos e mancais onde elevadas tensões de tração são desenvolvidas na superfície durante a utilização. A presença da tensão compressiva na superfície reduz a magnitude da tensão de operação tornando o componente mais resistente à fadiga <sup>(1)</sup>.

A partir do conhecimento dos efeitos da tensão residual sobre os materiais tornou-se indispensável o seu monitoramento em inúmeros componentes. Para isso, tornou-se necessário acelerar o desenvolvimento de aparelhos e técnicas de medida que atendam as exigências dos laboratórios de pesquisa e da indústria.

Existem varios métodos disponíveis para a determinação da tensão residual nos materiais, entre eles podemos citar: os métodos mecânicos de alívio de tensão, ultra-som, eletromagnéticos como Barkhausen, difração de neutrôns, difração de raios-X <sup>(5,6)</sup>. É importante ressaltar que todos esses métodos medem a deformação, ou alguma outra propriedade do material que é afetada pela presença da tensão residual. Essa tensão é obtida relacionando a propriedade medida com as propriedades elásticas do material.

Existem alguns parâmetros que devem ser analisados antes de adotarmos um

**método para a determinação da tensão residual.**

**Devemos considerar o quanto destrutivo é o método e ainda, se a sua utilização introduz alguma tensão adicional que possa prejudicar o resultado da medida, mascarando o valor real da tensão existente na amostra. Outro parâmetro de grande importância diz respeito a resolução do método. Nesse caso devemos considerar a área, profundidade e o volume da amostra no qual obtém-se a medida da tensão. Os métodos de baixa resolução determinam a tensão média em grandes áreas e por isso são incapazes de detectar pontos de tensão elevada nos quais ocorrem as principais falhas.**

**As tensões residuais são quantidades tensoriais e portanto devem ser descritas em três dimensões. Os métodos de medida que determinam apenas quantidades escalares para representar o estado perturbado de rede cristalina não fornecem informações direcionais e portanto não são adequados para uma análise mais profunda das condições de tensão da amostra <sup>(6)</sup>.**

**A confiabilidade, diz respeito a precisão e exatidão, tem um efeito direto sobre o julgamento da qualidade do método. Se a medida não for reprodutiva e sua exatidão não se encontrar dentro de limites razoáveis ela não deve ser considerada e o método deve ser aperfeiçoado.**

**Não é o objeto desse trabalho, entrar em detalhes a respeito de todos os métodos disponíveis para a determinação da tensão residual. As principais características dos métodos mais utilizados podem ser comparadas através da Tabela I.1, maiores detalhes sobre cada um deles podem ser obtidos nas referências 5 e 6.**

**Atualmente o método mais utilizado na determinação da tensão residual é a difração de raios-X. Esse método baseia-se no fato da tensão presente na amostra manifestar-se na rede cristalina dos grãos individuais mudando o espaçamento entre seus planos. Essa variação nos espaços interplanares irá provocar um deslocamento na posição  $2\theta$  dos picos correspondentes aos planos (hkl) dos grãos na região deformada. A partir dessa variação em  $2\theta$  medimos a deformação sofrida pela rede e, utilizando as constantes elásticas E (módulo de Young) e  $\nu$  (razão de Poisson) do material, determinamos a tensão presente na amostra.**

<b>Método</b>	<b>Destrutivo</b>	<b>Confiabilidade</b>	<b>Direção da Tensão</b>	<b>Resolução</b>	<b>Velocidade</b>
<b>Técnicas de alívio de tensão (métodos mecânicos)</b>	<b>Sim</b>	<b>Boa</b>	<b>Sim</b>	<b>≈ 4 mm<sup>3</sup></b>	<b>Ruim (horas)</b>
<b>Difração de Raios-X</b>	<b>Não, na superfície</b>	<b>Boa</b>	<b>Sim</b>	<b>&lt; 1 mm<sup>3</sup></b>	<b>De ruim a excelente</b>
<b>Ultrassom</b>	<b>Não</b>	<b>Ruim</b>	<b>Sim</b>	<b>&gt; 5 mm<sup>3</sup></b>	<b>Excelente (poucos minutos)</b>
<b>Barbhausen</b>	<b>Não, na superfície</b>	<b>Ruim</b>	<b>Sim</b>	<b>&gt; 10 mm<sup>3</sup></b>	<b>Excelente</b>

**Tabela I.1 - Principais características dos métodos disponíveis para medida de tensões residuais**

A instrumentação disponível varia entre câmaras de filme convencionais e difratômetros portáteis com dispositivos especiais baseados em detectores sensíveis à posição. Existem no entanto, limitações em relação a profundidade de penetração dos raios-X nos materiais o que torna necessária a utilização de técnicas destrutivas na remoção de material quando necessitamos o valor da tensão em profundidades superiores a 0,013 mm aproximadamente <sup>(4)</sup>. Devemos considerar ainda algumas fontes de erro comuns na aplicação do método: constantes elásticas utilizadas, localização da posição exata do máximo do pico de difração, a presença de textura na amostra, a presença das microtensões, condições de superfície e microestrutura. No entanto, o fato da difração de raios-X ser o único método considerado realmente não destrutivo supera qualquer um dos problemas citados. A evidência da qualidade das medidas obtidas pela difração de raios-X está no fato da sua utilização pela Society of Automotive Engineers (SAE), pela Society of Material Science of Japan e pela sua ampla utilização documentada por engenheiros e cientistas nos EUA, nas duas últimas décadas.

Até muito pouco tempo, essa tecnologia esteve restrita aos laboratórios de pesquisa devido ao "estado da arte" dos componentes envolvidos, projetos e construção

**de equipamentos adequados. A instrumentação para levar essa tecnologia até a indústria desenvolveu-se apenas nos últimos anos. Hoje podemos contar com aparelhos mais compactos onde a velocidade das medidas foi aumentada e a precisão melhorada através da automação das medidas utilizando computadores. O método da difração de raios-X passou a ter um significado efetivo nas aplicações de campo com o controle e monitoramento das tensões residuais em componentes de dimensões arbitrárias complicadas que vão desde varetas para combustíveis e vasos de pressão em reatores nucleares até ligas de alumínio para trens de aterrissage passando por uma vasta gama de aplicações.**

## II. Princípios Básicos

### II.1 Relações Elementares da Tensão

Os desenvolvimentos teóricos necessários para o tratamento das deformações da rede e suas relações com as tensões são obtidos a partir da teoria clássica da elasticidade. Consideraremos aqui apenas algumas relações mais importantes. Maiores detalhes podem ser obtidos em 7.

Considere-se o caso de um cubo infinitesimal inserido em um corpo sujeito a um sistema de tensões. Fazendo com que os eixos coordenados coincidam com as arestas do cubo, teremos três componentes de tensão atuando em cada face como ilustrado na Figura II.1.

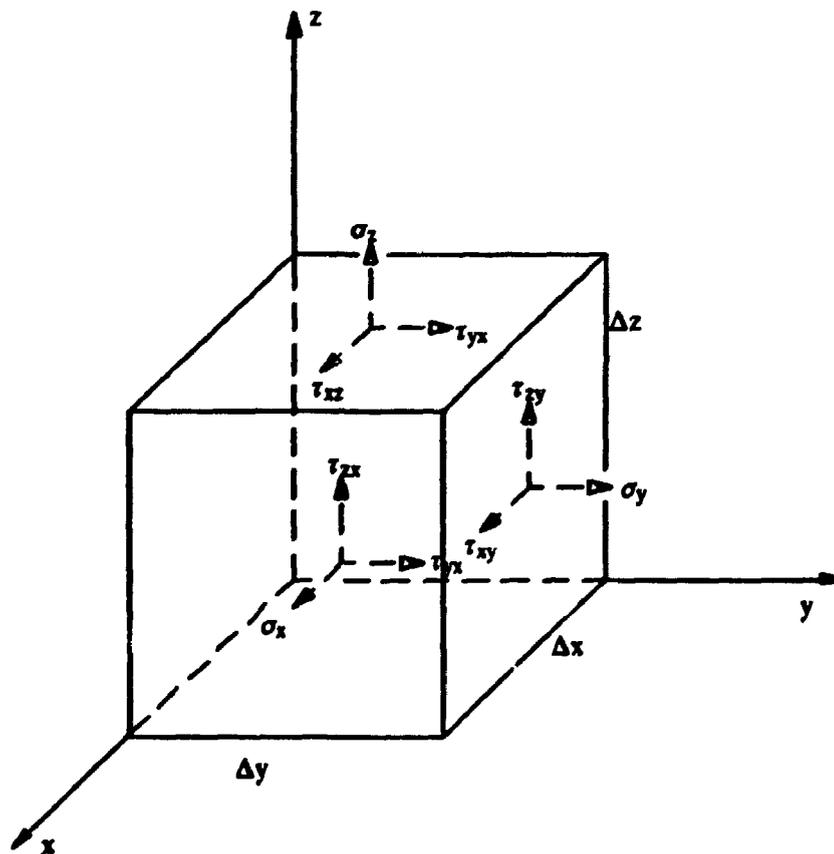


Figura II.1 - Tensões normais  $\sigma$  e tensões de cisalhamento  $\tau$

Considere-se a face do cubo normal ao eixo  $x$ , na qual atuam a tensão normal  $\sigma_x$  na direção  $x$  e duas tensões de cisalhamento  $\tau_{zx}$  e  $\tau_{yx}$ , onde o primeiro índice indica a direção axial na qual a tensão de cisalhamento atua. Uma vez que sob condição de equilíbrio não existe translação do cubo elementar, tem os  $\sigma_x = -\sigma_x$ ,  $\sigma_y = -\sigma_y$  e  $\sigma_z = -\sigma_z$ . Da mesma forma, a ausência de rotação sob as condições de equilíbrio implica na igualdade dos momentos das forças de cisalhamento em torno dos vários eixos e portanto,  $\tau_{yz} = \tau_{zy}$ ,  $\tau_{xy} = \tau_{yx}$  e  $\tau_{xz} = \tau_{zx}$ . Assim, o estado de tensões sobre qualquer elemento em um sólido isotrópico homogêneo é completamente descrito por seis componentes: três tensões normais ( $\sigma_x, \sigma_y, \sigma_z$ ) e três tensões de cisalhamento ( $\tau_{xy}, \tau_{yz}, \tau_{zx}$ ).

Em um sistema tridimensional de tensões, tal como aquele a partir do qual o cubo foi obtido, o estado geral da tensão em qualquer plano oblíquo pode ser resolvido em uma tensão normal e uma de cisalhamento. A tensão normal atuante nesse plano é dada por:

$$\sigma_\phi = \sigma_1 \alpha_1^2 + \sigma_2 \alpha_2^2 + \sigma_3 \alpha_3^2 \quad (\text{II.1})$$

e a tensão de cisalhamento no mesmo plano:

$$\tau_\phi = \left[ (\sigma_1 - \sigma_2)^2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2 \alpha_1^2 \alpha_3^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 \right]^{\frac{1}{2}} \quad (\text{II.2})$$

onde:  $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$  são tensões principais.

$\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$  são cossenos diretores entre  $\sigma_\phi, \tau_\phi$  e os eixos das tensões principais.

Para a tensão plana, onde  $\sigma_z = 0$ , o sistema de tensões consistirá de duas tensões normais,  $\sigma_x$  e  $\sigma_y$  e a tensão de cisalhamento  $\tau_{xy}$ , a menos que a direção das tensões normais sejam as das tensões principais, o que resulta em  $\tau_{xy} = 0$ .

Sobre um plano oblíquo o qual não é novamente o plano principal, a tensão normal é dada por:

$$\sigma_\phi = \sigma_x \cos^2 \phi + \sigma_y \sin^2 \phi + 2 \tau_{xy} \sin \phi \cos \phi \quad (\text{II.3})$$

enquanto a tensão de cisalhamento é dada por:

$$\tau_\phi = \tau_{xy} (\cos^2 \phi - \sin^2 \phi) + (\sigma_y - \sigma_x) \sin \phi \cos \phi \quad (\text{II.4})$$

Pelas equações precedentes fica claro que se um estado tridimensional ou

bidimensional de tensão existe em uma amostra tal como o cubo infinitesimal, a tensão de cisalhamento e a deformação existirão sempre no plano o qual não está alinhado com a direção principal. No entanto, para simplificar os cálculos da tensão ou deformação existente em um sistema, é sempre possível escolher uma orientação ao longo dos eixos principais onde a tensão de cisalhamento é zero.

## II.2 Relações Tensão-Deformação

De acordo com a teoria da elasticidade, a lei de Hooke estabelece que a tensão em uma dada direção ( $\sigma_x$ ) está relacionada com a deformação ( $\epsilon_x$ ) nessa mesma direção através do módulo de elasticidade ( $E$ ) da seguinte maneira:

$$\sigma_x = E \epsilon_x \quad (\text{II.5})$$

A força de tração produzida pela tensão na direção  $x$  não provoca apenas a deformação linear  $\epsilon_x$  nessa direção, ocorrem também a deformação transversal e a longitudinal.

A razão da deformação transversal pela longitudinal é denominada Razão de Poisson ( $\nu$ ). Portanto:

$$\epsilon_y = \epsilon_z = -\nu \epsilon_x = \frac{\nu \sigma_x}{E} \quad (\text{II.6})$$

Para um sistema triaxial de tensões, a lei de Hooke estabelece que a deformação ao longo de qualquer direção principal é devida a tensão que atua ao longo desse eixo adicionada às deformações superpostas resultantes do efeito de Poisson da tensão principal atuando ao longo dos outros dois eixos.

Levando-se em conta as deformações transversais em adição às deformações longitudinais nas direções dos eixos principais e baseando-se nas relações tensão deformação, obtemos para um estado triaxial de tensões:

$$\begin{aligned} \epsilon_1 &= \frac{1}{E} \left[ \sigma_1 - \nu \left[ \sigma_2 + \sigma_3 \right] \right] \\ \epsilon_2 &= \frac{1}{E} \left[ \sigma_2 - \nu \left[ \sigma_1 + \sigma_3 \right] \right] \end{aligned} \quad (\text{III.7})$$

$$\varepsilon_3 = \frac{1}{E} [\sigma_3 - \nu [\sigma_2 + \sigma_1]]$$

Para a condição de tensão plana, com  $\varepsilon_3 = 0$ , teremos:

$$\varepsilon_1 = \frac{1}{E} (\sigma_1 - \nu \sigma_2)$$

$$\varepsilon_2 = \frac{1}{E} (\sigma_2 - \nu \sigma_1) \quad (\text{III.8})$$

$$\varepsilon_3 = \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2)$$

onde:  $\varepsilon_1, \varepsilon_2, \varepsilon_3$  são as deformações principais  
 $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$  são as tensões principais

Note, que mesmo não havendo tensão no terceiro eixo, a deformação não é zero ao longo desse eixo, a menos que tenhamos  $\sigma_1 = \sigma_2$ .

Para o caso da deformação plana, isto é,  $\varepsilon_3 = 0$  as relações a serem consideradas são:

$$\varepsilon_1 = \frac{1 + \nu}{E} [(1 - \nu) \sigma - \nu \sigma_2]$$

$$\varepsilon_2 = \frac{1 + \nu}{E} [(1 - \nu) \sigma_2 - \nu \sigma_1] \quad (\text{II.9})$$

Um tratamento mais adequado da tensão em um meio isotrópico é realizado utilizando-se um elemento de volume esférico que sob ação da tensão é distorcido em uma elipse, como mostra a Figura II.2

Se as tensões ou deformações principais são tomadas paralelas a um conjunto de eixos ortogonais  $x, y, z$  a equação para o elipsoide de deformação pode ser escrita como:

$$\frac{x^2}{\varepsilon_1} + \frac{y^2}{\varepsilon_2} + \frac{z^2}{\varepsilon_3} = 1 \quad (\text{II.10})$$

Qualquer ponto  $x_n, y_n, z_n$  sobre a superfície do elipsóide representa o componente da deformação normal, cuja direção e magnitude são aproximadamente o

raio do vetor nesse ponto.  $\epsilon_{\phi\psi}$  mostrada na Figura II.2 é determinada pela relação geral, expressa em função das deformações principais:

$$\epsilon_{\phi\psi} = \epsilon_1 \alpha_1^2 + \epsilon_2 \alpha_2^2 + \epsilon_3 \alpha_3^2 \quad (\text{II.11})$$

onde:

$$\alpha_1 = \cos\phi \operatorname{sen}\psi$$

$$\alpha_2 = \operatorname{sen}\phi \operatorname{sen}\psi$$

$$\alpha_3 = \cos\psi = (1 - \operatorname{sen}^2\psi)^{\frac{1}{2}}$$

são os cossenos diretores do vetor deformação  $\epsilon_{\phi\psi}$ , em relação as direções das deformações principais  $\epsilon_1, \epsilon_2, \epsilon_3$  as quais definem o elipsóide de deformação.

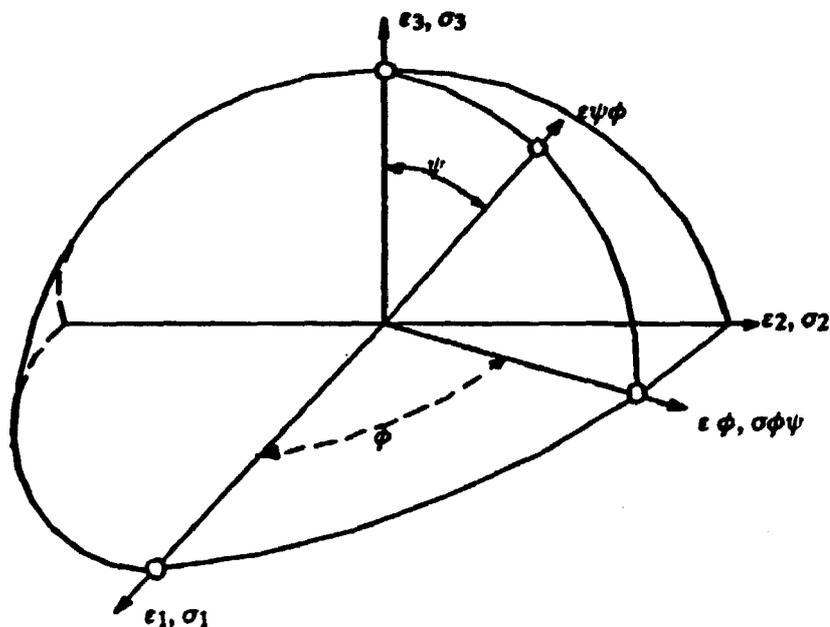


Figura II.2 - Elipsóide de tensão-deformação.

De modo similar podemos definir o elipsóide de tensão para o qual a tensão normal é dada por:

$$\sigma_{\phi\psi} = \sigma_1 \alpha_1^2 + \sigma_2 \alpha_2^2 + \sigma_3 \alpha_3^2 \quad (\text{II.12})$$

onde:  $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$  são os cossenos diretores da tensão  $\sigma_{\phi\psi}$  em relação aos eixos principais

O elipsóide de deformação, equação II.11, é muito mais utilizado no cálculo da tensão uma vez que essa não é obtida diretamente mas tem de ser determinada a partir das medidas da deformação. Substituindo os valores para as deformações principais dados pela equação II.7 na equação II.11 para o elipsóide de deformação teremos a equação geral que relaciona as deformações em qualquer direção  $\phi\psi$  dentro de um corpo com a tensão principal atuante:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1 + \nu}{E} (\sigma_1 \alpha_1^2 + \sigma_2 \alpha_2^2 + \sigma_3 \alpha_3^2) - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3) \quad (\text{II.13})$$

### II.3 Relações da Equação da Deformação com a Análise da Tensão por Difração de Raios-X

Sob a superfície de uma amostra tensionada cada elemento do volume esta sujeito a ação de três tensões principais  $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ . No entanto, devido a baixa penetração dos raios-X na maioria dos materiais, a difração ocorre apenas na camada superficial da amostra nos permitindo que consideremos a tensão normal a superfície como sendo zero uma vez que sua presença não afeta a medida. Portanto, considera-se a condição de tensão plana, é assumida com as tensões  $\sigma_1$  e  $\sigma_2$  atuando e  $\sigma_3 = 0$ .

A Figura II.3 ilustra parte da superfície de um metal onde  $\sigma_1, \sigma_2$  são as tensões principais,  $\varepsilon_1, \varepsilon_2, \varepsilon_3$  são as deformações principais e  $\sigma_3$  é igual a zero.

A expressão geral para de deformação  $\varepsilon_{\phi\psi}$  na direção que forma os ângulos  $\phi$  e  $\psi$  com  $\sigma_1$  e  $\sigma_2$  respectivamente é:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1 + \nu}{E} (\sigma_1 \alpha_1^2 + \sigma_2 \alpha_2^2) - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (\text{II.14})$$

Utilizando os valores apropriados para os cossenos diretores:

$$\alpha_1 = \cos \phi \operatorname{sen} \psi$$

$$\alpha_2 = \operatorname{sen} \phi \operatorname{sen} \psi$$

a equação trabalhada para obtermos o vetor deformação  $\varepsilon_{\phi\psi}$  pode ser escrita como:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1 + \nu}{E} (\sigma_1 \cos^2 \phi + \sigma_2 \operatorname{sen}^2 \phi) \operatorname{sen} \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (\text{II.15})$$

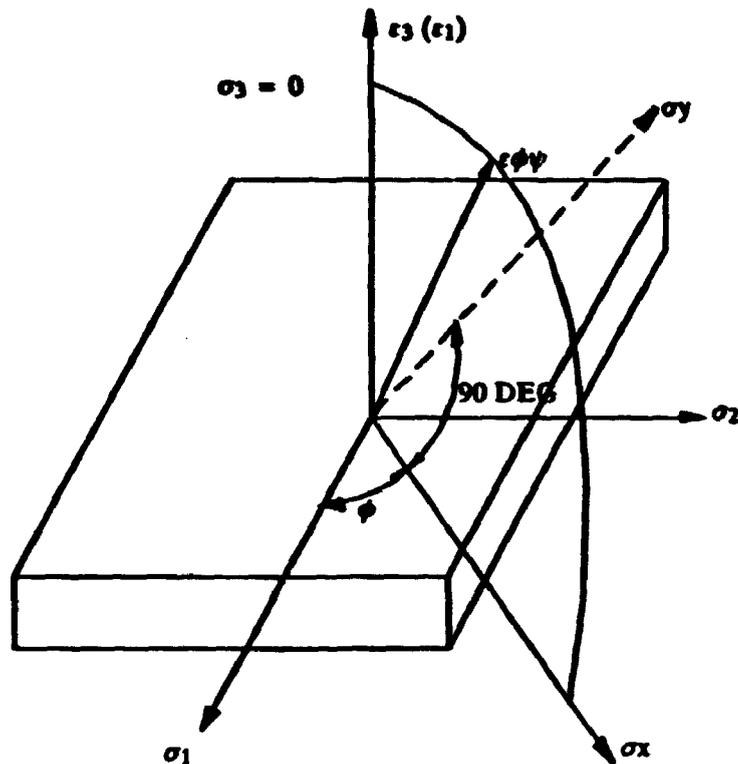


Figura II.3 - A medida da tensão por difração de raios-X está restrita a superfície da amostra e considera-se um sistema bi-axial de tensões

Considerando a equação II.1 e a Figura II.3 observa-se que quando  $\psi = 90^\circ$  o componente superficial da tensão é dado por:

$$\sigma_\phi = \sigma_1 \cos^2 \phi + \sigma_2 \sin^2 \phi \quad (\text{II.16})$$

Substituindo a equação II.16 na equação II.15 temos:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E} (\sigma_\phi \sin^2 \psi) - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (\text{II.17})$$

Esta é a equação básica que relaciona os princípios da difração de raios-X com as relações tensão deformação. Ela pode ser utilizada para determinar a tensão ( $\sigma_\phi$ ) em qualquer direção sobre a superfície da amostra.

A direção da tensão superficial  $\sigma_\phi$  pode ser tal que coincida com a direção longitudinal, transversal ou qualquer outra. Se, por exemplo, deseja-se obter a tensão

na direção longitudinal de um tubo, basta posicioná-lo de modo que essa direção  $\phi$  seja paralela ao plano de rotação do suporte do goniômetro e perpendicular ao eixo de rotação do goniômetro. São necessárias no mínimo duas medidas do espaçamento dos planos da rede para um determinado conjunto de planos ( $h k l$ ); uma da deformação perpendicular a superfície com  $\psi = 0^\circ$  e uma outra rotacionada de  $\psi \neq 0^\circ$  em relação a normal a superfície. A Figura II.4 ilustra essa condição. Dessa maneira, os planos cujos espaçamentos estão sendo medidos são perpendiculares ao feixe bisector incidente e difratado enquanto as deformações medidas estão ao longo do feixe bisector. Assim, a tensão será determinada na direção  $\phi$  sobre a superfície da amostra.

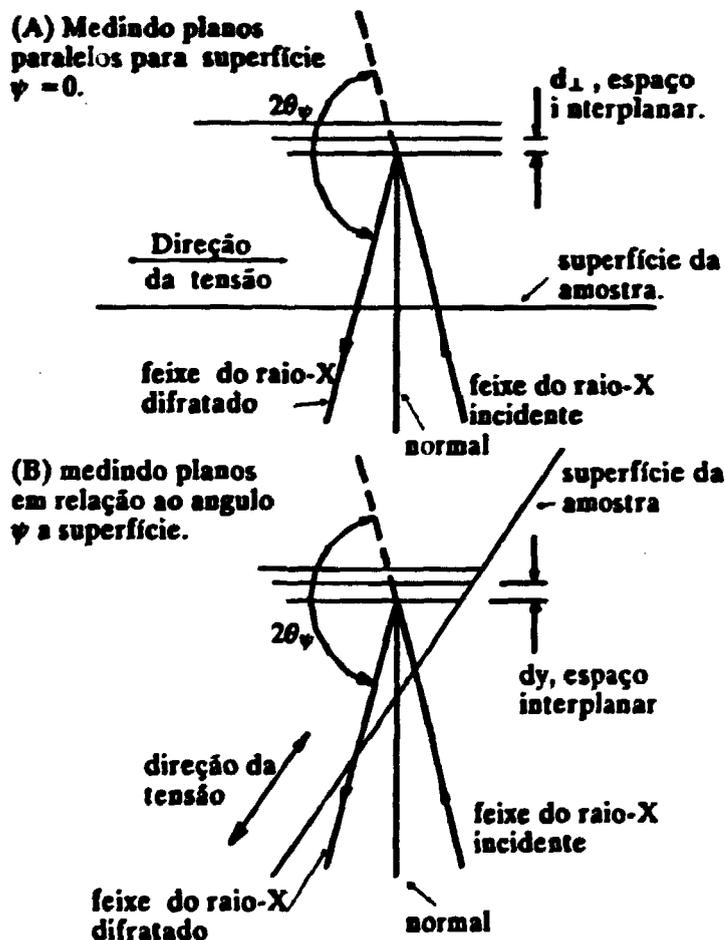


Figura II.4 - Esquema mostrando a orientação dos planos da rede em  $\psi = 0^\circ$  e  $\psi \neq 0^\circ$

Na região de retroespalhamento,  $\theta \approx 90^\circ$ , com o feixe incidente perpendicular a superfície da amostra, os planos refletos são quase paralelos a superfície. Assim a medida do espaço interplanar  $d_\perp$  está na direção aproximada da normal à superfície. Se  $d_0$  é o espaço interplanar correspondente a condição não tensionada, a deformação efetiva, normal a superfície da amostra é:

$$\varepsilon_1 = \varepsilon_{\phi\psi} = \frac{d - d_0}{d_0} = \frac{\Delta d}{d_0} \quad (\text{II.18})$$

Uma vez que para  $\psi = 0^\circ$  os cossenos diretores  $\alpha_1$  e  $\alpha_2$  em II.14 serão zero, portanto:

$$\varepsilon_1 = -\frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (\text{II.19})$$

Considerando o fato das duas exposições serem realizadas uma com o feixe incidente perpendicular a superfície da amostra e a outra com o feixe inclinado de  $\psi$  graus e ainda que a equação II.17 representa o caso geral para o cálculo do tensão  $\sigma_\phi$  a partir das deformações medidas nas duas direções e substituindo a equação II.19 em II.17 temos o seguinte resultado:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1 + \nu}{E} \sigma_\phi \text{sen}^2\psi + \varepsilon_1 \quad (\text{II.20})$$

$$\sigma_\phi = (\varepsilon_{\phi\psi} - \varepsilon) \frac{E}{(1 + \nu)} \frac{1}{(\text{sen}^2\psi)} \quad (\text{II.21})$$

mas  $\varepsilon_{\phi\psi}$  é equivalente a diferença dos espaços interplanares perpendiculares a  $\psi$  nas condições tensionada ( $d_\psi$ ) e não tensionada ( $d_0$ ). Portanto teremos:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{d_\psi - d_0}{d_0} \quad \text{e} \quad \varepsilon_1 = \frac{d - d_0}{d_0} \quad (\text{II.22})$$

$$(\varepsilon_{\phi\psi} - \varepsilon_1) = \frac{d_\psi - d}{d_0} \quad (\text{II.23})$$

De modo a eliminarmos a necessidade da medida dos espaços interplanares ( $d_0$ ) na condição não tensionada, substituímos o denominador da equação II.23 pelo

espaço interplanar na condição em  $\psi = 0^\circ$ . O erro introduzido é considerado negligenciável <sup>(1,7,8)</sup>:

Podemos então escrever:

$$(\varepsilon_{\phi\psi} - \varepsilon_1) = \frac{d_{\psi} - d}{d} \quad (\text{II.24})$$

substituindo em II.21 teremos:

$$\sigma_{\phi} = \frac{d_{\psi} - d}{d} \frac{E}{1 + \nu} \frac{1}{\text{sen}^2 \psi} \quad (\text{II.25})$$

ou

$$\sigma_{\phi} = K \left( \frac{d_{\psi} - d}{d} \right) \quad (\text{II.26})$$

onde: K é denominado constante de tensão.

A equação II.25 é a equação da tensão em função dos espaços interplanares.

### III.3.1 Equação da Tensão em Função do Ângulo de Difração

Uma vez que nos difratômetros de raios-X a posição dos feixes difratados é obtida diretamente em termos do ângulo de difração, e a maioria das medidas das tensões residuais é realizada nesses aparelhos, é mais conveniente rescrevermos a equação da tensão em função da posição angular  $2\theta$ .

A difração dos raios-X pelo cristal ocorre quando a lei de Bragg é satisfeita <sup>(9,10)</sup>.

$$n \lambda = 2d \text{sen } \theta \quad (\text{II.27})$$

Diferenciando a lei de Bragg, temos:

$$\frac{\Delta d}{d_{hkl}} = - \text{cotg } \theta_{hkl} \Delta \theta \quad (\text{II.28})$$

o que é equivalente a:

$$\frac{\Delta d}{d} = \frac{\Delta a}{a} = \cotg \theta \left( \frac{\Delta 2\theta}{2} \right) \quad (\text{II.29})$$

Combinando as equações II.29 e II.25 temos:

$$\sigma_{\phi} = (2\theta - 2\theta_{\psi}) \frac{\cotg \theta}{2} \frac{E}{1 + \nu} \frac{1}{\text{sen}^2 \psi} \frac{\pi}{180} \quad (\text{II.30})$$

quando  $2\theta$  é expresso em graus.

### III.3.2 Equação da Tensão em Função do $\text{sen}^2 \psi$

Como visto anteriormente, a equação básica que relaciona a deformação da rede com a tensão residual presente é:

$$\varepsilon_{\phi \psi} = \frac{1 + \nu}{E} (\sigma_{\phi} \text{sen}^2 \psi) - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 - \sigma_2) \quad (\text{II.31})$$

Representando graficamente essa equação com  $\varepsilon_{\phi \psi}$  como função do  $\text{sen}^2 \psi$  para a distribuição de deformações no plano que contém a normal a superfície N, e tendo o ângulo  $\phi$  em relação a  $\sigma_1$  (Figura II.2) temos as seguintes relações para um sistema biaxial de tensões.

Referindo-se a Figura II.5 observamos que para qualquer ângulo  $\phi$  no qual a deformação da rede é medida, as deformações  $\varepsilon_{\phi \psi}$  são linearmente dependentes do  $\text{sen}^2 \psi$ . A inclinação do "plot" na Figura II.5 pode ser obtido diferenciando-se a equação II.31 em relação a  $\text{sen}^2 \psi$ .

$$m = \frac{\partial \varepsilon_{\phi \psi}}{\partial \text{sen}^2 \psi} = \left( \frac{1 + \nu}{E} \right) \sigma_{\phi} \quad (\text{II.32})$$

A partir da reta dos mínimos quadrados obtida quando plotamos a deformação da rede em função do  $\text{sen}^2 \psi$ , o cálculo da inclinação da reta leva diretamente ao componente de tensão  $\sigma_{\phi}$  pela relação:

$$\sigma_{\phi} = m \frac{E}{1 + \nu} \quad (\text{II.33})$$

onde  $m$  é a inclinação.

O ponto de intersecção da reta com o eixo  $\varepsilon_{\phi\psi}$ , a  $\psi = 0^\circ$  é dada por:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = -\frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (\text{II.34})$$

Calculando-se a intersecção da linha com o eixo  $\varepsilon_{\phi\psi}$ , a soma das tensões principais é determinada a partir da equação :

$$(\sigma_1 + \sigma_2) = \frac{E \varepsilon_{\phi\psi}}{\nu} \quad (\text{II.35})$$

Fazendo a equação II.31 igual a zero, e resolvendo para  $\text{sen}^2\psi$  obtemos:

$$\text{sen}^2\psi_0 = \frac{E}{\nu + 1} \frac{(\sigma_1 + \sigma_2)}{\sigma_1 \cos^2\phi_0 + \sigma_2 \text{sen}^2\phi_0} \quad (\text{II.36})$$

A partir dessa equação, as direções da rede  $\phi_0$  e  $\psi_0$ , nas quais as deformações da rede são iguais a zero podem ser encontradas.

Para uma análise completa do estado de tensão na superfície da amostra, é necessário determinar a distribuição da deformação da rede em vários planos com diferentes ângulos azimutais. Assim, a magnitude e direção das tensões principais podem ser obtidas <sup>(8)</sup>.

Na camada superficial de uma amostra sujeita a um estado multi axial de tensões, o componente normal de tensão é inerentemente zero. A consideração que geralmente é feita é que o componente da tensão perpendicular a superfície não influencia a determinação da tensão por difração de raios-X devido ao baixo poder de penetração desses raios nos materiais metálicos. Essa condição é real na maioria dos casos. No entanto, nos problemas onde existem grandes gradientes de tensão próximos a superfície da amostra o terceiro componente de tensão tem de ser considerado. Embora as correções sejam pequenas, existem métodos padrões disponíveis para calcular sua influência.

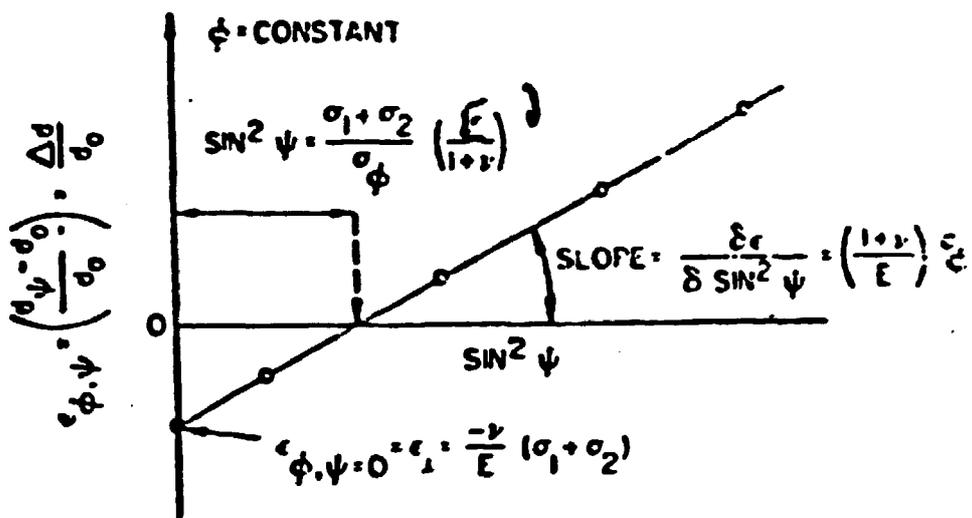
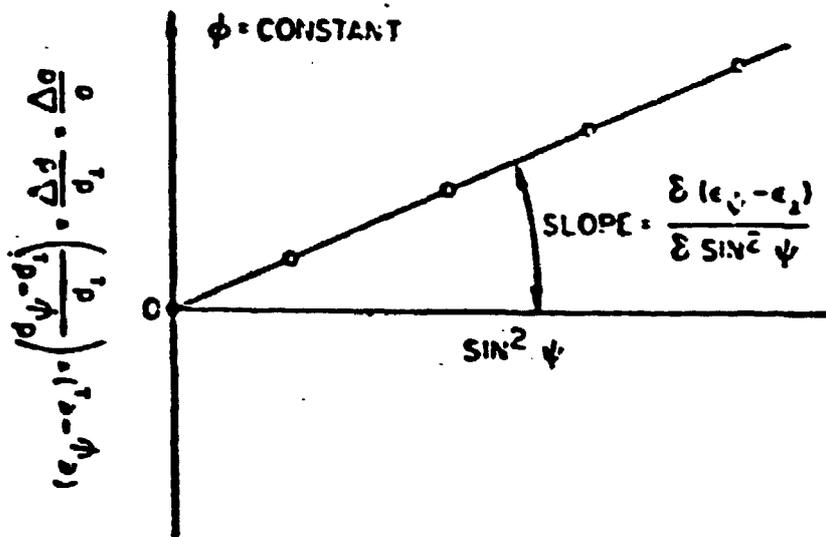


Figura II.5 - Representação gráfica da equação da tensão.

### III. Instrumentos e Técnicas

Existem dois tipos de instrumentos básicos que são utilizados para a medida da intensidade difratada versus a posição  $2\theta$  dos picos de difração:

- a) Goniômetros de varredura ou difratômetros;
- b) Câmaras de filmes.

Trataremos mais detalhadamente dos difratômetros uma vez que serão utilizados nesse trabalho. As câmaras de filme serão tratadas de forma bastante sucinta; maiores detalhes podem ser obtidos nas referências 9 e 11.

#### III.1 Difratômetro de Raios-X

A Figura III.1 representa o esquema básico de um difratômetro de raios-X.

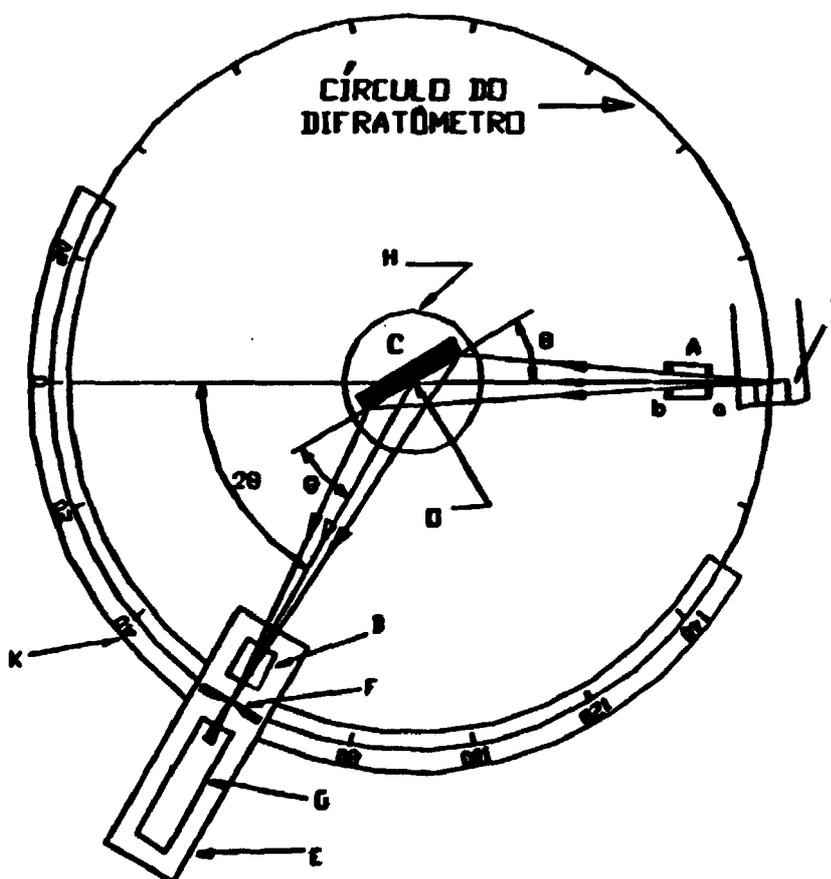


Figura III.1 - Esquema básico de um difratômetro de raios-X

No difratômetro o feixe de raios-X é gerado pela fonte "S", passa pelo colimador "A" e incide na amostra "C" que se encontra sobre o suporte "H". A amostra sofre uma rotação em torno do eixo "O", perpendicular ao plano da figura. O feixe difratado passa pelos colimadores "B" e "F" e incide no detector "G" que se encontra sobre um suporte "E". Os suportes da amostra e do detector são acoplados mecanicamente de modo que o movimento de  $2x$  graus no detector é acompanhado pela rotação de  $x$  graus na amostra. Esse arranjo assegura que os ângulos de incidência e emergência sejam iguais a metade do ângulo  $2\theta$ .

O detector detecta a intensidade do feixe difratado pela varredura de uma grande faixa angular, que em alguns aparelhos chega a  $-50^\circ$  até  $165^\circ$  em  $2\theta$  em torno do eixo do goniômetro com uma velocidade angular constante. Essa velocidade pode ser ajustada e varia de centésimos até dezenas de graus por minuto.

Um graticador sincronizado com o goniômetro registra a intensidade do feixe difratado em função da posição angular  $2\theta$ .

A superfície da amostra a ser analisada deve estar paralela ao eixo "O" permitindo que o ponto focal da fonte de raios-X e a fenda de recepção "F" estejam sobre uma circunferência que tangencia a superfície da amostra, denominada círculo difratométrico. Essa geometria de focalização é denominada geometria de Bragg-Brentano e é a mais utilizada.

O suporte "H" da amostra permite a rotação em torno do eixo do difratômetro independente do movimento do detector de modo que possamos realizar medidas em diferentes orientações da amostra em relação ao feixe incidente.

Além das considerações geométricas, referentes ao goniômetro devemos considerar os aspectos gerais de toda a eletrônica associada, a qual permite a produção dos raios-X, a detecção e discriminação da radiação e ainda, os módulos para controle do goniômetro, aquisição e tratamento dos dados. A Figura III.2 é um diagrama de blocos de um aparelho típico e alguns equipamentos periféricos mais comuns.

A fonte de raios-X é composta de um gerador de tensão e um tubo onde são produzidos os raios-X. O gerador é basicamente um transformador altamente estabilizado que permite a seleção de tensão de excitação do tubo de raios-X e da corrente aplicada ao filamento. Essa última determina a corrente no tubo de raios-X. O tubo é, geralmente, do tipo selado e pode ser substituído com facilidade. O gerador

é dotado de um sistema de refrigeração do anodo e também de sistemas de segurança para evitar super-aquecimento e as descargas elétricas que possam danificar o tubo.

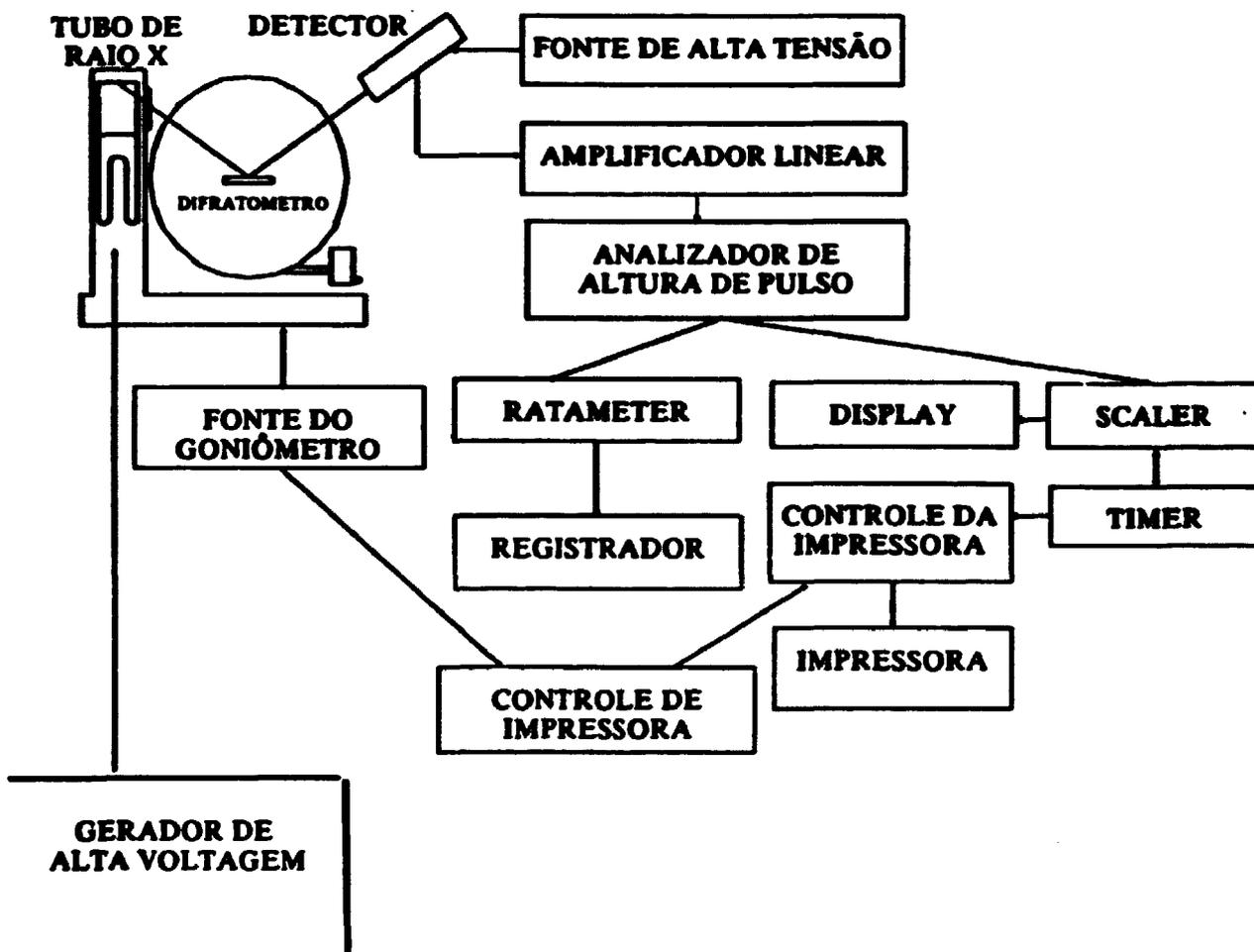


Figura III.2 - Diagrama de blocos de um difratômetro básico

O goniômetro, como visto nos parágrafos anteriores é um conjunto mecânico de precisão que executa os movimentos do detector e da amostra mantendo a geometria da técnica empregada. Deve possuir grande precisão na determinação das posições angulares do feixe incidente, da amostra e detector e possuir motores com velocidades constantes para a técnica de varredura contínua. Os aparelhos mais modernos utilizam-se de motores de passo, controlados por microprocessadores para o controle de seus movimentos.

**A colimação e filtragem do feixe também acontece no goniômetro. A primeira através de um sistema de fendas e a segunda pela utilização de finas folhas de metal capazes de tornar a radiação emitida por um determinado tubo de raios-X o mais monocromática possível. O sistema de fendas é composto por quatro tipos de fendas diferentes <sup>(13)</sup>:**

- a) fendas definidoras (soller slit):** que consistem de finas folhas de metal paralelas ao plano do círculo de foco e espaçadas de tal modo que o ângulo de divergência do feixe que sai do tubo seja limitado. Isso é necessário uma vez que uma grande parte do feixe forma com o círculo de foco, um ângulo elevado comprometendo a resolução do pico e a precisão na sua posição.
- b) fendas de divergência (divergence slit):** é a que determina o ângulo de divergência horizontal do feixe. Cada aparelho dispõe de um certo número de fendas de divergência. Em geral, as aberturas variam desde  $1/6^\circ$  até  $4^\circ$ . Essa fenda é inserida entre o tubo de raios-X e a amostra logo após as fendas definidoras.
- c) fenda de recepção (receiving slit):** é utilizada para limitar a largura do feixe difratado que atinge a janela do contador e está diretamente relacionada com a resolução e a intensidade dos picos difratados. Está localizada entre a amostra e o detector e em geral tem sua largura entre 0,1 a 0,6 mm.
- d) fenda de espalhamento (scattering slit):** limitam o espalhamento do feixe difratado que atinge o contador. Formam um par com a fenda de divergência e devem possuir a mesma abertura angular. Está localizada entre a fenda de recepção e o contador <sup>(11)</sup>.

**O detector que pode ser do tipo Geiger Müller, proporcional, cintilador ou do estado sólido. Sendo que os dois últimos são mais utilizados. O sinal do detector, depois de discriminado pelo analisador de altura de pulso passa para o contador que pode apresentar a taxa de contagens por unidade de tempo ou as contagens integradas em um tempo pré-determinado. Acoplado ao contador há um graficador onde os diagramas da intensidade difratada versus o ângulo do detector são registrados em papel.**

**O difratômetro pode conter módulos de controle eletrônico do goniômetro e do gerador assim como da coleta e armazenagem dos dados. Os aparelhos mais**

modernos são acoplados a microcomputadores que além dessas funções, permite o tratamento dos dados por meio de softwares específicos para cada finalidade, como a identificação de fases cristalinas e a análise quantitativa dessas fases, determinação de textura, determinação de tamanho de cristalitos e microtensões, determinação de tensões residuais, determinação de cristalinidade, determinação de estrutura e outros.

Para medidas que requerem maior precisão, tanto na posição quanto na forma do perfil é comum a utilização da técnica de contagem "passo a passo" ou "step scanning". Nessa técnica, ao invés do detector girar continuamente em torno da amostra medindo a intensidade difratada, o detector é fixado em uma posição angular  $2\theta$ , durante um tempo  $t$  selecionado no qual o sistema de detecção acumula as contagens. Após esgotar-se esse tempo, o detector é deslocado automaticamente para a posição  $\theta + d\theta$  onde  $d\theta$  também foi previamente selecionado. Dessa forma ao invés de um difratograma padrão, obtém-se um histograma, isto é, um conjunto de pares de valores de ângulo versus intensidade. Essa técnica é amplamente utilizada na determinação da tensão residual por difratometria de raios-X.

A prática impõe um certo número de requisitos sobre os difratômetros utilizados para a determinação das tensões residuais. Esses requisitos, os quais incluem alta precisão nas medidas, boa velocidade, adequação para amostras de configurações diversas, único ajuste em torno da região da amostra, são bastante difíceis de serem obtidos simultaneamente<sup>(14)</sup>.

A precisão da medida do ângulo de difração necessária para o exame das tensões residuais é da ordem de centesimos de graus e é obtida em equipamentos de laboratório desenvolvidos nas bases do difratômetro padrão.

Devemos considerar ainda que o sistema no qual o ângulo  $\psi$  é determinado pela rotação da amostra em relação ao feixe incidente é adequado apenas para amostras de pequenas dimensões. Na determinação da tensão em amostras grandes é necessário garantir um deslocamento bastante preciso da fonte de raios-X e do detector em relação ao objeto estacionário. Esse fato determina a principal característica de difratômetros especializados para a determinação de tensão residual.

Consideraremos agora algumas alterações que podem ser realizadas no esquema básico de montagem do goniômetro de modo a torná-lo mais eficaz na determinação da tensão residual.

### III.1.1 Método do Detector Fixo.

Onde o detector permanece fixo sobre o círculo do goniômetro para todas as leituras de  $2\theta$ . Nesse caso não são consideradas as variações na geometria de focalização devidas a rotação da amostra em relação ao feixe incidente. A única condição que assegura uma perfeita condição de foco é  $\psi = 0^\circ$ .<sup>(1,14)</sup>

### III.1.2 Método Parafocal

Onde a fenda de recepção "receiving slit" e o detector são deslocados ao longo do raio do goniômetro na direção da amostra de modo a compensar a variação na geometria de focalização causadas pela rotação  $\psi$  da amostra.

O suporte "E" (Figura III.1) sobre o qual são posicionados o detector e a fenda receptora é dotado de um braço graduado que permite a movimentação desses para posições bem definidas.

A distância AB que a fenda de recepção e o detector devem ser deslocados em direção ao centro do goniômetro é dada pela expressão

$$AB = R_g - R_g \left[ \frac{\cos(\psi + \eta)}{\cos(\psi - \eta)} \right] = R_g - R'_p \quad (\text{III.1})$$

onde:  $R_g$  = raio do goniômetro

$$\eta = 90 - \theta$$

$R'_p = R_g - AB$  = distância da fenda receptora até a amostra.

James e Cohen <sup>(15)</sup> concluíram que a ausência de focalização no método do detector fixo não causa erros consideráveis na determinação do ângulo de difração. Em <sup>(16)</sup> os estudos realizados levaram em consideração a influência nos métodos de focalização e geometria da amostra. Zantopulos e Jactzac concluíram que para uma dada amostra, o método do detector fixo produz um erro sistemático, o qual é um terço daquele produzido pelas aberrações focais com a técnica parafocal; e ainda que os erros em ambos os casos são pequenos.

Sabe-se que na prática é difícil satisfazer a condição (1) uma vez que é essencial assegurar a direção estritamente radial do deslocamento AB (de outro modo,

a determinação do ângulo  $2\theta$  fica comprometida). Portanto, esse método é muito pouco utilizado nos aparelhos produzidos pela indústria <sup>(14)</sup>.

Assim, o método do detector fixo é o mais utilizado para a determinação das tensões residuais e também recomendado pela SAE <sup>(1)</sup>. Podemos utilizá-lo com duas variações:

- a) Técnica do tempo fixo de contagem: onde as contagens são obtidas diretamente a partir de um tempo fixo de contagens. Esse tempo é fixado de modo a permitir que o número de contagens acumuladas para cada posição  $2\theta$  permita uma boa estatística.
- b) Técnica da contagem fixa: onde um número de contagens é pré-fixado e registra-se o tempo necessário para obtê-la. Essa técnica também é denominada técnica do inverso da contagem e é muito pouco aplicada.

### **III.1.3 Feixe Paralelo**

Nos difratômetros padrões, a divergência vertical e horizontal do feixe é controlada por um sistema composto por um fenda definidora do feixe incidente "soller baffles" com placas montadas horizontalmente e um fina fenda de recepção de modo a limitar a área horizontal da amostra que será irradiada e a partir da qual teremos a emissão da radiação difratada. Um esquema deste arranjo é mostrado na Figura III.3.

Para que as condições de foco sejam mantidas nesse sistema, a distância do centro do goniômetro até a região a ser examinada na amostra deve ser mantida constante com uma precisão de centésimos de milímetros o que é bastante difícil de ser controlado. Por essa razão, foi desenvolvido um sistema de focalização denominado Feixe Paralelo cujo esquema básico é mostrado pela Figura III.4.

O que ocorre no caso do feixe paralelo é esquematizado na Figura III.5.

Os raios-X emitidos pela fonte F, com uma distância focal F é direcionada para a amostra através das fendas definidoras "soller baffles" S<sub>1</sub> onde as placas são bastante longas e muito próximas e estão arranjasdas verticalmente, isto é, na direção perpendicular ao plano equatorial. Esse arranjo permite que a área irradiada da amostra seja limitada horizontalmente, isto é, o feixe que atinge a amostra apresenta

uma pequena divergência no plano equatorial.

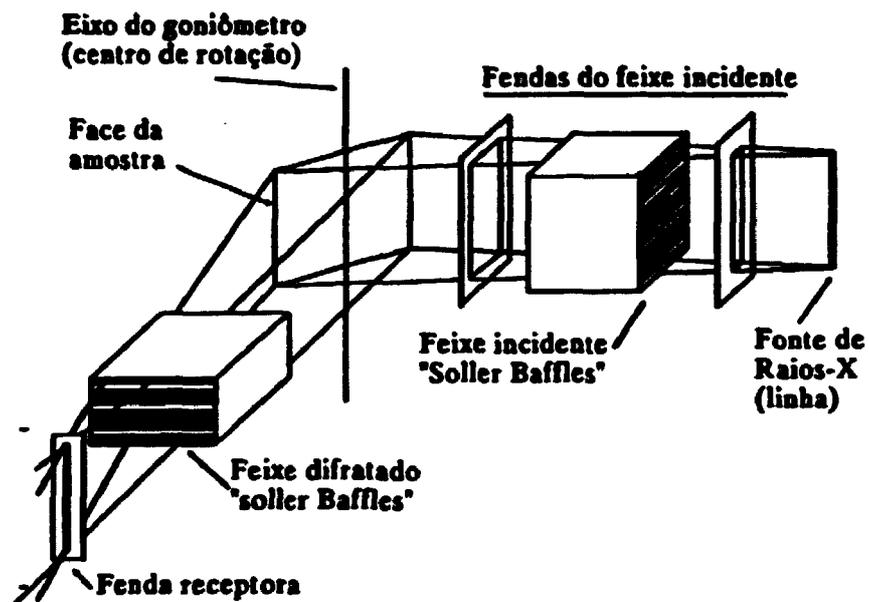


Figura III.3 - Ótica dos raios-X para o difratômetro padrão - "Soller Baffles" arranjadas horizontalmente.

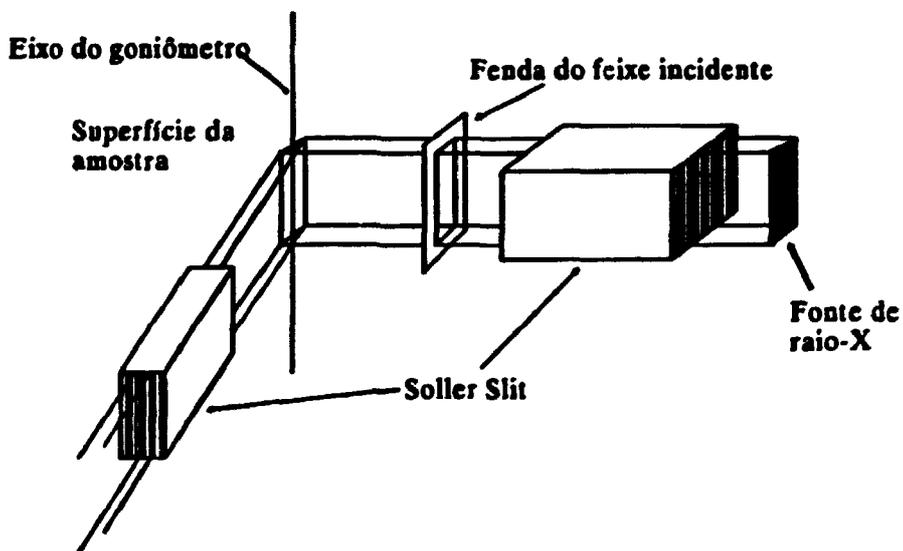
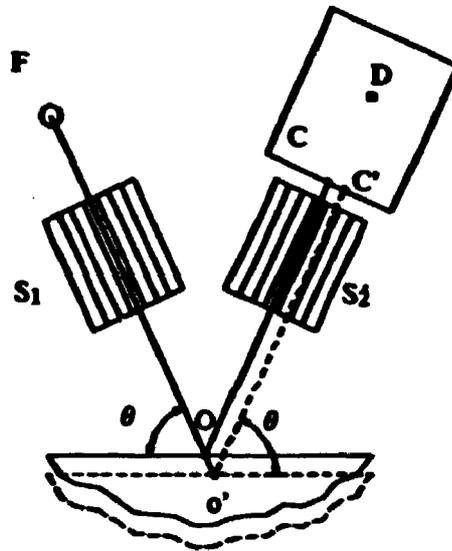


Figura III.4 - Ótica dos raios-X para difratômetros com feixe paralelo.



**Figura III.5 - Diagrama do exame da amostra por um difratômetro com feixe paralelo.**

O feixe difratado passa através de S2, similar a S1, atingindo o detector que possui uma janela larga. A variação da distância FO de foco até a região analisada na amostra para FO' a uns 2 ou 3 mm provoca um deslocamento paralelo do feixe difratado da posição OC para OC', com o feixe sendo registrado pelo segundo ponto da janela do detector na mesma posição angular em que seria registrado OC. Isso explica o fato dos pequenos desvios no posicionamento da amostra não provocarem alterações sensíveis na posição  $2\theta$  do pico de difração.

A maior desvantagem da utilização da óptica de feixe paralelo é a pequena intensidade do feixe o que exige maiores tempos de contagem. No entanto, o fato do posicionamento da amostra ser mais simples supera esse fator <sup>(1,17,18)</sup>.

Um grande número de pesquisadores japoneses tem publicado trabalhos sobre os vários aspectos da determinação da tensão residual utilizando o feixe paralelo. Em geral, o aparelho utilizado é o Rigaku Strainflex.

Uma das principais características desse instrumento é que a fonte de raios-X está sobre um braço móvel de modo que as tensões podem ser medidas em amostras de grandes dimensões, uma vez que não é a amostra que será rotacionada do ângulo  $\psi$  e sim a fonte e o detector. O posicionamento correto da amostra é obtido por um "ponteiro calibrado". Maiores detalhes podem ser obtidos na referência 17.

### **III.2 Câmaras de Filme**

**Além dos difratômetros descritos anteriormente, as câmaras de filme podem ser utilizadas na determinação das tensões residuais.**

**As diferenças básicas entre as duas técnicas dizem respeito ao registro dos picos de difração que nas câmaras de filme é obtido em filmes fotosensíveis montados em câmaras de retroespalhamento planas ou cilíndricas e ao fato da área iluminada da amostra ser apenas um ponto e não uma área retangular como nos difratômetros <sup>(19,20)</sup>.**

**Devido a essa diferença na focalização do feixe de raios-X, as câmaras de filme são de grande utilidade na investigação da tensão em pontos específicos da amostra, no estudo detalhado dos gradientes de tensão e ainda, quando a amostra apresenta uma configuração complicada sem regiões planas na superfície.**

**O equipamento consiste basicamente de um tubo de raios-X portátil ao qual a câmara está acoplada. Esse sistema é montado sobre um suporte móvel alimentado por uma fonte geradora também portátil conectada ao tubo através de um cabo isolado.**

**O princípio de aplicação consiste em colocar o filme ou de cada lado ou circundando o feixe incidente de modo a interceptar o cone dos raios-X difratados a ângulos  $2\theta$  elevados. A quantidade medida será a distância S ao longo do filme a partir do eixo do feixe incidente ao centro do máximo da linha de difração.**

**O projeto da câmara deve obedecer a dois requisitos básicos: (1) deve possibilitar a medida da tensão em uma determinada região com a utilização de apenas um filme. Isso é necessário uma vez que os filmes, em geral, sofrem variações dimensionais durante o processamento e essas variações poderão diferir de um filme para outro; (2) o caráter de "spot" dos anéis de Debye deve ser totalmente eliminado de modo a proporcionar uma leitura precisa da posição dos máximos de difração. Isso é obtido através do ajuste do filme a um cassete circular que permite sua rotação ou oscilação em torno do feixe incidente fazendo com que as linhas de difração sejam contínuas e bem definidas.**

**Devido ao fato de serem portáteis os instrumentos de filme tem encontrado grande aplicação na indústria. Bolstad e Quist <sup>(21)</sup> e Norton <sup>(22)</sup> descrevem a**

metodologia e ilustram algumas das aplicações desses instrumentos.

As maiores desvantagens da técnica de filme incluem a longo tempo de exposição da amostra e de leitura do filme e a baixa precisão dessas leituras principalmente no caso de materiais que apresentam linhas largas e difusas com a região de máximo mal definida.

Maiores detalhes sobre as técnicas de filme podem ser obtidas em 1,9, 11 19.

### III.3 Técnicas Difratométricas para a Determinação da Tensão Residual

Existem três técnicas básicas para medirmos a deformação em materiais policristalinos pela difratometria de raios-X. Em todas elas considera-se a condição de tensão plana superficial. Trataremos agora de cada uma delas separadamente.

#### III.3.1 Técnica de Dupla-Exposição (TDE)

A TDE requer que o espaço interplanar do conjunto de planos selecionado para a determinação da tensão, seja medido em duas orientações  $\psi$  da amostra em relação ao feixe incidente. Em geral utiliza-se  $\psi = 0^\circ$  e  $\psi = 45^\circ$  como mostra a Figura II.4.

Essa técnica é a mais utilizada para medidas rápidas da tensão paralela a superfície quando não existe a necessidade de grande precisão na medida <sup>(1)</sup>.

Como demonstrado anteriormente, a relação da tensão em uma determinada direção na superfície da amostra com a deformação medida pela difração de raios-X em função do ângulo de difração é dada pela equação:

$$\sigma_\phi = (2\theta - 2\theta_\psi) \frac{\cot\theta_0}{2} \frac{E}{1+\nu} \frac{1}{\sin^2\psi} \left( \frac{\pi}{180} \right) \quad (\text{III.2})$$

quando  $2\theta$  é expresso em graus.

Considerando que os termos que não envolvem o ângulo  $\theta$  são constantes, temos:

$$\sigma_{\phi} = K (\cotg \theta_0) (2\theta - 2\theta_{\psi}) \quad (\text{III.3})$$

Considerando ainda  $\cotg \theta_0$  igual a  $\cot \theta_{\perp}$  para um mesmo (h k l) temos:

$$\begin{aligned} \sigma_{\phi} &= K (2\theta_0 - 2\theta_{\psi}) \\ \sigma_{\phi} &= (\Delta 2\theta) K \end{aligned} \quad (\text{III.4})$$

como:

$$K = \frac{\cotg \theta}{2} \frac{E}{1+\nu} \frac{1}{\text{sen}^2 \psi} \left( \frac{\pi}{180} \right) \quad (\text{III.5})$$

e, em função dos espaços interplanares:

$$\sigma_{\phi} = \frac{d\psi - d_1}{d_1} \left( \frac{E}{1+\nu} \frac{1}{\text{sen}^2 \psi} \right) \quad (\text{III.6})$$

Embora ambas as expressões possam ser utilizadas para a determinação da tensão pela técnica da dupla exposição, a equação III.6 é recomendada por ser mais precisa. O erro na equação em  $2\theta$  acontece devido ao fator  $\cotg \theta_0$  na constante da tensão K, quando  $\theta_{\perp}$  difere substancialmente de  $\theta_{\psi}$ , isto é, para amostras onde a tensão é elevada e K é baixo. Nesse caso, o erro pode ser minimizado se aproximarmos  $\theta_0$  para um valor médio entre  $\theta_{\perp}$  e  $\theta_{\psi}$  <sup>(1)</sup>.

A equação III.7 corresponde ao caso onde utiliza-se ambos os valores de  $\psi$  são diferentes de zero. No entanto tal procedimento não é usual.

$$\sigma_{\phi} = \frac{E}{1+\nu} \left( \frac{d\psi_2 - d\psi_1}{d\psi_1} \frac{1}{\text{sen}^2 \psi_2 - \text{sen}^2 \psi_1} \right) \quad (\text{III.7})$$

O procedimento básico para a determinação da tensão residual utilizando a técnica da dupla exposição é descrito a seguir:

- a) Determinar a posição  $2\theta_{\psi}$  do pico de difração do conjunto de planos (h k l) escolhido em duas orientações da amostra em relação ao feixe incidente. Em geral utilizamos  $\psi = 0^{\circ}$  e  $\psi = 45^{\circ}$ .
- b) Obter os valores dos espaços interplanares  $d_0^{\circ}$  e  $d_{45^{\circ}}$  correspondentes as posições  $2\theta_0^{\circ}$  e  $2\theta_{45^{\circ}}$ .

c) Utilizar a equação III.6 para obtenção da tensão  $\sigma_\phi$  paralela a superfície.

### III.3.2 Técnica da Múltipla Exposição (ou do $\text{sen}^2\psi$ )

A técnica do  $\text{sen}^2\psi$  requer que o espaço interplanar do conjunto de planos (h k l) adotado para medida seja obtido em pelo menos quatro orientações  $\psi$  da amostra em relação ao feixe incidente. Em geral, os valores de  $\psi$  adotados são  $\psi = 0^\circ$ ,  $\psi = 15^\circ$ ,  $\psi = 30^\circ$  e  $\psi = 45^\circ$  ou então ângulos cujo seno ao quadrado resultem em um número inteiro. Os valores adotados devem, no entanto, estar defasados de uma mesma quantidade  $\Delta\psi$ .

Essa técnica é recomendada quando desejamos grande precisão nas medidas e também quando a amostra apresenta certo grau de textura.

A equação:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{(1 + \nu)}{E} \sigma_\phi \text{sen}^2\psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (\text{III.8})$$

apresentada no capítulo anterior mostra uma dependência linear entre  $\varepsilon_{\phi\psi}$  e o  $\text{sen}^2\psi$  e portanto plotando esses valores devemos encontrar uma reta cuja inclinação m será:

$$m = \sigma_\phi \frac{(1 + \nu)}{E} \quad (\text{III.9})$$

e a intersecção com o eixo x; com  $\text{sen}^2\psi = 0$

$$\frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (\text{III.10})$$

A tensão  $\sigma_\phi$  será obtida pelo cálculo da inclinação da reta obtida plotando os valores da deformação medida versus o  $\text{sen}^2\psi$ , pela equação:

$$\sigma_\phi = m \left( \frac{E}{1 + \nu} \right) \quad (\text{III.11})$$

O procedimento básico para a determinação da tensão residual utilizando a técnica da múltipla exposição é o seguinte:

- a) Determinar a posição  $2\theta$  do pico de difração de um determinado conjunto de planos (h, h, l) nas varias orientações  $\psi$  da amostra escolhidas para a

- medida;
- b) Converter os valores de  $2\theta$  obtidos nos correspondente valores dos espaços interplanares;
  - c) Plotar a deformação  $\Delta d/d$  versus  $\text{sen}^2 \psi$ ;
  - d) Determinar a inclinação  $m$  da reta obtida;
  - e) Utilizar a equação III.11 para obtenção da tensão.

### III.3.3 Técnica da Simples Exposição (TSE)

Essa técnica se baseia no fato do feixe incidente ser difratado formando um cone de reflexão como ilustra a Figura III.6. Um plano perpendicular ao eixo do cone o intercepta em um círculo se a amostra estiver livre de tensão. No caso da amostra se encontrar tensionada, a intersecção será uma elipse e o desvio do círculo é proporcional a magnitude da tensão existente na amostra.

#### MEDIDA DE TENSÃO

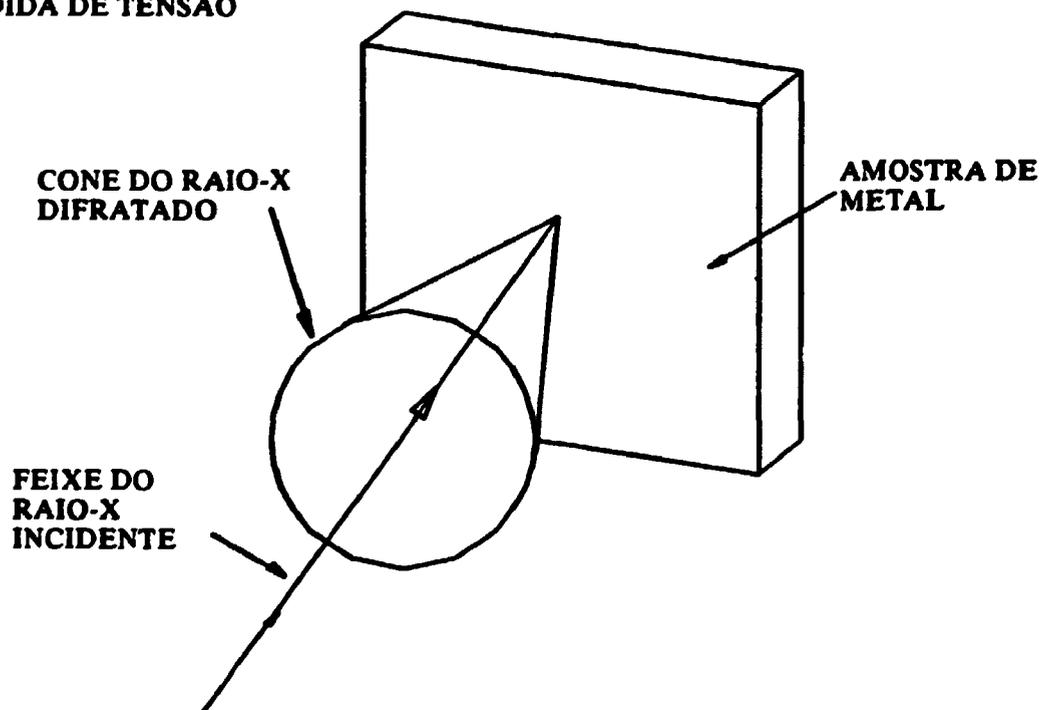
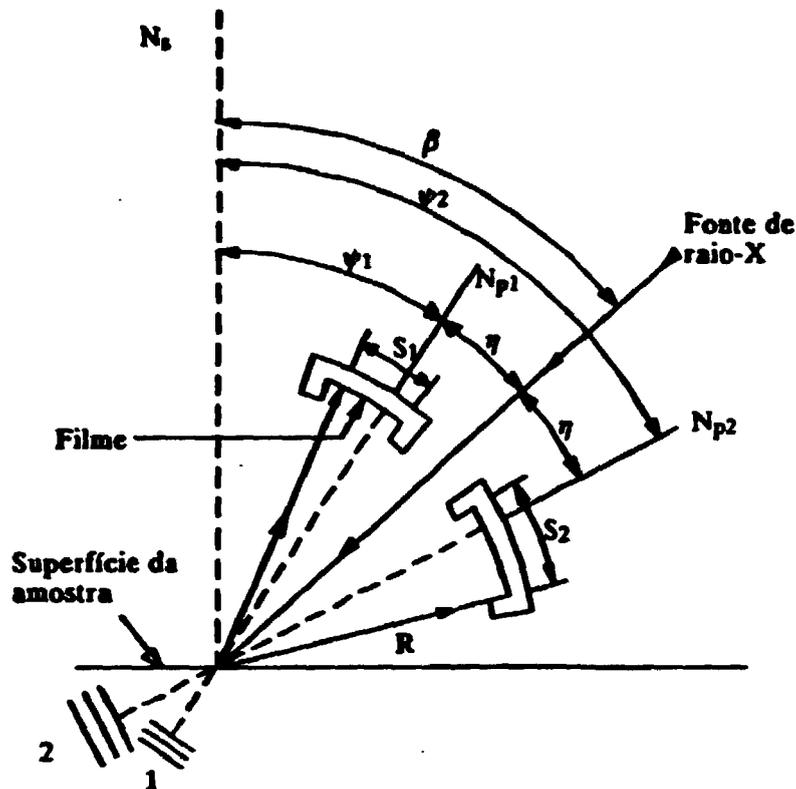


Figura III.6 - Cone de reflexão produzido pelo feixe difratado em uma amostra policristalina.



**Figura III.7 - Esquema básico do arranjo na técnica da simples exposição.**

**A geometria básica da técnica é mostrada na Figura III.7**

**Na Figura III.7:**

**$N_s$  é a normal a amostra**

**$B$  ângulo em  $N_s$  e o feixe incidente**

**$N_{p1}$  e  $N_{p2}$  são as normais aos planos que difratam com pequenos ângulos ( $\psi_1$ ) e altos ângulos ( $\psi_2$ ) respectivamente**

**$\psi_1$  e  $\psi_2$  ângulos entre  $N_s$  e  $N_{p1}$  e  $N_{p2}$  respectivamente**

**$\eta$  ângulo entre o feixe incidente e os planos normais**

**$R_0$  círculo de foco ou raio da câmara**

**O ponto de incidência do feixe de raios-X**

**$S_1$  e  $S_2$  são os parâmetros medidos representando a distância a partir do ponto de referência a uma distância conhecida do feixe difratado e incidente.**

**A técnica da simples exposição é muito pouco utilizada e restringe-se aos métodos fotográficos ou a aparelhos dotados de detectores sensíveis a posição destinados a medidas rápidas. Em geral, é considerada menos sensível que as técnicas do  $\text{sen}^2\psi$  ou da dupla exposição principalmente porque o intervalo possível para os ângulos  $\psi$  é limitado pelo ângulo de difração  $2\theta$  <sup>(14)</sup>.**

**As maiores vantagens da TSE são a rapidez da análise e o fato da amostra ter que ser posicionada apenas uma vez para a medida da tensão.**

**Por não ser uma técnica utilizada nos difratômetros comuns, não entraremos em detalhes sobre o procedimento de medida e as equações envolvidas. Maiores detalhes podem ser obtidos nas referências 1, 19 e 24.**

## IV. Método de Obtenção da Posição de Máximo do Pico de Difração

Existem dois métodos gerais que são aplicados na localização da posição do pico de difração. São eles:

- a) **Método Gráfico:** A localização da posição de máximo é feita através do registro gráfico obtido quando realizamos a varredura, em geral, passo a passo do perfil.
- b) **Método do Ajuste de Curvas:** Aqui, as intensidades obtidas para cada ponto do perfil são ajustadas às funções matemáticas que se aproximem da forma do pico obtido.

Trataremos cada um deles separadamente.

### IV.1 Métodos Gráficos

O registro gráfico do perfil de difração pode ser obtido acoplando-se ao "ratemeter" um registrador e ajustando-se a velocidade de varredura. O perfil obtido é então analisado de modo a obtermos o ponto máximo através de duas técnicas:

#### IV.1.1 Bissecção do Pico

São traçadas linhas paralelas ao background, como mostra a Figura IV.1. Os pontos médios dessas linhas são então conectados por uma reta que é extrapolada até interceptar o traço. O ângulo no qual a intersecção ocorre é considerado como a posição exata do perfil.

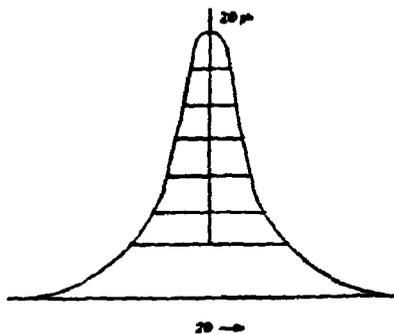


Figura IV.1 - Bissecção do pico

### IV.1.2 Extrapolação da Linha Lateral

As laterais da maioria dos picos de difração possuem regiões levemente lineares. Se as duas porções quase lineares dos picos forem extrapoladas o ângulo no qual elas se interceptam é considerado a posição do pico. O pico de difração deve possuir uma região linear com um comprimento razoável para que possamos aplicar essa técnica (Figura IV.2)

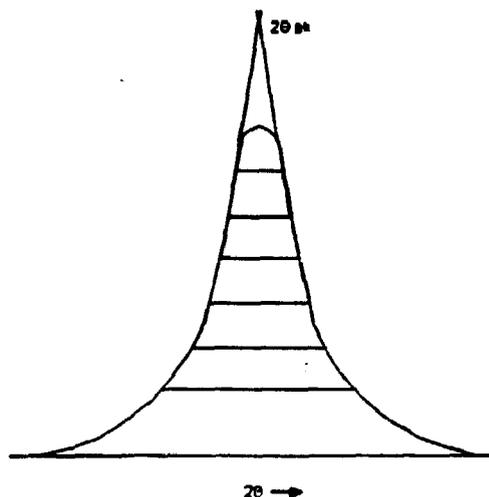


Figura IV.2 - Técnica da Extrapolação da linha lateral.

Devemos considerar que, se os dados da intensidade medida forem utilizados diretamente, sem a correção pelo (LPA) fator Lorentz-Polarização e Absorção, poderão ocorrer erros no ângulo calculado. Para aplicar os fatores de correção, os picos devem ser replotados. O tempo gasto é bastante grande.

### IV.2 Método de Ajuste de Curvas

Quando obtemos um certo número de medidas da intensidade difratada utilizando a técnica do tempo fixo, os dados obtidos podem ser ajustados, depois da correção pelos fatores Lorentz-Polarização Absorção, por uma função matemática que se aproxime à forma do perfil. O ângulo correspondente ao máximo do pico é obtido a partir das constantes das funções utilizadas.

As funções mais utilizadas para os perfis de difração são Gaussianas, Cauchianas e Parábolas.

### IV.2.1 Curva Gaussiana

A função gaussiana para o perfil de difração é:

$$I_{2\theta} = I_{pk} \exp \left[ - (A / I_{pk}) (2\theta - 2\theta_{pk})^2 \right] \quad (IV.1)$$

onde:  $I_{2\theta}$  = intensidade do Raio-X difratado a um ângulo  $2\theta$

$I_{pk}$  = intensidade do Raio-X na posição do pico  $2\theta_{pk}$

( $2\theta_{pk}$  máximo --  $I_{pk}$  = intensidade máxima)

$A$  = constante

A gaussiana ajusta-se com bastante precisão à região máxima do pico. No entanto, quando consideramos todo o perfil, temos que aplicar algumas correções para o alargamento assimétrico do pico causado pelo dubleto  $K\alpha_1$  e  $K\alpha_2^{(2)}$ .

Se utilizarmos o método dos mínimos quadrados para o ajuste da gaussiana, os resultados obtidos são bem melhores. Se são realizadas três medidas ângulo/intensidade, a posição de máximo do pico  $2\theta_{pk}$  é dada pela solução das três funções ( $I_1$  a  $2\theta_1$ ,  $I_2$  a  $2\theta_1 + c$  e  $I_3$  a  $2\theta_1 + 2c$ ) gaussianas obtidas através da equação IV.1. Seu valor será:

$$2\theta_{pk} = 2\theta_1 + \frac{c}{2} + \frac{c}{1 + \frac{\ln(k_2 I_2 / k_3 I_3)}{\ln(k_2 I_2 / k_1 I_1)}} \quad (IV.2)$$

onde:  $c$  é o intervalo angular entre os  $2\theta$  adjacentes

$k_1, k_2, k_3$  são os recíprocos do LPA

### IV.2.2 Curva de Cauchy

A função de Cauchy para o pico de difração é:

$$I_{2\theta} = \frac{I_{pk}}{\left[ 1 + (A / I_{pk}) (2\theta - 2\theta_{pk})^2 \right]} \quad (IV.3)$$

onde os símbolos tem o mesmo significado que na equação IV.1.

A função de Cauchy ajusta os "lados" do perfil melhor que a gaussiana e por esse motivo é mais utilizada quando as contagens são realizadas em todo o perfil. Essa função, tal como a gaussiana, não leva em conta as assimetrias provocadas pela

presença do duplete  $K\alpha_1$  e  $K\alpha_2$ . Do mesmo modo, os melhores resultados são obtidos ajustando-se as intensidades aos pontos da função pelo método dos mínimos quadrados. A posição  $2\theta_{pk}$  do pico é um dos coeficientes da equação ajustada <sup>(1)</sup>.

Se realizarmos três medidas ângulo/intensidade a posição do pico de difração será dada pela solução simultânea das três cauchyanas obtidas através da equação IV.3

$$2\theta_{pk} = 2\theta_1 + \frac{c}{2} + \frac{c}{1 + \frac{k_1 I_1 (k_2 I_2 - k_3 I_3)}{k_3 I_3 (k_2 I_2 - k_1 I_1)}} \quad (IV.4)$$

### IV.2.3 Parábola

As funções de Gauss e Cauchy podem ser expandidas nas séries:

Gaussiana:

$$I_{2\theta} = I_{pk} - A (2\theta - 2\theta_{pk})^2 + \frac{A^2}{2I_{pk}} (2\theta - 2\theta_{pk})^4 + \dots \quad (IV.5)$$

Cauchyana:

$$I_{2\theta} = I_{pk} - A (2\theta - 2\theta_{pk})^2 + \frac{A^2}{I_{pk}} (2\theta - 2\theta_{pk})^4 + \dots \quad (IV.6)$$

Se os termos a partir da terceira ordem forem negligenciados, então:

$$I_{2\theta} = I_{pk} - A (2\theta - 2\theta_{pk})^2 \quad (IV.7)$$

que é a equação de uma parábola cujo eixo é paralelo a ordenada de intensidade.

O procedimento mais comum na análise da tensão residual é considerar o perfil do pico de difração como sendo uma parábola. Essa consideração é verdadeira para a região do perfil cujas contagens estejam na região de até 85% da intensidade máxima e elimina as correções para o alargamento assimétrico do perfil devido ao duplete  $K\alpha_1$  e  $K\alpha_2$  quando ele estiver presente.

Os melhores resultados também são obtidos ajustando os dados obtidos através de uma função parabólica utilizando a técnica dos mínimos quadrados.

Pela solução simultânea das equações obtidas utilizando a técnica dos mínimos quadrados o ângulo de máximo do pico é dado pela equação:

$$2\theta_{pk} = \frac{1}{2} \left\{ \frac{A \Sigma (2\theta)^4 + B \Sigma (2\theta)^3 + C \Sigma (2\theta)^2}{A \Sigma (2\theta)^3 + B \Sigma (2\theta)^2 + C \Sigma (2\theta)} \right\} \quad (IV.8)$$

onde:  $A = n \Sigma I_{2\theta} - \Sigma I_{2\theta} \Sigma 2\theta$

$B = \Sigma (2\theta)^2 \Sigma I_{2\theta} - n \Sigma (2\theta)^2 I_{2\theta}$

$C = \Sigma (2\theta)^2 I_{2\theta} \Sigma (2\theta) - \Sigma (2\theta)^2 \Sigma I_{2\theta} 2\theta$

$n$  = número de dados

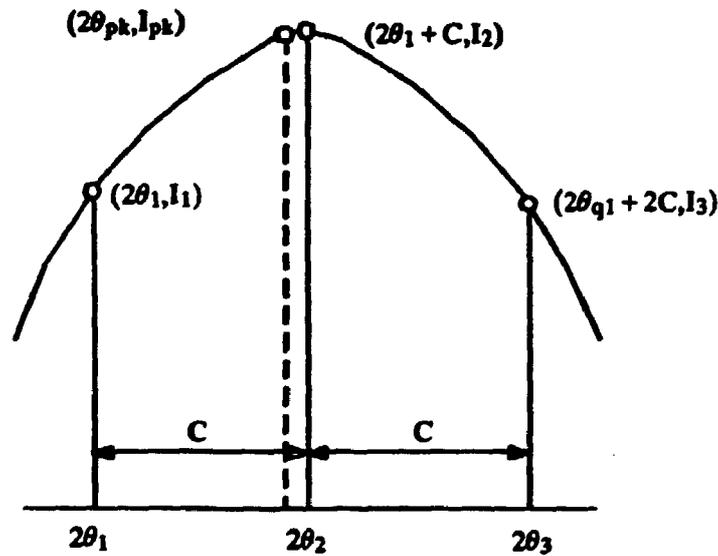


Figura IV.3 - Parábola por 3 pontos.

O procedimento mais comum é medir somente três intensidades dentro dos 85% do pico, a três ângulos  $2\theta$  igualmente espaçados, Figura IV.3. O ângulo de pico, determinado a partir da solução simultânea das três equações determinadas pelos três pontos é dada por:

$$2\theta_{pk} = 2\theta_1 + \frac{c}{2} + \frac{c}{1 + \frac{(k_2 I_2 - k_3 I_3)}{(k_2 I_2 - k_1 I_1)}} \quad (IV.9)$$

ou

$$2\theta_{pk} = 2\theta_1 + \frac{c}{2} \left( \frac{4k_2 I_2 - 3k_1 I_1 - k_3 I_3}{2k_2 I_2 - k_1 I_1 - k_3 I_3} \right) \quad (\text{IV.10})$$

onde:  $c$  é o intervalo angular entre pontos adjacentes, em graus  
 $I_1, I_2, I_3$  são intensidades observadas correspondentes aos  
ângulos  $2\theta_1, 2\theta_2, 2\theta_3$ .  
 $k_1, k_2, k_3$  são os inversos de LPA

A forma mais usual é:

$$2\theta_{pk} = 2\theta_1 + \frac{c}{2} \frac{(3a + b)}{(a + b)} \quad (\text{IV.11})$$

com:  $a = k_2 I_2 - k_1 I_1$   
 $b = k_2 I_2 - k_3 I_3$

Experimentalmente, o intervalo angular em  $2\theta$ , correspondente às intensidades em torno de 85% da intensidade máxima é estabelecido pelo registro gráfico do pico. Três ângulos igualmente espaçados são relacionados na vizinhança imediata do pico. As intensidades dos raios-X difratados são medidas a cada ângulo utilizando-se, em geral, a técnica de tempo fixo de contagens. O número de contagens a serem acumuladas em cada ângulo escolhido pode ser calculado de modo a garantir um bom desvio padrão. As contagens acumuladas são então corrigidas pelo LPA e o ângulo de difração correspondente ao ponto de máximo do pico é calculado.

Dentre as fontes de erros mais comuns na determinação da tensão residual pela difração de raios-x, a localização da posição de máximo do pico é a mais significativa, já que a deformação medida depende da diferença entre essas posições para um mesmo pico ( $h k l$ ) obtido a partir de diferentes inclinações da amostra em relação ao feixe incidente <sup>(17,25)</sup>.

Norton <sup>(15)</sup> mostra a amplitude desse erro nas técnicas de dupla e simples exposição utilizando câmaras de filme. Jactzak e Boehm <sup>(26)</sup> estudaram o problema da localização da posição do pico nas técnicas difratométricas e concluíram que a resolução do pico é o fator que afeta de forma mais direta sua localização. Desde que a resolução esteja satisfatória, métodos de ajuste de curvas tais como o método dos

mínimos quadrados para uma parábola por cinco pontos e o ajuste da parábola por três pontos apresentam os mesmos resultados não sendo necessário despendar tempo na obtenção e processamento de um número maior de dados.

No entanto, Marion e Cohen <sup>(27,28)</sup> encontraram que o ajuste da parábola pelos mínimos quadrados utilizando de 10 a 20 pontos dentro de 85% da contagem máxima tem melhor reprodutibilidade de que o método dos três pontos. Os erros foram menores que  $\pm 0,005^\circ$  em  $2\theta$  utilizando-s e um número de contagens próximos de 100.000.

James e Cohen <sup>(15)</sup> estudaram o ajuste parabólico no topo do perfil de difração e concluíram que o ajuste por três pontos é satisfatório apenas no caso dos picos bem definidos.

Chrenko <sup>(17)</sup> realizou estudos no sentido de comparar a reprodutibilidade do método da parábola por três pontos com o método bissecção do pico. A conclusão chegada foi que para picos com boa resolução ambos os métodos apresentam resultados comparáveis sendo que o método gráfico se apresenta menos preciso quando a resolução do pico diminui. Jactzak e Bohem constataram um menor erro aleatório no método gráfico de bissecção do pico que no método da parábola por três pontos <sup>(26)</sup>.

Apesar de serem considerados pela maioria dos autores, menos precisos que os métodos de ajuste de curvas, os métodos gráficos tem sido amplamente utilizados pelos fabricantes de difratômetros especializados em determinação de macrotensão. Tais aparelhos são automatizados através de computadores que processam os dados e fornecem o resultado da tensão presente na amostra.

## **V Fatores de Correção e Principais Fontes de Erros**

### **VI Fatores de Correção das Intensidades**

Os principais fatores de correção que devem ser aplicados às intensidades medidas quando realizamos a varredura do perfil de difração são os fatores de dependência angular: Fator Lorentz, Fator Polarização e o Fator Absorção. Sabe-se que a correção será realizada dividindo-se as contagens obtidas pelos fatores considerados e admite-se que os cristalitos da amostra estão orientados de forma aleatória <sup>(29)</sup>.

#### **a) Fator Lorentz**

Influência a forma e a intensidade do pico de difração. É obtido a partir de quatro fatores trigonométricos e representado pela seguinte relação <sup>(8)</sup>:

$$L = \frac{1}{4 \operatorname{sen}^2 \theta \cos \theta} \quad (\text{V.1})$$

Para as determinações das tensões residuais o termo  $\cos \theta$ , relacionado às variações na largura do pico, pode ser omitido e o fator Lorentz apropriado será:

$$L = \frac{1}{4 \operatorname{sen}^2 \theta} \quad (\text{V.2})$$

#### **b) Fator Polarização**

É obtido a partir da equação de Thomsom para o espalhamento do feixe de raios-X não polarizado por um elétron. A não polarização do feixe resulta em espalhamento preferencial nas direções de baixo ângulo em relação ao feixe incidente. O Fator Polarização utilizado para a determinação da tensão residual pode ser escrito da seguinte maneira:

$$P = \frac{1 + \cos^2 2\theta}{2} \quad (\text{V.3})$$

Como os fatores Lorentz e Polarização dependem apenas do ângulo  $\theta$  de difração, eles são agrupados em um só fator, cujo efeito global é diminuir a

intensidade das reflexões que ocorrem para os ângulos intermediários.

$$LP = \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta} \quad (V.4)$$

a menos da constante 1/8.

### c) Fator de Absorção

O fator de absorção depende primeiramente do percurso médio dos raios-X quando atravessam a amostra e também, de forma menos drástica, da geometria da amostra <sup>(24)</sup>.

Esse fator é de grande importância no caso da determinação das tensões residuais, onde a amostra é rotacionada em relação ao feixe incidente. Essas inclinações provocam alterações no caminho do feixe incidente e difratado dentro da amostra, provocando variações na intensidade do feixe

No caso do arranjo padrão do difratômetro, com  $\psi = 0^\circ$  o caminho médio do feixe no interior da amostra é constante e independente de  $\theta$ . Quando  $\psi \neq 0$ , ele passa a ser uma função de  $\psi$  e  $\theta$  <sup>(29)</sup>.

Para amostras planas, côncavas ou convexas cuja área iluminada seja menor que a metade do raio de curvatura, o fator de absorção é dado por <sup>(2)</sup>:

$$A = (1 - \operatorname{tg} \psi \operatorname{cotg} \theta) \quad (V.5)$$

Para a determinação da tensão residual, costuma-se reunir em um só, os fatores de correção das intensidades com dependência angular. O fator resultante é denominado Lorentz-Polarização-Absorção (LPA) e representado pela equação:

$$LPA = \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta} (1 - \operatorname{tg} \psi \operatorname{cotg} \theta) \quad (V.6)$$

Os fatores LPA utilizados na correção das intensidades medidas no IPEN foram extraídos da referência 1 que traz uma tabela para LPA com  $2\theta$  variando entre  $120^\circ$  e  $165^\circ$  com  $\psi = 15^\circ, 30^\circ, 45^\circ$ .

Os demais foram calculados no próprio aparelho onde a medida foi

realizada, utilizando a relação V.6.

## **V.2 Correções Devidas a Penetração do Feixe**

Existem fatores relacionados à pequena penetração do feixe na maioria dos materiais, os quais tornam necessárias correções nas tensões determinadas.

Em geral, tais correções são necessárias nos casos do estudo preciso dos gradientes de tensão e de tensões abaixo da superfície. Como esse trabalho não trata especificamente desses problemas, elas serão tratadas de maneira sucinta. As referências indicadas tratam especificamente dos casos onde essas correções são necessárias e apresentam as equações de ajuste da tensão.

### **a) Espessura Efetiva da Camada (que difrata)**

Como as amostras metálicas absorvem fortemente os raios-X, a intensidade do feixe incidente é totalmente absorvida por uma camada mínima abaixo da superfície. Consequentemente, o feixe difratado é devido a uma fina camada superficial e a tensão medida é válida apenas para a camada de material que efetivamente produz a difração. A espessura dessa camada varia com a variação da inclinação da amostra em relação ao feixe incidente e essa variação com  $\psi$  é de extrema importância quando deseja-se conhecer o gradiente de tensão a partir da superfície da amostra. Existem correções que devem ser realizadas nesses casos e as equações utilizadas para isso são encontradas na referência 1.

### **b) Correções na Tensão Observada para um Gradiente de Tensões**

Em uma amostra com um elevado gradiente de macrotensão nas camadas superficiais o valor observado para os  $2\theta$  dos picos com  $\psi = 0^\circ$  e  $\psi \neq 0^\circ$  representarão o valor médio para as camadas efetivas que produzem o feixe difratado.

A tensão residual observada não será somente um reflexo do gradiente de tensão presente na amostra mas será também afetado pela diferença da camada efetiva para os diferentes ângulos  $\psi$ .

Existem algumas equações que devem ser utilizadas para determinar a verdadeira variação da tensão residual como função da profundidade da camada onde a tensão é medida <sup>(1)</sup>.

### **c) Correções Devidas a Remoção de Camadas.**

Devido à baixa penetração dos raios-X, a determinação da tensão residual em profundidade requer a remoção de material das camadas anteriores àquela na qual deseja-se obter a tensão. Quando as camadas tensionadas são removidas, a tensão medida em camadas abaixo da superfície deve ser corrigida por uma quantidade relacionada com a relaxação criada pela remoção das camadas anteriores. Isto é, todo valor de tensão determinado, a não ser o da camada inicial, deve ser corrigido de modo a obtermos o valor da tensão existente quando a amostra estava intacta <sup>(30,31,32)</sup>.

## **V.3 Principais Fontes de Erro**

Sabemos que a determinação da tensão residual por difração de raios-X é feita com base nas medidas da variação dos espaços interplanares de um conjunto de planos (h k l) quando variamos a orientação da amostra em relação ao feixe incidente. Essa variação em  $d_{hkl}$  está diretamente ligada a deformação da rede cristalina devido a presença da tensão residual. Portanto, as medidas de  $d_{hkl}$  e consequentemente de  $2\theta$  devem ser obtidas com a máxima precisão e reprodutibilidade para que o valor determinado para a tensão residual seja confiável.

Existem alguns fatores que influenciam as medidas causando erros no valor da deformação medida e portanto na tensão residual determinada através dessa deformação. Esses fatores podem estar relacionados ao aparelho e as técnicas utilizadas na medida ou à características da amostra <sup>(26)</sup>.

Alguns fatores instrumentais tais como o método de focalização e a geometria do feixe, as técnicas de medida, ou ainda o método de localização da posição do pico já foram discutidos nos capítulos anteriores. Outros serão discutidos no capítulo IV (escolha das fendas, filtro e radiação).

Nessa secção trataremos dos fatores ligados a amostra: Geometria, Preparação, Microestrutura e Tamanho de grão, Seleção das Constantes Elásticas e ainda, dos problemas do alinhamento do difratômetro e do posicionamento da amostra que são fatores ligados ao aparelho e a geometria da difração de raios-X.

### **V.3.1 Geometria da Amostra**

Considerando um difratômetro perfeitamente alinhado, a geometria da amostra pode alterar a localização e a forma do feixe difratado como resultado do desvio das condições reais de localização.

Zantopulos e Jactzak <sup>(16)</sup> estudaram a magnitude dos erros sistemáticos introduzidos na tensão pelas aberrações de foco em amostras com contornos imperfeitos. Os resultados mostram que as amostras planas e convexas sempre produzem um desvio negativo em  $2\theta$  com um erro que torna a tensão mais positiva (tensão de tração) e que aumenta à medida que o raio das amostras convexas diminuem e/ou com o aumento do ângulo  $\psi$  e da divergência do feixe.

As amostras côncavas com raio de curvatura menor que o raio necessário para a condição perfeita de foco <sup>(1,16)</sup> produz desvios positivos em  $2\theta$  e portanto erros que tornam a tensão mais compressiva. Se o raio de curvatura é maior que o raio para a condição ideal de focalização teremos um desvio negativo em  $2\theta$  e a tensão determinada será "mais positiva" do que a tensão presente na amostra.

O método estacionário produz um erro que é aproximadamente um terço daquele produzido pelas aberrações focais na técnica parafocal. Em ambos os casos o erro, considerado pequeno, está em torno de  $\pm 7,5$  Ksi para amostras convexas com raios de aproximadamente 0,125" com fendas de divergência de 3°. A diminuição dessa divergência reduz sensivelmente esse erro.

Nesse trabalho, a presença do erro de geometria da amostra será considerada mas não nos preocuparemos com sua magnitude pois tratando-se de um erro sistemático a comparação dos resultados obtidos não será prejudicada. No entanto alguns cuidados foram tomados no sentido de minimizar tal erro. As fendas de divergência utilizadas foram de 0,5° a 1°, em todas as medidas o método estacionário foi adotado e a superfície da amostra era tangente ao círculo de focalização.

### **V.3.2 Preparação da Amostra**

Uma vez que a baixa penetração dos raios-X na maioria dos materiais nos permite medir a tensão apenas na camada superficial da amostra, em geral 10  $\mu$ m de profundidade <sup>(20)</sup>, é necessário algum cuidado no preparo dessa superfície de modo a

**obtermos as melhores condições para a difração sem mascarar a tensão presente.**

**Se as tensões residuais de interesse são produzidas por tratamentos de superfície tais como usinagem, retífica ou jateamento a distribuição da tensão está limitada a uma profundidade menor que  $500\ \mu\text{m}$  a partir da superfície da amostra <sup>(3)</sup>. Assim, essa superfície deve ser cuidadosamente protegida da abrasão secundária como corrosão ou ataques.**

**Tratamentos com lixadeiras mecânicas ou escovas de arame provocam alterações na tensão superficial. Em geral produzem uma camada de tensão rasa mas altamente compressiva sobre a tensão original.**

**A presença de rugosidades na superfície também pode alterar o valor da tensão medida. Por exemplo, quando a superfície rugosa é produzida por jateamento, usinagem, retífica, etc... a difração, para os ângulos  $\psi$  elevados, ocorrerá principalmente no topo das asperidades. A intensidade será menor devido a maior absorção.**

**Em todos os casos citados e ainda no caso do preparo de superfícies que sofreram tratamentos térmicos ou apresentem pequenas camadas de óxidos, o polimento eletrolítico deve ser utilizado pois não introduz qualquer tensão adicional. Os eletrólitos e as condições ideais podem ser facilmente encontrados na literatura específica.**

**Devemos considerar ainda, as amostras que necessitam seccionamento. Nesse caso, a medida deve ser realizada o mais distante possível da região do corte onde os efeitos de relaxação possam ser desprezados.**

**No caso de remoção de material para medidas abaixo da superfície o mais indicado é o polimento eletrolítico.**

### **V.3.3 Microestrutura e Microtensões**

**As microtensões são propriedades escalares da amostra, isto é, não possuem direções definidas e resultam das imperfeições da rede cristalina <sup>(20)</sup>. As microtensões variam de ponto a ponto da rede alterando o seu espaçamento e com isso, provocando o alargamento do perfil de difração.**

**Os principais responsáveis pela presença das microtensões são fatores**

microestruturais tais como precipitados, presença de duas ou mais fases, elevadas densidades de discordância, falhas de empilhamento e outros fatores que introduzam imperfeições na rede cristalina. A presença das microtensões na região do material na qual desejamos medir a macrotensão provoca uma perda na resolução do pico através de seu alargamento, dificultando a obtenção da posição exata do seu máximo e portanto levando a erros no valor da tensão determinada.

Admite-se que as microtensões, além da presença da textura, sejam responsáveis pela não linearidade em  $d \times \sin^2 \psi$  observada em alguns casos<sup>(33,34,35)</sup>.

#### **V.3.4 Tamanho de Grão**

O tamanho de grão na amostra é de grande importância na simetria do pico de difração, uma vez que essa simetria está ligada ao número de grãos que contribuem para a emissão da radiação difratada.

No caso de uma amostra com o tamanho de grão excessivamente grande podemos ter um grão em particular ou um número muito pequeno desses grãos contribuindo para a formação do cone de feixes difratados fazendo com que ele não seja contínuo e gerando assimetria no pico obtido. Essa assimetria pode provocar erros na localização da posição de máximo e levar a resultados errôneos na tensão determinada<sup>(36)</sup>. O problema é mais crítico nos métodos de filme onde o volume iluminado é bastante pequeno e a probabilidade de estarmos atingindo apenas um grão é muito maior.

Existem duas maneiras de minimizar os problemas causados pelo tamanho de grão elevado. Uma delas é aumentar a área irradiada utilizando fendas mais largas na divergência do feixe, a outra, é promover uma oscilação contínua da amostra em relação à fonte de raios-X aumentando o número de cristais que contribuem para a difração.<sup>(37)</sup>

#### **V.3.5 Seleção das Constantes Elásticas**

De modo a relacionar a deformação medida através da difração de raios-X em uma certa direção cristalográfica (h k l) ao valor da tensão presente, utilizamos as constantes elásticas do material (E) módulo de Young e ( $\nu$ ) razão de Poisson.

Devido à anisotropia elástica da rede cristalina, as propriedades elásticas em

**uma determinada direção podem diferir das propriedades de todo o volume obtidas por meios mecânicos e que representam o valor médio para os grãos orientados aleatoriamente (1,35,36). Alguns trabalhos mostram que a diferença entre as constantes obtidas por meios mecânicos e as constantes elásticas medidas por difração de raios-X para as diferentes direções (h k l) na rede é de 10% a 30%. Existe portanto um potencial da ordem de 40% para o erro sistemático nos valores da tensão residual calculada caso as constantes utilizadas sejam determinadas para a direção <h k l> adotada para a medida(34,37).**

**Uma variedade de procedimentos tem sido indicados para obtenção das constantes elásticas por difração de raios-X. Em geral, utiliza-se o tensionamento mecânico da amostra em direções conhecidas enquanto obtem-se os dados de difração de raios-X. Maiores detalhes podem ser obtidos nas referências 35 e 38.**

### **V.3.6 Alinhamento do Difratorômetro**

**A falta de alinhamento do goniômetro é uma das principais fontes de erro sistemático na tensão residual determinada por difratometria de raios-X. A importância do alinhamento pode ser avaliada se considerarmos que os espaçamentos da rede necessitam ser determinados com uma precisão da ordem de 0,001 Å, o que corresponde a 0,01° em  $2\theta$  (1).**

**Para que o difratômetro possa ser considerado alinhado, as seguintes condições devem ser obedecidas:**

- a) A fenda de recepção, a área iluminada na amostra, a fenda de divergência e o eixo do ponto de foco devem estar paralelos entre si e perpendiculares ao plano do goniômetro.**
- b) A linha que liga a fenda de recepção e o ponto de foco deve passar pelo eixo de rotação do goniômetro.**
- c) A superfície da amostra deve estar sobre a bissetriz do ângulo  $2\theta$  de modo que o ângulo de incidência  $\theta$  seja igual ao ângulo entre a superfície da amostra e o feixe primário. Qualquer alteração na relação  $\theta: 2\theta$  leva a um alargamento adicional dos perfis de difração.**
- d) Um alinhamento perfeito do difratômetro exige a determinação do "zero absoluto" do goniômetro, que pode ou não ser o mesmo que está indicado**

na escala do aparelho. No entanto, uma vez que a medida da macrotensão envolve a determinação de  $\Delta 2\theta$ , a correção do zero absoluto se torna desnecessária, pois se houver defasagem, ambos os picos estarão igualmente defasados<sup>(1)</sup>.

O alinhamento de cada aparelho deve obedecer as instruções do fabricante e deve ser testado antes de qualquer medida.

De modo a testar o alinhamento e para conhecermos a influência dos demais fatores instrumentais no valor da tensão residual determinada, devemos utilizar uma amostra cujo grau de tensão seja conhecido, de preferência uma amostra livre de tensão. O único tipo de amostra aceito pela ASTM como um padrão livre de tensão e adequado para confirmação do alinhamento é um pó, metálico ou cerâmico, cujos picos de difração estejam nas vizinhanças dos picos utilizados na medida da tensão. Esse pó deve ter partículas de aproximadamente -400 Mesh e é considerado livre de macrotensões devido a falta de ligação entre essas partículas<sup>(37)</sup>.

O teste de tensão zero deve ser realizado em condições idênticas às que serão utilizadas na medida da tensão na amostra deformada.

### **V.3.7 Posicionamento da Amostra**

Sabe-se que os desvios na posição exata da amostra em relação ao eixo do goniômetro irá provocar alterações nas condições de focalização do feixe e no alinhamento do sistema, acarretando deslocamentos na posição  $2\theta$  do pico de difração que não estão ligados à deformação residual presente na amostra<sup>(1, 20)</sup>.

A literatura comenta que variações de aproximadamente 0,025 mm no posicionamento da amostra resultam em erros de até  $\pm 2$  Ksi na tensão medida em picos com  $2\theta$  elevados e aumenta rapidamente quando o ângulo diminui<sup>(20)</sup>.

James e Cohen<sup>(15)</sup>, concluíram que o deslocamento da amostra é menos importante para a geometria do método estacionário do que no parafocal e que a utilização do feixe paralelo diminui sensivelmente os problemas de focalização devidos ao posicionamento da amostra.

A vantagem da utilização de goniômetros com sistema de feixe paralelo para diminuir os problemas relativos ao posicionamento da amostra fica bem clara no estudo realizado por Chrenko<sup>(17)</sup>. Ele analisa e compara o desvio na posição do pico

**devido ao posicionamento para uma amostra de aço 304L em um aparelho de feixe divergente e para o Rigaku Strainflex que possui feixe paralelo.**

## **VI. Materiais e Métodos**

### **VI.1 Amostras**

Para as medidas da tensão residual foram utilizadas como amostras dois tubos de aço 304L sem costura e uma placa do mesmo material. Essas amostras foram denominadas TUBO 1, TUBO 2 e PLACA 1 e possuem as seguintes dimensões:

**TUBO 1:** 9 cm de comprimento e 9,8 mm de diâmetro externo;

**TUBO 2:** 7 cm de comprimento e 12 mm de diâmetro externo;

**PLACA 1:** 6 cm x 5 cm.

A composição química dos tubos, fornecida pelos fabricantes é apresentada na Tabela VI.1; a placa não teve sua composição determinada.

Os tubos passaram por inúmeros teste entre eles, ensaios de corrosão sob tensão onde o TUBO 1 em MgCl<sub>2</sub> a 155° durante 24 horas não apresentou nenhuma alteração e o TUBO 2 nas mesmas condições apresenta trincas após 1 hora de ensaio.

As medidas foram realizadas na região central das amostras de modo a evitar a proximidade das regiões de corte

<b>Elemento</b>	<b>TUBO 1 (%)</b>	<b>TUBO 2 (%)</b>
<b>Cr</b>	<b>0,021</b>	<b>0,023</b>
<b>Mn</b>	<b>1,37</b>	<b>1,36</b>
<b>P</b>	<b>0,027</b>	<b>0,030</b>
<b>S</b>	<b>0,003</b>	<b>0,006</b>
<b>Si</b>	<b>0,45</b>	<b>0,40</b>
<b>Ni</b>	<b>11,68</b>	<b>11,50</b>
<b>Cr</b>	<b>18,36</b>	<b>18,25</b>

**Tabela VI.1 - Composição química em % dos TUBOS 1 e 2**

De modo a testar o alinhamento foi utilizada como padrão de amostra livre de tensão, um pó de aço 304L obtido por limagem manual de uma pequena placa do mesmo material. Para a seleção das partículas cujas dimensões são apropriadas para o

teste utilizou-se uma tela de 400 Mesh. As partículas selecionadas sofreram um tratamento térmico em vácuo à temperatura de 1.100°C por 2 horas de modo que pudéssemos ter certeza que não existia nenhuma tensão residual presente. Essa amostra foi denominada PADRÃO 304L.

## VI.2 Seleção dos Parâmetros Experimentais

### VI.2.1 Radiação, Plano de Reflexão e Filtros

A escolha da radiação a ser utilizada deve levar em conta dois fatores principais:

a) O comprimento de onda da radiação incidente deve ser menor que os degraus de absorção K dos átomos da amostra. Caso contrário a radiação fluorescente produzida pelos átomos da amostra provocará um aumento indesejável na radiação de fundo.

No caso de ligas ou compostos pode ser complicado satisfazer essa condição para todos os elementos presentes <sup>(9)</sup>. Nesse trabalho as amostras são de aço austenítico 304L cujos principais componentes são o Fe, Cr e Ni. Os degraus de absorção K desses elementos estão na Tabela VI.2

Elementos	Degrau de Absorção (K)
Fe	1.743 Å
Cr	2.070 Å
Ni	1.488 Å

Tabela VI.2 - Degráus de Absorção K dos elementos Fe, Cr e Ni

As radiações características geralmente utilizadas na difração de raios-X são:

Anódo	$\lambda$ das raias caracterfsticas (Å)			
	$K\alpha_1$	$K\alpha_2$	$K\alpha$	$K\beta$
Mo	0,70930	0,71359	0,71073	0,63229
Cu	1,54056	1,54439	1,54184	1,39222
Co	1,78897	1,79285	1,79026	1,62079
Fe	1,93604	1,93998	1,93735	1,75661
Cr	2,28970	2,29361	2,29091	2,08487

Tabela VI.3: Comprimento de onda das radiações mais utilizadas na difração de raios-X<sup>(11)</sup>.

Pela comparação das Tabelas VI.2 e VI.3 concluímos que as radiações do Cu e do Mo provocam excitação nos principais componentes dos aços.

b) O comprimento de onda da radiação utilizada deve ser tal que permita o registro dos picos na região  $2\theta$  adequada ao tipo de estudo a ser realizado.

Sabe-se que valores elevados para os ângulos  $2\theta$  são os mais apropriados para a determinação da tensão residual pois esta é proporcional a  $[\cotg \theta (2\theta_0 - 2\theta\psi)]$ . Um valor baixo para  $\cotg \theta$  e portanto elevado para  $(2\theta_0 - 2\theta\psi)$  ocorrem para uma dada tensão com valores de  $2\theta$  elevados, correspondendo a uma melhor precisão na medida. Em geral, aconselha-se que os ângulos sejam maiores que  $130^\circ$  <sup>(1)</sup>.

(h k l)	d (Å)	$2\theta$ (graus)		
		Cr $K\alpha$	Co $K\alpha$	Cu $K\alpha$
111	2,08	66,84	50,98	43,50
200	1,80	78,99	59,59	50,67
220	1,273	128,17	89,30	74,48
311	1,085		110,98	90,41
222	1,039		118,79	95,67
400	0,900		167,28	117,71
331	0,826			137,69

Tabela VI.4 - Ângulos de difração para o Fe austenico com as radiações do Cr, Co e Cu

A Tabela VI.4 mostra alguns ângulos de difração para o Fe austenítico com as radiações características do Cr  $K\alpha$ , Co  $K\alpha$  e Cu  $K\alpha$  apesar do último não ser utilizado devido a fluorescência.

A radiação do cromo (Cr) é a mais utilizada para os aços pois apresenta uma excelente relação pico-BG na região do plano (220) a  $2\theta \approx 128,50^\circ$ . Para o aço 304L a medida da tensão é feita pela maioria dos laboratórios <sup>(1,17)</sup>, utilizando-se o pico (220) apesar deste estar antes da posição aconselhável de  $130^\circ$ , no entanto, quando tem-se condições de obter uma boa intensidade, o pico (311) obtido com o Cr  $K\beta$  e situado a  $2\theta \approx 149,80^\circ$  pode ser utilizado. O difratogramas das amostras são apresentados nas Figuras VI.1; VI.2 e VI.3.

Os filtros são utilizados para tornar a radiação emitida pelo tubo o mais monocromática possível. São folhas finas de metais cujos degraus de absorção tem comprimentos de onda entre  $K\alpha$  e  $K\beta$  da radiação incidente e são responsáveis pela diminuição da intensidade das linhas  $K\beta$  em relação as linhas  $K\alpha$ .

Em geral, esses filtros são localizados depois da amostra de modo a filtrar também alguma radiação fluorescente que possa ter sido produzida. A Tabela VI.5 mostra os filtros utilizados para cada um dos tubos de raios-X.

Alvo	Filtro
Mo	Zr
Cu	Ni
Co	Fe
Fe	Mn
Cr	V

Tabela VI.5 - Radiações e Filtros

A utilização dos filtros em muitos casos melhora sensivelmente a relação pico-BG, no entanto diminuem a intensidade da radiação difratada. A utilização dos filtros é aconselhável em casos onde existe uma proximidade grande na posição dos picos  $K\alpha$  e  $K\beta$ .

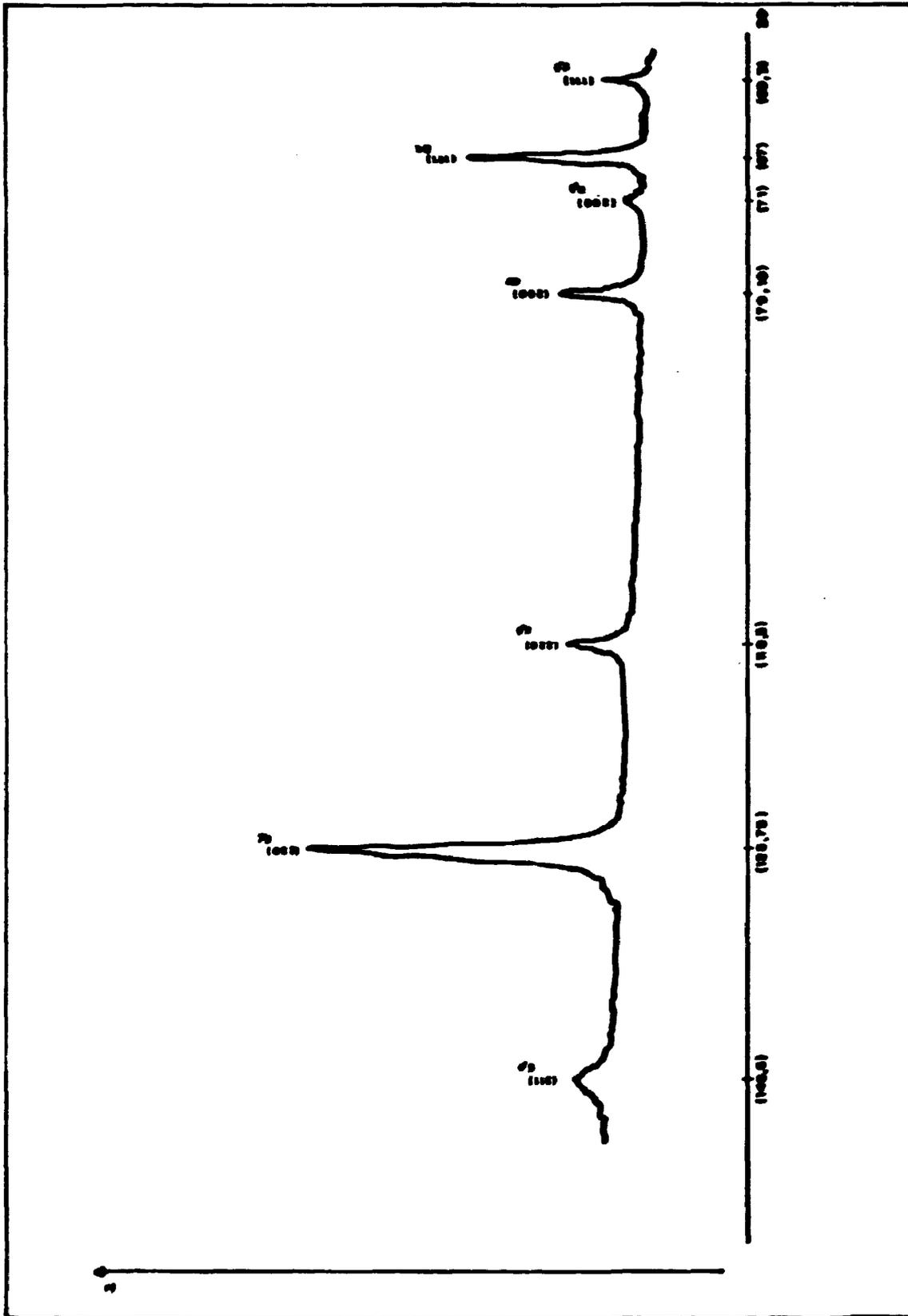


Figura VI.1 - Difratoograma TUBO 1

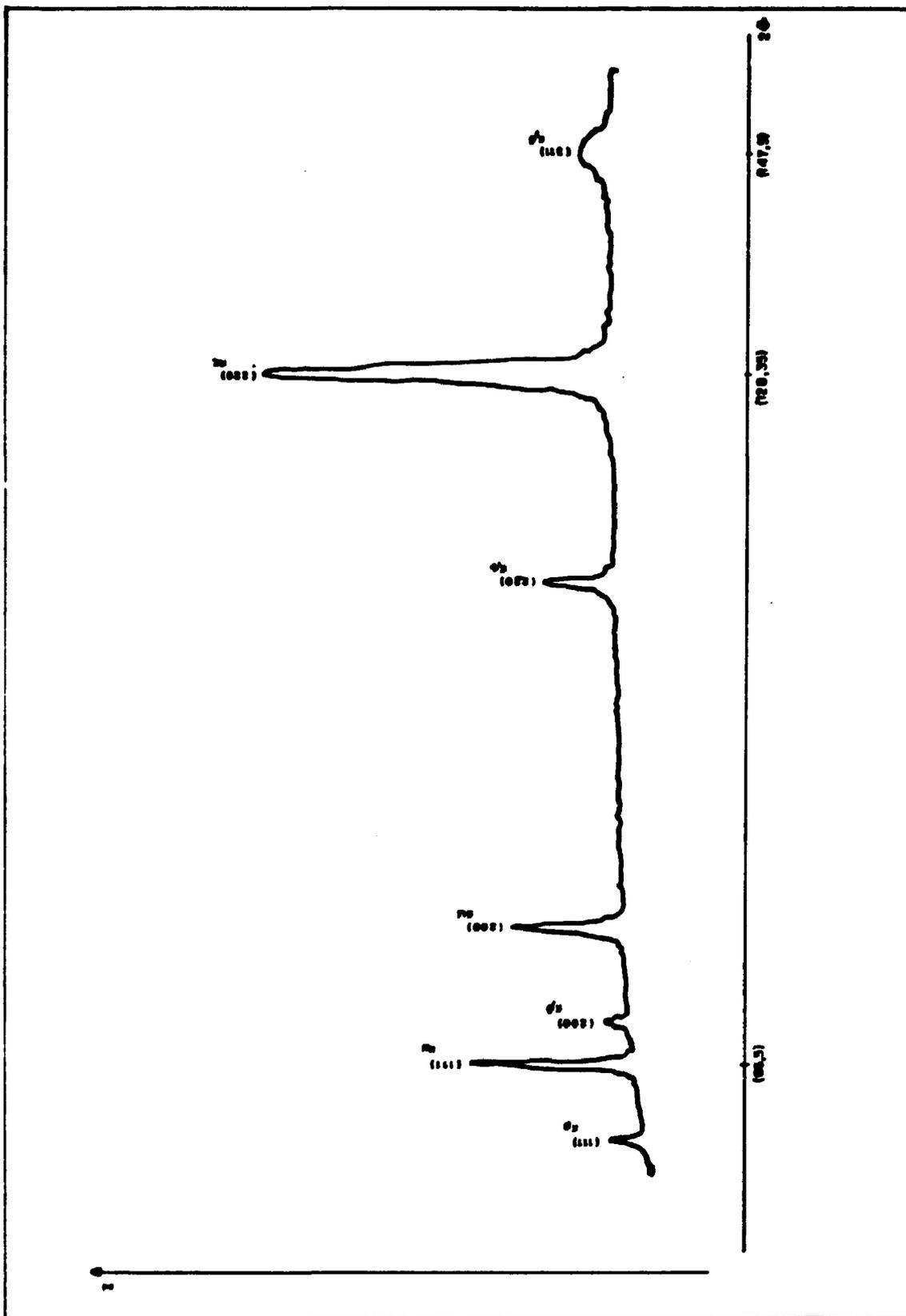


Figura VI.2 - Difratoograma TUBO 2

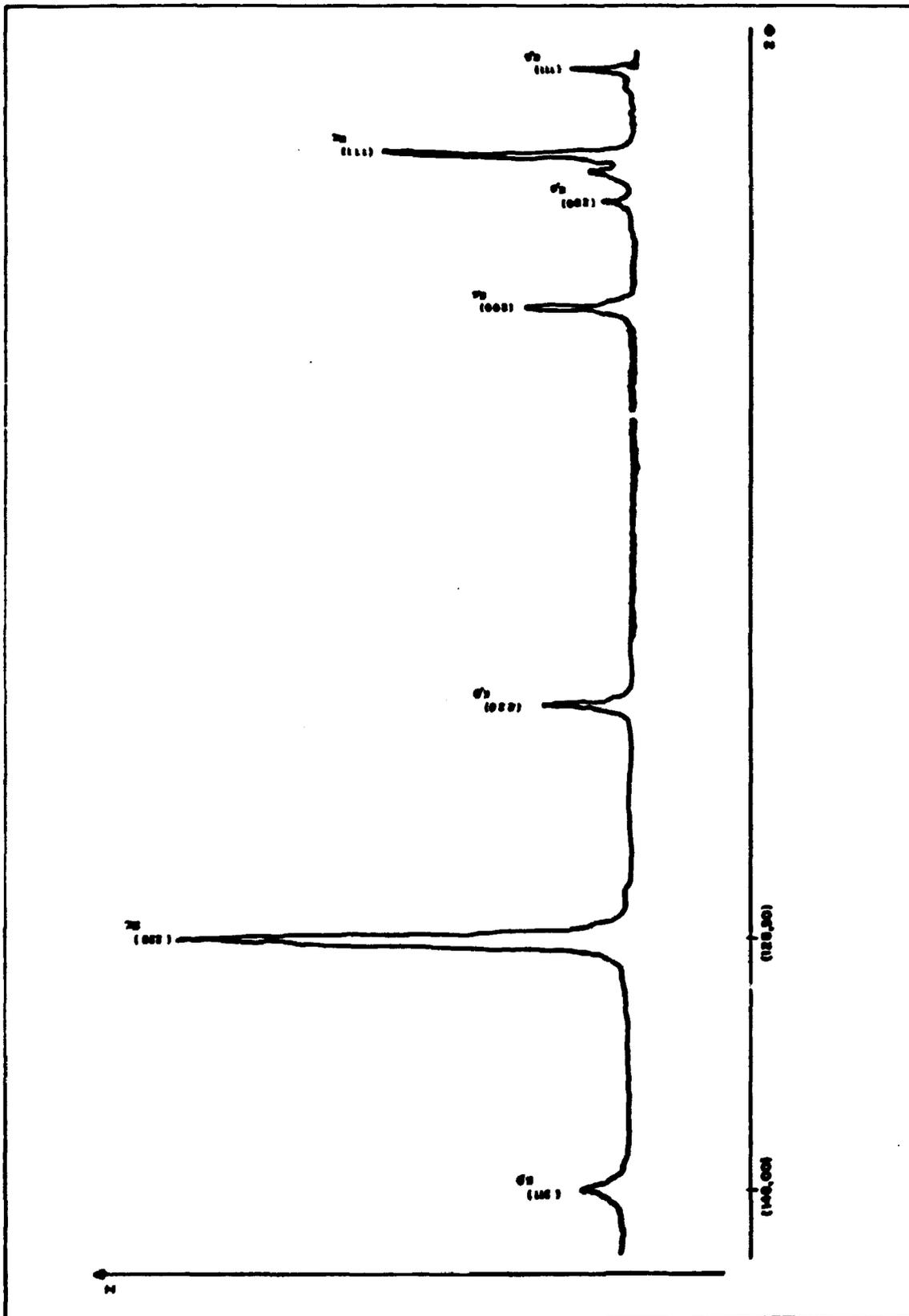


Figura VI.3 - Difratograma PLACA1

## **VI.2.2 Fendas**

Na seleção do conjunto de fendas ideais para a medida da tensão residual devemos considerar fatores como a resolução do pico, método de focalização do feixe (estacionário ou parafocal), intensidade da radiação difratada e geometria da amostra.

Sabemos que a intensidade da radiação está diretamente ligada a largura da fenda de divergência (D.S.) e a resolução do pico é afetada pela largura da fenda de recepção (R.S.). A utilização de fendas mais largas resulta em um aumento da intensidade difratada e diminuição da resolução, enquanto fendas mais estreitas produzem o efeito contrário.

Normalmente, para as medidas de tensão residual a divergência primária é grande, estando entre  $1^\circ$  e  $3^\circ$  para amostras que não apresentam problemas em relação a largura da área iluminada<sup>(1,16)</sup>. Esses problemas podem ocorrer com amostras de geometria diferente da plana ou ainda quando a tensão deve ser medida em pontos adjacentes. A largura da fenda de recepção encontra-se na maioria das vezes no intervalo de 0,3 a 1 mm. Na maioria das medidas as fendas definidoras (Soller Baffles) são utilizadas de modo a melhorar a resolução, no entanto, em casos onde exista a necessidade de aumento da intensidade, elas podem ser retiradas.

Jaczak e Boehm<sup>(26)</sup> estudaram a influência da largura das fendas nos valores obtidos para a tensão residual em alguns aços e recomendaram que a largura das fendas de divergência e recepção não excedam  $2^\circ/1,0$  mm para o método estacionário e  $3^\circ/1,0$  mm para o método parafocal, quando o pico adotado para a medida for estreito. Para perfis mais largos pode-se adotar fendas com maior divergência, no entanto, existe um aumento nos erros de aberrações<sup>(16)</sup>.

Observou-se ainda, que um aumento na fenda de divergência produz um desvio na tensão tornando-a mais positiva e que a variação das fendas de recepção tem influência desprezível na tensão medida desde que sejam obedecidas as condições de resolução e estatística das contagens.

Nesse trabalho, as fendas utilizadas para cada um dos difratômetros levou em conta além da resolução do pico e a intensidade difratada, a geometria dos tubos.

### **VI.2.3 Passo de Contagem e Número de Contagens**

O passo, ou o intervalo de contagens utilizado na técnica de step-scanning deve ser escolhido de modo que nos permita obter, dentro do intervalo angular desejado, um número de pontos ( $2\theta, I$ ) adequado ao método que será utilizado para determinação da posição do pico.

Devemos considerar também a largura do pico sobre o qual realiza-se a varredura. Os picos mais estreitos permitem a utilização de passos de contagens menores enquanto os picos que são mais largos os passos de contagem devem ser maiores. Nas medidas da tensão residual, a medida que aumentamos a inclinação da amostra em relação ao feixe incidente observamos a diminuição da intensidade difratada e um pequeno alargamento do perfil na região de máximo do pico. Esse fato exige a utilização de passos de contagem maiores para evitarmos o problema na oscilação das contagens próximas ao máximo do pico. Também é aconselhável o aumento do tempo de contagem nessas situações de oscilação de contagens que podem comprometer a localização da posição exata do pico.

Para determinarmos os melhores passos de contagem e o intervalo angular no qual a medida será realizada, fazemos uma varredura passo a passo do pico com tempo de contagem baixo, ( $2s$ ), e nas inclinações  $\psi$  da amostra nas quais as medidas serão realizadas. Essa varredura também é utilizada para a seleção do melhor tempo de contagem a ser utilizado para cada inclinação  $\psi$ . Esse tempo deve ser tal que permita o acúmulo de no mínimo 50.000 contagens na posição de máximo, para que possa-se obter uma boa estatística <sup>(37)</sup>.

Esses parâmetros podem ser ajustados ou variados pelo operador de acordo com sua necessidade na maioria dos aparelhos. No entanto existem instrumentos que definem o tempo e passo de contagens a partir de uma varredura preliminar do pico com a amostra em  $\psi = 0^\circ$  e não permitem a interferência do operador. O valor da tensão é fornecido pelo sistema acoplado ao difratômetro utilizando os valores das constantes elásticas pré-fixadas para cada material.

### **VI.3 Método de Medida da Tensão Residual**

Antes do início das medidas, os difratômetros foram alinhados segundo as instruções dos fabricantes. Os parâmetros experimentais como tempo de contagem, passo de contagem, fendas e velocidade de varredura foram definidos de acordo com a característica de cada aparelho e serão apresentados posteriormente.

A tensão residual foi determinada para o TUBO 1 e TUBO 2, utilizando as técnicas de  $\text{sen}^2 \psi$  com as inclinações de,  $\psi = 0^\circ, 15^\circ, 30^\circ, 45^\circ$  cujos  $\text{sen}^2 \psi$  são respectivamente 0; 0,067; 0,25 e 0,5.

Vale ressaltar que a inclinação da amostra é realizada fixando-se o detector em uma dada posição  $2\theta$  e adicionando-se ao ângulo  $\theta$  no qual se encontra a amostra, o valor de  $\psi$ . Esse ajuste pode ser feito manualmente no caso dos aparelhos mais antigos e automaticamente, através de microcomputadores, nos difratômetros mais modernos.

Todos os valores da posição do pico versus a intensidade obtidos nos três difratômetros foram utilizados para o cálculo da tensão pelo método da dupla exposição, adotando as inclinações  $\psi = 0^\circ$  e  $45^\circ$ , e ainda, para a obtenção dessa mesma tensão pelo método do  $\text{sen}^2 \psi$  e da dupla exposição mas utilizando para o cálculo da posição do pico, o método da parábola por três pontos.

Ajustamos a parábola a três conjuntos de pares  $(2\theta, I)$  escolhidos da seguinte maneira: o ponto de intensidade máxima e os pontos imediatamente adjacentes, os pontos onde a intensidade esteja o mais próximo dos 85% da máxima e os pontos intermediários desses dois extremos. Desse modo, obtivemos para cada medida três conjuntos de valores para a posição de máximo e portanto, três valores para tensão residual. Após esses cálculos tomamos o valor médio da posição de máximo para cada  $\psi$  e calculamos um outro valor para a tensão residual.

Esses cálculos foram realizados para compararmos os valores obtidos e determinar a influência do método de localização do pico para a tensão determinada em cada um dos aparelhos.

Todos esses cálculos foram realizados através de um programa desenvolvido especificamente para esse fim. Esse programa corrige as contagens pelo fator LPA antes do cálculo da posição do pico e as equações utilizadas nessa localização e nos cálculos da tensão residual foram baseados na referência 1.

As constantes elásticas utilizadas não foram determinadas experimentalmente, no entanto esse fato não prejudica o trabalho pois os valores serão comparados. O valor utilizado para as medidas realizadas através do plano (220) é  $E/(1 + \nu) = 25,2 \cdot 10^3 \text{ Ksi}^{(17)}$  e para o plano (311)  $K\beta$  é calculado pelo próprio aparelho

Em todas as medidas foi utilizado o método estacionário de focalização do feixe.

## **VI.4 Aparelhos Utilizados**

### **VI.4.1 Rigaku SG-8**

O aparelho utilizado foi um difratômetro da Rigaku, composto de um gerador modelo Geigerflex, um goniômetro modelo SG-8 com geometria de focalização de Bragg Brentano e raio = 185 mm, detector de cintilação com cristal de NaI:Tl e eletrônica associada.

Esse aparelho tem um sistema óptico de feixe divergente com "Soller Baffles" com placas horizontais.

Ao sistema eletrônico de contagem foi adaptado por meio de uma interface apropriada, um micro-computador Apple II+ da marca Microengenh, através do qual registrou-se os valores do ângulo ( $2\theta$ ) versus o número de contagens (I). Esse mesmo micro-computador foi utilizado nos cálculos da tensão residual.

A tensão e a corrente de excitação aplicadas ao tubo de Cr utilizado nas medidas são respectivamente 40 KV e 20 mA.

As fendas utilizadas foram: DS =  $1/2^\circ$ , RS = 0,3 mm e SS =  $1/2^\circ$  para os TUBOS 1 e 2 e DS =  $1^\circ$ , RS = 0,3 mm e SS =  $1^\circ$  para a placa.

Os tempos de contagem variaram de 10 a 80 segundos e permitiram o acúmulo médio de 80.000 contagens na posição de máximo para os TUBOS e de 100.000 para a PLACA. A velocidade de varredura para todas as medidas foi  $1/4^\circ$  min e o passo de contagem  $0,05^\circ$ .

Utilizou-se o pico relativo ao plano (220) que se encontra aproximadamente em  $2\theta = 128,5^\circ$  para o aço 304L.

O alinhamento do aparelho foi testado utilizando-se um pó de aço 304L considerado como padrão livre de tensão.

#### **VI.4.2 Jeol JDX-11PA**

O aparelho utilizado foi um JEOL JDX-11PA, com goniômetro vertical de raio 170 mm e com a possibilidade de obtermos a condição de feixe paralelo, através da troca das fendas definidoras (Soller Baffles), na qual as medidas foram realizadas. O aparelho é totalmente automatizado e as condições de medida são ajustadas por meio de um micro-computador.

As medidas foram realizadas medindo-se o deslocamento do pico (220) em  $2\theta = 128,50^\circ$  utilizando-se fendas de divergência =  $1^\circ$  e recepção = 0,2 mm.

O alinhamento, realizado antes do início de cada conjunto de medidas, foi testado utilizando-se uma amostra padrão cujo nível de tensão é conhecido.

O passo e o tempo de contagem foram ajustados para cada inclinação  $\psi$  da amostra considerando-se que o pico seria ajustado por uma parábola por 11 pontos. A Tabela VI.6 mostra os valores fixados para os TUBOS 1 e 2.

	$\psi = 0^\circ$	$\psi = 15^\circ$	$\psi = 30^\circ$	$\psi = 45^\circ$
<b>TUBO 1</b>				
<b>Passo de Contagem</b>	0,08°	0,15°	0,12°	0,1°
<b>Ângulo Inicial</b>	127,94°	127,50°	127,78°	128,20°
<b>Ângulo Final</b>	128,90°	129,30°	129,22°	129,40°
<b>Tempo de Contagem</b>	55 s	145 s	180 s	180 s
<b>TUBO 2</b>				
<b>Passo de Contagem</b>	0,08°	0,12°	0,14°	0,11°
<b>Ângulo Inicial</b>	128,34°	128,16°	128,12°	128,46°
<b>Ângulo Final</b>	129,30°	129,60°	129,80°	129,79°
<b>Tempo de Contagem</b>	45 s	110 s	160 s	180 s

**Tabela VI.6 - Parâmetros experimentais utilizados nas medidas dos TUBOS 1 e 2, realizadas pelo aparelho Jeol JDX-11PA.**

Os dados ( $2\theta$ , I) obtidos serão utilizados para o cálculo da tensão utilizando a parábola por três pontos para a localização da posição de máximo do pico.

Existe também a possibilidade da realização de uma medida totalmente automatizada onde o operador fornece apenas os valores do parâmetro da rede e das constantes elásticas do material. Nesse caso o pico é totalmente varrido em cinco inclinações  $\psi$  da amostra e a posição de máximo é calculada pelo método gráfico de biseção do pico. A tensão é determinada pelo método do  $\text{sen}^2\psi$ , sendo que utiliza-se a inclinação da reta obtida plotando-se  $2\theta \times \text{sen}^2\psi$ .

Esse procedimento é indicado para os casos onde exige-se velocidade na medida e não necessita-se de valores muito precisos.

### VI.4.3 Rigaku Strainflex

O aparelho utilizado foi um Rigaku Strainflex que é um aparelho portátil, com geometria de feixe paralelo e específico para medida da tensão residual.

As medidas foram realizadas utilizando-se o pico (311) localizado em  $2\theta = 149,50^\circ$  obtido com a raia  $K\beta$  do espectro emitido pelo tubo de Cromo. A utilização desse pico deve-se ao fato de o goniômetro só permitir a varredura entre os ângulos  $2\theta$  entre  $130^\circ$  e  $170^\circ$  para medidas de tensão residual. A medida é totalmente automatizada e não é possível variar os parâmetros experimentais com o passo e tempo de contagem. Esses parâmetros são estabelecidos pelo próprio goniômetro através de uma varredura inicial com  $\psi = 0^\circ$ .

As fendas utilizadas foram  $1^\circ$  na divergência e 0,3 mm na recepção. A tensão é calculada pela técnica do  $\sin^2\psi$  com  $\psi = 0^\circ, 15^\circ, 30^\circ$  e  $45^\circ$  e a posição do pico é obtida pelo método gráfico da extrapolação da linha lateral após correção pelos fatores LPA.

O aparelho está programado para calcular a tensão através da inclinação da reta obtida plotando  $2\theta \times \sin^2\psi$ . Nesse caso, a equação utilizada no cálculo da tensão é:

$$\sigma_\phi = m \frac{E}{1 + \nu} - \frac{\cotg \theta}{2} \frac{\pi}{180}$$

Os valores das constantes de tensão utilizadas são calculados pelo aparelho a partir da inclinação do material no qual a tensão está sendo medida. Para o TUBO 1,  $K = 37,24$  (10 Kg mm<sup>2</sup>) e para o TUBO 2,  $K = 38,44$  (10 Kg mm<sup>2</sup>).

## **VII. Resultados e Discussões**

Os resultados obtidos serão apresentados para cada aparelho utilizado na medida. Os resultados serão analisados e discutidos para cada conjunto de medidas considerando a reprodutibilidade do sistema, a técnica difratométrica utilizada para a determinação da tensão e o método de localização da posição de máximo do pico.

### **VII.1 Rigaku SG-8**

A tensão foi determinada para os TUBOS 1 e 2 seguindo o procedimento previamente descrito (VI. 3). Além dos tubos realizou-se três medidas em uma placa do mesmo material, de modo a testar a reprodutibilidade para medidas não consecutivas em amostras planas.

Para os tubos, as medidas 1 e 2, bem como as 3 e 4, são consecutivas e a amostra foi retirada do aparelho entre as medidas 2 e 3. Para a placa, todas as medidas foram realizadas com a amostra sendo retirada e reposicionada para as medidas.

São apresentados três pares de valores da tensão para cada medida. Esses valores são obtidos a partir de posições de máximo do pico calculadas utilizando diferentes defasagens entre os pontos tomados para o ajuste da parábola por três pontos. A tensão é calculada para o método do  $\text{sen}^2\psi$  e pela dupla exposição. Para o primeiro, serão apresentados os coeficientes de correlação das retas obtidas plotando o espaço interplanar versus  $\text{sen}^2\psi$ . Para o cálculo pela técnica da dupla exposição foi utilizada a equação III.6.

Serão apresentados para cada uma das medidas o valor da tensão calculado tomando como valor de máximo do pico o valor obtido pela média aritmética entre os valores calculados adotando-se as diferentes defasagens no método da parábola por três pontos.

No caso da placa não foi possível obter defasagens maiores pois o pico estava muito bem definido e com uma defasagem de  $0,1^\circ$  as contagens atingiam 85% da contagem máxima.

	Método	Medida 1	Medida 2	Medida 3	Medida 4
Desafagem 0,05	$\sigma_{\phi \text{sen}^2 \psi}$ (Ksi)	- 23,81	-1,87	-2,39	- 14,45
	$\sigma_{\phi}$ TDE (Ksi)	- 16,94	5,23	1,63	- 8,22
	C.C	0,96	0,08	0,08	0,85
Desafagem 0,1	$\sigma_{\phi \text{sen}^2 \psi}$ (Ksi)	- 23,18	- 15,14	1,66	-12,61
	$\sigma_{\phi}$ TDE (Ksi)	- 16,74	- 7,51	3,96	-8,48
	C.C	0,96	0,73	0,14	0,87
Desafagem 0,15	$\sigma_{\phi \text{sen}^2 \psi}$ (Ksi)	-10,31	- 10,70	- 1,87	- 6,75
	$\sigma_{\phi}$ TDE (Ksi)	- 5,03	- 6,49	0,65	- 4,53
	C.C	0,86	0,85	0,22	0,81
Valor Médio de $2\theta$	$\sigma_{\phi \text{sen}^2 \psi}$ (Ksi)	-19,10	- 20,71	- 0,88	-11,29
	$\sigma_{\phi}$ TDE (Ksi)	-12,90	-2,87	2,07	- 7,11
	C.C	0,95	0,88	0,05	0,87

Tabela VII.1: Valores de tensão determinados para o TUBO1 no difratômetro Rigaku SG8, com a posição de máximo do pico calculada pelo método da parábola por três pontos.

	Método	Medida 1	Medida 2	Medida 3	Medida 4
Desafagem 0,05	$\sigma_{\phi \text{sen}^2 \psi}$ (Ksi)	- 9,54	4,61	- 4,92	- 13,41
	$\sigma_{\phi}$ TDE (Ksi)	- 2,67	2,68	- 6,00	- 13,56
	C.C	0,28	0,30	0,31	0,47
Desafagem 0,1	$\sigma_{\phi \text{sen}^2 \psi}$ (Ksi)	- 7,59	- 17,78	- 16,28	- 11,32
	$\sigma_{\phi}$ TDE (Ksi)	- 5,16	- 3,95	- 15,12	- 11,09
	C.C	0,67	0,20	0,83	0,60
Desafagem 0,2	$\sigma_{\phi \text{sen}^2 \psi}$ (Ksi)	- 4,11	- 5,52	- 9,92	- 12,31
	$\sigma_{\phi}$ TDE (Ksi)	- 3,36	- 6,09	- 9,52	- 9,02
	C.C	0,41	0,72	0,75	0,54
Valor Médio de $2\theta$	$\sigma_{\phi \text{sen}^2 \psi}$ (Ksi)	- 7,08	- 6,22	- 10,48	- 12,32
	$\sigma_{\phi}$ TDE (Ksi)	- 3,73	- 2,47	- 10,28	- 11,19
	C.C	0,40	0,26	0,87	0,69

Tabela VII.2: Valores de tensão determinados para o TUBO2 no difratômetro Rigaku SG8, com a posição de máximo do pico calculada pelo método da parábola por três pontos.

	Método	Medida 1	Medida 2	Medida 3
Desafagem 0,05	$\sigma_{\phi \text{sen}^2 \psi}$ (Ksi)	- 73,00	- 81,47	- 71,42
	$\sigma_{\phi}$ TDE (Ksi)	- 55,90	- 62,44	- 56,55
	C.C	0,99	0,99	1,0
Desafagem 0,1	$\sigma_{\phi \text{sen}^2 \psi}$ (Ksi)	- 74,60	- 74,08	- 78,89
	$\sigma_{\phi}$ TDE (Ksi)	- 58,20	- 58,21	- 61,67
	C.C	0,99	1,0	1,0

Tabela VII.3: Valores de tensão determinados para o PLACA1 no difratômetro Rigaku SG8, com a posição de máximo do pico calculada pelo método da parábola por três pontos.

Considerando os valores da tensão determinados a partir das posições de máximo ( $2\theta$  máx) obtidas pelo método da parábola por três pontos quando os pontos utilizados apresentam diferentes defasagens em relação ao ponto de contagem máxima observamos que:

- Há uma grande variação no valor da tensão determinado para a mesma medida, isto é, quando utilizamos o mesmo conjunto de pontos  $2\theta$  versus I, em função da defasagem adotada para o cálculo de  $2\theta$  máximo.

- A reprodutibilidade das medidas realizadas no tubos pode ser considerada regular se adotarmos para o valores da tensão, aqueles determinados quando  $2\theta$  máx é obtido a partir de pontos próximos ao da contagem máxima. Quando a defasagem entre os pontos aumenta, isto é, quando estamos próximos aos pontos onde a contagem é 85% da máxima ou quando calculamos a tensão através de  $2\theta$  máximo médio a reprodutibilidade melhora sensivelmente principalmente para as medidas consecutivas.

- A reprodutibilidade para as medidas na PLACA é excelente mesmo quando consideramos diferentes defasagens entre os pontos adotados para o cálculo da posição do pico. Isso era esperado pois no caso da placa, o pico apresenta-se muito bem definido e o número de contagens na posição de máximo chegou a 100.000. Devemos considerar também, o problema do posicionamento correto da amostra no círculo difratométrico que no caso da placa é muito mais fácil que para os tubos. Nos difratômetros de feixe divergente essa é uma das principais fontes de erro nas medidas e a geometria da amostra é sem dúvida um fator agravante.

- Os valores determinados através da técnica da dupla exposição apresentam tensões menos compressivas do que as determinadas pela técnica do  $\sin^2 \psi$

## VII.2 Jeol JDX-11PA

São apresentados dois conjuntos de resultados para cada uma das amostras. O primeiro obtido a partir de posições de máximo determinadas pelo ajuste do pico pela parábola por 11 pontos. A varredura do pico é realizada apenas na região de 85% da contagem máxima.

No segundoconjunto de resultados os valores da tensão são obtidos da

mesma maneira que os valores obtidos para as medidas do Rigaku SG8 sendo que os pares ( $2\theta$ , I) foram obtidos na medida do Jeol JDX-11PA.

a) Parábola por 11 pontos

Método	Medida 1	Medida 2	Medida 3
$\sigma_{\phi \text{sen}^2 \psi}$ (Ksi)	-54,60	- 59,83	- 62,49
$\sigma_{\phi}$ TDE (Ksi)	- 53,41	- 51,59	- 55,56
C.C	0,99	0,98	0,99

b) Parábola por 3 pontos

	Método	Medida 1	Medida 2	Medida 3
Desafagem Menor	$\sigma_{\phi \text{sen}^2 \psi}$ (Ksi)	- 60,47	- 55,24	- 56,25
	$\sigma_{\phi}$ TDE (Ksi)	- 51,77	- 45,27	- 49,25
	C.C	0,97	0,98	0,88
Desafagem Média	$\sigma_{\phi \text{sen}^2 \psi}$ (Ksi)	- 63,17	- 58,80	- 59,31
	$\sigma_{\phi}$ TDE (Ksi)	- 53,80	- 47,29	- 50,03
	C.C	0,98	1,0	0,96
Desafagem Maior	$\sigma_{\phi \text{sen}^2 \psi}$ (Ksi)	- 58,90	- 59,07	- 55,66
	$\sigma_{\phi}$ TDE (Ksi)	- 55,27	- 48,19	- 48,00
	C.C	0,91	1,0	0,96
Valor Médio de $2\theta$	$\sigma_{\phi \text{sen}^2 \psi}$ (Ksi)	- 61,29	- 57,07	- 57,70
	$\sigma_{\phi}$ TDE (Ksi)	- 53,49	- 48,94	- 46,77
	C.C	0,97	0,94	0,98

Tabela VII.4: Valores de tensão longitudinal presentes no TUBO 1 obtidos a partir dos valores  $2\theta$ /intensidade medidos no difratômetro Jeol JDX 11PA. a) método da parábola por 11 pontos; b) método da parábola por 3 pontos.

a) Parábola por 11 pontos

Método	Medida 1	Medida 2	Medida 3
$\sigma_{\phi \text{sen}^2 \psi}$ (Ksi)	- 62,49	- 63,52	- 54,02
$\sigma_{\phi}$ TDE (Ksi)	- 63,40	- 63,40	- 55,47
C.C	0,98	0,93	0,91

b) Parábola por 3 pontos

	Método	Medida 1	Medida 2	Medida 3
Desafagem Menor	$\sigma_{\phi \text{sen}^2 \psi}$ (Ksi)	- 63,33	- 58,16	- 52,33
	$\sigma_{\phi}$ TDE (Ksi)	- 43, 21	- 43,47	- 44,96
	C.C		0,95	0,95
Desafagem Média	$\sigma_{\phi \text{sen}^2 \psi}$ (Ksi)	- 72,55	- 67,27	- 60,72
	$\sigma_{\phi}$ TDE (Ksi)	- 58,04	- 52,35	- 50,86
	C.C		0,96	0,96
Desafagem Maior	$\sigma_{\phi \text{sen}^2 \psi}$ (Ksi)	- 77,70	- 71,41	- 64,53
	$\sigma_{\phi}$ TDE (Ksi)	- 59,26	- 56,86	- 53,63
	C.C		0,96	0,95
Valor Médio de $2\theta$	$\sigma_{\phi \text{sen}^2 \psi}$ (Ksi)	- 66,50	- 65,61	- 58,79
	$\sigma_{\phi}$ TDE (Ksi)	- 53,32	- 50,73	- 49,65
	C.C	0,87	0,96	0,93

Tabela VII.5: Valores de tensão longitudinal presentes no TUBO 2 obtidos a partir dos valores  $2\theta$ /intensidade medidos no difratômetro Jeol JDX 11PA.

a) método da parábola por 11 pontos; b) método da parábola por 3 pontos.

- As medidas são bastante reprodutivas quando consideramos os valores obtidos pelo método da parábola por 11 pontos com os coeficientes de correlação muito próximos de 1,0.

- A reprodutibilidade para a tensão calculada com os valores de  $2\theta$  máximo obtidos a partir de pontos com defasagens diferentes em relação a posição de contagem máxima pode ser considerada muito boa.

- Os valores da tensão obtidos quando calculamos a posição de máximo do pico pela parábola por 11 pontos e quando consideramos  $2\theta$  máximo obtido pela média das posições determinadas pela parábola por três pontos apresentam uma boa concordância.

- No caso de difratômetros que possuem o sistema de feixe paralelo o problema de posicionamento da amostra não provoca erros consideráveis no valor da tensão calculada, assim a reprodutibilidade entre medidas não consecutivas é tão boa quanto entre medidas consecutivas.

### **VII.3 Rigaku Strainflex**

Realizou-se apenas uma medida para cada um dos tubos e os resultados foram:

**TUBO 1**

$$\sigma_{\phi} \text{ sen}^2 \psi = - 3,95 \text{ Ksi}$$

$$\sigma_{\phi} \text{ TDE} = - 4,20 \text{ Ksi}$$

**TUBO 2**

$$\sigma_{\phi} \text{ sen}^2 \psi = - 4,0 \text{ Ksi}$$

$$\sigma_{\phi} \text{ TDE} = - 2,2 \text{ Ksi}$$

Apresentamos agora os valores considerados como os valores da tensão presente nas amostras. Esses valores foram determinados pela média aritmética entre os valores determinados em todas as medidas realizadas para cada amostra em cada um

dos aparelhos. Para o Jeol JDX-11PA foram consideradas as medidas apresentadas nas Tabelas VII.4 a) para o TUBO 1 e VII.5 a) para o TUBO 2. Para o Rigaku SG8 foram considerados os valores obtidos com o valor de  $2\theta$  médio apresentados nas últimas linhas da Tabela VII.1 para o TUBO 1, onde a medida 3 não foi considerada e na Tabela VII.2 para o TUBO 2.

Amostras	Método	Rigaku SG7	Jeol JDX-11PA	Rigaku Strainflex
TUBO 1	$\sigma_{\phi \text{sen}^2\psi}$ (Ksi)	- 16,85	- 58,97	- 3,95
	$\sigma_{\phi}$ TDE (Ksi)	- 7,63	- 53,52	- 4,20
TUBO 2	$\sigma_{\phi \text{sen}^2\psi}$ (Ksi)	- 12,03	- 60,01	4,00
	$\sigma_{\phi}$ TDE (Ksi)	- 9,23	- 60,80	2,20

Tabela VII.6: Tensão residual longitudinal nos TUBOS 1 e 2.

Faremos agora uma análise da sensibilidade do método da difração de raios-X na medida da tensão residual. Para isso consideraremos os valores de  $2\theta\psi$  e  $d\psi$  obtidos para a mesma amostra em três medidas não consecutivas.

Os valores da tensão são calculados pela técnica do  $\text{sen}^2\psi$  e da dupla exposição. Serão apresentadas as equações das retas obtidas quando plotamos  $d \times \text{sen}^2\psi$  e  $2\theta \times \text{sen}^2\psi$ , com os respectivos coeficientes de correlação. No caso da técnica da dupla exposição a tensão será calculada utilizando-se as equações em  $d$  (III.6) e em  $2\theta$  (III.2). Na equação em  $2\theta$  o termo  $\text{cotg } \theta$  foi obtido considerando  $\theta$  como o valor médio entre  $\theta_{0^\circ}$  e  $\theta_{45^\circ}$ <sup>(1)</sup>.

#### Medida 1

$\psi$	$\text{sen}^2\psi$	$2\theta$ (graus)	$d$ (Å)
0	0	128,4187	1,2722
15	0,067	128,4393	1,2721
30	0,25	128,5051	1,2717
45	0,50	128,7126	1,2706

$$y = 1,2723 + (- 0,0032 x)$$

coef.correlação: 0,98

$$\sigma_{\phi \text{sen}^2 \psi} = - 80,970 \text{ Ksi}$$

$$\sigma_{\phi \text{TDE}(2\theta)} = - 62,26 \text{ Ksi}$$

$$\sigma_{\phi \text{TDE}(\Delta d)} = - 63,40 \text{ Ksi}$$

### Medida 2

$\psi$	$\text{sen}^2 \psi$	$2\theta$ (graus)	$d$ (Å)
0	0	128,4340	1,2721
15	15	128,4166	1,2722
30	30	128,4712	1,2719
45	45	128,7270	1,2705

$$y = 1,2724 + (- 0,0033 x)$$

coef.correlação: 0,94

$$\sigma_{\phi \text{sen}^2 \psi} = - 83,28 \text{ Ksi}$$

$$\sigma_{\phi \text{TDE}(2\theta)} = - 62,04 \text{ Ksi}$$

$$\sigma_{\phi \text{TDE}(\Delta d)} = - 63,40 \text{ Ksi}$$

### Medida 3

$\psi$	$\text{sen}^2 \psi$	$2\theta$ (graus)	$d$ (Å)
0	0	128,4329	1,2721
15	0,067	128,4267	1,2721
30	0,25	128,4575	1,2720
45	0,50	128,6870	1,2707

$$y = 1,2722 + (- 0,0028 x)$$

coef.correlação: 0,91

$$\sigma_{\phi} \text{sen}^2 \psi = - 70,27 \text{ Ksi}$$

$$\sigma_{\phi} \text{TDE}(2\theta) = - 53,83 \text{ Ksi}$$

$$\sigma_{\phi} \text{TDE}(\Delta d) = - 55,47 \text{ Ksi}$$

Podemos notar que a reprodutibilidade das medidas é excelente com  $d$  variando na quarta casa. Mesmo assim, quando  $d$  varia apenas  $0,0001 \text{ \AA}$  para a mesma inclinação  $\psi$  em medidas diferentes a tensão pode variar até  $\pm 13,00 \text{ Ksi}$  na técnica do  $\text{sen}^2 \psi$  mesmo que o coeficiente de correlação da reta seja praticamente o mesmo, e até  $\pm 8 \text{ Ksi}$  para a tensão calculada pela técnica da dupla exposição.

O valor da tensão obtido pela técnica da dupla exposição varia dependendo da equação utilizada para o seu cálculo.

Devemos considerar ainda a variação no valor da tensão obtido a partir do mesmo conjunto de dados sendo que plotamos  $2\theta$  versus  $\text{sen}^2 \psi$  ao invés de  $d \times \text{sen}^2 \psi$ . Esse procedimento é seguido nas medidas automatizadas no aparelho Jeol JDX-11PA e no Rigaku Strainflex. Apresentaremos abaixo os valores obtidos para a tensão, plotando  $2\theta \times \text{sen}^2 \psi$  a partir dos dados apresentados anteriormente.

Nesse caso, a tensão é determinada pela relação:

$$\sigma_{\phi} = m K$$

onde: 
$$K = \frac{E}{1 + \nu} - \frac{\text{cotg } \theta}{2} \frac{\pi}{180}$$

$m$  = inclinação

Medida 1

$$y = 128,399 + (0,59 x) \quad \text{coef.correlação: 0,98}$$

$$\sigma_{\phi} = - 62,49 \text{ Ksi}$$

### **Medida 2**

$$y = 128,39 + (0,60 x) \quad \text{coef.correlação: } 0,93$$

$$\sigma\phi = - 63,52 \text{ Ksi}$$

### **Medida 3**

$$y = 128,39 + (0,51 x) \quad \text{coef.correlação: } 0,92$$

$$\sigma\phi = - 54,02 \text{ Ksi}$$

Os valores obtidos em  $2\theta \times \text{sen}^2\psi$  chegam a ser 30% menores que os valores da tensão calculados quando plotamos  $d \times \text{sen}^2\psi$ . Podemos atribuir essa variação ao cálculo de  $d$  a partir do  $2\theta$  medido e também ao fator  $\text{cotg } \theta_0$  envolvido no cálculo da constante de tensão. No caso do "plot"  $2\theta \times \text{sen}^2\psi$ , a tensão calculada assume valores mais próximos aos obtidos pela técnica da dupla exposição quando consideramos  $2\theta_{45^\circ}$  e  $2\theta_0$ .

O coeficiente de correlação das retas obtidas não sofre variações consideráveis quando comparados aos obtidos nas retas de  $d \times \text{sen}^2\psi$ .

## **Conclusões**

- **Quanto a reprodutibilidade das medidas:**

Tanto para o TUBO 1 quanto para o TUBO 2, os resultados obtidos no difratômetro com feixe paralelo (Jeol JDX-11PA) são bastante reprodutivos ao contrário do que acontece no caso do Rigaku SG8 que possui feixe divergente.

No entanto, as medidas realizadas na placa mostraram-se bastante reprodutivas o que nos levando a concluir que a reprodutibilidade, neste caso, está relacionada a geometria da amostra, ao seu posicionamento no círculo difratométrico e ao tipo de focalização do feixe.

O resultado obtido era previsto uma vez que a geometria da amostra (tubo) cria problemas quanto ao seu posicionamento no círculo difratométrico. Sabe-se que o posicionamento é responsável por erro na medida da tensão e que no caso dos difratômetros com feixe paralelo esse erro é bastante reduzido quando comparado com o caso do feixe divergente.

- **Quanto ao Laboratório de Difração de Raios-X**

O aparelho, Rigaku SG-8 do laboratório de Difração de Raios-X do IPEN, pode ser considerado apropriado para a realização de medidas de macrotensões residuais em amostras planas. O fato de não ser totalmente automatizado torna a medida mais lenta, no entanto, permite a variação dos parâmetros experimentais envolvidos na medida, o que é bastante desejável no caso de trabalhos de pesquisa e que pode ser muito útil no caso de rotina.

O problema da divergência do feixe, pode ser facilmente solucionado através da confecção de fendas definidoras "soller baffles" com placas verticais que possam ser acopladas ao difratômetro quando necessária a condição de feixe paralelo. Assim poderemos tornar o aparelho mais adequado para medidas em amostras com geometrias diversas.

- **Quanto ao método de localização da posição do pico:**

A utilização do método da parábola por três pontos está condicionado a largura do pico considerado. O método apresenta bons resultados quando o pico é bem definido e o número de contagens é elevado ( $\approx 100.000$ ), nesse caso, pode ser aplicado

**considerando apenas três pontos para obtenção da posição  $2\theta$  de máximo do pico.**

**Quando o pico é largo, ou apresenta oscilações de contagens na região de máximo devemos utilizar como o valor de  $2\theta$  máximo o ângulo obtido através da média de pelo menos três valores do  $2\theta$  obtidos pelo método da parábola por três pontos sendo que a defasagem entre os pontos considerados o ajuste é diferente. Os métodos de ajuste da parábola por 7,11 e até 20 pontos também são recomendados para picos mais largos.**

- **Quanto aos valores obtidos para a tensão, nos três difratômetros:**

**É muito difícil comparar os valores obtidos para as tensões nos diferentes aparelhos pois como a sensibilidade do método é muito grande, fatores como o alinhamento do aparelho, o sistema utilizado para o cálculo da tensão, o posicionamento da amostra em cada um dos instrumentos principalmente nesse caso onde temos tubos de pequeno diâmetro, podem ser responsáveis por grandes diferenças nos valores calculados.**

**A temperatura ambiente no ocasião da medida é um fator que tem sido bastante considerado por inúmeros pesquisadores. As dilatações térmicas na amostra podem provocar variações consideráveis nos espaçamentos da rede e portanto, medidas realizadas em ambientes com diferentes temperaturas apresentam resultados diferentes para uma mesma amostra. Essas variações no valor da tensão podem grandes se considerarmos a sensibilidade do método.**

**Apesar disso, o método da difração de raios-X é amplamente utilizado e é importante que se mantenha um procedimento padrão para que as medidas realizadas em um mesmo laboratório possam ser comparadas.**

## Bibliografia

- 01 - Society of Automotive Engineers.// Residual stress measurement by x-ray diffraction. // Warrendale, Pa., 1980.
- 02 - MAEDER. G.; LEBRUM, J.L. ; SPRAVEL J.M. //Present possibilities for the x-ray diffraction method of stress measurement.// NDT Int. 14 (5): 235 -47, 1981.
- 03 - PATHIRAJ, B. & VASUDEVAM, R. // Residual stress in materials and their measurements by x-ray. // TISCO, 24 (3): 109 - 20, 1977.
- 04- GREENOUGH, G. B. // Residual stresses associated with lattice strain in osgood, W.R. //, Residual Stresses in Metals and Metal Construction. New York: Reinhold Publixhing Co., 1954.
- 05 - RUUD, C. O. // A review of selected non-destructive methods for residual stress measurement. // NDT Int. 15 (1): 15 - 23, 1982.
- 06 - RUUD, C. O. // A review of non-destructive methods for residual stress measurement. // LMet. 33 (7): 35 - 39, 1981.
- 07 - LANDAU, L. ET LIFCHITZ, E. // Théorie de L'Elasticité // 2 ed // Éditions Mir, Moscou, 1967. (7o. tome du Cours de Physique Théorique).
- 08 - BARRET, C. S. & MASSALSKI, T. B. // Structure of metals. // 3 ed. // Oxford, Pergamon, 1980. // (International series on materials science and technology, 35).
- 09 - CULLITY, B.D. // Elements of x-ray diffraction. // 2 ed.// Reading, Mass., Addison-Wesley, 1978.
- 10 - WARREN, B. E. // X-ray diffraction. // Reading, Mass., Addison-Wesley, 1969.
- 11 - KLUG, H. P. & ALEXANDER, L. // X-ray procedures for polycrystalline and amorphous materials. // 2 ed. // New York, John Wiley, 1974.
- 12 - MARTINEZ, L. G. // Desenvolvimento e implantação de uma técnica de análise de perfis de difração de raios-X para a determinação da energia de falha de empilhamento de metais e ligas de estrutura CFC. // São Paulo, 1990. // (Dissertação de Mestrado, IPEN).
- 13 - RIGAKU DENKI. // Diffractometer: instruction manual. Tokyo, s.d.
- 14 - MYASNIKOV, Yu. G. // X-ray diffractometers for examining and inspecting stressed-strained materials. // Ind. Lab., 51 (7): 593 - 599, 1986.

- 15 - JAMES, M. R. & COHEN, J. B. // Study of the precision of x-ray stress analysis. // Adv. X-ray Anal., 20: 291 - 307, 1977.
- 16 - ZANTAPULOUS, H. & JACTZAK, L. F. // Systematic errors in x-ray diffractometer stress measurement due to specimen geometry and beam divergence. // Adv. X-ray Anal., 14: 360 - 375, 1971.
- 17 - CHRENKO, R. M. // X-ray residual stress measurements using parallel beam optics. // Adv. X-ray Anal., 20: 393 - 402, 1977.
- 18 - MACHERAUCH, E. & WOLFSTEEG, U. // A modified diffractometer for x-ray stress measurements. // Adv. X-ray Anal., 20: 369, 1977.
- 19 - LINDROOS, J. K. // A camera method for the measurements of stresses by x-ray diffraction. // Jernkontorets Ann., 154: 25 - 33, 1970.
- 20 - PREVEY, S. P. // X-ray diffraction residual stress techniques. //
- 21 - BOLSTAD, D. A. & QUIST, W. E. // The use of a portable x-ray unit for measuring residual stresses in aluminum titanium and steel alloys. // Adv. X-ray Anal., 8: 28 - 37 1965.
- 22 - NORTON, J. T. // X-ray stress measurements by the single-exposure technique. // Adv. X-ray Anal., 11: 401 - 411, 1968.
- 23 - RUUD, C. O. // X-ray diffraction: the non-destructive method for residual stress measurement.//
- 24 - RUUD C. O. & SNOHA, D. J. // Displacement errors in application of portable x-ray diffraction stress measurements instrumentation. // J.Met., 36 (2): 32 - 38, 1984.
- 25 - GUIMARÃES, L. R. & IMAKUMA, K. // Determinação da tensão residual por difração de Raios-X.// III Seminário Brasileiro de Engrenagens.
- 26 - JACTZAK, C. F. & BOEHN, H. H. // The effects of x-ray optics on residual stress measurement in steel. // Adv. X-ray Anal., 17: 354 - 371, 1974.
- 27 - MARION, R. H. // Ph.D Thesis, Northwestern University, Evanston Illinois (1972).
- 28 - MARION, R. H. & COHEN, J.B. // Anomalies in measurement of residual stress by x-ray diffraction. // Adv. X-ray Anal., 18: 466 - 497, 1975.
- 29 - SHORT, M. A. & KELLY, C.J. // Intensity correction factors for x-ray diffraction measurements of residual stress. // Adv. X-ray Anal., 16: 379 - 385, 1972.

- 30 - DOI, O. & IMURA, T. // Both surface removal: both surface x-ray diffraction, method for residual stress measurement in a hollow cylinder. // Bull. JSME, 27 (223): 13 - 16, 1984.
- 31 - DOI, O. & UKAI, T. // Measurement of residual stress in a sphere by x-ray under consideration of its penetration. // Bull. JSME, 24 (196): 1725 - 1729, 1981.
- 32 - MOORE, M. G. & EVANS, W.P. // Corection for stress layers in x-ray diffraction residual stress analysis. // SAE Trans., 66: 340 - 345, 1958.
- 33 - KOISTINEN, D. P. & MARBURGER, R. E. // A simplified procedure for calculating peak position in x-ray residual stress measurements on hardned steel. // Trans ASME, 51: 537 - 555, 1959.
- 34 - PREVEY, P.S. // Accuracy of x-ray diffraction residual stress measurement. // In: SHOEMAKER, C. E. // Workshop proceedings: u-bend tube cracking in steam generators. // Palo Alto, Ca., Eletric Power Research Inst., 1981. // (EPRI-WS-80-136).
- 35 - CULLITY, B.D. // Some problems in x-ray stress measurements. // Adv. X-ray Anal., 20: 259 - 271, 1977.
- 36 - BARRETT, C. S. // Stress measurement and precision diffraction angles on large grained specimens. // Adv. X-ray Anal., 25: 339 - 341, 1982.
- 37 - RUUD, C. O.; SNOHA, D. J.; IVKOVICH, D. P. // Experimental methods for determination of precision and estimation of accuracy in XRD residual stress measurement. // Adv. X-ray Anal., 30: 511 - 518, 1985.
- 38 - MARION, R. H. & COHEN, J. B. // The need for experimentally determinid x-ray elastics constants. // Adv. X-ray Anal., 20: 355, 1976.
- 39 - KELLY, C. J. & SHORT, M. A. // Errors in residual stress measurement due to random conting statistics. // Adv. X-ray Anal., 14: 377 - 385, 1972.