

PROJETO E CONSTRUÇÃO DE UM GONIÔMETRO AUTOMÁTICO DE TEXTURA

NELSON BATISTA DE LIMA

Departamento de Processos Especiais, IPEN-CNEN/SP

EDUARDO WINSTON PONTES

PAULO ROBERTO BUENO MONTEIRO

Departamento de Tecnologia de Reatores, IPEN-CNEN/SP

KENGO IMAKUMA

Departamento de Processos Especiais, IPEN-CNEN/SP

RESUMO

Descrevem-se o projeto e construção de um goniômetro de textura com as seguintes características:

1- adaptável ao goniômetro de varredura mod. SG-7 ou SG-8 da Rigaku-Denki;

2- faixa de ângulos mensuráveis de:

a) método de transmissão de Schulz

α : 0° a 70°
 β : 0° a 360°
 2θ : 15° a 116°

b) método de reflexão de Schulz

α : 0° a 70°
 β : 0° a 360°
 2θ : 15° a 160°

3- rotação α (qualquer passo múltiplo de $0,1^\circ$);

4- rotação β (qualquer passo múltiplo de $0,1^\circ$).

As interfaces foram projetadas e montadas a fim de possibilitar a contagem dos dados e controle do goniômetro de textura por meio de motores de passo.

INTRODUÇÃO

O levantamento de figura de polo em metais e ligas é na maioria dos casos efetuado por difração de raios-X com ajuda de um goniômetro de textura que permite o giro da amostra em torno de quatro eixos.

Em goniômetros de textura não automáticos, a varredura dos ângulos para coleta de dados é restrita a poucas opções; se o processamento dos dados não for feito "on-line", consome-se muito tempo entre medida das intensidades e o levantamento da figura de polo, [1], [4].

O uso da técnica de motores de passo acoplado a um micro-computador permite uma considerável versatilidade nos passos de varredura dos ângulos, sendo possível a utilização de novas estratégias de análise e levantamentos de figuras de polos com significativa economia de tempo.

O objetivo desse artigo é descrever o projeto e construção de um goniômetro automático de 2 eixos, operado por motores de passo, adaptável ao goniômetro de varredura SG-7 ou SG-8 de fabricação Rigaku-Denki. Para permitir a operação desse goniômetro de textura tem-se desenvolvido programas computacionais em linguagem "basic" que permite efetuar modos de varreduras que não se restringem apenas aos modos convencionais.

DESCRIÇÃO DA TEXTURA POR FIGURA DE POLOS

Uma orientação cristalográfica "g" de um cristalito individual em uma amostra policristalina é definida pela orientação do sistema de coordenada cristalina "K_C" em relação ao sistema de coordenada da amostra "K_A", figura 1.

A orientação de uma direção cristalográfica específica [uvw] pode ser determinada por duas coordenadas angulares α e β . O cristalito ainda pode girar em torno dessas direções e, portanto, é necessário fixar um terceiro parâmetro para descrever completamente a orientação do cristal, i.e. o parâmetro δ , figura 1, [2].

Se a direção [uvw] da figura 1 é normal ao plano de difração (hkl), então a intensidade difratada depende de δ . Portanto a partir de experimento de difração para levantamento de figura de polo, em amostras policristalinas, pode-se obter a distribuição de orientações da direção cristalográfica [uvw] como função de α e β , conhecida como figura de polo (hkl). Logo a figura de polo (hkl) é uma projeção bidimensional ao longo da coordenada δ [2].

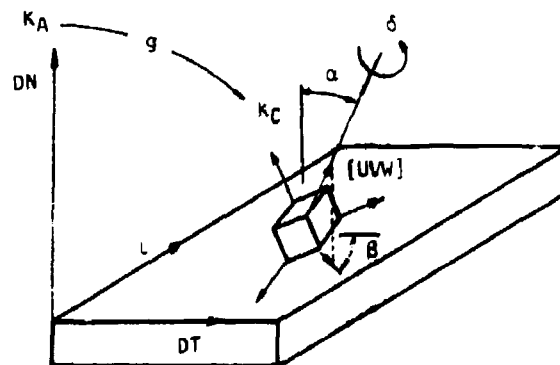


FIGURA 1. Sistema de coordenada da amostra K_A e o sistema de coordenada do cristal K_C. A orientação g de K_C em relação a K_A pode ser descrita pelos ângulos α e β de uma direção [uvw] e o ângulo de rotação δ em torno de [uvw].

PRINCÍPIOS DO GONIÔMETRO DE TEXTURA

Para amostras planas, o método mais conveniente para levantamento da figura de polo é o método de Schulz [3], pois utilizando-se de fendas convenientes, não é necessário nenhuma correção para absorção ou desfocalização desde o centro da figura de polo até apro-

madamente 70° .

Para se efetuar o método de Schulz é necessário um suporte para amostra, com 2 eixos, acoplado ao difratômetro (que possui o giro θ e 2θ). Todo esse conjunto forma o goniômetro de textura que possui, portanto, 4 eixos; a geometria do goniômetro é mostrado na figura 2

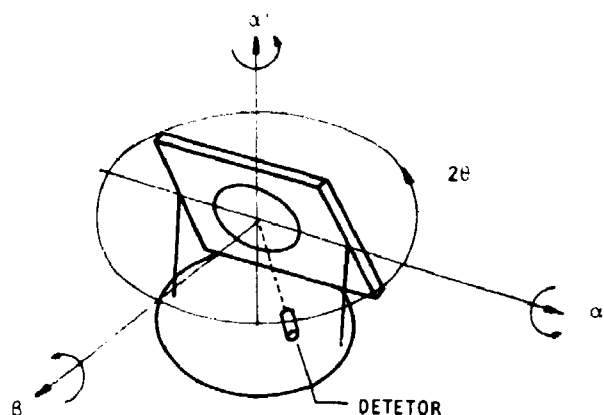


Figura 2. Geometria do goniômetro de textura. O eixo β é perpendicular a superfície da amostra, e os eixos α e α' são perpendiculares a β . No caso de transmissão fixamos $\alpha=0$ e rotamos α' e no caso de reflexão fixamos $\alpha'=0$ e rotamos α .

GANIÔMETRO AUTOMÁTICO DE TEXTURA

O goniômetro de textura, mostrado na figura 3, consiste de 3 partes principais:

- fonte de raios-X com sistema primário de colimação do feixe.
- um difratômetro horizontal de varredura que fornece o giro θ e 2θ ; o detector de cintilação situa-se no braço 2θ , junto com o sistema de fendas secundário. Uma caixa de redução, para controle automático do giro θ e 2θ por meio de motores de passo, está em fase de conclusão, e
- um goniômetro de 2 eixos montado sobre a base da varredura θ do difratômetro que proporciona a varredura α e β ; ambos os movimentos são equipados com motores de passo, operando com passo mínimo de $0,1^\circ$.

A faixa angular mensuráveis são:

- para reflexão:
 - $15^\circ < 2\theta < 150^\circ$
 - $0^\circ < \beta < 360^\circ$
 - $0^\circ < \alpha < 70^\circ$
- para transmissão
 - $15^\circ < 2\theta < 116^\circ$
 - $0^\circ < \beta < 360^\circ$
 - $15^\circ < \alpha < 70^\circ$

Os itens a e b fazem parte do goniômetro de varredura convencional já em disponibilidade em nosso laboratório, pois, são aparelhos adquiridos junto à Rigaku Denki & Co.

O presente trabalho consistiu, então, em construir os seguintes acessórios: i) um goniômetro de dois eixos totalmente automático que se adaptasse ao goniômetro de varredura já existente, e ii) interfaces e sistema de controle e aquisição de dados.

DESCRIÇÃO DO EQUIPAMENTO

A figura 4 mostra o arranjo esquemático do sistema. O sistema de controle compõe-se de um microcomputador Micro-engenho (da linha Apple) de 64 Kbytes de memória, uma impressora, dois acionadores de disco e um vídeo, todos de fabricação nacional.

O micro-computador controla os motores de passo do goniômetro de dois eixos em suas funções elementares, giro α e β . Para tanto projetou-se e construiu-se, no IPEN-CNEN/SP, a interface entre os acionadores dos motores e o micro-computador. Essa interface permite, por meio de "software" apropriado, selecionar a velocidade, sentido e o número de passo dos motores.



Figura 3. Goniômetro de textura consistindo de:
a- Tubo de raios X com sistema primário de fendas.
b- Goniômetro de 2 eixos.
c- Difratômetro de varredura.

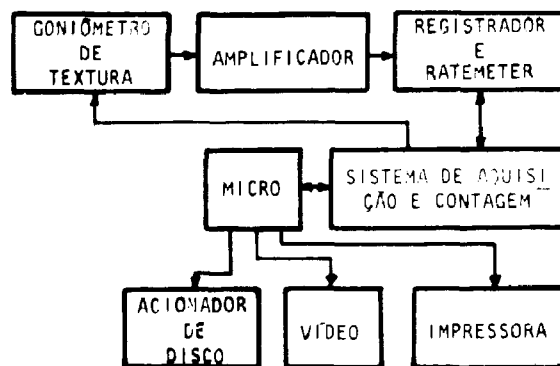


Figura 4. Arranjo esquemático do sistema.

Complementando o sistema eletrônico de aquisição de dados já existente no laboratório, ou seja, contador, amplificador, ratemeter e registrador, foi construído uma interface entre o micro-computador e o sistema acima para armazenamento de dados e controle de contagens. O armazenamento de dados é primeiramente feito no micro e na impressora e, em blocos, é guardado em disco flexível para posterior processamento dos dados. Este procedimento pode ser alterado por meio do "software".

Para se realizar a interface, entre o micro-computador e o conjunto motores de passo-difratômetro, foi

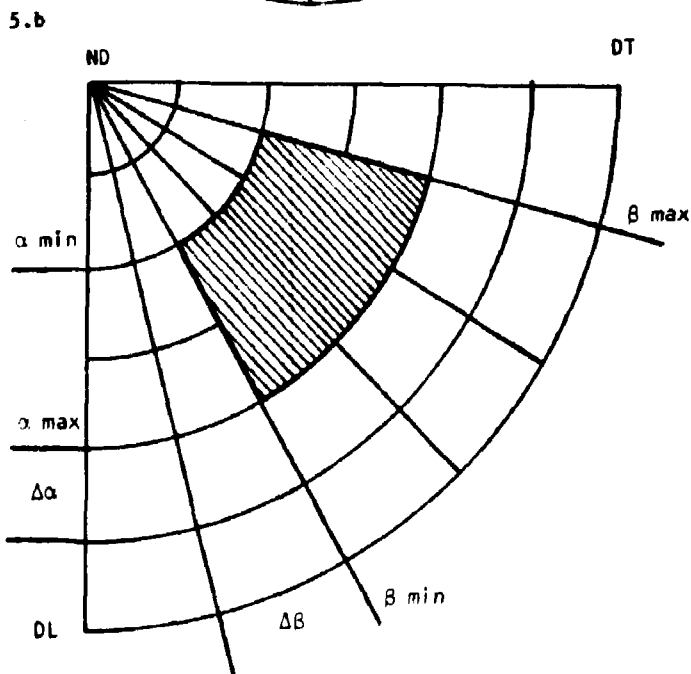
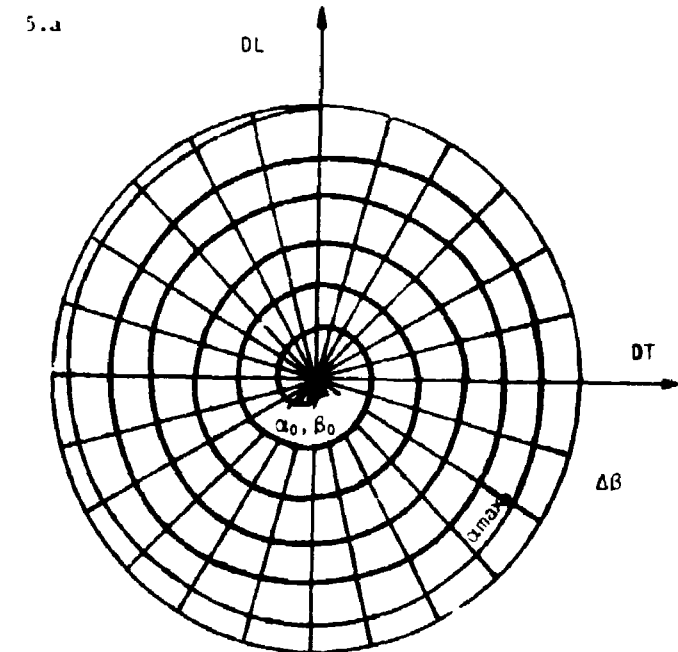


Figura 5. Modos de varredura convencionais
5.a) varredura em espiral
5.b) varredura passo a passo

desenvolvido um módulo de aquisição e controle que acomoda 3 interfaces para acionamento dos motores de passo e uma interface para ser conectada ao contador de pulsos. Além disso, o módulo de aquisição e controle permite o controle manual dos motores de passo.

As interfaces de aquisição de dados e controles de motores, situados no micro-computador, permitem seu acoplamento ao módulo de aquisição e controle.

NOVAS OPÇÕES

Em goniômetro de textura não automáticos, dois tipos de varredura são possíveis: i) varredura em espiral, figura 5-a e ii) varredura passo a passo, com largura de passo restrito a opções pré-determinadas pelo projeto mecânico, figura 5-b. Em varreduras desse tipo, a figura de polo é uma projeção estereográfica com pontos equidistantes, ou em círculos concêntricos

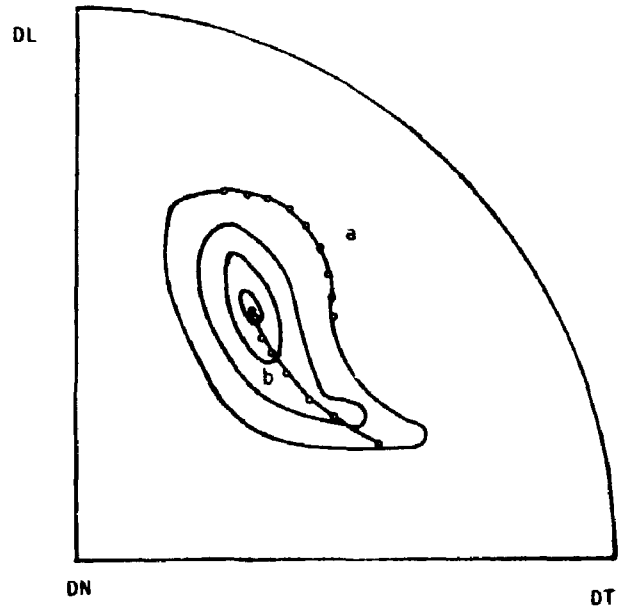


Figura 6. Varredura iterativa
a) varredura de isolinha
b) pesquisa do pico de maior intensidade.

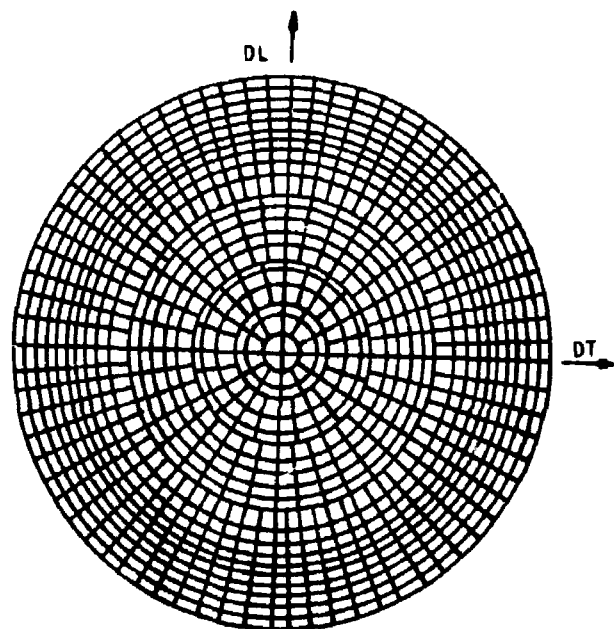


Figura 7. Varredura passo a passo de regiões de mesma área, segundo Morris (7).

ou em espiral.

Em goniômetros de textura controlado por motores de passo, acoplado a um micro-computador pode-se fazer outros tipos de varredura, além dos citados, por simples mudança de "software". Dentre essas varreduras podemos citar:

- varredura iterativa, onde as coordenadas do ponto seguinte depende da intensidade obtida no ponto imediatamente anterior, figura 6. Com varredura iterativa podem-se estudar: i) varredura de isolinhas, ii) pesquisa do pico de maior intensidade e iii) passos variáveis de varredura para aumentar a precisão da medida da figura de polo em regiões de alto gradiente de intensidade, [1].

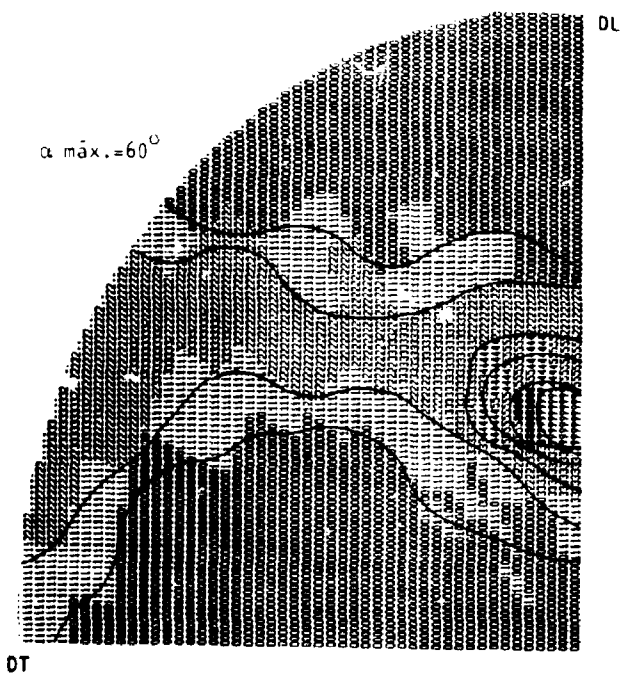


Figura 8. Figura de polo (111) de Cu laminado com 95% de redução.

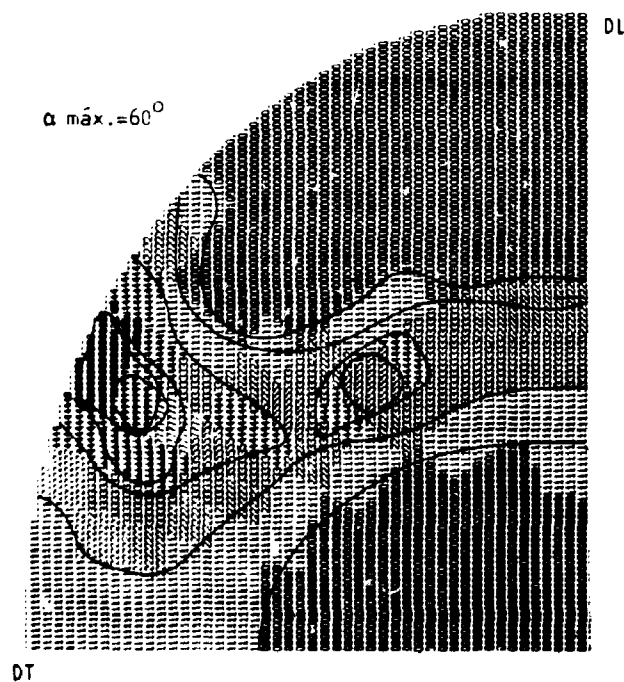


Figura 9. Figura de polo (100) de Cu laminado com 95% de redução.

- b) varredura de área constante, onde passos diferentes de varredura são utilizadas para que a área coberta na figura de polo, para cada passo, sejam iguais. Uma varredura de área constante, segundo Morris [7], é mostrado na figura 7.
- c) varredura contínua dos ângulos, onde fixa-se ou θ ou ϕ e faz-se a varredura contínua em torno de um dos dois eixos, registrando a intensidade em um graficador x, t .

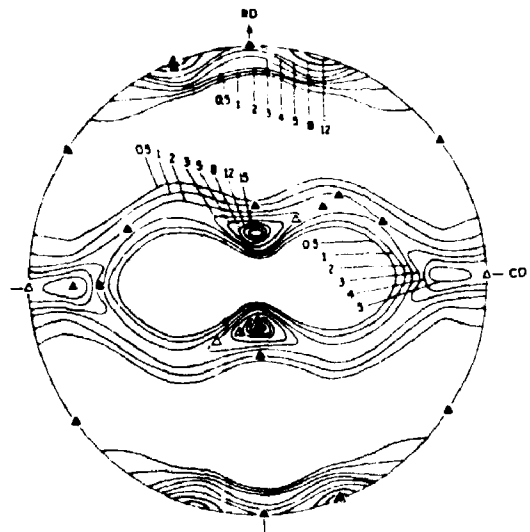


Figura 10. Figura de polo (111) de Cu laminado com 96,6% de redução. Segundo H. Hu e S.R. Goodman [5].

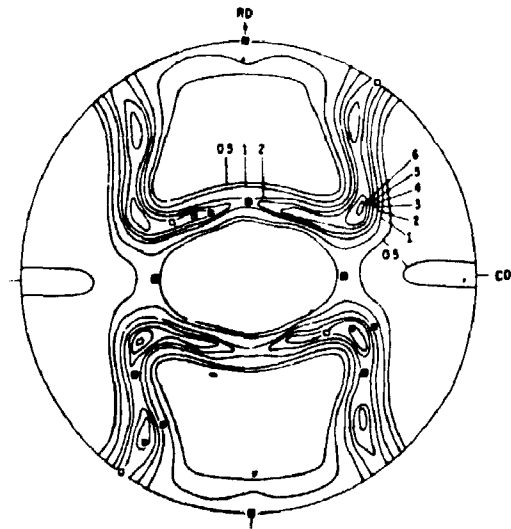


Figura 11. Figura de polo (100) de Cu laminado com 96,6% de redução. Segundo H. Hu e S.R. Goodman [5].

Os programas de varredura iterativa não se encontram ainda incorporados em nosso micro-computador.

No presente trabalho, o micro-computador realiza o controle dos motores de passo e armazenamento de dados além de realizar o processamento, i.e., corrige a radiação de fundo, absorção, desfocalização no caso de transmissão, normaliza e levanta a figura de polo.

TESTES DE OPERAÇÃO

Para testar a operacionalidade do goniômetro, algumas figuras de polo foram levantadas pelo método de reflexão. Destacam-se aqui as figuras de polo (111) e (200) determinadas em uma amostra de cobre laminado à 95%, figuras 8 e 9; os números, de zero a nove nas referidas figuras, representam várias faixas de intensidade medidas, em ordem crescente.

A preparação, da amostra de cobre, foi feita segundo Bunge [6], lixando-se a chapa laminada até cerca de 45% da espessura e a seguir atacando-se com ácido nítrico até atingir-se o centro.

O desempenho do goniômetro foi avaliado, comparando-se as figuras de polo levantadas neste trabalho, figuras 8 e 9, com as figuras de polo típicas de chapa de cobre laminada a 96,6%, mostradas nas figuras 10 e 11, [5].

AGRADECIMENTOS

Os autores consignam seus agradecimentos ao Sr. Cristiano Stefano Mucsi, responsável pelo desenho e de talhamento técnico do projeto mecânico deste trabalho.

REFERÊNCIAS

- [1] Puch, K-H., Klein, H. and Bunge, H-J., "A New Computer Operated Texture Goniometer". Z.Metallkunde, vol. 75, 1984, pp. 133-139.
- [2] Bunge, H-J. and Puch, K-H., "Principles of Texture Goniometer Measurements", Z.Metallkunde, vol. 75, 1984, pp. 124-132.
- [3] Barret, C. and Massalski, T.B., Structure of Metals, Pergamon Press, Oxford, 1980, pp. 201-203.
- [4] Richard Desper, C., "A Computer-Controlled X-ray Diffractometer for Texture Studies of Polycrystalline Materials", Advanced in X-ray Analysis, vol. 12, 1969, pp. 404-417.
- [5] Hu, H. and Goodman, S.R., "(111) and (200) pole figures of electrolytic copper rolled 96.6 percent at 25°C", In Structure of Metals, Pergamon Press, Oxford, 1980, pp. 556-557.
- [6] Runge, H-J., 1984, Comunicação Pessoal.
- [7] Morris, P.R., In "A New Computer Operated Texture Goniometer", Z.Metallkunde, vol. 75, 1984, pp. 135-136.