

# O EFEITO DA ESPESSURA NA TOPOLOGIA DOS GRÃOS EM UMA LIGA Al – 1% MASSA Mn COM CRESCIMENTO NORMAL DE GRÃO <sup>1</sup>

Gláucio Soares da Fonseca<sup>2</sup>  
Paulo Rangel Rios<sup>3</sup>

## Resumo

Amostras da liga Al-1% Massa Mn, com 3 mm de espessura, foram laminadas 95% a frio e tratadas termicamente a 620 °C de 1h a 7 dias, com o objetivo de obter o tamanho de grão próximo da ordem de grandeza da espessura. A caracterização da microestrutura é realizada através de medidas metalográficas triviais, como: o comprimento médio das intersecções dos grãos,  $\lambda$ , a área do contorno de grão por unidade de volume,  $S_V$ , e medidas pouco usuais, como: o número de pontos de tangencia entre uma linha teste e o contorno curvado do grão em uma seção por unidade de área,  $T_A$ , o número de grão por unidade de área,  $N_A$ , o número de pontos triplos por unidade de área,  $P_A$ . As combinações dessas medidas fornecem as curvaturas presentes nos grãos. Com o tamanho de grão na ordem de grandeza da espessura, foi suposto que o crescimento normal de grão ocorreria em 2D e 3D. Logo, modelos geométricos para a curvatura em 2D são deduzidos e os dados experimentais são comparados com modelos em 2D e 3D, estes já deduzidos em trabalhos anteriores. O efeito da espessura, nas curvaturas do grão é analisado.

**Palavras-chave:** Curvatura; Crescimento de grão; Espessura; Modelamento.

## THE THICKNESS EFFECT IN THE TOPOLOGY OF THE GRAINS IN AN Al-1 MASS % Mn ALLOY WITH NORMAL GRAIN GROWTH

### Abstract

Samples of the Al-1% Mass Mn alloy, with 3 mm of the thickness, were cold rolled 95% and heat treated in 620°C of 1h until 7 days, with objective to get the mean intercept length,  $\lambda$ , in the thickness magnitude. Microstructural characterization is carried by standard metallographic techniques as mean intercept length, and grain boundary area per unit of volume,  $S_V$ , that combined with rare measures, as: the number of points of tangency between a sweeping test line and a curved grain boundary trace on a section per unit test area,  $T_A$ , the number of grains per unit of area,  $N_A$ , and the number of triple points per unit of area,  $P_A$ , they result in the grains curvatures. With the mean intercept length in the thickness magnitude, it was presumption that the normal grain growth would occur in 2D and 3D. So, geometrical models for curvatures in 2D were derived and experimental measures are compared with models in 2D and 3D, these were proposed in a previous works. The thickness effect, on the grain curvatures is analyzed.

**Key words:** Curvature; Grain growth; Thickness; Modeling.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 62° Congresso Anual da ABM – Internacional, 23 a 27 de julho de 2007, Vitória – ES, Brasil.

<sup>2</sup> Engenheiro Químico, Mestre em Engenharia Metalúrgica, aluno do curso de Doutorado em Engenharia Metalúrgica na Universidade Federal Fluminense – UFF. [glaucio@metal.eeimvr.uff.br](mailto:glaucio@metal.eeimvr.uff.br)

<sup>3</sup> Professor Ph. D, do curso de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica da EEIMVR/UFF. [prrios@metal.eeimvr.uff.br](mailto:prrios@metal.eeimvr.uff.br)

## INTRODUÇÃO

O grão em 3D é representado por figuras geométricas conhecidas como poliedros. Glicksman e Rios em trabalhos recentes,<sup>(1,2)</sup> apresentam grãos como um poliedro médio de  $N$  faces, os ANHs. Os poliedros são formados pela combinação de faces e arestas. Em 3D as faces são os contornos de grão. Em 2D o grão é representado por polígonos. Nesse caso os contornos de grão são as arestas do polígono e os vértices em 2D representam as arestas do grão em 3D.

A topologia dos grãos pode ser estudada através das curvaturas existentes. Em um grão, dependendo do ponto de vista, existem 3 curvaturas que descrevem a microestrutura. Em trabalhos anteriores<sup>(3,4)</sup> foram apresentados modelos para o cálculo dessas curvaturas, baseados nos trabalhos de Cahn e DeHoff,<sup>(5,6)</sup> dependendo do ponto de vista analisado. Nesses modelos as curvaturas são obtidas através de combinações entre duas medidas de metalografia. Aqui será apresentado apenas um resumo para obtenção dessas expressões. Para o conhecimento do leitor, nesse trabalho a sugestão de Taylor<sup>(7)</sup> é seguida, ou seja, a curvatura média é a soma das curvaturas principais normais. Outros autores<sup>(5,6)</sup> fazem à média aritmética. Logo, para comparar com esses autores é necessário multiplicar por um fator 2.

O primeiro ponto de vista de analisar o policristal é considerá-lo como uma coleção de interfaces individuais. Nesse caso a expressão para curvatura média é:

$$H_c = \frac{2\pi T_A}{S_V} \quad (1)$$

Em que  $H_c$  é a curvatura média do contorno de grão,  $T_A$  é o número de pontos de tangencia entre uma linha teste e um traço curvado do contorno de grão em uma seção por unidade de área.<sup>(6,8,9)</sup>  $S_V$  é a área interfacial por unidade de volume de grãos agregados.

Um outro caminho de analisar um policristal é vê-lo como uma coleção de grãos individuais. Nas palavras de DeHoff, ver o policristal desintegrado. Nesse caso, a curvatura média é dada por:<sup>(8)</sup>

$$H_g = \frac{2\pi N_A}{S_V} \quad (2)$$

Em que  $H_g$  é a curvatura média de um grão individual,  $N_A$  é o número de grãos por unidade de área.

Um terceiro ponto de vista para um policristal é reconhecer que, quando ele é separado em grãos poliedrais então cada elemento da superfície curvada do contorno de grão em um grão particular está combinado exatamente por um elemento de igual e oposta curvatura no grão que era incidente em cima dele no policristal.<sup>(8)</sup> Nesse caso, a medida chave é  $P_A$ , o número de pontos triplos por unidade de área de uma seção plana.

$$H_a = \frac{\pi P_A}{S_V} \quad (3)$$

Em que  $H_a$ , é a curvatura média das arestas dos grãos.

Os autores em trabalhos anteriores deduziram modelos geométricos simples.<sup>(3,4)</sup> Esses modelos relacionam cada curvatura com o comprimento médio das intersecções dos grãos,  $\lambda$ , como apresentado abaixo:

$$H_c = \frac{2}{3} \lambda^{-1} \quad (4)$$

$$H_g = \frac{8}{3} \lambda^{-1} \quad (5)$$

$$H_a = 2\lambda^{-1} \quad (6)$$

As Equações 1, 2 e 3 fornecem as curvaturas através de medidas de metalografia. Os valores obtidos da curvatura através dessas Equações são comparados com as Equações 4, 5 e 6, que são modelos geométricos baseados em grãos em 3D. Para grãos da ordem de grandeza da espessura, é natural supor o seu crescimento em 2D. Assim é necessário deduzir novamente as Equações 4, 5 e 6, utilizando quantidades em 2D. Essa dedução será apresentada na seção de resultados.

Curvaturas raramente são medidas<sup>(3,4,10-12)</sup> e não se tem um trabalho relevante na literatura sobre o efeito de grãos na ordem de grandeza da espessura sobre a sua topologia.

Nesse trabalho, todas as três curvaturas médias são medidas em uma liga Al-1%massa Mn de alta pureza e os resultados são interpretados com a ajuda de modelos geométricos simples, considerando o grão em 2D e 3D e o efeito da espessura na curvatura do grão é analisado

## MATERIAIS E MÉTODOS

Uma liga de Al-1%massa Mn de alta pureza com o total de impureza menor que 40 ppm foi usada. As amostras da liga foram inicialmente recozidas a 500°C por 4 dias para assegurar que elas encontrassem o equilíbrio. Na seqüência, um grupo de amostras foi laminado. Esse grupo de amostras foi deformado 95%. Foram utilizadas 14 amostras com 1,4 cm de comprimento, 1,2 cm de altura e 3 mm de espessura. Com o objetivo de estudar grãos na ordem de grandeza da espessura e com base em trabalhos anteriores,<sup>(3,4,13)</sup> o tratamento térmico para o crescimento de grão foi realizado a 620°C ns tempos de 1h, 2h, 3h, 4h, 8h, 12h, 16h, 24h, 48h, 72h, 96h, 120h, 144h, 168h.

Área do contorno de grão por unidade de volume,  $S_V$ , e o comprimento médio das intersecções dos grãos,  $\lambda$ , foram medidos por técnicas metalográficas padrão.<sup>(9)</sup> Apenas na 1º amostra com o tempo de 1h, a integral da curvatura do

contorno de grão foi medida usando o método da tangente de DeHoff.<sup>(8,9)</sup>  $T_A$ , o número de pontos de tangencia entre uma linha teste e um traço curvado do contorno de grão em uma seção por unidade de área foi medido assim como  $N_A$  e  $P_A$ .<sup>(9)</sup> A partir da 2ª amostra com o tempo de 2h, o grão tinha o  $\lambda$  em torno de 1 mm, assim o método de DeHoff que se baseia em sobrepor uma grade quadrada e contar  $T_A$ ,  $N_A$  e  $P_A$ , tornou-se obsoleto. Já que mesmo com o menor aumento obtido no Microscópio óptico Neophot, a grade quadrada ficava dentro dos grãos, impedindo a contagem. Para solucionar o problema foi utilizada a própria face da amostra como a grade. Erros experimentais são mostrados como barras de erros nas figuras da próxima seção.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### Área do Contorno de Grão por Unidade de Volume, $S_V$ .

A Figura 1 apresenta a área do contorno de grão por unidade de volume,  $S_V$ , em função do tempo de tratamento térmico. Com o crescimento do grão,  $\lambda$ , aumenta e a área dos contornos por unidade de volume,  $S_V$ , diminui. Nota-se pela Figura 1 que ocorreu o crescimento de grão até em torno de 8h, depois o grão médio permanece praticamente constante até o último tempo de tratamento, 7 dias. Nesse tempo indica que ocorreu um pequeno aumento do tamanho de grão. A seguir as amostras serão referidas como amostras “95%”.

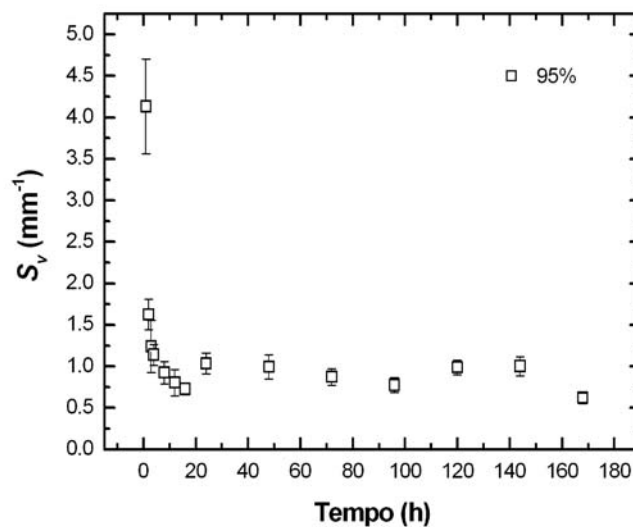


Figura 1 –  $S_V$  x tempo

### Curvaturas versus o comprimento médio das intersecções dos grãos: Comparações com modelos geométricos em 2D e 3D.

As Figuras 2, 3 e 4 apresentam as curvaturas versus o comprimento médio das intersecções dos grãos. Os resultados são comparados com modelos geométricos em 2D e 3D. Os modelos em 3D são apresentados pelas Equações

4, 5 e 6. Aqui serão deduzidos os modelos em 2D para cada curvatura. Para diferenciar da curvatura em 3D, na qual é utilizada a letra  $H$  para representá-la, em 2D será utilizada a letra  $k$ .

Uma relação entre a curvatura do contorno de grão em 3D e o comprimento médio das intersecções,  $\lambda$ , foi proposta em trabalhos anteriores (3,4). A relação em 2D será derivada aqui de forma análoga a 3D, apenas utilizando quantidades em 2D substituindo as quantidades em 3D. Durante o crescimento de grão a área é conservada, de modo que a área de grãos que desaparecem corresponde exatamente ao aumento da área dos grãos que crescem. O crescimento ou desaparecimento do grão são realizados pela migração do contorno.  $dA_S$  representa a área varrida pelo movimento do contorno de grão. Uma expressão aproximada para a área varrida pode ser encontrada considerando  $N$  grãos iguais de área média  $A$ . Em uma situação idealizada  $N - dN$  grãos crescem por  $dA$  enquanto  $dN$  grãos de área  $A$  desaparecem, logo a área total,  $A_T = NA = (N-dN)(A+dA)$ , permanece constante. A área varrida devido ao deslocamento dos contornos é  $dA_S = (N-dN)dA = NdA$ . Como resultado do movimento do contorno de grão, o comprimento total dos contornos  $L_T$  diminui por  $dL_T$ . A curvatura média do contorno de grão,  $k_c$ , pode ser encontrada por:

$$k_c = -\frac{dL_T}{dA_S} \quad (7)$$

O sinal negativo é incluído porque  $dL_T$  é negativo assim a curvatura média se torna positiva. O número total de grãos,  $N$ , é igual a  $A_T/A$  e o comprimento dos contornos por unidade de área,  $L_A$  é igual a  $L_T/A_T$ . Portanto, substituindo as expressões para a área varrida,  $dA_S$ , número total de grãos,  $N$  e  $L_A$  na Equação 7, obtém-se:

$$k_c = -A \frac{dL_A}{dA} \quad (8)$$

Para grãos iguais, pode-se considerar que o comprimento dos contornos de cada grão seja dado por  $L = \alpha l$  e sua área por  $A = \beta l^2$ , onde  $l$  é uma escala conveniente de comprimento para o grão.  $L_A$  é então igual a  $(\alpha/2\beta)l^{-1}$ . Fazendo as derivadas da área,  $dA$ , e do comprimento dos contornos por unidade de área,  $dL_A$ , e substituindo na Equação 8 obtém-se:

$$k_c = \frac{\alpha}{4\beta L} \quad (9)$$

O comprimento médio das intersecções,  $\lambda$ , em 2D, pode ser encontrado, segundo Lawson (14) por:

$$\lambda = \frac{\pi A}{L} \quad (10)$$

ou

$$\lambda = \frac{\pi\beta L}{\alpha} \quad (11)$$

Rearranjando as equações 9 e 11, têm-se:

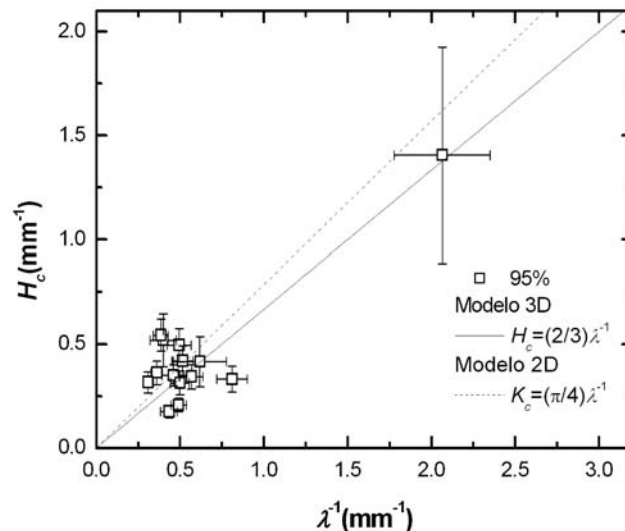
$$\frac{\alpha}{\beta} = 4Lk_c \quad (12)$$

$$\frac{\alpha}{\beta} = \frac{\pi L}{\lambda} \quad (13)$$

Finalmente combinando as equações acima, obtém-se:

$$k_c = \frac{\pi}{4} \lambda^{-1} \quad (14)$$

As Figuras 2, 3 e 4 apresentam respectivamente a curvatura média dos contornos de grão,  $H_c$ , dos grãos,  $H_g$ , e das arestas dos grãos,  $H_a$ , versus o inverso do comprimento médio das intersecções dos grãos,  $\lambda^{-1}$ . Os dados experimentais são comparados com modelos geométricos baseados em grãos em 3D e 2D. Com isso tem-se um limite inferior e um limite superior. Com grãos na ordem de grandeza da espessura, ou seja, com  $\lambda$  acima de 1mm é proposto aqui que alguns grãos cresçam em 2D e outros em 3D e como resultado as curvaturas médias permaneçam entre os dois modelos.

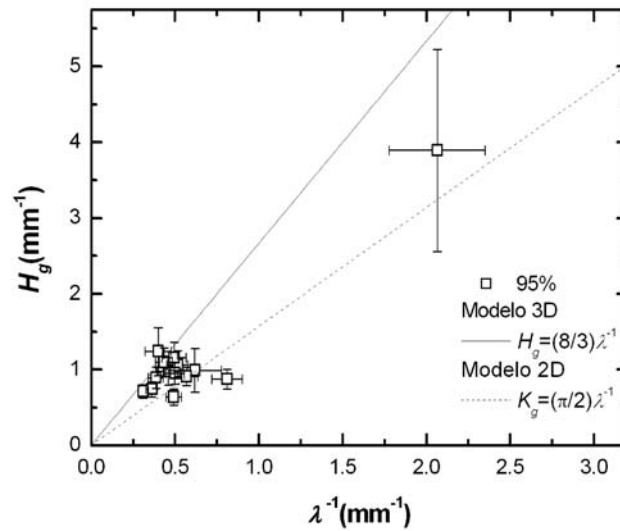


**Figura 2** – Curvatura média dos contornos de grão versus  $\lambda^{-1}$

Nota-se pela Figura 2 uma boa concordância com os modelos geométricos.  $H_c$  no modelo em 3D é igual a  $0,67 \lambda^{-1}$  e em 2D,  $k_c$  é igual a  $0,785 \lambda^{-1}$ . Essa é a menor diferença entre os modelos das três curvaturas e também a única em que a curvatura em 2D é maior que em 3D. Com modelos próximos uma análise mais detalhada é prejudicada.

Para encontrar uma relação entre a curvatura média de grãos individuais  $k_g$ , em 2D e o comprimento médio das intersecções dos grãos, considerou-se simplesmente que os grãos são círculos. Para círculos iguais de raio  $R$ , usando  $A = \pi R^2$  e  $L = 2\pi R$ , substituindo na Equação 10, chega-se a  $R=2\lambda/\pi$ . A curvatura média de um círculo, encontrada em livros didáticos,<sup>(15)</sup> e utilizada aqui como curvatura média do grão,  $k_g$ , é igual a  $1/R$ . Chega-se então a:

$$k_g = \frac{\pi}{2} \lambda^{-1} \quad (15)$$



**Figura 3** – Curvatura média dos grãos versus  $\lambda^{-1}$

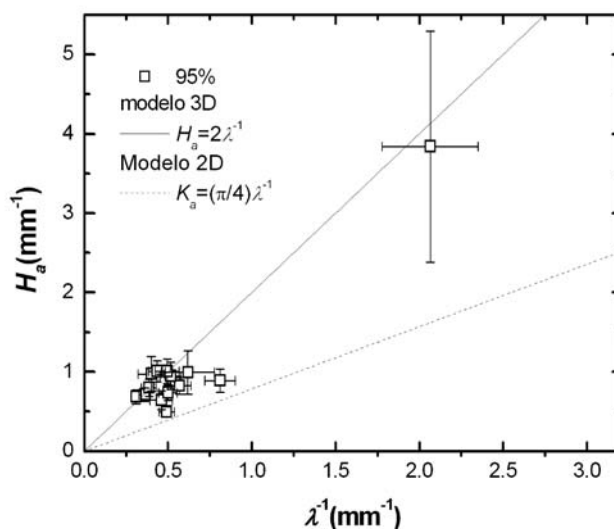
Nota-se a excelente concordância dos dados experimentais com os modelos referentes à curvatura média dos grãos.

A relação entre a curvatura média das arestas,  $k_a$ , em 2D e o comprimento médio das intersecções dos grãos pode ser obtida observando que:

$$k_g = k_c + k_a \quad (16)$$

Consequentemente:

$$k_a = \frac{\pi}{4} \lambda^{-1} \quad (17)$$



**Figura 4** - Curvatura média das arestas dos grãos versus  $\lambda^{-1}$

Nota-se a excelente concordância dos dados experimentais com os modelos referentes à curvatura média das arestas dos grãos.

Pelos resultados apresentados nas Figuras 2, 3 e 4, a hipótese considerada que grãos na ordem de grandeza da espessura podem crescer em 2D ou 3D foi excelente.

Para Lembrar o leitor que o ponto afastado do restante do grupo é amostra de 1h e a medida foi realizada pelo método de DeHoff, comentado na seção de materiais e métodos, em que com os grãos grandes, mesmo em menor aumento, a grade ficava dentro dos grãos impedindo a contagem, o que explica os erros apresentados. Por isso, nas amostras restantes, foi considerado a própria face da amostra como grade, o que diminuiu sensivelmente os erros, como é observado nas Figuras 2, 3 e 4.

## CONCLUSÕES

Medidas de curvatura são importantes para o crescimento de grão. Modelos geométricos foram propostos relacionando a curvatura média em 2D e 3D com o comprimento médio das intersecções dos grãos,  $\lambda$ , que é uma medida trivial. Com grãos na ordem de grandeza da espessura, ou seja, com  $\lambda$  acima de 1 mm, a hipótese considerada nesse trabalho que alguns grãos cresçam em 2D e outros em 3D e como resultado as curvaturas médias permaneçam entre os dois modelos foi excelente. Esses modelos mostraram uma boa concordância com medidas realizadas em uma liga Al-1% massa Mn.



## Agradecimentos

Esse trabalho teve o suporte do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico, CNPq, Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoa de Nível Superior, CAPES e a Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro, FAPERJ.

## REFERÊNCIAS

- 1 Glicksman, M.E. Analysis of 3-D network structures. **Philosophical Magazine**, v.85, p.3-33, 2005.
- 2 Rios, P.R.; Glicksman, M.E. Modeling polycrystals with regular polyhedra. **Materials Research**, v.9, n.2, p.231-236, 2006.
- 3 Rios, P.R.; Fonseca, G.S. Grain boundary curvature and particle pinning in an Al-1mass%Mn alloy. **Scripta Mater**, v.50, p.1373-1377, 2004.
- 4 Rios, P.R.; Fonseca, G.S. Geometrical models for grain, grain boundary and grain edge average curvature in an Al-1 mass%Mn alloy. **Scripta Mater** v.52, p.893-897, 2005.
- 5 Canh, J.W. The Significance of Average mean curvature and its determination by quantitative metallography. **Trans Metall Soc AIME**, v.239, p.610-616, 1967.
- 6 DeHoff, R.T. The Quantitative estimation of mean surface curvature. **Trans Metall Soc AIME**, v.239, p.617-621, 1967.
- 7 Taylor, J.E. II – Mean curvature and weighted mean curvature. **Acta Metall. Mater**, v.40, p. 1475-1485, 1992.
- 8 DeHoff, R.T. The Geometrical meaning of the integral mean curvature. **Microstructural Science**, v.5, p.331-348, 1977.
- 9 Russ, J.C.; DeHoff, R.T. **Practical Stereology** , 2<sup>nd</sup> Edition, Kluwer Academic, New York EUA, 2000.
- 10 Haroun, N.A .; Budworth , D.W. Modifications to the Zener formula for limitation of grain size. **J. Mater.Sci**, v.3, p. 326-328, 1968
- 11 Patterson, B.R.; Liu, Y. Relationship between grain boundary curvature and grain size **Metall Trans**, v.23A, p.2481-2482, 1992.
- 12 DeHoff, R.T.; Liu, G.Q. On the relation between grain size and grain topology. **Metall Trans A**, v.16A, p.2007-2011, 1985
- 13 Rios, P.R.; Fonseca, G.S. Grain boundary pinning by Al<sub>6</sub>Mn precipitates in an Al-1wt%Mn alloy. **Scripta Mater**, v.50, p.71-75, 2004.
- 14 Lawson, L.R. **Stereology and Stochastic Geometry**, Kluwer Academic, EUA, 2003.
- 15 Leithold, L. **O Cálculo com Geometria Analítica**, 3<sup>o</sup> Edição, Editora Harbra Ltda, v.2, Brasil, 1994.