

MEDIDA DAS CURVATURAS DO GRÃO EM METAIS E COMPARAÇÃO COM MODELOS GEOMÉTRICOS ¹

Fabiana Pinto Miguel Augusto ²
Gláucio Soares da Fonseca ³
Paulo Rangel Rios ⁴

Resumo

A curvatura média do contorno de grão, a curvatura média das arestas do grão e a curvatura média do grão foram medidas em amostras de estrutura cúbica de face centrada (liga Al-1% massa Mn) e em amostras de estrutura cúbica de corpo centrado (aço elétrico de grãos não orientados, aço microligado ao nióbio, aço livre de intersticiais e ferro puro). Modelos geométricos simples em função do comprimento médio das intersecções dos grãos foram usados como parâmetro de comparação, apresentando boa concordância com os dados experimentais.

Palavras-chave: Curvatura do contorno de grão; Curvatura da aresta do grão; Curvatura do grão; Regras de Plateau.

GRAIN CURVATURE MEASUREMENTS IN METALS AND COMPARISON WITH GEOMETRIC MODELS

Abstracts

The average grain boundary curvature, average edge curvature and average grain curvature were measured in face centered cubic structure samples (Al-1mass% Mn alloy) and in body face centered cubic structure samples (electric steel of non-oriented grains, Niobium-low alloyed steel, steel interstitial free and pure iron specimen). The resulting experimental data is compared with existing geometric models relating these three curvatures to the mean intercept length of the grains. The models showed good agreement with experimental data.

Key words: Average grain boundary curvature; Average edge curvature; Average grain curvature; Plateau Rules.

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

² Engenheira de Produção; Mestre em Engenharia Metalúrgica pela Universidade Federal Fluminense – UFF. fapma25@hotmail.com.

³ Engenheiro Químico, Mestre em Engenharia Metalúrgica, aluno do curso de Doutorado em Engenharia Metalúrgica na Universidade Federal Fluminense – UFF. glaucio@metal.eeimvr.uff.br

⁴ Professor Ph. D, do curso de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica da EEIMVR/UFF. prrios@metal.eeimvr.uff.br

INTRODUÇÃO

A microestrutura de metais é formada por grãos, ou seja, regiões tridimensionais sólidas que possuem átomos com mesma orientação cristalográfica, separadas de seus vizinhos pelo contorno de grão.

Fazendo uma análise bidimensional do encontro de três grãos em uma liga considerada isotrópica, o ângulo de equilíbrio entre eles deve ser igual ou muito próximo a 120° , como representado por *a* na Figura 1. Em três dimensões os ângulos tetraedrais devem ser aproximadamente iguais a $109,47^\circ$, como apresentado pela Figura 1.⁽¹⁾

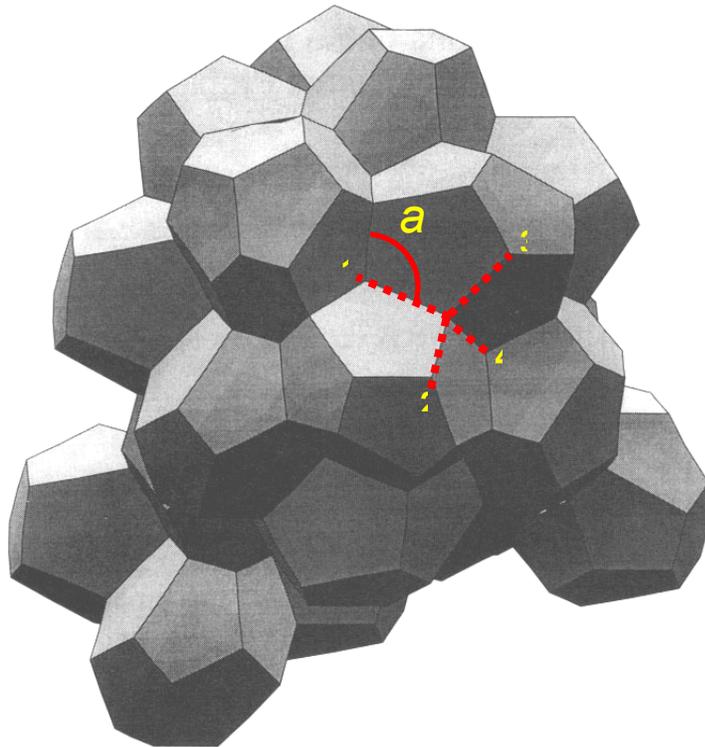


Figura 1 – Rede policristalina ⁽¹⁾

As leis citadas acima são conhecidas como as regras de Plateau, e uma rede cristalina está em equilíbrio quando respeita essas exigências.

Na realidade, os grãos de uma amostra se encontram num estado de equilíbrio chamado metaestável, isto é, estado de mínima energia local para certas condições do processo, tais como temperatura e pressão. Para manter o balanço de energia e satisfazer as condições angulares de cerca de 120° e $109,47^\circ$ as interfaces assumem uma forma curva.

A curvatura do contorno de grão é então um parâmetro importante de uma microestrutura.

Os primeiros trabalhos em relação à curvatura surgiram com a idéia de curvatura média da interface. Esses trabalhos reportaram métodos estereológicos em que a curvatura média da interface poderia ser obtida através de medidas realizadas em uma seção plana. Haroun e Budworth⁽²⁾ usaram um método aproximado para medir

a curvatura. Depois, Patterson e Liu⁽³⁾ mediram a curvatura do contorno de grão em alumínio puro, e mais recentemente, Rios e Fonseca mediram em uma liga Al-1%massa Mn.⁽⁴⁾ Esses trabalhos concentraram a curvatura do contorno de grão no contexto de ancoramento de partícula. DeHoff e Liu⁽⁵⁾ mediram a integral da curvatura para examinar a relação entre o tamanho e a topologia do grão.

A estrutura cristalina pode ser analisada de três pontos de vista distintos. Sendo assim, a curvatura pode ser expressa como: curvatura média do contorno de grão, H_c ; curvatura média do grão, H_g e curvatura média das arestas do grão, H_a .^(6,7) Essas curvaturas podem ser calculadas através das Fórmulas 1, 2 e 3, apresentadas a seguir.

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

Em que T_A é o número de pontos tangentes entre uma linha teste e um traço curvado do contorno de grão em uma seção por unidade de área.⁽³⁾ S_V é a área interfacial por unidade de volume de grãos agregados.

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

Em que N_A é o número de grãos por unidade de área.

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

Em que P_A é o número de pontos tripos por unidade de área.

É importante esclarecer que quando comparados os resultados presentes com os de outros autores,^(3,5-7) deve-se considerar que nesse trabalho a curvatura média local, h , é definida como a soma das duas principais curvaturas,⁽⁸⁾ k_1 e k_2 . Portanto, as curvaturas médias acima são multiplicadas por um fator 2 quando comparadas às de outros autores.

Rios e Fonseca, em trabalhos anteriores, deduziram modelos geométricos simples.⁽⁹⁻¹¹⁾ Esses modelos relacionam cada curvatura com o comprimento médio das intersecções dos grãos, λ , como apresentado abaixo:

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

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

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

Esse trabalho tem como objetivo obter dados experimentais variados ao medir as três curvaturas que descrevem a microestrutura em materiais com estrutura cúbica de face centrada (liga Al-1%massa Mn) e em materiais com estrutura cúbica de corpo centrado (aço elétrico de grãos não orientados, aço microligado ao nióbio, aço livre de intersticiais, e ferro puro) com diferentes tipos de tratamento térmico e compará-los a modelos geométricos apresentados nas equações 4, 5 e 6.

MATERIAIS

Os materiais utilizados nesse trabalho são: uma liga Al-1% massa Mn, aço elétrico de grãos não orientados com 0,57% Si, aço microligado ao nióbio, aço livre de intersticiais e ferro puro.

Uma liga de alta pureza Al-1% massa Mn com o total de impureza menor que 40 ppm foi utilizada. As amostras da liga foram inicialmente recozidas a 500°C por 4 dias para assegurar o equilíbrio. Em seqüência, as amostras foram laminadas com o objetivo de deformar 40%, depois recristalizadas a 500°C por 1 hora e posteriormente separadas em grupos para aplicação dos tratamentos térmicos. O primeiro grupo de sete amostras foi tratado por 1 hora nas temperaturas de recozimento 490°C a 610°C em passos de 20°C. Logo após, um segundo grupo foi selecionado para o recozimento na temperatura de 650°C durante 1, 2, 4, 6, 8, 16 e 24 horas. Quatro amostras foram recozidas na temperatura de 625°C pelo tempo de 2, 3, 24 e 48 horas. Na temperatura de 615°C o tratamento térmico foi de 3, 4 e 24 horas. Finalmente uma amostra foi recozida na temperatura de 600°C por 4 horas.

As amostras de aço elétrico de grãos não orientados foram recozidas a 600°C no tempo 5, 14 e 25 horas. A composição química é mostrada na Tabela 1.

Tabela 1 - Composição química do aço elétrico GNO – 0,57% massa Si.

Elemento	C	Mn	P	S	Al	Si	Cu	Ni	N	Cr
% em peso	0,004	0,628	0,097	0,010	0,200	0,577	0,009	0,017	0,003	0,02

Após o recozimento, as amostras foram laminadas a frio até reduzirem 0,5 mm de espessura. Então, foram recozidas e laminadas a quente com parâmetro de alongamento de 5%.

O recozimento final foi feito na temperatura de 770°C durante 3 horas. Depois disso, foi realizado o encharque na mesma temperatura por 4 horas.

A tabela 2 apresenta a composição química do aço microligado ao nióbio.

Tabela 2 - Composição química do aço microligado ao Nióbio

Elemento	C	Mn	P	S	Si	N	Al	Nb
% em peso	0,09	1,04	0,018	0,004	0,07	0,004	0,039	0,036

As amostras foram co-laminadas de acordo com o processo “*Accumulative Roll Bonding*”. Logo depois, foram cortadas, sobrepostas e pré-aquecidas a uma temperatura de 500°C. A seguir, foram laminadas até romperem.

Ao término do processo, foram efetuados recozimentos nas temperaturas de 600°C, 700°C, 800°C, com tempo de tratamento de 1h.

O aço livre de intersticiais tem sua composição química apresentada na Tabela 3:

Tabela 3 - Composição química do aço livre de intersticiais.

Elemento	C	Mn	P	S	Si	N	Al	Ti
% em peso	0,004	0,162	0,01	0,004	0,005	0,002	0,03	0,094

As amostras sofreram laminação a quente e a frio em laboratório, com redução total de 70%. Posteriormente foram tratadas termicamente em banho de sal nas temperaturas de 750°C, 800°C e 850°C e cortadas em guilhotina. O tratamento térmico final foi à temperatura de 700°C pelo tempo de 1, 2, 4, 6, 8, 12 e 16 horas.

A Tabela 4 apresenta a composição química do ferro puro.

Tabela 4 - Composição química do ferro puro

Elemento	C	Mn	P	S	Si	Al	N	Ti	Cu	Cr	Mo	Nb	V	B	O
% em peso	41	940	15	20	160	20	80	10	30	100	20	10	10	4	165

As amostras foram laminadas a frio até atingirem a deformação final de 80%. Logo após, realizou-se o tratamento térmico de meia hora nas temperaturas de 600°C, 650°C, 700 °C, 750 °C, 800 °C e 850 °C.

MÉTODOS

O comprimento médio dos interceptos de grão, λ , e a área do contorno de grão por unidade de volume, S_v , foram medidos por técnicas metalográficas padrão.⁽¹²⁾ A integral da curvatura do contorno de grão foi medida usando o método da tangente de DeHoff.^(12,13) Foi medido o número de pontos tangentes entre uma linha teste e um traço curvado do contorno de grão em uma seção por unidade de área (T_a), assim como N_a e P_a .⁽¹²⁾

RESULTADOS E DISCUSSÃO

São apresentadas nas Figuras 2, 3 e 4, as comparações entre resultados obtidos das medidas de curvatura média do contorno do grão H_c , curvatura média das arestas do grão H_a e curvatura média do grão H_g , todos em função do inverso do comprimento médio dos interceptos, λ^{-1} , para todos os materiais CFC e CCC analisados nesse trabalho.

É proposta uma faixa de comportamento dos materiais policristalinos. A faixa foi feita traçando-se três retas paralelas acima do modelo e três retas paralelas abaixo do modelo. As retas acima do modelo seguem a seqüência de multiplicação do modelo por 1,2, 1,5 e 2. Analogamente, as retas abaixo do modelo seguem dividindo o modelo por 1,2, 1,5 e 2. Isso foi feito para possível análise de todos os dados em um mesmo gráfico. A escala logarítmica foi usada para uma melhor visualização.

Analisando a Figura 2, percebe-se que os resultados apresentaram medidas de curvatura média dos contornos de grãos, H_c , em boa concordância com o modelo, principalmente no intervalo de H_c entre 1 mm^{-1} e 10 mm^{-1} . As retas paralelas ao modelo foram usadas para identificar que a dispersão dos dados seguiu faixa de erro entre o dobro e a metade do valor da medida, se esta estivesse perfeitamente de acordo com o modelo geométrico.

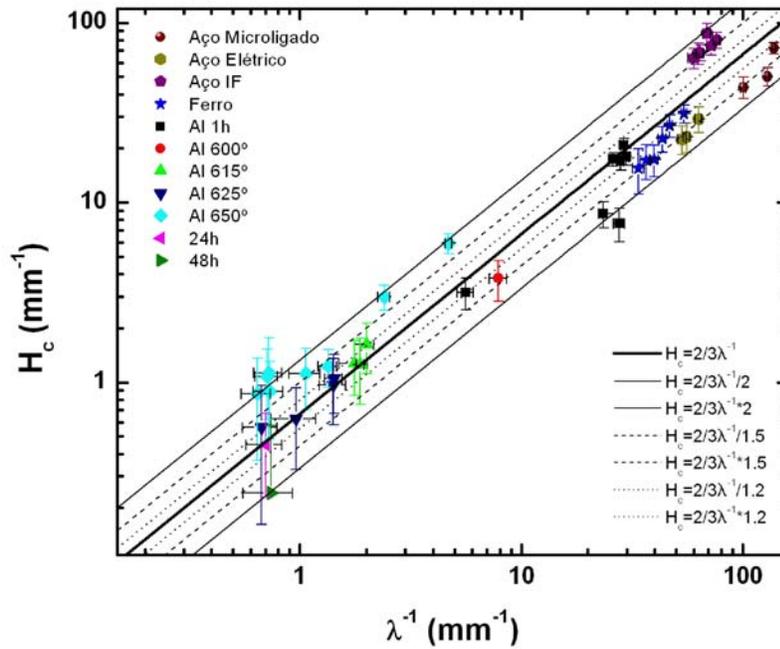


Figura 2 - Curvatura média do contorno de grão, H_c , versus o inverso do comprimento médio dos interceptos de grão, λ^{-1} .

A Figura 3 apresentou medidas de curvatura média das arestas dos grãos, H_a , em boa concordância com o modelo, principalmente quando o comprimento médio dos interceptos de grãos, λ^{-1} , é aproximadamente 1 mm^{-1} . Entre os materiais de estrutura cúbica de corpo centrado, o ferro e o aço microligado ficaram bem próximos ao modelo. As medidas respeitaram a faixa de erro entre o dobro e a metade, mas a dispersão em relação ao modelo geométrico é menor do que em H_c .

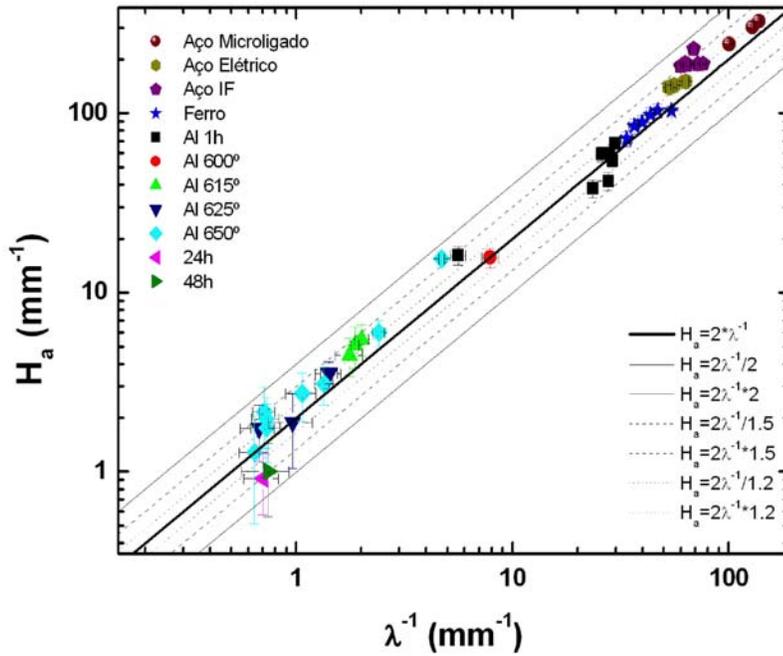


Figura 3 - Curvatura média das arestas dos grãos, H_a , versus o inverso do comprimento médio dos interceptos de grão, λ^{-1} .

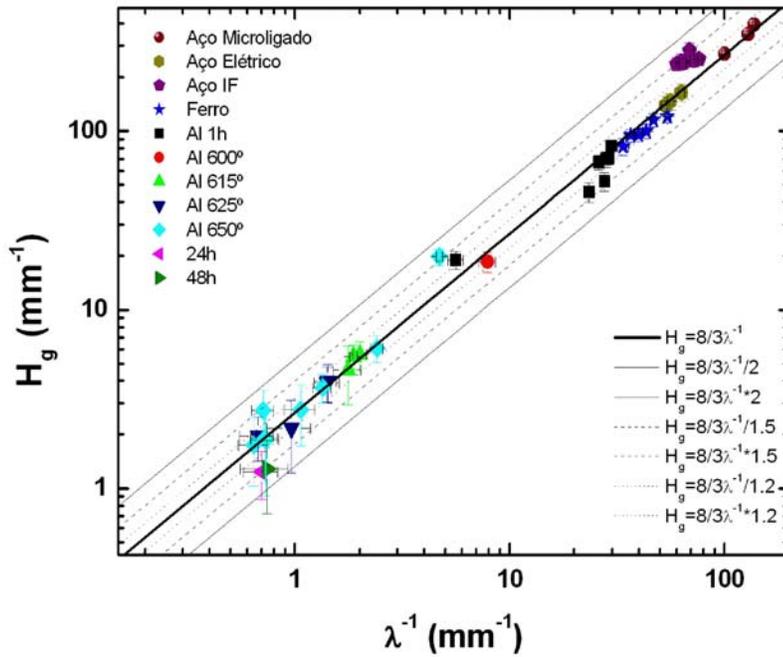


Figura 4 - Curvatura média dos grãos, H_g , versus o inverso do comprimento médio dos interceptos de grão, λ^{-1} .

Observando a Figura 4, a curvatura média dos grãos, H_g apresentou melhor concordância com o modelo geométrico.

A curvatura é a força motriz para o crescimento de grão. Apesar de sua importância para o tamanho de grão e, em consequência, para as propriedades do material, raramente é medida.

Neste trabalho foram aplicadas técnicas metalográficas para medir as curvaturas H_c , H_a e H_g , nos materiais utilizados, sejam de estrutura cúbica de corpo centrado ou de estrutura cúbica de face centrada. Os diferentes tipos de materiais receberam diferentes tratamentos metalográficos.

Algumas medidas apresentaram um nível de dificuldade ligado à relação do aumento óptico com o tamanho de grão que deve ser levado em consideração no experimento. Uma boa visualização da amostra é fundamental para análise da estrutura. Campos de análise com grãos visualmente pequenos ou excessivamente grandes, dificultam a contagem dos parâmetros que determinam as medidas de curvatura.

Em última análise, podemos verificar que mesmo tendo estruturas cúbicas diferentes (de corpo centrado nos aços e ferro, e de face centrada nos alumínio) e sofrendo tratamentos térmicos diversos, os policristais adotaram uma configuração similar nas medidas de curvatura. Esse fato pode ser explicado pelas regras de Plateau, que dizem que um material policristalino está em equilíbrio somente se o ângulo entre as arestas do grão desse material for 120° , e os ângulos tetraedrais forem $109,47^\circ$. Essas restrições geométricas parecem extremamente fortes, levando os grãos a se comportarem de maneira comum.

CONCLUSÕES

As medidas metalográficas de curvatura média dos contornos de grão, H_c , curvatura média das arestas de grão, H_a , e curvatura média do grão H_g , foram realizadas em amostras de estrutura cúbica de corpo centrado (Al -1% massa Mn) e em amostras de estrutura cúbica de face centrada (aço elétrico de grãos não orientados com 0,57% de Si, aço microligado ao nióbio, ferro puro e aço livre de intersticiais). Cada material recebeu um tratamento térmico diferenciado.

Independente da estrutura do material e da diversidade de tratamento térmico, os policristais adotaram uma configuração similar, o que resultou em que a relação entre curvatura e tamanho de grão fosse similar, seguindo os modelos geométricos propostos por Rios e Fonseca.

Essa semelhança pode ser explicada fazendo-se referência às regras de Plateau, que dizem que um material policristalino está em equilíbrio somente se o ângulo entre as arestas do grão desse material for 120° e os ângulos tetraedrais foram $109,47^\circ$. Essas restrições geométricas parecem extremamente fortes forçando os grãos a se comportarem de maneira comum.

Agradecimentos

Esse trabalho teve o suporte da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoa de Nível Superior (CAPES).

REFERÊNCIAS

- 1 Glicksmann M.E. Topological Analysis of Grain Structures. In: Workshop na Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda –Universidade Federal Fluminense, Março, 2005, Brasil.
- 2 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 Patterson, B.R.; Liu, Y. Relationship between grain boundary curvature and grain size **Metall Trans**, v.23A, p.2481-2482, 1992.
- 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 DeHoff, R.T.; Liu, G.Q. On the relation between grain size and grain topology. **Metall Trans A**, v.16A, p.2007-2011,1985.
- 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 Rios, P.R.; Fonseca,G.S. Geometrical models for grain, grain boundary and grain edge average curvatre in an Al-1 mass%Mn alloy. **Scripta Mater** v.52, p.893-897, 2005.
- 9 Rios, P.R.; Fonseca, G.S. Grain boundary pinning by Al₆Mn precipitates in an Al-1wt%Mn alloy. **Scripta Mater**, v.50, p.71-75, 2004.
- 10 Fonseca, G.S.; Rios, P.R. Estudo Geral das Curvaturas dos Grãos e Apresentação de Modelos Geométricos. **59º Congresso Anual da ABM**, 2004
- 11 Russ, J.C.; DeHoff, R.T. **Practical Stereology** , 2nd Edition, Kluwer Academic, New York EUA, 2000.
- 12 DeHoff, R.T. The Geometrical meaning of the integral mean curvature. **Microstructural Science**, v.5, p.331-348, 1977.