



ASPECTOS ESTOCÁSTICOS DA EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DA LIGA Cu-24,5Sn-0,01B

Adérito Aquino Filho,
Yogendra Prasad Yadava
Ney Freitas de Quadros

Ricardo Artur Sanguinetti Ferreira

DEMEC-Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Pernambuco-UFPE
Av. Acadêmico Hélio Ramos S/N Cidade Universitária, Recife-PE, e-mail ras@npd.ufpe.br

***Resumo:** A evolução microestrutural da liga Cu-24,5Sn-0,01B, de composição nominal em peso, foi estudada em diferentes temperaturas. Esta liga, com Efeito Memória de Forma (EMF), foi elaborada em forno de indução de 24 kVA, sem atmosfera de proteção. Depois de fundido, o material no estado bruto foi homogeneizado a 973 K durante 48 horas e, em seguida, resfriado e deformado 5% a frio, com uma taxa de deformação de $1,6 \text{ s}^{-1}$. Em seguida, corpos de prova, retirados do material homogeneizado, foram solubilizados à temperatura de 1023 K por 25 minutos, resfriados em salmoura e, novamente, deformados 5%, na mesma condição anterior. Finalmente, os corpos de prova, foram submetidos a tratamentos de envelhecimento nas temperaturas de 883, 913, 943 e 973 K por duas horas, para se avaliar a evolução da microestrutura. O efeito do tempo sobre a evolução também foi avaliado, em separado, considerando-se tempos suplementares de 2,5 e 3,0 horas. Os resultados mostraram que para qualquer que seja a temperatura de tratamento a distribuição é lognormal e tende a apresentar uma dupla população (bimodal). A média no tamanho do grão cresce como aumento da temperatura e do tempo muito embora a distribuição não seja alterada.*

***Palavras-chave:** Crescimento de grãos, Cinética de crescimento, Teoria estocástica.*

1. INTRODUÇÃO

O crescimento de grãos é o aumento na média do tamanho de grãos em sólido policristalino durante tratamento de recozimento, principalmente, após a recristalização primária (Pande, 1987). O tratamento de recozimento visando a recristalização de grãos é o mais utilizado dos processos termomecânicos na engenharia de materiais. Em materiais cristalinos é usual dividir o regime do recozimento em três regiões distintas: a recuperação, a recristalização primária e o crescimento de grãos, também denominado de recristalização secundária (Ralph, 1990). A recuperação ocorre dentro de uma estrutura trabalhada e não leva à modificação da distribuição dos grãos, embora freqüentemente contribua para o processo de recristalização via a instância do mecanismo de coalescência dos subgrãos. Em altas temperaturas, durante recozimento de ligas com memória de forma, um novo conjunto de grãos substitui a estrutura original, normalmente por nucleação e crescimento de zonas livre de encruamento. Este estágio é conhecido por recristalização primária e pode vir acompanhado de crescimento de grão. De acordo com B. Ralph (1990), muitas microestruturas complexas submetidas a processo de recristalização, podem suscitar mecanismos contínuos, fazendo com que os processos de recuperação e recristalização se superponham e consolidem-se.

A recristalização secundária também está associada às altas temperaturas de recozimento e ocorre após a recristalização primária. O estágio de crescimento de grãos em ambos os processos de

recristalização envolve migração de contornos de grãos, embora a força motriz e os mecanismos de crescimento sejam essencialmente diferentes. No estágio de crescimento de grãos da recristalização primária, a migração dos contornos de grãos é dirigida essencialmente pela liberação da energia armazenada remanescente do processo de recuperação/estrutura trabalhada. Na recristalização secundária a força motriz tem um valor em torno de duas ordens de magnitude menor que a recristalização primária, com isto reduzindo a energia total dos contornos de grãos dentro do sistema (Ralph, 1990).

Segundo B. Ralph (1990), no processo de crescimento isotérmico, no transcorrer do tempo, a média de tamanhos de grãos aumenta, de modo que ao longo do tratamento uma seqüência de distribuições unimodal-bimodal-unimodal, pode ser observada, conforme mostrado na figura 1. Microestruturalmente, isto é visto como um número limitado de grãos crescendo para tamanhos grandes anormais, coexistindo com muitos arranjos de grãos finos que devem continuar decrescendo, normalmente, até serem consumidos pelos grãos de tamanhos grandes. Qualitativamente este comportamento é facilmente identificado microscopicamente, mas a quantificação do processo tem demonstrado requerer técnicas bastante sofisticadas (Tweed *et al.* 1983, 1988). Usualmente, grãos grandes anormais são vistos por isolamento, que é circundado e separado por uma escala de estrutura fina, mas em outros casos, dependendo da história do processo, a composição pode ocorrer como bandas de grãos grandes separadas por bandas de grãos finos (Randle, 1988).

A causa que move grãos de crescimentos normais para grãos de crescimentos anormais é ainda matéria de considerável discussão. De acordo com V. Randle *et al* (1988) e T. Gladman (1966), dentre as causas apresentadas que perturbam a distribuição, torna-se claro que partículas ou precipitados de limitada estabilidade podem causar um processo de crescimento anormal de grãos. Entre outras causas sugeridas está na distribuição de tamanhos de grãos. Se a distribuição é, inicialmente, muito espalhada em torno da média é porque a difusão do soluto não é uniforme e gerou uma determinada textura dos componentes que contribui para o crescimento anormal (Pande, 1987). Como a força motriz do crescimento de grãos origina-se da redução da energia total dos contornos de grãos do sistema, em tal abordagem supõe-se que a energia de todos os contornos de grãos é a mesma e que não ocorrem mudanças locais ou de textura macroscópica. Normalmente, o crescimento de grãos é acompanhado por uma sutil mudança na macroestrutura (Abbruzze *et al*, 1986; Grant *et al*, 1984, 1986).

2. METODOLOGIA EXPERIMENTAL.

Uma liga de composição nominal Cu-24,67%Sn-0,012%B (% em peso) foi elaborada num forno de indução de 24 kVA (20 kW). Depois de fundida completamente e homogeneizada por agitação mecânica, a liga foi vazada em lingoteiras metálicas com revestimento (desmoldante) à base de zircônio. O material foi obtido na forma de tarugo com secção retangular de 22 x 32 mm, aproximadamente.

Após fundição, o material foi submetido a um tratamento de homogeneização à temperatura de 973 K durante 48 horas e resfriado em água. Em seguimento a este processo, foram cortados transversalmente 08 (oito) corpos de prova de, aproximadamente, 2,7 mm de espessura, os quais foram submetidos a uma deformação (laminação) de aproximadamente 5% a frio, com taxa de deformação de $1,6 \text{ s}^{-1}$, ao longo de suas secções transversais. Os tratamentos térmicos foram realizados num forno tipo mufla, monitorado por termopares do tipo cromo-alumel e com resolução de $\pm 3 \text{ K}$. A deformação foi executada em quatro passes, a fim de distribuir melhor os esforços da deformação e uniformizar suas espessuras. A deformação foi realizada em um laminador tipo ourives, com cilindros planos. Depois de homogeneizados, os corpos de prova foram solubilizados à temperatura de 1023 K por 25 minutos, e resfriados imediatamente em salmoura com temperatura de aproximadamente 253 K para evitar a precipitação de segundas fases. Depois de resfriados, os corpos de prova foram submetidos a uma nova deformação a frio, de aproximadamente 5%, para redução de espessura, seguindo o mesmo procedimento utilizado na homogeneização. Finalmente,

os corpos de prova foram submetidos a tratamentos para crescimento de grãos nas temperaturas de 883, 913, 943 e 973 K por duas horas e, para se avaliar o efeito do tempo sobre o crescimento, foram realizados tratamentos em tempos suplementares de 2,5 e 3 horas na temperatura de 973 K.

Após metalografia convencional, os tamanhos de grãos foram determinados por contagem individual num microscópio ótico com mesa de coordenadas XY, com resolução de 10 μm . Para as medições, foi feita uma adequação do método da interseção linear, com medidas discretizadas dos grãos, conforme preconiza a norma ASTM – E –112. Neste método, o tamanho dos grãos foi obtido pelas médias entre duas linhas retas cruzadas diagonalmente, em cada grão.

3. RESULTADOS EXPERIMENTAIS.

Para efeito de cálculo do diâmetro médio, os grãos foram considerados equiaxiais, muito embora os resultados mostrassem grãos de formas e tamanhos variados com dispersões aceitáveis entre as duas diagonais, quando comparadas com resultados de ligas sem a adição de elementos inibidores de crescimento de grãos (Sanguinetti *et al* 1998, 2000).

A determinação dos diâmetros médios de cada amostra foi feita a partir de valores individuais, obtidos pela média das duas diagonais (horizontal e vertical) de cada grão. Utilizando-se o aplicativo comercial "Minitab Release 11, em ambiente "Windows", foram calculados os diâmetros médios de cada amostra com seus respectivos desvios padrões. Para cada amostra analisada foi levantado um histograma para possibilitar a visualização da distribuição dos valores médios obtidos em torno da média destes valores.

Neste estudo, foi considerado como diâmetro inicial D_0 , o valor da média entre os grãos produzidos pelo tratamento de solubilização a 1023 K durante 25 minutos. O valor médio medido foi $D_0 = 0,8134$ mm, com dispersão de 0,0613 mm. Os valores médios das diagonais de cada grão da liga tratada a 883 K por 2 h estão dados na tabela 1, onde são mostrados os valores calculados para o diâmetro médio, mediana e desvio padrão.

Tabela 1. Valores para a amostra tratada a 883 K– 2h.

Média (mm)	Mediana (mm)	Desvio padrão (mm)
0,8600	0,7750	0,3012

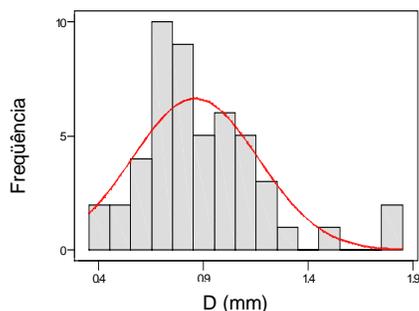


Figura 1. Histograma da amostra tratada a 883 K por 2 horas.

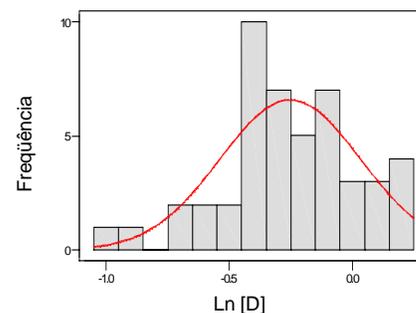


Figura 2. Histograma da amostra tratada a 883 K por 2 horas, em escala logarítmica.

O histograma apresentado para esta amostra, figura 1, mostra que os tamanhos dos grãos distribuem-se de forma lognormal em torno de uma média de 0,86 mm (0,8600 mm valor calculado) com dispersão de 0,7750 mm. Observa-se também uma segunda população de baixa

densidade, com média em torno de 1,75 mm. Desconsiderando-se a segunda população, obtém-se uma nova distribuição com média em torno de 0,81 mm (0,8074 mm valor calculado), com dispersão de 0,2184 mm., Ao se aplicar logaritmo na escala horizontal LnD , observa-se que a distribuição aproxima-se de uma distribuição normal, conforme mostrado na figura 2

Os valores médios das diagonais de cada grão da liga tratada a 913 K por 2 h estão dados na tabela 2, onde são mostrados o diâmetro médio, a mediana e o desvio padrão.

Tabela 2 - Valores para a amostra tratada a 913 K – 2h.

Média (mm)	Mediana (mm)	Desvio padrão (mm)
1,0250	0,9000	0,5193

O histograma apresentado para esta amostra, figura 3, mostra que os tamanhos dos grãos distribuem-se de modo lognormal em torno de uma média de 1,00 mm (1,0250 mm valor calculado) com dispersão de 0,15193 mm.

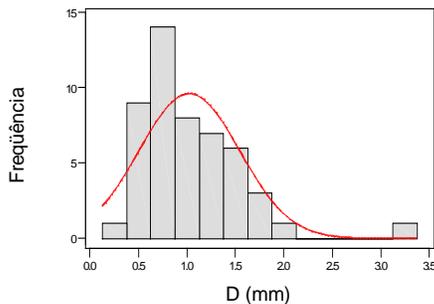


Figura 3. Histograma da amostra tratada a 913 K por 2 horas.

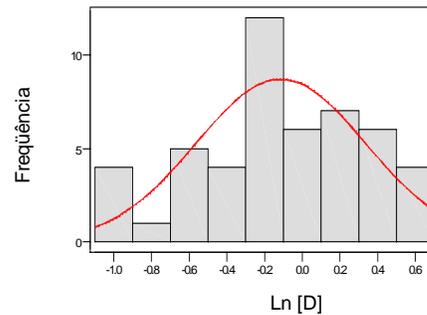


Figura 4. Histograma da amostra tratada a 913 K por 2 horas, em escala logarítmica.

Observa-se também uma segunda população de baixa densidade, com média em torno de 3,15 mm. Desconsiderando-se a segunda população obtém-se uma nova distribuição com média em torno de 0,98 mm (0,9816 mm valor calculado), com dispersão de 0,4235 mm. Ao se aplicar logaritmo na escala horizontal LnD_m , observa-se que a distribuição lognormal anterior aproxima-se de uma distribuição normal, conforme mostrado no histograma da figura 4.

Os valores médios das diagonais de cada grão da liga tratada a 943 K por 2 h estão dados na tabela 3, abaixo, onde estão mostrados os valores calculados para o diâmetro médio, para mediana e desvio padrão.

Tabela 3 – Valores para a amostra tratada a 943 K – 2h.

Média (mm)	Mediana (mm)	Desvio padrão (mm)
1,3870	1,2750	0,5080

O histograma apresentado para esta amostra, figura 5, mostra que os tamanhos dos grãos distribuem-se em torno de uma média de 1,40mm (1,3870 mm valor calculado) com dispersão de 0,5080 mm. Para esta temperatura de tratamento, não se observa a segunda população e ao se aplica

logaritmo na escala horizontal LnD_m em toda população, observa-se que a distribuição aproxima-se de uma distribuição normal, conforme mostrado na figura 6.

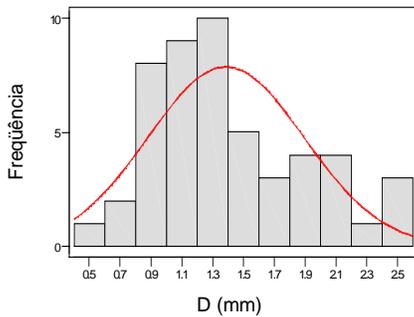


Figura 5. Histograma da amostra tratada a 943 K por 2 horas.

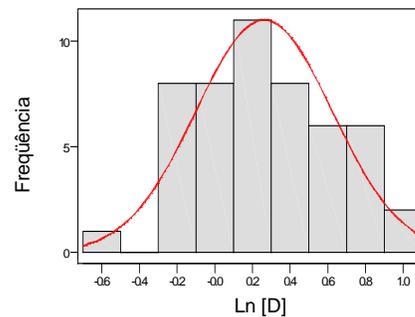


Figura 6. Histograma da amostra tratada a 943 K por 2 horas, em escala logarítmica.

Os valores médios das diagonais de cada grão da liga tratada a 973 K por 2 h estão dados na tabela 4, abaixo, onde estão mostrados os valores calculados para o diâmetro médio, para mediana e desvio padrão.

Tabela 4 – Valores para a amostra tratada a 973 K – 2h.

Média (mm)	Mediana (mm)	Desvio padrão (mm)
1,5880	1,5000	0,6240

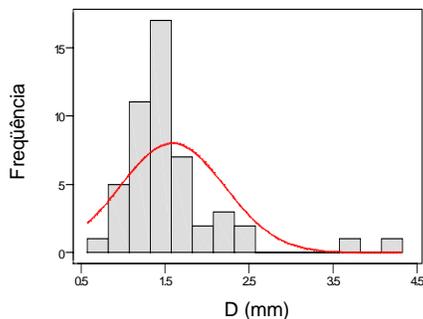


Figura 7. Histograma da amostra tratada a 973 K por 2 horas.

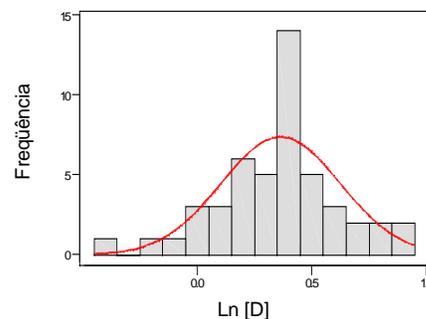


Figura 8. Histograma da amostra tratada a 973 K por 2 horas, em escala logarítmica.

O histograma apresentado para esta amostra, figura 7, mostra que os tamanhos dos grãos distribuem-se em torno de uma média de 1,60 mm (1,5880 mm valor calculado) com dispersão de 0,6240 mm. Nesta temperatura a segunda população volta a aparecer, com baixa densidade e com uma média em torno de 4,00 mm. Desconsiderando-se a segunda população obtém-se uma nova distribuição com média em torno de 1,50 mm (1,4875 mm valor calculado), com dispersão de

0,3825 mm. Ao se aplicar logaritmo na escala horizontal, observa-se que, para esta condição de tratamento, a distribuição aproxima-se de uma distribuição normal, conforme mostrado na figura 8

Os valores médios das diagonais de cada grão da liga tratada a 973 K por 2,5 h e 3 horas estão dados na tabela 5, onde valores calculados para o diâmetro médio e desvio padrão:

Tabela 5 – Valores para a amostra tratada a 973 K durante 2½ e 3 h.

973 K - 2½ h		973 – 3 h	
Média (mm)	Desvio Padrão (mm)	Média (mm)	Desvio Padrão (mm)
1,7020	0,5869	2,166	0,965

O histograma apresentado para a amostra tratada por 2,5 horas, figura 9, mostra que os tamanhos dos grãos distribuem-se em torno de uma média de 1,70 mm (1,7020 mm valor calculado) com dispersão de 0,5869 mm. Uma segunda população, de baixa densidade e com média em torno de 4,00 mm, também é observada. Para a amostra tratada por 3 horas, o histograma da figura 10 mostra que os tamanhos dos grãos distribuem-se em torno de uma média de 2,00 mm (2,166 mm valor calculado) com dispersão de 0,965 mm. Observa-se também uma segunda população de baixa densidade, com média em torno de 4,65 mm.

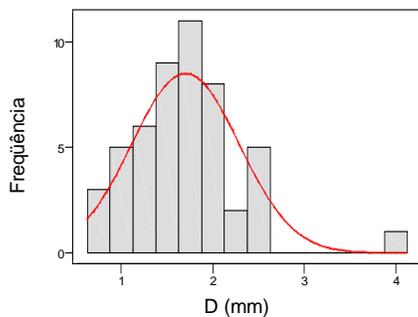


Figura 9. Histograma da amostra tratada a 973 K por 2,5 horas.

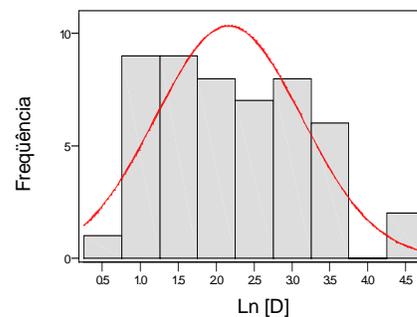


Figura 10. Histograma da amostra tratada a 973 K por 3 horas, em escala logarítmica.

4. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS.

No tratamento a 883 K por 2 horas, devido à baixa eficácia do elemento de refino neste sistema de liga, produziu-se um elevado crescimento no diâmetro médio dos grãos com incremento de 5,73 %, em relação ao diâmetro médio da amostra solubilizada. Este incremento é elevado quando comparado com resultados obtidos com outros sistemas de ligas (Wang et al, 1971; Sanguinetti et al 1998, 2000). Estes resultados mostraram grãos na estrutura inicial de pequeno tamanho e que praticamente não cresceram durante tratamentos isotérmicos. A difusividade do boro no sistema *Cu-Zn-Al* é bem superior à sua difusividade no sistema estudado, levando-nos à suposição de que o boro e o estanho são incompatíveis (baixa afinidade). Em nosso sistema, a dissolução completa do boro na matriz não se realizou num tempo de 48 horas.

Quanto à influência de partículas ou precipitados, os nossos resultados mostraram que há influência destas como inibidoras do crescimento de grãos. Considerações sobre o aumento dos incrementos nos valores médios observados entre 883<T<943 K, confirmam que o crescimento é maior à medida que o volume de partículas diminui. Sabe-se ainda que o crescimento de grãos é função de alguns parâmetros microestruturais que influenciam o processo (Ralph, 1990). Num de

seus trabalhos, Hillert (1965) afirma que grãos com raios 1,8 vezes maior que o diâmetro médio serão instáveis com respeito ao crescimento e causará à microestrutura um crescimento de grãos anormais. Os nossos resultados já mostraram esta tendência a partir do tratamento de solubilização.

O aspecto lognormal das distribuições está de acordo com os resultados de Hillert (1965) e Pande *et al.* (1987), que trabalharam com modelos computacionais. O modelo de Hillert (1965), embora seja baseado em dados experimentais (Atkinson, 1988), leva em conta somente a componente determinística do processo de crescimento. Portanto o termo aleatório devido à topologia é negligenciado. Pande *et al.* (1987), em seu modelo de processo de crescimento isotérmico de grãos, combinou o modelo do caminho randômico de Louat (1982) com o modelo determinístico de Hillert (1965). Pande (1987) introduziu no modelo de Hillert (1965) o termo aleatório ou ruído, devido à topologia inerente ao sistema. Segundo este autor, quando a fração, em volume de precipitados ou de segunda fase, é gradualmente reduzida para zero, o ruído é gradualmente interrompido. Em nosso trabalho, a influência das partículas de segunda fase sobre este aspecto da distribuição não foi observada. O ruído ou termo aleatório permaneceu sempre presente na função distribuição, independentemente da presença ou não destas partículas de segunda fase.

A dupla população presente nos histogramas pode ser justificada pela tendência de crescimento da média. O tamanho dos grãos aumenta no transcorrer do tempo, de modo que, ao longo do tratamento, a distribuição apresenta-se numa seqüência unimodal-bimodal-unimodal, conforme sugerido por B. Ralph (1990). Microestruturalmente, um certo número de grãos cresce para tamanhos maiores, anormais, coexistindo com arranjos de grãos menores, que devem continuar diminuindo até serem consumidos pelos grãos de tamanhos maiores. Em nosso trabalho, o número de experimentos realizados não foi suficiente para se evidenciar a seqüência unimodal-bimodal-unimodal finalizada.

Comparando-se os valores estatísticos obtidos para o tratamento a 883 K, observa-se que uma diminuição da média quando se desconsideram os valores da segunda população (média de 0,8600 para 0,8074 mm), como também é observada uma diminuição da dispersão (desvio padrão de 0,3012 para 0,2184 mm), conforme era de se esperar. Isto também pode ser verificado observando-se os histogramas da freqüência versus diâmetro de grão. Observa-se ainda que as classes de diâmetros de maiores freqüências são as de menores diâmetros, estão à esquerda da média, justificando estatisticamente que esta população está dentro do domínio bifásico e indicando que existe algum impedimento para o crescimento dos grãos. Este impedimento pode ser associado a uma maior incidência de partículas de segunda fase neste domínio de temperatura.

O tratamento de 913 K por 2 horas produziu um crescimento de grãos em torno de 19,2% em relação ao tratamento anterior. Este incremento no percentual de crescimento de grãos tem relação com o aumento na temperatura de tratamento que intensifica a difusão e reduz o volume de partículas de segunda fase, devido à aproximação de beta-transus. Estes resultados estão de acordo com os resultados obtidos por Guilemany *et al.* (1991) e Wang *et al.* (1971), que utilizaram sistemas de ligas semelhantes. Estes autores observaram que, a elevação da temperatura favorece o crescimento dos grãos, muito embora não tenham feito nenhuma consideração sobre a influência das partículas de segunda fase no crescimento.

Analisando-se o histograma para esta temperatura, verifica-se que houve pouca variação na média (média de 1,0250 para 0,9816 mm) e uma diminuição na dispersão (desvio padrão de 0,5193 para 0,4235 mm) quando desconsideramos a segunda população. Trabalhando com ligas de sistemas semelhantes, Randle *et al.* (1988) observaram grãos grandes circundados ou separados por grãos pequenos. Segundo estes autores, dependendo da história térmica do processo, a amostra pode apresentar regiões contendo grãos grandes intercalados por regiões de grãos pequenos, preservando-se a distribuição lognormal. Os nossos resultados estão de acordo com Randle *et al.* (1988), uma vez que mostram o crescimento de grão tendendo a formar uma segunda população. Devido a sua baixa freqüência, esta segunda população pode ser desconsiderada, acarretando pouco comprometimento para a distribuição e contribuindo para redução na dispersão. Após estas considerações, o histograma modificado também apresenta uma distribuição com aspecto lognormal. As classes dos

diâmetros de maiores frequências e de menor tamanho continuaram à esquerda da média, justificando estatisticamente que esta população se encontra dentro do domínio bifásico, conforme já discutido anteriormente. Este novo posicionamento na média reforça a idéia de que as partículas de segunda fase contribuem para atenuar o crescimento de grãos, embora não influenciem a distribuição.

O tratamento a 943 K por 2 horas produziu um crescimento de 35,3 % na média dos diâmetros em relação ao tratamento anterior e não apresenta dupla população. Este incremento no crescimento pode justificar-se pela ausência de partículas de segunda fase e pela intensificação da difusão. O crescimento no domínio beta tende a ser mais intenso, conforme os resultados obtidos por F. J. Gil *et al.* (1998), J. M. Guilemany *et al* (1991), F.T. Wang *et al.*(1971), F. G. Gil *et al* (1991), Wu Jianxinm *et al* (1988) e J. Muntasel *et al* (1989). Estes diversos autores trabalharam com sistemas de ligas semelhantes e observaram que o crescimento de grãos tem relação com as temperaturas de transformações termoelásticas. O crescimento do grão diminui à medida que estas temperaturas crescem, donde se conclui que as baixas temperaturas de transformações favorecem o crescimento de grãos. Os nossos resultados mostraram-se bastante coerentes com estes argumentos, ratificando os resultados obtidos por estes autores.

No segundo domínio de temperatura, o crescimento pode ser considerado como uma recristalização secundária, onde os grãos que cresceram apresentam-se como polígonos de muitos lados. Resultados semelhantes foram obtidos em trabalhos anteriores com uma liga *CuZnAl-B* (Sanguinetti *et al*, 1998). O histograma para esta zona de temperatura de tratamento também apresentou um aspecto lognormal, porém sem a segunda população que pode estar associada ao início de mudança do domínio ($\alpha+\beta\rightarrow\beta$), em virtude dos valores dos diâmetros estarem mais uniformemente distribuídos em relação à média.

O tratamento a 973 K por 2 horas produziu um crescimento de 14,5 % na média dos diâmetros em relação ao tratamento anterior. Nos trabalhos dos autores F. J. Gil *et al.* (), J. M. Guilemany *et al* (1991), F.T. Wang *et al.*(1971), F. G. Gil *et al* (1998), Wu Jianxinm *et al* (1988) observa-se um menor incremento no crescimento em relação ao domínio anterior, porém bem mais elevado que no domínio inicial. Esta diminuição no crescimento dos grãos também se justifica pelo modelo de C. S. Smith (1953, 1954, 1964), em 2-D que utilizou bolhas de sabão. Segundo este modelo, para um grão crescer é necessário a redução proporcional de outro, que continuamente acarretará redução na área dos grãos, em função dos grãos que se contraem ou desaparecem. Este modelo de Smith aplica-se ao nosso estudo e justifica a redução percentual no crescimento à medida que a temperatura aumenta.

O histograma obtido para esta temperatura de tratamento também apresenta um aspecto lognormal com a volta da segunda população devido ao afastamento da zona de transição ($\alpha + \beta \rightarrow \beta$). A volta desta segunda população indica não se estar num estágio final de crescimento, observando-se a tendência da seqüência de distribuição unimodal-bimodal-unimodal. Ao se comparar os resultados das estatísticas descritivas, verifica-se pouca alteração na média da população (média de 1,5880 para 1,4875 mm). Em contrapartida tem-se um decréscimo acentuado na dispersão (desvio padrão de 0,6240 para 0,3825 mm) (Aquino, 2001). Segundo o modelo de Smith *et al* (1953, 1954, 1964), isto se justifica, pois ao desconsiderarmos a segunda população, os grãos tendem a estar melhor distribuídos em relação à média, uma vez que a diferença entre os tamanhos dos grãos grandes e pequenos diminui.

Os tratamentos realizados a 973 K por 2; 2,5 e 3 horas demonstram que o tempo não modifica a distribuição. Ao se comparar as estatísticas descritivas destes tratamentos verifica-se um aumento no crescimento de grãos de 7,2% para o tempo de tratamento de 2,5 horas em relação ao tempo de 2 horas e de 27,3% para tempo de tratamento de 3 horas em relação ao tempo de tratamento de 2,5 horas. Neste regime de crescimento anormal, o incremento para primeira meia-hora foi relativamente baixo (7,2%). O incremento da meia hora seguinte foi ainda maior (27,3%), evidenciando que os diâmetros, apesar de muito grandes, ainda não atingiram a estabilização. Autores como F. J. Gil *et al.*(1991, 1998), J. M. Guilemany *et al* (1991), F.T. Wang *et al.*(1971), Wu Jianxinm *et al* (1988) trabalhando com sistemas de ligas semelhantes observaram uma

tendência à redução de crescimento no tempo (estabilização) em temperaturas bem superiores às temperaturas de nossos experimentos. Para temperatura de 973 K, aumento no incremento em relação ao tempo (2,5 – 3,0 h) pode ser justificado em função dos aspectos cinéticos da difusão como encubação, aceleração e desaceleração. Em nosso experimento, o período de tempo compreendido entre 2 e 2,5 horas nesta temperatura parece corresponder ao estágio de encubação do crescimento, enquanto o período compreendido entre 2,5 e 3,0h deve corresponder ao estágio de aceleração.

5. CONCLUSÕES.

O crescimento de grãos com incrementos diferenciados se justifica pelo aumento na temperatura de tratamento que intensifica a difusão e reduz, gradualmente, a fração volumétrica de partículas de segunda fase. O crescimento, em temperaturas superiores ao β -transus, pode ser considerado como uma recristalização secundária, onde muitos dos grãos crescidos apresentam-se como polígonos de muitos lados.

Os tratamentos às temperaturas de 883, 913 e 973 K por duas horas apresentaram dupla população, justificando a tendência do crescimento da média do tamanho de grãos aumentar no transcorrer do tempo. Foi observada, ao longo destes tratamentos, uma seqüência de distribuição unimodal-bimodal. Apenas o tratamento a 943 K por 2 horas apresentou-se sem a segunda população. Este fato isolado foi associado ao início de mudança de domínio.

Os histogramas para todas as temperaturas de tratamento apresentaram aspectos de distribuição lognormal. Para as temperaturas de 883 e 913 K, observa-se uma diminuição da média quando se desconsideram os valores da segunda população, como também uma diminuição da dispersão. Nesta condição, estes histogramas apresentaram as classes de diâmetros de maiores freqüências à esquerda da média (menores diâmetros), justificando estatisticamente que esta população está dentro do domínio bifásico e que ainda existe algum impedimento para o crescimento dos grãos.

O tratamento à temperatura 973 K apresenta pouca alteração na média da população. Quando se desconsidera a segunda população observa-se um decréscimo acentuado na dispersão, mostrando que os diâmetros dos grãos estão mais bem distribuídos em torno da média. Os tratamentos realizados nesta temperatura por 2,5 e 3 horas apresentaram um aumento no crescimento de grãos de 7,2% para o tempo de tratamento de 2,5 horas em relação ao tempo de 2 horas e de 27,3% do tempo de tratamento em relação ao tempo de tratamento de 2,5 horas.

O aumento no incremento do crescimento em relação ao tempo (2,5 – 3,0 h), justifica-se em função dos aspectos difusionais: encubação, aceleração e desaceleração. Em nosso experimento o tempo de 2 a 2,5 horas nesta temperatura deve corresponder ao estágio de encubação do crescimento. O período de aceleração só é iniciado a partir da segunda meia hora (2,5-3,0h). Estes resultados mostram que o tempo não modifica a distribuição e seus respectivos histogramas apresentam uma configuração de distribuição lognormal.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

- Aquino F^o. A., Cinética de Crescimento de Grãos da Liga CuSnB com Efeito Memória de Forma- Aspectos Empíricos e Estocásticos; Tese de Mestrado UFPE, 2001.
- Abbruzze G.; Luke K., Annealing Processes-Recovery, Recristalitzion and Grain Growth, Proc. 7th Riso Int. Symp., ed. N.Hansen et al., p 1 - 14 , Roskilde, Riso National Laboratory, and Acta Metallurgical, Vol. 34, p 905, 1986.

- Atkinson H. V., Teories of Normal Grain Growth in Pure Single Phase Systems, *Acta Metal*, Vol. 36, p 469-491, 1988.
- Feltham P., *Acta Metallurgical*, Vol. 5, p 97 – 105, 1957.
- Gil F. J.; Planell J. A., Growth Order an Activation Energies for Grain Growth of Ti-6Al-4V Alloy in β Phase, *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 25, p 2843 – 2848, 1991.
- Gil F.J.; Guilemany J. M.; Fernandez J., Kinetic Grain Growth in β -Copper Shape Memory Alloys; *Materials Science and EGINEERING*, A241, p 114-121, 1998.
- Gladman T., Recrystalization and GrainGrowth of Mulltiphase an Particle containing Materials, *Proc.1th Riso Int. Symp.*, ed. N.Hansen et al., p 123-142, Roskilde, Riso National Laboratory, 1986.
- Gladman T., *Proc. R. Soc.*, A294, p 283 – 309, 1966.
- Grant E.; Jensen J. D.; Hansen N.; Ralph B., Annealing Processes-Recovery, Recrystaliztion and Grain Growwth, *Proc.7th Riso Int. Symp.*, ed. N.Hansen et al., p 329 - 336 , Roskilde, Riso National Laboratory, 1986.
- Grant E.; Jensen J. D.; Hansen N.; Ralph B; Stobbs W. M., Textures of Materials, *Proc.ICOTOM8*, ed. J. S. Kallend and G. Gosttstein, p 711 - 716, Warrendale, PA, The Metalurgical of AIME, 1984.
- Grant E.; Porter A.; Ralph B., *Journal Science of Materials*, Vol. 19, p 3554 – 3573, ,1984.
- Hillert M., On the Theory of Normal and Abnormal Grain Growth, *Acta Metallurgical*, vol. 13, p 227 – 238, 1965.
- Jianxin W., Bohong J., Hsu T. Y., Influence of Grain Size and Ordering Degree of the Parent Phase on M_s In a CuZnAl Alloy Containing Boron, *Acta Metallurgica*. Vol. 36, n° 6, p 1521-1526, 1988.
- Louat N. P., *Acta Metallurgical*, Vol.22, p 721, 1974.
- Muntasel J., J. Ll. Tamarit, Influence of Grain Growth on the Martensitic Transformation in β -Cu-Zn-Al Memory Alloys, *Materials Research Bulletin*, Vol. 24, p 445 – 452, 1989.
- Pande C. S., On a Stochastic Theory of Grain Growth, *Acta Metallurgical*, Vol. 35, p 2671-2678, 1987.
- Ralph B., Grain Growth, *Materials Science and Technology*, Vol. 6, p 1139-1144, 1990.
- Randle V.; Ralph B., *Proc. R. Soc.*, A415, p 239 – 256, 1988.
- Rhines F. N.; Craig K. R., *Acta Metallurgical*, Vol. 5, p 413 - 421, 1974.
- Rhines F. N., *Pratktic Metalography*, vol. 22, p 367 – 382, 419 – 429, 469 – 489, 519 – 535, 570 – 586, 1985; Vol. 23, p 1 –14, 1986.
- Ryum N.; Hunderi O., On the Analitic Description of Normal Grain Growth, *Acta Metallurgical*, Vol. 37, p 1375 – 1379, 1989.
- Sanguinetti Ferreira R. A.; Botelho Andrade P. C.; Urtiga Filho S. L.; Quadros N. F., Estudo da Cinética de Crescimento e da Estabilização de Grãos em Ligas do Sistema CuZnAl, *Anais do COBEM 1998-CD-ROM*.
- Sanguinetti Ferreira R. A.; Rocha Lima E. P.; Aquino Filho A.; Quadros N. F., Olimpio De Araujo O.; Yadava Y. P., Microstructural Evolution in a CuZnAl Shape Memory Alloy: Kinetics and Morphogical Aspects, *Materials Research*, Vol. 3, p 119 – 123, 2000.
- Tweed C. J.; Hansen; Ralph B., *Metallurgical Transactions*,14A, p 2235 – 2240, 1983.
- Tweed C. J.; Hansen; Ralph B., *Metallografic*, Vol. 18, p 239 – 256, 1985.

7. AGRADECIMENTOS.

Os autores deste trabalho são gratos à FACEPE, à FINEP e ao ITEP - Fundação Instituto Tecnológico de Pernambuco pelo suporte dado a este projeto.

DIREITOS AUTORAIS

Os autores deste trabalho declaram que são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso

STOCHASTIC ASPECTS OF THE MICROSTRUCTURAL EVOLUTION IN A CU-24,5SN-0,01B ALLOY

**Adérito Aquino Filho,
Yogendra Prasad Yadava
Ney Freitas de Quadros
Ricardo Artur Sanguinetti Ferreira**

DEMEC-Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Pernambuco-UFPE
Av. Acadêmico Hélio Ramos S/N Cidade Universitária, Recife-PE, e-mail ras@npd.ufpe.br

***Abstract.** The microstructural evolution in a Cu-24,5Sn-0,01B (weight %) has been studied. This shape memory alloy was melted in a R-F furnace of 24 kVA in air atmosphere, using a silicon carbide crucible, recovered with zirconium ink. The melted material was homogenized at 973 K during 48 hours and, soon after, followed by cold-rolling with approximately 5% deformation at a deformation rate of $1.6s^{-1}$. After homogenization, specimens were solution heat-treated at 1023 K for 25 minutes. After the solution heat-treatment, the specimens were cooled by water quenching, followed by the cold rolling with approximately 5% deformation, in the same condition. Finally, specimens were aged at 883, 913, 943 and 973 K temperatures during 2 hours in order to establish the kinetics of the grain growth. To evaluate the effect of the time either on the growth kinetics or on the distribution function, some supplemental specimens were aged at 973 K during 2.5 and 3 hours. In this study the grain sizes were determined by individual measurements for which horizontal and vertical diagonals were measured following the ASTM E –112 standard. The results obtained for specimens aged at different temperatures showed a lognormal distribution with two populations. The averages increased with the temperature of heat-treatment but the distribution type was not modified.*

Keywords: grain growth, Stochastic aspects, shape memory alloys.