# CENTRO UNIVERSITÁRIO DA FEI Tamiris Basan Hubmann Da relação entre o tamanho de grão com parâmetros de análise de redes em um

policristal de aço inoxidável ferrítico UNS S43932

### Tamiris Basan Hubmann

Da relação entre o tamanho de grão com parâmetros de análise de redes em um policristal de aço inoxidável ferrítico UNS S43932

Projeto de Iniciação Científica submetido ao Centro Universitário FEI, como parte dos requisitos necessários para obtenção de bolsa de iniciação didático-científica e condução do projeto. Orientado pelo professor Júlio César Dutra.

Coordenador do projeto: Prof. Dr. Júlio César Dutra

Centro: Departamento de Materiais

Equipe Executora: Alexander Balthazar

Júlio César Dutra

Tiago Estrela de Oliveira

Financiador do projeto: Centro Universitário da FEI

Data de início: 1 de setembro de 2016

Data de provável conclusão: 31 de agosto de 2017

São Bernardo do Campo 2016

### **RESUMO**

Microestruturas contendo policristais monofásicos podem ser representados por análise de redes. Tais análises estão frequentemente associadas às ciências da saúde como a neurologia e mesmo humanas como redes sociais. Esse trabalho tem como objetivo estabelecer uma relação entre o tamanho de grão e o número de vizinhos mais próximos em amostras policristalinas. O tamanho de grão será determinado por distribuição de áreas dos grãos em diferentes amostras com tamanho de grão médio variável, tanto homogeneamente distribuídas como heterogeneamente distribuídas. A partir dessas distribuições, serão obtidos diversos parâmetros estatísticos como média, desvio padrão, coeficiente de variação, coeficiente de curtose e de assimetria usando o critério de diâmetro equivalente. Em seguida, as distribuições serão aproximadas pela análise por regressão não-linear por curvas log-normais ou bi-log-normais para as distribuições homogêneas e heterogêneas, respectivamente. Já a análise de redes será feita pelo estabelecimento dos nós (grãos) e seus vizinhos mais próximos e consequente construção da rede de nós e determinação dos parâmetros de centralidade de grau dos nós e da rede, assim como dos desvios médios. Isso feito, comparar-se-ão os resultados obtidos em ambos os casos de modo a se analisar a correlação entre os tamanhos de grão e as centralidades de grau desses nós (grãos). Espera-se ainda que seja possível o estabelecimento da relação de Hall-Petch com uma nova relação usando a análise de redes.

Palavras-chave: tamanho de grão, análise por regressão não-linear, análise de redes

### **ABSTRACT**

Single-phase microstructures may be represented by network analysis. Such analysis may usually be found in health sciences such as neurology and human ones like social networks. The present work seeks to stablish how grain sizes can be related to their nearest neighbouring grains in polycrystalline samples. Grain sizes will be determined by area distributions in different samples, whether they are homogeneous or heterogeneous. Several statistical parameters, i.e., average grain size, standard deviation and coefficients of variation, kurtosis and asymmetry will be determined. These distributions will then be fitted by non-linear regression analysis by MATLAB® for both homogeneous and heterogeneous distributions. Network analysis will be drawn by UCINET® software by naming each node (grain) and their nearest neighbouring grains so centrality degrees of nodes and group centrality degrees will be calculated as well as their deviations. These results will then be compared to investigate the relationship between grain sizes and their centrality degrees. It is also expected to analyze the possibility of stablishing a relationship between Hall-Petch equation to a new one given by network analysis.

Keywords: grain size analysis, non-linear regression analysis, network analysis.

# Sumário

RESUM	10	3
ABSTR	ACT	4
1.	INTRODUÇÃO	6
2.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	9
2.1 Teo	ria dos Grafos	10
2.2 Aná	LISE ESTATÍSTICA	16
2.2.1	Estatística descritiva	17
2.2.2	ESTIMATIVA NÃO-LINEAR	18
3.	MATERIAIS E MÉTODOS	21
4.	OBJETIVOS	31
A.	OBJETIVO GERAL	31
В.	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	31
5.	RESULTADOS ESPERADOS	32
6.	PLANO DE TRABALHO DO BOLSISTA	33
7.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	34

# 1. INTRODUÇÃO

A análise de redes tem sido usada em campos tão diversos como redes sociais e neurociências (Wasserman & Faust, 1994). Ela é baseada na teoria dos grafos cujas operações matemáticas podem ser usadas para medir propriedades em diferentes redes.

Embora seja relativamente fácil ou simples a medida de tamanho médio de grão (American Society for Testing and Materials, 1982), sabe-se que microestruturas com diferentes distribuições de tamanho de grão são difíceis de serem caracterizadas, particularmente quando fenômenos como o crescimento anormal de grãos está a ocorrer, principalmente nos estágios iniciais (Dutra, 1994). Outros fenômenos típicos nos quais heterogeneidades podem estar presentes são a recristalização primária (Beck, 1954) e o crescimento normal de grãos inibido por partículas de segunda fase (Weygand, Bréchet, & Lépinoux, 2000).

Trabalho recente de Hubmann e Dutra (2016) mostrou que o aço UNS S43932 exibiu crescimento de grão pronunciado somente nas temperaturas mais altas como 1200°C embora o trabalho tenha investigado a recristalização e crescimento de grão em temperaturas mais baixas, entre 700 e 900°C. Naquele momento, o objetivo era a obtenção de diferentes distribuições de tamanhos de grão para variados graus de deformação. Apesar de isto não ter sido conseguido, tal investigação possibilitou a obtenção de diferentes microestruturas com tamanhos de grão variados e que podem ser objetos dessa investigação.

A presença de heterogeneidades de tamanho de grão está associada, por exemplo, ao crescimento anormal de grãos. Por sua vez, esse fenômeno geralmente ocorre quando tais heterogeneidades, ainda que de menor extensão, estejam presentes, como pode ser observado nas várias teorias de crescimento anormal de grãos (Gladman, 1966; Hillert, 1965; Zhengfung, 1985; Rios, 1987; Pande, On the Stochastic Theory of Grain Growth, 1987; Pande & Marsh, The Analytical Modeling of Normal Grain Growth, 1992).

O crescimento anormal de grãos depende basicamente de dois fatores, um primeiro que trata da inibição do crescimento normal de grãos, seja por átomos de soluto (Higgins, 1974), sulcos térmicos (Mullins, 1958), orientação preferencial pronunciada (Beck & Sperry, 1949) e partículas de segunda fase (Beck, Holzworth, & Sperry, 1948) e o segundo, que trata da migração preferencial de alguns contornos enquanto os demais permanecem fixos por conta de um dos mecanismos mencionados anteriormente.

Entretanto, outros tipos de heterogeneidades microestruturais podem estar presentes logo após a recristalização para variados graus de deformação, como observado nos trabalhos de Le Chatelier (1911), Carpenter e Elam (1921) e Williams e Eboral (1952-3).

O crescimento normal de grãos caracteriza-se por uma variação contínua no tamanho médio de grão (Beck, Kremer, Demer, & Holzworth, 1947) enquanto no crescimento anormal de grãos poucos grãos grandes estão presentes em uma estrutura de grãos pequenos (Jeffries & Cleveland, 1916).

Os quatro principais atributos que caracterizam o crescimento normal de grãos são a uniformidade, escala, estabilidade e log-normalidade, como proposto por Kurtz e Carpay (1980). No primeiro deles, o fenômeno toma lugar pelo crescimento de grãos em uma faixa relativamente estreita com um coeficiente de variação de 0,4 e constante (Matsuura & Itoh, 1991) de tal modo que uma estrutura uniforme seja provavelmente observada. O segundo atributo, por seu turno, denota que a distribuição de tamanhos de grãos permanece similar embora o seu tamanho médio aumente. A estabilidade significa que perturbações eventuais no processo de crescimento de grão não afetam a estrutura dinâmica e assintótica de modo que são razoavelmente insensíveis às condições iniciais. Finalmente, tanto as distribuições de perfil como de tamanho de grão (Higgins, 1974) podem ser representadas por uma distribuição lognormal (Beck, 1954; Feltham, 1957; Hu, 1974). Muitos desses atributos não são observados no crescimento anormal de grãos (Dutra, 1994).

Após o trabalho de Tweed, Hansen e Ralph (Tweed, Hansen, & Ralph, 1983) que mostraram que o crescimento anormal de grãos em amostras de alumínio contendo partículas de alumina a distribuição de tamanhos de grão era dada por uma bimodal log-normal ou bi-log-normal, tem sido geralmente reconhecido na literatura que durante a ocorrência do crescimento anormal de grãos, as distribuições de tamanhos de grãos tornam-se bimodais, sendo apenas log-normal no final desse fenômeno (Detert, 1978).

Diversos testes estatísticos como o do χ-quadrado ou Karl-Pearson (Neto, 1974) ou de Kolmogorov-Smirnov têm sido utilizados na tentativa de caracterização do fenômeno (Dutra, 1994). Entretanto, os resultados somente tornam-se notáveis quando o crescimento anormal de grãos tenha ocorrido por extensão razoável na microestrutura. Por outro lado, o cálculo de parâmetros da estatística descritiva tais como a média, desvio-padrão e coeficientes de variação, curtose e assimetria, apesar de serem determinados em diversos trabalhos como técnica para caracterização de distribuições heterogêneas (Bruno & Rios, 1991; Dutra, 1994), podem ser mais bem entendidos como métodos para se determinar o quão distante determinadas

distribuições se deslocam daquela considerada homogênea e não propriamente caracterizam as distribuições heterogêneas.

É nesse contexto que o presente projeto ganha êxito, procurando caracterizar a possível relação entre o tamanho de grão com o seu número de vizinhos mais próximos pelo uso da estatística descritiva e da análise de redes.

# 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A caracterização de microestruturas, mais especificamente na distribuição de tamanhos de grão, possui diversas dificuldades (Dennis, Bate, & Humphreys, 2009). DeHoff (1968) e Feltham (Feltham, 1957) mostraram que uma distribuição de tamanhos de grão bidimensional pode ser representada por uma distribuição log-normal desde que essa seja homogênea. O teste do χ-quadrado pode ser utilizado para determinar se determinada distribuição pode ou não ser representada por uma log-normal. Nesse caso, o valor do χ-quadrado calculado é comparado com um tabelado, esse último baseado no número de classes, média e desvio-padrão. Trata-se de um teste de hipóteses que, se rejeitada, pode ser concluído que a distribuição experimental mensurada não pode ser descrita por uma curva log-normal e, caso contrário, a hipótese é aceita e a distribuição de tamanhos de grão é considerada log-normal e, portanto, homogênea.

Nesse sentido, como mencionado anteriormente, coeficientes estatísticas como variação, assimetria e curtose podem ser utilizados para caracterizar o crescimento anormal de grãos (Bruno & Rios, 1991; Kurzydlowski & Bucki, 1992) embora, como mencionado anteriormente, eles são mais úteis para medir a homogeneidade de tamanho de grão, o que significa que tais coeficientes são utilizados para medir o quão próxima certa distribuição é com uma hipotética e homogênea de tal modo que ela não é exatamente apropriada para a medida de uma distribuição heterogênea.

A análise por redes trata os grãos ou cristais como nós e os seus grãos vizinhos mais próximos são considerados como laços de tal modo que uma rede pode ser constituída ou desenhada e então diversos cálculos matemáticos podem ser feitos visando a medida de suas propriedades. Salienta-se, contudo, que esse método não se limita apenas à caracterização de microestruturas monofásicas, ou seja, ele pode ser utilizado em situações nas quais modelos físicos ou numéricos podem ser testados. Nesse sentido, o presente método pode resolver diversas dificuldades envolvidas na análise teórica do efeito de heterogeneidades de tamanhos de grão nas propriedades mecânicas, como explorado em diversos trabalhos recentes (Berbenni, Favier, & Berveiller, 2007a; Berbenni, Favier, & Berveiller, 2007b; Patra, Hasan, Narasaiah, & Chakrabarti, 2012; Phaniraj, Prasad, & Chokshi, 2007; Choi, Kim, Kim, & Park, 2008).

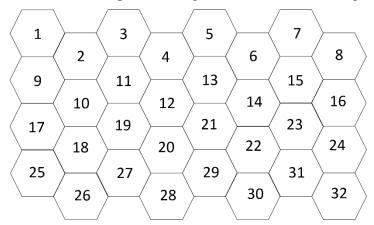
### 2.1 Teoria dos Grafos

Um grafo é um par ordenado (N,L) com um conjunto de nós  $N=\{n_1,\,n_2,\,...\,n_g)$  e um conjunto de linhas ou laços entre pares de nós  $L=(l_1,\,l_2,\,...\,l_k)$ . Para cada grafo, uma matriz adjacente A pode ser criada. Seja A  $(a_{ii})_{gg}$  com

$$a_{ij} = \begin{cases} 1 & \text{se existir uma linha ou laço, } l \in L, \text{ entre } n_i e n_j \\ 0 & \text{caso contrário.} \end{cases}$$

Microestruturas monofásicas podem ser representadas como redes. Cada grão é denominado de nós e seus contornos, linhas ou laços. Como cada contorno de grão é uma fronteira entre dois grãos, o número de linhas ou laços é igual ao número de grãos vizinhos. A Figura 1 mostra uma microestrutura homogênea esquemática cujos grãos monofásicos possuem o mesmo tamanho e seus contornos são retos. Tais grãos são numerados de 1 a 32, de cima para baixo, representando os índices dos nós. Somente os grãos vizinhos mais próximos são considerados nessa análise.

Figura 1 – Microestrutura hipotética de grãos monofásicos homogênea.



Fonte: Autor.

O grau de um nó  $C_D\left(n_i\right)$  é definido pelo número de nós adjacentes a ele ou o número de linhas ou laços incidentes e é, portanto, dado por:

$$C_{D}(n_{i}) = \sum_{i=1}^{g} a_{i,j}$$
 (1)

Também conhecido como uma medida de centralidade para um ator individual (Wasserman & Faust, 1994). A centralidade padronizada de um nó é a base para compreender

a heterogeneidade em uma microestrutura e tem sido utilizada para mensurar a estrutura do grupo em análise de redes sociais. Para uma estrutura contendo *g* grãos, ela é dada por:

$$C_{D}(n_{i}) = \frac{C_{D}(n_{i})}{(g-1)}$$
 (2)

A Tabela 1 mostra os resultados tanto desses dois índices,  $C_D(n_i)$  e  $C_D(n_i)$ , para os grãos da Figura 1. Pode-se notar que muitos grãos apresentam os mesmos valores já que todos possuem o mesmo número de contornos de grão (linhas ou laços) ou grãos circunvizinhos, isto é, 0,193548. Isso significa que estruturas de tamanhos de grão homogêneas possuem provavelmente um número de grãos de mesmo grau assim como mesma centralidade de grau padronizada.

Tabela 1 – Grau dos nós  $C_D(n_i)$  e grau de centralidade  $C_D^{'}(n_i)$ , para a microestrutura esquemática da Figura 1.

Nó	$C_{D}(n_{i})$	$C_D(n_i)$	Nó	$C_{D}(n_{i})$	$C_D(n_i)$	Nó	$C_{D}(n_{i})$	$C_D(n_i)$
1	2	0,064516	13	6	0,193548	25	3	0,096774
2	5	0,161290	14	6	0,193548	26	3	0,096774
3	3	0,096774	15	6	0,193548	27	5	0,161290
4	5	0,161290	16	4	0,129032	28	3	0,096774
5	3	0,096774	17	4	0,129032	29	5	0,161290
6	5	0,161290	18	6	0,193548	30	3	0,096774
7	3	0,096774	19	6	0,193548	31	5	0,161290
8	3	0,096774	20	6	0,193548	32	2	0,064516
9	4	0,129032	21	6	0,193548			
10	6	0,193548	22	6	0,193548			
11	6	0,193548	23	6	0,193548			
12	6	0,193548	24	4	0,129032			

Fonte: Autor.

Outro cálculo que pode ser feito é a centralidade de grau do grupo, que mede a faixa de variabilidade dos índices dos atores individuais e é dado por:

$$C_{D} = \frac{\sum_{i=1}^{g} [C_{D}(n^{*}) - C_{D}(n_{i})]}{(g-1)(g-2)}$$
(3)

onde  $C_D(n^*)$  é o maior valor observado de  $C_D(n_i)$ . A variância dos índices dos graus de ator é dada por:

$$S_{D}^{2} = \frac{\left[\sum_{i=1}^{g} (C_{D}(n_{i}) - \overline{C}_{D})^{2}\right]}{g}$$
(4)

onde

$$\overline{C}_{D} = \frac{\sum_{i=1}^{g} C_{D}(n_{i})}{g}$$
(5)

que é conhecido com a densidade do grafo ou matematicamente, o grau padronizado médio. Entretanto, essa variância depende do número de grãos *g*. Para a comparação de diferentes estruturas de grãos, ela pode também ser padronizada, isto é:

$$S_{Dst}^{2} = \frac{\left[\sum_{i=1}^{g} (C_{D}(n_{i}) - \overline{C}_{D})_{max}^{2} - (C_{D}(n_{i}) - \overline{C}_{D})^{2}\right]}{(g-1)(g-2)}$$
(6)

Cujo subscrito max indica a diferença quadrática máxima entre  $C_D(n_i)$ ,  $\overline{C}_D$ , isto é,  $(C_D(n_i)-\overline{C}_D)^2_{max}\,.$ 

A Figura 2 mostra a mesma microestrutura esquemática da Figura 1, mas com um ou dois grãos maiores. Resultados dos cálculos outrora mencionados, no entanto, são notavelmente diferentes, como podem ser vistos na Tabela 2.

Figura 2 – Estruturas de grãos heterogêneos hipotéticos com um (a) grão grande e (b) dois grãos grandes.

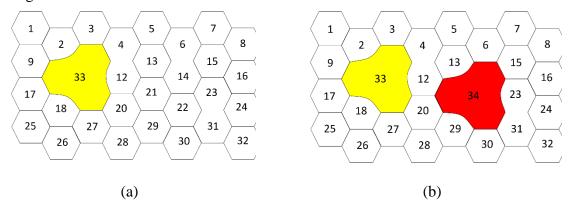


Tabela 2-O maior grau do nó  $C_D(n^*)$ , seu grau de centralidade padronizado  $C_D(n_i)$  e o grau de centralidade  $C_D$  para as microestruturas esquemáticas das Figuras 1, 2 (a) e 2 (b).

Microestrutura	$n_{i}$	$C_D(n^*)$	$C_{D}(n_{i})$	$C_{\rm D}.10^2$
Figura 1	1015; 1823	6	0,193548	4,946237
Figura 2 (a)	33	9	0,310345	16,748770
Figura 2 (b)	33, 34	9	0,333333	18,518520

Fonte: Autor.

A Tabela 3 mostra os resultados para a média do grau de centralidade, sua variância e o valor padronizado para essas três microestruturas. Observa-se que eles podem ser utilizados para mostrar heterogeneidades, mas não tão prontamente como mostrados na Tabela 2. A Figura 3 mostra as correspondentes redes. Pode-se notar que uma rede com formato muito próximo de uma estrela, típico de uma microestrutura homogênea enquanto uma microestrutura mais heterogênea mostra um (Figura 2a) ou dois (Figura 2b) grãos com mais contornos ou grãos vizinhos. Tais redes foram desenhadas com o uso do software UCINET® (Borgatti, 2002). Nota-se ainda que um grão da Figura 3 (b), 33, e dois grãos na Figura 3 (c), 33 e 34, possuem mais laços ou linhas e, portanto, possuem maiores centralidades de grau. Além disso, as centralidades de grau de grupo de ambas as microestruturas são diferentes, o que sugere que essa propriedade pode caracterizar as heterogeneidades nas redes de estruturas de grãos.

Tabela 3 – Grau de centralidade médio  $\overline{C}_D$  e sua variância  $S_D^2$  das microestruturas esquemáticas 1, 2(a) e (b).

Microestrutura	$\overline{\overline{C}}_{\mathrm{D}}$	$S_{\mathrm{D}}^{2}$	$S_{Dst}^2.10^{-7}$
Figura 1	0,141770	0,021211	4,84
Figura 2 (a)	0,154023	0,022038	20,75
Figura 2 (b)	0,161376	0,023957	29,70

A Figura 4, por outro lado, mostra graficamente o grau de centralidade  $C_D(n_i)$  dos nós das microestruturas mostradas nas Figuras 1 e 2 (a) e 2 (b). Os maiores graus de centralidade podem ser observados em vermelho. Nota-se facilmente que quanto mais heterogênea a microestrutura, maior o número de grãos vizinhos ao redor dos maiores grãos e maior o diâmetro do nó.

Figura 3 – Rede de estruturas de grãos com (a) estrutura homogênea, (b) um grão grande e (c) dois grãos grandes construídos pelo software UCINET (Borgatti, 2002).

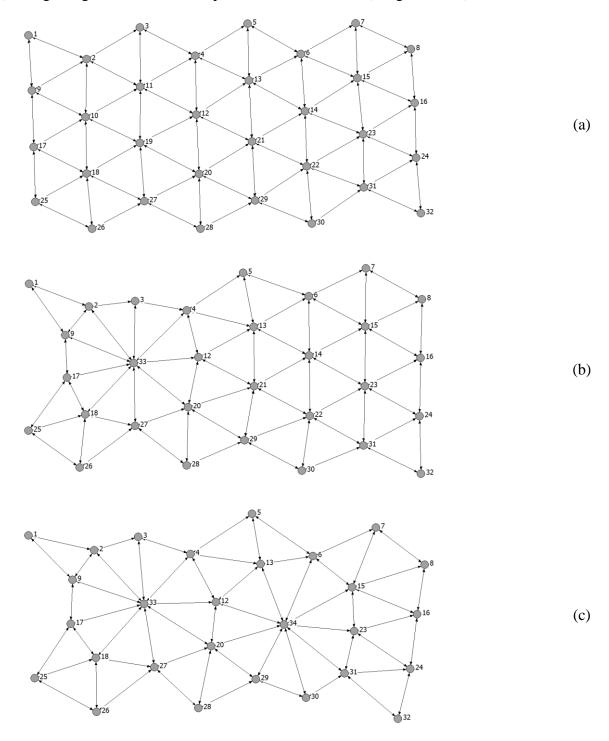
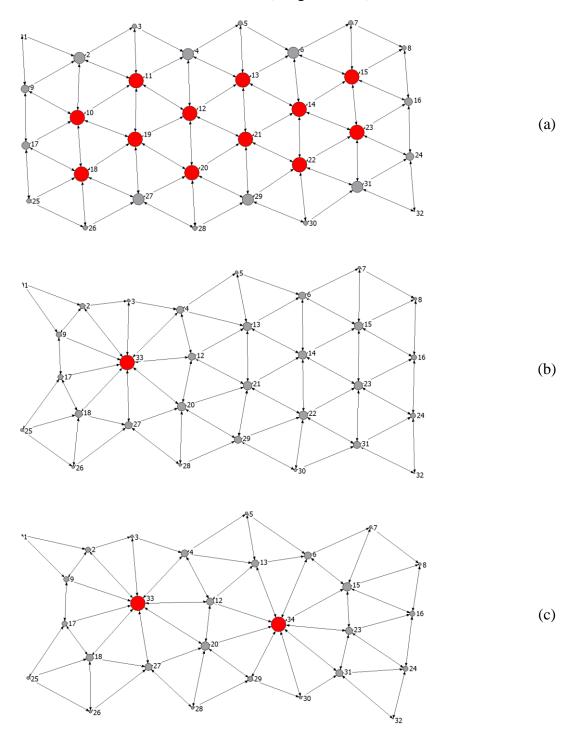


Figura 4 – Rede de estrutura de grãos de acordo com os seus graus de centralidade em (a) estrutura homogênea, (b) um grão grande e (c) dois grãos grandes construídos pelo software UCINET (Borgatti, 2002).



## 2.2 Análise Estatística

Essa análise consiste em duas seções: a primeira que envolve os cálculos da média aritmética, desvio-padrão e coeficientes de variação, assimetria e curtose, tipicamente aqueles

determinados pela estatística descritiva e a última que envolve estimativa não-linear nos parâmetros das distribuições log-normal e bi-log-normal.

### 2.2.1 Estatística descritiva

A distribuição pode ser caracterizada por estatística descritiva, isto é, por meio da determinação do tamanho médio de grão, desvio-padrão e os coeficientes de variação, assimetria e curtose. O coeficiente de assimetria ou terceiro momento central pode ser calculado por:

$$m_{3} = \left(\frac{\sum_{i=1}^{k} f_{i} x_{i}^{3}}{n}\right) - 3\bar{x} \left(\frac{\sum_{i=1}^{k} f_{i} x_{i}^{2}}{n}\right) + 2\bar{x}^{3}$$
(7)

enquanto o quarto momento central é denominado de curtose, dado por:

$$m_{4} = \left(\frac{\sum_{i=1}^{k} f_{i} x_{i}^{4}}{n}\right) - 4x \left(\frac{\sum_{i=1}^{k} f_{i} x_{i}^{3}}{n}\right) + 6x^{2} \left(\frac{\sum_{i=1}^{k} f_{i} x_{i}^{2}}{n}\right) - 3x^{4}$$
(8)

Além desses parâmetros, é possível a realização de testes não-paramétricos como o de Karl-Pearson ou χ-quadrado (Neto, 1974). Esse é utilizado para verificar se a distribuição da variável pode ser descrita por um certo modelo de probabilidade. Em outras palavras, o teste mede a boa ou má aderência a um certo modelo. A hipótese H<sub>0</sub> assume que não há diferença entre os valores observados e esperados enquanto a hipótese H<sub>1</sub> assume que elas são diferentes e o modelo testado é inadequado para descrever a distribuição da população. Esse teste é dado por:

$$\chi_{\nu}^{2} = \frac{\sum_{i=1}^{n} (O_{i} - E_{i})^{2}}{E_{i}}$$
 (9)

onde O<sub>i</sub> é a frequência relativa observada para uma dada classe;

E<sub>i</sub> é a frequência relativa esperada baseada em uma distribuição log-normal;

υ é o número de graus de liberdade, por sua vez, dado por:

$$v = k - 1 - m \tag{10}$$

onde k é o número de classes e m é o número de parâmetros estatísticos necessários para serem caracterizados.

O valor do  $\chi^2$  calculado é então comparado com o crítico. Para um nível de significância de 5% e um número de graus de liberdade maior do que 30, esse valor crítico é dado por:

$$\chi_{\nu}^{2} = (1/2)(\pm Z_{\alpha} + \sqrt{2\nu - 1})^{2} \tag{11}$$

onde  $Z_{\alpha}$  é a variável normal padronizada para um dado nível de significância, nesse caso, considerar-se-á igual a 1,96.

Se o valor do  $\chi^2$  calculado for inferior ao crítico, as frequências observadas são próximas das esperadas e, portanto,  $H_0$  é aceito. Caso contrário,  $H_0$  é rejeitado e  $H_1$  é aceito.

### 2.2.2 Estimativa não-linear

O presente modelo, uma distribuição log-normal, é usualmente denominado não-linear porque ele é não-linear nos seus parâmetros (Draper & Smith, 1966) e é dado por:

$$f(t, \theta_1, \theta_2, \theta_3, \theta_4) = \theta_1 + \frac{\theta_2}{\theta_3 \sqrt{2\pi}} \exp\left[\frac{-(t - \theta_4)^2}{2(\theta_3)^2}\right]$$
 (12)

onde t é uma variável independente e  $\theta_1$ ,  $\theta_2$ ,  $\theta_3$  e  $\theta_4$  são os parâmetros a serem determinados pelo método dos mínimos quadrados no caso não-linear.

Seja  $(x_1, y_1)$ ,  $(x_2, y_2)$ , ...,  $(x_p, y_p)$  o conjunto de dados utilizados nesse projeto. Essa teoria mostra como obter esses parâmetros; ela consiste em minimizar a soma dos erros quadráticos, isto é, a seguinte função deve ser minimizada:

$$R(\theta_1, \theta_2, \theta_3, \theta_4) = \sum_{i=1}^{p} [y_i - f(x_i, \theta_1, \theta_2, \theta_3, \theta_4)]^2$$
(13)

Para encontrar a estimativa dos mínimos quadrados desses parâmetros, a Equação (13) deve ser diferenciada e igualada a zero, isto é:

$$\frac{\partial R}{\partial \theta_k}(\theta_1, \theta_2, \theta_3, \theta_4) = 2\sum_{i=1}^p [y_i - f(x_i, \theta_1, \theta_2, \theta_3, \theta_4)] \frac{\partial f}{\partial \theta_k}(x_i, \theta_1, \theta_2, \theta_3, \theta_4) = 0$$
(14)

para k = 1, 2, 3 e 4. Por outro lado,

$$\frac{\partial f}{\partial \theta_1}(x_1, \theta_1, \theta_2, \theta_3, \theta_4) = 1 \tag{15}$$

$$\frac{\partial f}{\partial \theta_2}(x_i, \theta_1, \theta_2, \theta_3, \theta_4) = \frac{1}{\theta_3 \sqrt{2\pi}} \exp\left[\frac{-(x_i - \theta_4)^2}{2(\theta_3)^2}\right]$$
(16)

$$\frac{\partial f}{\partial \theta_3}(x_i, \theta_1, \theta_2, \theta_3, \theta_4) = \left[ \frac{(x_i - \theta_4)^2}{(\theta_3)^4} - \frac{1}{(\theta_3)^2} \right] \frac{\theta_2}{\sqrt{2\pi}} \exp\left[ \frac{-(x_i - \theta_4)^2}{2(\theta_3)^2} \right]$$
(17)

$$\frac{\partial f}{\partial \theta_4}(x_i, \theta_1, \theta_2, \theta_3, \theta_4) = \frac{\theta_2}{(\theta_3)^3 \sqrt{2\pi}} \exp\left[\frac{-(x_i - \theta_4)^2}{2(\theta_3)^2}\right]$$
(18)

que leva a quatro equações conhecidas como equações normais:

$$\sum_{i=1}^{p} \left\{ y_i - \theta_1 - \frac{\theta_2}{\theta_3 \sqrt{2\pi}} \exp\left[ \frac{-(x_i - \theta_4)^2}{2(\theta_3)^2} \right] \right\} = 0$$
 (19)

$$\sum_{i=1}^{p} \left\{ y_i - \theta_1 - \frac{\theta_2}{\theta_3 \sqrt{2\pi}} \exp\left[ \frac{-(x_i - \theta_4)^2}{2(\theta_3)^2} \right] \right\} \frac{1}{\theta_3 \sqrt{2\pi}} \exp\left[ \frac{-(x_i - \theta_4)^2}{2(\theta_3)^2} \right] = 0$$
 (20)

$$\sum_{i=1}^{p} \left\{ y_{i} - \theta_{1} - \frac{\theta_{2}}{\theta_{3} \sqrt{2\pi}} \exp\left[ \frac{-(x_{i} - \theta_{4})^{2}}{2(\theta_{3})^{2}} \right] \right\} \left[ \frac{(x_{i} - \theta_{4})^{2}}{(\theta_{3})^{4}} - \frac{1}{(\theta_{3})^{2}} \right] \frac{\theta_{2}}{\sqrt{2\pi}} \exp\left[ \frac{-(x_{i} - \theta_{4})^{2}}{2(\theta_{3})^{2}} \right] = 0$$
(21)

$$\sum_{i=1}^{p} \left\{ y_{i} - \theta_{1} - \frac{\theta_{2}}{\theta_{3} \sqrt{2\pi}} \exp\left[\frac{-(x_{i} - \theta_{4})^{2}}{2(\theta_{3})^{2}}\right] \right\} \frac{\theta_{2}}{(\theta_{3})^{3} \sqrt{2\pi}} \exp\left[\frac{-(x_{i} - \theta_{4})^{2}}{2(\theta_{3})^{2}}\right] = 0 \quad (22)$$

que devem ser solucionadas para a determinação dos parâmetros  $\theta_1$ ,  $\theta_2$ ,  $\theta_3$  e  $\theta_4$ . O software MATLAB® será então utilizado para que essa determinação seja possível assim como a determinação do coeficiente de correlação, a soma dos erros quadráticos e em seguida o plotar da curva analítica para um nível de confiança de 95% assim como os resíduos. Isso será visto em item posterior, que tratará de materiais e métodos, como exemplo de aplicação.

O mesmo procedimento será adotado para a determinação da distribuição bi-log-normal, dada por:

$$g(t, \theta_1, \theta_2, \theta_3, \theta_4, \theta_5, \theta_6, \theta_7, \theta_8) = \theta_1 + \frac{\theta_2}{\theta_3 \sqrt{2\pi}} \exp\left[\frac{-(t - \theta_4)^2}{2(\theta_3)^2}\right] + \theta_5 + \frac{\theta_6}{\theta_7 \sqrt{2\pi}} \exp\left[\frac{-(t - \theta_8)^2}{2(\theta_7)^2}\right]$$
(23)

e os oito parâmetros são determinados do mesmo modo que aquele descrito anteriormente para quatro.

# 3. MATERIAIS E MÉTODOS

O presente projeto pretende utilizar o mesmo aço já explorado em trabalho anterior dos autores (Hubmann & Dutra, 2016), cujas composições químicas, especificação técnica e a real, obtida no laboratório de química do Centro Universitário da FEI, podem ser vistas a seguir, na Tabela 4.

Tabela 4 – Composição química obtida pela análise química do laboratório de química do Centro Universitário da FEI e a esperada do aço UNS S43932 (Aperam, s.d.)

Ref.	%C	%Mn	%Si	%P	%S	%Cr	%Ni	%N	%Cu	%Mo	%V
FEI	0,018	0,16	0,17	0,024	-	15,4	0,23	-	0,001	0,011	0,029
Ap.	0,03	1,00	1,00	0,04	0,015	18,0	0,5	0,030	-	-	-

Fonte: (Hubmann & Dutra, 2016).

Naquele trabalho (Hubmann & Dutra, 2016), diversos tratamentos de recozimento foram realizados nas temperaturas de 650, 700, 750, 800 e 1200°C pelos tempos de 1, 5, 25, 125 e 625 minutos. Também foram medidos a dureza e o tamanho médio de grão, como podem ser vistos nas Tabelas 5 e 6, a seguir. Pode ser visto pela Tabela 6 que o tamanho médio foi efetivamente maior para a temperatura mais alta, de 1200°C, quando comparado com as amostras tratadas nas temperaturas mais baixas, entre 650 e 800°C. Como no presente projeto o objetivo é o estabelecimento da relação entre o tamanho de grão e o grau de centralidade pela análise de redes, as amostras escolhidas para tal serão aquelas tratadas nas temperaturas de 800 e 1200°C, nos diversos tempos investigados. Isso porque nessas duas temperaturas há certeza de que a recristalização ocorreu por completo e seus tamanhos médios de grãos são bastante diferentes, cerca de uma ordem de grandeza, apesar de serem ambas homogeneamente distribuídas.

Tabela 5 – Dureza das amostras tratadas em trabalho de iniciação científica que investigou as heterogeneidades microestruturais após deformação após deformação com um grau de deformação de 20% e recozimento.

	Temperatura (°C)					
Tempo (min)	650	700	750	800	1200	
1	228	232	196	172	163	
5	237	233	185	176	157	
25	226	200	174	160	151	
125	233	176	174	151	175	
625	196	177	168	148	-	

Fonte: (Hubmann & Dutra, 2016).

Tabela 6 – Tamanho médio de grão das amostras tratadas em trabalho de iniciação científica que investigou as heterogeneidades microestruturais após deformação com um grau de deformação de 20% (redução na espessura) e recozimento.

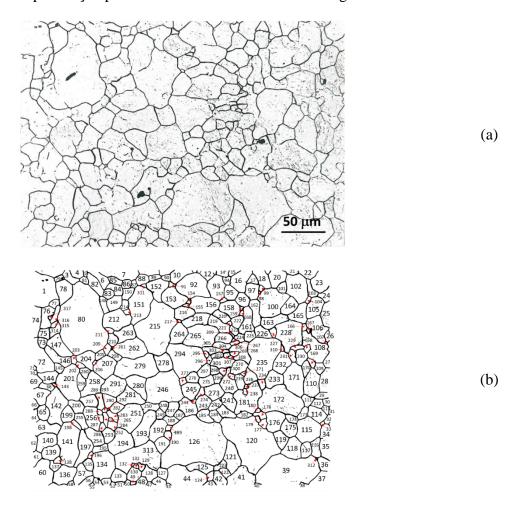
	Temperatura (°C)					
Tempo (min)	650	700	750	800	1200	
1	15,4	14,0	13,6	10,2	167,8	
5	14,0	14,0	14,0	8,4	168,5	
25	13,2	14,4	12,8	9,2	177,3	
125	15,4	15,4	13,6	9,2	188,0	
625	16,5	13,2	12,5	8,3	-	

Fonte: (Hubmann & Dutra, 2016).

O software de análise de imagens a ser utilizado deverá ser capaz de determinar a área de grãos de pelo menos 600 grãos de modo que a análise por estatística descritiva seja possível, de acordo com a norma ASTM que trata da determinação do tamanho médio de grão (American Society for Testing and Materials, 1982). Contudo, esse trabalho deverá investigar pelo menos um dos campos mensurados pelo software de análise de imagens para que a posterior caracterização por análise de redes seja possível. Um exemplo dessa numeração pode ser visto

a seguir, na Figura 5. Nota-se que a microestrutura original, apresentada na Figura 5 (a), não permitiu a revelação de todos os contornos de grão. Por causa disso, um software de processamento de imagens foi utilizado para a edição dos contornos não revelados adotando as premissas de Smith (1948), que afirma que de um ponto triplo há dois contornos e cada contorno é delimitado por dois pontos triplos.

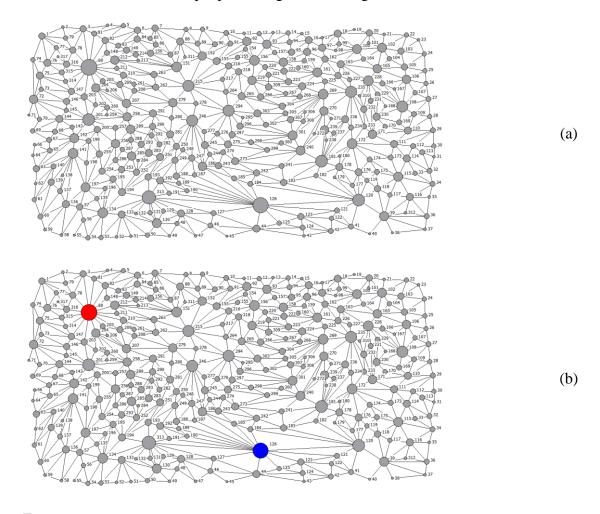
Figura 5 – Exemplo de (a) microestrutura atacada pelo reativo de Béchet e Beaujard modificado (1955) de um aço para cementação DIN 20MnCr 5 obtida experimentalmente em trabalho anterior de um dos autores (Dutra, 1994) e (b) imagem da mesma microestrutura após edição para delineamento dos contornos de grão.



Fonte: Autor.

A Figura 5 mostra ainda que a numeração dos grãos ou cristais com vistas à análise de redes. Em seguida, a Figura 6 apresenta a representação da rede de estrutura de grãos construída a partir da Figura 5 e da matriz construída pela leitura e análise dos grãos da Figura 5. Na Figura 6 (a), nota-se a estrutura de rede de grãos propriamente dita enquanto a Figura 6 (b) apresenta a mesma rede, porém com ênfase nos graus de centralidade: em vermelho, o grão com maior grau de centralidade e em azul, aquele com o segundo maior grau de centralidade.

Figura 6 – (a) Estrutura de rede de grãos da microestrutura da Figura 5 (a) e (b) e (b) a mesma estrutura de rede de grãos, com ênfase no grau de centralidade; em vermelho, o maior grau de centralidade e em azul, o que possui segundo maior grau de centralidade.



Fonte: autor.

Os resultados da rede construída pelo software UCINET (Borgatti, 2002) podem ser vistos nas Tabelas 7 e 8. Na primeira, é possível observar que o grão de número 80 é aquele com maior valor no grau de centralidade e é também o maior grão da microestrutura apresentada na Figura 5. Isso significa que há possibilidade de se estabelecer uma relação entre o tamanho de grão e o número de vizinhos mais próximos, determinado pelo grau de centralidade, do grão.

Tabela 7: O maior grau do nó  $C_D(n^*)$ , seu grau de centralidade padronizado  $C_D(n_i)$  e o grau de centralidade do grupo  $C_D$  da microestrutura da Figura 5.

Microestrutura	ni	C <sub>D</sub> (n*)	$C_D(n_i)$	$C_{\rm D} . 10^2$
Valores	80	16	0,05060	3,33534

Fonte: autor.

Tabela 8 – Grau de centralidade padronizada médio  $\overline{C}_D$  e sua variância  $S_D^2$  da microestrutura da Figura 5.

Microestrutura	$\overline{C}_{D}x10^{2}$	$S_{\mathrm{D}}^{2}$	$S_{Dst}^2.10^{-11}$
Figura 5	0,01748990	0,000302230	3,68

Fonte: autor.

Cumpre salientar, no entanto, que o grau padronizado médio é uma versão muito simplificada de um índice de nível de grupo (Wasserman & Faust, 1994) mas, apesar disso, ele deve ser analisado pela comparação com a dispersão dos números que compõem a média, que pode ser observado pela variância e pela variância padronizada, como pode ser observado na Tabela 8.

A mesma amostra apresentada na Figura 5 foi analisada com relação à estatística descritiva, como pode ser visto na Tabela 9, a seguir. Nota-se que o teste não-paramétrico foi rejeitado, o que significa que a distribuição de tamanhos de grão não pode ser representada por uma curva log-normal. Também é possível notar pela Tabela 9 que a distribuição é assimétrica e platicúrtica, além de apresentar um coeficiente de variação relativamente alto, de 0,8.

Tabela 9: Resultados estatísticos da amostra da Figura 5.

Número de cordas	594
Intervalo de confiança (95%) [μm]	181,3±11,8
Coeficiente de variação	0,8
Coeficiente de assimetria	-0,6
Coeficiente de curtose	2,6
χ2 calculado	2652,7
χ2 tabelado	121,8

Fonte: autor.

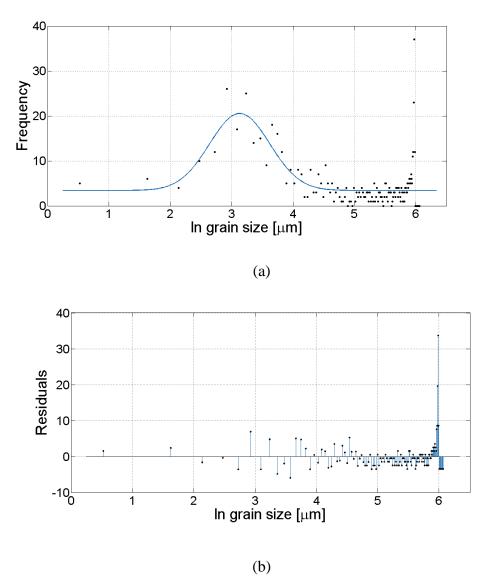
A análise por estimativa não-linear pode ser vista na Tabela 10, a seguir. Os parâmetros calculados de  $\theta_k$  (k=1,2,3 e 4) para a distribuição log-normal da amostra que resultou na microestrutura apresentada na Figura 4 podem ser vistos nessa tabela. Esses foram determinados pelo software MATLAB®. As curvas obtidas por essa análise, por sua vez, podem ser vistas na Figura 7.

Tabela 10 – Parâmetros não-lineares calculados no MATLAB® para a amostra da microestrutura da Figura 5, seu coeficiente de correlação (R-quadrado) e a soma dos erros quadrados (SSE).

$\theta_1$	3,4169
$\theta_2$	20,9727
$\theta_3$	0,4888
θ4	3,1307
R-quadrado	0,4048
SSE	2386,6

Nota-se pela Figura 7, a seguir, que a curva de ajuste por uma log-normal está muito distante para os valores de tamanho de grão de maior tamanho, como esperado já que o teste não-paramétrico mostrado na Tabela 9 já havia rejeitado a hipótese de que a distribuição não seja do tipo log-normal. Isso também pode ser notado pelos resíduos apresentados na Figura 7 (b) que são muito maiores para os valores de maior tamanho de grão.

Figura 7: (a) Frequência de distribuição (distribuição de tamanho de grãos) da amostra da Figura 5 e sua curva analítica obtida a partir dos parâmetros determinados pelo MATLAB® e (b) os resíduos obtidos quando comparados com a curva ajustada com os dados.

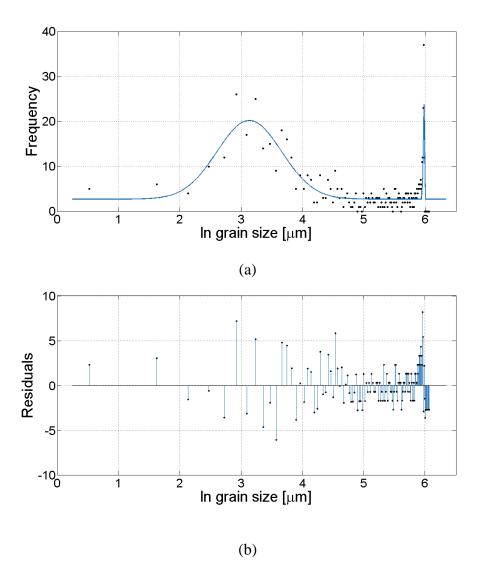


Alternativamente, pode-se tentar a determinação dos parâmetros não-lineares assumindo que a distribuição seja do tipo bi-log-normal. Isso pode ser visto na Tabela 11, determinados pelo software MATLAB®. Por sua vez, a Figura 8 apresenta a curva bi-log-normal e os resíduos obtidos por essa análise. Nota-se que os resíduos são menores que aqueles apresentados na Figura 7. O mesmo pode ser observado quando se compara a soma dos erros quadráticos apresentados nas Tabelas 10 e 11, menor para o ajuste por uma curva bi-log-normal.

 $\label{lem:tabela 11-Parâmetros não-lineares determinados pelo software MATLAB @ para a amostra da microestrutura apresentada na Figura 5.$ 

$\theta_1$	0,8681	$\theta_5$	1,8403
$\theta_2$	22,9906	$\theta_6$	0,6114
$\theta_3$	0,5246	$\theta_7$	0,0072
θ4	3,1320	$\theta_8$	5,9734
R-quadrado	0,8192	SSE	724,8202

Figura 8: (a) Frequência de distribuição (distribuição de tamanho de grãos) da amostra da Figura 5 e sua curva analítica bi-log-normal obtida a partir dos parâmetros determinados pelo MATLAB® e (b) os resíduos obtidos quando comparados com a curva ajustada com os dados.



### 4. OBJETIVOS

O presente projeto tem diversos objetivos, classificados como geral e específicos, descritos a seguir. Em ambos os casos, a aluna terá oportunidade de desenvolver um trabalho mais aprofundado no que diz respeito à caracterização de materiais por intermédio da metalografia e estereologia quantitativa e ainda na aplicação de métodos de regressão não-linear e estatística descritiva.

### a. OBJETIVO GERAL

O presente projeto tem como objetivo geral a comparação entre uma técnica consolidada em metalografia ou estereologia quantitativa, o tamanho médio e a distribuição de tamanhos de grãos com uma técnica nova, a análise de redes em estruturas de grãos.

### b. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Os objetivos específicos deste projeto estão ligados às análises metalográfica e matemática das microestruturas, podendo ser subdivididas em:

- Mensuração das áreas dos grãos em microestruturas do aço UNS S43932 e desenvolvimento de algoritmo capaz de se chegar a um arquivo contendo classes de áreas com vistas ao levantamento estatístico;
- Denominação das redes de estruturas de grãos e construção das redes de grãos monofásicos com software específico UCINET®;
- Determinação e análise dos parâmetros estatísticos a partir dos dados experimentais;
- Ajuste de curvas do tipo log-normal ou bi-log-normal para as estruturas de grãos usando o método de regressão não-linear em software específico MATLAB®.

### 5. RESULTADOS ESPERADOS

Os resultados esperados com este trabalho podem ser divididos em três grandes áreas; a primeira que trata da caracterização da estrutura de grãos propriamente dita, ou seja, a obtenção de distribuição de áreas dos grãos das amostras que seriam eleitas para a caracterização, uma com tamanho médio de grão pequeno e outra com tamanho médio de grão sensivelmente maior que a primeira, de modo que esses possam ser comparados com relação ao perfil de suas distribuições.

A segunda área seria um conjunto de resultados advindos da estatística descritiva que permitiria a caracterização quantitativa da distribuição de tamanhos de grão e o teste não-paramétrico com vistas à aceitação ou não de uma distribuição log-normal. Ainda nessa área, espera-se que a análise por regressão não-linear seja capaz de determinar os quatro parâmetros não-lineares e o levantamento da curva log-normal a partir desses parâmetros. Caso contrário, espera-se ainda que os resultados apontem qual o melhor modelo, se uma curva bi-log-normal ou log-normal, com as suas respectivas somas dos erros quadráticos.

A terceira e última área seria o levantamento das redes de estruturas de grãos e determinação dos parâmetros típicos dessa análise com posterior comparação com os resultados advindos das duas primeiras análises. Nesse caso, espera-se que haja uma correlação entre o tamanho de grão para uma dada estrutura com determinada distribuição e os coeficientes calculados a partir da teoria dos grafos.

### 6. PLANO DE TRABALHO DO BOLSISTA

Candidata: Tamiris Basan Hubmann

As atividades que serão desenvolvidas pela candidata serão as seguintes:

Atividade 1: Introdução ao tema da teoria dos grafos e leitura do capítulo que trata do levantamento de sociogramas e coeficientes associados com essa teoria do livro de Wasserman e Faust (1994);

Atividade 2: Revisão bibliográfica contemplando a relação entre o tamanho de grão e parâmetros típicos da estatística descritiva, análise por regressão não-linear e análise de redes;

Atividade 3: Criação e uso do algoritmo para medida da área dos grãos em diversos campos de amostras com tamanhos médios de grão muito diferentes e consequente geração de arquivo contendo classes de tamanhos (áreas);

Atividade 4: Treinamento e uso dos softwares UCINET® e MATLAB®;

Atividade 5: Análise por estatística descritiva das distribuições obtidas na análise metalográfica;

Atividade 6: Uso dos softwares UCINET® e MATLAB® para a análise de redes e análise por regressão não-linear das distribuições obtidas na análise metalográfica;

Atividade 7: Comparação de todos os resultados obtidos nas três análises e avaliação desses resultados no que diz respeito à relação entre eles;

Atividade 8: Participação no simpósio de iniciação científica da FEI;

Atividade 9: Elaboração do relatório final.

A Tabela 12, por seu turno, apresenta o cronograma de desenvolvimento dessas atividades.

Mês Atividade 

Tabela 12 – Cronograma de atividades a serem desenvolvidas pela candidata à bolsa de iniciação científica do Centro Universitário da FEI.

# 7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- American Society for Testing and Materials. (1982). Standard methods for determining average grain size (E112) (Vols. Part 11: Metallography; Nondestructive Testing, American Society for Testing and Materials). Philadelphia: American Society for Testing and Materials.
- American Society for Testing and Materials. (1987). Standard test methods for characterizing duplex grain xizes. (E1181-87). Em *Annual Book of ASTM Standards. Section 3: Metals Test Methods and Analytical Procedures* (Vol. 03.01). Philadelphia.
- Ashby, M., Sherclif, H., & Cebon, D. (2007). Introduction: materials history and character. Em M. Ashby, H. Sherclif, & D. Cebon, *Materials: Engineering, Science, Processing and Design* (pp. 2-11). Oxford: Butterworth-Heinemann.
- Avi Arad, M. T. (Produtor), & Webb, M. (Diretor). (2012). *The Amazing Spider-Man* [Filme Cinematográfico]. Estados Unidos da América: Andes Films and others.
- Béchet, S., & Beaujard, L. (n.10 de v.52 de 1955). Nouveau réactif pour la mise en évidence micrographique du grain austénitique des aciers trempés ou temprés-revenus. *Revue de Metallurgie*, pp. 830-836.

- Beck, P. (1954). Annealing of cold worked metals. A Quarterly Supplement of the Philosophical Magazine, 3, 245-324.
- Beck, P., & Sperry, P. (1949). Effect of Recrystallization Texture on Grain Growth. *Metals Transactions*, v.185, 240-241.
- Beck, P., Holzworth, M., & Sperry, P. (1948). Effect of a dispersed phase on grain growth in Al-Mn alloys. *Transactions of the American Institute for Metallurgical Engineers*, 180, 163-192.
- Beck, P., Kremer, J., Demer, L., & Holzworth, M. (1947). Grain growth in high-purity aluminum and in an aluminum-magnesium alloy. *Transactions of the American Institute* for Metallurgical Engineers, 175, 372-400.
- Berbenni, S., Favier, V., & Berveiller, M. (2007). Impact of the grain size distribution on the yield stress of heterogeneous materials. *International Journal of Plasticity*, 23, 114-142.
- Berbenni, S., Favier, V., & Berveiller, M. (2007). Micro-macro modelling of the grain size distribution on the plastic flow stress of heterogeneous materials. *Computational Materials Science*, *39*, 96-105.
- Borgatti, S. E. (2002). Ucinet 6 for Windows: Software for Social Network Analysis. Harvard.
- Bruno, J., & Rios, P. (1991). Parâmetros para a caracterização do crescimento anormal de grão. Em *46o. CONGRESSO ANUAL DA ABM* (pp. 651-658). São Paulo: ABM.
- Burke, J. (1949). Some Factors Affecting the Rate of Grain Growth in Metals . *Transactions of the American Institute for Metallurgical Engineers*, 180, 73-91.
- Burke, J., & Turnbull, D. (1952). Recrystallization and grain growth. Em *Progress in Metal Physics* (pp. 220-292). London: Pergamon Press.
- Cantor, M. (Producer), & Cantor, M. (Director). (2013). Superheroes: a never-ending battle [Motion Picture]. Estados Unidos da América: PBS Distribution, Public Broadcasting Service, Yleisradio. Retrieved junho 29, 2016, from https://youtu.be/H4MN3a59yUQ
- Carpenter, H., & Elam, C. (1921). The Production of Single Crystals of Aluminium and their Tensile Properties. *Proceedings of the Royal Society A.*, 100, pp. 329-353.
- Choi, S.-H., Kim, J., Kim, ,. B., & Park, Y. (2008). The effect of grain size distribution on the shape of flow stress curves of Mg-3Al-1Zn under uniaxial compression. *Materials Science and Engineering A*, 488, 458-467.
- DeHoff, R., & Rhines, F. (1968). Particle-Size Distribution. Em E. Underwood, *Quantitative Microscopy* (pp. 201-265). New York: McGraw-Hill Book Company.

- DeHoff, R., & Rhines, F. (1968). Particle-Size Distribution. Em E. Underwood, *Undererwood*, *E.E.* (pp. 149-200). New York: McGraw-Hill Book Company.
- Dennis, J., Bate, P., & Humphreys, F. (2009). Abnormal grain growth in Al-3.5Cu. *Acta Materialia*, 4539-4547.
- Detert, K. (1978). Secondary recrystallization. Em F. Hässner, *Recrystallization of Metallic Materials*. (pp. 97-109). Stutgart: Dr. Riederer Verlag GmbH.
- Draper, N., & Smith, H. (1966). Applied Regression Analysis. New York: John Wiley & Sons.
- Dutra, J. C. (1994). Crescimento Anormal de Grãos em Aços para Cementação. São Paulo: Dissertation.
- Exner, H. (1972). Analysis of grain- and particle-size distributions in metallic materials. International Metallurgical Reviews, 17, 25-42.
- Feitknecht, W. (1926). Crystal Growth in Recrystallized Cold-Worked Metals. *The Journal of the Institute of Metals*, v. 35, 131-172.
- Feltham, P. (1957). Grain growth in metals. Acta Metallurgica, 5, 97-105.
- Gladman, T. (1966). On the theory of the effect of the precipitate particles on grain growth in metals. *Proceedings of the Royal Society*, *194A*, 289-309.
- Higgins, G. (1974). Grain boundary migration and grain growth. Metal Science, 8, 143-150.
- Hillert, M. (1965). On the theory of normal and abnormal grain growth. *Acta Metallurgica*, 13, 227-238.
- Hu, H. (1974). Grain growth in zone-refined iron. *Canadian Metallurgical Quarterly*, 13, 275-286.
- Hubmann, T. B., & Dutra, J. C. (2016). Obtenção de diferentes distribuições de tamanhos de grão por intermédio de deformação plástica e recristalização e/ou crescimento de grão em um aço inoxidável ferrítico UNS S43932. Centro Universitário da FEI, Materiais. São Bernardo do Campo: Relatório Final de Iniciação Científica.
- Jeffries, Z., & Cleveland, O. (1916). Grain Growth Phenomena in Metals. *Transactions of the American Institute of Mining Engineering*, 56, 571-581.
- Jri. (s.d.).
- Kakalios, J. (2005). *The Physics of Superheroes*. Nova Iorque: The Gotham Books Publishing Group.
- Kamlot, D. (2013). Propaganda enganosa e persuasão: reação do consumidor e proposta de políticas públicas (Tese de Doutorado). São Paulo: Escola Brasileira de Administração Pública e de Empresas, Centro de Formação Acadêmica e Pesquisa.

- Kurtz, S., & Carpay, F. (1980). Microstructure and Normal Grain Growth in Metals and Ceramics. Part I. Theory. *Journal of Applied Physics*, *51*(11), 5725-5744.
- Kurzydlowski, K., & Bucki, J. (1992). A Method for Grain Size and Grain Size Uniformity Estimation - Applications to Polycristalline materials. Scripta Metallurgica et Materialia, 27, 117-120.
- Le Chatelier, M. (1911). Revue de Métallurgie. Mémoires., 8, pp. 367-376.
- Martinez, L. (1992). Progress in Understanding Grain Growth and Its Importance. *Journal of Metals*, 15.
- Matsuura, K., & Itoh, Y. (1991). Analysis of the Effect of Grain Size Distribution on Grain Growth by Computer Simulation. *ISIJ International*, *31*(4), 366-371.
- Mullins, W. (1958). The Effect of Thermal Grooving on Grain Boundary Motion. *Acta Metallurgica*, v.6, 414-27.
- Pande, C. (1987). On the Stochastic Theory of Grain Growth. *Acta Metallurgica*, 35(11), 2671-2678.
- Pande, C., & Marsh, S. (1992). The Analytical Modeling of Normal Grain Growth. *Journal of Metals*, 25-29.
- Patra, S., Hasan, S. M., Narasaiah, N., & Chakrabarti, D. (2012). Effect of bimodal distribution in ferrite grain sizes on the tensile properties of low-carbon steels. *Materials Science* and Engineering A, 538, 145-155.
- PBS Newshour. (11 de outubro de 2012). Spider-Math and Bat-Physics: Science in a Superhero World. Estados Unidos da América. Acesso em 29 de junho de 2016, disponível em http://www.pbs.org/newshour/rundown/getting-superheroes-to-do-their-spider-math-and-bat-physics/
- Phaniraj, M., Prasad, M., & Chokshi, A. (2007). Grain-size distribution effects in plastic flow and failure. *Materials Science and Engineering A*, 463, 231-237.
- Rios, P. (1987). A Theory for Grain Boundary Pinning by Particles. *Acta Metallurgica*, 35(12), 2805-14.
- Rosenber, R. (Fevereiro de 2013). The Psychology behind Superhero Origin Stories. *Smithsonian Magazine*. Estados Unidos da América. Acesso em 27 de junho de 2016, disponível em http://www.smithsonianmag.com/arts-culture/the-psychology-behind-superhero-origin-stories-4015776/?no-ist

- Rublin, J. A. (2012). A superaventura: da narratividade e sua expressividade à sua potencialidade teológica. *Tese de Doutorado*, 257. São Leopoldo, Rio Grande do Sul, Brasil: Escola Superior de Teologia.
- Smith, C. (v.175 de Feb. de 1948). Grains, Shapes and Interfaces: An Interpretation of Microstructure. *Transactions of the American Institute for Metallurgical Engineers*, pp. p.15-51.
- Tweed, C., Hansen, N., & Ralph, B. (1983). Grain Growth in Samples of Aluminum Containing Alumina Particles. *Metallurgical Transactions*, *14A*, 2235-2243.
- Tweed, C., Hansen, N., & Ralph, B. (1985). Methods of Assessing Grain-Size Distribution during Grain Growth. *Metalography*, *18*, 115-127.
- Underwood, E. (1970). Particle and Grain-Size Distributions. Em E. Underwood, *Quantitative Stereology* (pp. 109-147). Massachusetts: Addison-Wesley Publishing Company.
- Vander Voort, G. (1984). Grain Size Measurement. Em J. McCall, & J. Steele, *Practical Applications of Quantitative Metallography* (pp. 85-131). Orlando: Philadelphia.
- Wasserman, S., & Faust, K. (1994). *Social Network Analysis: Methods and Applications*. New York: Cambridge University Press.
- Weygand, D., Bréchet, Y., & Lépinoux, J. (2000). Inhibition of grain growth by particle distribution: effect of spatial heterogeneities and of particle strength dispersion.

  \*Materials Science and Engineering, A292, 34-39.
- Williams, W.M., & Eborall, R. (1952-3). Critical Strain Effects in Cold Worked Wrought Aluminium and Its Alloys. *Journal of the Institute of Metals*, 81, pp. 501-512.
- Zhengfung, Q. e. (1985). The Abnormal Growth of Austenite Grain. *Transactions of the Metals Heat Treatment*, 2(6), 9-19.