

CARACTERIZAÇÃO DE AMOSTRAS POR MICROSCOPIA ÓPTICA E POR MICRODUREZA DE MATERIAIS METÁLICOS FERROSOS E NÃO FERROSOS

Miguel Cabral de Macedo

Mestre em Engenharia Mecânica (UFRN). Docente IFRN

Iverton Rodrigo Barbosa Gomes

Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais (UFRN). Docente UNIFACEX

Luiz Guilherme Meira de Souza

Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais (UFRN). Docente UFRN

Resumo: Realizaram-se por meio de microscopia óptica e ensaio de microdureza a análise e determinação das propriedades mecânicas de dois diferentes metais, um classificado como liga ferrosa e outro de não ferrosa, segundo resultados obtidos. O objetivo foi a avaliação das microestruturas obtidas características de cada material, a fim de diferenciar, a partir da análise das morfologias e de suas respectivas microdurezas, a classificação de cada material utilizado no presente estudo. Apesar da limitação de magnificação da análise de microscopia óptica, pode-se, com esta técnica, afirmar qual material metálico se tem em mãos para determinada aplicação. Ao término dos ensaios e análises dos resultados, foram obtidas duas amostras metálicas distintas, sendo uma liga ferrosa e outra liga não ferrosa. Foi feito, ainda, o método de contagem por pontos, para estimar a quantidade das fases presentes e a contagem de grão pela técnica de intercepto linear.

Palavras-chave: microscopia óptica; microdureza; morfologia; ligas ferrosas e não ferrosas.

SAMPLE CHARACTERIZATION BY OPTICAL MICROSCOPY AND BY MICROHARDNESS OF FERROUS AND NON FERROUS METALLIC MATERIALS

Abstract: Was carried out by means of optical microscopy and testing of microhardness analysis and determination of the mechanical properties of two different metals, a classified as ferrous alloy and other non ferrous, according to the results obtained. Having as objective evaluation of the microstructures obtained characteristics of each material, in order to differentiate from the analysis of morphologies and their respective microdurezas, the classification of each material used in the present study. Despite the limitation of magnification of the analysis of optical microscopy, you can with this technique say which metallic material has in hands, for a given application. At the end of tests and analyzes of the results were obtained two samples separate metal, being a ferrous alloy and another league non ferrous. Was done yet, the counting method to estimate the amount of phases present and counting of grain by the technique of linear intercept.

Keywords: optical microscopy; microhardness; morphology; alloys ferrous and non-ferrous.

1. INTRODUÇÃO

É crescente o interesse pela área de análise e caracterização de materiais devido à necessidade de seleção adequada do material baseado no desempenho do sistema em estudo. Dependendo das solicitações a que este material ou sistema será submetido, a caracterização poderá abranger a avaliação de propriedades mecânicas, elétricas, eletrônicas, magnéticas, ópticas, químicas, térmicas e até mesmo a combinação de duas ou mais destas propriedades. Esta caracterização de propriedades visa principalmente estimar o desempenho no período de “vida útil” do material, minimizando a possibilidade de degradação e falhas indesejáveis durante a utilização do produto.

1.1. Técnicas de análise

1.1.1. Microscopia óptica

Dentre as diversas técnicas de observação da microestrutura dos aços e ferros fundidos, a mais comum é a microscopia óptica. Neste caso, emprega-se luz visível, que incide sobre a amostra e é refletida até o observador. A resolução que pode ser obtida em uma imagem depende do comprimento de onda da radiação empregada. Para a luz visível de cor verde, isto resulta em uma resolução de 220 a 250 nm, que corresponde a um aumento máximo da ordem de 1.400 vezes. Embora existam microscópios ópticos capazes de fornecer aumentos superiores a este valor, tais aumentos são chamados magnificação inútil, ou “vazios”, por não fornecerem informação adicional àquela obtida com o aumento máximo de cerca de 1400X (MANNHEIMER, 2002).

1.1.2. Escolha e localização da seção a ser estudada

As dimensões dos corpos-de-prova para o exame micrográfico podem ser limitadas por diversos aspectos. A dificuldade de obter uma boa preparação para o exame, no caso de microscopia óptica, o peso máximo suportado pelo porta-amostra do microscópio, assim como as dimensões da câmara ou porta de entrada de amostras podem limitar a maior dimensão praticável para o corpo-de-prova para exame micrográfico. No caso de peças em que anisotropia pode ser esperada (forjados, laminados, peças estampadas, etc.), a orientação da seção escolhida para a realização do exame micrográfico é muito importante e deve ser registrada (COLPAERT, 2008).

1.1.3. Exame ao microscópio sem ataque

O exame ao microscópio antes da realização de qualquer ataque tem duas funções: a primeira, permitir avaliar a qualidade do polimento realizado. Diversos defeitos de polimento podem influenciar o resultado dos ataques químicos e confundir a avaliação metalográfica. É essencial que, antes de realizar um ataque, a qualidade do polimento seja satisfatória. A segunda função importante do exame microscópio sem ataque é avaliar características estruturais que são visíveis nesta condição, tais como inclusões não-metálicas, grafita, trincas, porosidades, etc. Embora muitas vezes seja necessário observar estas características também após o ataque, a observação sem ataque é muito mais clara e objetiva e a ausência das informações produzidas pelo ataque evita confusão na análise (COLPAERT, 2008).

O exame metalográfico com o corpo de prova na condição polido e sem ataque químico é muito utilizado para análise de partículas inclusionárias e microporosidades causadas pela contração volumétrica, durante a mudança de estado no processo de solidificação, ou para a observação da grafita em ferros fundidos (MARTINS *et al.*, 2008). Quando se usa a microscopia óptica, a pequena profundidade de foco pode ser útil na distinção entre pequenos poros e cavidades e inclusões não-metálicas.

1.1.4. Ataque da superfície

O primeiro passo para a realização do ataque químico é a escolha do reagente a empregar. A seguir, é necessário observar os cuidados de segurança do trabalho e cuidados ambientais relativos ao uso e ao descarte do reagente selecionado. Por fim, determinados reagentes somente são suficientemente ativos quando usados imediatamente após a preparação, enquanto outros podem ser estocados, desde que observadas determinadas condições de temperatura e exposição ao meio ambiente (CHIAVERINI, 1986).

A duração do ataque depende da concentração do reativo e da natureza e estrutura do material a ser examinado. O tempo médio para aços comuns e ferros fundidos, empregando-se reativos usuais, é da ordem de 5 a 15 segundos. Terminado o ataque, lava-se imediatamente a superfície com álcool. Em seguida, procede-se à secagem, como descrito anteriormente, isto é, passando-se primeiramente um pequeno chumaço

de algodão umedecido com álcool e submetendo-se depois o corpo-de-prova a um jato de ar quente (COLPAERT, 2008).

Muitos materiais precisam ser atacados para revelar suas respectivas microestruturas. O ataque é um processo de corrosão controlado, ocorrendo a dissolução seletiva da estrutura, produzindo uma superfície topográfica que reflete diferencialmente a luz e formando assim a imagem (MARTINS *et al.*, 2008).

1.1.5. Dureza Rockwell

O ensaio Rockwell constitui o método mais comumente utilizado para medir a dureza, pois ele é muito simples de executar e não exige qualquer habilidade especial. Diversas escalas diferentes podem ser utilizadas a partir de combinações possíveis de vários penetradores e diferentes cargas, as quais permitem o ensaio de virtualmente todos os metais e ligas, desde os mais duros até os mais macios. Neste sistema, a dureza é obtida através da diferença entre a profundidade de penetração resultante da aplicação de uma pequena carga, seguida por outra de maior intensidade (CALLISTER, 2002).

As normas que regem esse ensaio são a ASTM E18 e a ISO6508-1.



Figura 1: Durômetro modelo RASN RS – PANAMBRA.



Figura 2: Amostra não ferrosa sendo ensaiada no durômetro em escala rockwell B.



Figura 3: Detalhe da amostra sofrendo a ação do penetrador (esfera de aço de diâmetro 1/16”).

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A maioria dos materiais não é nem homogêneo nem isotrópico, e a posição e orientação da amostra podem ser importantes, nem sempre sendo possível obter resultados confiáveis, a não ser com diversas amostragens, incluindo regiões críticas ou suspeitas. Em princípio, as etapas incluem seccionamento, possivelmente embutimento, lixamento, polimento e ataque (MANNHEIMER, 2002).

Durante a operação de corte, deve-se ter o máximo de cuidado para não modificar a estrutura da amostra. O corte nunca deve ser contínuo, de modo que não ocorra excessivo aquecimento (acima de 100° C) por falta de penetração do refrigerante (ROHDE, 2010).

Na microscopia óptica precisa-se de uma amostra plana e especular, então torna-se necessária a preparação metalográfica utilizando-se dos métodos usuais de metalografia, como explicado em seguida (CUTRIM *et al.*, 2009).

Foi feita a análise de duas amostras já cortadas de materiais diferentes, sendo uma de material de liga ferrosa e outra de uma liga não ferrosa, em que foi realizada uma inspeção visual para avaliar o estado da peça e decidir o tipo de preparação metalográfica mais apropriada. No entanto, foram encontrados arranhões profundos, exigindo não pular nenhuma etapa da preparação, começando com o lixamento das amostras pela lixa mais abrasiva de 80 mesh.

O lixamento foi feito de forma manual com resfriamento e lubrificação por água, onde o procedimento ocorreu na sequência de lixas: 80, 120, 240, 320, 400, 600, 1200 mesh. Girar a amostra de 90° na direção do lixamento ao trocar de lixa e passar o dobro de tempo da lixa anterior na lixa atual facilita a inspeção a cada passo para garantir que todas as marcas da etapa anterior tenham sido eliminadas. Isto é muito importante, pois a remoção de marcas remanescentes de etapas anteriores com uma lixa mais fina é muito ineficiente (MANNHEIMER, 2002).



Figura 4: Amostra de metal ferroso sendo lixada em processo manual por uma lixa de 400 mesh.

Após analisar a superfície lixada das amostras ao passarem pela última lixa, percebemos riscos suaves unidirecionais, o que é ideal para passarmos à segunda etapa do processo metalográfico, que é o polimento.

O polimento das amostras foi feito em uma politriz, onde foram usados panos diferentes para a amostra ferrosa e não ferrosa com a finalidade de evitar arranhões provocados por partículas do material mais duro agindo sobre o mais mole. O material

abrasivo utilizado foi alumina particulada de 0,5 μm em suspensão em água. Os arranhões oriundos do lixamento foram mais facilmente retirados da amostra ferrosa, que teve seu tempo de polimento consideravelmente reduzido em comparação à amostra não ferrosa, que teve que passar por um processo mais cuidadoso e demorado, por ser um material mais mole e de difícil controle dos arranhões.

O controle dos arranhões foi feito pelo microscópio, onde se pôde avaliar a qualidade do polimento. Ao constatar uma superfície com arranhões, então voltamos ao polimento, até conseguir uma superfície devidamente plana, ideal para o ataque.



Figura 5: Processo de polimento das duas amostras em diferentes máquinas com alumina em suspensão de 0,5 μm .

O ataque químico foi feito com ácido Nital a 3% para a amostra ferrosa e Hidróxido de Sódio para a amostra de material não ferroso. O ataque da amostra ferrosa foi de 10 segundos e depois a superfície atacada foi lavada com água e álcool e em seguida secada com um secador e na sequência levada ao microscópio para ver se o ataque foi suficiente para revelar sua microestrutura. Para a amostra não ferrosa, foram necessários ataques sucessivos de 30 segundos, alternando com a lavagem, secagem e avaliação no microscópio, até revelar sua microestrutura, sendo ao total 9,5 minutos de ataque (570 segundos).

3. RESULTADOS OBTIDOS

Os aços hipoeutetóides apresentam tanto maior quantidade de ferrita quanto menos carbono contiverem, e os aços hipereutetóides tanto maior quantidade de cementita quanto mais se aproximarem do teor de 2,11% de carbono (CALLISTER, 2002).

Os resultados das microestruturas foram revelados no microscópio óptico para as duas amostras, sendo a microestrutura do material ferroso uma microestrutura típica de um aço baixo carbono (hipoeutetóide), com a presença das microestruturas perlita (cementita e ferrita em lamelas), que é a fase de cor escura nas micrografias, e ferrita, que é a fase de cor clara. A micrografia abaixo da liga ferrosa confirma a presença de fases características de um aço hipoeutetóide, em que se tem uma relação inversa de quantidade de ferrita e carbono em sua composição.

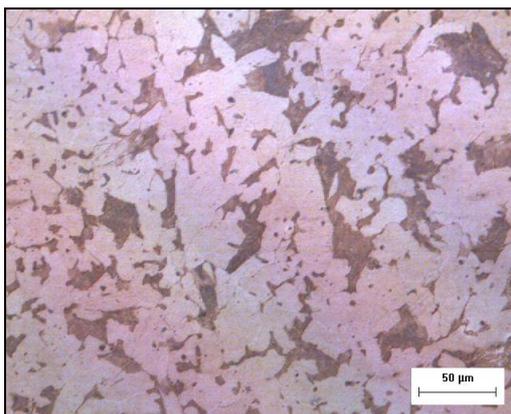


Figura 6: Micrografia da amostra ferrosa em aumento de 200x, com a presença das fases perlita (escura) e ferrita (clara).

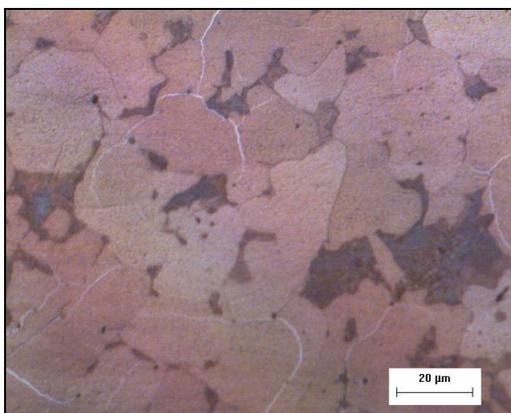


Figura 7: Micrografia da amostra ferrosa em aumento de 500x, com a presença das fases perlita (escura) e ferrita (clara).

A amostra do aço passou por um ensaio complementar de dureza para confirmar o que foi visto através da micrografia. A escala de dureza utilizada foi a Rockwell B, que utiliza como penetrador uma esfera de 1/16 com uma pré-carga de 10 kgf, seguida de uma carga de 100 kgf. A dureza foi de 62 HRB, ou seja, está dentro da faixa de dureza de um aço de baixo carbono, o que confirma a hipótese levantada na análise microscópica.

Tabela 1: Tabela de dureza Rockweel B e desvio padrão para a amostra ferrosa.

Ferrosa	Dureza (RH B)
Média	62,43
Desvio padrão	5,26

Também foram feitas as contagens das fases e o tamanho de grão pelas técnicas de contagem de pontos e intercepto linear, para a obtenção de uma estimativa da porcentagem de fases de cada micro constituinte (ferrita e perlita), bem como o tamanho de grão, para termos ideia das propriedades mecânicas e dureza desse material e ter uma ideia dos possíveis tratamentos térmicos que esse material possa ter sofrido.

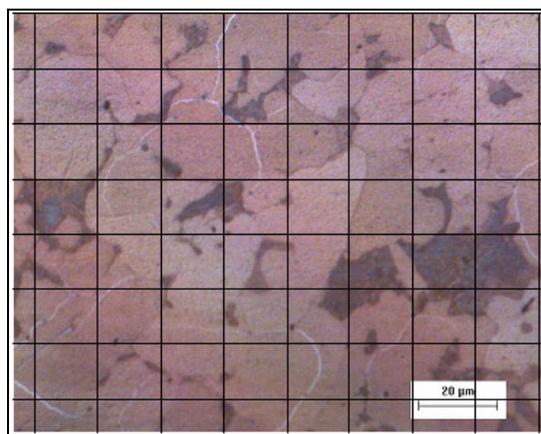


Figura 8: Método de contagem por pontos para estimar a porcentagem das fases presentes na microestrutura.

3.1 Contagem de fase

Os pontos de intercessão escuros foram 13, com um total de pontos: $9 \times 9 = 81$ e fração da fase escura: $13/81 \times 100 = 16\%$, logo 84% de fase clara.

Portanto, para o cálculo de fase clara e escura pelo método de contagem de fase, tem-se 16% de fase escura (perlita) e 84% de fase clara (ferrita), sendo predominantemente a presença da fase ferrita sobre a perlita, mostrando que o aço realmente se trata de um aço de baixo carbono.

A técnica de intercepto linear é bastante útil para prever o tamanho médio de grão, onde se passam retas de diferentes tamanhos (μm) e diferentes direções e contam-se os interceptos dos grãos com a reta, daí a media da razão dessas retas pelo número de interceptos nos dá o tamanho de grão médio da estrutura analisada.

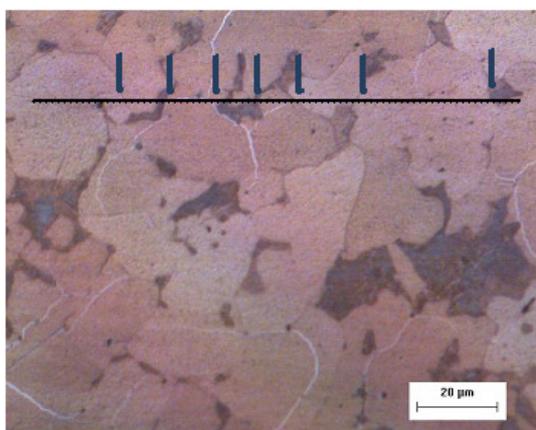


Figura 9: Esquema da contagem de grão feito pela técnica de intercepto linear.

A amostra não ferrosa foi devidamente polida por mais de 6 horas, porém alguns riscos permaneciam, com isso voltava-se ao processo de polimento até diminuir ao máximo o número de riscos. Após uma superfície com um número pequeno de riscos que não interferissem na micrografia, então houve ataque com o reagente.

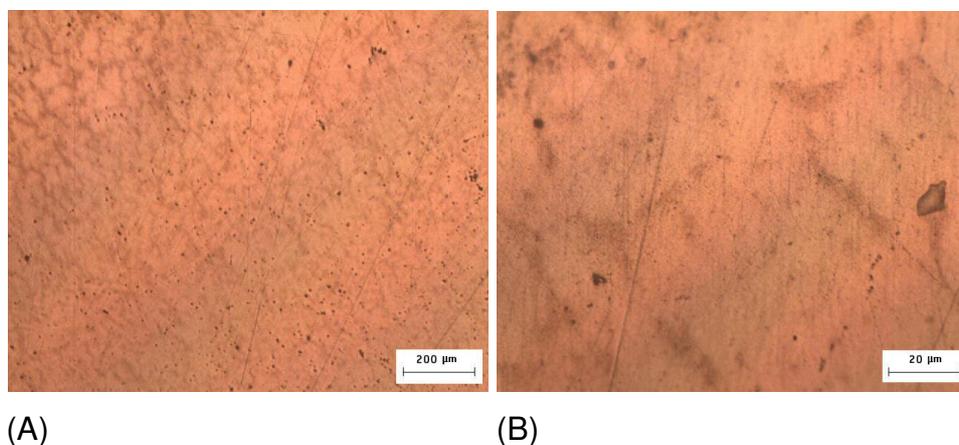


Figura 10: Micrografias das superfície sem ataque da amostra ferrosa para (A) aumento de 50x e (B) aumento de 500x.

A microestrutura da amostra não ferrosa foi de difícil obtenção, demonstrando certa resistência ao ataque químico utilizado (hidróxido de Sódio), sendo necessário um tempo elevado de ataque, todavia em intervalos de 30 segundos o ataque era retirado e a peça era lavada para evitar a queima e a amostra era levada ao microscópio para saber se sua microestrutura tinha sido revelada. O processo se repetiu até a revelação completa dos contornos de grão, totalizando 9,5 minutos de ataque.

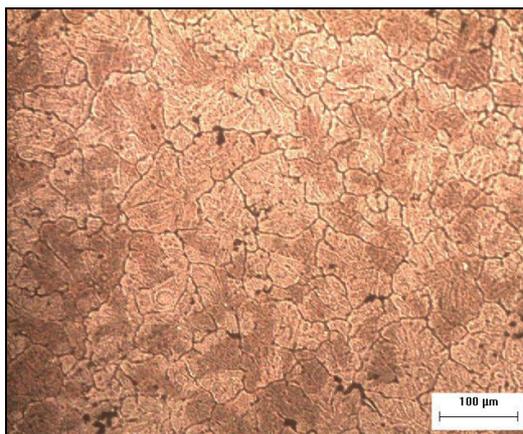


Figura 11: Micrografia da amostra não ferrosa atacada com Hidróxido de Sódio e aumento de 200x.

Após a revelação da microestrutura, foi possível avaliar a micrografia e constatamos que ela é bem semelhante à estrutura de ligas de alumínio vistas na revisão bibliográfica. Nela podemos ver os contornos de grão de tamanho médio $48,2\mu\text{m}$ razoavelmente bem definidos ao longo da microestrutura. Entretanto, esses grãos não parecem deformados, evidenciando a ausência de mecanismo de endurecimento por encruamento. Contudo, ao considerar o valor de dureza encontrado no ensaio, de 62 HRB (quase igual a do aço baixo carbono), é mais provável que a liga metálica tenha sido endurecida por tratamento térmico (solubilização e envelhecimento).

Não há uma diferenciação nas fases na microestrutura como era esperado caso a amostra fosse de uma liga de alumínio tratada termicamente, onde os precipitados não são visíveis por microscopia óptica, no entanto as partes mais escuras foram regiões que sofreram um ataque mais severo do reagente, não evidenciando nenhuma segunda fase.

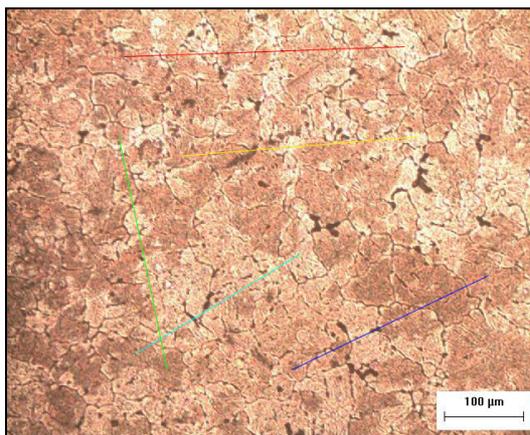


Figura 12: Cálculo do tamanho médio de grão pelo método intercepto linear.

Após, feitos os cálculos, o tamanho médio de Grão é de 48,2 μm .

Linha 1 (vermelha), 356 μm e 9 interseções $\rightarrow 356/9=39,55$

Linha 2 (azul), 272 μm e 5 interseções $\rightarrow 272/5=54,4$

Linha 3 (verde), 294 μm e 6 interseções $\rightarrow 294/6=49$

Linha 4 (amarela), 304 μm e 5 interseções $\rightarrow 304/5=60,8$

Linha 5 (ciano), 242 μm e 6,5 interseções $\rightarrow 242/6,5=37,30$

Tabela 2: Tabela de dureza Rockwell B e desvio padrão para as amostras, ferrosa e não ferrosa.

Ferrosa	Dureza (RH B)	Não Ferrosa	Dureza (RH B)
Média	62,43	Média	62,14
Desvio padrão	5,26	Desvio padrão	2,19

O mecanismo de endurecimento por tratamento térmico ocorre nas ligas de alumínio tratáveis termicamente, ou seja, séries 2XXX, 6XXX, 7XXX, e a maioria da série 8XXX. O processo ocorre pois o metal quente pode manter mais elementos de liga em solução sólida do que quando frio. Conseqüentemente, quando resfriado, ele tende a precipitar o excesso dos elementos de liga da solução. Este precipitado pode ser na forma de partículas duras, consistindo de compostos intermetálicos, tais como CuAl_2 ou Mg_2Si . Esses agregados de átomos metálicos tornam a rede cristalina ainda mais rígida e endurecem a liga. No entanto, para saber a proporção e qual elemento de liga está presente na amostra, são necessárias técnicas mais refinadas (CHIAVERINI, 1986).

4. CONCLUSÃO

O resultado do método de identificação de fases em duas ligas metálicas distintas, a partir da análise por microscopia óptica em um material ferroso, indica um aço hipoeutetóide de baixo carbono devido à presença da fase ferrita pró eutetóide, nas proporções de 84% ferrita pró eutetóide 16% perlita. O ensaio de dureza da amostra confirma que o aço é baixo carbono, com o valor de dureza 62 HRB, dentro da faixa dos aços baixo carbono.

O tamanho de grão é relativamente grande e uniforme, o que confere uma baixa dureza ao aço e indica que provavelmente esse aço possa ter passado por um tratamento térmico de recozimento ou normalização.

Já o resultado da análise por microscopia óptica do material não ferroso indica uma liga de alumínio. A amostra não pode ser considerada um alumínio puro devido a sua dureza 62 HRB ser superior a de um alumínio puro, que tem uma dureza consideravelmente menor.

A microscopia óptica mostra que o material possui grãos médios de 48,2 μm e possui grãos normais com ausência de deformação, eliminando as ligas de alumínio endurecidas por encruamento, no entanto é possível que o material tenha sido endurecido por mecanismos de tratamento térmicos, sendo umas das ligas endurecíveis por tratamento térmico muito provavelmente uma liga de alumínio do tipo 2xxx, onde há cobre como elemento de liga principal e magnésio como elemento de liga secundário,. Essa liga pode ser tratada termicamente e ter suas propriedades mecânicas semelhantes às do aço baixo carbono, o que justifica as durezas encontradas serem tão semelhantes.

Portanto, conclui-se que os métodos de análise de fases por microscopia óptica, apesar de suas limitações de ampliações, e o ensaio de dureza utilizados nesta pesquisa, atenderam o objetivo pretendido, que foi identificar as fases presentes em ligas metálicas ferrosas e não ferrosas. E a partir dos valores obtidos no ensaio de dureza, classificar as ligas em aço hipor ou hipereutetóide.

REFERÊNCIAS

CALLISTER, William D. Jr. **Introdução à Ciência e Engenharia de Materiais**. 5 Ed. São Paulo. Editora LTC, 2002.

CHIAVERINI, Vicente. **Tecnologia de Usinagem dos materiais** 2.ed. São Paulo: Editora McGrawHill LTDA, 1986.

COLPAERT, Hubertus. **Metalografia dos Produtos Siderúrgicas Comuns** – 4 ed. Editora Blucher, 2008.

CUTRIM, F. S; REIS, D. A. P; NETO, C. M. **Avaliação microestrutural da liga Ti-6Al-4V após tratamento superficial com laser pulsado Nd:YAG**. Anais do Encontro de Iniciação Científica do ITA / Marcos Massi (coordenador). – São José dos Campos: DCTA/ITA, 2009.

DELLY, J. G. Light microscopy. In: BRUNDE, C. R.; EVANS Jr C. A.; WILSON, S. (Editores). **Encyclopedia of materials characterization**. Butterworth-Heinemann: Stoneham, MA. 1992.

MANNHEIMER, W. A. **Microscopia dos Materiais – Uma Introdução**. Rio de Janeiro. Editora e-papers, 2002.

MARTINS, M; CASTELETTI, L. C; BONAVINA, L. F; FORTI, L. R. N. **Análise Microestrutural de Aços Inoxidáveis Altamente Ligados: Da Amostragem à Interpretação**. 2008.

ROHDE, R.A. **Metalografia Preparação de Amostras. Uma abordagem prática**. 2010.