

METALOGRAFIA PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS

**Uma abordagem pratica
Versão-3.0**

Regis Almir Rohde

Outubro de 2010

Introdução

Este procedimento prescreve os conceitos gerais aplicados na preparação do corpo de prova para análise microscópica. Aplica-se a todos os materiais e produtos metálicos ferrosos. As técnicas metalográficas dos não ferrosos são, em princípio, semelhantes às utilizadas nas ligas ferrosas, por exemplo, aços e ferros fundidos, exigindo, entretanto, preparação mais meticulosa, alicerçadas na total atenção, paciência e imaginação do preparador.

Sumário

1	METALOGRAFIA	6
1.1	ENSAIO METALOGRÁFICO	6
1.1.1	Ensaio Macrográfico ou Macrografia	6
1.1.2	Ensaio Micrografico ou Micrografia	6
2	CORPO DE PROVA OU AMOSTRA	7
2.1	CORPO DE PROVA EMBUTIDO.....	7
2.1.1	Corpo de prova embutido a quente	7
2.1.2	Corpo de prova embutido a frio	7
2.2	CORPO DE PROVA NÃO EMBUTIDO	7
3	CORTE	8
3.1	DISCO DE CORTE	8
3.2	PROCEDIMENTO PARA O CORTE (PODE VARIAR COM A TROCA DO EQUIPAMENTO)	11
4	EMBUTIMENTO	12
4.1	EMBUTIMENTO A FRIO	12
4.2	EMBUTIMENTO A QUENTE	12
4.3	PROCEDIMENTO (PODE VARIAR CONFORME O EQUIPAMENTO CONSULTE O MANUAL):	14
5	LIXAMENTO	15
5.1	LIXA	16
5.2	PROCEDIMENTO PARA O LIXAMENTO.....	16
6	POLIMENTO	17
6.1	PROCESSO MECÂNICO	17
6.2	CUIDADOS QUE DEVEM SER OBSERVADOS NO POLIMENTO:	17
6.3	PROCESSO SEMIAUTOMÁTICO EM SEQUÊNCIA	18
6.4	PROCESSO ELETROLÍTICO	18
6.5	PROCESSO MECÂNICO-ELETROLÍTICO.....	18
6.6	POLIMENTO QUÍMICO	18
6.7	ESCOLHA DO TIPO DE POLIMENTO	19
6.8	PROCEDIMENTO PARA O POLIMENTO (PODE VARIAR CONFORME O EQUIPAMENTO USADO)	19
7	ATAQUE QUÍMICO	19
7.1	PRINCÍPIO:.....	20
7.2	MÉTODOS DE SE OBTER O CONTRASTE	20
7.2.1	Iluminação campo escuro	20
7.2.2	Luz polarizada	20
	Indica para observação de cristais isotrópicos e anisotrópicos.	20
7.2.3	Contraste de fase –	21
7.2.4	Interferência diferencial – Nomorsky	21

7.2.5	Eletrolítico ou anódino	21
7.2.6	Potenciostático	21
7.2.7	Físico.....	21
7.2.8	Térmico (gasoso).....	21
7.2.9	Catódico ou irônico	22
7.2.10	Camadas de interferência	22
7.2.11	Ataque químico	22
8	MICROSCOPIA	25
9	PARTES DE UM MICROSCÓPIO ÓPTICO DE REFLEXÃO	26
9.1	ELEMENTOS MECÂNICOS	27
9.2	ELEMENTOS ÓPTICOS	27
9.3	ILUMINADOR.....	27
9.4	ACESSÓRIOS.....	27
10	PRINCÍPIO DA FORMAÇÃO DA IMAGEM	27
10.1	MICROSCÓPIO ÓPTICO DE REFLEXÃO.....	28
11	PLANO DE CONTROLE	28
12	REGISTRO	28
13	REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA	30

Índice de figuras

Figura 1-Macrografia de solda.....	6
Figura 2-Metalografia aço 1045.....	7
Figura 3 <i>Corpo de prova embutido a frio à esquerda e a quente à direita</i>	7
Figura 4-Corpo de prova não embutido.....	8
Figura 5-policorte.....	9
Figura 6-Resina e catalizador utilizados no embutimento a frio.....	12
Figura 7-Prensa de embutimento, baquelite e desmoldante.	13
Figura 8– Representação esquemática do método de lixamento com trabalho em sentidos alternados.....	15
Figura 9-Lixa manual e maquina de lixamento semiautomático.....	16
Figura 10-Politriz.....	19
Figura 11-Como secar a amostra.....	20
Figura 12-microscópio óptico de reflexão.....	26
Figura 13-partes de um microscópio.....	27
Figura 14-Esquemático mostrando a utilização da lupa para observações de objetos a pequena distância. A – distância de 250 m; b – distância de trabalho; c – lupa; d – imagem virtual aumentada; e – acomodação do cristalino; f – objeto observado.	28

1 Metalografia

O controle de qualidade de um produto metalúrgico pode ser estrutural e dimensional. O segundo preocupa-se em controlar as dimensões físicas de um determinado produto, denominado Metrologia. O primeiro preocupa-se com o material que forma a peça, sua composição, propriedade, estrutura, aplicação, etc. Pode ser: físico, químico, metalográfico e especial. Neste Material enunciaremos a pratica Metalografia no que diz respeito à preparação das amostras

1.1 *Ensaio metalográfico*

Procura relacionar a estrutura íntima do material com as suas propriedades físicas, com o processo de fabricação, com o desempenho de suas funções e outros. Pode ser: Macrográfico ou Micrográfico.

1.1.1 **Ensaio Macrográfico ou Macrografia**

Examina-se a olho nu ou com pouca ampliação (até 50X) o aspecto de uma superfície após devidamente polida e atacada por um reagente adequado. Por seu intermédio tem-se uma ideia do conjunto, referente à homogeneidade do material, a distribuição e natureza das falhas, impureza e ao processo de fabricação, qualidade de solda profundidade de tratamentos térmicos entre outras características.

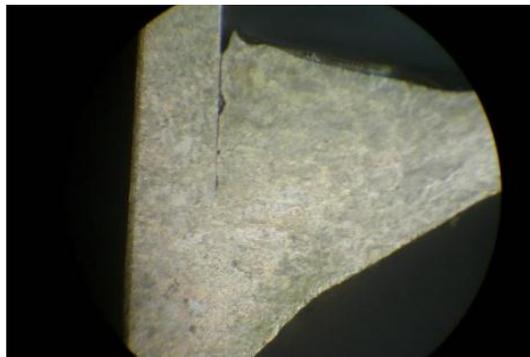


Figura 1-Macrografia de solda

1.1.2 **Ensaio Micrografico ou Micrografia**

Consiste no estudo dos produtos metalúrgicos, com o auxílio do microscópio, onde se pode observar as fases presentes e identificar a granulação do material (Tamanho de grão), o teor aproximado de carbono no aço, a natureza, a forma, a quantidade, e a distribuição dos diversos constituintes ou de certas inclusões.

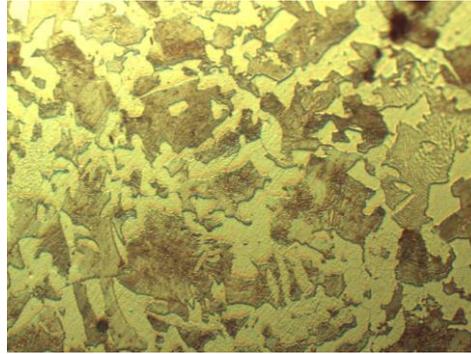


Figura 2-Metalografia aço 1045

2 Corpo de prova ou amostra

Parte do material ou produto com forma e dimensões específica da superfície a ser analisada podendo está ser embutida ou não.

2.1 Corpo de prova embutido

O embutimento é de grande importância para o ensaio metalograficos, pois além de facilitar o manuseio de peças pequenas, evita que amostras com arestas rasguem a lixa ou o pano de polimento; bem como o abaulamento durante o polimento. Existem dois tipos de embutimento o embutimento a frio e o embutimento a quente.

2.1.1 Corpo de prova embutido a quente

No embutimento a quente, a amostra a ser analisada é colocada em uma *prensa de embutimento* com uma resina, sendo que o mais comumente utilizado é a baquelite; de baixo custo e dureza relativamente alta. A Figura 1 mostra o corpo de prova embutido.



Figura 3 *Corpo de prova embutido a frio à esquerda e a quente à direita*

2.1.2 Corpo de prova embutido a frio

No embutimento a frio a amostra é colocada em um molde que é preenchido com resinas sintéticas de polimerização rápida.

2.2 Corpo de prova não embutido

É o corpo de prova cujas dimensões da superfície a analisar são suficientemente grandes a ponto de não ser necessário o embutimento (Figura 2).



Figura 4-Corpo de prova não embutido

3 Corte

Às vezes é necessário particionar o corpo de prova para obterem-se amostras que servirão para análise metalográfica. Operações mecânicas como torneamento aplainamentos e outras, impõem severas alterações microestruturais devido ao trabalho mecânico a frio. O corte abrasivo oferece a melhor solução para este seccionamento, pois elimina por completo o trabalho mecânico a frio, resultando em superfícies planas com baixa rugosidade, de modo rápido e seguro.

O equipamento utilizado para o corte conhecido como “cut-off”, ou policorte, com discos abrasivos intensamente refrigerados (evitando deformações devido ao aquecimento) a relativas baixas rotações é largamente utilizado nos laboratórios metalograficos.

3.1 Disco de corte

Consistem de discos abrasivos finos (normalmente de alumina ou oxido de silicato), agregados com borracha ou outro aglomerante qualquer.

Quando utilizados com ligas “moles” (como alumínio, cobre bronze. Etc.) os discos se tornam prematuramente empastados, devendo ser retirados a camada mais externa dos discos evitando diminuição do rendimento reduzido devido a uma serie de fatores, dentre eles:

- 1-dureza do aglomerante
- 2-Dureza do material da amostra.
- 3-Tamanho e a velocidade do disco abrasivo.
- 4- A potencia do motor
- 5-Pressão aplicada pelo disco sobre a amostra.
- 6-Vibração do equipamento de corte.

Utilizam-se discos especificos em função da dureza do material a cortar. A Figura 3 ilustra alguns tipos de disco existentes.



Figura 5-policorte

A escolha e localização da seção a ser estudada dependem basicamente da forma da peça e dos dados que se deseje obter ou analisar a mesma. Em geral, é efetuado o corte longitudinal ou o corte transversal na amostra.

O corte longitudinal permite verificar:

- Se a peça é fundida, forjada ou laminada;
- Se a peça foi estampada ou torneada;
- A solda de barras
- A extensão de tratamentos térmicos superficiais, etc.

O corte transversal permite verificar:

- A natureza do material;
- A homogeneidade;
- A forma e dimensões das dendritas;
- A profundidade de têmperas, etc.

O seccionamento da amostra deve ser efetuado de tal maneira que não complique as operações subsequentes. Entre os métodos de corte o que mais se adapta para o ensaio metalográfico é o corte por abrasão a úmido. Neste caso, os discos de corte são classificados quanto à dureza dos grãos abrasivos.

De uma maneira geral, para materiais moles de baixo carbono, utilizam-se discos duros e para materiais duros, utilizam-se discos moles. Para F^oF^{os} e aços até 0,45%C utiliza-se o disco 3045 (30 a 45 HRc). Aço com tratamentos térmicos e dureza superficial usa-se o disco 4560 (45 a 62 HRC), conforme Tabela 1.

Tabela 1-Tipos de discos de corte e materiais indicados para o corte.

Tipo de material	Disco struers
Materiais super duros, com dureza maior ou igual a 50 HRC.	01 - TRE
Materiais duros e secções grandes, com dureza entre 50 e 35 HRC.	02 - TRE
Para uso geral em aços e ferro fundidos, principalmente dentro da faixa de 330 a 140 HB.	03 - TRE
Para aços moles, na faixa abaixo de 230 HB.	04 - TRE
Para tubos em geral, com qualquer seção.	05 - TRE
Disco delgado, para cortes delicados.	07 - TRE
Para materiais não ferrosos	06 – TRE

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. Deve-se evitar a rebarba no final do corte para que não dificulte o embutimento, daí a necessidade de usar o disco adequado conforme o material a ser cortado. A Tabela 2 sintetiza os principais problemas observados nas operações de corte e aponta as principais causas.

Tabela 2– Defeitos e possíveis causas durante a operação de corte.

Defeitos	Causa
Quebra do disco	Disco de corte indicado para velocidades menores que 3400 RPM. Velocidade de avanço excessiva do disco de corte. Disco de corte pressionado excessivamente contra a amostra. Sujeição (fixação) deficiente do disco de corte. Fixação inadequada da amostra. Refrigeração irregular causando entupimento das cânulas Disco de corte muito duro.
Aquecimento excessivo	Refrigeração insuficiente Baixa velocidade do disco de corte. Inadequação do disco de corte.
Desgaste excessivo do disco de corte	Disco de corte muito mole Refrigeração irregular causada pelo entupimento das cânulas. Rolamentos defeituosos Sujeição deficiente do disco de corte
Formação de rebarbas	Disco de corte muito duro Disco de corte com granulometria muito grossa. Corte efetuado muito rápido.

3.2 Procedimento para o corte (pode variar com a troca do equipamento)

- 1 - Colocar a amostra no centro da mesa de fixação. O centro da mesa também é o centro do disco.
- 2 - Fixar firmemente o corpo de prova com ambas às morsas;
- 3 - Após ter se certificado da correta fixação do corpo de prova, posicionar o protetor acrílico do disco;
- 4 - Verificar se o disco encontra-se em sua posição de descanso, sem tocar na amostra;
- 5 - Ligar o motor de acionamento do disco. Isto faz com que a bomba de fluido de corte também seja ligada; (no caso de equipamentos automáticos).
- 6-Verificar se a amostra está sendo resfriada pelo fluido de corte.
- 7 - Aplicar uma carga moderada do disco sobre o corpo de prova (evitando solavancos que podem romper o disco de corte) até que o corpo de prova esteja cortado;
- 8 - Retornar o disco a sua posição de descanso e desligar o motor.
- 9 - Soltar o corpo de prova da mesa de fixação;
- 10 - Efetuar a limpeza do equipamento.

4 Embutimento

O embutimento da amostra é realizado para facilitar o manuseio de peças pequenas, evitarem a danificação da lixa ou do pano de polimento, abaulamento da superfície, que traz sérias dificuldades ao observador. O embutimento consiste em circundar a amostra com um material adequado, formando um corpo único. Como comentado anteriormente, o embutimento pode ser a frio e a quente, dependendo das circunstâncias e da amostra a ser embutida.

4.1 Embutimento a frio

A frio, quando se usam resinas sintéticas de polimerização rápida. Este embutimento é feito com resinas auto polimerizáveis, as quais consistem geralmente de duas substâncias formando um líquido viscoso quando misturadas.

Esta mistura é vertida dentro de um molde plástico onde se encontra a amostra, polemizando-se após certo tempo. A reação de polimerização, a despeito do nome que é a operação de embutimento a frio tem, é fortemente exotérmica, atingindo temperaturas entre 50 e 120° C, comum tempo de endurecimento que varia de 0,2 a 24 h, dependendo do tipo de resina empregada e do catalisador.



Figura 6-Resina e catalizador utilizados no embutimento a frio

4.2 Embutimento a quente

Quando a amostra é embutida em materiais termoplásticos por meio de prensas, utilizando-se pressão e aquecimento para efetuar a polimerização.

O método consiste em colocar o corpo de prova com a face que se quer analisar em contato com o êmbolo inferior da máquina de embutimento.

Após apertar o êmbolo, coloca-se a resina na câmara de embutimento pressionando-a por um determinado tempo, de acordo com o plástico utilizado, de acordo com a Tabela 3.



Figura 7-Prensa de embutimento, baquelite e desmoldante.

Tabela 3-Parâmetros para embutimento a quente, na prensa hidráulica do laboratório.

Tipo de Plástico	Cor	N.º de Medidas	Pressão (Kgf/mm ²)	Tempo de Aquecimento (min)	Tempo de Resfriamento (min)
Baquelite	Preta	2 a 5	125 a 150	10	5
Lucite	Transparente	2 a 5	125 a 150	8	4

Tabela 4- Possíveis defeitos que ocorrem no embutimento e suas correções.

Defeito	Causa	Correção
Fenda Circunferencial	Absorção de umidade	Aquecer resina previamente.
	Dissolução gasosa durante o embutimento.	Diminuir momentaneamente a pressão de embutimento durante o estágio de fusão.
Fenda radial	Seção da amostra é muito grande para uma pequena área de embutimento.	Aumentar o tamanho da área de embutimento.
	Corpos de prova com arestas.	Reduzir o tamanho da amostra.
Ausência de fusão.	Pressão de embutimento insuficiente.	Usar pressão correta.
	Aumento da área superficial.	Com pó: fechar rapidamente o cilindro de embutimento e aplicar pressão para eliminar pontos de cura esparsos.
"Flocos de algodão"	Ausência de fusão da resina.	Aumentar o tempo de aquecimento.
	Resina úmida.	Secar a resina antes do seu uso.

4.3 Procedimento (pode variar conforme o equipamento consulte o manual):

- 1-Posicionar o embolo da prensa de embutimento de modo que a face fique completamente visível;
- 2-Borrifar desmoldante no embolo inferior (para a Baquelite não ficar presa ao embolo).
- 3-Colocar a amostra com a face que se quer analisar para baixo (em contato com o embolo)
- 4-Baixar o embolo lentamente
- 5-Colocar a resina (baquelite) (3 a 5 medidas, 10 a 30 gramas)
- 6-Borrifar desmoldante no embolo superior
- 7-Colocar o embolo superior

- 9-Colocar a tampa
 - 10-Apertar a tecla Partida
 - 11-Manter a pressão durante o processo entre 125 e 150 (KgF/mm²)
 - 12-Esperar a prensa de embutimento se desligar (No caso de ser automática)
- Se não for automática o tempo de aquecimento é em torno de 10 minutos e o tempo de resfriamento em torno de 5 minutos.
- 13-Abrir a válvula de pressão
 - 14-Remover a tampa da prensa
 - 15-Fechar a válvula de pressão
 - 16-Erguer o embolo até ser possível pegar o corpo de prova
 - 17-Retirar o corpo de prova da prensa de embutimento (Pegue com um papel, pois pode estar quente).
 - 18-Efetuar a limpeza do equipamento.

5 Lixamento

Devido ao grau de perfeição requerida no acabamento de uma amostra metalográfica idealmente preparada, é essencial que cada etapa da preparação seja executada cautelosamente, é um dos processos mais demorados da preparação de amostras metalográficas.

Operação que tem por objetivo eliminar riscos e marcas mais profundas da superfície dando um acabamento a esta superfície, preparando-a para o polimento. Existem dois processos de lixamento: manual (úmido ou seco) e automático.

A técnica de lixamento manual consiste em se lixar a amostra sucessivamente com lixas de granulometria cada vez menor, mudando-se de direção (90°) em cada lixa subsequente até desaparecerem os traços da lixa anterior. (FIG.1).

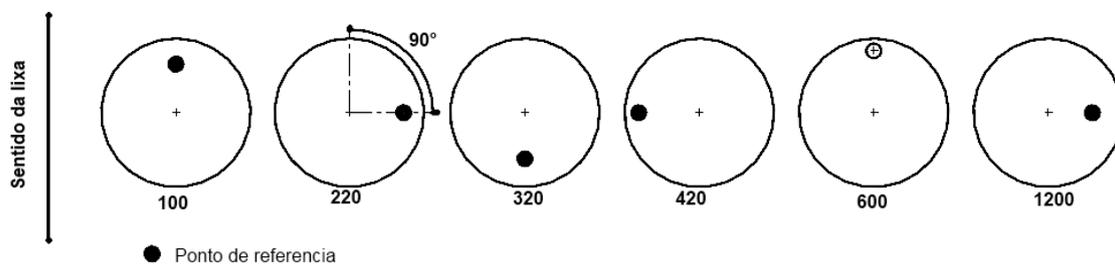


Figura 8– Representação esquemática do método de lixamento com trabalho em sentidos alternados.

A sequência mais adequada de lixas para o trabalho metalográfico com aços é 100, 220, 320, 400, 600 e 1200 (Pode haver variações). Para se conseguir um lixamento eficaz é necessário o uso adequado da técnica de lixamento, pois de acordo com a natureza da amostra, a pressão de trabalho e a velocidade de lixamento, surgem

deformações plásticas em toda a superfície por amassamento e aumento de temperatura. Esses fatores podem dar uma imagem falseada da amostra, por isso devem-se ter os seguintes cuidados:

- Escolha adequada do material de lixamento em relação à amostra e ao tipo de exame final (o que se quer analisar);
- A superfície deve estar rigorosamente limpa, isenta de líquidos e graxas que possam provocar reações químicas na superfície;
- Riscos profundos que surgirem durante o lixamento deve ser eliminado por novo lixamento;
- Metais diferentes não devem ser lixados com a utilização da mesma lixa.

Além do lixamento como preparo da amostra para posterior polimento, existe o esmerilhamento ou “Lapping”, que faz uso de grãos abrasivos soltos rolando livremente entre o seu suporte e a superfície da amostra.

5.1 Lixa

Folha com material abrasivo destinado a dar à abrasão a peça. Sendo necessário variar a granulção da mesma para ir melhorando o acabamento (rugosidade superficial).

No lixamento o poder de desgaste é avaliado pela dureza do grão e pela sua granulometria da lixa.

Geralmente, para os trabalhos metalográficos as lixas utilizadas têm como grão abrasivo o óxido de alumínio, em casos especiais, são utilizados o diamante e o carbetto de boro.

A granulometria é relatada em números. Quanto mais baixo o número mais grossa será a lixa, ou seja, maior os grãos abrasivos.



Figura 9-Lixa manual e maquina de lixamento semiautomático

5.2 Procedimento para o lixamento

1-verificar se há todas as lixas necessárias para a preparação da amostra mecanográfica

- 2-verificar se há água
- 3-fazer um ponto de referencia na amostra
- 4-começar o lixamento de desbaste
- 5-lixar ate que só restem os riscos da ultima lixa utilizada
- 6-gire 90° e vá para a próxima lixa
- 7-repetir passos 5 e 6 ate chegar à lixa de granulometria 1200.

6 Polimento

Operação pós lixamento que visa um acabamento superficial polido isento de marcas, utiliza para este fim abrasivos como pasta de diamante ou alumina.

Antes de realizar o polimento deve-se fazer uma limpeza na superfície da amostra, de modo a deixá-la isentam de traços abrasivos, solventes, poeiras e outros.

A operação de limpeza pode ser feita simplesmente por lavagem com água, porém, aconselha-se usar líquidos de baixo ponto de ebulição (álcool etílico, fréon líquido, etc.) para que a secagem seja rápida.

Existem cinco processos para a obtenção de uma superfície polida isenta de riscos. São eles:

- Processo mecânico;
- Processo semiautomático em sequência;
- Processo eletrolítico;
- Processo mecânico-eletrolítico;
- Polimento químico.

6.1 Processo mecânico

È quando o mesmo é realizado através de uma Politriz. Pode ser manual, quando a amostra é trabalhada manualmente no disco de polimento e automática quando as amostras são lixadas em dispositivos especiais e polidas sob a ação de cargas variáveis.

O agente polidor mais utilizado para o polimento mecânico é o diamante, devido as suas características de granulometria, dureza, forma dos grãos e poder de desbaste, porem a alumina também é um ótimo agente polidor sendo utilizada com concentração de 10% em varias granulometrias. Dependendo do tipo de agente polidor escolhido será escolhido o pano de polimento.

6.2 Cuidados que devem ser observados no polimento:

- A superfície deve estar rigorosamente limpa;
- A escolha adequada do material do polimento;
- Evitar polimentos demorados;

- Nunca polir amostras diferentes sobre o mesmo pano de polimento (por causa da diferença de dureza entre elas, um pequeno cavaco da amostra mais dura irá riscar a mais macia);
- Evitar fricção excessiva;
- Evitar pressão excessiva sobre a amostra. (aplicar um pouco mais que o próprio peso da amostra)

6.3 Processo semiautomático em sequência

Este sistema permite que todas as variáveis sejam perfeitamente controladas pelo operador, tais como, desbaste linear e controle de carga aplicada sobre a amostra.

6.4 Processo eletrolítico

Este processo permite obter, por dissolução anódica de um metal em um eletrólito, uma superfície plana, polida e perfeitamente espalhada para a observação metalográfica.

A teoria eletrolítica diz que se dois eletrodos são colocados em uma solução condutora os íons negativos dirigem-se para o eletrodo positivo (ânodo) e os íons positivos para o eletrodo negativo (cátodo).

Um ânodo metálico libera íons metálicos, os quais migrarão para o cátodo. Este fenômeno permite que todo ânodo seja transferido para o cátodo.

O eletrólito é escolhido em função do tipo de material a ser polido.

6.5 Processo mecânico-eletrolítico

Este processo depende de um polimento anódico e mecânico simultâneo da superfície da amostra. Este método é indicado para materiais de difícil polimento, quer mecânico ou eletrolítico.

A amostra é fixada num disco rotativo (cátodo), e ao mesmo tempo movida lentamente. O polimento mecânico é efetuado pelo pano de polimento e pode ser intensificado pela adição de um agente polidor. Geralmente o processo é efetuado através de corrente alternada de baixa frequência.

6.6 Polimento químico

Consiste em se tratar a superfície da amostra com uma solução química para obter o efeito do polimento desejado. É indicado para o perfeito acabamento de superfícies de alguns tipos de materiais que já sofreram o polimento mecânico, também chamado de polimento mecânico-químico ou polimento/ataque.

6.7 Escolha do tipo de polimento

De acordo com o método de polimento indicado, os materiais podem ser divididos em três grupos principais:

- Materiais homogêneos comuns (aço cobre etc.): usa-se o polimento mecânico (pasta de diamante) podendo ainda ser usado o polimento eletrolítico.
- Materiais heterogêneos (ferro fundido, alumínio, ligas): são mais bem trabalhados por meio de polimento mecânico (pasta de diamante). Deve-se, porém dar um tratamento especial durante o polimento mecânico do alumínio e suas ligas.
 - Metais especiais (metais preciosos, tungstênio, ligas de cobre, etc.): para este grupo o polimento mais indicado é o mecânico-eletrolítico.



Figura 10-Politriz

6.8 Procedimento para o polimento (pode variar conforme o equipamento usado)

- 1- Verificar se o pano da Politriz é adequado para o tipo de abrangente e se encontra em condições de uso
- 2- Verificar se o pano de polimento está limpo
- 3- Verificar se o motor está funcionando corretamente
- 4- Ligar a água (bem pouco)
- 5- Se for polir com alumina coloque a mesma sobre o pano de polimento e abra a água (bem pouco) para a lubrificação e eliminação de impurezas, se for polir com pasta de diamante espalhe a mesma sobre o pano e lubrifique com álcool.
- 6- Segurar a amostra levemente encima do pano de polimento, se recomenda movimentar a amostra o no sentido inverso ao do movimento do pano, mas para iniciantes recomenda-se apenas segurar a amostra encima do pano para não riscar.

7 Ataque químico

Seu objetivo é permitir a identificação (visualização) dos contornos de grão e as diferentes fases na microestrutura.

Um reagente ácido é colocado em contato com a superfície da peça por certo tempo. O reagente causará a corrosão da superfície. Os reagentes são escolhidos em função do material e dos constituintes macroestruturais que se deseja contrastar na análise metalográfica microscópica (ver tabela 6).

7.1 Princípio:

Alguns grãos e fases serão mais atacados pelo reagente que outros. Isso faz com que cada grão e fase reflita a luz de maneira diferente de seus vizinhos. Isso realça os contornos e grão e dá diferentes tonalidades às fases permitindo sua identificação das mesmas no microscópio.

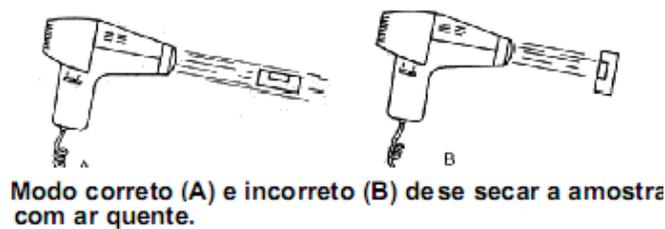


Figura 11-Como secar a amostra

Antes de a amostra sofrer o ataque, a mesma deve estar perfeitamente limpa e seca, por isso utilizam-se líquidos de baixo ponto de ebulição como o álcool, éter, etc., os quais são posteriormente secados rapidamente através de um jato de ar quente fornecido por uma ventoinha elétrica ou secador.

Uma amostra lixada e polida está pronta para o exame macro ou microscópico desde que os seus elementos estruturais possam ser distinguidos uns dos outros, através da diferenciação de cor, relevo, falhas estruturais como trincas, poros, etc.

Ao incidir a luz sobre a superfície metálica polida há uma reflexão uniforme, de modo que se faz necessário um contraste para distinguirem-se os detalhes de sua estrutura. Tal contraste é obtido por meio do ataque, o qual pode ser efetuado através de mudanças do sistema óptico empregado ou da amostra propriamente dita.

7.2 Métodos de se obter o contraste

7.2.1 Iluminação campo escuro

No ataque óptico o contraste é conseguido variando-se apenas o sistema de iluminação empregado, todos baseados no princípio KOEHLER. Largamente empregado para observação de fendas, poros, riscos, e inclusões.

7.2.2 Luz polarizada

Indica para observação de cristais isotrópicos e anisotrópicos.

Princípio de polarização – a polarização é conseguida por filtros de polarização constituídos de cristais “dicróicos” ou sulfeto de iodo-quinona dicróico depositados sobre uma película de plástico.

O fenômeno da polarização é conseguido no microscópio através destes dispositivos que possuem denominações específicas de filtro polarizador e analisador. O primeiro polariza a luz incidente, enquanto que o segundo, deslocável de 0 – 90° examinam a luz refletida da superfície da amostra.

7.2.3 Contraste de fase –

É indicado para a observação de detalhes como manchas contornos de grãos e fenômenos de precipitação.

Este processo transforma as variações de fases invisíveis de comprimento de onda do feixe luminoso incidente em variações proporcionais de intensidade possibilitando visualizá-las ou registrá-las fotograficamente.

Geralmente esta variação está retardada em 90°, ou seja, um quarto de comprimento de onda.

7.2.4 Interferência diferencial – Nomorsky

processo que permite revelar e identificar imperfeições ou irregularidades na superfície de amostras metalúrgicas ou cristalográficas, invisíveis em microscopia convencional.

Está baseado na interferência de dois grupos de fontes luminosas, obtidas através de um prisma de quartzo de dupla refração antes da objetiva.

Métodos de ataque com modificação da superfície preparada

7.2.5 Eletrolítico ou anódino

Um ataque seletivo para certos tipos de fases do corpo de prova, colocado como ânodo em um determinado eletrólito. É com frequência efetuada imediatamente após o polimento eletrolítico.

7.2.6 Potenciostático

Um ataque anódino, onde a diferença de potencial é ajustada para que certas fases da amostra sejam evidenciadas de maneira bem definida.

7.2.7 Físico

Baseado na remoção de átomos da superfície da amostra, através da aplicação de energia suficiente para separá-los da rede atômica adjacente. A energia pode ser fornecida através de calor ou de elevada d.d.p, tendo-se desta maneira o ataque térmico e o catódico respectivamente.

7.2.8 Térmico (gasoso)

No ataque térmico a amostra é aquecida sob vácuo para permitir rápida evaporação dos elementos estruturais energizados e para uma inteira difusão superficial devido à equalização da energia responsável pelo aumento do contraste.

É muito utilizado em microscopia de alta temperatura, pois permite delinear dinamicamente a disposição irregular dos átomos nos contornos de grãos os quais vaporizam mais rapidamente que aqueles localizados nas regiões centrais.

Este ataque pode ser acelerado pela presença de gases como oxigênio, cloro, amônia, em condições controladas de exposição e pressão que devido à oxidação criem uma diferença de coloração entre as diversas fases.

7.2.9 Catódico ou irônico

Neste tipo de ataque a superfície da amostra é submetida à ação de ions energizados, geralmente de gases de argônio ou néon, os quais amotinam o material seletivamente, analogamente ao ataque químico.

O ataque catódico é processado aplicando-se na amostra, que atua como cátodo, um d.d.p de 1 – 10 KV por um período de tempo que varia de 1 a 30 minutos.

7.2.10 Camadas de interferência

O processo consiste em se depositar por evaporação em vácuo, sobre a superfície da amostra, uma camada de material altamente refrativo, como por exemplo: óxido de titânio ou seleneto de zinco.

O efeito causado pela camada de interferência depende das pequenas diferenças entre os elementos estruturais, as quais são enfatizadas pelas múltiplas reflexões.

7.2.11 Ataque químico

A superfície da amostra, quando atacada por reagentes específicos, sofre uma série de transformações eletroquímicas baseadas no processo de óxido-redução, cujo aumento do contraste se deve às diferenças de potencial eletroquímico. São formadas células locais onde os constituintes quimicamente pobres atuam como um ânodo, reagindo com o meio de ataque de maneira mais intensa que os mais nobres. Para o ataque químico são usados soluções aquosas ou alcoólicas de ácidos, bases e sais, bem como sais fundidos e vapores. O contraste varia em função da composição química, temperatura e tempo. Pode ser dividido em:

7.2.11.1 Macroataque

Evidencia a macroestrutura, o qual pode ser observado a olho nu ou através de uma lupa de baixo aumento.

7.2.11.2 Microataque

Evidencia a estrutura íntima do material em estudo, podendo esta ser observada através de um microscópio metalográfico. Após o ataque químico a amostra deve ser rigorosamente limpa, para remover os resíduos do processo, através da lavagem em água destilada, álcool ou acetona, e posteriormente seca através de jato de ar quente.

Tabela 5-Métodos de ataque químico

Método	Descrição e notas
Ataque por imersão	A superfície da amostra é imersa na solução de ataque; o método mais usado.
Ataque por gotejamento	A solução de ataque é gotejada sobre a superfície da amostra. Método usado com soluções reativas dispendiosas.
Ataque por lavagem	A superfície da amostra é enxaguada com a solução de ataque. Usado em casos de amostras muito grandes ou quando existe grande desprendimento de gases durante o ataque.
Ataque alternativo por imersão	A amostra é imersa alternadamente em duas soluções. As camadas oriundas do ataque com a primeira solução são removidas pela ação do segundo reagente.
Ataque por esfregação	A solução de ataque, embebida em um chumaço de algodão ou pano, é esfregada sobre a superfície da amostra, o que serve para remover as camadas oriundas da reação.

Tabela 6-Reativos utilizados para ataque químico

Designação metalográfica	Composição	Aplicação
Cloreto de cobre-amônio em meio amoniacal	10g cloreto de cobre-amônio 120 ml água destilada Amoníaco até dissolver o precipitado	Reativo p/ micrografia de múltipla aplicação para ligas de cobre
Cloreto de ferro III	5g cloreto de ferro III 30 ml ácido clorídrico concentrado 100 ml de água destilada	Reativo para micrografia de superfícies de grãos em liga de cobre, contrastes especialmente acentuados em cristais α .
Água oxigenada + Amoníaco	1 parte de água oxigenada a 3% 1 parte de amoníaco	Reativos para micrografia de contornos dos grãos de cobre.
Lixívia de solda	10g hidróxido de sódio 90 ml água destilada	Reativo universal para micrografia de ligas de alumínio
Ácido fluorídrico	0.5 ml ácido fluorídrico 99.5 água ml destilada	
Adler	3g cloreto de cobre II amoniacal 25 ml água destilada 15g cloreto de ferro III 50 ml ácido clorídrico concentrado	Reativo para Macrografia de aço cobre e ligas de cobre, cordões de solda, estruturas macroscópicas, camadas cementadas, zonas temperadas, segregações, estruturas primárias.
Oberhoffer	0.5g cloreto de estanho II 1g cloreto de cobre II 30g cloreto de ferro III 42 ml ácido clorídrico concentrado 500 ml água destilada 500 ml álcool etílico	Reativo para Macrografia de aço, segregações, estruturas primárias.
Reativo de ação profunda p/ aço	1 parte de ácido clorídrico concentrado 1 parte de água	Reativo para Macrografia de aço, segregações, inclusões, fissuras, escórias, poros.
Fry	100 ml água destilada 120 ácido clorídrico concentrado 90g cloreto de cobre II	Reativo para Macrografia a fim de tornar visíveis linhas de ação de forças em aços sensíveis ao envelhecimento.
Baumann	5 ml ácido sulfúrico concentrado 95 ml água destilada	Revelação da distribuição de enxofre no aço, com auxílio de papel fotográfico para ampliações.
Reativo macrográfico Para alumínio e suas ligas	10 ml ácido clorídrico concentrado 10 ml ácido nítrico concentrado 10 ml ácido fluorídrico 2,5 ml água	Cordões de solda e macroestruturas. Determinação microscópica do tamanho do grão no processo rápido.
Nital a 3%	97 ml álcool etílico	Reativo p/ micrografia de

	3 ml ácido nítrico concentrado	aço e ferro não ligado e de baixa liga, metal branco, ligas de magnésio. Também para aços de alta liga com estrutura martensítica.
Nital a 10%	90 ml de álcool etílico 10 ml de ácido nítrico concentrado	Em ataques microscópicos de ação profunda para tornar visível constituintes especiais da estrutura em aços e ferros (carbonetos, eutético fosforoso) não ligados e de baixa liga. Em casos isolados também como reativo p/ microscopia de alta liga. Em macroscopia p/ camadas cementadas respectivamente profundidade de endurecimento.
Reativo V2A de Goerens	100 ml ácido clorídrico concentrado 100 ml água destilada 10 ml ácido nítrico concentrado 0.3 ml de inibidor	Reativo para micrografia de aços inoxidáveis.
Designação metalográfica	Composição	Aplicação
Água Régia	8 ml ácido nítrico concentrado 12 ml ácido clorídrico concentrado 1000 ml álcool etílico	Reativo p/ micrografia de aços inoxidáveis e outros aços de alta liga.
Reativo de Vilella	3 partes glicerina 1 parte de ácido nítrico concentrado 2 partes de ácido clorídrico concentrado	Reativo para micrografia de aços ao manganês e aços-liga com alto teor de cromo.
Picrato de sódio em meio alcalino (Picral)	25g hidróxido de sódio 75 ml água destilada 2g ácido pícrico	Revelação de cementita.

8 Microscopia

O exame microscópico, com seus fatores de aumento, exige obviamente não só cuidados especiais, mas principalmente equipamento muito preciso e altamente especializado.

Devido à natureza dimensional das amostras envolvidas, sua capacidade praticamente sempre a considerar, e as características comuns de superfície, assumiu formas específicas e geram uma série de técnicas e dispositivos que facilitam e às vezes só assim possibilitam a execução dessas técnicas. Mais precisamente, fala-se de posicionamento das amostras, iluminação apropriada e técnicas fotográficas.

O microscópio visa a comodidade do operador, assim como, tornar mais fácil e nítida a microestrutura em observação.



Figura 12-microscópio óptico de reflexão

9 Partes de um microscópio óptico de reflexão

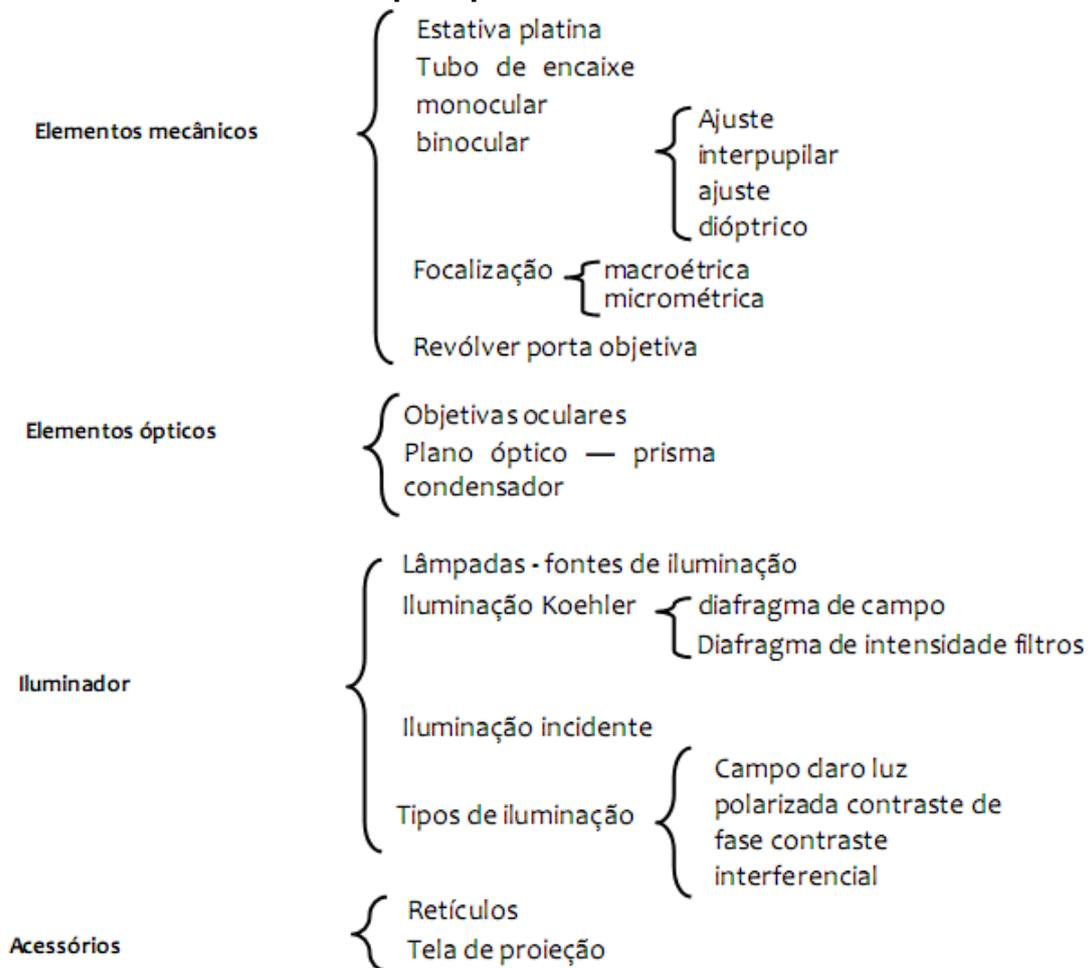


Figura 13-partes de um microscópio

9.1 Elementos mecânicos

Compõe-se de um conjunto de peças mecânicas de precisão com finalidade de posicionamento, deslocamento e focalização da amostra.

9.2 Elementos ópticos

Conhecendo-se os fundamentos ópticos do aparelho, pode-se aproveitar o Máximo de suas possibilidades.

9.3 Iluminador

É composta da lâmpada a fonte luminosa, duto de iluminação e do condensador pode ser embutido ou externo.

9.4 Acessórios

Os principais são retículos, telas de projeção e dispositivos fotográficos, cuja finalidade é comparar e registrar os detalhes e peculiaridades dos Microconstituinte de uma estrutura.

10 Princípio da formação da imagem

Quando se observa um objeto a olho nu, sua imagem é formada na retina de acordo com as leis de óptica geométrica.

A dimensão e a distância do objeto determinam o tamanho da imagem projetada na câmara ocular e, portanto, o ângulo de visão no qual o olho pode percebê-lo. Quando o ângulo de visão é muito pequeno, isto é, se o objeto estiver a grande distância ou ínfima, não é possível reconhecê-lo.

A maior curvatura permitida ao cristalino para a sua focalização varia de infinito até a distância prática de 250 mm, conhecida também como distância visual convencional, que é usada para o cálculo óptico das lupas.

Desta maneira o único método capaz de tornar visível um objeto abaixo do limite fisiológico do olho humano é estendendo o ângulo visual através do uso de instrumentos ópticos dos quais os mais simples é a lupa, cuja ampliação é deduzida da seguinte fórmula:

$$M = \frac{250}{f}$$

Sendo = distância focal da lupa (mm).

Para melhorar a imagem virtual, geralmente as lupas são compostas de duas ou mais lentes. No entanto, para uma maior ampliação ocorre uma diminuição da distância focal, logo, as lupas desta natureza apresentam lentes excessivamente côncavas, são pequenas, com iluminação e aplicação prática deficiente. A solução ideal encontrada

foi efetuar a ampliação em dois estágios, usando-se conjunto de lentes compostas capazes ainda de correção.

Das aberrações ópticas inerentes ao sistema usado. O instrumento com esta concepção é o microscópio. Dos seus elementos ópticos sobressaem à objetiva e a ocular, pois enquanto que esta origina uma imagem real ampliada do objeto em exame, a sua avaliação visual é feita pela ocular devidamente ajustada, criando-se uma imagem virtual com aumento adicional ao primeiro.

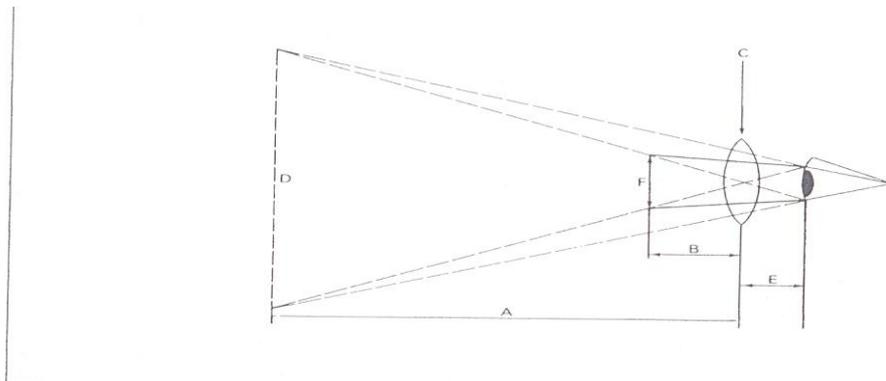


Figura 14-Esquemático mostrando a utilização da lupa para observações de objetos a pequena distância. A – distância de 250 m; b – distância de trabalho; c – lupa; d – imagem virtual aumentada; e – acomodação do cristalino; f – objeto observado.

10.1 Microscópio óptico de reflexão.

Equipamento óptico que serve para a análise da superfície da amostra através da reflexão da luz na superfície contrastada quimicamente ou através de luz polarizada. Permite o registro fotográfico da amostra no corpo de prova.

11 Plano de controle

De todas as amostras realizadas será feito registros e estes deveram ser arquivados após a emissão do relatório. Na preparação do CP deve se observar os dados do formulário e a não conformidade no processo de preparação deve ser registrado.

12 Registro

Os corpos de prova devem ser registrados no caderno e arquivados no armário com gavetas. O registro deve ser feito conforme modelo da próxima pagina e entregue ao responsável do laboratório.

13 Referência bibliográfica

[1] COLPAERT; Hubertus. Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns, 3ª Edição, Editora Edgarg Blücher Ltda, São Paulo – 1974.

[2] COUTINHO, Telmo de Azevedo. Metalografia de Não-Ferrosos, Editora Edgard Blücher Ltda, São Paulo – 1980.

[3] Apostila Curso de Ensaio Metalográfico – LIME 1.1

[4] Rosendo; Tonilson. Apostila

<http://www.urisan.tche.br/~tonilson/Ciencia%20dos%20Materiais/Ciencia-7.pdf>

Sugestões e dúvidas:

Email:

rrohmecc@gmail.com

lemm@urisan.tche.br