

Metalografia

A metalografia é a ciência que estuda microestrutura de metais e suas ligas por microscopia óptica, podendo ser dividida em macrografia (aumento <30x) e a micrografia (aumento >50x)

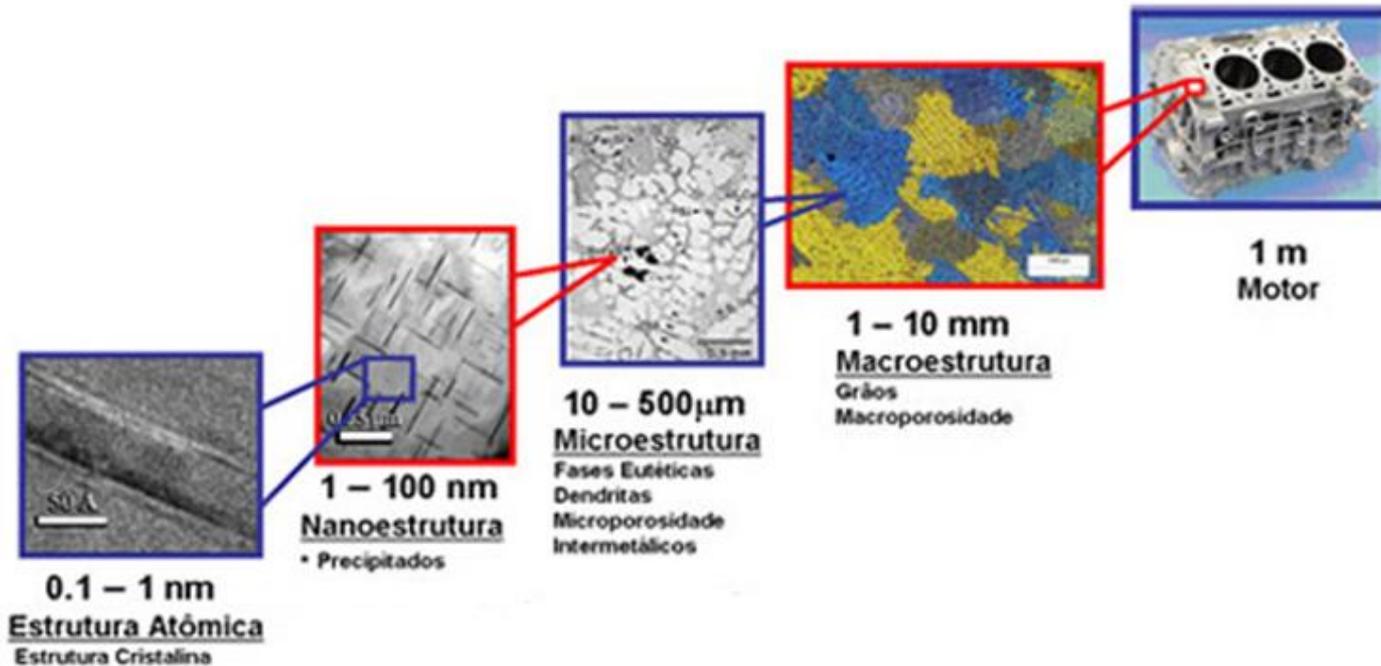


Fig. 1 – Escala versus estrutura

Macrografia

Examina o aspecto macroestruturais uma superfície metálica, após lixamento e ataque químico. Possibilita, por exemplo, identificar o processo de fabricação (fundição conformação mecânica) e homogeneidade química da peça.

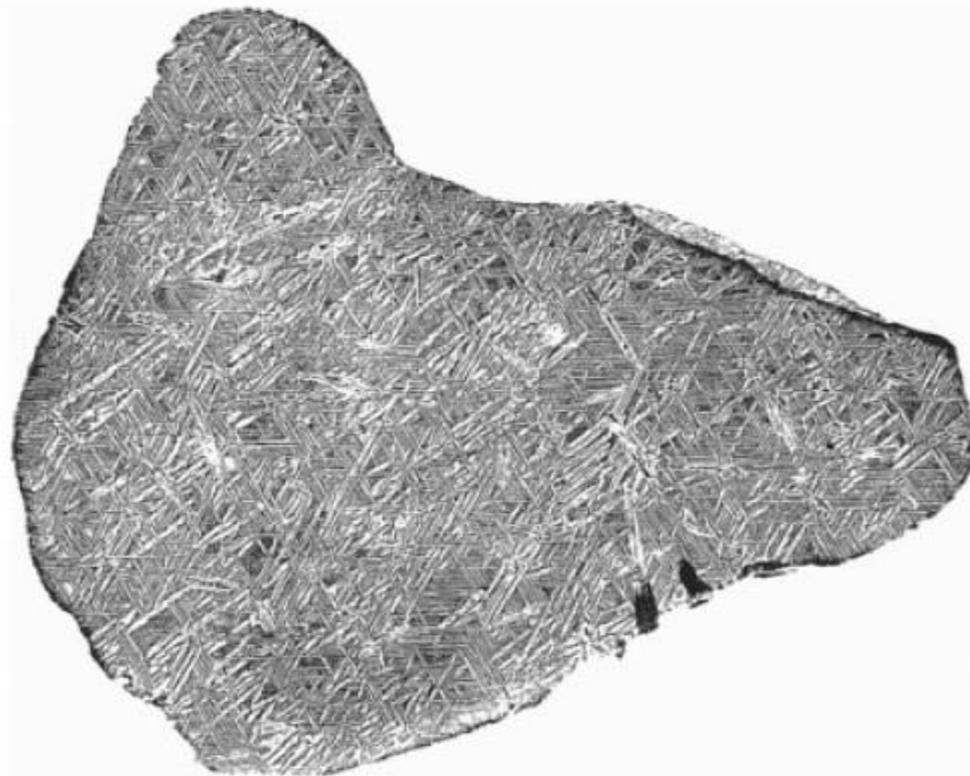


Fig. 2 - Macrografia de um meteorito de ferro preparado em 1808 por Widmanstätten e Schreibers.

Micrografia

Estudo da microestrutura com o auxílio de microscópio óptico ou eletrônico, possibilitando a quantificação e identificação de seus diversos constituintes (fases) em termos de fração volumétrica, tamanho, distribuição, morfologia, composição química, estrutura cristalina e textura das fases. Estas variáveis controlam as **propriedades físicas e mecânicas dos materiais**.

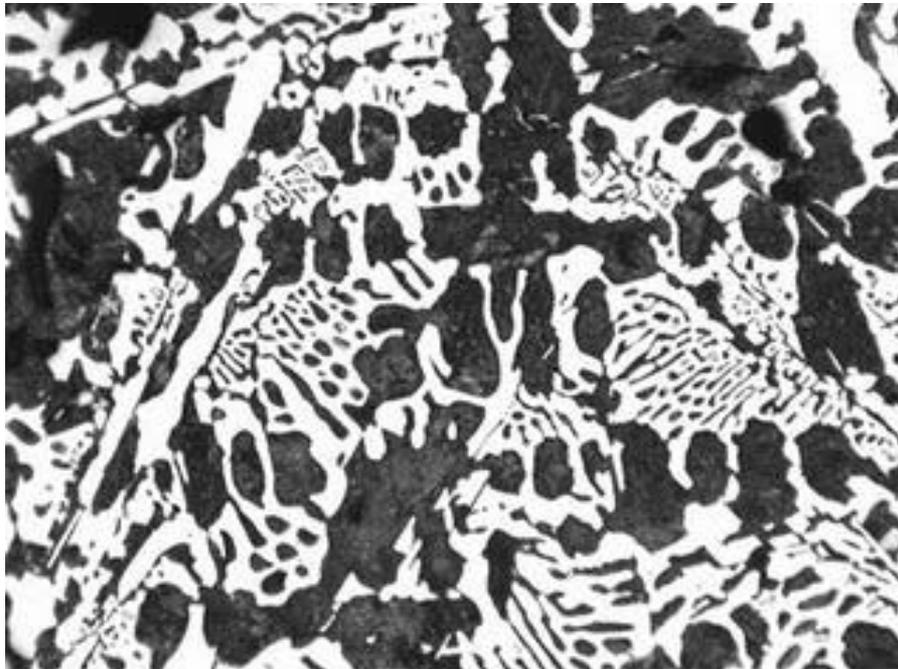


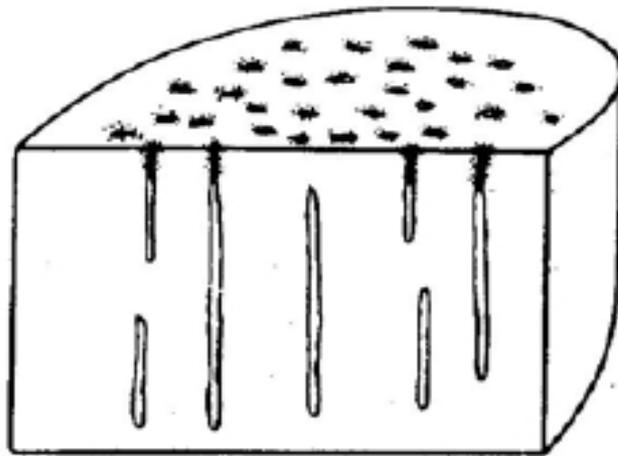
Fig. 3 – Microestrutura de um ferro fundido branco com Fe₃C(clara) e perlita(escura)

Etapas da preparação metalográfica

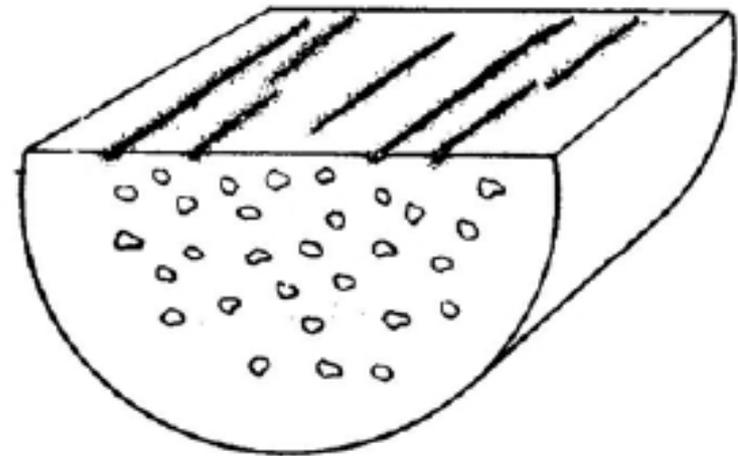
- Amostragem das seções que serão estudadas (microestrutura é 3D, mas a metalografia apresenta resultados de cortes 2D)!!!
- Corte
- Embutimento
- Lixamento
- Polimento
- Inspeção e documentação fotográfica sem ataque químico
- Ataque químico
- Inspeção e documentação fotográfica após ataque

Escolha das amostras e da seção a ser estudada

A amostragem pode levar a conclusões errôneas, daí a importância de entender o processo de fabricação ou de estudar várias seções.



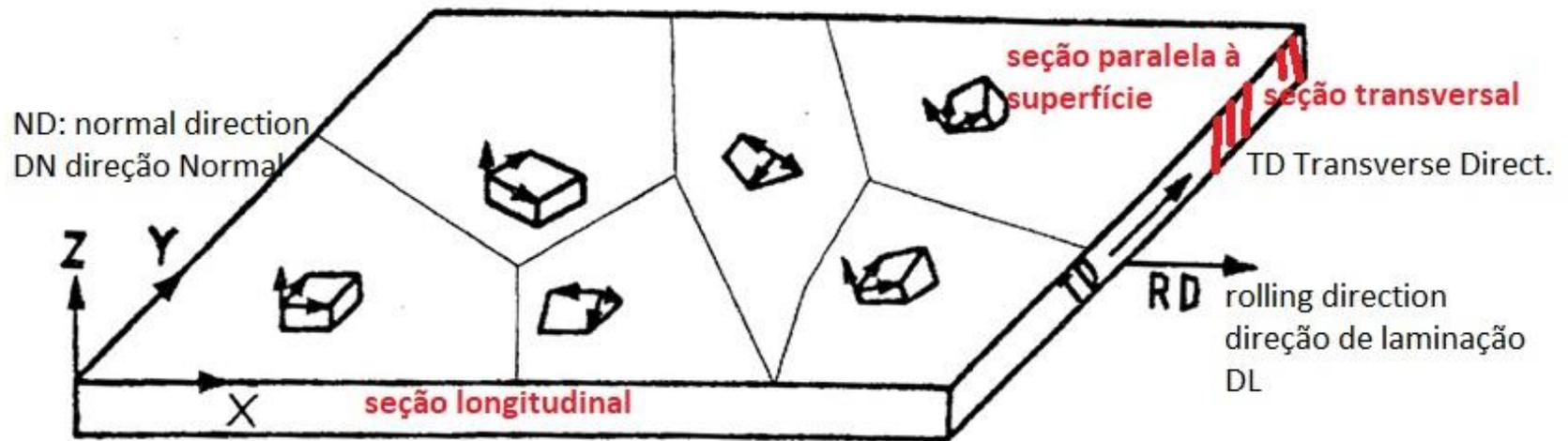
seção transversal



seção longitudinal

Fig. 5 – Vista da seção longitudinal e transversal de uma mesma amostra: barra produzida por deformação plástica

Seções e direções numa chapa laminada



Escolha das amostras e da seção a ser estudada

A amostragem pode levar a conclusões errôneas, daí a importância de entender o processo de fabricação ou de estudar várias seções.



Fig. 4 – Macroestrutura de junta soldada

Escolha do procedimento de preparação

- Onde encontrar recomendações de procedimento:
 - ASM Handbook Volume 9: Metallography and Microstructures. 2004. 1178 p.
 - <https://www.struers.com/en/Knowledge>
 - <https://www.buehler.com/>

Seccionamento

O corte da amostra metálica deve ser efetuado de modo a não alterar a microestrutura do material (por exemplo, superaquecimento). São variáveis importantes durante este processo de corte da peça:

- 1) Tipo e a quantidade de líquido refrigerante e o método de aplicação do líquido.
- 2) Pressão aplicada pelo disco sobre a amostra.
- 3) Tamanho e a velocidade do disco abrasivo.
- 4) Potência do motor do disco abrasivo.
- 5) Dureza do disco abrasivo.
- 6) Dureza do material da amostra.
- 7) Vibração do dispositivo "cut-off"



Fig. 6 – Discos abrasivos para corte de amostras

Embutimento

A montagem da amostra é realizada para facilitar o manuseio de peças pequenas durante lixamento, polimento e exame microscópico. O embutimento consiste em circundar a amostra com um material inerte. O embutimento pode ser a frio e a quente, dependendo das circunstâncias e da amostra a ser embutida.

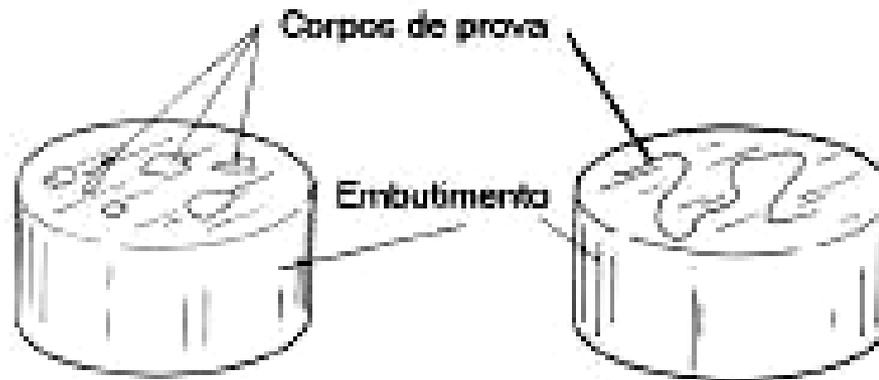


Fig. 7– Aspecto das amostras embutidas e de uma embutidora.

Cuidados: Verificar se a face que estar embutindo é realmente a que se deseja observar, escolher o tipo certo de embutimento (quente, frio) dependendo do material, proteger a superfície que se deseja observar para não haver abaulamento e identificar a amostra.

Lixamento

Essa preparação exige que o uso de diversas lixas, com granulométrica sucessivamente menores de material abrasivo como SiC (100#, 220#, 320#, 400#, 600# e 1000#) e uso de lubrificante (água).

ROTAÇÃO DE 90° : LIXAR NA LIXA SUBSEQUENTE ATÉ DESAPARECEREM OS RISCOS DA LIXA ANTERIOR, E LIXAR UM POUCO MAIS, idealmente o tempo que demorou para desaparecer o risco.

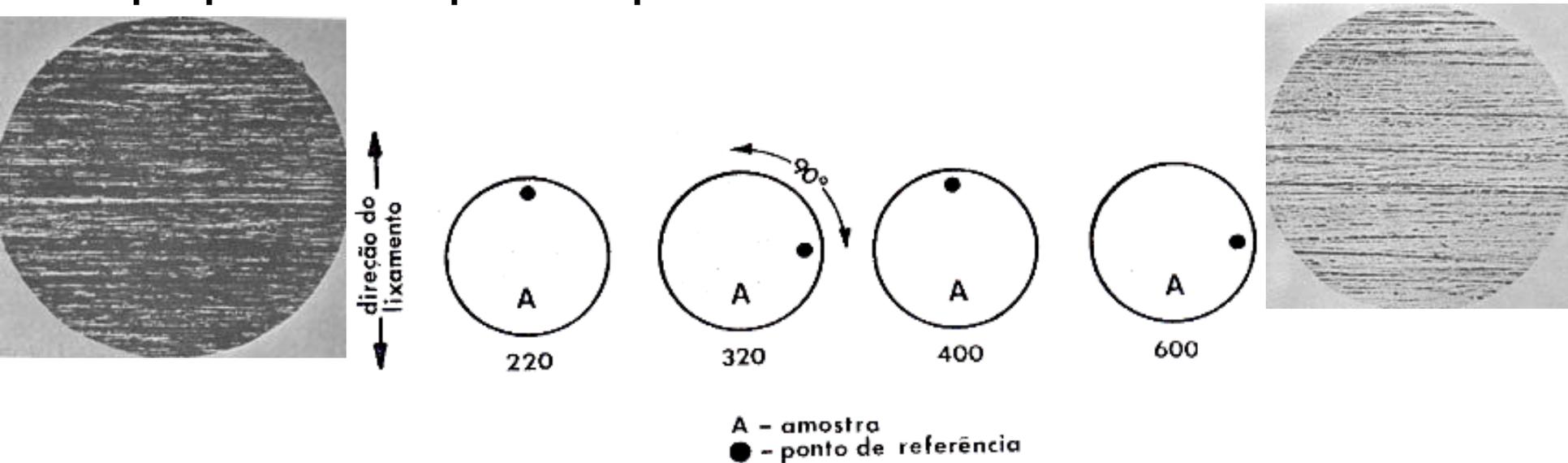


Fig. 8 – Aspecto da direção de lixamento e da superfície lixada

Cuidados: Lubrificar a mostra para evitar aquecimento e impregnação, manter a amostra sob pressão uniforme para evitar abaulamento. Lavar entre passos para evitar contaminação.

#: número de aberturas por polegada da peneira.

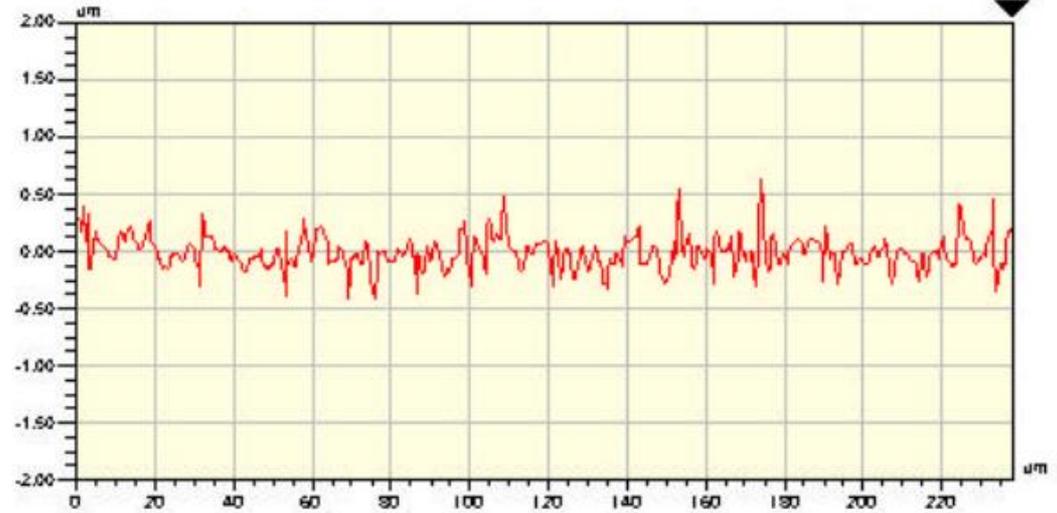
lixas

Standard ANSI grit	European (P-Grade)	Median Diameter (microns)	Surface Roughness on Steel, Rc 30 (Ra -nm)
60	P60	250	-
80	P80	180	1140
120	P120	106	1050
180	P180	75	880
240	P220	63	300
320	P360	40.5	230
400	P800	25.8	120
600	P1200	15.3	110
800	P2400	6.5	25
1200	P4000	2.5	20

- Atenção, duas numerações!
- Abrasivo é SiC

Rugosidade da superfície após lixamento

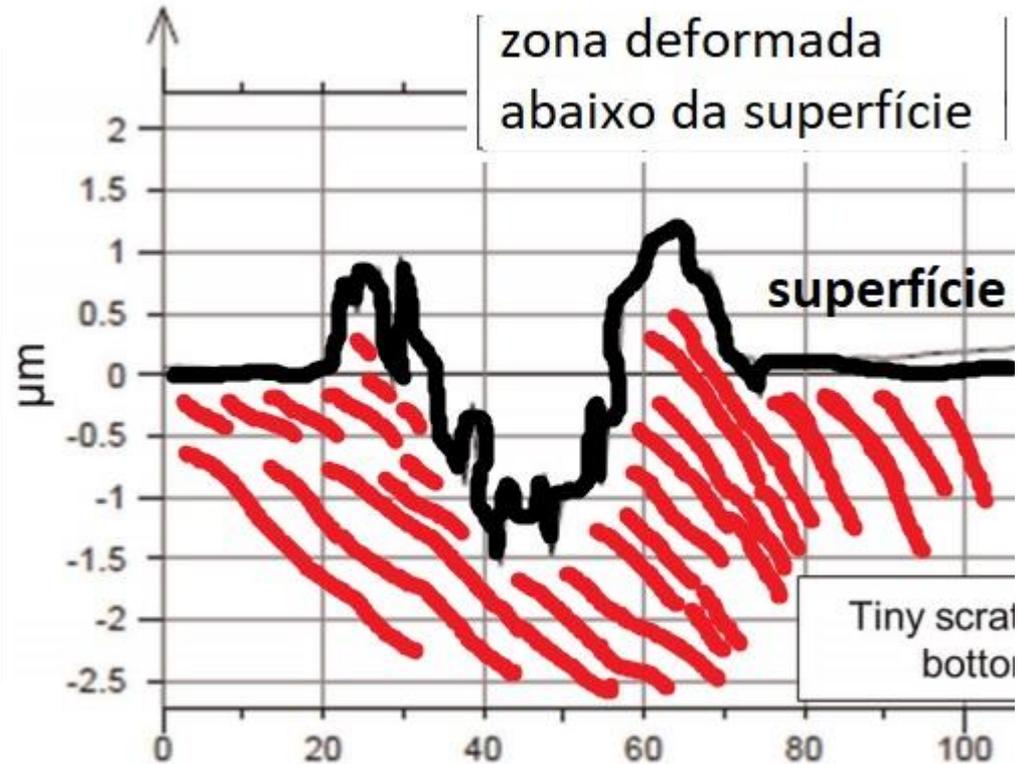
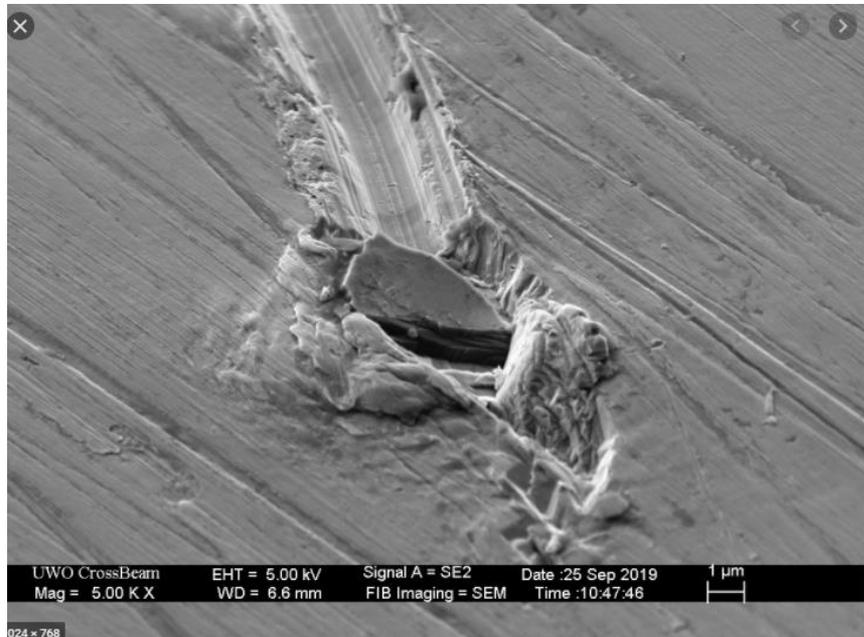
600 grit Premium SIC



1200 grit Premium SIC



O problema da deformação plástica abaixo do risco



Se aplicar mais pressão, a deformação subsuperficial cresce: **usar mão leve!**

O problema da deformação abaixo do risco

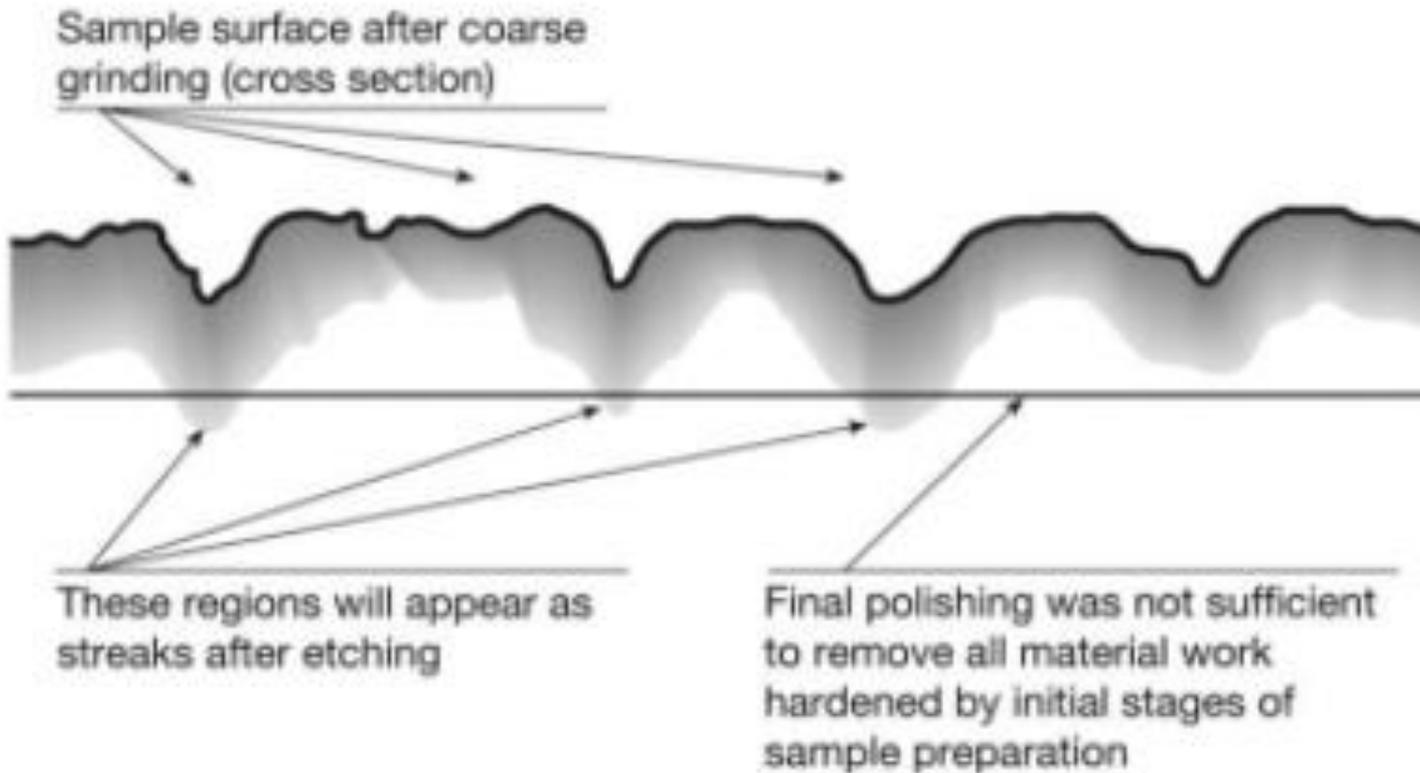


Fig. 5.3 Schematic presentation of subsurface work hardening caused by grinding.

Polimento

O polimento é mecânico realizado em seguida ao lixamento. Os agentes abrasivos mais utilizados para o polimento mecânico são as partículas de diamante e de alumina com granulometria decrescente (16 a 1 μm).

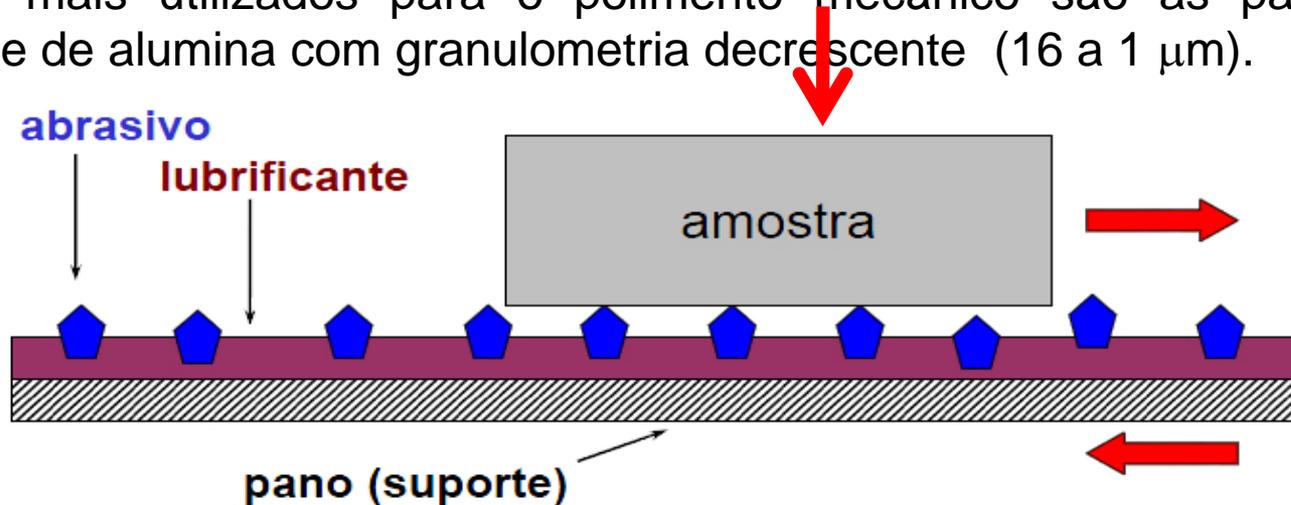
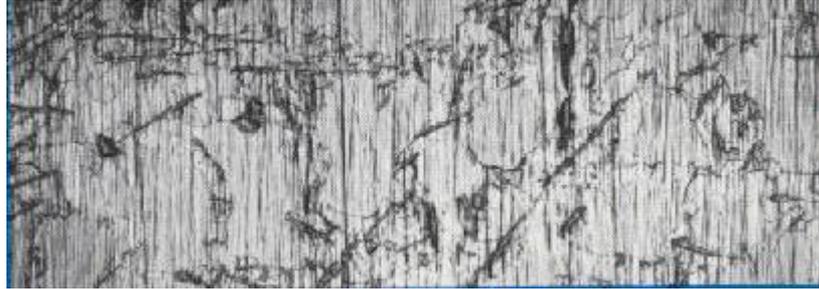


Fig. 9 – Representação de um polimento.

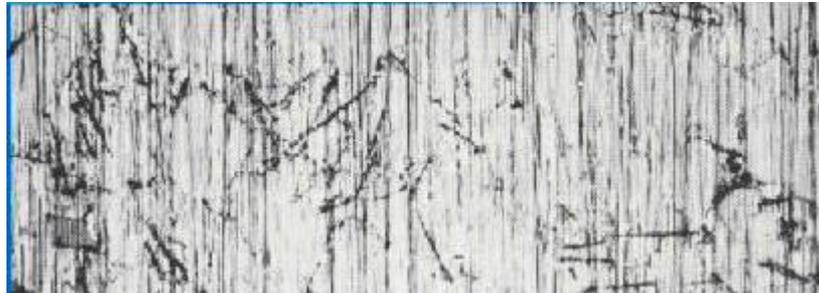
Cuidados que devem ser observados no polimento:

- A superfície deve estar rigorosamente limpa: lavar entre etapas.
- A escolha adequada do tipo de abrasivo e pano;
- Escolha de variáveis: velocidade, lubrificação e pressão adequadas ao material.
- Nunca polir amostras diferentes sobre o mesmo pano de polimento;
- LIMPEZA. ATENÇÃO COM CONTAMINAÇÃO POR PARTÍCULAS ABRASIVAS DE TAMANHO MAIOR QUE ESPERADO = RISCO!

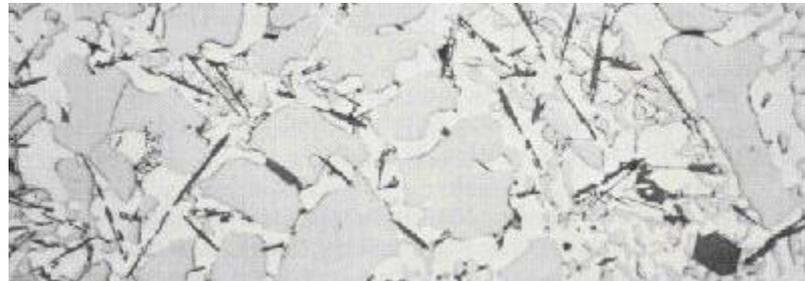
Polimento



Polimento grosseiro



Polimento intermédio

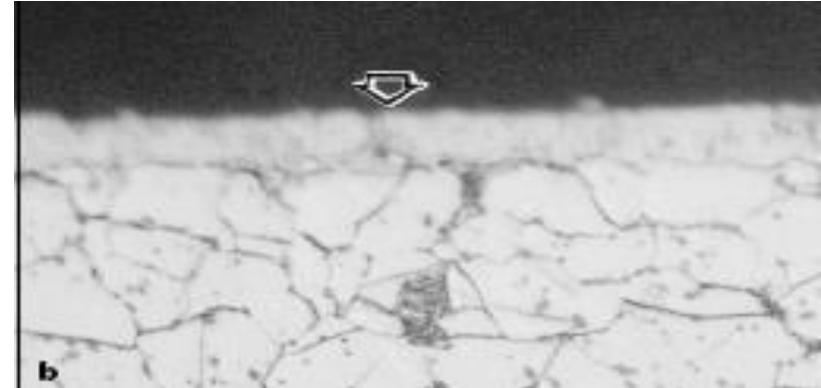
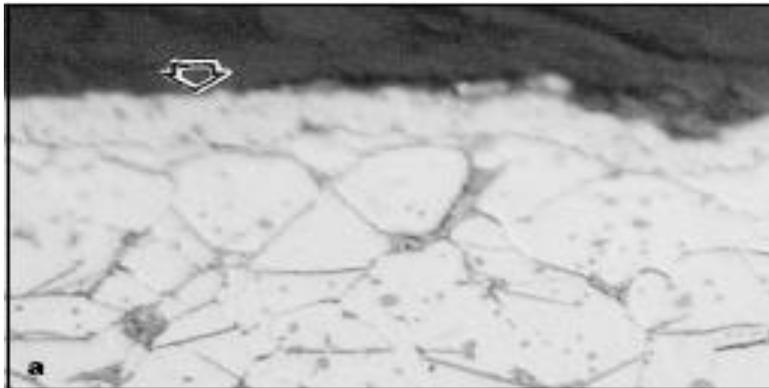
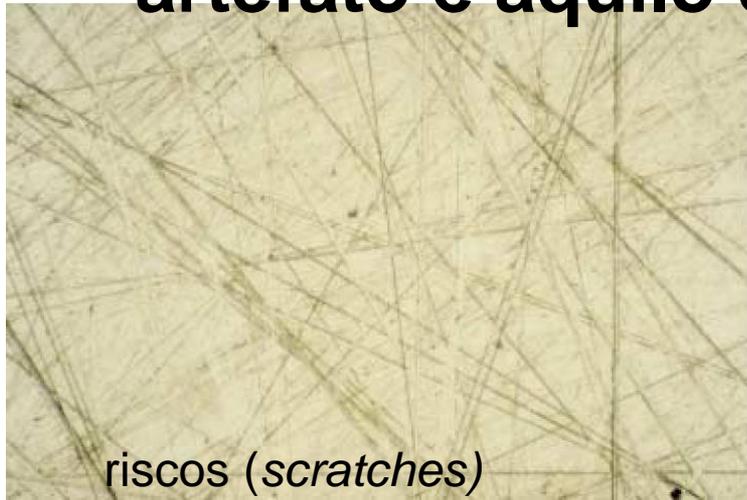


Polimento de acabamento

Fig. 12 – Aspecto da superfície polida.

Artefatos do Polimento

artefato é aquilo que não é do material.



abaulamento (*edge rounding*)

Fig. 13 – Aspecto de superfície polida contendo erros de preparação.

Mais artefatos visíveis no polido

- Grãos de poeira: se der foco em várias alturas diferentes, é um grão sobre a superfície
- Mancha de secagem: é iridescente, cores do arco íris
- Ferrugem: marron, forma de colar de esferinhas.

Ferrugem



Fig. 5.9 Filiform (filament-shaped) rusting that can occur during improper sample storage after polishing.

Mancha de secagem



Fig. 5.10 Drying marks. The small spots are drying marks from water droplets. Material is "rough iron" (See "Historical Direct Reduction Products" section of Chapter 2, "Processes in Steel Production," in this book) with many large non-metallic inclusions.

Polimento eletroquímico

Este processo permite obter, por dissolução anódica de um metal em um eletrólito, uma superfície plana e polida, livre de deformação mecânica, para a observação metalográfica. O eletrólito é escolhido em função do tipo de material a ser polido.



Fig.14– Aspecto de ,microestrutura de amostra polida por processo eletrolítico.

Secagem de amostras

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.

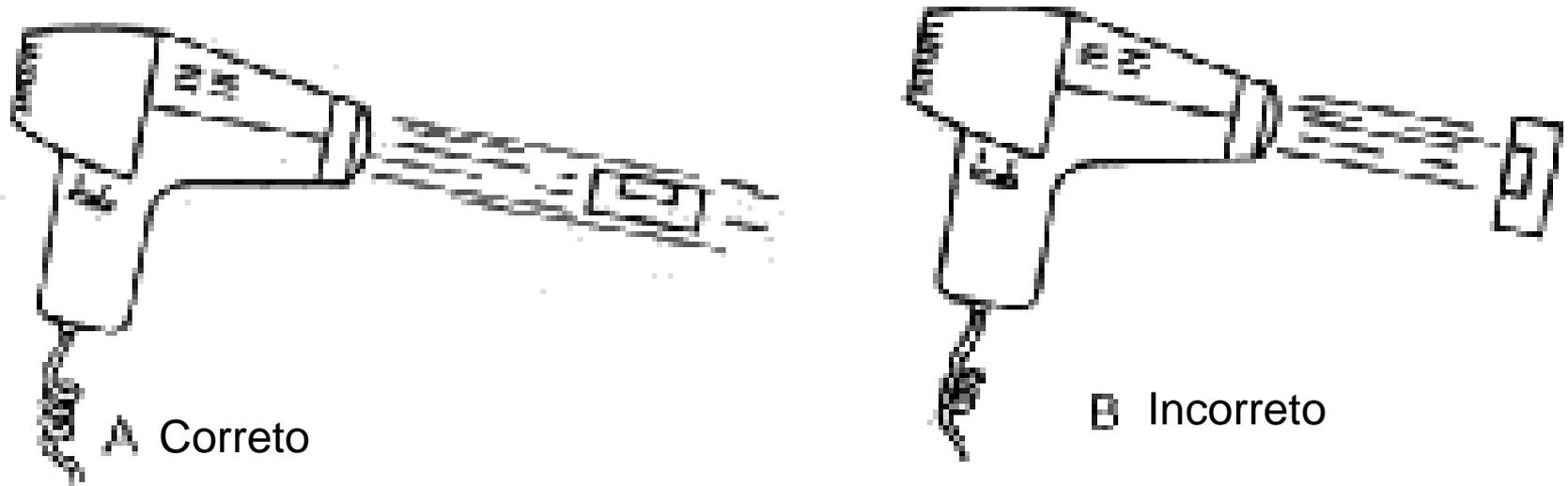


Fig. 15 – Posicionamento de amostra para secagem.

Inspeção metalografica

Microscopia

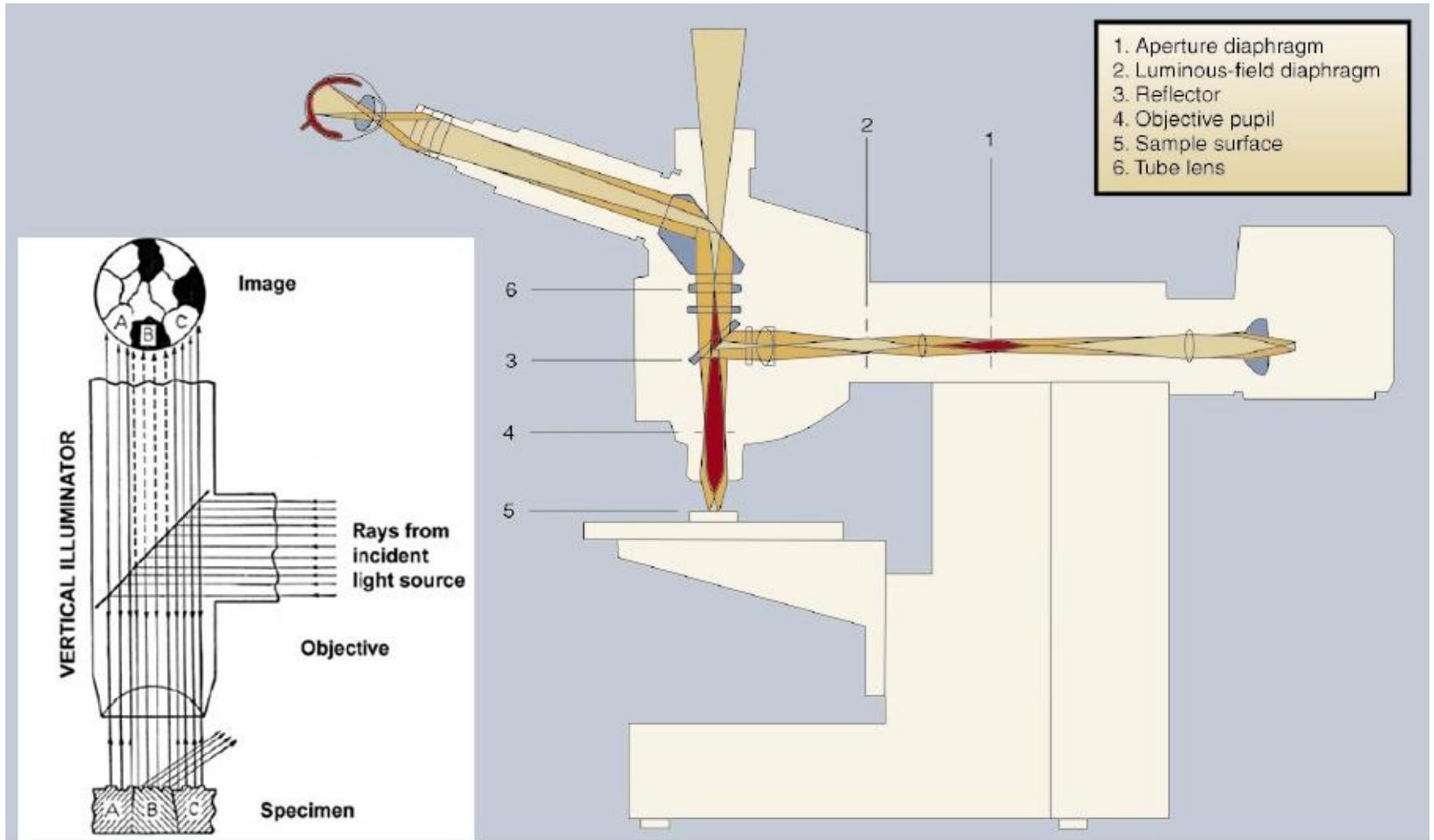


Fig. 16 – Aspecto de um microscópio óptico.

Inspeção metalografica

O exame ao microscópio da superfície polida sem ataque de uma amostra revela algumas características como inclusões, trincas e outras imperfeições físicas (incluindo-se defeitos no polimento propriamente dito).

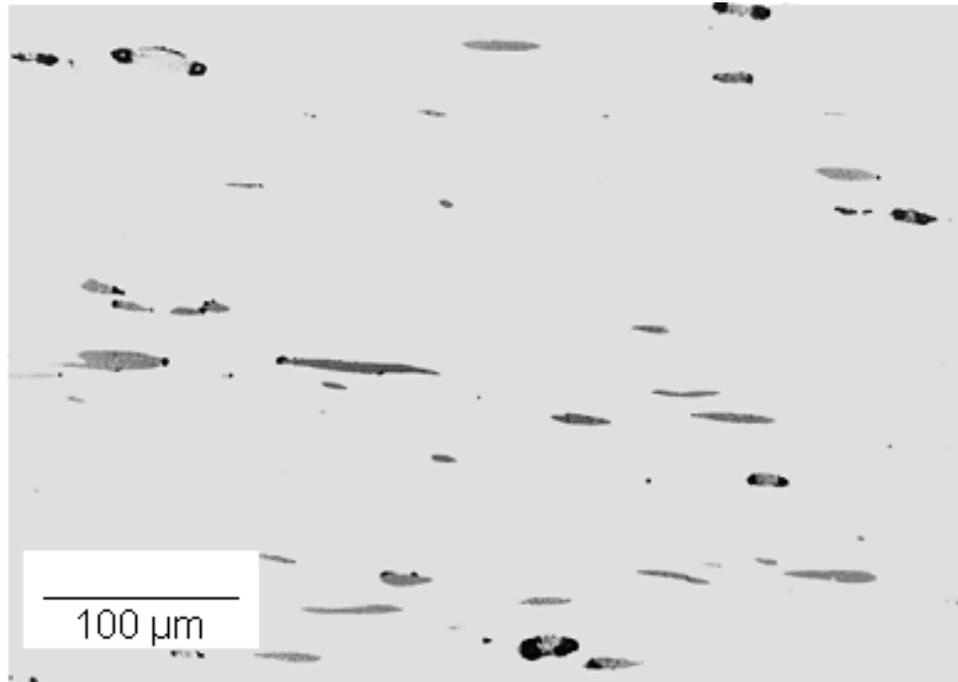


Fig. 17 – Aspecto da microestrutura de um aço após polimento sem ter sido atacada .

Inspeção metalografica

Inspeção sem ataque “nível de inclusões” em seção longitudinal

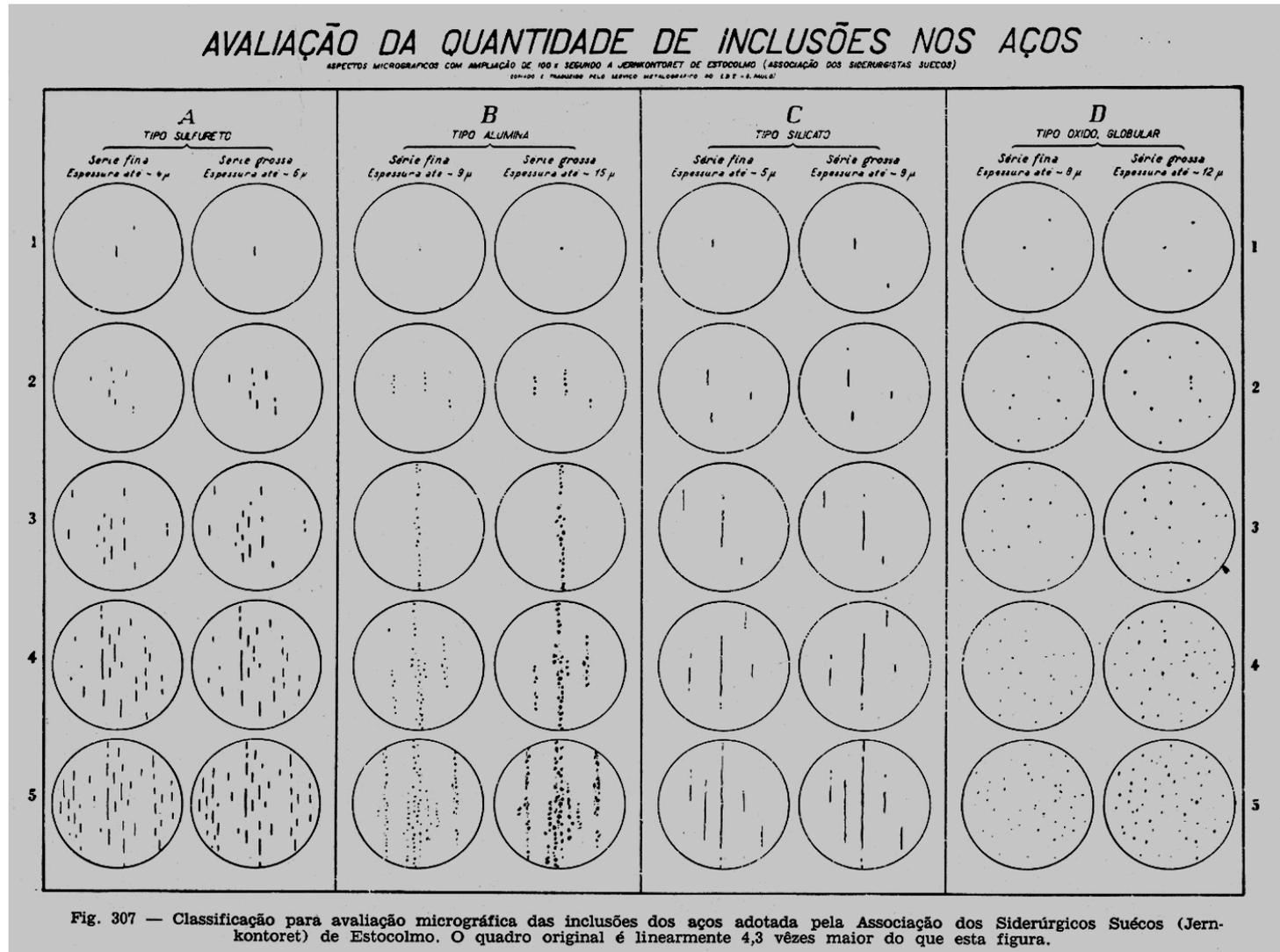


Fig. 18 – Tabela ASTM E45 para caracterização do tipo de inclusão de aço.

Ataque metalografico

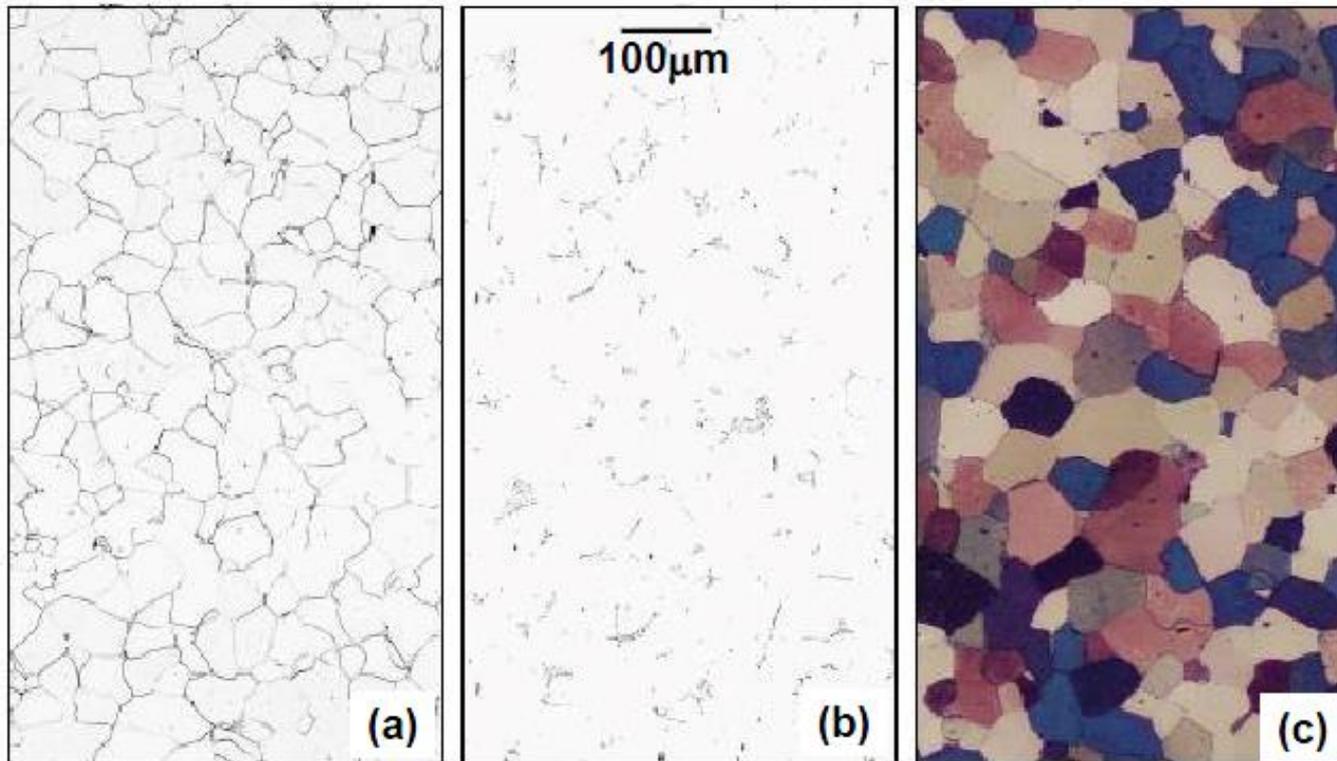
Para destacar e identificar características microestruturais ou fases presentes nas amostras é utilizado o ataque químico em microscopia óptica. O reagente é preparado (ácido sobre solvente) e despejado em uma pequena cuba de vidro (vidro relógio) e a amostra é imersa na solução. Deve-se tomar cuidado para não permitir o contato da amostra com o fundo da cuba.



Fig. 19 – Procedimento de ataque metalografico.

Ataque metalografico

Inspeção com ataque “ caracterização microestrutural (aço baixo carbono)”



nital 2%

picral 2%

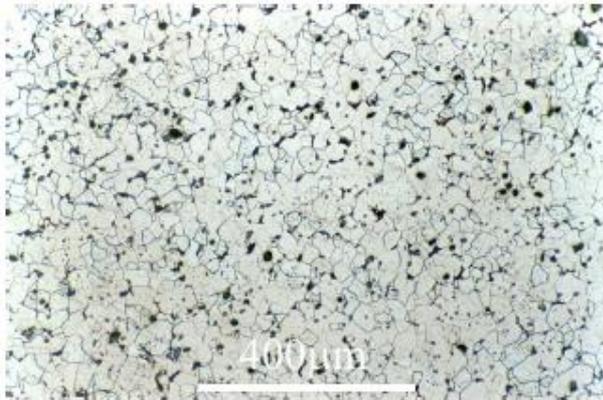
Beraha (*)

(*) - 100ml H₂O; 10g Na₂S₂O₃; 3g K₂S₂O₅

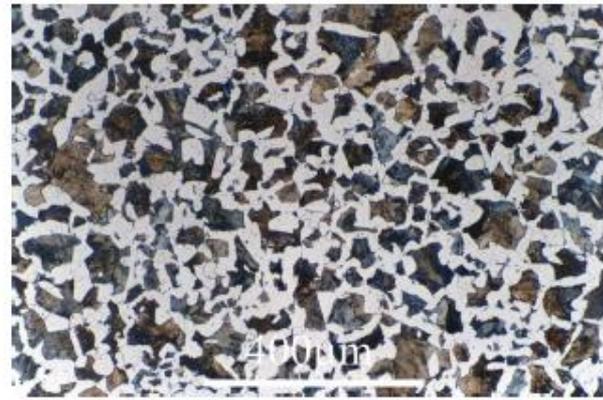
Fig. 20 – Microestrutura de um aço submetido a diferentes ataques.

Ataque metalografico

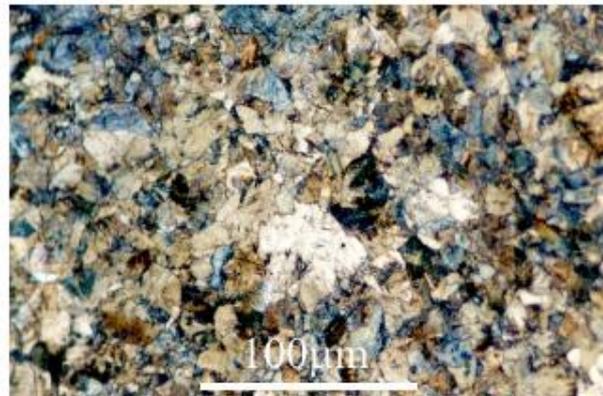
Inspeção com ataque “ caracterização microestrutural (aços carbono)”
composição química e proporção das fases => propriedades mecânicas



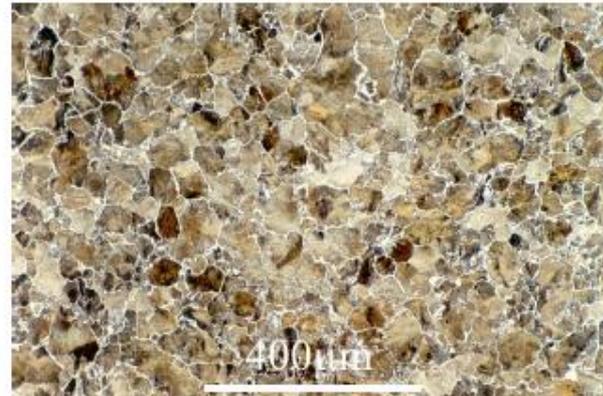
0,1% C – ferrita + perlita



0,4% C – ferrita + perlita



0,8% C - perlita



1,3% C – perlita + cementita

Fig. 21 – Aspecto microestrutural de aços com diferentes teores de carbono.

Ataque metalografico

Inspeção com ataque “ferro fundido cinzento (lamelar)” aumento

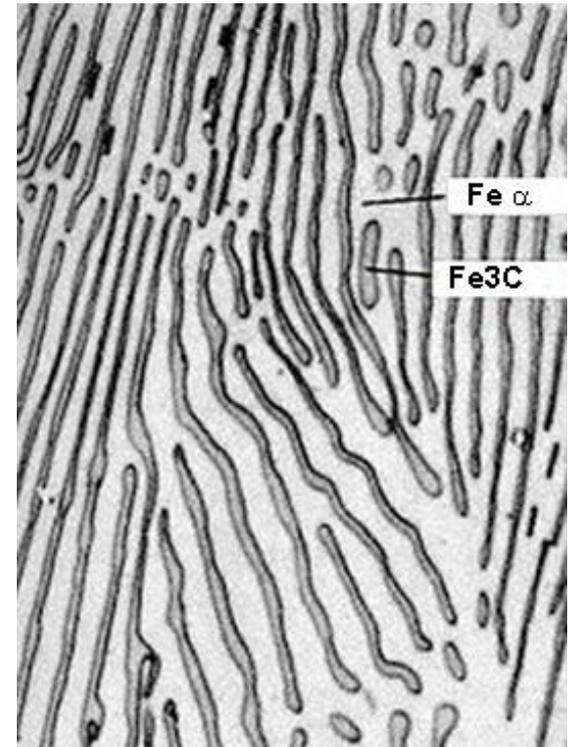
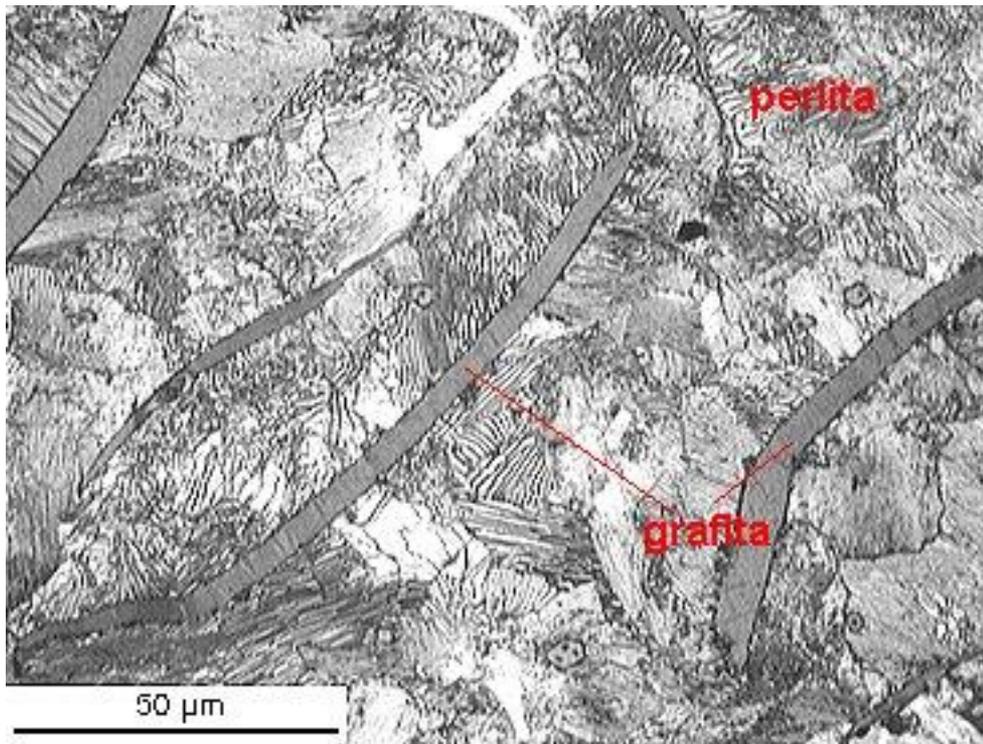
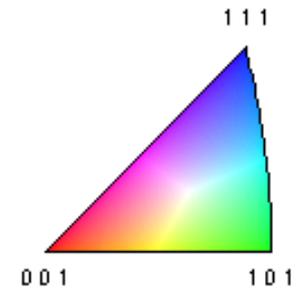


Fig. 22 – Microestrutura de um ferro fundido cinzento.

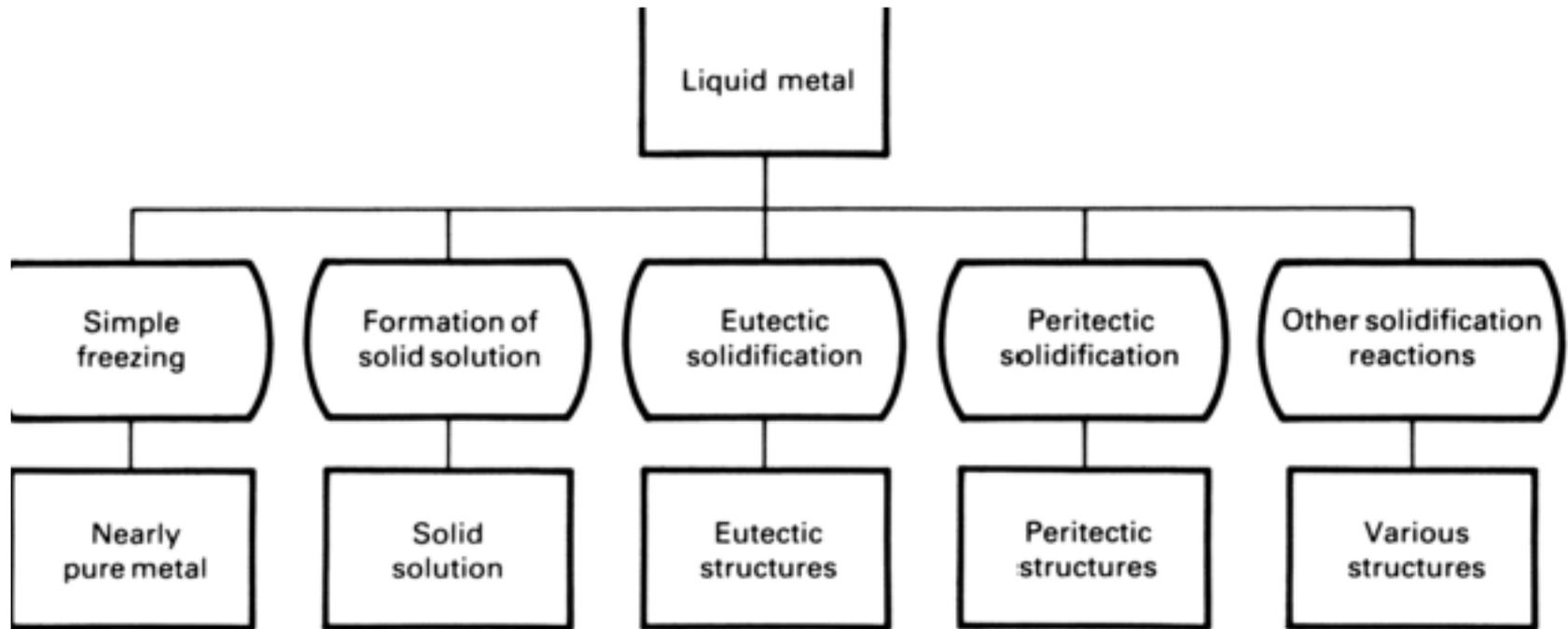
Microestruttura



objetivos

- Reconhecer os diferentes tipos de padrões de estrutura que podem ser vistos em análises metalográficas.
- Perceber os padrões 3D a partir das imagens 2D
- Conhecer as normas de medida de tamanho de grão
- Aprender a usar o ImageJ
- Laboratório:
 - Medir tamanho de grão
 - Desenhar grãos

Microestruturas da Solidificação



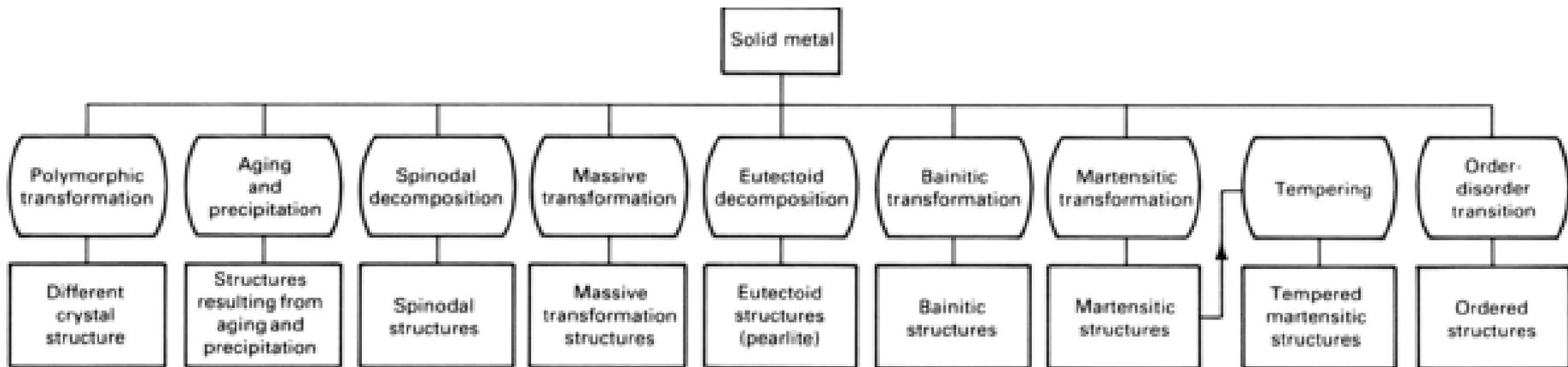
Cap 10 ferros fundidos

Cap 12: ligas de cobre

Cap 11; ligas Alumínio

Cap 14: titânio

Transformações em estado sólido



Cap 14
Titânio

Cap 11
Alumínio

Cap 12
Cobre

Cap 13
níquel

Cap 2

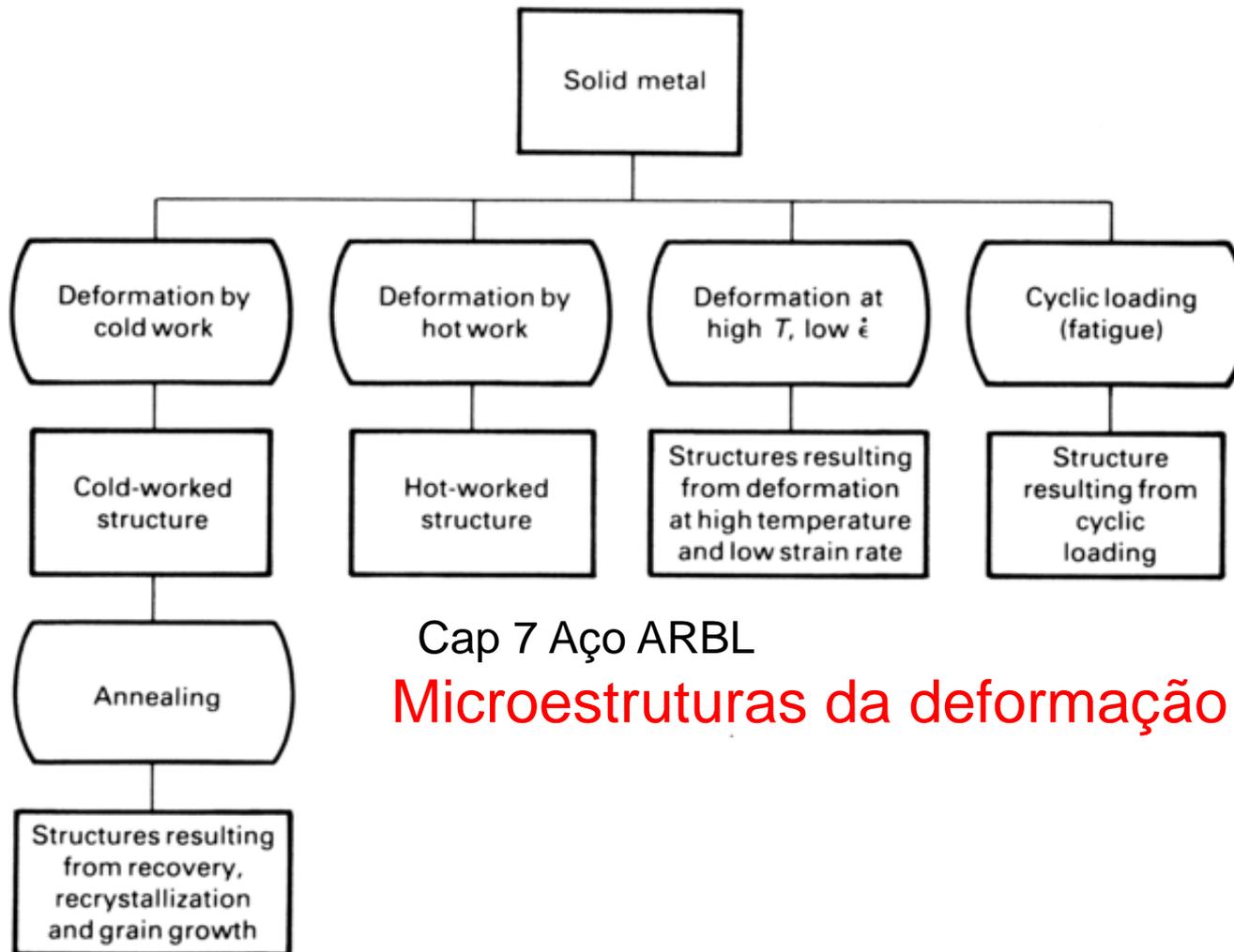
Cap 3
Cap 6

Cap 4: aços

Cap 5

Cap 6

Cap 14 Titânio

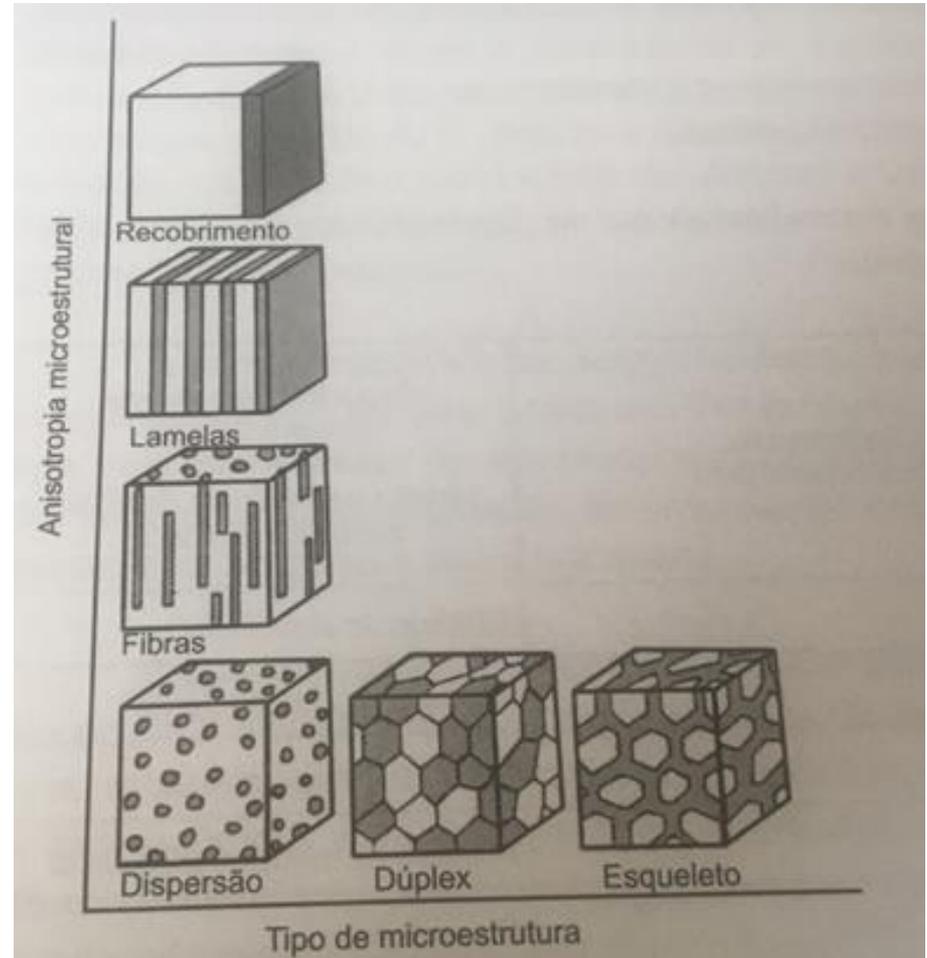


Cap 7 Aço ARBL

Microestruturas da deformação plástica

Microestrutura

- Materiais metálicos e cerâmicos são (quase) sempre polifásicos.
- Excluídos os vidros, as fases são cristalinas.
- Costumam ter uma fase predominante e uma ou mais minoritárias.
- A fração volumétrica da “segunda” fase pode variar muito.
- Sua distribuição espacial pode variar bastante.
- As propriedades variam muito com a microestrutura.



Padilha e Rios (Transf Fase) , apud Hornbogen



Exemplo doméstico de macroestrutura: granito

Existem pelo menos 3 fases:

Os cristais pretos são de mica



Os cristais marrons são de feldspato ($KAlSi_3O_8$)

Os cristais brancos são de quartzo (SiO_2)

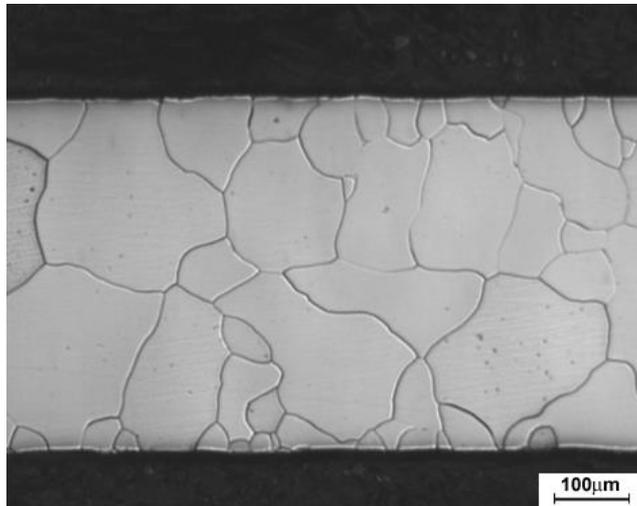
Muitos materiais de engenharia são “quase” monofásicos

- Quando a fração volumétrica das “segundas fases e tamanho médio são pequenos.

Materiais “monofásicos” são policristalinos

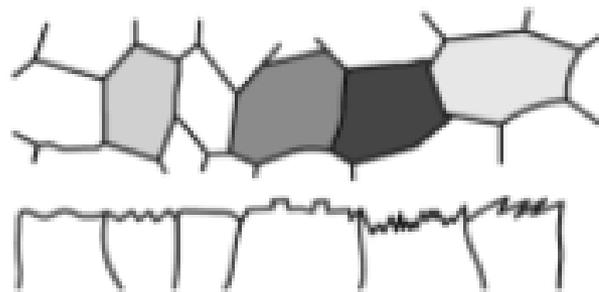
(em geral...)

- A grande maioria dos materiais metálicos usados na engenharia são policristalinos: contém muitos cristais (“grãos”).
- Alguns são amorfos, outros monocristalinos.
- Tamanho médio de grão entre $10\mu\text{m}$ e 1mm .



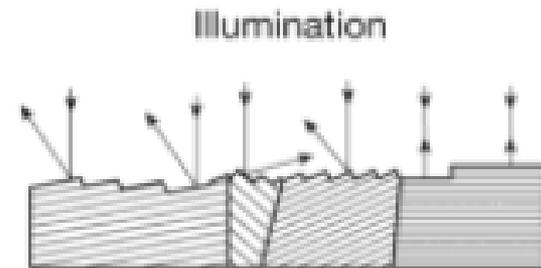
Chapa de aço usada em motores elétricos

Por que se vê os grãos ou os contornos de grão?

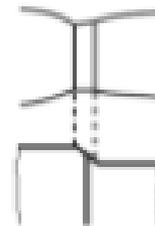
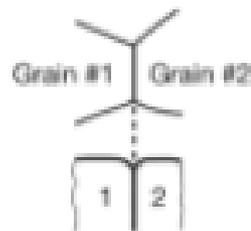


As seen in the micrograph

Cross section of sample



Cross section of sample



As seen in the micrograph

Cross section of sample

Materiais são policristalinos

- A “Fronteira” entre um grão e outro é uma região mais desordenada, de maior energia
 - Isto porque os átomos que se situam nestes locais tem menos vizinhos, o número de coordenação deles é menor, e como a ligação química faz abaixar a energia livre dos átomos, como eles tem menos ligações (menos vizinhos), tem mais energia por átomo.
- Como são regiões de pequena espessura, quase bi-dimensionais, convencionou-se medir o excesso de energia(em relação a um cristal perfeito) por unidade de área, como sendo uma “tensão superficial” (energia /área)
 - Estas regiões são chamadas de "Contornos de Grão" e tem papel importante em determinar as propriedades mecânicas, elétricas , de resistência à corrosão, etc, dos materiais

Materiais são policristalinos

- Nanomateriais são aqueles com tamanho médio de grão abaixo de $0,1 \mu\text{m}$
- Um C.P. de tração pode ter 10^{10} grãos.
- Propriedades dependem também das características dos grãos:
 - Tamanho
 - Forma
 - Orientação

Normas de medida de tamanho de grão e fração volumétrica de fases ou constituintes

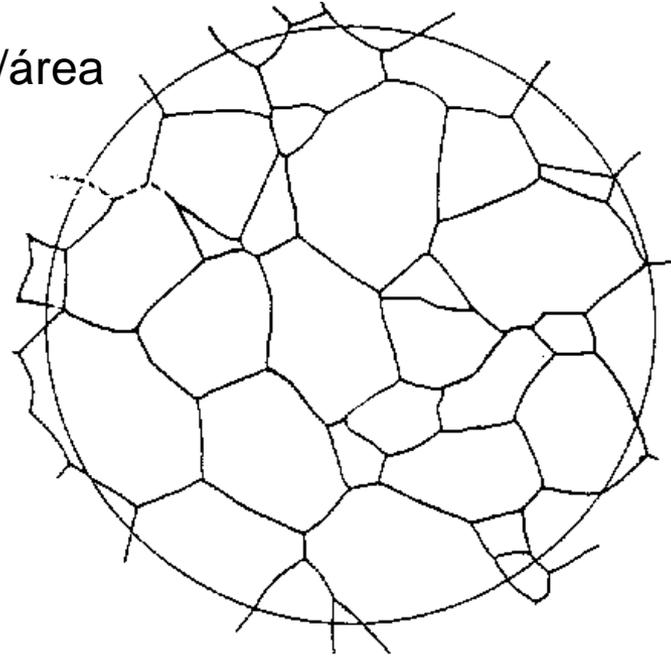
- ASTM E112 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size
- ASTM E1382 – 97 (2015) Standard Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semiautomatic and Automatic Image Analysis
- E562 Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count
- ISO 643:2019 (en) Steels — Micrographic determination of the apparent grain size
- ABNT NBR 11568:2016 Materiais metálicos - Determinação do tamanho de grão
- Membros da comunidade USP acessam normas ASTM, estando no vpn usp via:
<https://compass-astm.ez67.periodicos.capes.gov.br/CUSTOMERS/index.html>

Determinação de tamanho de grão

- O tamanho pode ser definido ou como número de grãos por unidade de área ou como um diâmetro médio, definido de diferentes formas:
 - Estimado por comparação com quadro padrão
 - Número de grãos por unidade de área
 - Intercepto médio
- Intercepto médio
 - Círculos de perímetro conhecido
 - Linhas retas de comprimento conhecido

Exemplo de número de grãos por área

$$N_A = (N_{\text{dentro}} + N_{\text{cortado}} / 2) / \text{área}$$



Existem normas internacionais para a metodologia da medida; por exemplo, a norma ASTM E112.

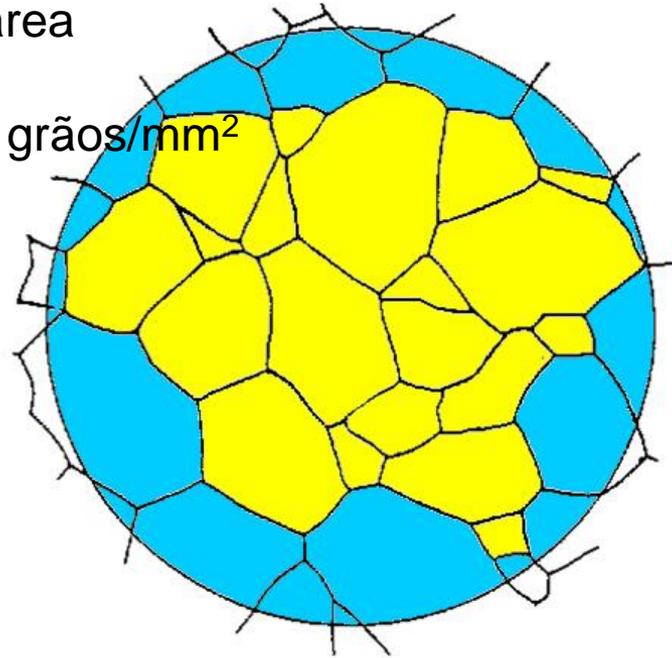
Círculo de área 0,5mm²

Exemplo de número de grãos por área

$$N_A = (N_{\text{dentro}} + N_{\text{cortado}} / 2) / \text{área}$$

$$N_A = (20 + 21/2) / 0,5 = 61 \text{ grãos/mm}^2$$

$$d = \sqrt{1/N_A}$$



Círculo de área 0,5mm²

Existem normas internacionais para a metodologia da medida; por exemplo, a norma ASTM E112.

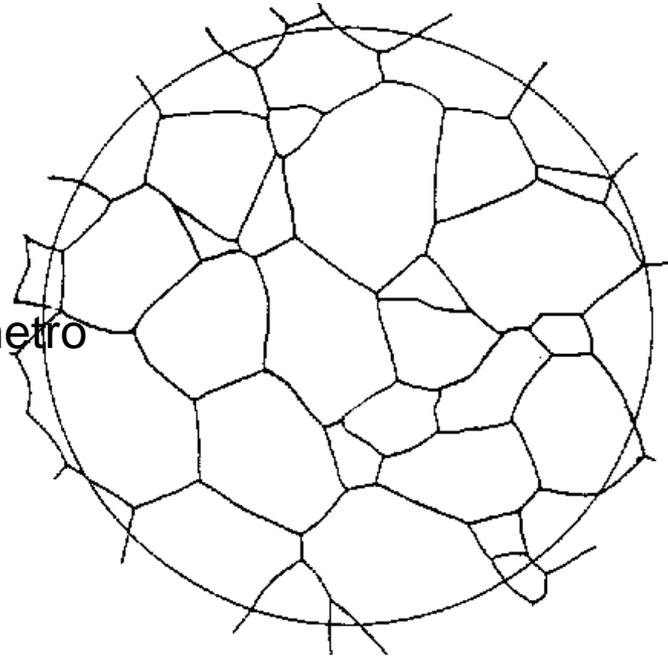
Exemplo de contagem de intercepto

Intercepto é onde a linha cruza o contorno de grão
 $N_L = n^\circ$ de interceptos/perímetro

$$P = 2,51 \text{ mm}$$

$$N_L =$$

$$P = \quad / 2.51 = \quad \text{mm}^{-1}$$



$$d = 1/N_L = 0,115 \text{ mm}$$

Exercício: Sabendo que a área deste círculo mede $0,5 \text{ mm}^2$, calcular o tamanho de grão pelo método do intercepto

Exemplo de contagem de intercepto

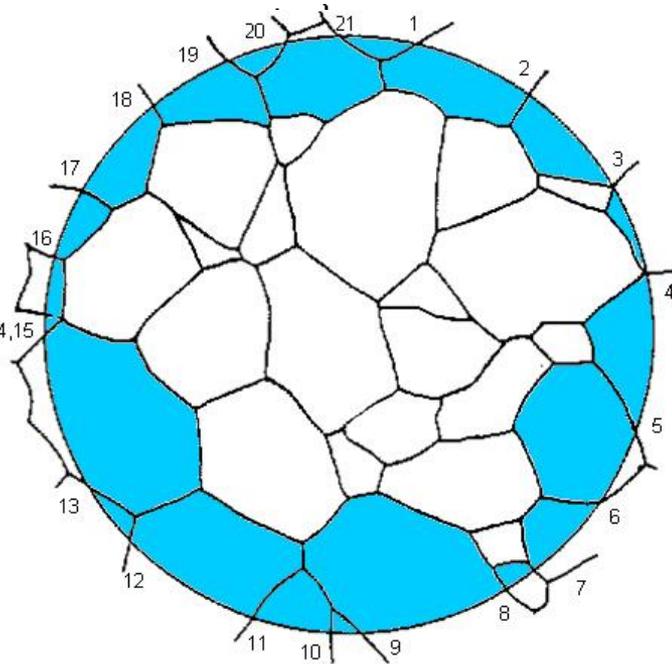
Intercepto é onde a linha cruza o contorno de grão
 $N_L = n^\circ$ de interceptos/perímetro

$$P = 2,51 \text{ mm}$$

$$N_L = 21$$

$$P = 21 / 2,51 = 8,4 \text{ mm}^{-1}$$

$$d = 1 / N_L = 0,119 \text{ mm}$$



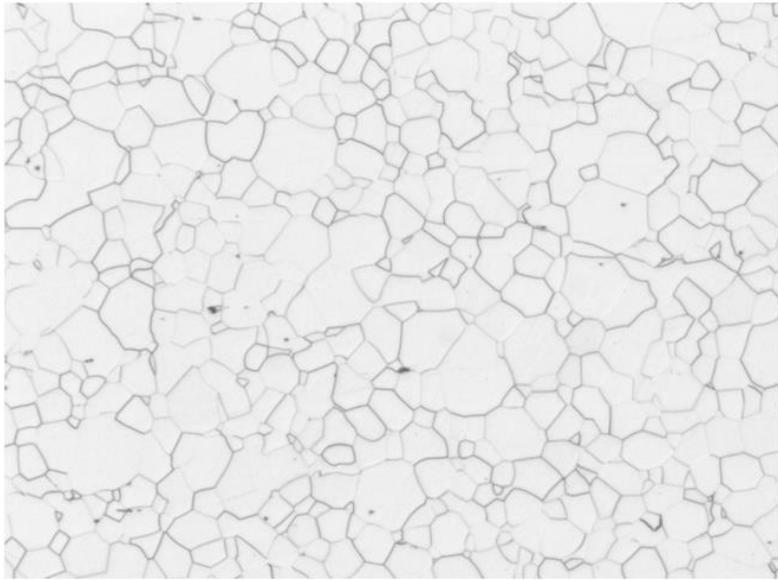
Exercício

- Determinar o tamanho de grão da micrografia pelo método do intercepto linear e pelo método do diâmetro equivalente (segundo a norma ASTM E112, $d = \sqrt{1/N_A}$).

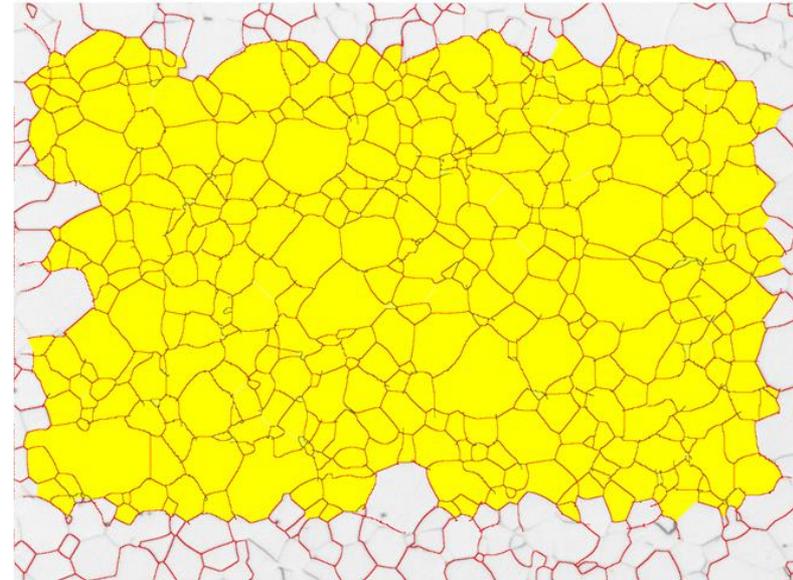
O software livre ImageJ

- <https://imagej.nih.gov/ij/download.html>

Cuidado ao usar o ImageJ

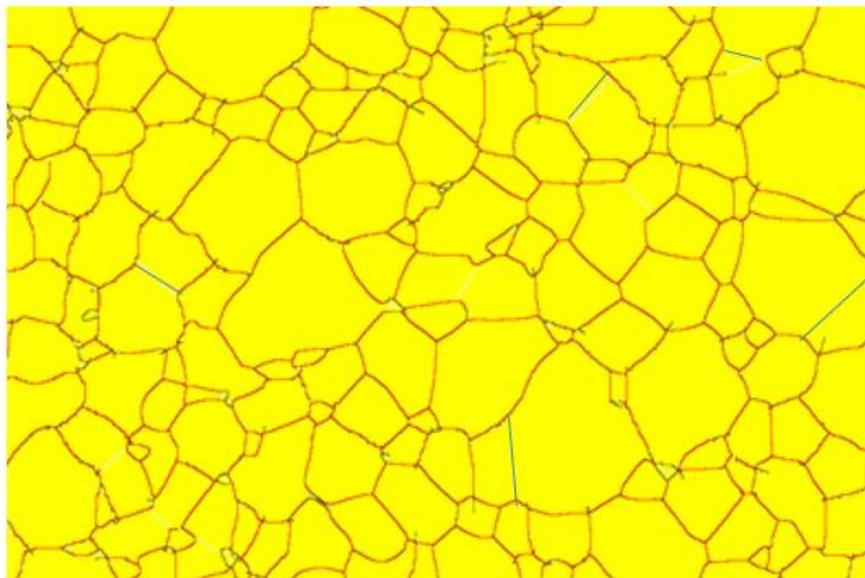
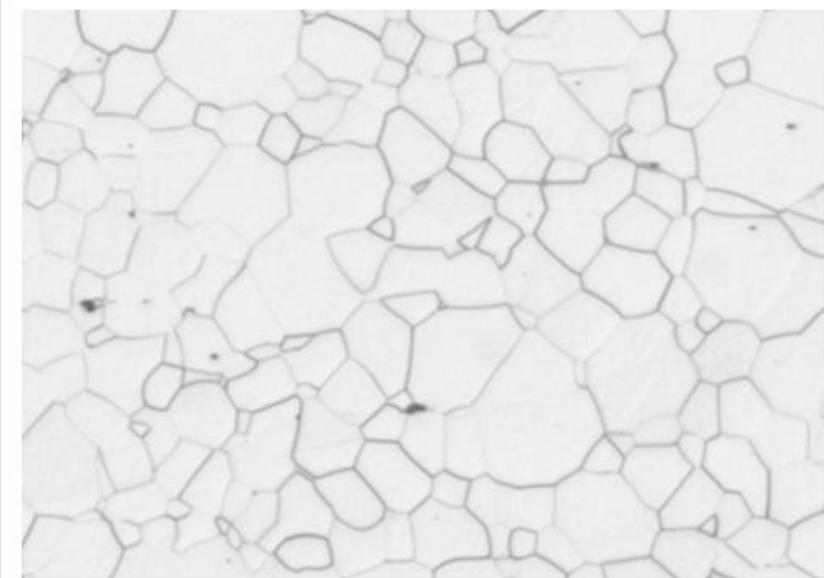
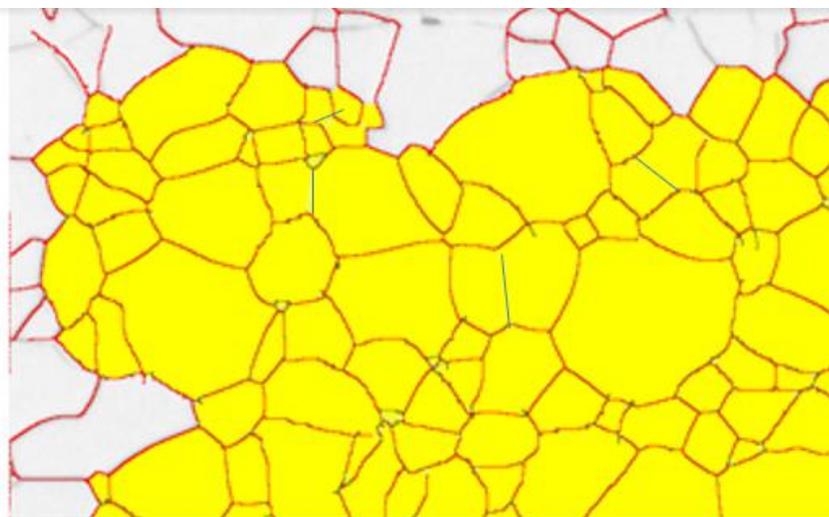
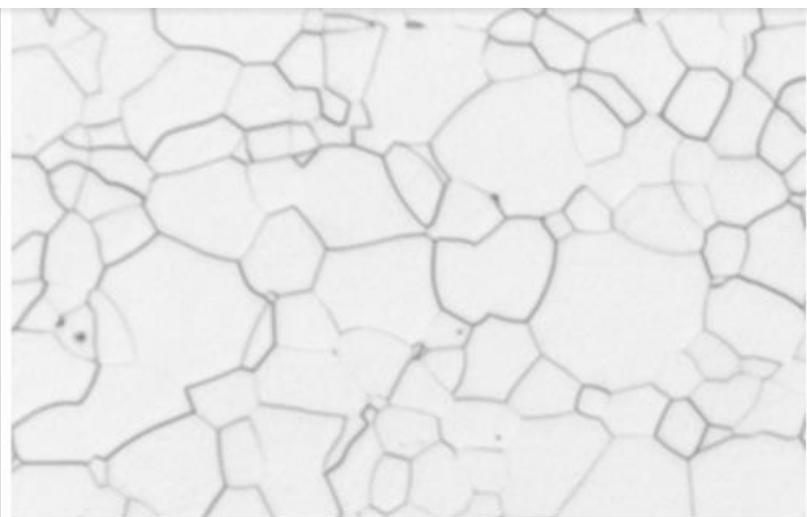


Captured image



Detected image

É fácil deixar de desenhar todos os contornos.
Compare a foto da esquerda com o desenho da direita



Materiais podem ser polifásicos

- Como vimos na aula de materiais compósitos, as propriedades dependem da fração volumétrica das fases presentes.
por ex., uma bancada de granito polido tem pelo menos 3 fases, quartzo, mica e feldspato
- V_v = Fração volumétrica = volume da fase/volume total .
- Numa imagem bidimensional só podemos determinar a fração de área (A_A) .
- A *estereologia* nos garante que $A_A = V_v$ (para materiais isotrópicos, que tem a mesma morfologia em todas as direções e com as fases distribuídas ao acaso, aleatoriamente).

Método para determinar V_V

- Para determinar V_V , usamos a mesma lei da *estereologia* que diz que:

$$V_V = A_A = L_L = P_P$$

Calcular a fração de perlita, nesse aço ferrítico-perlítico:

⇒ Ferrita é branca

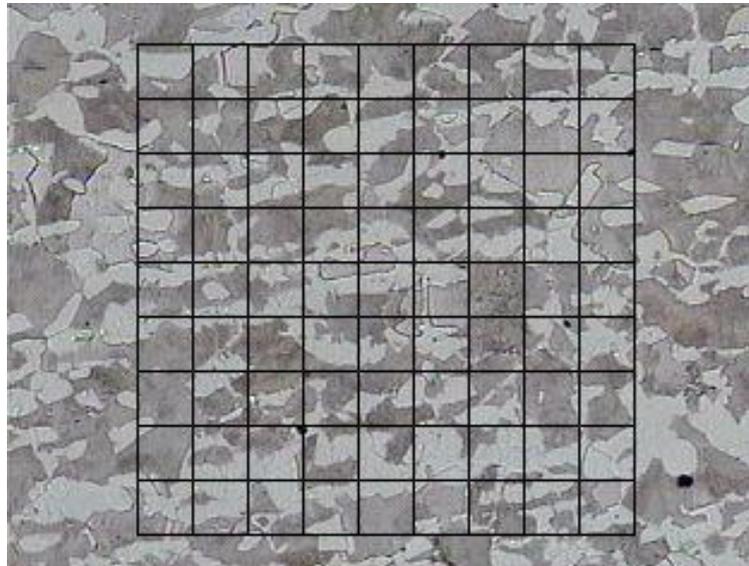
⇒ Perlita é cinza escura

(se cai na interface conta $\frac{1}{2}$)

Solução:

$P_p =$

$V_v = 51\%$



Software Image J

•Estereologia

The screenshot displays the ImageJ software interface. The main window shows a grayscale image of a porous material. The 'Set Scale' dialog box is open, showing the following settings:

- Distance in pixels: 146.67
- Known distance: 100
- Pixel aspect ratio: 1.103
- Unit of length: um
- Click to Remove Scale
- Global
- Scale: 1.467 pixels/um
- Buttons: OK, Cancel, Help

The 'Threshold' dialog box is also open, showing a histogram and the following settings:

- Default
- Red
- Dark background
- Stack histogram
- Buttons: Auto, Apply, Reset, Set

The 'Results' window shows the following table:

	Area	Mean	Min	Max	Perim.	Median	%Area
1	369.521	28.343	0	255	78.793	0	11.115

Uso do software livre *Image-j* para cálculos das frações de área. Todos alunos devem baixar o software para usar na aula de laboratório

Segurança

EPI's

São todos dispositivos de uso individual, destinados a proteger a integridade física.

Deve-se:

- Usá-lo apenas para a finalidade que se destina;
- Responsabiliza-se por sua guarda e conservação;
- Substituí-lo quando danificado ou extraviado.

Equipamentos de Proteção Individual- EPI's utilizados nas aulas

- Avental ou roupas de proteção
- Luvas
- Proteção facial/ ocular

EPI's

AVENTAL OU ROUPAS DE PROTEÇÃO



Fig. 24 – Aspecto de um avental de proteção.

Avental: recomendado para manuseio de substâncias químicas .

Material: algodão grosso, queima mais devagar, reage com ácidos e bases .

Modelo: mangas compridas ou curta com fechamento em velcro ou botão; comprimento até os joelhos, fechamento frontal em velcro ou botão, sem ou com bolsos.

Obs. Deve ser usado sempre fechado.

EPI's

LUVAS

A eficiência das luvas é medida através de 3 parâmetros:

- Mudança em alguma das características físicas da luva ;
- Permeação: velocidade com que um produto químico permeia através da luva ;
- DegradaçãoTempo de resistência: tempo decorrido entre o contato inicial com o lado externo da luva e a ocorrência do produto químico no seu interior .

Material :

Nenhum material protege contra todos os produtos químicos

Luvas de latex descartáveis: são permeáveis a praticamente todos os produtos químicos

Luvas descartáveis de nitrila: para contato intermitente com produtos químicos .

Latex: Bom para ácidos e bases diluídas, péssimo para solventes orgânicos

PVC: Bom para ácidos e bases, ruim para a maioria dos solvente orgânicos.

Nitrila: Bom para uma grande variedade de solventes orgânicos e ácidos e bases.



Fig. 25 – Aspecto de um luva de proteção.

EPI's

PROTEÇÃO FACIAL/OCULAR

O uso é obrigatório em atividades onde haja manuseio ou armazenamento de substâncias químicas.



Fig. 25 – Aspecto de um óculos de proteção.

Características :

- ~> Não deve distorcer imagens ou limitar o campo visual;
- ~> Devem ser resistentes aos produtos que serão manuseados;
- ~> Devem ser confortáveis e de fácil limpeza e conservação;

Regras

* **Indumentária Apropriada**

1. Avental de mangas compridas, longos até os joelhos, com fios de algodão na composição do tecido.
2. Calça comprida de tecido não inteiramente sintético.
3. Sapato fechado, de couro ou assemelhado.
4. Óculos de segurança.
5. Luvas

* **Indumentária Proibida**

1. Bermuda, Sandália, Chinelo, Sapato aberto.
2. Cabelos longos soltos
3. Uso de lente de contato.
4. Uso de braceletes, correntes ou outros adereços.
5. Avental de nylon ou 100% poliéster.

Regras

* Hábitos Individuais

1. Não Faça no Laboratório

Fumar

Comer

Correr

Beber

Sentar ou debruçar na bancada

Sentar no chão

Não use cabelo comprido solto

Não (ou evite) trabalhar solitário no laboratório

Não manuseie sólidos e líquidos desconhecidos apenas por curiosidade

Não chegue atrasado

Referencias

Metallography: An Introduction, Metallography and Microstructures, Vol 9, ASM Handbook, ASM International, 2004, p. 3–20.

Colpaert, H. Metalografia dos Produtos Siderúrgicos Comuns. Ed. Edgard Blucher, São Paulo, 1974.

Colpaert nova edição [Hubertus Colpaert](#) , [André Luiz V. da Costa e Silva](#), 2008.

<http://www.pmt.usp.br/LCMHC/historico.htm>

Site da Struers

Site da Buehler