

Técnicas de Análise Microestrutural


Materialografia

Prof. Dr. Durval Rodrigues Junior
DEMAR – EEL – USP Lorena



Materialografia

Técnica materialográfica:

- 1) Normas relacionadas;
 - 2) Escolha da seção: posição, extração do corpo de prova;
 - 3) Preparo da superfície de análise:
 - cuidados no preparo;
 - embutimento;
 - lixamento;
 - polimento;
 - ataque químico.
- 

Materialografia

1) Algumas normas relacionadas à análise metalográfica:

E 1181 – 87	Characterizing Duplex Grain Sizes
E 1077 – 91	Descarburization of Steel Specimens, Estimating the Depth of
E 930 – 92	Grain Observed, Largest, in a Metallographic Section (ALA Grain Size), Estimating
E 1382 – 91	Grain Size, Average, Using Semiautomatic and Automatic Image Analysis
A 247–67 (1990)	Graphite in Iron Castings, Evaluating the Microstructure of
E 1245 – 89	Inclusion Content of Steel and Other Metals by Automatic Image Analysis, Determining
E 1122 – 92	Obtaining JK Inclusion ratings Using Automatic Image Analysis
E 768– 80 (1985)	Specimens for Automatic Inclusion Assessment os Steel, Preparing and Evaluating
E 175	Terminology of Microscopy
E 456	Terminology Relating to Quality and Statistics
ASTM E 44	Definitions of Terms Relating to Heat Treatment of Metals
ASTM E 1268 – 88	Microstructures, Assessing the Degree of Banding or orientation of
ASTM E 340 – 87	Macroetching and Alloys
ASTM E 407 – 70	Microetching Metal and Alloys
ASTM E 384 – 89	Microhardness of Materials
ASTM E 3 – 80	Preparation of Metallographic Specimens
ASTM E 112 – 88	Grain Size, Average, Determining
ASTM E 45 – 87	Inclusion Content of Steel, Determining
ASTM E 562 – 89	Volume Fraction by Systematic Manual Point Count, Determining

Materialografia

ASTM E 7 – 92b	Metallography
ASTM E 883 – 86	Metallographyc Photomicrography
DIN 17.014	Heat Treatment of Ferrous Metals
ABNT – 8108	Ataque com Reativos Metalográficos em Ligas Não Ferrosas
ABNT – 9208	Determinação dos Níveis de Microinclusões
ABNT – 7555	Revelação do Grão Austenítico
ABNT – 11568	Determinação de Tamanho de Grão de Materiais metálicos
ABNT – 6339	Determinação da Temperabilidade Jominy em Aço
ABNT – 8653	Metalografia e Tratamentos Térmicos e Termoquímicos das Ligas Ferro – carbono
ABNT MB03218	Aço – Análise por Macroataque
ABNT MB00747	Aço - Determinação de Macroinclusões pelo Método de Fratura Azul
ABNT MB01101 – II	Aço Fundido e Ferro Fundido – Amostragem e Preparação de amostras
ABNT MB01101 – I	Aço fundido e ferro fundido – Coleta de Amostras
ABNT PB00578	Aço Inoxidável – Tratamento Térmico
ABNT MB03189	Aços – Determinação da Profundidade de Descarbonetação
ABNT MB00573 – II	Amostragem e Preparação de Amostras de Ferro – Gusa
ABNT NB 1227	Amostragem e Preparação de Amostras de Aços Forjados
ABNT MB00573 - I	Coleta de Amostras de Ferro – Gusa
ABNT MB00463 – I	Coleta de Amostras de Ferroligas e outras Adições Metálicas
ABNT MB03544	Coque – Determinação Quantitativa da Textura por Microscopia Óptica
ABNT TB00406	Coque – Termos Relativos à Análise de Textura por Microscopia Óptica – Terminologia

ABNT NB01232	Ensaio Visual em Soldas, Fundidos, Forjados e Laminados
ABNT MB01342	Ferro Fundido – Avaliação da Tendência ao Coquilhamento
ABNT MB01511	Ferro Fundido – Determinação do Número e Tamanho das Células Eutéticas
ABNT MB01512	Ferro Fundido Nodular e Ferro Fundido Maleável – Contagem de Nódulos de Grafita
ABNT NB00309	Guia para Inspeção por Amostragem no Controle e Certificação de Qualidade
ABNT MB01510	Inoculante para Ferro Fundido – Avaliação da Perda de Eficiência
ABNT NB01295	Lavagem, Preparo e Esterilização de Materiais em Laboratório
ABNT EB01151	Morfologia de Grafita em Ferro Fundido
ABNT NB00671	Planos de Amostragem e Procedimentos para Qualificação de Componentes, baseados na Taxa de Falhas
ABNT TB00245	Qualidade
ABNT PB00671	Tabelas de Valores da Dureza Vickers (HV) para Materiais Metálicos
ABNT PB00672	Tabelas de Valores de Dureza Brinell (HB) para Materiais Metálicos
NBR 13790	Terminologia – Princípios e Métodos – Harmonização de Conceitos e Termos
NBR 13187	Tratamentos Térmico e Termoquímico de Ferro Fundido
NBR 13789	Terminologia – Princípios e Métodos – Elaboração e Apresentação de Normas e Terminologia
NBR NMISO 03713	Ferroligas – Amostragem e Preparação de Amostras – Regras Gerais
NBR 13286	Aço para Cementação – Avaliação Microscópica de Estrutura Bandeada

Técnica metalográfica

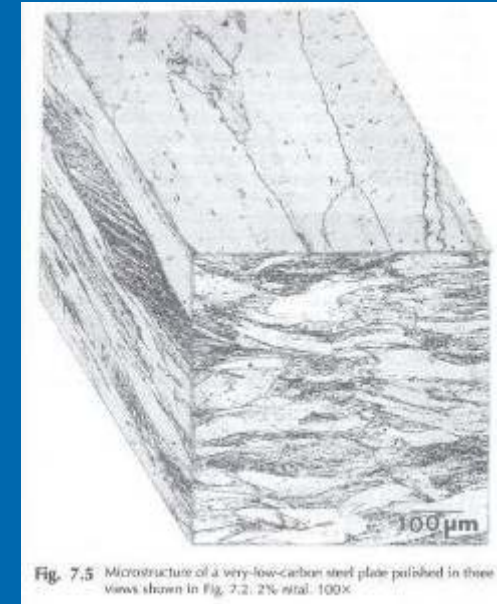
2. Escolha da seção da amostra

- Transversal

- Natureza do material;
- Homogeneidade da seção;
- Intensidade da segregação;
- Forma de disposição das bolhas;
- Existência de restos de vazios;
- Profundidade e uniformidade da carbonetação;
- Profundidade de descarbonetação;
- Profundidade de têmpera;
- Inclusões.

- Longitudinal

- Processos de fabricação;
- Análise de cordão de solda;
- Microestrutura longitudinal de deformação;
- Caldeamento.



Técnica metalográfica

2) EXTRAÇÃO DA AMOSTRA:

Pode ser por:

- Quebra;
- Serra;
- Estampagem;
- Usinagem;
- Oxi-corte.

Técnica metalográfica

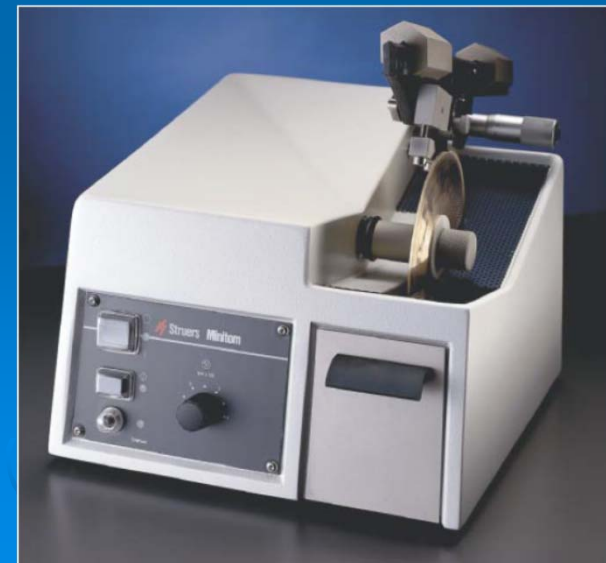
2) EXTRAÇÃO DA AMOSTRA:

2. Seccionamento



← CORTE
GROSSEIRO

CORTE →
DELICADO



2. Técnica metalográfica

2) EXTRAÇÃO DA AMOSTRA: CORTE

Possíveis problemas na etapa 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 câmulas 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 câmulas. 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.

Técnica metalográfica

3) Preparação da superfície de análise

Cuidados:

- Não deve alterar a estrutura do seu corpo de prova;
- Aquecimento dado à peça não deve ser superior a 100°C;
- Evitar pressão excessiva sobre a amostra (encruamento).

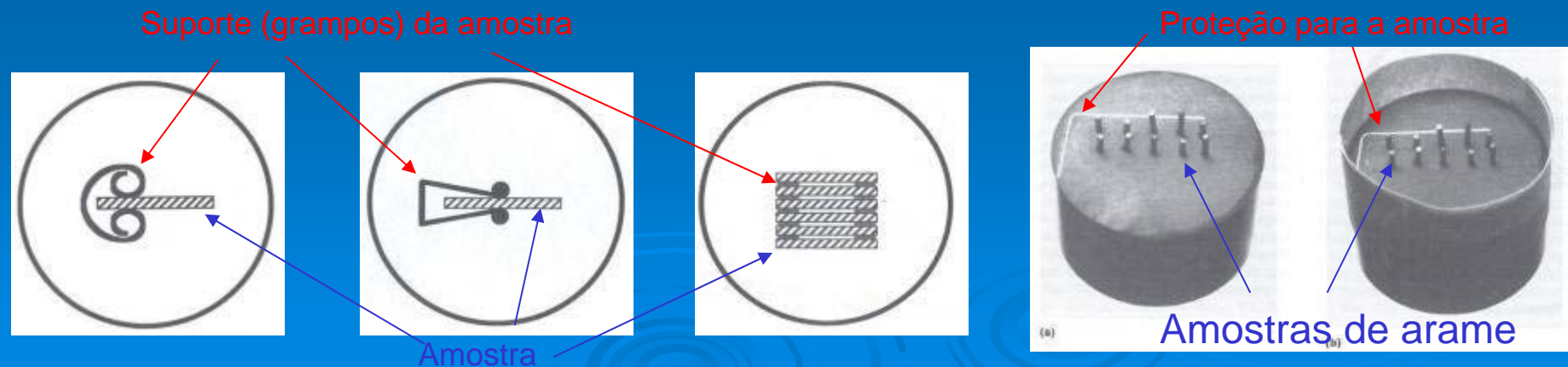
Técnica metalográfica

3) Preparação da superfície de análise

Embutimento:

Objetivo: facilitar manuseio durante preparo da amostra e evitar cantos vivos da amostra (causam ferimento à pessoa e danificam as lixas).

- Caso seja necessário, usar grampos para fixar ou manter a amostras na vertical;
- Usar protetores para evitar a deformação das amostras;



Técnica metalográfica

3) Preparação da superfície de análise

Embutimento a quente:

As resinas para embutimento a quente, apresentam:

- baixa viscosidade;
- baixa contração;
- boa adesão à amostra;
- resistência a ação de agentes químicos.

Desmoldante



Colher de medida para o baquelite



Baquelite



Prensa com aquecimento



Técnica metalográfica

3) Preparação da superfície de análise

Embutimento a quente:

Possíveis defeitos no processo.

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.

Técnica metalográfica

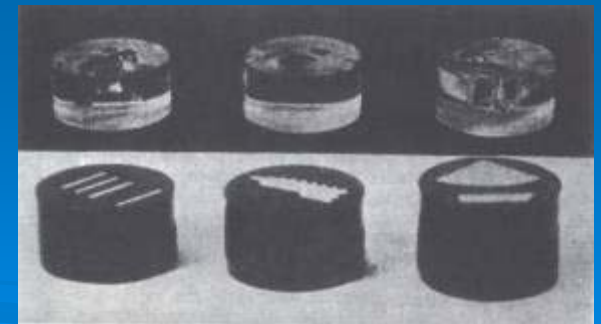
3) Preparação da superfície de análise

Embutimento a frio:

- Utiliza-se resinas auto-polimerizáveis: normalmente resinas epoxy (líquidas)+catalisador e acelerador;
- Também pode-se utilizar pigmentos, para dar cor ao embutimento;
- Polimerização ou cura ocorre a frio (até ~50°C, reação exotérmica);
- Tempo de polimerização de 0,2 a 24h (dependendo da resina e catalisador e quantidade relativa);
- Vantagem: embutimento de amostras maiores.

Precauções:

- Tamanho da amostra;
- Quantidade de resina;
- Tempo de cura da resina;
- Uso de desmoldante (vaselina);
- Limpar bem a amostra (evitar desprendimento da amostra).



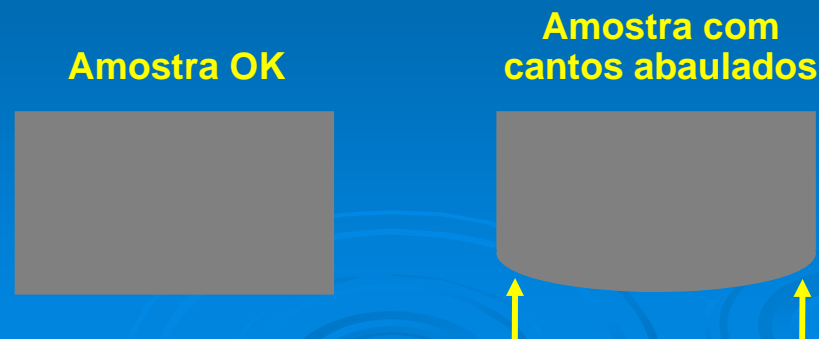
Técnica metalográfica

3) Preparação da superfície de análise

Lixamento:

Objetivo: eliminar riscos da superfície da amostra;

- Remover cantos vivos do embutimento de baquelite;
- Usar sequência crescente de mesh (#180, #320, #400, #600);
- Adicionar água sobre a lixa para lubrificar e limpar resíduos;
- Manter força no centro da amostra (evitar abaular a amostra nas extremidades);
- Rotação de lixamento: 200 a 400 rpm

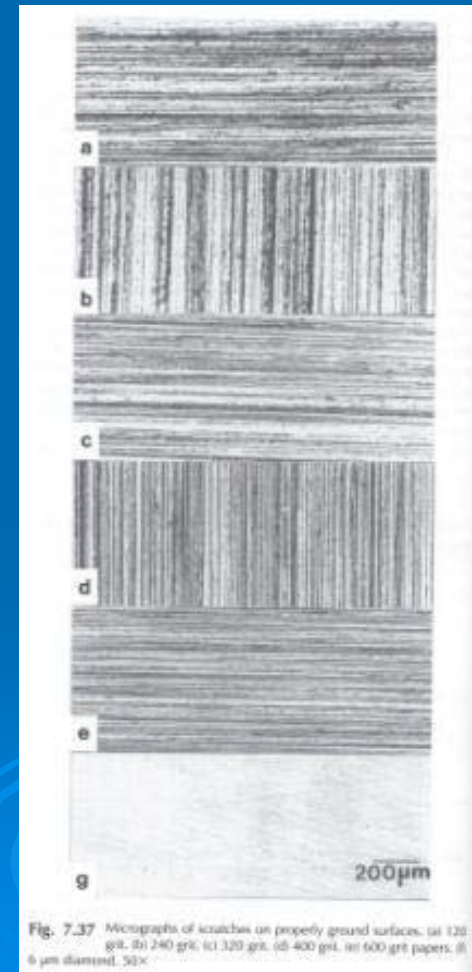
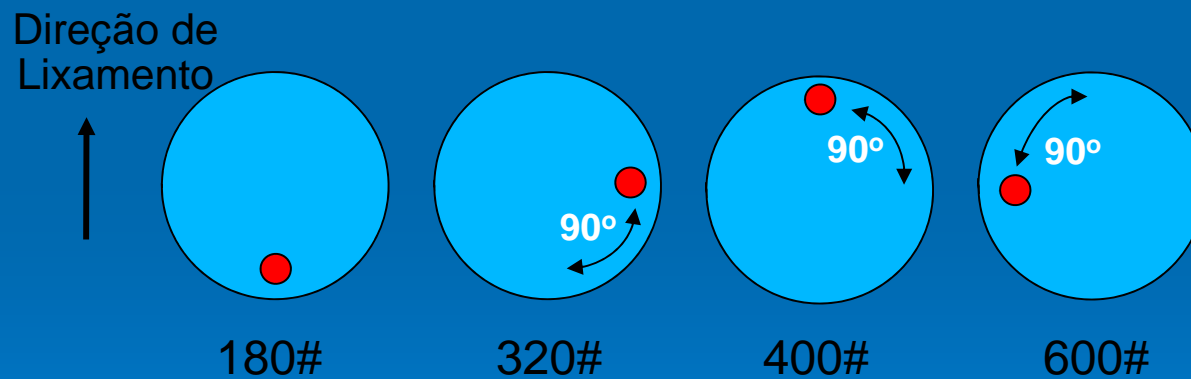


3. Técnica metalográfica

Preparação da superfície de análise

Lixamento:

- Girar 90° a cada mudança de lixa;



Técnica metalográfica

3) Preparação da superfície de análise

Polimento:

Objetivo: deixar a superfície da amostra espelhada e sem nenhum arranhado.

- Polimento com alumina Al_2O_3 , SiO_2 ou pasta de diamante;
- Granulometria, normalmente de $3\mu\text{m}$, $1\mu\text{m}$, $0,3\mu\text{m}$;
- Evitar manter a amostra parada sobre a politriz (“forma cometas”).



Fazer movimentos circulares com a amostra: evita “cometas”

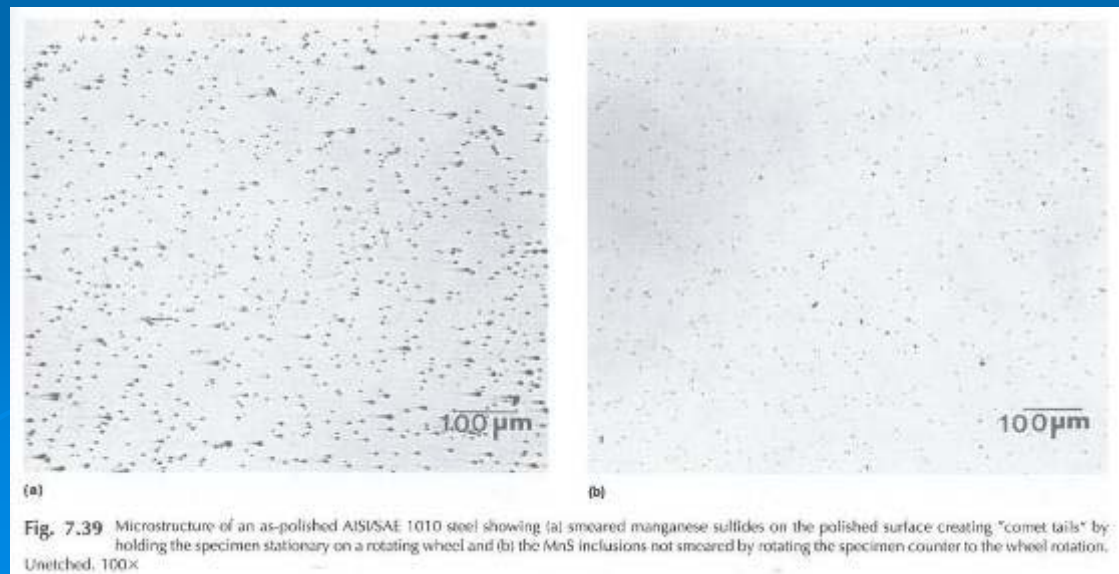


Fig. 7.39 Microstructure of an as-polished AISI/SAE 1010 steel showing (a) smeared manganese sulfides on the polished surface creating “comet tails” by holding the specimen stationary on a rotating wheel and (b) the MnS inclusions not smeared by rotating the specimen counter to the wheel rotation. Unetched, 100×

Técnica metalográfica

3) Preparação da superfície de análise

Polimento:

Cuidados:

- Não misturar feltros (manta de polimento) utilizados com diferentes granulometrias;
- Não misturar feltros de Al_2O_3 , SiO_2 e pasta de diamante;

Alumina



Adicionar água
para lubrificação

Pasta de Diamante



Polimento da amostra



Fazer movimentos circulares

Técnica metalográfica

3) Preparação da superfície de análise

Polimento:

- Grau de polimento depende do tipo e da granulometria do abrasivo;
- Tipo de manta;
- Tipo de lubrificante;
- Rotação de polimento (100~150 rpm).

Tipos de pano:

- Feltro;
- Veludo;
- Nylon;
- Seda.

Tipo de abrasivo:

- Óxido de alumínio;
- Óxido de magnésio;
- Óxido de cromo;
- Diamante;
- Sílica coloidal.

Tipo de Lubrificante:

- Óleos minerais;
- Água;
- Querosene;
- Parafina.

Técnica metalográfica

3) Preparação da superfície de análise

Polimento metalográfico



Fig. 13 – Alumina em suspensão (1, 0,3 e 0,05µm).

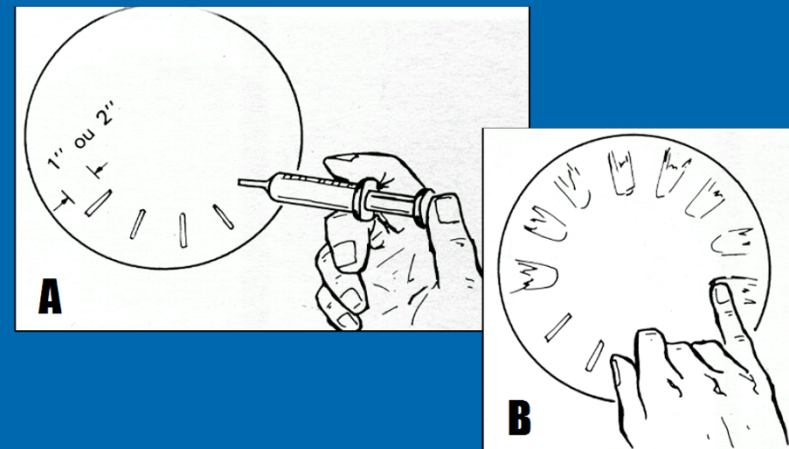


Fig. 14 – a) Spray de diamante; b) Pasta de diamante; c) Diamante em suspensão.

Técnica metalográfica

3) Preparação da superfície de análise

Ataque químico:

Objetivo: Revelar a microestrutura e os constituintes da amostra, possibilitando maior entendimento das suas propriedades.

EQUIPAMENTOS:

- Recipiente com a solução de ataque;
- Luva plástica;
- Pinça;
- Picete com álcool;
- Secador;
- Água corrente;
- Algodão;
- Beckers de diversos tamanhos;
- Pipetador.

Técnica metalográfica

3) Preparação da superfície de análise

Ataque químico:

Em função de variações estruturais ou químicas o material vai ser mais ou menos atacado, por um ou outro reagente químico.

Pode ser quanto a forma:

- Imersão
- Aplicação
- Impressão direta

Quanto ao tempo:

- Longo ou profundo
- Rápido ou superficial

Quanto a temperatura:

- A frio
- A quente

Técnica metalográfica

3) Preparação da superfície de análise

Reagentes para Ataque Metalográfico:

Os reagentes são basicamente soluções diluídas de ácidos orgânicos ou inorgânicos, álcalis, ou outras soluções de natureza complexa. A escolha da solução, para fazer aparecer um desenvolvimento da estrutura, depende da composição e condições estruturais do metal ou da liga.



CUIDADO: ao fazer o ataque químico, utilize luvas e se possível avental, pois você estará manuseando reagentes ácidos (embora estejam diluídos).

Técnica metalográfica

3) Preparação da superfície de análise

Processo de Ataque Metalográfico:

O processo de ataque químico, depende de:

- 1) O **MODO** de aplicar o reagente sobre a superfície da amostra;
- 2) O **TEMPO** aproximado do contato entre o reagente e a superfície;
- 3) A **TEMPERATURA** do reagente.

Técnica metalográfica

3) Preparação da superfície de análise

Processo de Ataque Metalográfico:

Modo:

- por imersão: colocar o reagente no vidro de relógio. Virar a superfície da amostra no reagente. Mexer um pouco para remover bolhas e uniformizar o ataque;
- Por esfregamento: embeber algodão no reagente e esfregar na superfície da amostra.

Tempo: o tempo de ataque deve ser adequado (segundos até minutos).

Tempo em excesso: superfície super atacada, aparência escura;

Tempo de menos: revelação parcial da estrutura.

Após o ataque, lavar vigorosamente em água corrente para remover o reagente e cessar o ataque.

Depois secar com álcool e uma corrente de ar (usar algodão seco).

Técnica metalográfica

3) Preparação da superfície de análise

Rotina do ataque químico:

- Verificar se todos os equipamentos estão em ordem;
- Após o polimento, lavar a amostra em água corrente com auxílio de um algodão;
- Jogar álcool na superfície da amostra;
- Secá-la com secador;
- Colocar a luva plástica;
- Selecionar a solução de ataque adequada;
- O ataque pode ser por meio de fricção, imersão, aspersão;
- Atacar a amostra, com o auxílio de uma pinça;
- A verificação do ataque é feita através do microscópio;
- Efetuar a limpeza e guardar os equipamentos utilizados.

Técnica metalográfica

3) Preparação da superfície de análise

Ataque químico:

Interferem no comportamento do ataque:

- Variação da composição do material (concentração de impurezas);
- Variação de estrutura (deformação a frio);
- Variação de cristalização (granulometria grosseira, textura acicular, gradiente térmico).

Técnica metalográfica

3) Preparação da superfície de análise

Ataque químico:

Reativos comumente usados:

- Solução de ácido nítrico a 1 a 5% em álcool etílico – Nital.
- Solução de ácido pícrico a 4% em álcool etílico – Picral.
- Solução de picrato de sódio: 100ml de água, 25g NaOH e 25g de ácido pícrico.

Técnica metalográfica

3) Preparação da superfície de análise

Ataque químico:

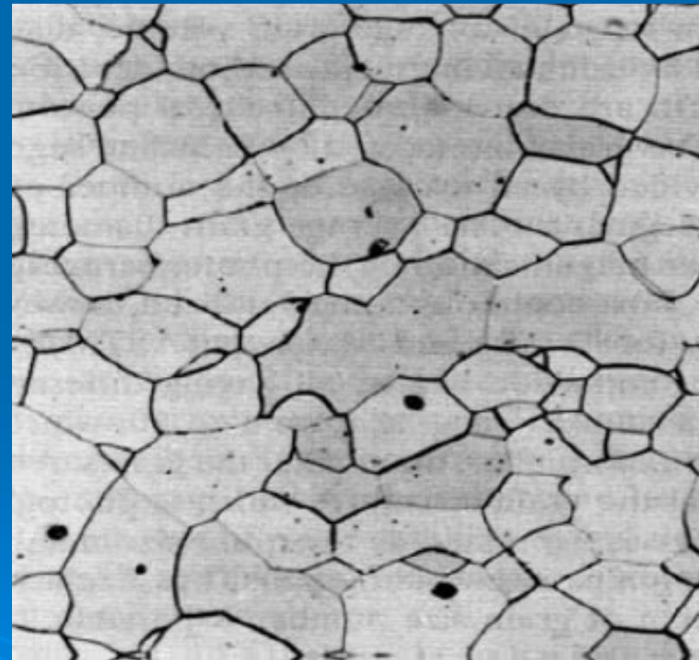
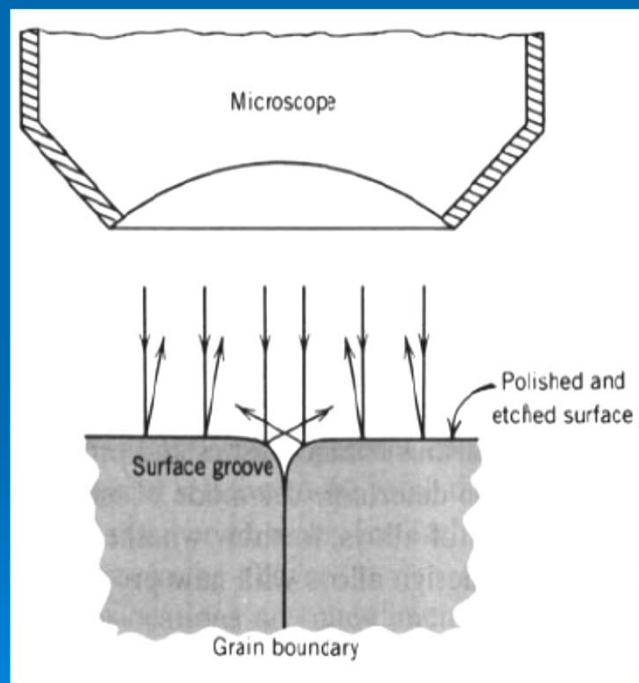
UTILIZAÇÃO DOS REAGENTES DE Nital e Picral

NITAL	PICRAL
Na revelação de contorno dos grãos de ferrita em aços de baixo teor de carbono.	Na revelação detalhada de : - Perlita - Martensita - Martensita revenida - Bainita
Na obtenção de contraste máximo entre perlita, cementita e ferrita em contorno de grão.	Na distinção entre Bainita e Perlita fina.
Na revelação dos contornos de grãos dos aços ao silício contendo 4% Si.	Na detecção de carbonetos não dissolvidos na Martensita.
No ataque de aços de baixa liga e aços ao cromo resistentes à ação do picral.	Na diferenciação pela coloração entre ferrita, martensita e carboneto livre.
Na revelação de limite de grão de ferrita nas estruturas de martensita com presença de ferrita.	Na revelação de partículas de carbonetos no contorno dos grãos de aço de baixo teor de carbono.

Técnica metalográfica

3) Preparação da superfície de análise

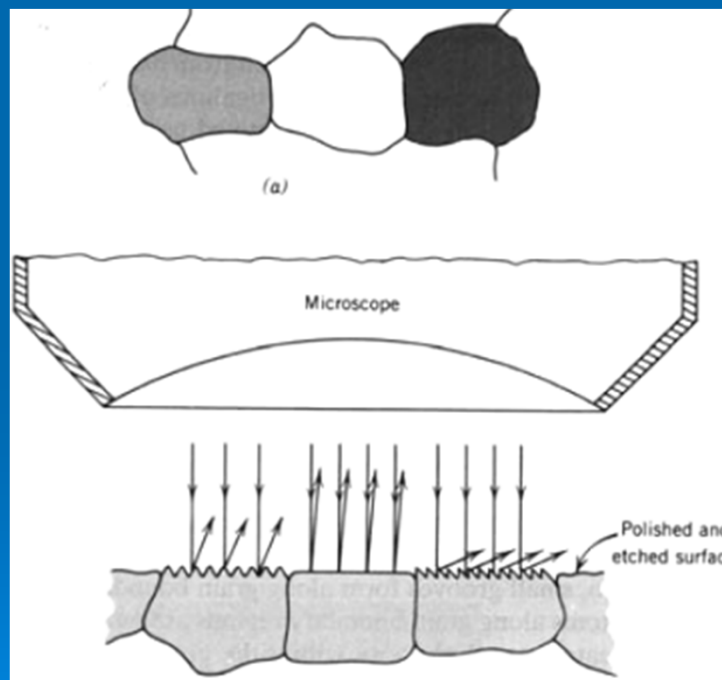
Ataque químico:



Técnica metalográfica

3) Preparação da superfície de análise

Ataque químico:



Técnica metalográfica

