

## CAPÍTULO 6

# Aspectos metalográficos aplicados ao cobre e suas ligas

### 6.1 GENERALIDADES

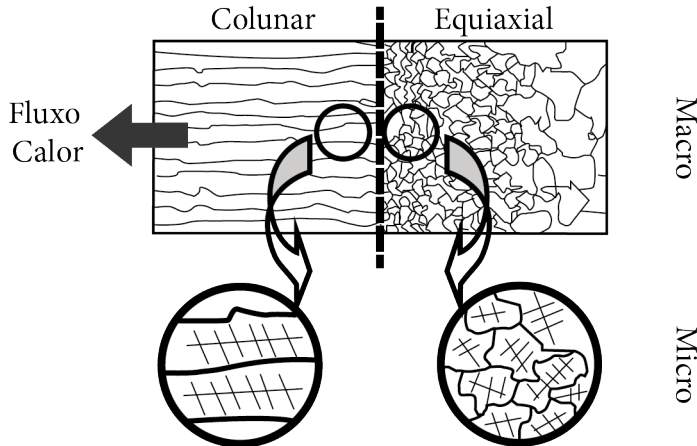
Na manufatura do cobre e suas ligas, observa-se claramente a plena influência do processo de fabricação na estrutura e, conseqüentemente, nas propriedades; portanto, é fundamental o conhecimento sobre o histórico de processamento (variáveis empregadas, elementos da liga, processos de transformação) para o alcance dos resultados mecânicos e microestruturais almejados.

Em metalurgia, a menor porção de matéria é o átomo. A estruturação dos átomos na escala microscópica faz surgir a microestrutura de materiais metálicos como o cobre e suas ligas. A microestrutura é a principal característica de um material metálico para determinar seu comportamento mecânico, e a metalografia é imprescindível para análise microestrutural desse material.

A *metalografia* pode ser definida como o exame ou a análise da estrutura de um material ou amostra metálica por meio de uma superfície devidamente preparada, ou seja, polida e geralmente atacada com um reagente específico. O exame metalográfico possibilita avaliar a micro e a macroestrutura do material metálico, relacionando às propriedades (resistência mecânica ou resistência à corrosão, por exemplo) e ao processo de transformação desse material.

Trata-se de uma ferramenta muito importante para a caracterização e o controle do cobre e suas ligas, possibilitando o estudo da estrutura em nível de micro e de macroestrutura, o que esclarece ou pré-determina o comportamento do metal em

aplicações de engenharia. Na Figura 6.1, é mostrado um lingote bruto de fusão obtido por processo de solidificação unidirecional, em sentido oposto ao do fluxo de extração de calor. Nota-se que o material metálico se constitui por macroestrutura (no caso colunar e equiaxial) e por microestrutura.



**Figura 6.1** – Representação esquemática das macro e microestruturas de um lingote fundido com transição colunar/equiaxial. (Santos, 2020)

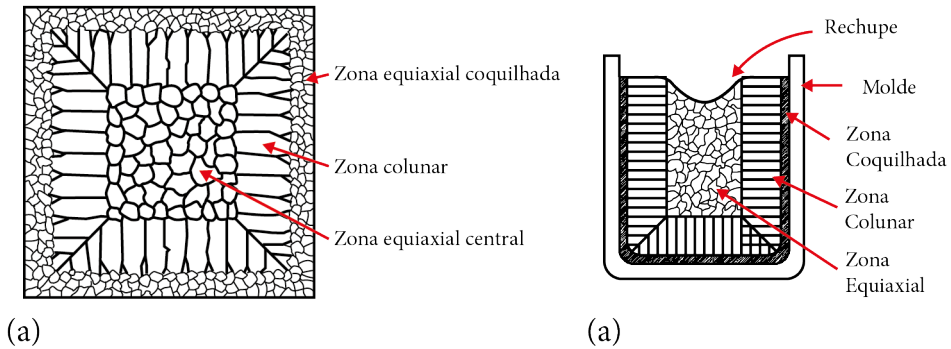
A macroestrutura pode ser observada a olho nu ou com aumento óptico de até 10 vezes, enquanto a microestrutura, de escala microscópica, pode ser observada com aumento óptico superior a 10 vezes. No caso da Figura 6.1, na macroestrutura visualiza-se os grãos colunares e equiaxiais; e na microestrutura, o arranjo da dendritas nos grãos. A macroestrutura pode ser coquilhada (região pequena mais próxima do molde), colunar e equiaxial.

Em relação à estrutura colunar e à equiaxial, a estrutura colunar é anisotrópica, com direcionalidade de propriedades (principalmente comportamento mecânico), pois exibe valores diferentes de propriedades para diferentes direções em relação ao ponto considerado; já a estrutura equiaxial é praticamente isotrópica. Na isotropia, as propriedades são iguais, independentemente da direção escolhida em relação ao ponto considerado.

Na Figura 6.2, são mostrados lingotes obtidos por solidificação direcional, porém multidirecional, o que é típico em processos de fundição ou lingotamento aplicados na indústria metalomecânica. No caso da solidificação multi ou polidirecional, observa-se a formação da zona coquilhada, gerada no início do processo de solidificação do lingote durante o contato inicial entre metal e molde; e, na sequência, a formação das zonas colunares e equiaxiais.

O material metálico pode apresentar zona colunar e equiaxial, com predominância de uma ou de outra ou apenas um desses tipos de macroestrutura. Por exemplo, em relação ao processo de solidificação, a utilização de superaquecimentos maiores

tende a formar macroestrutura colunar, enquanto a utilização de refinadores de grão ou agentes de intensificação de nucleação tende a formar a macroestrutura equiaxial. Conforme já foi citado no início deste capítulo, zonas colunares e equiaxiais apresentam comportamentos distintos em termos de direcionalidade.



**Figura 6.2** – a) Esquemática de lingotes obtidos por solidificação multidirecional, apresentando zona equiaxial coquilhada, zona colunar e zona equiaxial central (Ohno, 1988); e b) Representação das zonas macroestruturais (Garcia, 2007).

As principais aplicações da metalografia são:

- *Revelação de defeitos cristalinos em materiais metálicos*: tamanho de grão, linhas de fluxo, tipos de estruturas, variação de composição química (como regiões de segregação, carbonetos, sulfetos, inclusões, zonas carbonetadas e descarbonetadas), presença de vazios, porosidades, trincas e fraturas.
- *Estudo das estruturas de juntas soldadas*: profundidade de penetração do metal de adição, definição da zona afetada pelo calor e da zona fundida, poros e trincas.
- *Tratamentos térmicos*: determinação de regiões de endurecimento ou fragilização, trincas de têmpera, avaliação da profundidade do tratamento superficial, etc.
- *Área de manutenção industrial*: observação de trincas em ferramentas e matrizes.
- *Processamento de materiais metálicos*: controle de qualidade de lingotes produzidos pelo processo de lingotamento contínuo, possibilitando a observação de inclusões, segregação e estrutura, assim como a presença de trincas externas e internas.

As regiões de interesse da análise metalográfica nos produtos dos principais processos de manufatura são apresentadas a seguir:

- *Fundidos*: corta-se a amostra de acordo com o defeito ou a característica que se deseja observar.

- *Tarugos, placas, blocos e laminados*: geralmente observa-se a seção transversal em relação ao comprimento do lingote ou laminado, permitindo a análise da estrutura, segregação, inclusões, trincas e dobras; é possível também analisar a seção longitudinal para verificação de trincas externas e internas, bandas de segregação, vazios, poros, etc.
- *Forjados e extrudados*: trata-se de cortes transversais em relação ao comprimento, que permitem a visualização de escamas e fendas, e cortes longitudinais, que mostram linhas de fluxo do material durante as etapas de conformação.
- *Tiras e tiras finas*: se laminadas, geralmente observa-se somente a seção transversal e, em alguns casos, um quarto dessa seção. Para o caso de lingotadas, analisam-se as seções transversais e longitudinais.
- *Peças soldadas*: trata-se de um corte perpendicular à direção de soldagem que permite a visualização da penetração do cordão de solda, zona afetada pelo calor e zona fundida, e, dependendo da localização do cordão de solda, a observação de trincas e poros.

### 6.1.1 LABORATÓRIO DE METALOGRAFIA

O laboratório de metalografia é composto em geral por equipamentos cujo princípio de funcionamento é relativamente simples; apesar disso, um treinamento adequado e uma leitura cuidadosa dos manuais é algo fundamental para desenvolver uma boa preparação das amostras. Entre os principais materiais e componentes que constituem um laboratório metalográfico, destacam-se:

- *Material de consumo*: reagentes químicos e demais acessórios (detergentes, álcool, vidraria etc.), discos de corte lisos ou rugosos, baquelite em pó para embutimento das amostras, resina líquida e catalisador, lixas com diferentes granulometrias (100/ 120/ 220/ 320/ 400/ 500/ 600/ 800/ 1.000/ 1.200/ 1.500 *mesh*), pano de poliamento para uso com pasta de diamante ou alumina, pasta de diamante com diferentes granulometrias (6, 1 e 0,25  $\mu\text{m}$ ), alumina em suspensão (1, 0,3 e 0,5  $\mu\text{m}$ ).
- *Cortadora metalográfica*: materiais metálicos.
- *Prensa embutidora*: resinas termorrígidas e termoplásticas, com sistema de refrigeração, manômetro de pressão e *timer* eletromecânico para operações automáticas de embutimento e refrigeração das amostras.
- *Politriz lixadeira*: metalográfica rotativa com controle de rotações e dispositivo de lixamento a seco ou úmido.
- *Equipamento de ultrassom*: limpeza das amostras por meio da aplicação de ondas ultrassônicas, agindo sobre uma solução de limpeza e criando milhões de bolhas que, ao implodirem na superfície das amostras, expulsam a sujeira.
- *Capela de exaustão*: de gases para realização dos ataques das amostras com reagentes químicos.



- *Microscópio óptico*: metalográfico para amostras de dimensões maiores e sistema de deslocamento da amostra, possibilitando ou não o acoplamento com câmeras fotográficas ou sistema de aquisição de imagens.

Dependendo do nível de magnitude de visualização e da análise microestrutural desejados, torna-se necessário utilizar microscópios com maiores capacidades de aumento, como os microscópios eletrônicos (de varredura ou de transmissão).

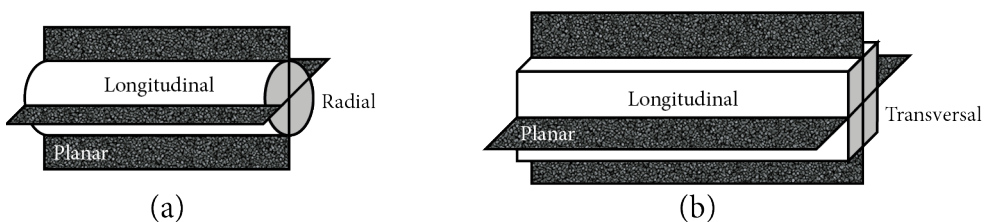
## 6.1.2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

É descrito a seguir o procedimento experimental para a análise metalográfica de um material.

### *Corte*

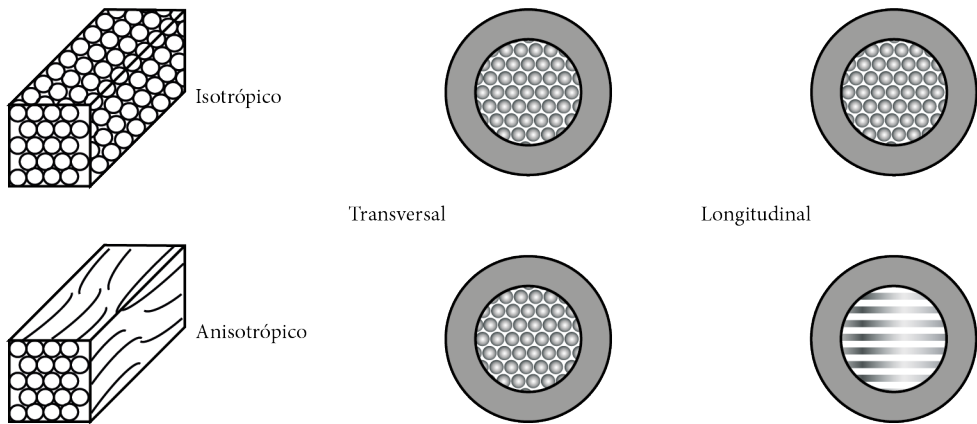
Utiliza-se máquina de corte com disco abrasivo e refrigeração para evitar excesso de deformação na superfície a ser analisada. Para cada tipo de material, de acordo com sua faixa de dureza, existem discos mais adequados. No caso de ligas metálicas dúcteis como as ligas de cobre (latão e bronze, por exemplo), utiliza-se disco de carbetto de silício (SiC). A escolha da seção de corte (longitudinal ou transversal), dependendo da amostra e do que se pretende observar nela, também é levada em consideração.

Dependendo da região de interesse, pode-se efetuar a retirada das amostras nos planos longitudinal, transversal e planar, conforme apresentado na Figura 6.3.



**Figura 6.3** – Principais planos de retirada de amostras em produtos: (a) cilíndricos e (b) planos. (Santos, 2020)

Na Figura 6.4, é mostrado um corte da seção transversal de uma barra, apresentando estruturas isotrópicas e anisotrópicas e destacando como poderiam aparecer os grãos cristalinos em relação a esse tipo de corte.



**Figura 6.4** – Exemplo de cortes na seção longitudinal e transversal em barra para obtenção de amostras para observação: (a) material isotrópico e (b) material anisotrópico. (Santos, 2020)

### *Embutimento*

O embutimento da amostra é necessário para facilitar as etapas subsequentes da preparação, com o objetivo de obter uma superfície plana e paralela, além de proteger a superfície de arredondamento nos cantos. O interessante de se embutir as amostras metalográficas é a padronização e a marcação, evitando possíveis trocas ou enganos, além de facilitar o lixamento e polimento com dispositivos automáticos.

Utiliza-se normalmente resinas plásticas, como baquelite, epóxi, acrílica e poliéster. No caso do cobre e suas ligas, que são materiais metálicos que apresentam elevadas temperaturas de fusão e de recristalização, as amostras são embutidas geralmente em baquelite, um termorrígido que exige a aplicação de pressão para compactação e aquecimento para o processo de sinterização (aproximadamente 200°C), condições obtidas por meio de uma máquina de embutimento. O cobre e suas ligas não apresentam mudanças na microestrutura em temperatura da mesma ordem utilizada para a “cura” da resina (baquelite). Outra possibilidade é a preparação de dispositivos mecânicos para a fixação das amostras, dependendo do tamanho, da configuração geométrica e da disponibilidade dos aparelhos de lixamento e de polimento.

### *Identificação*

A marcação das amostras embutidas pode ser efetuada utilizando um gravador vibratório, gravador com prensa, lápis elétrico ou mesmo um punção, e deve ser realizada diretamente no corpo de prova ou em uma chapa metálica colada na amostra embutida.

### *Lixamento*

O processo de lixamento, manual ou automático, tem como objetivo a remoção da camada de material que sofreu deformação durante o corte e a obtenção de uma superfície plana e paralela, facilitando assim o polimento posterior.

As amostras são lixadas gradativamente na sequência de lixas, partindo da granulometria mais grosseira para as mais finas; os valores numéricos menores implicam em lixas com tamanho de grãos maiores, e vice-versa. A sequência mais usual de lixamento consiste na utilização das lixas de desbaste 100 ou 180 *mesh*, e as de lixamento 220, 320, 400, 500, 600, 1.000 ou 1.200 *mesh*, dependendo do tipo de ataque e da estrutura que se pretende revelar.

Em cada lixa, a amostra deve ser lixada no mesmo sentido; na lixa seguinte, deve-se alternar em 90° o sentido de lixamento. A passagem de uma lixa para outra de granulometria menor deve ser feita quando não existirem mais riscos da lixa anterior visíveis a olho nu. É fundamental que, nas mudanças de lixas, as amostras estejam limpas, incluindo a mão do operador, o que deve ser realizado com uma lavagem de água e detergente, evitando assim a contaminação de abrasivos entre as diferentes lixas. Deve-se utilizar a lixa apropriada para o material metálico considerado; assim, é preciso escolher entre as lixas para materiais ferrosos e as para não ferrosos. Geralmente as lixas conhecidas como lixas d'água são de carbetto de silício; é possível encontrar também lixas de coríndon.

Antes de iniciar o processo propriamente dito de lixamento, recomenda-se o arredondamento dos cantos vivos da amostra para evitar que rasguem as lixas, fazendo um chanfro com a lixa grossa nas laterais da face a ser atacada. Não se devem lixar amostras não embutidas em lixadeiras rotativas, e sim em lixadeiras de cinta.

Recomenda-se a utilização de líquido refrigerante – na maioria das vezes, água. Pode também ser utilizado álcool ou querosene, para retirada do material extraído da superfície da amostra por cisalhamento durante as etapas de lixamento, bem como evitar um possível aquecimento da camada superficial do material, o que poderia implicar em mudanças estruturais, principalmente no caso de processos de lixamento mecânico.

A pressão aplicada sobre a amostra também é fundamental no lixamento, já que ela influencia diretamente na profundidade dos riscos na superfície da amostra e, conseqüentemente, na profundidade da camada deformada. Essa variável é mais significativa no caso de materiais extremamente dúcteis ou duros, em que, no primeiro caso, é muito difícil evitar a deformação da superfície do material, e, no segundo, a remoção de riscos deixados pela lixa anterior é dificultada. Assim, pode-se concluir que, quanto maior a dureza do material, menor será a profundidade do risco e, por outro lado, mais difícil será a remoção dos riscos.

Para o caso de lixamento manual (em lixas de cinta), a amostra deve ser deslocada sobre a lixa de trás para frente e vice-versa, também utilizando água de refrigeração.

Esse método é mais aplicado no caso de corpos de prova do próprio material ou no caso de amostras com dimensões incompatíveis com a lixadeira rotativa.

Após o lixamento, segue-se uma lavagem cuidadosa, geralmente uma limpeza com ultrassom e secagem.

### *Polimento*

Essa etapa pode ser considerada uma das mais importantes no processo de preparação de amostras metalográficas, principalmente no caso de micrografias. O polimento tem como objetivo deixar a amostra sem riscos, permitindo boa visualização ao microscópio óptico. Pode ser manual ou automático, em politrizes rotativas, e ambos os polimentos são efetuados em um disco coberto com pano e uma suspensão abrasiva.

O abrasivo deve ter um tamanho de partícula uniforme e específico, apresentar alta dureza, ser inerte e ter baixo coeficiente de atrito, sendo o abrasivo à base de diamante o mais empregado em laboratórios metalográficos. Outros abrasivos comumente utilizados são os óxidos de alumínio (alumina em suspensão), de magnésio e de cromo, usando água como agente lubrificante. O óxido de alumínio (alumina) é amplamente utilizado e está disponível em duas categorias: levitado e pó sintético de alta pureza, também encontrados em diversas granulometrias.

### **Curiosidade**

Existe a possibilidade da realização de polimentos eletrolíticos, baseando-se na dissolução anódica da amostra em eletrólito apropriado. Geralmente, esse tipo de polimento é realizado após o lixamento com granulometria 600 *mesh* e, se a amostra estiver embutida, essa deve ser condutora ou permitir a conexão elétrica. Os eletrólitos a base de ácido perclórico e anidrido acético apresentam perigo de explosão e devem ser evitados.

### *Armazenamento*

O armazenamento das amostras deve ser feito em locais isentos de umidade e poeira, bem como de choques com outros materiais e aquecimento excessivo. O ideal é armazenar as amostras em dissecadores, ou seja, recipientes apropriados para a armazenagem e estocagem das amostras, evitando a oxidação e deterioração delas.

#### **6.1.2.1 Ataque químico**

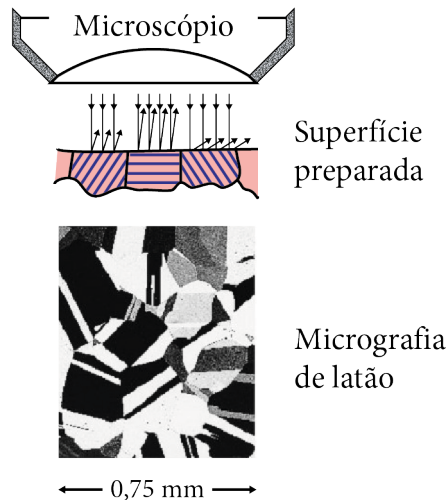
O ataque químico é definido como um processo para revelar a estrutura de um material por meio do ataque preferencial sobre a superfície da amostra previamente preparada, utilizando uma solução química ácida ou básica, que irá destacar, dissolver ou colorir regiões distintas do material, permitindo definir as diversas fases ou constituintes do material a ser analisado.

O ataque químico é realizado para revelar ou realçar detalhes da estrutura (macro e microestrutura) do material metálico, a olho nu ou por meio de microscopia. Cada material necessita de determinado tipo de ataque químico para revelar os detalhes de sua estrutura ou os defeitos que se deseja observar. Muitas vezes, faz-se necessário uma consulta bibliográfica para a escolha mais adequada dos reagentes.

Uma amostra bem-preparada, mesmo antes do ataque químico, pode revelar inclusões, porosidade, trincas, corrosão irregular e condições superficiais, podendo também utilizar artifícios como campo escuro, luz polarizada e contraste de fase.

Na microscopia óptica (MO), a luz “passeia” pelo sistema, que tem que ser o mais reflexivo possível. Essa técnica é recomendada para aumentos de até 1000 vezes, permitindo resoluções de cerca de 0,0002 mm (200 nm). Nos microscópios ópticos convencionais, a luz visível é focada por meio de lentes ópticas para proporcionar imagens ampliadas de objetos muito pequenos, com comprimento de onda da luz visível no intervalo de 400 a 700 nm, maior que as dimensões dos objetos nanométricos.

Na Figura 6.5, ilustra-se o princípio do ataque químico pelos reagentes na superfície de uma amostra de latão (cobre e zinco) para análise por microscópio óptico. Inicialmente, tem-se uma superfície bem-preparada após o polimento, e a superfície age como um espelho para o feixe de luz que incide sobre ela – nenhuma estrutura pode ser observada. Após o ataque químico, o reagente ataca regiões preferenciais, como grãos e contornos de grãos, tornando possível a observação da estrutura com o auxílio de um microscópio óptico.



**Figura 6.5** – Princípio esquemático do ataque químico em amostra de latão. Adaptado de Callister Jr. e Rethwisch (2014).

Existem várias técnicas para a realização do ataque químico em uma amostra, sendo a técnica de imersão da superfície a ser analisada na solução química a mais usual e simples. O tempo de ataque varia desde alguns segundos até minutos ou dias, dependendo do material, da qualidade dos reagentes e do ataque empregado. No Quadro 6.1, são mostrados os principais métodos de ataque químico em amostras metálicas.

**Quadro 6.1** – Principais métodos de ataques químicos

Método	Descrição e notas
Ataque por imersão	A superfície da amostra é imersa na solução de ataque. É o método mais usado.
Ataque por gotejamento	A solução de ataque é gotejada sobre a superfície da amostra. É 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 gás durante o ataque.
Ataque alternativo por imersão	A amostra é imersa alternadamente em duas soluções de ataque. 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 uma porção de algodão ou pano, é esfregada sobre a superfície da amostra, o que serve para remover as camadas oriundas da reação.
Ataque-polimento	O polimento é efetuado com a amostra imersa na solução de ataque, a fim de evitar a formação de camadas oriundas da reação química. Esse processo é usado com o polimento mecanoletrolítico.
Ataque múltiplo e duplo	A amostra é tratada com dois ou mais meios reativos, em que várias fases subsequentes são enfatizadas.
Ataque de identificação	Meios de ataque específicos são utilizados para realçar certas fases de uma forma característica.

*Observação:*

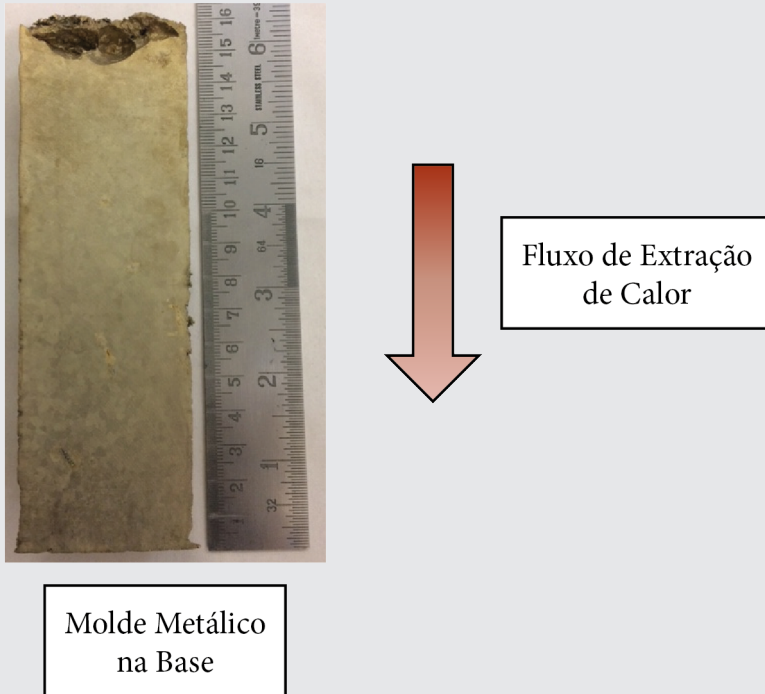
É importante destacar que é possível a realização de inspeção metalográfica sem ataque para determinados materiais metálicos, porém isso requer nível adequado de preparação da amostra a ser analisada até a visualização da sua respectiva microestrutura. Em determinados materiais metálicos, também é possível a inspeção da macroestrutura sem ataque.

*Macroataques*

Objetivam a visualização da macroestrutura dos materiais metálicos e, conseqüentemente, suas características, como a estrutura resultante de um processo de solidificação de uma liga de cobre.

### Curiosidade

Para visualização da macroestrutura de um bronze de alumínio-níquel, especificamente CuAl10Ni5Fe5, resultante de um processo de solidificação unidirecional, um lingote foi seccionado longitudinalmente em duas partes. Na sequência, metade do lingote foi lixada com lixas de granulação 220, 400 e 600 *mesh*. O ataque químico foi feito com o reagente composto por 50% de HNO<sub>3</sub> (ácido nítrico) e 50% de água, em um tempo de aproximadamente 7 segundos de imersão.



**Figura 6.6** – Macroestrutura da liga CuAl10Ni5Fe5 (aumento: 1X). Adaptado de Santos (2017).

Após a análise da macroestrutura resultante (Figura 6.6), percebe-se que há predominância de grãos equiaxiais, o que caracteriza o material praticamente isotrópico. Vale destacar que se trata de uma liga enquadrada em um sistema quaternário, composto por cobre, alumínio, níquel e ferro (refinador de grão), o que auxilia no mecanismo de formação da zona equiaxial. Além disso, a formação do rechupe no extremo da parte superior do lingote, que é fruto da contração do material metálico e se concentra na região que se solidificou derradeiramente. Percebe-se muitas porosidades visíveis a olho nu na região do rechupe, sendo, portanto, uma região frágil do material. Fica evidente que as observações obtidas por meio do exame da macroestrutura possibilitam compreender o comportamento do material.

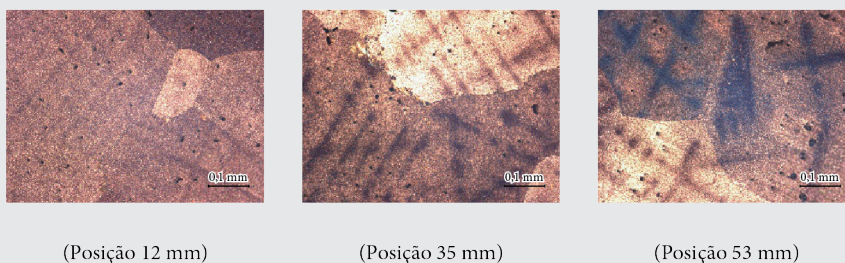


### Microataques

Objetivam a visualização da microestrutura dos materiais metálicos e, consequentemente, suas características, como a estrutura resultante de solidificação de uma liga de cobre.

#### Curiosidade

Para visualização da microestrutura da liga bronze-alumínio-níquel CuAl14Ni5Fe5, resultante de um processo de solidificação unidirecional, amostras foram obtidas por meio de corte do lingote. As amostras foram retiradas para embutimento, no qual a baquelite foi o termorrígido utilizado, lixadas (100, 220, 320, 400, 600, 1.000 *mesh*) e polidas em pano com pasta de diamante de 6  $\mu\text{m}$ . O reagente utilizado para revelar a microestrutura consistiu em uma solução de 10,7% de HCl, 3,4% de  $\text{Fe}_3\text{Cl}$  e 85,9% de água destilada. O tempo de reação foi de 25 s, dependendo da revelação da microestrutura. As micrografias são mostradas na Figura 6.7.



**Figura 6.7** – Micrografias da liga CuAl14Ni5Fe5 e respectivas posições relativas ao ponto de extração de calor (paredes de um molde metálico), com o mesmo aumento óptico (50 X), evidenciando o refinamento da estrutura dendrítica nas posições iniciais (barra de medida com 0,1 mm). (Teram *et al.*, 2020)

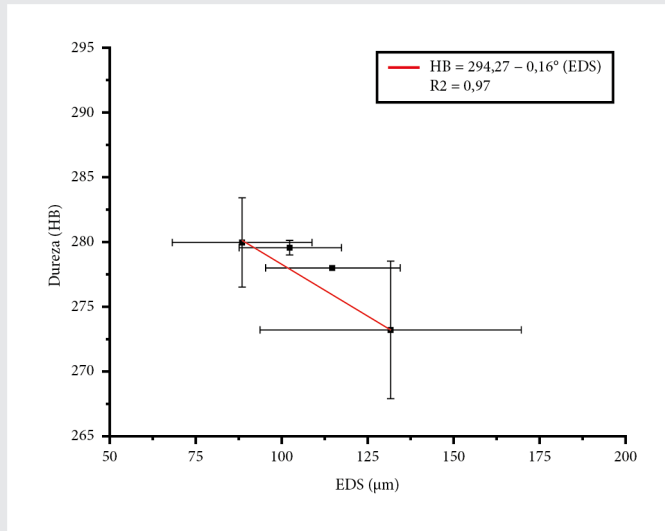
As microestruturas típicas resultantes são dendritas, observadas ao longo da seção longitudinal da liga CuAl14Ni5Fe5. As microestruturas são as obtidas nas posições 12 mm (próxima da região de extração de calor), 35 mm e 53 mm (distante da região de extração de calor), a partir da interface metal/molde.

Nota-se que a estrutura na posição 12 mm é mais refinada do que a da posição 35 mm, por apresentar taxa de resfriamento maior, uma vez que está mais próxima da região de extração de calor. A posição 53 mm é a mais grosseira, por apresentar a menor taxa de resfriamento das posições consideradas.

Para comparar o grau de refinamento de microestrutura, é imprescindível que se utilize o mesmo aumento para as micrografias consideradas (no caso, utilizou-se um aumento de 50 X). Percebe-se que, em função disto, as três micrografias apresentam a mesma barra de referência, com 0,1 mm.



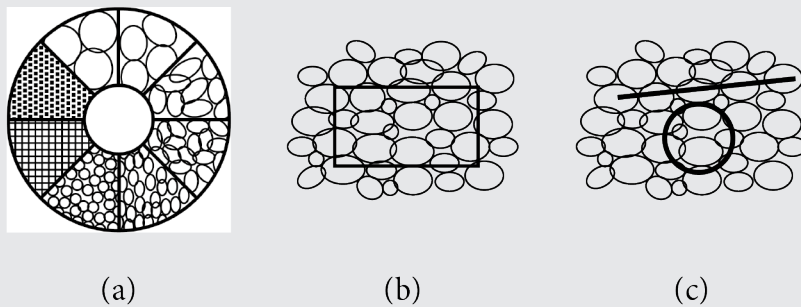
A microestrutura é a característica mais importante de uma liga metálica, pois as propriedades mecânicas são controladas pelas características microestruturais. Por meio de análise de gráfico de dureza em escala Brinell (HB) por espaçamento dendrítico secundário (EDS), observa-se que a microestrutura mais refinada apresenta maior dureza (Figura 6.8).



**Figura 6.8** – Correlação entre microestrutura e dureza (HB), evidenciando maior dureza para a microestrutura dendrítica mais refinada. (Teram *et al.*, 2020)

#### Observação:

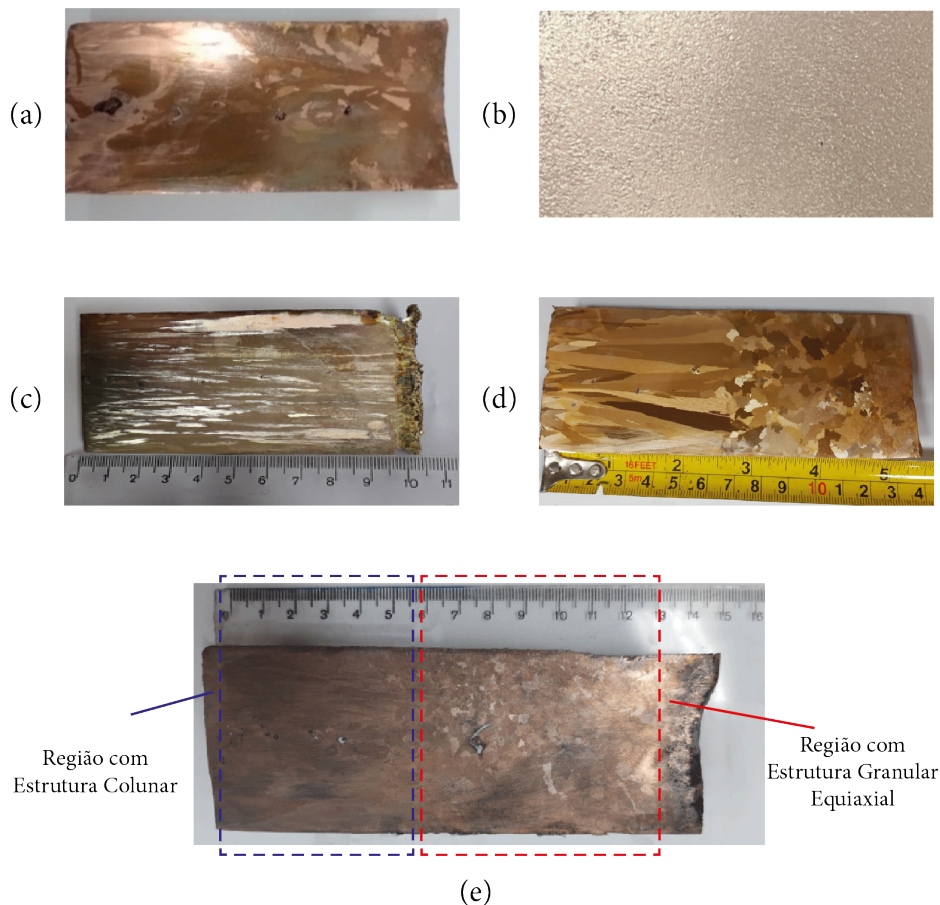
O tamanho de grão influencia as propriedades dos materiais metálicos e pode ser determinado por análises quantitativas conforme norma específica. Os métodos utilizados são apresentados na Figura 6.9.



**Figura 6.9** – Métodos de determinação de tamanho de grão: (a) comparação, (b) planimétrico e (c) intersecção.

## 6.2 IMAGENS METALÓGRÁFICAS

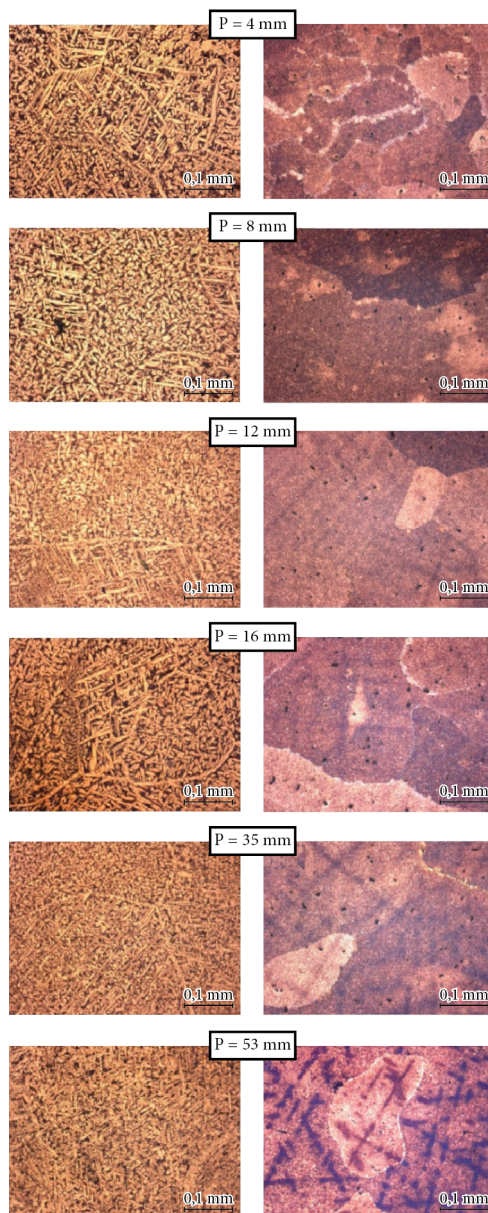
A Figura 6.10 apresenta exemplos de macrografias em ligas, destacando as diferentes estruturas brutas de fusão (ou solidificação), formadas em função do processo de solidificação unidirecional.



**Figura 6.10** – Macrografias: (a) cobre-ferro UNS C19400, (b) bronze-alumínio-manganês CuMn11Al8Fe-3Ni3, (c) alpaca 2 com Pb, (d) liga UNS C65500 e (e) liga UNS C90200. Aumento de 1X. (Ataque: 50% de ácido nítrico e 50% de água).

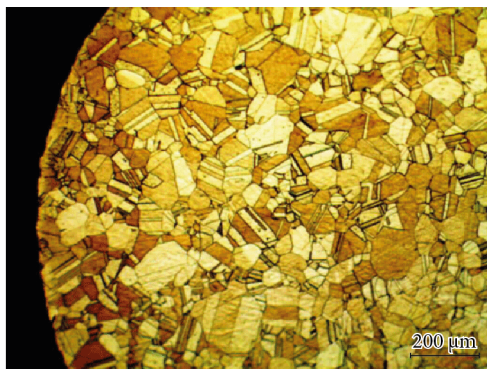
A Figura 6.11 mostra micrografias de bronze-alumínio-níquel, em que, à esquerda, há imagens da liga que contém 10%, em massa, de alumínio (chamada de Cu10Al); à direita, há a liga com 14%, em massa, de alumínio (chamada de Cu14Al). São mostradas micrografias das duas ligas nas posições 4, 8, 12, 16, 35 e 53 mm, em relação à superfície de extração de calor, a denominada interface metal-molde. Por meio da análise metalográfica, é possível observar que ambas as ligas apresentam a fase  $\alpha$  de morfologia Widmanstätten. A liga Cu14Al apresenta morfologia

difusa com pequenas microestruturas dentro do grão. Na posição  $P = 4$  mm, observamos que os grãos da liga Cu14Al possuem dimensões menores do que os grãos da liga Cu10Al. Na posição  $P = 53$  mm, os braços dendríticos foram observados na cor escura para a liga Cu14Al. Os espaçamentos dendríticos ficam cada vez mais evidentes e grosseiros, conforme o valor de  $P$  aumenta para a liga Cu14Al.

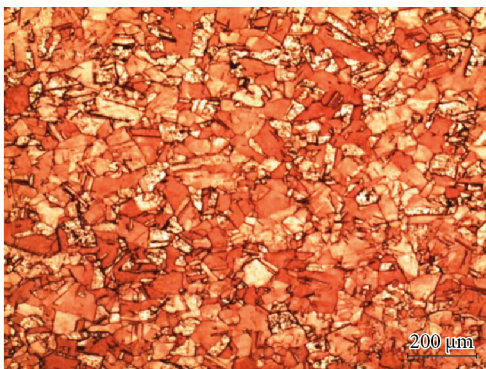


**Figura 6.11** – Micrografias de amostras retiradas de diferentes posições em relação à interface metal-molde: (à esquerda) Cu10Al e (à direita) Cu14Al. Ataque: solução de 10,7% HCl, 3,4%  $Fe_3Cl$  e 85,9% de água destilada. (Nascimento *et al.*, 2019)

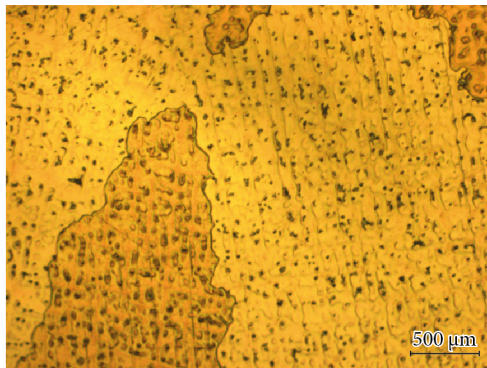
Nas Figuras 6.12 a 6.20, são mostradas imagens metalográficas, considerando cobre eletrolítico e ligas de relevância comercial, destacando o processo de fabricação ou tratamento térmico utilizado e a respectiva escala adotada. De forma geral, o procedimento utilizado para preparação das micrografias está em conformidade com a norma ASTM E3. A imersão dos corpos de prova foi feita em reagente composto por 10,7% de ácido clorídrico e 3,4% de cloreto férrico por cerca de 25 segundos.



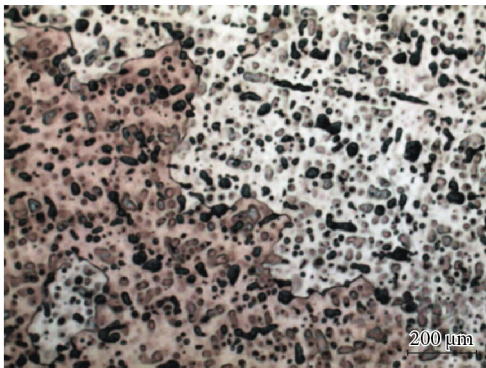
**Figura 6.12** – Alpacas CuNi12Zn12 recristalizadas – aumento de 100 x – barra de referência de 200 µm.



**Figura 6.13** – Cobre eletrolítico recristalizado – aumento de 100 x – barra de referência de 200 µm.

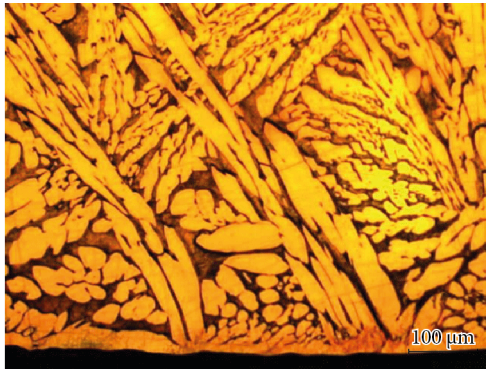


**Figura 6.14** – Bronze TM 620 – aumento de 50 x – barra de referência de 500 µm.

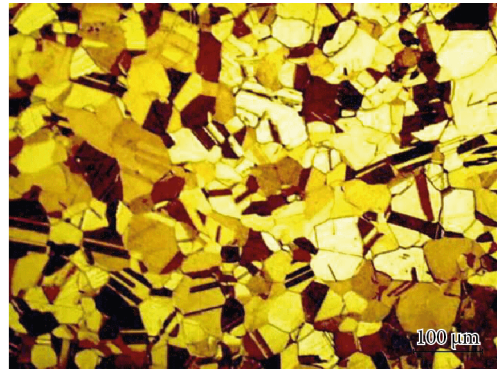


**Figura 6.15** – Bronze TM23 – aumento de 100 x – barra de referência de 200 µm.

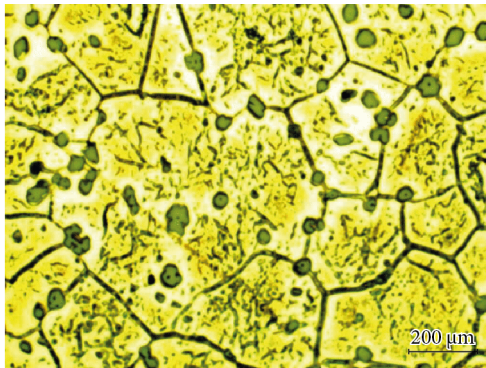




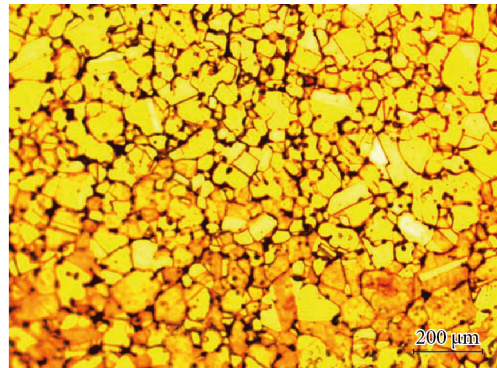
**Figura 6.16** – Latão 60/40 fundido – aumento de 50 x – barra de referência de 100 µm.



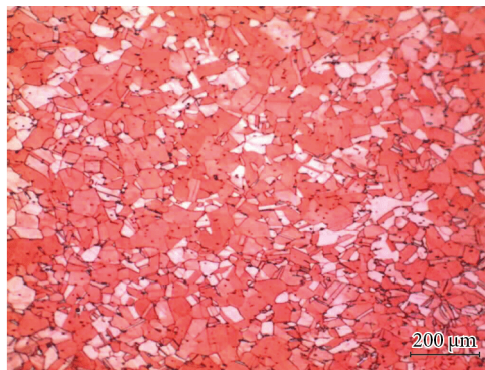
**Figura 6.17** – Latão 70/30 recristalizado – aumento de 50 x – barra de referência de 100 µm.



**Figura 6.18** – Latão-alumínio-ferro 488 para anéis sincronizadores – aumento de 100 x – barra de referência de 200 µm.



**Figura 6.19** – Latão corte livre americano extrudado a quente – aumento de 100 x – barra de referência de 200 µm.

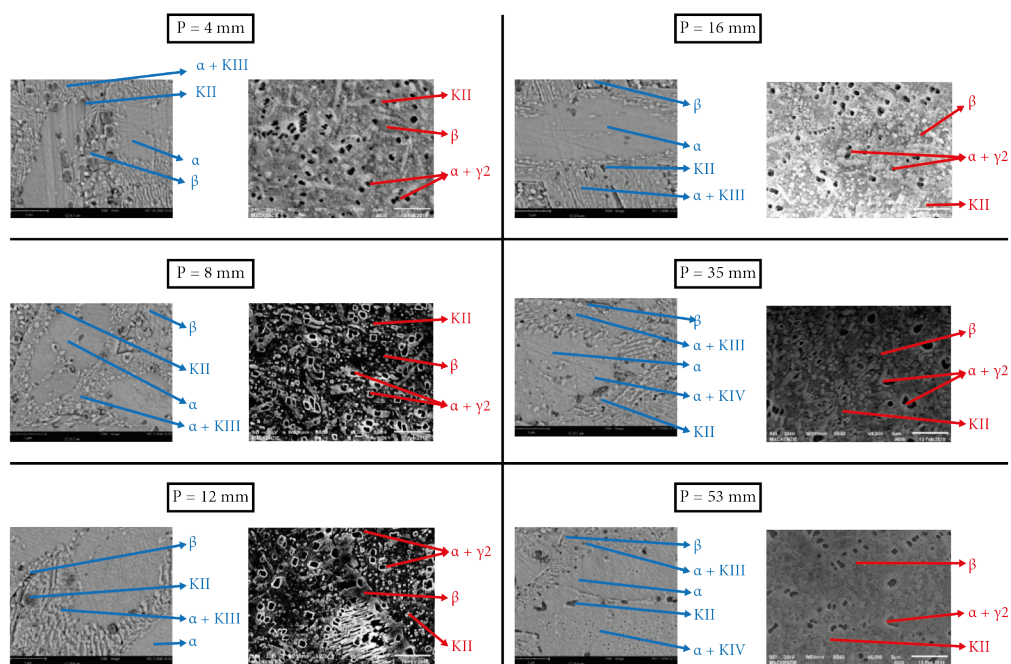


**Figura 6.20** – Cobre-telúrio extrudado a quente – aumento de 100 x – barra de referência de 200 µm.

Existem outras técnicas de análise microestrutural para obter aumentos superiores aos alcançados por microscopia óptica. Uma técnica de grande destaque é a microscopia eletrônica: de varredura (MEV ou SEM, do inglês *Scanning Electron Microscopy*), com resoluções com variações de 10 até 50 mil vezes, e de transmissão (MET ou TEM, do inglês *Transmission Electron Microscopy*), com resolução de até 1 milhão de vezes, chegando a um nanômetro. Na microscopia eletrônica, utiliza-se feixe de elétrons incidindo sobre a amostra em vez do feixe de luz utilizado na microscopia óptica.

Na microscopia eletrônica de varredura, uma imagem de superfície é obtida a partir de elétrons retroespalhados ou refletidos, em que o feixe de elétrons percorre a superfície de um objeto em um padrão de varredura, similar à varredura do raio catódico na superfície de uma tela de televisor. Na microscopia eletrônica de transmissão, utilizada com frequência no estudo das discordâncias, a imagem vista é formada por um feixe de elétrons que atravessa a amostra ultrafina, interagindo com ela enquanto é espalhado e/ou difratado.

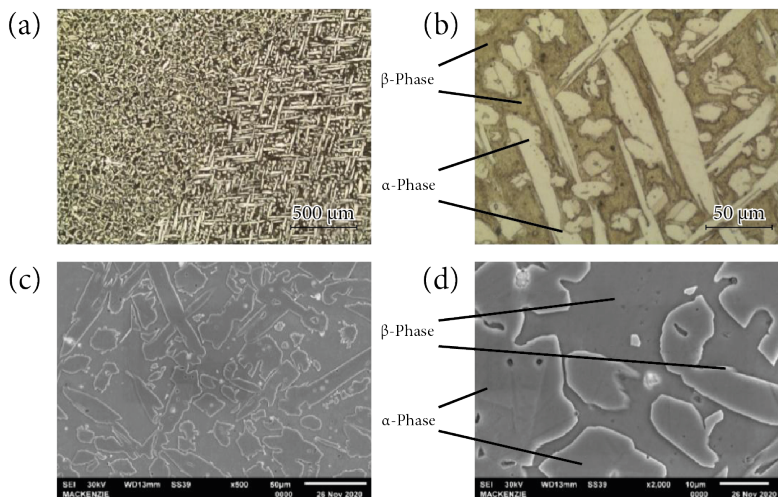
Na Figura 6.21, são mostradas as imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura de bronze-alumínio-níquel; à esquerda está a liga que contém 10% em massa de alumínio (chamada de Cu10Al); e à direita, a liga tem 14%, em massa, de alumínio (chamada de Cu14Al). Por meio da análise das imagens por MEV e da literatura especializada sobre bronze-alumínio-níquel (HASAN *et al.*, 1982; JAHANAFROOZ *et al.*, 1983; PISAREK, 2013), podemos observar que a liga Cu14Al apresenta um número maior de microconstituintes, e que a liga Cu10Al apresenta mais fase  $\alpha$  (alfa).



**Figura 6.21** – Análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) de amostras retiradas de diferentes posições em relação à interface metal-molde: (à esquerda) Cu10Al e (à direita) Cu14Al. (Nascimento *et al.*, 2019)

Em comparação à liga Cu10Al, a Cu14Al apresenta uma microestrutura mais refinada, com grãos menores – o que influencia na sua resistência mecânica maior – e mais microconstituintes, conforme análise por MEV. Isso sugere que o teor maior de alumínio da liga influencia nessas características. Podemos observar que a liga Cu14Al apresenta a fase  $\gamma_2$  (gama dois), característica do alto teor de alumínio na liga. Tecnologicamente, essa fase é prejudicial porque reduz o desempenho da liga em termos de resistência à corrosão. Pelo fato da liga Cu14Al possuir na sua composição ferro e níquel, a fase  $\gamma_2$  aparece em pequenas quantidades, desde que esses elementos se liguem ao alumínio, formando microconstituintes  $\kappa$  (kappa's). Também é possível observar o surgimento da fase  $\beta$  (beta) retida, que é a fase martensítica da liga. Isso é causado por altas taxas de resfriamento durante a solidificação da liga, e essa fase propicia incremento da dureza no material.

A Figuras 6.22 (a) e (b) mostra micrografias ópticas (MO) do bronze de manganês (liga UNS C67600), indicando que essa liga consiste basicamente em fase  $\alpha$  e fase  $\beta$ . A fase  $\alpha$  apresenta um longo formato de ilha, típico do bronze de manganês. Na microestrutura, as áreas claras correspondem a  $\alpha$ , que possui estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC); enquanto as áreas escuras correspondem a fase  $\beta$ , que é cúbica de corpo centrado (CCC). Na Figura 6.22 (c) e (d), são mostradas micrografias obtidas por MEV. De forma específica, a Figura 6.22 (d) mostra tipos de pequenas precipitações intermetálicas não dissolvidas que contêm partículas mais escuras na fase  $\alpha$  e mais claras na fase  $\beta$ . É importante destacar que as diferentes ampliações usadas nos exames MO e MEV e a orientação cristalográfica dos grãos produzem variações na análise microestrutural e que tais condições devem ser descritas na figura considerada. A microestrutura da liga foi revelada por meio de ataque com solução de 5 g  $\text{FeCl}_3$ , 16 mL HCl, e 60 mL etanol (95%), conforme a norma ASTM E407-07.



**Figura 6.22** – Análise por microscopia óptica (MO), mostrando a microestrutura da liga UNS C67600 após trabalho a frio e tratamento térmico a 650 °C, com (a) a presença de agulhas de fase  $\alpha$  (áreas claras) na fase  $\beta$  escura, (b) Detalhe de (a), com a presença de partículas escuras de Pb e partículas mais claras de Fe, (c) Micrografia por MEV, mostrando a fase  $\alpha$  na fase  $\beta$  escura e (d) Detalhe aproximado de (c). (Lobo *et al.*, 2022)



Para fazer observações em escala nanométrica, permitindo aplicação em nanotecnologia, ou seja, a ciência aplicada em objetos cujas características têm dimensões que variam de menos de 1 nm a 100 nm ( $1 \text{ nm} = 10^{-3} \mu\text{m} = 10^{-6} \text{ mm} = 10^{-9} \text{ m}$ ), um aprimoramento em relação ao microscópio eletrônico é o grupo de microscópios de varredura por sonda, com capacidade de ampliação aproximadamente 10 vezes maior que a de um microscópio eletrônico. Em um microscópio de varredura por sonda (MVS ou SPM, do inglês *Scanning Probe Microscope*), a sonda consiste em uma agulha com uma ponta bastante afiada. O tamanho dessa ponta é próximo do tamanho de um único átomo. Durante a operação, a sonda movimenta-se ao longo da superfície de uma amostra a uma distância de apenas um nanômetro, e qualquer uma das várias características da superfície é medida, dependendo do tipo de dispositivo de varredura por sonda. Os dois microscópios de varredura por sonda de maior interesse são o microscópio de varredura por tunelamento e o microscópio de força atômica.

O *microscópio de varredura por tunelamento* (STM, do inglês *Scanning Tunneling Microscope*) é chamado de microscópio de tunelamento, porque sua operação se baseia no fenômeno da mecânica quântica que leva o mesmo nome; nele, cada elétron em um material sólido salta além da superfície do sólido para o espaço. A probabilidade de os elétrons estarem nesse espaço além da superfície diminui exponencialmente a proporção da distância da superfície. Essa sensibilidade à distância é explorada nesse microscópio, posicionando a ponta da sonda a 1 nm da superfície e aplicando uma pequena diferença de potencial elétrico entre elas. Isso faz com que os elétrons dos átomos da superfície sejam atraídos para a pequena carga positiva da ponta e formem um túnel através do *gap* até a sonda. Conforme a sonda movimenta-se ao longo da superfície, ocorrem variações na corrente resultante, devido às posições de cada átomo na superfície. Por outro lado, se a elevação da ponta acima da superfície puder variar, mantendo uma corrente constante, então a deflexão vertical da ponta pode ser medida enquanto ela atravessa a superfície. Essas variações na corrente ou na deflexão podem ser utilizadas para criar imagens da superfície em uma escala atômica ou molecular. Ressaltando que o STM só pode ser utilizado em superfícies de materiais condutores.

O *microscópio de força atômica* (AFM, do inglês *Atomic Force Microscope*) pode ser aplicado em qualquer material. Ele usa uma sonda fixa a uma haste (viga) que sofre deflexão com a força exercida pela superfície na sonda conforme ela passa pela superfície da amostra. O AFM responde a forças que incluem as forças mecânicas, em virtude do contato físico da sonda com a superfície da amostra, e as forças de não contato, como as de van der Waals – forças de capilaridade, magnéticas e outras. A deflexão vertical da sonda é medida de forma óptica, baseando-se no padrão de interferência de um feixe de luz ou na reflexão de um feixe de laser pela viga.



### Curiosidade

Em termos tecnológicos, a aplicação dos microscópios de varredura por sonda não se limita a observação de superfícies. Esses instrumentos servem também para a *nanofabricação*, que é a fabricação de itens em escala nanométrica. Os itens incluem filmes (películas), revestimentos, pontos, linhas, fios, tubos, estruturas e sistemas. O microscópio de varredura por tunelamento (STM) e o microscópio de força atômica (AFM) podem ser utilizados para manipular átomos individuais, moléculas ou aglomerados (clusters) de átomos ou moléculas que aderem à superfície de um substrato pelas forças de adsorção (ou pelas ligações químicas fracas). Outra técnica de varredura por sonda é a nanolitografia tipo caneta-tinteiro (DPN, do inglês *Dip-pen Nanolithography*), em que a ponta de um microscópio de força atômica age como a ponta de uma caneta para transferir moléculas para a superfície de um substrato por meio de um menisco do solvente.

Outra técnica de caracterização microestrutural é a difração de raios X, que é usada para determinar a estrutura cristalina e o espaçamento interplanar. Nessa técnica, os átomos de um material cristalino, em função da regularidade de seus espaçamentos, podem causar um padrão de interferência construtiva das ondas presentes em um feixe incidente de raios X, que pode sofrer difração como resultado da sua interação com uma série de planos atômicos paralelos.

### REFERÊNCIAS

- ASKELAND, D. R.; WRIGHT, W. J. **Ciência e engenharia dos materiais**. São Paulo: Cengage Learning, 2014.
- ASTM E3. **Standard guide for preparation of metallographic specimens**. West Conshohocken: ASTM International, 2017.
- ASTM E407 (2007). **Standard practice for microetching metals and alloys**. West Conshohocken: ASTM International, 2007.
- BRESCIANI FILHO, E.; ZAVAGLIA, C. A. C.; BUTTON, S. T.; GOMES, E.; NERY, F. A. C. **Conformação plástica dos metais**. 5. ed. Campinas: Editora da Unicamp, 1997.
- CALLISTER JR., W. D.; RETHWISCH, D. G. **Fundamentos da ciência e engenharia de materiais: uma abordagem integrada**. 4 ed. Rio de Janeiro: LTC, 2014.
- DE LUCA, R. **Correlação entre as variáveis térmicas de solidificação, microestrutura, microdureza e dureza da liga bronze alumínio manganês CuMn11Al8Fe-3Ni3**. Dissertação (Mestrado) – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo. São Paulo, 2022.
- DOS SANTOS, G. A.; NASCIMENTO, M. S.; COUTO, A. A.; DOS SANTOS, V. T.; DA SILVA, M. R.; TERAM, R. **Influência do espaçamento dendrítico secundário na dureza da liga Cu-14Al-5Ni-5Fe obtida por processo de solidificação unidirecio-**

**nal.** In: TULLIO, F. B. M. (org). Engenharia na Prática: Importância Teórica e Tecnológica. São Paulo: Atena Editora, 2020. p. 199-210.

FERRANTE, M.; WALTER, Y. **A materialização da ideia:** noções de materiais para design de produto. Rio de Janeiro: LTC, 2010.

GARCIA, A. **Solidificação: fundamentos e aplicações.** 2. ed. Campinas: Editora da Universidade Estadual de Campinas, Unicamp, 2007.

GROOVER, M. P. **Fundamentos da moderna manufatura** (v. 1). 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2017.

GROOVER, M. P. **Fundamentos da moderna manufatura** (v. 2). 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2017.

HASAN, F.; JAHANAFROOZ, A.; LORIMER, G. W.; RIDLEY, N. The morphology, crystallography, and chemistry of phases in as-cast nickel aluminum bronze. **Metallurgical Transactions A**, v. 13, n. 8, p. 1337–1345, 1982.

JAHANAFROOZ, A.; HASAN, F.; LORIMER, G. W.; RIDKEY, N. Microstructural development in complex nickel-aluminum bronze. **Metallurgical Transactions A**, v. 14, n. 10, p. 1951–1956, 1983.

LOBO, F. G.; HUANG, H. P.; SANTOS, V. T. D.; SILVA, M. R. D.; SANTOS, G. A. D.; COUTO, A. A. Microstructure and Mechanical Properties of Manganese Bronze Submitted to Cold Work and Subsequent Heat Treatment. **Applied sciences**, v. 12, n. 14, p. 6974–6974, 2022.

MARTURANO, J. L. M.; DOS SANTOS, G. A.; TERAM, R.; NASCIMENTO, M. S.; DOS SANTOS, V. T.; DA SILVA, M. R.; COUTO, A. A. **Estudo das variáveis térmicas da liga uns C90200.** Disponível em: <https://www.even3.com.br/anais/2ndicaic2ndim msem2020/434658/>. Acesso em: 25 nov. 2023.

MATTOS, M. V. R.; DOS SANTOS, G. A.; TERAM, R.; NASCIMENTO, M. S.; DOS SANTOS, V. T.; DA SILVA, M. R.; COUTO, A. A. Obtenção das variáveis térmicas de solidificação da liga Alpaca 2 c/ Pb. Disponível em: <http://repositorio.ipen.br/handle/123456789/32848>. Acesso em: 17 nov. 2023.

NASCIMENTO, M. S.; DOS SANTOS, G. A.; TERAM, R.; DOS SANTOS, V. T.; DA SILVA, M. R.; COUTO, A. A. Effects of Thermal Variables of Solidification on the Microstructure, Hardness, and Microhardness of Cu-Al-Ni-Fe Alloys. **Materials**, v. 12, n. 8, p. 1267, 2019.

NEWELL, J. **Fundamentos da moderna engenharia e ciência dos materiais.** Rio de Janeiro: LTC, 2010.

OHNO, A. **Solidificação dos Metais.** Tradução de Paulo da Silva Pontes e Nivaldo Lemos Cupini. São Paulo: Livraria Ciência e Tecnologia, 1988.

Pisarek, B. Model of Cu–Al–Fe–Ni Bronze Crystallization. **Archive of Foundry Engineering**, v 13, p. 72–79, 2013.

SANTOS, G. A. **Tecnologia dos materiais metálicos**: propriedades, estruturas e processos de obtenção. São Paulo: Érica, 2015.

SANTOS, G. A. **Tecnologias mecânicas**: materiais, processos e manufatura avançada. São Paulo: Érica, 2020.

SHACKELFORD, J. F. **Ciência dos materiais**. 6. ed. São Paulo: Pearson, 2008.

SMITH, W. F.; HASHEMI, J. **Fundamentos de engenharia e ciência dos materiais**. 5. ed. São Paulo: Mc-Graw Hill, 2012.

