

O MÉTODO DE PREPARAÇÃO AUTOMÁTICA DE AMOSTRAS METALGRÁFICAS DE COBRE E SUAS LIGAS UTILIZADAS NA PRODUÇÃO DE TUBOS TRABALHADOS E FUNDIDOS : UMA FERRAMENTA PARA GARANTIR PRODUÇÃO, QUALIDADE E REPRODUTIBILIDADE NAS ANÁLISES POR MICROSCOPIA ÓPTICA¹

*Ivaldo de Assis do Nascimento*²

*Assis Moura Nascimento*³

*André Luís de Brito Baptista*⁴

*Leandro André Chaves Baptista*⁵

*Rosa Maria Sales da Silveira*⁶

Resumo

A preparação básica de amostras para microscopia óptica inclui os seguintes passos: corte, montagem, lixamento, polimento e análise ao microscópio. Na maioria dos casos, esses passos são executados à mão, com maior gasto de tempo e dinheiro, exigindo pessoal com experiência e com um resultado nem sempre satisfatório. A introdução de equipamento para preparação automática de amostras para microscopia, reduz o tempo de lixamento e polimento consideravelmente, dando ao mesmo tempo resultados excelentes de qualidade reproduzível a um custo reduzido. No presente trabalho mostra-se os pontos principais da utilização deste método de preparação.

Palavras-chave: Cobre; Tubo; Metalografia.

THE METHOD OF AUTOMATIC METALLOGRAPHIC COPPER SAMPLE AND ITS ALLOYS PREPARATION USED IN THE PRODUCTION OF PIPE CAST AND PIPE WORKED: A TOOL TO ENSURE PRODUCTION, QUALITY AND REPRODUCIBILITY IN ANALYSIS BY OPTICAL MICROSCOPY

Abstract

The basic preparation of samples for optical microscopy comprises the following steps: cutting, assembling, sanding, polishing and examination under a microscope. In most cases, these steps are performed by hand, with a greater expenditure of time and money and requires experienced personnel and a result is not always satisfactory. The introduction of equipment for automatic preparation of samples for microscopy, reduces the time of grinding and polishing considerably, while giving reproducible results excellent quality at a reduced cost. In the present work shows up the main points of this method of preparation.

Key Words: Copper; Tube; Metallographic.

¹ *Contribuição técnica ao 68º Congresso Anual da ABM - Internacional, 30 de julho a 2 de agosto de 2013, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

² *Engenheiro Mecânico. Diretor Técnico e Coordenador da Divisão de Ensino e Pesquisa da Spectru Ltda. RJ, RJ, Brasil.*

³ *Técnico de Desenvolvimento Especializado em Sistemas Informatizados. Responsável Técnico pela Divisão de Informática e Informações Tecnológicas da Spectru Instrumental Científico Ltda. Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*

⁴ *Administrador de Empresas Especializado. Pesquisador Científico da Divisão de Metalurgia da Spectru Instrumental Científico Ltda. Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*

⁵ *Técnico em Eletrônica. Escola Técnica Pandiá Calogeras. Volta Redonda, RJ, Brasil.*

⁶ *Engenheira metalúrgica. Pesquisadora do Laboratório de Metalurgia Extrativa da Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda, RJ, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

A metalografia, estuda a constituição, a estrutura e a textura dos metais, suas ligas e produtos metálicos e seu relacionamento com as propriedades mecânicas, físicas, químicas e processos de fabricação. O exame para revelar a microestrutura de um metal por meio óptico, envolve três etapas: obtenção de uma superfície plana e polida, ataque da amostra com reagente adequado e observação com microscópio. Consiste, unicamente, na análise e interpretação do aspecto da seção.

A precisão do resultado está condicionado não só ao conhecimento da microestrutura, como também à uma boa técnica no preparo e no ataque do corpo de prova. O preparo de uma micrografia segue uma seqüência de operações como; escolha e localização da seção de estudo; execução do corte da seção plana, embutimento, lixamento e polimento; lavagem, secagem, ataque e observação ao microscópio. Muito embora encare somente a seção em estudo, ensaios realizados em seções selecionadas conduzem à preciosas informações que proporciona ao analista, decidir sobre a serventia ou não do material, as causas do fracasso das peças em serviço, os processos de fabricação das peças, o modo pelo qual o material adquiriu as propriedades, etc. É, também, de considerável valor no controle da fabricação, evitando-se peças defeituosas ou de má qualidade pela interrupção da sua fabricação e conseqüente refugo.⁽¹⁾

Consoante a escala da observação, a qual se reflete nos instrumentos empregues, podemos distinguir entre observação macrográfica (observação de características estruturais de grandes dimensões, discerníveis à vista desarmada ou recorrendo a pequenas ampliações) e micrográfica (observação de aspectos micro-estruturais de reduzidas dimensões, como os limites de grão ou outros defeitos cristalinos, recorrendo à microscopia

2 ABORDAGEM CONCEITUAL : PARTICULARIDADES DO MÉTODO

2.1 Funcionamento da Preparação Automática

O sistema funciona como segue:

As amostras são fixadas a um suporte; para esse fim, é usado um dispositivo de nivelamento para assegurar que todas as amostras tenham o mesmo nível para o lixamento. É essencial que as amostras sejam bem fixadas para evitar que as mesmas caiam durante o processo ou sejam retificadas de forma desigual. As bordas ou quinas devem estar completamente redondas ou abauladas, para se evitar rasgos nas lixas e desgaste dos panos de polimento.

O suporte com a amostras é introduzido com a face para baixo no cabeçote da máquina através de um dispositivo de acoplamento rápido. As amostras ficam agora voltadas para o disco de trabalho, que é montado em uma base giratória abaixo do cabeçote (ou porta amostras).

Ao ser dada a partida através de um botão de comando, o cabeçote rotativo operado pneumaticamente é baixado sobre o disco de trabalho que agora se encontra em rotação com uma pressão prefixada e após um tempo, que é controlado, o cabeçote é levantado e a máquina interrompe automaticamente sua preparação.

Para tornar a máquina tão versátil quanto possível, as funções essenciais de tempo, pressão, velocidade de rotação, fornecimento de água ou lubrificante de

polimento, e de abrasivos são prefixadas e controladas automaticamente durante o ciclo de operação.

Os suportes para amostras são disponíveis em dois diferentes tamanhos para acomodar uma variedade de formas e tamanhos de amostras. Se necessário suportes podem ser feitos com dimensões especiais. Os discos portadores de lixas ou panos de polimento são facilmente trocados.

2.2 Preparação Automática X Manual

Existem várias desvantagens e limites com relação à preparação manual, como segue:

O operador pode segurar somente uma amostra de cada vez, limitando-se o número de amostras que pode ser tratadas em um determinado tempo.

O operador pode aplicar uma pressão limitada à amostra ou excessiva, limitando o tamanho da mesma.

As condições de polimento variam com vários operadores, os resultados dependem da habilidade do operador e não são facilmente reproduzidos.

Para eliminar algumas das limitações das mencionadas, especialmente a referente à quantidade, alguns laboratórios instalam fileiras de equipamentos manuais e possuem pessoal treinado para fazer o trabalho manual. Porém, mesmo um grande número de máquinas não pode impedir alguns problemas muito comuns, característicos do polimento manual :

Amostras grandes não podem ser lixadas e polidas para que fiquem planas em um tempo razoável.

A retenção de bordas é insatisfatória devido a longos tempos de polimento.

Inclusões não metálicas e grafite são arrancadas da matriz.

É mantida uma deformação na estrutura devido a uma pressão demasiada aplicada durante tempos de polimento muito curtos.

Se todos esses fatores forem considerados, os métodos de preparação manuais apresentam um grande dispêndio de tempo e de dinheiro e os resultados não são sempre excelentes e reproduzíveis. Isto significa que em um elevado numero de amostras (por vez, dia ou semanal), o preparador provavelmente terá uma enorme carga de trabalho ou, para evitar essa situação, o volume de amostras ensaiadas é reduzido para compensar a falta de operadores, o que pode ter conseqüências sérias com relação ao controle de qualidade.

Em comparação, a preparação automáticas de amostras tem as seguintes vantagens:

- Tempo: um suporte com seis amostras, montadas ou não montadas podem ser lixadas ou polidas entre 7 á 10 minutos.
- Economia: os custos gerais por amostra são menores que com métodos de preparação manuais, devido ao menor tempo de operação e uso reduzido de materiais consumíveis.
- Qualidade: melhor que com o polimento manual.
- Reproducibilidade: os passos de preparação são fáceis de repetir e são independentes do operador.

Por outro lado, o pessoal do laboratório é liberado de uma rotina de lixamento cansativa, especialmente no caso de amostras grandes. Visto que o polimento da maioria dos materiais requer somente um ou dois passos, o treinamento do pessoal do laboratório é facilmente efetuado.

2.3 Qualidade

A qualidade das amostras preparadas automaticamente é tão boa e, a maioria dos casos, melhor que a das amostras preparadas manualmente.

A combinação de pressões mais altas, tempos mais curtos, abrasivos específicos com dosagem regulada e o pano de polimento correto resulta em uma melhor retenção das bordas, lisura sobre largas áreas e inexistência de arrancamentos.

Na realidade, existem ocasiões em que os resultados da preparação automática melhoram a aparência da estrutura de forma tão drástica que foi questionado seriamente se a mesma era genuína ou não. Verificou-se que a preparação manual era executada de forma tão rudimentar que os resultados não mostravam a estrutura real.

Especialmente para materiais muito duros, o equipamento automático demonstrou excelentes resultados. Estes materiais não podem ser preparados de forma eficiente e econômica à mão e ao mesmo tempo ter a qualidade superficial necessária.

Outra vantagem deste método é que os dados de preparação de praticamente todos os materiais podem ser coletados. Assim sempre que ocorrerem questões ou problemas referentes ao procedimento correto de polimento para um material específico, as informações obtidas podem ser usadas para dar uma resposta rápida e satisfatória.

2.4 Reprodutibilidade

Visto que a maioria das condições de polimento é controlada automaticamente, o processo de polimento é fácil de repetir e independe do operador. A operação das máquinas é simples e o pessoal pode ser treinado em um tempo muito curto.

Se tiver sido estabelecido um determinado procedimento de preparação, ele pode ser executado por qualquer pessoa da equipe e ainda dará os mesmos resultados.

Esta reprodutibilidade é essencial quando outros equipamentos automatizados, tais como analisadores de imagem, forem usados subsequentemente à preparação da amostra.

3 MATERIAIS, MÉTODOS E RESULTADOS

Neste trabalho foram desenvolvidos e padronizados modos de preparação automática de amostras de material trabalhado e fundido de cobre puro, ligas de cobre com estanho, com alumínio e com chumbo (bronzes), ligas de cobre com zinco (latões) e ligas nobres de cobre com níquel, cromo e titânio. Também fez-se uma avaliação da qualidade de tubos de latão em termos de tamanho de grão.

As amostras foram preparadas, atacadas e fotografadas conforme as normas ASTM E3,⁽²⁾ E407⁽³⁾ e E883.⁽⁴⁾

O tamanho de grão das amostras de tubos conformados de liga Cu70Zn30 (Latão) foi avaliado utilizando como padrão as normas ASTM E112⁽⁵⁾ e E1382.⁽⁶⁾

Para revelação das microestruturas utilizou-se as seguintes soluções: para os bronzes (cloreto férrico 5g, ácido clorídrico 2ml, álcool etílico 96ml), para os latões e cobre níquel (cloreto de sódio 30g, ácido sulfúrico 80ml e dicromato de sódio 20g),

para cobre (bicromato de potássio 2g, ácido sulfúrico 8ml, cloreto de sódio 1,5g, 100ml água). Para os tubos de latão usou-se uma solução de 50ml de hidróxido de amônio, 5ml de peróxido de hidrogênio e 50ml de água.

As rotinas de preparação estabelecidas estão nas Tabelas de 1 a 4 e as fotomicrografias obtidas são vistas nas Figuras 1 à 10.

A Figura 11 mostra o método por análise de imagem de avaliação do tamanho de grão.

A Figura 12 mostra a variação final de tamanho de grão encontrada.

A Figura 13 mostra as fotomicrografias das amostras dos tubos estudados.

Tabela 1 - Cobre puro (eletrolítico) trabalhado e fundido

PROCESSO	GRANULOMETRIA Lixas (grana) Diamante (μm)	TEMPO (min)	ROTAÇÃO (rpm)	PRESSÃO (psi)
LIXAMENTO	220	3	300	35
	320			
	400			
	500			
	600			
	800			
	1000			
	1200			
	1500			
POLIMENTO	15	2	200	30
	9			
	6			
	3			
	1	1	150	15

Tabela 2 - Bronze (Liga CuSn e CuPb)

PROCESSO	GRANULOMETRIA Lixas (grana) Diamante (μm)	TEMPO (min)	ROTAÇÃO (rpm)	PRESSÃO (psi)
LIXAMENTO	220	3	300	40
	320			
	400			
	500			
	600			
	800			
	1000			
	1200			
	1500			
POLIMENTO	15	2	250	30
	9			
	6			
	3			
	1	1	150	20

Tabela 3 - Latões (Liga CuZn e CuNi)

PROCESSO	GRANULOMETRIA Lixas (grana) Diamante (μm)	TEMPO (min)	ROTAÇÃO (rpm)	PRESSÃO (psi)
LIXAMENTO	220	4	300	40
	320			
	400			
	500			
	600			
	800			
	1000			
	1200			
1500				
POLIMENTO	15	3	250	35
	9			
	6			
	3			
	1	2	150	25

Tabela 4 - Ligas de Cobre com Al, Cr, Ti

PROCESSO	GRANULOMETRIA Lixas (grana) Diamante (μm)	TEMPO (min)	ROTAÇÃO (rpm)	PRESSÃO (psi)
LIXAMENTO	220	5	300	40
	320			
	400			
	500			
	600			
	800			
	1000			
	1200			
1500				
POLIMENTO	15	4	250	35
	9			
	6			
	3			
	1	3	200	30

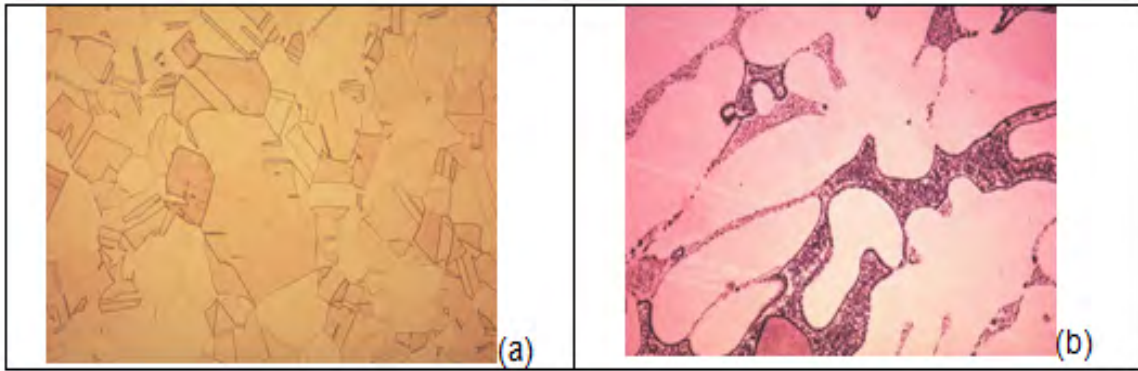


Figura 1 – Cu eletrolítico – trabalhado (a) e fundido (b)

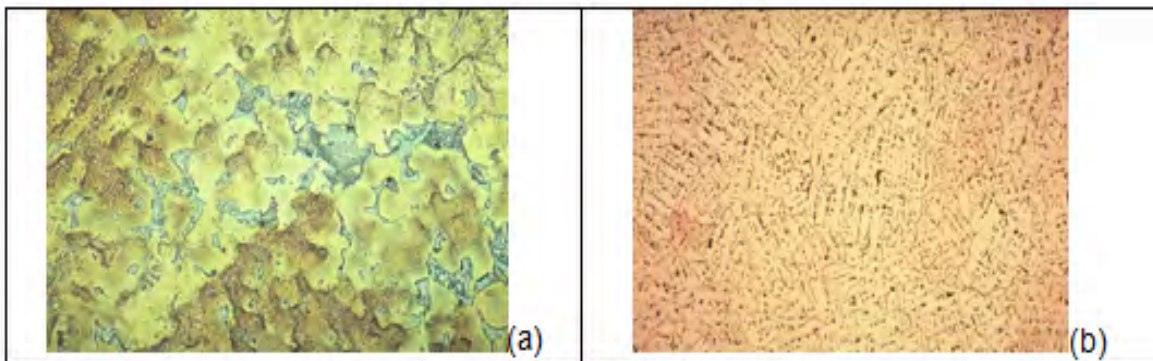


Figura 2 – Bronze CuSn (a) e CuPb (b) fundidos

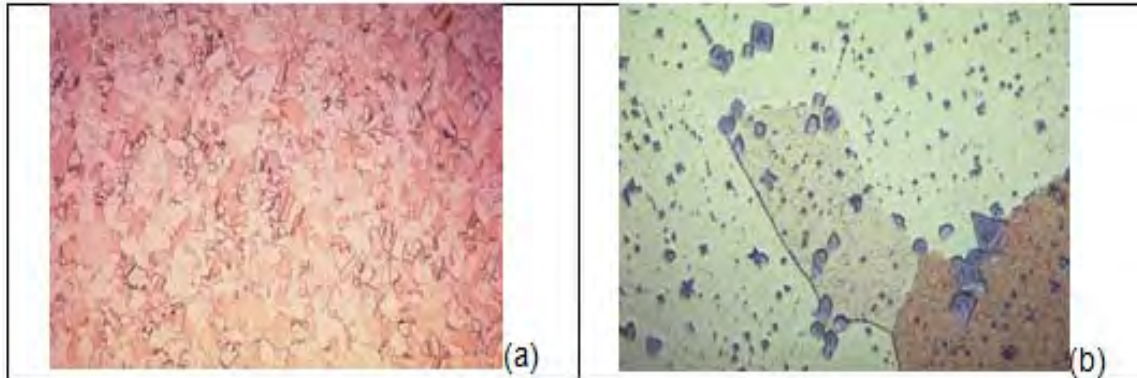


Figura 3 – Latão CuZn trabalhado (a) e fundido (b)

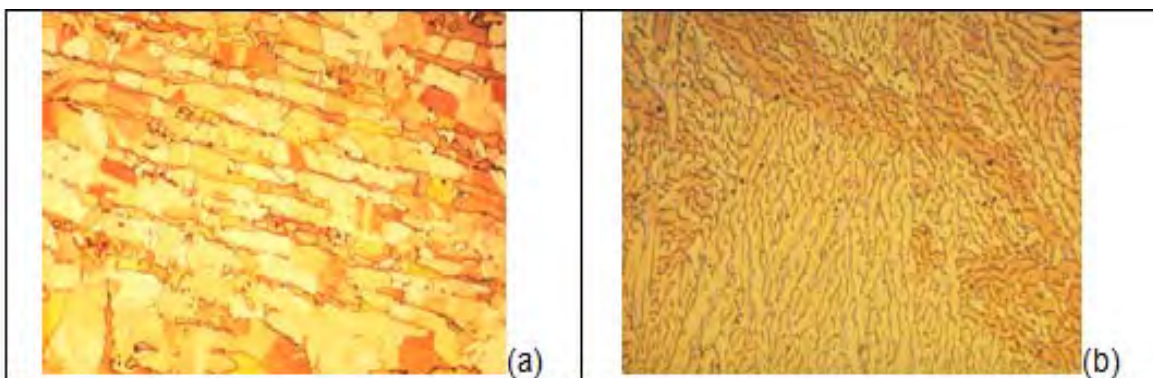


Figura 4 – Liga CuZnFe, trabalhado (a) e fundido (b)

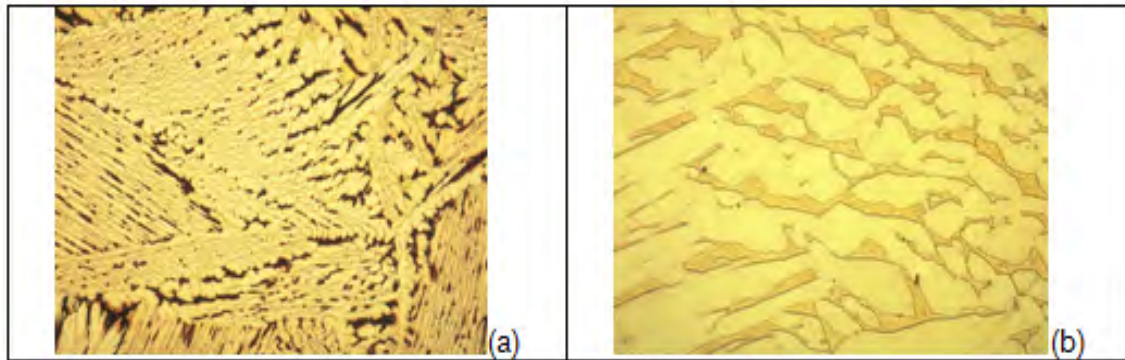


Figura 5 – Liga CuZnSn, trabalhada (a) e fundida (b)

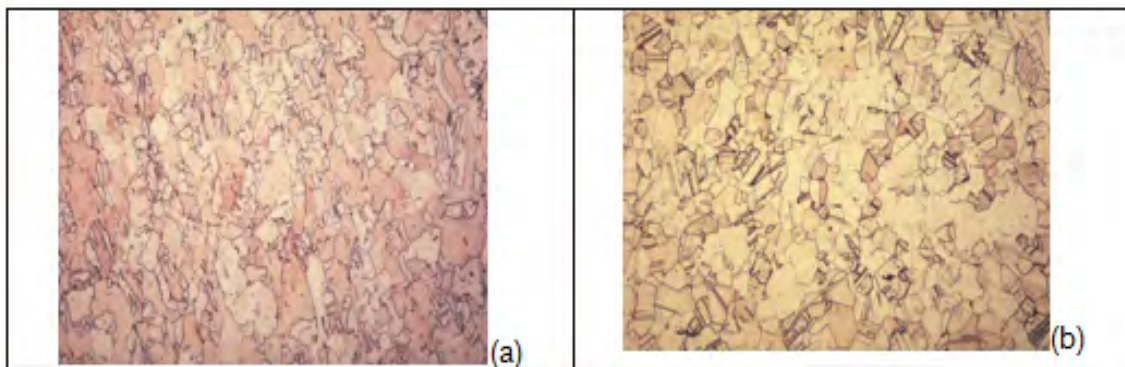


Figura 6 – Ligas trabalhadas (a) CuNi e (b) CuNiSn

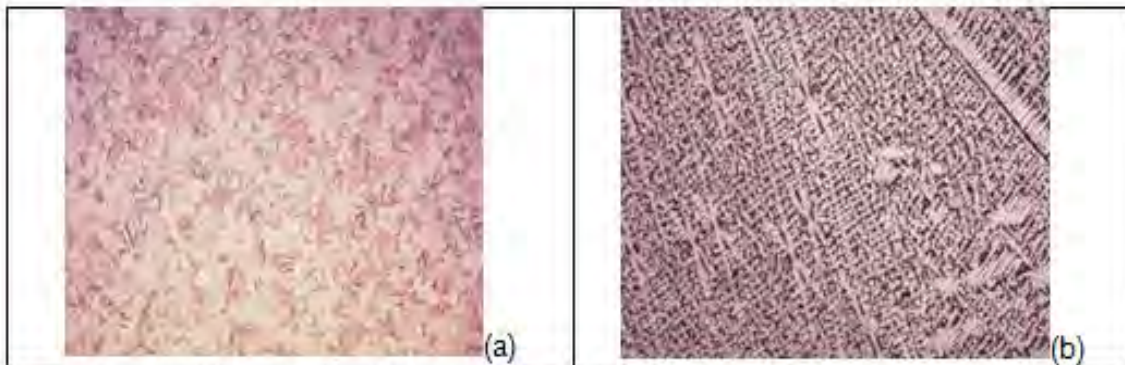


Figura 7 – Liga Trabalhada CuNiZn (a) e Liga fundida CuNiZnSn (b)

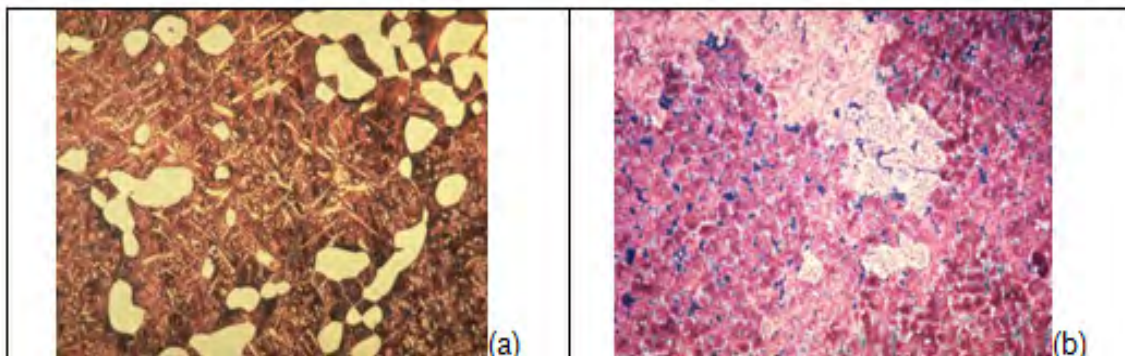


Figura 8 – Ligas fundidas CuAl (a) e CuTi (b)

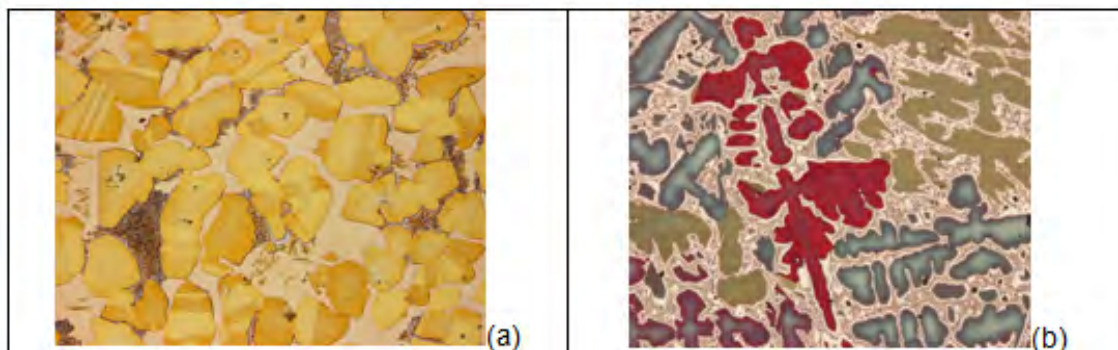


Figura 9 – Liga fundida de CuAl (a) e CuAlMnFe (b)

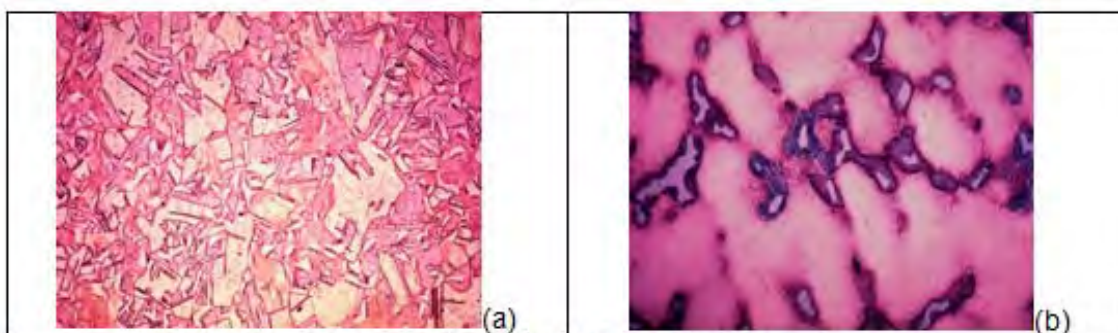


Figura 10 – Liga CuCr trabalhada (a) e fundida (b)

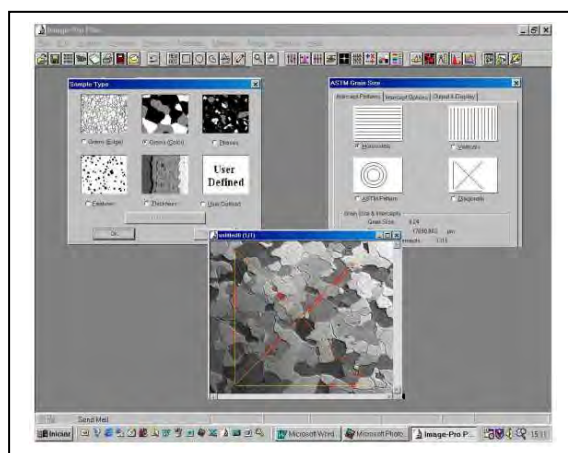


Figura 11 - Processamento de grãos, escolha do método ASTM e contagem dos contornos de grãos

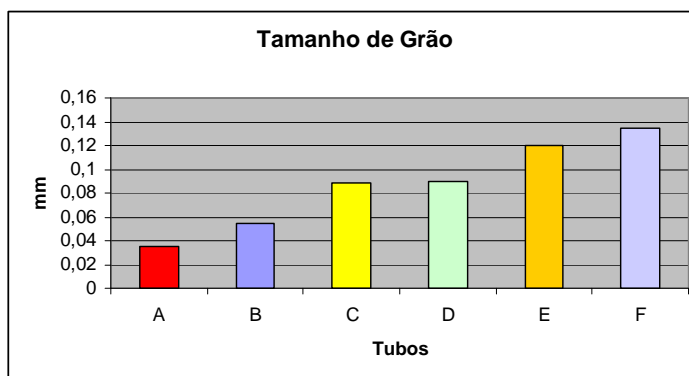


Figura 12 - variação de tamanho de grão encontrada

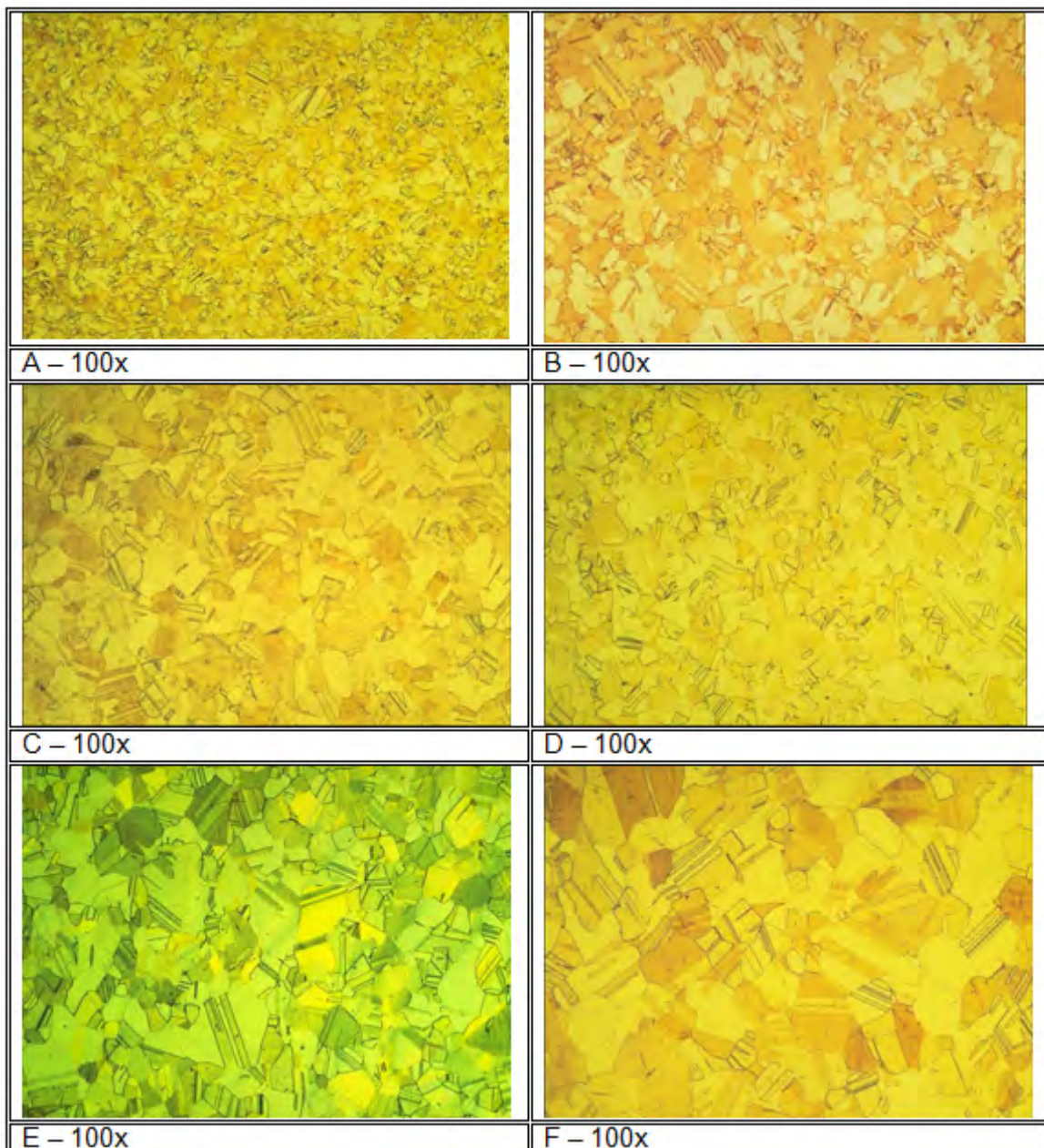


Figura 13 – Micrografias dos corpos de provas avaliados.

4 CONCLUSÃO

A introdução de equipamento para preparação automática de amostras, reduziu o tempo de lixamento e polimento consideravelmente, dando ao mesmo tempo resultados excelentes de qualidade reproduzível a um custo reduzido. A comparação entre a preparação manual de amostras com a preparação automática mostrou que o segundo método é superior sob todos os pontos de vista. A aplicação do equipamento automático em um laboratório de análises por microscopia óptica de volume médio ou alto torna possível preparar uma grande quantidade de amostras de forma eficiente e econômica sem sacrificar a qualidade.

A ênfase cada vez mais crescente sobre a qualidade exigirá que mais e mais laboratórios produzam uma maior quantidade de amostras bem preparadas.

O equipamento automático constitui-se na ferramenta perfeita para ajudar a atender à demandas atuais e futuras no campo de preparação de amostras.

REFERÊNCIAS

- 1 Baptista, A.L.B – O ensaio metalográfico no controle da qualidade – Spectru Ltda (www.spectru.com.br)
- 2 ASTM - E3 (Preparation of Metallographic Specimens)
- 3 ASTM - E407 (Microetching Metals and Alloys)
- 4 ASTM - E883 (Reflected Light Photomicrography).
- 5 ASTM - E112 (Estimating the Average Grain Size of Metals)
- 6 ASTM - E1382 (Determine Average Grain Size Using Semiautomatic and Automatic Image Analysis).