MICROSCOPIA ÓPTICA: DETERMINAÇÃO DE TAMANHO DE GRÃOS

Optical microscopy techniques: determining the grain size

Rubens PANTANO FILHO
Faculdade Max Planck

Patrícia MATTIAZZO PANTANO
Faculdade Politécnica de Campinas
Faculdade de Jaguariúna
Faculdade Max Planck

Resumo: A técnica de microscopia óptica possibilita inspeções comuns e importantes de materiais de engenharia, permitindo a observação da estrutura dos mesmos. Depois da invenção do microscópio óptico, muitos outros modelos foram aperfeiçoados para as mais variadas aplicações, que vão desde a biologia até, mais recentemente, a microeletrônica. O avanço da ciência e da engenharia tem permitido que se produzam instrumentos ópticos de grande precisão e comodidade para quem os utiliza. Na verificação de produtos, o microscópio ajuda à visão humana a inspecionar os padrões das lâminas de semicondutores, na fabricação dos circuitos integrados e dispositivos de microeletrônica de todos os tipos. É um instrumento necessário para a verificação e medição de estruturas que são produzidas na superfície das lâminas que constituem esses dispositivos. É nesse contexto que se inserem as técnicas de microscopia óptica. A característica microestrutural predominante para muitos materiais da engenharia é uma estrutura granular, em que cada grão é uma região com uma orientação cristalina característica. O tamanho de grão é usado para quantificar essa microestrutura. Assim, o objetivo principal desse estudo consiste em familiarizar-se com a técnica de microscopia óptica, bem como com as de preparação de amostras para a determinação do tamanho de grão de materiais cristalinos, por meio da microscopia óptica.
Palavras-chave: microscopia óptica; materiais cristalinos; grãos; contorno de grão.

Abstract: The technique of optical microscopy allows inspections of common and important engineering materials, allowing the observation of the structure of the same. After the invention of the optical microscope, many other models were improved to a wide variety of applications, ranging from biology to, more recently, microelectronics. The progress of science and engineering has allowed the production of high precision and convenient optical instruments for those who use them. In the verification of products, the microscope helps the human vision inspect the standards of semiconductors layers and in the manufacturing of integrated circuits and microelectronic devices of all kinds. It is a necessary tool for the verification and measurement of structures that are produced on the surface of the layers that form these devices. It is in that context that optical microscopy techniques fall. The predominant micro

structural characteristic for many engineering materials is a granular structure in which each grain is a region with a remarkable crystal orientation. The grain size (G) is used to quantify the microstructure. Thus, the main objective of this study is to familiarize with the optical microscopy technique, as well as with preparation of samples for determining the grain size of crystalline materials through optical microscopy.
Keywords: optical microscopy; crystalline materials; grain; contour of grain.

INTRODUÇÃO

Pesquisadores, engenheiros e outros profissionais das mais variadas áreas do conhecimento humano têm, em seus trabalhos cotidianos, necessidade de conhecerem as características dos materiais que serão empregados em seus projetos de pesquisa ou de aplicação. Nesse contexto, estudar e analisar os elementos estruturais que influenciam as propriedades dos materiais é desejável e, na maioria das vezes, fundamentalmente necessário.

A grande maioria dos materiais de estrutura policristalina apresenta cristais cujas dimensões são da ordem de algumas dezenas de micrometros, de modo que, ao serem analisados, precisam ser observados com ampliação para que se possam conhecer algumas características de suas microestruturas.

A microscopia ótica consiste em uma importante técnica para a caracterização de materiais metálicos. Sabe-se que o procedimento também é importante para a caracterização de materiais cerâmicos e poliméricos, uma vez que o mesmo possibilita a obtenção de informações sobre a estrutura e as propriedades dos materiais analisados.

Pode-se verificar, por meio da técnica utilizada, que a microscopia ótica consiste em uma importante técnica para a caracterização de materiais metálicos. Sabe-se que o procedimento também é importante para a caracterização de materiais cerâmicos e poliméricos, uma vez que o mesmo possibilita a obtenção de informações sobre a estrutura e as propriedades dos materiais analisados.

Entre outras, a Microscopia Óptica, bem como a Microscopia Eletrônica de Transmissão e a Microscopia Eletrônica de Varredura, são técnicas importantes na investigação das microestruturas desses materiais. Em geral, as técnicas de microscopia utilizam equipamentos fotográficos em conjunto com os microscópios.

No que diz respeito à microscopia óptica, quando o material é opaco à luz visível, o microscópio óptico é utilizado para análise da superfície do mesmo, sendo o mesmo utilizado na modalidade de reflexão. A imagem então produzida pelo equipamento deverá apresentar contrastes resultantes das diferenças na refletividade das várias regiões da microestrutura.

Para tanto, é necessário que as superfícies a serem analisadas sejam lixadas e polidas, até que atinjam um acabamento liso e espelhado. Em geral, esse procedimento é realizado utilizando-se, em processos seqüenciais, pós abrasivos sucessivamente mais finos. Após essa etapa, a "revelação" da microestrutura é realizada por meio de um ataque químico ou térmico, dependendo das características do material a ser analisado (Callister, 2002).

Nesse contexto, este trabalho tem como objetivo principal a familiarização com a técnica de microscopia óptica, o que pressupõe também a etapa de preparação dos materiais a serem analisados.

Dentre as informações sobre a microestrutura, o tamanho médio dos grãos é um dos elementos importantes a ser mensurado. Para tal análise, se faz necessária a utilização de uma norma aceita internacionalmente pela comunidade científica. No caso específico desse trabalho, para a determinação do tamanho de grão foi utilizada a metodologia conhecida como Método de Interceptos Lineares ou também Método de Heyn, da norma ASTM E112-96 - *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*.

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Grão

Muitos dos materiais que utilizamos apresentam uma “porção mínima” ao nível atômico – *célula unitária* – que se repete *ad infinitum*, formando a estrutura do “todo”. Em geral, esses materiais apresentam essa característica, de ordenamento repetitivo, em um nível atômico, nas *três* dimensões. Dizemos que esses materiais têm estrutura *cristalina*. Os materiais *amorfos* ou *vítreos* correspondem aos antônimos dessa situação. No que diz respeito ao tamanho, pode-se dizer que os cristais metálicos são normalmente pequenos, na faixa de algumas dezenas de micrometros, por causa da grande quantidade de *núcleos* que se formam no momento da solidificação. Esses núcleos, ao crescerem, acabam se tocando, o que limita seus crescimentos. A cada um dos microcristais formados chamamos *grão*. (http://www.ufrgs.br). Também podemos dizer que grão corresponde à região entre dois monocristais adjacentes. A orientação cristalográfica varia de grão para grão e, além disso, há algumas más combinações atômicas na região onde dois grãos se encontram, ou seja, nos contorno de grão (Callister, 2002). A Figura 1 ilustra a formação de grãos.

Contornos de grão

Na metalurgia, grão é um cristal isolado na matéria em estado sólido. O tamanho do grão é um fator importante para avaliar as propriedades mecânicas de um material policristalino, em especial a dureza e o limite de escoamento. Grãos adjacentes geralmente possuem diferentes orientações cristalográficas e um contorno de grão em comum. A Figura 1 mostra uma ilustração com o formação do contorno de grão.

Os átomos estão ligados de maneira menos regular ao longo de um controno de grão. Os contronos de grão são quimicamente mais reativos do que os grãos propiamente ditos (Callister, 2002).

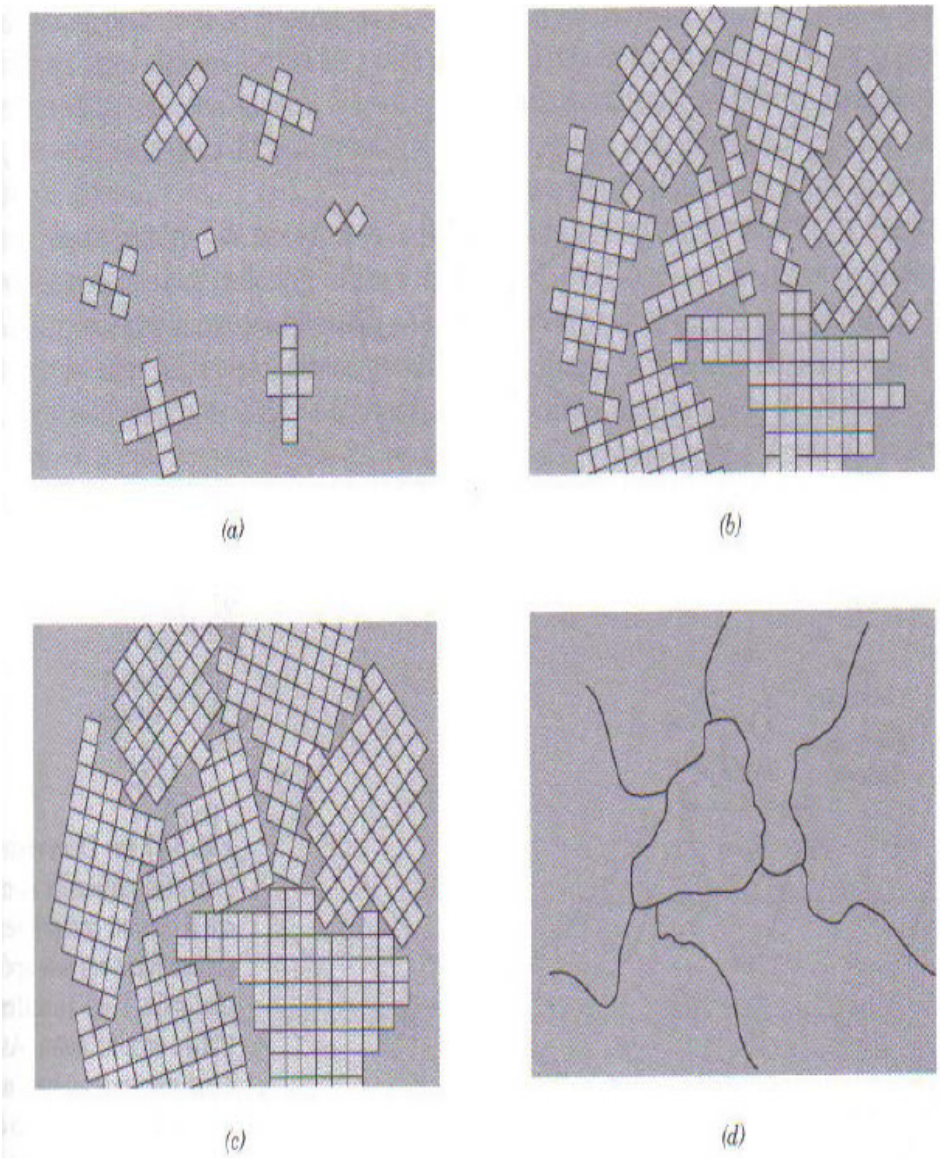


Figura 1. Formação de grãos em material policristalino. (a) Nucleação, (b) e (c) crescimento de grão e *(d)* e aparecimento do contorno de grão (http://www.dcmm.puc-rio.br).

Durante uma deformação plástica, o escorregamento ou o deslocamento de discordâncias devem ocorrer neste contorno, de um grão A para outro B. O contorno de grão funciona como uma barreira a estes deslocamentos, por duas razões:

- Como os dois grãos possuem diferentes orientações cristalográficas, a discordância, ao passar do grão A para o B, precisa alterar sua direção de deslocamento, o que se torna mais difícil a medida que as desorientações aumentam.

- A desordem atômica nos contornos de grão resultam na descontinuidade dos planos de escorregamento entre um grão e outro.

Assim, um material com grãos mais finos possui maior dureza e resistência mecânica do que um material com grãos grosseiros, pois os primeiros possuem maior número de contornos de grão (http://pt.wikipedia.org).

Microscopia óptica

A palavra microscópio vem de duas palavras gregas e quer dizer "pequeno" e "observar". Não se sabe exatamente quem o inventou. Na literatura, alguns historiadores dizem que o microscópio foi inventado por Zacarias Janssen, óptico holandês; é certo que ele deu um ao arquiduque da Áustria de presente, em 1590. A observação microscópica da microestrutura dos materiais e a correlação com suas propriedades começou no grande centro produtor de aço, em Sheffield, na Inglaterra. Ali, Henry Clifton Sorby, entre 1863 1864, observou a estrutura de rochas e de aços ao microscópio óptico. A superfície destes materiais tinha sido polida e atacada levemente com reagentes químicos (Padilha, 2000). Essa primeira inspeção de materiais tem sido considerada como o início da ciência da metalurgia e, indiretamente, como o início do campo da engenharia e ciência dos materiais (http://www.dsif.fee.unicamp.br).

Microscópios ópticos podem ser utilizados para análise microestrutural de diversos tipos de materiais, tais como aços-carbono, aços inoxidáveis, ferros fundidos, materiais ferrosos e não ferrosos. A análise microestrutural dos materiais permite conhecer a integridade estrutural de forma qualitativa de fases, tamanhos de grão, presença de defeitos ou promovendo o conhecimento da evolução de transformações microestruturais quando o material é submetido a tratamentos térmicos como recozimento, normalização, têmpera e revenimento, tratamentos termo-químicos como descarbonetação, cementação e nitretação, ou termo-mecânicos como laminação ou conformação.

Um microscópio óptico é constituído fundamentalmente pela associação de duas lentes convergentes denominadas: objetiva e ocular. Estas duas lentes são montadas em posições fixas nos extremos opostos de um tubo de metal de comprimento l. A função da objetiva é formar uma imagem real aumentada do objeto que está sendo examinado, o qual se posiciona a uma distancia menor do que a distancia focal da ocular. Assim, a imagem real obtida pela objetiva é aumentada quando vista através da ocular, como uma imagem virtual.

Na Figura 2 acha-se representado de forma esquemática um microscópio óptico, onde: ob = distância focal da objetiva, oc = distância focal da ocular, RP = objeto disposto sobre a lâmina de platina do microscópio, R'P' = imagem real aumentada do objeto produzida pela objetiva, R"P" = imagem virtual aumentada do 'objeto' (imagem real) produzida pela ocular.

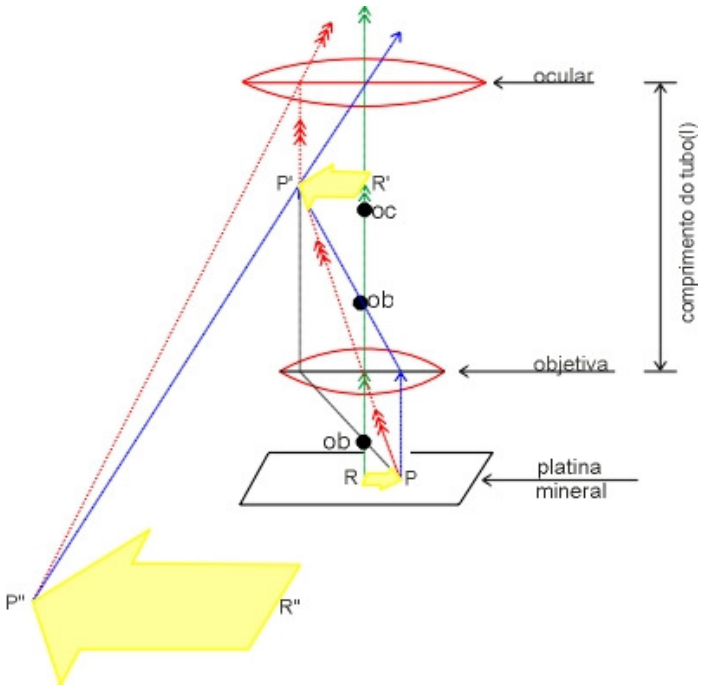


Figura 2. Ilustração de um microscópio óptico.

MATERIAIS E MÉTODOS

Material utilizado

Para as análises, foram utilizadas várias amostras de aço com diferentes concentrações de carbono e que foram submetidas a processos distintos, porém não especificados.

Preparação do material

Primeiramente, as amostras foram cortadas utilizando-se um Cut-off, Marca AROTEC, modelo COR-40. O equipamento possui um disco diamantado e farta refrigeração, a fim de não provocar alterações por calor na amostra. A Figura 3 ilustra o equipamento utilizado.



Figura 3. Ilustração do cut-off utilizado.

Em seguida, procedeu-se o embutimento do material em baquelite. Foi utilizada uma embutidora marca AROTEC, modelo 30 Mi. A Figura 4 ilustra o equipamento utilizado para o embutimento.

Para impedir que, durante o embutimento, ocorresse a aderência do corpo de prova ao equipamento, utilizou-se um desmoldante. O corpo de prova foi inserido no orifício de embutimento, com a face a ser observada voltada para baixo e coberto com a baquelite. Para sinterização, o embutimento foi efetuado por compactação a quente, por 20 minutos, com temperatura aproximada de 140ºC e pressão de 140 kgf/cm^2.



Figura 4. Ilustração da embutidora utilizada.

Posteriormente, os corpos de prova foram lixados utilizando-se quatro politrizez marca PANAMBRA, modelo DP-10, com lixas com poder de abrasão diferenciado. Iniciou-se o processo com uma lixa abrasiva (de 200 mesh), seguida por uma de menor abrasão (300 mesh) e, na seqüência, lixas de 400 mesh e 600 mesh. A cada mudança de lixa, a peça em questão foi girada de 90º, com a finalidade de facilitar a eliminação dos riscos deixados pelas lixas anteriores. A Figura 5 ilustra as politrizes utilizadas.



Figura 5. Ilustração das politrizes utilizadas no lixamento.

Após o processo de lixamento, os corpos de prova foram polidos, utilizando-se uma politriz marca AROTEC, modelo APL-4D, com disco giratório de feltro, umedecido com água destilada, sobre o qual foi aplicada alumina 0,5 µm.



Figura 6. Ilustração da politriz utilizada no polimento.

O procedimento foi feito até que as superfícies apresentassem aparência espelhada e sem riscos. Em seguida, as amostras foram lavadas, com água e com álcool, e secadas com jato de ar, utilizando um secador marca DASH, modelo 2600e Tany. A Figura 7 ilustra o secador utilizado.



Figura 7. Ilustração do secador utilizado na secagem.

Uma vez polida a superfície, foi realizado o ataque químico sobre a mesma, mergulhando o corpo de prova em um vidro de relógio contendo NITAL, um reativo composto de 5 mL de ácido nítrico (HNO_3) e 100 mL de álcool. Os corpos de prova foram mergulhados nesta solução durante 5 segundos e, em seguida, foram lavados em álcool e depois secados com um jato de ar quente.

Microscopia ótica

A documentação fotográfica foi realizada utilizando-se um microscópio ótico marca OLYMPUS TGH, modelo BH2-UMA. As imagens foram capturadas e registradas por um sistema informatizado apropriado, acoplado ao microscópio. A Figura 8 ilustra o equipamento utilizado.



Figura 8. Ilustração do microscópio óptico utilizado.

Determinação de tamanho de grão

Para a determinação do tamanho de grão foi utilizada a norma ASTM E112-96 - *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*. O método utilizado para a determinação do tamanho de grão foi o Método de Interceptos Lineares, também denominado Método de Heyn. Por este método, ao se investigar o número de grãos por unidade de área, são contados os grãos interceptados por várias linhas teóricas traçadas na superfície da amostra.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Preparação do material

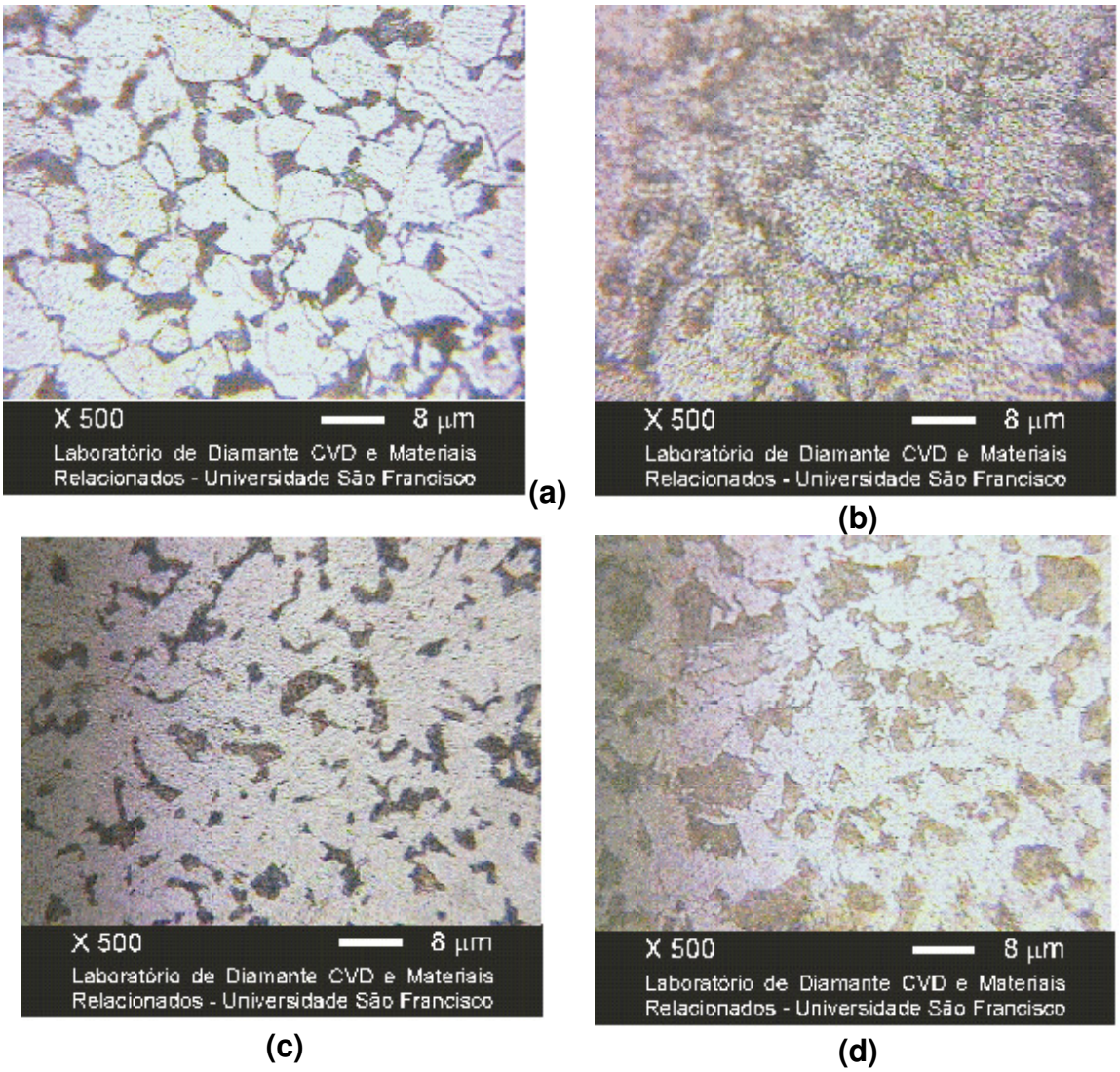
Na etapa de preparação dos corpos de prova encontraram-se algumas dificuldades no processo de lixamento, sendo que algumas vezes foi necessário voltar a amostra para as politrizes com lixas de granulometria

inferior, com a finalidade de eliminar dos riscos deixados na superfície da amostra.

A etapa de ataque químico também requereu cuidados, na medida em que a exposição da amostra na solução ácida por mais de 5 segundos provocou, em alguns casos, a “queima” da superfície, impossibilitando a análise das imagens obtidas por microscopia óptica.

Microscopia ótica

As micrografias obtidas estão apresentadas na Figura 9.



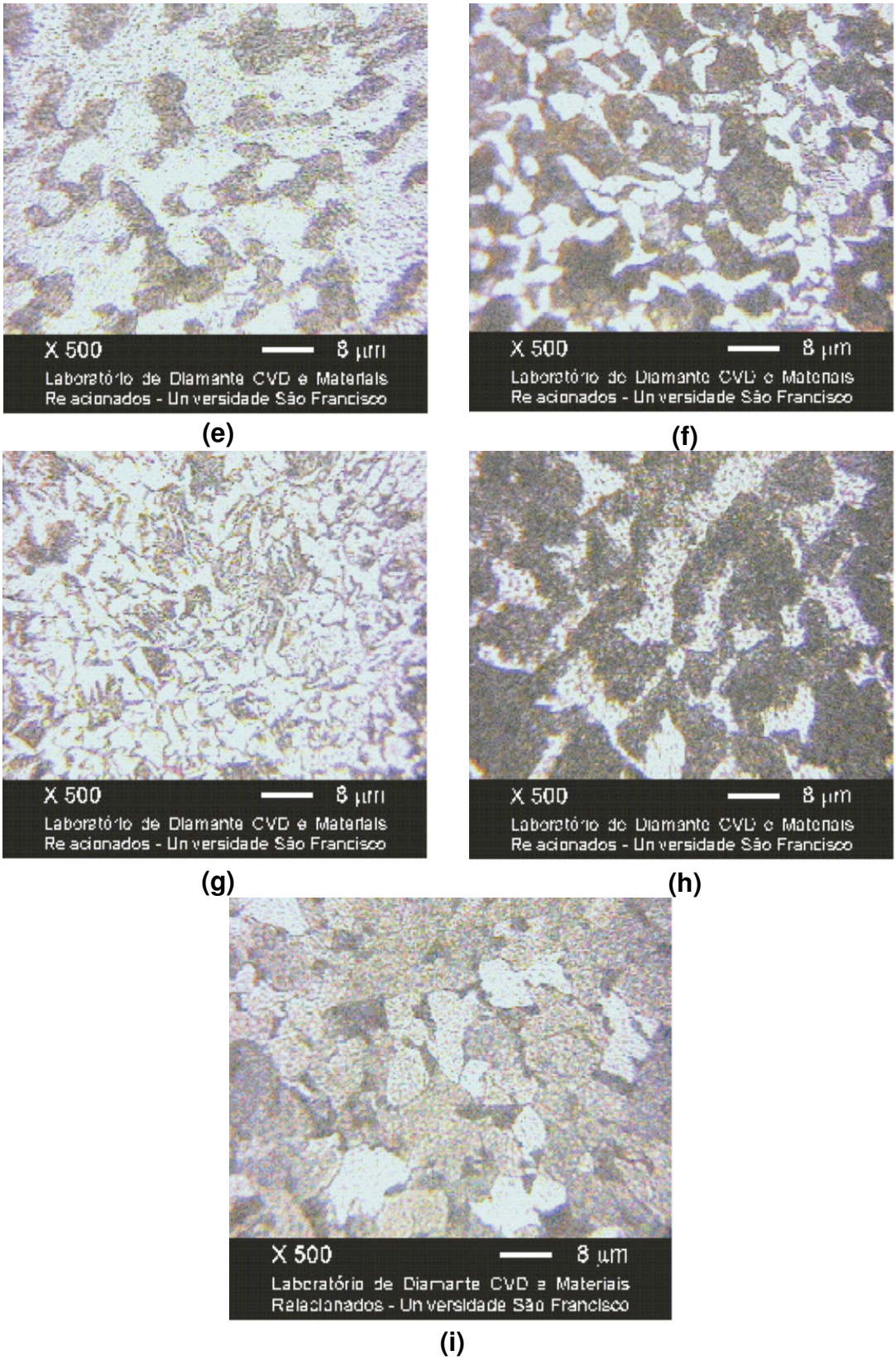


Figura 9. Micrografias da liga. Ataque químico Nital.

Determinação de tamanho de grão

A determinação do tamanho de grão foi realizada para uma das amostras, cuja micrografia está ilustrada na Figura 9 (a), uma vez que nessa imagem ficaram mais nítidos os grãos e seus contornos.

A norma de referência utilizada foi a ASTM E112-96 *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*. O método utilizado para a determinação do tamanho de grão foi o Método de Interceptos Lineares ou Método de Heyn.

Sobre a micrografia foram traçados oito segmentos de reta, cada um deles com 50 mm de comprimento. Para cada um deles, contaram-se quantos grãos foram interceptados pelos respectivos segmentos. Os resultados estão mostrados na Tabela 1. Como o objetivo do estudo consistia, principalmente, em familiarização com a microscopia óptica, procedeu-se a uma adaptação da norma, na medida em que a mesma estabelece o traçado de pelo menos 50 segmentos interceptores.

Tabela 1. Número de grãos interceptados pelos segmentos.

Segmento	Nº de grãos
1	8
2	7
3	11
4	6
5	6
6	8
7	8
8	8

Com os valores obtidos, calculou-se a média do número de grãos interceptados pelos sete segmentos.

$$N = (8 + 7 + 11 + 6 + 6 + 8 + 8 + 8)/8 \Rightarrow N = 7{,}75 \text{ grãos}$$

Em seguida, como na Figura 6, p. 250 da

A Norma ASTM E112-96 estabelece retas médias de 500 mm: dessa forma, realizando os ajustes necessários foi obtido o valor de 78 grãos.

$$X \approx 78 \text{ grãos}$$

Utilizando-se ainda a Norma ASTM E112-96, foi obtido o tamanho de grão (G) de 9,5 (correspondente a uma ampliação de 500 X..

Finalmente, utilizando a Norma ASTM E112-96 (p. 247), foi obtido o diâmetro médio do grão como sendo $d_m \approx 13{,}3\ \mu m$.

Do conjunto, pode-se perceber que aquelas micrografias ilustradas na Figura 9 – (b), (c), (d) e (e) são de difícil análise no que diz respeito à determinação do tamanho de grão, uma vez que os contornos não ficaram bem nítidos. Essas fotomicrografias foram apresentadas porque o objetivo principal do trabalho consistia na familiarização com as técnicas, daí ser importante a explicitação de resultados não satisfatórios.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Vários cuidados são necessários na fase de lixamento, polimento e ataque químico, para que seja possível a obtenção de boas imagens para a análise.

As micrografias ilustradas na Figura 9 – (a), (f), (g) e (i) permitem uma avaliação do tamanho médio de grão pela metodologia escolhida. A micrografia da Figura 9 – (a) foi a que se mostrou melhor para a análise proposta, uma vez que os contornos de grãos se apresentaram mais nítidos nas imagens obtidas.

As micrografias obtidas também permitem a identificação de duas fases (cementita e ferrita) nos materiais analisados: as regiões mais escuras em geral indicam uma maior presença de carbono (microconstituínte – perlita, formado pelas faces cementita e ferrita). As regiões mais claras indicam uma concentração menor de carbono (fase ferrita).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, Metals Test Methods and Analytical Procedures: **ASTM E-112-96**, *Annual Book ASTM Standards*, v. 03.01, 2000.

CALLISTER JR., W. D., **Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução.** 1ª ed. *Rio de Janeiro*: Livros Técnicos e Científicos Editora S.A. 2002. p. 589.

http://www.dcmm.puc-rio.br/cursos/mateng/Aula9.pdf. Acessado em 05/09/08.

http://www.dsif.fee.unicamp.br/~furio/IE607A/MO.pdf. Acessado em 05/09/08.

http://www.ufrgs.br/ct/ntcm/graduacao/ENG06638/IEM-Texto-1.pdf. Acessado em 05/09/08.

http://pt.wikipedia.org/wiki/Gr%C3%A3o_(metalurgia). Acessado em 06/09/08.

LUCAS, E. F.; SOARES, B. G.; MONTEIRO, E. **Caracterização de Polímeros.** 1ª ed. *Rio de Janeiro*: E-papers Serviços Editoriais. 2001. p. 366.

PADILHA, A. F. **Materiais de Engenharia.** 1ª ed. *Curitiba*: Hemus Livraria, Distribuidora e Editora S.A. 2000. p. 349

SHACKELFORD, J. F. **Ciência dos Materiais.** 6ª ed. *São Paulo*: Pearson Education do Brasil. 2008. p. 556.

VAN VLACK, L. H. **Princípios de Ciência e Tecnologia dos Materiais.** 4ª ed. Rio de Janeiro: Elsevier Editora Ltda. 2003. p. 567.