

08 a 11 de Outubro de 2018
Instituto Federal Fluminense
Búzios - RJ

ANÁLISE DA RESISTÊNCIA À PUNCTURA DO COBRE POR ENSAIO PADRONIZADO DE ULTRAMICRODUREZA

Denise Dantas Muniz¹ – denise.muniz@ct.ufpb.br

Eliandro Pereira Teles² – eliandropt@hotmail.com

Eduardo Braga Costa Santos³ – eduardo.santos@ct.ufpb.br

¹ Universidade Federal da Paraíba, Centro de Tecnologia, Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – João Pessoa, PB, Brazil

² Universidade Federal da Paraíba, Centro de Tecnologia, Graduação em Engenharia de Materiais – João Pessoa, PB, Brazil

³ Universidade Federal da Paraíba, Centro de Tecnologia, Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – João Pessoa, PB, Brazil

Resumo. O cobre é um dos elementos de grande valor e importância na indústria, sendo aplicado devido a sua facilidade de obtenção, boa condutibilidade térmica e elétrica, além da capacidade de trabalhabilidade deste material quando em temperatura ambiente. Este trabalho tem por objetivo analisar as características superficiais do cobre quando submetido a punctura, analisando sua resistência mecânica à penetração por indentador e em função do tratamento superficial recebido. A amostra foi analisada em microscopia ótica em diversas fases durante o tratamento superficial recebido e submetido a ensaio de ultramicrodureza variando a carga aplicada em 4 valores específicos. Os resultados apontam uma melhoria significativa da amostra quando submetido a tratamento superficial de lixamento e polimento com alumina, reduzindo drasticamente as rugosidades superficiais. Observou-se que o ataque com cloreto de ferro hexahidratado proporciona uma melhor visualização dos contornos de grão a partir dos 25 segundos de imersão da superfície.

Palavras-chave: Cobre, Ultramicrodureza, Resistência à penetração, Tratamento Superficial.

COPPER'S PUNCTURE RESISTANCE ANALYSIS BY STANDARDIZED ULTRAMICROHARDNESS TEST

Abstract. Copper is one of the elements of great value and importance in the industry, being applied due to its ease of production, good thermal and electrical conductivity, and the workability of this material when at room temperature. This work aims to analyze the surface

characteristics of copper when subjected to puncture, analyzing its mechanical resistance to penetration by indenter and as a function of received surface treatment. The sample was analyzed under optical microscopy in several phases during the surface treatment and submitted to ultramicrohardness test varying the applied load in 4 specific values. The results indicate a significant improvement of the sample when submitted to surface treatment of sanding and polishing with alumina, drastically reducing surface roughness. It was observed that etching with hexahydrated iron chloride provides a better visualization of the grain boundaries from the 25 seconds of surface immersion.

Keywords: *Copper, Ultramicrohardness, Puncture, Surface treatment*

1. INTRODUÇÃO

O cobre é um metal de transição localizado na família 1B (grupo 11) da tabela periódica, com número atômico 29, massa atômica 63,546 e raio atômico calculado de 128 pm (picômetros = 10^{-12}). Sua estrutura é cúbica de face centrada, cujas propriedades físicas mais importantes são o ponto de fusão (1357,77 K), ponto de ebulição (2835 K), entalpia de fusão (13,26 kJ/mol), entalpia de ebulição (300,4 kJ/mol), densidade teórica de 8,92 g/cm³ e condutividade térmica de 401 W/(m·K) (BROCCHI, 2007; CALLISTER E RETHWISCH, 2012; SMITH E HASHEMI, 2012). Suas principais características envolvem a maleabilidade, boa condutividade térmica e elétrica, boa trabalhabilidade, ductibilidade, usinabilidade e resistência mecânica, sendo considerado um metal nobre na indústria.

Suas principais aplicações incluem a produção de ligas metálicas como o latão (zinco), bronze (estanho), cuproaluminídeos, cuproníqueis e ouro 18k (75% ouro e 25% cobre). Porém sua aplicação mais observável é na produção de condutores elétricos (cabos, conectores, contatos elétricos, fabricação de motores) e equipamentos (aquecedores solares, condutores de calor, tubulações de água). Para identificar características em escala microscópica do cobre e delimitar uma aplicação em função de sua microestrutura, se faz necessário o uso da microscopia (BROCCHI, 2007; CALLISTER E RETHWISCH, 2012; SMITH E HASHEMI, 2012).

A microscopia é uma técnica de captura e análise de imagem cujo objetivo é obter imagens ampliadas de um objeto, permitindo a distinção de detalhes não visíveis a olho nu, considerando a análise sob três parâmetros: aumento, resolução e contraste (COLPAERT, 2008; MANNHEIMER, 2002). No caso de metais, a microscopia ótica é utilizada para identificar na área de superfície elementos como contornos de grão, efeitos de ataque químico à superfície lixada e polida, existência de rugosidades, qualidade do lixamento e polimento em amostras para realização de ensaios de dureza, microdureza e ultramicrodureza.

Um dos ensaios não destrutivos (END) mais utilizados é o ensaio de dureza, cujo procedimento usual se faz por indentação instrumentada de uma amostra. A dureza é uma propriedade no qual o material oferece resistência ao riscamento de sua superfície, à penetração de um material sobre este, ao corte por uma ferramenta, à deformação plástica permanente e/ou ao tratamento térmico ou mecânico de um metal e respectivo desgaste (SOUZA, 1995; SILVA JÚNIOR E MARQUES, 2006; SMITH E HASHEMI, 2012; SCHON, 2013).

Os ensaios de dureza mais utilizadas são o Brinell, Rockwell, Vickers e Knoop. As principais escalas de dureza juntamente com uma breve descrição são apresentadas na Tabela 1, onde os valores obtidos estão em função de medições ou conversões de unidades de força pela área de superfície de contato, conforme Souza (1995) descreve. O valor de dureza para

cada um destes tipos de ensaio depende da forma do indentador e da carga aplicada, sendo estes indentadores feitos de aço temperado, carbeto de tungstênio ou diamante (SMITH E HASHEMI, 2012). Os ensaios normalizados são realizados aplicando-se lentamente uma determinada carga ao indentador, que o faz penetrar perpendicularmente à superfície da amostra (SMITH E HASHEMI, 2012; SCHON, 2013).

Tabela 1 – Principais escalas de dureza (SOUZA, 1995).

Escala	Aparecimento	Descrição geral do método	Fórmula
Mohs	1822	Mede a capacidade de um material riscar o outro	Mínimo: Talco (1) Máximo: Diamante (10)
Martens	1890	Dureza por risco. Carga e ângulo do penetrador fixos.	-----
Brinell (HB)	1900	Penetração de uma esfera de aço de diâmetro “D” sob ação de uma força F. Impressão é uma calota esférica de diâmetro “d”.	$HB = \frac{2F}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})}$
Rockwell (HR)	1922	Mede-se a penetração de uma ponta sob ação de uma carga fixa. Usa-se várias pontas e cargas.	-----
Vickers (HV)	1925	Mede-se as diagonais da base “d” da indentação causada pela penetração de uma pirâmide sob ação de uma força F.	$HV = 1,8544 \frac{F}{d^2}$

A tabela supracitada aponta as principais características observadas para a realização das medidas de dureza de acordo com os recursos disponibilizados, de forma que as medidas Brinell e Vickers são as mais utilizadas por possuírem um modelo de análise objetivo dos dados aferidos.

Ensaio de ultramicrodureza são ensaios de dureza dinâmica, a qual relaciona força máxima aplicada durante o ciclo de indentação se referem às indentações estáticas provocadas por cargas inferiores a 2N e penetração inferior a 0,2 µm, podendo os indentadores serem pirâmides de base quadrada de Vickers ou de base triangular de Berkovich, conforme ISO 14577-1 (ISO, 2015) e ASTM E-384 (ASTM, 2017). O procedimento é muito semelhante ao teste padrão Vickers, com exceção da escala aplicada – microscópica – e da precisão superior dos instrumentos (SOUZA, 1995).

O indentador de Berkovich é um tipo de indentador no qual sua geometria é de uma pirâmide de três lados que é geometricamente auto-similar, cujo perfil muito plano, tem um ângulo total de 142,3° e ângulo médio de 65,27°. Este indentador de Berkovich tem a mesma proporção projetada de área para profundidade como o indentador Vickers e tem a vantagem de manter a geometria em escalas nanométricas (DE LIMA, 2011).

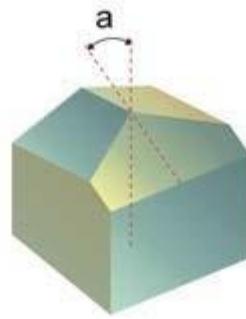


Figura 2 – Esquematização de um indentador Berkovich mostrando um ângulo médio.

Como o indentador é um tetraedro, é mais fácil das pontas serem mantidas em seu formato original e mais facilmente utilizadas para os testes de nanoindentação. É tipicamente utilizado para ensaiar materiais preenchidos e filmes finos com espessuras conforme normas (ISO, 2015; ASTM, 2017). O objetivo deste trabalho foi caracterizar o cobre através do ensaio de ultramicrodureza e avaliar a propriedade de resistência a punctura do material metálico cobre, analisando a variação da profundidade de penetração residual do cobre em função da carga aplicada, determinando dureza e o módulo de elasticidade, assim como analisar as características da superfície em função do tratamento superficial realizado.

2. METODOLOGIA

Todo o procedimento foi realizado na área de Metalografia do Laboratório de Solidificação Rápida da Universidade Federal da Paraíba (LSR – UFPB) e a preparação da amostra seguiu as recomendações observadas em Colpaert (2008).

A amostra de cobre foi cortada com serra de arco, gerando 3 amostras e a amostra com superfície visualmente menos danificada foi analisada no microscópio ótico (MO) modelo BX41M-LED, marca Olympus com resolução de 50x. Em seguida, lixas d'água no tamanho de 200, 320, 420, 600, 800, 1000 e 1200 foram utilizadas em um suporte para lixas para realizar o lixamento em água corrente de fluxo controlado.

Foram realizados movimentos unidirecionais de baixo para cima e girando a amostra em 90° a cada 20 passadas contadas e perfazendo um total de 80 passadas em cada tamanho de lixa, totalizando um total de 560 passadas antes de nova captura de imagem pelo MO.

Após o MO da amostra lixada, esta foi levada para ser polida em politriz utilizando para tal uma solução de alumina disponível na área de metalografia do LSR. A politriz já estava montada com lixa apropriada para polimento de metais e a alumina foi colocada em quantidade considerada suficiente para realizar o polimento a uma velocidade de 125 rpm durante $1 \pm 0,05$ minuto, contrarrotacionando em 90° a amostra a cada $10 \pm 0,5$ segundos para efetivar o polimento da superfície da amostra.

A amostra polida então foi lavada em água destilada expelida por pisseta e seca em secador semiprofissional para cabelos durante 30 ± 1 segundos, sendo esta levada novamente para MO e capturada imagens da superfície polida. Em seguida, realizou-se o ensaio de ultramicrodureza, utilizando ultramicrodurômetro da marca Shimadzu modelo DUH-211S com indentador de Berkovich, variando as cargas em 250, 500, 750 e 1000 mN em triplicata durante 10 segundos, com velocidade de carga de $13,47 \text{ mN}\cdot\text{s}^{-1}$, coeficiente de Poisson de 0,3 e força mínima em 1,96 mN. O número de ensaio para cada carga, bem como o número de penetrações para cada carga foram selecionados e realizados conforme especificações da

norma ISO 14577-1 (2015). Tanto os valores de dureza como o módulo de elasticidade foram fornecidos pelo ultramicrodurômetro Shimadzu modelo DUH-211S. Após o ensaio de ultramicrodureza realizado, os valores médios de dureza para cada carga, assim como o módulo obtido para cada carga foram coletados e podem ser verificados na Tabela 2.

Em seguida a amostra foi novamente lixada e polida, conforme supracitado, para realização de ataque com cloreto de ferro hexahidratado. A imersão da amostra foi realizada em dois tempos: 15 e 25 (± 1) segundos, lavada logo em seguida com álcool etílico e seca em secador semiprofissional para cabelos por 15 ± 1 segundos. Novo MO foi realizado e repetição do procedimento completo realizado para a imagem com ataque por 25 segundos, conforme figura 2 seguinte.

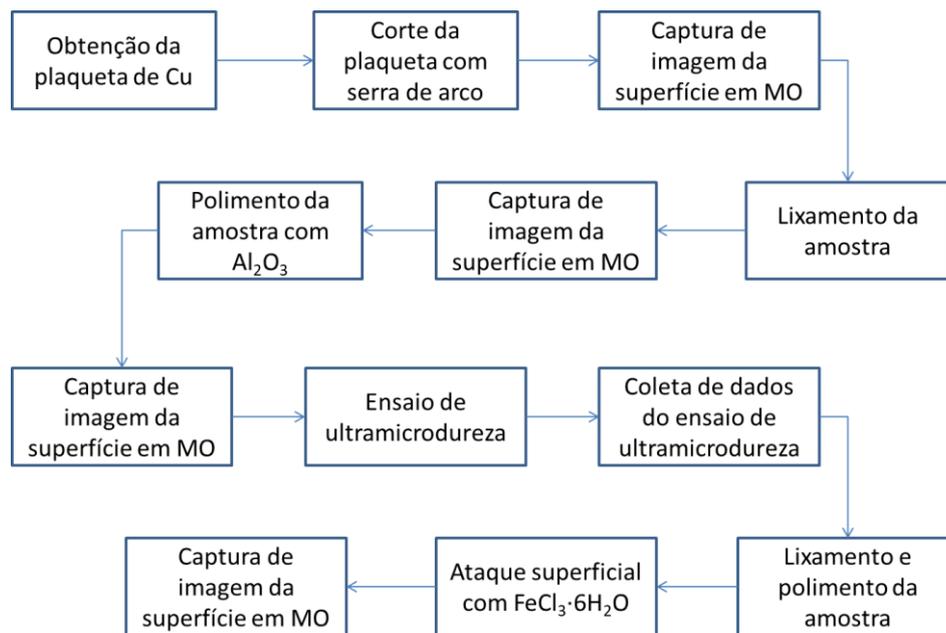


Figura 2 – Fluxograma do procedimento aplicado para a realização do experimento (adaptado Colpaert, 2008).

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

A partir do processo descrito na figura 2, é necessário observar a questão da repetibilidade do procedimento, uma vez que não é descrito na literatura padrões objetivos quanto ao lixamento e polimento de amostras para se averiguar a qualidade deste processo, de forma que a avaliação da qualidade do polimento normalmente é realizado sob parâmetros subjetivos e que dependem diretamente da percepção do pesquisador para realizar os procedimentos do ensaio de ultramicrodureza, o que não é aplicado neste estudo.

De acordo com as imagens obtidas em microscopia, a amostra inicialmente apresentou uma grande quantidade de rugosidades superficiais e possíveis oxidações decorrentes da submissão da amostra às condições ambientais na qual estava submetida, conforme figura 3.

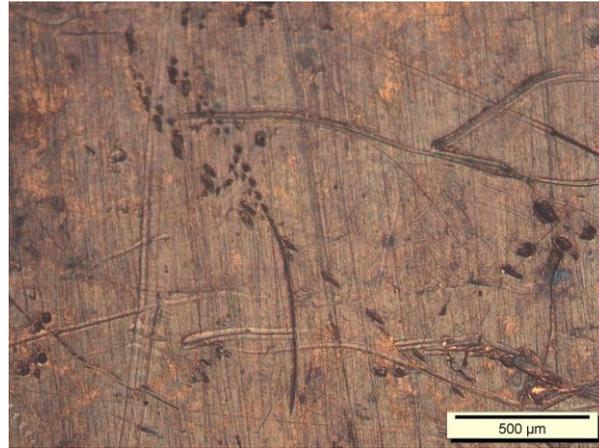


Figura 3 – Amostra de cobre sem tratamento superficial. Ampliação 50x.

O lixamento sequencial da amostra, conforme metodologia apresentada, removeu as rugosidades superficiais mais evidentes e as oxidações nas camadas mais externas, permitindo observar a amostra com maior distinção e averiguar o brilho refletido pelo mesmo. No entanto, a amostra ainda se mostra inadequada para o ensaio de ultramicrodureza devido as marcas do próprio lixamento, conforme figura 4.



Figura 4 – Amostra de cobre após lixamento em lixa d’água na seqüência 200, 320, 420, 600, 800, 1000 e 1200. Micrografia após a lixa 1200. Ampliação 50x.

Face a esta condição, o polimento realizado com solução de alumina na amostra eliminou as ranhuras do lixamento na superfície da amostra de forma efetiva, eliminando as rugosidades que poderiam comprometer a qualidade das medidas do ensaio de ultramicrodureza e mostrando pontos na superfície da amostra, conforme figura 5, que podem ser microdefeitos provocados pelo aquecimento decorrente do corte da peça com a serra de arco.

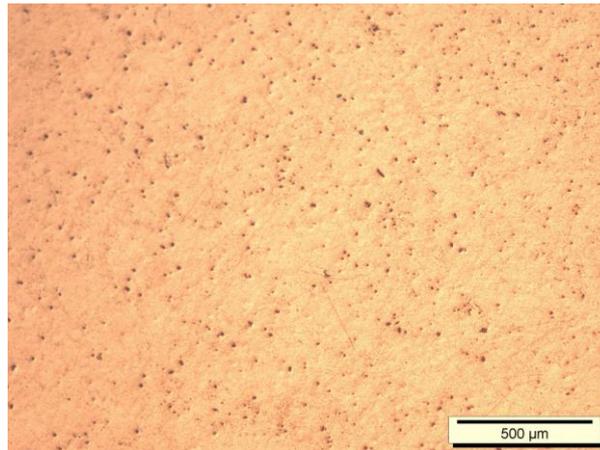


Figura 5 – Amostra de cobre após lixamento e polimento com solução de alumina. Ampliação 50x.

Nos ensaios de ultramicr dureza, conforme os procedimentos estabelecidos pela norma ISO 14577-1 (2015), os resultados obtidos mostram que, à medida que se aumenta a carga aplicada na amostra, o módulo de elasticidade e sua profundidade de penetração aumentam. No entanto, é possível averiguar que a evolução da força aplicada chega a um determinado valor limite, estabiliza e decai rapidamente sem haver uma redução da profundidade de penetração e, em seguida, há uma redução da profundidade quando a força aplicada está em níveis residuais.

Esta característica indica que o cobre tem a capacidade de recuperação elástica parcial, mesmo que a amostra tenha sido submetida a uma deformação plástica, conforme a figura 6 seguinte. Destaca-se que para a indentação a 750 mN, a evolução da profundidade de penetração se mostra menos resistente do que as demais cargas aplicadas, devido à provável presença de falha na microrregião indentada com esta carga.

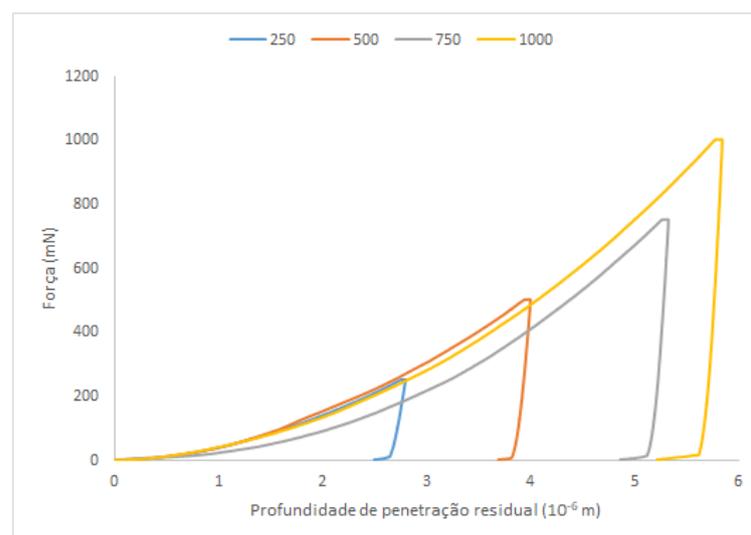


Figura 6 – Relação Força x Penetração na amostra de cobre.

Para os valores obtidos de dureza, conforme tabela 2 seguinte, indica que o aumento da carga aplicada, de 250 a 1000 mN, indica uma redução da leitura de dureza do material de

forma que a dispersão dos dados não é uniforme, indicando variabilidade da propriedade de dureza do cobre em função da carga aplicada. Deste modo, a dureza pode ser correlacionada com o limite de proporcionalidade (ASTM, 2017), indicando que o cobre atinge sua capacidade limite de acomodação espacial da microestrutura quando submetido a uma carga de 750 mN, consequência de um possível defeito microestrutural presente na microrregião analisada. Qualquer carga de valor superior não oferece o tempo necessário para que a estrutura de cobre possa se rearranjar e acomodar a carga e, com isto, a estrutura oferece resistência à penetração e a dureza toma sentido crescente, conforme figura 7 demonstra.

Tabela 2 – Dureza, módulo de elasticidade e profundidade de penetração média em função da carga aplicada.

Força (mN)	Dureza (HV)	Módulo de elasticidade (MPa)	Profundidade máxima de penetração (μm)
250	110,01	$1,28 \times 10^5$	2,6707
500	107,32	$1,89 \times 10^5$	3,8752
750	90,698	$1,97 \times 10^5$	5,1916
1000	100,405	$2,30 \times 10^5$	5,6999

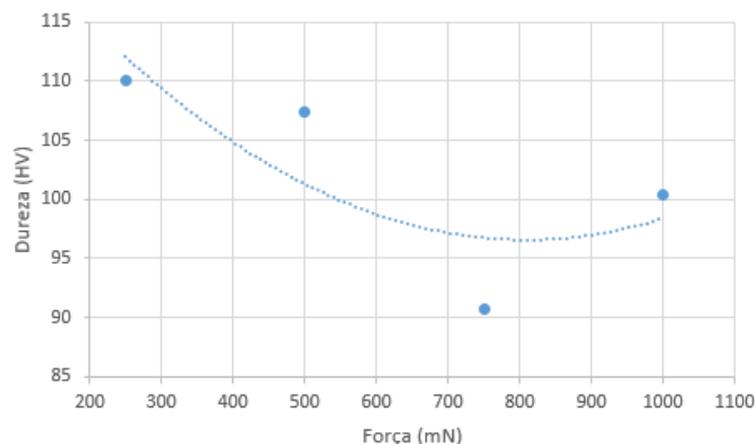


Figura 7 – Dureza em função da carga aplicada.

A Lei de Hooke (SILVA JÚNIOR E MARQUES, 2006; GARCIA, SPIM, DOS SANTOS, 2012) determina que, uma vez atingida a tensão limite de proporcionalidade, a deformação nele produzida é proporcional e sua relação é linear. Visto isso, é possível deduzir que a carga aplicada é diretamente proporcional ao módulo de elasticidade (E) do material. As variações mais significativas estão na faixa de 250 para 500 mN (+47,65%) e de 750 para 1000 mN (+16,75%), conforme figura 8, indicando a sua linha de tendência linear que existe uma correlação significativa entre os valores obtidos do E com a carga aplicada, uma vez que a dispersão dos pontos é menor em relação à dureza.

Observa-se também que a profundidade máxima de penetração aumenta com a carga aplicada, porém a variação de penetração reduz e identifica-se uma forte correlação entre a profundidade máxima e a carga aplicada no cobre, conforme figura 9. Isto indica que a velocidade de conformação da microestrutura do cobre aumenta conforme o aumento da carga aplicada, corroborando com as informações da tabela 2.

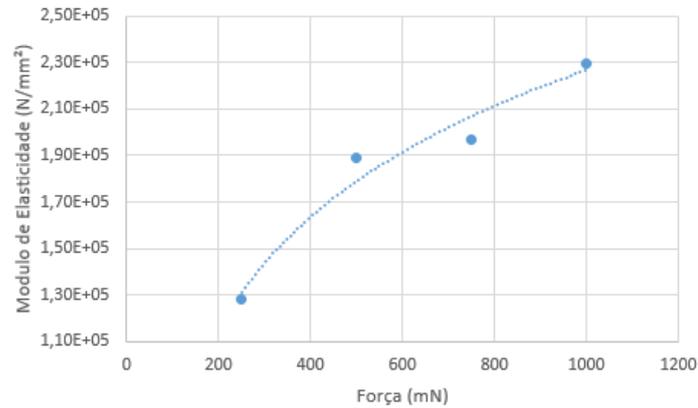


Figura 8 – Módulo de elasticidade em função da carga aplicada.

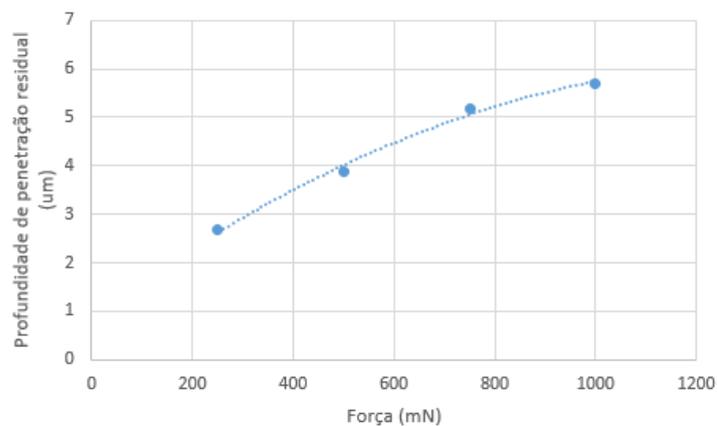


Figura 9 – Profundidade máxima de penetração em função da carga aplicada.

Após o ensaio, a amostra foi lixada e polida novamente para a execução do ataque com $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (cloreto de ferro hexahidratado) para observar a formação de contornos de grão. Os ataques realizados em 15 e 25 segundos, respectivamente, mostram que aos 15 segundos, a amostra não agiu de forma efetiva ao fazer o ataque e os contornos de grão não se apresentam. Em 25 segundos, o ataque apresentou os primeiros sinais de efetividade, apresentando no canto superior direito princípios de contorno de grão, conforme figura 10 seguinte, removendo quase em sua totalidade os defeitos observados na figura 5.

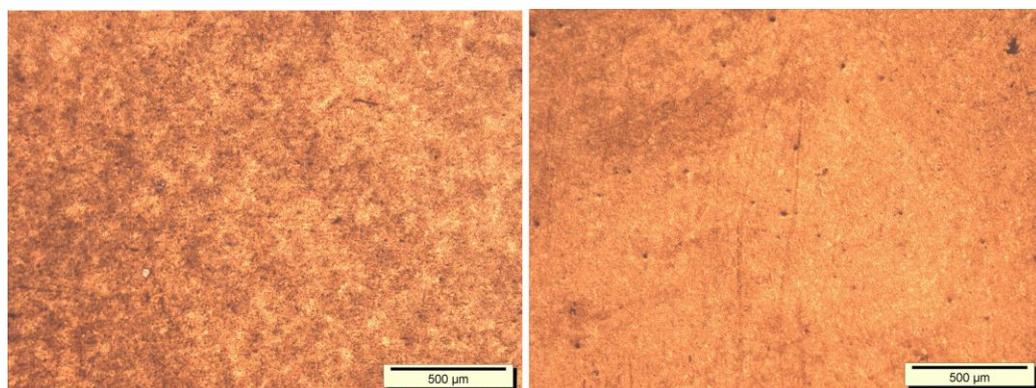


Figura 10 – Superfície da amostra de cobre após ataque de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ por 15 segundos (esq.) e por 25 segundos (dir.)

4. CONCLUSÕES

De acordo com as informações obtidas, conclui-se que o experimento cujas características analisadas apontam que a dureza de um material está em função de um limite de carga aplicada, reduzindo o número da dureza. Porém, ao ultrapassar este limite, valores de carga aplicada implicam em um aumento de dureza do material, uma vez que a velocidade de acomodação do material se mostra insuficiente para distribuir a carga aplicada.

Não é possível estabelecer se existe a possibilidade de formação de trincas a partir da carga aplicada no indentador com os recursos utilizados, porém é dedutível pelas informações computadas que o material oferece resistência à indentação, mas que a resistência está em função da velocidade de acomodação dos átomos da estrutura e na capacidade de dispersão da energia em função do volume da amostra analisada.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- American Society for Test and Materials – ASTM. (2017) “*Standard test method for microindentation hardness of materials*”, ASTM, West Conshohocken, USA.
- Brocchi, E. A. (2017) “*Os metais: origens e principais processos de obtenção*”, Disponível em <http://www.ccead.puc-rio.br/>, Rio de Janeiro.
- Callister, W. D.; Rethwisch, D. G. (2012) “*Ciência e engenharia de materiais: uma introdução*”, 8ª edição, Tradução de S. M. S. Soares, LTC.
- Colpaert, H. (2008) “*Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns*”, 4ª edição revista e atualizada por A. L. V. Costa e Silva, Blucher, São Paulo.
- De Lima, B. A. S. G. (2011) “*Propriedades mecânicas da liga Al-Cu-Fe-B com estrutura icosaedral através da técnica de endentação instrumentada*”, Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica), Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa.
- Garcia, A.; Spim, J. A.; Dos Santos, C. A. (2012) “*Ensaaios dos matérias*”, 2ª ed, LTC, Rio de Janeiro.
- International Standardization For Oraganisation – ISO. (2015) “*Metallic materials – instrumented indentation test for hardness and materials parameters – part 1: test method*”, ISO, Genebra.
- Mannheimer, W. A. (2002) “*Microscopia dos materiais: uma introdução*”, Colaboração de P. F. Schmidt, G. F. Vander Voort e D. B. Williams, Sociedade Brasileira de Microscopia e Microanálise, Rio de Janeiro.
- Schon, C. G. (2013) “*Mecânica dos materiais: fundamentos e tecnologia do comportamento mecânico*”, Elsevier, Rio de Janeiro.
- Silva Junior, S. F.; Marques, P. V. (2006) “*Ensaaios Não Destrutivos*”, Disponível em <http://www.demec.ufmg.br/>, Belo Horizonte.
- Smith, W. F.; Hashemi, J. (2012) “*Fundamentos de Engenharia e Ciência dos Materiais*”, 5ª edição, Reimpressão, Tradução de N. G. Costa, R. D. M. de Carvalho e M. L. N. M. Melo, AMGH, Porto Alegre.
- Souza, S. A. (1995) “*Ensaaios mecânicos de materiais metálicos: fundamentos teóricos e práticos*”, 5ª edição, 6ª reimpressão, Edgard Blücher Ltda, São Paulo.