



UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA
Escola Politécnica
DCTM - Departamento de Ciência e Tecnologia dos Materiais

Técnicas de Caracterização de Materiais

Técnicas de Caracterização Microestrutural (MO, MEV, MET)

Prof. Dr. Daniel Véras Ribeiro
verasribeiro@hotmail.com



1




Introdução

- Observação estrutural: macroestrutura e micro-estrutura;
- Observação da macroestrutura: a olho nu ou com baixos aumentos (até ~10x, superfície externa);
- Observação da microestrutura: microscopia óptica e microscopia eletrônica.



Macroestrutura de um lingote de chumbo apresentando os diferentes grãos.

2



Introdução

- Estrutura x escala

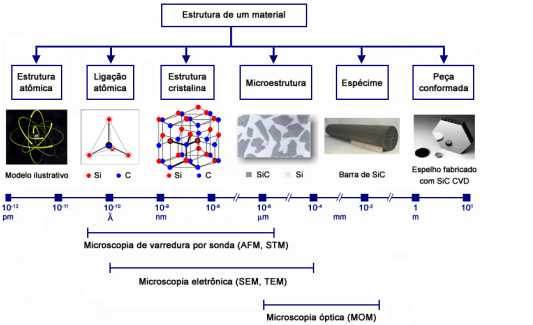


Diagram illustrating the structure of a material across different scales: Estrutura atômica, Ligação atômica, Estrutura cristalina, Microestrutura, Espécime, and Peça conformada. It includes a scale bar from 10⁻¹¹ m to 10¹ m and lists microscopy techniques: Microscopia de varredura por sonda (AFM, STM), Microscopia eletrônica (SEM, TEM), and Microscopia óptica (MOM).

3



Introdução

- Olho humano: o pioneiro instrumento de análise




Diagram of the human eye with labels for various parts: Bulbo Ocular, Seção Transversa, Córnea, Íris, Lente, etc.

Defeitos visuais:

- **miopia** – formação da imagem anterior à retina.
- **hipermetropia** – formação da imagem posterior à retina.
- **astigmatismo** – falta de simetria radial do olho.

4



Introdução

- Olho humano: o pioneiro instrumento de análise
- Retina: projeção das imagens captadas pelo olho

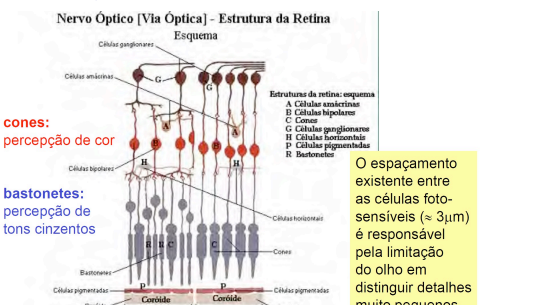



Diagram of the retina structure showing the Nervó Óptico [Via Óptica] - Estrutura da Retina. Labels include: Células ganglionares, Células amácricas, Células bipolares, Células horizontais, Células pigmentadas, Bastonetes, Cones, etc.

O espaçamento existente entre as células foto-sensíveis ($\approx 3\mu\text{m}$) é responsável pela limitação do olho em distinguir detalhes muito pequenos.

5



Introdução

- Os primeiros instrumentos óticos

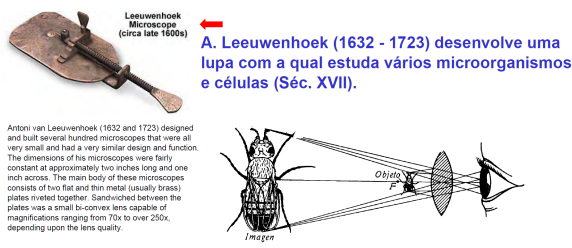


Image of a Leuvenhoek Microscope (circa late 1600s) and a diagram showing light rays from an object (lupa) passing through a lens to form an image.

A. Leeuwenhoek (1632 - 1723) desenvolve uma lupa com a qual estuda vários microorganismos e células (Séc. XVII).

Lupa: lente de cristal, normalmente biconvexa, cujo aumento é 1/f.

<http://micro.magnet.fsu.edu/primer/museum/leeuwenhoek.html>

6

Introdução

- Séc. XVII Instrumentos óticos dotados de lentes objetiva e ocular, que permitem maior ampliação na imagem.;

Microscópio usado por Hooke

Bactérias por Leeuwenhoek

Robert Hooke (1635 - 1703): descoberta da estrutura celular.
 Antony van Leeuwenhoek (1632-1723): estudos de bactérias.
 Marcello Malpighi (1628-1694): estudos histológicos em plantas.

7

Introdução

- Resoluções* típicas obtidas por diversas técnicas de microscopia e a olho nu

Microscópios	Resolução aproximada	Ampliação	Fonte	Requisito amostra
Olho humano	0,1 mm	--	Luz visível	Material (volume)
MO	100 nm	até 2.000 x	Luz visível	Material (superfície) polida
MEV	0,1 nm	10 - 1.000.000 x	Feixe eletrônico	Material (volume)
MET	0,5 nm	1.000 - 3.000.000 x	Feixe eletrônico	Filmes finos (e ~100 nm)

* Resolução: menor distância distinguível entre dois pontos

8

Introdução

- Poder de Resolução

Poder de resolução (δ): capacidade do instrumento ótico em produzir imagens separadas de finos objetos muito aproximados

→ Critério de Rayleigh:
$$\delta = \frac{0,61 \cdot \lambda}{\mu \cdot \text{sen } \beta}$$

→ Luz visível: $350 < \lambda < 800 \text{ nm}$

→ Raios-X: $\lambda < 0,2 \text{ nm}$

→ Elétrons: $\lambda < 0,015 \text{ nm}$

NA

Limites práticos:

- Olho humano: $\delta \sim 0,2 \text{ mm}$
- Microscópio ótico: $\delta \sim 0,2 \mu\text{m}$
- Microscópio eletrônico: $\delta < 1 \text{ nm}$

9

Introdução

- Profundidade de campo (depth of field - d)

Profundidade com que detalhes existentes em diferentes planos possam ser visualizados em foco.

$$d = \frac{\lambda \cdot n}{NA^2} + \left(\frac{n \cdot NA}{M} \right) \cdot \delta$$

λ - comprimento de onda;
 n - índice de refração;
 NA - abertura numérica;
 M - aumento;
 δ - resolução;

Magnification	Numerical Aperture	Depth of Field (μm)
4x	0.10	15.5
10x	0.25	8.5
20x	0.40	5.8
40x	0.65	1.0
60x	0.85	0.40
100x	0.95	0.19

10

Microscopia Ótica (Metalografia)

11

O Microscópio Ótico (Séc. XIX)

Luz com incidência perpendicular à amostra

Prensa para alinhar amostra

12

Microscopia Óptica

(a) e (b) Formação do contraste entre grãos.
 (c) Micrografia óptica de um latão (Cu-Zn) policristalino. Aumento: 60X.

(a) e (b) Formação da imagem dos contornos de grão.
 (c) Micrografia óptica de uma liga Fe-Cr. Aumento: 100X.

13

Microscopia Óptica - Tipos

Microscópio ótico de luz refletida:
 tipicamente usado para superfícies opacas, como as amostras metálicas.

Microscópio ótico de luz transmitida:
 tipicamente usado para materiais translúcidos, como as amostras poliméricas ou biológicas.

14

Microscopia Óptica

• Luz Visível

Os comprimentos de onda dos raios-X são da mesma magnitude que as distâncias atômicas.

Para análise de raios-X, comprimentos de onda entre 0,1 e 2,5 Å são usados.
 1 nm = 10 Å = 10⁻⁹ m

15

Microscopia Óptica

• Lentes convergentes

Propriedades das lentes:

- o feixe de luz paralelos ao eixo ótico da lente são refratados para um ponto, denominado **foco**.
- o feixe de luz que passa pelo centro de simetria da lente não sofre refração (desvio).

Equação das lentes **Ampliação:**

$$\frac{1}{f} = \frac{1}{u} + \frac{1}{v}$$

$$M = \frac{v}{u}$$

16

Microscopia Óptica

• Características da Lente Objetiva

©Antlers Optics

17

Microscopia Óptica

• Resolução

$$R = (0,61.\lambda)/(N.A.)$$

- A resolução (R) é definida como sendo a capacidade do sistema ótico discernir com nitidez dois riscos muito próximos. (↓ resolução, ↑ nitidez)
- Menor a resolução (distância entre 2 pontos) maior será o detalhe estrutural que pode ser analisado pelo microscópio ótico com nitidez

18

Microscopia Óptica

- Resolução**

$$R = (0,61.\lambda)/(N.A.)$$

- R : é a resolução do sistema ótico do microscópio ótico
- λ : é o comprimento de onda da fonte de luz utilizada no sistema ótico
- N.A. : é a abertura numérica da lente objetiva. Está diretamente associado com a qualidade da lente utilizada na ocular e na objetiva.

19

Preparação da Amostra

- Corte das Amostras;**



- Embutimento;**

PRESSIONA







20

Preparação da Amostra

- Embutimento**

- À quente
Mais comum.



- À frio

Tubo de PVC (cano plástico de água) de 3 a 5 cm de altura e uma placa de vidro retangular de aproximadamente 10 x 25 cm, com aproximadamente 5 mm de espessura.



- À vácuo

Amostras porosas e também para amostras onde existem paredes finas que não podem ser alteradas ou quebradas

21

Preparação da Amostra

- Resinas**

Resinas termofixas
Baquelite



Resinas termoplásticas
PMMA - Acrílico



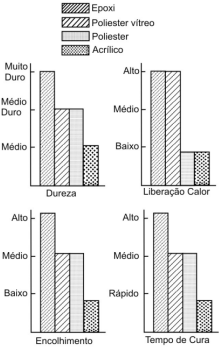
22

Preparação da Amostra

- Resinas**

- Baquelite

Epoxi
 Poliester vidro
 Poliester
 Acrílico



23

Preparação da Amostra

- Lixamento e Polimento;**



Manual, com lixas # 240, 320, 400, 600.





Mecânica, com lixa # 800 e pano de feltro com solução de alumina 1 μ m.

24

Preparação da Amostra

- Lixamento e Polimento;

Lixas de água



Pano de polimento



25

Preparação da Amostra

- Lixamento e Polimento;

Pasta e suspensão de diamante



Agentes de polimento de alumina, sílica, óxido de cromo



26

Preparação da Amostra

- Cuidados com as amostras.
- Metálicas ⇒ susceptível a deformação;
- Cerâmicas ⇒ facilidade de surgimento de trincas;
- Poliméricas ⇒ material entre laminas de vidro (microscópio ótico de luz transmitida)

27

Preparação da Amostra

- Ataque Químico;

Efeito do ataque químico em uma superfície metálica polida



(a) amostra polida e não atacada quimicamente;
 (b) amostra polida e atacada quimicamente;
 (c) amostra polida e atacada quimicamente com maior intensidade.

28

Preparação da Amostra

- Ataque Químico;

Efeito do ataque químico em uma superfície metálica polida



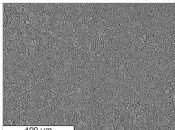
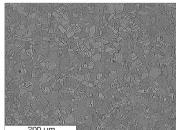
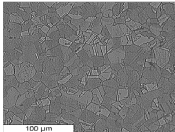
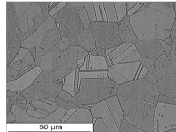

Cobre atacado com reagente adequado delineando os contornos de grãos Corpo de prova de cobre atacado em excesso (queimado) compare com microestrutura ao lado

29

Preparação da Amostra

- Ataque Químico;

Cu-30%Zn deformado e recozido

Estrutura de grãos da fase β – Com baixos aumentos difícil de observar

30

Escala

- Nunca escrever o aumento no texto ou legenda!!!!

31

Microscopia Óptica

- A forma de distribuição, morfologia e dimensão dos cristais;
- Presença de periclásio e cal livre;
- Considerações sobre o processo de moagem, tempo e temperatura de clínquerização e condições de resfriamento;
- Ataques químicos com reagentes;
- Quantificação
- Contagem de pontos.

32

Amostras de Clínquer

Microestrutura dos clínques calcinados a 1340°C, obtidas por microscopia óptica. (A) Referência, (B) 0,5% de TiO₂, (C) 1,0% de TiO₂ e (D) 2,0% de TiO₂.

Mariani (2017)

33

Amostras de Clínquer

Fotomicrografia 1 - amostra A3 - cristais de alita idiomórficos com bordas retilíneas e fase intersticial variando de vítrea a semicristalizada.

Fotomicrografia 2 - amostra B6 - cristais de alita sub-idiomórficos com bordas sub-retilíneas (verde e azul); cristais de belita arredondados (laranja) dispostos em zona.

Ataque químico: HNO₃ para observação dos silicatos e KOH + sacarose para visualizar a fase intersticial.

Gobbo (2003)

34

Amostras de Clínquer

Fotomicrografia 3 - amostra B5 - cristais de alita idiomórficos (azul), com bordas retilíneas; presença de zona de belita.

Fotomicrografia 4 - amostra C5 - cristais de alita sub-idiomórficos, com bordas sub-retilíneas (azul); fase intersticial varia de semicristalizada à cristalizada.

Ataque químico: HNO₃ para observação dos silicatos e KOH + sacarose para visualizar a fase intersticial.

Gobbo (2003)

35

Amostras de Clínquer

Fotomicrografia 5 - amostra D1 - cristais de alita sub-idiomórficos; a fase intersticial é cristalizada e o álcali-aluminato pode ser observado (cinza).

Fotomicrografia 6 - amostra E7 - cristais de alita sub-idiomórficos com bordas sub-retilíneas; fase intersticial é cristalizada.

Ataque químico: HNO₃ para observação dos silicatos e KOH + sacarose para visualizar a fase intersticial.

Gobbo (2003)

36

Amostras de Clínquer

Fotomicrografia 1 - amostra C2 - a cal livre pode ser verificada em 3 zonas (preto).

Fotomicrografia 2 - amostra C2 - aglomeração ou zona de cal livre: ampliação da fotomicrografia anterior.

Fotomicrografia 3 - amostra A5 - cristais de cal livre dispersos (preto e arredondado).

Fotomicrografia 4 - amostra E5 - pequenos cristais de periclase podem ser verificados sob a forma de inclusões no cristal de alta.

Ataque químico: água para a observação da cal livre; nenhum ataque foi realizado para a verificação do periclásio.

Gobbo (2003)

37

Amostras Metálicas

ferrita
cementita

38

Amostras Metálicas

Estrutura Alumínio: a) puro b) baixa liga c) Al-silício d) Al-Cu

39

Amostras Metálicas

Aço inoxidável duplex (22Cr-6Ni-3Mo)
estrutura: ferrítica / austenítica

40

Amostras Cerâmicas

250 µm
500 µm
250 µm
400 µm

41

Melhor imagem

- Realce de contraste.
- Aplicação de pseudo-cores.

42

Melhor imagem

- Correção de foco.
- Correção de luz.

43

Análise Quantitativa

- Realizadas em superfícies opacas ou projeções (lâminas finas);
- Medidas em duas dimensões podem representar parâmetros em três dimensões;
- Pode-se determinar:
 - Tamanho/forma/distribuição/quantificação de grão;
 - Tamanho/forma/distribuição/quantificação de partículas, fibras, microconstituintes, fase cristalina, poros, defeitos;
 - Proporção de fases (fração volumétrica).

44

Análise Quantitativa

- Proporção de fases
- Norma ASTM E 562 - 11 ("Standard Test Methods for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count")

$$P_{P(i)} = \frac{P_i \times 100}{Pr}$$

P_i = N° de pontos
 Pr = N° de nós na rede

● 0,5 ponto ● 1,0 ponto

45

Análise Quantitativa

- Proporção de fases
- Tratamento Estatístico (n determinações) - ASTM E 562

$$\bar{P}_p = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_{p(i)} \implies s = \left[\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (P_{p(i)} - \bar{P}_p)^2 \right]^{1/2}$$

$$95\%CL \left(t \right) \times \frac{s}{\sqrt{n}} \implies \%RA = \frac{95\%CL}{\bar{P}_p} \times 100$$

Dado pela Tabela 1 da ASTM E 562
 $t = f(n^\circ \text{ de medidas})$

RA < 10% → OK!

46

Análise Quantitativa

- Proporção de fases
- Tratamento Estatístico (n determinações) - ASTM E 562

No. of Fields n	t	No. of Fields n	t
5	2.776	19	2.101
6	2.571	20	2.093
7	2.447	21	2.086
8	2.365	22	2.080
9	2.306	23	2.074
10	2.262	24	2.069
11	2.228	25	2.064
12	2.201	26	2.060
13	2.179	27	2.056
14	2.160	28	2.052
15	2.145	29	2.048
16	2.131	30	2.045
17	2.120	40	2.020
18	2.110	60	2.000
		∞	1.960

47

Análise Quantitativa


- Tamanho médio de grãos
- Norma ASTM E 112 - 96 ("Standard Test Methods for Determining Average Grain Size")

$$L_i = \frac{L_t}{p \times m}$$

- p = número de interceptos;
- L_i = comprimento do intercepto linear médio;
- $L_t = 1 \text{ cm (10 mm)}$;
- m = aumento.

Casos Especiais

48



Análise Quantitativa

- Tamanho médio de grãos (G)
- Norma ASTM E 112 - 96 ("Standard Test Methods for Determining Average Grain Size").

Aumento de 100x


$$G = -10 - 6,64 \log Li$$

Aumento diferente de 100x

$$G = G_0 + \frac{2 \log(m/100)}{\log 2}$$

m = aumento;
G₀ = Fórmula básica.

49



Análise Quantitativa

- Tamanho médio de grãos
- Tratamento Estatístico (n determinações) - ASTM E 562


$$\bar{L} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n L_{(i)} \quad \Rightarrow \quad s = \left[\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (L_{(i)} - \bar{L})^2 \right]^{1/2}$$

$$95\%CL \neq t \times \frac{s}{\sqrt{n}} \quad \Rightarrow \quad \%RA = \frac{95\%CL}{\bar{L}} \times 100$$

Dado pela Tabela 1 da ASTM E 562
t = f(n° de medidas)

RA < 10% → OK!


50





Análise Quantitativa


- Tamanho médio de grãos (ASTM)




N = n° médio de grãos por polegada quadrada a uma ampliação de 100x;
n = n° de tamanho de grão ASTM.

$$N = 2^{n-1}$$




51






Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)



52



Micr. Eletrônica de Varredura

- Breve Histórico
- 1937: Manfred von Ardenne
- Bobinas de varredura adaptadas ao MET
- 20 minutos para gerar uma imagem
- Amostras delgadas e aumento máximo de 8.000x.
- 1942: primeiro MEV para observação de amostras espessas
- Resolução: 1 μm - Resolução do MO: 0,5 μm
- 1965: primeiro MEV comercial, montado pela Cambridge Scientific Instrument Company, adquirido pela DuPont.

53



Micr. Eletrônica de Varredura

- Objetivo
- Observação e análise microestrutural de materiais sólidos.
- Características
- Aumentos da ordem de 10⁴ x;
- Fonte: feixe de elétrons;
- Profundidade de campo - topografia de superfícies irregulares;
- Versatilidade;
- Análise química localizada;
- Fácil preparação da amostra (corte/seccionamento e cobertura com material condutor)

54

Micr. Eletrônica de Varredura

55

Micr. Eletrônica de Varredura

- Principais componentes do MEV
 - Coluna ótico-eletrônica (canhão de elétrons e sistema de demagnificação)
 - Unidade de varredura
 - Câmara de amostra
 - Sistema de detectores
 - Sistema de visualização da imagem

Esquema de um MEV. (MALISKA)

56

Micr. Eletrônica de Varredura

- Canhão de elétrons - fontes de emissão:
 - Filamento de Tungstênio
 - Hexaboreto de Lantânio (LaB6)
 - FEG (Field Emission Gun)

57

Micr. Eletrônica de Varredura

- Filamento de tungstênio
 - Cerca de 100 µm de diâmetro
 - Aplica-se uma corrente até que atinja a temperatura de 2700K, quando são emitidos elétrons do filamento por um processo conhecido por emissão termiônica.

58

Micr. Eletrônica de Varredura

- Filamento de Hexaboreto de Lantânio (LaB6)
 - Possibilita a geração de densidade de corrente mais alta, além de baixa taxa de evaporação;
 - Vida útil até 100x maior que o de tungstênio;
 - Desvantagens: elevada reatividade do material, o que requer grandes pressões, além do aquecimento indireto do filamento, por meio dos suportes de C e custo.

59

Micr. Eletrônica de Varredura

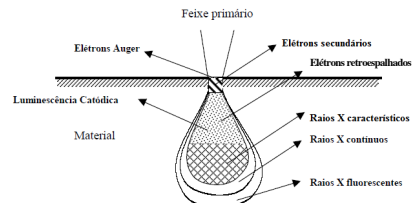
- FEG (Field Emission Gun)
 - Utiliza uma agulha fina de W ($r < 100$ nm);
 - Emite forte campo elétrico em região altamente localizada, em condições de alto-vácuo;
 - Desvantagens: Custo muito elevado.

Esquemalização de um canhão de emissão de campo (FEG).

60

Micr. Eletrônica de Varredura

- **Interações Elétron-Amostra**
- Originam radiações que podem ser detectadas e mensuradas por diferentes tipos de detectores.



Sinais resultantes da interação do feixe de elétrons primário com a amostra.

61

Micr. Eletrônica de Varredura

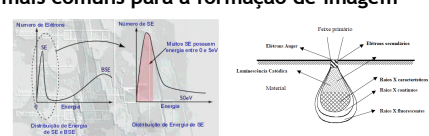
- **Interações Elétron-Amostra**
- **Elétrons Auger**
- Ao preencher uma vacância, o elétron pode lançar outro elétron do átomo em uma transição de baixa emissão de radiação, chamada de efeito Auger.
- Ex: Se um elétron da camada interna K é lançado e um elétron da camada L preenche essa vacância, temos uma transição Auger KL.
- É importante na caracterização de camadas superficiais.



62

Micr. Eletrônica de Varredura

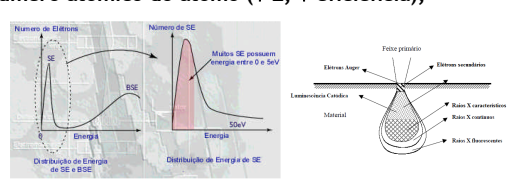
- **Interações Elétron-Amostra**
- **Elétrons Secundários (SE)**
- Resultantes do espalhamento inelástico de um elétron de alta energia com elétrons de valência mais externos;
- Apenas os elétrons da superfície da amostra podem escapar e contribuir com o sinal detectado;
- Sinais mais comuns para a formação de imagem



63

Micr. Eletrônica de Varredura

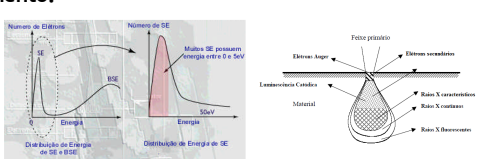
- **Interações Elétron-Amostra**
- **Elétrons Retroespalhados (BSE)**
- Resultantes da re-emissão de elétrons incidentes que atingem uma amostra grossa;
- A intensidade do espalhamento está relacionada ao número atômico do átomo ($\uparrow Z$, \uparrow eficiência);



64

Micr. Eletrônica de Varredura

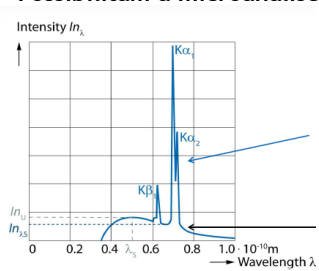
- **Interações Elétron-Amostra**
- **Raios X**
- Resultantes da interação de um elétron de alta energia com um átomo, podendo resultar na ejeção de um elétron de uma camada atômica interna;
- A variação de energia é única para um dado elemento.



65

Micr. Eletrônica de Varredura

- **Interações Elétron-Amostra**
- **Raios-X**
- Possibilitam a microanálise.



Spectro de um Ânodo de Molibdênio

Radiação Característica = Linha Espectral

Bremsstrahlung = Espectro Contínuo

66

Micr. Eletrônica de Varredura

- **Sistemas de Detecção de Sinais**
- **Tipos de detectores:**
Elétrons secundários (SE) - mais utilizado
Elétrons retroespalhados (BSE)
Raios-X
Corrente da amostra

F - cilindro de Faraday (-50V + 250V)
S - cátodo
LG - guia de luz
PM - fotomultiplicador

67

Micr. Eletrônica de Varredura

- **Sistemas de Detecção de Sinais**
- **Detectores de Elétrons Secundários (SE) - mais utilizados**
SE ocorrem devido às interações inelásticas entre o feixe de elétrons primário e a amostra;
- Permite maiores detalhes morfológicos;
- Superfícies mais próximas do detector ficam mais claras.

Detector de elétrons secundários do tipo Evert-Thornley.

68

Micr. Eletrônica de Varredura

- **Sistemas de Detecção de Sinais**
- **Detectores de Elétrons Secundários (SE) - mais utilizados**

(a) Esquema mostrando a coleta de elétrons de uma superfície áspera. As superfícies que ficam mais próximas do detector aparecerão mais claras que aquelas mais distantes deste.

(b) Imagem de elétrons secundários de uma amostra de mica, mostrando contraste devido à composição e topografia (as fincas).

(c) Contraste topográfico de material orgânico rachado em uma amostra de lama coletada do fundo de um lago.

(d) Superfície de fratura de um pedaço de silício.

69

Micr. Eletrônica de Varredura

- **Sistemas de Detecção de Sinais**
- **Detectores de Retroespalhados (BSE)**

Exemplos de imagens formadas com elétrons retroespalhados em comparação a imagens com elétrons secundários

- O número de elétrons retroespalhados que chegam ao detector é proporcional ao seu número atômico (Z);
- Melhor contraste de número atômico, adequado para amostras polifásicas, com poucos relevos superficiais;
- Menos sensíveis ao carregamento (amostras sem recobrimento superficial)

70

Micr. Eletrônica de Varredura

- **Sistemas de Detecção de Sinais**
- **Detectores de Raios-X**
- Espectrômetro de dispersão de comprimento de onda (WDS) - cristal polarizado de Si dopado com Li
- Espectrômetro de dispersão de energia (EDS) - cristais analisadores de difração (mais moderno)
- Possibilitam microanálises qualitativas e quantitativas e obtenção do mapa composicional da região observada

71

Micr. Eletrônica de Varredura

- **Sistemas de Detecção de Sinais**
- **Detectores de Raios-X**

Comparação

Característica	WDS	EDS
Eficiência de Coleta de raios-X	Baixa - ângulo sólido típico ao redor de 0,201 steradianos	Alta - típico 0,005 a 0,1 steradianos. Detector pode ser colocado perto da amostra
Corrente do feixe	Alta - mínima típica de 10 ⁻⁸ A devido à baixa eficiência de coleta	Baixa - corrente pode ser tão baixa quanto 10 ⁻¹⁰ A
Resolução	Baixa - depende do cristal, mas tipicamente da ordem de 5 a 10 eV	Depende da energia típico < 133 eV (medido em Mn Ka EDS)
Limite de Detecção	< 0,01%. Dependendo do elemento ou da matriz pode chegar a partes por milhão	Tipicamente 0,1 a 0,5%
Velocidade de Análise	Baixa - apenas um elemento pode ser analisado em qualquer instante, detecção serial.	Rápido - todos os elementos são analisados simultaneamente, detecção paralela
Análise Quantitativa	Fácil - medida do pico menos o background	Complexa - necessários algoritmos para a deconvolução de picos e subtração do background

72

Micr. Eletrônica de Varredura

- Sistemas de Detecção de Sinais
- EDS

73

Micr. Eletrônica de Varredura

- Sistemas de Detecção de Sinais
- EDS

74

Micr. Eletrônica de Varredura

- Sistemas de Detecção de Sinais
- EDS

75

Micr. Eletrônica de Varredura

- Sistemas de Detecção de Sinais
- EDS

76

Micr. Eletrônica de Varredura

- Sistemas de Detecção de Sinais
- EDS

Due to the fine phases intermixing of hydrates in cementitious systems, eds spectra simultaneously bring information on several compounds.

Problem : how to determine the contribution of each phase ?

77

Micr. Eletrônica de Varredura

- Sistemas de Detecção de Sinais
- Identificação Qualitativa de Fases: SE, BSE (+)
- Determinação da Composição das Fases: EDS
- Morfologia: SE
- Quantificação por meio do uso de imagens (poros, fases principais, etc.): BSE
- Distribuição de Fases: BSE
- Distribuição elementar: EDS, WDS

E muito mais...

78

Micr. Eletrônica de Varredura

- **Preparação das Amostras (recobrimento)**
- Deposição de íons (*sputtering*): Au-Pd; Au-Pt
- Evaporação de Carbono

Podem mascarar a superfície real
Cuidado com a microanálise!

MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA ZEISS EVO 50 METALIZADOR E EVAPORADOR BAL-TEC SCD 030

79

Micr. Eletrônica de Varredura

- **Cuidados**
- Preparação das Amostras (secagem, impregnação, polimento);
- Necessidade de Aquisição Automática (elevado número de análises para um resultado estatisticamente representativo);
- Ferramentas de Aquisição e Análise Automática precisam ser desenvolvidos!

80

Micr. Eletrônica de Varredura

- **Aplicações**
- Análise micromorfológica (estudos de fraturas, morfologia de pós etc);
- Análises de texturas;
- Identificação, composição e quantificação de fases etc.

81

Micr. Eletrônica de Varredura

- **Exemplos**

MO MEV

82

Micr. Eletrônica de Varredura

- **Exemplos**

Secondary electron image of fractured concrete

83

Micr. Eletrônica de Varredura

- **Exemplos - Clínquer**

Mariani (2017)

84

Micr. Eletrônica de Varredura

- Exemplos

85

Micr. Eletrônica de Varredura

- Exemplos

86

Micr. Eletrônica de Varredura

- Exemplos

87

Micr. Eletrônica de Varredura

- Exemplo: Relação entre cinética e microestrutura

88

Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

89


Micr. Eletrônica de Transmissão

- Objetivo
 - Observação e análise microestrutural de materiais sólidos.
- Características
 - Aumentos da ordem de $10^6 \times$;
 - Fonte: feixe de elétrons;
 - Permite análise de defeitos e fases internas;
 - Imagens 2D (média através da espessura da amostra - cuidado na interpretação);
 - Preparação laboriosa das amostras.

90

Micr. Eletrônica de Transmissão

- Principais componentes do MET
 - Coluna submetida a vácuo
 - Canhão de elétrons (fonte termoiônica ou FEG)
 - Lentes magnéticas, aberturas e diafragmas
 - Lentes condensadoras
 - Lente objetiva
 - Lentes projetivas
 - Câmara de amostras
 - Tela fluorescente, chapa fotográfica ou câmara de vídeo



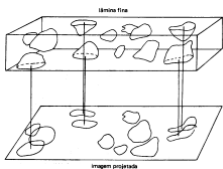
91

Micr. Eletrônica de Transmissão

- Preparação das Amostras
 - Espessura de 500 a 5000 Å
 - Superfície polida e limpa dos dois lados
 - Tipos:
 - *Lâminas finas do próprio material*
 - Metais/Ligas: corte de lâminas, afinamento por polimento mecânico, polimento eletrolítico final.
 - Polímeros/orgânicos: microtomia
 - Cerâmicas: desbaste iônico
 - *Réplicas de superfície*
 - Plástico, Carbono ou Óxido
 - O contraste tem origem nas variações de espessura.

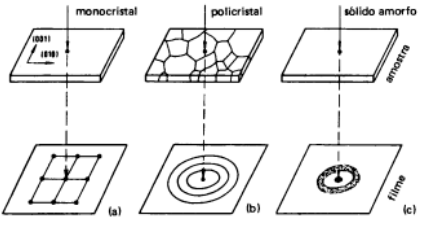
92

Micr. Eletrônica de Transmissão

- Formação de imagens: projeção
 - 
- Origem do contraste: diferença de espessura, ρ , coeficiente de absorção de elétrons, difração, etc.

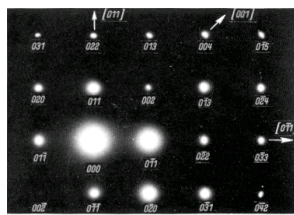
93

Micr. Eletrônica de Transmissão

- Padrões de difração característicos
 - 
 - (A) Materiais monocristalinos
 - (B) Materiais policristalinos
 - (C) Materiais amorfos

94

Micr. Eletrônica de Transmissão

- Padrões de difração característicos
 - 
 - Permitem identificar a estrutura cristalina e os parâmetros do reticulado, assim como a orientação da microrregião analisada.


Difração de elétrons do ferro alfa

95

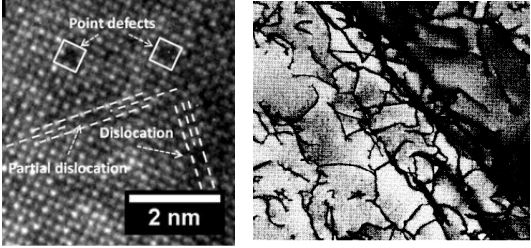
Micr. Eletrônica de Transmissão

- Exemplos
 - 
 - Padrão de difração de Cr_2O_3 policristalino (esq) e monocristalino (dir)


96

 **Micr. Eletrônica de Transmissão**

• MET - exemplos: defeitos



97

 **Trabalho (10,0 pontos)**

- **Parte 01 (7,0 pontos)**
 - Caracterizar um material fornecido por Análises Térmicas (TG/DTG) e microscopia (MEV).
 - Escrito
 - Oral (10 min)
- **Parte 02 (3,0 pontos)**
 - Apresentar um artigo QUALIS A1-B2 que envolva as duas técnicas (FTI-R e DRX)
 - Oral (15 min)

Data: 05/12/2018 - 14h50 às 17h35

98

 UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA
Escola Politécnica
DCTM - Departamento de Ciência e Tecnologia dos Materiais

Técnicas de Caracterização de Materiais

Técnicas de Caracterização Microestrutural
(MO, MEV, MET)

Prof. Dr. Daniel Véras Ribeiro
verasribeiro@hotmail.com



99