

CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS E RECOBRIMENTOS

Prof. Herman Mansur

**Quarta-feira
13:00-16:35**

365

Maio 2018

	Seg	Ter	Qua	Qui	Sex	Sáb	Dom
18		1	2	3	4	5	6
19	7	8	9	10	11	12	13
20	14	15	16	17	18	19	20
21	21	22	23	24	25	26	27
22	28	29	30	31			

365

Junho 2018

	Seg	Ter	Qua	Qui	Sex	Sáb	Dom
22					1	2	3
23	4	5	6	7	8	9	10
24	11	12	13	14	15	16	17
25	18	19	20	21	22	23	24
26	25	26	27	28	29	30	

365

Julho 2018

	Seg	Ter	Qua	Qui	Sex	Sáb	Dom
26							1
27	2	3	4	5	6	7	8
28	9	10	11	12	13	14	15
29	16	17	18	19	20	21	22
30	23	24	25	26	27	28	29
31	30	31					

365

Agosto 2018

	Seg	Ter	Qua	Qui	Sex	Sáb	Dom
31			1	2	3	4	5
32	6	7	8	9	10	11	12
33	13	14	15	16	17	18	19
34	20	21	22	23	24	25	26
35	27	28	29	30	31		

365

Setembro 2018

	Seg	Ter	Qua	Qui	Sex	Sáb	Dom
35						1	2
36	3	4	5	6	7	8	9
37	10	11	12	13	14	15	16
38	17	18	19	20	21	22	23
39	24	25	26	27	28	29	30

365

Outubro 2018

	Seg	Ter	Qua	Qui	Sex	Sáb	Dom
40	1	2	3	4	5	6	7
41	8	9	10	11	12	13	14
42	15	16	17	18	19	20	21
43	22	23	24	25	26	27	28
44	29	30	31				

365

Novembro 2018

	Seg	Ter	Qua	Qui	Sex	Sáb	Dom
44				1	2	3	4
45	5	6	7	8	9	10	11
46	12	13	14	15	16	17	18
47	19	20	21	22	23	24	25
48	26	27	28	29	30		

365

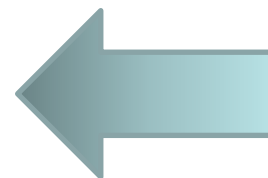
Dezembro 2018

	Seg	Ter	Qua	Qui	Sex	Sáb	Dom
48						1	2
49	3	4	5	6	7	8	9
50	10	11	12	13	14	15	16
51	17	18	19	20	21	22	23
52	24	25	26	27	28	29	30
1	31						

1 Jan Ano Novo	8 Mar Dia da Mulher	1 Mai Dia do Trabalhador	20 Jul Dia da 1ª Viagem à Lua	2 Nov Finados	Calendário & Feriados 2018 Calendario 365.com.br
6 Jan Dia de Reis	25 Mar Semana Santa	13 Mai Dia das Mães	12 Ago Dia dos Pais	15 Nov Proclamação da República	
2 Fev Dia de Iemanjá	1 Abr Dia da Mentira	20 Mai Pentecostes	7 Set Independência do Brasil	28 Nov Ação de Graças	
13 Fev Carnaval	1 Abr Páscoa	31 Mai Corpus Christi	12 Out Nossa Senhora Aparecida	25 Dez Natal	
14 Fev Cinzas	21 Abr Tiradentes	31 Mai Dia do Espírito Santo	12 Out Padroeira do Brasil		
14 Fev Dia de São Valentim	22 Abr Descobrimento do Brasil	12 Jun Dia dos Namorados	12 Out Dia das Crianças		
18 Fev Horário de inverno	23 Abr Dia de São Jorge	24 Jun Dia de São João	21 Out Horário de verão		

Horário: 2º Semestre/2018

Quarta-feira– 13:30 as 16:00 h



Programa

1. Introdução à caracterização de Materiais e Recobrimentos

- **Definição e Conceitos**
- **Propriedades de Superfícies e Interfaces**
- **Preparação e Limpeza de Superfícies**



2. Métodos de Caracterização e Análise

2.1. Métodos de Imagem

- Microscopia ótica
- Microscopia Eletrônica (SEM, E-SEM, TEM, HTEM)
- Microscopia de Força Atômica (AFM, STM, FFM e similares)

2.2. Métodos Espectroscópicos

- EDX
- UV-VIS
- FTIR
- XPS, AES

3. Outras Técnicas de Análise

- XRD, e outras
- Análise Termogravimétrica (TGA, DTA e DSC)



4. Aplicações das Técnicas de Análise de Superfícies e Interfaces

- Caracterização de Materiais**
- Análise de Superfícies e Filmes**

.Metálicos

.Cerâmicos

.Poliméricos

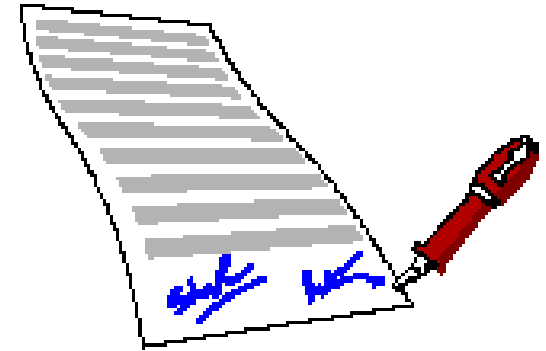
.Compósitos

- Aplicação de técnicas de Superfície em Análise de Falha**
- Aplicação de técnicas de Superfície em Biomateriais**
- Aplicação de Análise de Superfície em Processos Físico-Químicos (Corrosão, Cinética, Catálise e outros)**

Referências Bibliográficas

1. B. Evans, Encyclopedia of Materials Characterization: Surfaces, Interfaces , Thin Films, Butterworth-Heinemann, Boston, 1992.
 2. Bunshah et al, Deposition Technologies for Thin Films and Coatings, Noyes, NJ, 1989.
 3. J. I. Goldstein et al, Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis, Plenum Press, NY, 1998.
 4. Elements of X-ray Diffraction by B.D. Cullity (II edition), Addison-Wesley Publishing Co. Inc., Reading, USA, 1978.
 5. D. Skoog and J. Leary, Principles of Instrumental Analysis, Saunders College Publ., NY, 1992.
 6. H. Mantsch, D. Chapman, Infrared Spectroscopy of Biomolecules, Wiley-Liss, NY, USA, 1996.
 7. Abraham Ulman, Characterization of Organic Thin Films: Surfaces, Interfaces , Thin Films, Butterworth-Heinemann, Boston, 1995.
 8. Surface Analysis - The Principal Techniques by John C. Vickerman (Editor), 474 p., John Wiley & Sons; edition (July 25, 1997), ISBN: 0471972924.
 9. Handbook of Surface and Interface Analysis: Methods for Problem-Solving by J. C. Riviere (Editor), S. Myhra (Editor), 968 p., Publisher: Marcel Dekker; (January 27, 1998) ,ISBN: 0824700805.
 10. Surface Analysis Methods in Materials Science, by D. J. O'Connor (Editor), B. A. Sexton (Editor), R. St. C. Smart (Editor), Hardcover: 586 pages ; Publisher: Springer Verlag; 2nd edition (August 15, 2002), ISBN: 3540413308.
 11. Atomic Force Microscopy / Scanning Tunneling Microscopy, S.H. Cohen and Marcia L. Lightbody (Editors), Plenum Press, New York, 1994.
 12. Principles of Thermal Analysis and Calorimetry by P.J. Haines (Editor), Royal Society of Chemistry (RSC), Cambridge, 2002.
- Periódicos: Materials Characterization; Polymer; Materials Chemistry and Physics – Elsevier; Journal of Materials Science; Nanoscale Research Letters – Springer; ACS journals; RSC journals;

Forma de avaliação



☐ Provas (2 provas)

- ☐ 1º - Introdução e Caracterização por Imagem;
- ☐ 2º - Conteúdo geral;

☐ Total Pontos: 80

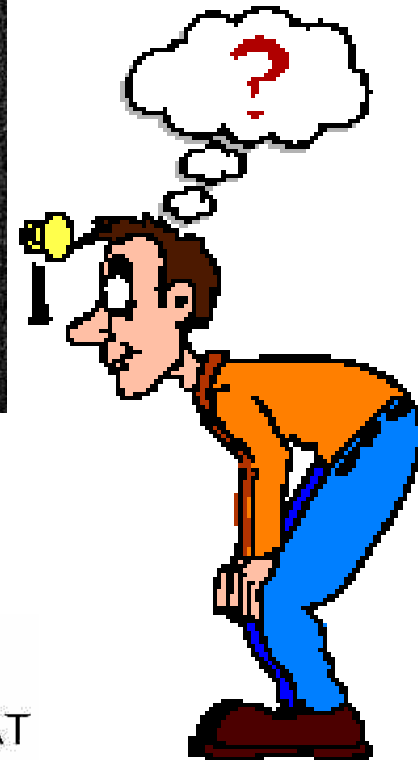
☐ Trabalho/Estudo Dirigido/seminário - Total Pontos: 20

1º Prova: 26/09/2018

2º Prova: 21/11/2018

OBJETIVO

Familiarizar o aluno com as técnicas de Caracterização de Superfícies e Materiais sob a ótica da engenharia.

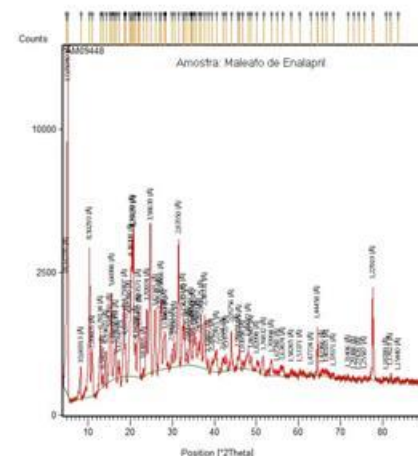
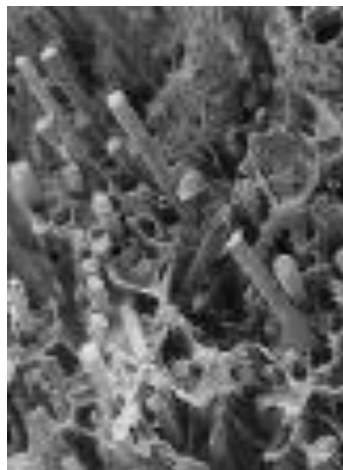
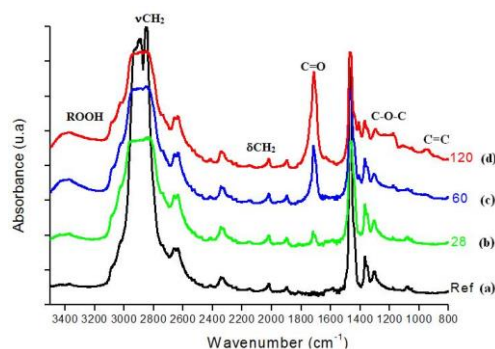


 Entender os princípios básicos das técnicas.

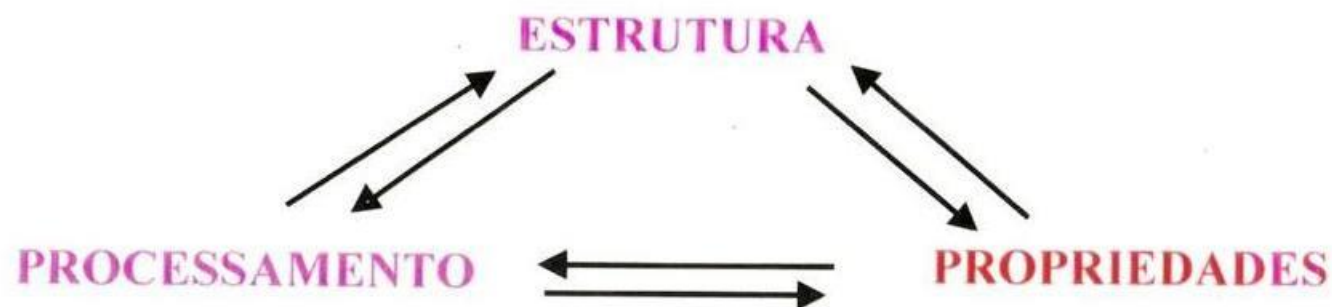
 Selecionar uma ou mais técnicas na resolução de problemas reais.

 Capacitar na interpretação dos resultados de análises.

 Noções básicas de instrumentação e controle.



PARADIGMA DA CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS



Prof. Robert T. DeHoff (Florida University-1998)

*O que fazer com o conhecimento
adquirido nesta disciplina?*



(1) Setor de controle de qualidade em indústrias

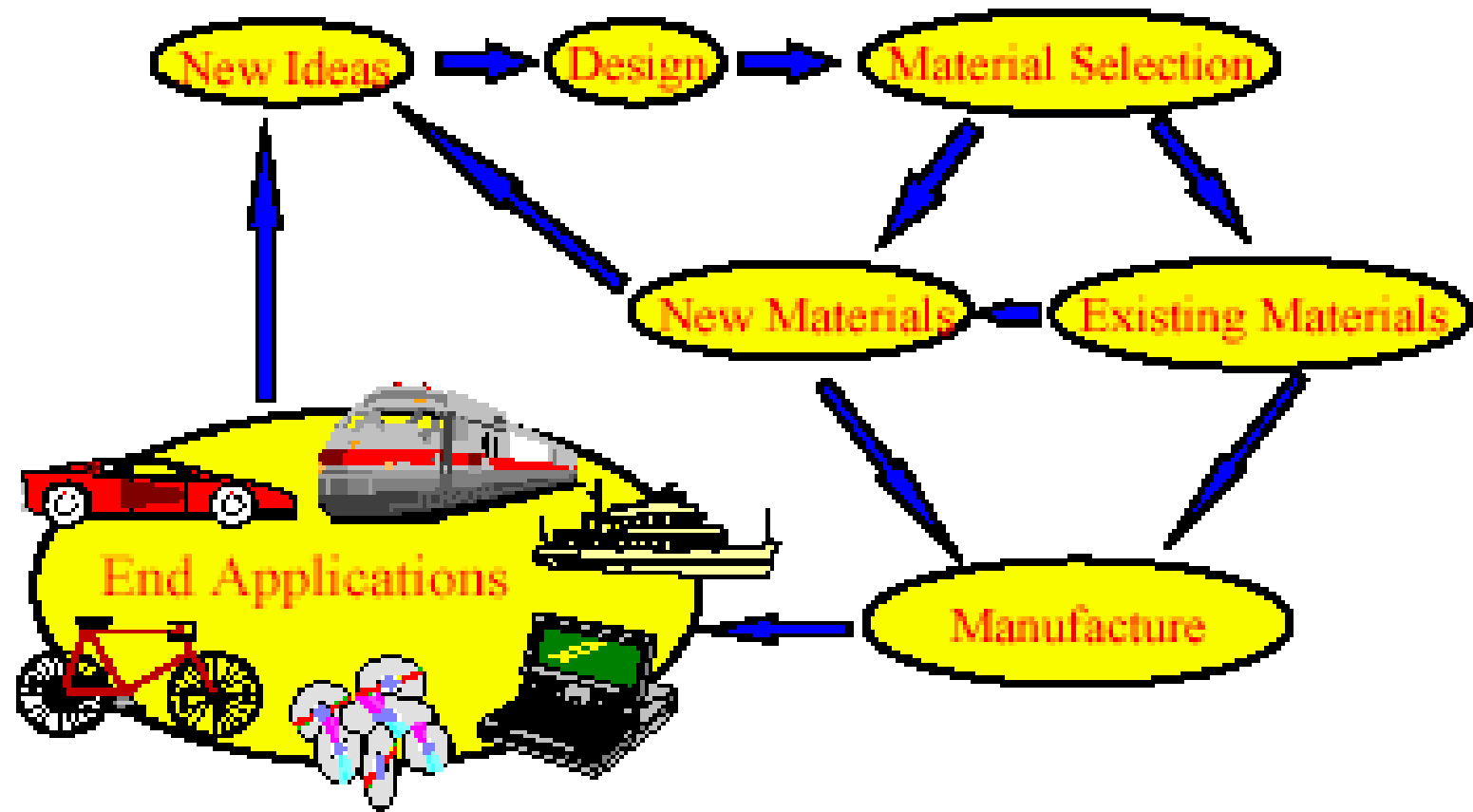
(2) Consultoria

(3) Setor de P&D em indústrias de transformação

(4) Pesquisa na área de materiais em instituições, universidades ou centros de pesquisa



Por que a Caracterização dos Materiais é importante?



Caracterização - Caracterizar - Caráter

Caráter: qualidade inerente a um material; o que o distingue de outro

Caracterizar: pesquisar e mostrar o caráter do material

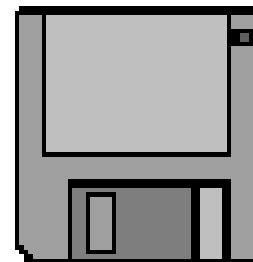
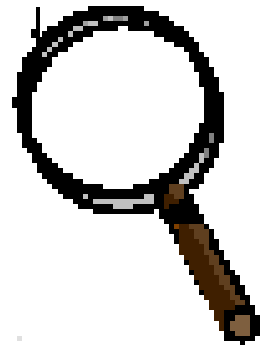
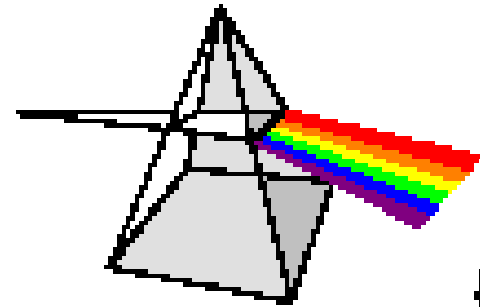
Caracterização: atividades para caracterizar

Introdução - Caracterização

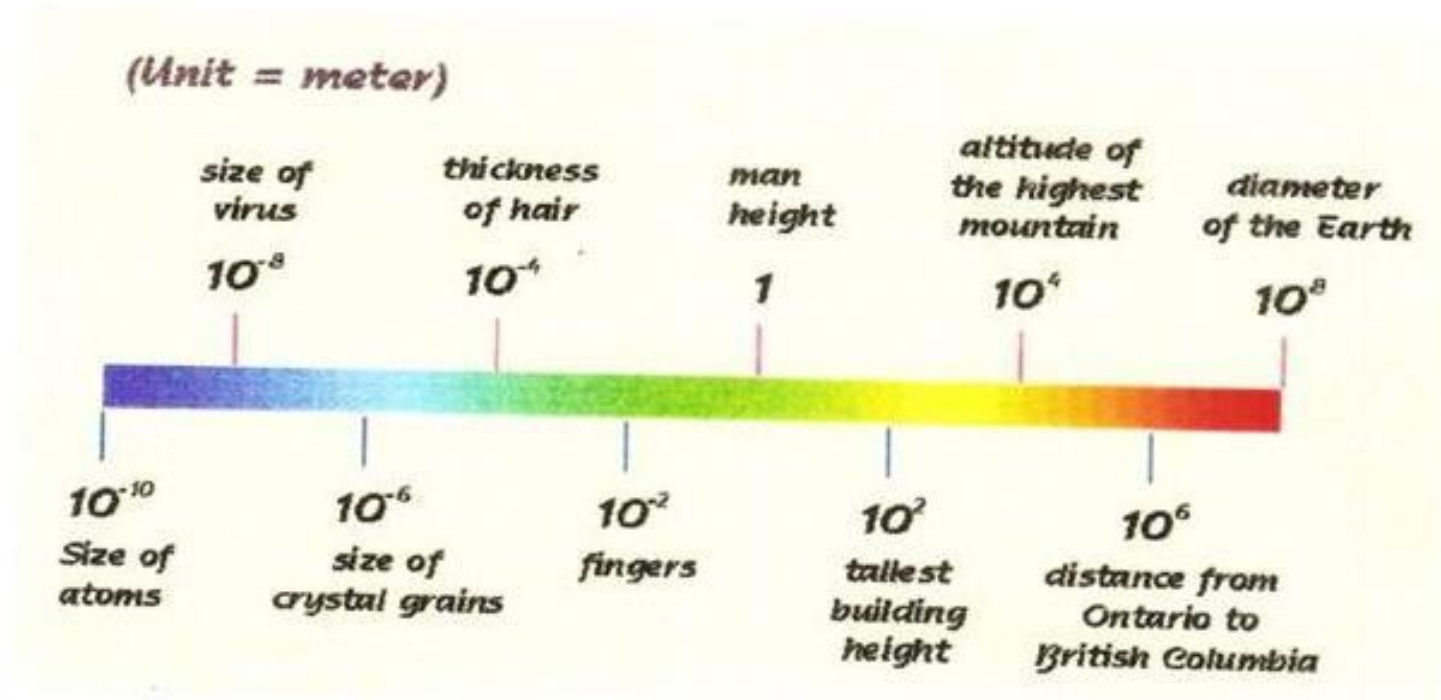
“A caracterização descreve os aspectos de composição e estrutura (incluindo defeitos) dos materiais, dentro de um contexto de relevância para um processo, produto ou propriedade em particular” (Materials Advisory Board of National Research Council – USA).

Objetivos da Engenharia de Materiais

Propriedades elétricas
Propriedades térmicas
Propriedades magnéticas
Propriedades ópticas
Propriedades mecânicas
Propriedades químicas



Dimensões e Avaliação de Estrutura de Materiais



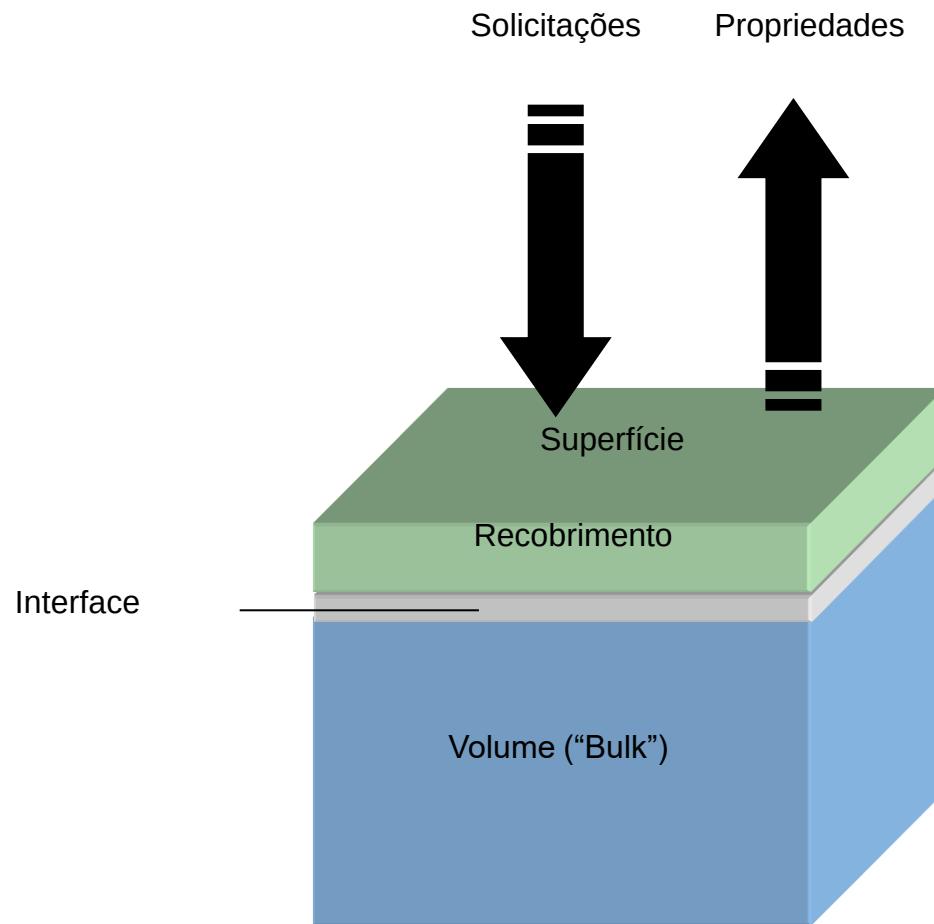


Figura.7.1. Ilustração das entidades que compõem um material

- Aspectos importantes a serem avaliados:
- Composição química
- Tamanho, forma e distribuição
- Fases e estruturas (cristalino, amorfo, etc)
- Microestrutura
- Superfícies, interfaces e recobrimentos

Superfícies e interfaces

Interface - O contorno ou fronteira de separação entre 2 fases.

Ex: sólido-sólido ; líquido-sólido

Superfície - O contorno ou fronteira de separação entre 2 fases, quando uma das fases é gasosa.

Ex: sólido-gás ; líquido-gás

Ref: (SHAW, COLLOIDS AND SURFACE CHEMISTRY 1992)

Superfícies e interfaces

Conceito:

“Uma superfície ou interface existe em um sistema em qualquer caso que houver uma mudança abrupta nas propriedades do sistema com a distância”

J. B. Hudson, 1992

Superfícies e interfaces

- Exemplos de propriedades de um sistema:
- Densidade
- Estrutura Cristalina
- Orientação Cristalina
- Composição Química
- Ferromagnética
- Porosidade

Superfícies possíveis

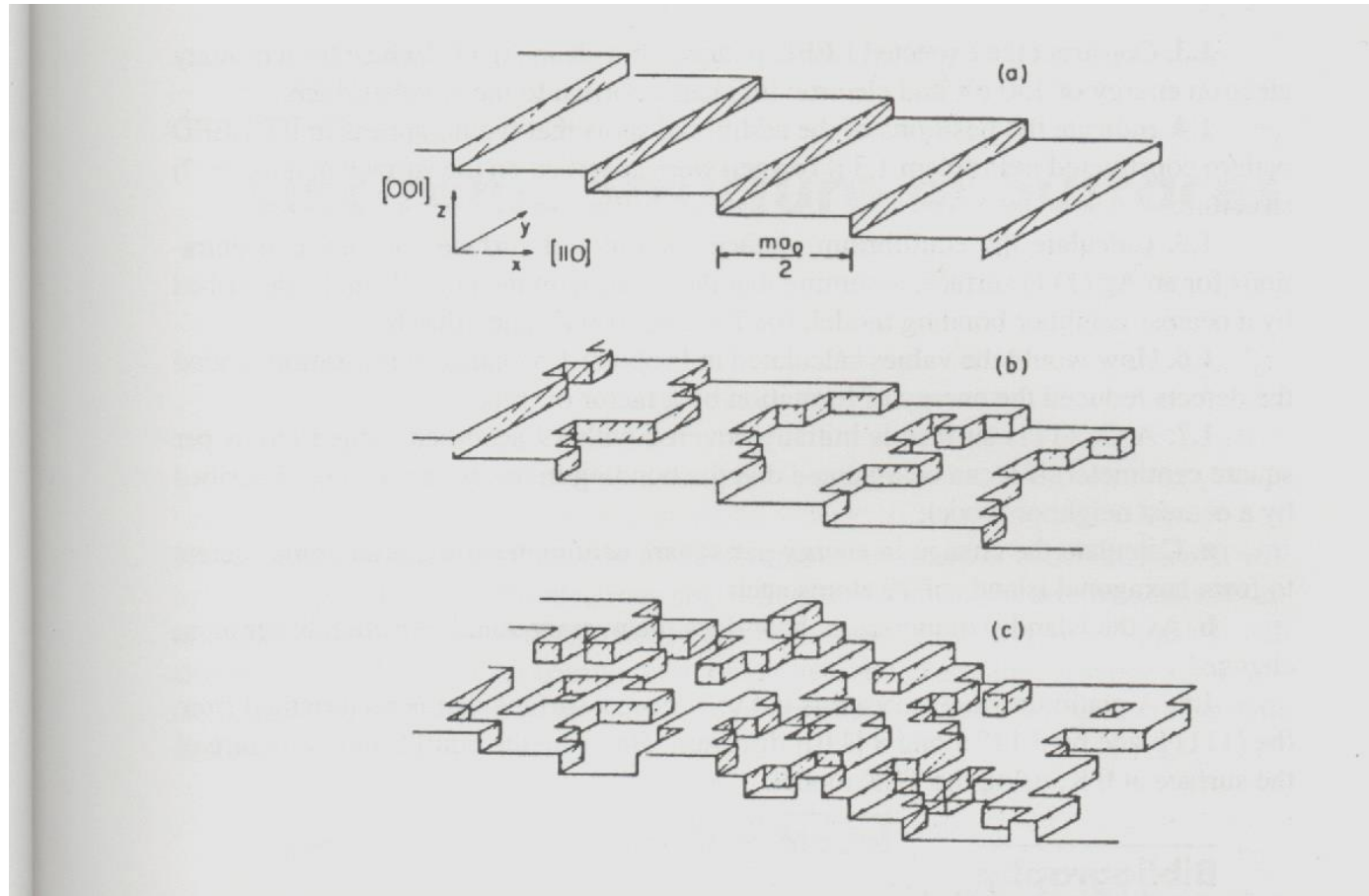


Figura.7.3. Diagrama representativo de superfícies com diferentes graus de organização

Graus de descontinuidades

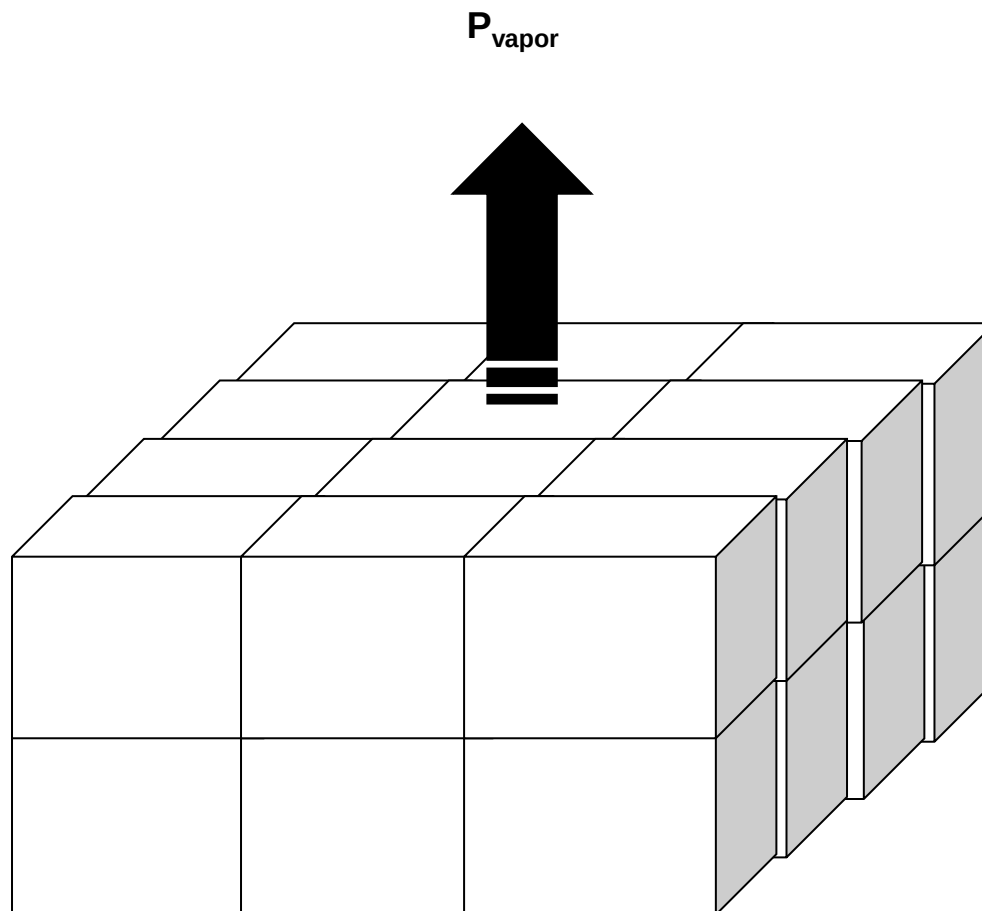
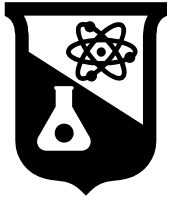
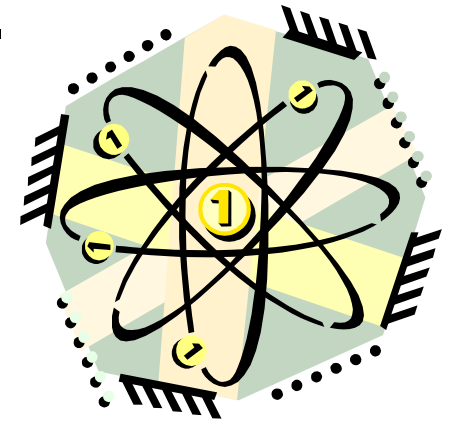


Figura.7.2. Representação esquemática da interface sólido-gás



- Caracterização de um material ou sistema:
- Perturbação causada por um feixe incidente de radiação, partículas (elétrons, nêutrons etc) ou íons, e a avaliação da resposta do objeto ao estímulo.



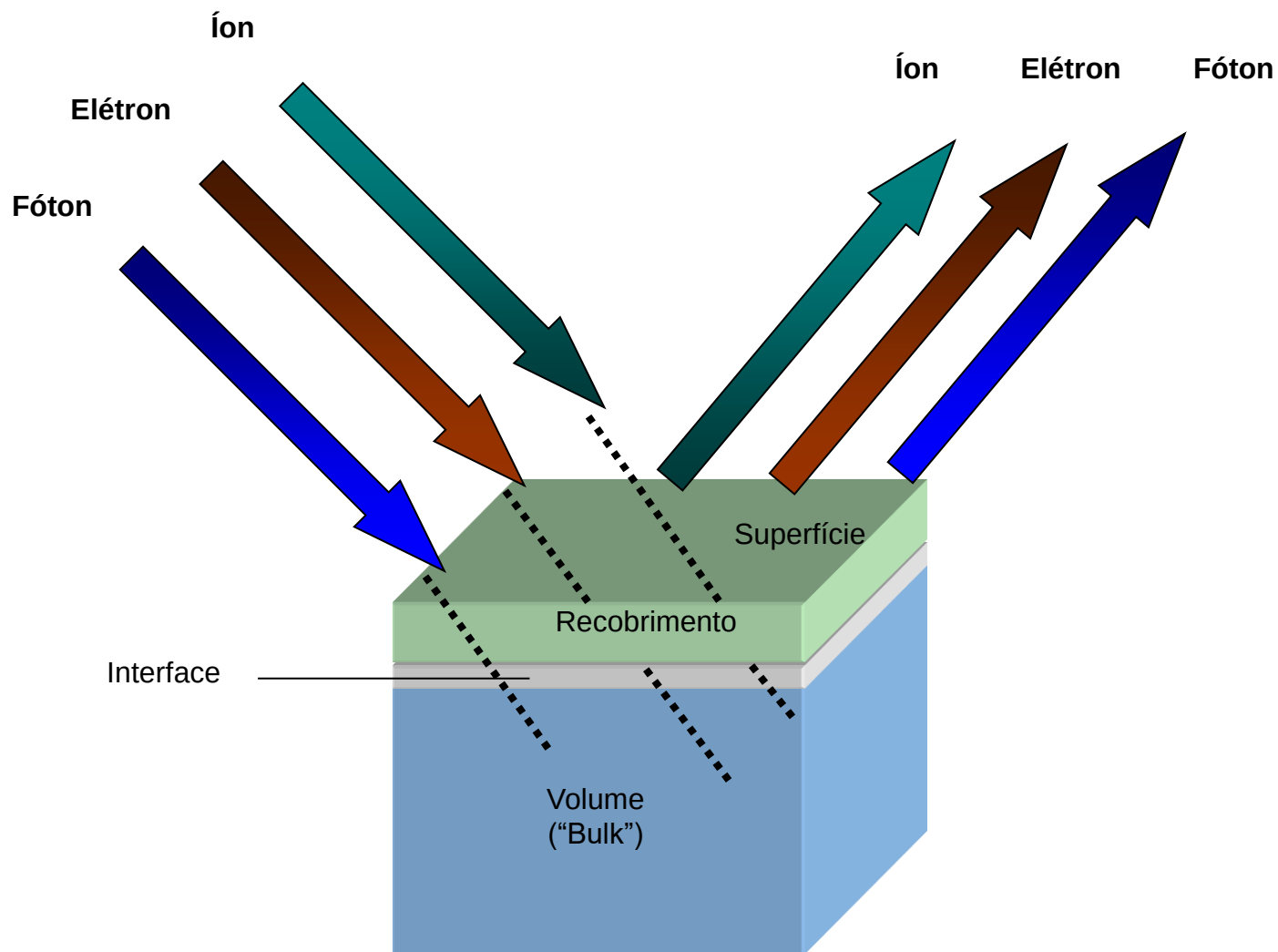
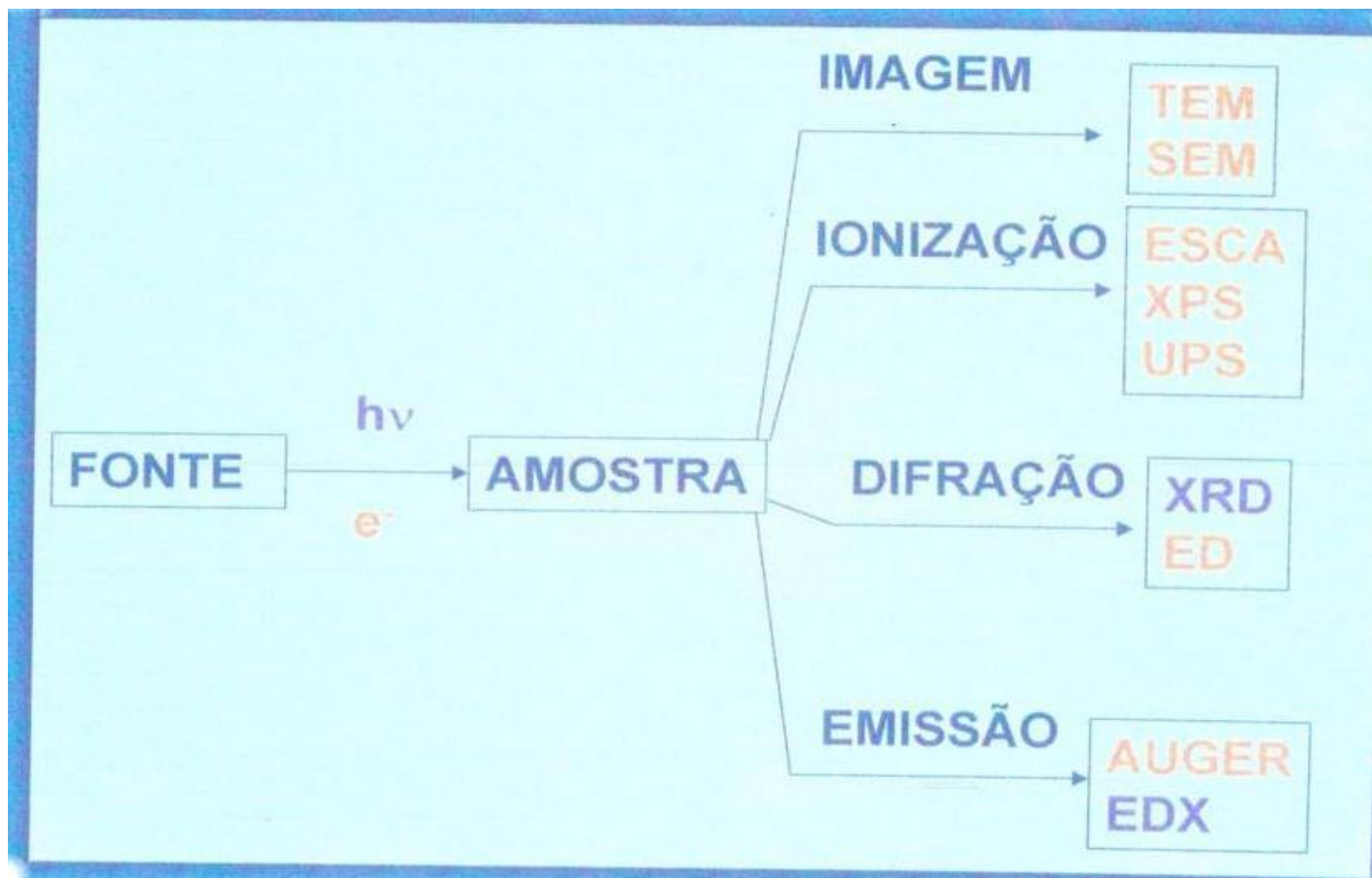


Figura.7.4. Diagrama representativo da caracterização de um material

Caracterização – Análises e Técnicas



Radiação eletromagnética

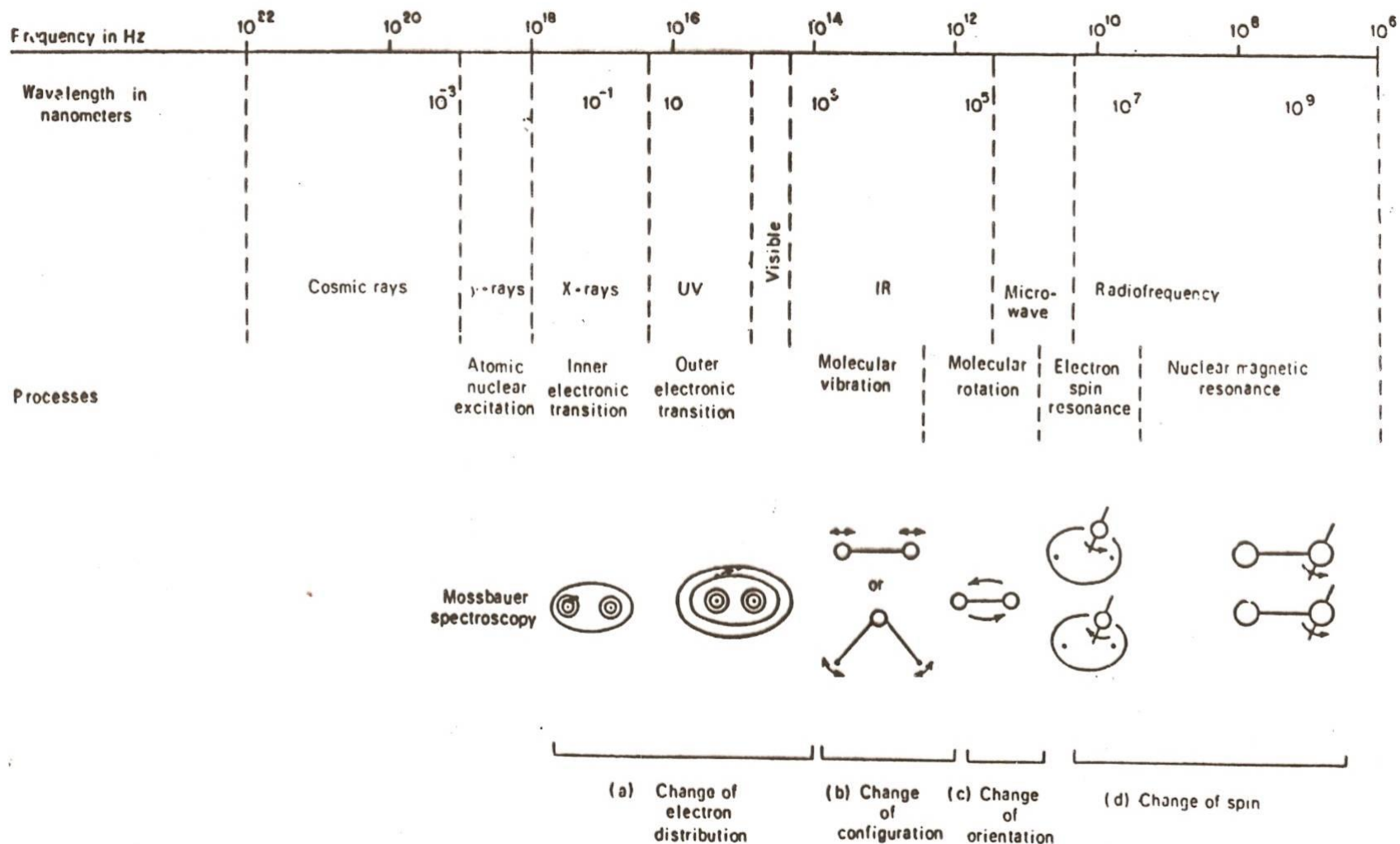


Figure 2.1 The complete spectrum of electromagnetic radiation, types of processes initiated and the corresponding spectroscopic terminology. (a) Change of electron distribution—x-ray, γ and visible electron spectroscopy; (b) change of configuration—vibration-rotation spectroscopy; (c) change of orientation-microwave spectroscopy; (d) change of spin—electron spin resonance (ESR) and nuclear magnetic resonance (NMR) spectroscopy.

Radiação eletromagnética

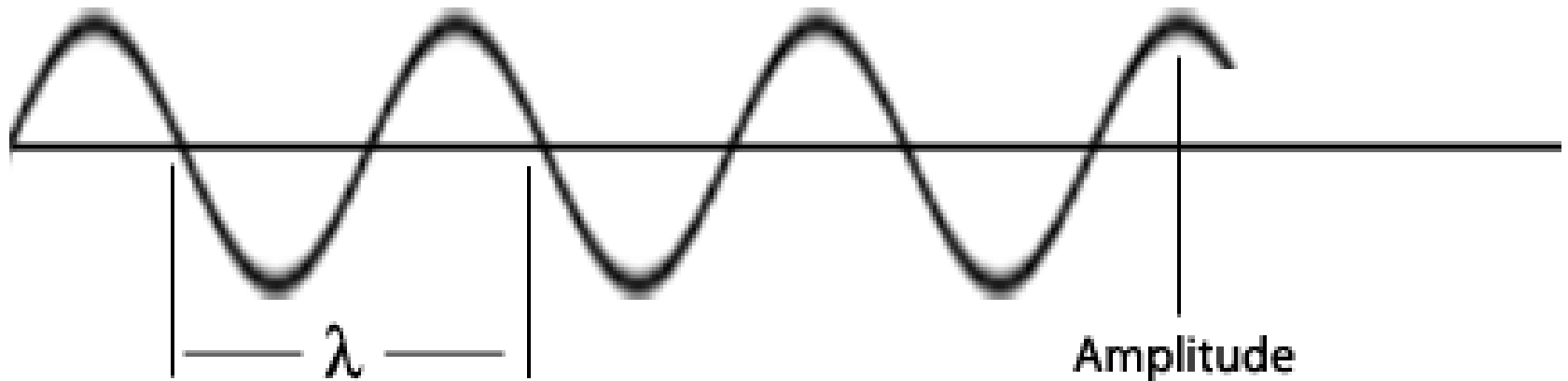
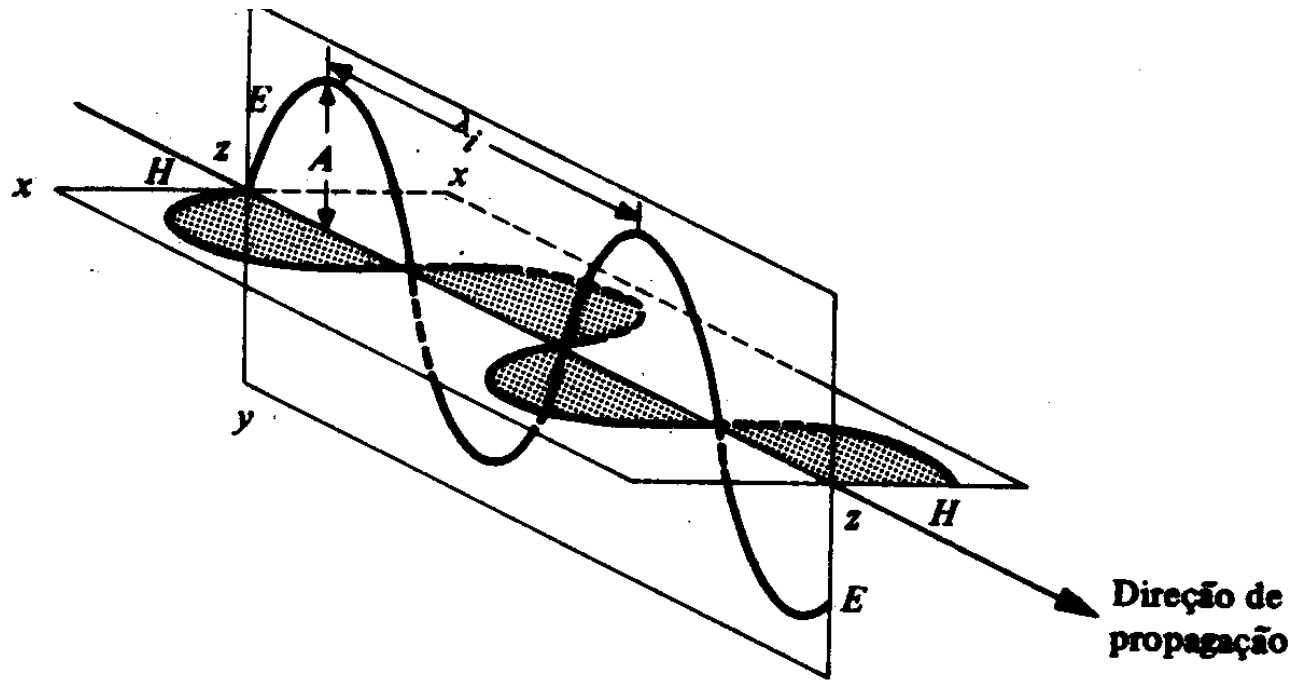


Figure 7.7. Diagrama esquemático de uma onda eletromagnética

Radiação eletromagnética



A Figura.7.7a. Representação especial da propagação de radiação eletromagnética

- A relação da velocidade de propagação da onda (**c**) com sua frequência de oscilação (**v**) e o comprimento de onda (**λ**) é dado por:

$$\mathbf{c = \lambda.v}$$

- A energia de uma radiação (**E**), está relacionada com a frequência de vibração (**v**) e um constante de Planck (**h**):

$$\mathbf{E= h. v \quad h=6,62618 \times 10^{-34} \text{ J.s}}$$

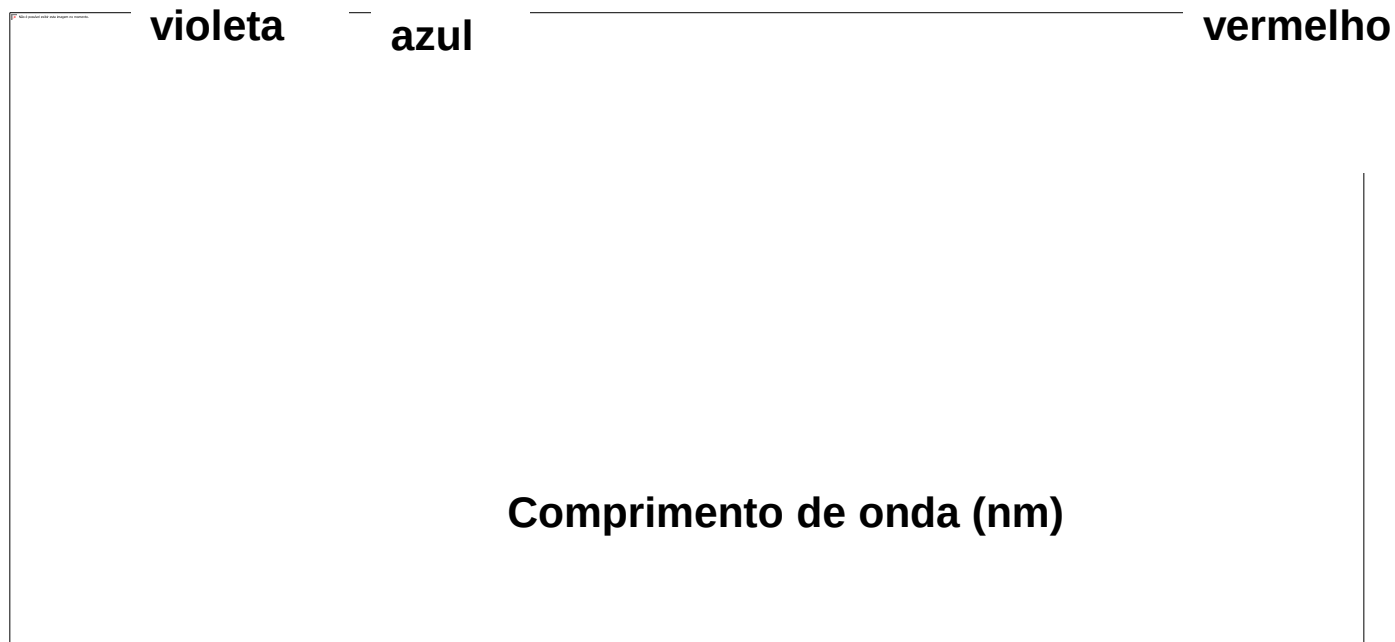
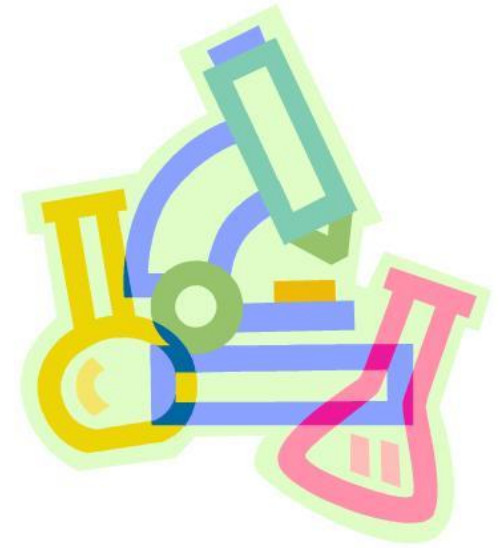
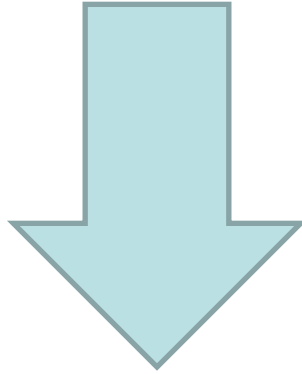


Figura.7.8. Representação do espectro da radiação visível

Caracterização por Imagem

Módulo Microscopia

Técnicas de microscopia



Construção de imagens ampliadas dos objetos e sistemas observados.



Microscopia Óptica:

Fundamentos, Teoria e Aplicações Práticas

Dra. Alexandra A. P. Mansur
Prof. Dr. Herman S. Mansur

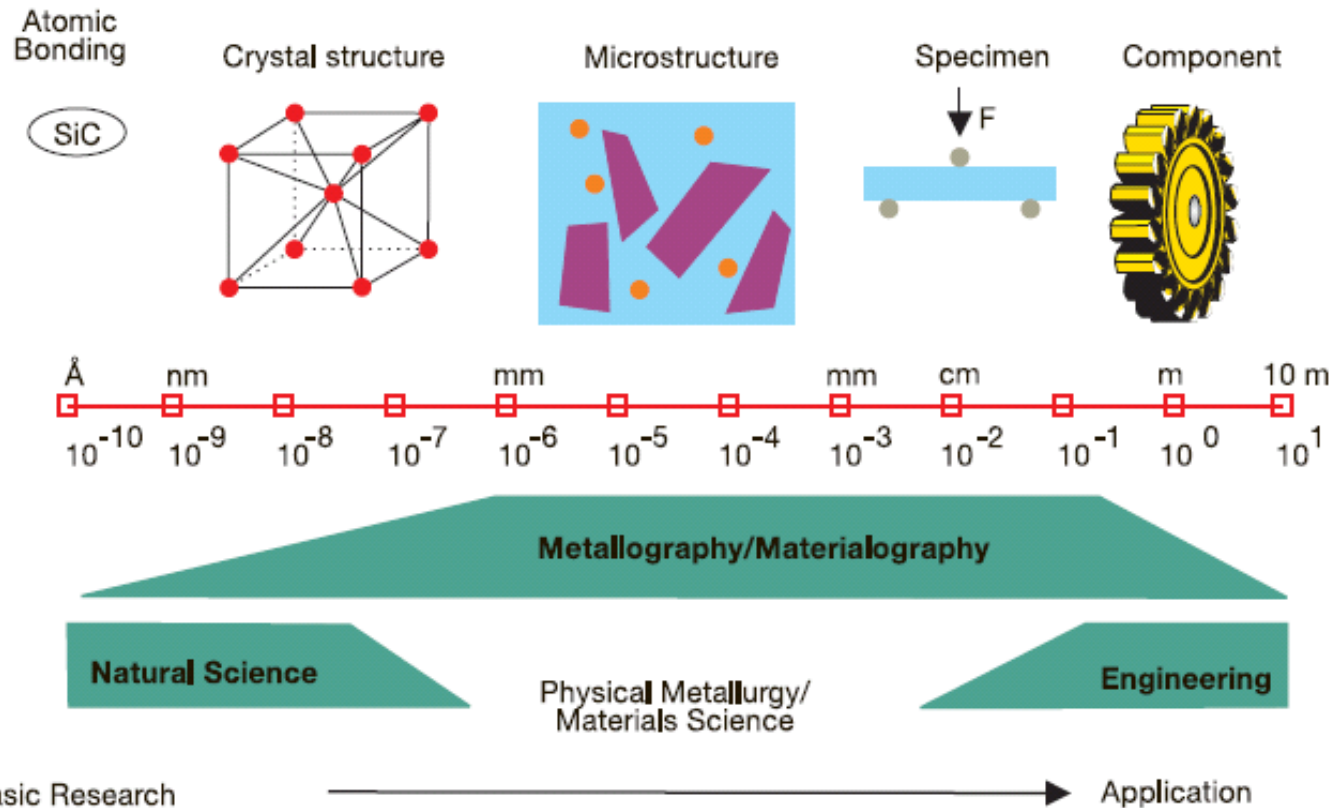


Sumário

- Introdução
- Histórico
- Fundamentos
- Microscopia Óptica
 - Princípios
 - Parâmetros
 - Equipamento
 - Microscopia de Luz Transmitida

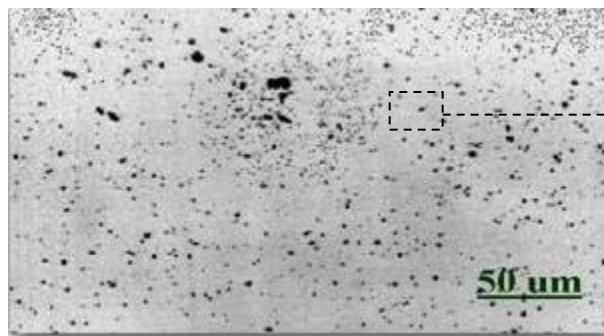
Introdução

MICROSCOPIA = *micro scopio*

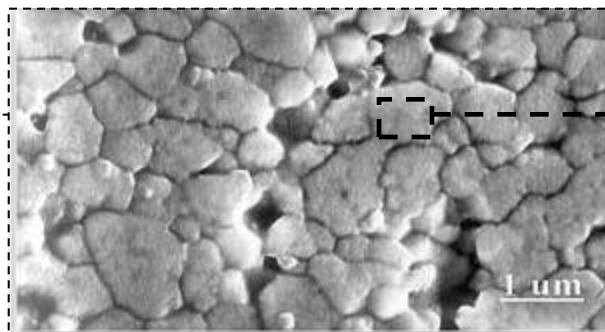


Introdução

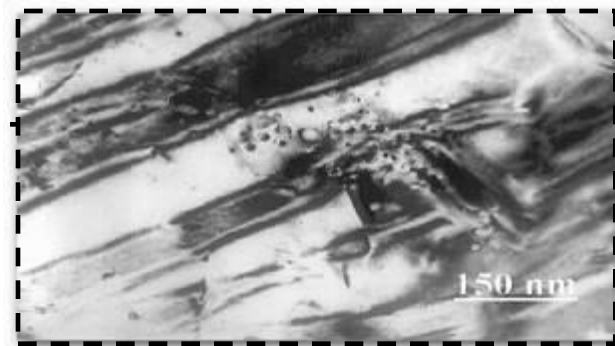
Microscópios	Resolução aproximada ^(a)	Ampliação	Fonte	Requisito amostra	Cristalografia
Olho Humano	100 μm	---	Luz	Material (Volume)	Não
Microscópio de Luz	100 nm	5~1500x	Luz	Material (Superfície) polida	Não
Microscópio eletrônico de varredura -MEV	10 nm	100~200,000x	Feixe eletrônico	Material (Volume)	Sim/Não dependendo modelo
Microscópio eletrônico de transmissão – MET	0.5 nm	1,000~300,000x	Feixe eletrônico	Filmes finos (espessura ~100 nm)	Sim
Microscópio eletrônico de transmissão de alta resolução – MET	0.1 nm	3,000~1,000,000x	Feixe eletrônico	Filmes finos (espessura ~100 nm)	Sim



Microscopia óptica



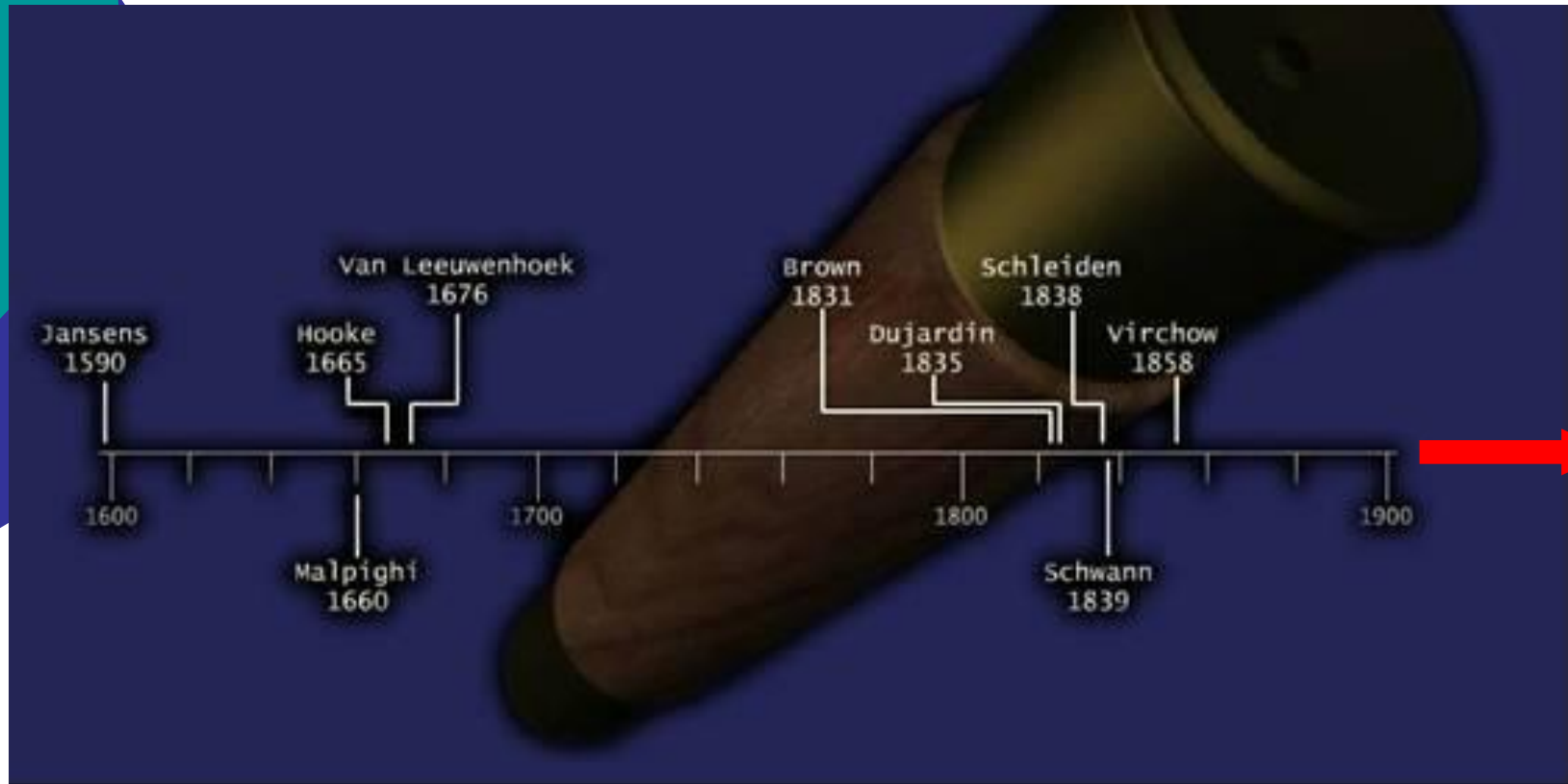
Microscopia Eletrônica de Varredura



Microscopia Eletrônica de Transmissão

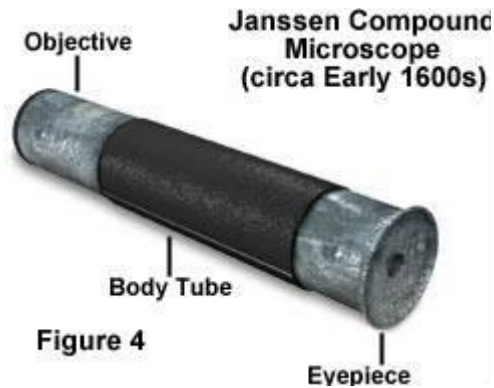
Nanoscopeia

Histórico

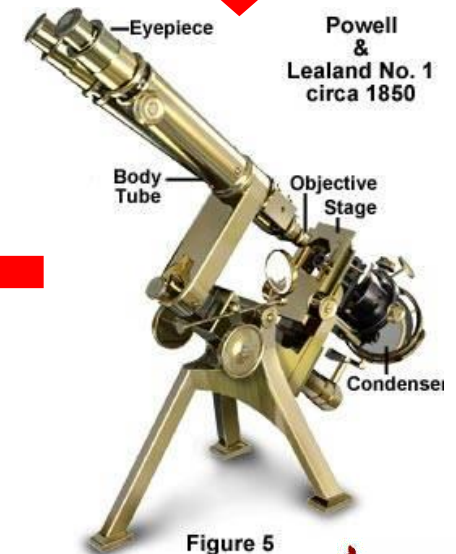
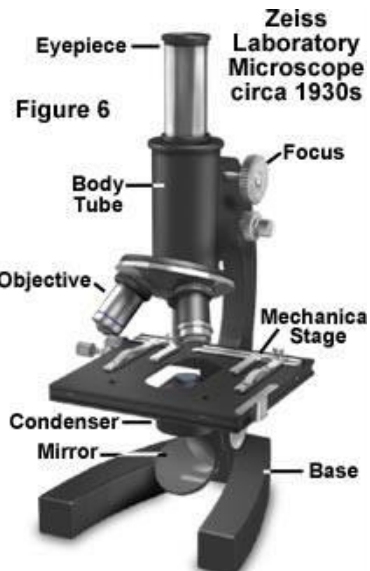


Dias
Atuais

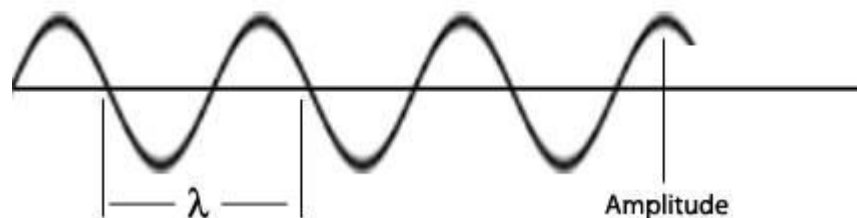
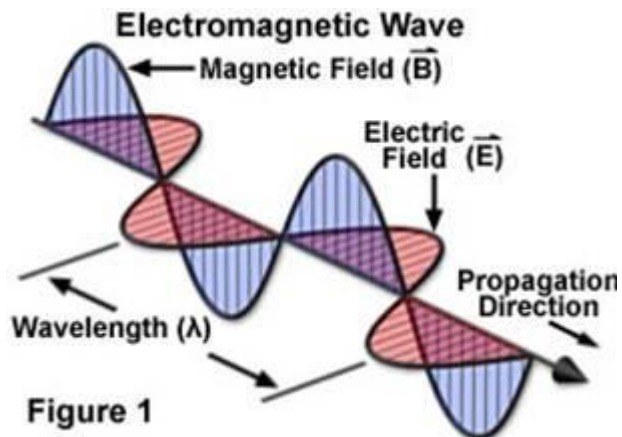
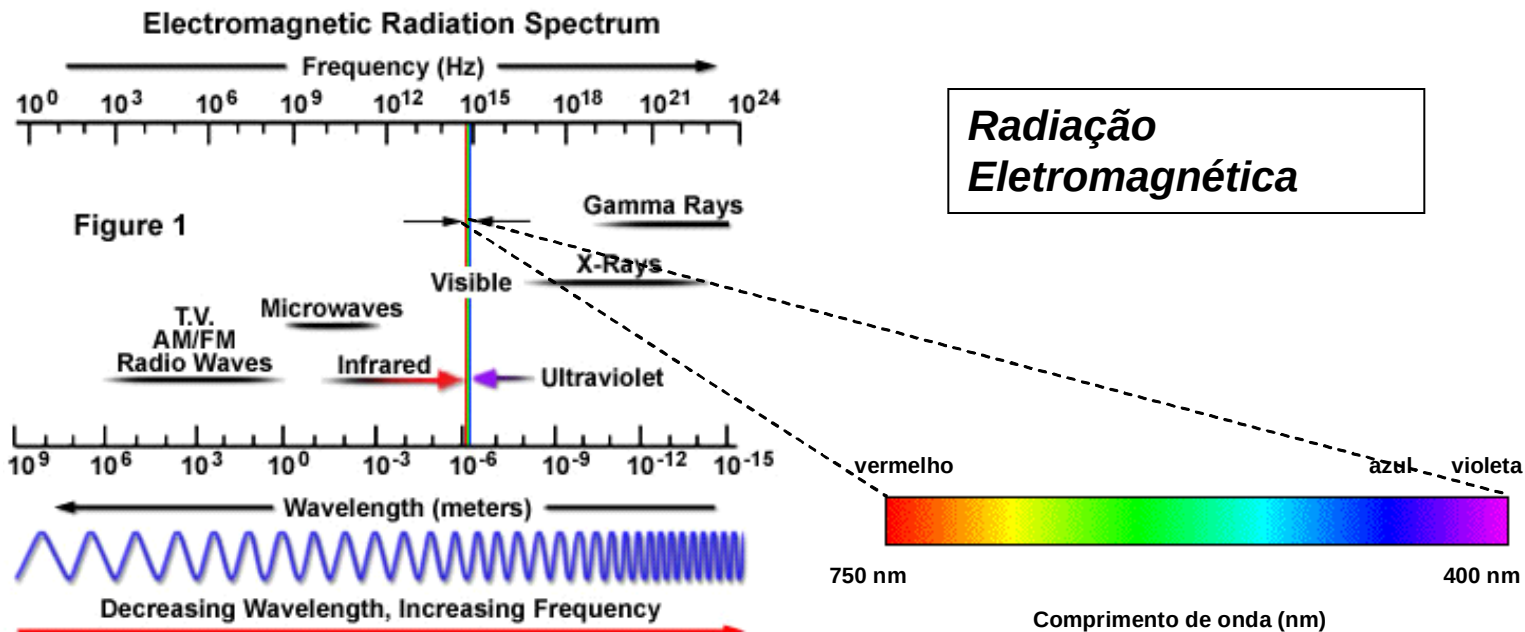
Histórico



Olympus Provis AX 70 (circa 1998)



Fundamentos



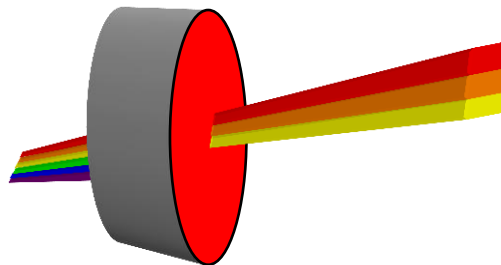
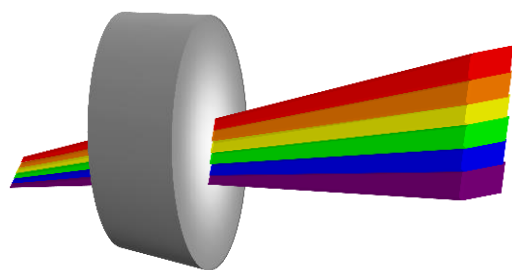
$$c = \lambda \cdot \nu$$

$$E = h \cdot \nu = h \cdot c / \lambda$$

Fundamentos

Interação Radiação/Matéria: Absorção

Quando a radiação atravessa um objeto sua intensidade é atenuada. Este fenômeno decorre da absorção desta radiação provocada por transições energéticas no material, sejam estas nucleares, eletrônicas, vibracionais ou rotacionais



Luz Branca

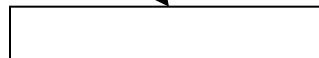
Luz Verde



Objeto Verde

Luz Branca

Luz Branca



Objeto Branco

Luz Branca

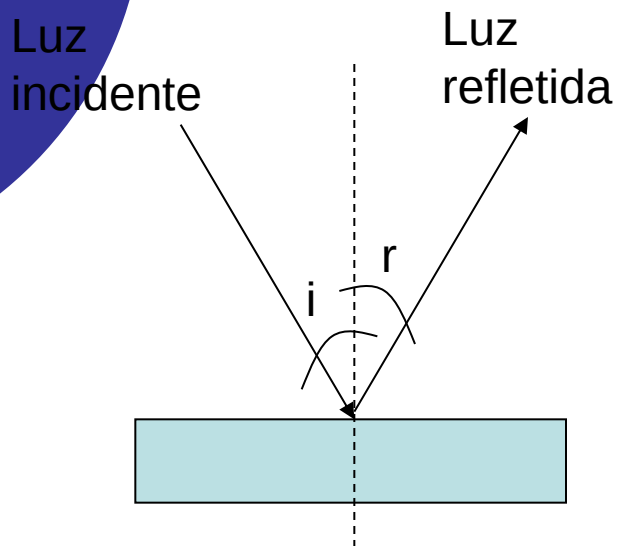


Objeto Preto

Fundamentos

Interação Radiação/Matéria: Reflexão

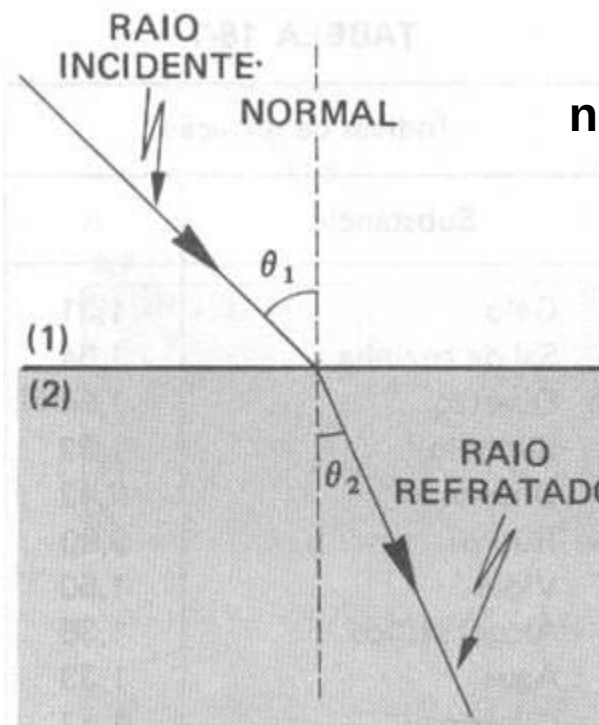
A reflexão da luz (e das outras formas de radiação eletromagnética) ocorre quando as ondas encontram uma superfície ou outro limite que não absorve (ou absorve parcialmente) a energia da radiação envolvida e devolve as ondas para fora desta superfície. A luz que chega à superfície é denominada onda incidente e a que deixa a superfície é denominada onda refletida. A reflexão pode ser especular ou difusa.



Fundamentos

Interação Radiação/Matéria: Refração

É a alteração na direção de propagação de um feixe incidente ao passar de um meio de densidade óptica para outro de densidade diferente. Este desvio da direção de propagação depende das diferenças de índice de refração dos meios e do comprimento de onda da radiação.

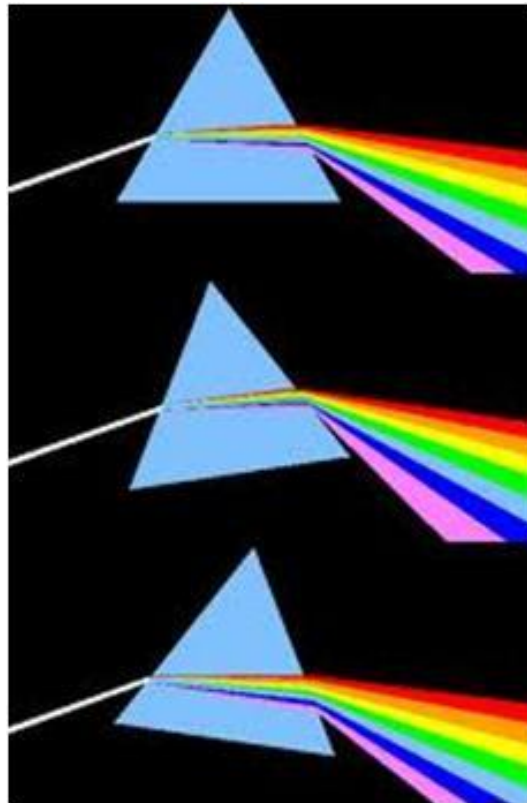
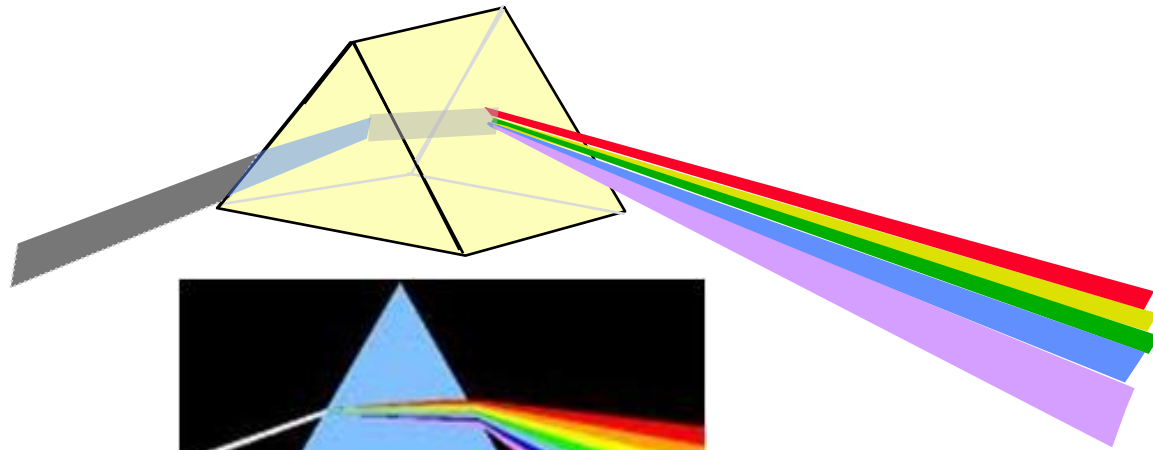


$$n = \frac{\text{velocidade da luz no vácuo} = c}{\text{velocidade da luz no meio}}$$

$$n_1 \cdot \text{sen } \theta_1 = n_2 \cdot \text{sen } \theta_2$$

Fundamentos

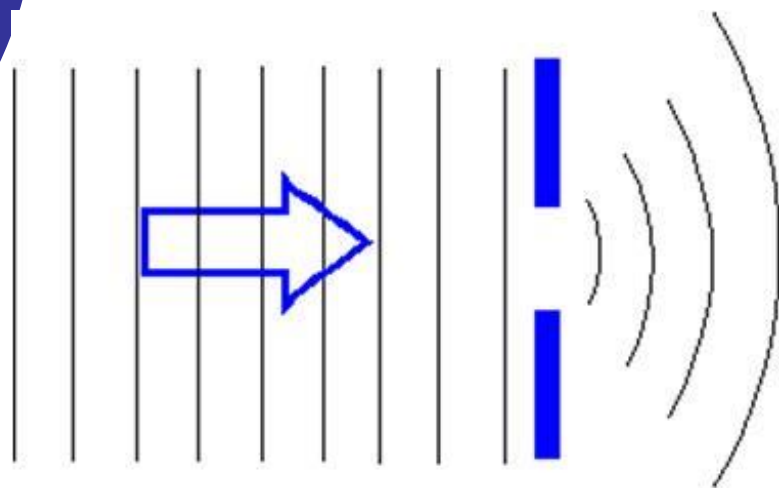
Interação Radiação/Matéria: Refração



Fundamentos

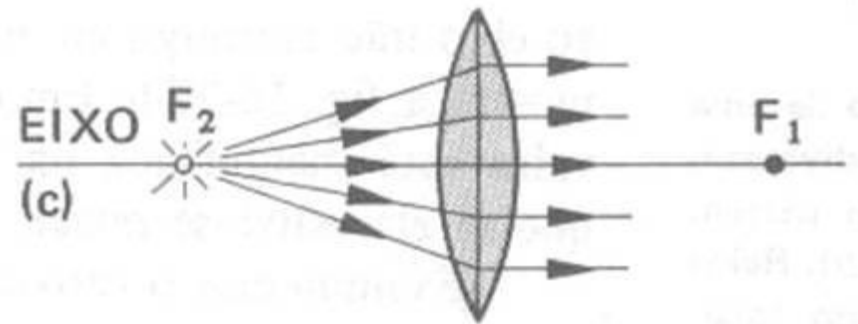
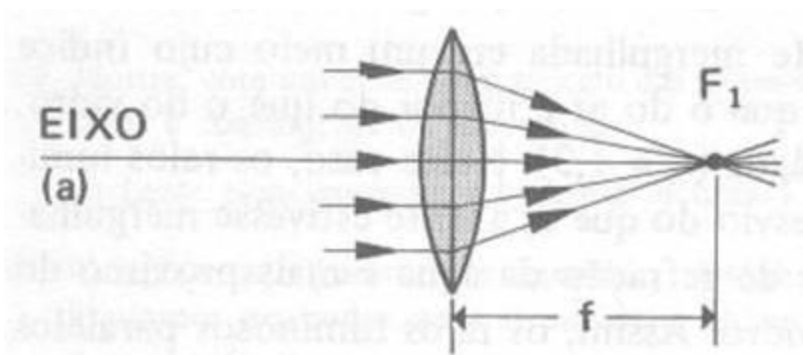
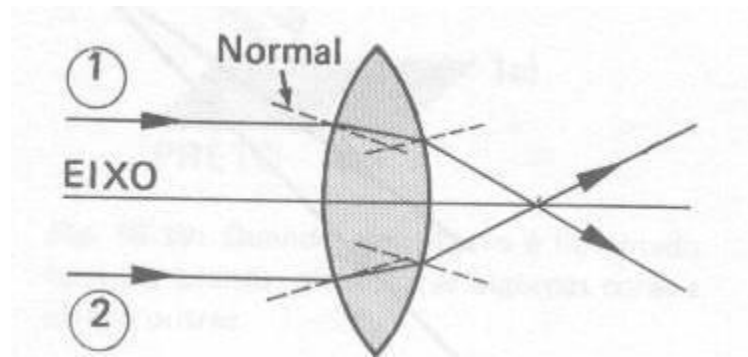
Interação Radiação/Matéria: Difração

É a mudança na direção de propagação de um feixe de radiação incidente decorrente da presença de obstáculo no caminho óptico. Esta mudança de direção depende das dimensões físicas do obstáculo, do comprimento de onda da radiação incidente e do ângulo de incidência. Este fenômeno promove a formação de interferências construtivas e destrutivas.



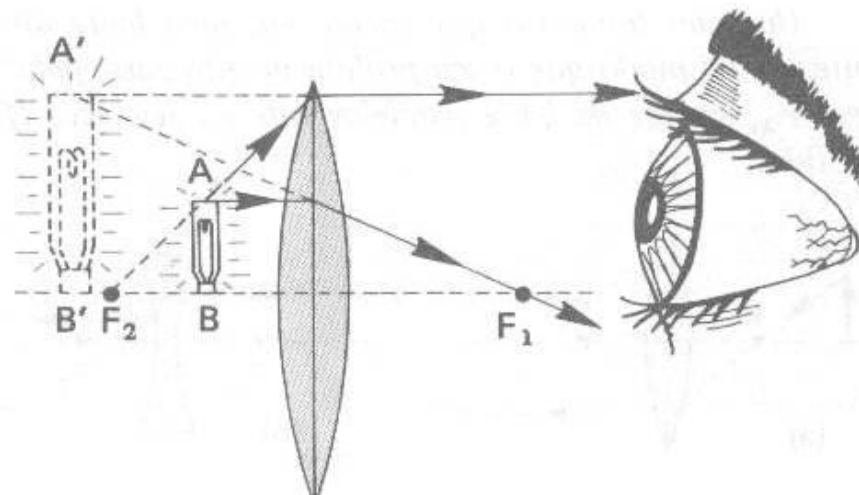
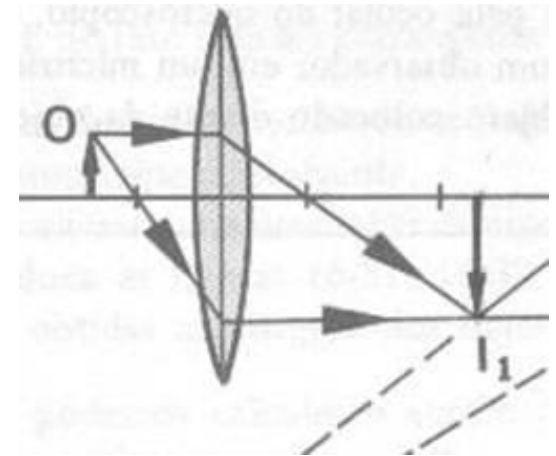
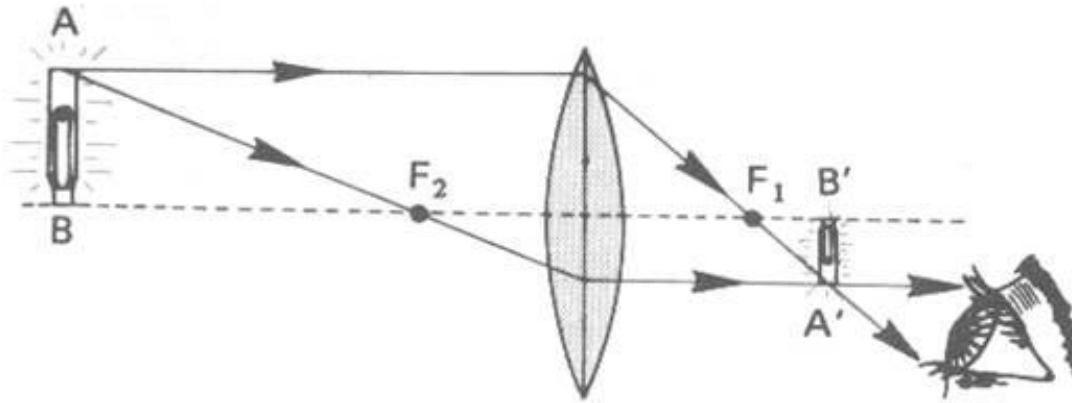
Microscopia Óptica

Princípio de Funcionamento



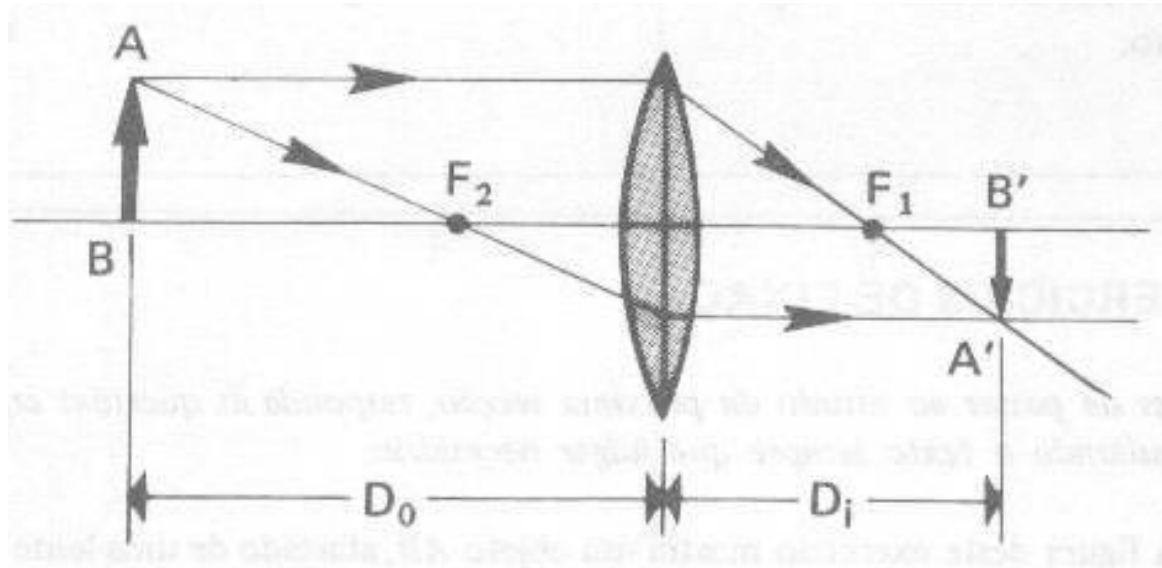
Microscopia Óptica

Princípio de Funcionamento



Microscopia Óptica

Princípio de Funcionamento

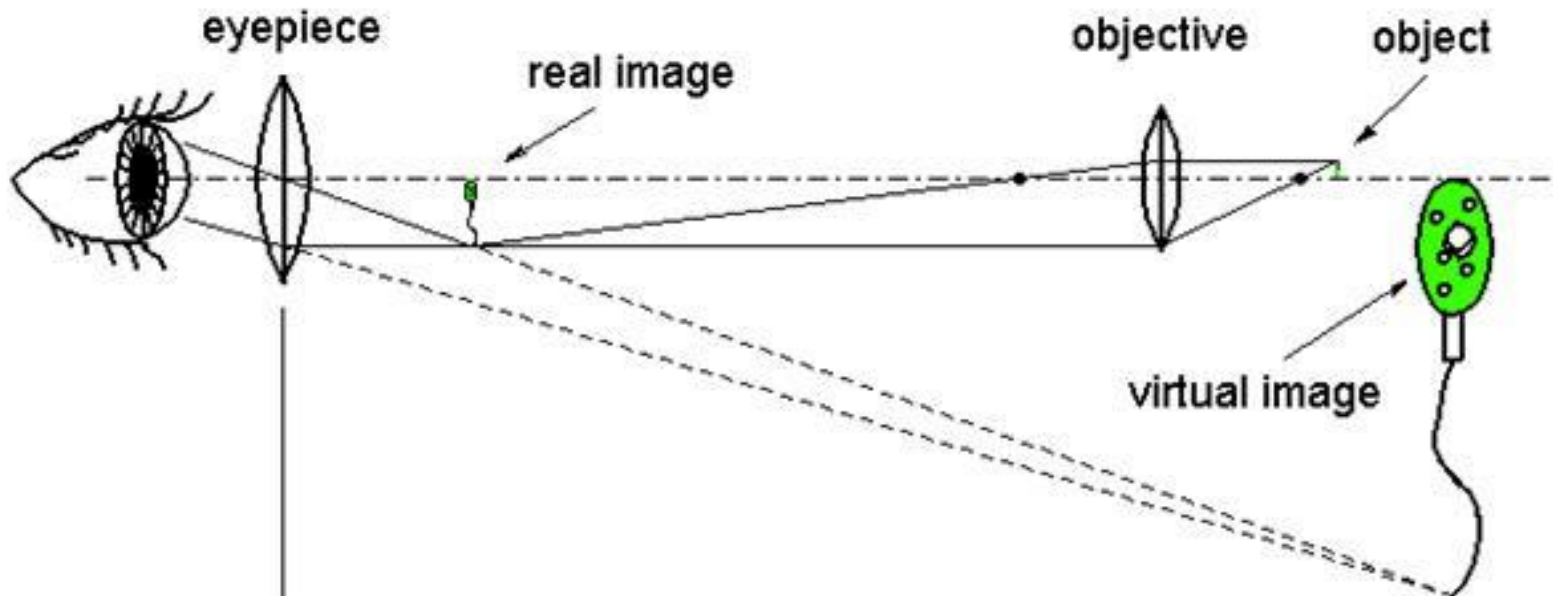


$$\text{Aumento} = A'B'/AB = D_i/D_o$$

$$1/f = 1/D_o + 1/D_i$$

Microscopia Óptica

Princípio de Funcionamento



Microscopia Óptica

- ✓ Tipicamente, as ampliações das lentes objetivas situam-se na faixa de 4X a 100X.
- ✓ As lentes oculares geralmente oferecem aumentos de 8X a 12X, sendo 10X as mais comuns.
- ✓ Portanto, ampliações típicas de microscopia óptica situam-se na faixa de ~40X a ~1000X.

Microscopia Óptica

- Aspectos mais importantes:

- ❖ Resolução

- ❖ Contraste

- ❖ Profundidade de campo

- ❖ Distorção

Microscopia Óptica

Parâmetros: Resolução

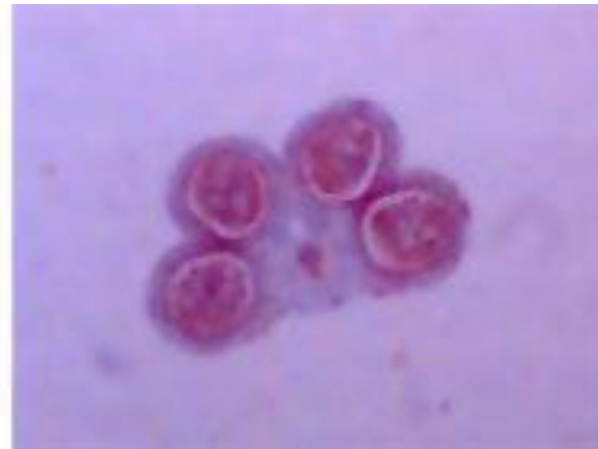
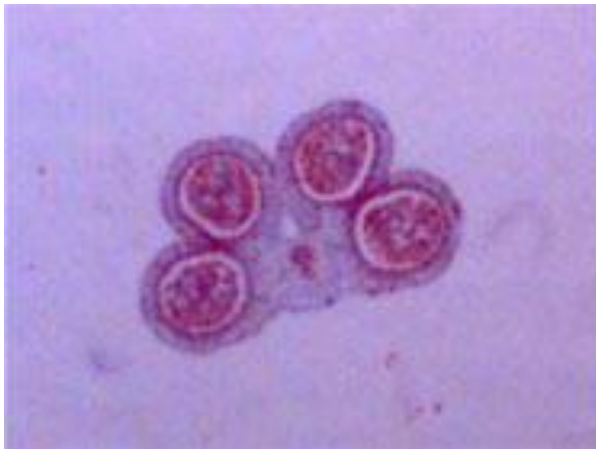


2 objetos visualizados com
baixa resolução



2 objetos visualizados com
alta resolução

$$r_d = \frac{1,22 \cdot \lambda}{2 \cdot n \cdot \text{sen}(\alpha)}$$



Microscopia Óptica

- Lei de Abbe (***Abbe's Law***)

r_D = resolução pontual;

n = índice de refração;

λ = comprimento de onda da radiação;

α = ângulo da radiação incidente;

$$r_d = \frac{1,22 \cdot \lambda}{2 \cdot n \cdot \text{sen}(\alpha)}$$

Microscopia Óptica

Parâmetros: Ampliação

Aumento = altura da imagem/altura do objeto

Aumento_{MO} = Aumento da objetiva x Aumento da Ocular

Faixa de ampliação útil: 500 x N.A. --- 1000 x N.A.

Objective (NA)	Eyepieces				
	10x	12.5x	15x	20x	25x
2.5x (0.08)	—	—	—	x	x
4x (0.12)	—	—	x	x	x
10x (0.35)	—	x	x	x	x
25x (0.55)	x	x	x	x	—
40x (0.70)	x	x	x	—	—
60x (0.95)	x	x	x	—	—
100x (1.42)	x	x	—	—	—

Microscopia Óptica

Parâmetros: Contraste

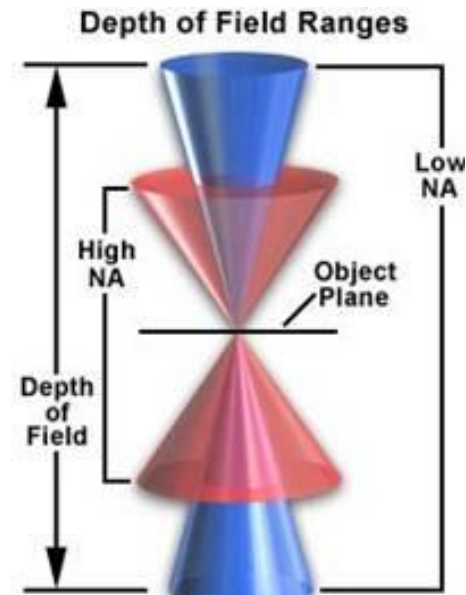


Contraste: É o número de tons presentes em uma imagem.

Microscopia Óptica

Parâmetros: Profundidade de Campo

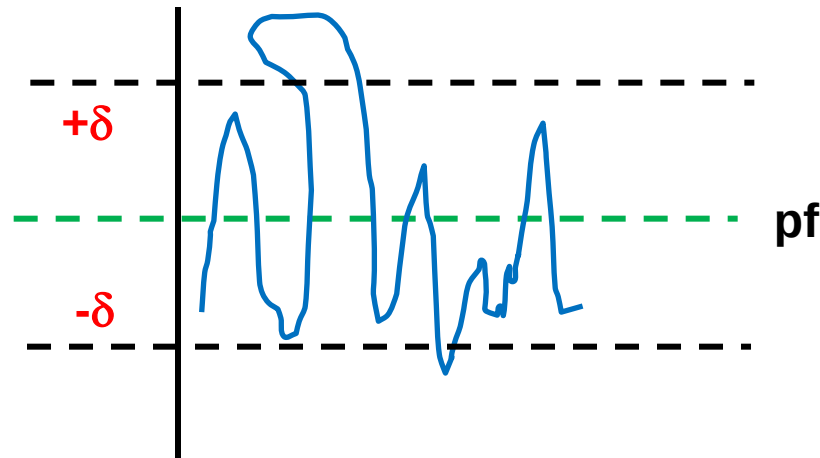
$$d = \frac{\lambda \sqrt{n^2 - (NA)^2}}{(NA)^2}$$



Microscopia Óptica

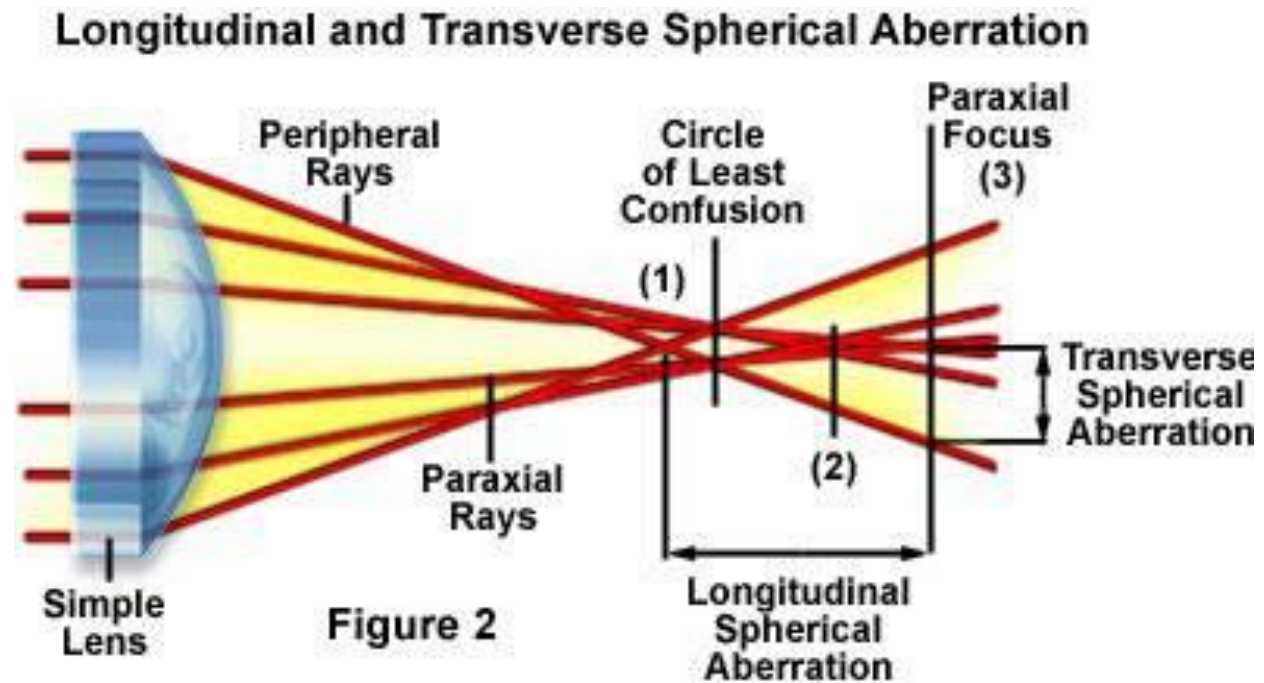
- Profundidade de Campo:

Dimensão linear máxima entre um plano acima ($+\delta$) ou abaixo ($-\delta$) e o plano de foco do espécime observado (pf ou plano focal).



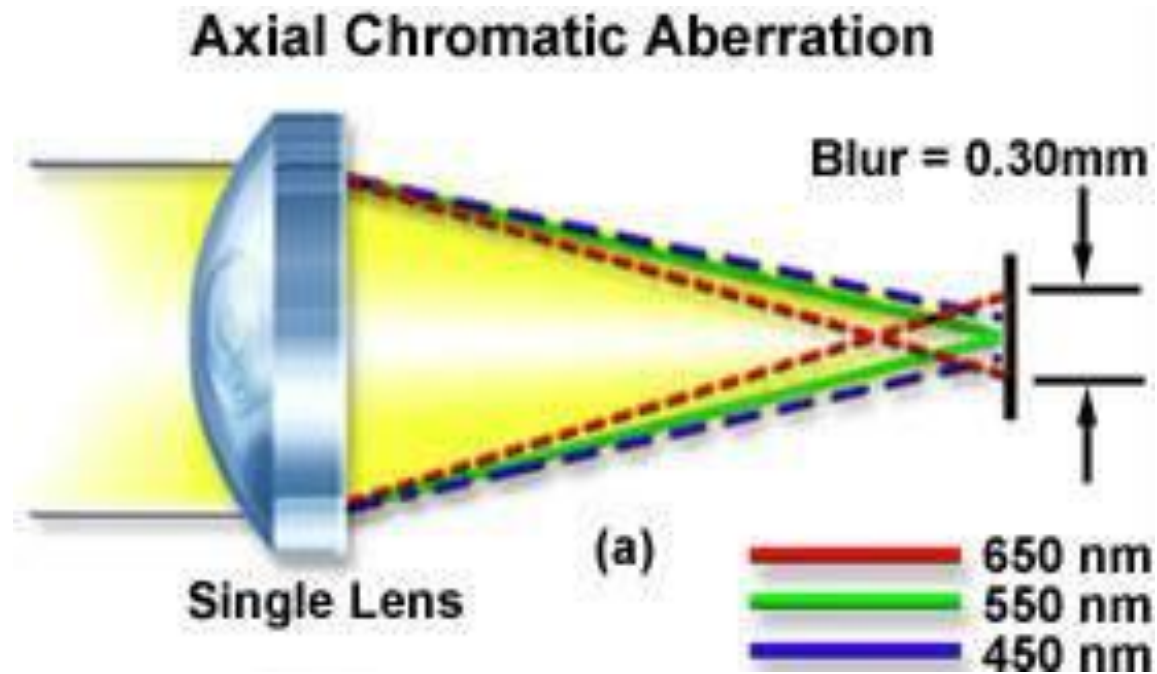
Microscopia Óptica

Parâmetros: Aberrações Esféricas



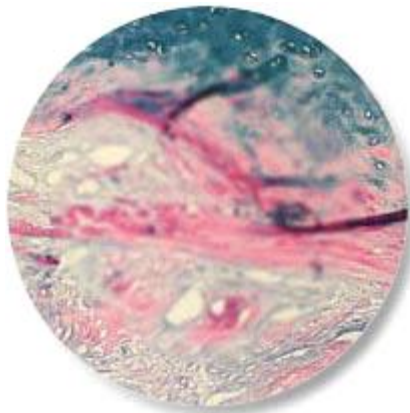
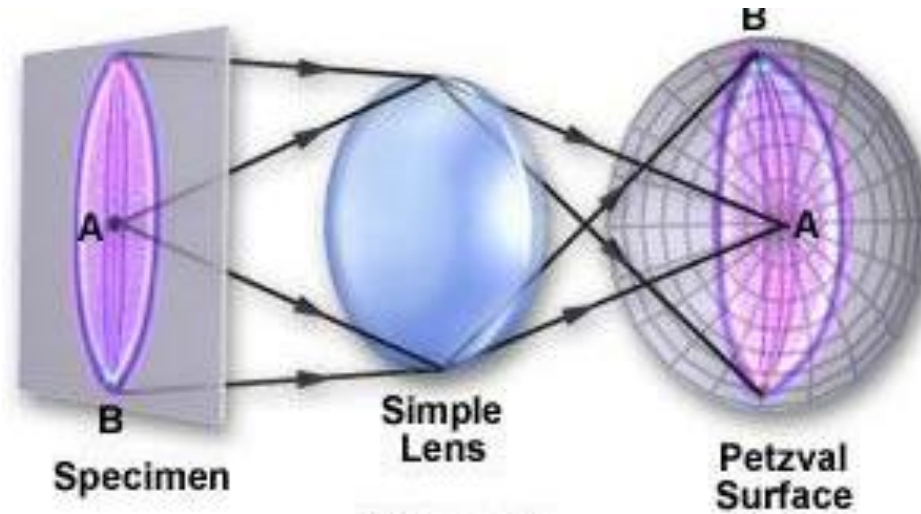
Microscopia Óptica

Parâmetros: Aberrações Cromáticas

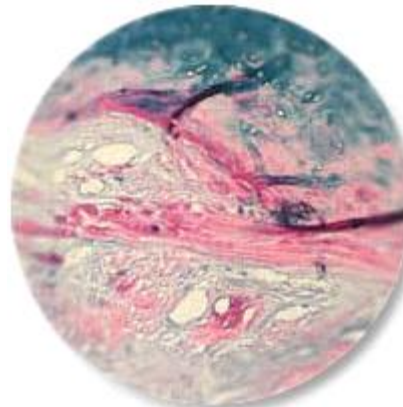


Microscopia Óptica

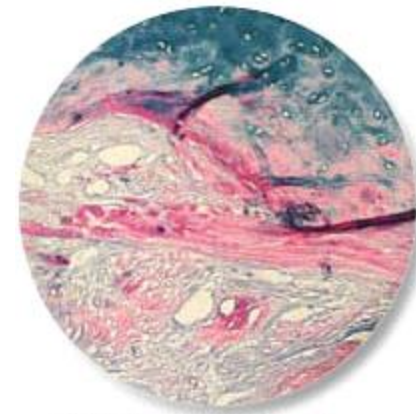
Parâmetros: Curvatura de Campo



(a) Edges in Focus



(c) Center in Focus

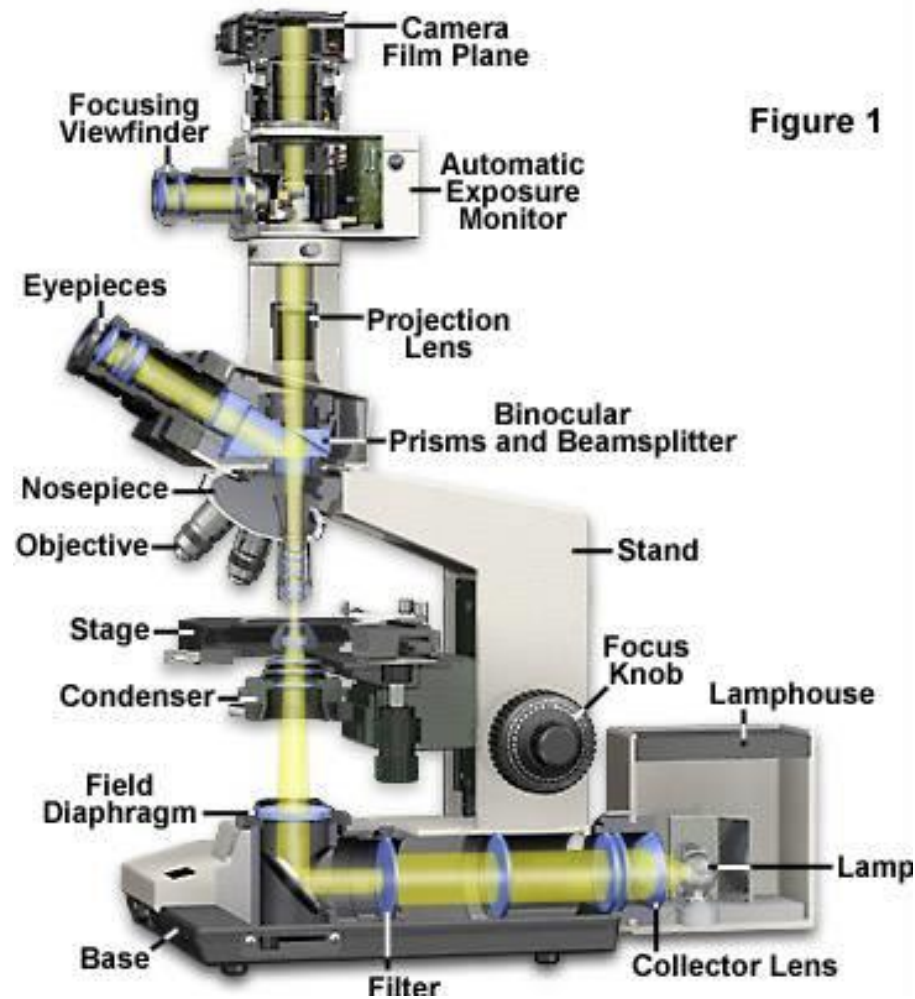


(b) Entire Viewfield in Focus

Microscopia Óptica

Equipamento

Modern Microscope Component Configuration



Microscopia Óptica

Equipamento: Iluminação

Modern Microscope Component Configuration

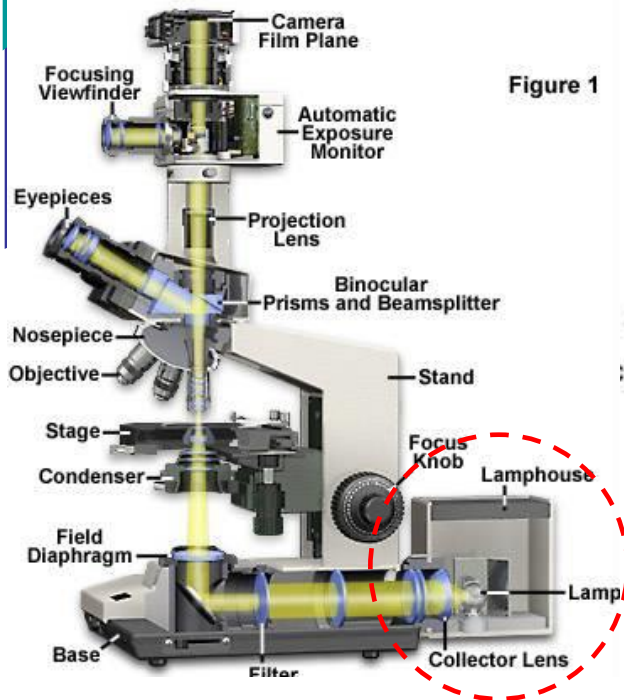
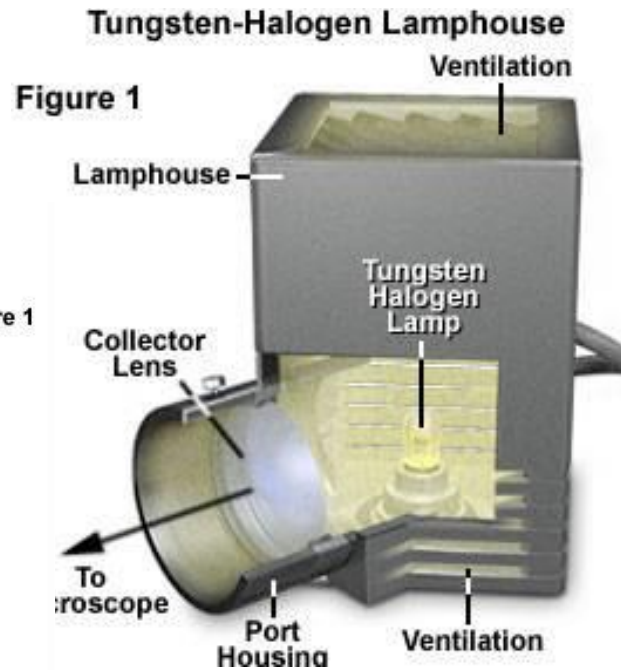
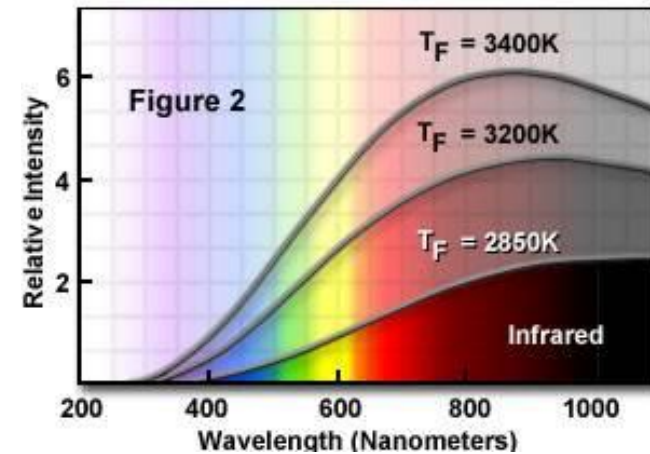


Figure 1



Tungsten Lamp Emission Spectrum



Microscopia Óptica

Equipamento: Condensador

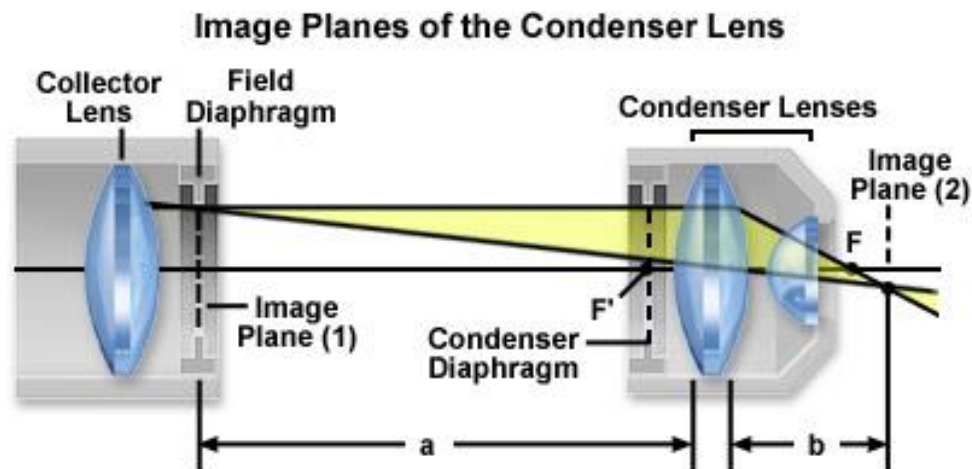
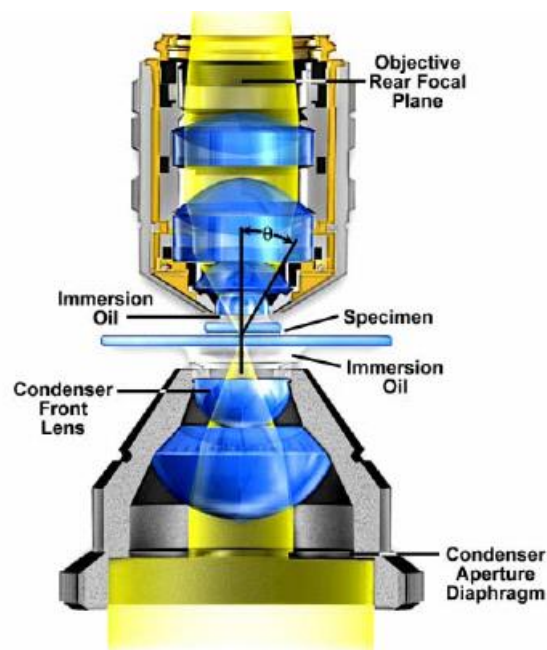
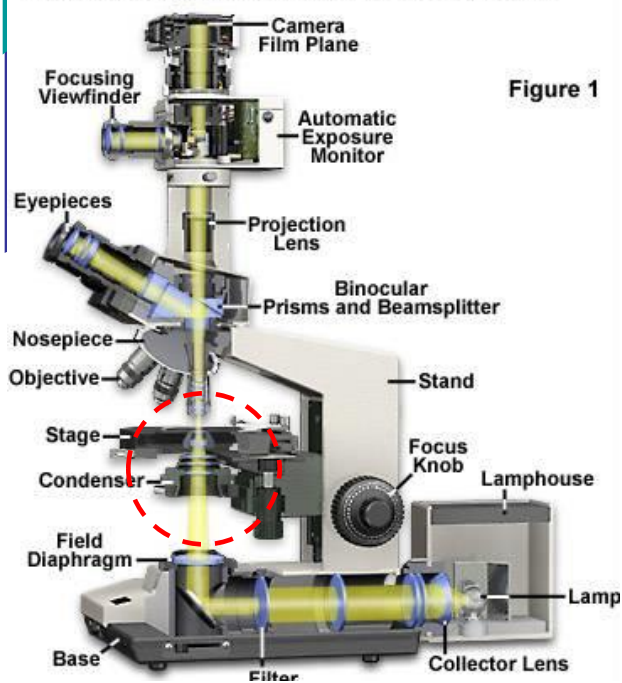


Figure 1

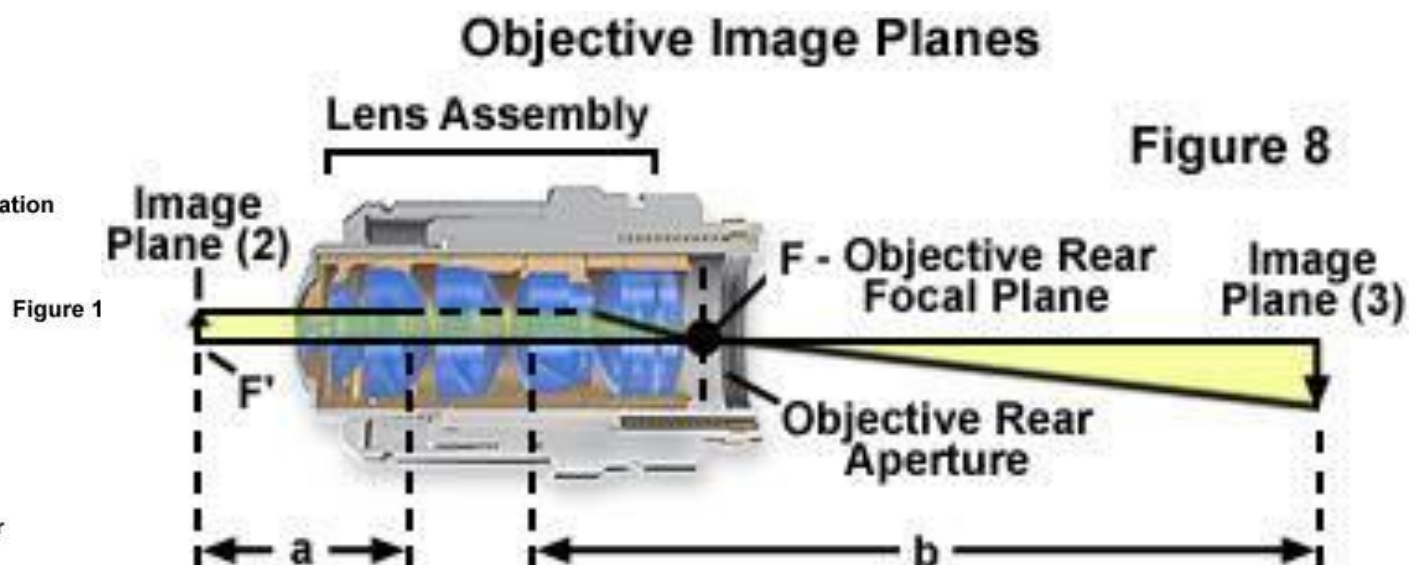
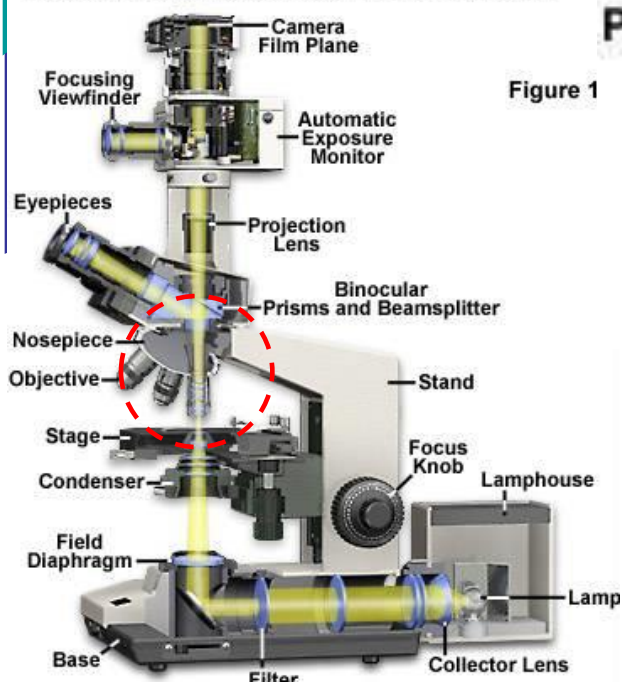
Modern Microscope Component Configuration



Microscopia Óptica

Equipamento: Lentes Objetivas

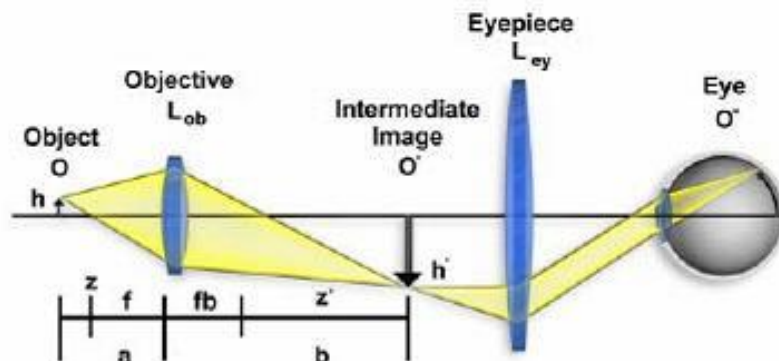
Modern Microscope Component Configuration



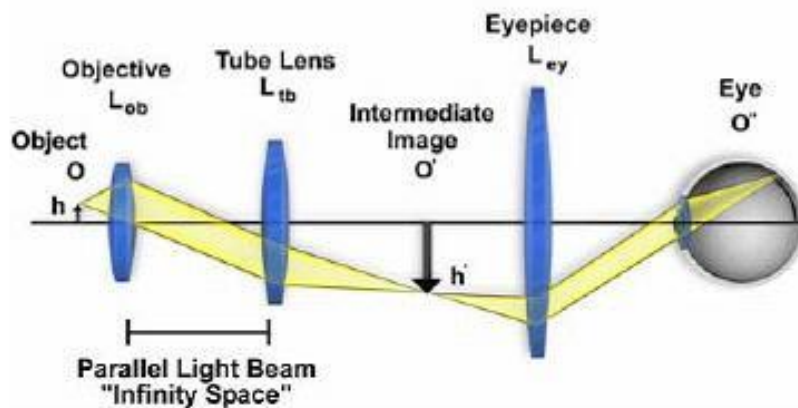
Microscopia Óptica

Equipamento: Lentes Objetivas

Finite-Tube Length Microscope Ray Paths



Infinity-Corrected Microscope Ray Paths



Modern Microscope Component Configuration

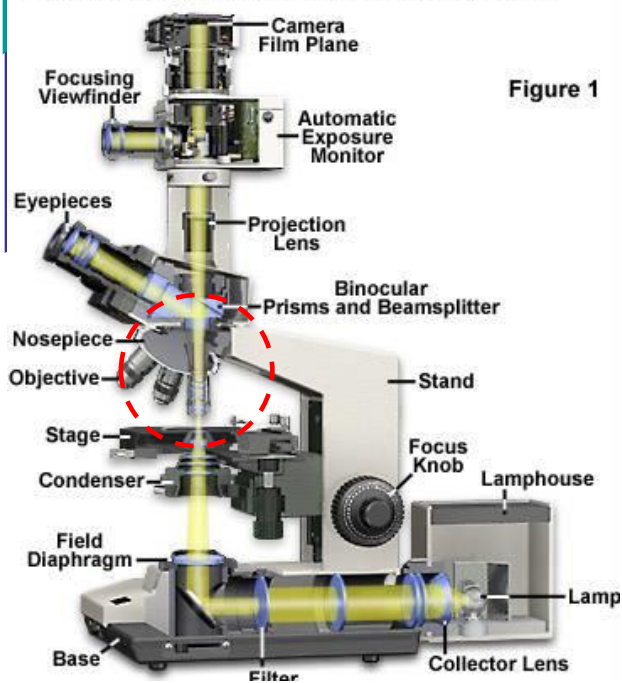
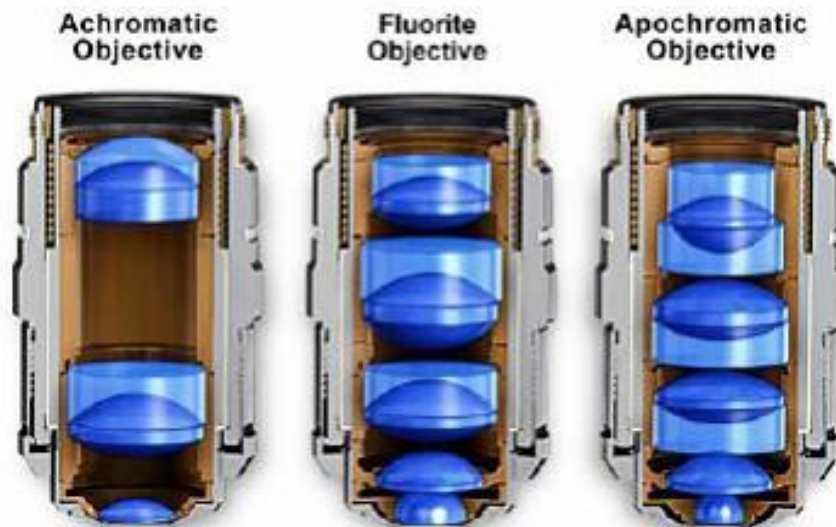


Figure 1

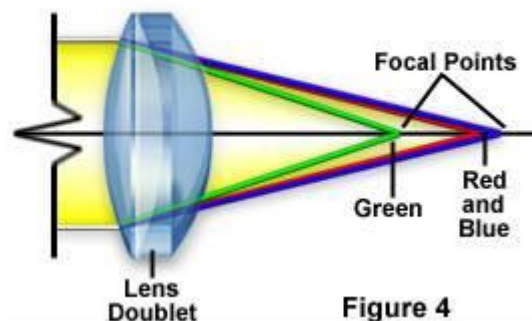
Microscopia Óptica

Equipamento: Lentes Objetivas

Optical Correction in Objectives



Achromat Doublet



Modern Microscope Component Configuration

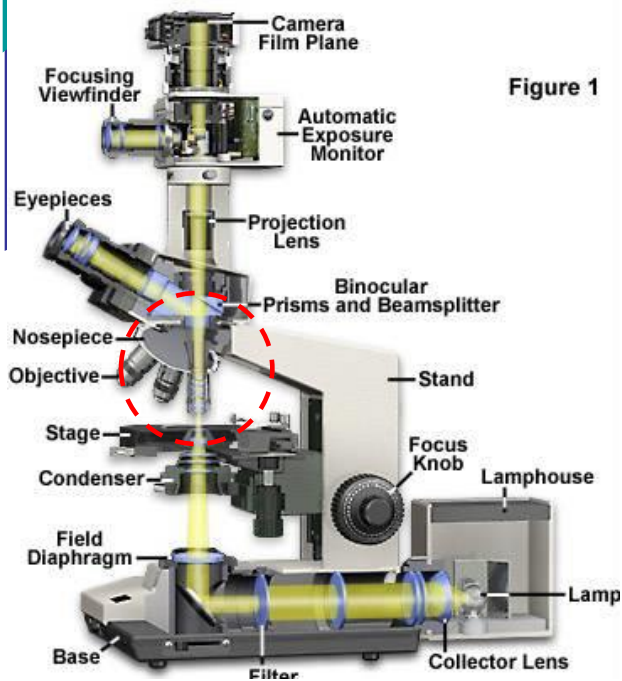


Figure 1

Figure 4

Microscopia Óptica

Equipamento: Lentes Objetivas

Objective Specifications

Modern Microscope Component Configuration

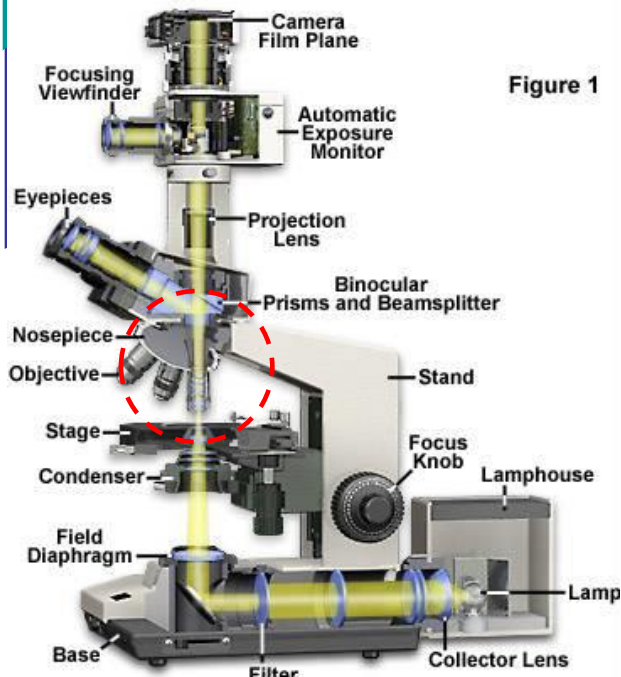
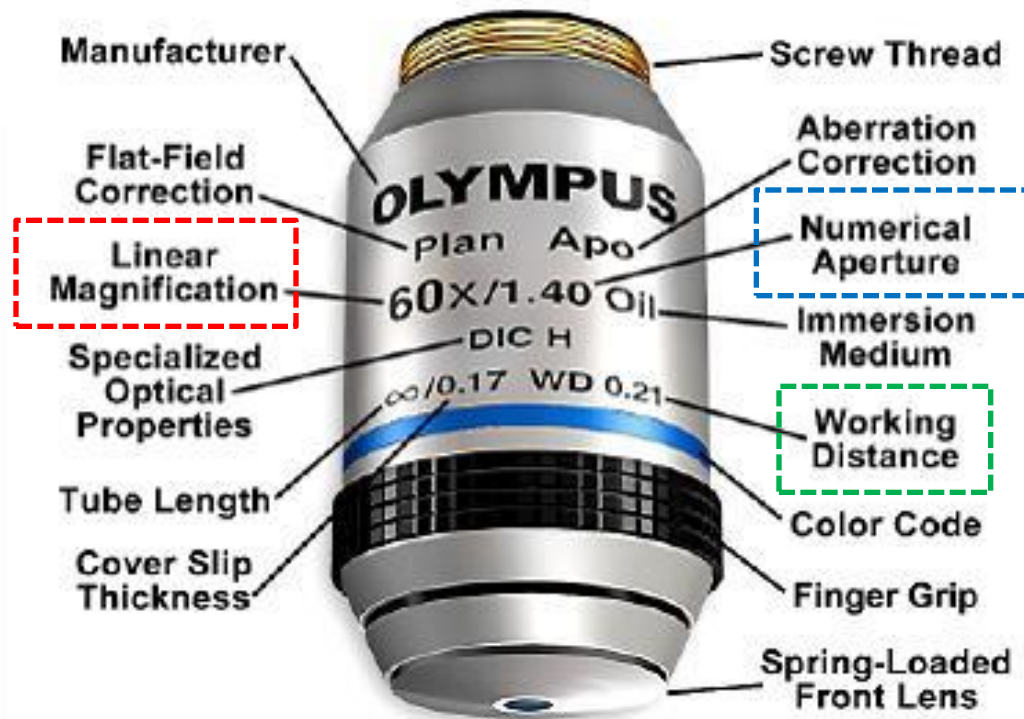
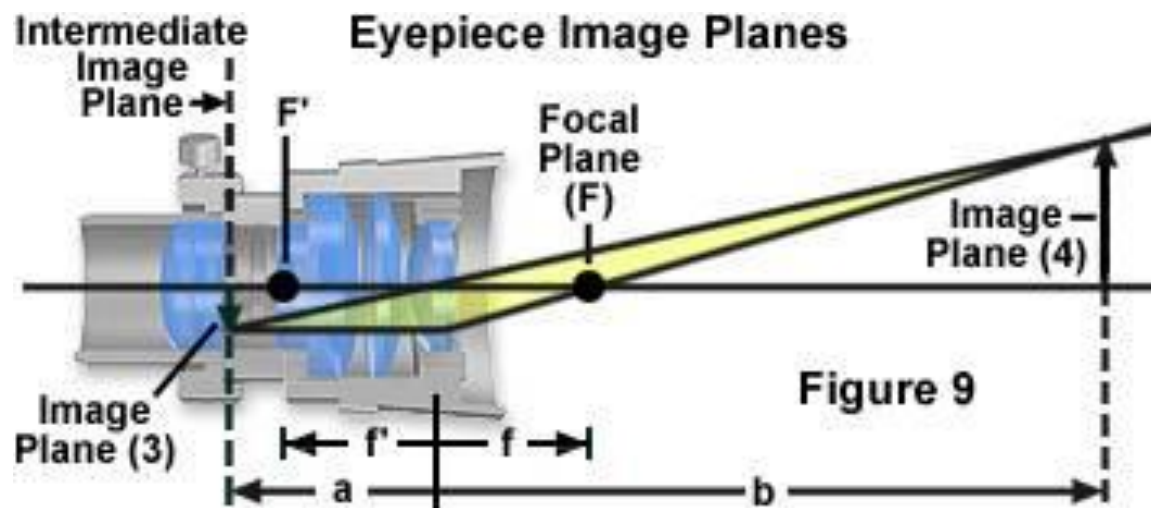
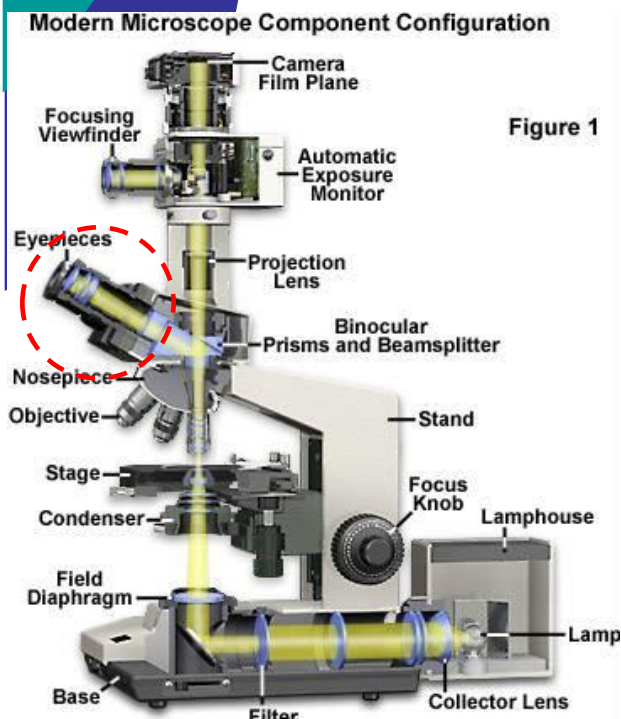


Figure 1



Microscopia Óptica

Equipamento: Lentes Oculares



Microscopia Óptica

Equipamento: Lentes Oculares

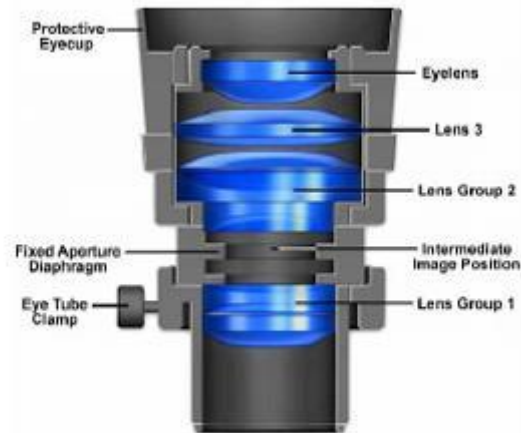
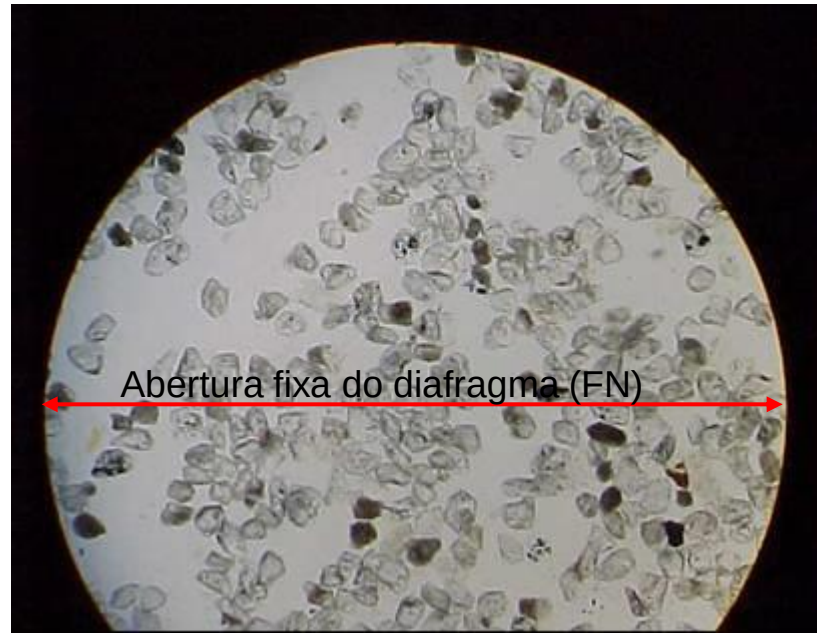
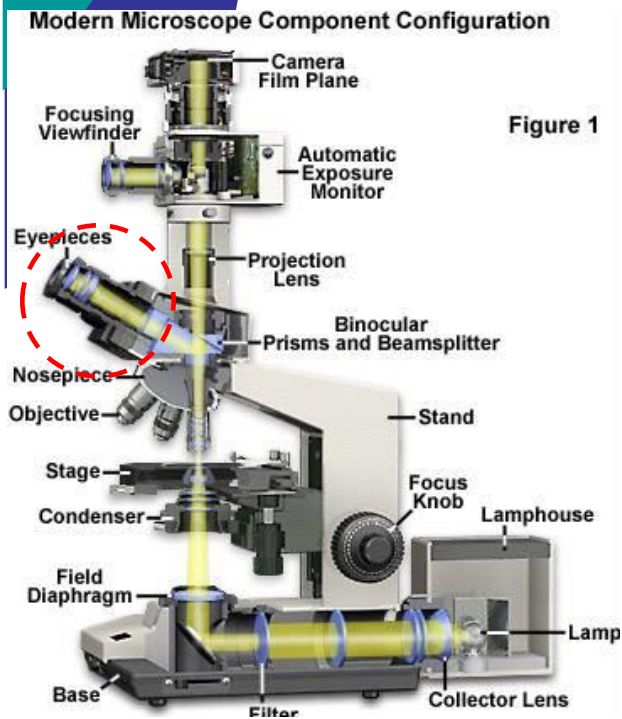
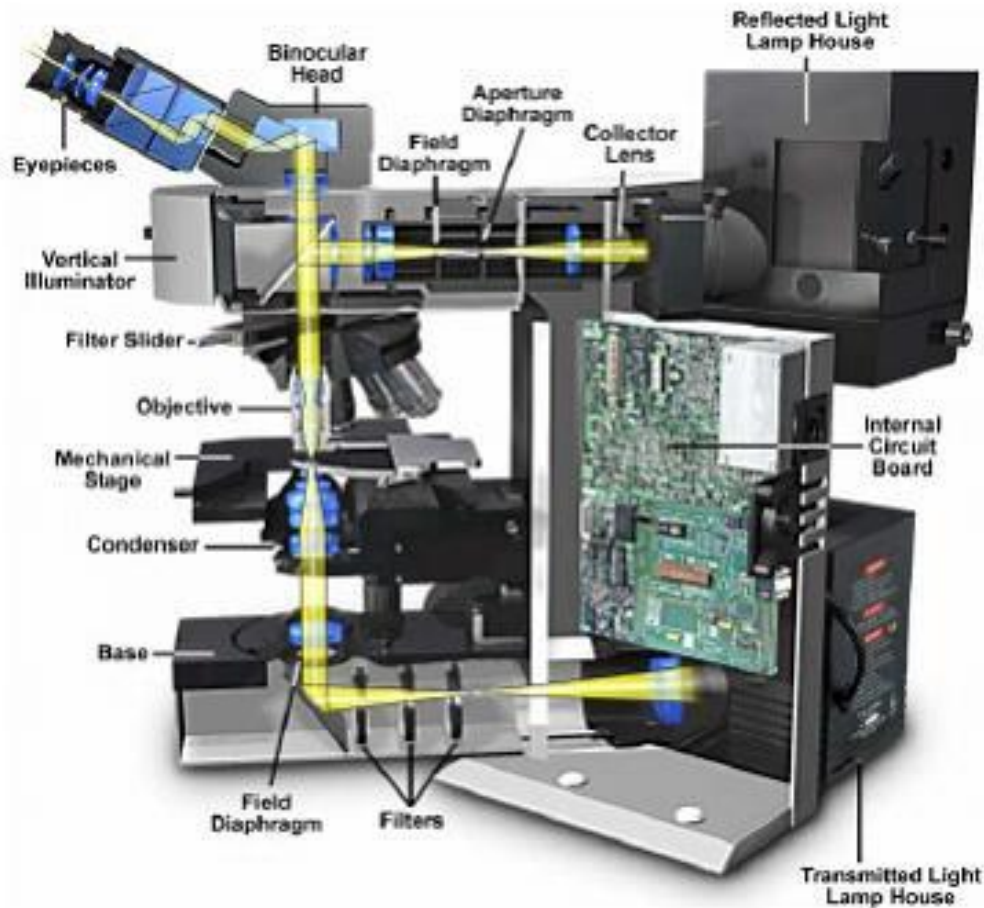


Figure 1



Microscopia Óptica

Microscópio de Luz Refletida





Microscopia Eletrônica

7.2.2. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV-SEM)

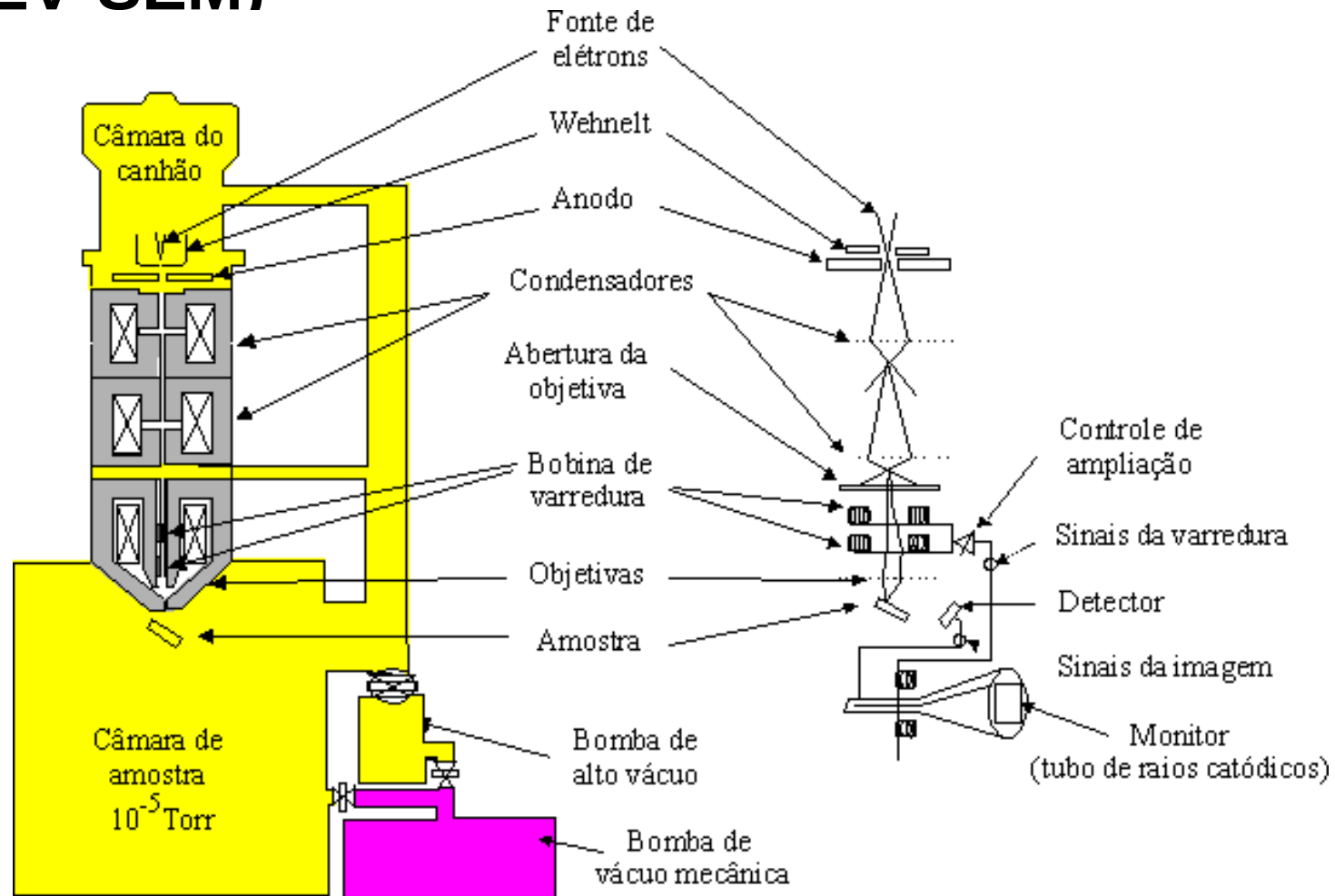


Diagrama representativo de funcionamento do microscópio eletrônico de varredura convencional.

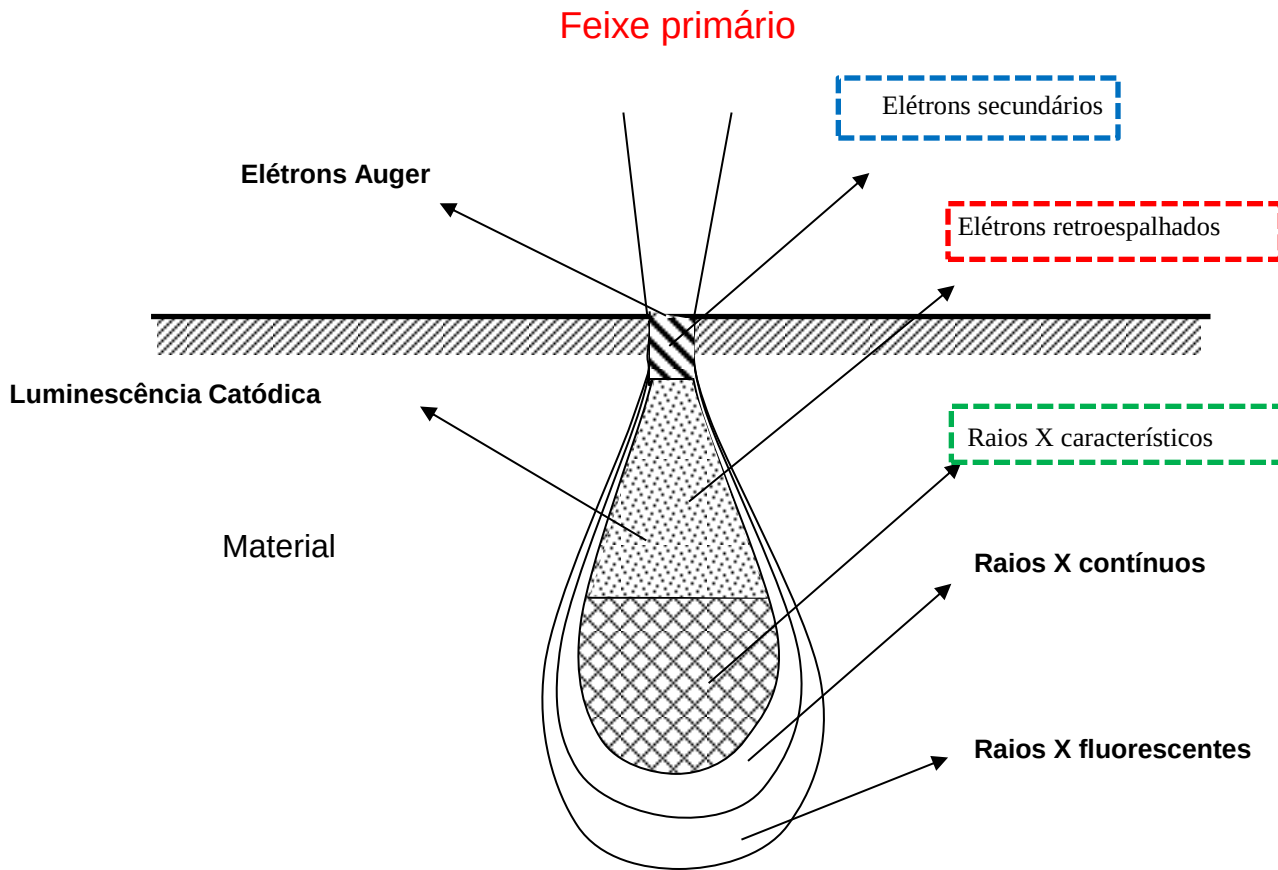
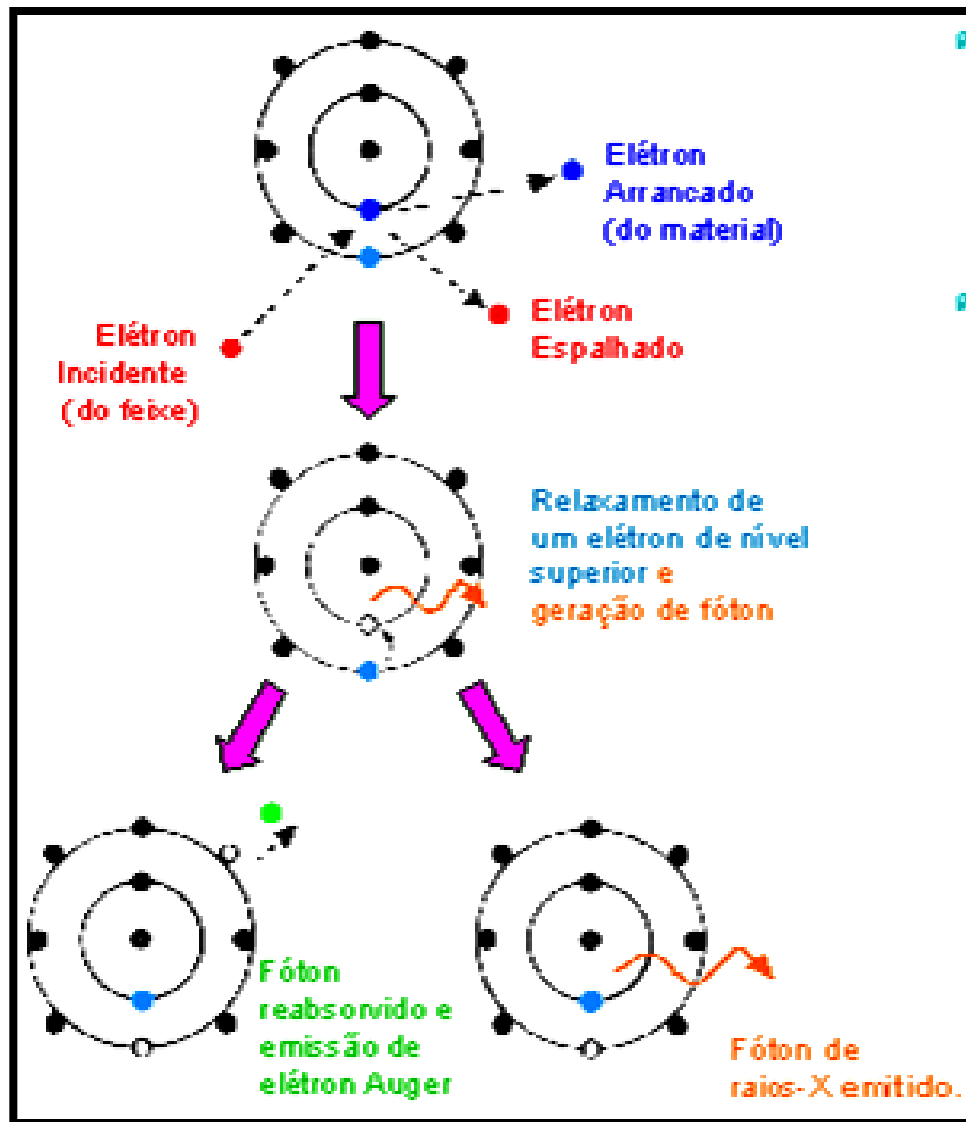


Figura.7.13 - Sinais resultantes da interação do feixe de elétrons primários com a amostra. Diagrama esquemático mostrando vários dos efeitos causados pela interação de um feixe de elétrons com um alvo sólido (adaptado de [50]).



Modelos representativos das interações atômicas decorrentes da perturbação do material com o feixe primário.

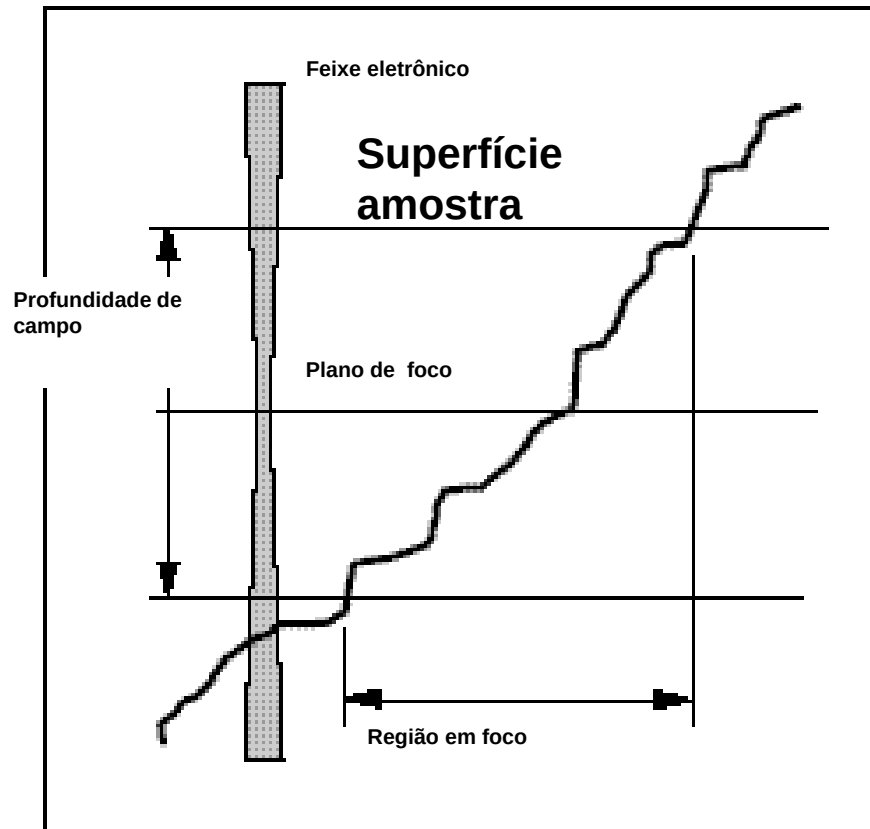
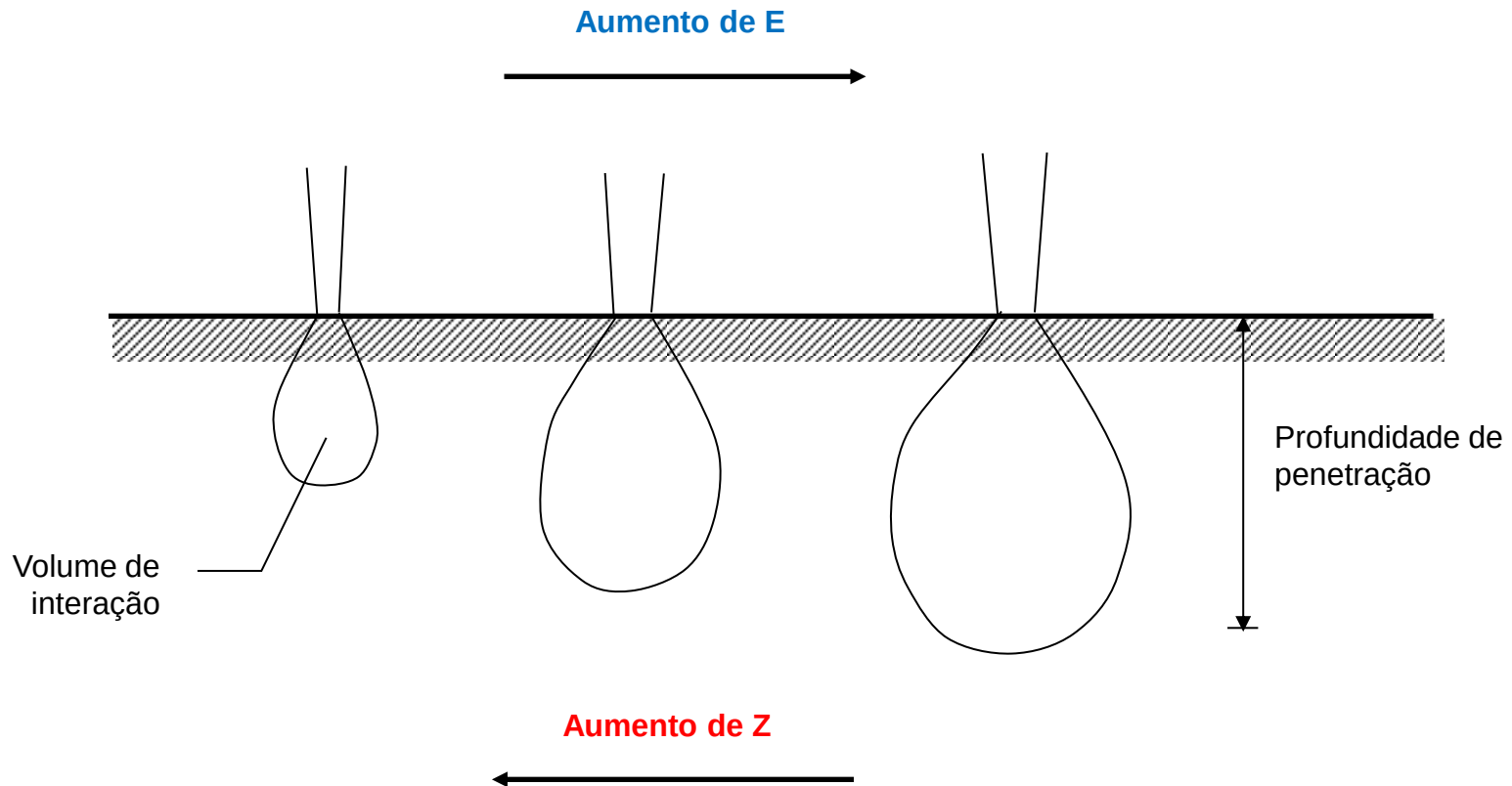


Ilustração relativa á profundidade de campo obtida em MEV.

Aspectos Importantes na Execução e Interpretação de Resultados de MEV



Variação do volume de interação e profundidade de penetração do feixe de elétrons da amostra com o aumento da energia do feixe (**E**) e com o aumento do número atômico (**Z**) dos elementos que compõem a amostra.

Charge-up

Charge-up is a phenomenon where the negative charge of the incident electron beam accumulates (charged up) on the surface of a non-conductive specimen and the potential in the beam-incident area changes to cause various image troubles. The charge-up phenomenon occurs when the total number of electrons emitted from a specimen, or backscattered electrons (I_{BSE}), absorbed electrons (I_{ab}) and secondary electrons (I_{SE}) is not equal to the number of incident electrons (I_p), as shown in Fig. 9.

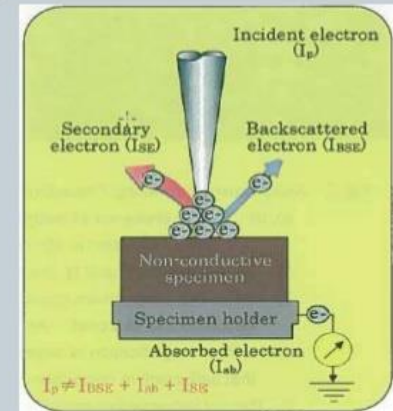
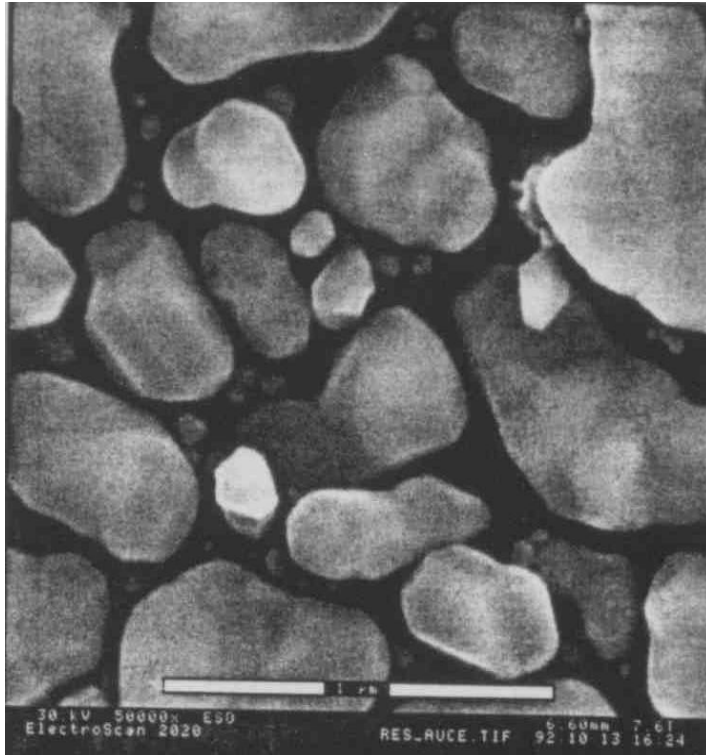


Fig. 9 Charge-up Phenomenon on Surface of Non-conductive Specimen

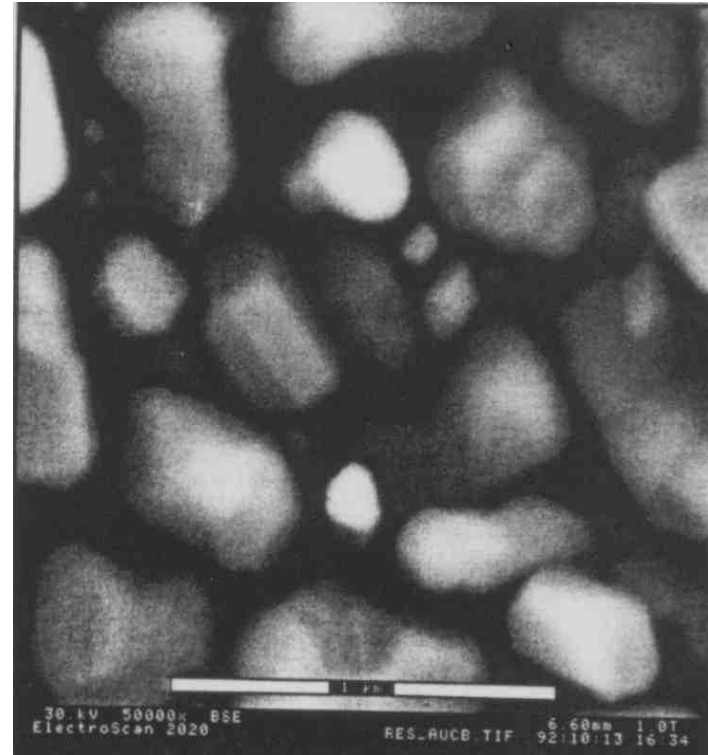


Ilustração equipamento de recobrimento para MEV.

Aplicações de Microscopia Eletrônica de Varredura



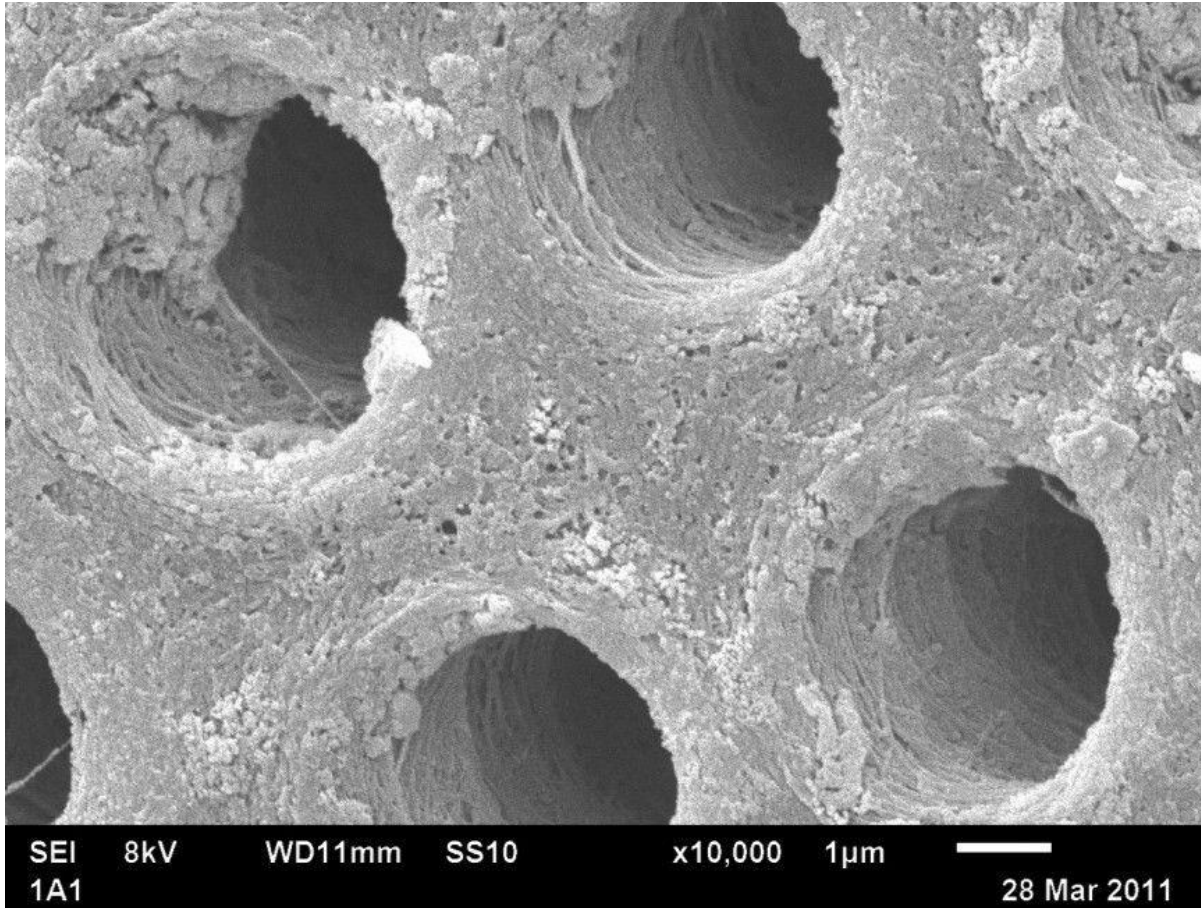
(a)



(b)

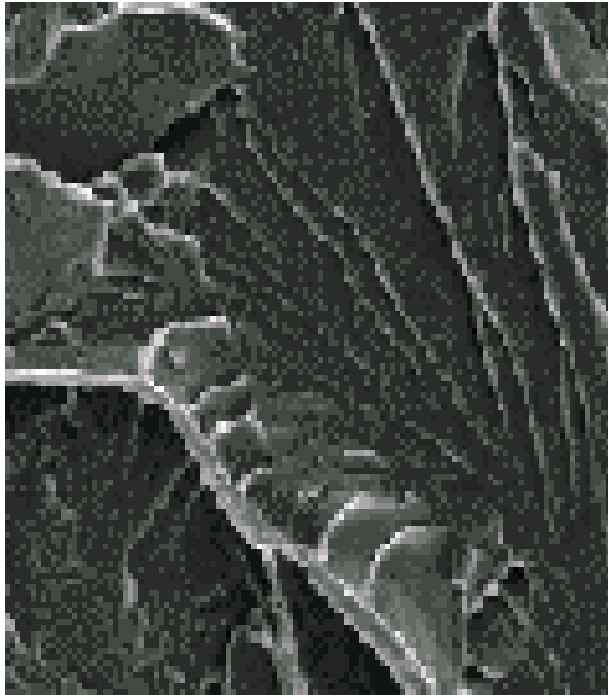
Fotografias de ouro em carbono observadas no MEV utilizando (a) SE e (b) BSE.

Aplicações de Microscopia Eletrônica de Varredura

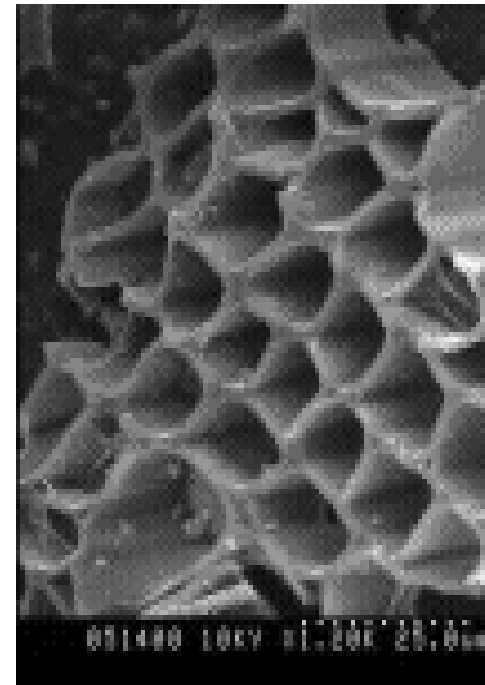


Dentina

Aplicações de Microscopia Eletrônica de Varredura



(a)



(b)

Figura.7.18. a)Fratura frágil de aço (500x);
b) Imagem madeira da planta *Switenia macrophylla*.

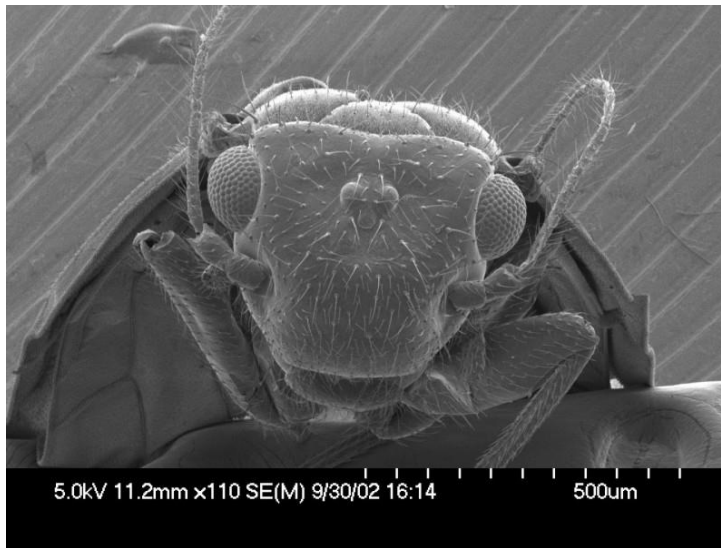
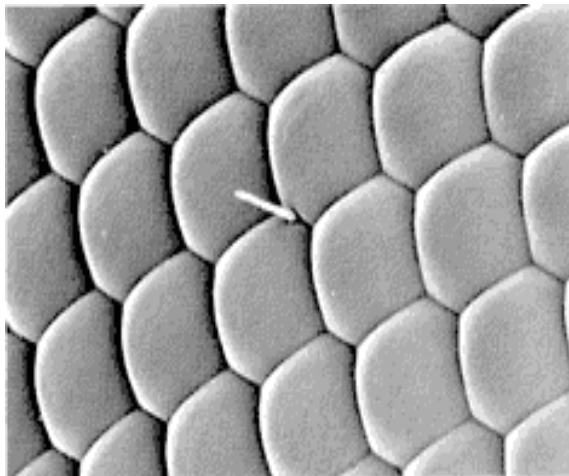
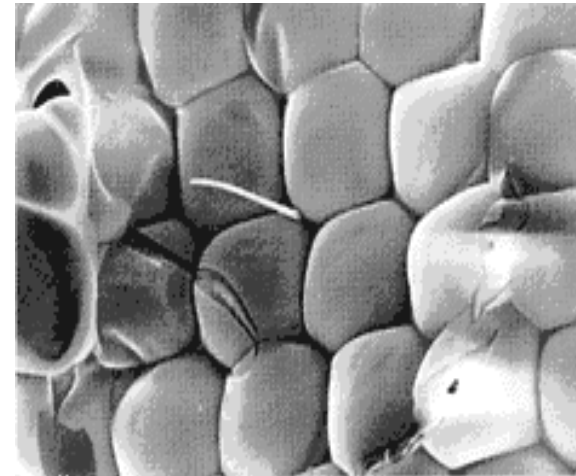


Figura.7.19. Fotomicrografia de Inseto

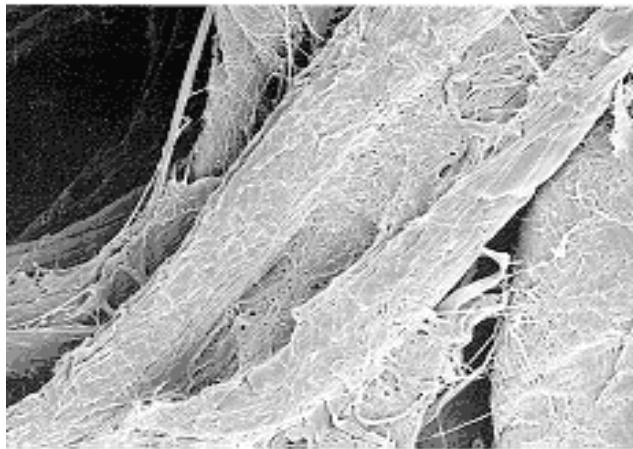


(a)

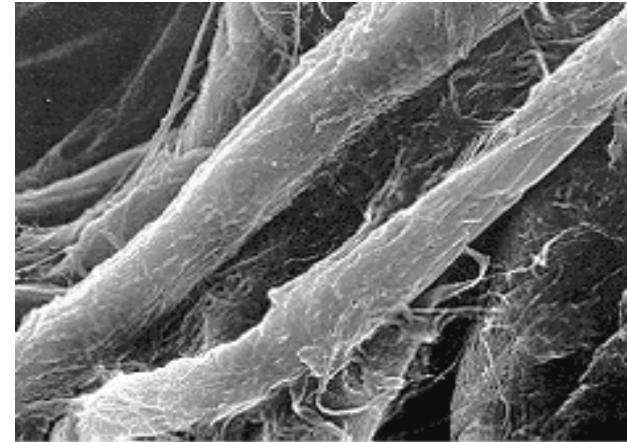


(b)

Figura.7.20. Olhos compostos de mosca, a) sem danificar; b) danificado pelo feixe (5 kV x 1, 100).

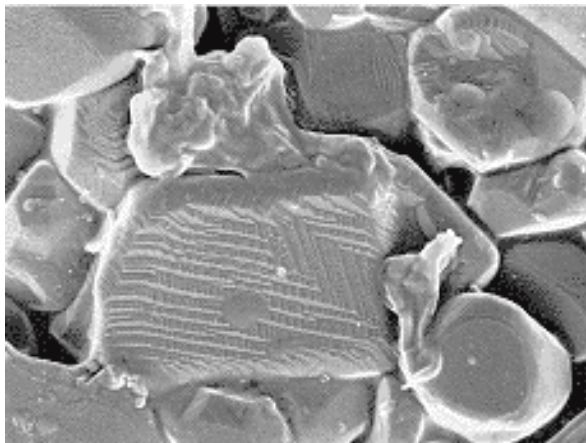


(a) 5 kV x 1,400

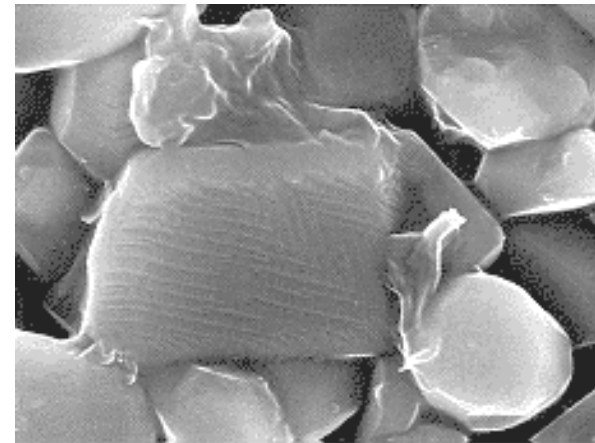


(b) 25 kV x 1,400

Figura.7.21. Papel de filtro, a) 5 kV ; b) 25 kV (x 1400)



(a) 5kV x 7,200



(b) 25kV x 7,200

Figura.7.22. Micrografia de Pó sinterizado, a) 5 kV ; b) 25 kV (x 7200)



Figura.7.23. Fotomicrografia de Inseto

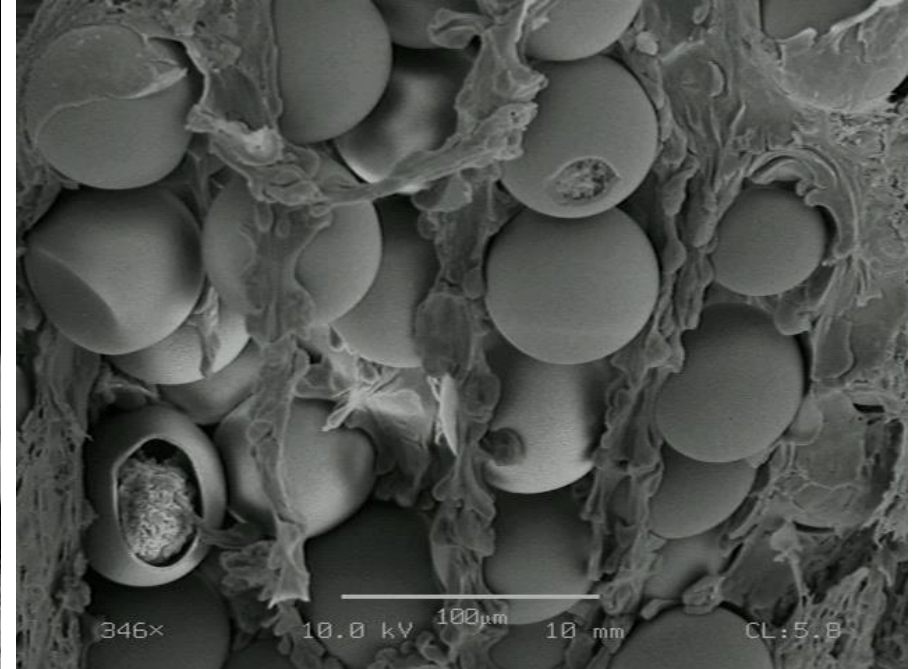


Figura.7.23. Fotomicrografia dos óvulos de acaro de carpete *Hymenolepis diminuta*.



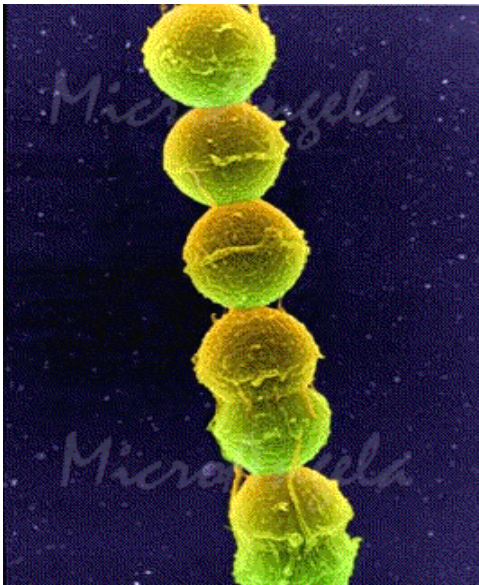
Figura.7.24. Imagem de elétrons secundários de espuma de poliestireno



(a)



(b)



(c)

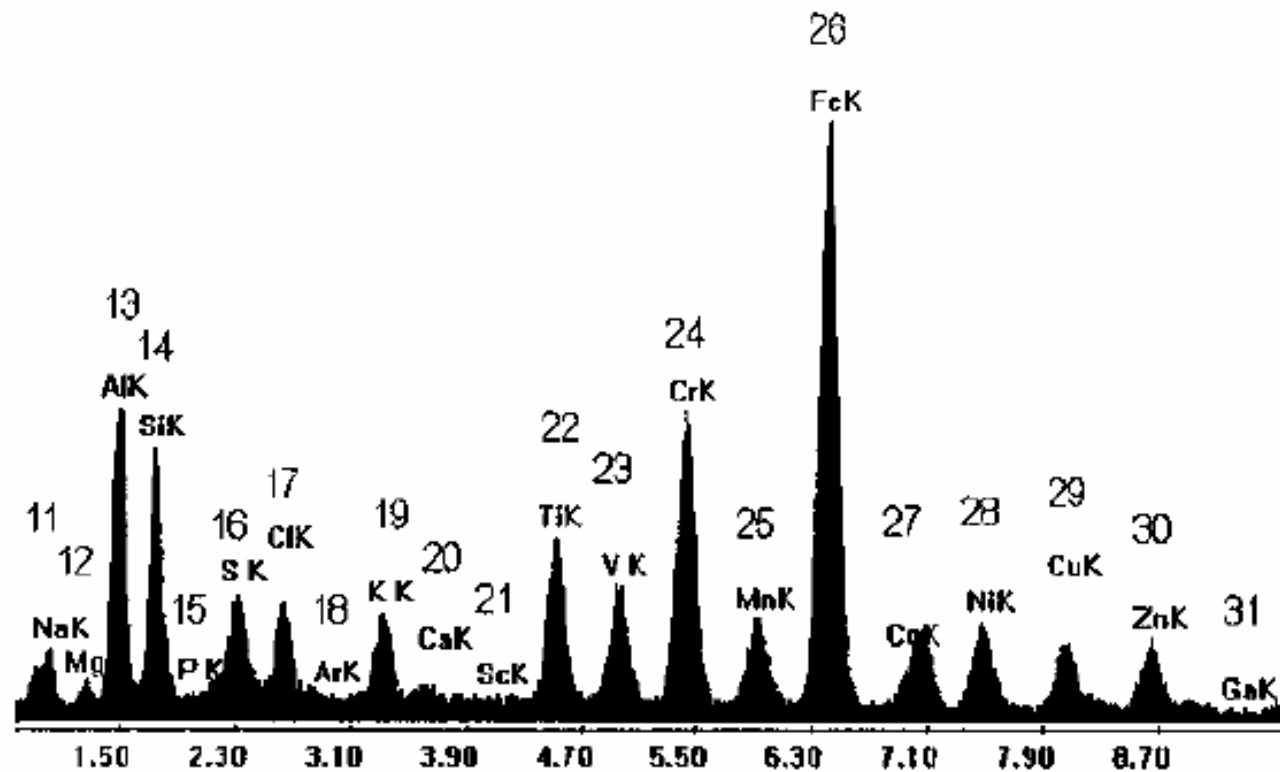
Figura.7.25. Micrografia de sistemas biológicos; a) hemácias; b) ácaro; c) Streptococcus

Espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDS, EDX)

Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS, EDX)

- É uma análise de espectroscopia.
- Usualmente apresentada juntamente com a microscopia eletrônica de varredura.

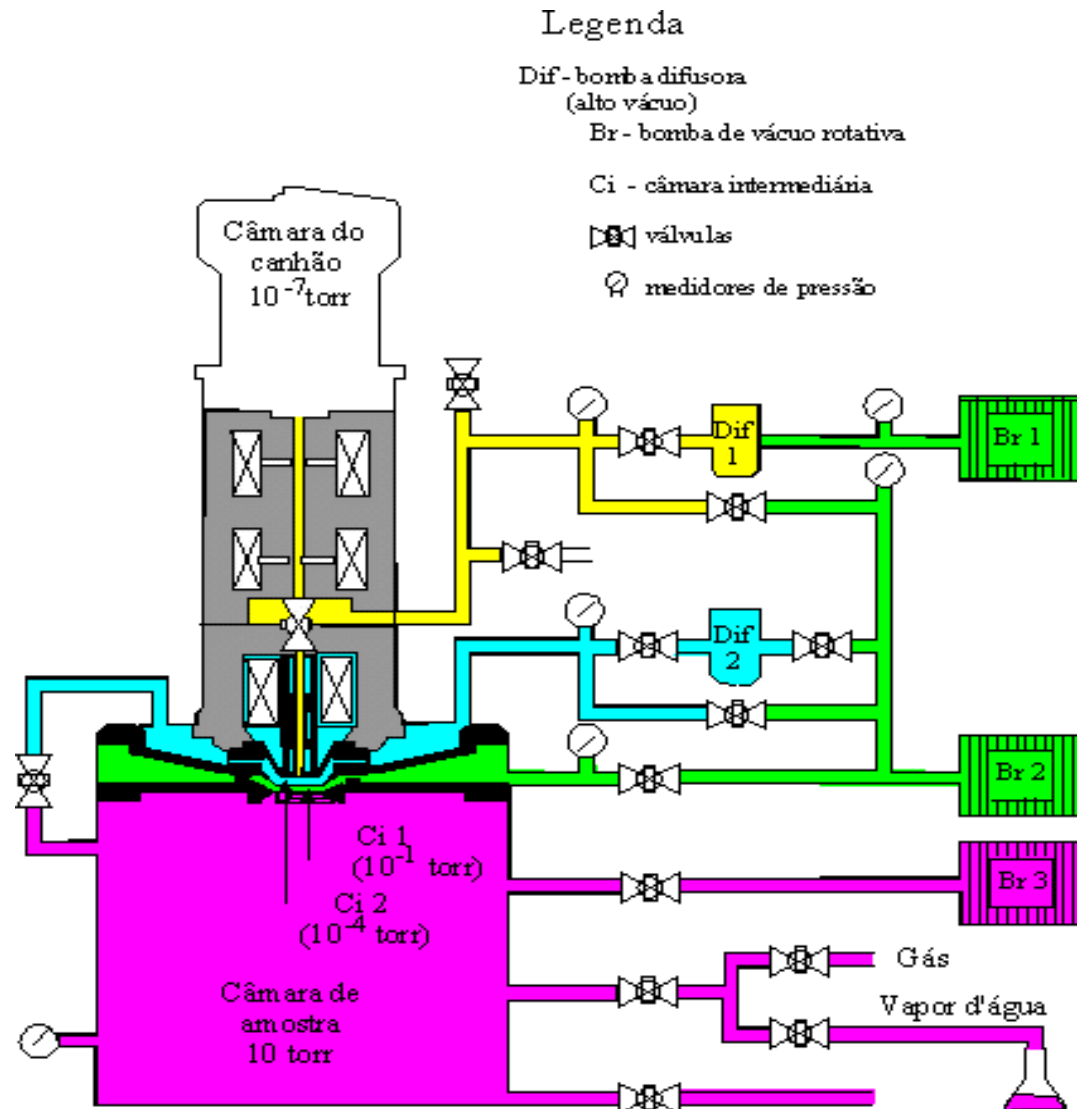
Raios- X característicos



Microscopia Eletrônica de Varredura Ambiental (E-SEM)

Microscopia Eletrônica de Varredura Ambiental (MEV-Ambiental)

Figura.7.27.
Representação
esquemática de um
microscópio eletrônico
de varredura ambiental.



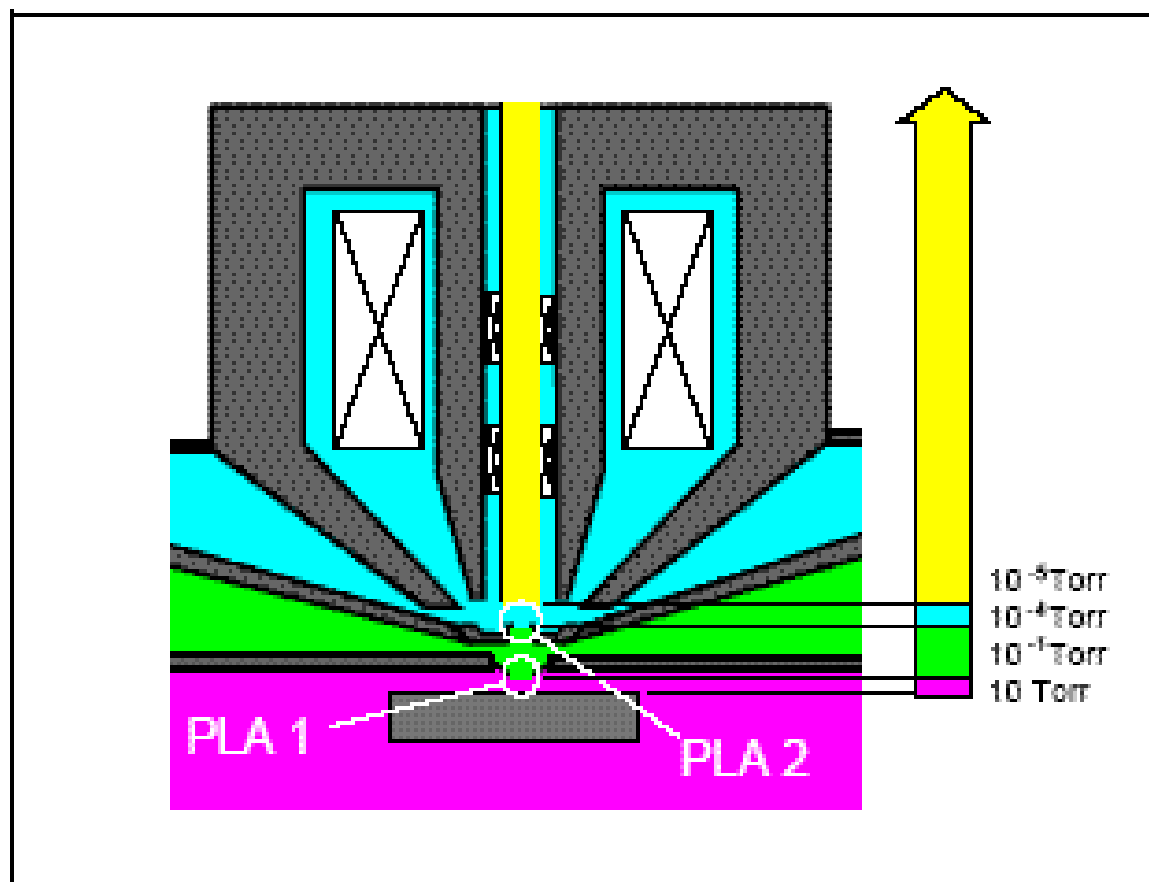


Figura.7.27a. Detalhe do sistema de pressão do MEV ambiental

7.2.4.1. Aplicações de Microscopia Eletrônica de Varredura Ambiental

a) Amostras não-condutoras

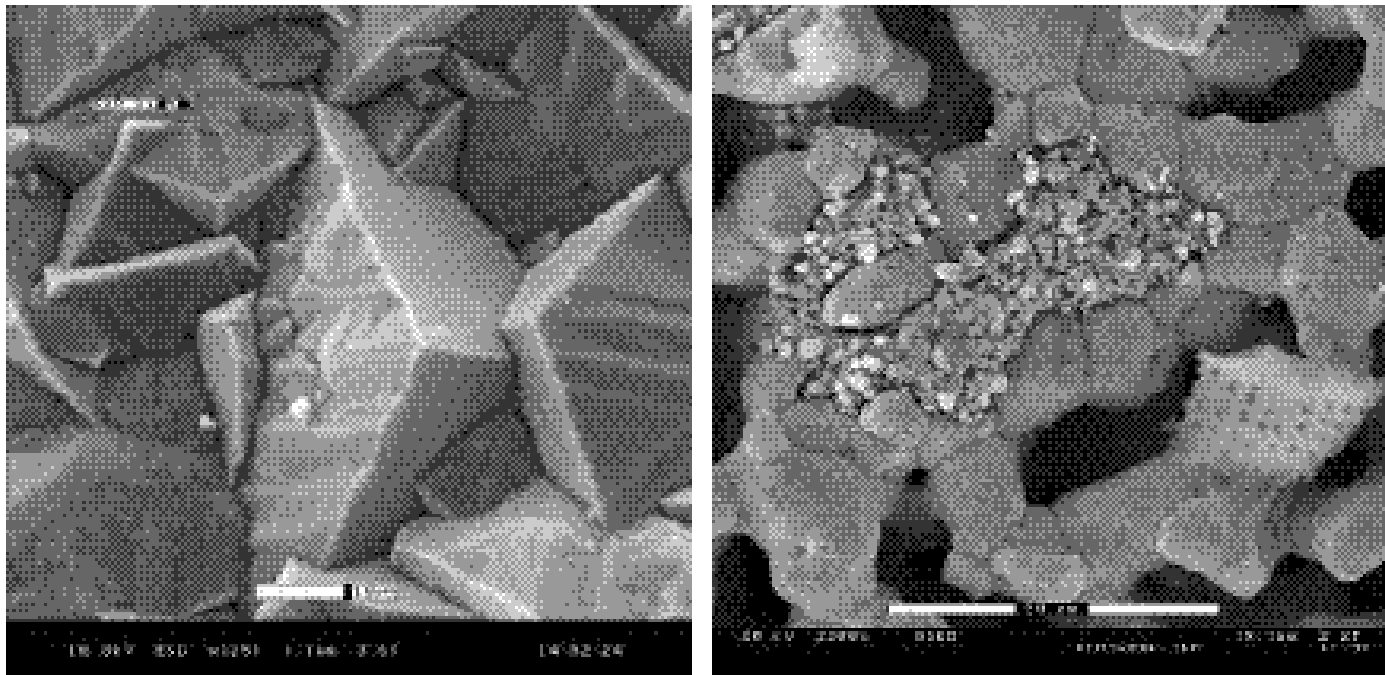


Figura.7.28. Imagens de Nitreto de silício (esquerda) e cerâmica convencional (direita)

b) Amostras hidratadas

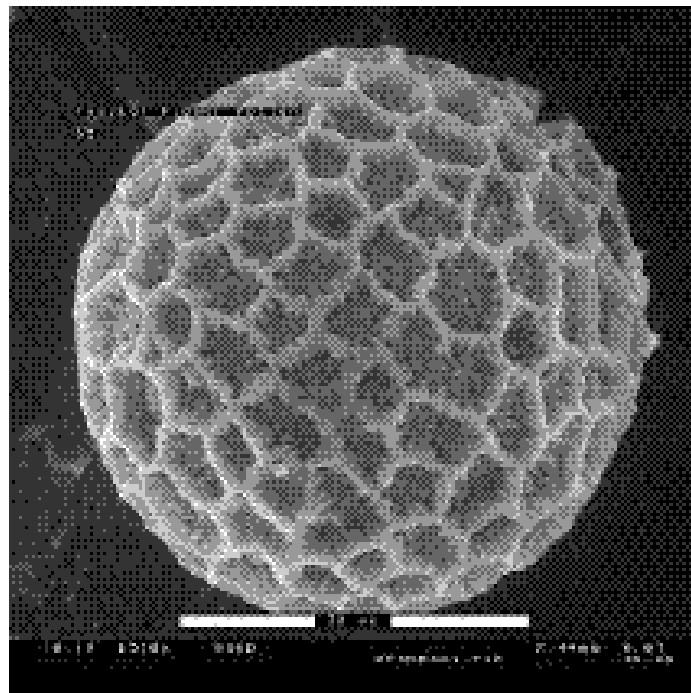
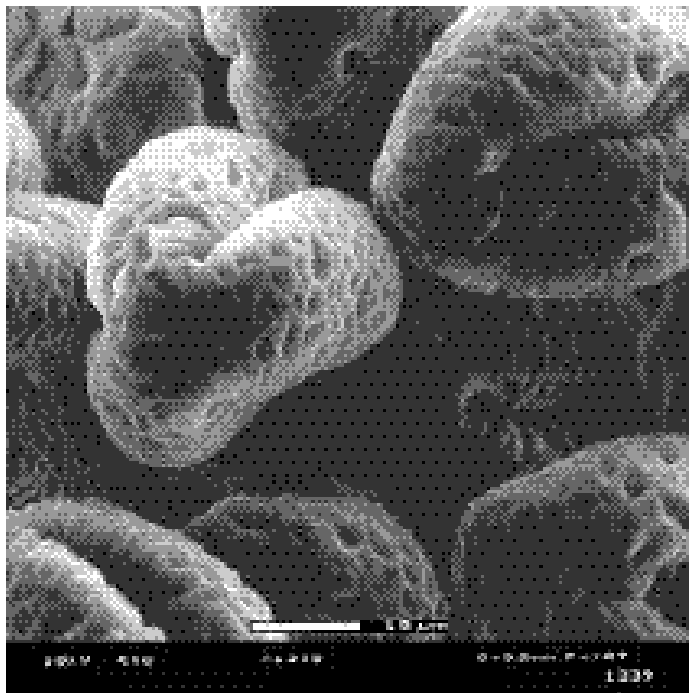


Figura.7.29. Imagens de grãos de pólen

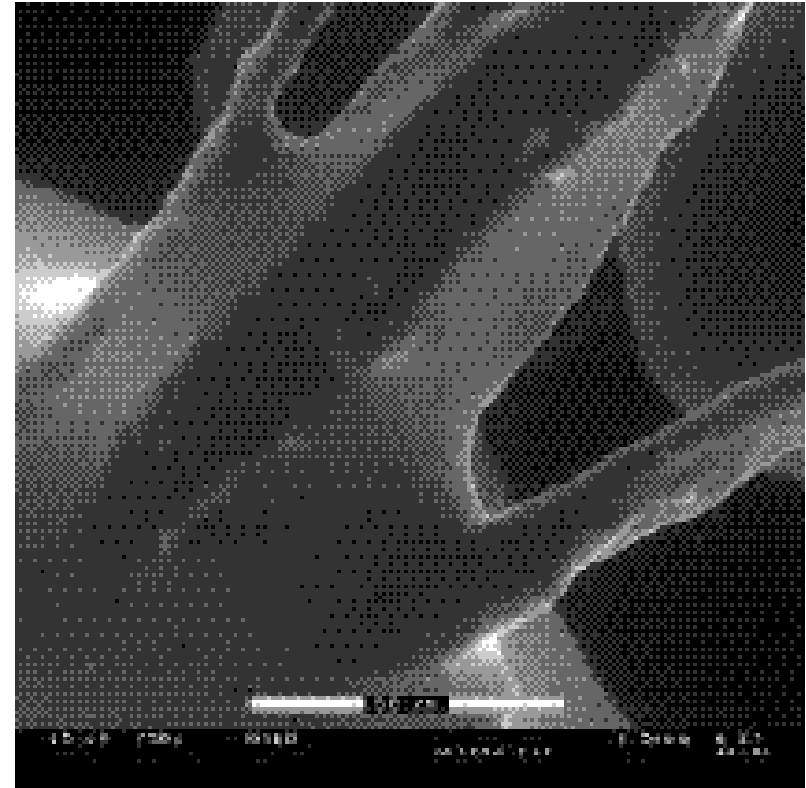
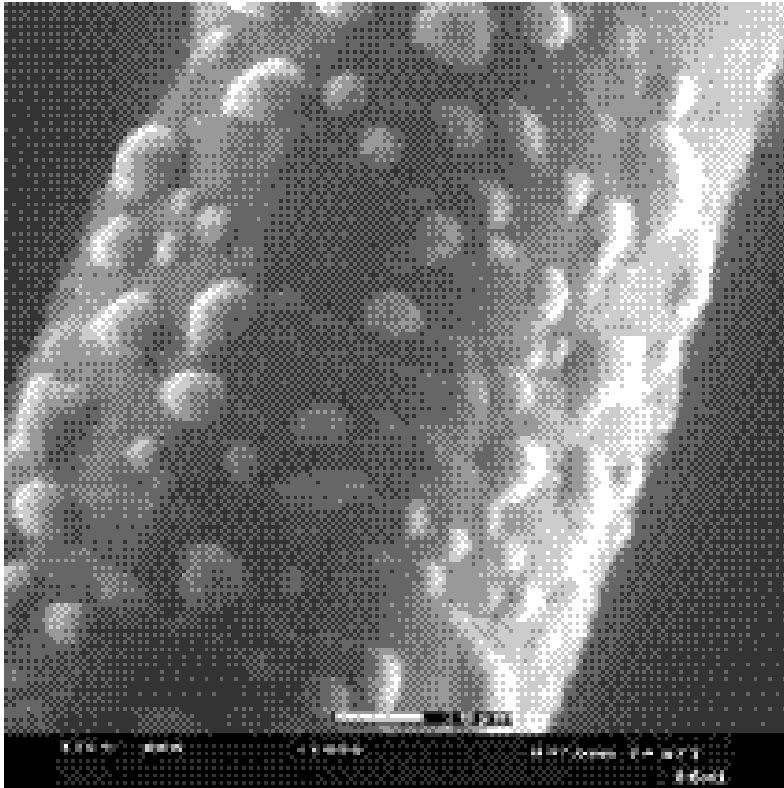


Figura.7.30. Imagens de cabelo humano com gotículas de água (esquerda) e papel úmido (direita)

Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

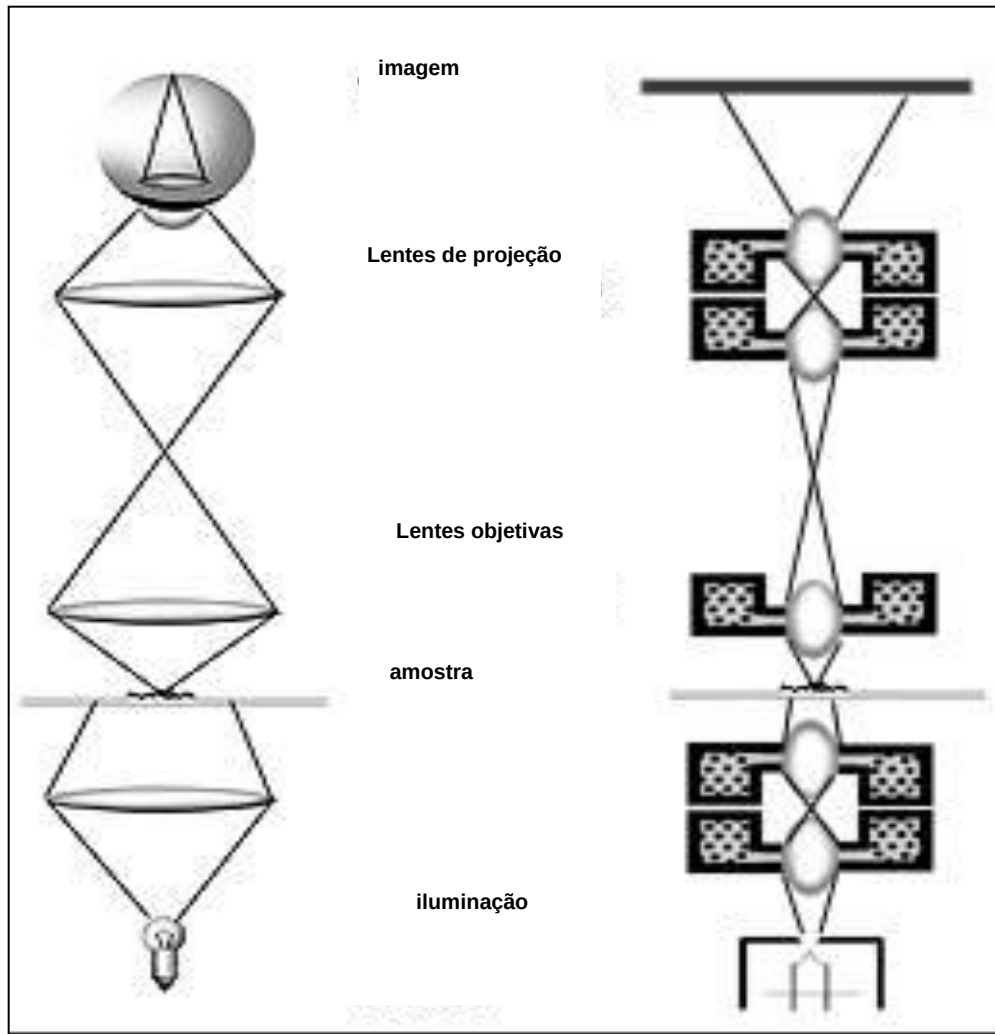
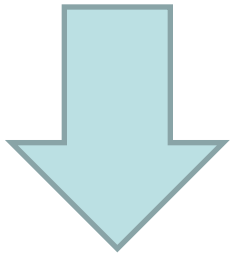


Figura.7.31. Diagrama representativo do equipamento de microscopia eletrônica de transmissão (MET)

Microscopia Eletrônica: Resolução

Tensão = kV

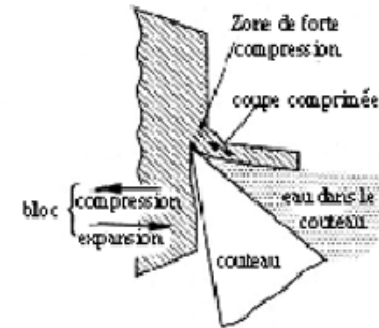


$$\lambda = \frac{h}{mv}$$



Fig. 1.8 Fotografia do microscópio eletrônico de transmissão 906E.
(Cortesia de Carl Zeiss.)

Preparação de Amostras para Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)



- Etapas que devem ser cumpridas no sentido de obter amostras (biológicas, poliméricas e compósitos) orgânicas estáveis para observação por MET

Preparação de Amostras para Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

<http://temsamprep.in2p3.fr/>

The screenshot shows the homepage of the 'Transmission Electron Microscopy (TEM) : sample preparation guide' website. The header features the CNRS logo and navigation links for IN2P3, CNRS, Directories, CNRS sites, and Other sites. The main title is 'Transmission Electron Microscopy (TEM) : sample preparation guide', accompanied by French and UK flags. The central content area is framed by a large circular graphic divided into a 3x3 grid, with various TEM images in the cells. To the left of the grid are links for 'guides to methodology', 'techniques', 'photo library', 'glossary', and 'books'. To the right are links for 'news', 'partners', 'observations', 'contact us', and 'links'. The footer includes logos for IN2P3, MRCT, CNRS Formation Entreprises, CIME, and Sfu, along with the text 'Webmaster : Frédéric LEBIET'.

cnrs

IN2P3 CNRS Directories CNRS sites Other sites

Transmission Electron Microscopy (TEM) : sample preparation guide

guides to methodology

techniques

photo library

glossary

books

news

partners

observations

contact us

links

IN2P3 MRCT CNRS Formation Entreprises CIME Sfu Webmaster : Frédéric LEBIET

Condições de uma amostra adequada para MET

A amostra deve ser:

- **Representativa do material de estudo**
- **Estável sob ação do feixe de elétrons**
- **Transparente ao feixe de elétrons**

Espessura das amostras para MET: até 100 nm.

Em casos específicos (HREM) < 50 nm.

Questões Importantes:

1- A deformação mecânica deve ser evitada a todo custo?

2- A amostra é susceptível ao calor/radiação?

Etc...

Preparação de Amostras

Pergunta básica:

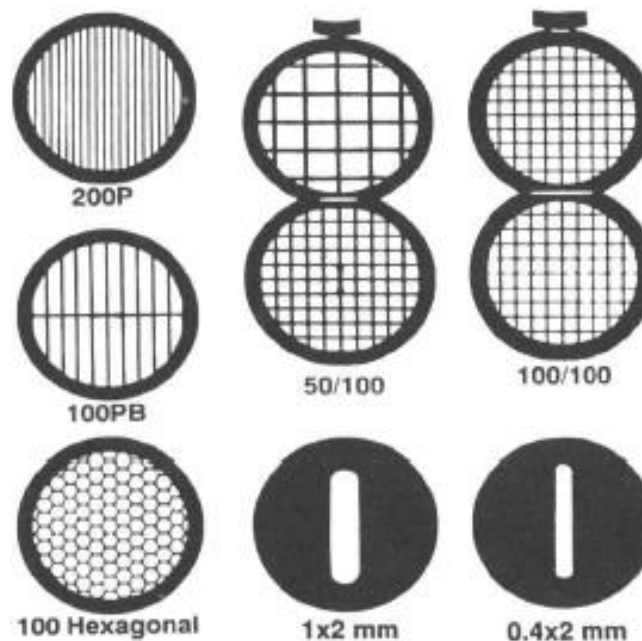
Folha Fina do próprio material

ou

Grade metálica

- 1) são feitas de Cu ou Ni em geral.
- 2) diferentes espaçamentos/ formas.

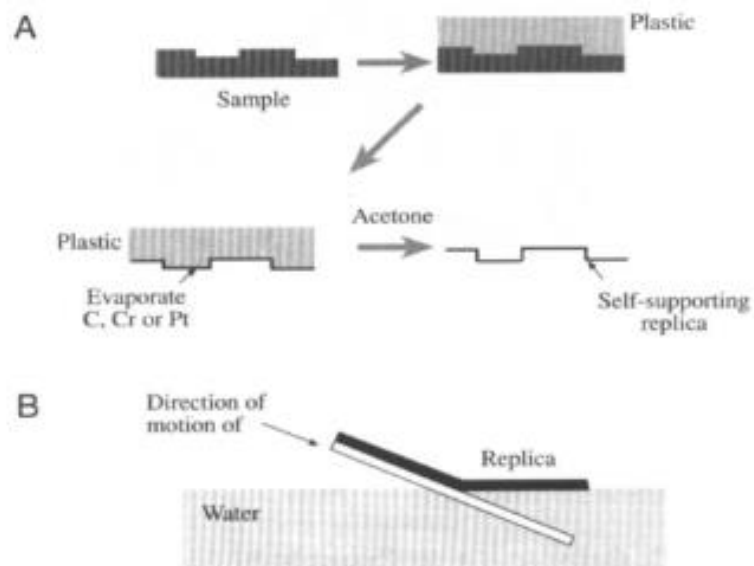
Seleção de Grades



D. Williams & B. Carter/ TEM Textbook

Amostras em Réplica

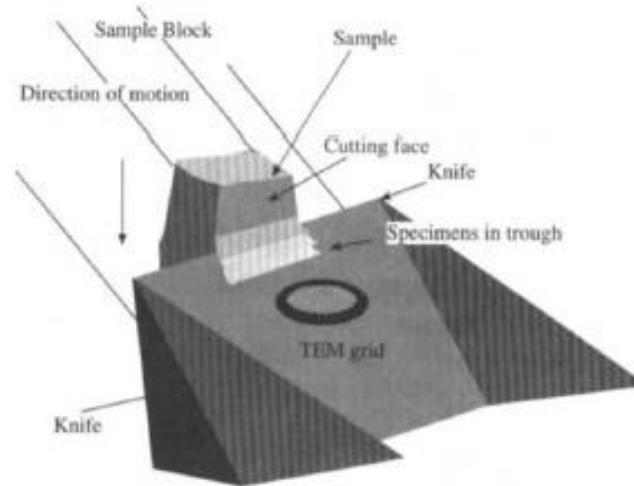
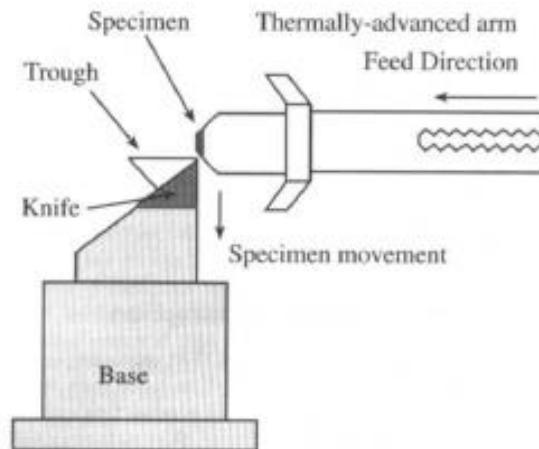
Réplica de Relevo



D. Williams & B. Carter/ TEM Textbook

Ultramicrotomia

Utilizada para materiais biológicos e polímeros



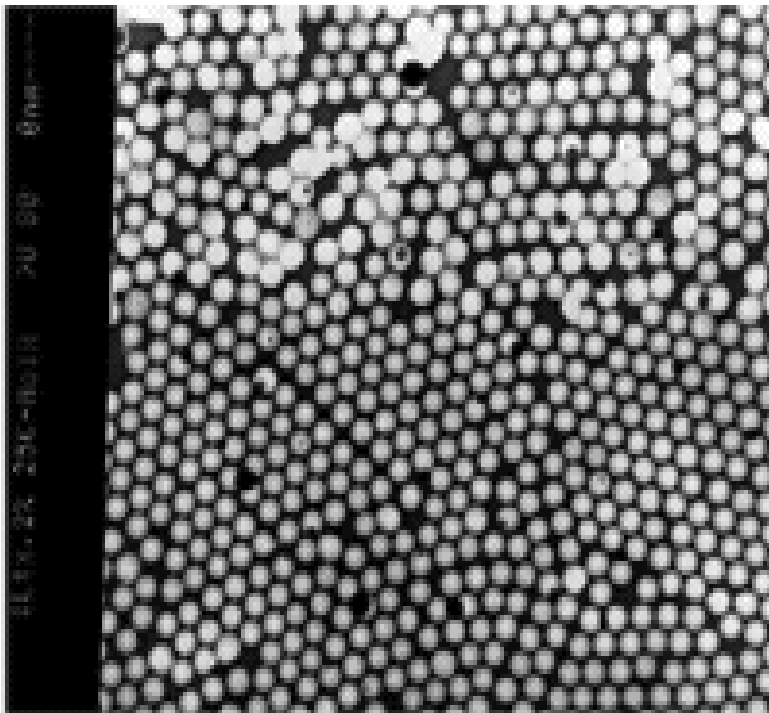
D. Williams & B. Carter/ TEM Textbook

- Fixação do material, geralmente utilizando glutaraldeído (agente reticulante de moléculas de proteína) e tetróxido de ósmio (estabilizador de membranas).
- Desidratação da amostra;
- Permeação com resina para polimerização em um bloco sólido. Sem esta estrutura a amostra colapsaria em alto vácuo;
- Corte da amostra: utilização de um equipamento ultramicrotomo, para produzir amostras com seção de 15 – 100 nm de espessura. O ultramicrotomo consiste de finas lâminas de vidro ou diamante;
- As amostras delgadas obtidas são colocadas em reticulados metálicos e recobertas com filme fino polimérico (formvar) para observação no microscópio;

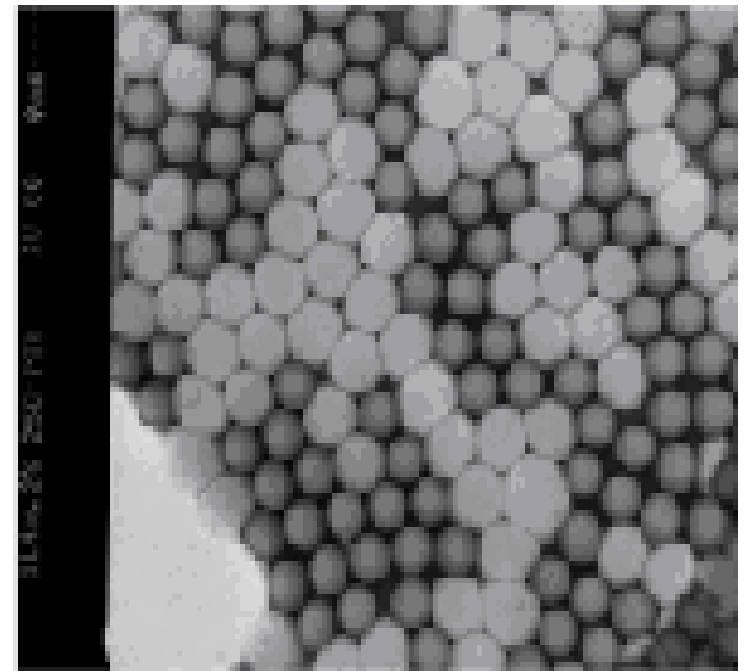
Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

Exemplos de aplicações:

- Imagens da superfície do material com resolução da ordem de 0,2 nm.
- Análise de defeitos, degraus ;
- Análise de nanopartículas;
- Avaliação de filmes finos e contornos de grão;
- Análise de precipitação e recristalização "*in situ*";
- Identificação de composição de fases.



(a)



(b)

Figura.7.32. Imagem por MET de: a) ultra-estrutura de partículas poliméricas-Látex; b) detalhe ampliação superior (30.000x)



Figura.7.33. Imagens de Ultra-estrutura de Tecidos e Células: fibroblasto



Figura.7.34. Capilares vasculares – Células sanguíneas vermelhas (vermelho), células endoteliais (azul) e colágeno (laranja)

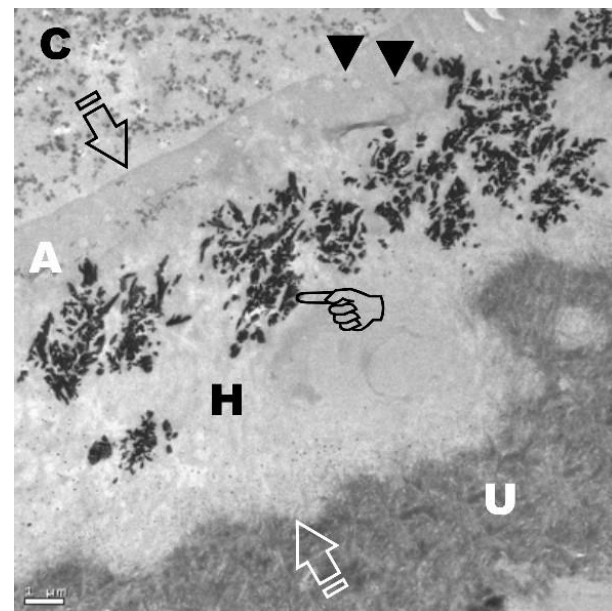
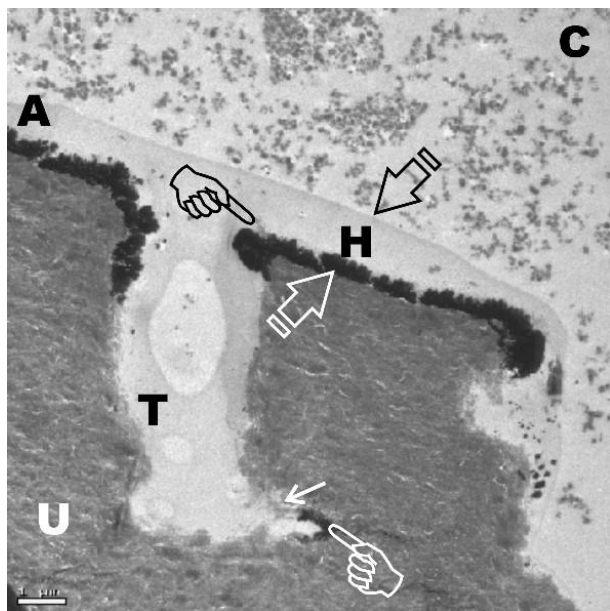


Figura.7.35. Fotomicrografias de microscopia eletrônica de transmissão de interface esmalte, dentina com sistema restaurador composto de polímero (“resina”) e partículas inorgânicas (“carga ou reforço”)