



Ciência dos Materiais

Técnicas Experimentais para identificação da microestrutura e dos defeitos

Professora: Maria Ismenia Sodero

maria.ismenia@usp.br



Assuntos que serão tratados

- Microscopia optica
- Microscopia Eletrônica de Varredura
- Microscopia eletrônica de Transmissão
- Microscopia de Tunelamento
- Microscopia de Força atômica

Preparação Metalográfica

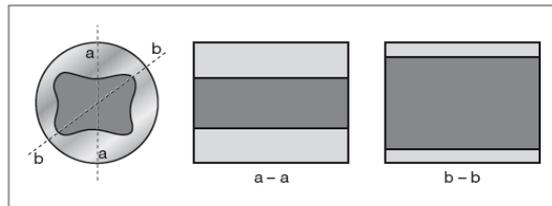
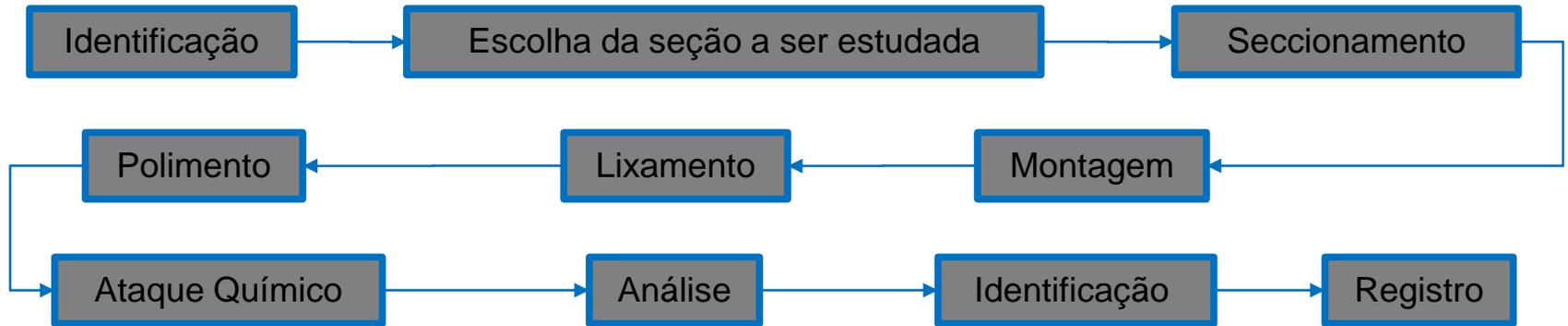


Figura 4.1
Influência da orientação do corte longitudinal sobre o aspecto da segregação em uma macrografia.

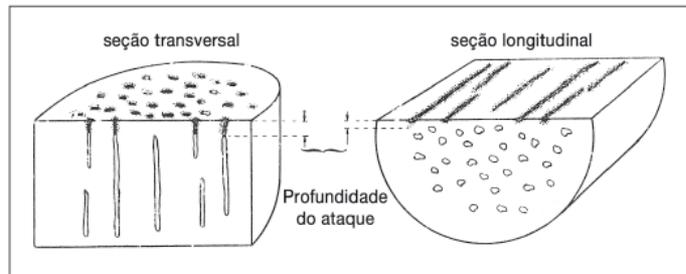
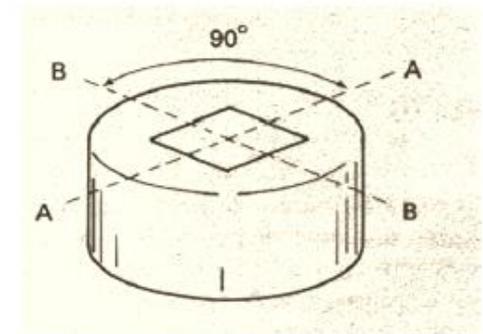


Figura 4.5
Influência da orientação da seção macrográfica em relação à anisotropia das inclusões não-metálicas em produtos conformados a quente (laminados, forjados etc.). No caso da impressão de Baumann a diferença de profundidade de ataque produz diferença na intensidade dos detalhes da imagem.





Faixas de tamanho para várias características estruturais

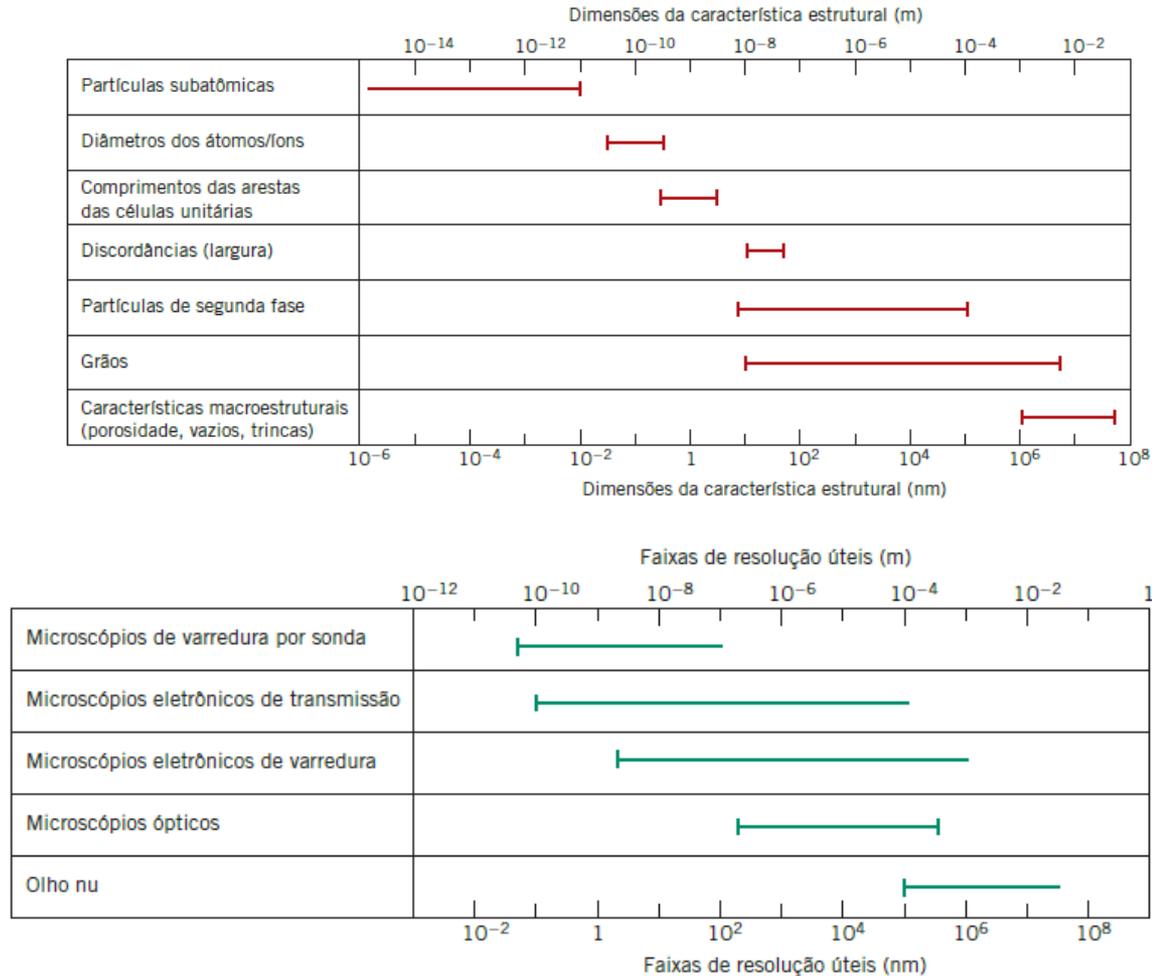


Figura 4.15 (a) Gráfico de barras mostrando as faixas de tamanho para várias características estruturais encontradas nos materiais. (b) Gráfico de barras mostrando as faixas de resolução úteis para quatro técnicas de microscopia discutidas neste capítulo, além do olho nu. (Cortesia do Prof. Sidnei Paciornik, DCMM, PUC-Rio, Rio de Janeiro, Brasil, e Prof. Carlos Pérez Bergmann, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Brasil.)



Microscópio Óptico

Interação luz (fótons) \leftrightarrow matéria

Aumentos de até $\approx 1000X$

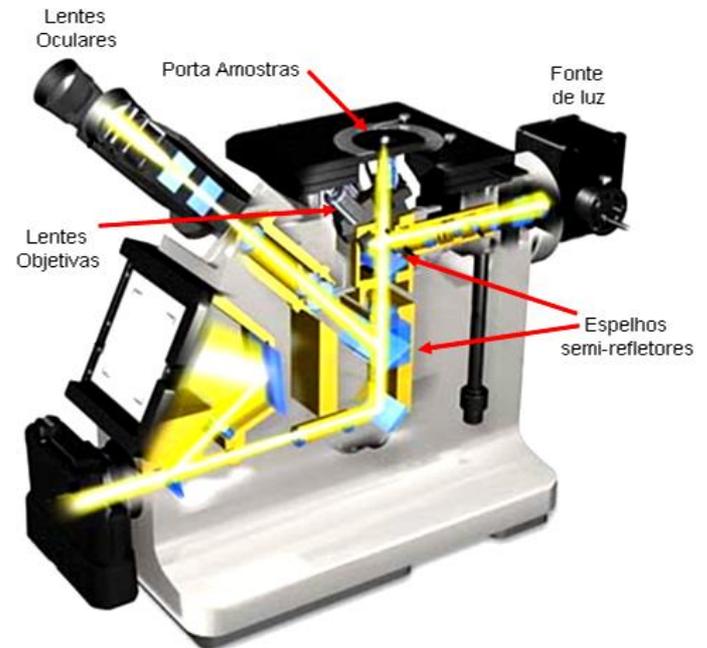
Resolução da ordem de μm

Luz transmitida: materiais poliméricos, biológicos - projeção da estrutura interna

Luz refletida: materiais opacos - informação sobre a superfície

Duas configurações:

- Convencional
- Invertida



MO- Reflexão Invertida



Microscopia Digital

Integração entre microscópio e computador – aquisição digital de imagens, automação do microscópio e análise de imagens

Computador

Aquisição de Imagens

Controle do Microscópio

Análise de Imagens



Câmera Digital

Microscópio Óptico

Platina Motorizada

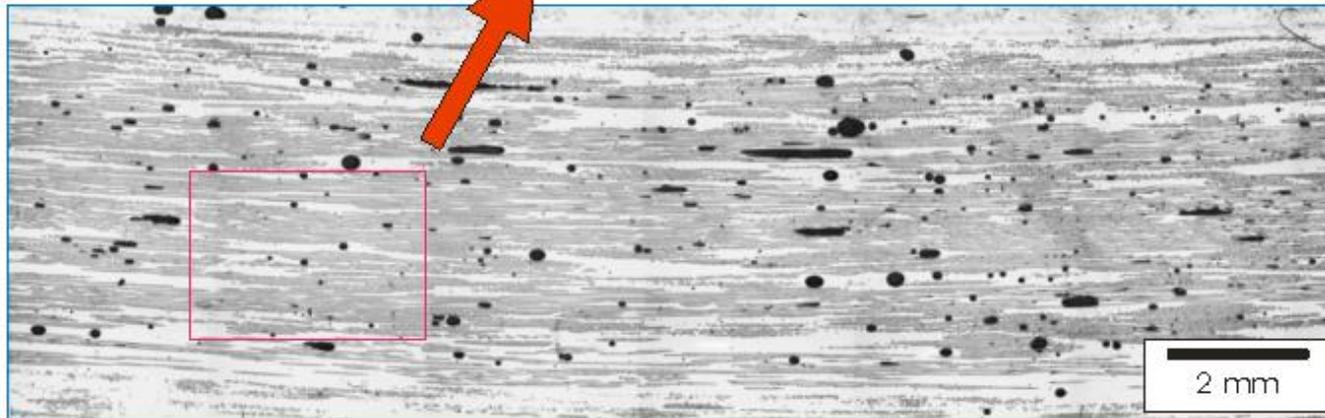
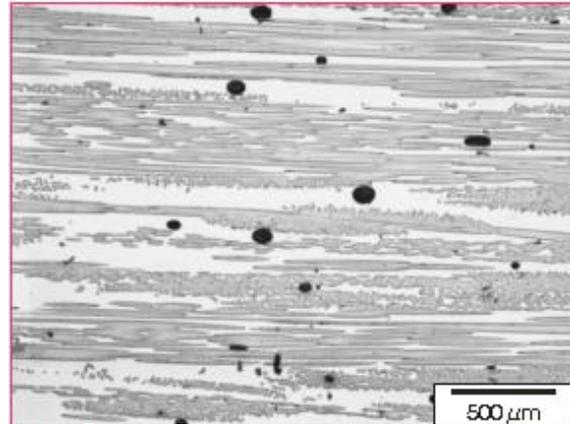
x-y-z

**Outros componentes
motorizados**

LPDI – PUC-Rio

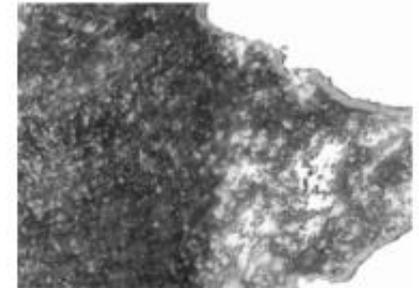
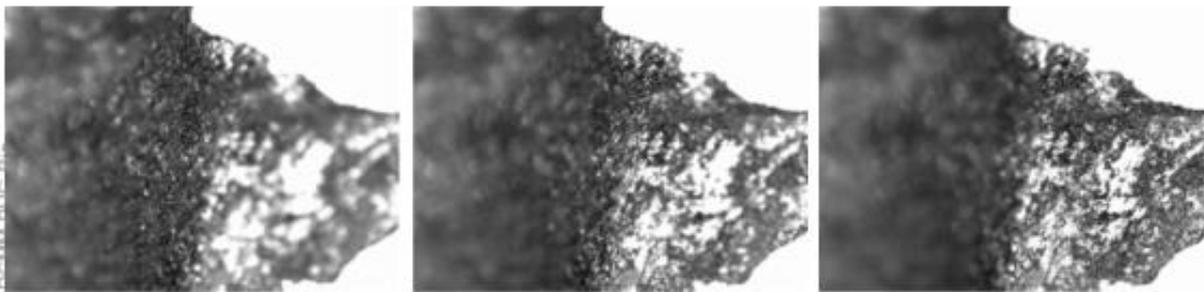
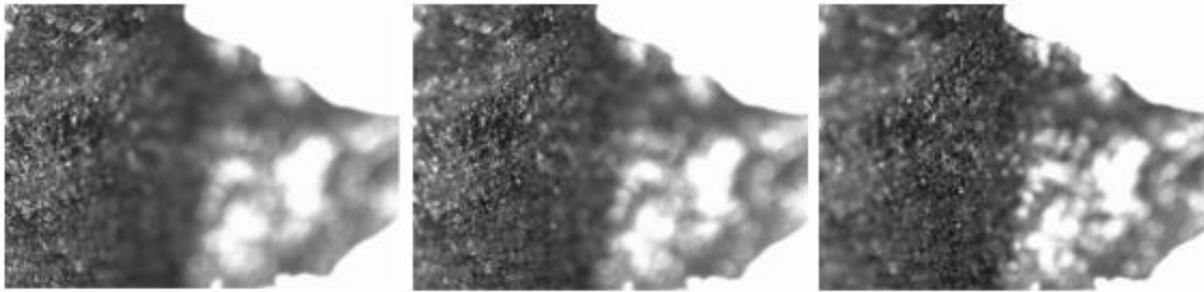


Mosaico





Foco estendido





O MEV

Instrumento muito versátil e usado rotineiramente para a análise microestrutural de materiais - imagem de muito fácil interpretação.

Atinge ampliações da ordem de $10^5\times$

Grande vantagem do MEV em relação ao microscópio ótico é sua alta resolução, na ordem de 2 a 5 nm (20 - 50 Ao) - atualmente existem instrumentos com até 1 nm (10 Ao) - enquanto que no ótico é de $0,5\ \mu\text{m}$.

Comparado com o MET a grande vantagem do MEV está na facilidade de preparação das amostras.

Elevada profundidade de foco (imagem com aparência tridimensional) e a possibilidade de combinar a análise microestrutural com a microanálise química - contribuem para o amplo uso desta técnica.



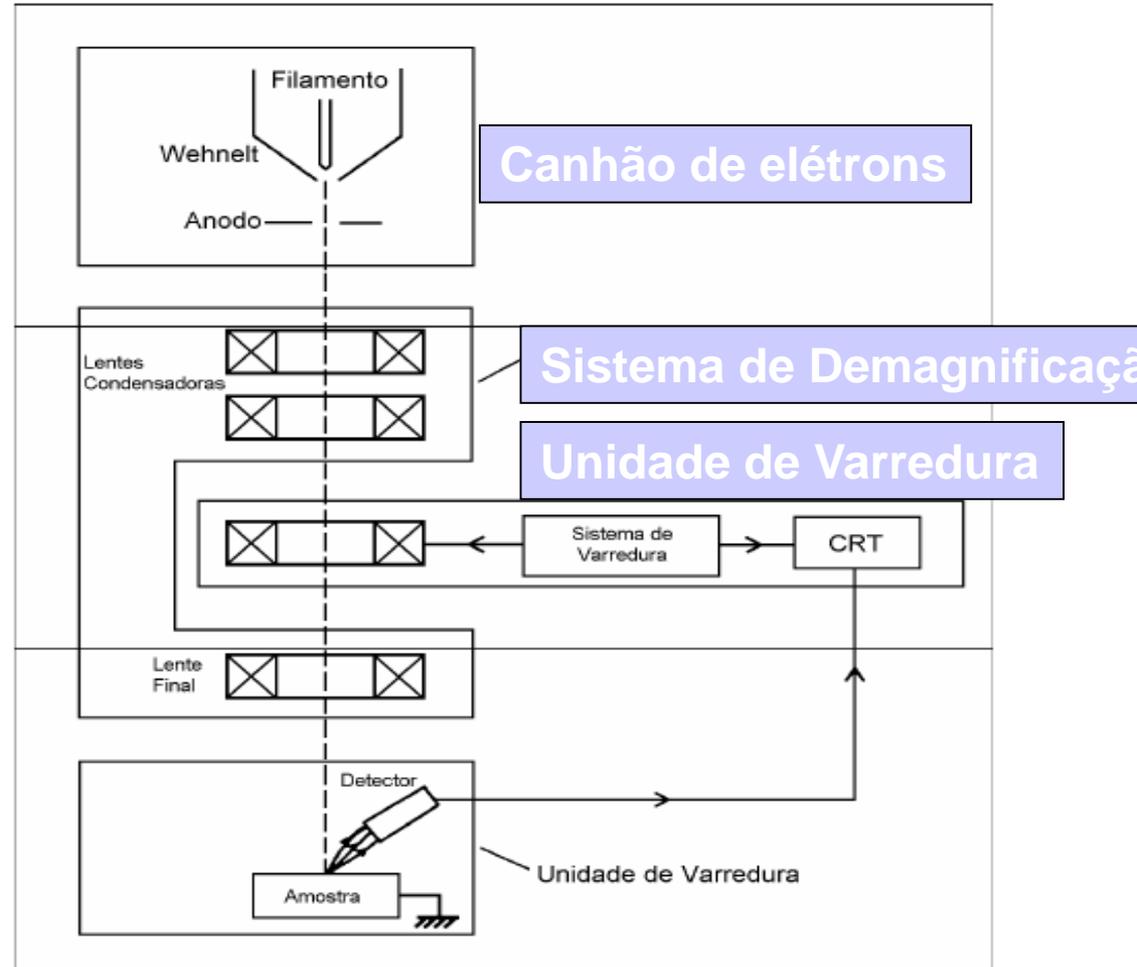


Representação esquemática

O canhão de elétrons é usado para a produção do feixe de elétrons com energia e quantidade suficiente para ser captado pelos detectores.

Esse feixe eletrônico é então demagnificado por várias lentes eletromagnéticas, cuja finalidade é produzir um feixe de elétrons focado com um pequeno diâmetro numa determinada região da amostra.

Demagnificação = redução do feixe eletrônico

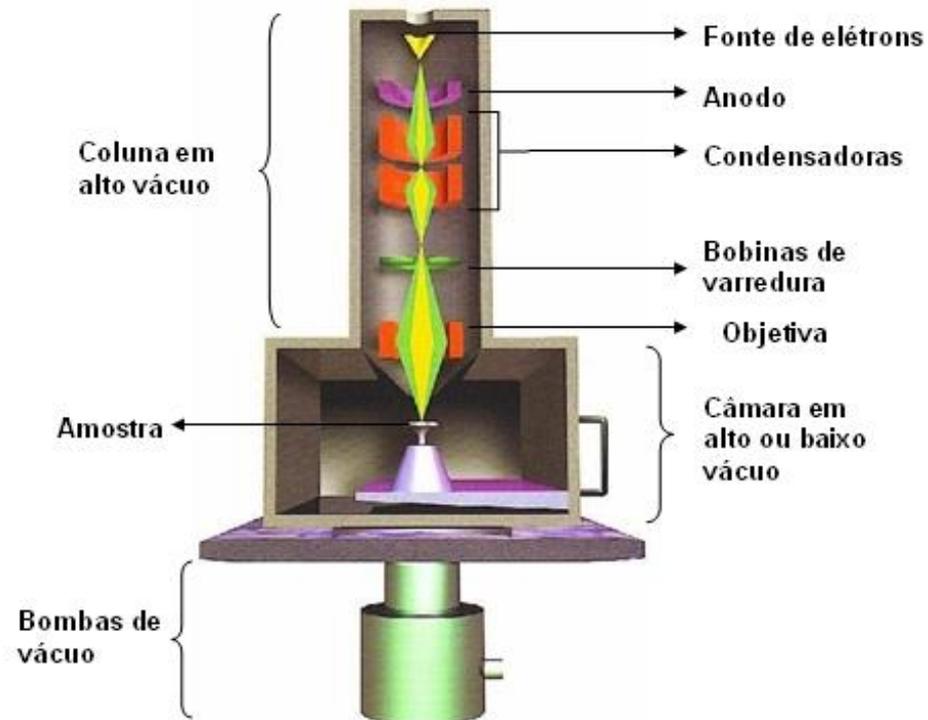




Visão detalhada da coluna

Na coluna ótico-eletrônica ficam localizados o canhão de elétrons, que gera os elétrons primários, as lentes condensadoras, que colimam o feixe de elétrons primários, as bobinas, que promovem a deflexão do feixe de elétrons primários no sentido horizontal e vertical sobre uma dada região da amostra, e ainda as bobinas que fazem as correções de astigmatismo.

Toda a coluna deve estar sob vácuo durante a emissão do feixe de elétrons primários.

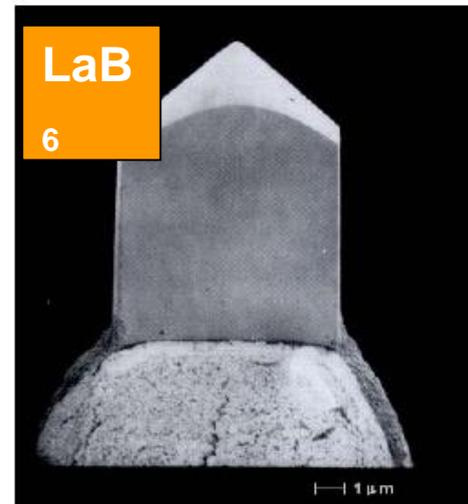
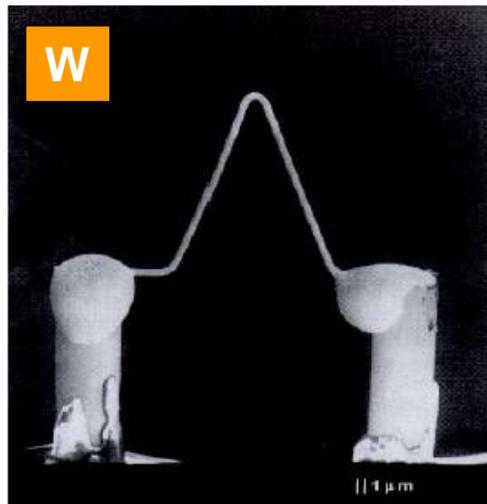




Tipos de Filamento

Fontes Termoiônicas

Fonte	Brilho (A/cm ² sr)	Tempo de vida (h)	Tamanho da Fonte (no crossover)	Estabilidade da corrente do feixe
Tungstênio	10 ³	40 - 100	30 - 100 mm	1%
LaB ₆	10 ⁶	200 - 1 000	5 - 50 mm	1%



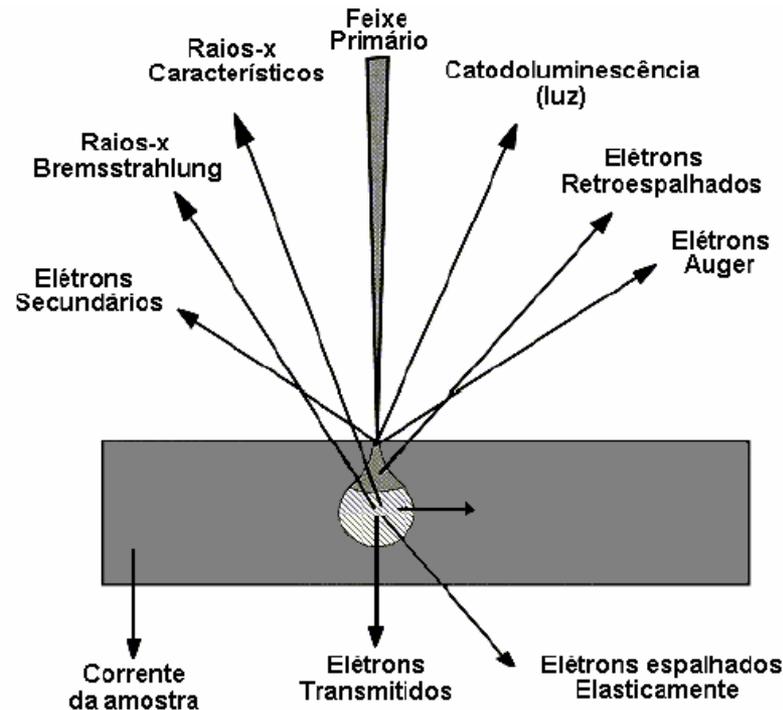


Origem dos sinais

Cada sinal provém de um dado volume da amostra fornecendo informações desta região.

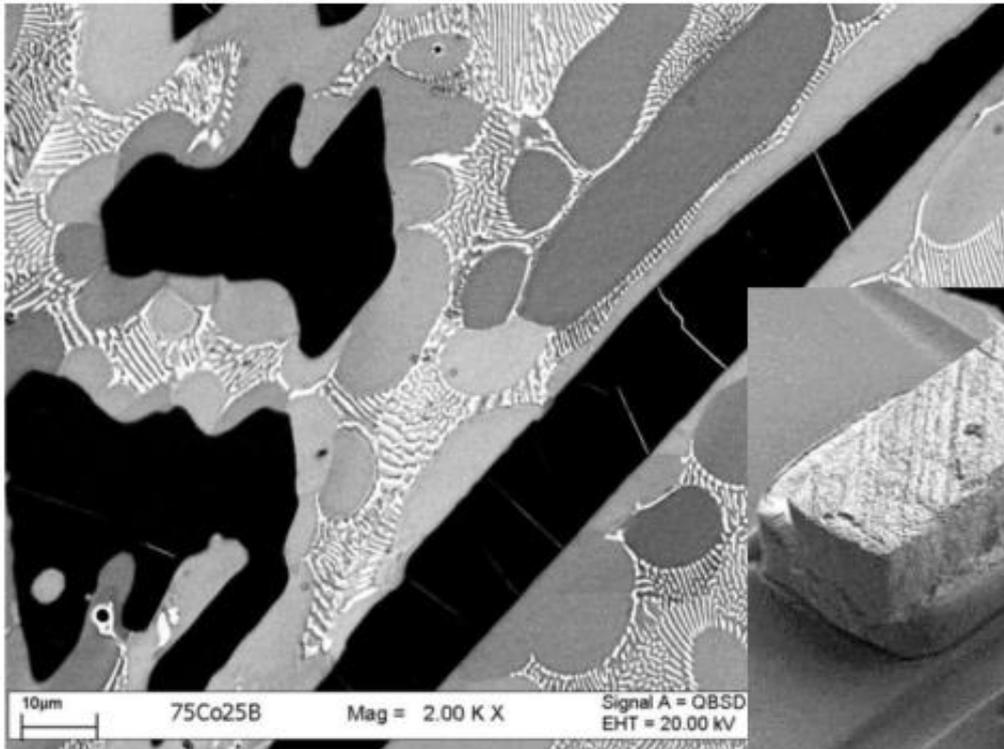
É importante conhecer a origem de cada sinal para que o funcionamento das diferentes técnicas de análise seja compreendido.

No **Microscópio eletrônico de varredura** basicamente dois tipos de elétrons são utilizados para a formação de imagens: **elétrons secundários (SE)** e **elétrons retro-espalhados (E⁺)**

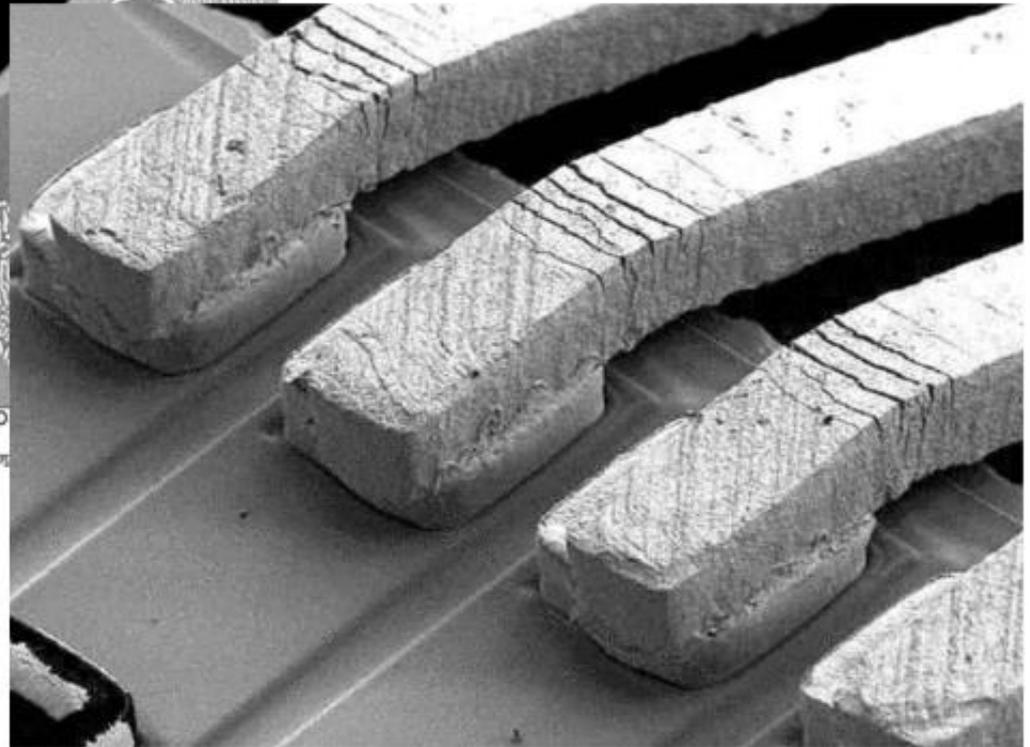




Comparando BSE e SE



BSE



SE



Exemplos de imagens SE

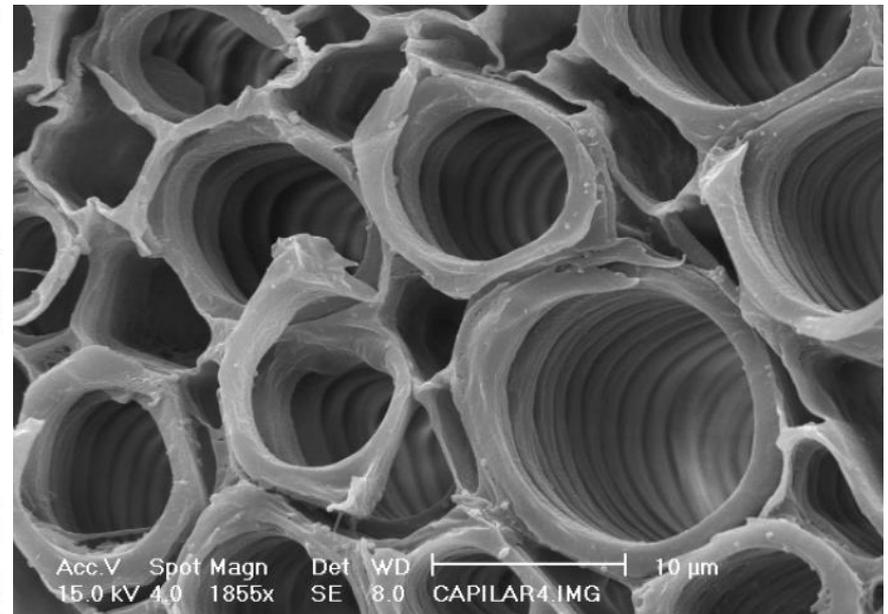
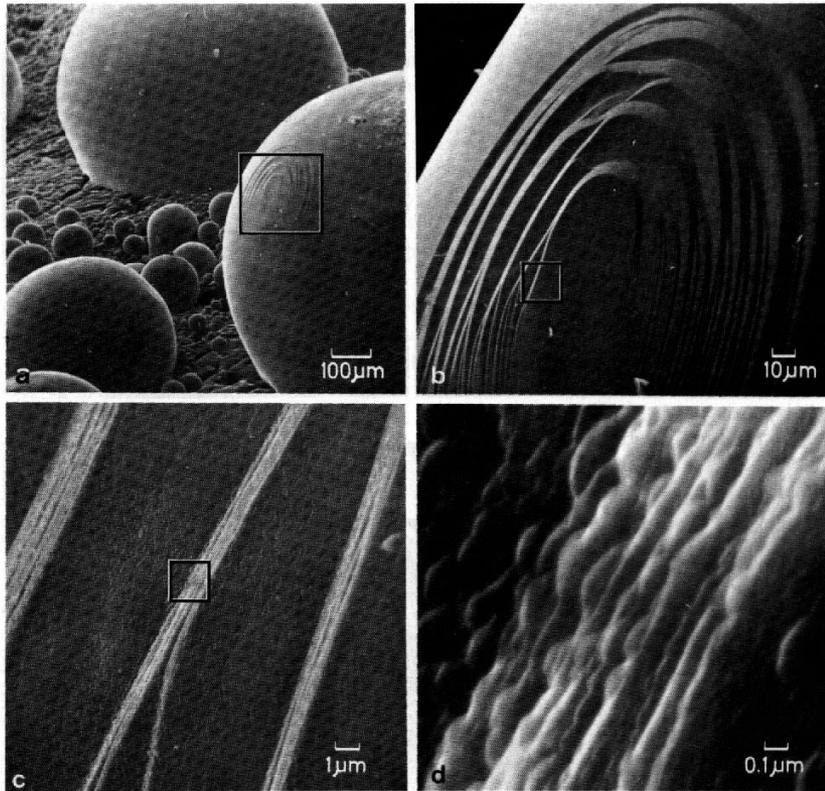
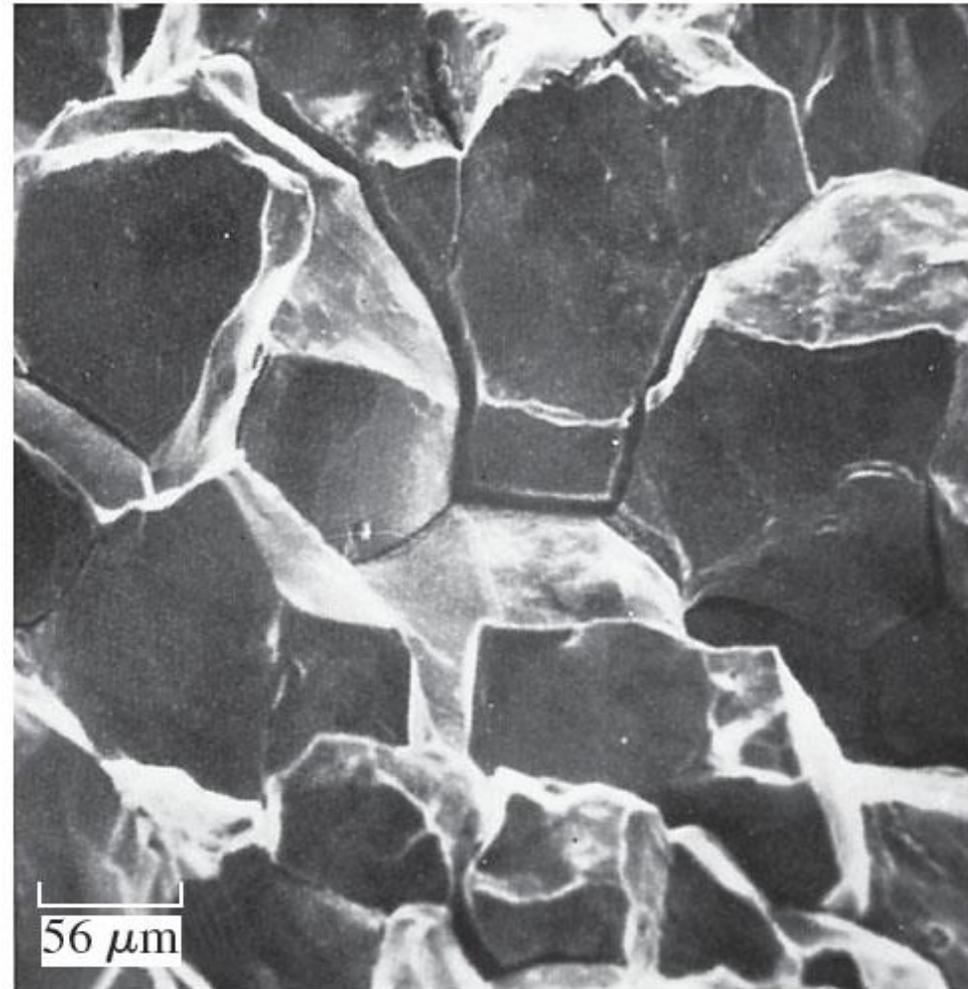




Figura 4.30 Região fraturada de corrosão intergranular de uma solda circunferencial de um tubo de parede fina de aço inoxidável 304 obtida por MEV. (Ampliação 180 \times .)



Correlação Microestrutura e Propriedade Mecânica

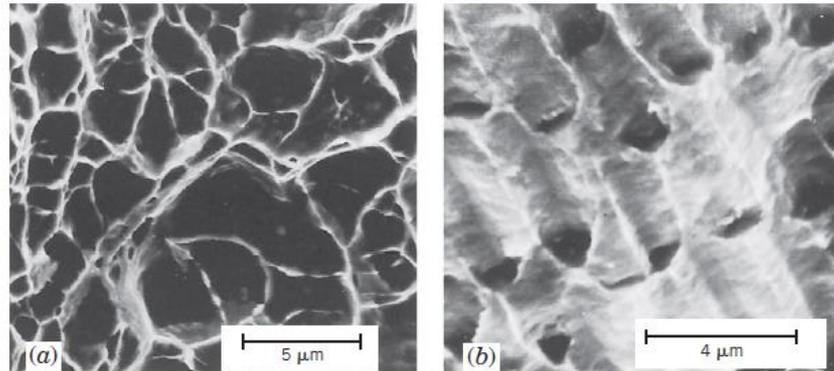


Figura 8.4 (a) Fractografia eletrônica de varredura mostrando microcavidades esféricas, características de uma fratura dúctil resultante de cargas de tração uniaxiais. Ampliação de 3300×. (b) Fractografia eletrônica de varredura mostrando microcavidades com formato parabólico, características de fratura dúctil resultante de uma carga cisalhante. Ampliação de 5000×. (De R. W. Hertzberg, *Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials*, 3ª edição. Copyright © 1989 por John Wiley & Sons, Nova York. Reimpresso sob permissão de John Wiley & Sons, Inc.)

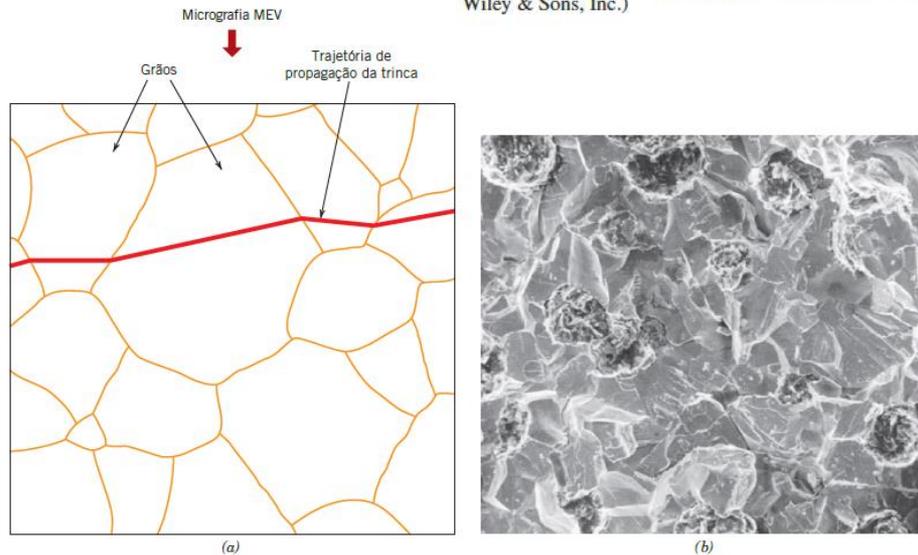


Figura 8.6 (a) Perfil esquemático de uma seção transversal mostrando a propagação de uma trinca através do interior dos grãos em uma fratura transgranular. (b) Fractografia eletrônica de varredura de um ferro fundido modular mostrando uma superfície de fratura transgranular. Ampliação desconhecida. [Figura (b) de V. J. Colangelo e F. A. Heiser, *Analysis of Metallurgical Failures*, 2ª edição. Copyright © 1987 por John Wiley & Sons, Nova York. Reimpresso sob permissão de John Wiley & Sons, Inc.]

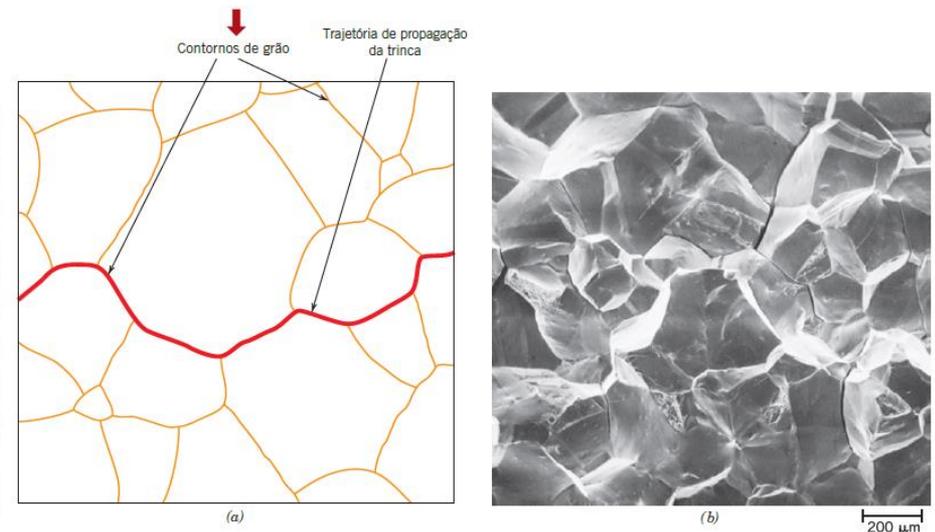


Figura 8.7 (a) Perfil esquemático de uma seção transversal mostrando a propagação de uma trinca ao longo dos contornos de grão em uma fratura intergranular. (b) Fractografia eletrônica de varredura mostrando uma superfície de fratura intergranular. Ampliação de 50×. [Figura (b) reproduzida sob permissão de *ASM Handbook*, Vol. 12, *Fractography*, ASM International, Materials Park, OH, 1987.]



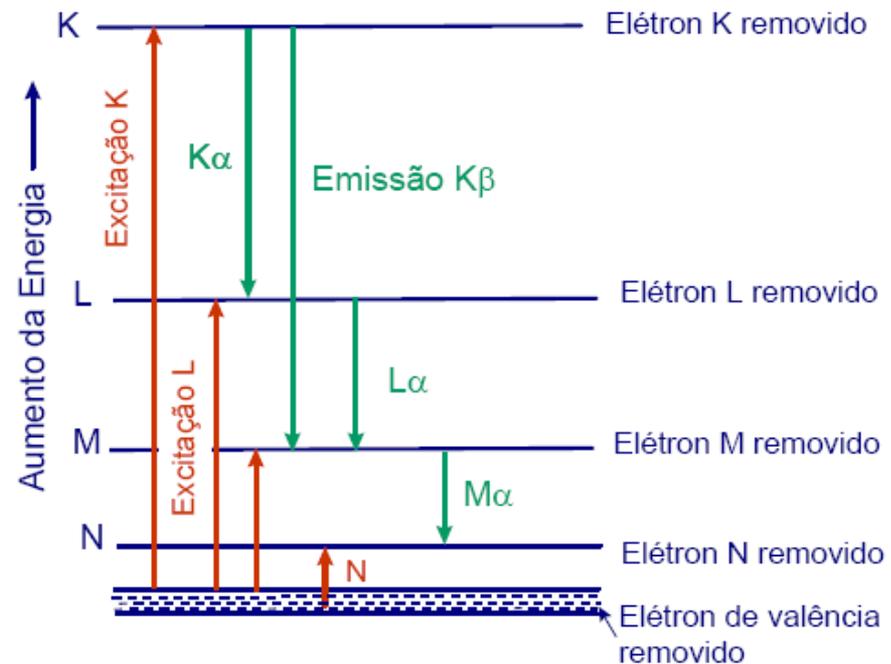
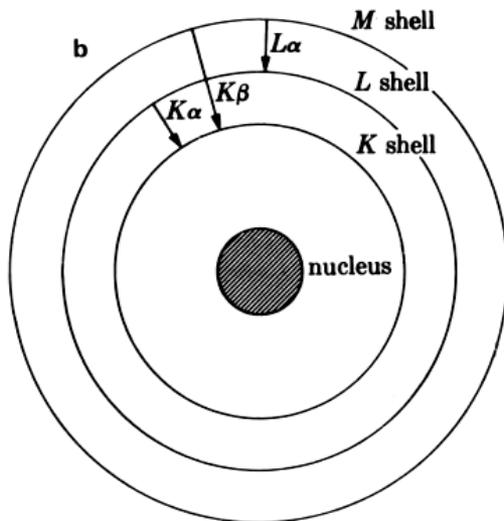
Energia dos raios-X característicos

K, L, M, N = camada que sofreu a ionização;

α , β , γ = designa a camada de onde partiu o elétron para preencher o vazio.

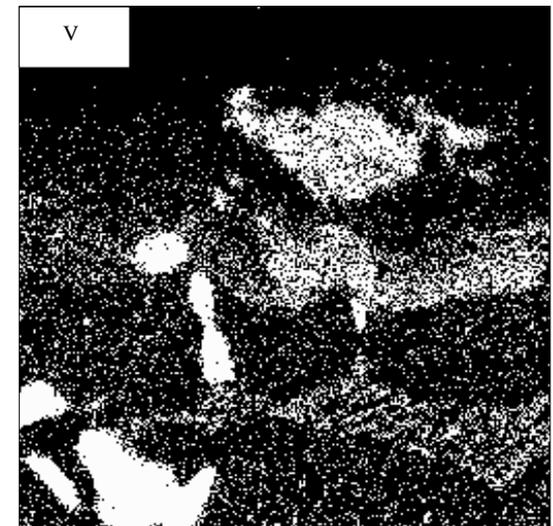
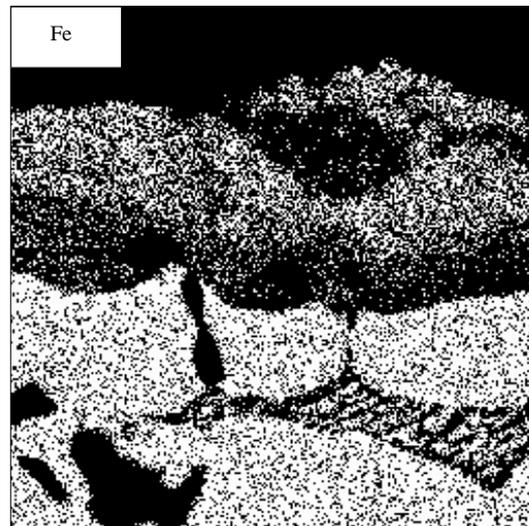
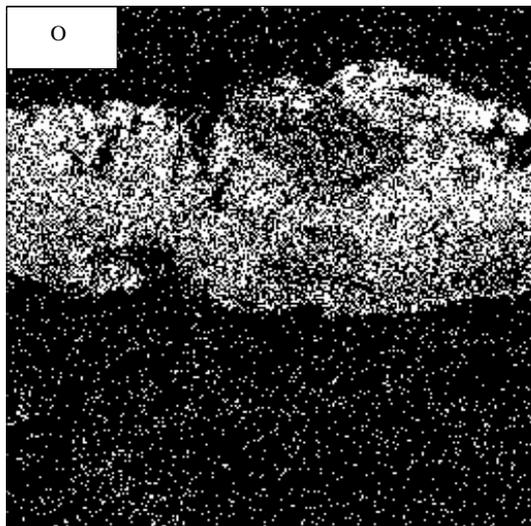
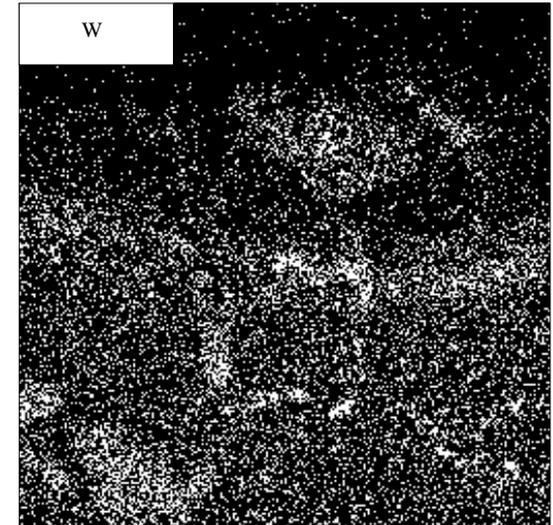
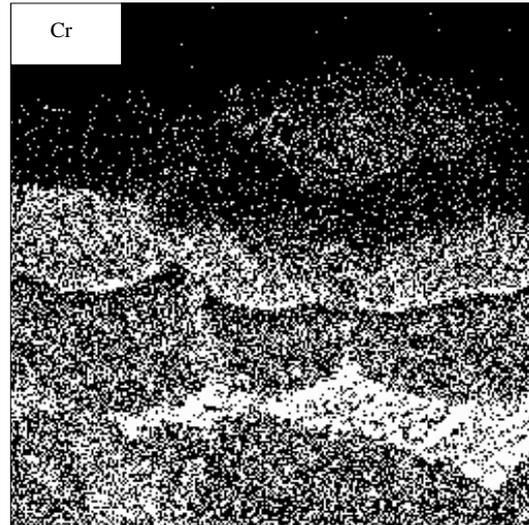
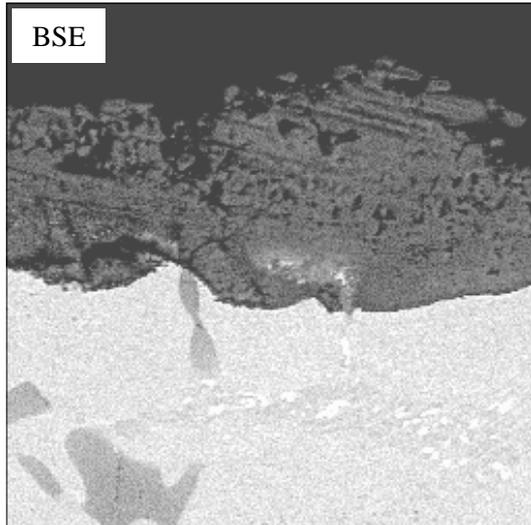
$K\alpha$ = resulta da retirada de um elétron da camada K e saída da camada L para ocupar este lugar;

$K\beta$ = mais energética que $K\alpha$ e menos intensa



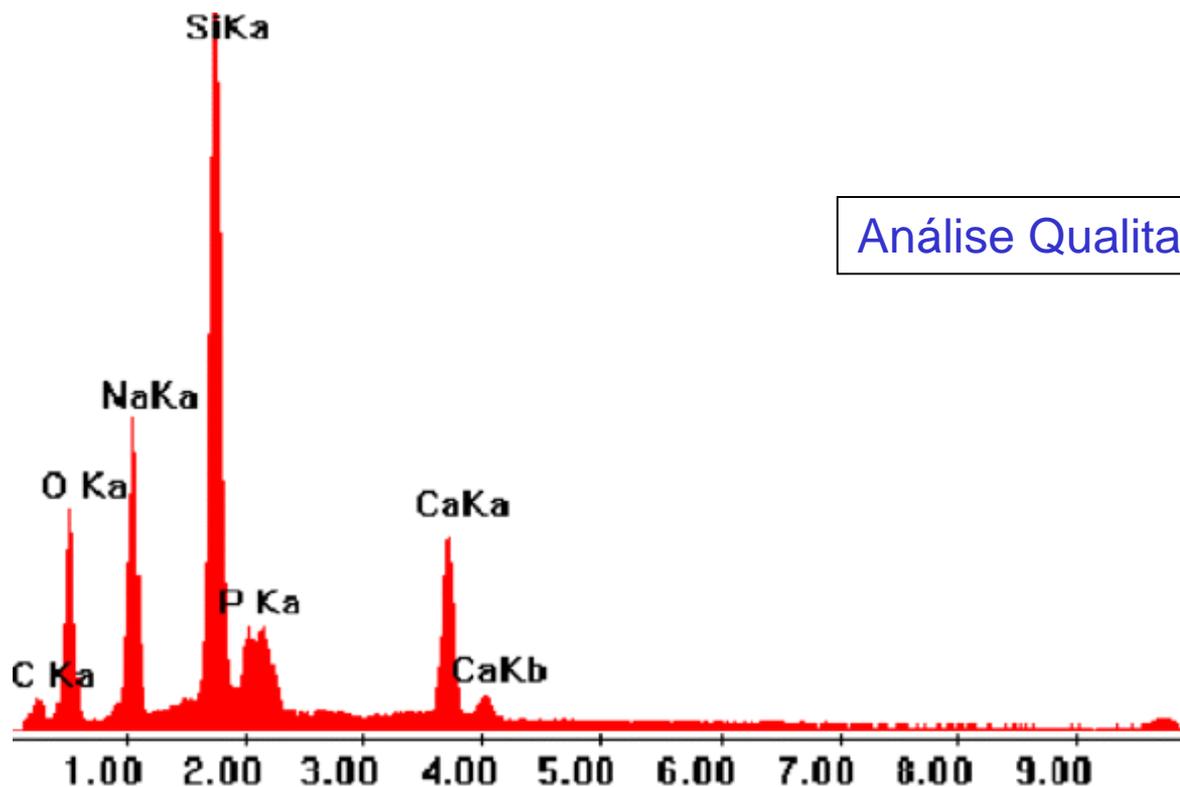


Mapeamento de raios-X





Análise Quantitativa



Análise Qualitativa

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
C K	20,06	30,53	0,0362	1,0386	0,1735	1,0004
O K	35,13	40,13	0,0803	1,0212	0,2238	1,0005
NaK	13,93	11,08	0,0583	0,9558	0,4366	1,0023
SiK	19,15	12,46	0,1398	0,9789	0,7436	1,0025
P K	3,42	2,02	0,0216	0,942	0,6706	1,0017
CaK	8,3	3,79	0,0752	0,9495	0,954	1
Total	100	100				

Análise Quantitativa



Referências Bibliográficas

- 1) Askeland, D. R.; Phule, P. P. Ciência e engenharia dos materiais. São Paulo: CENGAGE, 2008;
- 2) Callister Jr., W. D. Fundamentos da ciência e engenharia de materiais. Rio de Janeiro: LTC Editora, 2006;
- 3) Callister Jr., W. D. Ciência e engenharia de materiais. Rio de Janeiro: LTC Editora, 2008;
- 4) Shackelford, J. E. Ciência dos materiais. São Paulo: Prentice Hall, 2008;
- 5) Smith, W. Hashemi, J. Fundamentos de Engenharia e Ciência dos Materiais – MacGrawHill
- 6) Notas de aula do prof. Sidnei Paciornik