



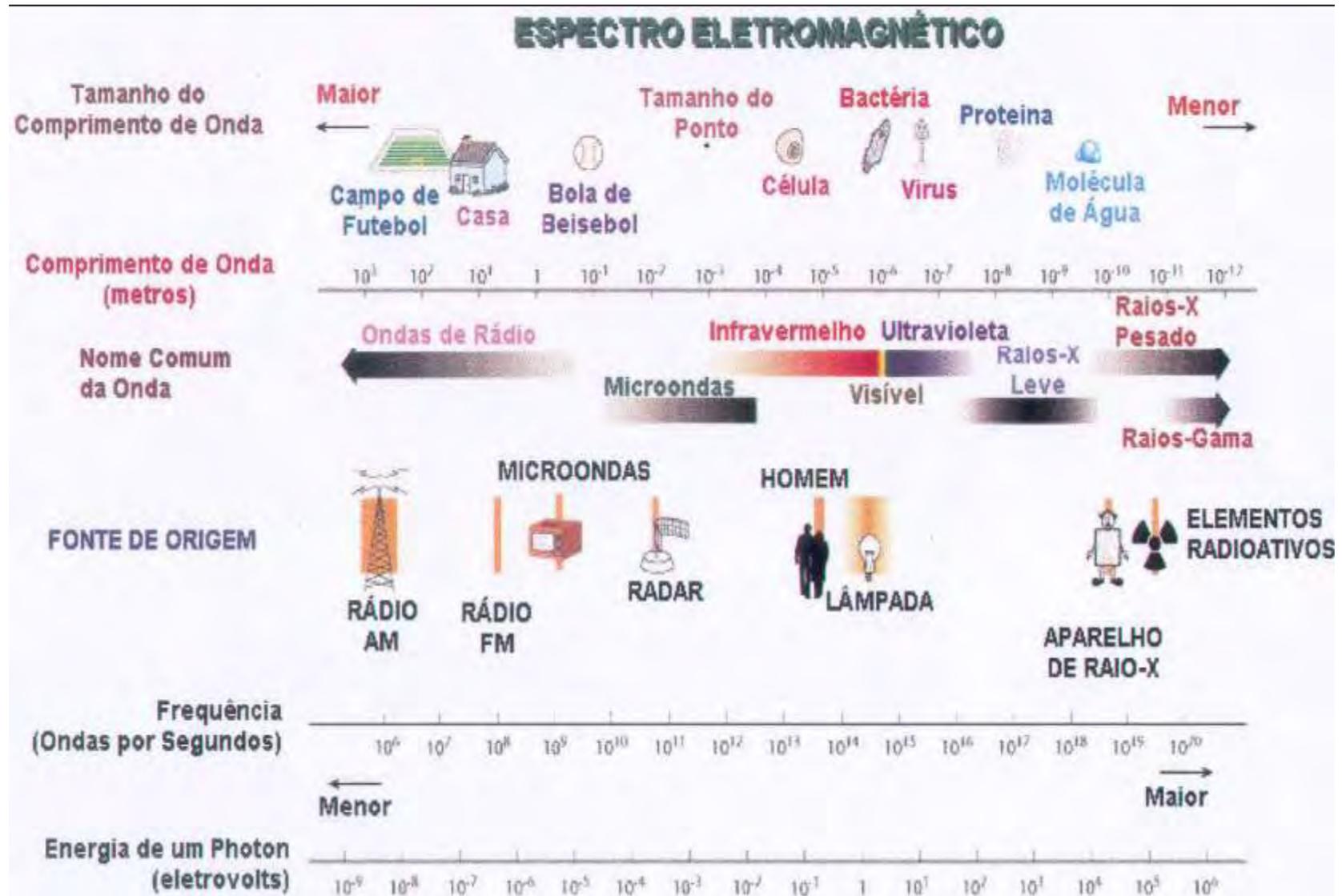
UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
Escola de Engenharia de Lorena – EEL

**“MICROSCOPIA E MICROANÁLISE
ELETRÔNICA”**

Prof. Dr. Durval Rodrigues Junior

***Departamento de Engenharia de Materiais (DEMAR)
Escola de Engenharia de Lorena (EEL)
Universidade de São Paulo (USP)
Polo Urbo-Industrial, Gleba AI-6 - Lorena, SP 12600-970
durval@demar.eel.usp.br***

O Espectro Eletromagnético



ENERGIA DAS ONDAS ELETROMAGNÉTICAS

A Energia E de uma onda eletromagnética pode ser escrita como (Física 4):

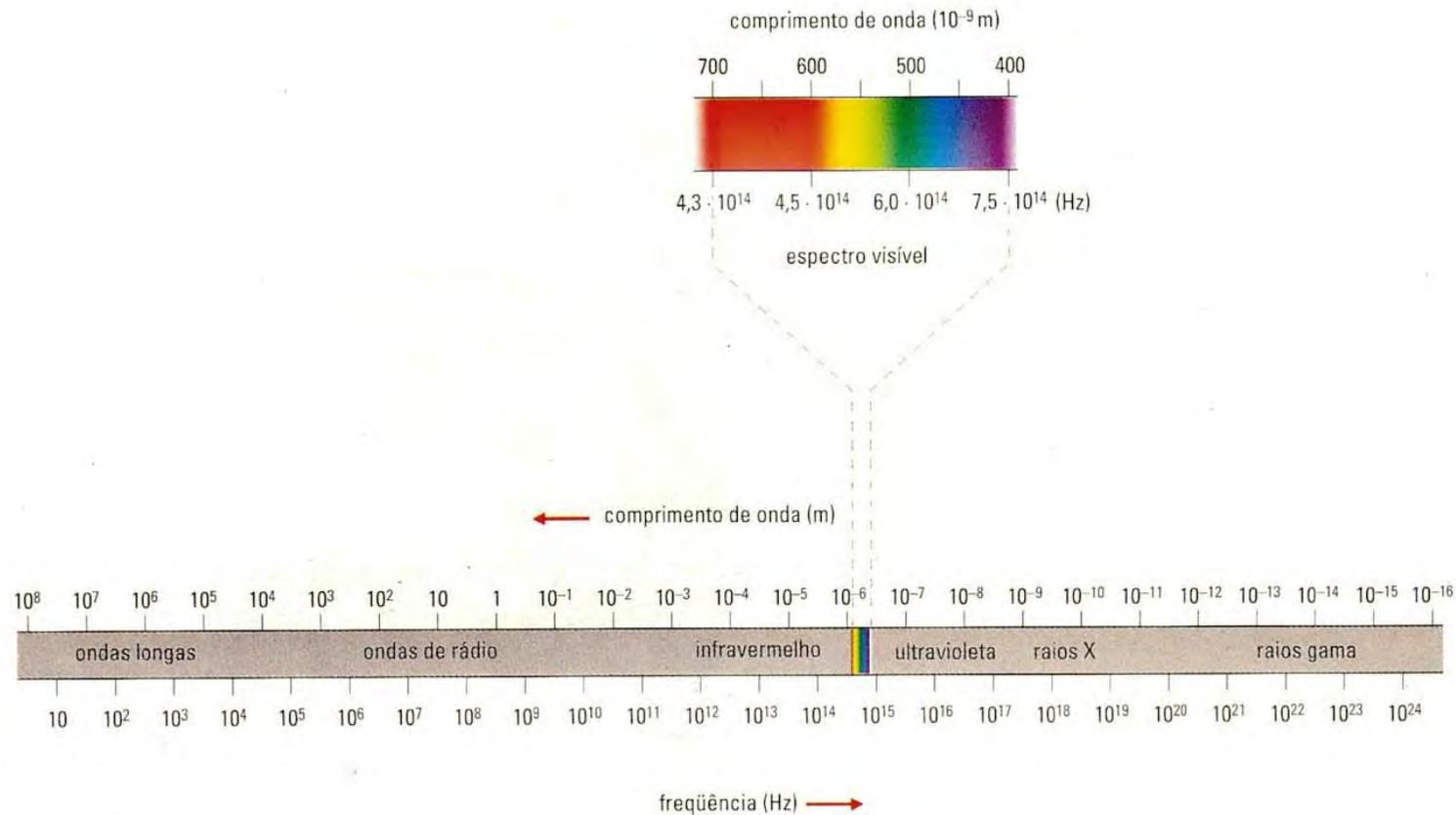
$$E = hf$$

onde f é a frequência da onda eletromagnética e $h = 6,63 \times 10^{-34} \text{ J.s}$ é a constante de Planck, conhecida como o Energia E dos Fótons.

Sabendo-se que a luz é uma onda eletromagnética com comprimento de onda λ , a velocidade da luz $c = 3 \times 10^8 \text{ m/s}$ pode ser escrita como $c = \lambda f$. Substituindo na equação para a energia E da onda temos:

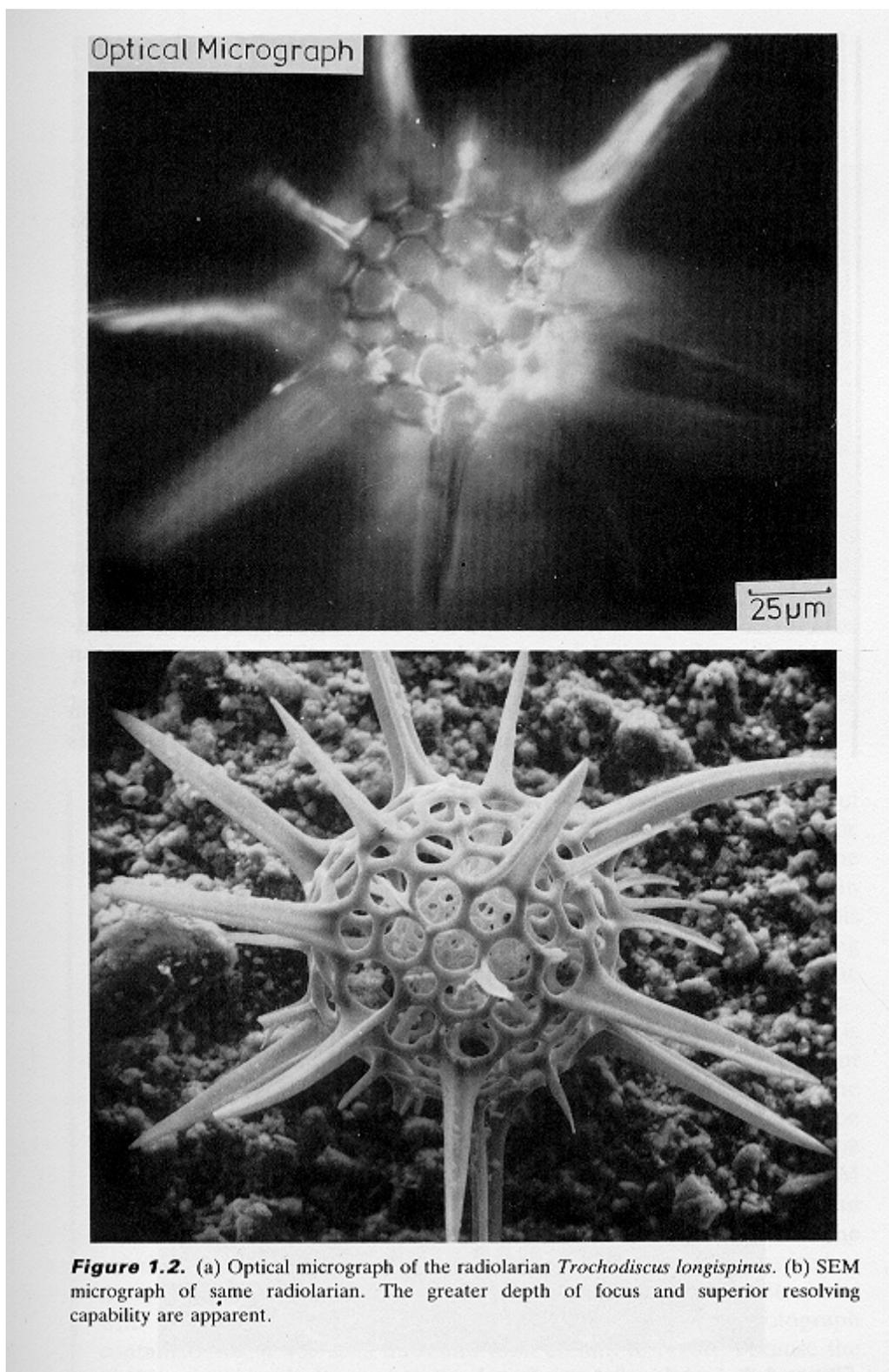
$$E = hf = \frac{hc}{\lambda} = \frac{1,989 \times 10^{-25} \text{ N.m}^2}{\lambda}$$

O Espectro Eletromagnético



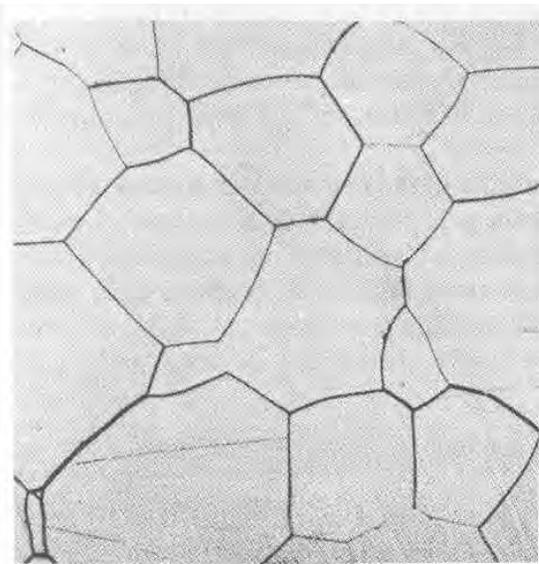
Espectro eletromagnético. A estreita faixa assinalada corresponde às frequências da radiação visível – a luz.

1. INTRODUÇÃO

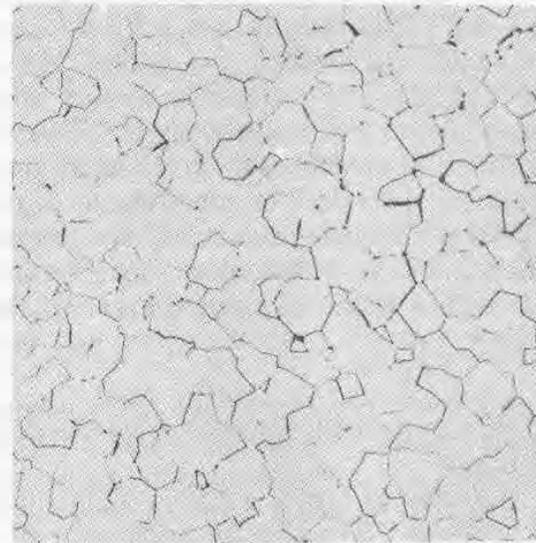


EXAME MICROSCÓPICO

- Quando um metal atacado quimicamente é observado ao microscópio pode-se localizar os contornos de grãos.
- Primeiramente o metal é cuidadosamente polido, de forma a se obter uma superfície plana e espelhada. Em seguida ele é atacado quimicamente por um curto período de tempo.
- Os átomos na área dos contornos de grãos serão removidos mais facilmente que os outros átomos e deixarão uma linha que pode ser vista com o microscópio.
- O contorno de grão atacado não atua como um espelho perfeito como acontece com o restante do grão.



(a)



(b)

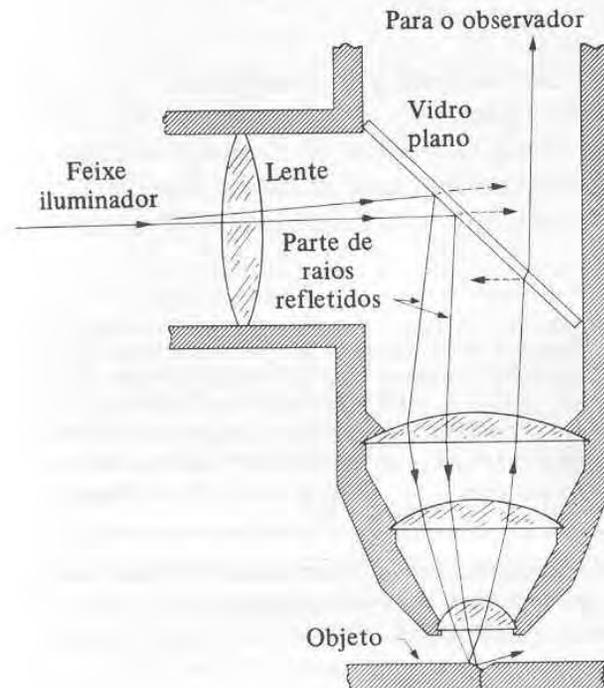


Figura 4-4.8 Contornos de grão. (a) Molibdênio (250 X) (O. K. Riegger). (b) Periclásio de alta densidade, MgO (250 X) R. E. Gardner and G. W. Robinson, Jr., *J. American Ceram. Soc.*

Figura 4-4.9 Observação do contorno de grão. O metal foi polido e atacado. O contorno corroído não reflete luz através do microscópio. (Reproduzido por permissão de B. Rogers, *The Nature of Metals*, 2ª ed., American Society for Metals, and Iowa State University Press, Capítulo 2.)

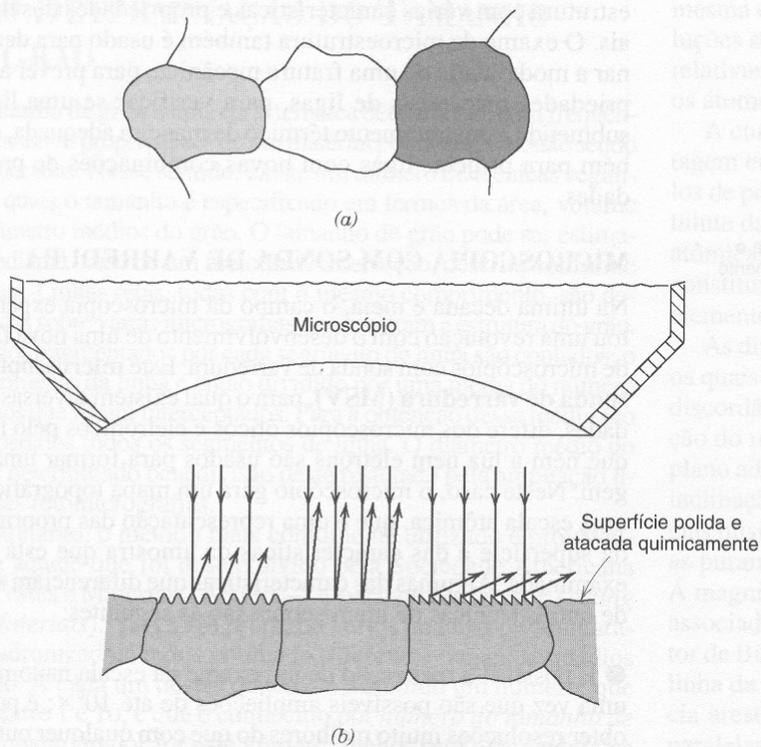
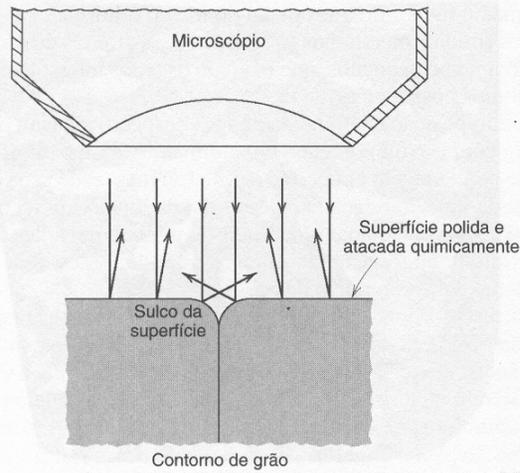
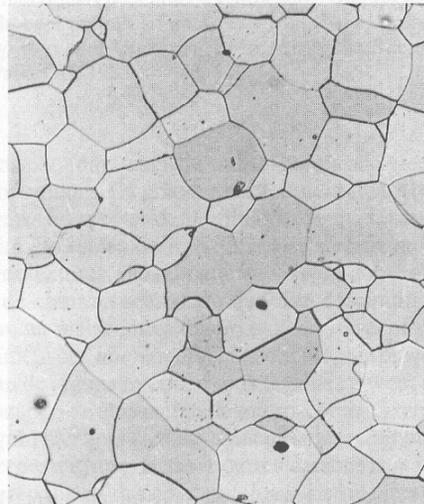


Fig. 4.11 (a) Grãos polidos e atacados quimicamente da forma como eles aparecem quando são vistos através de um microscópio ótico. (b) Seção feita através desses grãos mostrando como as características do ataque químico e a textura da superfície resultante variam de grão para grão devido a diferenças na orientação cristalográfica. (c) Fotomicrografia de uma amostra de latão policristalino. Ampliação de 60 \times . (Esta fotomicrografia é uma cortesia de J. E. Burke, General Electric Co.)



(a)



(b)

Fig. 4.12 (a) Seção de um contorno de grão e seu sulco de superfície, que foi produzido através de ataque químico. As características de reflexão da luz na vizinhança do sulco também estão mostradas. (b) Fotomicrografia da superfície de uma amostra de uma liga ferro-cromo policristalina, polida e atacada quimicamente, onde os contornos dos grãos aparecem escuros. Ampliação de 100×. (Esta fotomicrografia é uma cortesia de L. C. Smith e C. Brady, the National Bureau of Standards, Washington, DC.)

FRACTOGRAFIAS

**FRATURA
DÚCTIL**

**FRATURA
FRÁGIL**

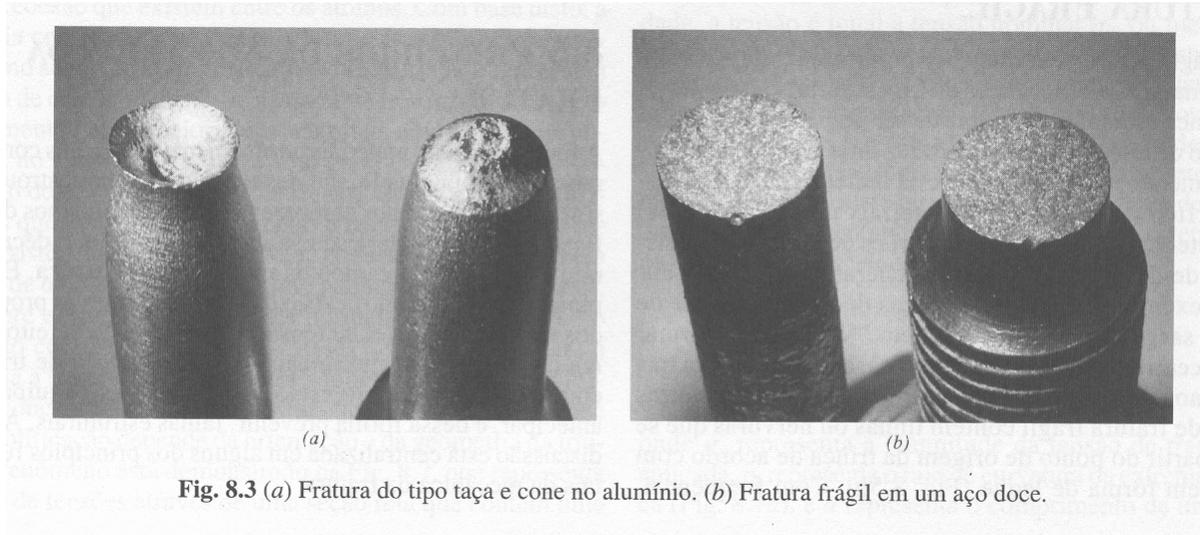


Fig. 8.3 (a) Fratura do tipo taça e cone no alumínio. (b) Fratura frágil em um aço doce.

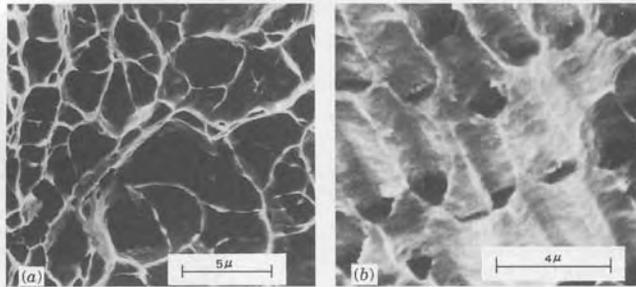


Fig. 8.4 (a) Fractografia eletrônica de varredura mostrando microcavidades esféricas características de uma fratura dúctil que resulta de cargas de tração uniaxiais. 3300X. (b) Fractografia eletrônica de varredura mostrando microcavidades com formato parabólico características de uma fratura dúctil que resulta da aplicação de uma carga cisalhante. 5000X. (De R. W. Hertzberg, *Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials*, 3rd edition. Copyright © 1989 de John Wiley & Sons, New York. Reimpresso sob permissão de John Wiley & Sons, Inc.)

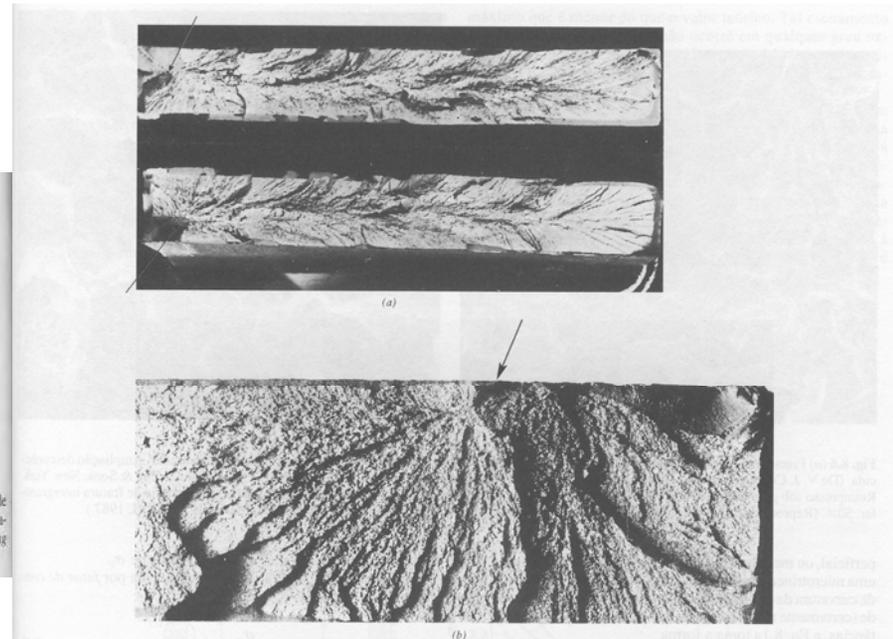
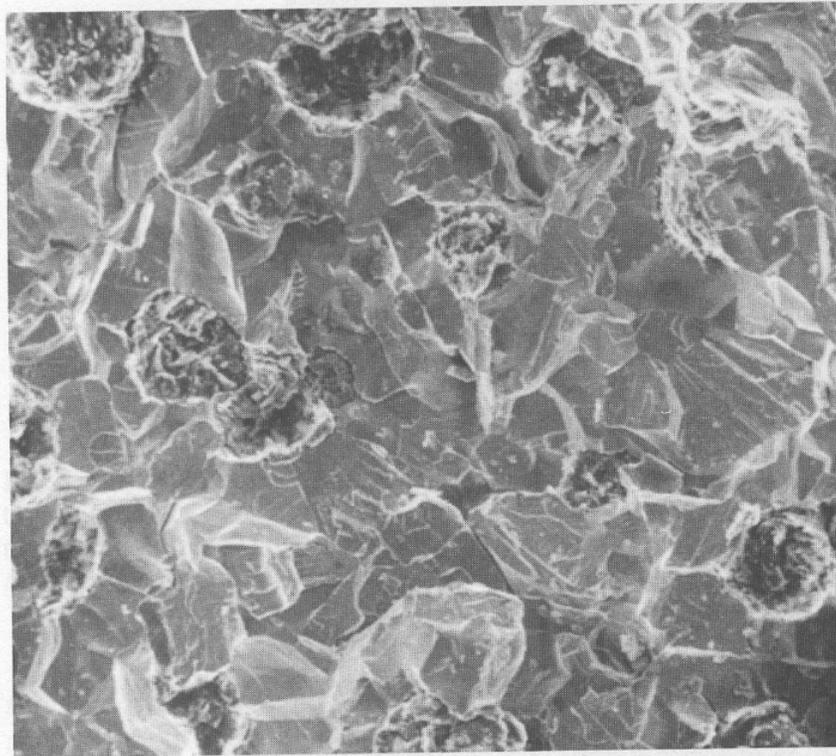


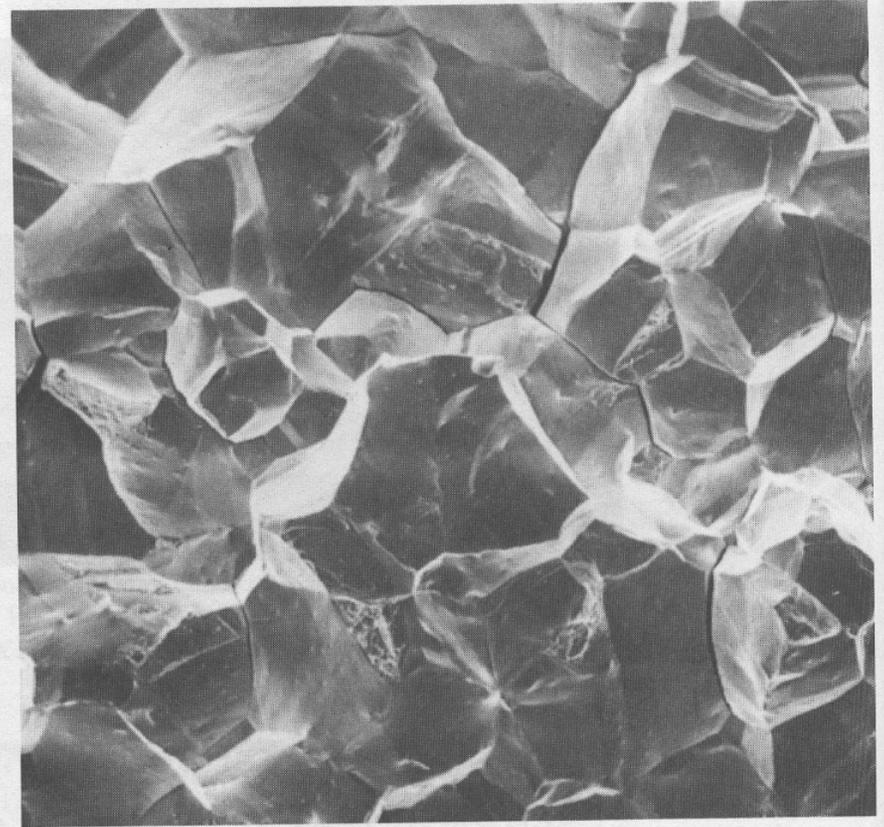
Fig. 8.5 (a) Fotografia mostrando "marcas de sargento" em forma de "V" características de uma fratura frágil. As setas indicam a origem da trinca. Aproximadamente em tamanho real. (De R. W. Hertzberg, *Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials*, 3rd edition. Copyright © 1989 de John Wiley & Sons, New York. Reimpresso sob permissão de John Wiley & Sons, Inc. A fotografia é uma cortesia de Roger Slutter, Lehigh University.) (b) Fotografia de uma superfície de fratura frágil mostrando nervuras radiais em formato de leque. As setas indicam a origem da trinca. Aumento de aproximadamente 2X. (Reproduzido com permissão de D. J. Wolpi, *Understanding How Components Fail*, American Society for Metals, Materials Park, OH, 1985.)

Fratura transgranular



(a)

Fratura intergranular



(b)

Fig. 8.6 (a) Fractografia eletrônica de varredura de ferro fundido dúctil mostrando uma superfície de fratura transgranular. Ampliação desconhecida. (De V. J. Colangelo e F. A. Heiser, *Analysis of Metallurgical Failures*, 2nd edition. Copyright © 1987 de John Wiley & Sons, New York. Reimpresso sob permissão de John Wiley & Sons, Inc.) (b) Fractografia eletrônica de varredura mostrando uma superfície de fratura intergranular. 50×. (Reproduzido com permissão de *ASM Handbook*, Vol. 12, *Fractography*, ASM International, Materials Park, OH, 1987.)

DEFORMAÇÃO MECÂNICA

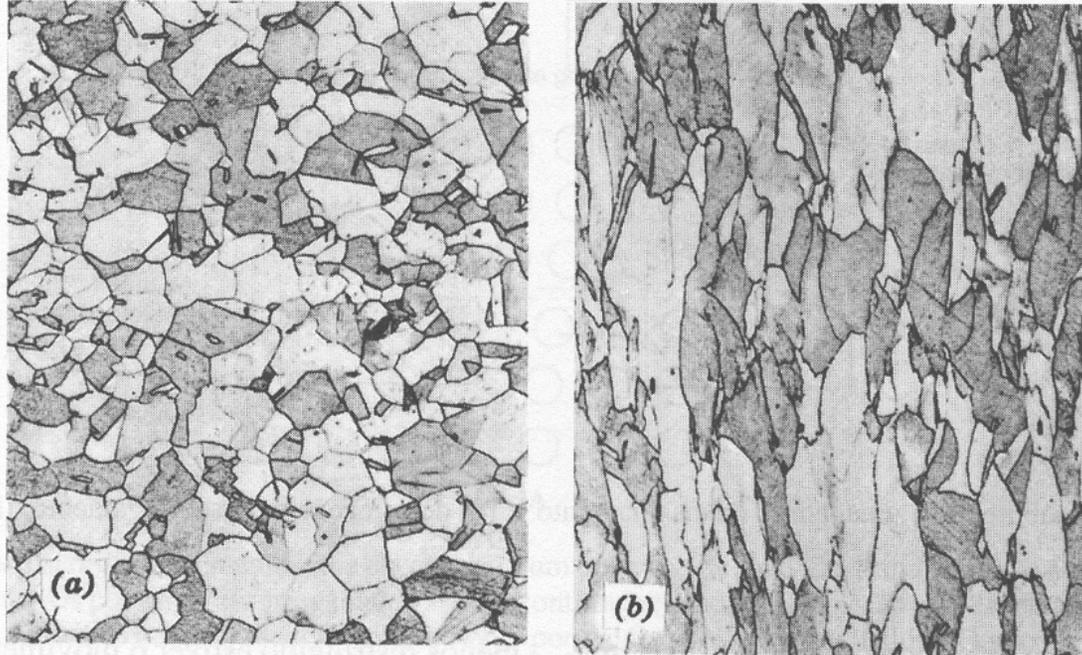


Fig. 7.11 Alteração da estrutura do grão de um metal policristalino como resultado de uma deformação plástica. (a) Antes da deformação, os grãos são equiaxiais. (b) A deformação produziu grãos alongados. $170\times$. (De W. G. Moffatt, G. W. Pearsall, e J. Wulff, *The Structure and Properties of Materials*, Vol. I, *Structure*, p. 140. Copyright © 1964 por John Wiley & Sons, New York. Reimpresso sob permissão de John Wiley & Sons, Inc.)

RECUPERAÇÃO, RECRISTALIZAÇÃO E CRESCIMENTO DE GRÃOS

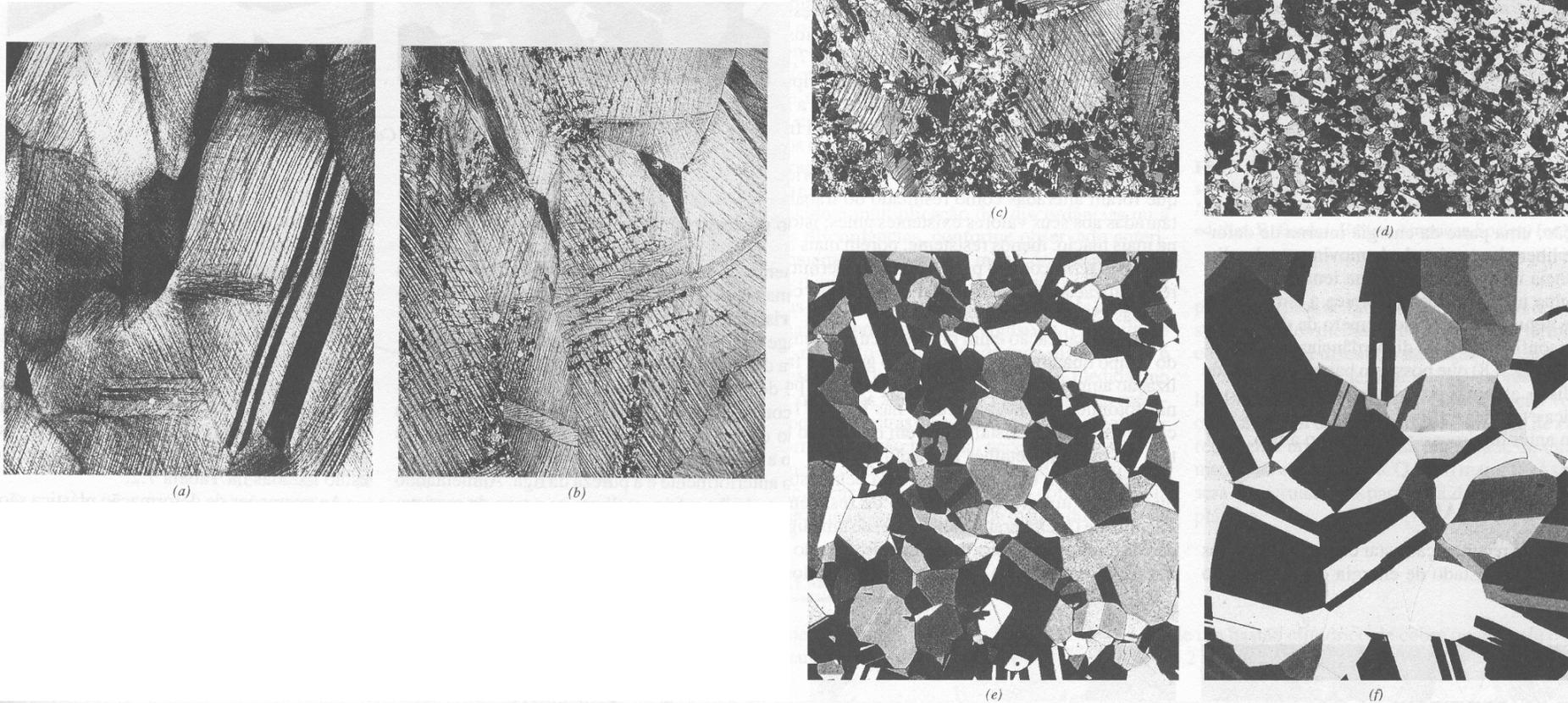


Fig. 7.21 Fotomicrografias mostrando vários estágios da recrystalização e do crescimento de grãos de latão. (a) Estrutura de grãos submetidos ao trabalho a frio (33%TF). (b) Estágio inicial de recrystalização após aquecimento por 3 s a 580°C (1075°F). Os grãos muito pequenos são aqueles que foram recrystalizados. (c) Substituição parcial de grãos trabalhados a frio por grãos recrystalizados (4 s a 580°C). (d) Recrystalização completa (8 s a 580°C). (e) Crescimento de grão após 15 min a 580°C. (f) Crescimento de grão após 10 min a 700°C (1290°F). Todas as fotomicrografias estão com ampliação de 75×. (As fotomicrografias são cortesia de J. E. Burke, General Electric Company.)

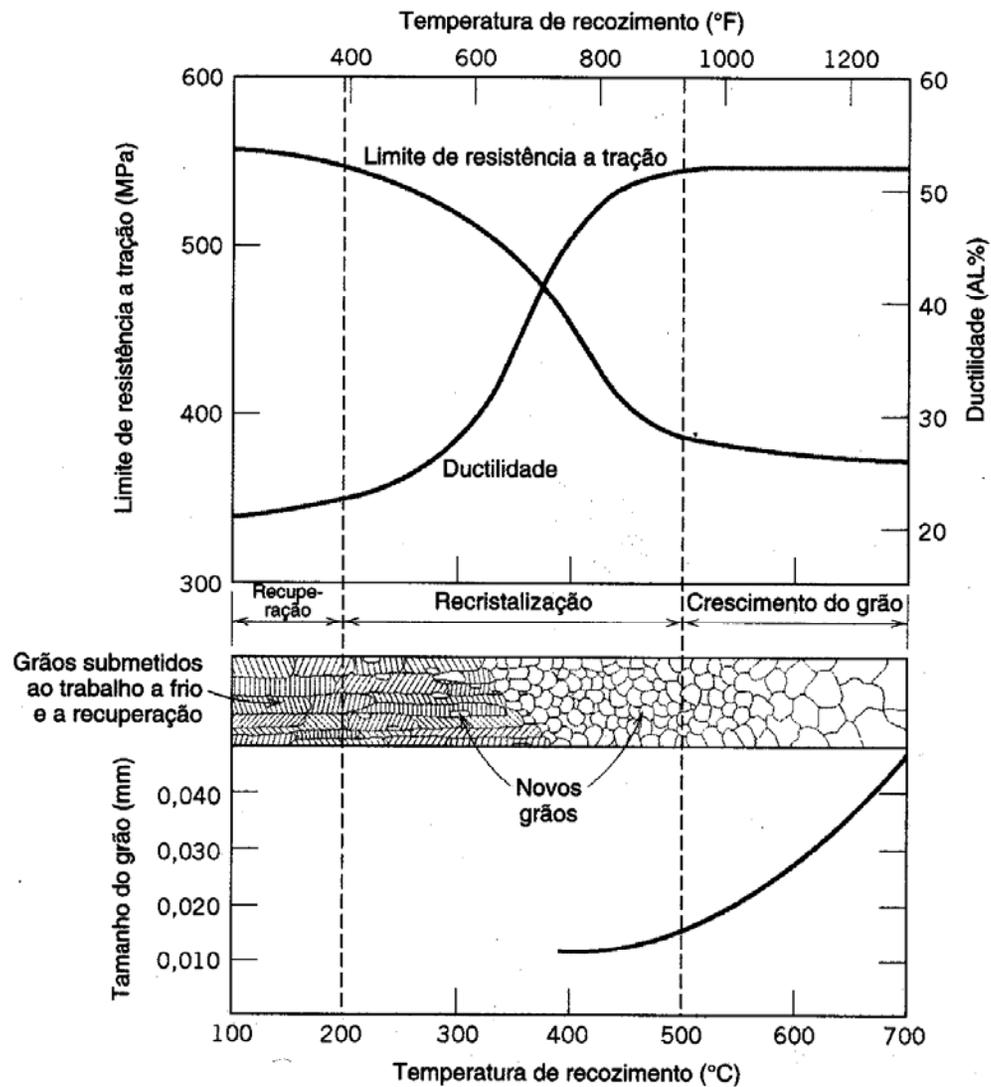


Fig. 7.22 A influência da temperatura de recozimento sobre o limite de resistência a tração e a ductilidade de uma liga de latão. O tamanho de grão está indicado em função da temperatura de recozimento. As estruturas dos grãos durante os estágios de recuperação, recristalização e crescimento de grão estão mostradas esquematicamente. (Adaptado de G. Sachs e K. R. Van Horn, *Practical Metallurgy, Applied Metallurgy and the Industrial Processing of Ferrous and Nonferrous Metals and Alloys*, American Society for Metals, 1940, p. 139.)

1.1. JUSTIFICATIVA DE UTILIZAÇÃO DA MICROSCOPIA ELETRÔNICA

DIFRAÇÃO EM ABERTURA CIRCULAR

Supondo a geração de imagem através de uma abertura circular com diâmetro d , tal como uma lente convergente circular, a Figura 1 é a imagem de uma fonte luminosa puntiforme e distante formada no plano focal da lente. A imagem é um disco circular cercado de vários anéis secundários, sucessivamente mais fracos, devido ao fenômeno da difração.

Pode ser mostrado que o primeiro mínimo da figura de difração de uma abertura circular de diâmetro d é dado por:

$$\text{sen } \theta = 1,22 \frac{\lambda}{d} \quad (\text{primeiro mínimo, abertura circular})$$

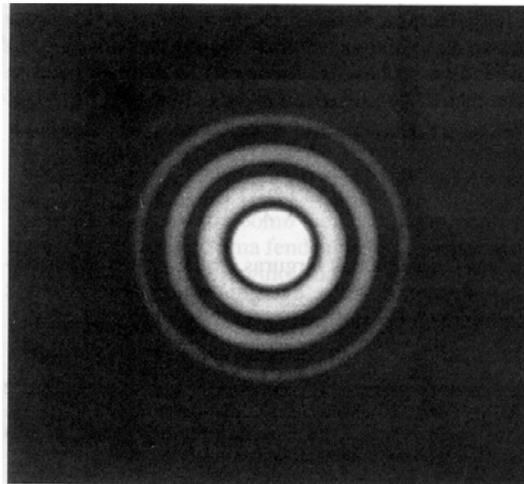


Figura 1. Figura de difração numa abertura circular.

PODER DE RESOLUÇÃO

O fato de as imagens produzidas pelas lentes serem figuras de difração é importante quando queremos distinguir entre si objetos puntiformes distantes cuja separação angular seja pequena. A Figura 2 mostra as aparências visuais, e as distribuições de intensidade correspondentes, para o caso de dois objetos puntiformes distantes com pequena separação angular. Na Fig. 2a, os objetos não estão resolvidos em virtude da difração. Na Fig. 2b os dois objetos estão pobremente resolvidos, e na Fig. 2c estão completamente resolvidos.

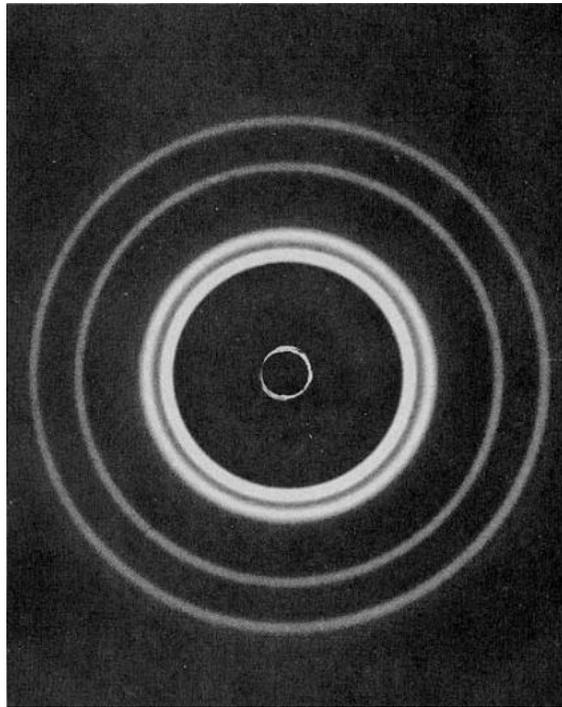
Na Fig. 2b, a separação angular das duas fontes puntiformes é tal que o máximo central da figura de difração de uma delas coincide com o primeiro mínimo da figura de difração da outra, uma condição denominada Critério de Rayleigh da resolução. Dois objetos pobremente resolvidos, de acordo com este critério, devem Ter uma separação angular θ_R dada por:

$$\theta_R = \arcsen\left(1,22 \frac{\lambda}{d}\right) \quad (\text{Critério de Rayleigh})$$

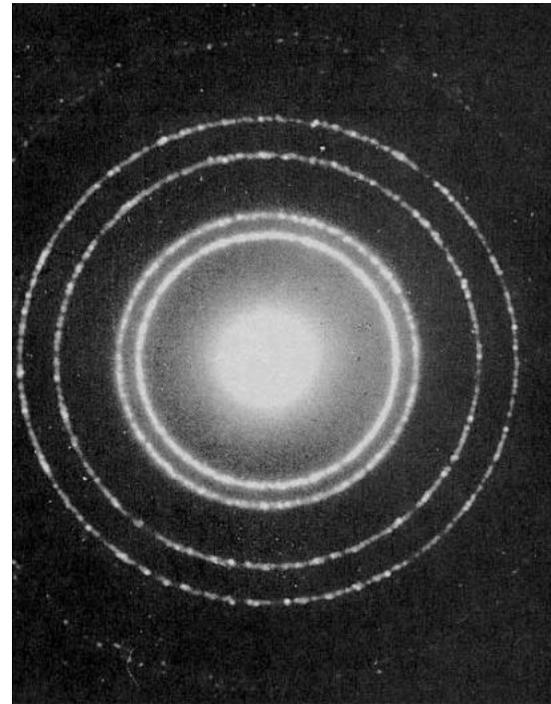
$$\theta_R = 1,22 \frac{\lambda}{d} \quad \text{pois os ângulos são pequenos.}$$

Se a separação angular θ entre os dois objetos for maior que θ_R , podemos resolver os dois objetos. Se for significativamente menor, a resolução não é possível.

Difração de elétrons



X-rays



electrons

As figuras de difração são similares devido os comprimentos de onda serem próximos

Quando queremos usar uma lente para resolver objetos que tenham separação angular pequena, é desejável fazer com que a figura de difração seja a menor possível. Isto pode ser obtido aumentando-se o diâmetro d da lente (abertura) ou usando-se um menor comprimento de onda λ .

Este é um dos motivos de utilizar luz ultravioleta em microscópios. Devido ao seu menor comprimento de onda, ela permite um exame mais pormenorizado do que seria possível com o mesmo microscópio operando com luz visível.

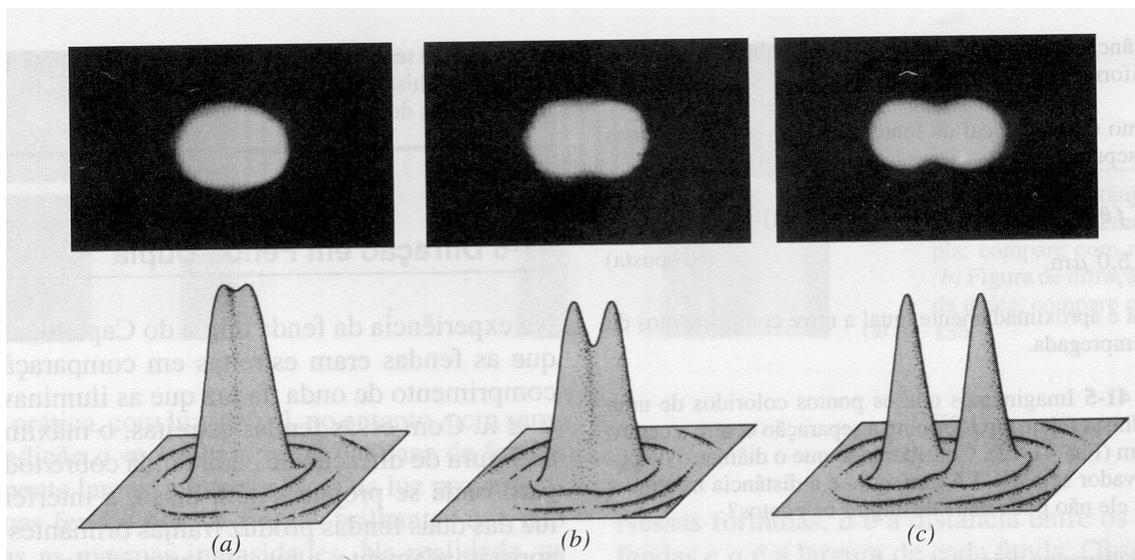


Figura 2. Em cima, as imagens de duas fontes puntiformes formadas por uma lente convergente (abertura circular). Abaixo, os perfis das intensidades das imagens.

FÍSICA QUÂNTICA

A Física Quântica mostra que feixes de elétrons comportam-se, em certas circunstâncias, como ondas. Num **microscópio eletrônico**, esses feixes podem ter comprimento de onda efetivo da ordem de 10^5 vezes menor que o comprimento de onda da luz visível. Eles permitem o exame detalhado de estruturas diminutas (microestruturas), como as que aparecem na Figura 3, que num microscópio ótico ficariam pouco nítidas em virtude da difração.

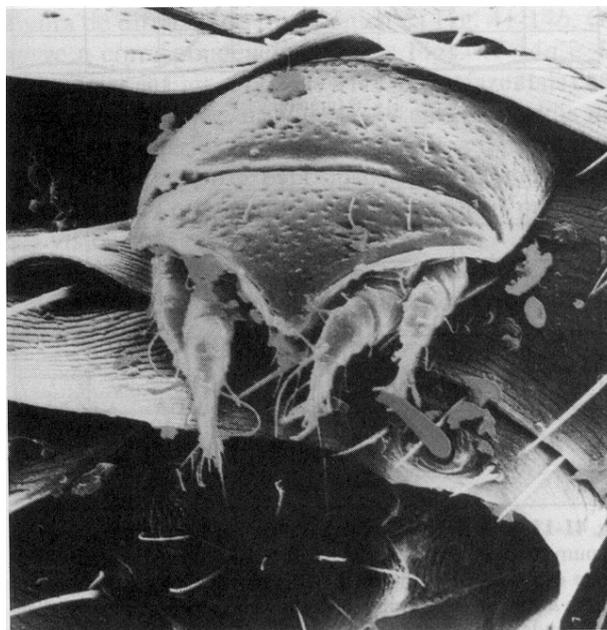


Figura 3. Imagem de um ácaro sobre uma pulga de ouriço obtida em MEV.

ENERGIA DE ACELERAÇÃO DOS ELÉTRONS

Em um sistema termoiônico, a diferença de potencial ΔV pode ser encontrada como (Física 3), onde \vec{E} é o campo elétrico:

$$\Delta V = - \int \vec{E} \cdot d\vec{l}$$

A força elétrica agindo nos elétrons será $\vec{F} = q\vec{E} = -e\vec{E}$, onde $q = -e = -1,6 \times 10^{-19} \text{ C}$ é a carga do elétron. Substituindo na equação acima: $\Delta V = - \int \frac{\vec{F}}{(-e)} \cdot d\vec{l} \rightarrow \int \vec{F} \cdot d\vec{l} = e \Delta V$

ou seja,

$\text{Trabalho} = \text{Energia} = e \Delta V$

Por exemplo, se o Microscópio Eletrônico acelera os elétrons com um potencial $\Delta V = 30 \text{ kV}$, a Energia de Aceleração será: $E_c = 30 \text{ keV}$, onde eV é uma nova unidade de energia dada por $1 \text{ eV} = 1,6 \times 10^{-19} \text{ J}$, relacionada à carga do elétron.

Albert Einstein mostrou, em 1905 através da experiência do Efeito Fotoelétrico (Prêmio Nobel de 1921), que a luz se comportava, às vezes, como se toda a sua energia estivesse concentrada em pequenos pacotes discretos, que ele denominou de **fótons**, ou quanta de luz.

Einstein propôs que a energia de um fóton fosse $E = h f$ onde f é a frequência da luz e $h = 6,63 \times 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s} = 4,14 \times 10^{-15} \text{ eV}\cdot\text{s}$ é a constante de Planck (Max Planck, Prêmio Nobel de 1918).

A velocidade da luz c pode ser relacionada à frequência f e ao comprimento de onda λ da onda eletromagnética através da expressão $c = \lambda f$. Isto leva a expressão de Einstein a:

$$E = hf = h \frac{c}{\lambda}$$

Louis Victor De Broglie, em 1924 (Prêmio Nobel de 1929), mostrou que a dualidade onda-partícula pode ser representada pela expressão $\lambda p = h$ onde $p = mv$ é o momento da partícula (ou onda).

Esta expressão aplica-se à luz e à matéria, descrevendo um comportamento ondulatório para a matéria e um comportamento corpuscular para as ondas eletromagnéticas. O comprimento de onda é chamado de comprimento de onda de De Broglie.

EXEMPLO: Para um microscópio eletrônico operando em 30 kV de voltagem de aceleração, os elétrons terão energia $E = 30 \text{ keV}$. Pode-se mostrar que cada elétron terá:

$$p = mv = \sqrt{2mE_c} = \sqrt{2(9,11 \times 10^{-31} \text{ kg})(30 \times 10^3 \text{ eV})(1,60 \times 10^{-19} \text{ J/eV})} = 9,35 \times 10^{-23} \text{ kg}\cdot\text{m/s}$$

$$\lambda = \frac{h}{p} = \frac{6,63 \times 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s}}{9,35 \times 10^{-23} \text{ kg}\cdot\text{m/s}} = 7,09 \times 10^{-12} \text{ m} = 0,007 \text{ nm} = 0,07 \text{ \AA}$$

Usando a expressão de Einstein pode-se escrever:

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{4,14 \times 10^{-15} \text{ eV}\cdot\text{s} \times 3 \times 10^8 \text{ m/s}}{30 \times 10^3 \text{ eV}} = 1,242 \times 10^{-6} \text{ eV}\cdot\text{m}$$

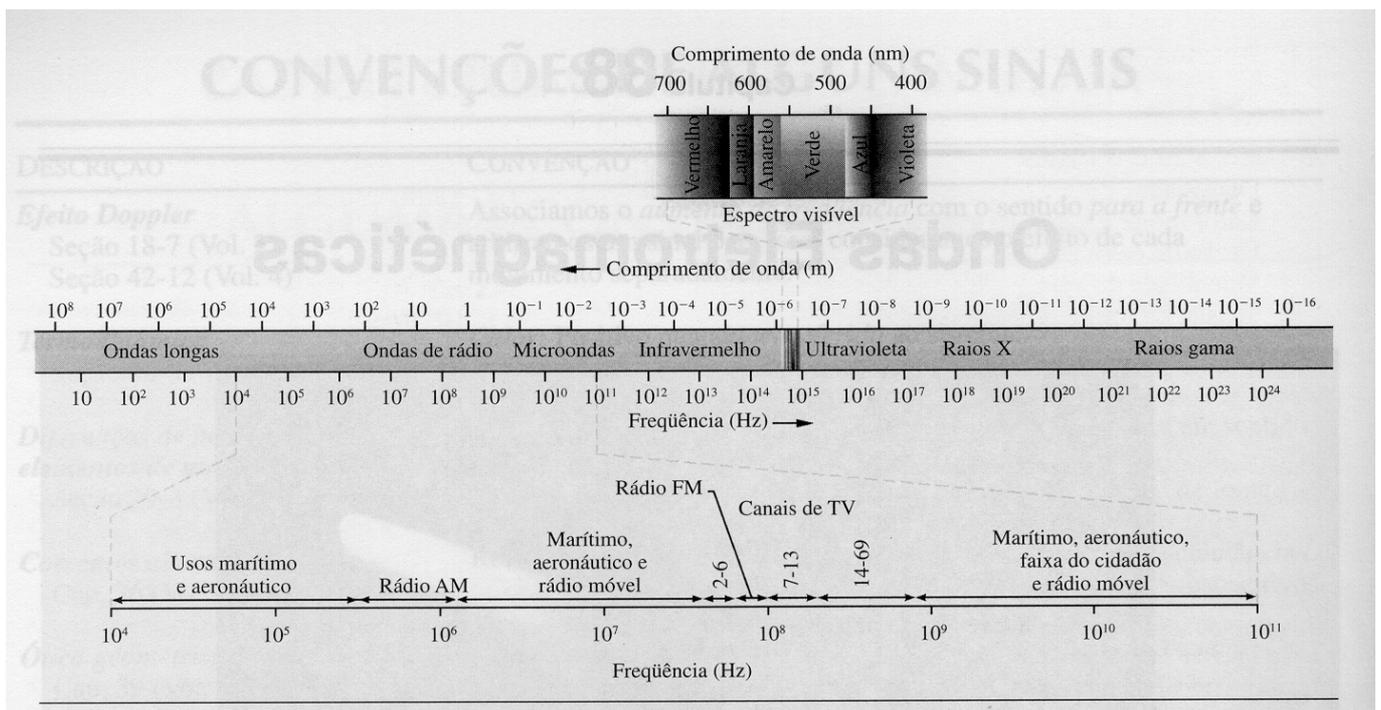


Figura 4. O espectro eletromagnético.

COMPRIMENTO DE ONDA λ ASSOCIADO

Como vimos anteriormente a Energia E de uma onda eletromagnética pode ser escrita como: $E = \frac{1,989 \times 10^{-25} \text{ N.m}^2}{\lambda}$.

No caso de trabalharmos com elétrons com energia de 30 keV (vtagem de aceleração de 30 kV em um MEV) teremos:

$$\lambda = \frac{1,989 \times 10^{-25} \text{ N.m}^2}{30 \text{ keV}} = \frac{1,989 \times 10^{-25} \text{ N.m}^2}{30 \times 10^3 \text{ eV} \times 1,6 \times 10^{-19} \text{ J/eV}} = 4,14 \times 10^{-11} \text{ m}$$

Esta pequena dimensão permite compreender a possibilidade da dualidade onda-partícula do elétron.

A observação de um único elétron em uma armadilha de Penning demonstra que o limite superior do raio da partícula é de 10^{-22} metros. Também há uma constante física chamada de *raio clássico do elétron*, com um valor aproximado de $2,8179 \times 10^{-15}$ m, maior inclusive que o raio do próton.

A massa do elétron é de $9,10938356(11) \times 10^{-31}$ kg.

COMPRIMENTO DE ONDA λ ASSOCIADO

Mas essa dualidade onda-partícula é prevista para todos os corpos.

Por exemplo, no caso de uma pessoa com cerca de 100 kg de massa, andando a uma velocidade de 1 m/s (a cada segundo ela dá um passo, que é bastante coerente), classicamente teríamos:

$$E = \frac{mv^2}{2} = \frac{100 \text{ kg} \times (1 \text{ m/s})^2}{2} = 50 \text{ J}$$

O comprimento de onda λ associado a este corpo seria:

$$\lambda = \frac{1,989 \times 10^{-25} \text{ N.m}^2}{50 \text{ J}} = 3,978 \times 10^{-27} \text{ m}$$

que é MUITO menor do que as dimensões deste corpo, e a dualidade onda-partícula não se apresenta.

Espectro de radiação

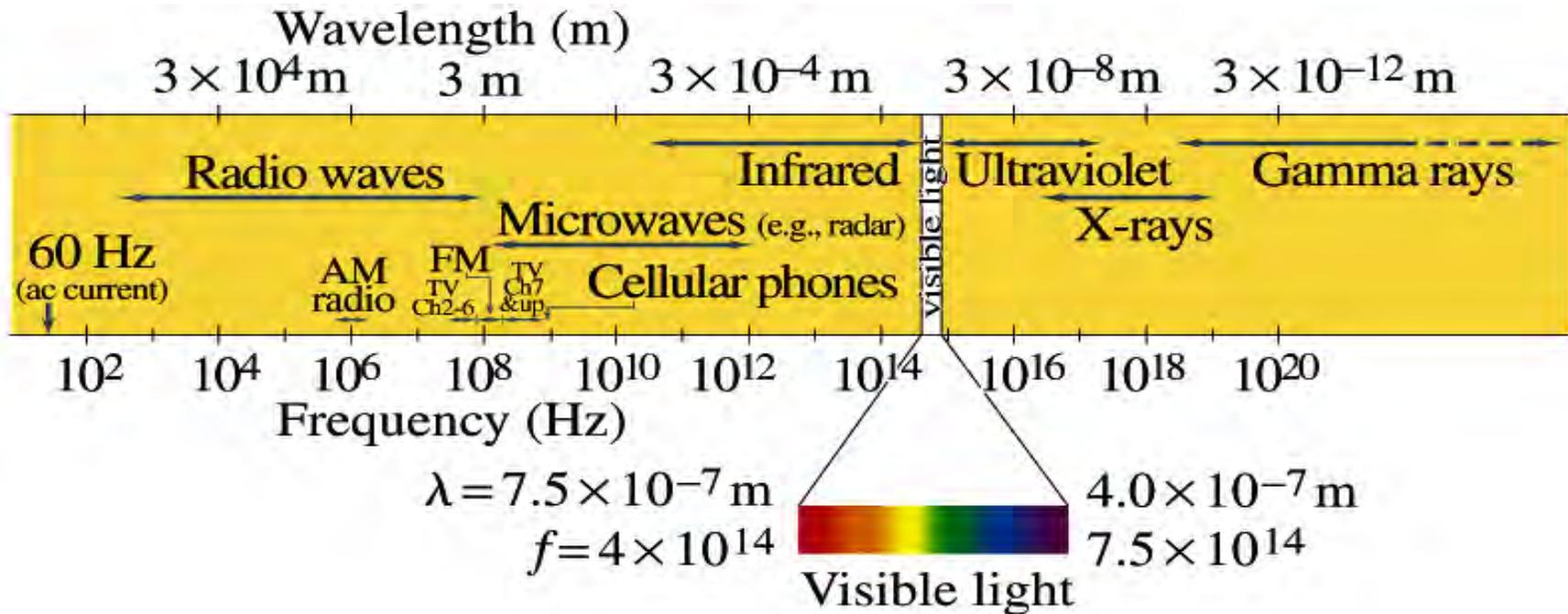


TABELA I.1. Algumas dimensões médias importantes em análise microestrutural (E. Hornbogen).

Tamanho (Å)	Descrição
1 – 5	Distâncias interatômicas
1 – 5	Defeitos puntiformes (lacunas)
2 – 10	Espessura de contornos de grãos, interfaces e falhas de empilhamento
> 30	Espaçamento entre falhas de empilhamento
> 30	Espaçamento entre discordâncias
> 1000	Diâmetro de subgrão e de grão
> 10	Diâmetro de fases (zonas) coerentes
> 5	Zona onde ocorre segregação de soluto em defeitos cristalinos
$10^3 - 10^8$	Segregação em peças brutas de fusão

TABELA I.2. Resolução média dos principais equipamentos utilizados em microscopia (E. Hornbogen).

Técnica	Resolução (Å)
Microscopia Óptica (reflexão e transmissão)	3000
Microsonda Eletrônica	100
Microscopia Eletrônica de Varredura	40
Microscopia Eletrônica de Transmissão	
a) Réplicas	50
b) Lâmina fina	3
Microscopia de Campo Iônico	< 1

TABELA I.3. Algumas características da microscopia.

Característica	Microscopia Óptica	Microscopia Eletrônica de Varredura	Microscopia Eletrônica de Transmissão	Microscopia de Campo Iônico
Faixa útil de aumento	1 – 4000 X	10 – 300.000 X	500 X – 20 MX	$\sim 10^6$ X
Profundidade de foco em 1000 X	0,1 μ m	0,1 mm	10 μ m	–
Tensão de aceleração (kV)	–	10 – 50	100 – 1000	5 – 15

Resolução dos microscópios óticos

- Comprimento de onda da luz deve ser menor que o objeto
- Comprimento de onda da luz visível de 0.4 to 0.7 μm ,

