

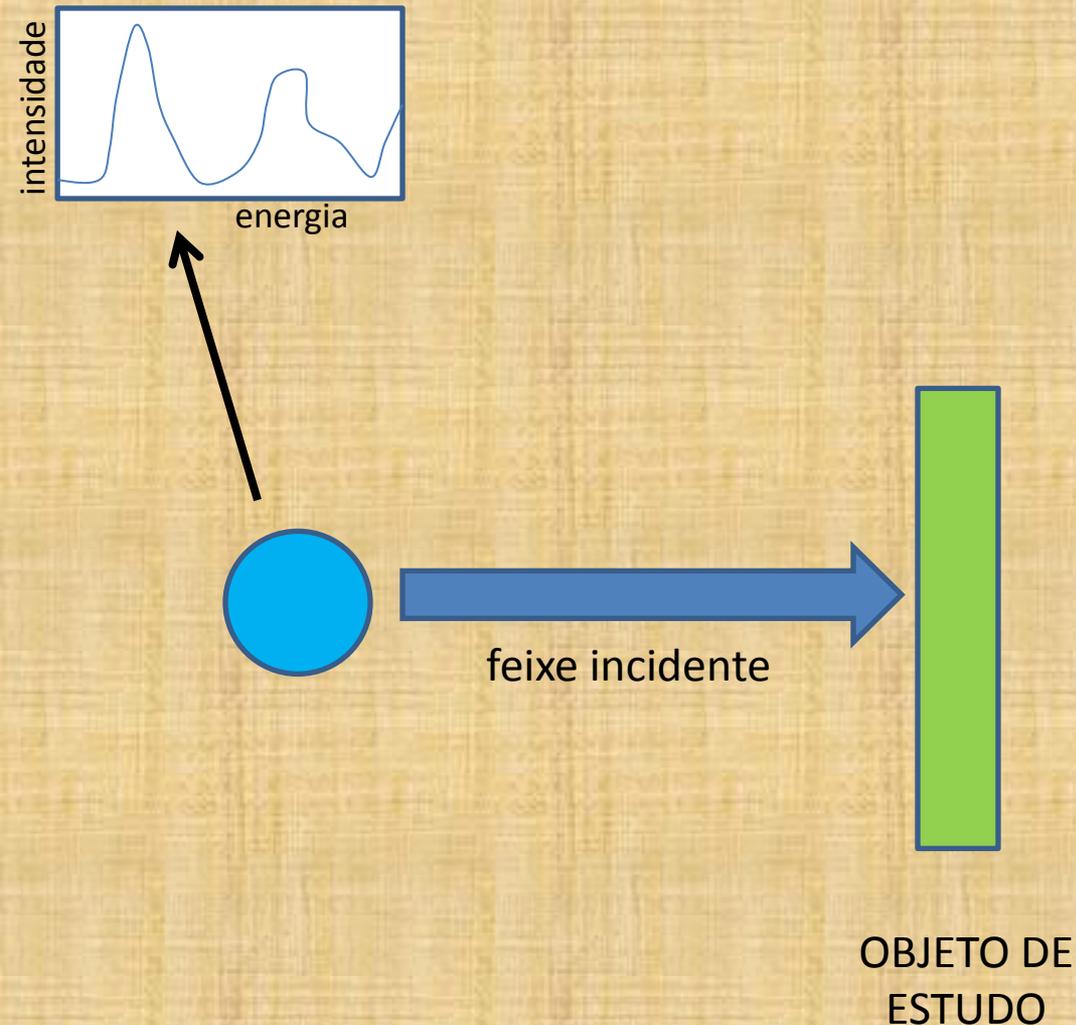
Técnicas de Caracterização com Radiações e Partículas – Esquemas, Critérios e Exemplos

CABENS

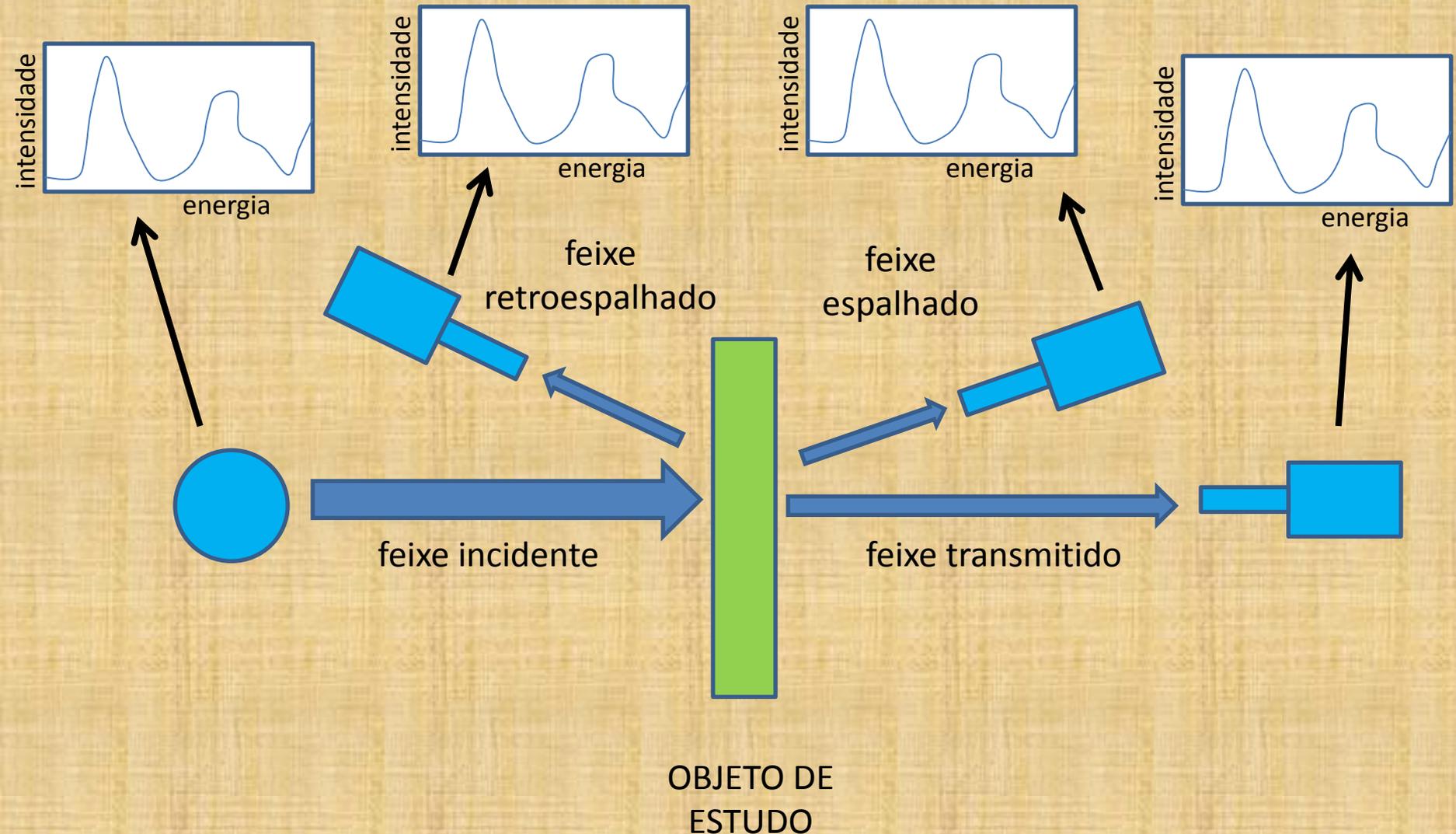
outubro de 2011

A C Neiva

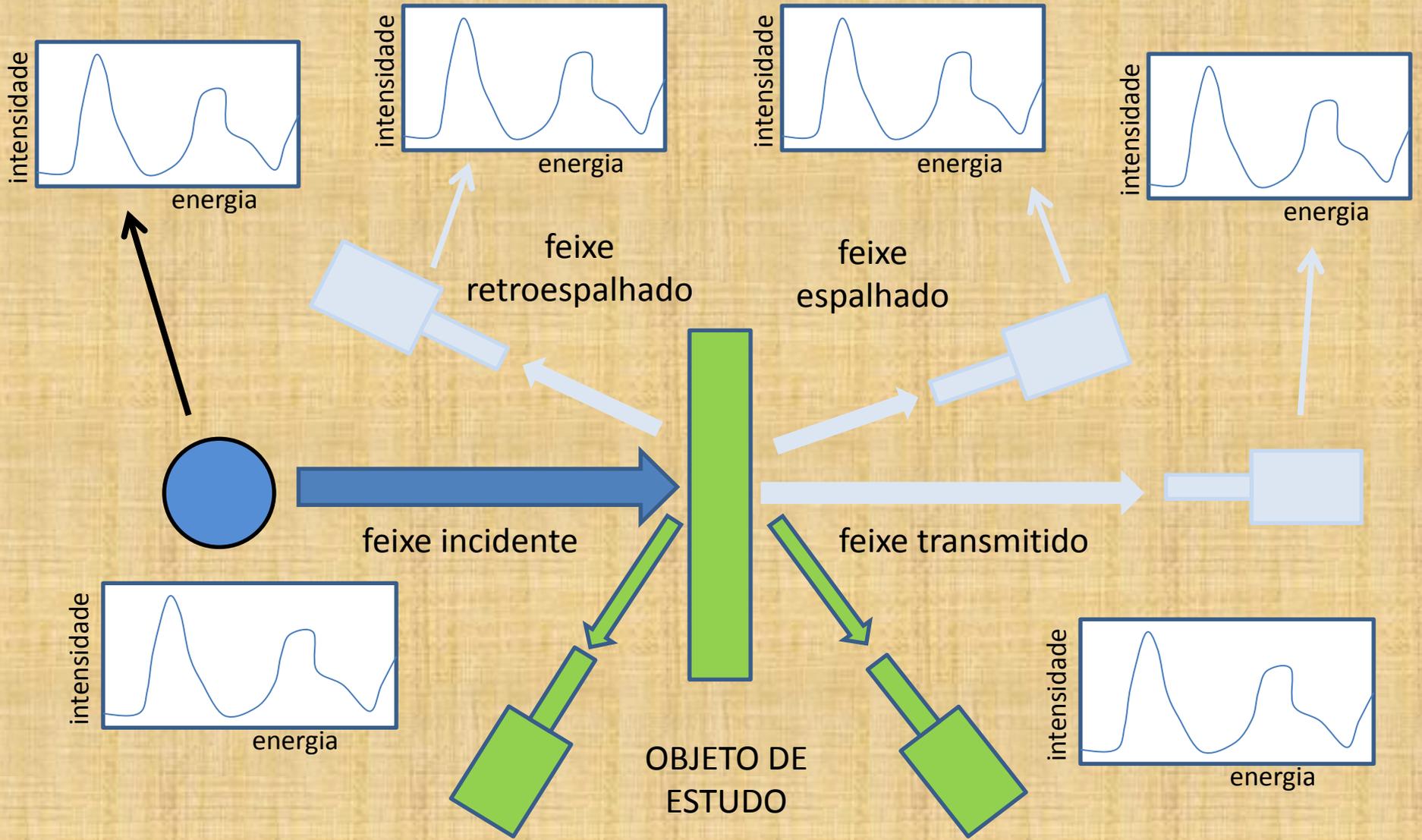
Seja um **feixe incidente** de uma dada **radiação** (raios X, luz visível, ultravioleta, infravermelho, etc) ou uma dada **partícula** (íon, elétron, etc)

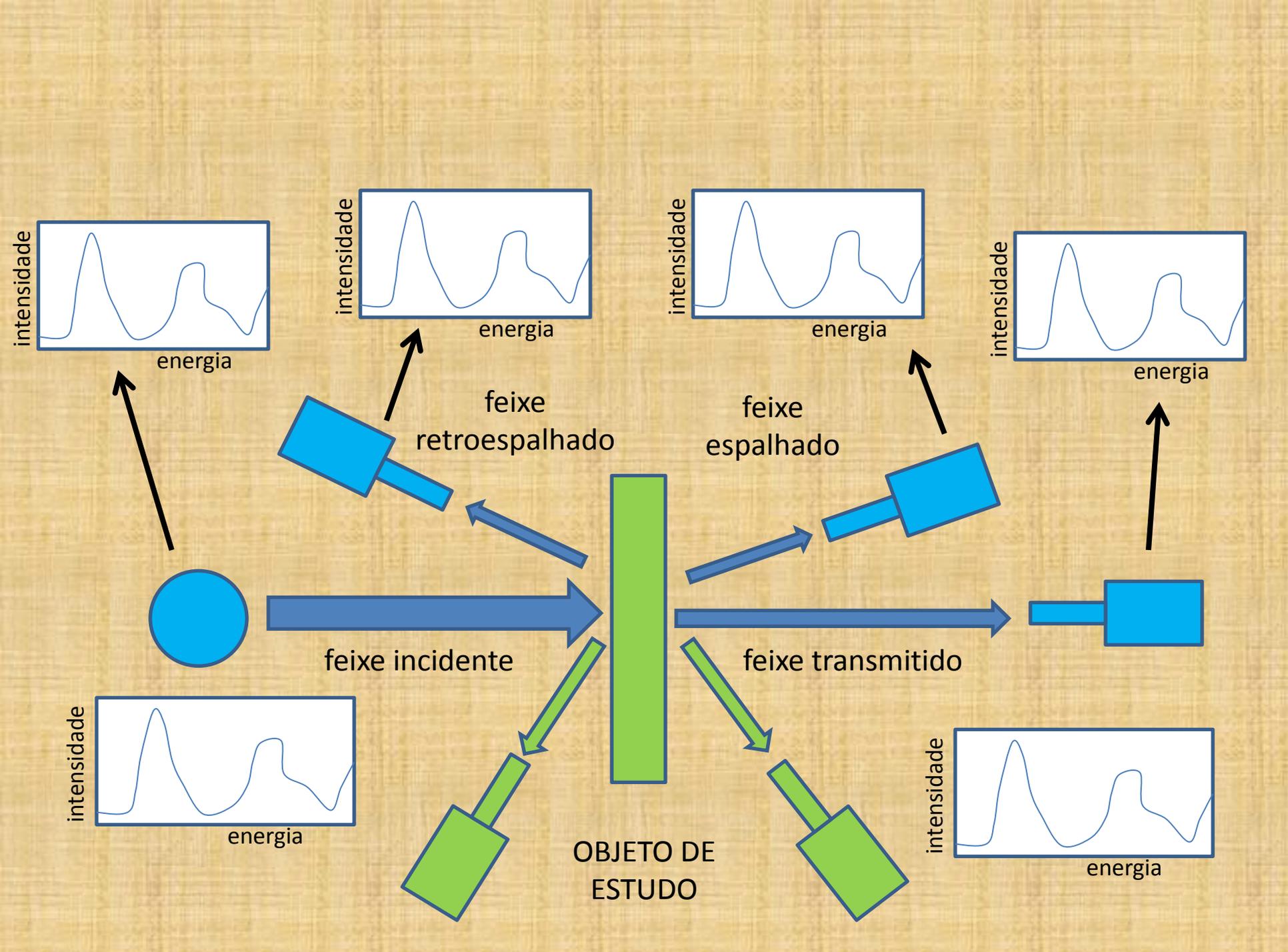


Ao interagir com o objeto, **parte do feixe é absorvida**, parte é **transmitida**, parte é **espalhada**, parte é **retroespalhada**



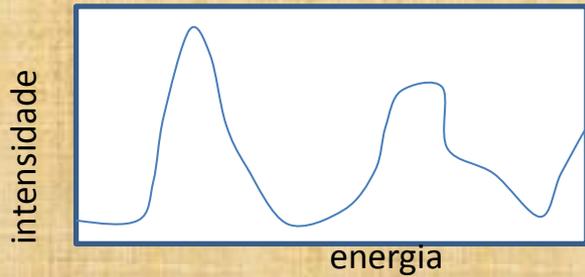
E, por feito da incidência, o **objeto** também emitirá **partículas e ondas em todas as direções**



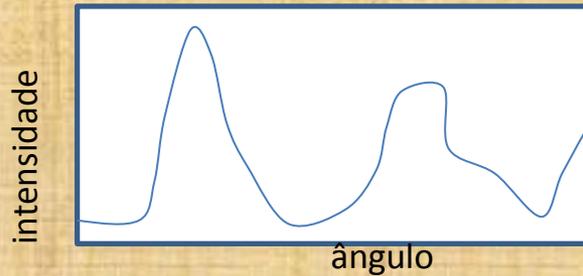


As interações entre o feixe incidente e o objeto de estudo dependem de vários fatores. Por exemplo:

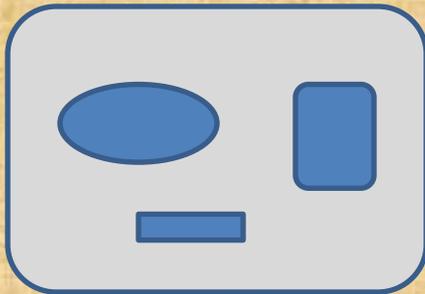
- Feixe
 - Natureza (radiação, elétrons, íons, nêutrons, etc)
 - Ângulo de incidência
 - Perfil de energia
- Objeto
 - Elementos
 - Compostos (moléculas, cristais, amorfos)
 - Distribuição espacial
 - Geometria
 - Temperatura, pressão, etc



Espectrometrias
(elementos, estados de
valência, moléculas...)



Difração
(estrutura cristalina, tamanho
de grão, tensões...)



Microscopias,
imagem

**Atentar para: fenômenos envolvidos, faixa de detecção,
sensibilidade, penetração, portabilidade, efeitos sobre objeto, etc**

Exemplos: alguns Fenômenos

- Espectroscopias de Raios X – orbitais internos dos elementos (independe de ligações)
- Espectroscopias de elétrons – orbitais internos ou externos
- Difração (raios X, elétrons, nêutrons) – estrutura cristalina, tamanho de cristal, tensões
- Luz visível e ultravioleta – orbitais externos de elementos, íons, moléculas
- Infravermelho – vibrações nas moléculas
- Ondas de rádio – rotações nas moléculas

Exemplos: penetração de partículas

- Íons – pequena (tem carga elétrica, mas tem massa maior que os elétrons, o que aumenta a mobilidade)
- Elétrons – pequena (retroespalhados) ou muito pequena (secundários, Auger)
- Nêutrons – usualmente grande (não têm carga elétrica), mas são fortemente absorvidos por alguns elementos, como por exemplo hidrogênio

Exemplos: penetração de radiações – depende muito das interações e do tipo de material

- Raios X – grande em elementos leves, pequena em elementos pesados
- Luz visível – pequena em materiais opacos, grande nos transparentes
- Infravermelho – grande em alguns materiais (absorvem e refletem pouco), grande em outros

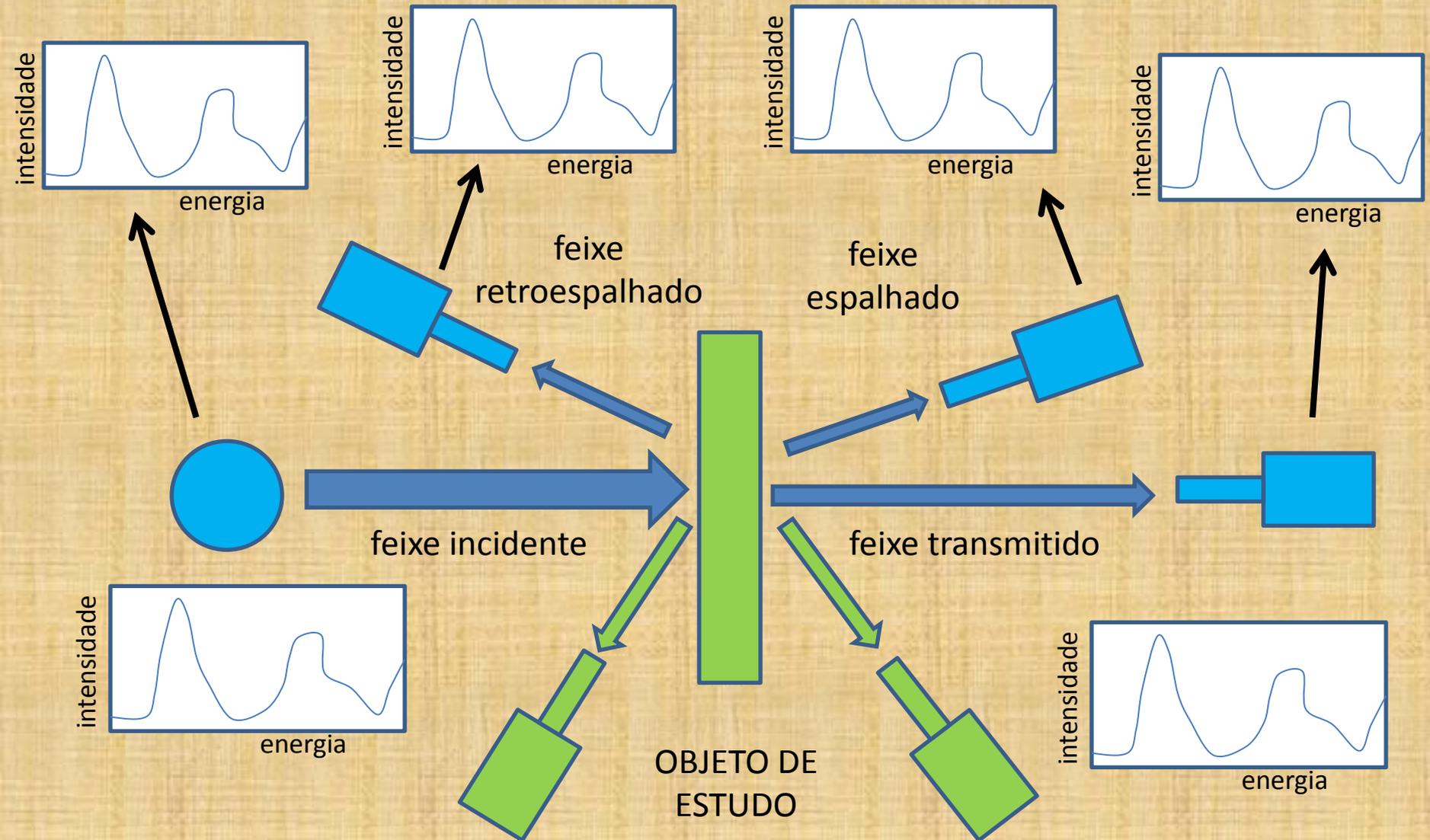
Possibilidade de direcionar os feixes (importante, por exemplo, para realizar análise de regiões pequenas)

- Raios X – possível, com limitações, por exemplo com policapilares
- Íons e elétrons – fácil, por meio de lentes eletromagnéticas
- Luz visível, infravermelho e ultravioleta – fácil, por meio de lentes ópticas

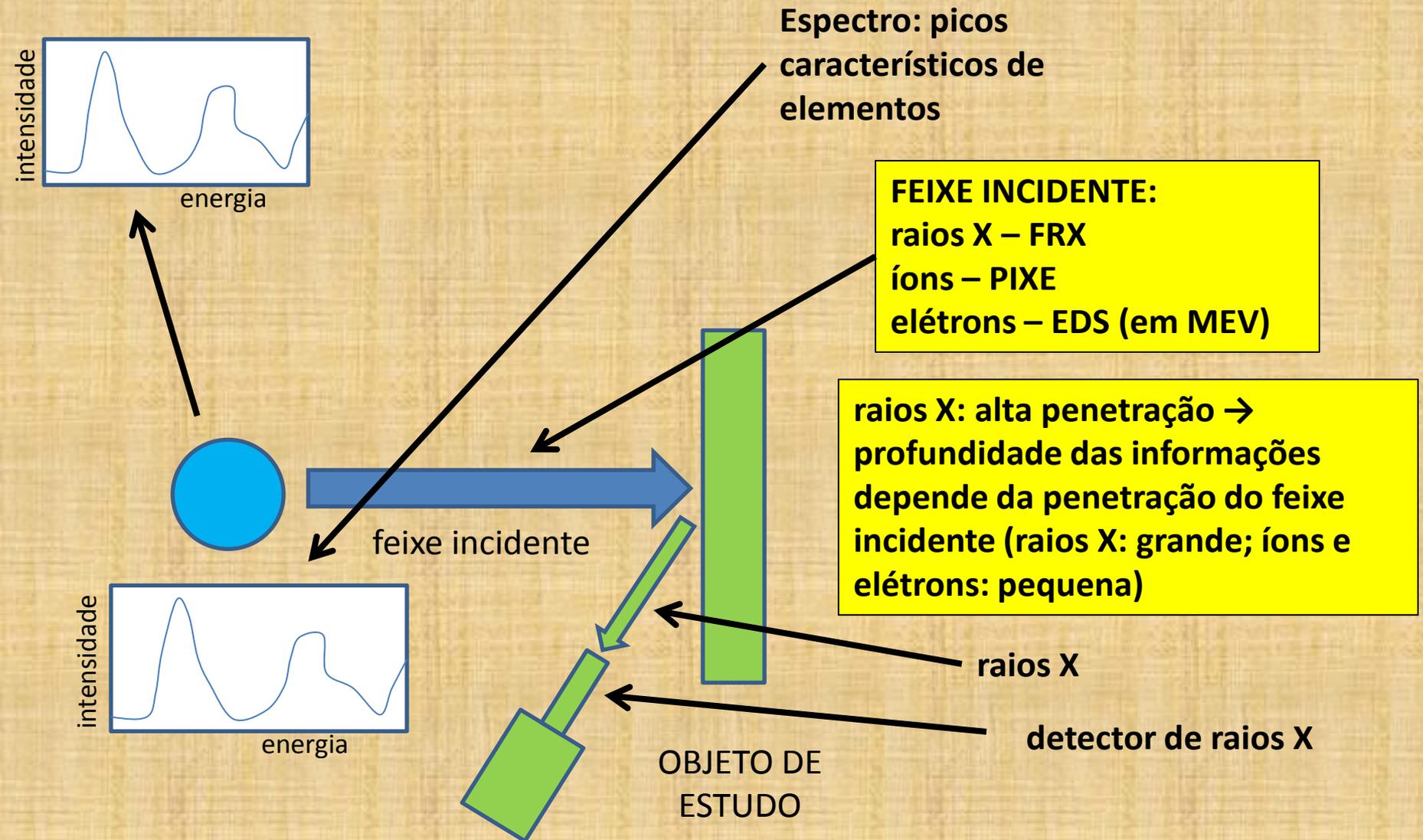
Portabilidade

- Raios X – tubos e detectores podem ser portáteis
- Íons e elétrons - fontes não são portáteis, e exigem vácuo (mas pode-se fazer PIXE a partir de fontes radioativas)
- Luz visível e ultravioleta (microscopias, Raman, etc) – podem ser portáteis
- Infravermelho – pode ser portátil

espectrometrias

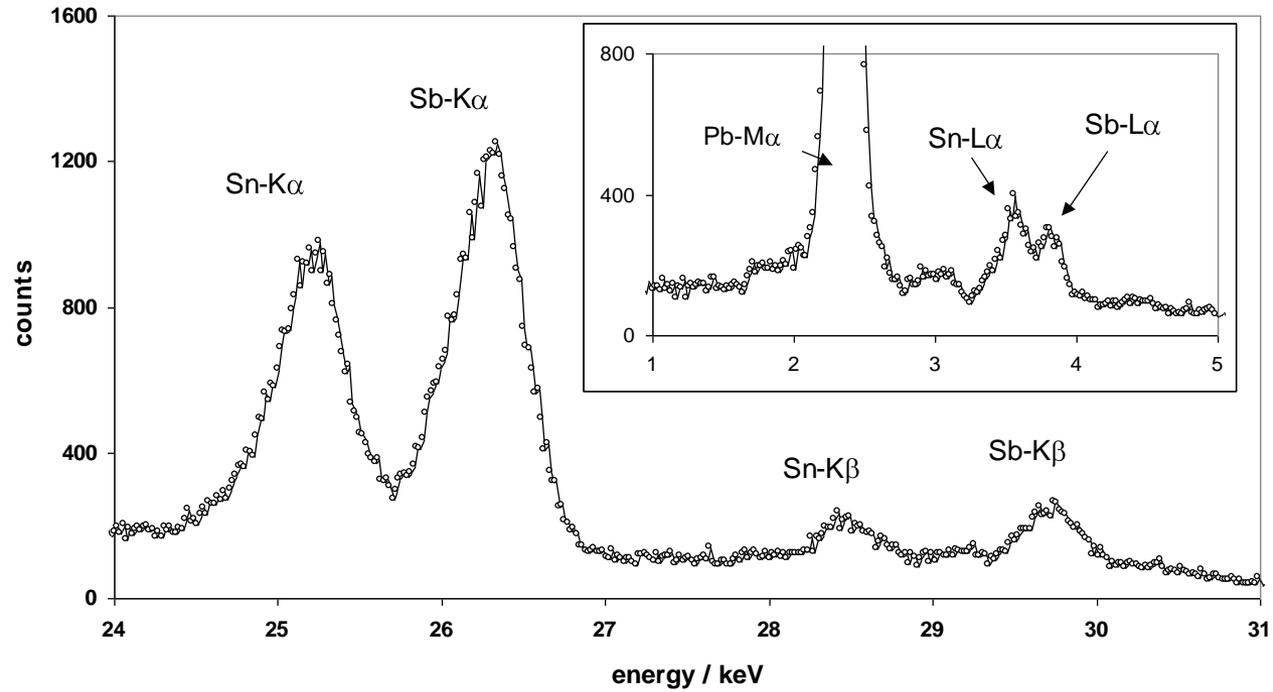


Por exemplo, fluorescência de raios X

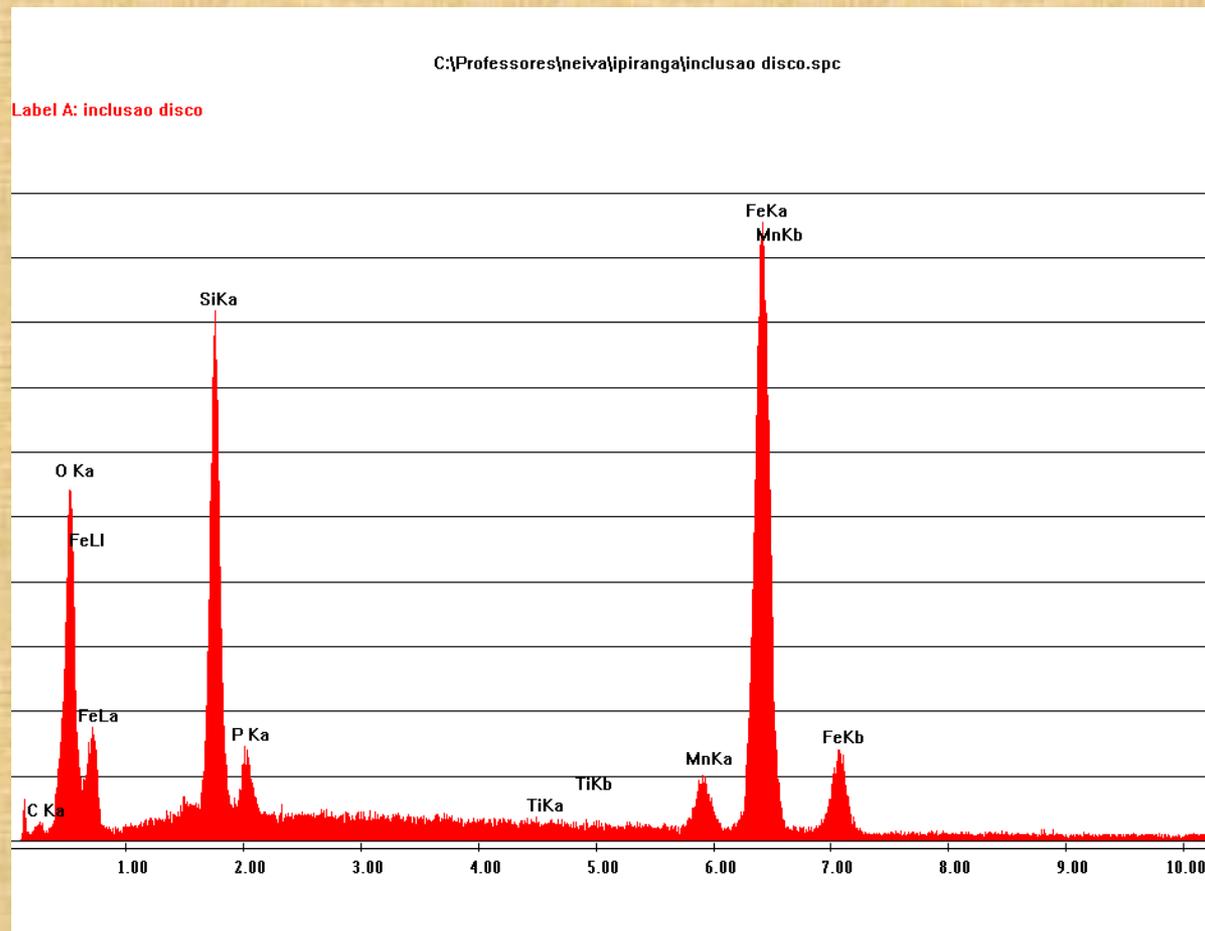


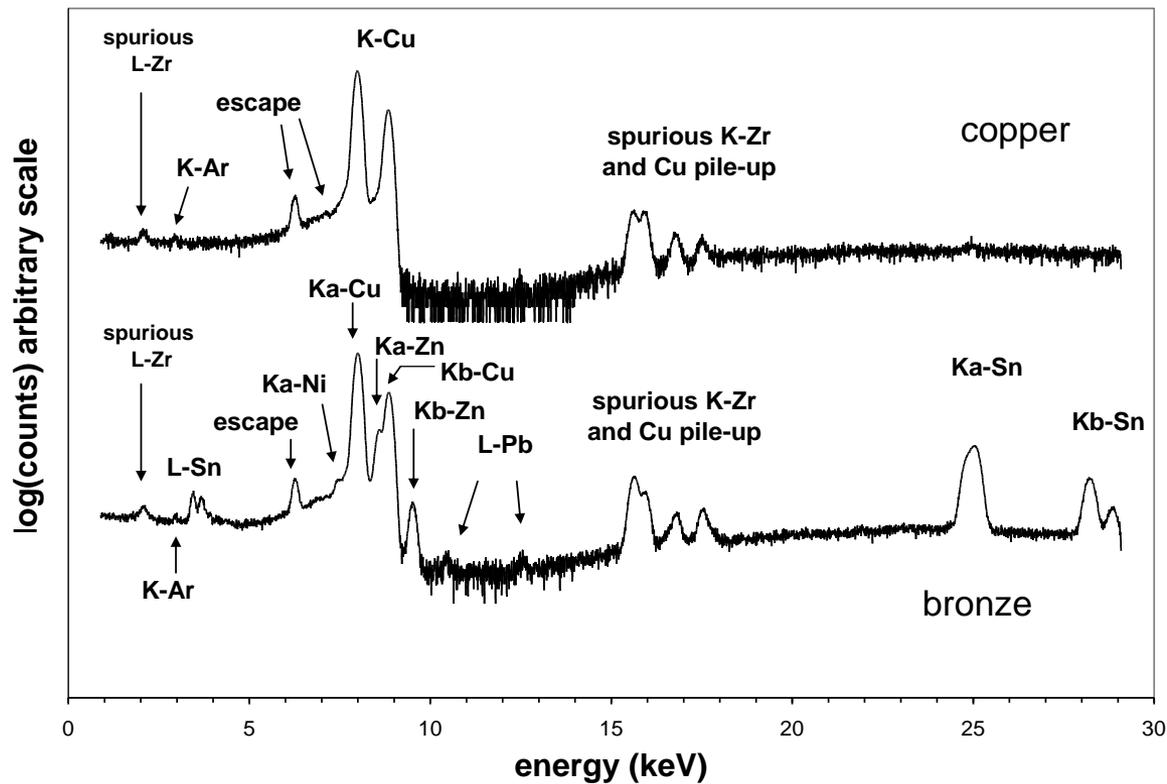
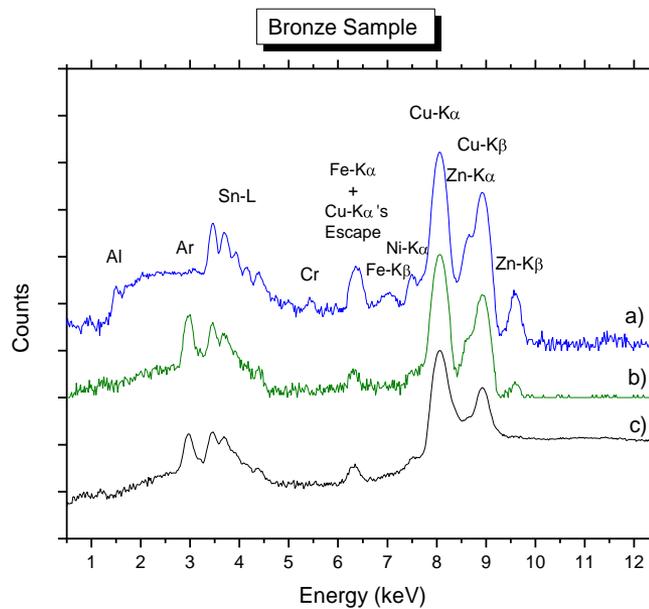
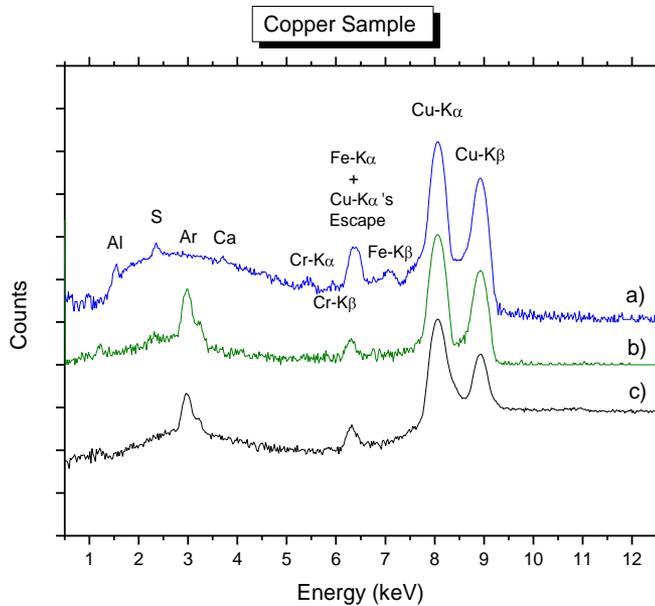
Exemplo: EDXRF

liga Pb-Sn-Sb rica em Pb



Exemplo: EDS (em MEV)



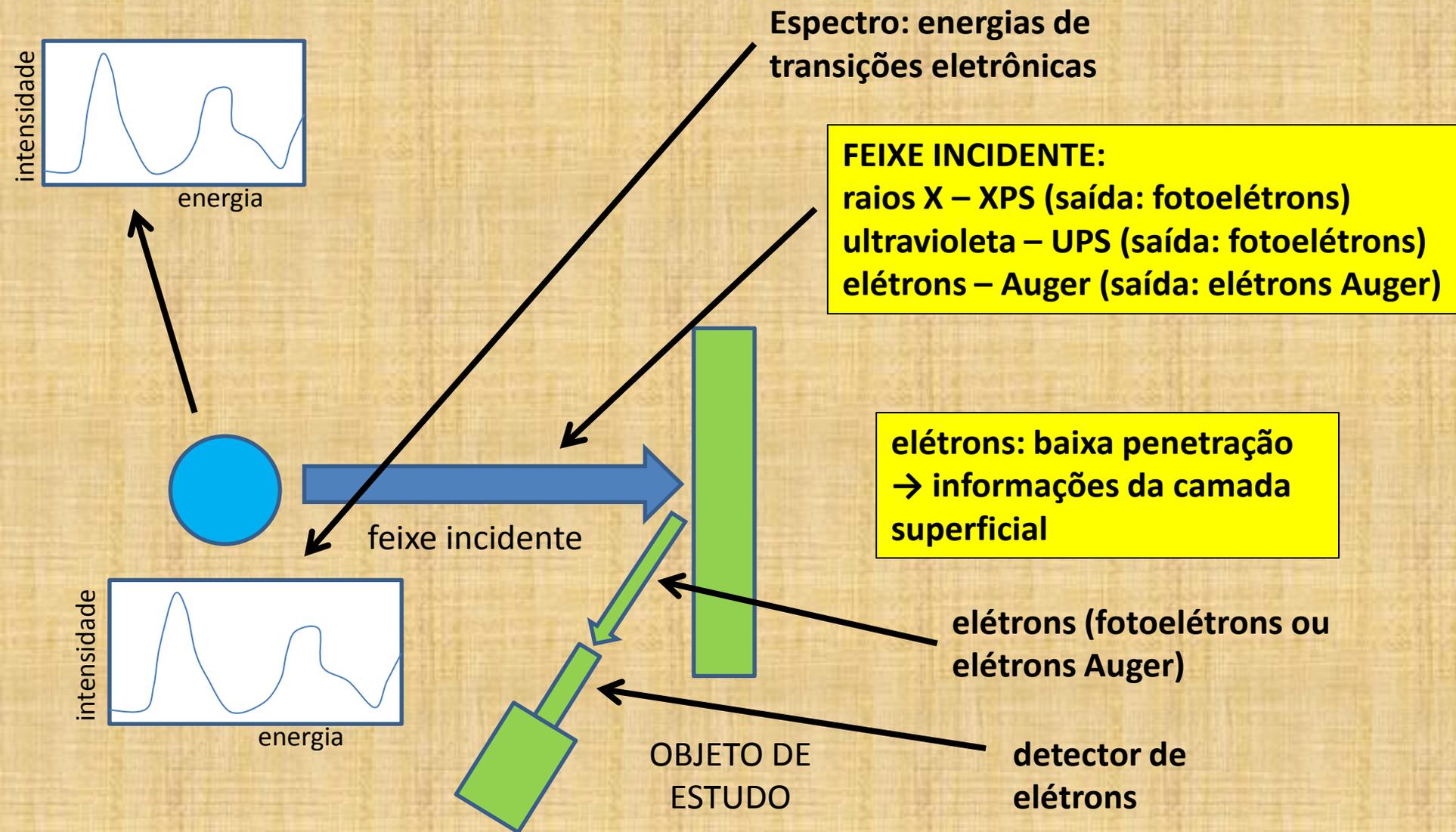


PIXE :
 a) Internal, b)
 external, c) external,
 after 12 months.

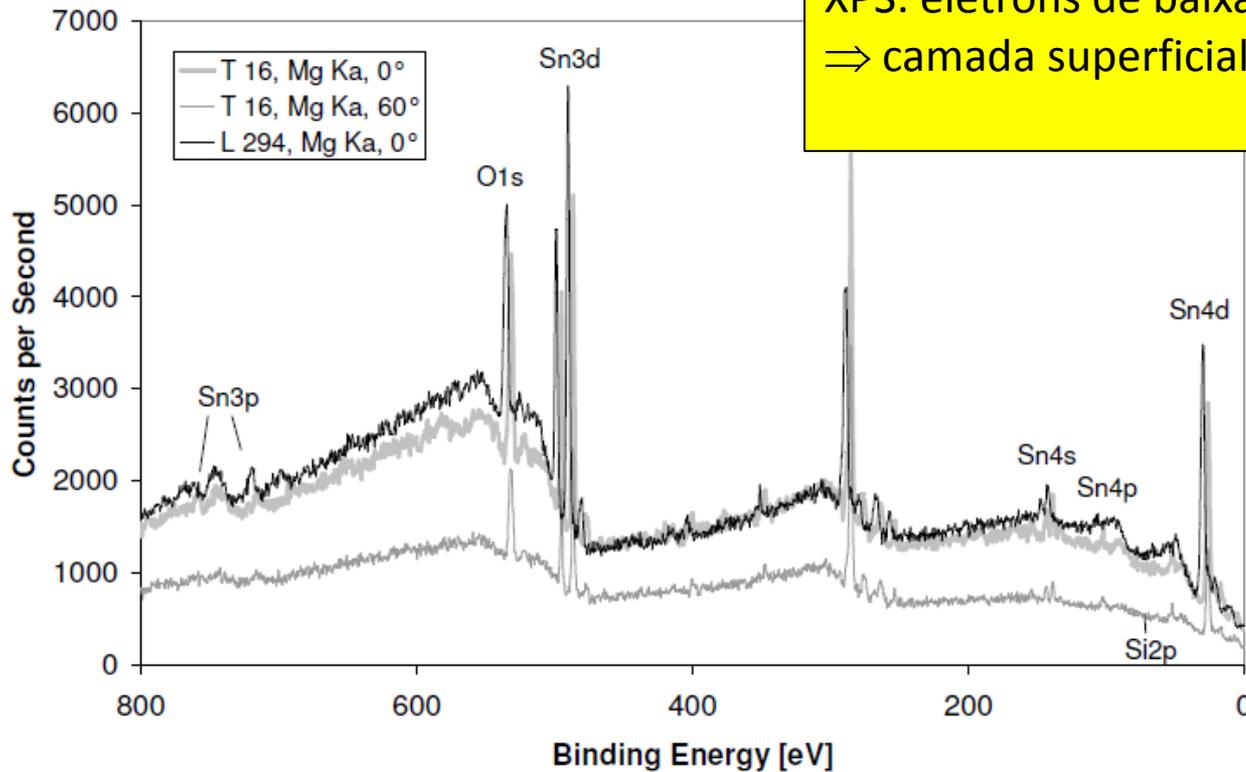
(LAMFI)

EDXRF

Por exemplo, espectroscopias de elétrons



EXEMPLO: XPS



XPS: elétrons de baixa energia
⇒ camada superficial

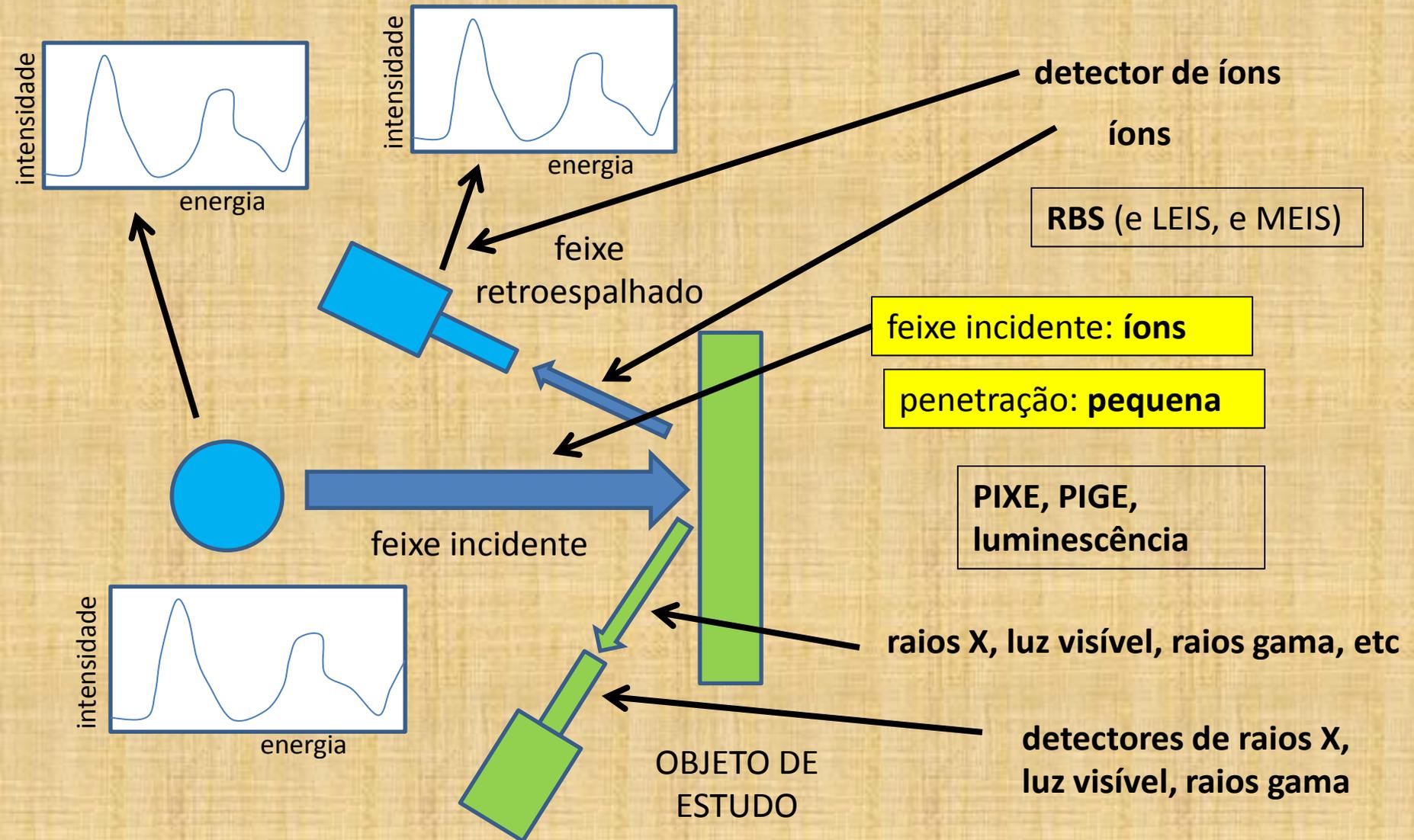
Figure 11: Results obtained by XPS on the iridescent glass surface.



X-RAYS IN ART AND ARCHAEOLOGY – AN OVERVIEW
M. Schreiner, B. Frühmann, D. Jembrih-Simbürger, R. Linke

Art Nouveau glass artifact
with iridescent surface of
Loetz/Austria

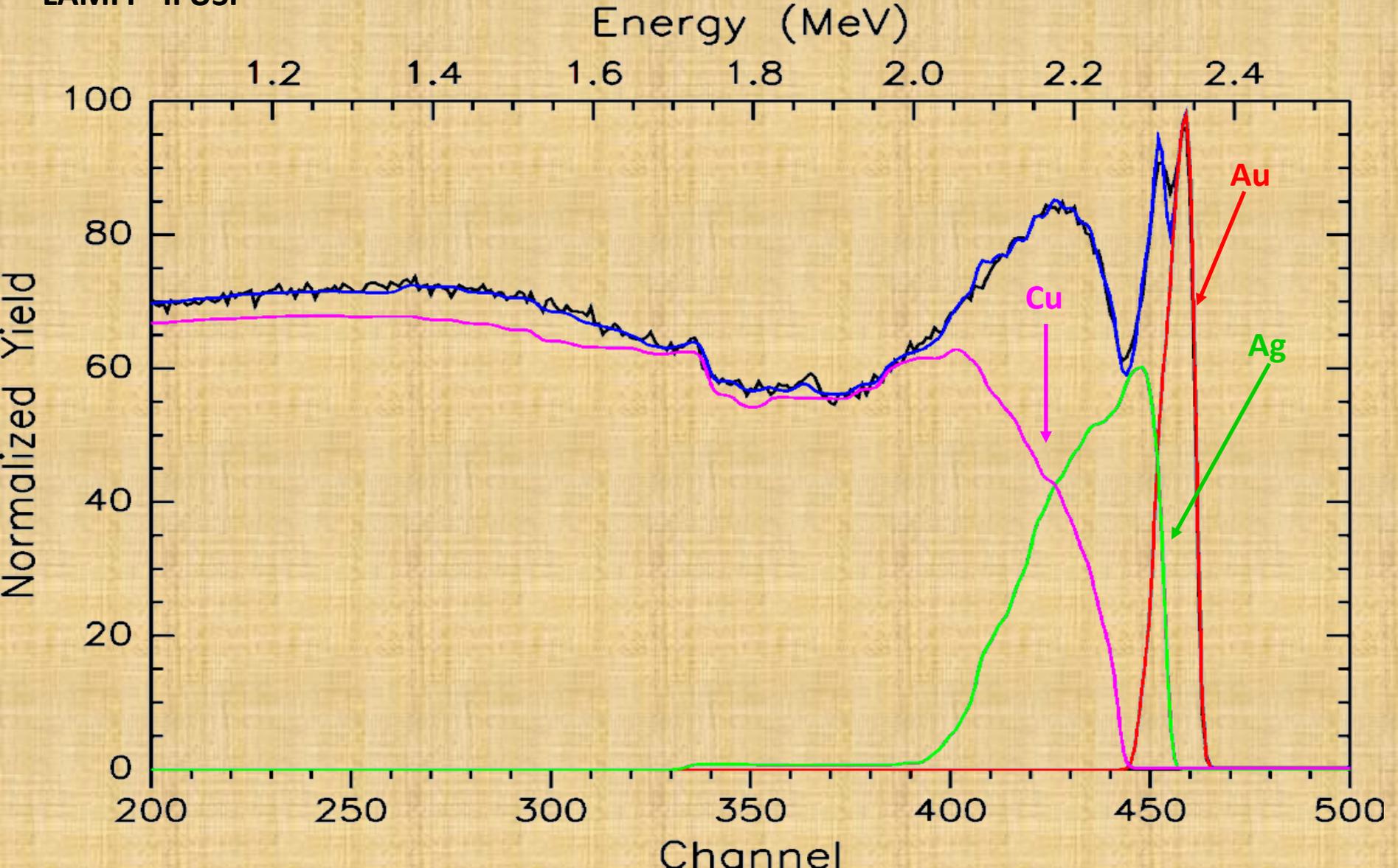
Por exemplo, **RBS (e LEIS, e MEIS), PIXE, PIGE, luminescência**



EXEMPLO: Espectro RBS da mancha dourada e sua simulação teórica

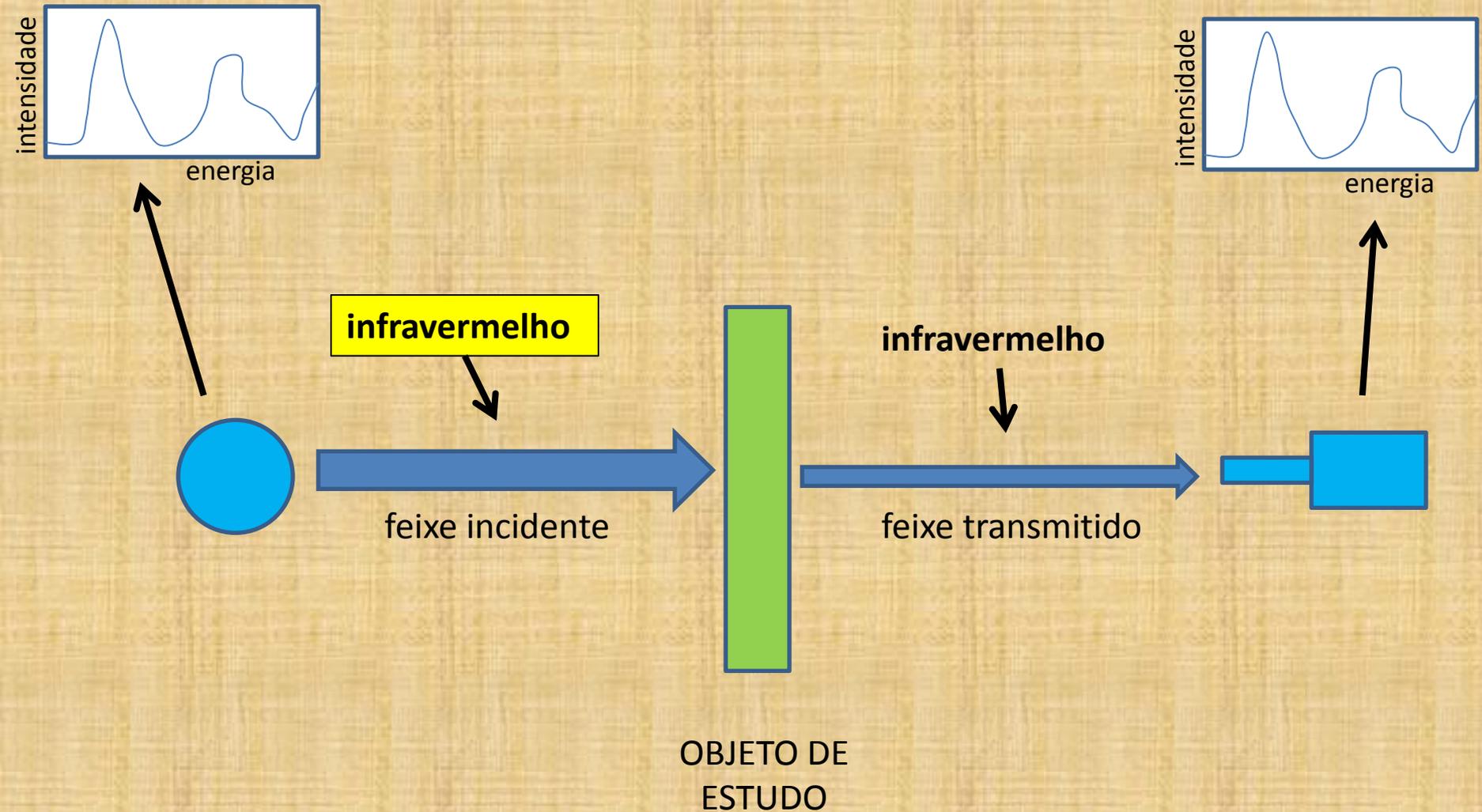
feixe de H^+ , 2,4 MeV (alcance $\sim 20 \mu m$)

LAMFI - IFUSP

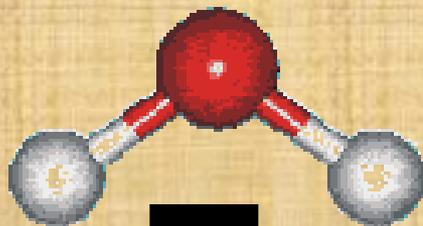


Por exemplo, FTIR

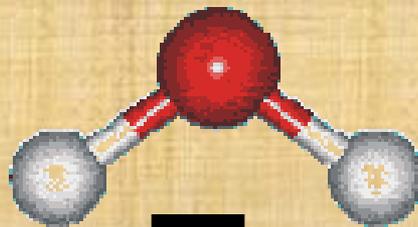
espectro de transmissão
ou absorção: energias de
vibração moleculares



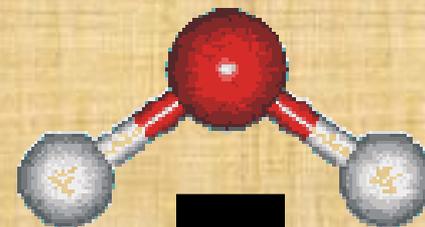
Vibração Moleculares



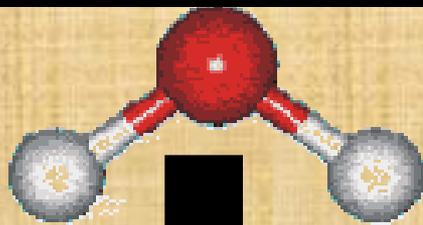
Estiramento Simétrico



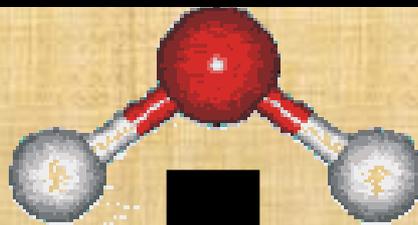
Estiramento Assimétrico



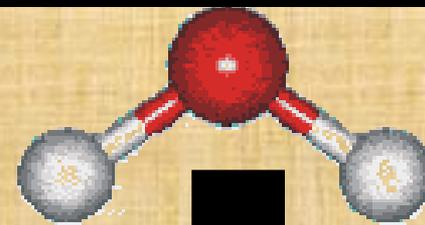
Deformação Angular Tesoura no Plano



Deformação Angular Sacudida fora do Plano



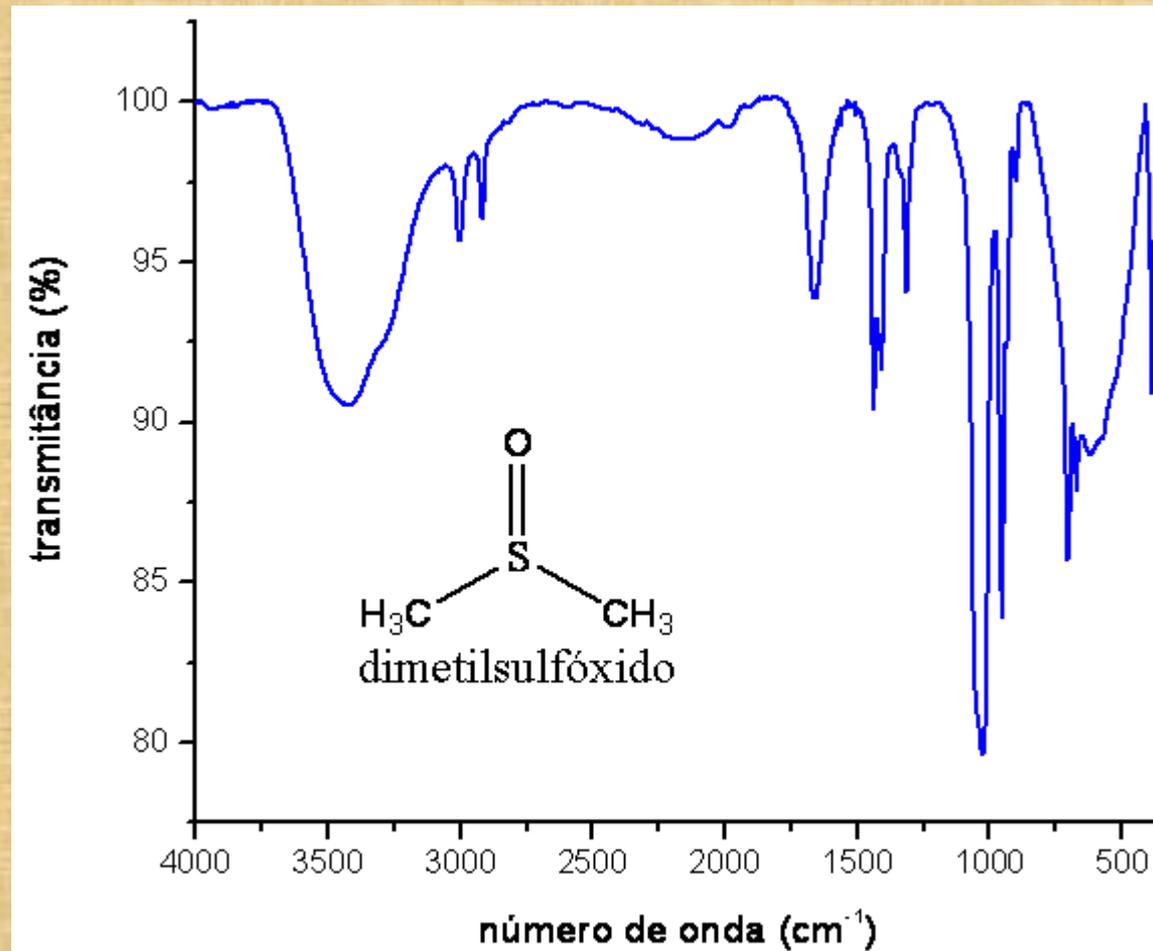
Deformação Angular Torção fora do Plano



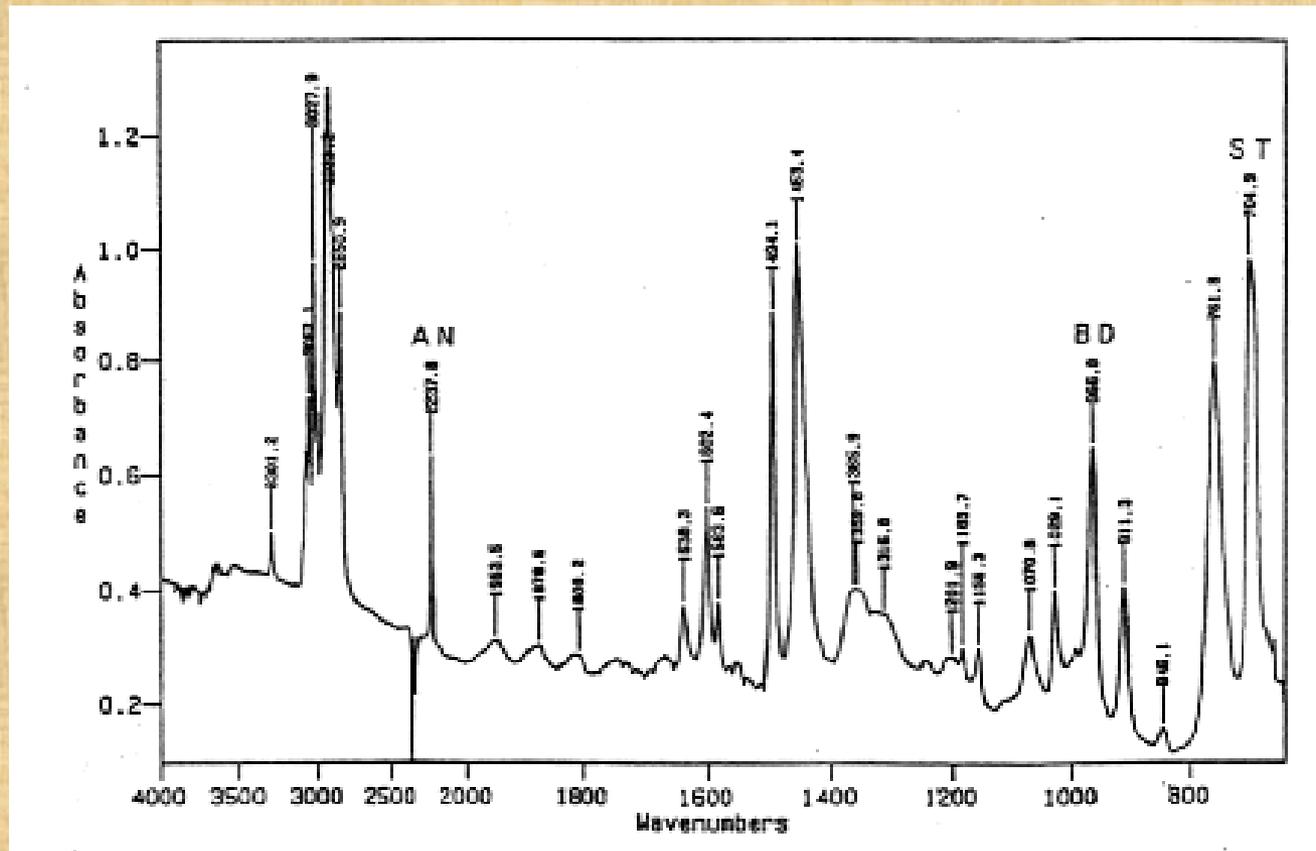
Deformação Angular Balanço no Plano

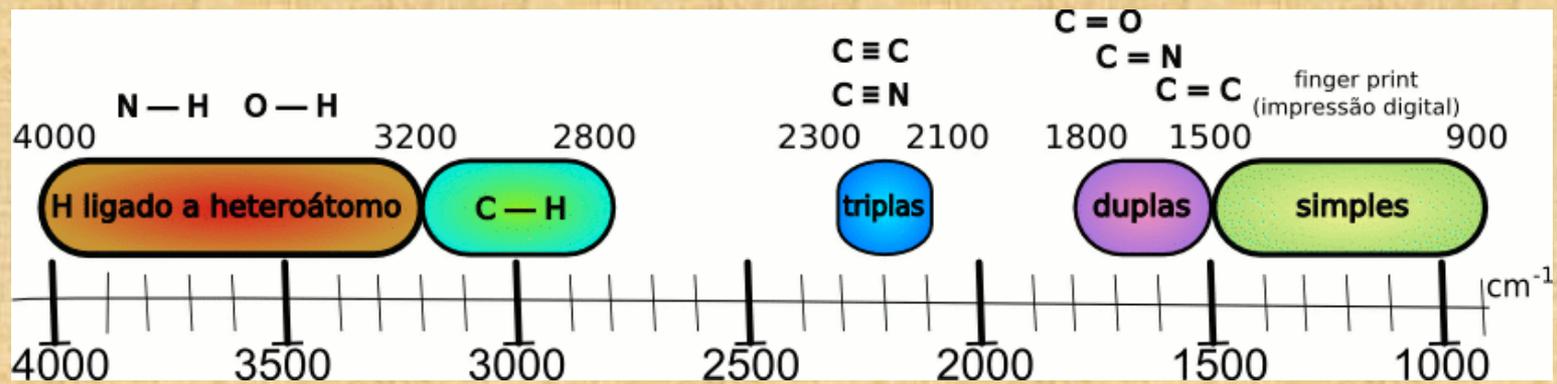
Slides sobre FTIR adaptados de apresentação feita por Carolina Benetti, Cláudia Strefezza, Cláudia Zamataro e Moisés Santos

FTIR -Espectro de Transmissão



Espectro de Absorção



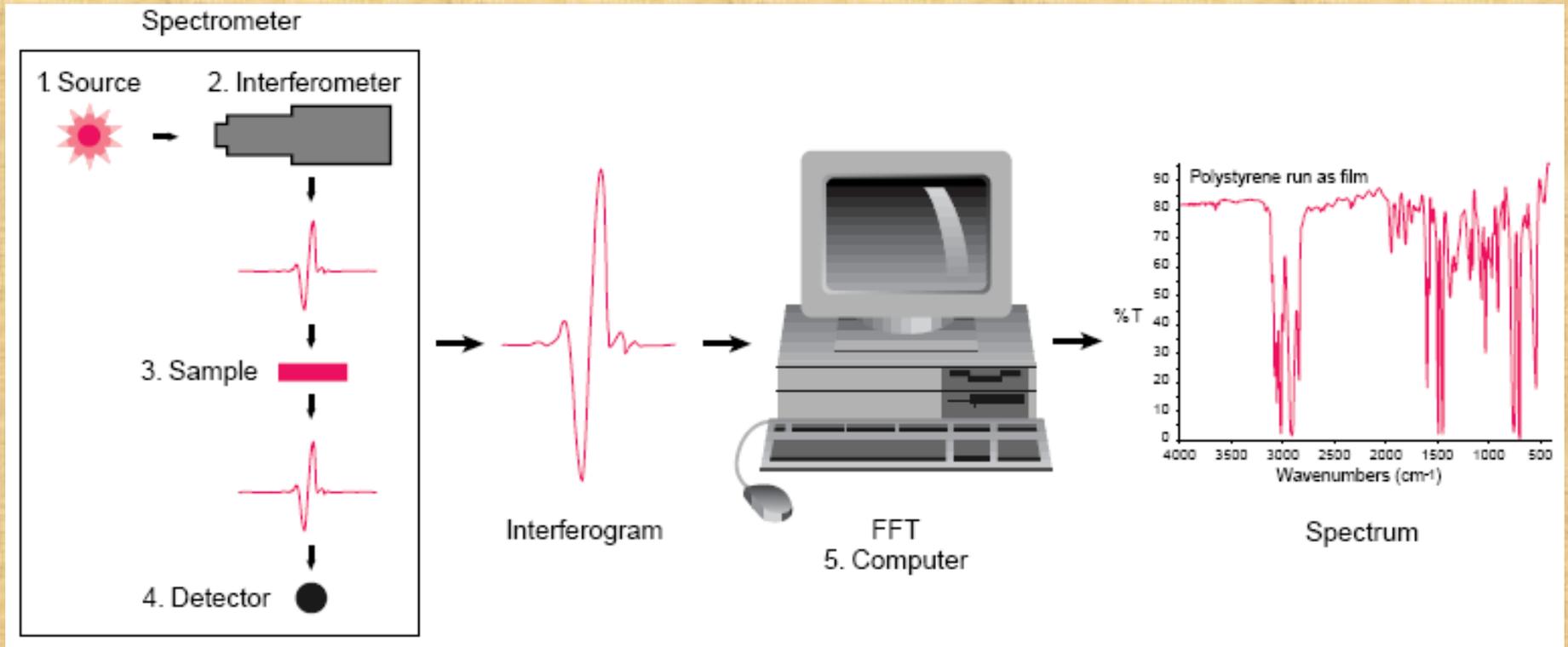


<http://www.chem.uni-potsdam.de/~thomas/index.php>

Particularidades da Técnica

- Restrita a espécies moleculares que tem diferenças de energias pequenas entre os estados vibracionais e rotacionais
- Para a identificação de moléculas, pois analisa a diferença de vibrações das ligações covalentes
- Como não há variação efetiva de momento dipolo durante a vibração ou rotação de moléculas homonucleares, essas substância não podem absorver no infravermelho

Processo de análise da amostra



Aplicações da Espectroscopia Infravermelha

Regiões Espectrais	Tipo de Medida	Tipo de Análise	Tipo de amostra
Infravermelho próximo 4000-14.000cm ⁻¹ (0,75-2,5 μm)	Reflectância difusa	Quantitativa	Materiais comerciais sólidos ou líquidos
	Absorção	Quantitativa	Misturas gasosas
Infravermelho médio 670-4000cm ⁻¹ (2,5-14,9μm)	Absorção	Qualitativa	Compostos puros sólidos, líquidos ou gasosos
		Quantitativa	Misturas complexas gasosas, líquidas, sólidas
	Reflectância	Qualitativa	Compostos puros sólidos ou líquidos
	Emissão	Quantitativa	Amostras Atmosféricas
Infravermelho distante	Absorção	Qualitativa	Espécies puras inorgânicas ou organometálicas

ESPECTROS

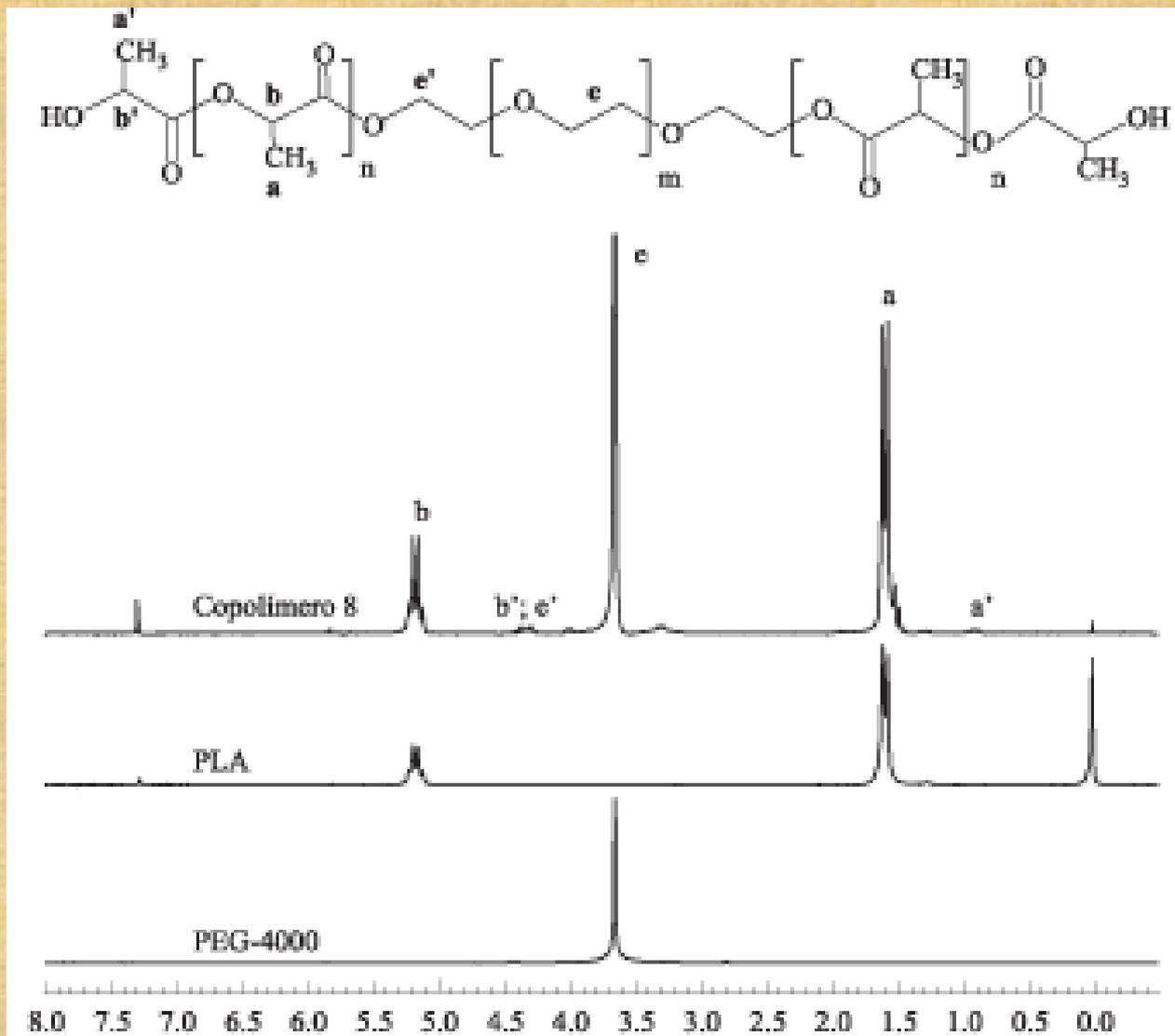
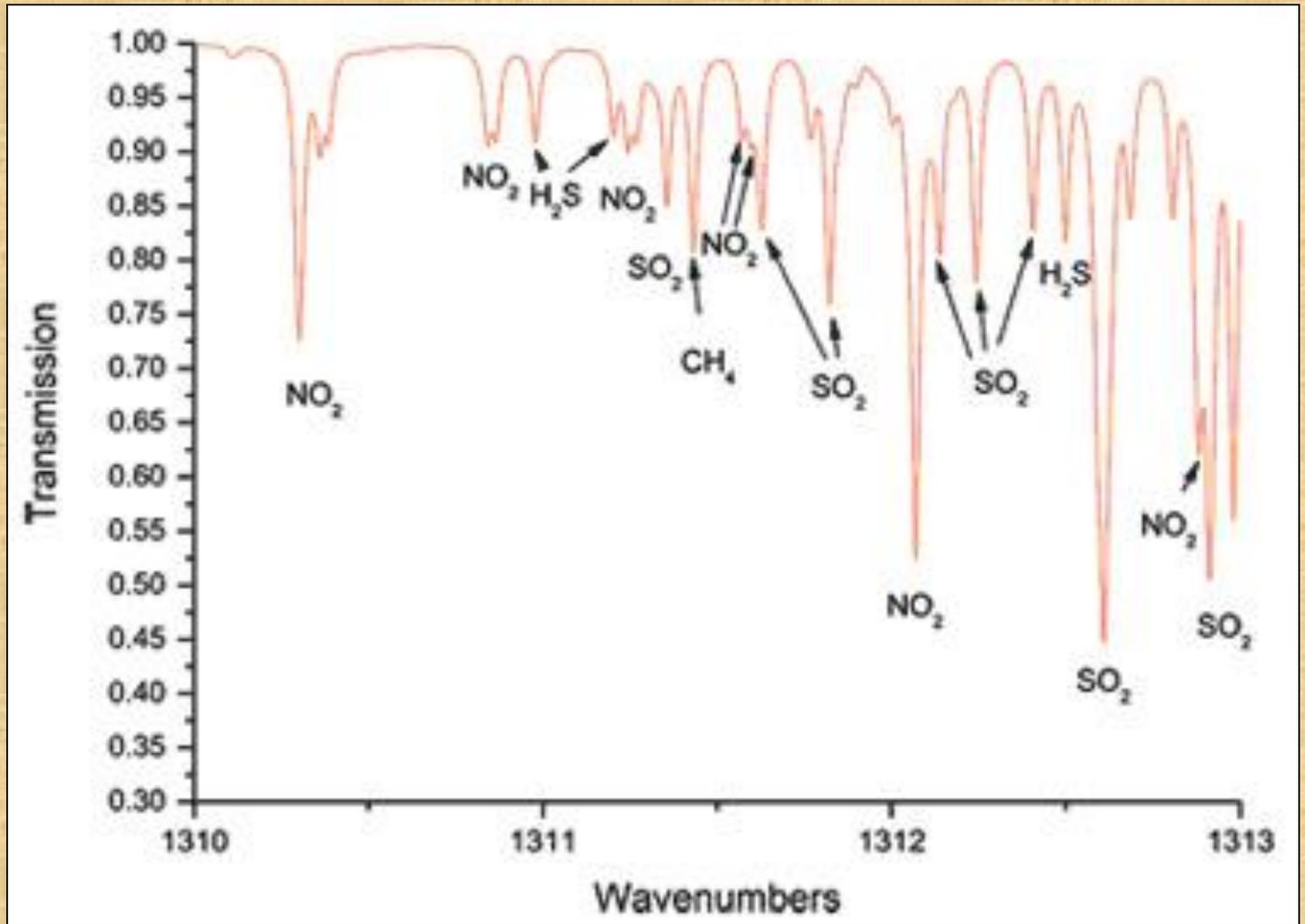
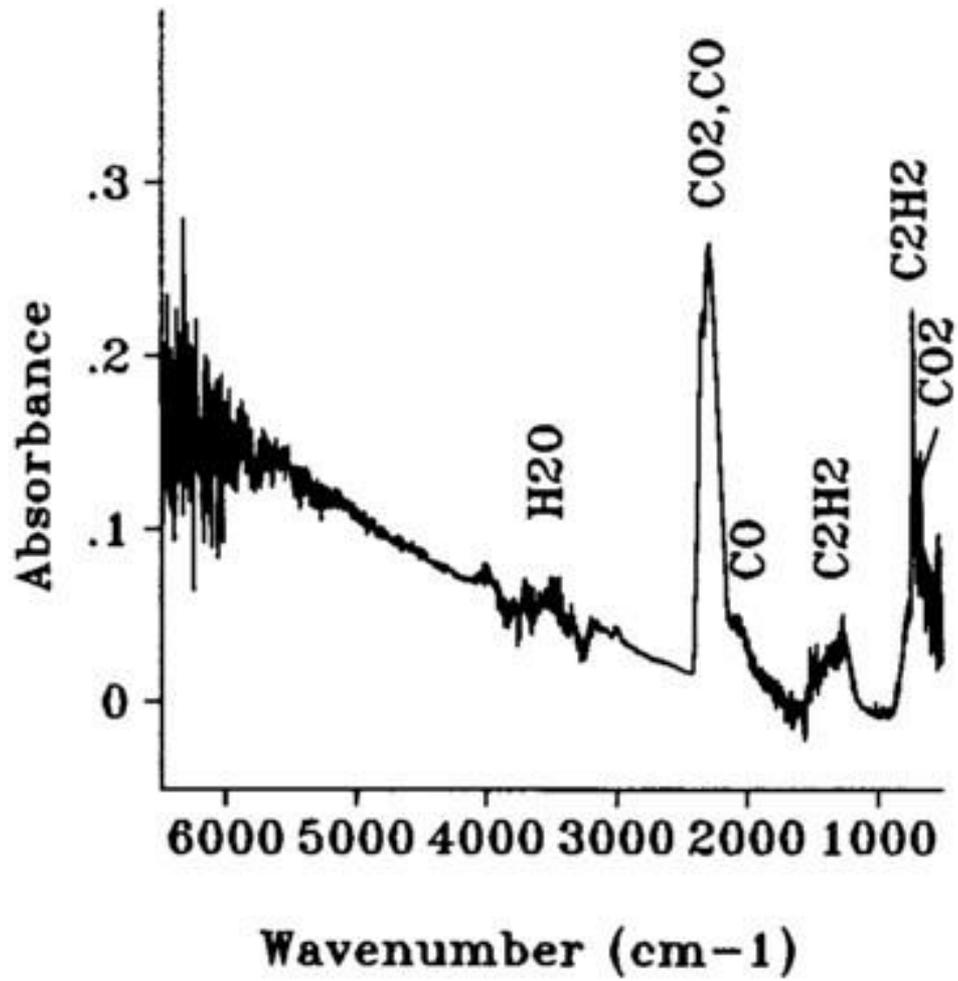


Figura 2: Estrutura química do copolímero tribloco e espectros de RMN- ^1H do copolímero 8 e dos homopolímeros PLA e PEG-4000

ESPECTROS

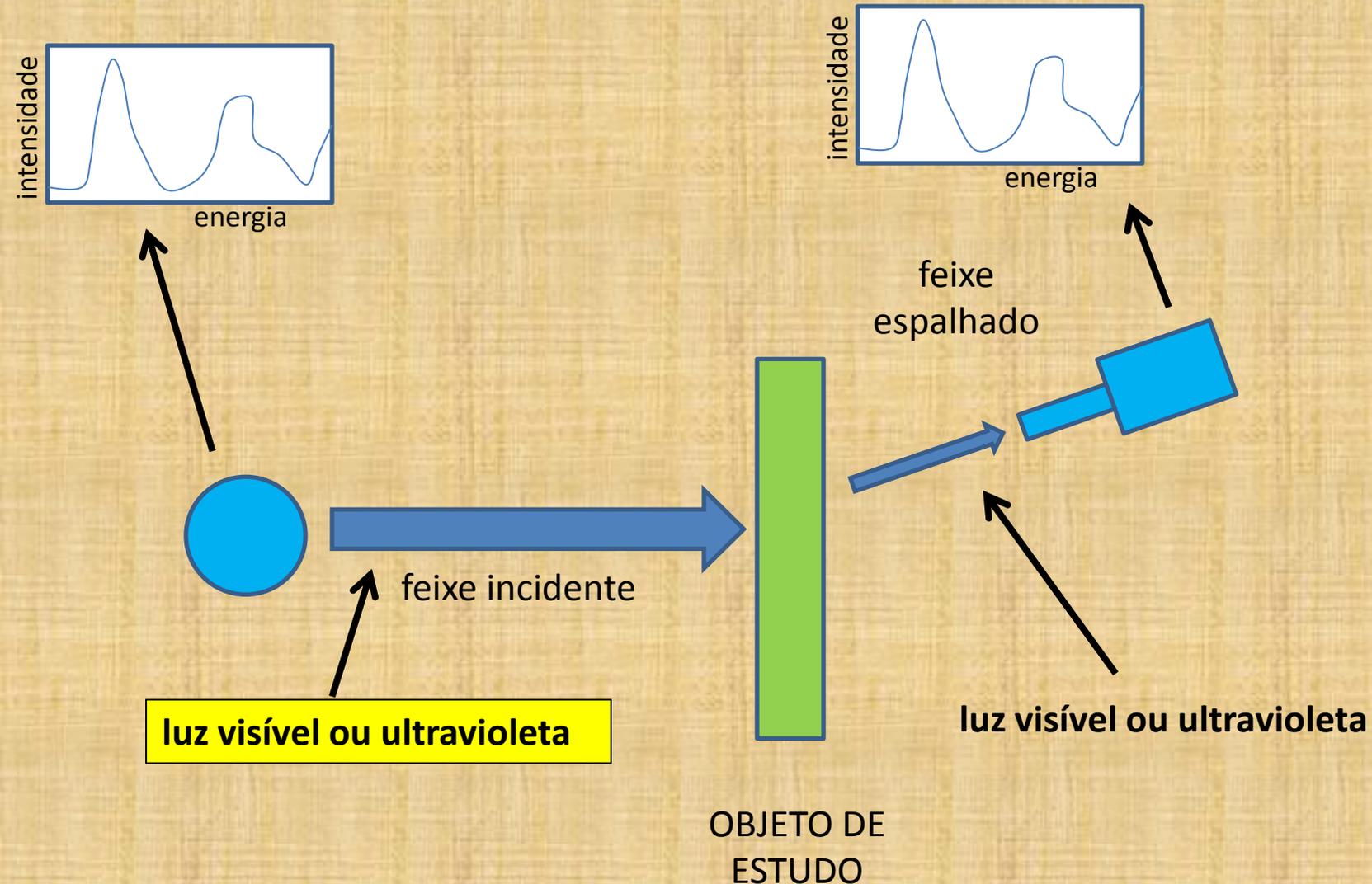


E S P E C T R O S



Por exemplo, espectroscopia Raman

espectro de luz espalhada:
diferenças de energias de
vibração moleculares



RAMAN e INFRAVERMELHO

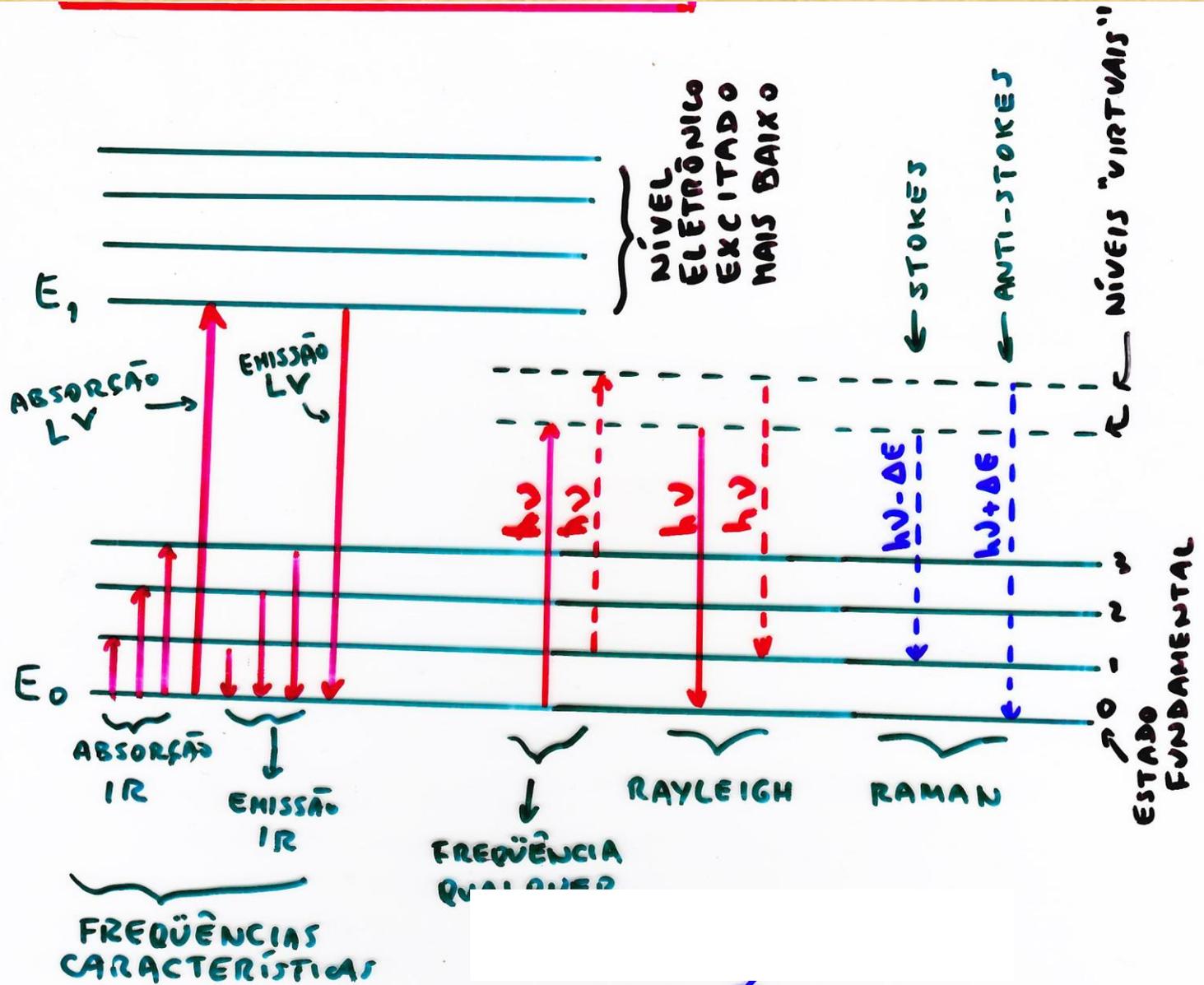




Figure 5.7. IR (a) and Raman (b) spectra of poly(ethylene terephthalate). (Reproduced with permission from reference 8. Copyright 1979 Steinkopff Verlag Darmstadt.)

microscopias, imagem

Fotografia e microscopia com luz visível

câmara fotográfica sensível à luz visível

filtros

luz visível (+ UV + IV)

Ângulo definido para

- distribuição homogênea
- evitar reflexos
- eventualmente destacar relevo (rasante)

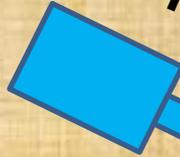
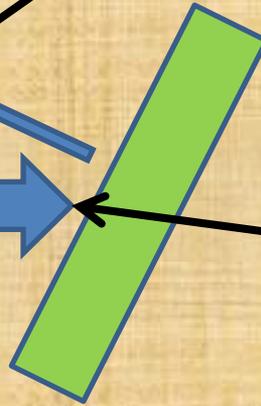
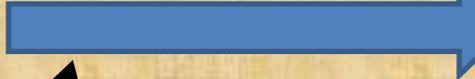
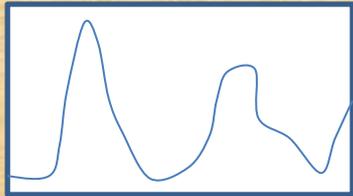
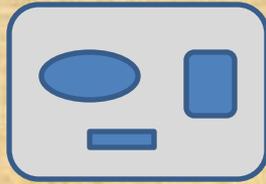
OBJETO DE ESTUDO

feixe incidente

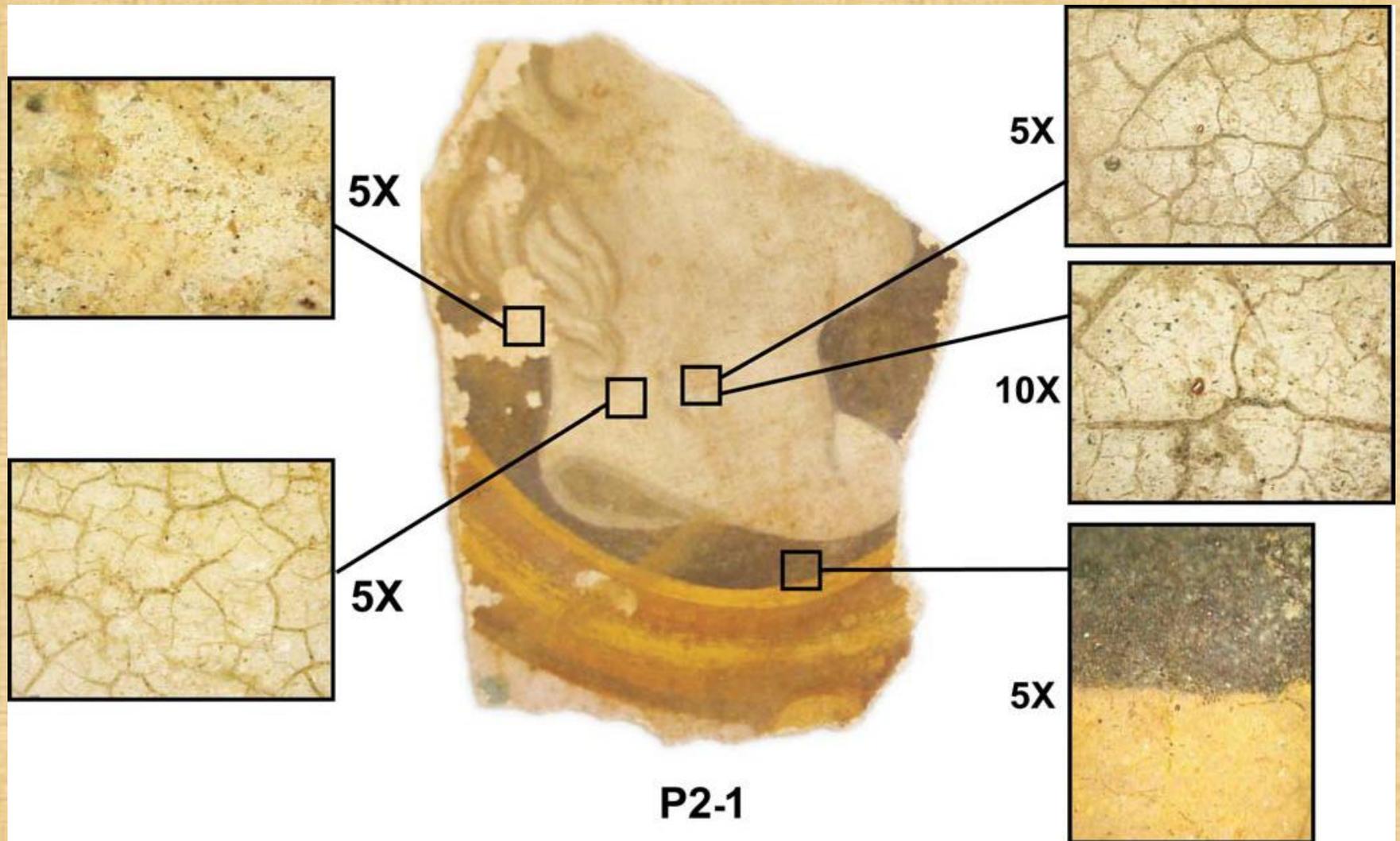
luz visível (+ UV + IV)

energia

intensidade



EXEMPLO – Fotografia e microscopia com luz visível



Neiva e Tirello

EXEMPLO – Microscopia com luz visível polarizada



Liga Sm-Fe-Ti com domínios magnéticos

**EXEMPLO: Scanner com luz visível
(pátinas artificiais sobre cobre e bronze)**



copper + S1



bronze + S1



copper + S2



bronze + S2

End of treatment (fifth day)



copper + S1



bronze + S1



copper + S2



bronze + S2

Treated samples exposed to air, after eleven days



copper + S1



bronze + S1



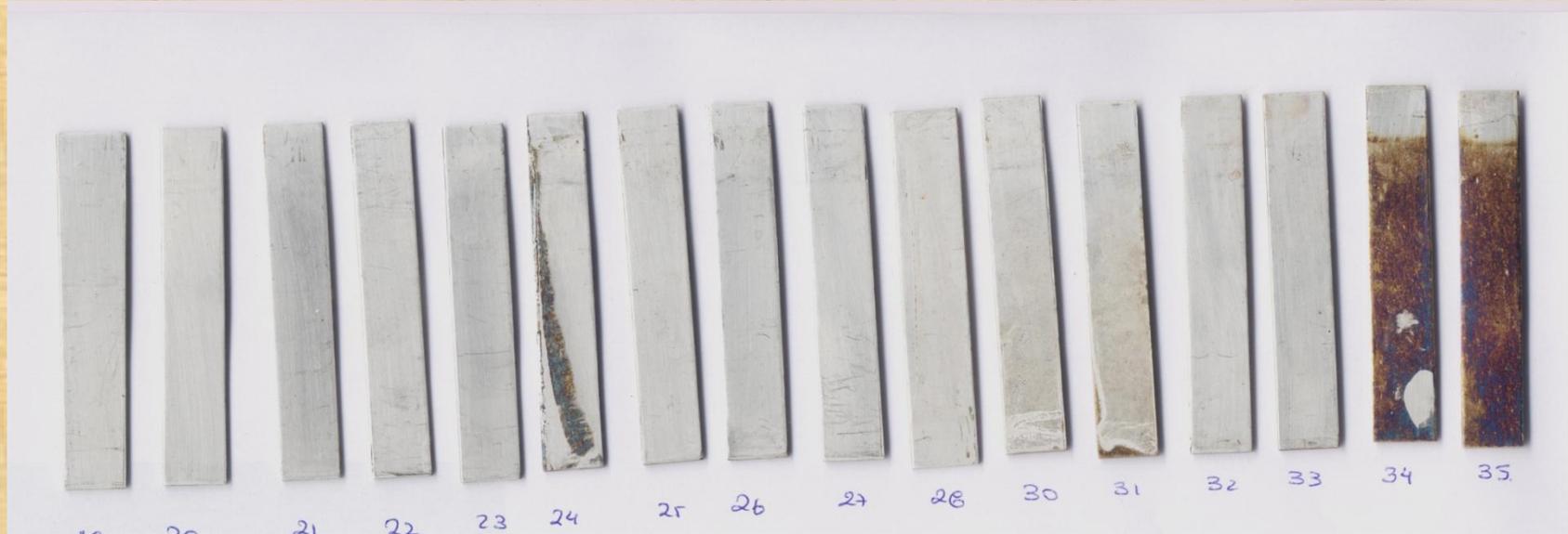
copper + S2



bronze + S2

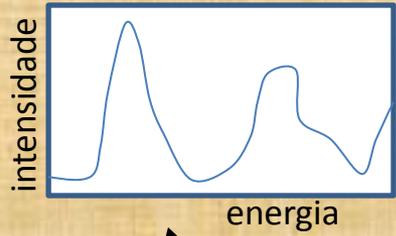
Treated samples exposed to .5M NaCl solution for three days

EXEMPLO: Scanner com luz visível
(prata com diferentes revestimentos submetida a diferentes ambientes em museu)

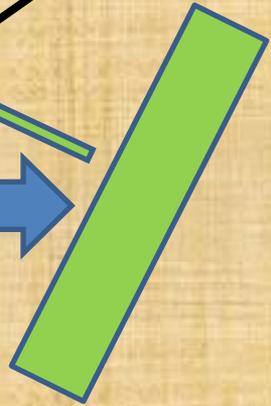
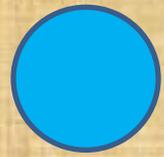


Fotografia com luz ultravioleta incidente

câmara fotográfica sensível à luz visível



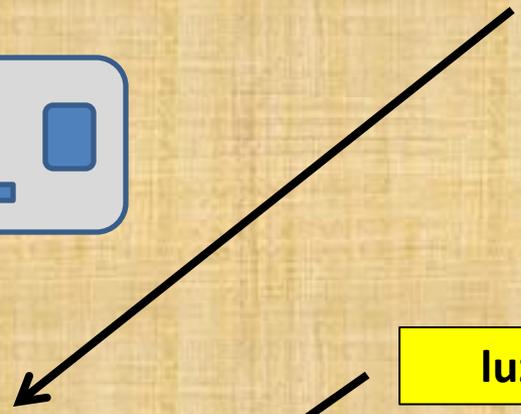
luz visível (fluorescência)



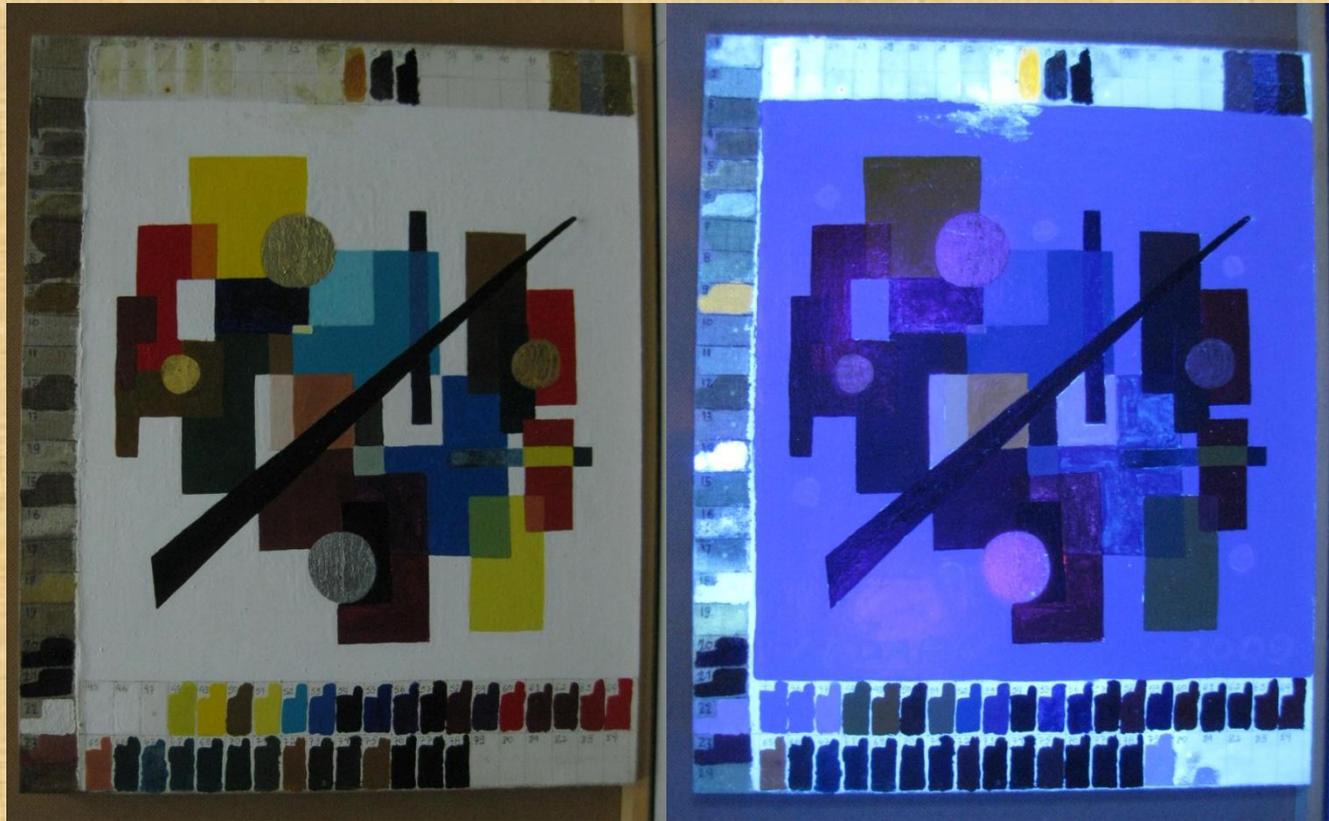
ultravioleta (sem luz visível)

OBJETO DE ESTUDO

feixe incidente



Fluorescência em LV de UV



Quadro-modelo produzido por Márcia Rizzo



Reflectografia em infravermelho

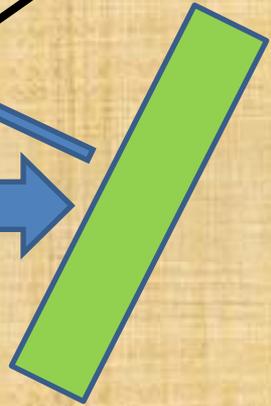
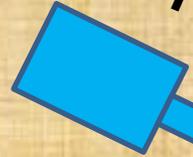
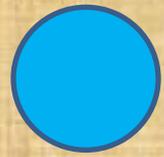
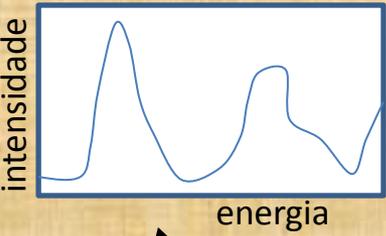
câmara fotográfica
sensível ao
infravermelho

filtro de luz visível

infravermelho (+ luz visível)

**penetração do
infravermelho: maior
que a da luz visível**

OBJETO DE
ESTUDO



infravermelho (+ luz visível)

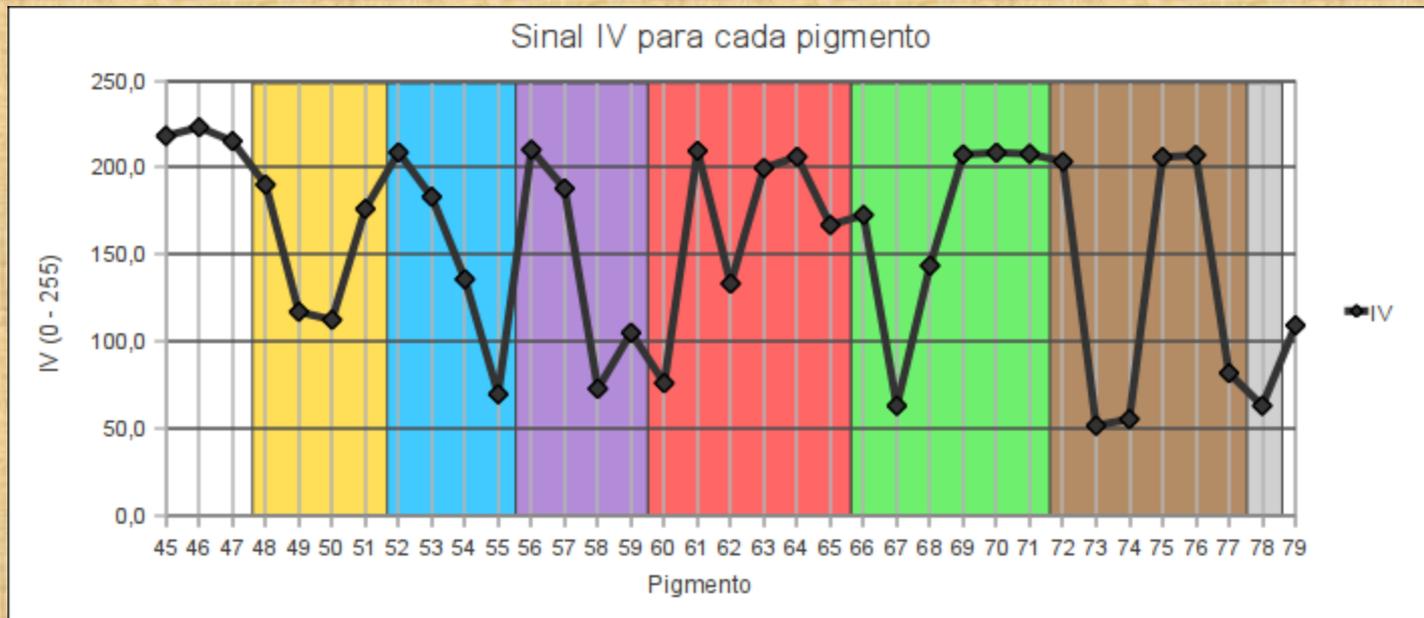
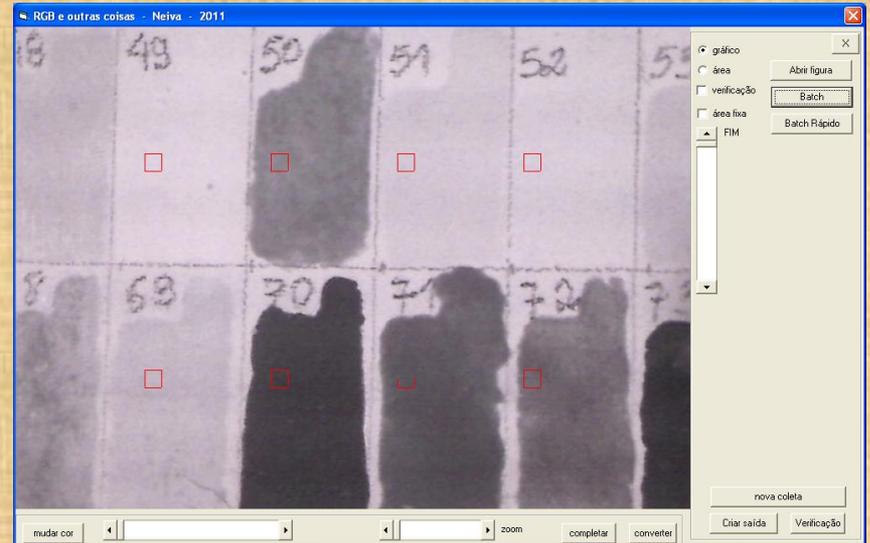
EXEMPLO – REFLECTOGRAFIA NO INFRAVERMELHO PARA VER CAMADAS SUBJACENTES



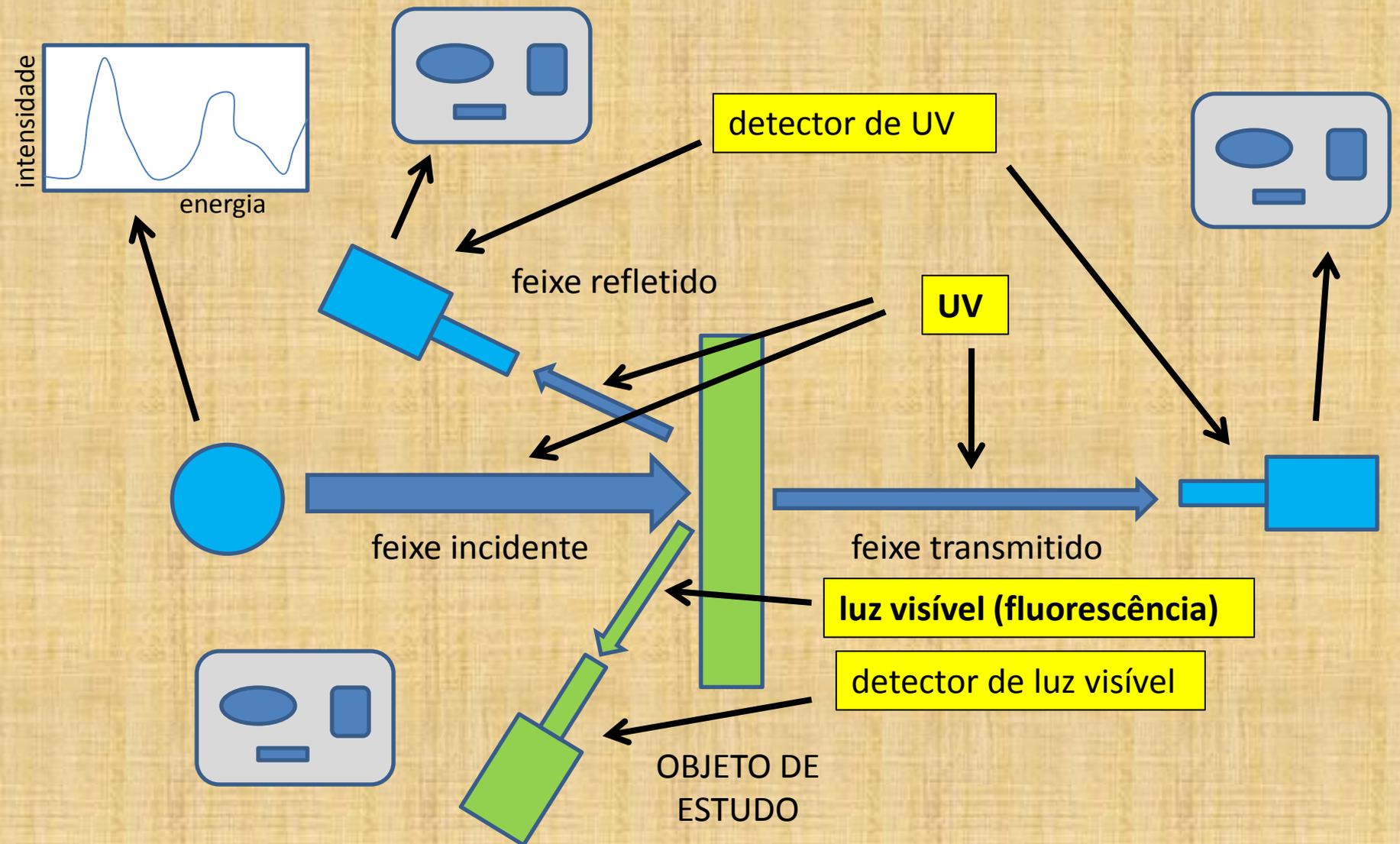
Pinacoteca



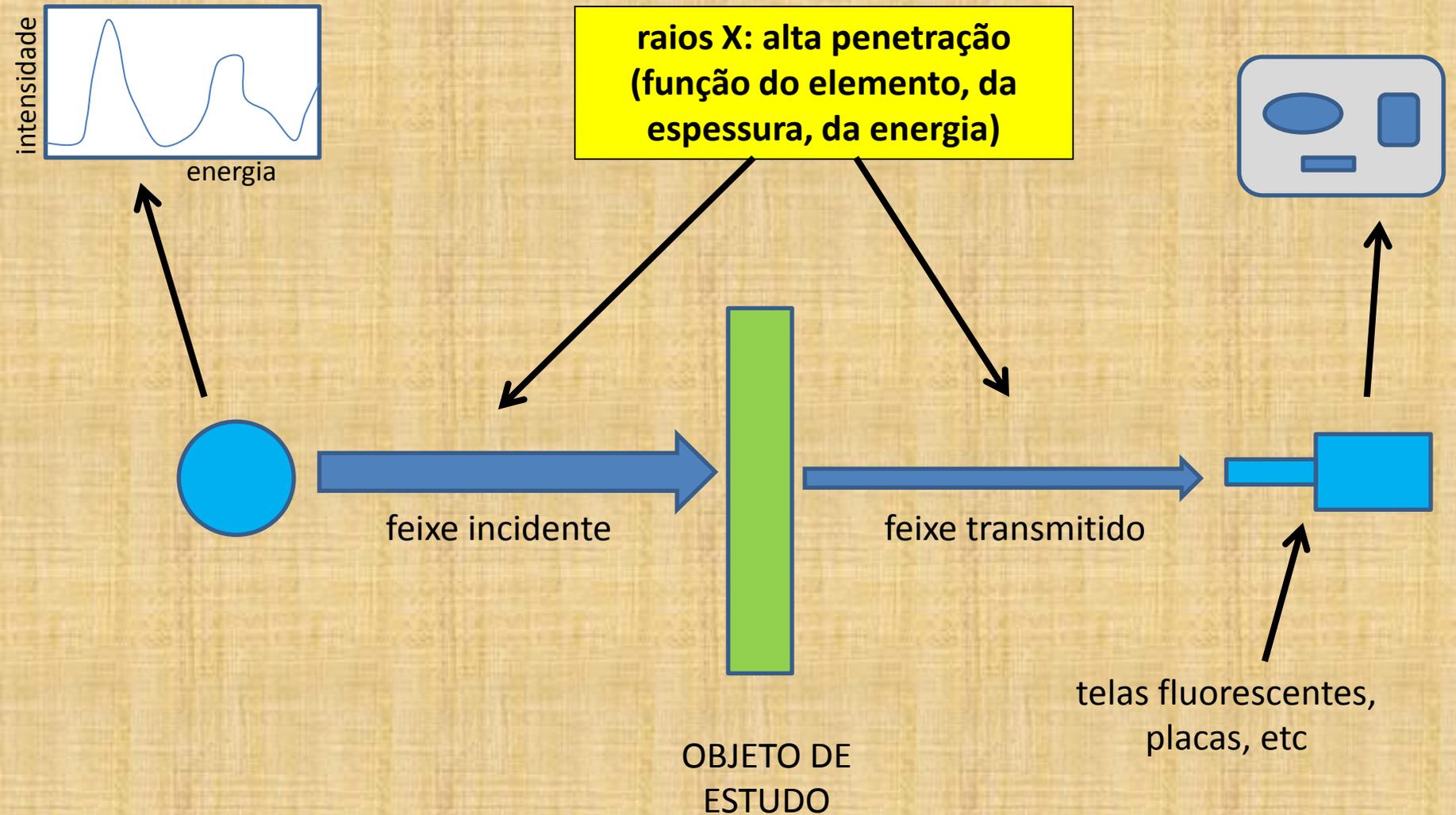
EXEMPLO – REFLECTOGRAFIA NO INFRAVERMELHO PARA DIFERENCIAR PIGMENTOS



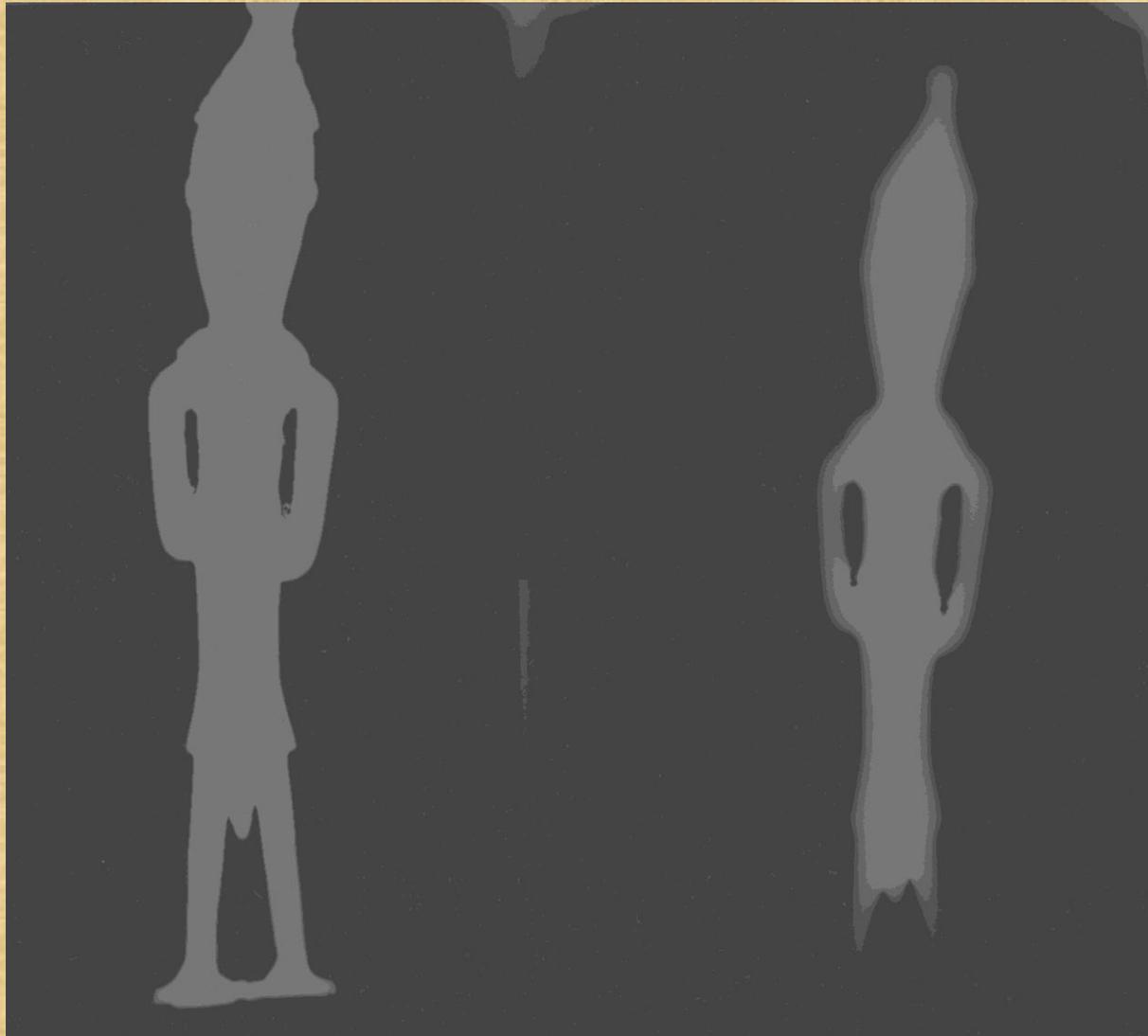
Ultravioleta em geral (imageamento sem aumento, microscopia, imagem de UV ou de LV)



Radiografia

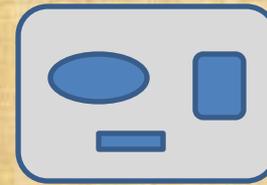


EXEMPLO: radiografia de edan Ogboni



experimentos preliminares no setor de radiologia do HU-USP

Microscopia eletrônica de varredura



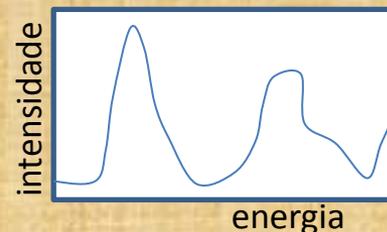
EBSD: imagem com orientação cristalina

Detector de elétrons de média energia: **imagem de elétrons retroespalhados**

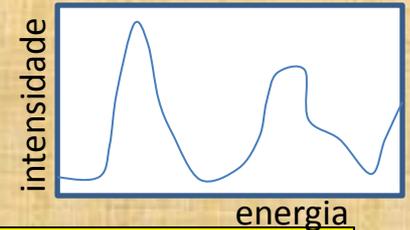
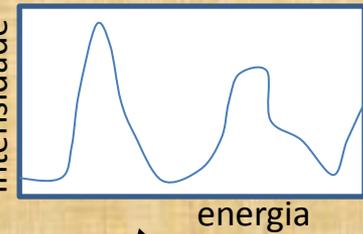


Detectores de elétrons de baixa energia: **imagem de elétrons secundários, espectro Auger, etc**

Detector de raios X: **espectro EDS, mapas elementares, etc**



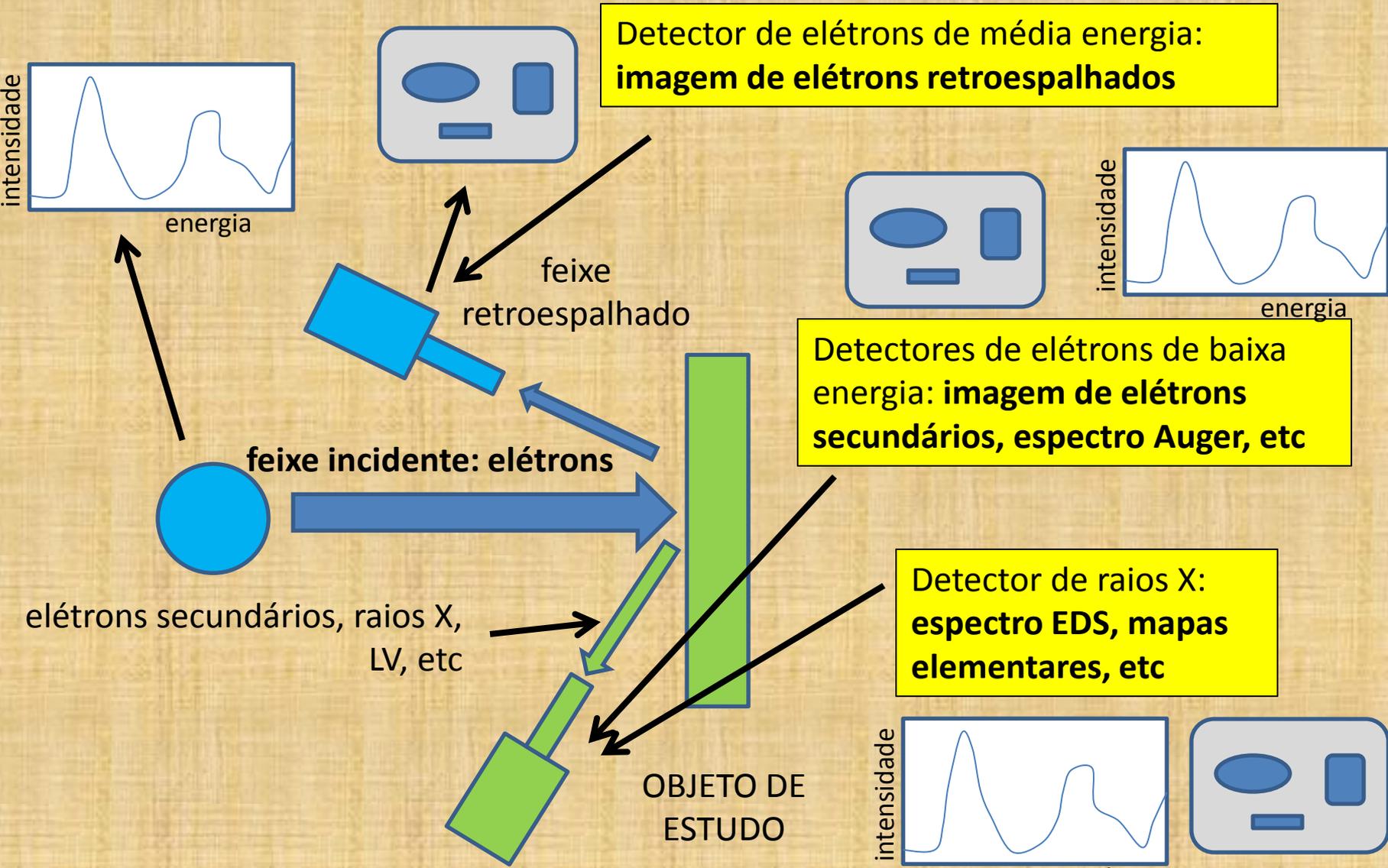
OBJETO DE ESTUDO



elétrons secundários, raios X, LV, etc

feixe incidente: elétrons

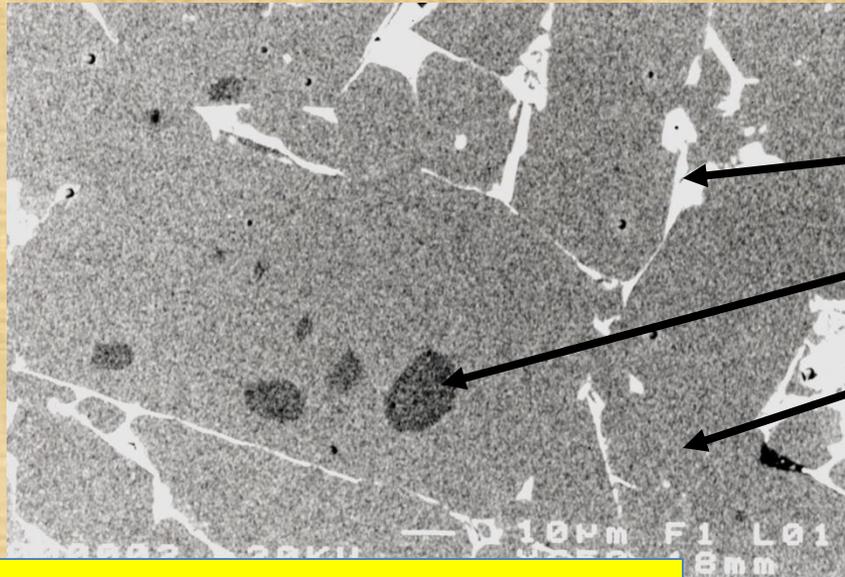
feixe retroespalhado



EXEMPLO: microscópio eletrônico de varredura

Pr-Fe-B

[retornar](#)



AED (raios X):

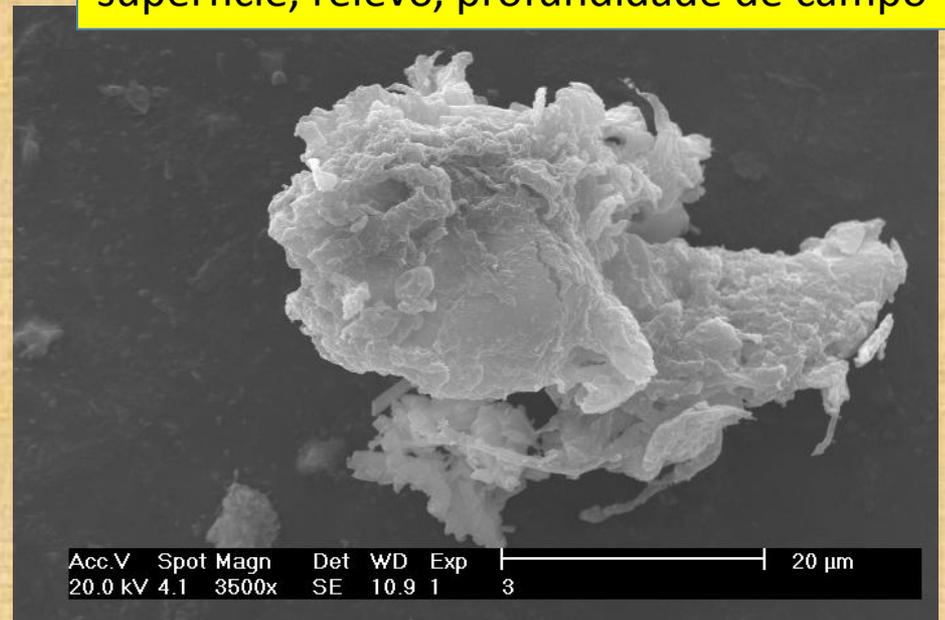
- 97,2%Pr 2,8%Fe
- fase com alto B
- 86,7%Fe 13,3%Pr (e B)

Elétrons retroespalhados

áreas claras – elementos pesados
áreas escuras – elementos leves

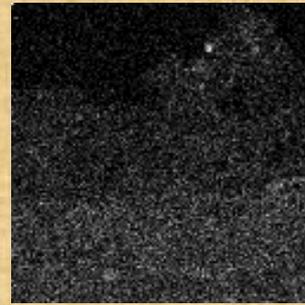
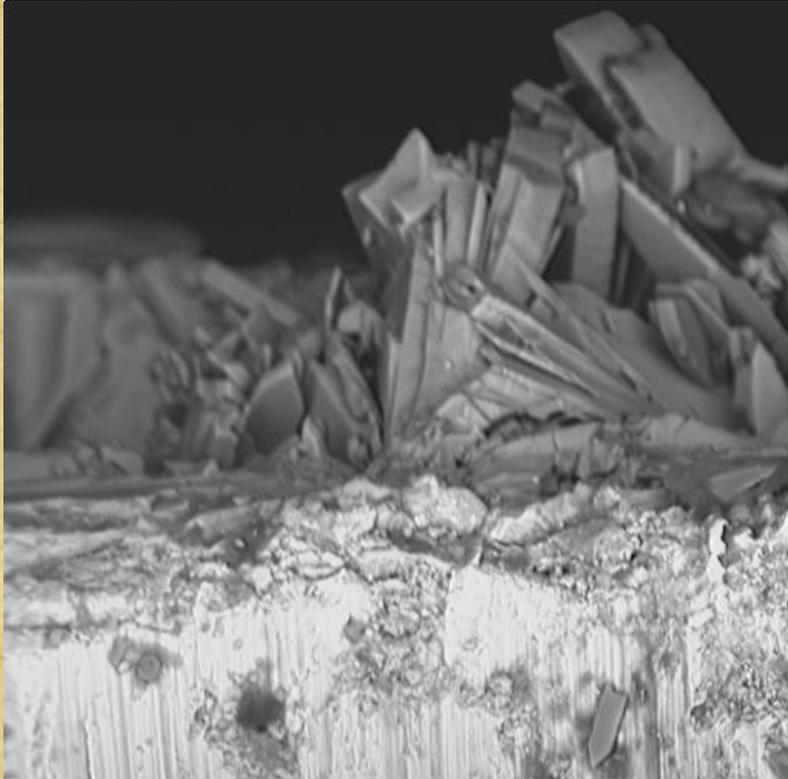
Elétrons secundários

superfície, relevo, profundidade de campo

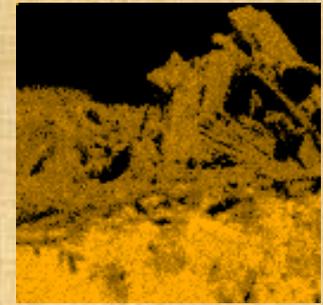


depósito de óxido de
Ce sobre Al

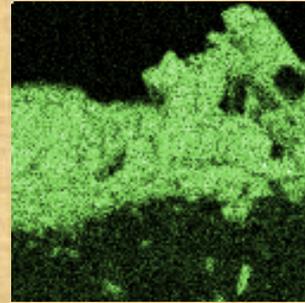
EXEMPLO: mapas de composição (fluorescência de raios X) no MEV



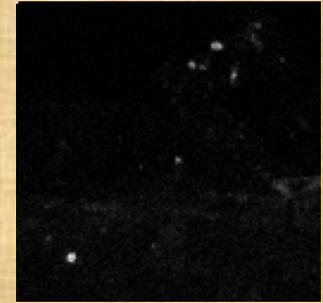
cloro



cobre

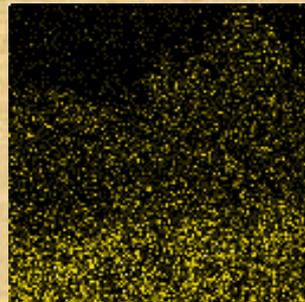


enxofre

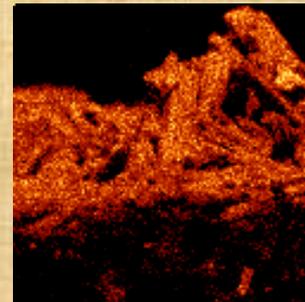


potássio

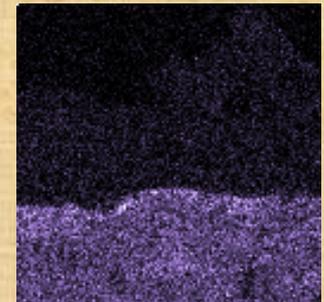
Neiva & Robiolla



zinco

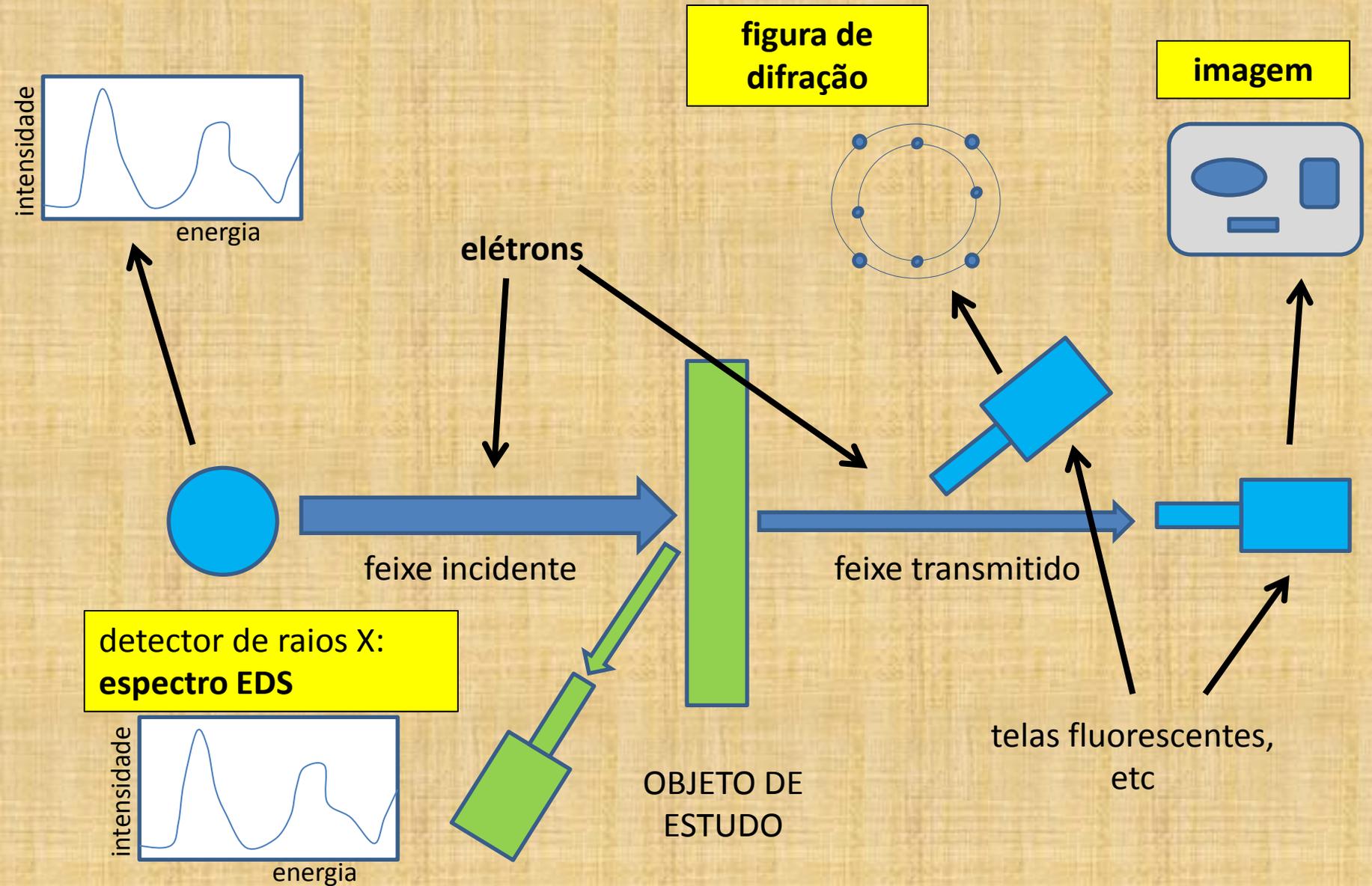


oxigênio

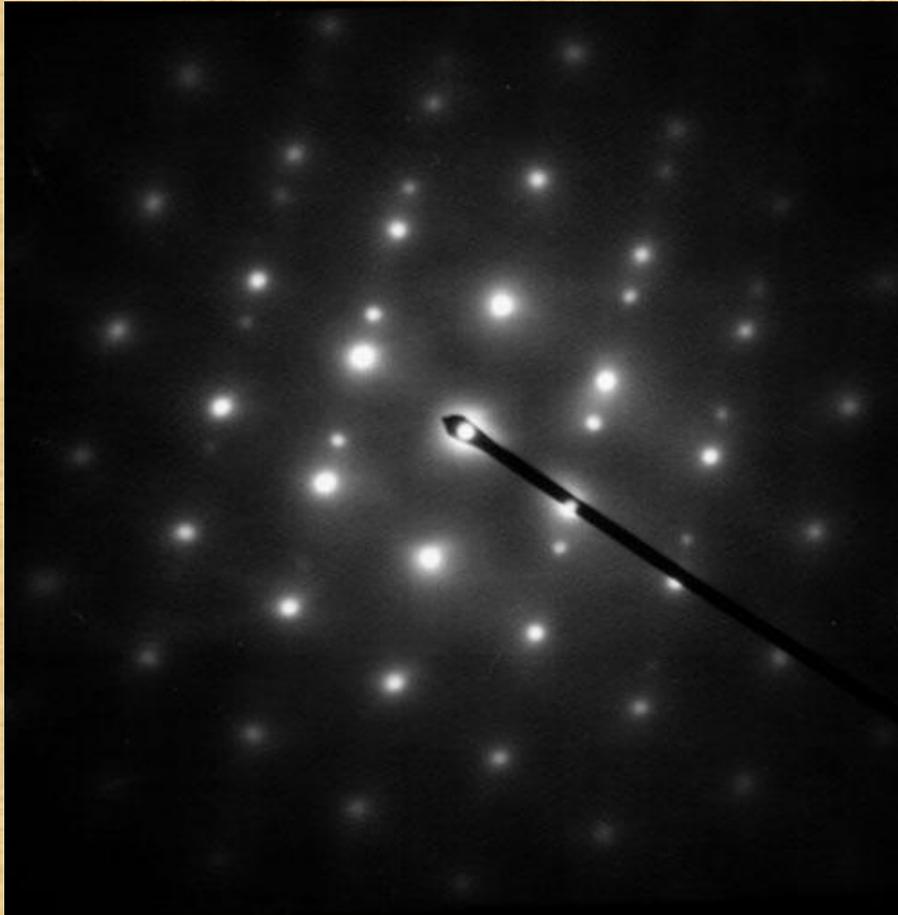


estanho

Microscopia eletrônica de transmissão



EXEMPLO: Microscopia eletrônica de transmissão



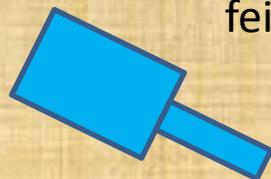
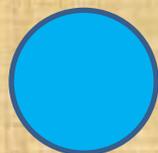
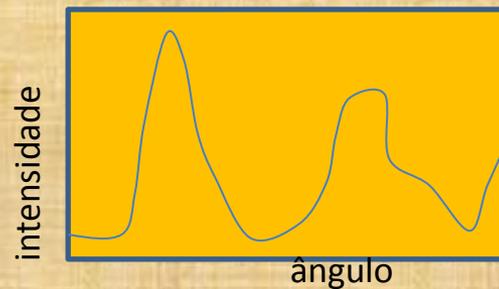
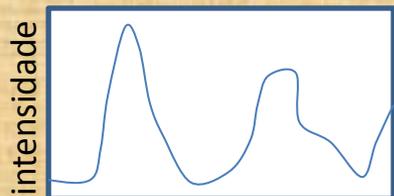
Zone axis diffraction pattern of twinned austenite in steel
wiki



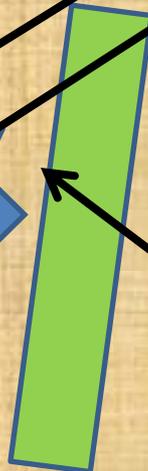
TEM Micrograph of Dislocations 1 (precipitate and dislocations in austenitic stainless steel)
Photomicrograph by Wikityke

difração

Difração



feixe difratado

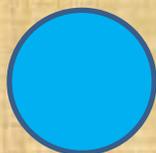
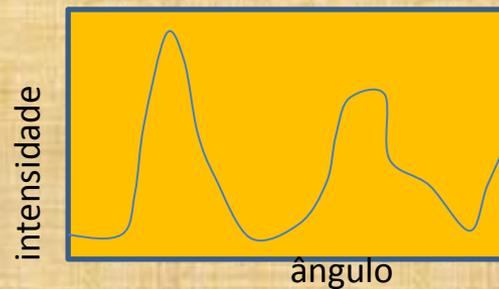
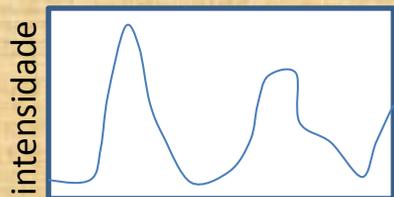


raios X
ou elétrons
ou nêutrons

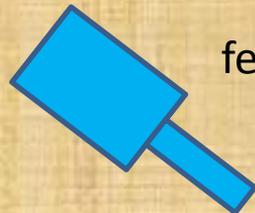
ângulos

OBJETO DE ESTUDO

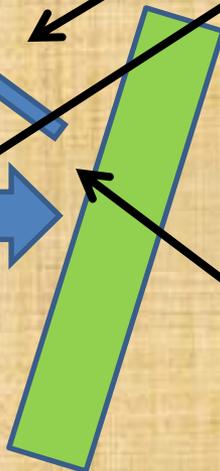
Difração



feixe incidente



feixe difratado



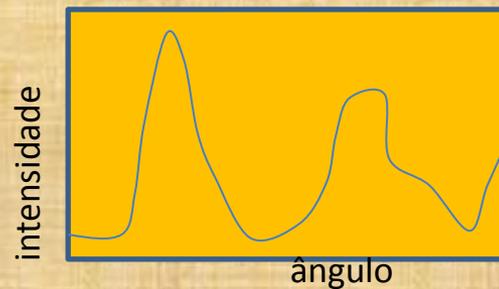
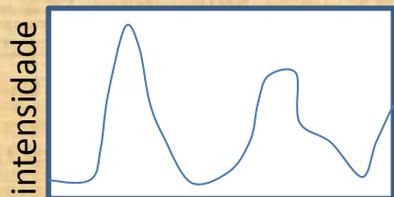
OBJETO DE ESTUDO

raios X
ou elétrons
ou nêutrons

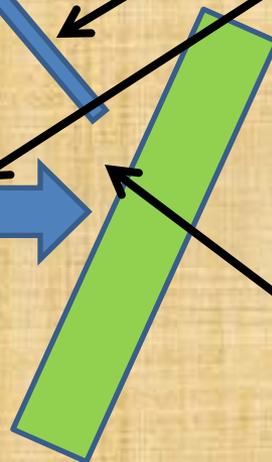
ângulos



Difração



feixe incidente



OBJETO DE ESTUDO

feixe difratado

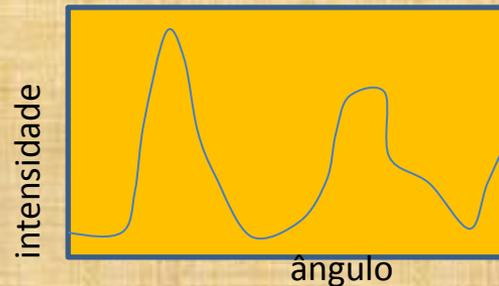
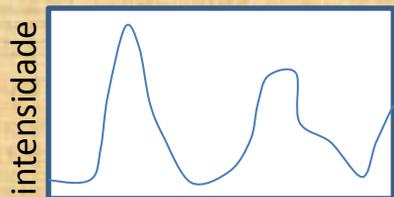


raios X
ou elétrons
ou nêutrons

ângulos



Difração



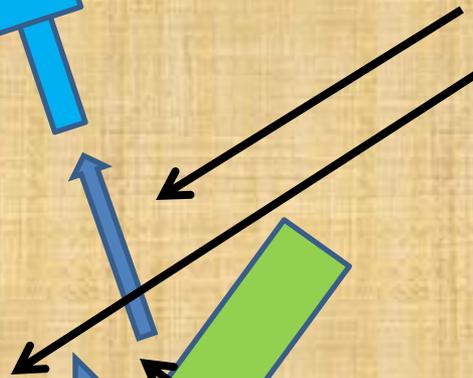
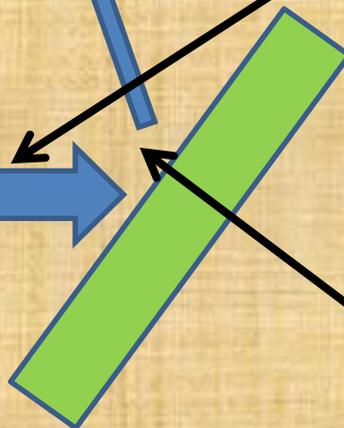
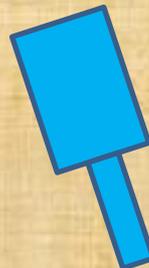
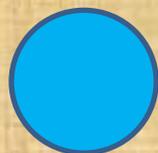
feixe difratado

raios X
ou elétrons
ou nêutrons

feixe incidente

ângulos

OBJETO DE
ESTUDO



EXEMPLO: Difração de Raios X

