

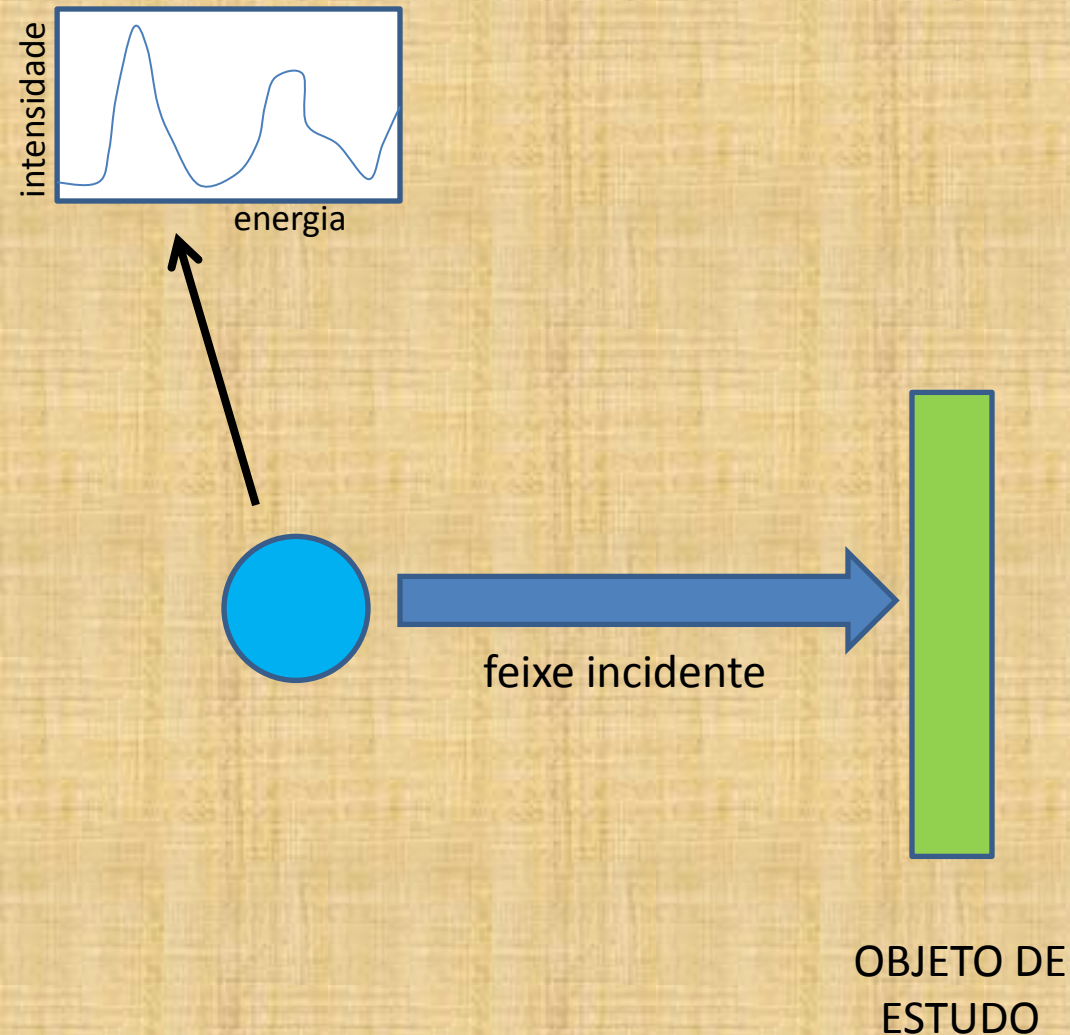
# Técnicas de Caracterização com Radiações e Partículas – Esquemas, Critérios e Exemplos

CABENS

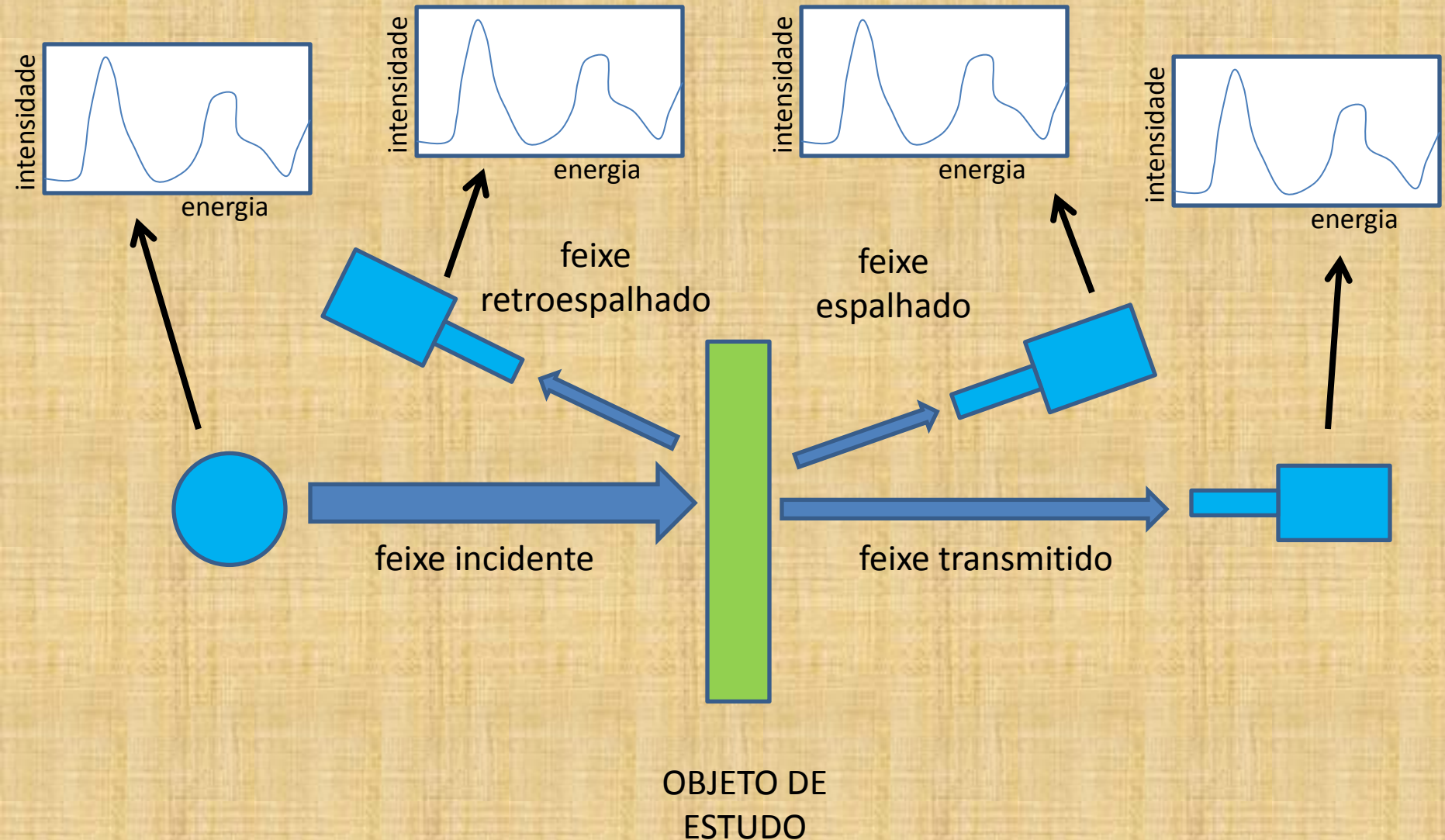
outubro de 2011

A C Neiva

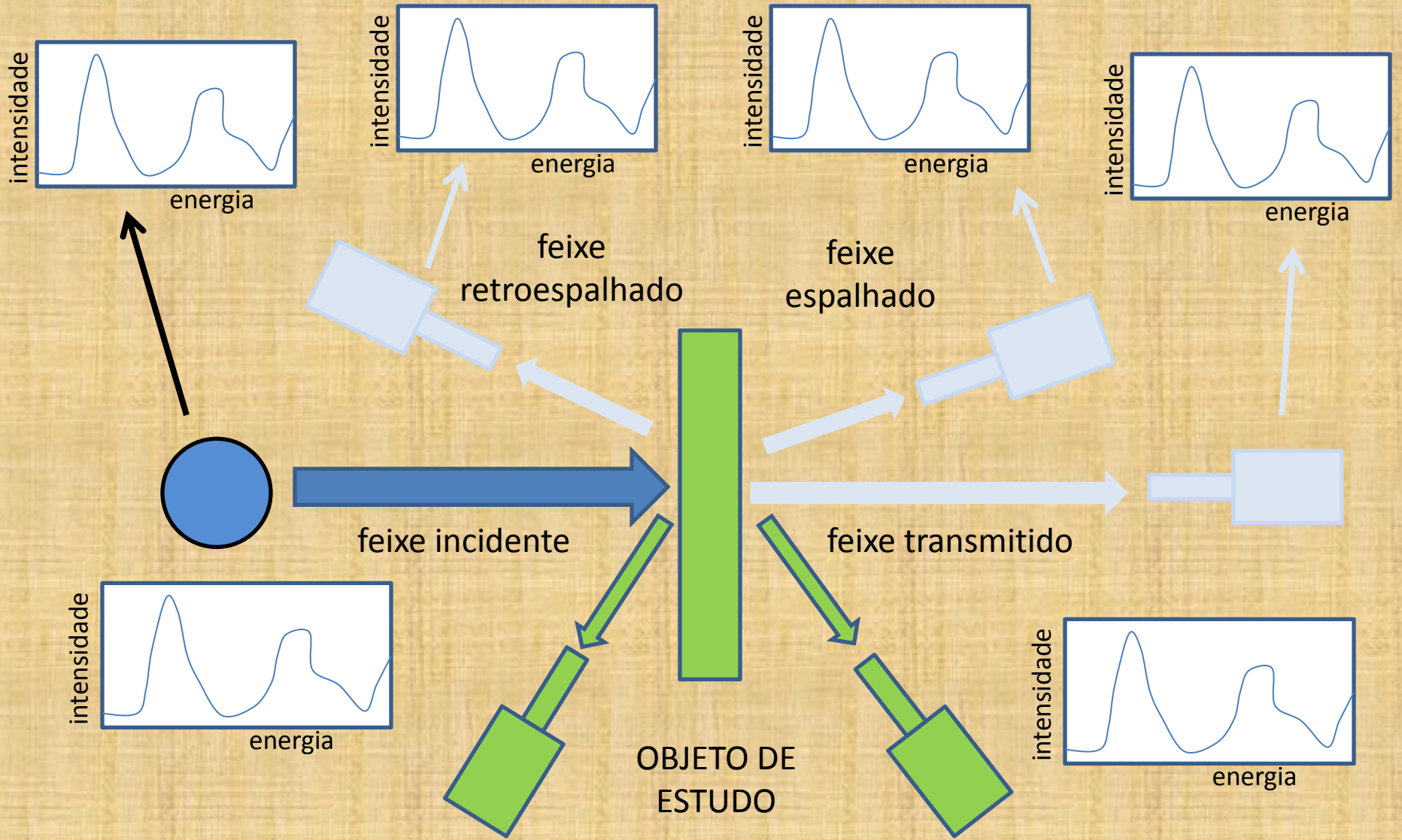
Seja um **feixe incidente** de uma dada **radiação** (raios X, luz visível, ultravioleta, infravermelho, etc) ou uma dada **partícula** (íon, elétron, etc)

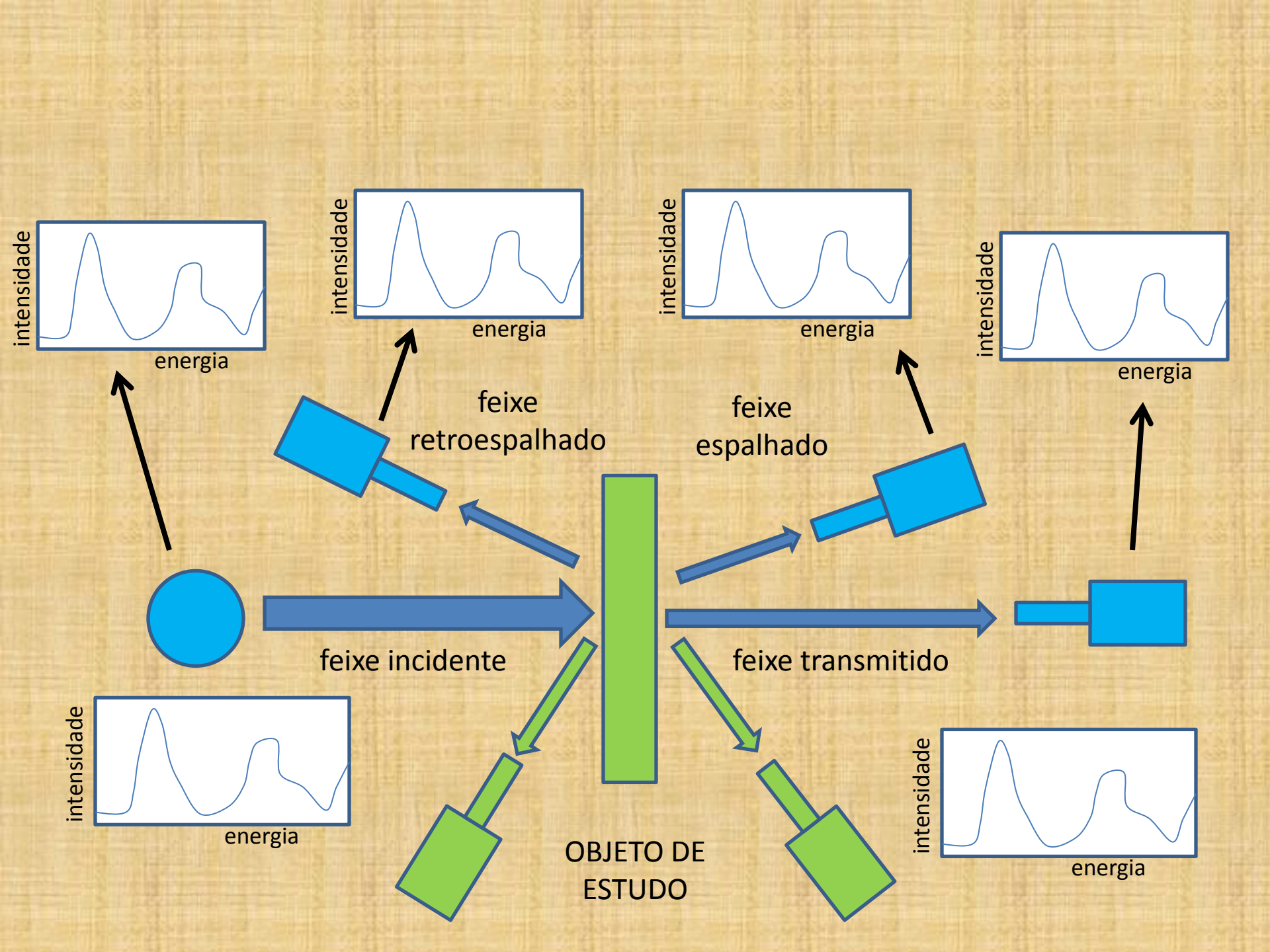


Ao interagir com o objeto, **parte do feixe é absorvida**, parte é **transmitida**, parte é **espalhada**, parte é **retroespalhada**



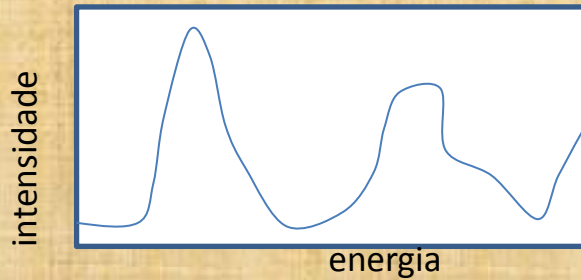
E, por feito da incidência, o **objeto** também emitirá **partículas e ondas em todas as direções**



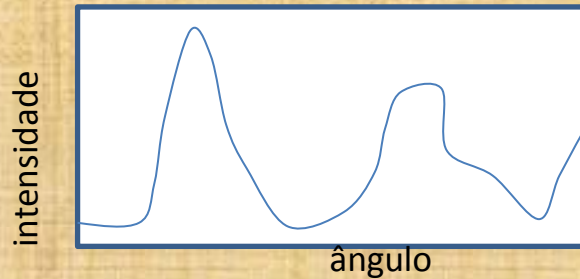


As interações entre o feixe incidente e o objeto de estudo dependem de vários fatores. Por exemplo:

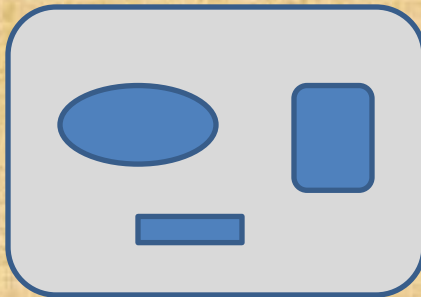
- Feixe
  - Natureza (radiação, elétrons, íons, nêutrons, etc)
  - Ângulo de incidência
  - Perfil de energia
- Objeto
  - Elementos
  - Compostos (moléculas, cristais, amorfos)
  - Distribuição espacial
  - Geometria
  - Temperatura, pressão, etc



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



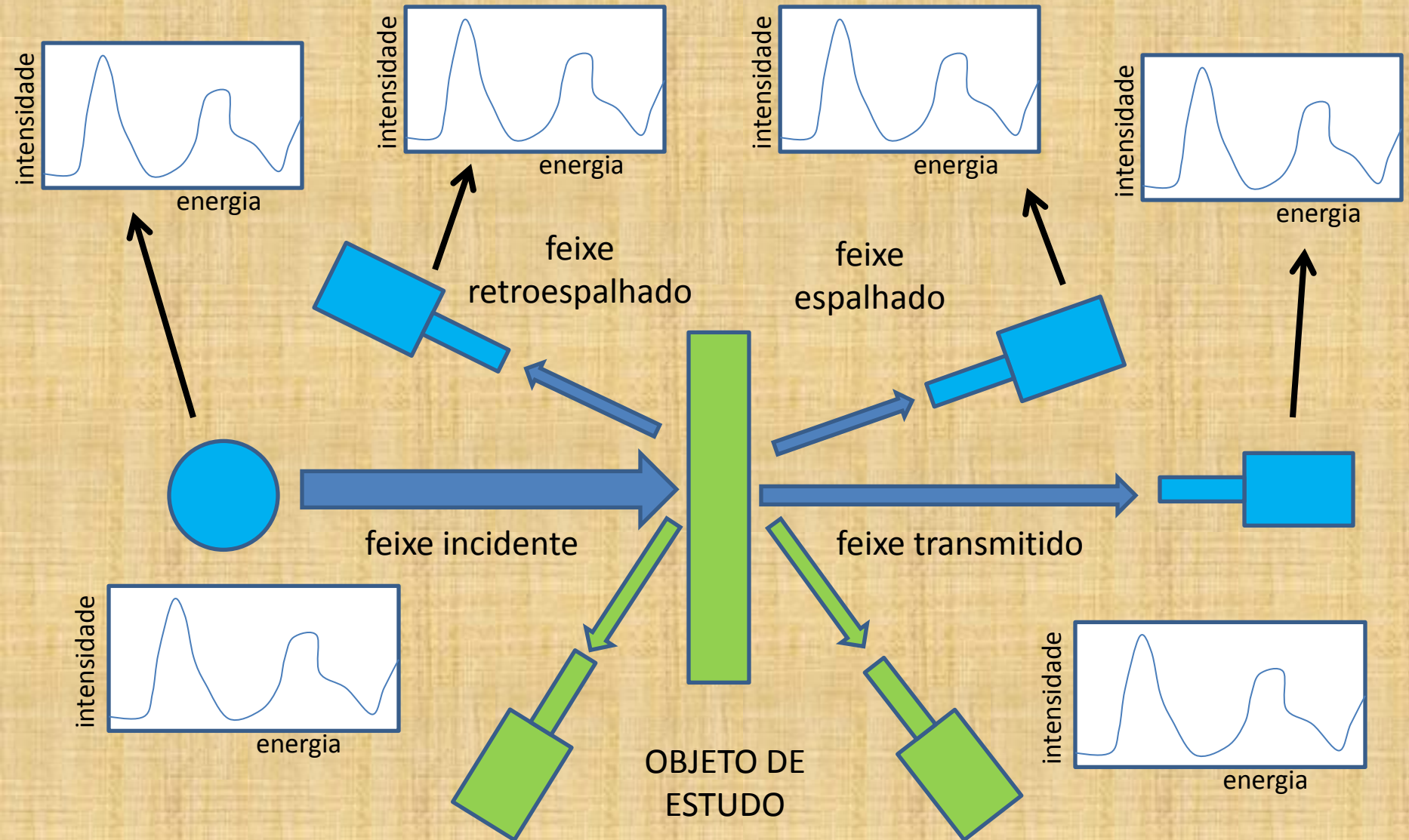
## **Possibilidade de direcionar os feixes (importante, por exemplo, para realizar análise de regiões pequenas)**

- 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

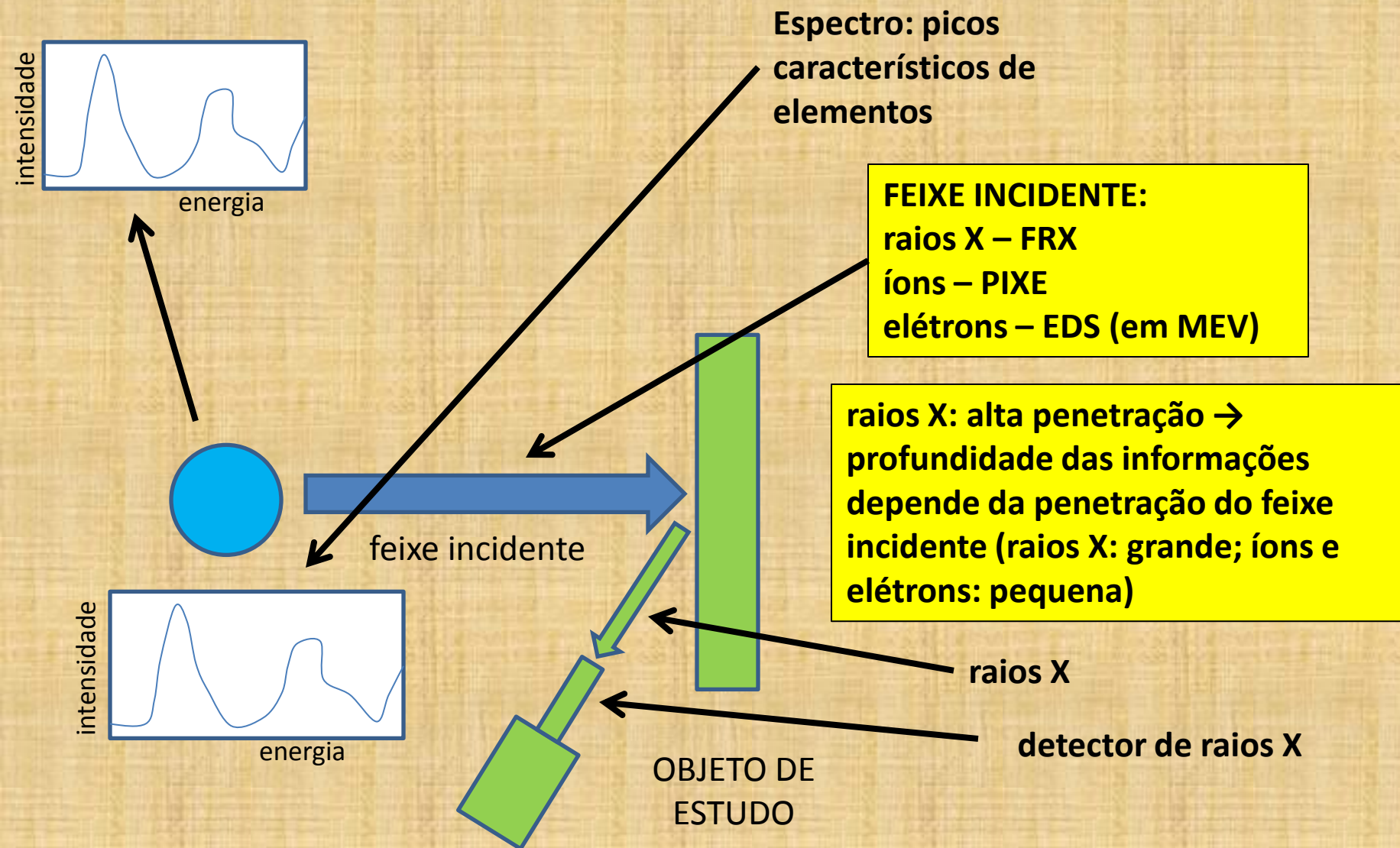
## **Portabilidade**

- 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

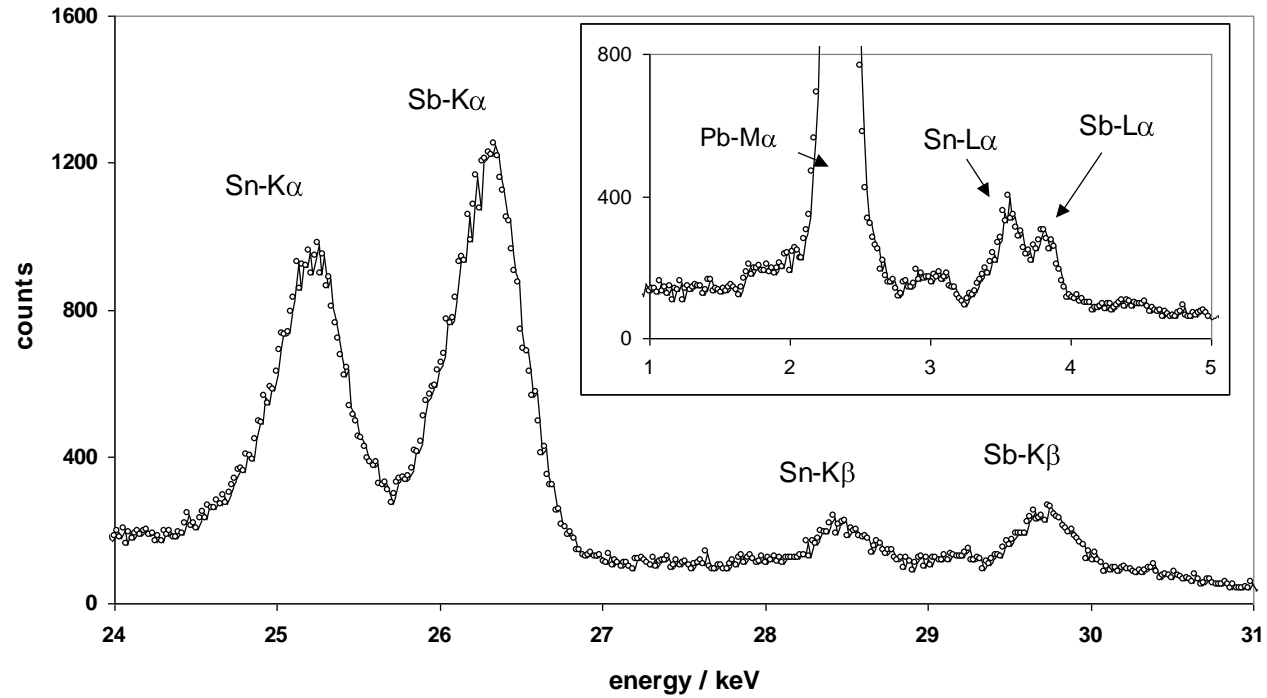


# Por exemplo, fluorescência de raios X

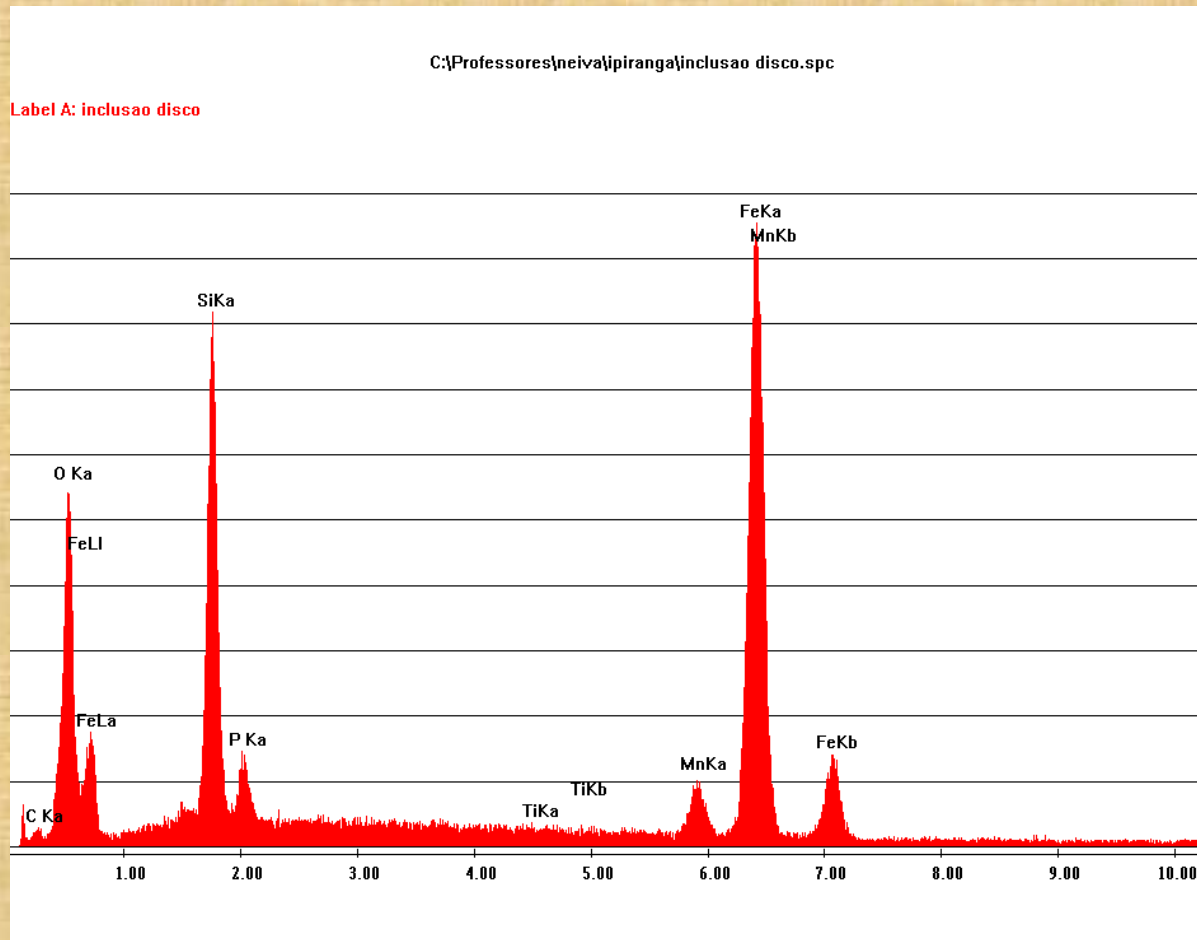


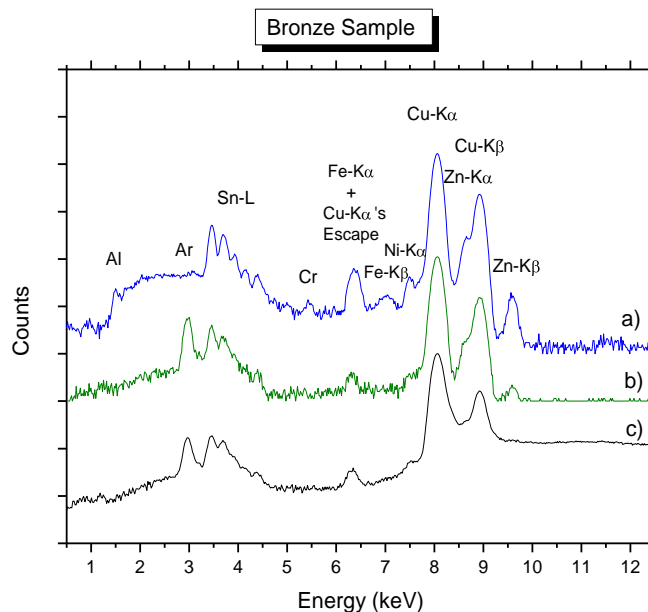
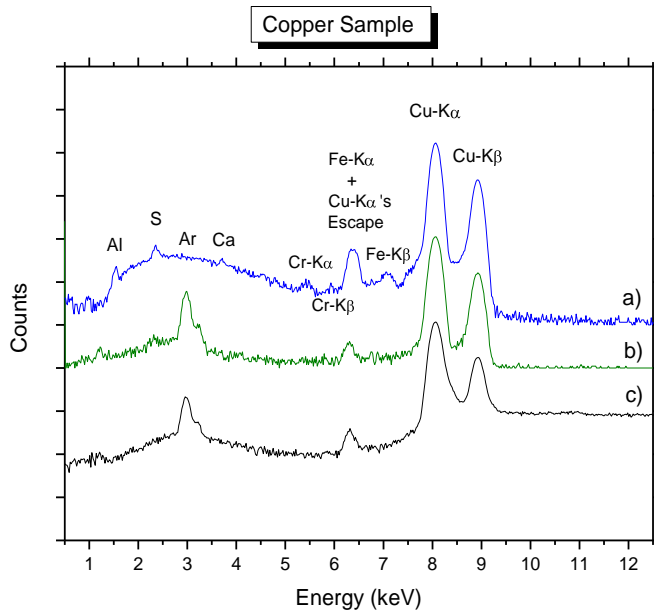
# Exemplo: EDXRF

## liga Pb-Sn-Sb rica em Pb



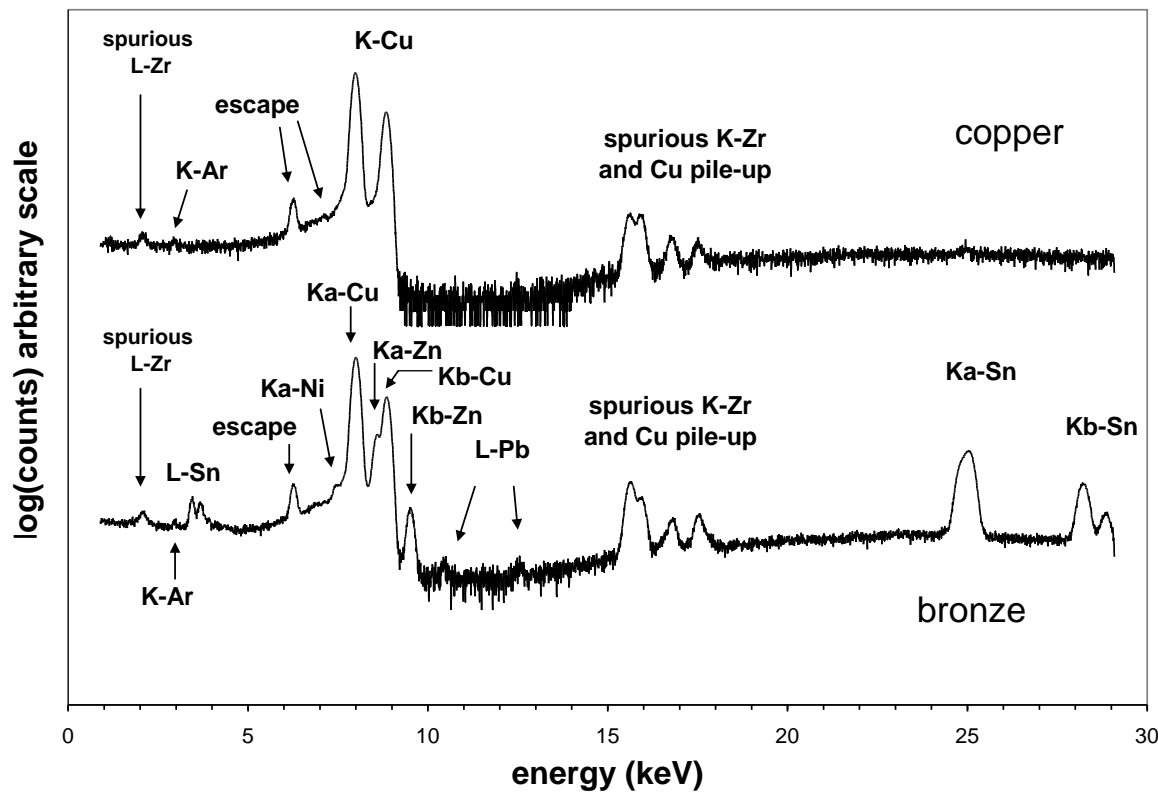
# Exemplo: EDS (em MEV)





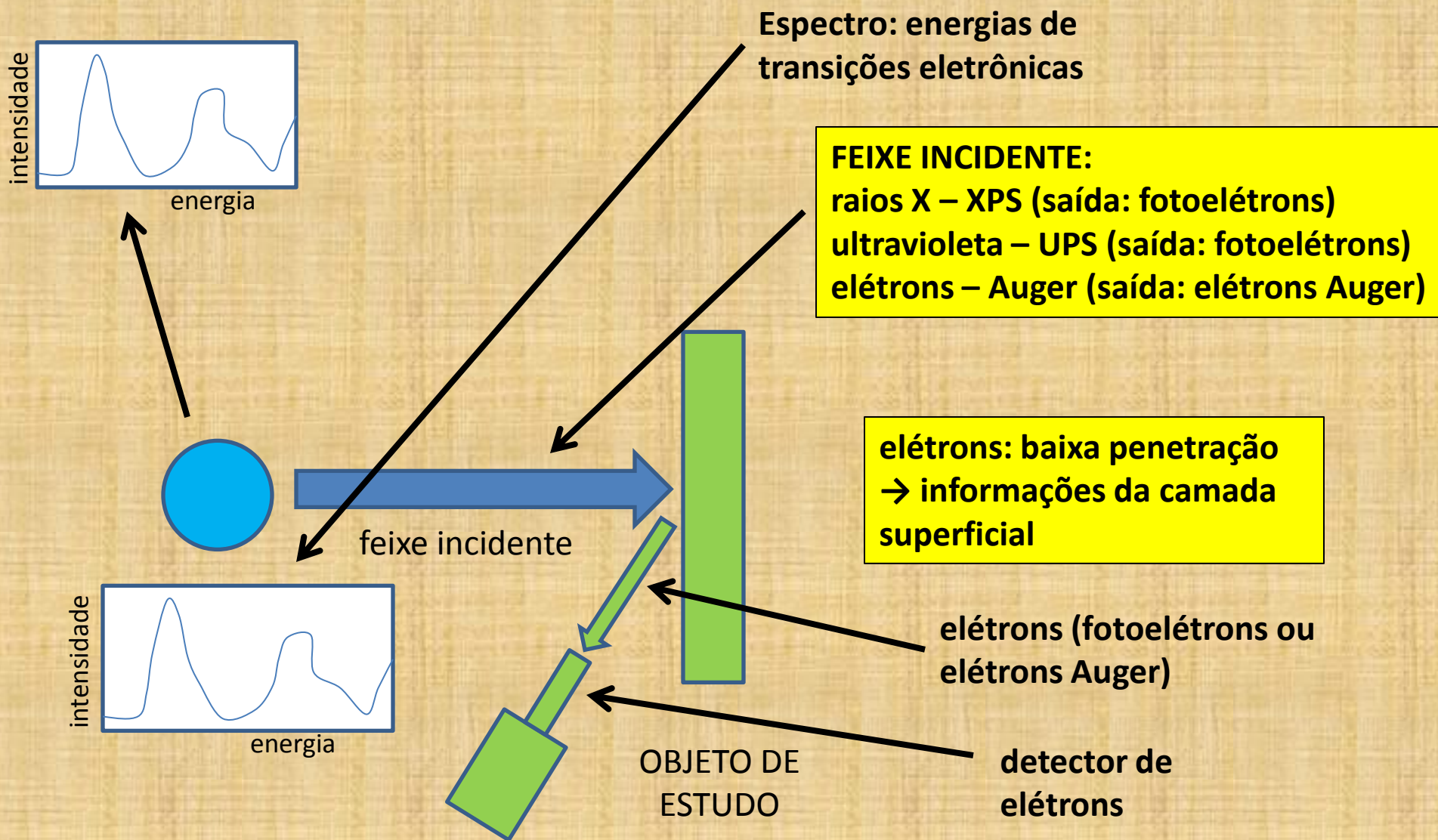
**PIXE :**  
 a) Internal, b)  
 external, c) external,  
 after 12 months.

(LAMFI)

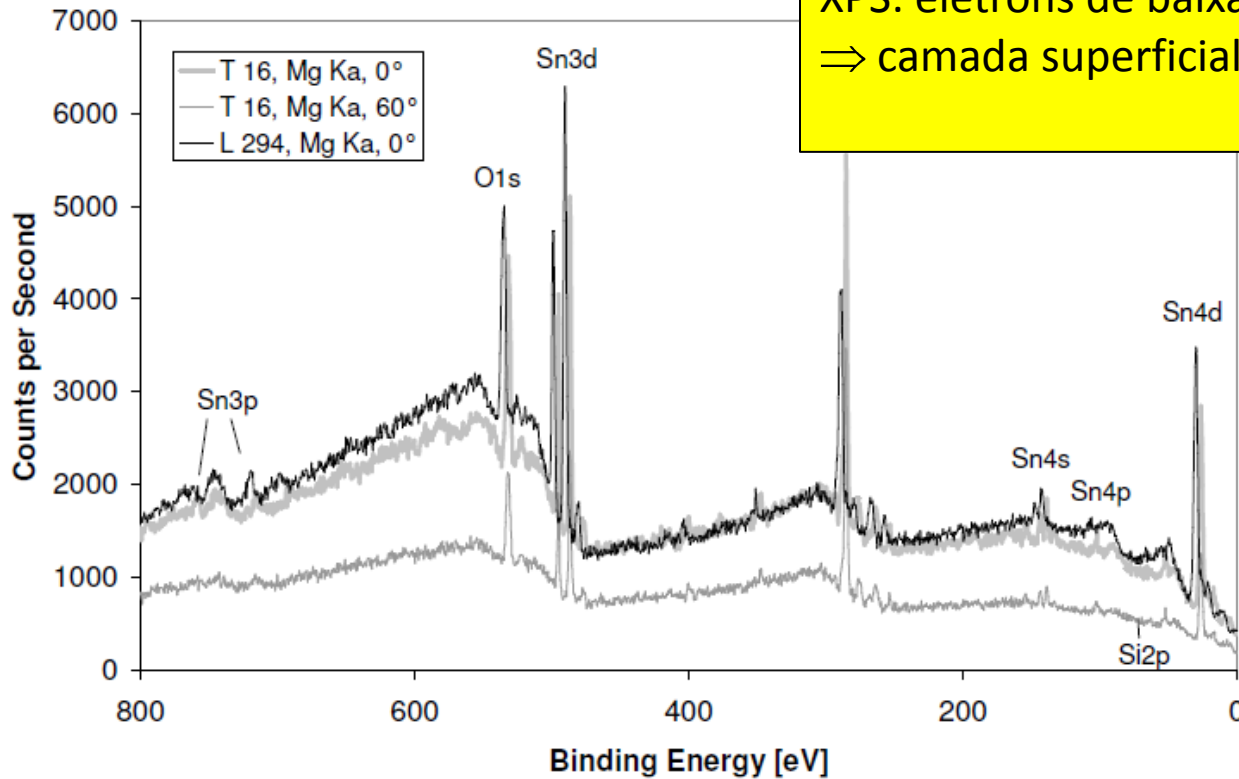


**EDXRF**

# 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.

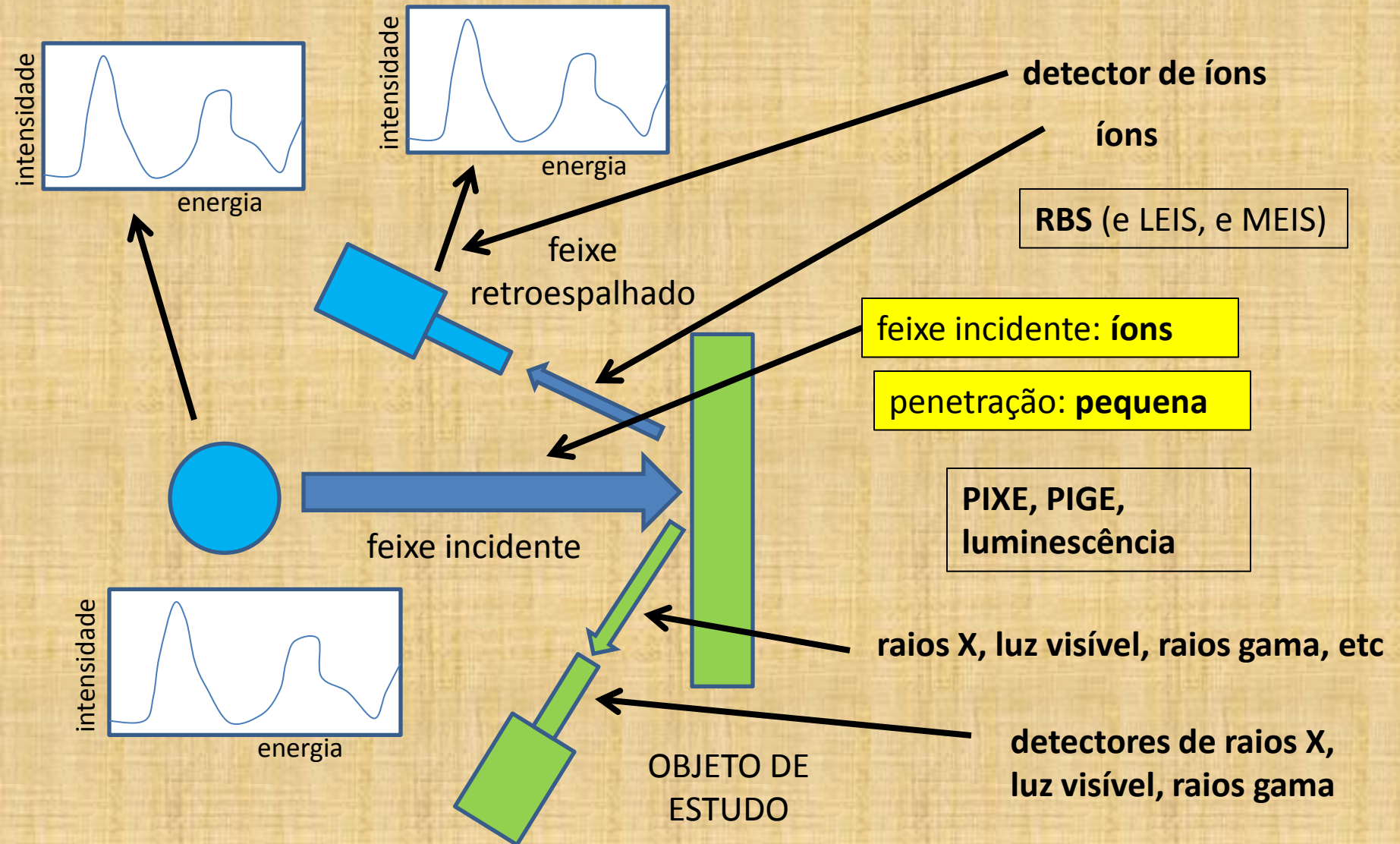


**X-RAYS IN ART AND ARCHAEOLOGY – AN OVERVIEW**  
**M. Schreiner, B. Frühmann, D. Jembrih-Simbürger, R. Linke**

Art Nouveau glass artifact  
with iridescent surface of  
Loetz/Austria



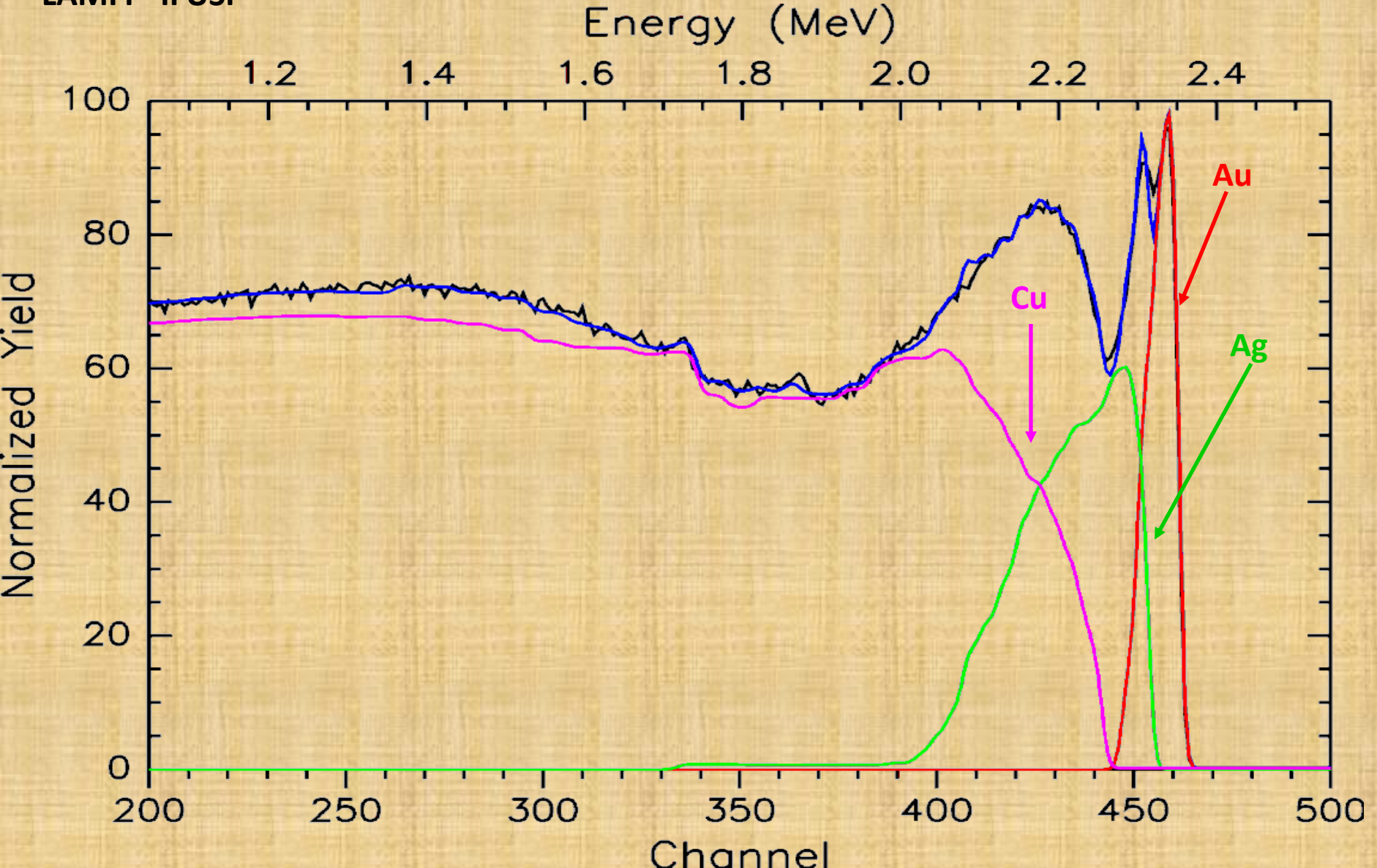
Por exemplo, **RBS (e LEIS, e MEIS), PIXE, PIGE, luminescência**



# EXEMPLO: Espectro RBS da mancha dourada e sua simulação teórica

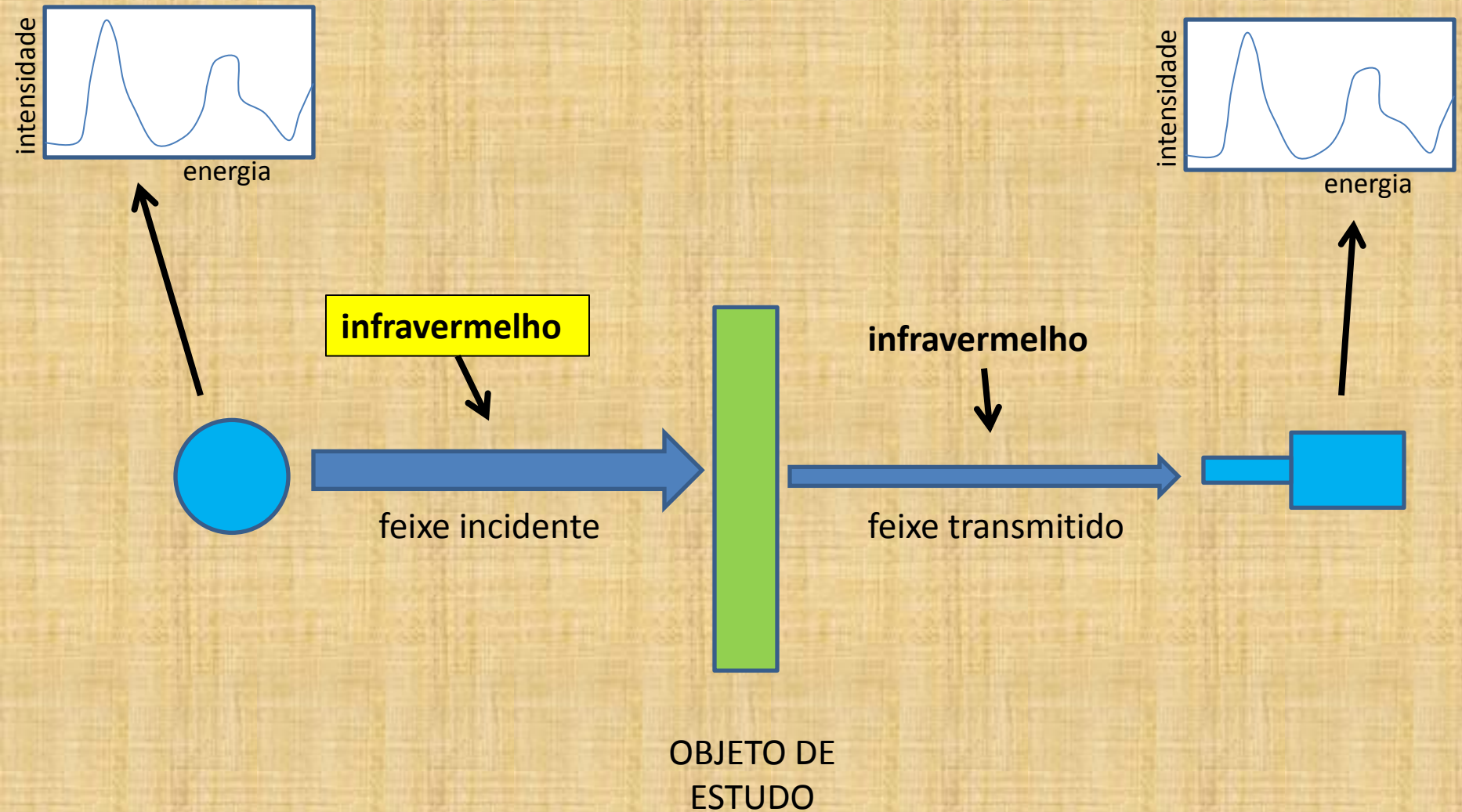
feixe de  $H^+$ , 2,4 MeV (alcance  $\sim 20 \mu m$ )

LAMFI - IFUSP

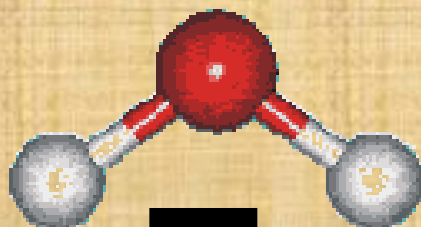


Por exemplo, FTIR

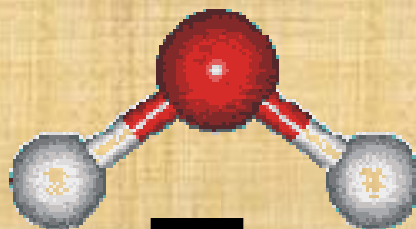
espectro de transmissão  
ou absorção: energias de  
vibração moleculares



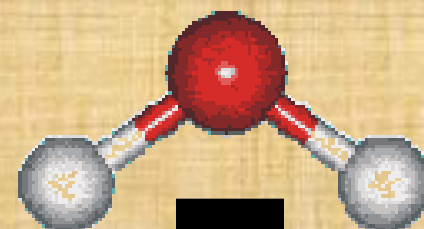
# Vibração Moleculares



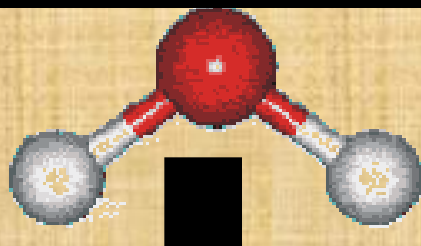
Estiramento Simétrico



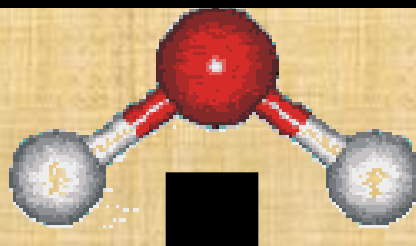
Estiramento Assimétrico



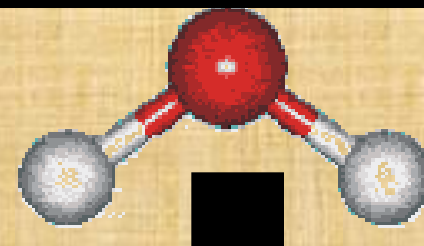
Deformação Angular Tesoura no Plano



Deformação Angular Sacudida fora do Plano



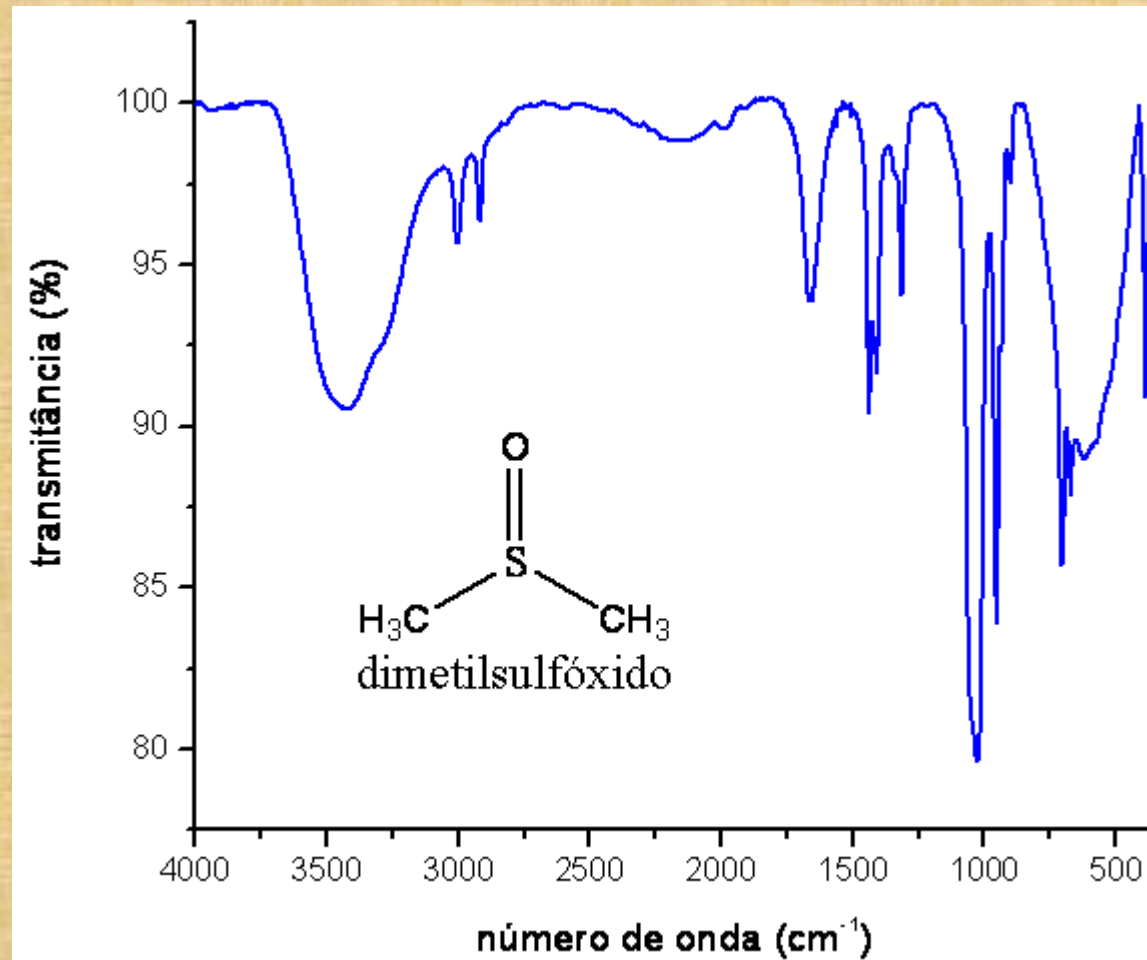
Deformação Angular Torção fora do Plano



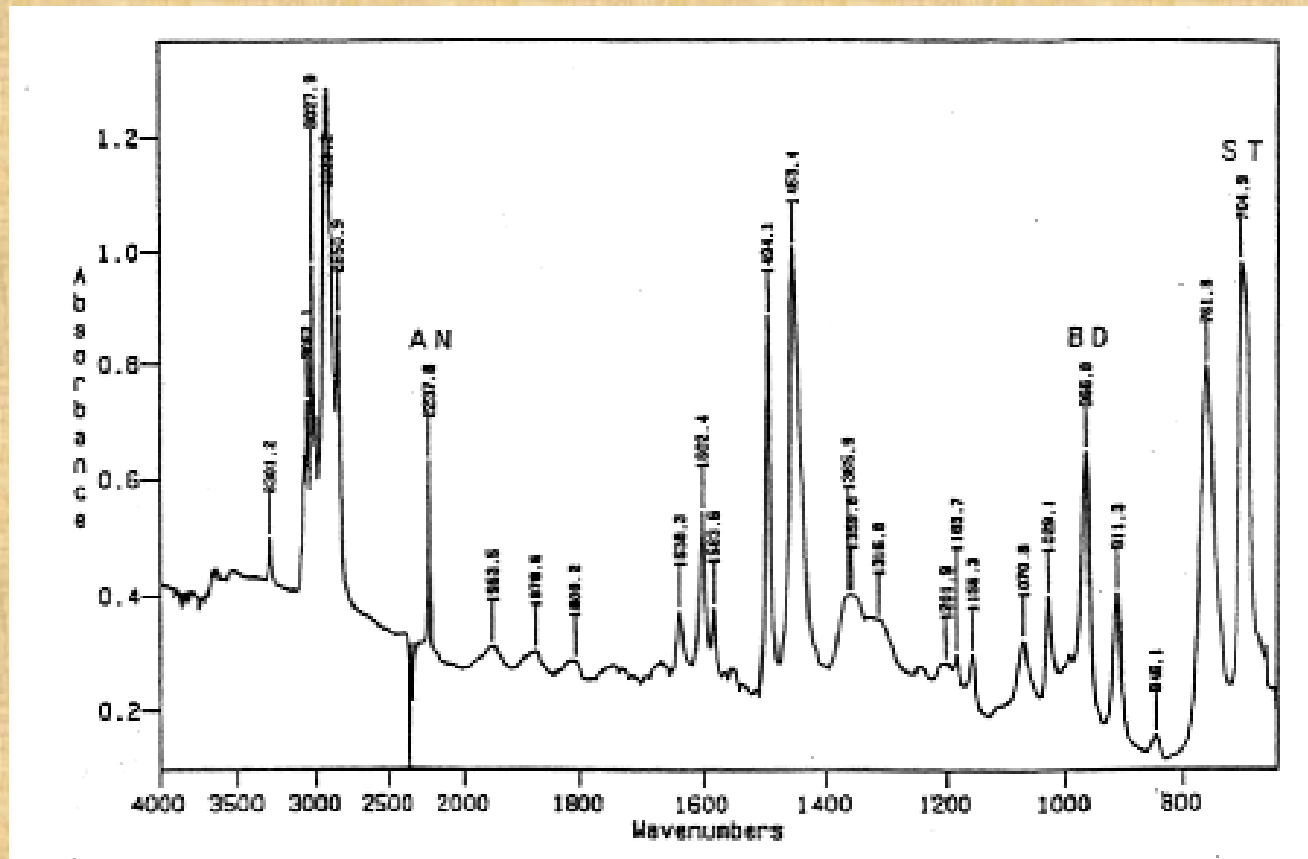
Deformação Angular Balanço no Plano

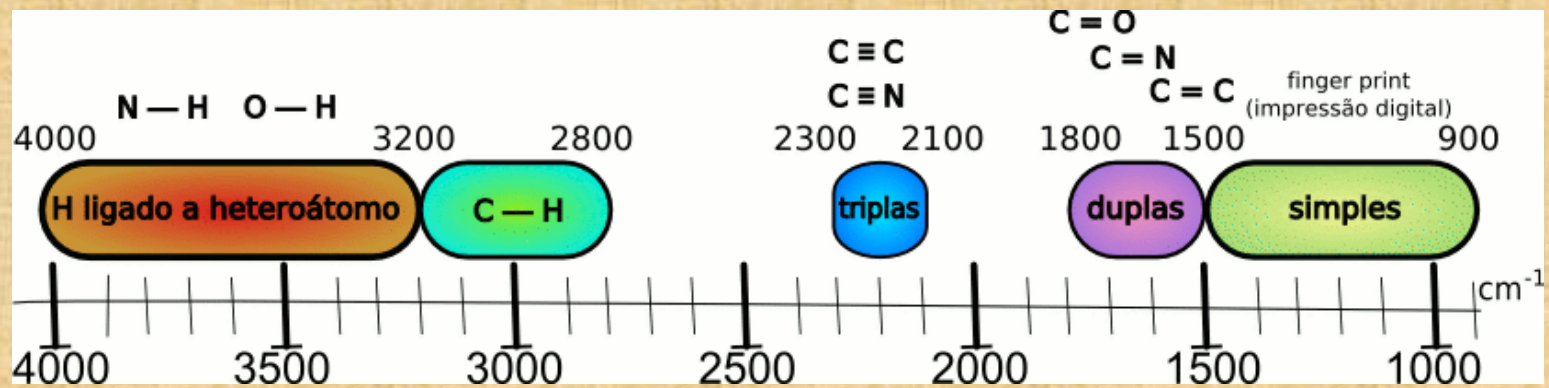
Slides sobre FTIR adaptados de apresentação feita por Carolina Benetti, Cláudia Strefezza, Cláudia Zamataro e Moisés Santos

# FTIR -Espectro de Transmissão



# Espectro de Absorção





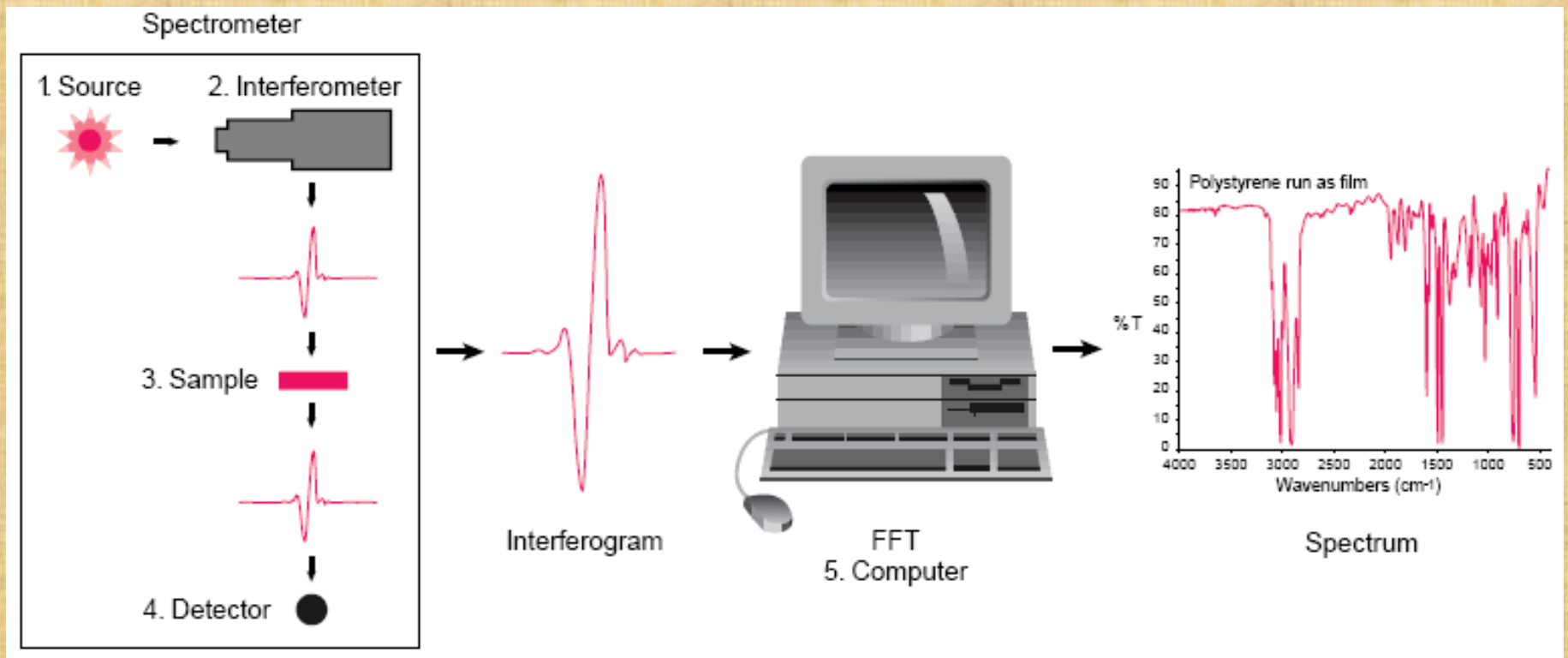
<http://www.chem.uni-potsdam.de/~thomas/index.php>

# 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
<b>Infravermelho próximo</b> 4000-14.000cm <sup>-1</sup> (0,75-2,5 μm)	Reflectância difusa	Quantitativa	Materiais comerciais sólidos ou líquidos
	Absorção	Quantitativa	Misturas gasosas
<b>Infravermelho médio</b> 670-4000cm <sup>-1</sup> (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
<b>Infravermelho distante</b>	Absorção	Qualitativa	Espécies puras inorgânicas ou organometálicas

# ESPECTROS

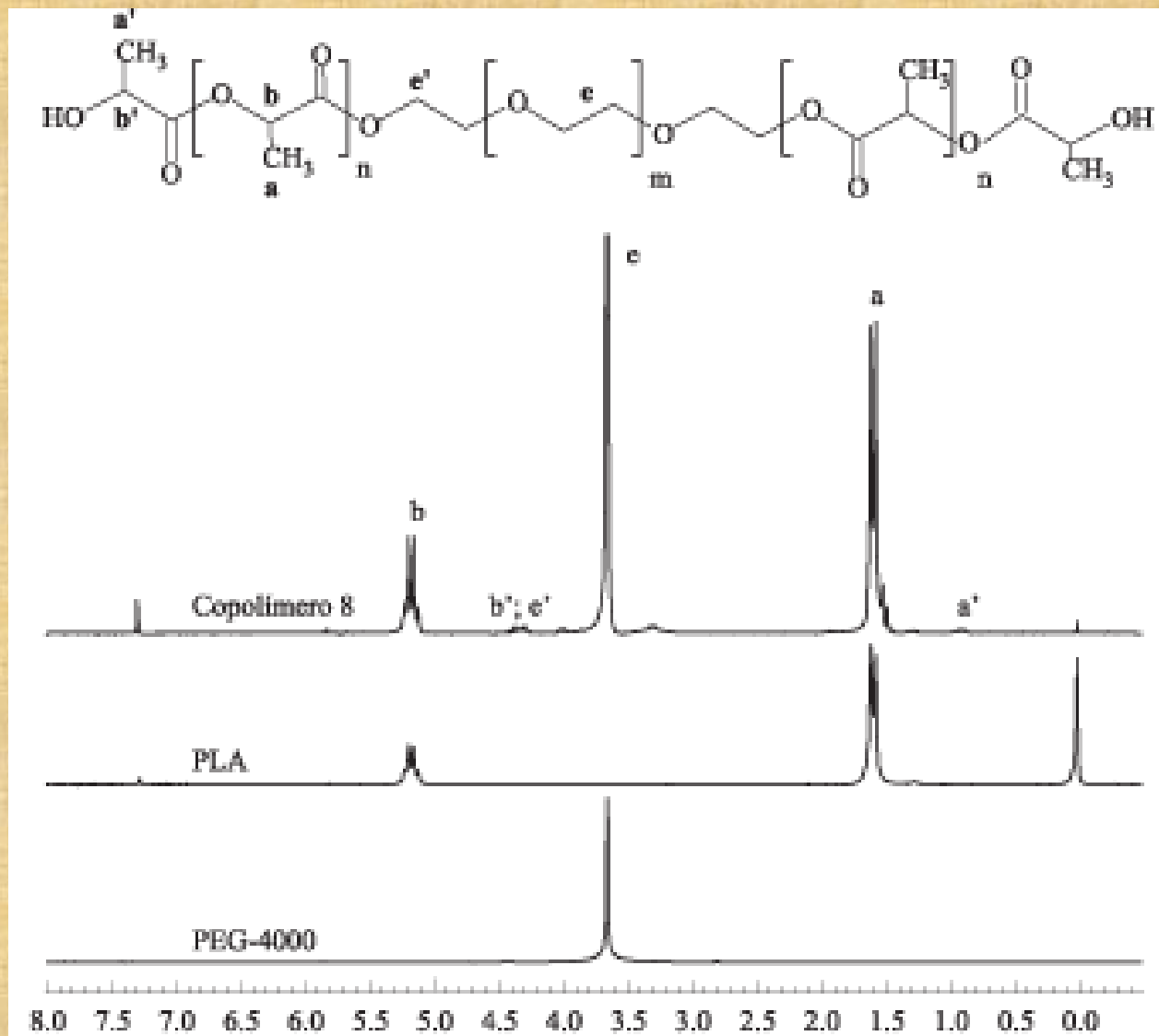
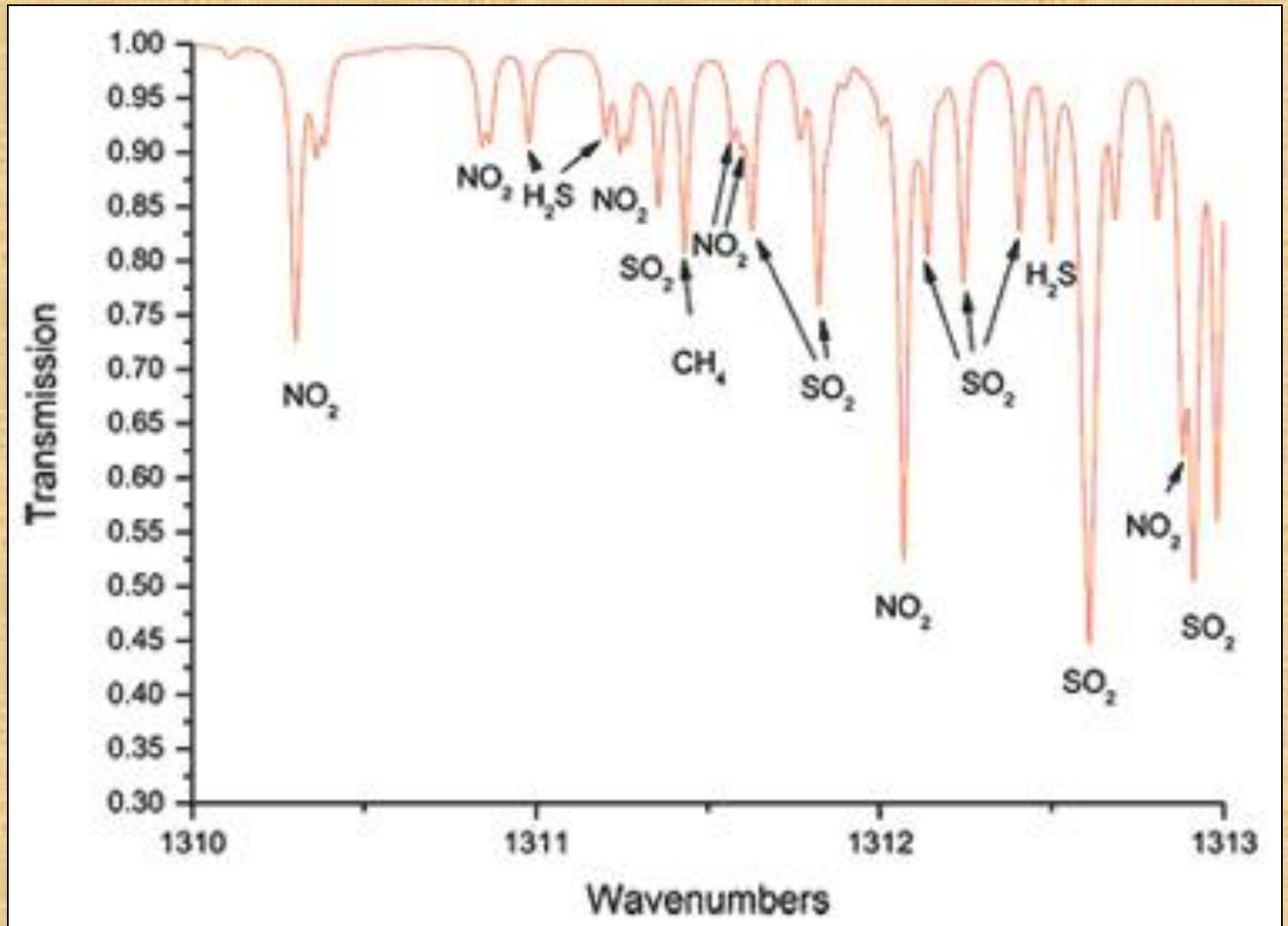
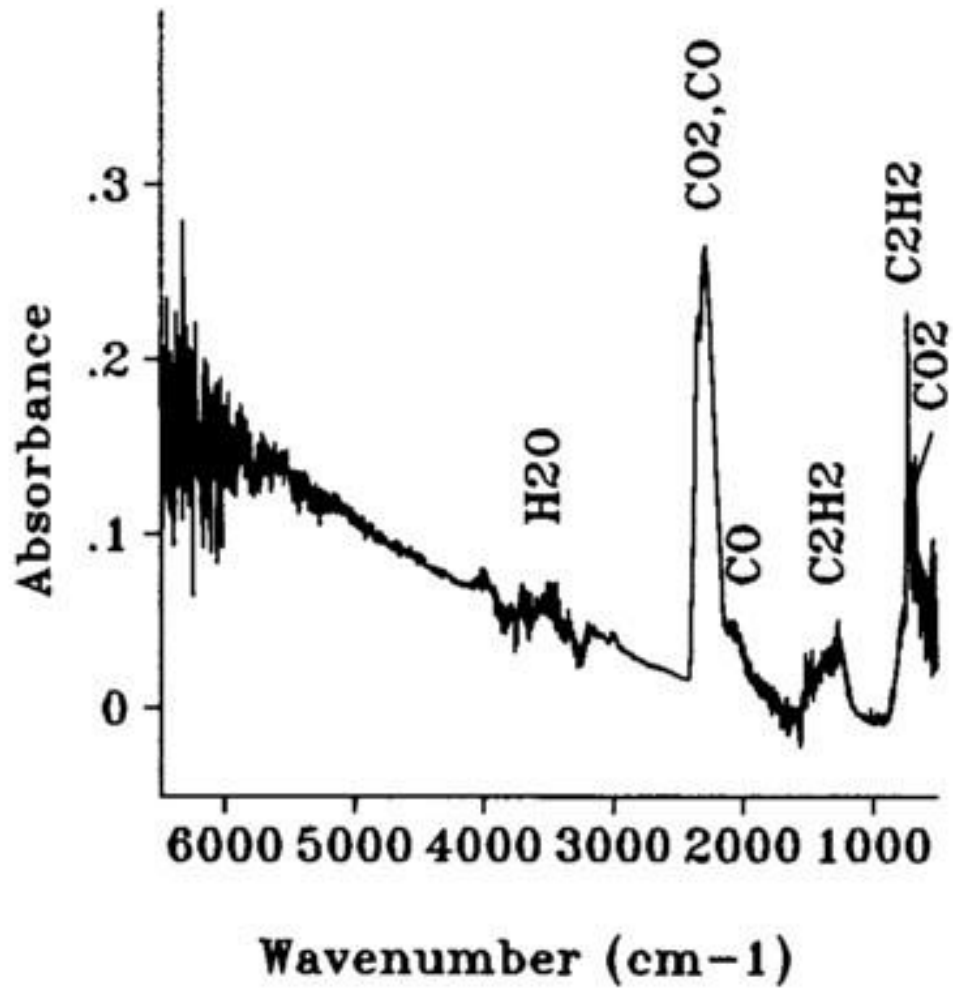


Figura 2: Estrutura química do copolímero tribloco e espectros de RMN- $^1\text{H}$  do copolímero 8 e dos homopolímeros PLA e PEG-4000

# ESPECTROS

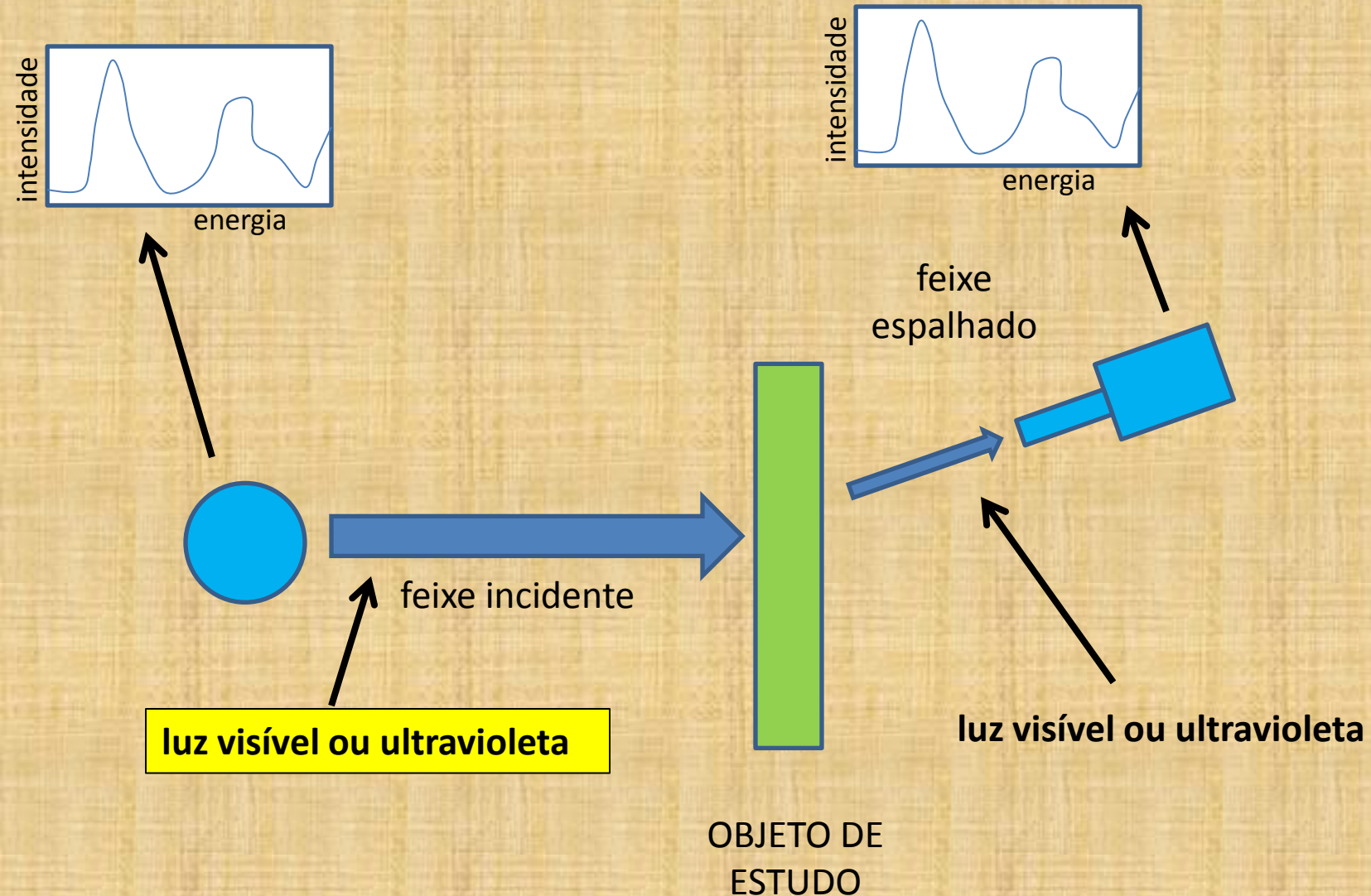


# E S P E C T R O S

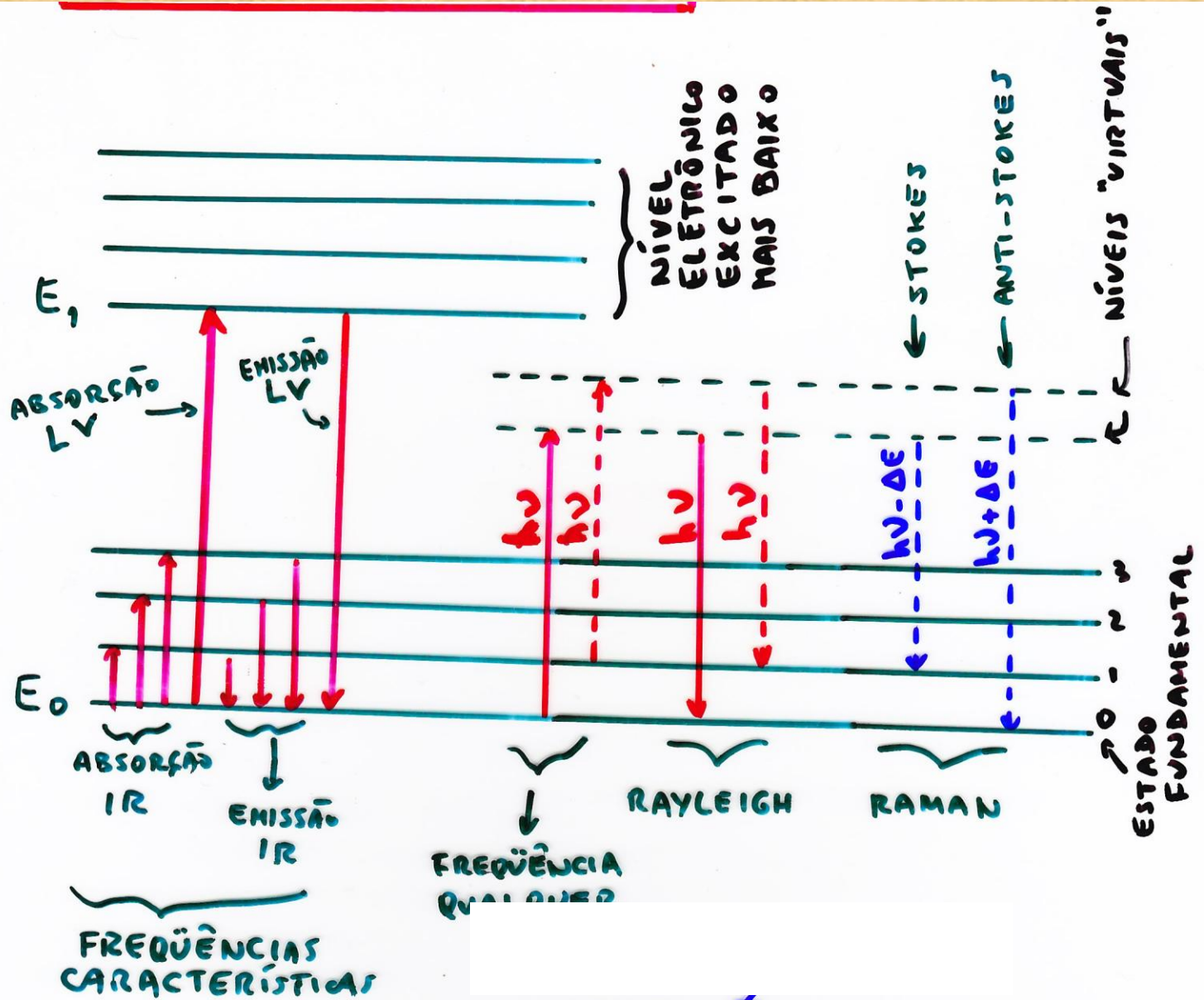


Por exemplo, espectroscopia Raman

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)

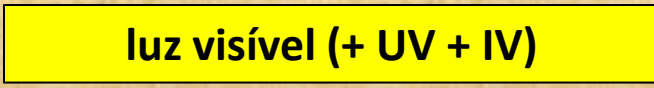
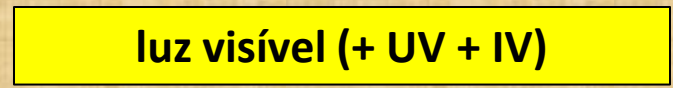
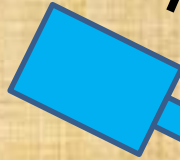
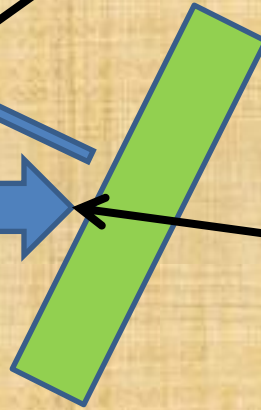
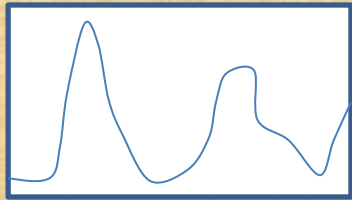
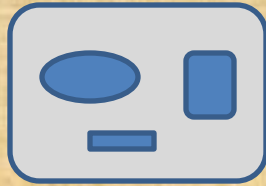
OBJETO DE ESTUDO

feixe incidente

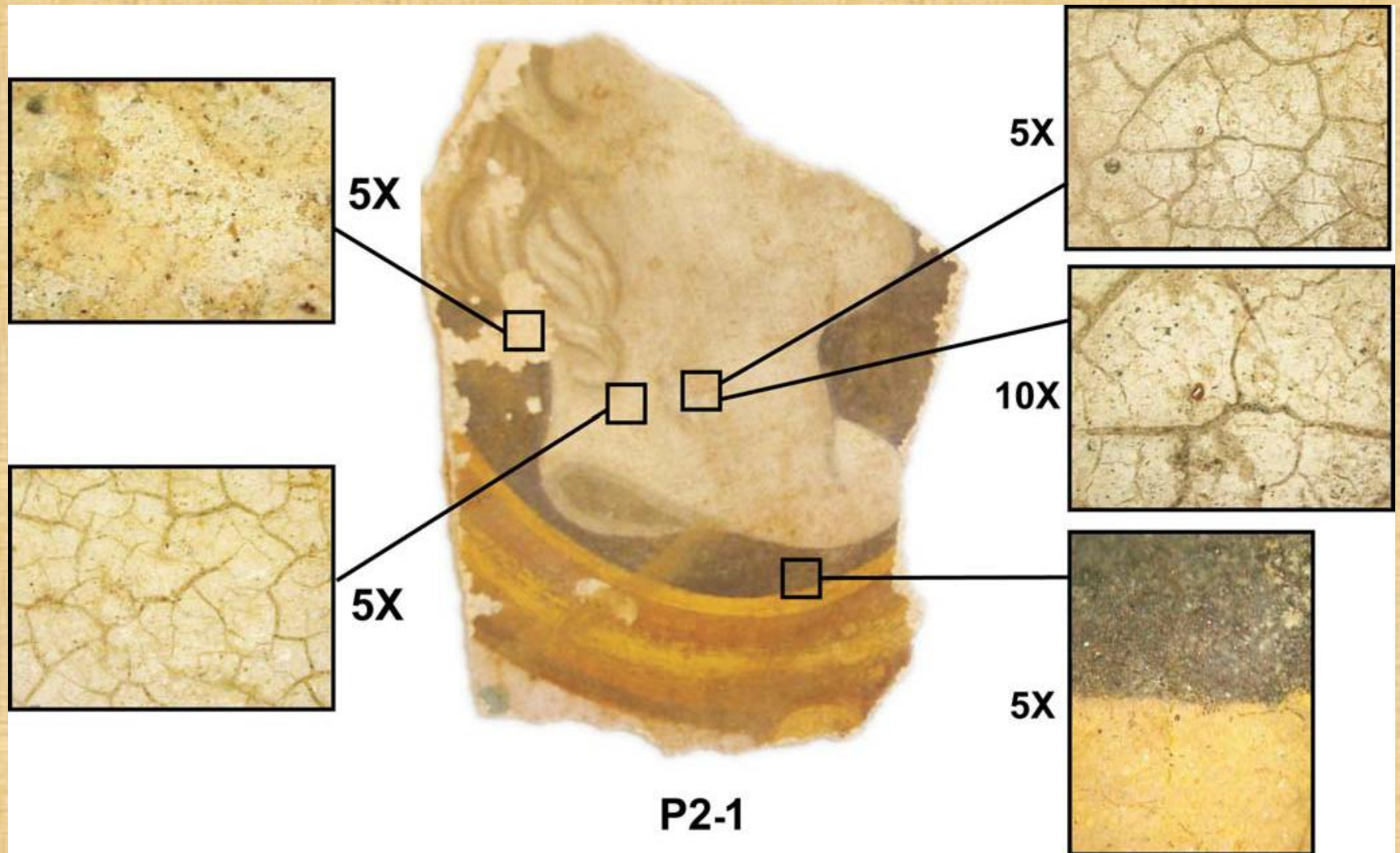
luz visível (+ UV + IV)

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

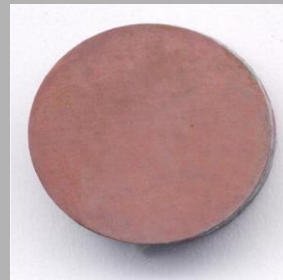
**EXEMPLO: Scanner com luz visível  
(pátinas artificiais sobre cobre e bronze)**



**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**



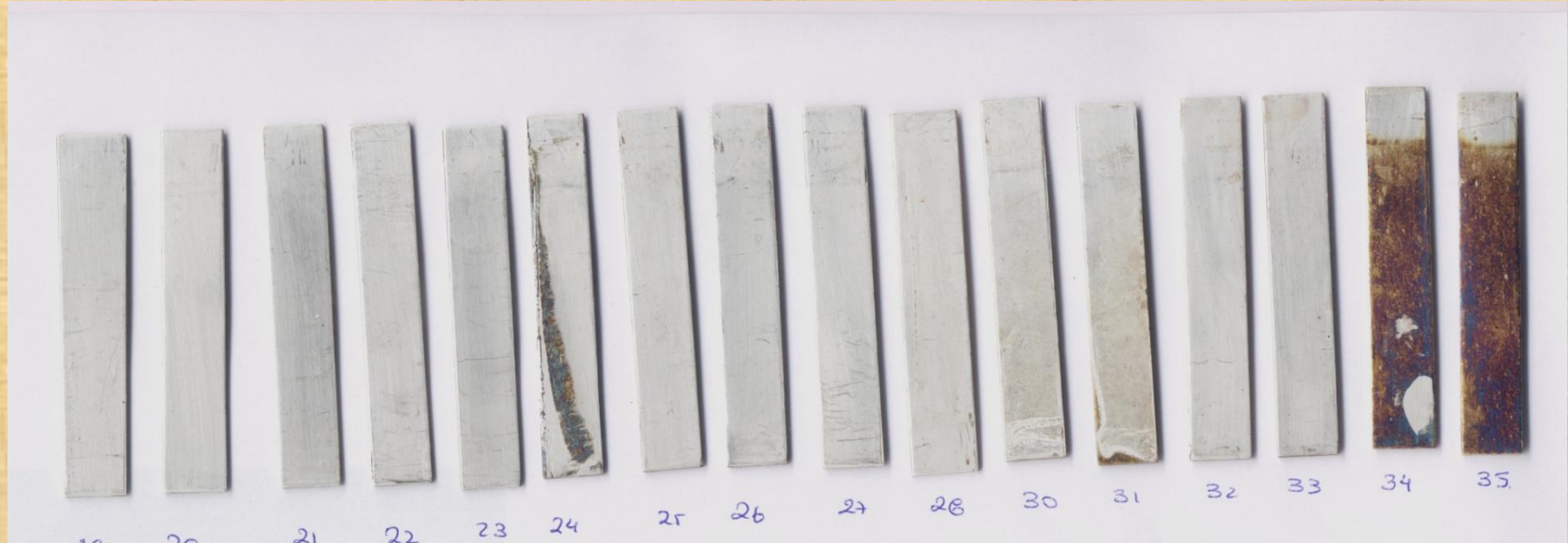
**copper + S2**



**bronze + S2**

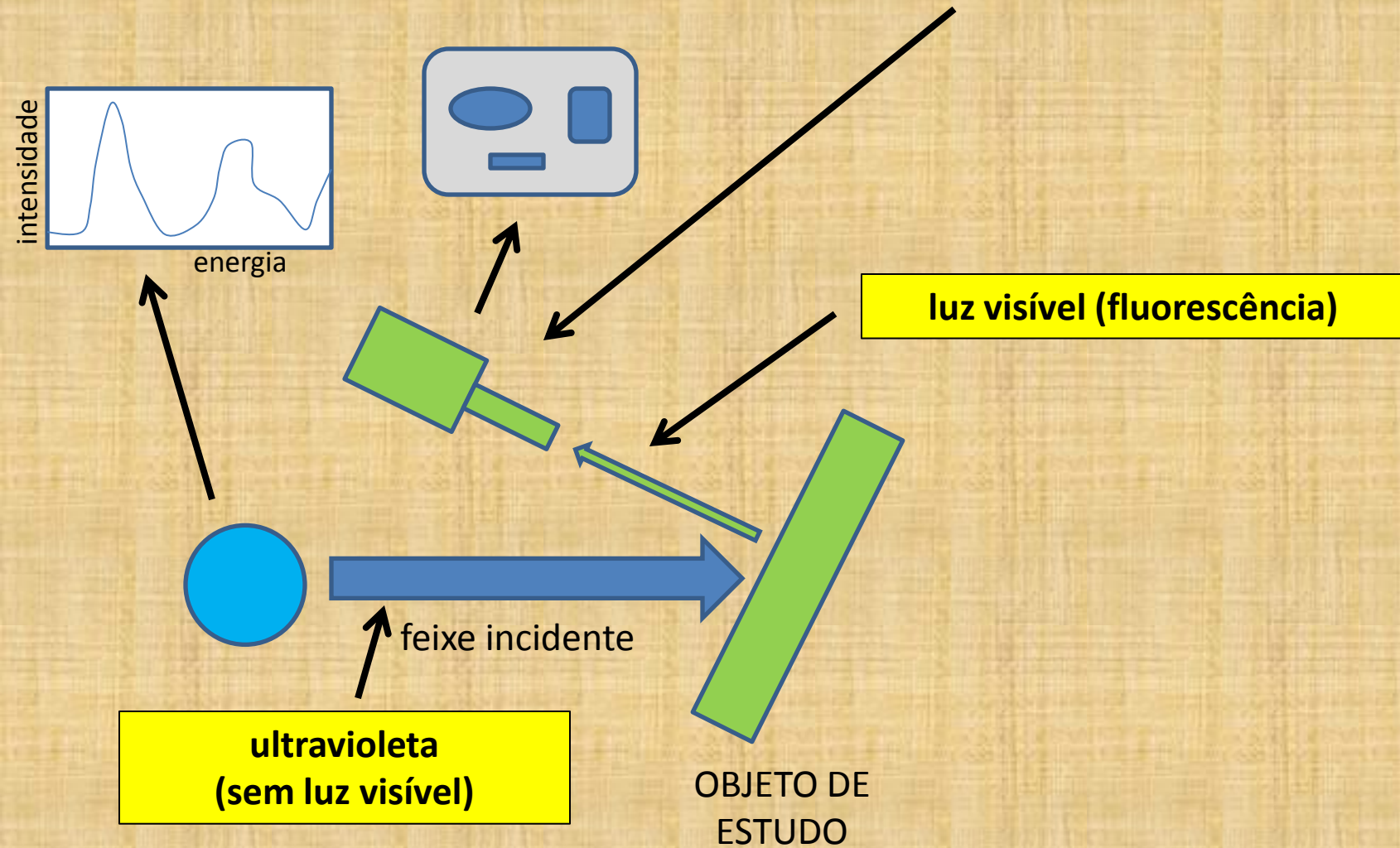
**Treated samples exposed to .5M NaCl solution for three days**

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

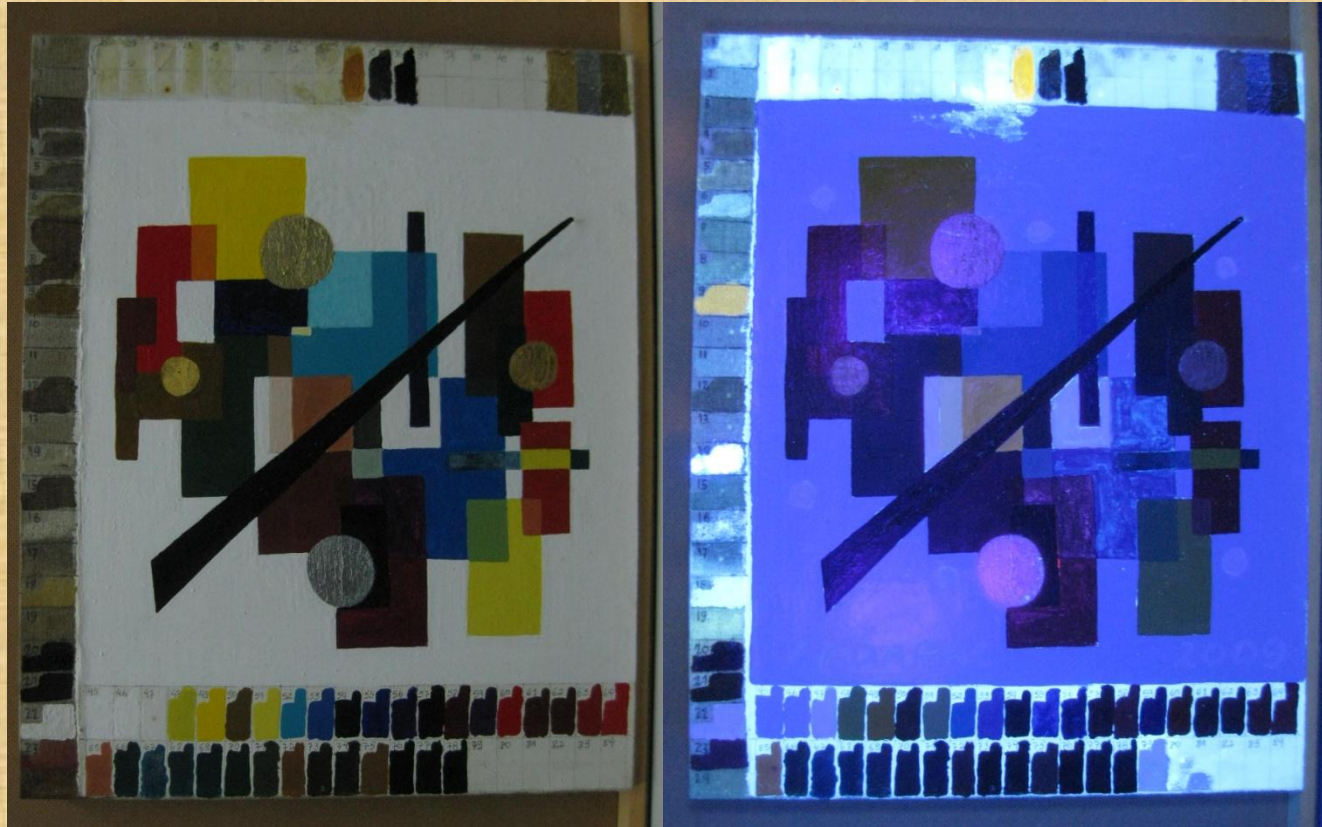


# Fotografia com luz ultravioleta incidente

câmara fotográfica sensível à luz visível



# Fluorescência em LV de UV



Quadro-modelo produzido por Márcia Rizzo





# Reflectografia em infravermelho

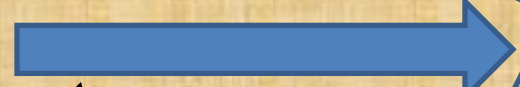
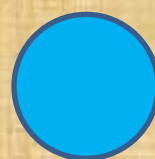
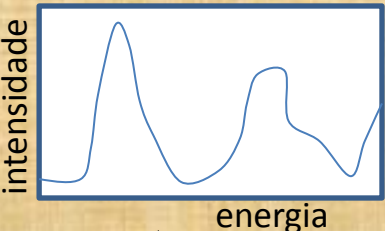
câmara fotográfica  
sensível ao  
infravermelho

filtro de luz visível

**infravermelho (+ luz visível)**

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

OBJETO DE  
ESTUDO

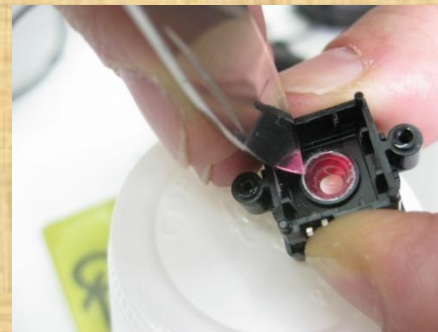


**infravermelho (+ luz visível)**

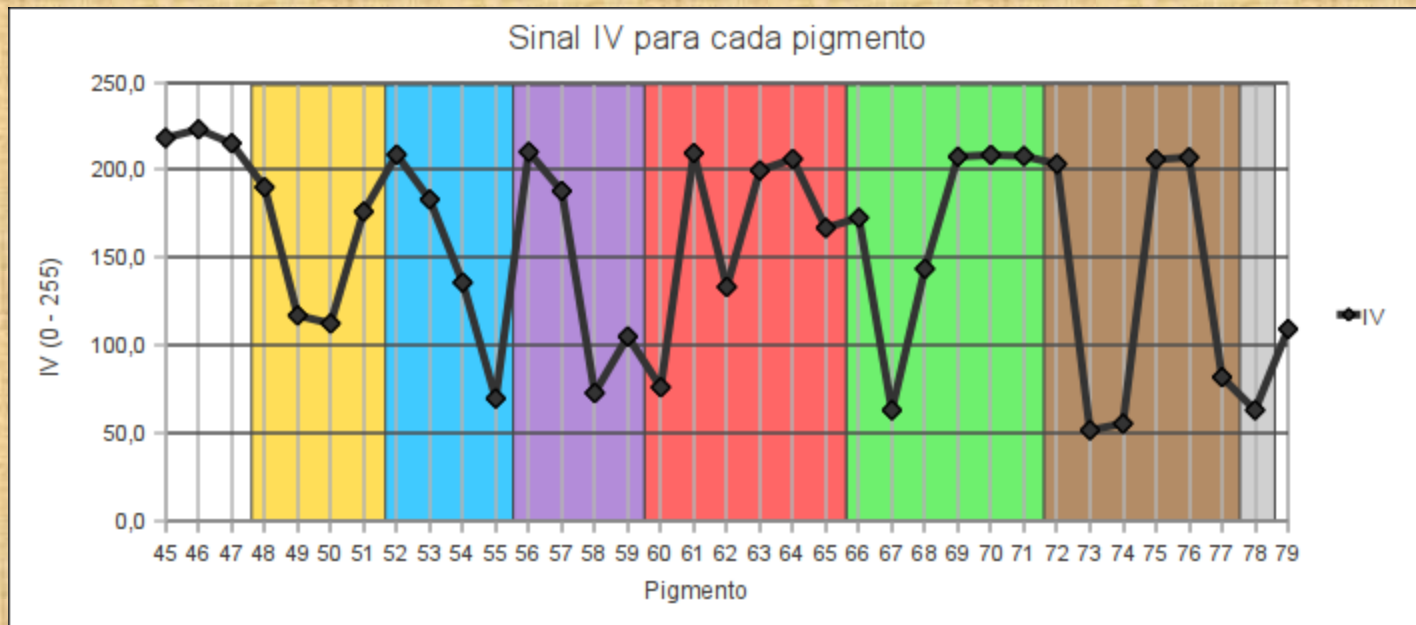
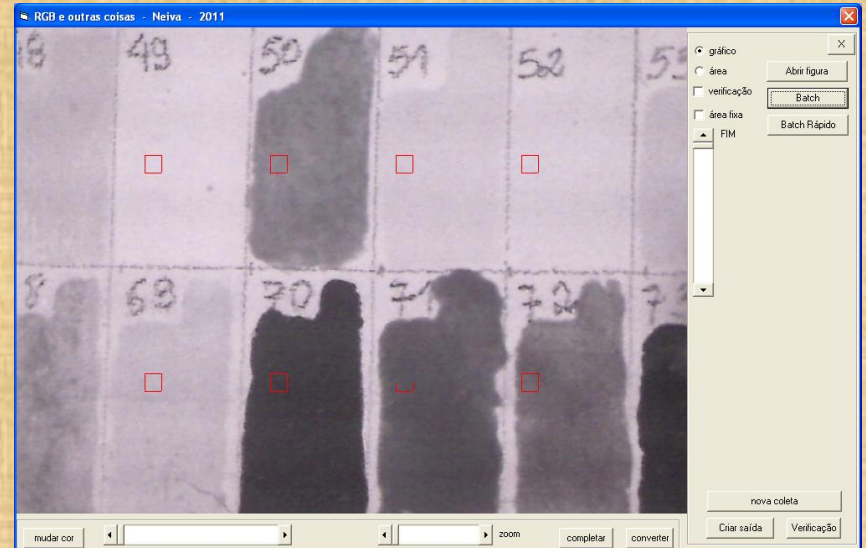
## EXEMPLO – REFLECTOGRAFIA NO INFRAVERMELHO PARA VER CAMADAS SUBJACENTES



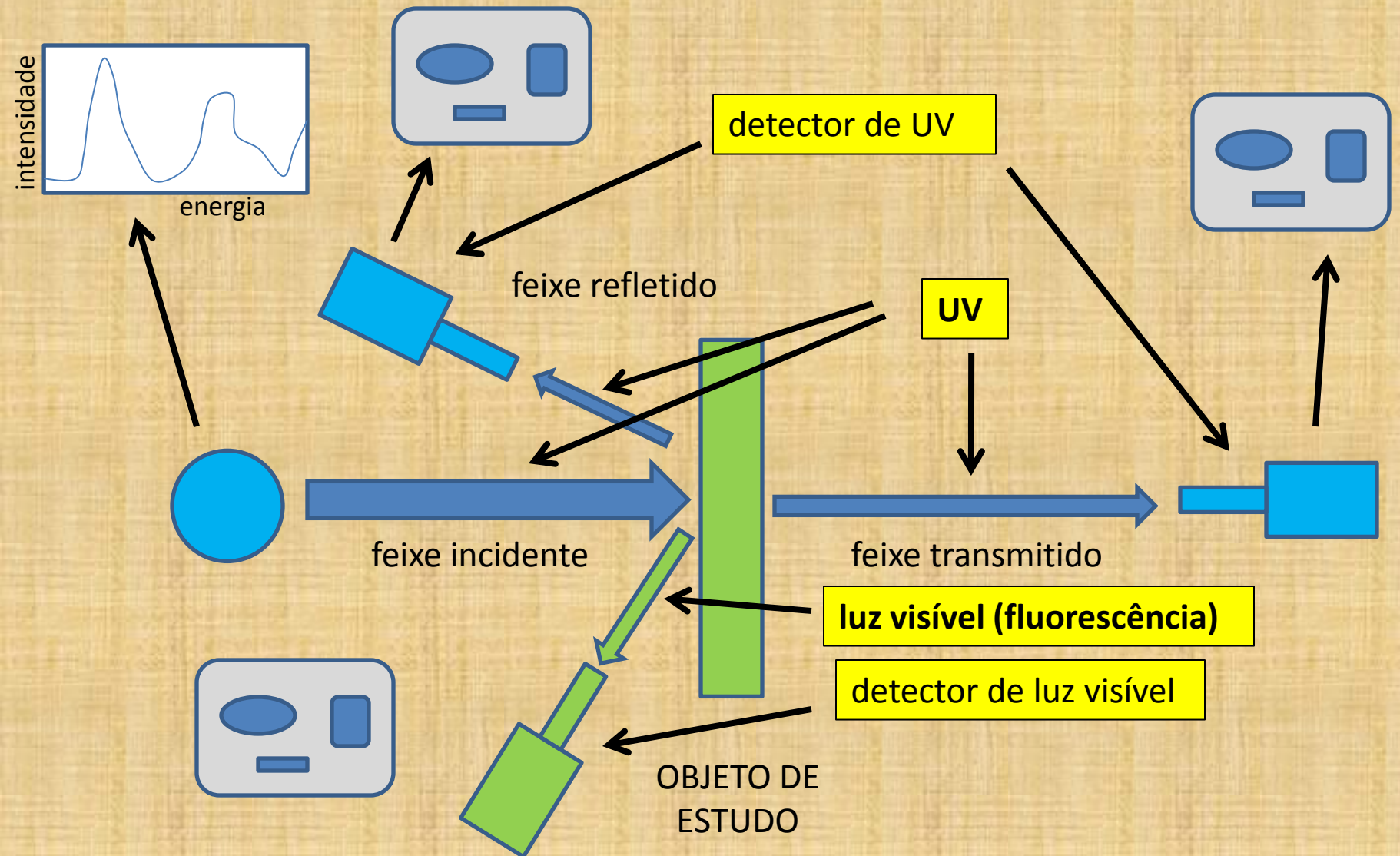
Pinacoteca



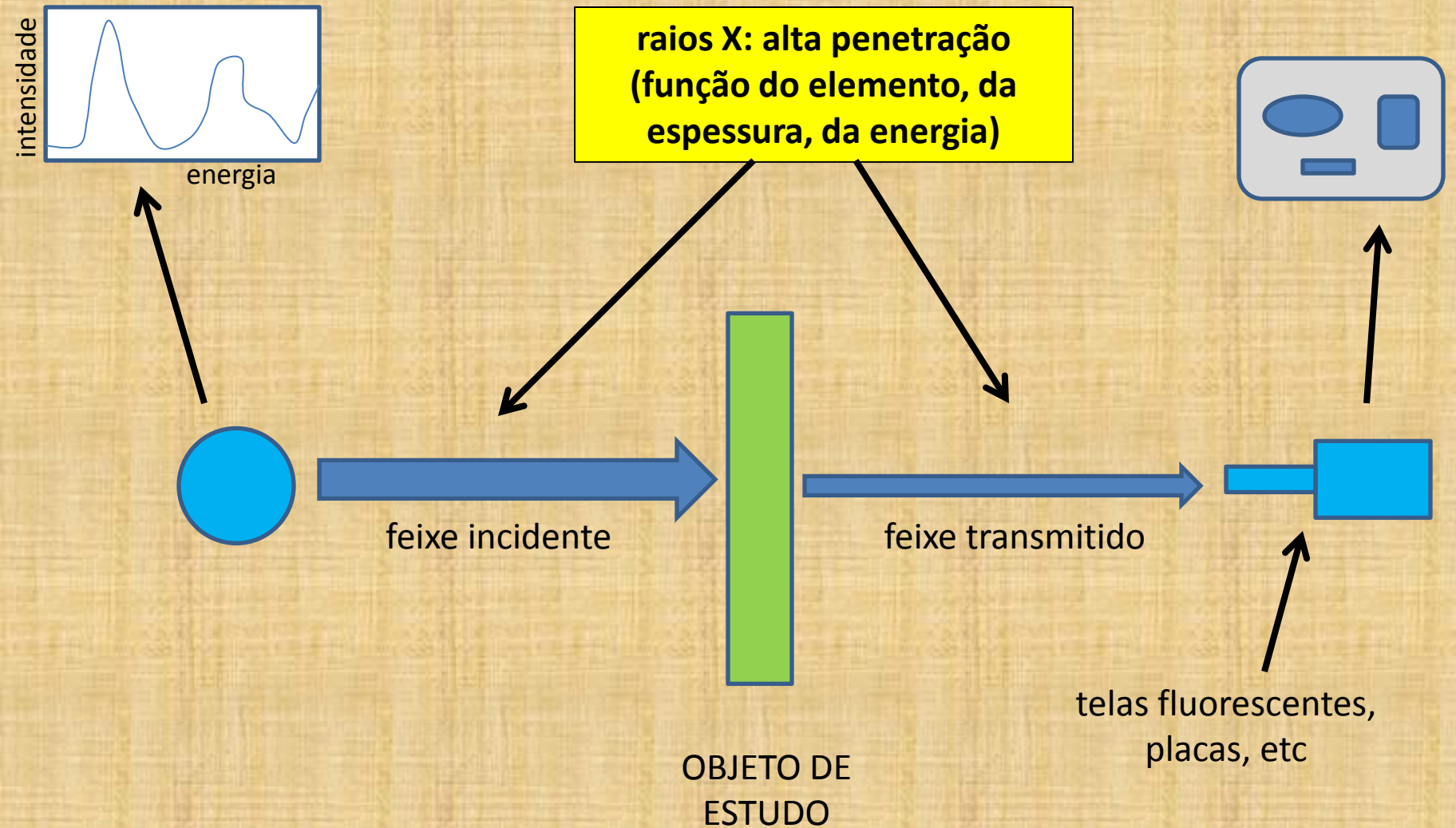
# EXEMPLO – REFLECTOGRAFIA NO INFRAVERMELHO PARA DIFERENCIAR PIGMENTOS



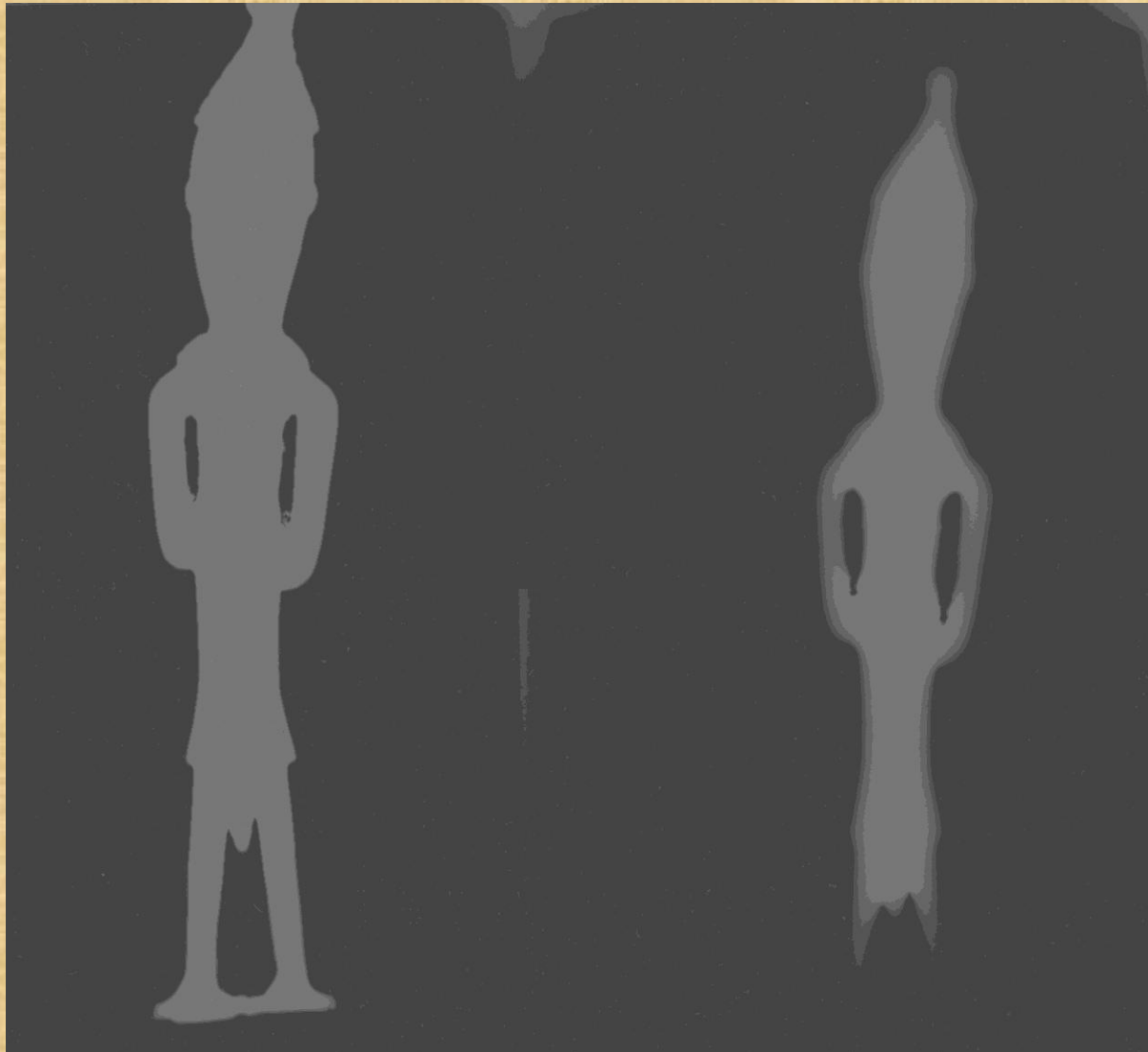
# Ultravioleta em geral (imageamento sem aumento, microscopia, imagem de UV ou de LV)



# Radiografia

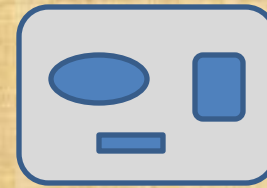


**EXEMPLO: radiografia de edan Ogboni**



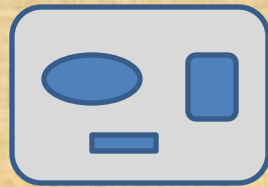
experimentos preliminares no setor de radiologia do HU-USP

# Microscopia eletrônica de varredura



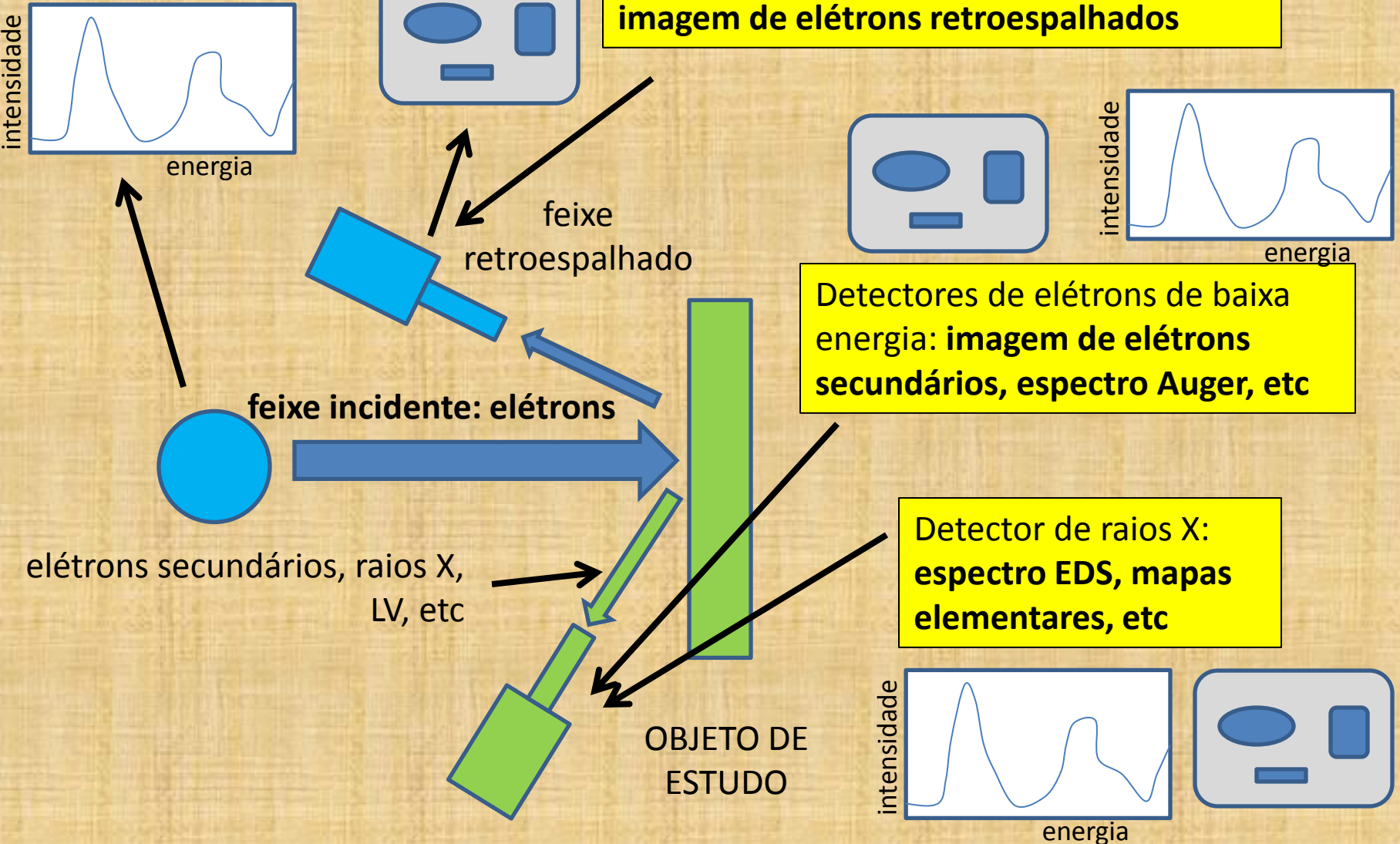
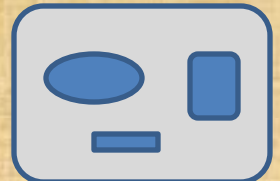
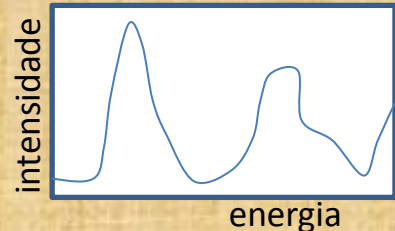
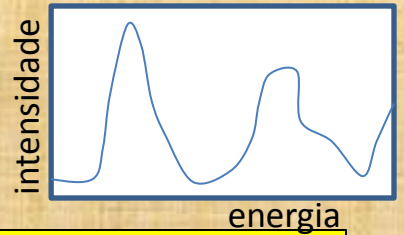
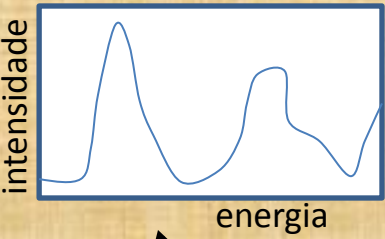
EBSD: imagem com orientação cristalina

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



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

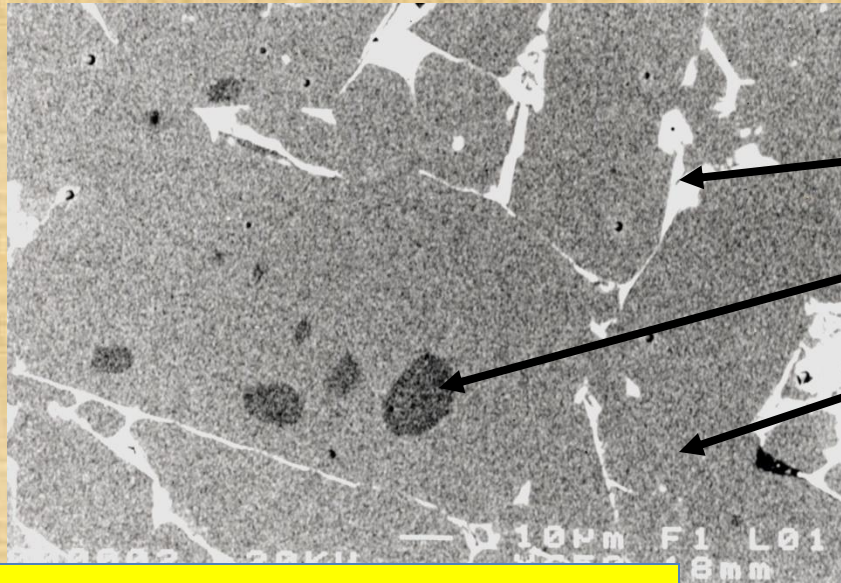
Detector de raios X: **espectro EDS, mapas elementares, etc**



# EXEMPLO: microscópio eletrônico de varredura

Pr-Fe-B

[retornar](#)



AED (raios X):

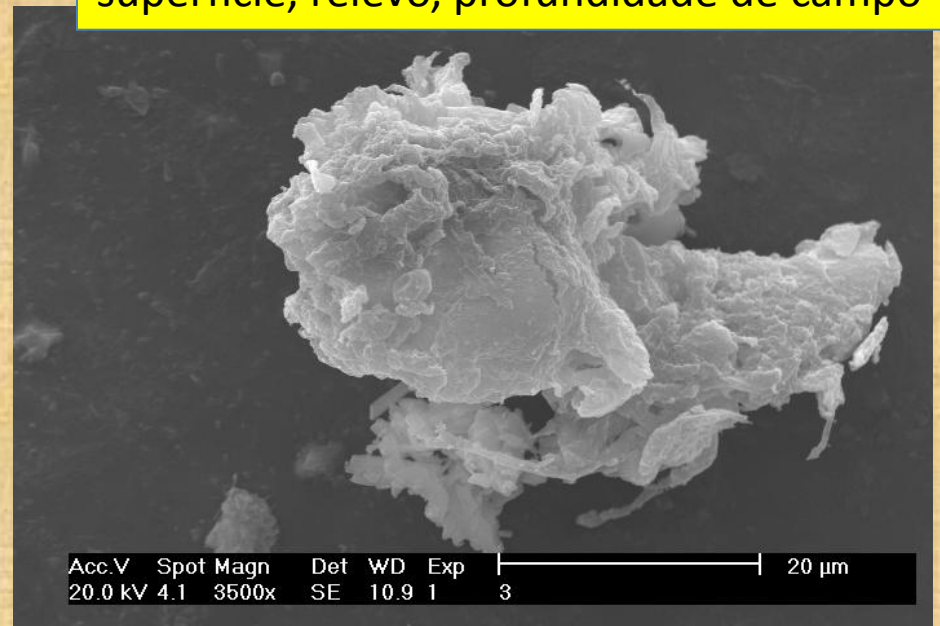
- 97,2%Pr 2,8%Fe
- fase com alto B
- 86,7%Fe 13,3%Pr (e B)

**Elétrons retroespalhados**

áreas claras – elementos pesados  
áreas escuras – elementos leves

**Elétrons secundários**

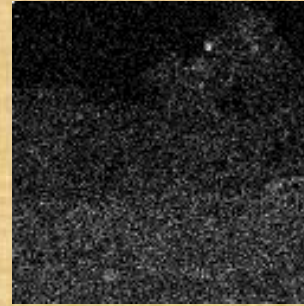
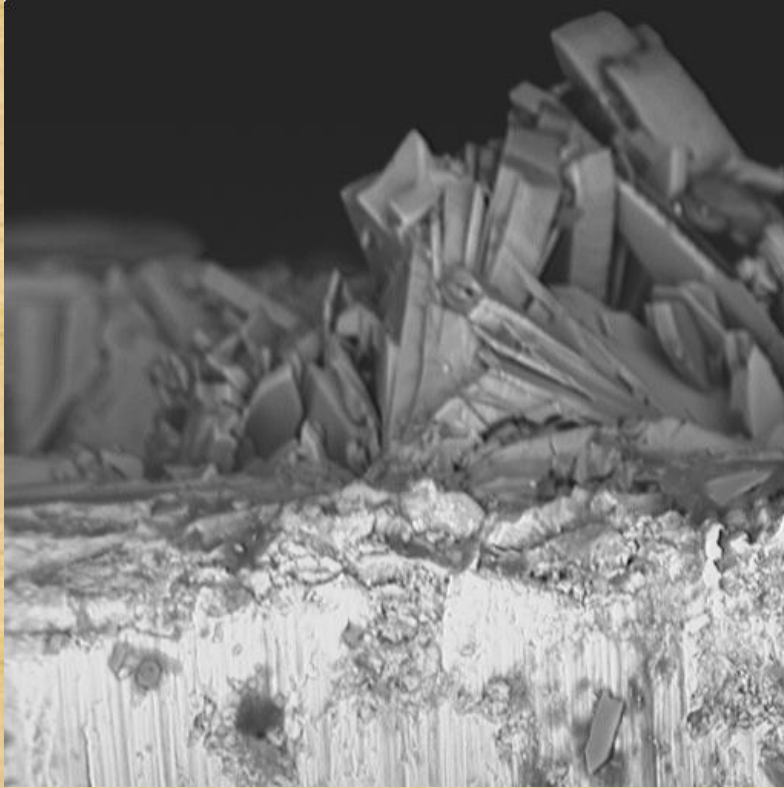
superfície, relevo, profundidade de campo



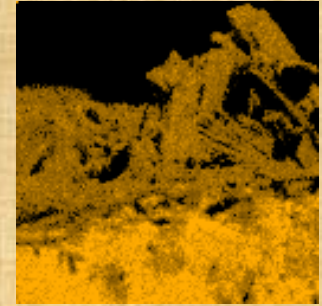
depósito de óxido de  
Ce sobre Al



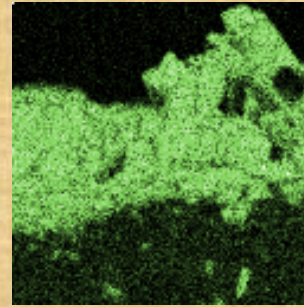
# EXEMPLO: mapas de composição (fluorescência de raios X) no MEV



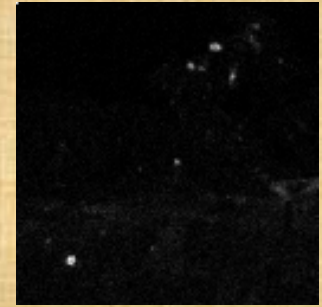
cloro



cobre

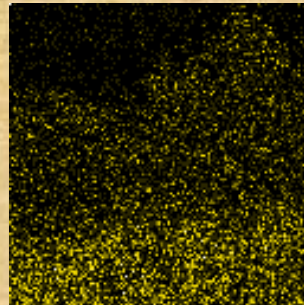


enxofre

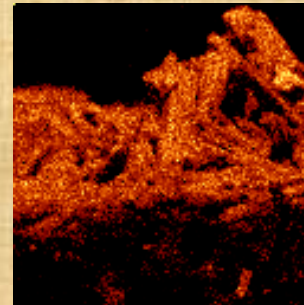


potássio

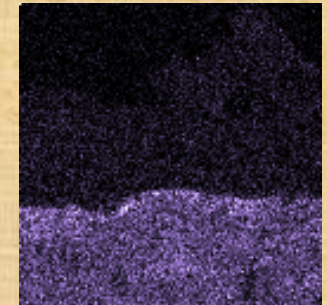
Neiva & Robiolla



zinco

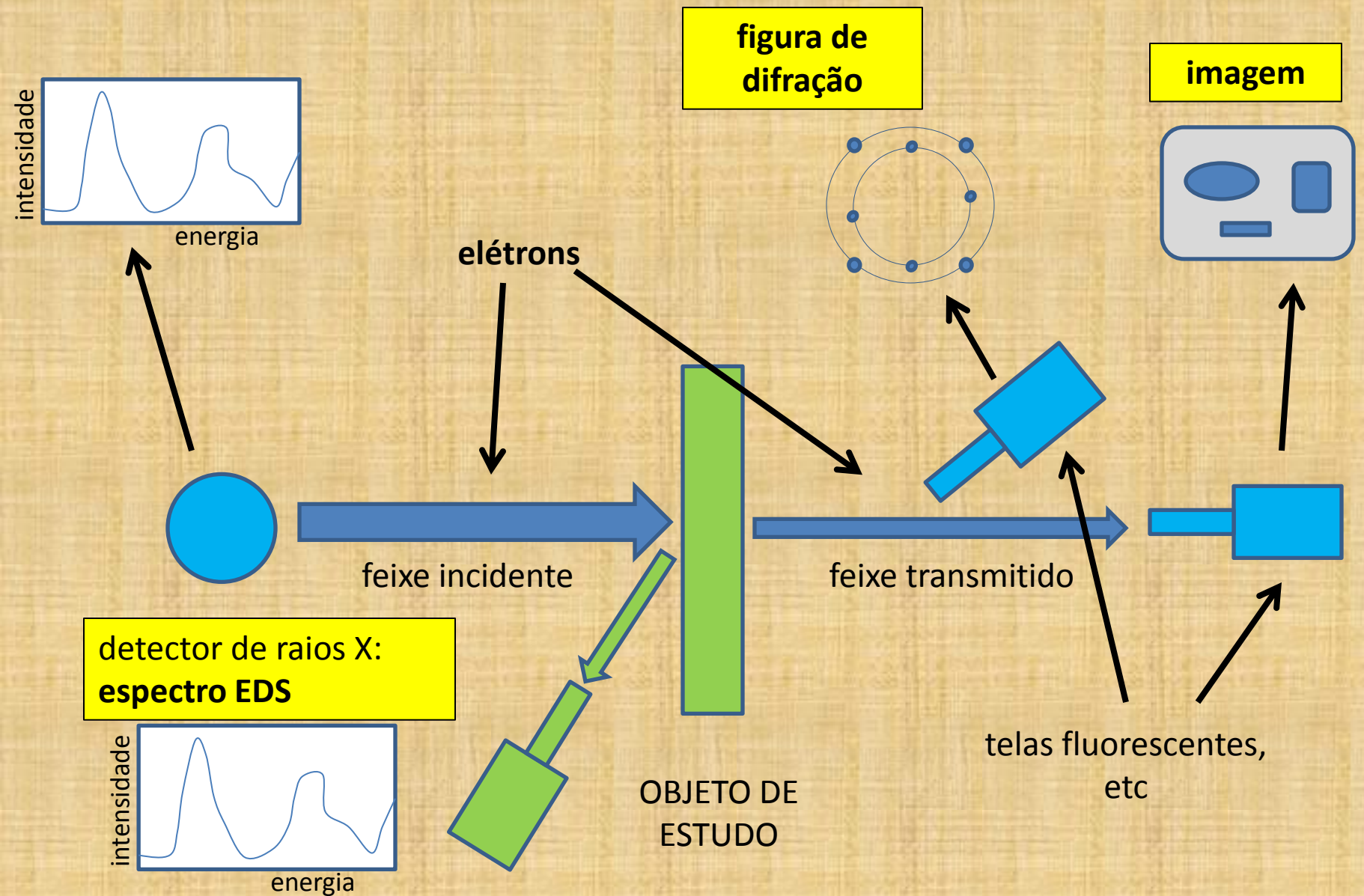


oxigênio

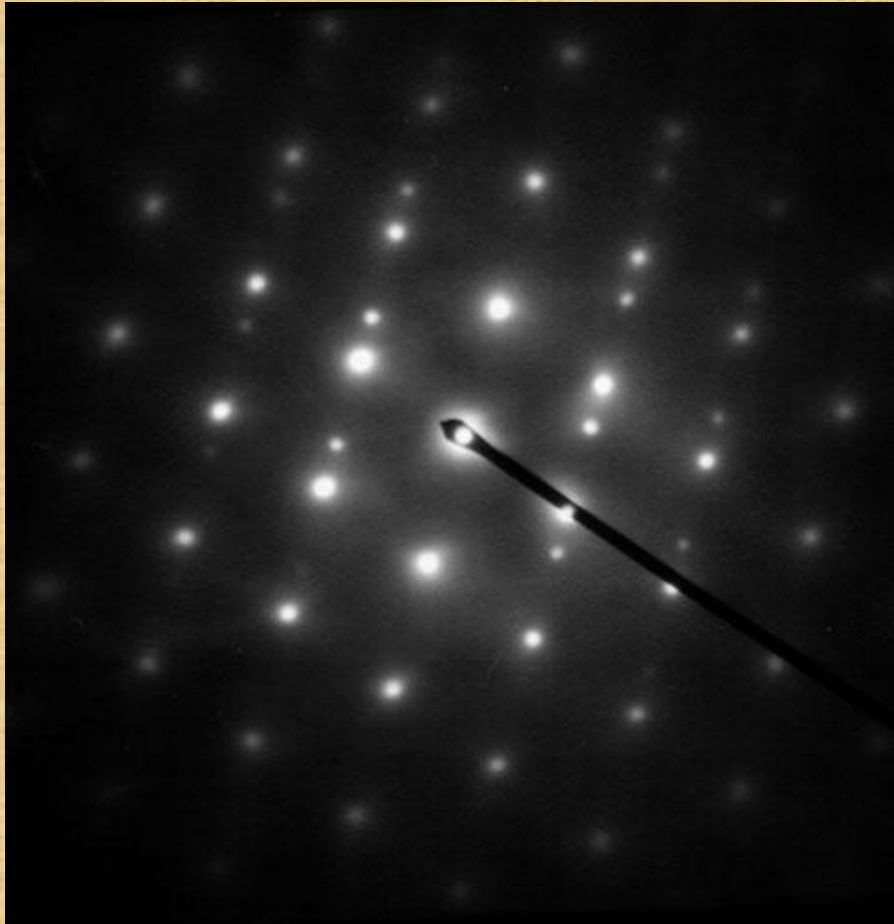


estanho

# Microscopia eletrônica de transmissão



## EXEMPLO: Microscopia eletrônica de transmissão



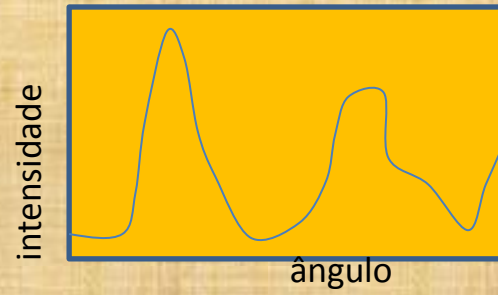
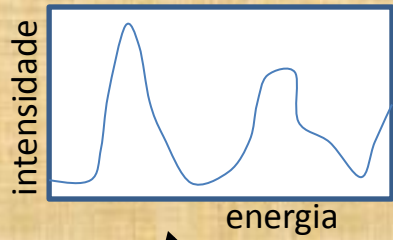
Zone axis diffraction pattern of twinned austenite in steel  
wiki



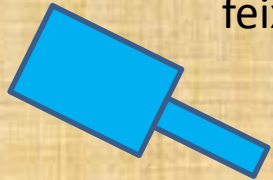
TEM Micrograph of Dislocations 1 (precipitate and dislocations in austenitic stainless steel)  
*Photomicrograph by Wikityke*

difração

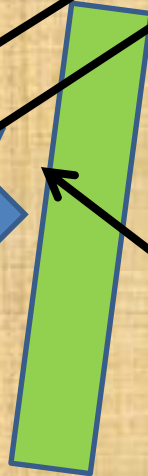
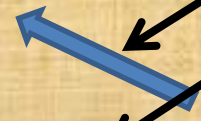
# Difração



feixe incidente



feixe difratado



OBJETO DE ESTUDO

raios X  
ou elétrons  
ou nêutrons

ângulos

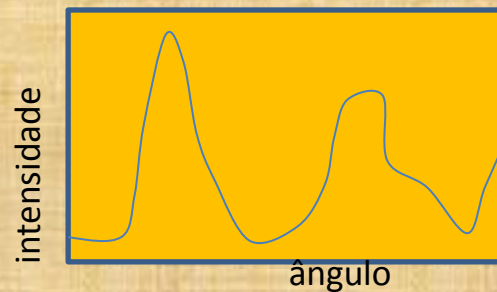
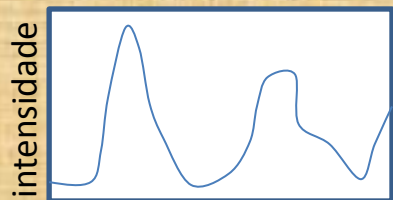
intensidade

energia

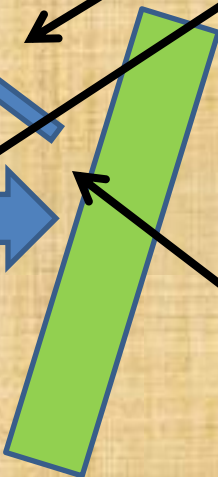
intensidade

ângulo

# Difração

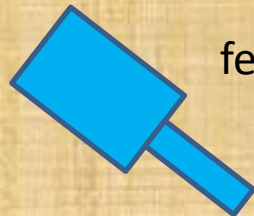
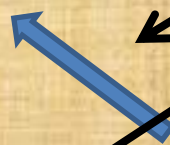


feixe incidente



OBJETO DE ESTUDO

feixe difratado

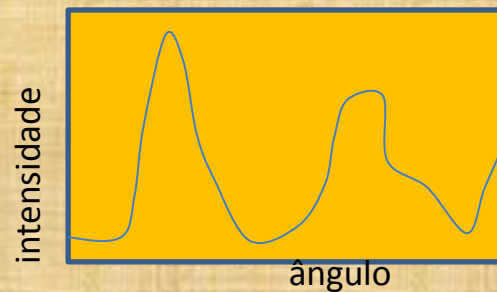


raios X  
ou elétrons  
ou nêutrons

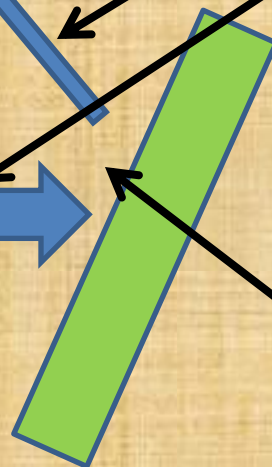
ângulos



# Difração



feixe incidente



OBJETO DE ESTUDO

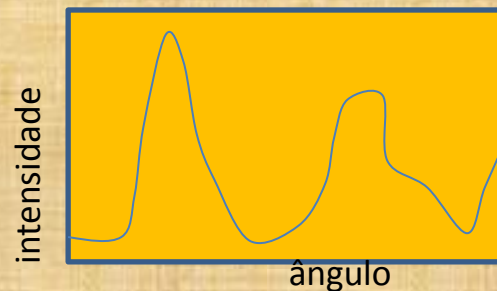
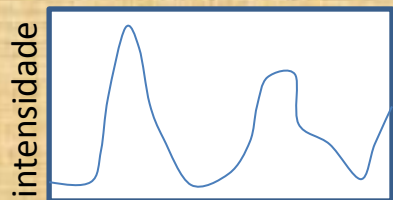


feixe difratado

raios X  
ou elétrons  
ou nêutrons

ângulos

# Difração



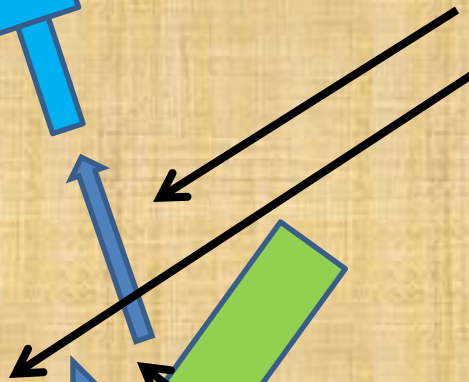
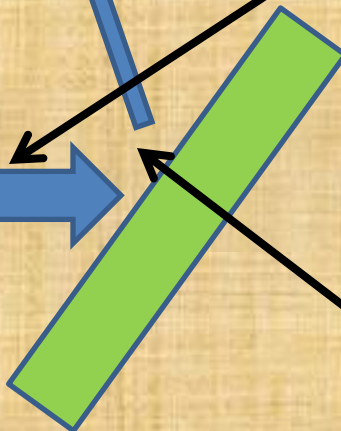
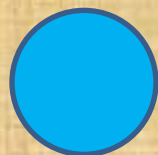
feixe difratado

raios X  
ou elétrons  
ou nêutrons

feixe incidente

ângulos

OBJETO DE  
ESTUDO





# EXEMPLO: Difração de Raios X

