



CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE MATERIAIS

SELMA LUIZA SILVA

**LABMAT
LABORATÓRIO DE MATERIAIS NUCLEARES**

CINA - CENTRO INDUSTRIAL NUCLEAR DE ARAMAR



LABMAT – LABORATÓRIO DE MATERIAIS NUCLEARES

O Laboratório de Materiais Nucleares – LABMAT, localizado no Centro Experimental ARAMAR em Iperó-SP, é administrado pelo Departamento de Materiais Nucleares do Centro Industrial Nuclear de Aramar.

PRODUÇÃO

DESENVOLVIMENTO

CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA

CARACTERIZAÇÃO FÍSICA – MICROESTRUTURAL , TÉRMICA E METROLÓGICA



PLANEJAMENTO DE PRODUÇÃO

PLANEJAMENTO DE PRODUÇÃO

Fabricação de um produto → requer planejamento de produção.

Seleção dos materiais

- Custos
- Necessidades técnicas exigidas

Prever o comportamento do material em serviço , programar e controlar propriedades e características.

- Estruturas internas e
- Propriedades dos materiais



CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE MATERIAIS

- A caracterização microestrutural desempenha um papel fundamental na Engenharia de Materiais e na Ciência dos Materiais.
- Várias técnicas são utilizadas no LABMAT - difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura, microscopia ótica, microscopia de força atômica, entre outras.
- Além da infraestrutura de caracterização, existe grande interesse no desenvolvimento de métodos de caracterização e técnicas de análise.



MICROESTRUTURA

Estrutura do material → profunda influência em suas *propriedades*, mesmo que não haja alteração em sua composição química.

Por exemplo:

Fio de cobre puro flexionado repetidamente → mais duro, mais frágil, e aumento da resistividade elétrica.

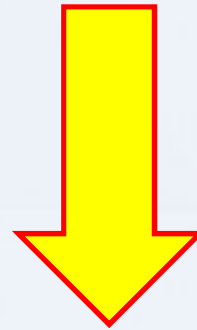
- A composição química do fio não foi modificada.
- Mudanças em suas propriedades estão relacionadas às modificações em sua estrutura interna.
- Não há mudança no material em escala macroscópica.
- Estrutura modificada *escala microscópica* → *microestrutura*.

Entendimento das mudanças microscópicas → Controle de suas propriedades.



CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS



FUNDAMENTAL PARA CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL



PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS

ESSENCIAL PARA AS TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

CORTE

EMBUTIMENTO

LIXAMENTO E POLIMENTO

POLIMENTO E ATAQUE QUÍMICO

POLIMENTO E ATAQUE ELETROLÍTICO





CORTE

Ajuste da amostra na dimensão e região desejada

Corte abrasivo e com refrigeração

Baixo Aquecimento e deformação





EMBUTIMENTO

BAIXA TEMPERATURA E PRESSÃO

EMBUTIMENTO A FRIO





LIXAMENTO E POLIMENTO

ACABAMENTO NA AMOSTRA

REDUZIR A RUGOSIDADE

PLANICIDADE

DEFORMAÇÃO MÍNIMA

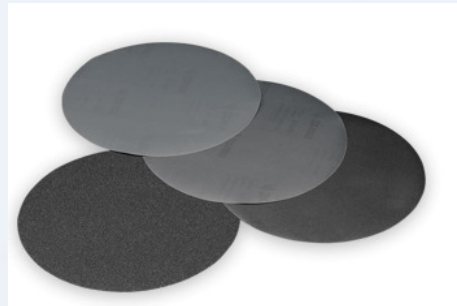
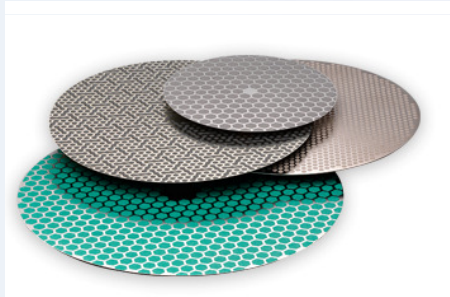
REPRODUTÍVEL





LIXAMENTO E POLIMENTO

CONSUMÍVEIS





POLIMENTO E ATAQUE QUÍMICO



DECAPAGEM DE AMOSTRA

NÃO HÁ TENSÕES SUPERFICIAIS

REVELAÇÃO DA
MICROESTRUTURA

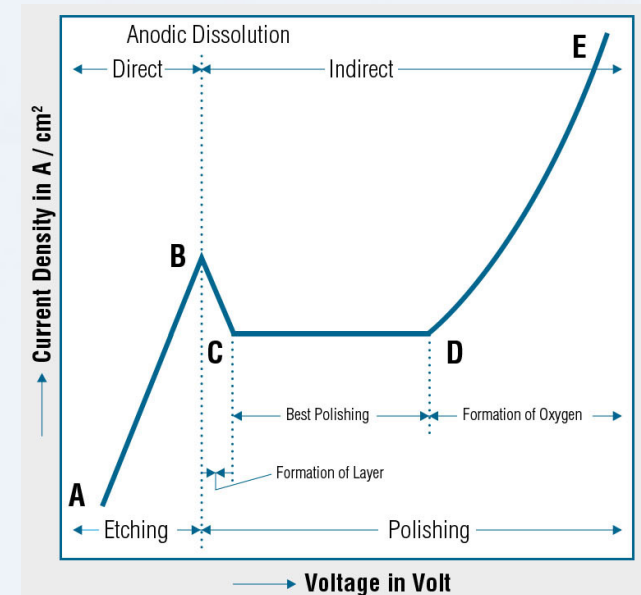
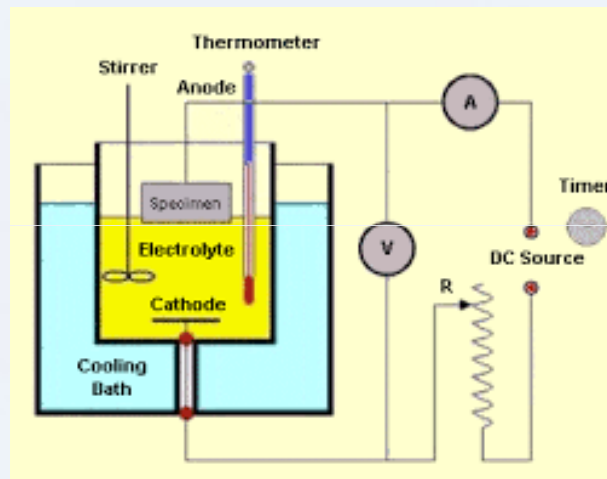


POLIMENTO E ATAQUE ELETROLÍTICO

DECAPAGEM DA AMOSTRA

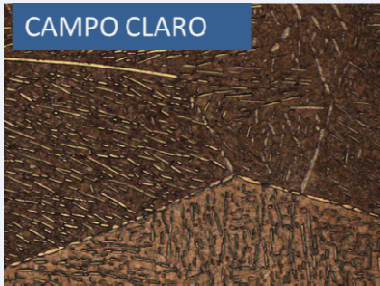
NÃO HÁ TENSÕES SUPERFICIAIS

REVELA A MICROESTRUTURA



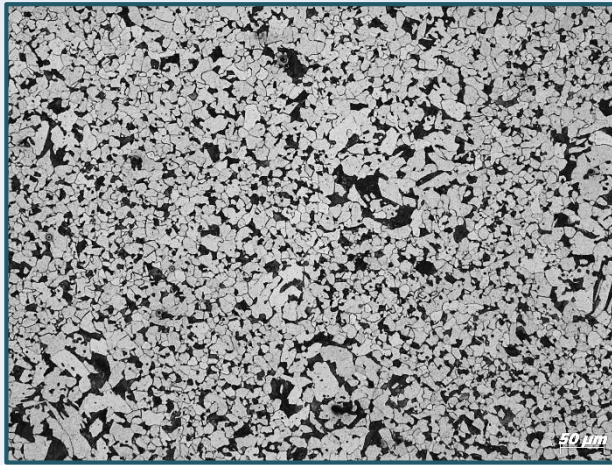


MICROSCOPIA ÓTICA

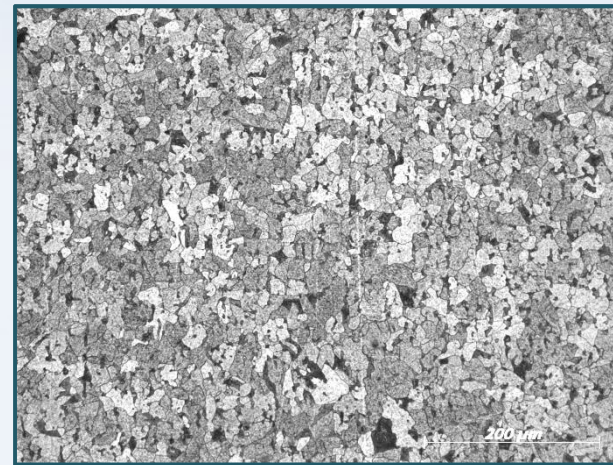




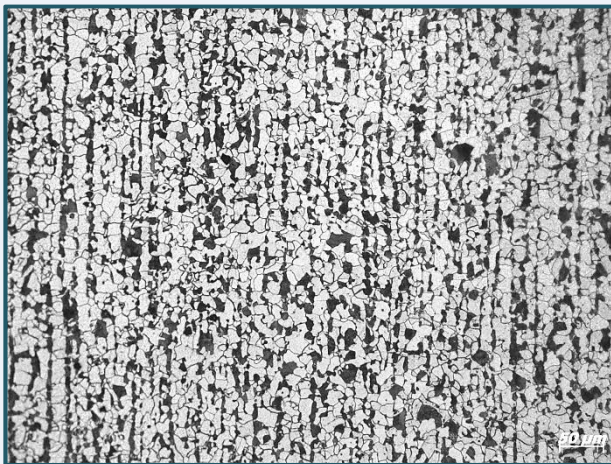
AVALIAÇÃO DA MICROESTRUTURA DE AÇO



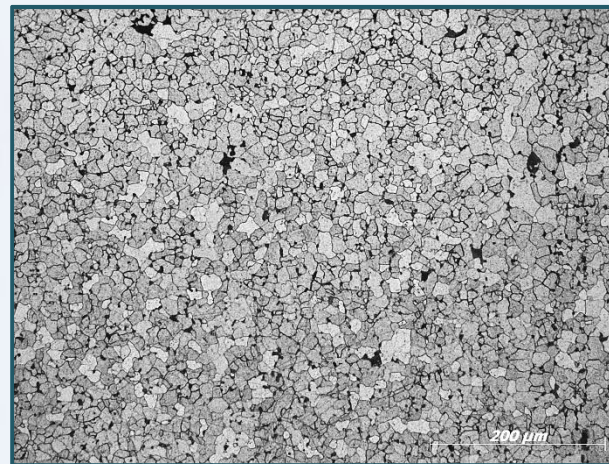
Chapa em aço carbono ASTM A516 Gr 70
normalizada #3/8"



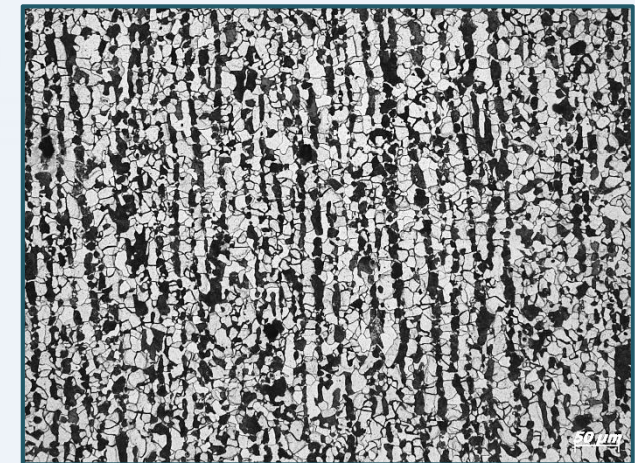
Chapa em aço carbono ASTM A516 Gr 70
normalizada #3/8"



Chapa em aço carbono ASTM A516 Gr 70
normalizada, #1/2"



Chapa em aço carbono ASTM A516 Gr 70
normalizada, #3/8"



Chapa em aço carbono ASTM A516 Gr 70
normalizada, #5/8"

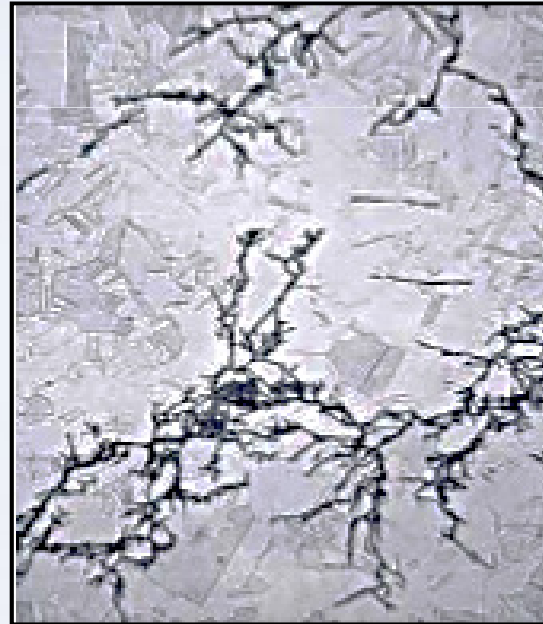


FRATURA

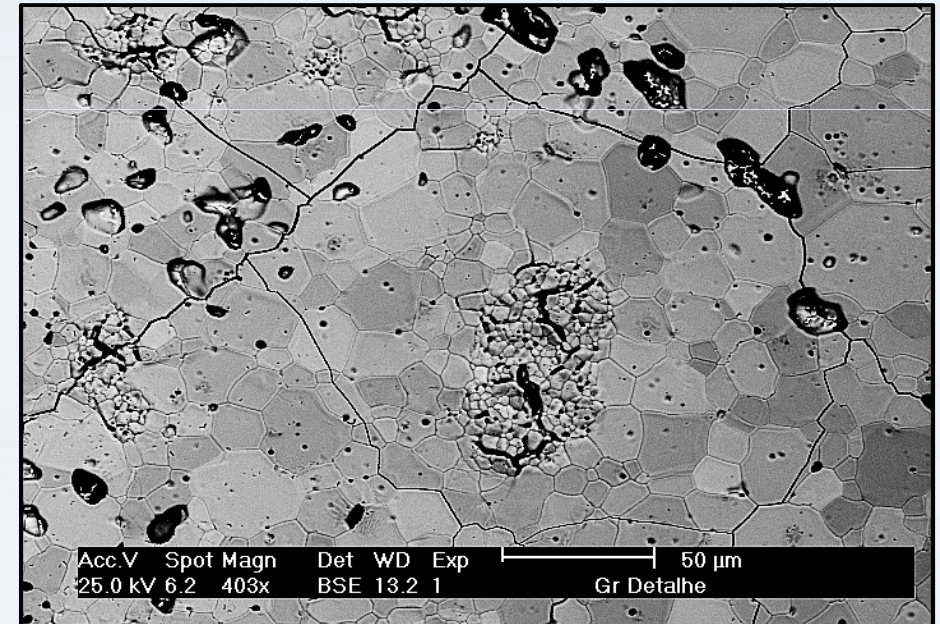


Corrosão sob tensão de tubo de Inconel
em um trocador de calor
Fratura intergranular

Fonte: Corrosão e Proteção
João Salvador Fernandes



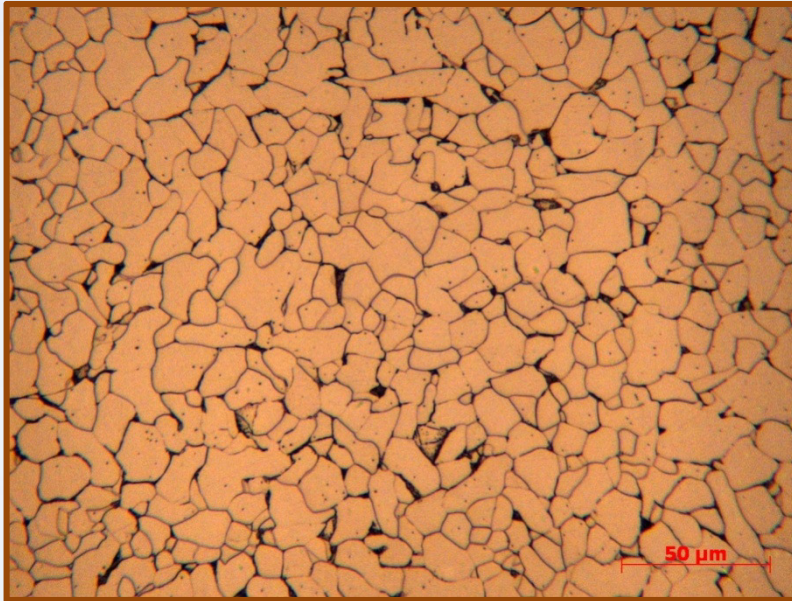
Corrosão sob tensão
Fratura transgranular



Fratura intergranular e transgranular

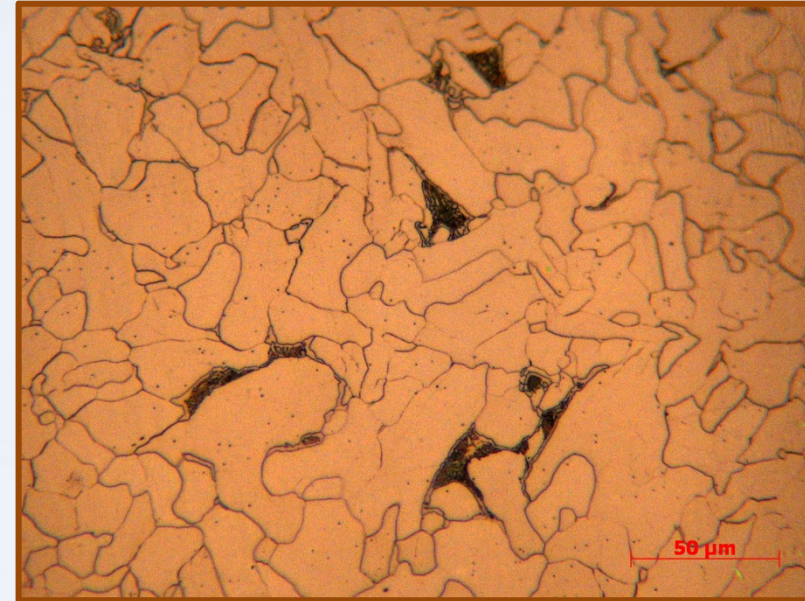


DETERMINAÇÃO DO TAMANHO MÉDIO DE GRÃOS



Aço 1020 - Chapa

Tamanho Médio de Grãos - Aço 1020 -Chapa		
Tamanho Médio	9,7	μm
Desvio Padrão	0,6	μm

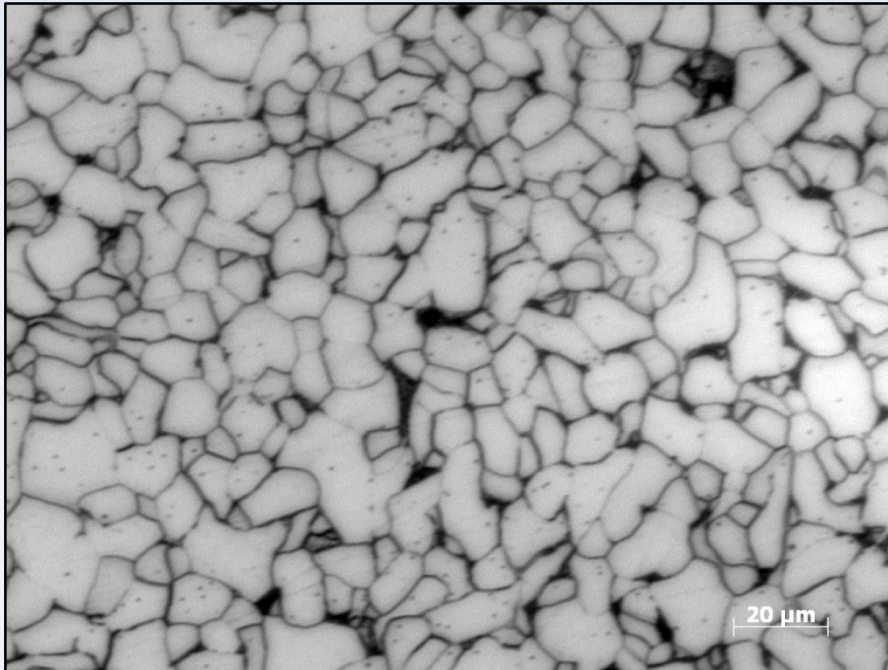


Aço 1020 - Barra

Tamanho Médio de Grãos - Aço 1020 -Barra		
Tamanho Médio	14,8	μm
Desvio Padrão	0,8	μm

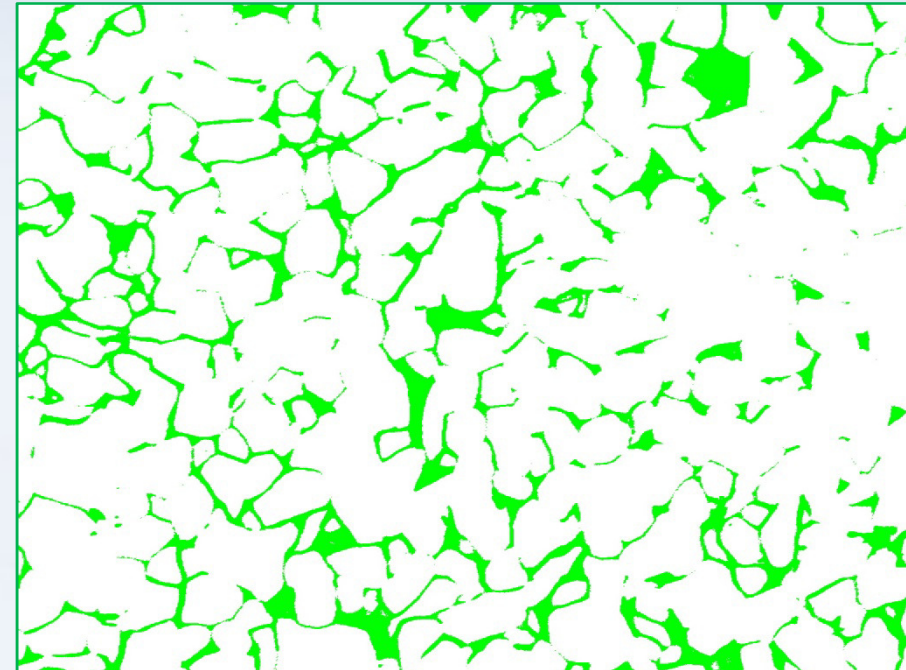


QUANTIFICAÇÃO



(a)

Amostra Aço 1020 – Chapa
Micrografia de uma das áreas analisadas



(b)

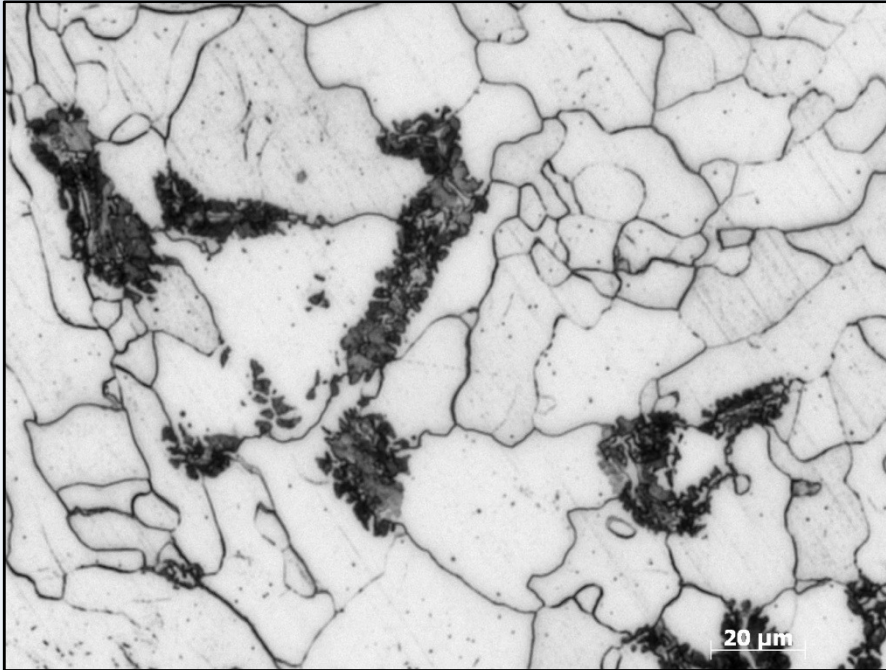
Amostra Aço 1020 – Chapa
Distribuição de Perlita

Quantificação Perlita/Ferrita

Perlita	13,52%
Ferrita	86,48%



QUANTIFICAÇÃO



(a)

Amostra Aço 1020 – Barra
Micrografia de uma das áreas analisadas



(b)

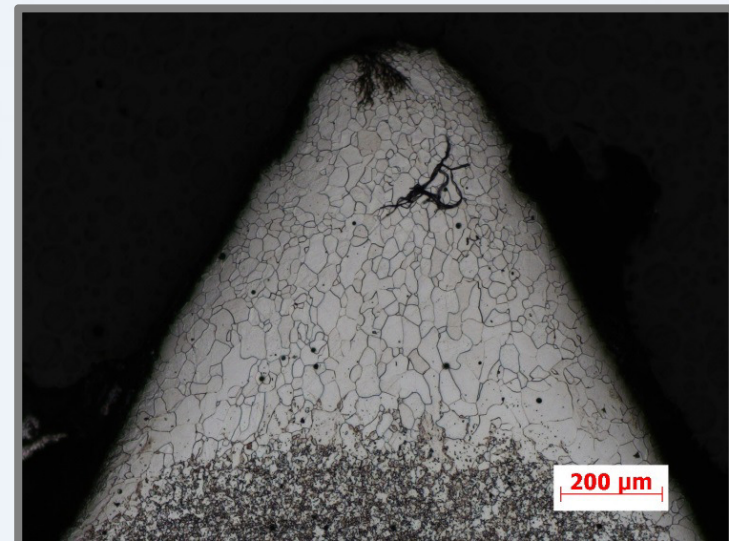
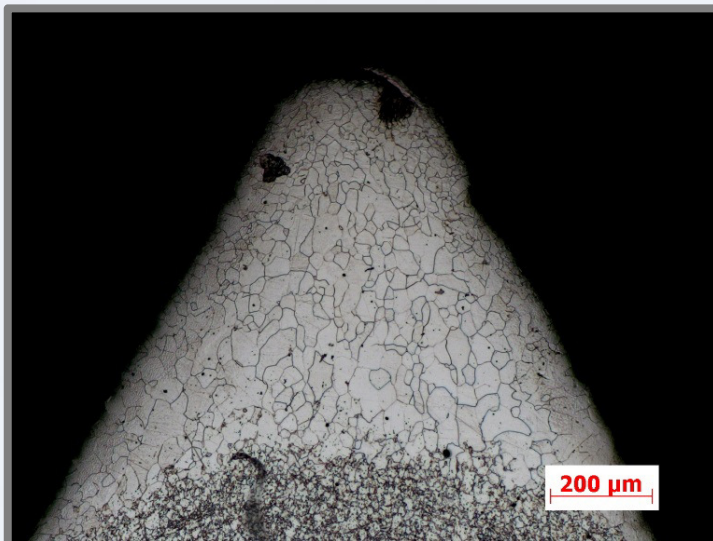
Amostra Aço 1020 – Barra
Distribuição de Perlita

Quantificação Perlita/Ferrita

Perlita	21,10%
Ferrita	78,90%

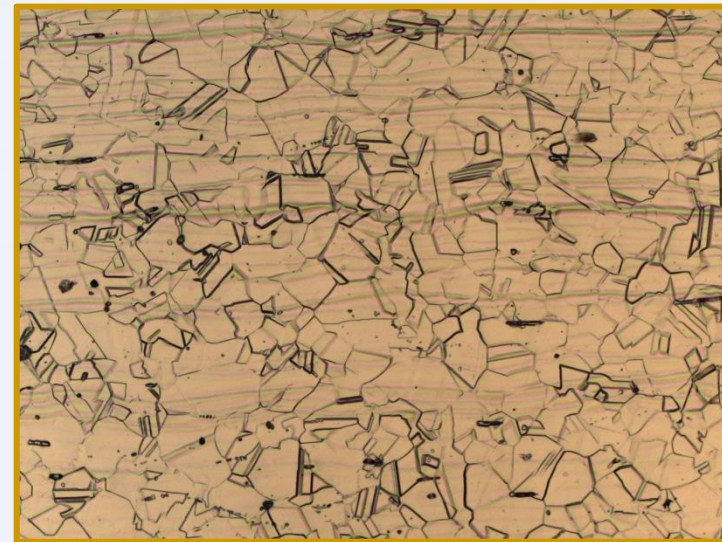


DESCARBONETAÇÃO



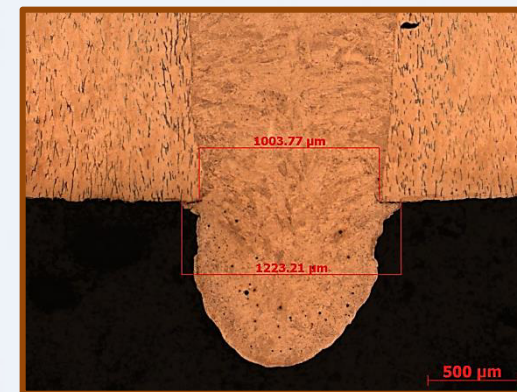
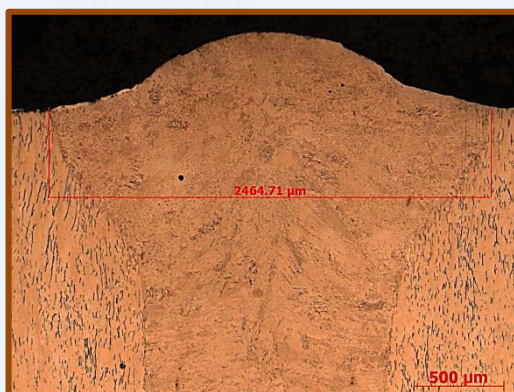
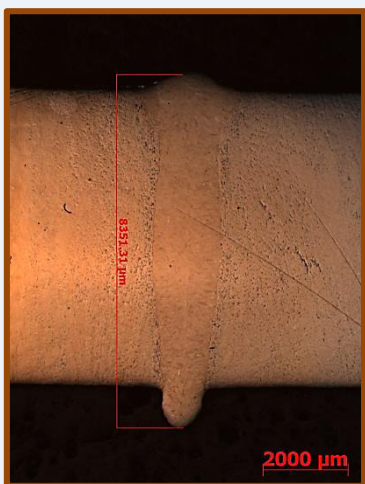
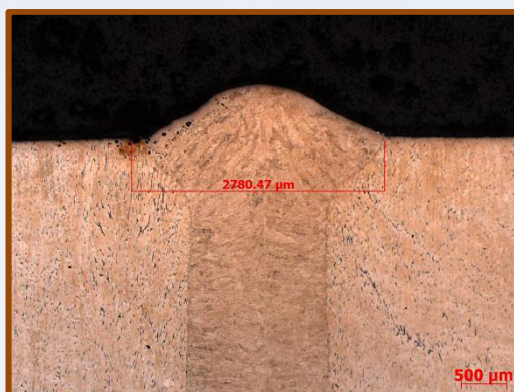
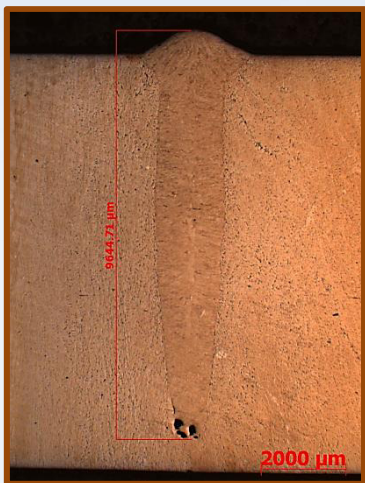


DESENVOLVIMENTO DE ATAQUE PARA AVALIAÇÃO DA MICROESTRUTURA DE MONEL





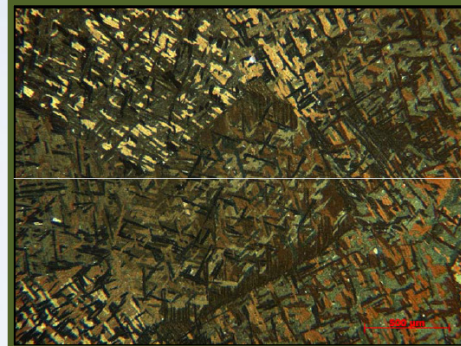
AVALIAÇÃO DE SOLDA



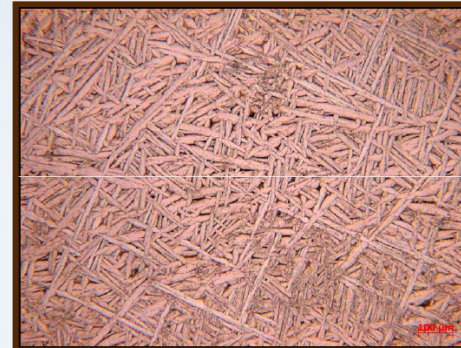


AVALIAÇÃO DE MICROESTRUTURA – DESENVOLVIMENTO/PROCESSAMENTO

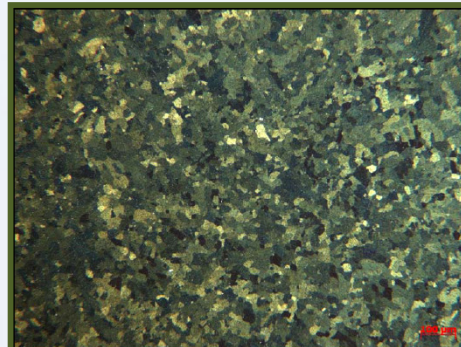
Microestrutura Zircaloy-4 CR – Placas
da fase α (hexagonal compacta)
nucleadas em grãos da fase β (ccc)



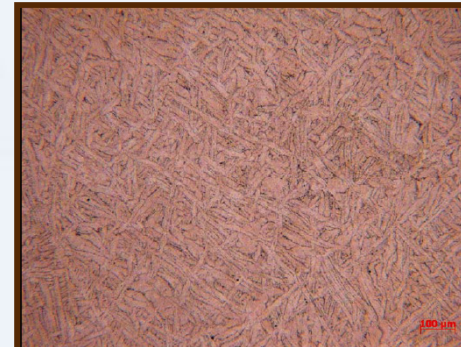
Microestrutura Zircaloy-4 CR – Campo Claro



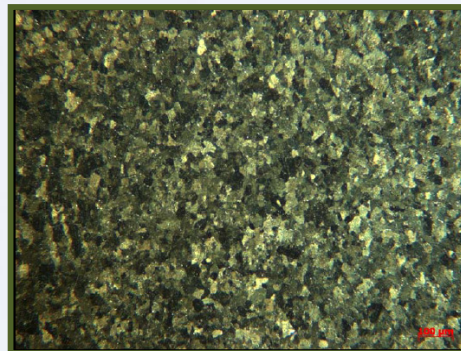
Microestrutura Zircaloy-4 TT 700°C/20min/Lam 30%
Grãos da fase α recristalizados



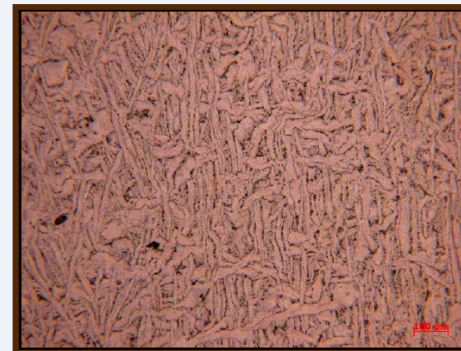
Microestrutura Zircaloy-4 TT
700°C/20min/Lam 30%– Campo Claro



Microestrutura Zircaloy-4 2TT 700°C/20min/Relam
30%– Grãos da fase α recristalizados

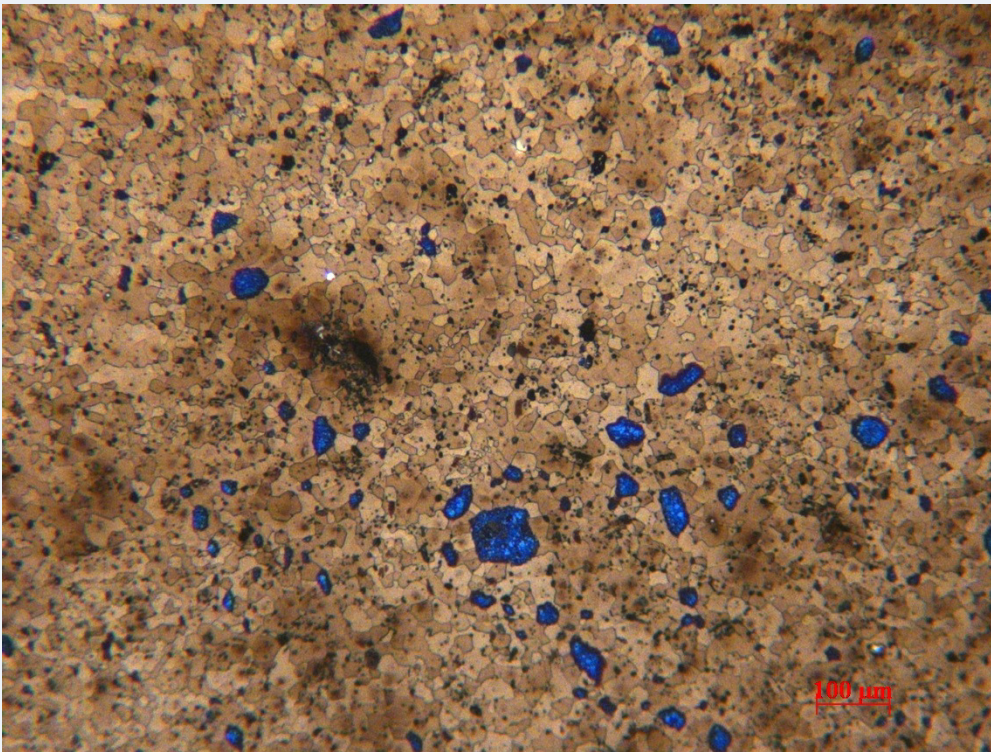


Microestrutura Zircaloy-4 2TT
700°C/20min/Relam 30%– Campo Claro





DETERMINAÇÃO DE FASES LIVRES

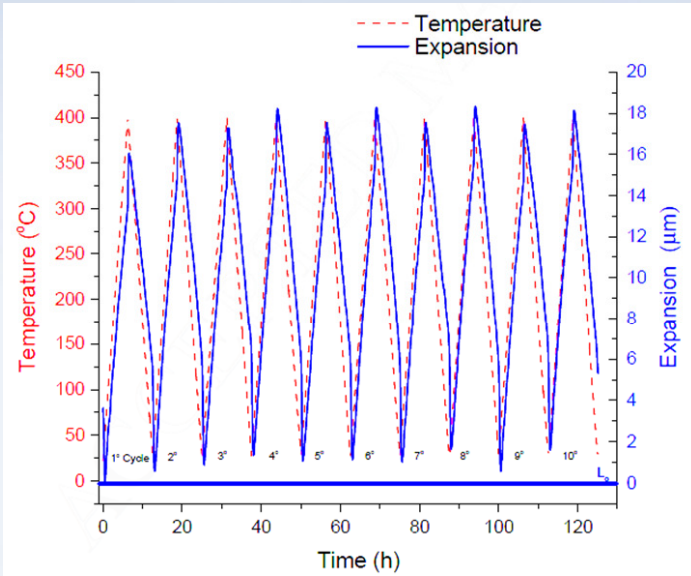


Região atacada quimicamente

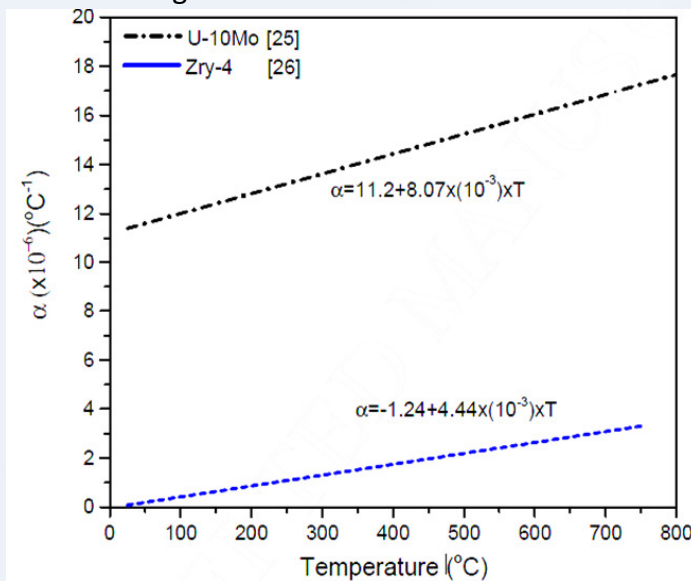
Determinação de Fase 1 e Fase 2 - Livre	
Fase 1 livre (% de área)	1,94
Fase 2 (% de área)	0,004
Fração livre de Fase 2 (% em relação ao teor de Fase 2)	0,05
Solução Sólida (% de área)	98,05
Tamanho Médio de Partícula Fase 1 (μm)	$18,88 \pm 10,49$
Tamanho Médio de Partícula Fase 2 (μm)	$11,57 \pm 1,17$



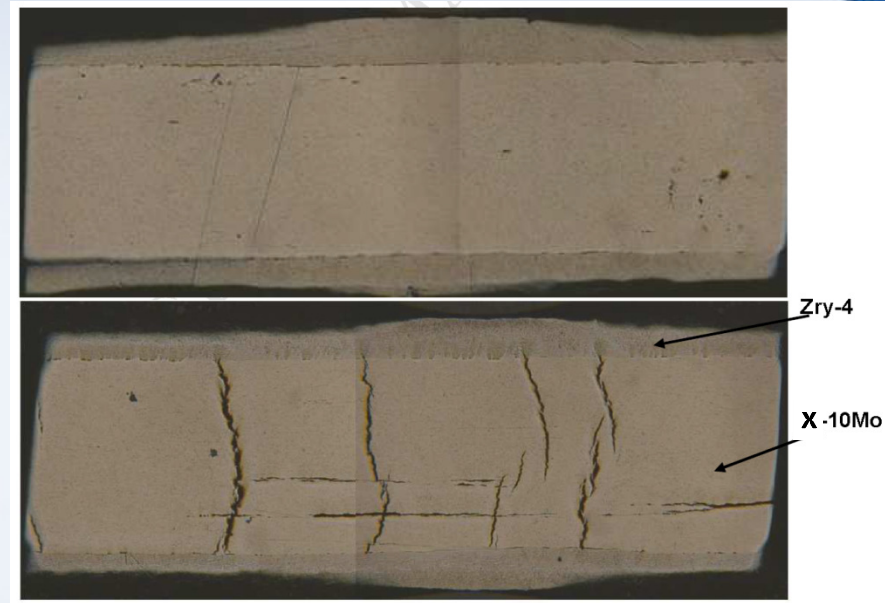
Micrografia Ótica Antes e após Ciclagem Térmica



Ciclagem Térmica em Dilatômetro



Coeficiente de Expansão Linear para X-10Mo e Zry-4

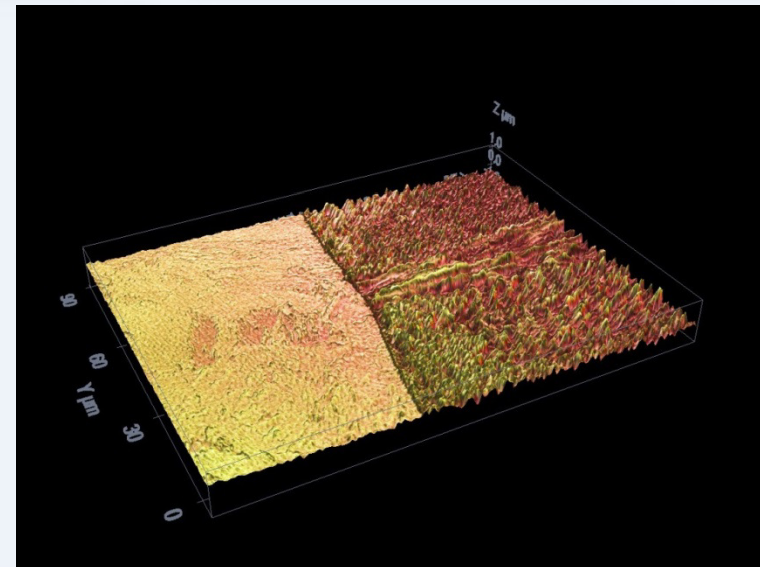
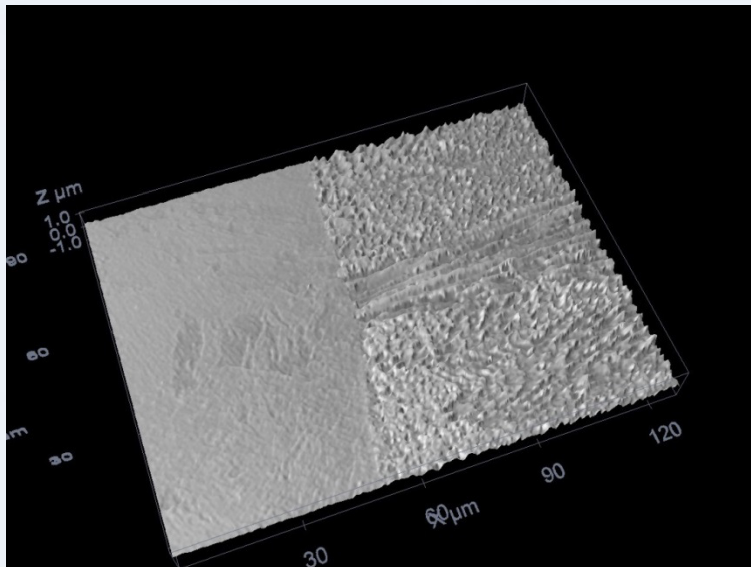


Dois tipos de trincas: Através da espessura e ao longo do comprimento
Microscopia Ótica – Modo Mosaico

Dureza e Densidade		
Amostra	HV±SD	DENSIDADE (g/cm ³)
Referência	258,52±15,35	13,935
Ciclada Termicamente	290,05±05,19	13,833

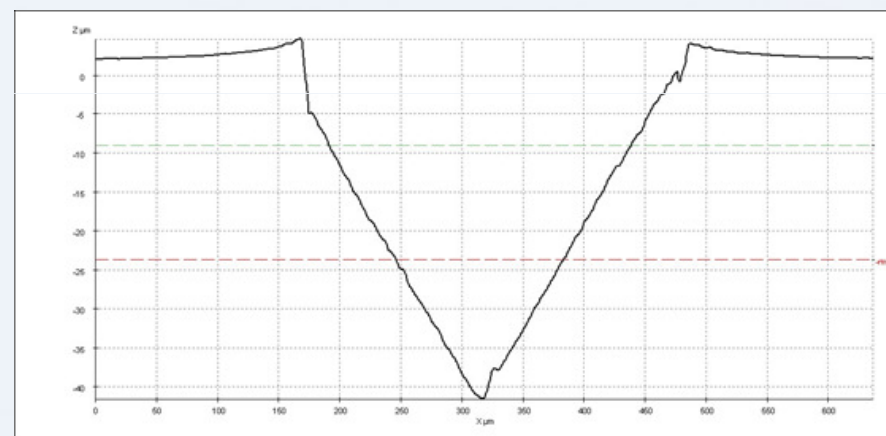
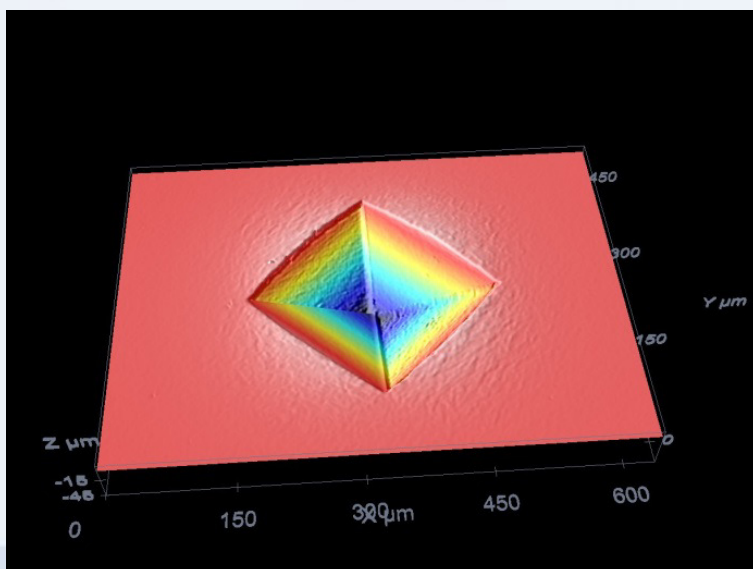
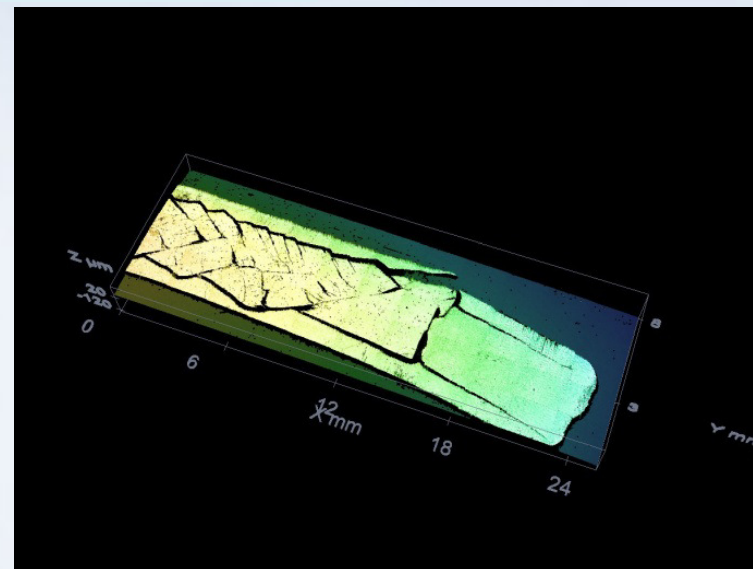
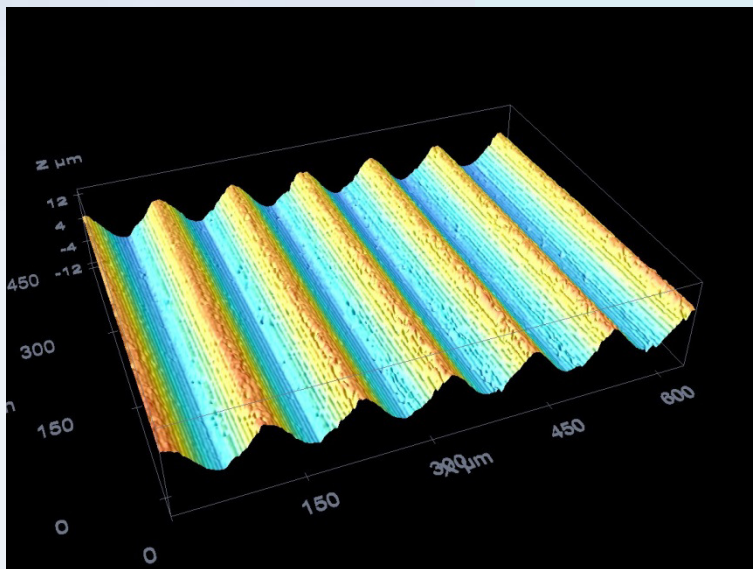


MICROSCOPIA CONFOCAL – 3D





MICROSCOPIA CONFOCAL – 3D





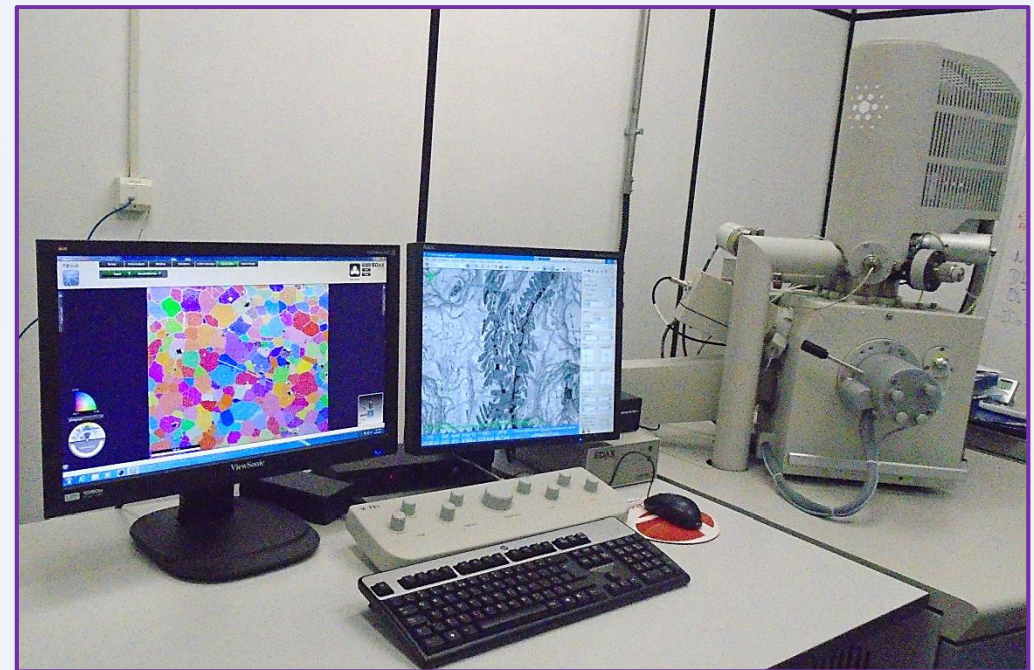
MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS X (EDS)

DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS



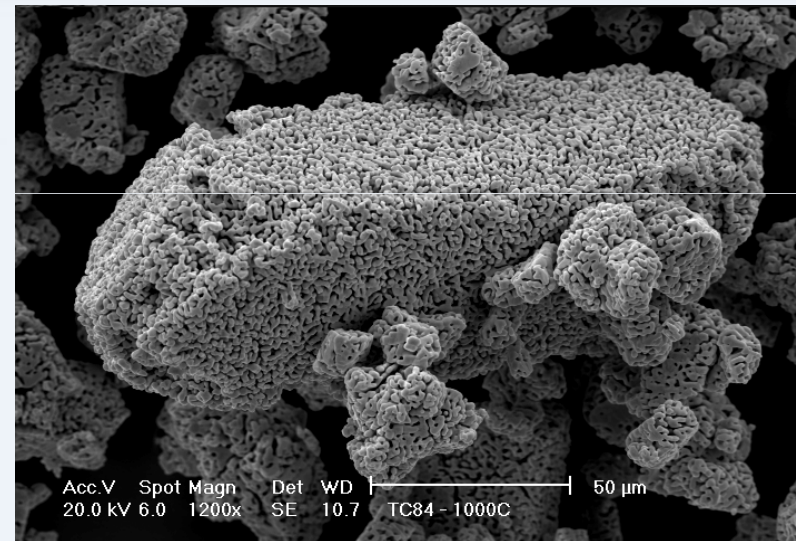
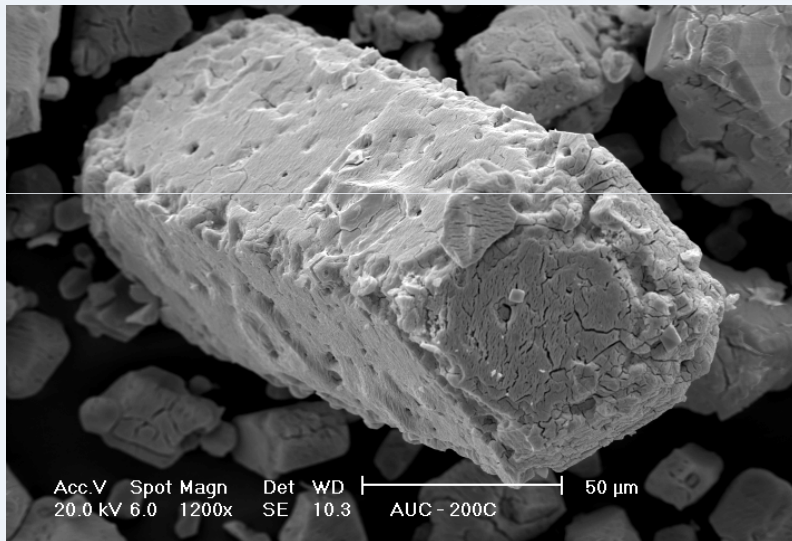
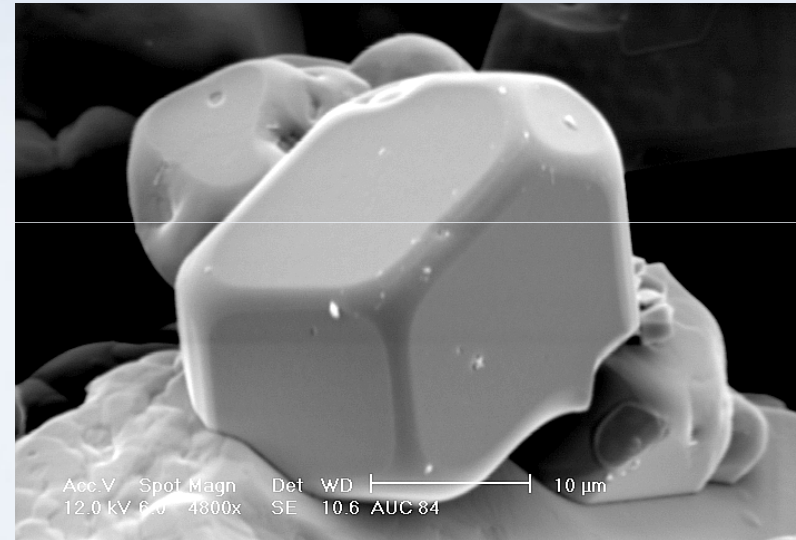
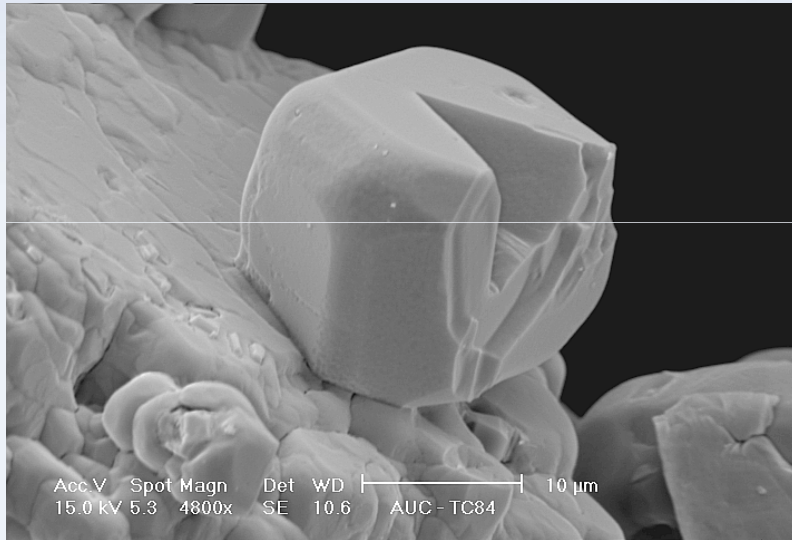
Microscópio Eletrônico de Varredura com Espectrômetro de Energia Dispersiva acoplado (EDS)
Filamento de Tungstênio



Microscópio Eletrônico de Varredura por Emissão de Campo Espectrômetro de Energia Dispersiva (EDS)
Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD)

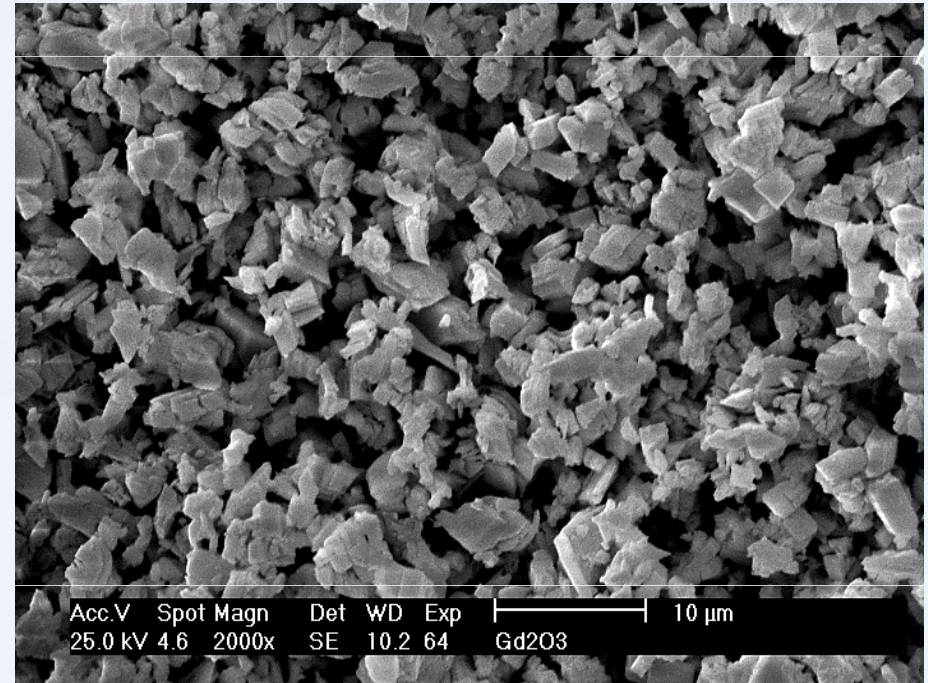
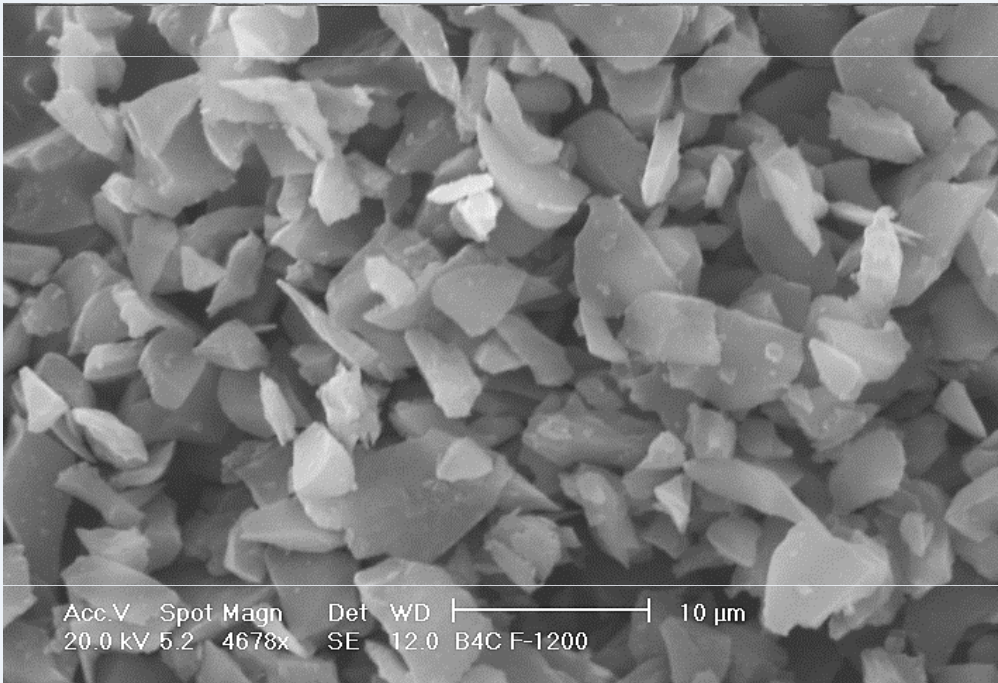


MORFOLOGIA



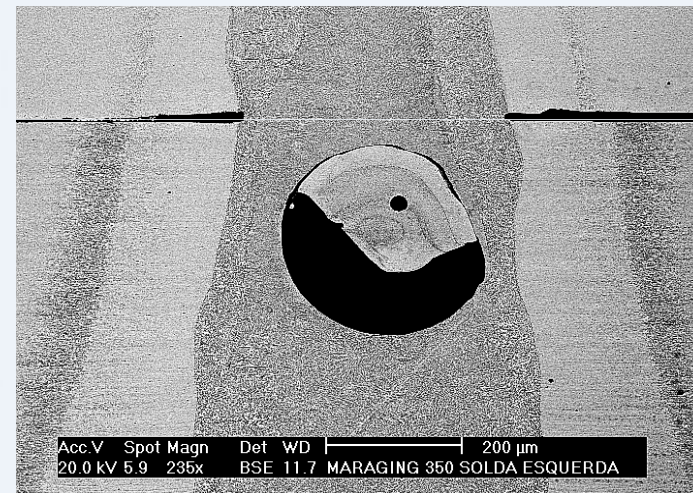
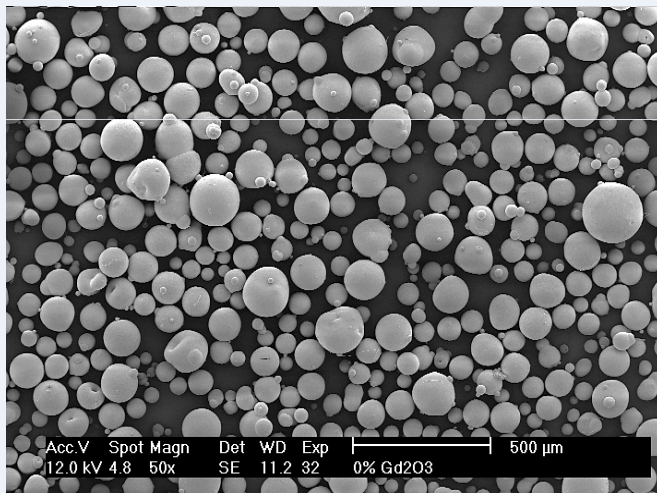
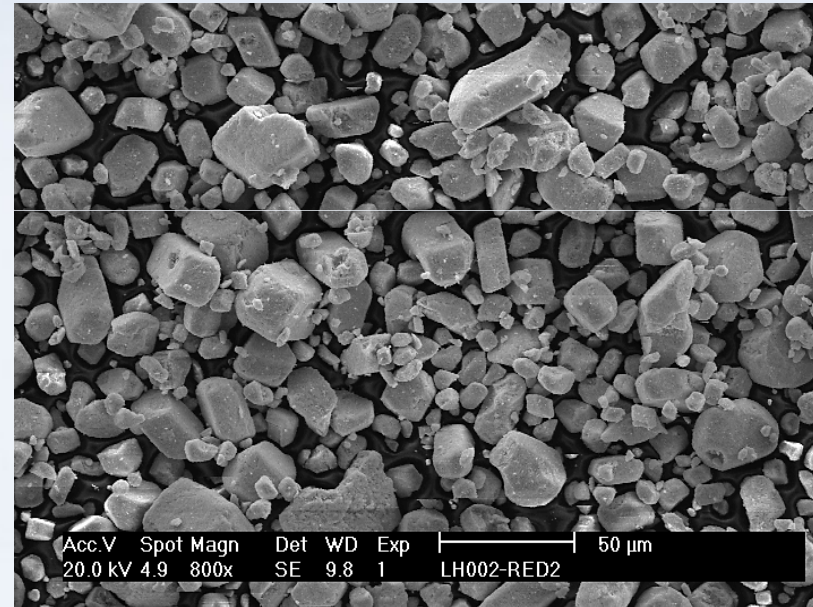
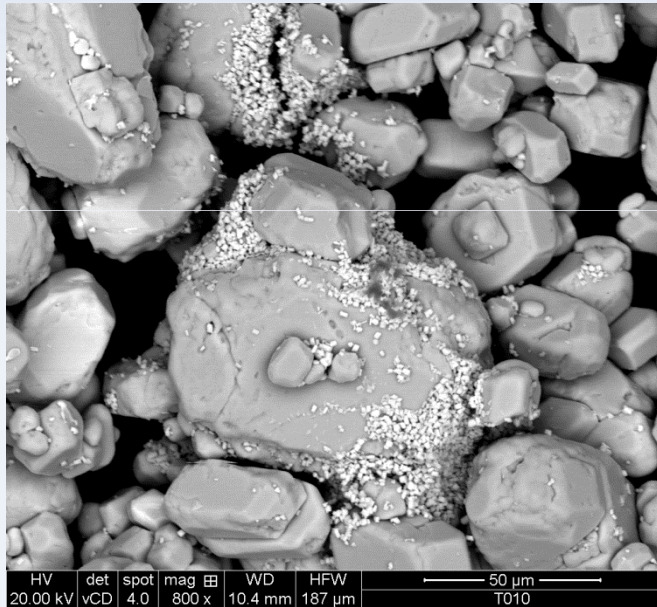


MORFOLOGIA



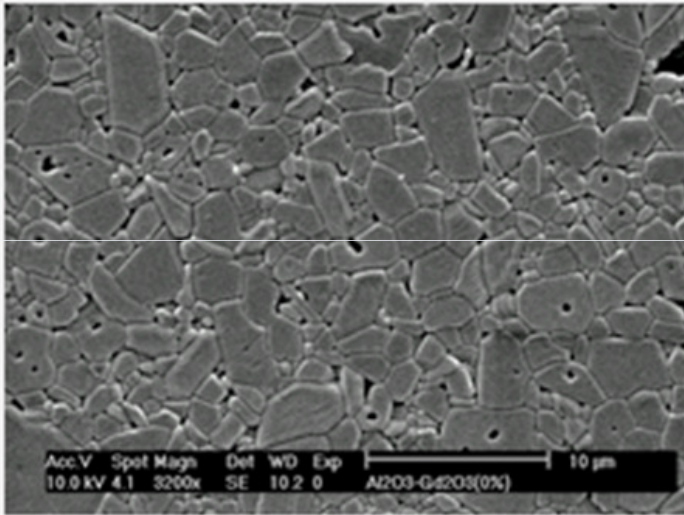


ACOMPANHAMENTO DE PROCESSOS

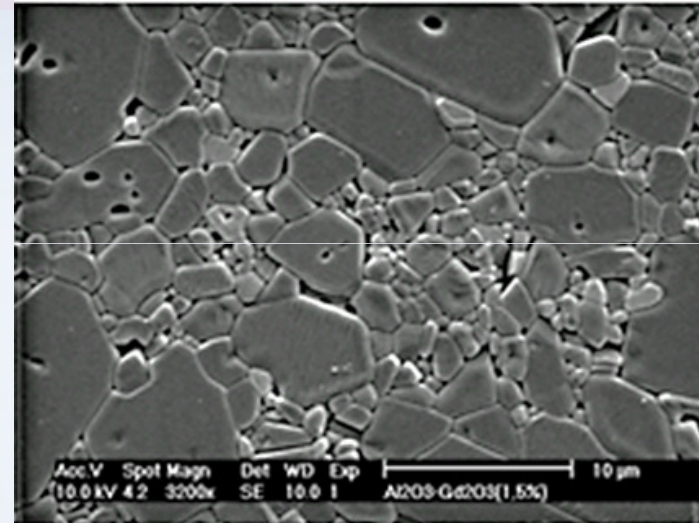




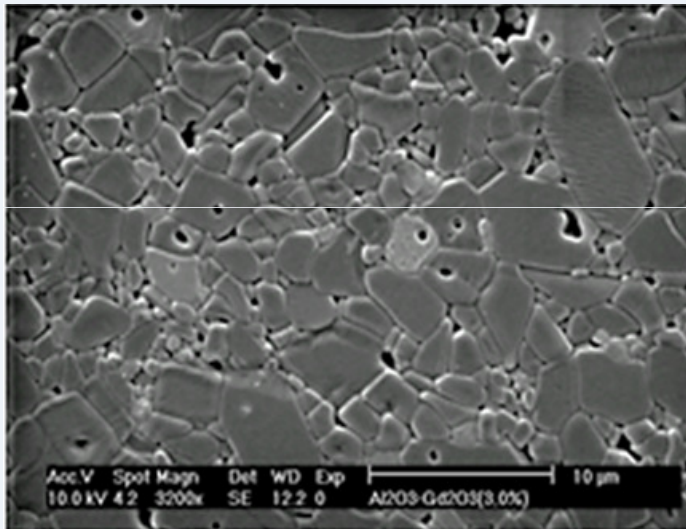
ESTUDOS



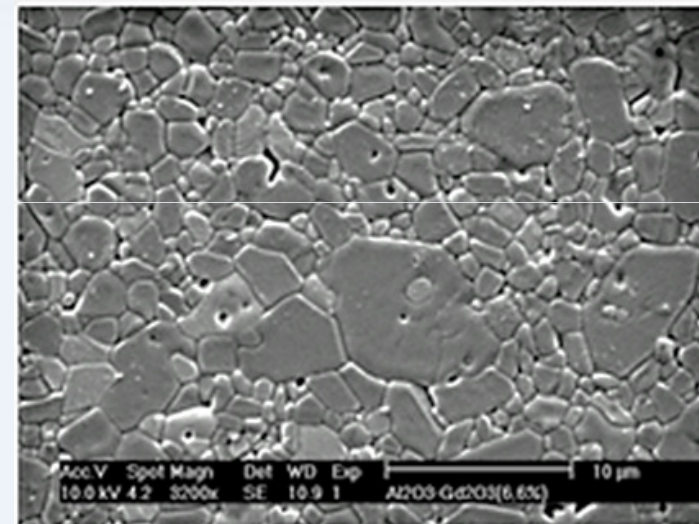
Al_2O_3



$\text{Al}_2\text{O}_3 - 1,5\text{mol Gd}_2\text{O}_3$



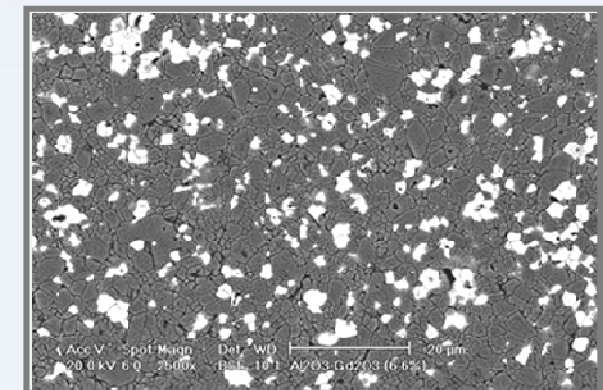
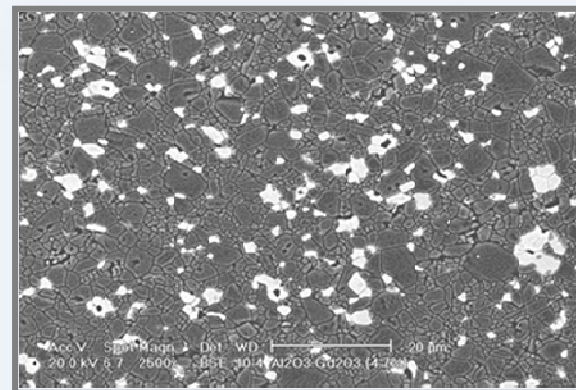
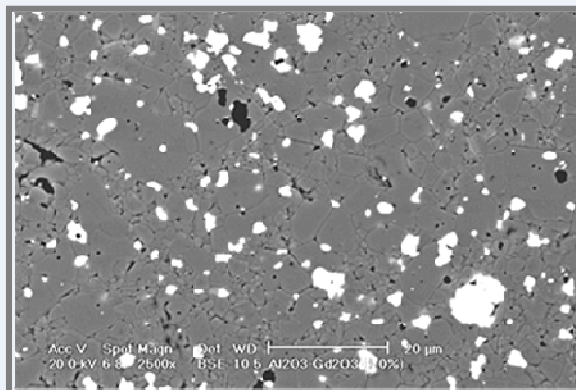
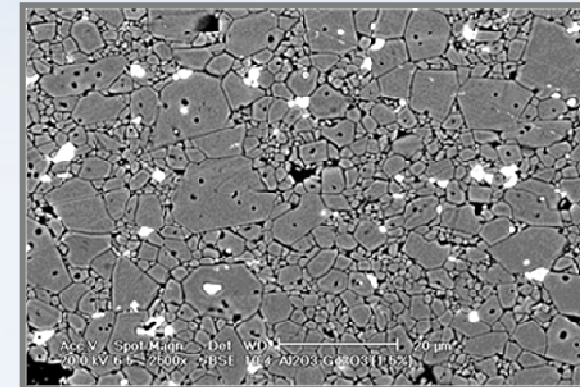
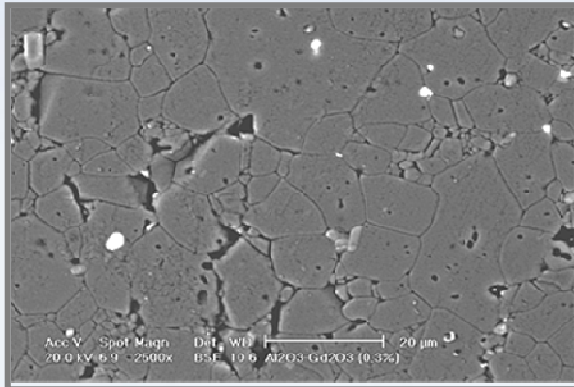
$\text{Al}_2\text{O}_3 - 3,0\text{mol Gd}_2\text{O}_3$



$\text{Al}_2\text{O}_3 - 6,6\text{mol Gd}_2\text{O}_3$

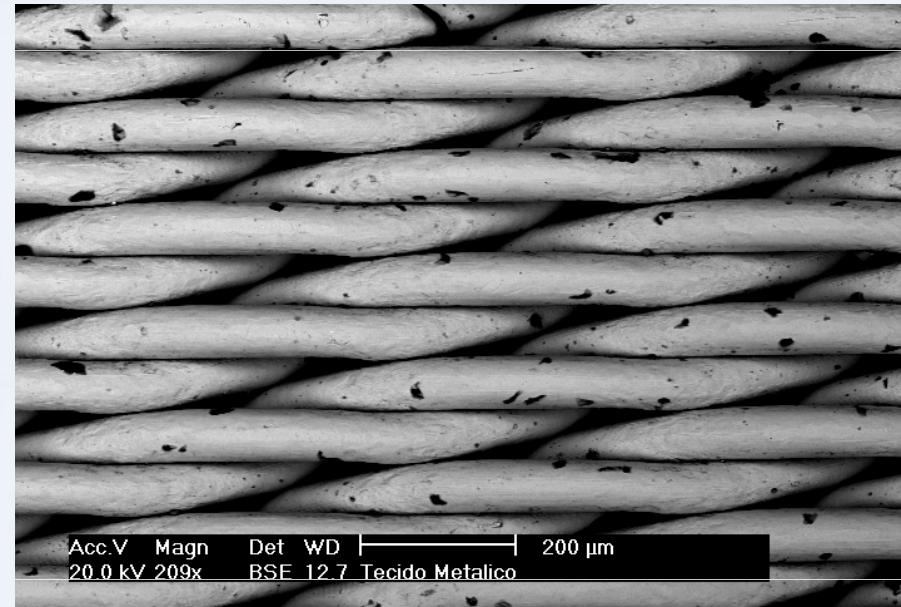
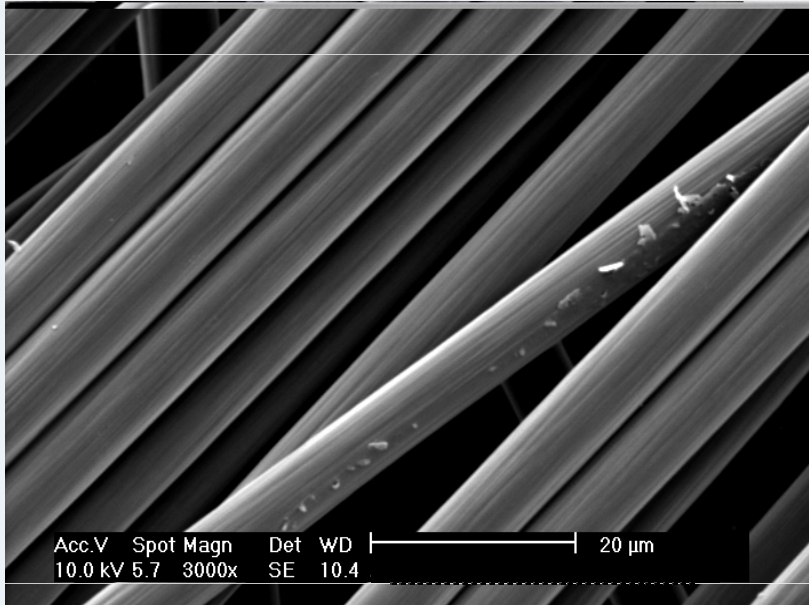


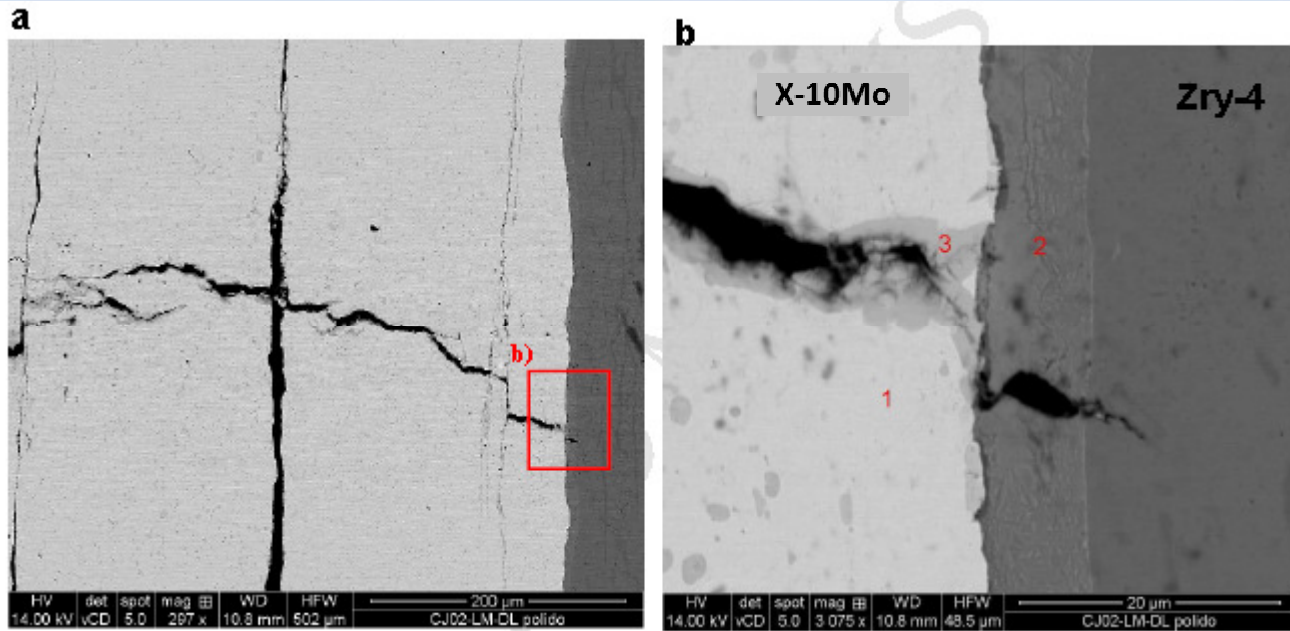
FASES PRESENTES – DETETOR ELÉTRONS RETROESPALHADOS





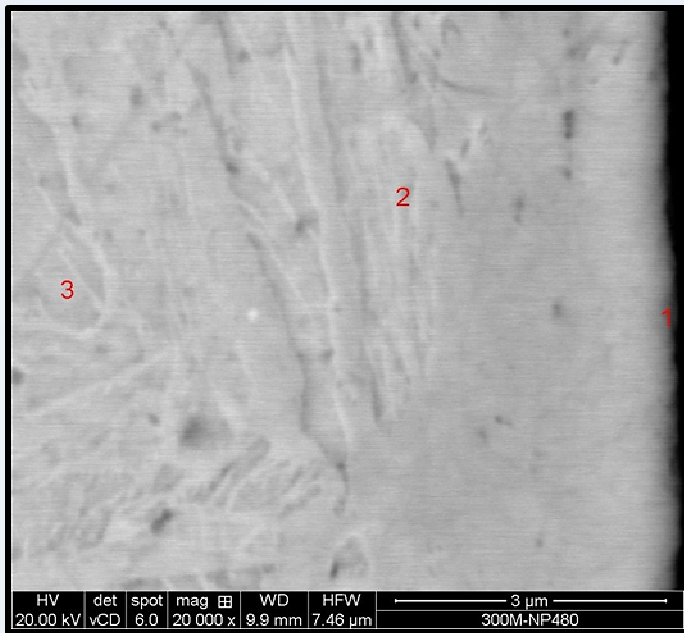
AVALIAÇÃO DE PRODUTOS



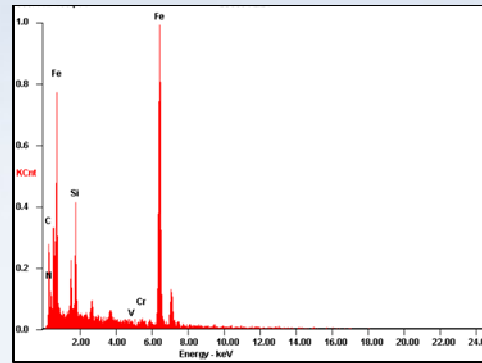


MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS X (EDS)

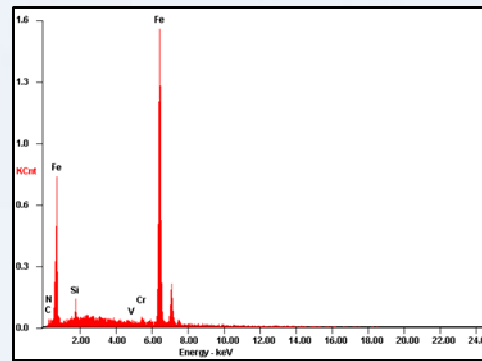
Posição	ELEMENTO	%WT
Ponto 1	X	90,41
	Mo	9,59
Ponto 2	X	24,72
	Zr	70,9
Ponto 3	Mo	4,38
	X	77,12
	O	14,97



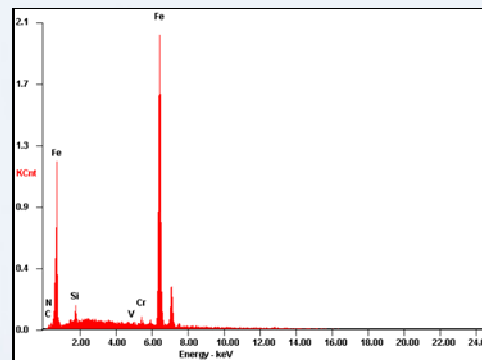
MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA
ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS X
(EDS)



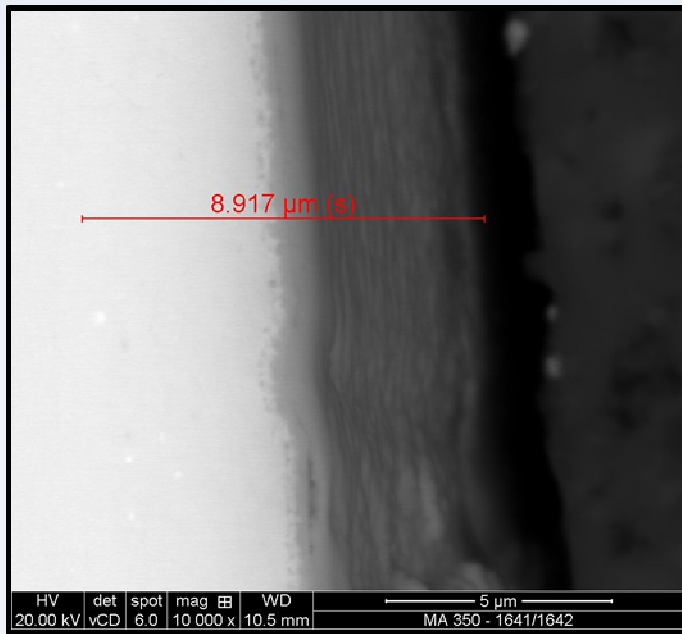
Análise Semi Quantitativa do ponto 1		
Elemento	Wt %	At %
C	21,46	45,48
N	11,79	21,42
Si	05,89	05,34
V	00,00	00,00
CrK	00,44	00,22
Fe	60,42	27,54



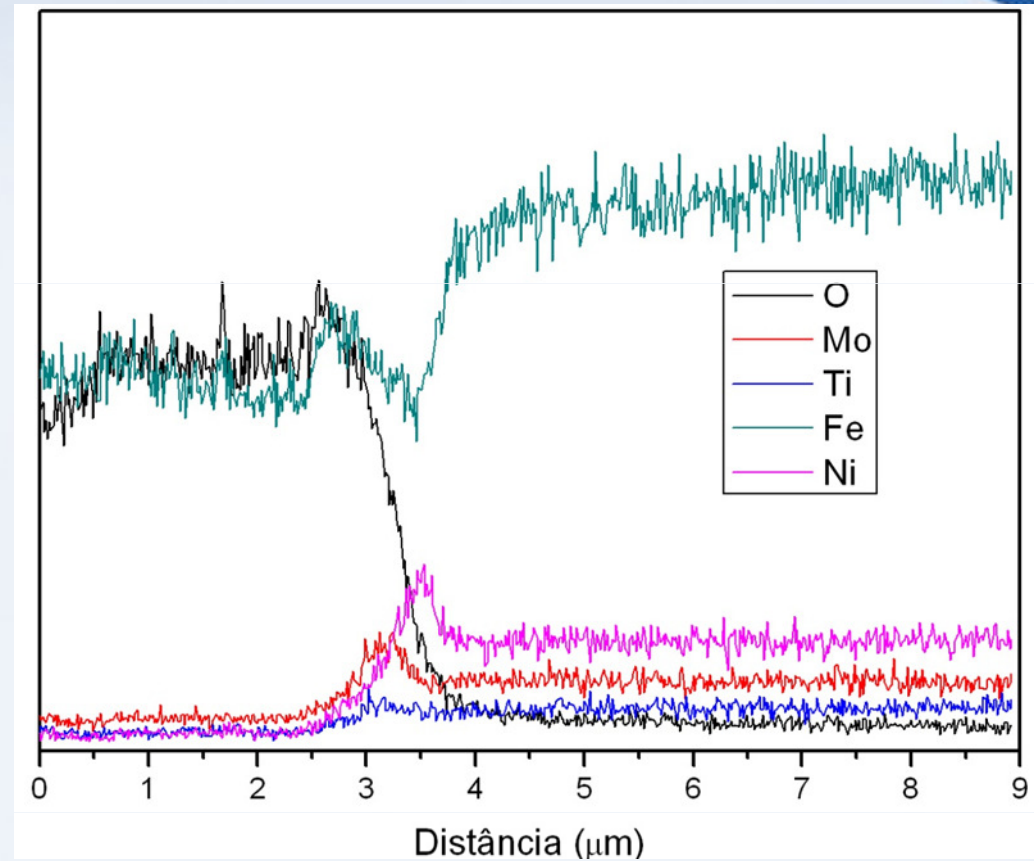
Análise Semi Quantitativa do ponto 2		
Elemento	Wt %	At %
C	03,28	12,58
N	02,49	08,19
Si	01,94	03,17
V	00,00	00,00
CrK	00,82	00,72
Fe	91,47	75,34



Análise Semi Quantitativa do ponto 3		
Elemento	Wt %	At %
C	02,03	08,23
N	01,68	05,84
Si	02,02	03,50
V	00,20	00,19
CrK	00,84	00,79
Fe	93,25	81,45



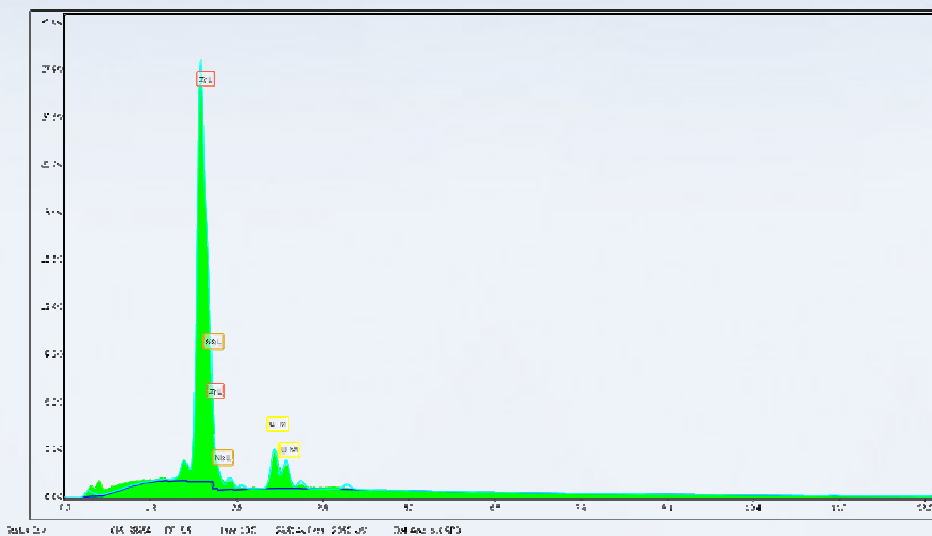
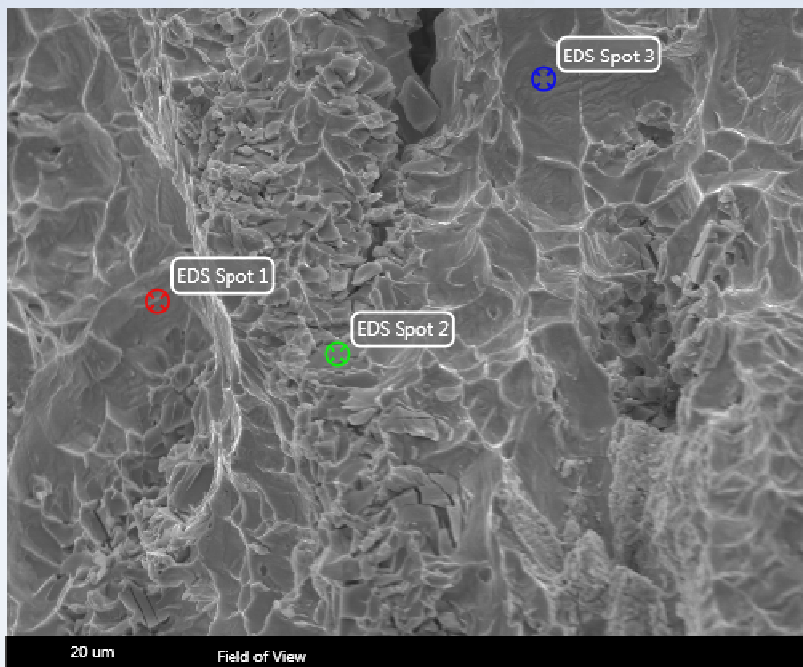
**MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA
ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS X
(EDS)**



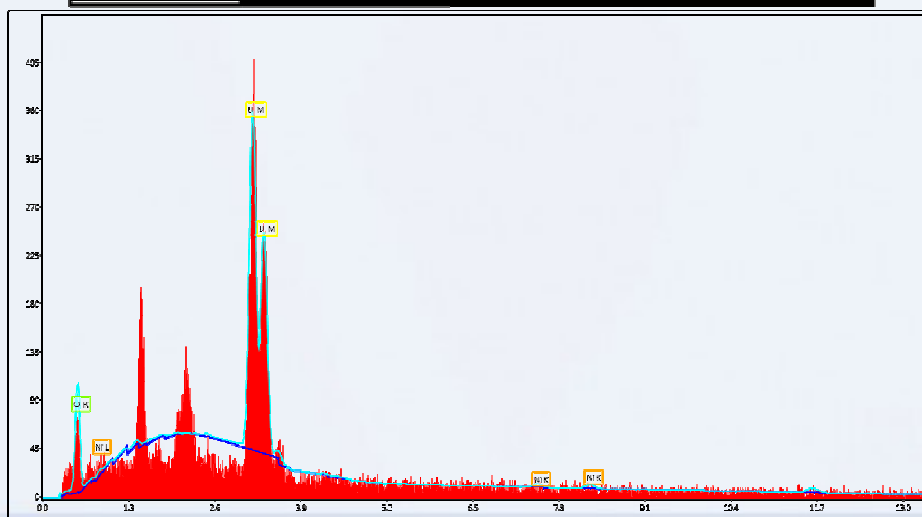
Variação da composição química em função da distância na região da linha na imagem.



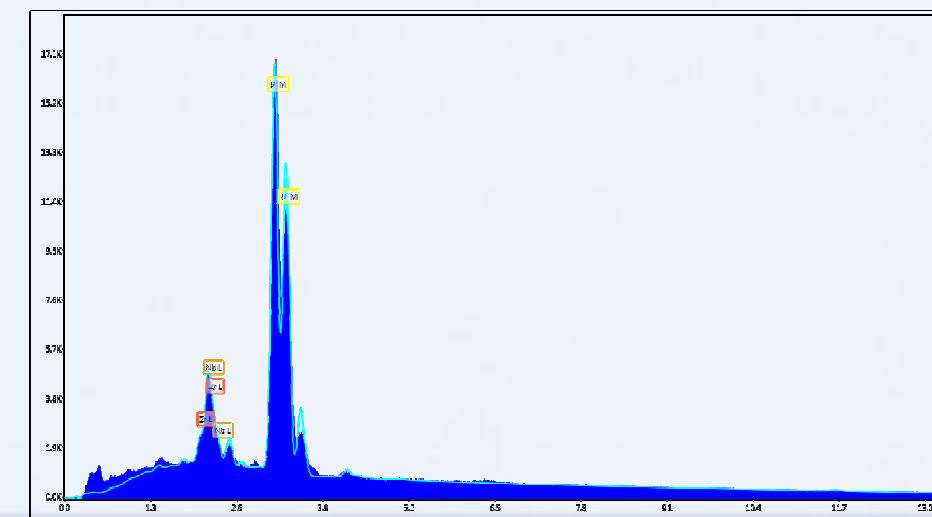
MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS X (EDS)



Sample File: C:\MSDCHEM\DT_55\Line_130\24622.Cha 2380 keV Det: Avo o 6-ED3



Sample File: C:\MSDCHEM\DT_55\Line_130\69.Cha 2380 keV Det: Avo o 6-ED3

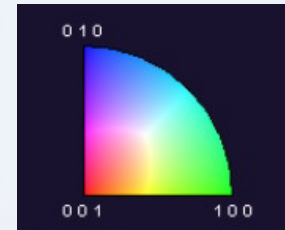
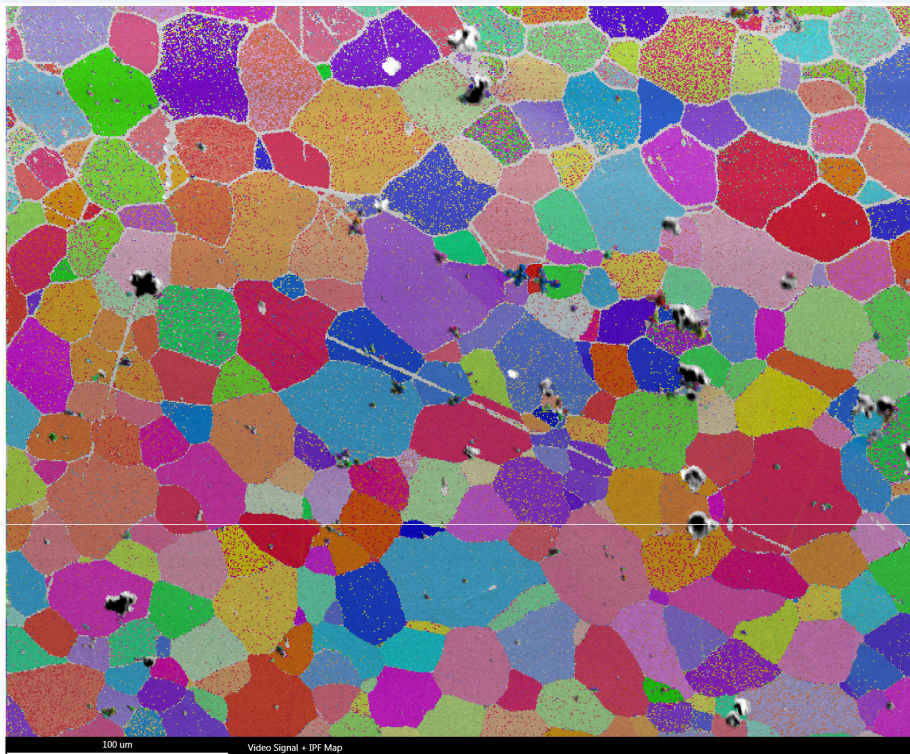


Sample File: C:\MSDCHEM\DT_55\Line_130\24622.Cha 2380 keV Det: Avo o 6-ED3



TEXTURA CRISTALOGRÁFICA

DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS



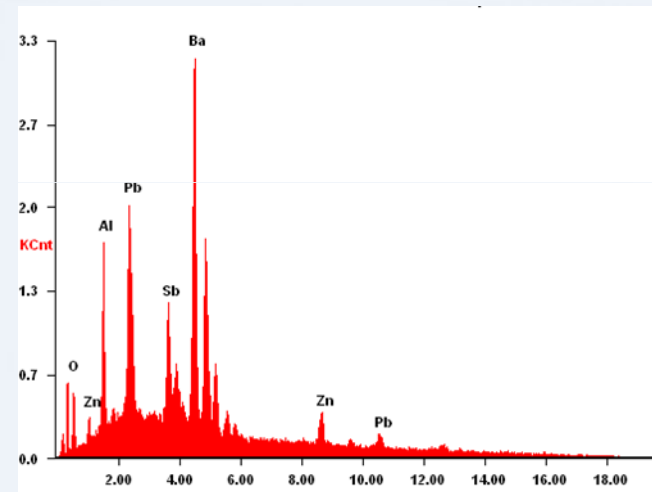
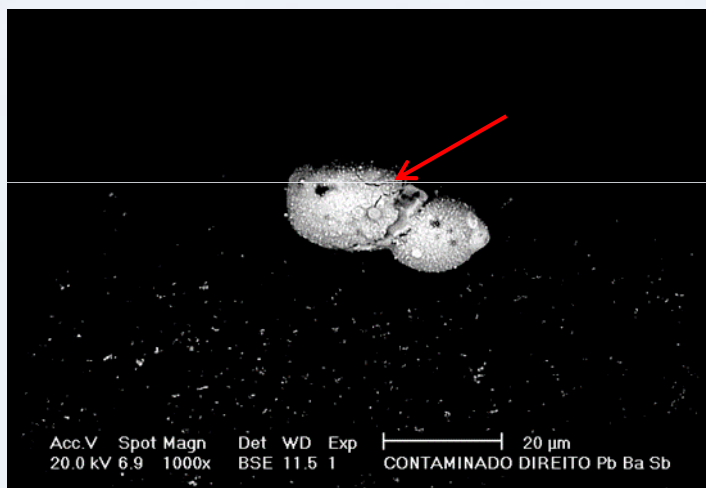
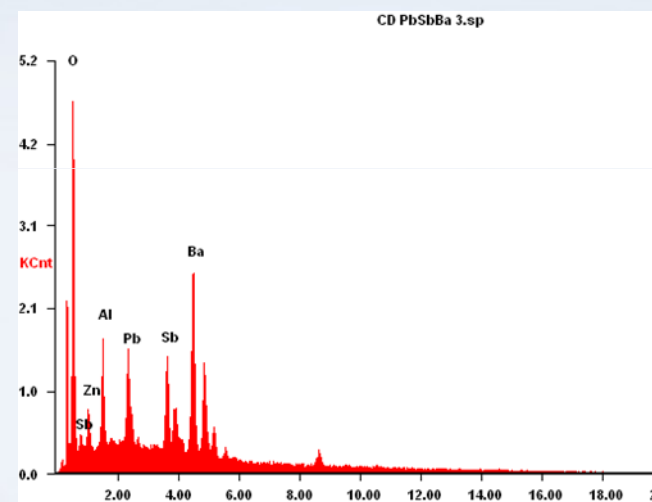
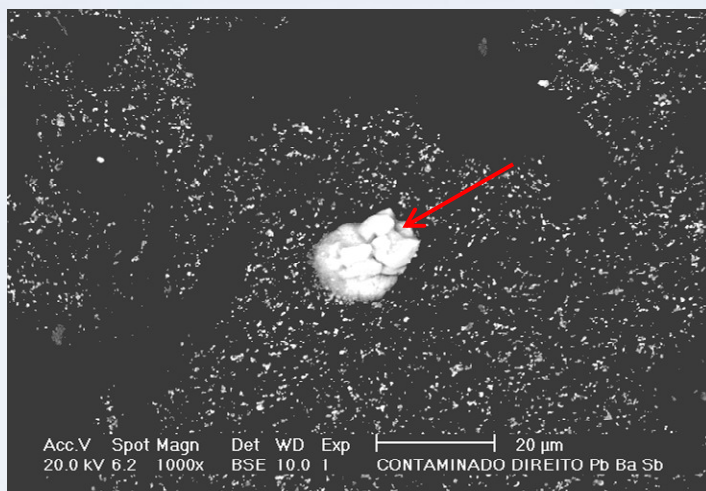
RELACIONA COM A TEXTURA DA
MICROESTRUTURA

TAMANHO DE GRÃO

TEXTURA DE MATERIAIS DE 2 FASES

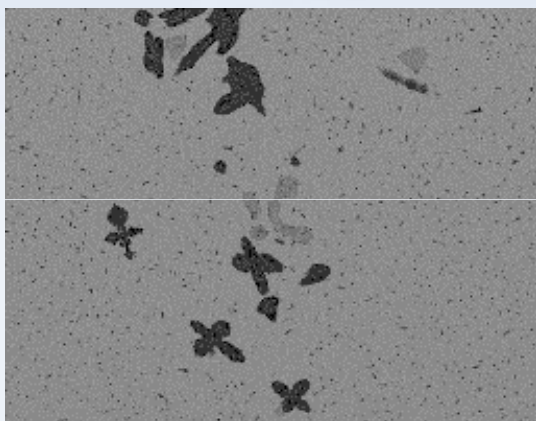


ANALISE FORENSE

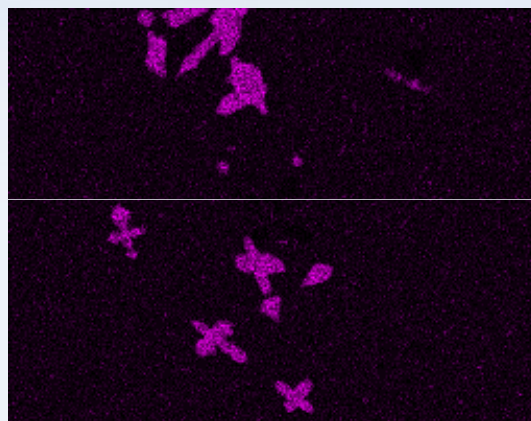




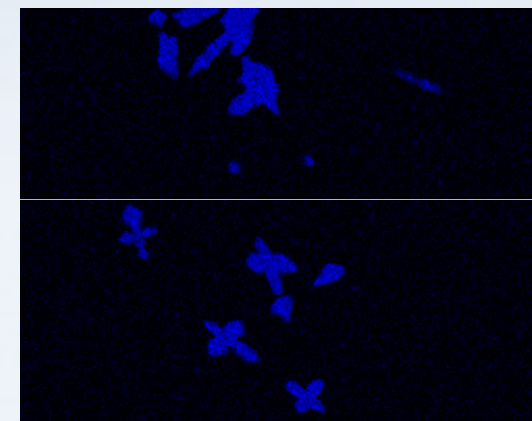
MAPEAMENTO POR RAIOS X



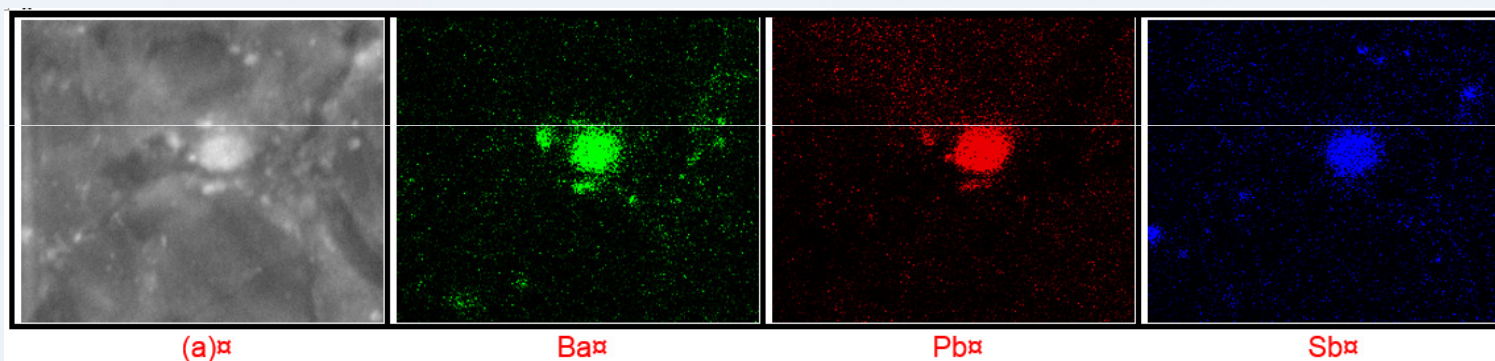
Matriz



Nb



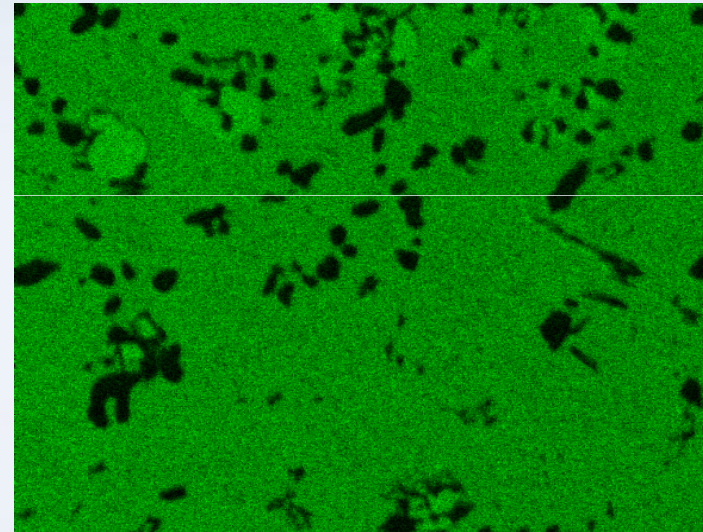
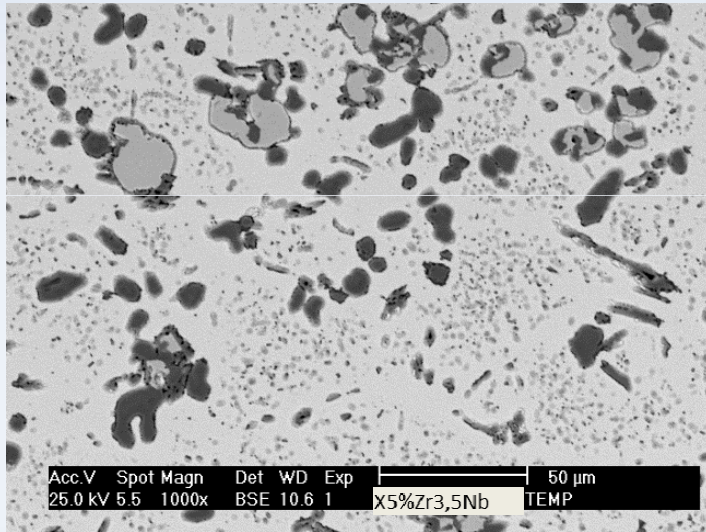
Zr



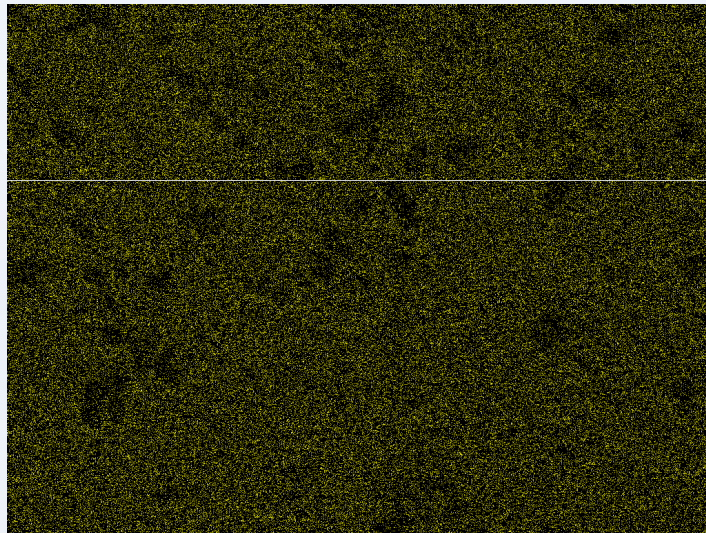
Distribuição espacial dos constituintes de uma partícula confirmada com resíduo de disparo de arma de fogo, obtida por mapeamento por Raios-X.



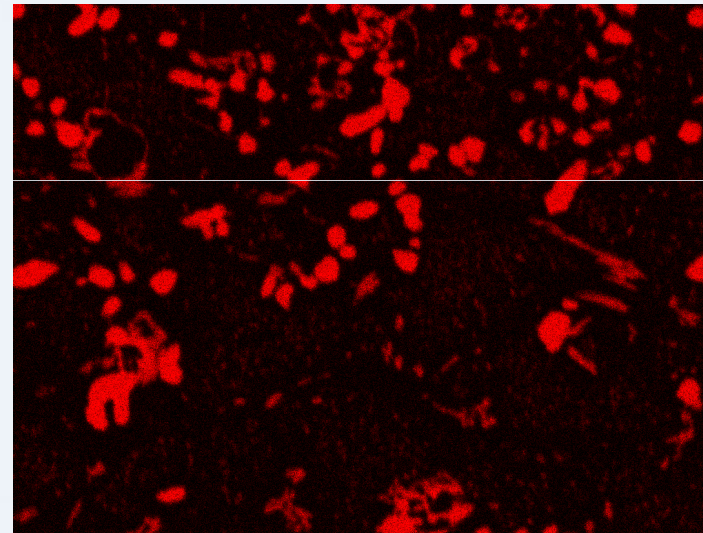
MAPEAMENTO POR RAIOS X



MATRIZ



Nb



Zr



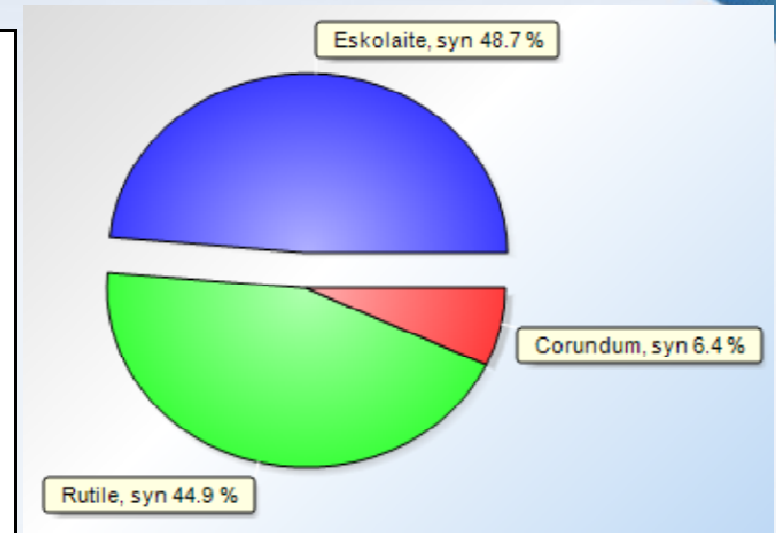
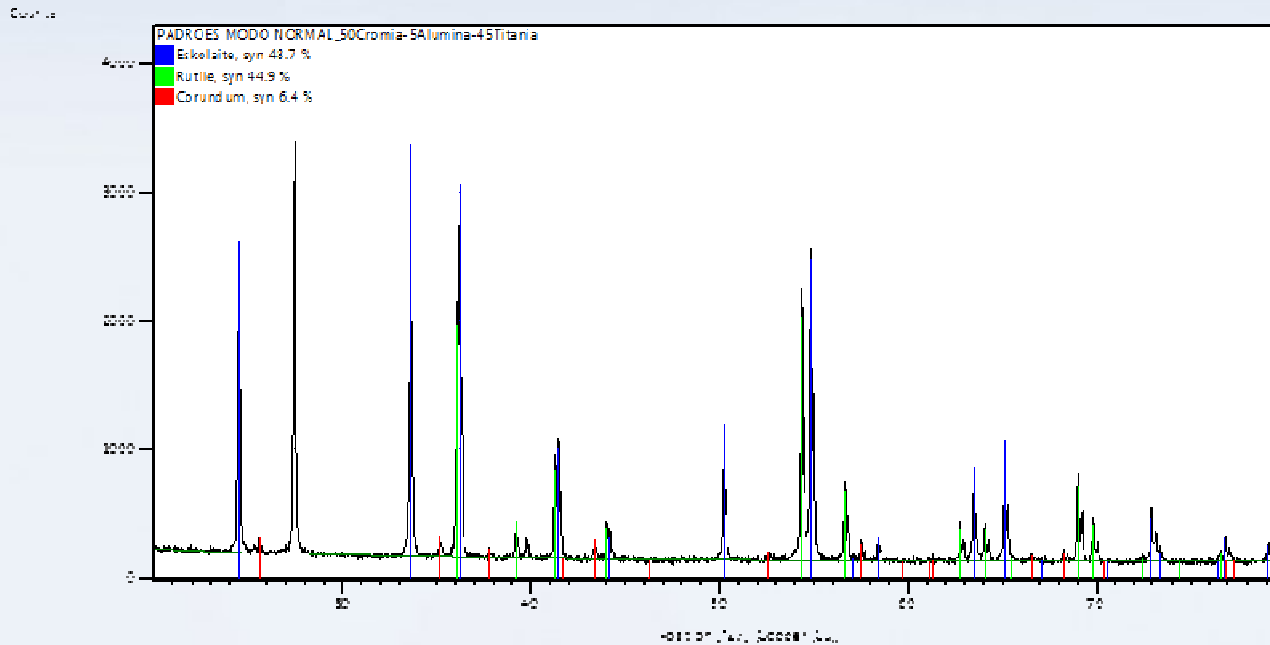
DIFRAÇÃO DE RAIOS-X



DIFRATÔMETROS



ANÁLISE DE FASES

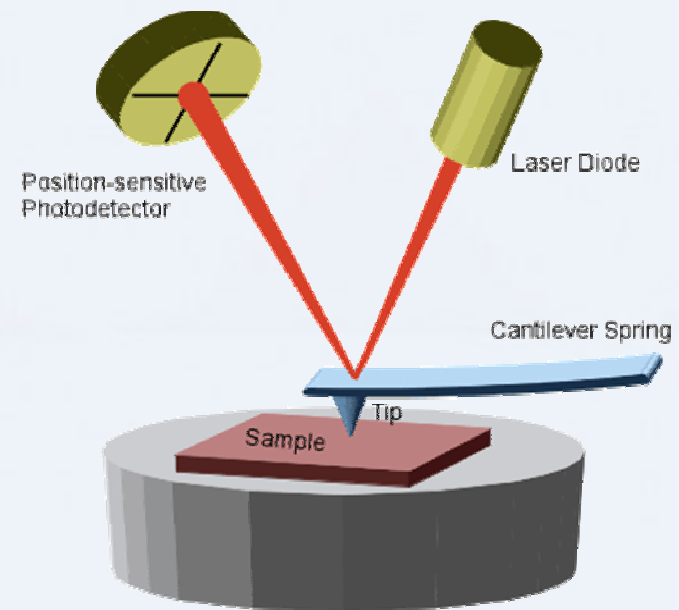


QUANTIFICAÇÃO
MÉTODO RIETVELD

Display Color	Ref. Code	Compound Name	Chemical Formula	Crystal System
clBlue	01-073-6214	Chromium Oxide	Cr ₂ O ₃	Rhombohedral
clLime	01-072-4821	Titanium Oxide	TiO ₂	Tetragonal
clRed	01-088-0826	Aluminum Oxide	Al ₂ O ₃	Rhombohedral

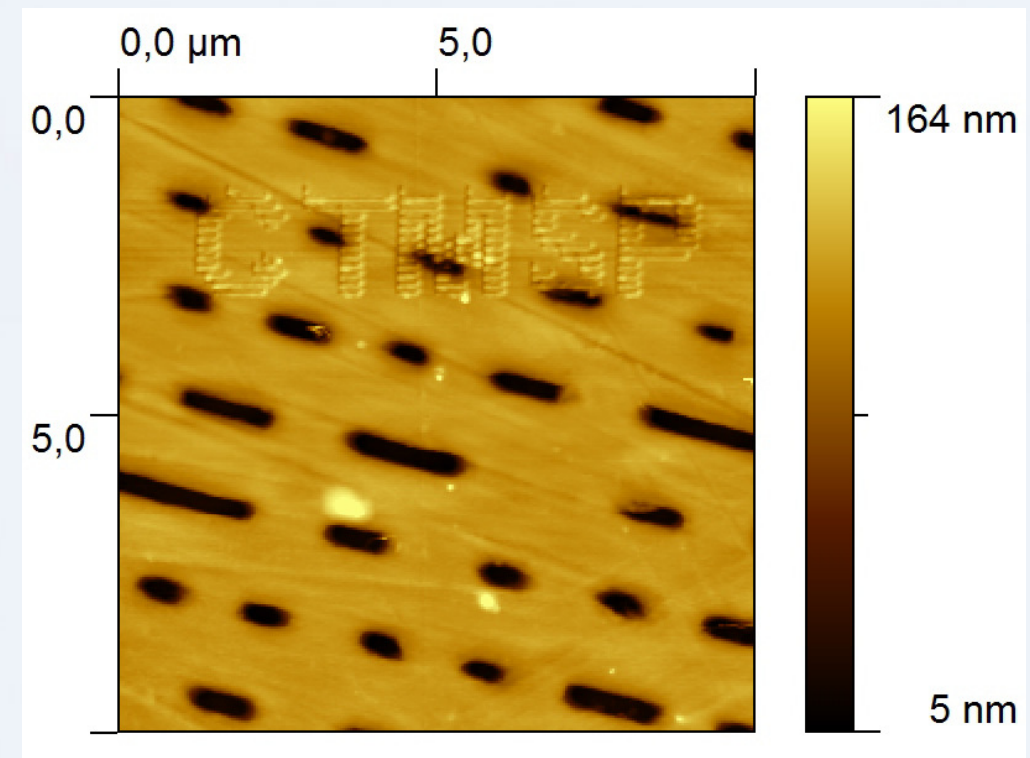
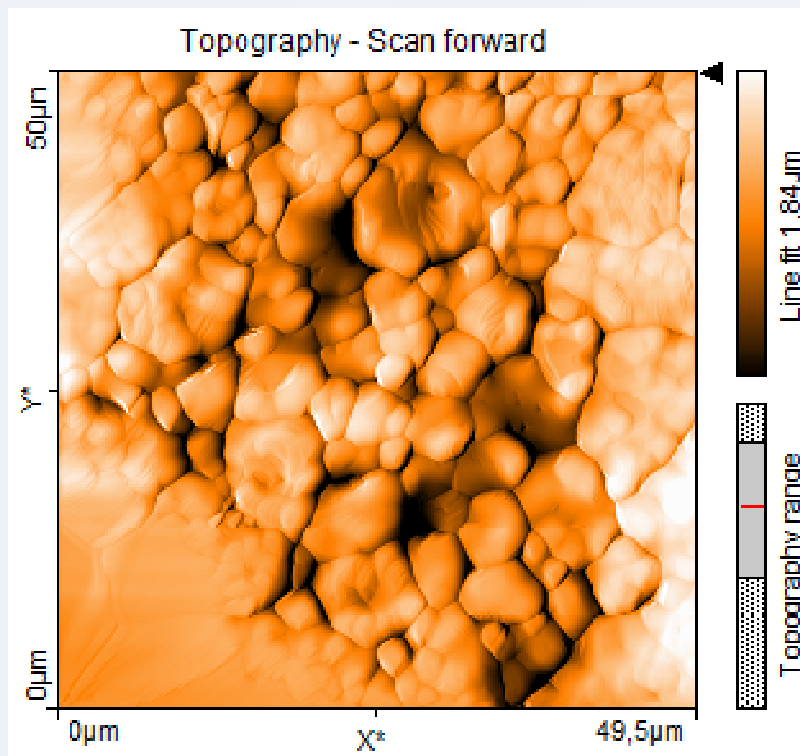


MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA - AFM



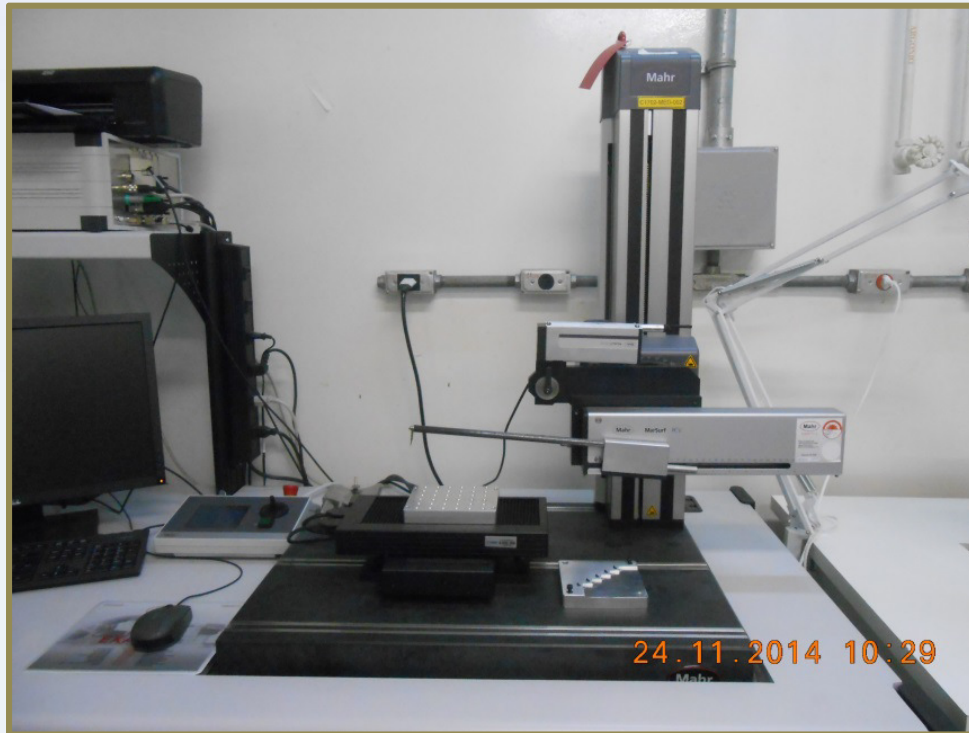


MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA - AFM





METROLOGIA



PERFILÔMETRO / RUGOSÍMETRO

MEDIDOR DE FORMA

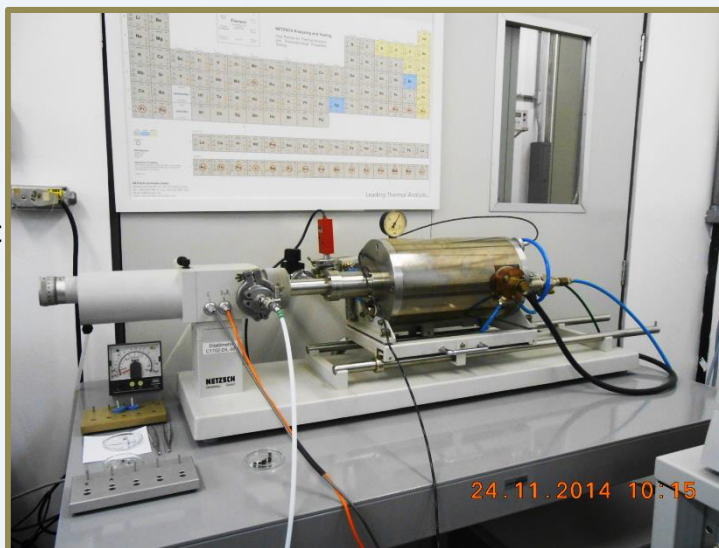




ANÁLISE TÉRMICA



TG/DTA
TG/DSC



Dilatometer
Up to 1750°C / 2.100°C

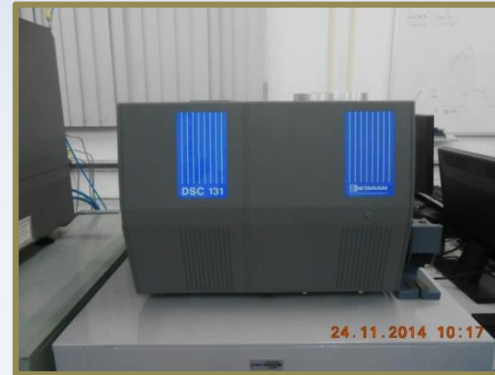


Quenching
Dilatometer



Calorimeter

Thermal system for determination of reaction heats (enthalpy), formation heats in solid and liquid samples up to 1.600°C



Cryogenic Exploratory
Differential Calorimeter - DSC



Vertical Dilatometer
Up to 1750°C / 2100°C



DIFUSIVIDADE/CONDUTIVIDADE TÉRMICA



Laser Flash Apparatus

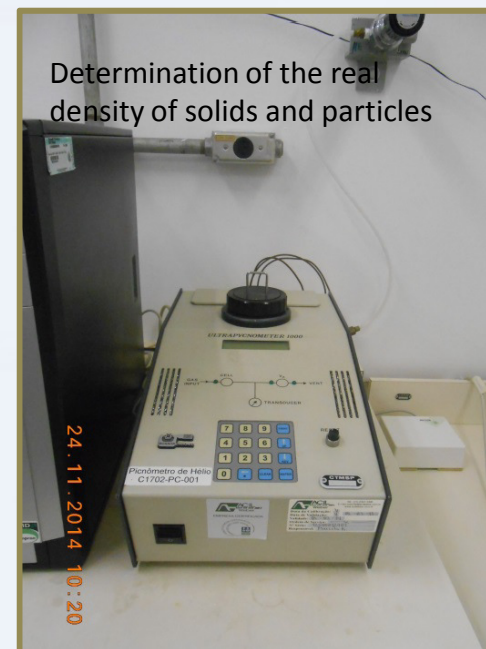


Single Station Automatic Gas Pycnometer

Laser Granulometer



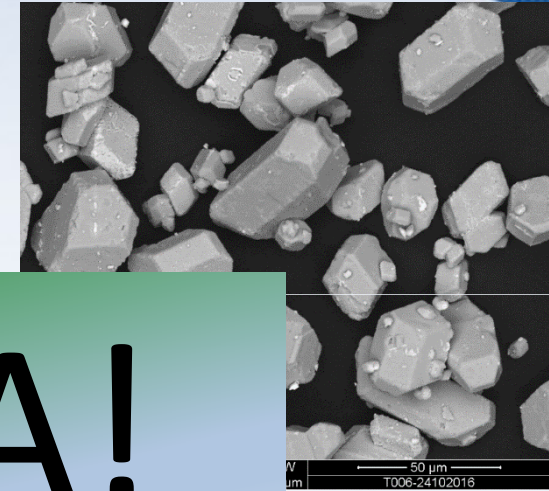
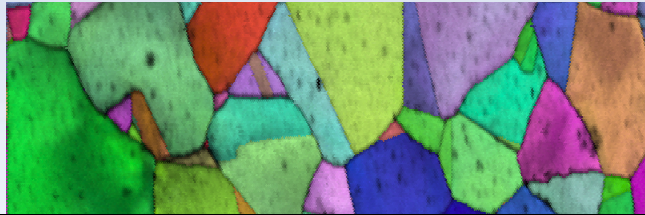
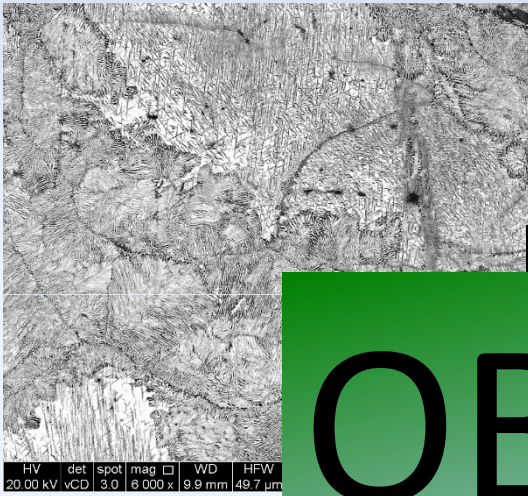
Determination of the real density of solids and particles





A Divisão de Caracterização Física do Laboratório de Materiais Nucleares – LABMAT

- Infraestrutura moderna
- Constante desenvolvimento de novas técnicas
- Capacidade de realizar desenvolvimentos



OBRIGADA!

