

DIVISÃO DE METROLOGIA DE MATERIAIS - DIMAT

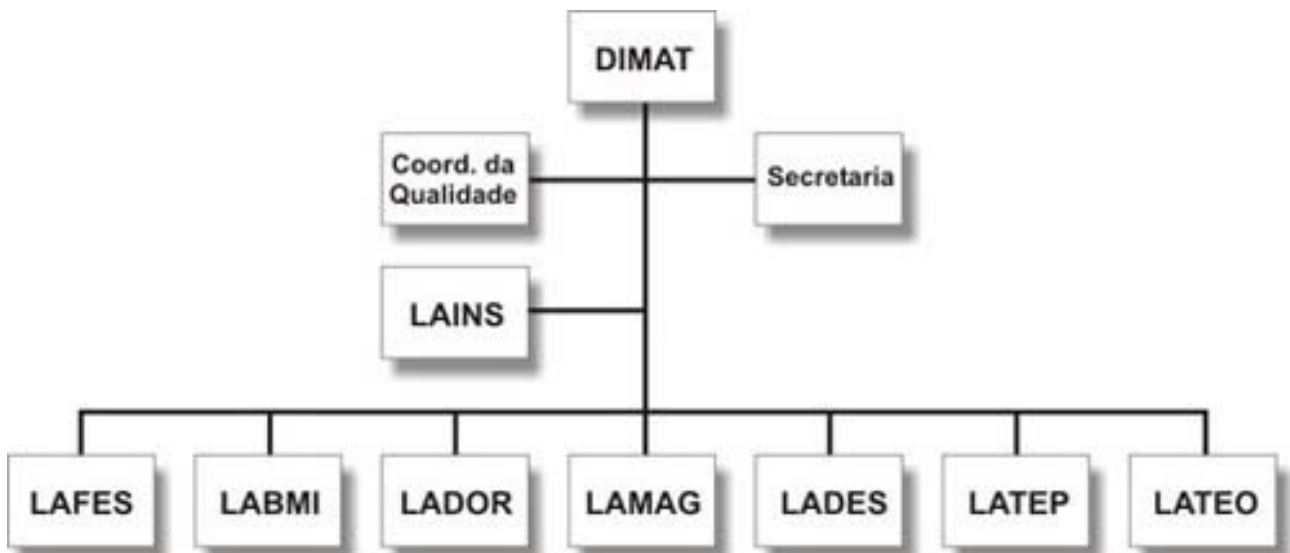
A importância da metrologia de materiais na busca por alternativas e soluções para o progresso científico e tecnológico deve ser considerada perante o caráter estratégico do domínio das técnicas de preparação, processamento e caracterização de materiais. A Divisão de Metrologia de Materiais (Dimat) busca suprir as demandas dos setores produtivos nacionais, apresentando resultados rápidos e reconhecidos politicamente como referência nacional no que tange a metrologia de materiais, cumprindo o papel de *locus* de conhecimento de fronteira e apoiador efetivo do desenvolvimento da indústria nacional, resultando no bem estar da população.

A caracterização das propriedades físico-químicas, morfológicas, estruturais, magnéticas, térmicas, ópticas, eletrônicas e mecânicas dos materiais, nas escalas macro, micro e nano, é de grande importância para a pesquisa de materiais para várias aplicações (semicondutores, sensores, fármacos e medicamentos, embalagens, aços para fins elétricos, isolantes térmicos, implantes, próteses, pigmentos, etc.), assim como na fabricação e no desempenho de vários itens produzidos pela indústria. Além disso, o desenvolvimento e a certificação de materiais de referência nessas áreas são necessários para garantir a qualidade dos produtos nacionais.

A equipe da Dimat conta com 58 pessoas: 8 consultores científicos, 37 pesquisadores, sendo 34 doutores, 3 graduados e 6 estagiários de apoio técnico.



As instalações da Dimat ocupam uma área aproximada de 500 m². Os laboratórios foram construídos em módulo com isolamento vibratório.



A Dimat é composta pelos seguintes laboratórios:

LAINS – Laboratório de Desenvolvimento e Instrumentação

O Laboratório de Desenvolvimento e Instrumentação (Lains) é responsável pelos projetos nas áreas de processamento de imagens (segmentação e medição) e instrumentação (microscópio de força atômica de alto desempenho), dando suporte às atividades científicas da Dimat no escopo da nanometrologia.

Todos os projetos são desenvolvidos e executados por uma equipe de engenheiros, dentre eles doutores e alunos de iniciação científica.

LAFES – Laboratório de Fenômenos de Superfície

O Laboratório de Fenômenos de Superfície está dividido em duas equipes: (a) Análise de Superfícies e Interfaces, destinada ao estudo dos fenômenos físico-químicos de superfície, e (b) Biomateriais e Tribologia, atuando em estudos de atrito e desgaste em materiais e biomateriais. O Lafes está equipado com dois AFMs, um STM, um ESCA, dois tribômetros, dois simuladores de desgaste em próteses biomédicas e um medidor de forma e rugosidade como descrito a seguir:

Microscopia de Força Atômica (AFM)

A Microscopia de Força Atômica (AFM) revela a topografia da superfície de materiais em escala nanométrica, incluindo biomoléculas, polímeros e filmes finos. O AFM pode ser operado sob vácuo, ar ou em ambiente líquido. Esta última possibilidade abre as portas para uma especial aplicação em biologia, uma vez que medidas podem ser realizadas em condições nativas. Além disso, o AFM pode operar como sensor de força, caracterizando propriedades de superfície e interface, e como nanomanipulador de amostras.

Microscopia de Varredura de Tunelamento (STM)

A Microscopia de Varredura de Tunelamento revela imagens topográficas de materiais condutores ou semicondutores com resolução atômica. O microscópio opera em uma câmara de ultra-alto vácuo que também possui outras técnicas acopladas, com facilidades para o crescimento e análise de nano-estruturas, superfícies e filmes finos.

Sistema de Análise Química Elemental de Superfície (ESCA)

O sistema ESCA (*Elemental Surface Chemical Analysis System*) é uma estação de trabalho com diferentes técnicas acopladas que permitem uma caracterização química completa de nanoestruturas, superfícies e filmes finos em nível atômico e molecular. O sistema é composto por diferentes técnicas espectroscópicas, tais como espectroscopia fotoeletrônica por raios X (XPS), espectroscopia por elétrons Auger (AES), espectroscopia por espalhamentos de íons (ISS), difração de elétrons de baixa energia (LEED) e facilidades para crescimento de filmes.

Tribômetros

Os tribômetros são utilizados para produzir desgaste quando dois materiais entram em contato sob condições controladas de pressão de contato, temperatura, velocidade e umidade do ambiente. Estes equipamentos permitem a medição da força tangencial, emissão acústica e resistência elétrica do contato que resultam do atrito a seco ou lubrificado de materiais e revestimentos. Diversas geometrias de contato são possíveis para ensaios em macro-escala: pino-sobre-plano, esfera-sobre-plano, cilindro-sobre-cilindro e bloco-sobre-anel, entre outras. O movimento entre as amostras pode ser rotativo contínuo ou oscilatório. Os ensaios em micro-escala podem ser realizados nas

configurações de esfera-sobre-plano oscilatório e de riscamento. Um módulo para ensaios de nanoindentação também se encontra disponível.

Simuladores de Desgaste

Duas máquinas de simulação de desgaste estão disponíveis: um simulador de desgaste de implantes de quadril com 6 estações de trabalho e 2 estações de controle e um simulador de desgaste universal, para ensaios de implantes de quadril, joelho e coluna. Ambos os equipamentos estão capacitados para a realização de ensaios em conformidade com a norma ISO 14242, além de contar com sensores de extensômetros que permitem a medição de forças e torques com 6 graus de liberdade e recirculação do fluido.

Medidor de Forma e Rugosidade

O medidor de forma e rugosidade possibilita a medição da rugosidade, ondulação e contorno de superfícies curvas, planas ou inclinadas, assim como a reconstrução tridimensional da topografia da superfície. Medições precisas são possíveis devido às altas resoluções vertical e lateral de 0,8 nm e 0,125 µm, respectivamente. Peças grandes e curvas são facilmente medidas devido ao alcance vertical de 8 mm, com 200 mm de curso horizontal e 450 mm de curso vertical.

LABMI – Laboratório de Microscopia

A microscopia eletrônica usa o elétron para fazer imagens e espectroscopia com resolução sub-angstrom. O Laboratório de Microscopia está equipado com quatro microscópios eletrônicos, como descrito a seguir:

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura permite analisar amostras de grandes dimensões em alto vácuo, baixo vácuo e em modo ambiental. O microscópio é equipado com detectores de energia dispersiva (EDS) para análise elementar e de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) para análises de cristalografia e textura.

Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

A Microscopia Eletrônica de Transmissão é uma técnica extremamente poderosa para observação de materiais com alta magnificação, na faixa de 80-300 kV. Essa técnica possibilita uma determinação precisa da estrutura de materiais ou por microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução ou microscopia eletrônica de transmissão e varredura. A MET tem a capacidade de obter imagem de estruturas atômicas e prover informação da composição química e estrutura eletrônica do material, inclusive em três dimensões (tomografia eletrônica). A mais recente geração de microscópio de alta resolução tem a capacidade de realizar análises e caracterização de estrutura com resolução menor que o Angstrom.

Microscopia Eletrônica de Varredura de Alta Resolução (MEV/FEG) e Feixe de Íons Focalizados (FIB)

A Microscopia Eletrônica de Varredura de Alta Resolução, equipada com feixe de elétrons gerado por emissão de campo (FEG), é um equipamento versátil e de alto desempenho que permite a visualização de materiais com alta resolução. Além disso, o uso de um feixe de íons focalizados (FIB) acoplado ao MEV permite a nano-fabricação. O FIB fornece suporte às demandas dos laboratórios de nanotecnologia, ciência dos materiais, gerando imagens de superfície e de estruturas abaixo da superfície, além da manipulação de amostras (deposição ou remoção de material), confecção de nanopadrões, reparos e prototipagem.

LADOR – Laboratório de Dispositivos Orgânicos

O Laboratório de Dispositivos Orgânicos é responsável pela pesquisa metrológica no campo dos dispositivos orgânicos baseados em sistemas poliméricos e moleculares tais como OLEDs, PLEDs, sensores, células fotovoltaicas, iluminação de estado sólido e dispositivos eletrônicos baseados em moléculas orgânicas. O Lador está equipado com ferramentas de última geração para a produção e caracterização desses dispositivos, como um sistema de deposição customizado para deposição de orgânicos, metais e TCOs, e diferentes ferramentas para análises morfológicas, de superfície, ópticas e elétricas dos dispositivos.

LAMAG – Laboratório de Magnetismo

O Laboratório de Magnetismo está equipado com dois equipamentos principais: um histeresímetro e um magnetômetro de amostra vibrante.

Histeresímetro

O histeresímetro é utilizado para a caracterização de materiais magneticamente moles, como aços elétricos, em campos com intensidade de até 30.000 A/m e frequências de 3 Hz até 2 kHz, utilizando um quadro Epstein de 25 cm.

Magnetômetro de Amostra Vibrante

Este dispositivo possui alta sensibilidade, sendo capaz de medir propriedades magnéticas de pequenas amostras magneticamente duras, incluindo filmes finos, em campos de até 2 T. É equipado com um forno que permite a determinação de propriedades magnéticas desde a temperatura ambiente até 1000 °C.

LADES – Laboratório de Difração e Espectroscopia

O Laboratório de Difração e Espectroscopia destina-se à determinação química, estrutural e morfológica de moléculas e da matéria condensada. Está equipado com dois difratômetros e um espectro-fluorímetro de raios X, além de espectrômetros Raman, infra-vermelho e ultravioleta.

Espectrofotometria no UV-Vis

A espectrofotometria no UV-Vis permite a medida da absorção óptica de materiais na faixa de 175 a 3300 nm para obter informações sobre suas estruturas eletrônicas. Medidas de transmitância e refletância podem ser usadas para a certificação e estudo de filmes, lentes e dispositivos optoeletrônicos. Um acessório para medidas de refletância difusa está disponível.

Espectroscopia no infra-vermelho

A espectroscopia no infra-vermelho pode ser realizada na faixa de 30 a 15800 cm⁻¹ e fornece informações complementares às da espectroscopia Raman sobre propriedades vibracionais dos materiais. Essa técnica pode ser empregada em diferentes estudos de vários materiais tais como: polímeros, filmes finos, materiais particulados e líquidos.

Difratometria de Raios X (DRX)

Medidas de difração de raios X são usadas para análises estruturais e de fase de materiais cristalinos, análise de ângulo rasante e reflectometria de filmes finos, medidas de textura cristalográfica e tensão residual, além de análise estrutural de materiais.

Espectrofotometria de Fluorescência

A espectrometria de fluorescência de raios X é utilizada para análise química de materiais com alta sensibilidade, sendo capaz de realizar análises elementares de traços.

Espectroscopia Raman

O espectrômetro Raman permite a realização de medidas das propriedades eletrônicas e vibracionais de amostras sólidas, líquidas e gasosas, contando com várias linhas de excitação (785nm, 633nm, 514nm, 488nm), e trabalhando nos modos simples, triplo subtrativo e aditivo.

LATEP – Laboratório de Análises Térmicas e Materiais Particulados

O Laboratório de Análises Térmicas e Materiais Particulados atua em pesquisa e desenvolvimento de métodos de análise de propriedades termofísicas de materiais. Suas linhas de trabalho estão voltadas para nanofluidos, biocombustíveis, caracterização de princípios ativos de fármacos e elaboração de materiais de referência. Possui diferentes equipamentos, abrangendo várias técnicas experimentais, que conferem uma grande versatilidade de caracterização.

Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

A Calorimetria Exploratória Diferencial mede fluxos de calor associados a eventos térmicos verificados em materiais ao longo de uma varredura de temperatura. Tais medidas fornecem informações qualitativas e quantitativas sobre transformações físicas e químicas que envolvem processos endotérmicos ou exotérmicos, incluindo transições vítreas, mudanças de fase, fusão, cristalização, estabilidade de materiais, cinética e pureza. O DSC mede com elevada sensibilidade na faixa de temperatura entre $-180\text{ }^{\circ}\text{C}$ até $725\text{ }^{\circ}\text{C}$. É possível também realizar ensaios em altas pressões ou sob vácuo, por meio de uma célula especial acoplada ao equipamento, quando podem ser determinados calor de vaporização, pressão de vapor, velocidade de reação em atmosfera controlada (oxidação, por exemplo), assim como estudos de reações sensíveis à pressão. Além disso, pode-se ainda realizar ensaios sobre processos de fotopolimerização e fotocura na faixa de temperatura entre $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ até $250\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Termogravimetria (TG/DSC)

A termogravimetria (TG) é uma técnica que mede a mudança da massa de uma amostra em função da temperatura ou do tempo, e simultaneamente mede variações de fluxo de calor associados aos eventos térmicos em estudo. É possível determinar quantitativamente e estudar a cinética de processos de desidratação, decomposição térmica e oxidativa, assim como acompanhar diferentes reações, oxidação, transições de fase e transformações físico-químicas na faixa entre $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $1600\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Este equipamento está acoplado a um espectrômetro de massa e a um infra-vermelho com transformada de Fourier.

Termomecanometria Dinâmica (DMA)

A Termomecanometria dinâmica é utilizada para medir propriedades mecânicas e viscoelásticas dos materiais em função da temperatura, tempo e frequência quando estes são submetidos a uma tensão periódica. Os tipos de materiais que podem ser analisados incluem termoplásticos, termorrígidos, compósitos, elastômetros, cerâmicos e metais. Com esta técnica é possível obter informações quantitativas e qualitativas dos materiais, tais como, módulo de Young e de cisalhamento; comportamento viscoelástico, estrutura e morfologia de polímeros; comportamento de fluxo e relaxamento. Os ensaios são realizados em um intervalo de força aplicada de 1 mN até 40 N, em um intervalo de frequência de 1 mHz até 1 kHz e em uma faixa de temperatura de $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$ até $500\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Medidores de difusividade e de condutividade térmicas com a técnica Flash

Com este equipamento é possível determinar a difusividade e a condutividade térmica e também o calor específico de metais, revestimentos, compósitos, cerâmicos, polímeros e líquidos. O equipamento opera na faixa de temperatura ambiente até 300 °C, com erro percentual entre 3-5%, dentro da difusividade de 0,01 mm²/s a 1000 mm²/s e da faixa de condutividade de 0,1 W/mK a 2000 W/mK.

Medidor de condutividade térmica por HFM (*Heat Flow Meter*)

O princípio de funcionamento do equipamento HFM é baseado na lei de transferência de calor de Fourier-Biot mono-dimensional. É utilizado para determinar a condutividade térmica de materiais de baixa condutividade térmica (0,01 – 0,2 W/mK) como isolantes poliméricos e de construção, na faixa de temperatura de –15 °C até 90 °C.

Medidor de condutividade térmica por GHP (*Guarded Hot Plate*)

O GHP é um instrumento de medição primário e, portanto, não precisa de calibração. É utilizado para medir propriedades térmicas de materiais isolantes e outros caracterizados pela elevada resistência térmica, como compósitos, concreto, materiais isolantes de baixa densidade e também materiais não homogêneos.

Analizador BET

O analisador BET pode realizar medidas de área superficial, micro e mesoporosidade, distribuição de tamanho de poros, densidade por absorção física e caracterização de catalisadores por adsorção química. Sendo possível também realizar ensaios de quimissorção.

Analizador de Potencial Zeta

Este equipamento realiza medidas de potencial zeta em suspensões diluídas ou concentradas (0,5 a 60 vol.%) e de distribuição de tamanhos de partículas no intervalo entre 20nm e 10µm. A versatilidade desta técnica possibilita medida de uma larga faixa de parâmetros em uma suspensão coloidal como determinação da distribuição de tamanho de partícula e potencial zeta, em função de variação de pH, de concentração de dispersantes e íons que determinam o potencial.

LATEO – Laboratório de Nanometrologia Teórica (Link)

O Laboratório de Nanometrologia Teórica (Lateo) fornece suporte teórico para as atividades experimentais da Divisão de Metrologia de Materiais. Os projetos são direcionados para a interpretação e simulação de medições e para a predição de propriedades de nanomateriais usando técnicas teóricas que vão desde cálculos de primeiros princípios com teoria do funcional da densidade até simulações atômicas com potenciais clássicos. O Laboratório está atualmente equipado com um "cluster" de computadores contendo 64 CPUS para uso dedicado.

ATIVIDADES DE PESQUISA E DESENVOLVIMENTO

Tecnologia de filmes e recobrimentos

A demanda por materiais de alta tecnologia com desempenhos específicos em vários tipos de ambientes requer que estes materiais apresentem propriedades de superfície diferentes de suas propriedades internas. A tecnologia que envolve a utilização de filmes finos ou recobrimentos e superfícies modificadas é um campo de pesquisa que visa atender esta demanda. Nesse contexto, os projetos atuais da Dimat incluem: desenvolvimentos de filmes condutores transparentes (TCOs), diodos orgânicos emissores de luz (OLEDs) e recobrimentos duros.

Carbono nano-estruturado

O carbono tem um papel chave no desenvolvimento da nanociência e nanotecnologia. Por um lado, estruturas a base de carbono dão origem à vida. Por outro lado, carbono é o primeiro vizinho do silício na tabela periódica, com ligações mais flexíveis e propriedades físicas, químicas e biológicas únicas, sendo dessa forma uma promessa para uma revolução na eletrônica. O carbono é um material especial para enfrentar os desafios da nanotecnologia porque suas ligações químicas são as mais fortes encontradas na natureza (exemplo: o diamante), e os estados de elétrons no grafite são deslocalizados, dando origem a propriedades ópticas e de transporte - térmico e eletrônico - excepcionais. O Inmetro participa, junto a ISO, das definições técnicas de protocolos para o desenvolvimento da nanotecnologia, tendo os nanotubos de carbono como material protótipo.

Materiais particulados

O principal objetivo desta área de pesquisa é a síntese, caracterização e processamento de materiais particulados e fluidos (suspensões, nanofluidos, pastas e etc.), dando suporte às indústrias em áreas como a tecnologia mineral, matérias primas para a construção civil, desenvolvimento de novos catalisadores, materiais cerâmicos, medicamentos, cosméticos e novos materiais.

Biocombustíveis

Devido à prevista escassez dos combustíveis a base de petróleo e ao efeito estufa, o desenvolvimento de novas fontes de energia renováveis com baixa emissão de carbono se faz crucial para a humanidade. O Brasil tem um papel de liderança na produção de biocombustíveis, uma fonte de energia que tem taxa de emissão nula ou negativa no seu ciclo de produção. O desenvolvimento de assinaturas espectroscópicas, pureza, estabilidade e interação dos biocombustíveis com materiais de interesse são objetos de pesquisa da Divisão de Metrologia de Materiais do Inmetro.

Aços elétricos

A caracterização magnética de chapas de aços elétricos, realizada em quadro de Epstein de acordo com normas brasileiras e internacionais, é importante para o desenvolvimento de novos aços silício com maior permeabilidade e menor perda total, que podem ser utilizados na fabricação de máquinas elétricas mais eficientes. As propriedades magnéticas mais importantes são a permeabilidade magnética e as perdas totais, que dependem da resistividade, espessura da chapa e da sua microestrutura.

Materiais magneticamente duros

A determinação de propriedades magnéticas de materiais magneticamente duros, como os ímãs permanentes e filmes finos magnéticos, realizada num magnetômetro de amostra vibrante (capaz de operar a altos campos magnéticos), auxilia no desenvolvimento de ímãs nanocristalinos de alto desempenho para operação a altas temperaturas.

Biomateriais

Os biomateriais são parte de um sistema que avalia, trata, aumenta ou substitui qualquer tecido, órgão ou função do corpo. O grupo de biomateriais pode oferecer suporte técnico a indústrias de produtos médicos e institutos de pesquisa em atividades de desenvolvimento, avaliação de desempenho, inovação e padronização de materiais para estes setores. Medições críticas como o desgaste e parâmetros dimensionais de componentes da articulação de quadril e joelho na avaliação de dispositivos médicos estão sendo realizadas para garantir a qualidade de produtos comercializados no país.

Nanometrologia

A nanometrologia envolve o uso de técnicas de medição de alta exatidão combinadas a sistemas de nano-posicionamento na faixa de 0,1 nm a 1 mm. Os projetos em andamento nesta área incluem (i) desenvolvimento e caracterização de membranas biocompatíveis a partir de poliuretano; (ii) desenvolvimento de membranas por meio de modificações por plasma para maior eficiência do processo de pervaporação; (iii) proteoma - determinação e medida de afinidade de sítios de ligação de proteína no DNA; (iv) biologia celular e molecular - elucidação da rota de doenças através de propriedades termodinâmicas; (v) desenvolvimento de padrões nanométricos; (vi) estudos de fenômenos de superfície voltados para o desenvolvimento de nanocatalisadores.

Teoria de materiais nano-estruturados

Atividades em teoria de materiais nanoestruturados envolvem o cálculo de propriedades estruturais, dinâmicas, eletrônicas e ópticas de uma variedade de sistemas. Alguns dos projetos atuais são nas áreas de: (i) superfícies e interfaces de óxidos de metais de transição; (ii) moléculas para diodos orgânicos emissores de luz; e (iii) materiais nano-estruturados de carbono.

Tribologia

Tribologia é o estudo da interação entre duas superfícies em contato, como desgaste e atrito, sendo de extrema importância tecnológica. A principal consequência do atrito e do desgaste é a perda financeira causada pelo desperdício de energia e material, que podem estar relacionadas à qualidade de vida (qualidade dos biomateriais), produtividade nacional (confiabilidade) e acidentes causados por desgaste inesperado. A tribologia é de grande relevância em diversos campos de produtos: automotivo, lubrificantes, aditivos, revestimentos, biomateriais, MEMS, mídias e bens de consumo em geral.

Propriedades termofísicas

O campo das análises térmicas envolve uma série de técnicas que acompanham mudanças nas propriedades físicas ou químicas de materiais em função da temperatura. Seu principal impacto está sobre as indústrias de alta tecnologia, tais como: indústrias aeroespaciais, automotivas, eletrônicas e de isolamento térmico. A análise térmica tem sido usada como uma ferramenta de controle de qualidade em três principais áreas: caracterização, processamento (otimização e monitoramento) e desenvolvimento de materiais.