

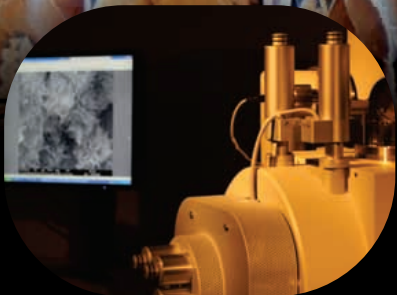
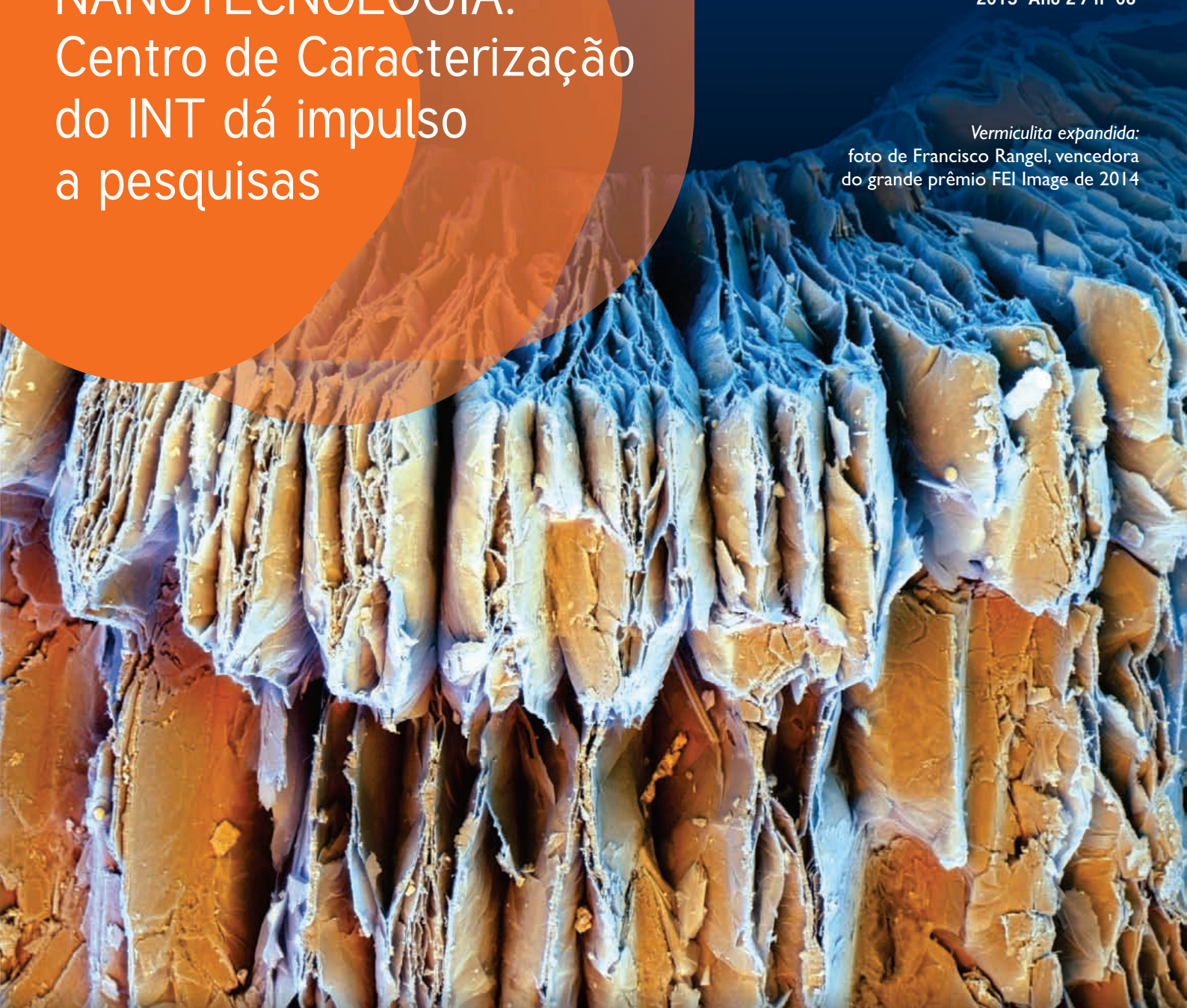
# inovativa

REVISTA DO INSTITUTO NACIONAL DE TECNOLOGIA

2015 Ano 2 / nº 06

**NANOTECNOLOGIA:**  
Centro de Caracterização  
do INT dá impulso  
a pesquisas

*Vermiculita expandida:*  
foto de Francisco Rangel, vencedora  
do grande prêmio FEI Image de 2014



## OPINIÃO

Estrutura de Nanotecnologia  
integra o SisNANO/MCTI



## CENANO

Desenvolvimento tecnológico  
em várias áreas de conhecimento



## O Pesquisador

Artigo mostra como são  
produzidos metais  
nanoestruturados

## Nanotecnologia ganha impulso no INT com o CENANO



Paulo Gustavo Pries de Oliveira

*Coordenador de Desenvolvimento Tecnológico do INT, é químico industrial, com mestrado em Química Orgânica e doutorado em Catálise de Oxidação pelo Instituto Militar de Engenharia (IME) em parceria com Institut de Recherches sur la Catalyse et Environnement de Lyon, na França. Atualmente coordena as atividades do programa SisNANO/MCTI no INT.*

A nanotecnologia é formada por um conjunto de tecnologias que tem a capacidade de identificar, manipular, modificar, sintetizar e construir materiais com novas propriedades em nível atômico e molecular. É uma ciência que trabalha em dimensões nanométricas, que correspondem a um bilionésimo de metro. Dados recentes da Organização para a Cooperação e Desenvolvimento Econômico (OCDE) indicam que o mercado de produtos com propriedades advindas das dimensões nanométricas movimentará cerca de US\$ 350 bilhões e, em 2020, estima-se que esse valor será superior a US\$ 3 trilhões<sup>1</sup>.

O Instituto Nacional de Tecnologia (INT), ao longo dos anos, teve várias iniciativas visando consolidar as ações em nanotecnologia. Podemos citar a participação, em 2001, na fase I do Projeto de Implantação de Rede de Nanomateriais e Aplicações, lançado pelo CNPq, envolvendo as áreas de catálise e materiais; em 2002, na elaboração de Projeto Estruturante em Nanotecnologia; na elaboração do Plano Diretor 2006-2010 da Instituição; no âmbito dos Programas de

Desenvolvimento Tecnológico e de Inovação (PDTIs), em 2006, com foco na elaboração das ações voltadas para a prospecção; e as iniciativas da Direção do INT, em 2007, com a criação dos Grupos de Gestão em Temas Estratégicos (GGTE), que incorporou as atividades de Nanotecnologia, com foco principal na gestão dessas ações, sem perder de vista as contribuições anteriores.

Em 21 de junho de 2010, por portaria do Diretor do INT, o Centro de Caracterização em Nanotecnologia em Materiais e Catálise (CENANO) foi criado, sendo inaugurado pelo Ministro de Estado de Ciência e Tecnologia, Dr. Sérgio Rezende, em 22 de novembro do mesmo ano.

Em abril de 2012, o Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovação (MCTI) lança o Sistema Nacional de Laboratórios em Nanotecnologias<sup>1</sup> (SisNANO), instituído pela Portaria nº 245/2012 do MCTI e regulamentado pela Instrução Normativa nº 2 de 15 de junho de 2012, sob responsabilidade da Coordenação-

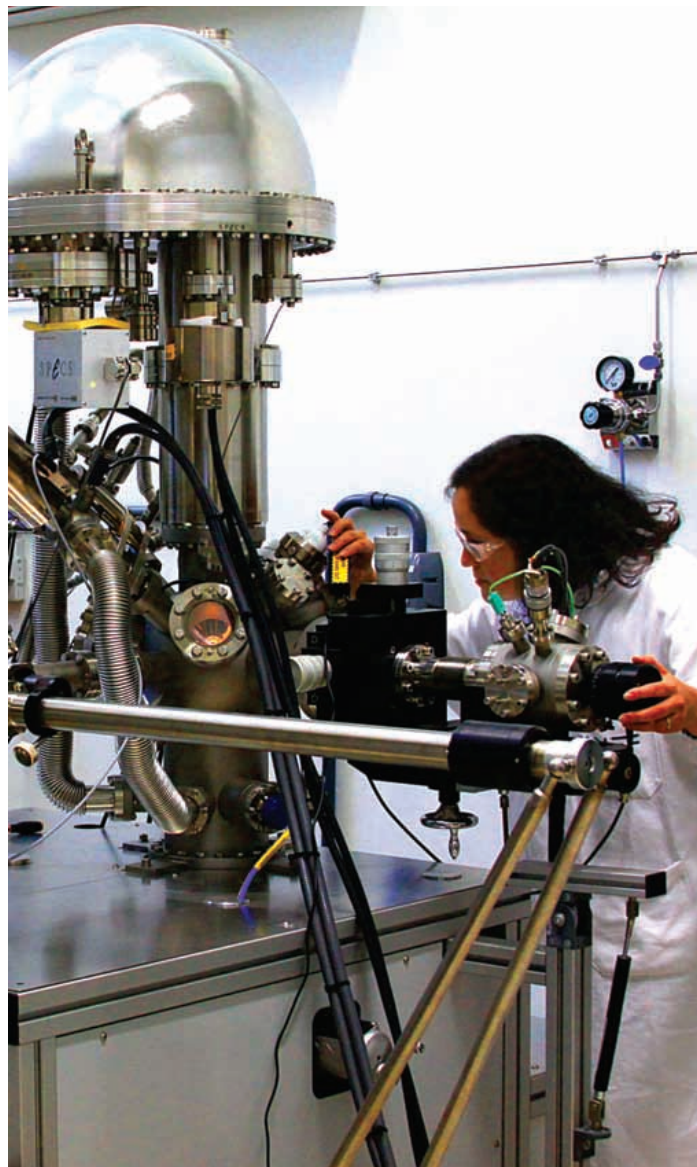
(1) Caderno SisNANO – Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovação (MCTI)

Geral de Micro e Nanotecnologias (CGNT). Foram então selecionados 26 laboratórios por meio de chamada pública com o objetivo de: i) melhorar a sua infraestrutura; ii) fixar e manter seu corpo técnico; e iii) permitir o funcionamento desses laboratórios e atender a usuários e instituições dos setores público e privado. Os laboratórios selecionados foram classificados em Laboratórios Estratégicos, vinculados diretamente ao Governo Federal, e Laboratórios Associados, vinculados, em sua maioria, às Universidades Públicas. O INT, por intermédio do CENANO, foi selecionado para integrar o programa SisNANO, na categoria de Laboratório Estratégico.

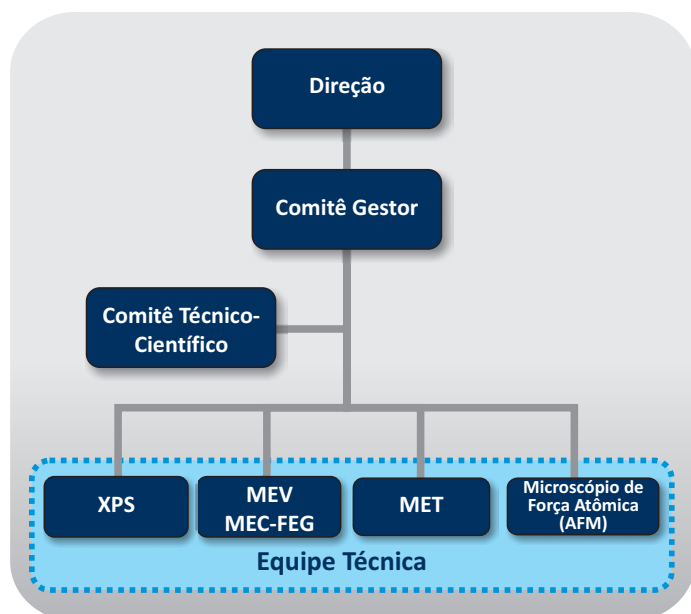
A competência do CENANO está voltada para as áreas de nanoquímica e nanomateriais, com destaque para a síntese, o processamento e a caracterização de nanopartículas e nanoestruturas. Neste contexto, destacam-se os grupos de catálise e de materiais da Instituição, principais usuários e parceiros internos.

A infraestrutura do CENANO é composta por dois microscópios eletrônicos de varredura (MEV e MEV-FEG), um microscópio eletrônico de transmissão, em fase de instalação, um espectrômetro de fotoelétrons excitados por raios-X (XPS) e um microscópio de força atômica, além de um conjunto completo de equipamentos necessários à preparação de amostras.

A gestão do CENANO é feita por um **Comitê Gestor**, que se reporta diretamente à Direção do INT por meio da Coordenação de Desenvolvimento Tecnológico (CODT), sendo composto por pesquisadores das áreas de catálise e materiais. O organograma do CENANO é mostrado na figura abaixo.



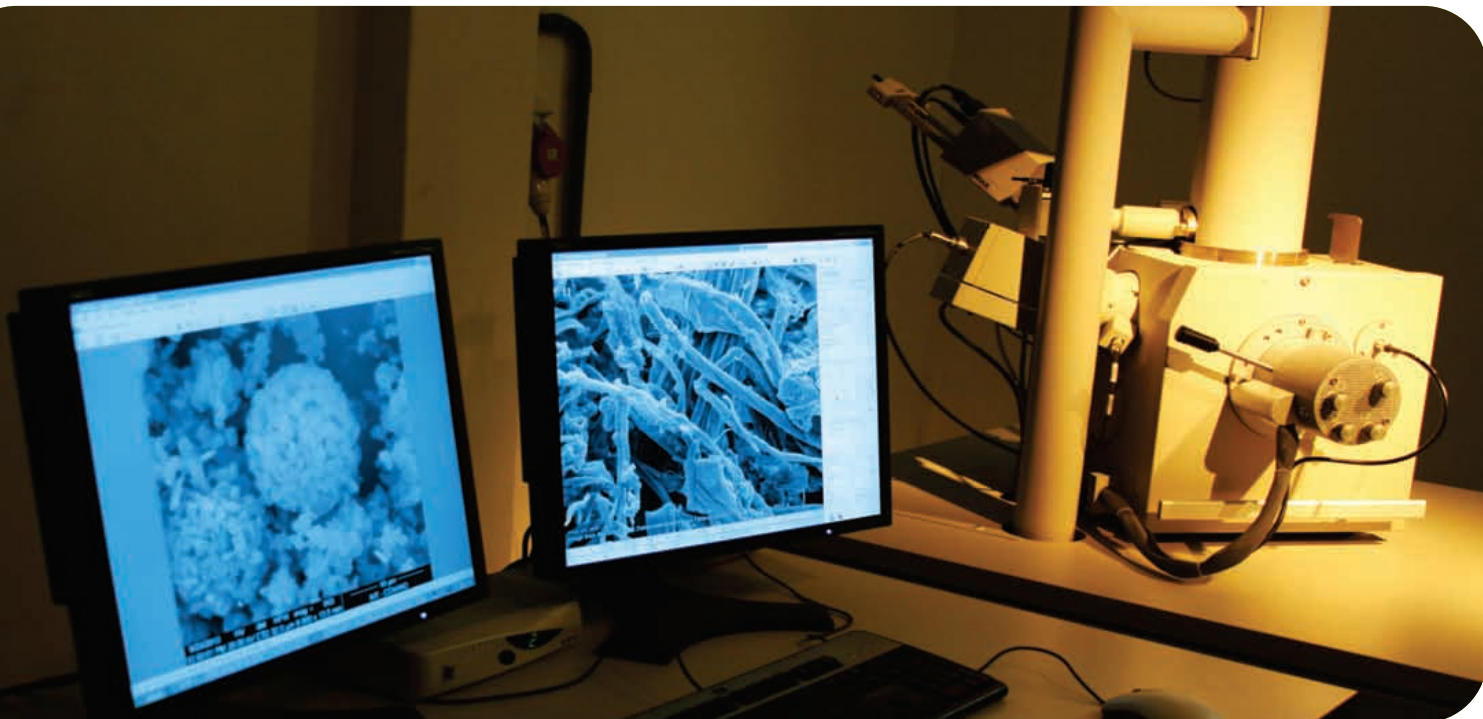
No espectrômetro fotoeletrônico por raios X (XPS) a pesquisadora Fabiana Mendes examina a superfície de materiais da área de Catálise.



Atualmente o CENANO encontra-se em fase de expansão por meio de projeto do CT-INFRA/FINEP que deverá duplicar o seu espaço físico e aumentar sua capacidade instalada com novos equipamentos. Para 2015/2016 está prevista a instalação de outros equipamentos de análise avançadas: MET (microscópio eletrônico de transmissão), FIB (microscópio eletrônico de varredura com feixe de íons focalizado) e microscópios específicos para análise de Biocorrosão.

O CENANO tem atendido a demandas do setor produtivo, tem apoiado projetos de pesquisa, a elaboração de Teses em parceria com universidades e programas de cooperação internacional. Para obter informações complementares, consulte o site: <http://www.int.gov.br/cenano/>

## Cenano apoia desenvolvimento de pesquisas em Nanotecnologia em várias áreas



*Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), no Cenano.*

A tecnologia é desenvolvida cada vez mais em dimensões imperceptíveis aos olhos humanos. Por isso, espaços como o Centro de Caracterização em Nanotecnologia para Materiais e Catálise (Cenano) do Instituto Nacional de Tecnologia (INT/MCTI) estão em expansão e são a base para um conjunto crescente de trabalhos de pesquisa e projetos de desenvolvimento tecnológico. Utilizando microscópios eletrônicos de varredura, o espaço serve à caracterização usada em análises de falhas ou de processos químicos e, sobretudo, no desenvolvimento de novos materiais, catalisadores e produtos.

Inaugurado em 2010, o Cenano envolve diferentes áreas do conhecimento que se valem de técnicas avançadas como a microscopia eletrônica de varredura (MEV, MEV-FEG) e a espectroscopia fotoeletrônica por Raios X (XPS). O centro agrega pesquisas e serviços das áreas de Catálise e Processos Químicos; Corrosão e Degradação; Processamento e Caracterização de Materiais; e Ensaio em Materiais e Produtos do INT. Integrando a rede SisNano do Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovação, desde 2013, empresta também sua infraestrutura, em parte do seu tempo de operação, a pesquisas de outros institutos de pesquisas, empresas e universidades do Brasil.

Com o conjunto de equipamentos existentes, são desenvolvidos diferentes trabalhos de caracterização e desenvolvimento tecnológico desde as dimensões do micrômetro, unidade que representa um milésimo do milímetro, até as dimensões do nanômetro, 1 milhão de vezes menor que o milímetro, onde ocorre o desenvolvimento da nanotecnologia. É nessa escala nanométrica onde acontece a atuação no nível das propriedades físico-químicas da matéria, que podem passar também a serem dominadas pelos chamados efeitos quânticos. Ainda em 2015 é prevista a instalação de um microscópio de força atômica (AFM), que serve para examinar superfícies, e de um microscópio eletrônico de transmissão (MET), que viabilizará a análise estrutural de materiais em alta resolução.

A administração do Cenano é conduzida por um comitê gestor, formado pelos tecnologistas Cássio Barbosa, Márcia Gomes de Oliveira, Andréa Farias e Ricardo Bonelli/Olga Ferraz, representando, respectivamente, cada uma das quatro áreas que mais utilizam os equipamentos: Ensaios em Materiais e Produtos, Processamento e Caracterização de Materiais, Catálise e Processos Químicos e Corrosão e Degradação. O grupo é supervisionado pelo coordenador de Desenvolvimento Tecnológico do INT, Paulo Gustavo Pries de Oliveira, responsável pelos projetos em Nanotecnologia do Instituto.

### **Desenvolvimento em várias áreas**

A área de Ensaios em Materiais e Produtos utiliza o Cenano para análises e desenvolvimento de metais. Uma das linhas de trabalho, desenvolvida pelo pesquisador Cássio Barbosa, envolve a deformação dos metais por um processo de extrusão, onde o material passa, praticamente sem variação de largura, por um orifício com ângulo específico para ser deformado em alto grau, tendo como consequência o refino microestrutural dos seus cristais. Com esses cristais reduzidos a uma escala submicrométrica ou nanométrica, o metal atinge resistência mecânica muito superior.

Alguns dos materiais desenvolvidos se destinam à produção de próteses ortopédicas de titânio, que deste modo podem atingir maior dureza e resistência à degradação por corrosão sob atrito. O desenvolvimento deste titânio com microestrutura ultrafina é feito em parceria com a área de Metalurgia e Materiais Coppe/UFRJ e complementado pela área de Processamento e Caracterização de Materiais do INT, por meio da pesquisadora Marize Varela, que além de produzir o material inicial por tecnologia de pós metálicos, desenvolve métodos para modificar a superfície do titânio, tais como a deposição de revestimentos biocerâmicos nanométricos e a indução de nanoporosidade, capazes de facilitar a compatibilidade e a integração do material com ossos.

A área de Processamento e Caracterização, comandada pela pesquisadora Márcia Gomes de Oliveira, usa ainda o Cenano para caracterizar diversos nanocompósitos que desenvolve. Entre esses encontra-se um polímero biodegradável que usa como base a vermiculita expandida, cuja imagem capturada no INT foi evidenciada pelo grande prêmio *FEI Image* de 2014 de microscopia eletrônica. A propriedade de expansão do material permite manter moléculas de polímero imobilizadas em seus “casulos”. Outra linha, conduzida pelo pesquisador Fabio Dantas, trabalha com o nanoencapsulamento de substâncias para a indústria farmacêutica ou de alimentos, que permite resultados eficientes e direcionados, como a liberação controlada de medicamentos contra a tuberculose ou o uso de corantes naturais sem a perda de suas propriedades. A área trabalha também com nanomembranas cerâmicas de porosidade controlada, que permitem aplicações diversas, incluindo reutilização de águas de esgoto, dessalinização e hemodiálise.

Pela natureza das suas pesquisas, com o desenvolvimento de catalisadores capazes de viabilizar e acelerar reações químicas, a área de Catálise e Processos Químicos já trabalhava com nanotecnologia antes da existência do Cenano. “A infraestrutura instalada no INT, no entanto, ampliou as possibilidades das pesquisas”, explica a

representante da área no Comitê Gestor do Centro de Caracterização, a pesquisadora Andréa Farias. Atualmente, a atividade mais usada pelos pesquisadores em Catálise é a caracterização dos catalisadores após estes serem usados em uma reação. Por meio dos microscópios eletrônicos de varredura é possível verificar a desativação do catalisador, indicada, no caso de reagentes orgânicos, pela evidência de depósitos de carbono. As pesquisas abrangem principalmente os catalisadores usados para a produção de hidrogênio – tanto por meio da reforma do etanol, como usando a glicerina como matéria-prima – além de processos de aproveitamento de biomassa para a obtenção de produtos químicos. Outro equipamento decisivo para as pesquisas em catálise é o XPS, que examina a superfície em uma camada fina de 10 nanômetros, o que é fundamental para a área, já que as reações ocorrem na parte superficial dos catalisadores.

A área de Corrosão e Degradação, representada no Cenano pelo tecnologista Ricardo Bonelli, vem estudando com auxílio do MEV detalhes das formas

de desgaste como os que ocorrem em componentes do motor dos carros. Esse tipo de caracterização permite identificar e buscar inovações capazes de neutralizar os agentes corrosivos e já estão sendo repassados a uma empresa do setor de autopeças, por intermédio do programa da Embrapii. Em outra linha, são pesquisadas maneiras de inibir a formação de biofilmes, compostos por microorganismos, que liberam substâncias capazes de atacar metais, causando corrosão em materiais usados nas indústrias de petróleo, mineradoras, hidrelétricas, materiais odontológicos e outros ambientes sujeitos a esse fenômeno. O Cenano dá suporte ao estudo de filmes de carbono do tipo diamante, que, ao serem manipulados em sua nanoestrutura, poderão garantir a proteção do aço, quando aplicados em sua superfície. Na área de Corrosão, a microscopia eletrônica dá suporte ainda a estudos de soldas em tubulações de óleo e gás para uso no pré-sal, visando melhorar sua resistência aos ataques corrosivos do ambiente rico em ácido sulfídrico ( $H_2S$ ). ●

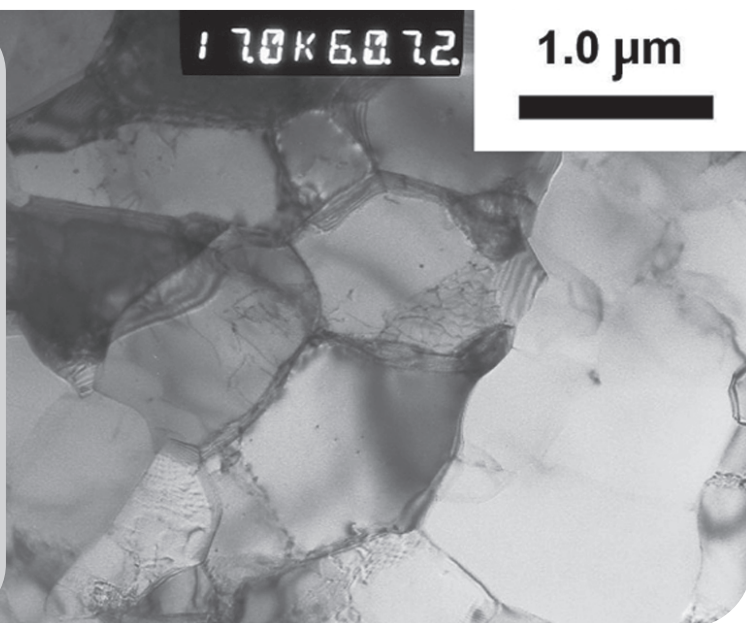


## Processos de Fabricação de Materiais Metálicos Nanoestruturados ou com Estrutura Cristalina Submicrométrica

### **Cássio Barbosa**

*Tecnologista do Laboratório de Caracterização de Propriedades Mecânicas e Microestruturais, da área de Ensaios de Materiais e Produtos do INT; membro do Comitê Gestor do Cenano e coordenador do projeto Faperj Desenvolvimento de Titânio e Liga de Titânio Nanoestruturados para Aplicação em Implantes Ósseos por Metalurgia do Pó e ECAP (IMPECAP). Engenheiro metalúrgico com doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais pela UFRJ.*

• *Palavras-chave: Processos de fabricação, nanotecnologia, microestrutura de grãos ultrafinos, materiais metálicos.*



Desde o surgimento da humanidade, a busca de novos materiais e processos de fabricação vem garantindo melhores propriedades para aplicações em produtos fundamentais, como utensílios e armas: Idades da Pedra, do Bronze e do Ferro.

No passado menos remoto, a Revolução Industrial, a partir da segunda metade do século XVIII, utilizou as tecnologias do vapor/carvão, eletricidade e petróleo para fabricar diversos produtos com finalidades semelhantes.

No final de século XX, a Ciência revelou que, em diversos campos do conhecimento, vários processos podem ser desenvolvidos ou adaptados para produzir materiais com características em escala nanométrica, que permitem melhoria de propriedades e/ou redução de custos, melhorando o desempenho em diversas aplicações industriais. Surgia um novo conceito de

procedimentos de fabricação de processos e produtos e caracterização de microestrutura e propriedades mecânicas, que passou a ser conhecido pela denominação geral de NANOTECNOLOGIA.

Na verdade, Nanotecnologia é uma palavra com significado muito amplo, abrangendo técnicas de produção e caracterização de diferentes tipos de materiais, com a finalidade de produzir e assegurar o uso de diferentes produtos com características em escala nanométrica.

Estes materiais podem ser metálicos, poliméricos, cerâmicos e os produtos também podem ser diversos, como catalisadores, partículas, tubos, revestimentos, e materiais massivos (“bulk”).

No caso de materiais metálicos massivos, a principal característica é o pequeno tamanho do cristal (“grão” no jargão da Metalurgia), pois, de

modo geral, quanto menores os cristais, melhores as suas propriedades.

Na definição inicial de Nanotecnologia, estes cristais deveriam ter tamanho entre 1 e 100 nm, mas, numa definição mais aceita atualmente, podem ser considerados os cristais submicrométricos (abaixo de 1 µm ou de 1 a 999 nm), se o conceito principal for o ganho significativo de propriedades, físicas/mecânicas, obtidas com a redução de escala.

As propriedades dos materiais cristalinos, mesmo com a mesma composição química, podem variar muito, conforme sua estrutura cristalina, indicada pela variedade geométrica de empilhamento de átomos em cada arranjo tridimensional repetido, denominado cristal. As estruturas cristalinas podem ser cúbicas, hexagonais, monoclinicas, ortorrômbicas, entre outras possibilidades<sup>1</sup>.

Outro parâmetro cristalino importante é o tamanho desses cristais.

Os materiais, produtos e dispositivos com características nanométricas podem ser classificados em três grupos:

A) materiais com dimensões nanométricas na forma de partículas, arames ou tubos, isolados ou depositados em um substrato<sup>2</sup>;

B) materiais onde a microestrutura nanométrica restringe-se a uma fina e também nanométrica região superficial de um material massivo, como revestimentos depositados por processos PVD (physical vapour deposition), CVD (chemical vapour deposition), implantação iônica ou tratamentos com feixe de laser, que modificam a composição química e/ou estrutura atômica de superfícies sólidas em escala nanométrica, proporcionando ganhos de propriedades, como resistência à corrosão, dureza e resistência ao desgaste<sup>2</sup>.

C) materiais sólidos e massivos com microestrutura nanométrica (cristais = “grãos” nanométricos/submicrométricos)<sup>2</sup>: Estes materiais constituem o foco deste texto.

Vários processos podem ser usados na fabricação de materiais metálicos nanoestruturados:

condensação de gás com subsequente consolidação, moagem com esferas, eletrodeposição, moagem criogênica com prensagem isostática a quente e deformação plástica severa.

Com exceção da deformação plástica severa, os outros processos podem ser considerados do tipo “bottom up” (de baixo para cima), pois os materiais nanoestruturados são formados a partir da junção/consolidação de nanopartículas sólidas. Tais processos limitam-se à produção de pequenas amostras para aplicações muito específicas, como dispositivos eletrônicos, mas não para fabricação de componentes estruturais de grande porte.

Desvantagens destes processos “bottom-up”: certo grau de porosidade residual e contaminações de impurezas, além da dificuldade de adaptar tais processos para a produção em larga escala industrial.

Já nos processos do tipo “top-down”, um material massivo (“bulk”) é submetido a algum processo que, por intermédio de elevados graus de deformação plástica severa (DPS), por exemplo, converte uma microestrutura de grãos relativamente grosseiros em uma microestrutura ultrafina, até mesmo na escala nanométrica.

A DPS pode ser alcançada por diversos processos, porém alguns destes sobressaem-se por algumas características, como versatilidade, processamento de diferentes metais/ligas nanoestruturados, facilidade de fabricação em equipamentos já existentes, possibilidade de serem escalonados para produção industrial e homogeneidade de composição química e propriedades físicas dos materiais nanoestruturados produzidos por esses processos.

Com base nesses critérios, é enfatizada a extrusão angular em canal (ECAP), para a fabricação de produtos não planos (bastões, prismas e etc) e a laminação acumulativa (ARB), para a fabricação de produtos planos (chapas, tiras e etc).

A ECAP é um dos processos mais promissores para fabricar materiais metálicos nanoestruturados/com grãos (cristais) ultrafinos, por abranger todas as características favoráveis mencionadas. Também conhecido como ECAE (extrusão em vez de



prensagem), foi inicialmente introduzido por Segal e colaboradores em Minsk, na antiga URSS<sup>3</sup>. Na época o objetivo era desenvolver um processo de conformação onde altas tensões/deformações pudessem ser introduzidas no material metálico por cisalhamento simples.

Isso mudou nos anos 1990, quando foi observado que o processo ECAP podia produzir grãos (cristais) na escala nanométrica, proporcionando excelentes propriedades mecânicas.

No processo ECAP, o material é introduzido num canal vertical de entrada de uma matriz de aço ferramenta e emerge num canal de saída horizontal ou inclinado com o mesmo diâmetro ou arestas/seção transversal.

Neste plano angular, formado na interseção dos canais de entrada e saída, o material metálico sofre deformação plástica por cisalhamento simples.

Como consequência da deformação plástica severa assim introduzida, o material metálico com grãos na escala convencional, geralmente acima de 10  $\mu\text{m}$ , é convertido num material com grãos ultrafinos na escala submicrométrica (abaixo de 1  $\mu\text{m}$ ), geralmente parcialmente nanoestruturado (parte dos grãos com tamanho inferior a 100 nm da definição clássica de nano). Este considerável refino de grão proporciona melhores propriedades mecânicas, tanto dureza/resistência mecânica quanto ductilidade/tenacidade. A figura a seguir mostra o esquema básico do processo ECAP.

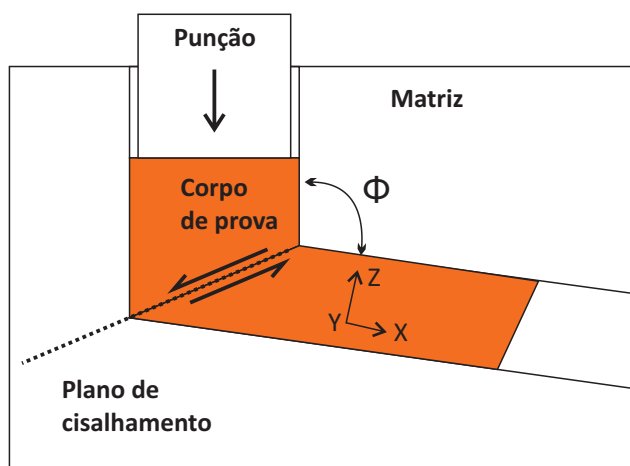


Diagrama esquemático do processo ECAP.

Nesta figura,  $\Phi$  é o ângulo de interseção entre os canais de entrada e saída. Como as dimensões da seção transversal ficam praticamente inalteradas após cada passe do processo ECAP, este pode ser repetido muitas vezes, permitindo atingir um alto grau de deformação acumulada.

O ângulo de interseção é o fator mais importante do processo ECAP, pois determina a deformação introduzida em cada passe, tendo assim influência direta sobre a microestrutura e as propriedades do material.  $\Phi$  pode variar entre 90 e 157,5°, mas quanto menor, maior a deformação por passe, o refino de grão e melhores são as propriedades mecânicas.

Entretanto, materiais pouco dúcteis são mais dificilmente processados com este menor ângulo, podendo surgir trincas e descontinuidades similares, então a escolha do ângulo também depende da ductilidade do material<sup>3</sup>.

Outros fatores importantes no processo ECAP: velocidade de prensagem e temperatura afetam a microestrutura e propriedades do material. A temperatura é um fator crítico para a obtenção de grãos finos, pois, se for muito alta, produz grãos maiores e mais grosseiros. Mas, em geral pode ser facilmente controlada operacionalmente.

Em relação às propriedades mecânicas, a melhor microestrutura também resulta das menores temperaturas de processamento possíveis, sem trincamento significativo no material, pois, além de menores, os grãos ficam com maior fração de contornos de alto ângulo<sup>3</sup>.

O processo ECAP gera calor, causando rápido aumento de temperatura até o plano de cisalhamento, após o qual a temperatura cai subitamente. Este comportamento varia para diferentes materiais, mas o calor gerado é maior para os materiais mais duros, aumentando também com a velocidade de extrusão<sup>5</sup>.

## ARB

ARB é a sigla no idioma inglês de acumulativa (accumulative roll bonding), que é um processo de deformação plástica severa concebido para a fabricação de produtos metálicos planos com estrutura cristalina em escala nanométrica. A figura a seguir ilustra este processo de fabricação.

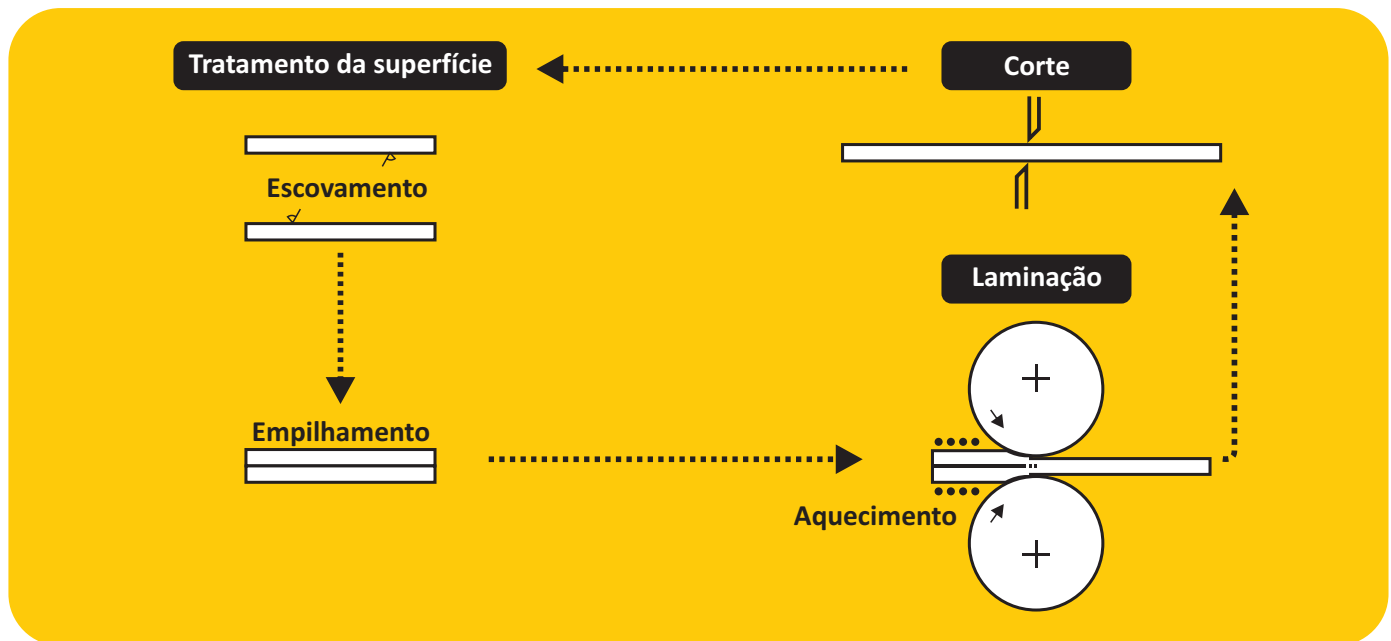


Diagrama esquemático do processo ARB<sup>4</sup>.

Esta imagem mostra que, a partir da chapa inicial, com cristais convencionais (30-40 $\mu$ m), duas metades cortadas são submetidas a uma limpeza na superfície (escova de aço e acetona), para remoção de óxidos e contaminação, e então empilhadas. Assim, juntas, são laminadas com grau de redução de espessura semelhante. Este mesmo procedimento de corte, empilhamento e laminação é repetido várias vezes, submetendo o material a um grau de deformação elevado, que reduz acentuadamente o tamanhos dos cristais (a uma escala submicrométrica/nanométrica), que permite melhorar acentuada de propriedades como dureza, resistência mecânica e resistência à abrasão em metais e ligas que formam uma camada protetora de

óxido, como alumínio, cobre e titânio, no qual este fenômeno, conhecido como passivação, aumenta a espessura da camada e, conseqüentemente, a resistência à corrosão, ao contrário de outros metais ou ligas onde esta camada não deforma, como o aço carbono comum<sup>4</sup>.

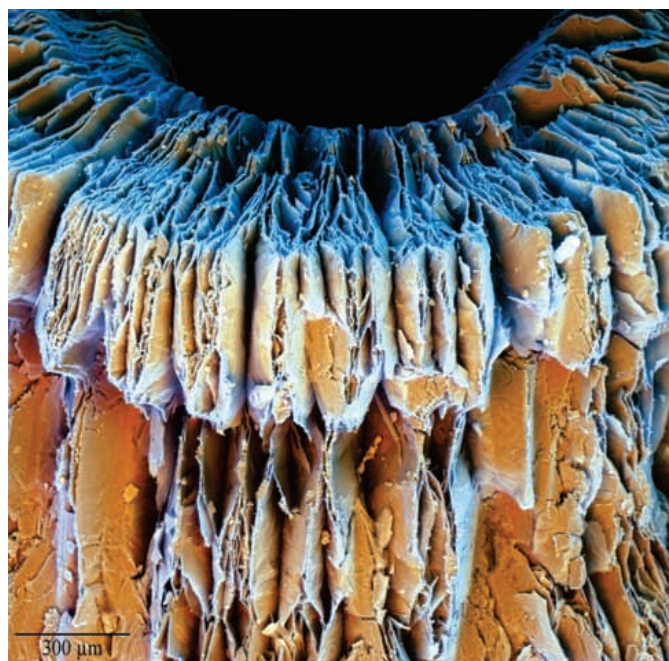
Os mesmos efeitos de melhoria destas propriedades são observados nos materiais processados por extrusão angular em canal (ECAP). A principal diferença entre os dois processos é que, enquanto o ECAP destina-se à fabricação de produtos não planos (barras e bastões), o processo ARB destina-se à fabricação de produtos planos (chapas e tiras). ●

- (1) Callister Jr., W.D.; Materials Science and Engineering: An Introduction, John Wiley and Sons, 7th edition, York, USA, 2007, 201 p.  
Reed-Hill, R.E.; Abbaschian, R.; Abbaschian, L.; Physical Metallurgy Principles, Cengage Learning, 4th edition, Stamford, 2009, 750 p.
- (2) Gleiter, H.; Nanostructured materials: basic concepts and microstructure, Acta Materialia, 48, 2000, 1-29.
- (3) Valiev, R. Z.; Korznikov, A. V. Mulyukov, R.R.; Structure and properties of ultrafine-grained materials produced by severe plastic deformation, Materials Science and Engineering A, 168, 1993, 141-148.  
Valiev, R.Z., Langdon, T.G.; "Principles of equal channel angular pressing as a processing tool for grain refinement", Progress in Materials Science, v.51, 2006, 881-981.  
Valiev, R.Z., Islamgaliev, R.K., Alexandrov, I.V. "Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation"; Progress in Materials Science, v.45, 2000, 103-189.
- (4) Saito, Y.; Tsuji, N.; Utsunomiya, H.; Sakai, T.; Hong, R.G., Ultra-fine grained bulk aluminum produced by accumulative roll-bonding (ARB) process, Scripta Materialia, 39, 9, 1998, 1221-1227.  
Tsuji, N.; Toyoda, T.; Minamino, Y.; Koizumi, Y.; Yamane, T.; Komatsu, M.; Kiritani, M.; Microstructural change of ultrafine-grained aluminum during high-speed plastic deformation, Materials Science and Engineering A, 350, 2003, 108-116.  
Effect of grain size changes on corrosion behavior of copper produced by accumulative roll bonding process, A. Nikfahm; I. Danaee\*, A. Ashrafi; M.R. Toroghinejad, Materials Research. v.16, n° 6, 2013, 1379-1386.

# Técnico do INT ganha prêmio internacional de fotos de microscopia

O técnico em microscopia eletrônica, Francisco Luiz Correa Rangel, do Centro de Caracterização em Nanotecnologia para Materiais e Catálise (Cenano) do Instituto Nacional de Tecnologia (INT/MCTI), foi o vencedor do grande prêmio *FEI Image* de 2014. O concurso internacional é um dos principais na área de imagens de microscopia eletrônica, sendo promovido pela FEI Company em parceria com a revista *National Geographic*.

A imagem premiada (ao lado) é de uma "vermiculita expandida". Trata-se de um silicato hidratado de ferro alumínio e magnésio, que tem seus flocos dilatados em aspecto de sanfona por ação do vapor d'água. Essa forma esfoliada acontece quando a vermiculita é alterada quimicamente ou rapidamente aquecida a partir de 900° C, o que acontece na maioria das aplicações desse material.



Francisco Rangel, no Cenano/INT.

O trabalho fotografado por Rangel integra pesquisa do tecnologista Marcelo Ferreira de Oliveira Leão, do Laboratório de Tecnologia de Materiais Poliméricos (LAMAP), da área de Processamento e Caracterização de Materiais do INT, que desenvolve pesquisa com a vermiculita como base para nanocompósitos com polímeros, capazes de funcionar como plásticos biodegradáveis. O material é usado ainda em composições com gesso e concreto, proporcionando bom isolamento térmico, além de servir para absorver líquidos como fertilizantes, herbicidas e inseticidas.

Não foi a primeira vez que Francisco Rangel ganhou um prêmio de microscopia *Fei Image*. Em 2013, ele havia recebido o prêmio maior da categoria "Around the House", de imagens relacionadas a materiais de uso comum, com a imagem detalhada das fibras de um filtro de cigarros. Antes, em 2010, ganhou os prêmios de melhor imagem nos meses de março e maio. Desta vez, contudo, faturou o prêmio principal, dentre mais de 300 candidatos, incluindo participantes dos principais centros de microscopia do mundo. Como prêmio, Rangel ganhou uma viagem para Londres, onde assistirá a uma pré-estreia do filme "Mistérios do Mundo Invisível", produzido pela FEI e pela *National Geographic*.

Atuando no Cenano do INT desde 2012, Rangel possui formação técnica em mecânica. Sua experiência profissional com imagens microscópicas foi adquirida na passagem por diversos laboratórios multidisciplinares, que lhe garantiram familiaridade com diversos tipos de materiais (incluindo metais, cerâmicas, polímeros, compostos e produtos orgânicos), se tornando perito na área de microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia de dispersão de raios-x (EDS e WDS) e microscopia de força atômica. Natural do Rio de Janeiro, com curso da Escola Técnica Pandiá Calógeras, de Volta Redonda, o técnico já trabalhou também na Superintendência Geral de Pesquisas e Desenvolvimento da Companhia Siderúrgica Nacional (CSN); no Laboratório Interdisciplinar de Eletroquímica e Cerâmica da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar); no Laboratório de Microscopia Eletrônica do Departamento de Física da UFPE; e no Centro de Tecnologias Estratégicas do Nordeste (Cetene/MCTI).



*Camadas de óxido de ferro em aço, usadas em pesquisas da área de Corrosão, ganhadora do prêmio mensal Fei Image de abril de 2014.*



*Imagem detalhada das fibras de um filtro de cigarros, ganhadora do prêmio Fei Image de 2013 na categoria "Around the House".*

O destaque nos concursos internacionais de imagem Francisco Rangel atribui ao perfeccionismo em acertar o foco da imagem e atender da melhor forma possível aos detalhes pretendidos pelos pesquisadores da área de nanotecnologia. As imagens, originalmente em preto e branco, são obtidas por meio de elétrons. As cores são simuladas através da mistura de elétrons secundários e retroespalhados, com opções de variação no percentual de cada um deles. "Embora sejam falsas cores, tento ser fiel às características dos materiais observados", explica o técnico do INT, que prefere dar todo o acabamento das imagens no próprio microscópio, dispensando o uso de programas de edição de imagem. ●