

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS  
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA**

MARIA JÚLIA DOS SANTOS

**MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA: ASPECTOS INSTRUMENTAIS**

SÃO CARLOS

2024

Maria Júlia dos Santos

**MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA: ASPECTOS INSTRUMENTAIS**

Trabalho de Conclusão de Curso  
apresentado ao Departamento de Química  
da Universidade Federal de São Carlos,  
para a obtenção do título de Bacharel em  
Química.

Orientador: Prof. Dr. Manoel Gustavo  
Petrucci Homem

SÃO CARLOS

2024

Maria Júlia dos Santos

## **MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA: ASPECTOS INSTRUMENTAIS**

Trabalho de Conclusão de Curso  
apresentado ao Departamento de Química  
da Universidade Federal de São Carlos,  
para a obtenção do título de Bacharel em  
Química.

### **BANCA EXAMINADORA**

Prof. Dr. Manoel Gustavo Petrucelli Homem  
Universidade Federal de São Carlos  
Departamento de Química

Prof. Dr. Lucas Barcelos Otani  
Universidade Federal de São Carlos  
Departamento de Engenharia de Materiais

Prof. Dra. Sandra Andrea Cruz  
Universidade Federal de São Carlos  
Departamento de Química

À minha família, amigos e ao meu namorado.

## AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, quero agradecer a minha família, em especial aos meus pais, Fátima e Renê, por sempre me apoiarem e por terem trabalhado arduamente ao longo desses anos para me manter em São Carlos e tornar possível o meu objetivo de se formar em uma universidade pública. Agradeço também à minha irmã pelo apoio e por ser minha melhor amiga. Gostaria de agradecer a Universidade Federal de São Carlos e o Departamento de Química pelo espaço e por todo o conhecimento que adquiri durante o curso. Quero agradecer em especial o professor Manoel G. P. Homem por ter aceitado me orientar no trabalho de conclusão de curso e pela ajuda oferecida durante a escrita da monografia.

Agradeço ao meu namorado, Davi, por sempre acreditar em mim e por ser meu companheiro tanto nos momentos bons quanto nos difíceis, que é quando eu mais preciso e ele sempre está lá. Quero agradecer também aos amigos que conquistei ao longo da graduação, em especial à Isadora, Jhenifer e Naira, que estiveram comigo desde o início e foram essenciais na minha trajetória acadêmica. Gostaria de agradecer à Isabele, por ter sido uma amiga e confidente durante a minha iniciação científica. Serei eternamente grata pela ajuda com os experimentos, relatórios e por ter feito da IC um período de muito aprendizado.

Agradeço ao Laboratório de Caracterização Estrutural do Departamento de Engenharia de Materiais da UFSCar pela oportunidade de estágio oferecida. Ofereço um agradecimento especial ao Vitor que sempre me ajudou com as análises de microscopia eletrônica de varredura e agradeço à Jacqueline e ao Flávio pela companhia diária que tornou a experiência ainda mais divertida e leve. Por fim, quero agradecer a mim mesma, por conseguir me manter forte para enfrentar os problemas, por sempre ter me dedicado às tarefas que propus a fazer e por nunca ter desistido, apesar dos problemas.

*“Quando você muda a maneira como você vê as coisas, as coisas que você vê mudam.”*

*Wayne Walter Dyer*

## RESUMO

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) surgiu da necessidade de caracterizar materiais na escala de nanômetros, considerando que até então, os microscópios ópticos conseguiam alcançar resoluções apenas na ordem de micrômetros. Desde o início do século XX, muitos estudos foram realizados por diferentes cientistas para que se chegasse ao modelo de microscópio eletrônico de varredura usado nos dias atuais. Foi a partir das descobertas, como por exemplo, o fato desse tipo de microscópio permitir analisar diferentes tipos de amostras, que a MEV se tornou uma das principais técnicas de caracterização no ramo da ciência. Logo, tendo em vista a relevância desse equipamento, é de suma importância que os pesquisadores tenham conhecimento acerca da sua parte instrumental. Desta forma, o presente trabalho buscou mostrar como um microscópio eletrônico de varredura funciona, explicando cada um dos seus principais componentes e dando um panorama geral sobre a óptica eletrônica, que está diretamente ligada ao assunto. O primeiro componente apresentado foi o canhão de elétrons, em que se falou sobre os canhões de emissão termiônica e os de emissão por tunelamento, além dos três tipos mais comuns de filamento: tungstênio (W), hexaboreto de lantânio ( $\text{LaB}_6$ ) e field emission gun (FEG). O segundo componente foi o sistema de lentes, onde foi descrito como as lentes operam e os possíveis efeitos de aberrações. Por fim, o texto mostrou o terceiro componente que são os detectores, explicando qual dispositivo é usado para cada um dos dois sinais mais comuns gerados durante o processo de varredura, que é o sinal de elétrons secundários e o de elétrons retroespalhados.

Palavras-chave: canhão de elétrons; lentes eletrostáticas; lentes magnéticas; microscopia eletrônica de varredura; óptica eletrônica.

## ABSTRACT

Scanning electron microscopy (SEM) arose from the need to characterize materials on the nanometer scale, considering that until then, optical microscopes could only achieve resolutions of the order of micrometers. Since the beginning of the 20th century, many studies have been carried out by different scientists to arrive at the model of scanning electron microscope used today. It was from their discoveries, such as the fact that this type of microscope allows analyzing different types of samples, that SEM became one of the main characterization techniques in the field of science. Therefore, given the relevance of this equipment, it is extremely important that researchers have knowledge about its instrumental part. With this in mind, the present work seeks to show how a scanning electron microscope works, explaining each of its main components and giving a general overview of electronic optics, which is directly correlated to the subject. The first component presented was the electron gun, which talked about thermionic emission guns and tunneling emission guns, in addition to the three most common types of filament: tungsten (W), lanthanum hexaboride (LaB<sub>6</sub>) and field emission gun (FEG). The second component was the lens system, where it was described how the lenses operate and the possible effects of aberrations. Finally, this work describes the third component, which are the detectors, explaining which device is used for each of the two most common signals generated during the scanning process, which are the secondary electron signal and the backscattered electron signal.

Keywords: electron gun; electrostatic lenses; magnetic lenses; scanning electron microscopy; electronic optics.



## LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1.1 - Primeiro microscópio eletrônico de transmissão de varredura. ....	2
FIGURA 1.2 - Primeiro microscópio eletrônico de varredura comercial, "stereoscan". ....	4
FIGURA 2.1 - Lente de abertura. ....	5
FIGURA 2.2 - Representação da Lei de Helmholtz-Lagrange. ....	6
FIGURA 2.3 - Lente de dois elementos. ....	8
FIGURA 2.4 - Lente de três elementos. ....	9
FIGURA 2.5 - Lente magnética. ....	10
FIGURA 3.1 - Esquema dos principais componentes de um microscópio eletrônico de varredura com canhão de emissão termiônica. ....	12
FIGURA 3.2 - Canhão de elétrons termiônico. ....	13
FIGURA 3.3 - Canhão de elétrons de "field-emission" convencional. ....	14
FIGURA 3.4 - Gráfico representando a condição de saturação de um filamento de W. ....	17
FIGURA 3.5 - Imagem de microscopia eletrônica de varredura de um filamento de tungstênio. ....	18
FIGURA 3.6 - Imagem de microscopia eletrônica de varredura de um filamento de hexaboreto de lantânio. ....	19
FIGURA 3.7 - Desenho ilustrativo de um filamento de hexaboreto de lantânio. ....	20
FIGURA 3.8 - Imagem de microscopia eletrônica de varredura de um filamento FEG. ....	21
FIGURA 3.9 - Desenho ilustrativo de um canhão de emissão de campo Schottky. ....	23
FIGURA 3.10 - Lente objetiva pinhole (A), de imersão (B) e snorkel (C). ....	25
FIGURA 3.11 - Desenho ilustrativo de uma lente magnética sem (A) e com (B) aberração esférica. ....	26
FIGURA 3.12 - Representação do efeito de astigmatismo, em que (A) é a imagem inicial, (B) é a imagem distorcida abaixo do foco, (C) é a imagem distorcida acima do foco e (D) é a imagem corrigida. ....	29
FIGURA 3.13 - Desenho ilustrativo da geração de elétrons secundários. ....	30
FIGURA 3.14 - Desenho ilustrativo da geração de elétrons retroespalhados. ....	31
FIGURA 3.15 - Imagem BSE da superfície de fratura de uma liga de Al com precipitados. ....	32
FIGURA 3.16 - Desenho ilustrativo do funcionamento de um detector ET. ....	33
FIGURA 3.17 - Imagem SE de uma amostra de carvão mergulhado em Au coloidal. ....	35
FIGURA 3.18 - Detector SSD junto com os componentes eletrônicos associados. ....	36

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO .....	1
2. ASPECTOS FUNDAMENTAIS DA ÓPTICA ELETRÔNICA .....	4
2.1. Analogia Óptica-mecânica.....	4
2.2. Lei de Helmholtz–Lagrange .....	6
2.3. Lentes Eletrostáticas .....	7
2.4. Lentes Magnéticas .....	9
2.5. Distância Focal e Desmagnificação .....	10
3. COMPONENTES DE UM MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA.....	11
3.1. Canhão de Elétrons .....	12
3.1.1. Filamento de tungstênio (W).....	17
3.1.2. Hexaboreto de lantânio (LaB6) .....	18
3.1.3. Field emission gun (FEG) .....	21
3.2. Sistema de Lentes .....	23
3.2.1. Lente condensadora.....	24
3.2.2. Lente objetiva.....	24
3.2.3. Aberrações.....	26
3.3. Detectores .....	30
3.3.1. Detector de elétrons secundários.....	32
3.3.2. Detector de elétrons retroespalhados.....	35
4. CONSIDERAÇÕES FINAIS .....	37
5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	39

## 1. INTRODUÇÃO

A palavra microscópio é derivada das palavras gregas, *micros* e *skopeo*, e significa olhar o que é pequeno. Ou seja, um microscópio consegue examinar detalhes que são invisíveis a olho nu. Os primeiros microscópios conhecidos usavam a luz visível para iluminar uma pequena área da amostra e obter imagens com uma resolução na ordem do comprimento de onda da luz envolvida no processo. Este tipo de microscópio ficou conhecido como microscópio óptico e o fato de ele usar luz visível permite alcançar resoluções na faixa de micrômetros.<sup>1</sup>

Com o avanço da ciência, criou-se um grande interesse em encontrar maneiras de caracterizar materiais na escala de nanômetros, não mais apenas na ordem de micrômetros como era feito até então. Foi dessa necessidade que surgiu o primeiro microscópio eletrônico de varredura e a sua história inicia-se com a descoberta da óptica eletrônica. Na década de vinte, o físico alemão Hans Busch estudou a trajetória de partículas carregadas em campos elétricos e magnéticos axialmente simétricos. Ele conseguiu mostrar que esses campos poderiam atuar como lentes e isso foi fundamental para a criação da óptica eletrônica geométrica.<sup>2</sup>

Na mesma época, o físico francês Louis de Broglie introduziu a ideia da dualidade onda-partícula para a matéria. Ele postulou que uma partícula em movimento, como por exemplo um elétron, possui um comprimento de onda associado ao seu momento linear, apresentando, portanto, comportamentos de natureza ondulatória. Tanto essa descoberta, quanto os estudos realizados por Bush, contribuíram para a construção da microscopia eletrônica de varredura (MEV), revolucionando a ciência moderna.<sup>2,3</sup>

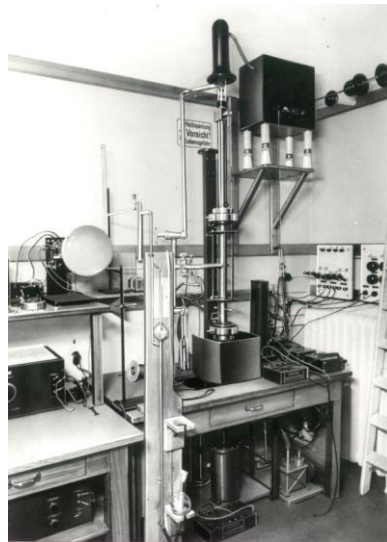
Mais tarde, na década de trinta, Ernst Ruska, um físico alemão, começou a trabalhar com microscopia eletrônica. Com ajuda do seu grupo de pesquisa e usando como base o trabalho de de Broglie, Ruska descobriu que os comprimentos de onda dos elétrons, usados como fonte de energia nos microscópios eletrônicos, eram cinco ordens de grandeza menores que o comprimento de onda da luz usada nos microscópios ópticos. Ou seja, ele observou que os microscópios eletrônicos tinham o potencial de atingir resoluções melhores que os ópticos.

A partir de suas descobertas, Ruska trabalhou com o engenheiro elétrico alemão Max Knoll e, juntos, eles estimaram o limite de resolução de um microscópio eletrônico. Eles usaram o comprimento de onda dos elétrons ao invés do comprimento de onda da luz e conseguiram chegar em um limite teórico de 0,22 nm, valor que foi comprovado experimentalmente quase meio século depois. Em seguida, em 1931, os dois cientistas construíram o primeiro microscópio eletrônico de transmissão, em que um feixe de elétrons é incidido na amostra e passa através dela

para gerar uma imagem. O trabalho com a microscopia eletrônica de transmissão (MET) rendeu ao Ernst Ruska o prêmio Nobel de física em 1986.

Quatro anos depois, em 1935, Knoll introduziu o conceito da microscopia eletrônica de varredura com a publicação das primeiras imagens obtidas por varredura de um feixe de elétrons sobre a superfície de uma amostra. Durante o experimento, ele não usou lentes eletrônicas para diminuir o diâmetro do feixe, resultando em um limite de resolução de 100 nm. Já em 1938, Manfred von Ardenne, outro físico alemão, construiu o primeiro microscópio eletrônico de transmissão de varredura, figura 1.1, acoplando bobinas de varredura em um microscópio de transmissão. A ideia era conseguir obter imagens de amostras espessas, o que era uma limitação da MET devido aos efeitos de aberração cromática.<sup>4</sup>

FIGURA 1.1 - Primeiro microscópio eletrônico de transmissão de varredura.



Fonte: UI-HAMID, A. **A beginners' guide to scanning electron microscopy**. 1st ed. Cham, Switzerland: Springer, 2018.

A construção do microscópio de transmissão de varredura se iniciou em 1936, com a contratação do von Ardenne pela Siemens. A empresa queria investigar a possibilidade de usar uma sonda eletrônica para evitar a aberração cromática observada na microscopia de transmissão. Foi então que o físico alemão publicou um estudo detalhado sobre sondas eletrônicas produzidas por lentes magnéticas e, a partir disso, ele não apenas conseguiu construir o primeiro microscópio eletrônico de transmissão de varredura, como produziu um feixe de elétrons com diâmetro de 4 nm, usando lentes magnéticas.<sup>4,6</sup>

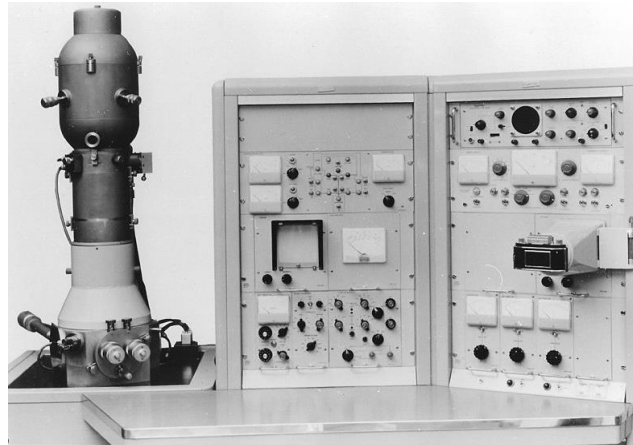
Apesar do avanço, como na época não tinha detectores adequados para capturar o sinal gerado, as imagens produzidas por esse tipo de equipamento eram de baixa resolução, ficando ainda atrás da resolução alcançada pela MET. Isso fez com que von Ardenne permanecesse na área apenas cerca de dois anos e, segundo relatos, o microscópio desenvolvido por ele foi destruído em um ataque aéreo ocorrido em Berlim durante a segunda guerra mundial. Após esses episódios, em 1942, aconteceu, de fato, a construção do primeiro verdadeiro microscópio eletrônico de varredura, pelo engenheiro russo-americano Vladimir Zworykin em Nova Jersey, nos Estados Unidos.<sup>4,6</sup>

De acordo com a literatura, Zworykin construiu um microscópio com duas lentes magnéticas que tinham como objetivo produzir um feixe de elétrons com diâmetro muito pequeno para atingir a amostra, justamente para obter um limite de resolução melhor do que o obtido por Knoll anos antes. O engenheiro conseguiu atingir seu objetivo, o equipamento apresentou uma resolução de 50 nm que, embora fosse um valor abaixo do observado na microscopia de transmissão, fez com que a microscopia eletrônica de varredura começasse a ganhar espaço entre os cientistas.<sup>3,4</sup>

Nesse contexto, o professor Charles W. Oatley, do Departamento de Engenharia da Universidade de Cambridge, teve acesso ao trabalho desenvolvido por von Ardenne e decidiu explorar a microscopia de varredura por acreditar na capacidade que a técnica poderia oferecer dentro do ramo da microscopia. O primeiro microscópio feito por ele contou com a ajuda de seu aluno David McMullan e era similar ao microscópio desenvolvido por Zworykin, ambos conseguiram chegar em uma resolução de 50 nm. No entanto, foi a primeira vez que se observou características tridimensionais em imagens de MEV.

Depois disso, outros microscópios de varredura foram construídos sob a supervisão de Oatley e as melhorias descobertas ao longo dos anos em seu grupo de pesquisa, levaram a construção do primeiro microscópio eletrônico de varredura comercial, pela empresa Cambridge Scientific Instrument Company, em 1965. Este equipamento foi denominado como “stereoscan” e além de apresentar uma boa profundidade de foco, tinha uma resolução na faixa de 15-20 nm. A figura 1.2 traz uma ilustração desse microscópio.<sup>5</sup>

FIGURA 1.2 - Primeiro microscópio eletrônico de varredura comercial, "stereoscan".



Fonte: BRETON, B. C.; McMULLAN, D.; SMITH, K. C. A. **Advances in imaging and electron physics: volume 133**. 1st ed. San Diego, CA: Academic Press, 2004.

Após o primeiro microscópio comercial, os equipamentos inventados nos anos seguintes tinham resoluções cada vez melhores. Nas décadas de setenta e oitenta, a resolução foi melhorada para a faixa de 7 a 5 nm, enquanto nas décadas seguintes, conseguiu-se alcançar resoluções de 3 nm e de até 1 nm<sup>5</sup>, como é observado em muitos modelos de microscópios atualmente. A partir daí a microscopia eletrônica de varredura tornou-se uma das técnicas mais eficazes no que diz respeito à caracterização de materiais orgânicos e inorgânicos na escala de nanômetro a micrômetro.

Portanto, sabendo o contexto em que a técnica surgiu e tendo em vista a relevância dela para ciência, é importante entender o funcionamento da microscopia eletrônica de varredura em termos de instrumentação. Nesse sentido, esta monografia tem como objetivo mostrar os principais componentes de um microscópio de varredura e explicar como cada um deles funciona, elencando conceitos fundamentais da óptica eletrônica, visto que eles estão diretamente ligados ao funcionamento deste tipo de instrumento.

## 2. ASPECTOS FUNDAMENTAIS DA ÓPTICA ELETRÔNICA

### 2.1. Analogia Óptica-mecânica

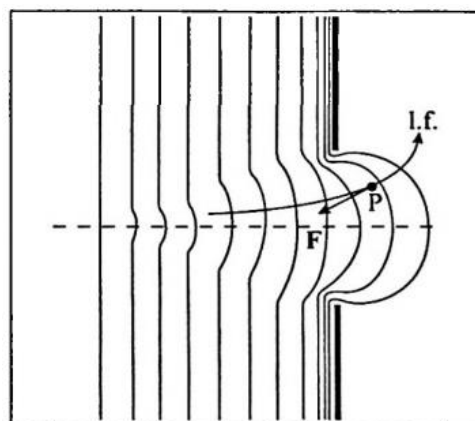
Em 1831, o físico e matemático irlandês, William Rowan Hamilton, descobriu uma relação entre a óptica geométrica e a mecânica clássica, criando o que se conhece hoje como

analogia óptica-mecânica. Hamilton comparou a trajetória de um raio luminoso se movendo em um meio heterogêneo, com índice de refração  $\eta(x)$ , com a trajetória de uma partícula se movendo sob a ação de um campo de força conservativo descrito por um potencial  $V(x)$ . Ele mostrou que a trajetória de uma partícula, segundo a mecânica clássica, é igual a trajetória de um raio luminoso, de acordo com a óptica geométrica.<sup>7</sup>

Uma das principais aplicações da analogia óptica-mecânica é a óptica eletrônica, em que um feixe de partículas carregadas, como por exemplo um feixe de elétrons, é tratado como se fosse um feixe de luz, usando campos de forças para desviar e focalizar o feixe. No caso de um feixe de elétrons, pode-se usar tanto campos eletrostáticos, produzidos por lentes eletrostáticas, como campos magnéticos, produzidos por lentes magnéticas.<sup>7</sup>

Em relação às lentes eletrostáticas, tem-se como exemplo, a lente de abertura, a qual é formada por um eletrodo plano com um pequeno orifício circular que separa duas regiões de campo distintas. Quando o campo penetra pela abertura, as superfícies equipotenciais existentes formam protuberâncias para fora do orifício. No momento em que o elétron passa pela lente, ele sofre a ação de uma força  $F$  num determinado ponto  $P$ , a qual tem uma componente radial que aponta para o eixo, resultando em um efeito de focalização, como ilustrado na figura 2.1.<sup>7</sup>

FIGURA 2.1 - Lente de abertura.



Fonte: NUSSENZVEIG, H. M. **Curso de física básica: ótica, relatividade, física quântica (volume 4)**. 2. ed.

São Paulo: Blucher, 2014.

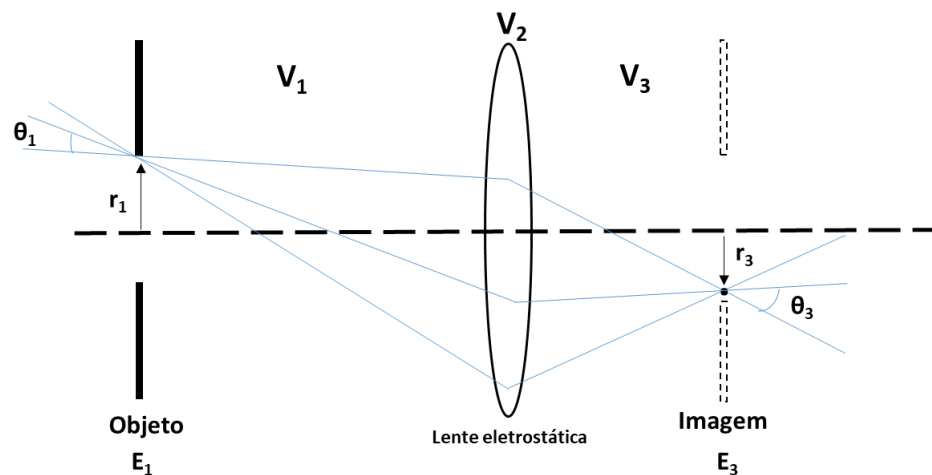
Em um microscópio eletrônico de varredura, emprega-se tanto lentes eletrostáticas quanto lentes magnéticas. Em geral, as lentes eletrostáticas são usadas para gerar o feixe de elétrons e alterar sua energia. Ou seja, elas são usadas principalmente para definir a fonte do

feixe eletrônico nos microscópios que se usa feixes de elétrons. Por outro lado, as lentes magnéticas não podem ser utilizadas para alterar a energia de um feixe eletrônico. Elas são usadas preferencialmente para definir a colimação e a focalização do feixe de elétrons, uma vez que apresentam menores aberrações ópticas, quando comparadas com as lentes eletrostáticas.

## 2.2. Lei de Helmholtz–Lagrange

A figura 2.2 mostra um arranjo típico da ação de uma lente sobre um feixe de partículas carregadas.

FIGURA 2.2 - Representação da Lei de Helmholtz-Lagrange.



Fonte: Adaptado de MOORE, J. H.; DAVIS, C. C.; COPLAN, M. A. **Building scientific apparatus**. Cambridge University Press, 2009. 4th ed. New York: Cambridge University Press, 2013.

O objeto da figura é o ponto de onde saem os raios de um feixe de partículas carregadas e a imagem é o ponto em que os raios, após sofrerem a ação da lente eletrostática, se encontram. Neste contexto, tem-se que o feixe sai da região à esquerda da lente, com uma certa energia ( $E_1$ ) e uma certa divergência ( $\theta_1$ ) e vai para a região à direita da lente, com outra energia ( $E_3$ ) e outra divergência ( $\theta_3$ ). A alteração dos parâmetros ocorre de forma que a relação da divergência, tamanho e energia do feixe entre o objeto e a imagem é conservada, sendo descrita pela lei de Helmholtz-Lagrange<sup>8</sup>:

$$\theta_1 r_1 E_1^{1/2} = \theta_2 r_2 E_2^{1/2} = \theta_3 r_3 E_3^{1/2} \quad (1)$$



A lei de Helmholtz-Lagrange é uma lei de continuidade, ou seja, os ganhos e as perdas estão sempre em balanço de forma que haja conservação de energia. Por exemplo, se a energia do feixe de partículas carregadas diminui ao passar da região  $V_1$  para  $V_3$ , a divergência precisa aumentar. A forma geométrica da lente eletrostática representada na figura 2.2, na prática, é feita com três eletrodos, ou seja, há a aplicação de três potenciais diferentes. Os potenciais  $V_1$  e  $V_3$  correspondem às energias inicial e final do feixe, enquanto  $V_2$  se refere ao potencial de focalização. O potencial  $V_2$  é o responsável pela divergência ou convergência dos raios, os quais entram na lente a partir da posição  $r_1$  e são focalizados no plano da imagem na posição  $r_3$ .

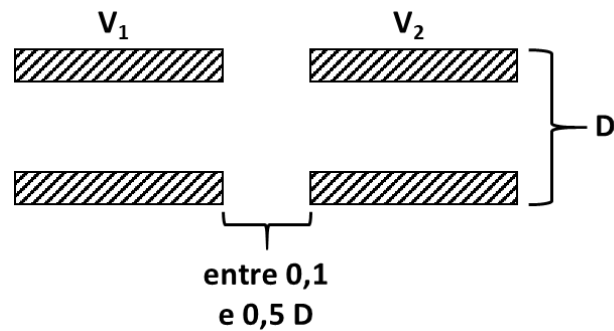
Se a diferença entre  $V_1$  e  $V_3$  é muito grande, o feixe de partículas carregadas terá uma divergência muito grande e esta situação deve ser evitada, pois quanto maior a divergência do feixe, isto é, quanto mais distante ele estiver do eixo óptico, mais efeitos de aberrações a lente apresentará. Isso impacta diretamente na focalização dos elétrons, pois as aberrações produzirão um feixe com diâmetro maior do que o desejado e de difícil colimação. Como será discutido adiante, em um microscópio eletrônico de varredura, utiliza-se primeiro duas ou três lentes magnéticas que auxiliam na diminuição do feixe para então, usar uma lente que o focaliza sobre a superfície da amostra. A ideia por trás da aplicação desses potenciais intermediários (lentes intermediárias) é justamente evitar grandes divergências e, portanto, efeitos de aberrações.

### 2.3. Lentes Eletrostáticas

Uma lente eletrostática é constituída de dois ou mais eletrodos axialmente simétricos que, quando polarizados eletricamente, produzem superfícies equipotenciais com formatos semelhantes aos das lentes ópticas. Esse tipo de lente pode ser usado para extrair, focalizar, acelerar ou desacelerar feixes de partículas carregadas como por exemplo, um feixe de elétrons. Neste caso, as partículas carregadas têm energia na ordem de keV (kilo elétron-volts) e suas velocidades variam ao longo da lente. A configuração geométrica mais comum na construção de uma lente eletrostática é a cilíndrica, a qual pode conter dois ou mais elementos.<sup>8,9</sup>

A lente de dois elementos, ilustrada na figura 2.3, é formada por dois eletrodos coaxiais cilíndricos polarizados nas tensões  $V_1$  e  $V_2$ . Na prática, tipicamente, a separação dos eletrodos está entre 0,1 e 0,5 D (D = diâmetro do cilindro maior), mas isso pode variar bastante em função dos objetivos da lente. Em geral, todas as dimensões de uma lente, como a distância entre os cilindros e o comprimento dos eletrodos, são medidas em relação ao diâmetro do cilindro maior, ou seja, a unidade utilizada é D.

FIGURA 2.3 - Lente de dois elementos.

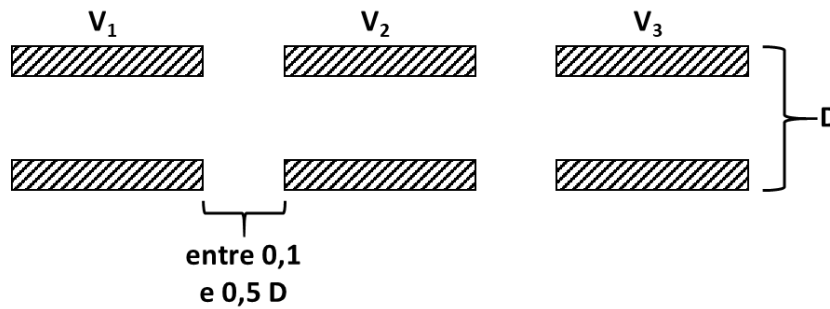


Fonte: Elaborada pela autora.

Com esse tipo de lente, é possível alterar a energia do feixe, controlando a razão  $V_2/V_1$ , mas não se pode alterar a posição de focalização.<sup>8,9</sup> Isso está relacionado com a quantidade de eletrodos que a lente possui. Para criar uma região onde há uma descontinuidade do campo, a lente precisa ter dois eletrodos, cada um com um potencial, a fim de gerar uma diferença de potencial ( $\Delta V$ ). Com um único  $\Delta V$ , se controla uma única variável, que no caso da lente de dois elementos é a variável energia. Além disso, as propriedades focais desse tipo de lente dependem dos diâmetros dos cilindros, do espaçamento entre eles e da razão entre as energias cinética final (amostra) e inicial (cátodo) das partículas carregadas ( $E_2/E_1$ ).

Já a lente de três elementos é formada por três eletrodos coaxiais cilíndricos polarizados nas tensões  $V_1$ ,  $V_2$  e  $V_3$ , os quais também são separados por uma distância típica de 0,1 a 0,5 D, como mostrado na figura 2.4. Neste caso, como há três potenciais diferentes e, portanto, dois  $\Delta V$ , é possível controlar duas variáveis. A lente de três elementos possui uma vantagem em relação à de dois, que é o fato de conseguir produzir uma imagem de um objeto fixo em um plano de imagem fixo. As propriedades focais das lentes de três elementos são determinadas pela razão entre as voltagens aplicadas nos eletrodos, ou seja, pelas relações  $V_2/V_1$  e  $V_3/V_1$ . Quando  $V_3/V_1$  é igual a 1, a lente é conhecida como lente unipotencial ou lente Einzel.<sup>8,10,11</sup>

FIGURA 2.4 - Lente de três elementos.



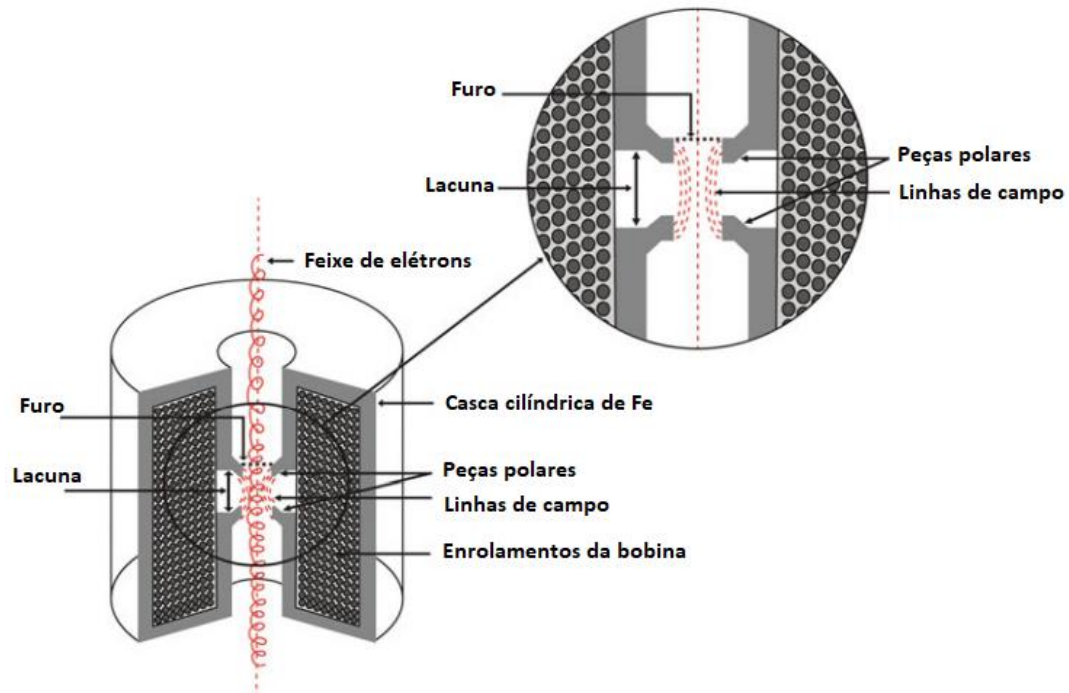
Fonte: Elaborada pela autora.

Na lente Einzel, as voltagens do primeiro e terceiro eletrodo são iguais ( $V_3 = V_1$ ), enquanto o potencial do segundo eletrodo é ajustado de acordo com a partícula carregada de interesse. Esta lente serve apenas para focalizar e há duas condições de foco:  $V_2/V_1 > 1$  e  $V_2/V_1 < 1$ . A condição  $V_2/V_1 > 1$  é preferível, visto que a desaceleração das partículas no eletrodo central pode gerar efeitos de aberrações.<sup>8,10,11</sup> Em contrapartida, quando  $V_3$  é diferente de  $V_1$ , além de controlar o foco (através do potencial  $V_2$ ), a lente permite acelerar ( $V_3 > V_1$ ) ou desacelerar ( $V_3 < V_1$ ) o feixe de elétrons. Esse tipo de lente recebe o nome de lente zoom.

## 2.4. Lentes Magnéticas

Uma lente magnética, figura 2.5, é formada por uma bobina de cobre com fios enrolados em formato de hélice, a qual é mantida dentro de uma cobertura cilíndrica feita de ferro. No centro do cilindro, há uma lacuna onde estão localizadas peças polares, o eixo óptico e a região por onde passa o feixe de elétrons. Ao aplicar uma corrente  $i$  na bobina, gera-se um campo magnético simétrico no espaço existente entre as peças e este campo possui uma componente radial ( $B_R$ ) e uma longitudinal ( $B_L$ ), que são, respectivamente, perpendicular e paralela ao eixo óptico. Quando os elétrons que estão fora do eixo interagem com o campo magnético, a componente radial faz com que eles se movam em direção ao eixo óptico em espiral, até convergirem em um ponto focal fora da lente.<sup>5,12</sup>

FIGURA 2.5 - Lente magnética.



Fonte: Adaptado de UI-HAMID, A. *A beginners' guide to scanning electron microscopy*. 1st ed. Cham, Switzerland: Springer, 2018.

A componente radial produz uma força rotacional nos elétrons e, conseqüentemente, fornece a eles uma velocidade rotacional que faz o feixe encurvar para o eixo óptico e cruzá-lo. O desvio do caminho dos elétrons acontece porque a direção do movimento não é paralela às linhas do campo magnético, mas sim, perpendicular. Se caso as linhas do campo fossem paralelas ao movimento dos elétrons, nenhuma força seria exercida sobre eles e, portanto, os elétrons continuariam a viajar, sem desvio, ao longo de seus caminhos. Isso acontece quando um raio de luz atravessa uma lente de vidro pelo centro (não há deflexão).

## 2.5. Distância Focal e Desmagnificação

A distância entre o ponto em que os elétrons começam a curvar em direção ao eixo até o ponto onde eles cruzam o eixo é chamada de distância focal ( $f$ ). Trata-se de um parâmetro que não é fixo, ou seja, a distância focal pode ser alterada com a variação do potencial nas lentes eletrostáticas ou com a variação da corrente aplicada na bobina nas lentes magnéticas. Essas

alterações determinam quanto o diâmetro do feixe de elétrons pode ser diminuído para atingir a amostra.<sup>5,12</sup> A distância focal é dada pela seguinte equação matemática:

$$\frac{1}{f} = \frac{1}{p} + \frac{1}{q} \quad (2)$$

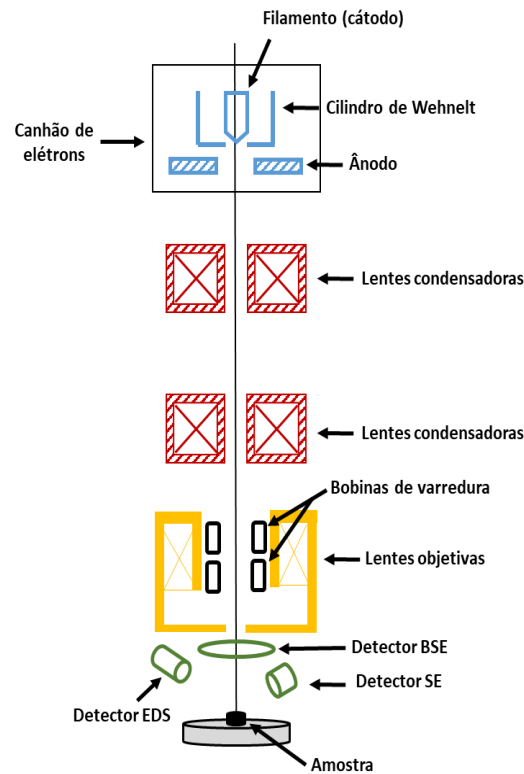
A variável  $p$  representa a distância entre o objeto e a lente eletrônica, que pode ser tanto eletrostática quanto magnética. Já a variável  $q$  é a distância da lente até a imagem. Esta relação entre objeto, lente e imagem se repete a cada efeito de lente dentro do microscópio, isto é, a imagem de uma lente torna-se objeto de outra lente, como será observado ao longo do texto. Além disso, as variáveis  $p$  e  $q$  dão origem à equação 3, que descreve o processo de desmagnificação ( $m$ ), em que o diâmetro do feixe de elétrons é diminuído até chegar na amostra.<sup>5,12</sup>

$$m = \frac{p}{q} \quad (3)$$

### **3. COMPONENTES DE UM MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA**

Um microscópio eletrônico de varredura tem três principais componentes: a coluna eletrônica, a câmara da amostra e o sistema de controle, onde o operador visualiza as imagens formadas. Mantida sob vácuo, a coluna eletrônica, que se trata do microscópio em si, é constituída por um canhão de elétrons, sistema de lentes (condensadora e objetiva) e detectores, como ilustrado na figura 3.1.<sup>5,12,13</sup>

FIGURA 3.1 - Esquema dos principais componentes de um microscópio eletrônico de varredura com canhão de emissão termiônica.



Fonte: Elaborada pela autora.

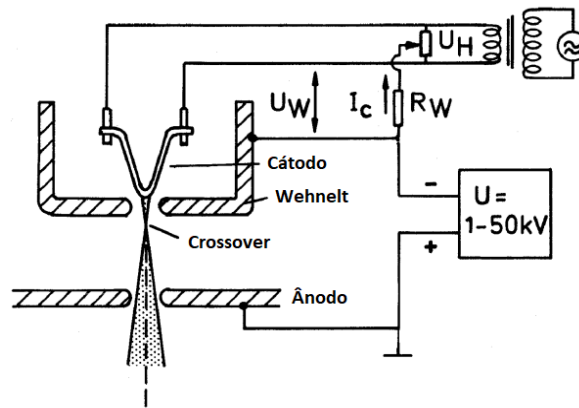
### 3.1. Canhão de Elétrons

O canhão de elétrons tem como objetivo fornecer um feixe estável de elétrons de energia ajustável e com alto brilho. No canhão, há um cátodo, que é responsável pela emissão de elétrons e pode ser de três principais tipos: filamento de tungstênio (W), hexaboreto de lantânio ( $\text{LaB}_6$ ) e FEG, abreviação de *field emission gun*. Para os dois primeiros tipos, os elétrons são gerados por emissão termiônica, enquanto para o FEG, a emissão ocorre por tunelamento quântico. Uma vez produzidos, os elétrons são extraídos do filamento por uma lente eletrostática formada por outros dois elementos: um modulador e um eletrodo de aceleração. Todos os modelos de canhão possuem, além do cátodo, um modulador e um eletrodo de aceleração.<sup>5,12,13</sup>

O modulador se encontra localizado logo abaixo do filamento e é responsável por promover a primeira ação de lente sobre o feixe criando um crossover, de forma similar à ilustrada na figura 2.1. Nos canhões de emissão termiônica, figura 3.2, o modulador é denominado cilindro de Wehnelt, e este eletrodo, em geral, está em um potencial um pouco mais

negativo que o cátodo. Já em relação ao eletrodo de aceleração, nos canhões termiônicos, ele recebe o nome de ânodo. O ânodo se encontra em um potencial positivo em relação ao filamento, para que os elétrons sejam atraídos em sua direção.

FIGURA 3.2 - Canhão de elétrons termiônico.



Fonte: Adaptado de REIMER, L. **Scanning electron microscopy: physics of image formation and microanalysis**. 2nd ed. New York: Springer, 1998.

O potencial do modulador junto com o potencial do eletrodo de aceleração penetra no filamento e extrai os elétrons para gerar o crossover, que se trata do objeto que será focalizado pelas demais lentes do microscópio até formar uma imagem na amostra. A união do modulador mais eletrodo de aceleração forma uma lente eletrostática denominada de lente de imersão (objetiva de imersão). Assim, tem-se que o primeiro efeito de lente em um microscópio eletrônico de varredura é eletrostático. Vale ressaltar que a extração é necessariamente eletrostática, mas a focalização do feixe pode ser tanto eletrostática quanto magnética.

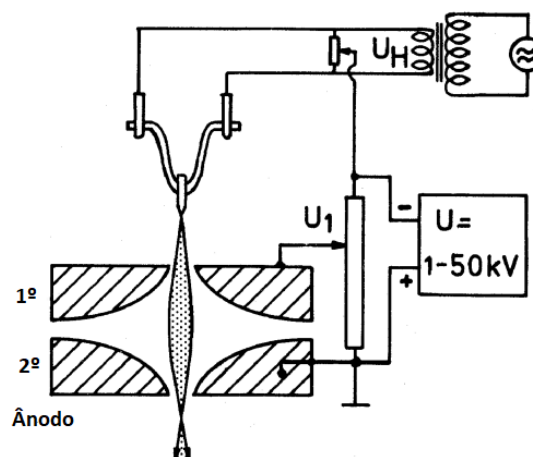
Em relação ao cátodo dos canhões de emissão termiônica, tem-se que ele é aquecido resistivamente por uma corrente elétrica de aquecimento do filamento ( $i_f$ ) até um intervalo de temperatura, o qual é um para o tungstênio e outro para  $\text{LaB}_6$ . A quantidade total de corrente de elétrons emitida é chamada de corrente de emissão ( $i_e$ ) e no momento em que os elétrons são gerados, eles são acelerados a uma energia na faixa de 0,1 a 30 keV em decorrência da diferença de potencial (ddp) que há entre o cátodo e o ânodo. Em geral, o potencial do ânodo é ajustado para o potencial (zero) e o cátodo é ajustado em um potencial negativo. Por exemplo, se os elétrons são acelerados a 20 keV, o filamento é ajustado a um potencial negativo de 20 keV em

relação ao ânodo. Apenas uma parcela da corrente de emissão sai pelo ânodo para percorrer a coluna eletrônica e essa quantidade é nomeada corrente do feixe ( $i_b$ ).<sup>5,12,13</sup>

Falando sobre os canhões em que a emissão é por tunelamento, os elétrons são gerados a partir da aplicação de um potencial negativo na ponta do cátodo. Como o diâmetro da ponta do filamento é muito pequeno, o campo elétrico formado pela aplicação do potencial se concentra nesta região. Com isso, a barreira de energia potencial é superada e, portanto, os elétrons são liberados sem que haja grandes aumentos de temperaturas como acontece na emissão termiônica. Esse modelo é o mais comum no que se trata de filamento FEG, mas há um outro tipo, que será detalhado mais à frente, em que o processo de geração de elétrons não é por tunelamento, mas sim pela ação da temperatura.<sup>5,12,13</sup>

Os canhões convencionais de emissão de campo são formados pelo cátodo e por dois ânodos, sendo que o primeiro ânodo tem a função de controlar a intensidade do campo elétrico na ponta do filamento (modulador) e o segundo, acelera os elétrons extraídos (eletrodo de aceleração). Um dos desafios deste modelo é concentrar a emissão de elétrons em um pequeno ângulo sólido para que apenas uma pequena fração da corrente de emissão atinja o primeiro ânodo, uma vez que se houver um bombardeamento descontrolado de partículas carregadas, a ponta do filamento pode ser danificada. A figura 3.3 traz uma representação desse tipo de canhão de elétrons.<sup>5,12,13</sup>

FIGURA 3.3 - Canhão de elétrons de "field-emission" convencional.



Fonte: Adaptado de REIMER, L. **Scanning electron microscopy: physics of image formation and microanalysis**. 2nd ed. New York: Springer, 1998.



Existem alguns parâmetros que são usados como medidas de desempenho de um canhão de elétrons. O primeiro deles é a densidade de corrente do feixe de elétrons ( $J_b$ ), que é dada pela relação entre a corrente ( $i_b$ ) e o diâmetro ( $d_b$ ) do feixe, como mostrado na equação 4.<sup>5,12</sup>

$$J_b = \frac{i_b}{\pi\left(\frac{d}{2}\right)^2} \quad (4)$$

Conforme os elétrons são acelerados ao longo da coluna, a densidade de corrente do feixe diminui. Em cada abertura que os elétrons passam, a área da seção transversal e a convergência do feixe mudam e essas variações fazem com que o parâmetro da densidade de corrente seja insuficiente para avaliar a eficiência do canhão de elétrons, sendo necessário considerar outros critérios, como por exemplo, o brilho. O brilho ( $\beta$ ) é definido em termos da corrente do feixe de elétrons emitida de uma determinada área da fonte e do ângulo sólido de emissão ( $\Omega$ ), equação 5.<sup>5,12</sup>

$$\beta = \frac{i_b}{A \Omega} \quad (5)$$

O brilho se trata do parâmetro mais importante no que se refere ao desempenho do canhão de elétrons porque ele afeta diretamente a qualidade das imagens obtidas e é conservado, ou seja, a quantidade de brilho em qualquer ponto da coluna eletrônica é igual à da fonte de elétrons, uma consequência da lei de Helmholtz-Lagrange. Desta forma, pode-se considerar que o brilho da corrente do feixe ( $i_b$ ) é o mesmo que o brilho da sonda de elétrons que chega até a amostra. Assim, é possível substituir a corrente do feixe pela corrente da sonda de elétrons ( $i_p$ ), como mostrado na equação 6.<sup>5,12</sup>

$$\beta = \frac{i_p}{A \Omega} \quad (6)$$

É conhecido da física que a divisão entre corrente e área resulta em densidade de corrente (J). Portanto, ao dividir a corrente da sonda pela área da fonte, tem-se a densidade de corrente da sonda e ela é dada pela equação 4, como ocorre para a corrente do feixe. Sabendo disso, pode-se substituir  $\frac{i_p}{A}$  por  $J_p$ , resultando na relação expressa pela equação 7.<sup>5,12</sup>

$$\beta = \frac{i_p}{A \Omega} = \frac{j_p}{\Omega} = \frac{i_p}{\pi \frac{d_p^2}{4} \Omega} \quad (7)$$

O ângulo sólido de emissão, em unidade de esterradiano (sr), é dado por  $\pi \alpha^2$ , em que  $\alpha$  é o ângulo de convergência do feixe de elétrons. Como consequência, é possível substituir  $\Omega$  por  $\pi \alpha^2$  na equação 7, chegando na seguinte expressão:<sup>5,12</sup>

$$\beta = \frac{i_p}{A \Omega} = \frac{j_p}{\Omega} = \frac{i_p}{\pi \frac{d_p^2}{4} \Omega} = \frac{4 i_p}{\pi^2 d_p^2 \alpha_p^2} \quad (8)$$

Em que:

- $i_p$  = corrente da sonda de elétrons;
- $d_p$  = diâmetro da sonda de elétrons;
- $\alpha_p$  = ângulo de convergência da sonda de elétrons.

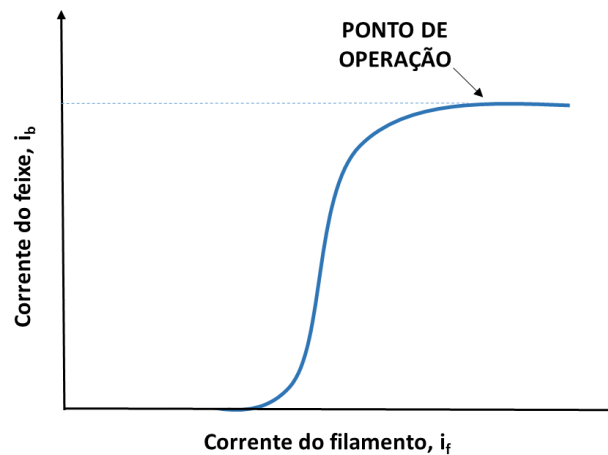
As variáveis citadas acima não mudam independentemente uma da outra, justamente pelo brilho ser um parâmetro que é conservado. Se houver uma variação na corrente da sonda de elétrons, o diâmetro e o ângulo de convergência são ajustados a fim de manter o brilho constante. É importante ressaltar que o brilho aumenta linearmente com a tensão de aceleração em que o microscópio opera. Por exemplo, o brilho em 30 keV é três vezes maior que o brilho em 10 keV.

Um terceiro parâmetro para medir a eficiência de um canhão é o tamanho da fonte de elétrons. Cátodos com áreas de emissão maiores, geram mais elétrons e essas partículas têm maior dificuldade em convergir em um ponto por conta das dispersões, também em virtude da

lei de Helmholtz-Lagrange. Isso gera um feixe de elétrons com diâmetro grande e, portanto, um brilho baixo, impactando diretamente na qualidade da imagem formada. Há um sistema de lentes no microscópio eletrônico que ajuda na desmagnificação do feixe de elétrons para que ele chegue até a amostra com um diâmetro pequeno, no entanto, se este feixe já for produzido com uma espessura adequada, o processo é simplificado. O fato do feixe não precisar de grandes desmagnificações é um ponto positivo, porque conforme as lentes vão diminuindo o diâmetro do feixe, a quantidade da corrente da sonda diminui, e, como resultado, poucos elétrons chegam na amostra.<sup>5,12</sup>

Além dos pontos citados, um fator importante no que se refere ao canhão de elétrons é que para produzir um feixe de elétrons estável, a corrente de aquecimento do filamento é ajustada para atingir a condição de saturação, em que pequenos aumentos ou diminuições não interferem na emissão das partículas carregadas. A figura 3.4 mostra um gráfico de saturação de um canhão de elétrons em que o cátodo é um filamento de tungstênio.<sup>5,12</sup>

FIGURA 3.4 - Gráfico representando a condição de saturação de um filamento de W.



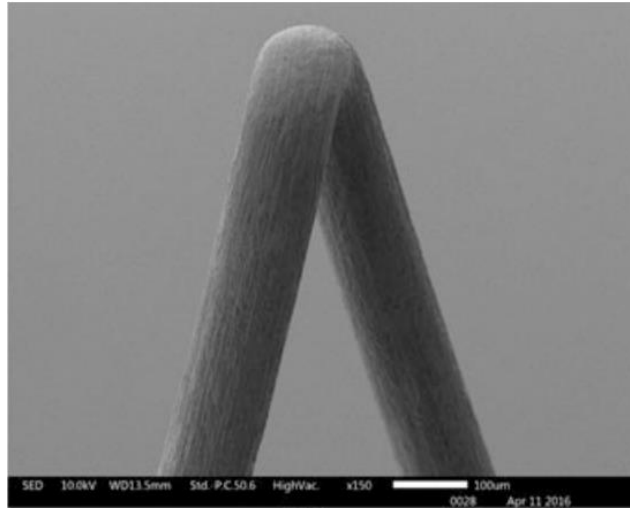
Fonte: Adaptado de GOLDSTEIN, Joseph et al. **Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis**. 3rd ed. New York: Springer, 2003.

### 3.1.1. Filamento de tungstênio (W)

O filamento de tungstênio é feito de um fio de tungstênio, dobrado em formato de V e com uma ponta de aproximadamente 100  $\mu\text{m}$  de diâmetro. A figura 3.5 traz uma representação desse filamento. Ele é barato e apresenta uma boa performance para a obtenção de imagens de baixa ampliação e/ou microanálise de raios X, que se trata de uma técnica acoplada ao

microscópio eletrônico de varredura. Os elétrons são gerados por emissão termiônica e para que eles sejam liberados, o filamento é aquecido resistivamente a uma temperatura entre 2000 e 2700 K.<sup>5,12,13</sup>

FIGURA 3.5 - Imagem de microscopia eletrônica de varredura de um filamento de tungstênio.



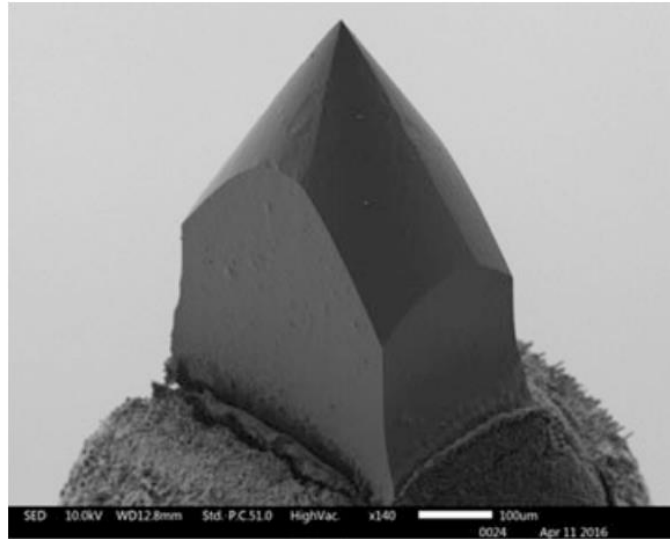
Fonte: UI-HAMID, A. **A beginners' guide to scanning electron microscopy**. 1st ed. Cham, Switzerland: Springer, 2018.

Quando o filamento é aquecido, a ponta do fio tende a resistir à passagem de corrente e, por isso, torna-se a parte mais quente do cátodo. Ou seja, esta área do metal recebe mais energia térmica que as demais e tal energia é tão alta que supera a função trabalho do tungstênio, fazendo com que os elétrons deixem o material. Os elétrons são emitidos de uma área de 100  $\mu\text{m}$  x 150  $\mu\text{m}$  que, por ser consideravelmente grande, dá origem a um feixe de elétrons com diâmetro grande.<sup>5,12,13</sup>

### 3.1.2. Hexaboreto de lantânio (LaB<sub>6</sub>)

Este tipo de cátodo é feito de um monocristal cerâmico refratário de hexaboreto de lantânio, de cor roxa, com 0,5 mm de comprimento e uma ponta de aproximadamente 100  $\mu\text{m}$  de diâmetro, ilustrado na figura 3.6. O cristal geralmente é produzido com orientação cristalográfica <100>, em que há um certo grau de simetria. Em decorrência da superfície da substância ser simétrica e plana, os elétrons são gerados de forma uniforme durante a vida útil do cátodo.<sup>5,12,13</sup>

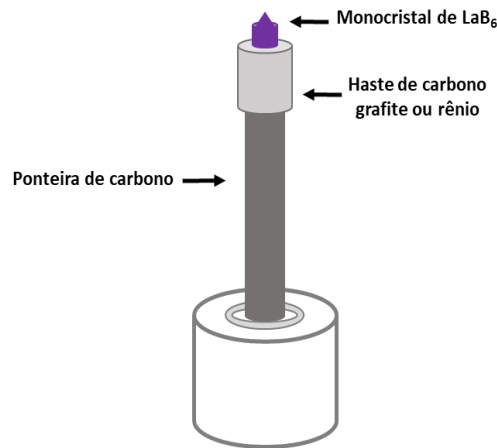
FIGURA 3.6 - Imagem de microscopia eletrônica de varredura de um filamento de hexaboreto de lantânio.



Fonte: UI-HAMID, A. **A beginners' guide to scanning electron microscopy**. 1st ed. Cham, Switzerland: Springer, 2018.

Como este material apresenta alta resistividade elétrica, ele não pode ser aquecido diretamente, portanto, a liberação de elétrons ocorre por aquecimento indireto do filamento. O monocristal é colocado sobre uma haste de carbono grafite ou rênio, a qual é construída de forma que a corrente de aquecimento passe por ela e garanta a emissão de elétrons, mas não entre em contato propriamente com o cátodo. Uma ponteira de carbono é usada como suporte para manter este aparato no lugar, assim como ilustrado na figura 3.7.<sup>5,12,13</sup>

FIGURA 3.7 - Desenho ilustrativo de um filamento de hexaboreto de lantânio.



Fonte: Adaptado de GOLDSTEIN, Joseph et al. **Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis**. 3rd ed. New York: Springer, 2003.

Cátodos feitos com hexaboreto de lantânio são aquecidos em um intervalo de temperatura entre 1400 e 2000 K. Acima dessa faixa, a vida útil do filamento é comprometida, isto porque, em condições de superaquecimento, o hexaboreto evapora e tende a se depositar na abertura do cilindro de Wehnelt, obstruindo a passagem de elétrons. Além disso, é necessário usar um vácuo adequado, que neste caso, deve ser superior ao utilizado nos filamentos de W, ou seja, menor que  $10^{-4}$  Pa ( $\sim 10^{-5}$  Pa). Esta é uma forma de prolongar a vida útil do cátodo e impedir a formação de óxidos voláteis.<sup>5,12,13</sup>

Há algumas vantagens intrínsecas do hexaboreto em relação ao tungstênio, as quais fazem com que os canhões do monocristal sejam considerados melhores. A primeira vantagem é que os canhões com hexaboreto de lantânio fornecem de cinco a dez vezes mais brilho que os de tungstênio, o que proporciona imagens com boas resoluções. Uma segunda vantagem é que a vida útil do filamento é maior, com cerca de 1000 horas, quase o triplo da quantidade alcançada pelo W. Outra vantagem está no fato da função trabalho do hexaboreto ( $\phi_w = 2,7$  eV) ser inferior à do tungstênio ( $\phi_w = 4,5$  eV), resultando em maiores emissões de elétrons em uma mesma temperatura de aquecimento.<sup>5,12,13</sup>

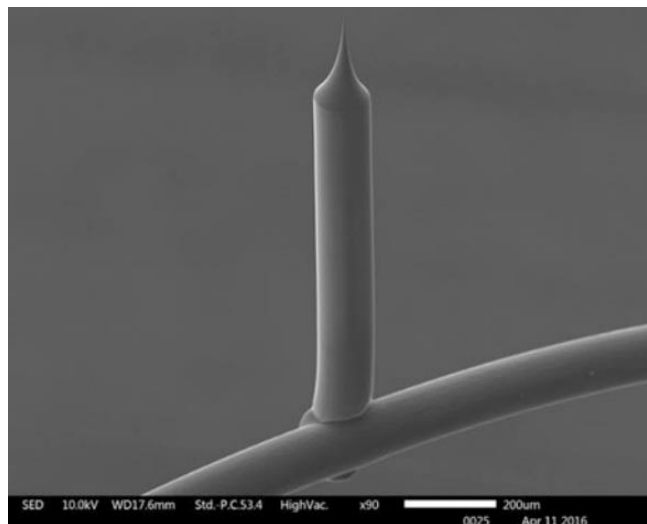
Apesar dessas vantagens, é importante pontuar que embora haja cátodos melhores que outros, no que se trata de microscopia eletrônica de varredura, a escolha de qual filamento usar é muito guiada pelo tipo de imagem que o operador deseja coletar da amostra. Por exemplo, se o objetivo é obter imagens de baixas ampliações, um filamento de tungstênio é uma boa opção

para atender a demanda. Ou seja, não precisa usar um filamento mais sofisticado ou mais caro, se um que possui uma manutenção mais simples já resolve o problema.

### 3.1.3. Field emission gun (FEG)

O filamento FEG, representado na figura 3.8, é feito de um monocristal de tungstênio no formato de um fio com uma ponta de diâmetro igual ou menor a  $100\ \mu\text{m}$ . Como já citado, a ponta muito fina faz com que o campo elétrico que surge da aplicação de um potencial negativo se acumule nesta região. Conseqüentemente, o cátodo libera uma maior quantidade de corrente de emissão e tem um brilho de quase mil vezes o brilho do filamento de tungstênio. Além disso, o tamanho da ponta faz com que o feixe de elétrons produzido já tenha um diâmetro muito pequeno, não necessitando de grandes desmagnificações e resultando em imagens de altas resoluções.<sup>5,12</sup>

FIGURA 3.8 - Imagem de microscopia eletrônica de varredura de um filamento FEG.



Fonte: UI-HAMID, A. **A beginners' guide to scanning electron microscopy**. 1st ed. Cham, Switzerland: Springer, 2018.

Os canhões de emissão de campo têm uma capacidade de operação de aproximadamente 3000 horas, um valor muito superior à vida útil dos canhões termiônicos. Entretanto, eles necessitam de pressões menores na câmara de vácuo (na faixa de  $10^{-7}$  a  $10^{-9}$  Pa), são consideravelmente mais caros e a manutenção do equipamento é mais demorada. Há dois principais tipos de filamento FEG: o de campo frio (CFE) e o de campo Schottky (SFE). O FEG

de campo frio é mais convencional e recebe este nome porque ele é independente da temperatura, ou seja, a emissão de elétrons se dá exclusivamente pela aplicação do potencial na ponta do filamento.<sup>5,12,13</sup>

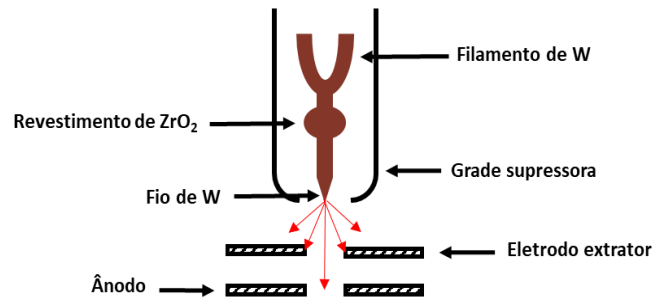
O emissor de campo frio usa uma configuração similar ao canhão termiônico, um cátodo e dois ânodos. O primeiro ânodo, que é o modulador, é ajustado em um potencial entre 3 e 5 kV em relação ao cátodo, a fim de gerar um campo elétrico forte o suficiente para extrair elétrons da fonte. Já entre o segundo ânodo (eletrodo de aceleração) e o cátodo é criado um potencial que determina a tensão de aceleração dos elétrons. A emissão no FEG CFE requer que a ponta do cátodo esteja limpa, visto que conforme os elétrons são gerados, uma camada de gás forma-se sobre a superfície do material. A solução para resolver tal problema consiste em aquecer a ponta do filamento até 2500 K por alguns segundos antes de iniciar a análise.<sup>5,12,13</sup>

À medida que o microscópio é utilizado, a camada de gás vai se formando sobre a ponta do cátodo. Após algumas horas, depois que a camada já está constante, ela começa a impactar negativamente na emissão de elétrons, gerando instabilidades durante as análises e necessitando, portanto, da limpeza descrita acima. A cada limpeza, a ponta do filamento fica mais desgastada, até atingir um estágio em que ele precisa ser substituído por um novo, pois não consegue mais emitir um feixe de elétrons estável e de energia ajustável.<sup>5,12,13</sup>

O segundo modelo de FEG, o Schottky, é constituído de um fio de tungstênio soldado a um filamento de tungstênio, em que o fio tem um raio da ponta entre 0,5 e 1  $\mu\text{m}$ . Aplica-se uma tensão entre 4 e 8 kV na ponta do filamento por um eletrodo de extração e o filamento é aquecido. A união dos elementos garante o pleno funcionamento da fonte de elétrons, em que a tensão de extração diminui a função trabalho favorecendo a emissão dos elétrons quando o cátodo é aquecido a uma temperatura de 1800 K. Além disso, o filamento é revestido por uma camada de óxido de zircônio ( $\text{ZrO}_2$ ), o qual diminui ainda mais a função trabalho do tungstênio, que passa de  $\phi_w = 4,5$  eV para  $\phi_w = 2,7$  eV. A figura 3.9 traz um desenho esquemático do FEG Schottky.<sup>5,12,13</sup>



FIGURA 3.9 - Desenho ilustrativo de um canhão de emissão de campo Schottky.



Fonte: Adaptado de UI-HAMID, A. *A beginners' guide to scanning electron microscopy*. 1st ed. Cham, Switzerland: Springer, 2018.

Com o aquecimento, a emissão de elétrons ocorre de uma área maior do que a desejada, logo, existe uma grade supressora, que se trata do modulador, o qual controla a liberação de elétrons e cria o *crossover*. A intensidade do campo elétrico em volta do cátodo é maior que a dos cátodos termiônicos, no entanto, é menor do que a dos emissores de campo frio. Como resultado, os elétrons superam a barreira de energia pela ação da temperatura; não é observado o efeito de tunelamento quântico. Portanto, este tipo de FEG é mais semelhante a um cátodo termiônico do que um de emissão de campo propriamente dito, e o fato de ele oferecer maior densidade de corrente e maior brilho, faz com que seja amplamente utilizado.<sup>5,12,13</sup>

### 3.2. Sistema de Lentes

O sistema de lentes do microscópio tem como função desmagnificar o feixe de elétrons, ou seja, diminuir ainda mais o *crossover* gerado no canhão de elétrons, produzindo uma sonda com diâmetro adequado para varrer a amostra, que no caso dos filamentos de tungstênio e hexaboreto de lantânio é de 10 nm, e para o filamento FEG é de 1 a 2 nm.<sup>5,12</sup> Além disso, é na parte do sistema de lentes que o feixe é focalizado sobre a amostra. Essas funções são feitas pela ação de campos magnéticos, a partir do uso de lentes magnéticas, uma vez que elas apresentam menos efeitos de aberração, como já citado. Os dois tipos de lentes magnéticas usadas são: condensadora e objetiva.

### 3.2.1. Lente condensadora

Em um microscópio eletrônico de varredura há de duas a três lentes condensadoras, as quais são responsáveis por diminuir ainda mais o diâmetro do feixe de elétrons. Ou seja, essas lentes controlam a quantidade de elétrons que chegam até a amostra e isso é feito alterando a corrente elétrica da bobina, como já citado anteriormente. Estas lentes são os potenciais intermediários, mencionados na seção da lei de Helmholtz-Lagrange, usados antes da lente que focaliza o feixe sobre a superfície da amostra (lente objetiva). Em termos de painel de controle do microscópio, a alteração da corrente se dá pelo botão nomeado “corrente de feixe” ou “spot size”, dependendo do modelo do microscópio.<sup>5,12</sup>

### 3.2.2. Lente objetiva

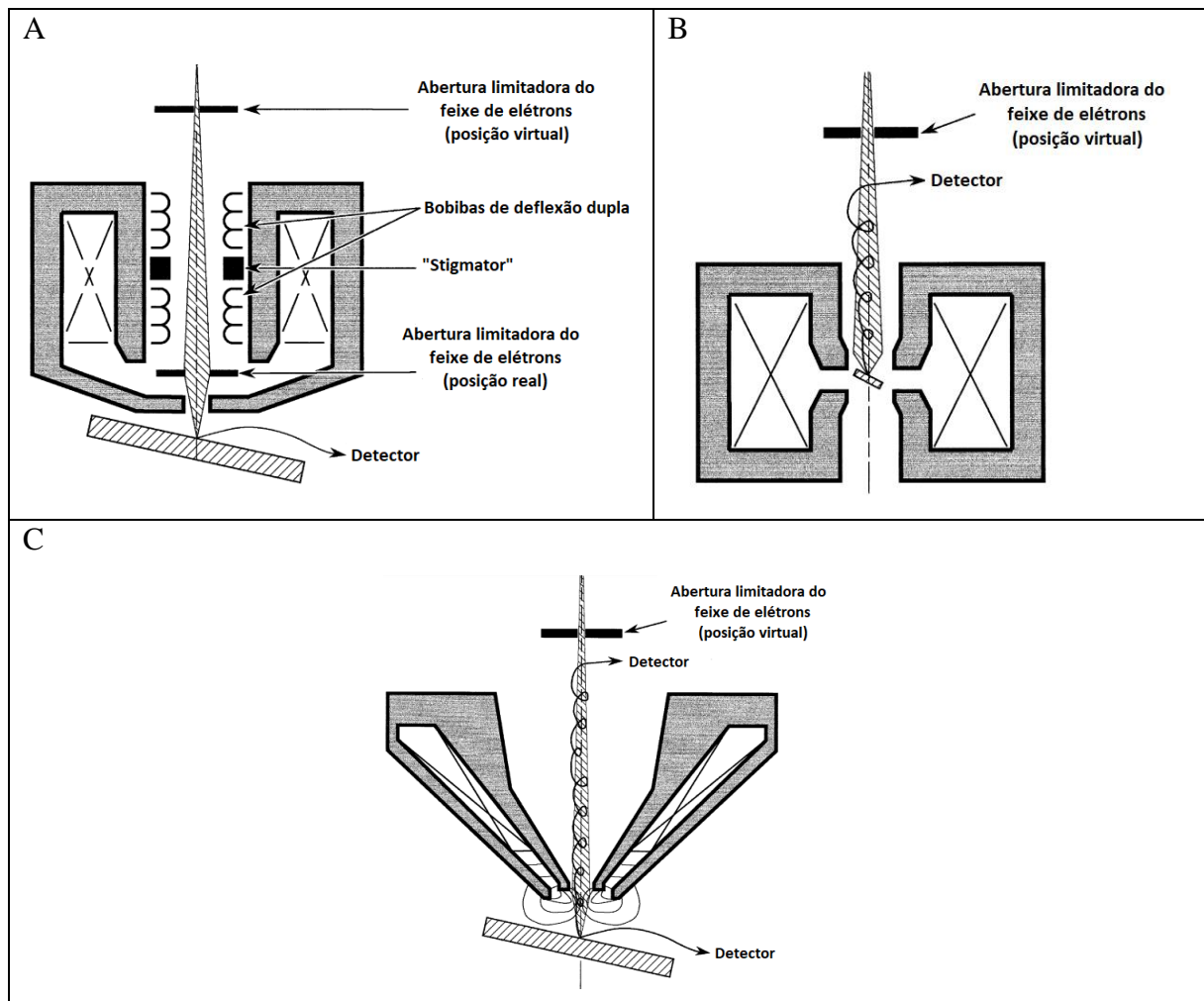
Trata-se da última lente presente na coluna de um microscópio eletrônico de varredura. A lente objetiva tem como função focar o feixe de elétrons sobre a superfície da amostra, para que ocorra a varredura. Isso é feito controlando o botão de foco no painel de controle do equipamento. Com a focalização e posterior varredura, a amostra gera alguns sinais que são coletados por detectores, como será mostrado a seguir. Há três principais tipos de lentes objetivas, sendo que a primeira é a lente objetiva *pinhole*, o modelo mais comum de todas, figura 3.10 A. Neste tipo de lente, há duas peças polares, uma na parte superior e outra na parte inferior, a qual tem um orifício muito pequeno que mantém o campo magnético dentro da lente, reduzindo, portanto, o efeito do campo na amostra.<sup>5,12</sup>

Na lente *pinhole*, como a amostra fica do lado de fora da lente, é possível posicioná-la tanto próxima quanto distante da peça polar inferior. Se ela é colocada longe, tem-se a vantagem de poder usar amostras maiores, uma vez que o único limitador passa a ser as dimensões da câmara do microscópio. No entanto, se esta distância é muito grande, a distância focal torna-se grande, o que é um ponto negativo porque há o surgimento de aberrações e defeitos que comprometem a qualidade da imagem. Uma alternativa é usar uma distância de trabalho (distância do centro da lente até a superfície da amostra) adequada para cada tamanho de amostra, considerando sempre a profundidade de campo.<sup>5,12</sup>

O segundo modelo de lente objetiva é a lente de imersão, figura 3.10 B, já citada anteriormente. Neste caso, a amostra é colocada diretamente na abertura da lente, fazendo com que o campo magnético envolva a amostra e proporcionando uma distância focal pequena, entre 2 e 5 mm. Este cenário faz com que haja menos aberrações, um menor tamanho do diâmetro da

sonda que varrerá a amostra e melhores resoluções. Por fim, o terceiro modelo de lente objetiva é a lente *snorkel*, figura 3.10 C, a qual combina as qualidades das duas outras lentes mencionadas acima. A lente *snorkel* é projetada de forma que o campo magnético se estenda da peça polar até a superfície da amostra, ela apresenta menos efeitos de aberração, gera imagens com altas resoluções e permite o uso de amostras grandes.<sup>5,12</sup>

FIGURA 3.10 - Lente objetiva *pinhole* (A), de imersão (B) e *snorkel* (C).



Fonte: Adaptado de GOLDSTEIN, Joseph et al. **Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis**. 3rd ed. New York: Springer, 2003.

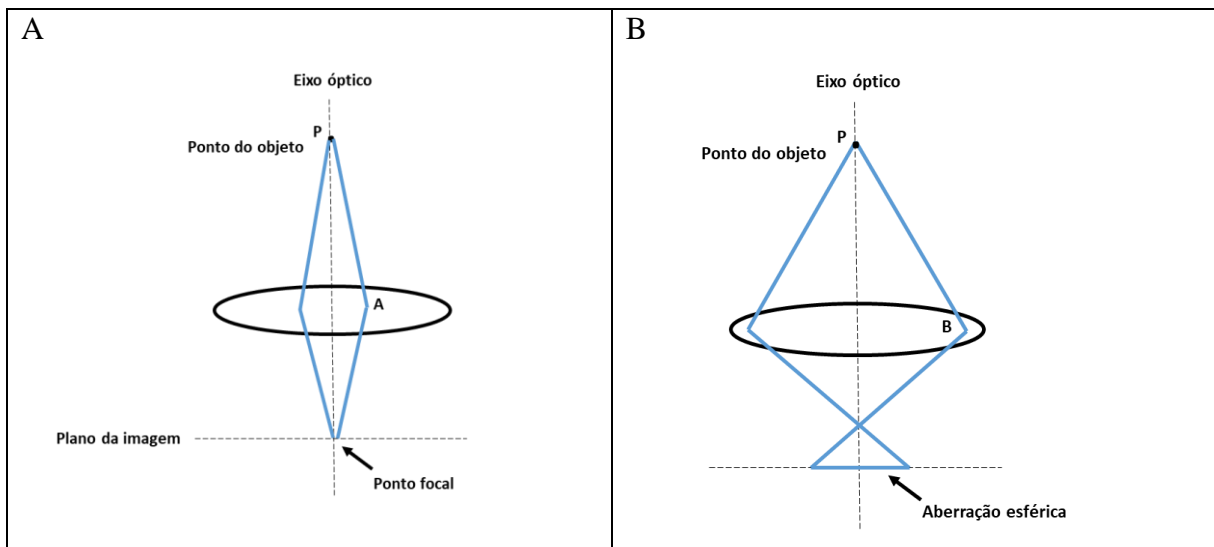
### 3.2.3. Aberrações

Todas as lentes sofrem algum tipo de defeito ou aberração, seja ela eletrostática ou magnética. As aberrações surgem quando o feixe de elétrons apresenta grande divergência. Uma vez que não é possível cancelar tais defeitos, a solução encontrada é tentar minimizá-los. A seguir, será apresentado alguns tipos mais comuns de aberrações dentro do contexto das lentes magnéticas, que compõem o sistema de lentes do equipamento.

#### 3.2.3.1. Aberração esférica

A aberração esférica surge porque os elétrons mais distantes do eixo óptico da lente magnética são curvados mais fortemente pelo campo magnético do que os que estão próximos ao eixo. A figura 3.11 traz uma representação desse tipo de aberração. Os elétrons próximos ao eixo, saem do ponto do objeto P, percorrem o caminho PA e são focados em um ponto no plano da imagem, que é a situação esperada quando não há aberração esférica (figura 3.11 A). Em contrapartida, os elétrons próximos à borda da lente, percorrem o caminho PB, cruzam o eixo óptico e formam um disco ao invés de um ponto focal, resultando em uma imagem desfocada (figura 3.11 B).<sup>5,12</sup>

FIGURA 3.11 - Desenho ilustrativo de uma lente magnética sem (A) e com (B) aberração esférica.



Fonte: Adaptado de GOLDSTEIN, Joseph et al. **Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis**. 3rd ed. New York: Springer, 2003.

Uma maneira de minimizar o efeito de aberração esférica é adicionando uma abertura após a lente objetiva, a qual impede a passagem de elétrons distantes do eixo óptico, evitando, portanto, que eles contribuam para a formação da imagem. Apesar de ser um ponto positivo no que diz respeito ao efeito de aberração, como a abertura limita a quantidade de elétrons que chegam até a amostra, ela diminui, conseqüentemente, o brilho. Ou seja, chega menos sinal até a amostra e isso impacta também na qualidade da imagem formada. Uma segunda maneira de evitar a aberração esférica, é trabalhar com distâncias focais pequenas e isso pode ser alcançado usando lentes objetivas de imersão, em que a distância focal é de 2 a 5mm.<sup>5,12</sup>

### 3.2.3.2. Aberração cromática

A aberração cromática é o efeito no qual os elétrons de energias diferentes são focados em locais diferentes no plano da imagem, resultando em vários pontos de foco. Isso faz com que as partículas carregadas converjam em formato de disco, ao invés de um ponto, comprometendo a qualidade da imagem. Esse tipo de aberração está diretamente ligado com a dispersão de energia que um feixe de elétrons pode apresentar e com a tensão de aceleração do feixe. A equação 9 mostra a relação entre essas duas variáveis.<sup>5,12</sup>

$$d_c = C_c \alpha \left( \frac{\Delta E}{E_0} \right) \quad (9)$$

Em que:

$d_c$  = diâmetro do disco da aberração cromática;

$C_c$  = coeficiente de aberração cromática;

$\alpha$  = ângulo de convergência do feixe de elétrons;

$\Delta E$  = dispersão de energia do feixe de elétrons;

$E_0$  = energia do feixe de elétrons.

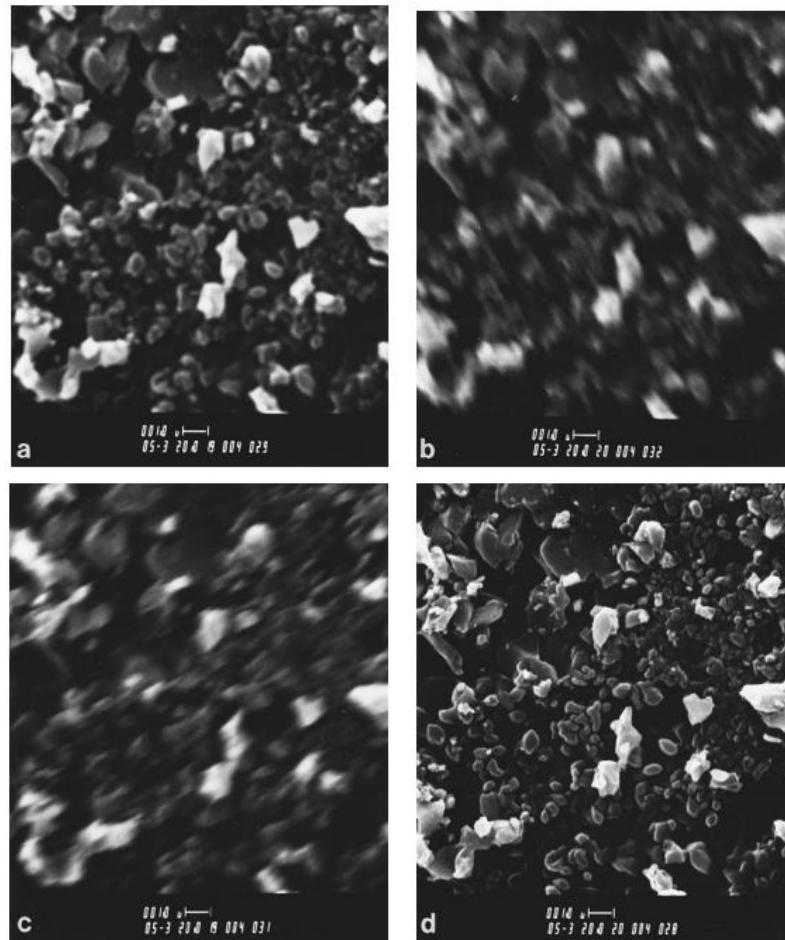
Para explicar a relação da dispersão do feixe com a tensão de aceleração, será usado como exemplo um canhão de elétrons em que o cátodo é um filamento de tungstênio. A dispersão de energia ( $\Delta E$ ) deste filamento é de 1 a 3 elétron-volts. Ao usar uma tensão de aceleração baixa, de 3 keV, obtém-se uma razão  $\left(\frac{\Delta E}{E_0}\right)$  de 0,001, já com uma tensão de 30 keV, a razão entre as energias é de 0,0001. Ou seja, o efeito de aberração cromática será 10 vezes maior para 3 keV do que para 30 keV, o que implica que em altas tensões de aceleração, a aberração é minimizada.<sup>5,12</sup>

Tanto a aberração cromática quanto a esférica não são possíveis de serem observadas nas imagens, elas dependem do microscópio. Logo, a perda envolvida quando se observa esses dois efeitos é na resolução.

### 3.2.3.3. Astigmatismo

Uma lente magnética tem formato cilíndrico, no entanto, quando acontece alguns defeitos no momento da sua construção, como falta de homogeneidade nas peças polares, assimetria nos enrolamentos de cobre e aberturas contaminadas, a lente deixa de ser perfeitamente cilíndrica e passa a ser astigmática. Com isso, no momento em que o feixe de elétrons passa pela lente astigmática, ele produz dois focos separados, os quais são perpendiculares entre si e possuem distâncias focais diferentes. Isso faz com que a imagem produzida fique esticada em uma direção na posição abaixo do foco e esticada em uma direção perpendicular a essa, acima do foco. Ou seja, no astigmatismo, a imagem é distorcida nos eixos x e y, como mostra a figura 3.12.<sup>5,12</sup>

FIGURA 3.12 - Representação do efeito de astigmatismo, em que (A) é a imagem inicial, (B) é a imagem distorcida abaixo do foco, (C) é a imagem distorcida acima do foco e (D) é a imagem corrigida.



Fonte: GOLDSTEIN, Joseph et al. **Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis**. 3rd ed. New York: Springer, 2003.

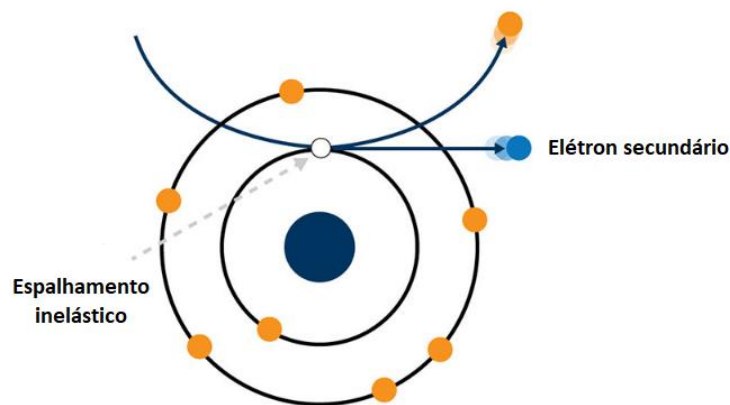
O operador de um microscópio eletrônico de varredura consegue identificar o efeito de astigmatismo quando, ao tentar focar a imagem, ela fica esticada. Tal característica aparece apenas em grandes ampliações, portanto, quando o operador for ajustar o foco e verificar se a imagem está astigmática, é importante trabalhar com uma ampliação de no mínimo 10.000 vezes. Em termos de instrumentação, a correção do astigmatismo se dá por meio de um dispositivo denominado *stigmator*, o qual aplica um campo magnético fraco nas direções x e y, fazendo com que a lente pareça ser simétrica para a passagem do feixe de elétrons, evitando, assim, uma imagem distorcida, de baixa resolução.<sup>5,12</sup>

### 3.3. Detectores

Quando o feixe de elétrons incide sobre a superfície da amostra, os elétrons do feixe interagem com os elétrons do material, fazendo com que estes últimos sejam espalhados de forma elástica ou inelástica. Desta interação, surgem sinais, os quais são coletados e convertidos em pulso elétrico por dispositivos denominados detectores. O resultado da conversão feita pelos detectores são imagens em preto e branco que aparecem na tela de visualização do painel de controle do equipamento. No caso dos microscópios eletrônicos de varredura, há dois principais tipos de sinais: os sinais que surgem dos elétrons secundários (SE) e os sinais dos elétrons retroespalhados (BSE).<sup>5,12</sup>

Tendo isto em vista, antes de serem apresentados os principais tipos de detectores para cada sinal, o presente trabalho trará uma breve contextualização acerca dos elétrons secundários e retroespalhados. Começando com os elétrons secundários, eles são gerados por espalhamento inelástico. Isso significa que quando o feixe de elétrons interage com a amostra, há transferência de energia, e os elétrons da camada mais externa, fracamente ligados ao núcleo, deixam o material, figura 3.13. Uma das principais características dos elétrons secundários é que eles são ejetados com baixa energia cinética, normalmente inferior à 50 eV, o que faz com que eles sejam capazes de escapar apenas de regiões próximas à superfície da amostra, resultando em uma resolução espacial na ordem do diâmetro do feixe.<sup>5,12</sup>

FIGURA 3.13 - Desenho ilustrativo da geração de elétrons secundários.



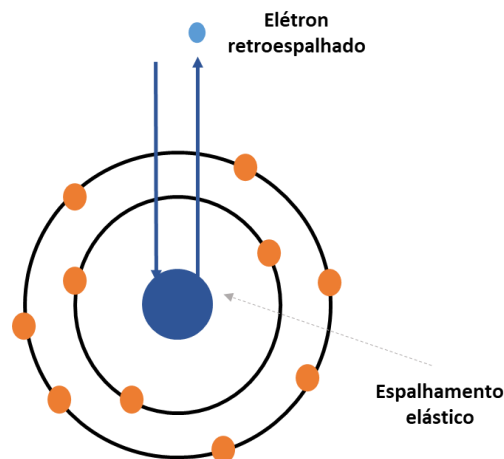
Fonte: Adaptado de Which electron detector is right for your application?. Nano Science. Disponível em: <<https://www.nanoscience.com/blogs/which-electron-detector-is-right-for-your-application/>>. Acesso em:

07/01/2024.



Em relação aos elétrons retroespalhados, eles surgem de uma interação elástica entre os elétrons do feixe incidente e os núcleos dos átomos da amostra, resultando em uma mudança na trajetória dos elétrons. Isso acontece da seguinte forma: quando o feixe atinge a superfície da amostra, alguns elétrons interagem com os núcleos dos átomos do material por terem cargas opostas. Pela atração eletrostática, era para os elétrons ficarem próximos aos núcleos, no entanto, em condições adequadas, os elétrons circulam o núcleo e espancam do material com alta energia (keV), dando origem ao que se conhece como elétrons retroespalhados. A figura 3.14 mostra uma representação deste processo.<sup>5,12</sup>

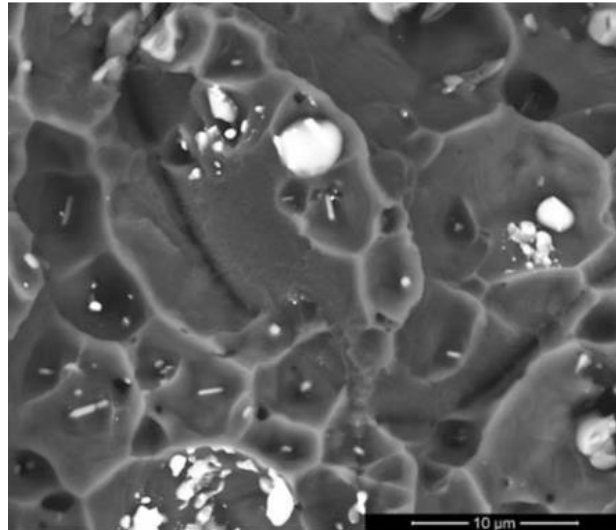
FIGURA 3.14 - Desenho ilustrativo da geração de elétrons retroespalhados.



Fonte: Adaptado de Which electron detector is right for your application?. Nano Science. Disponível em: <<https://www.nanoscience.com/blogs/which-electron-detector-is-right-for-your-application/>>. Acesso em: 07/01/2024.

A quantidade de elétrons que escapa da amostra é denotada pelo coeficiente de retroespalhamento ( $\eta$ ), o qual é função do número atômico do material. Isso significa que imagens feitas com este tipo de sinal permitem diferenciar regiões com diferentes composições químicas. O mecanismo de contraste é a composição química. Em uma imagem BSE, se há duas áreas, uma mais clara e outra mais escura, a área mais clara mostra que naquela região há prevalência de um elemento com número atômico maior em relação à área mais escura. Por exemplo, a figura 3.15 mostra a superfície de fratura de uma liga de alumínio (Al) com presença de precipitados. Os precipitados aparecem mais brilhantes na imagem, indicando que eles são feitos de elementos mais pesados em relação à matriz da liga.<sup>5,12</sup>

FIGURA 3.15 - Imagem BSE da superfície de fratura de uma liga de Al com precipitados.

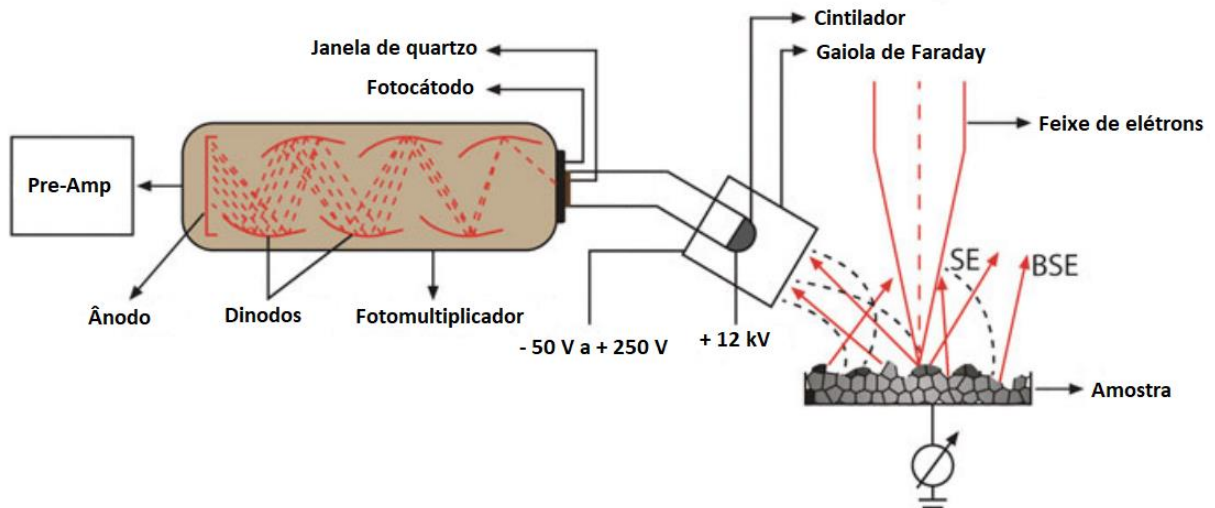


Fonte: UI-HAMID, A. *A beginners' guide to scanning electron microscopy*. 1st ed. Cham, Switzerland: Springer, 2018.

### 3.3.1. Detector de elétrons secundários

O dispositivo mais comum que capta sinais de elétrons secundários é o detector Everhart-Thornley (ET), cujo nome é uma homenagem aos seus criadores, Thomas E. Everhart e Richard F. M. Thornley. Localizado na câmara de amostra com ângulo de aproximadamente  $30^\circ$  em relação a ela, o detector ET consiste em um cintilador dentro de uma gaiola de Faraday (grade coletora), a qual é polarizada positivamente (200 - 300 V) e desempenha a função de atrair os elétrons. A figura 3.16 traz um desenho esquemático de como funciona esse tipo de detector.<sup>5,12</sup>

FIGURA 3.16 - Desenho ilustrativo do funcionamento de um detector ET.



Fonte: Adaptado de UI-HAMID, A. **A beginners' guide to scanning electron microscopy**. 1st ed. Cham, Switzerland: Springer, 2018.

O cintilador tem de 8 a 20 nm de diâmetro e pode ser feito de alguns materiais, como por exemplo, vidro ativado por lítio (Li), fluoreto de cálcio ( $\text{CaF}_2$ ) cristalino dopado com európio (Eu), etc. Somado a isso, a sua superfície é recoberta por uma fina camada de alumínio e tem polarização de +10 a +12 kV, que é responsável por acelerar os elétrons capturados pela grade coletora até o cintilador. Ao atingindo o cintilador, os elétrons são convertidos em fótons pela ação do potencial descrito acima, o qual deve ser alto para que as partículas carregadas tenham energia suficiente e se convertam em luz.<sup>5,12</sup>

Passada esta etapa, os fótons passam por um tubo, que serve como guia de luz, até uma fotomultiplicadora, posicionada fora do microscópio, onde a luz é convertida em sinal elétrico. Na saída do tubo, há uma janela de quartzo que atua como uma barreira entre o cintilador e a fotomultiplicadora, garantindo que o vácuo dentro do equipamento permaneça intacto e permitindo a passagem dos fótons. Em seguida, a luz atinge uma camada de fotocátodo, localizada na extremidade frontal da fotomultiplicadora e, como este fotocátodo é feito de um material metálico de baixa função trabalho, a energia do fóton é suficiente para extrair elétrons da superfície do metal, dando origem a fotoelétrons.<sup>5,12</sup>

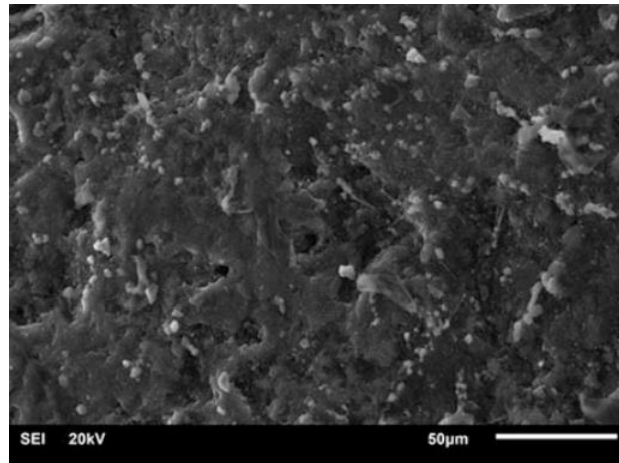
Os fotoelétrons, por sua vez, viajam ao longo da fotomultiplicadora e passam por uma série de eletrodos dinodos. O primeiro dinodo é polarizado positivamente em relação ao fotocátodo, fazendo com que os fotoelétrons sejam acelerados até ele. Quando os fotoelétrons atingem a superfície do dinodo, há emissão de elétrons secundários, que varia de 2 a 10 SE para

cada fotoelétron que colide com o eletrodo. O segundo dinodo também é polarizado positivamente em relação ao primeiro, logo, os elétrons secundários são acelerados até ele e ao atingirem sua superfície, criam mais SE. A cada eletrodo, o processo é repetido e o número de elétrons aumenta em um efeito de cascata, gerando um sinal que é amplificado até  $10^8$  vezes. Por fim, o sinal é amplificado mais algumas vezes. Primeiro por um pré-amplificador e depois por um amplificador, que já não faz parte do detector ET. Neste último caso, a intensidade do sinal é aumentada até o nível em que há a formação da imagem em preto e branco na tela do painel de controle.<sup>5,12</sup>

Uma maneira de medir a eficiência de um detector ET é considerando o seu tamanho e a sua posição em relação à amostra. O tamanho é descrito pelo ângulo sólido ( $\Omega$ ), que relaciona a área da superfície do detector com a distância radial dele até o ponto onde o feixe atinge a amostra. Detectores com grandes áreas e próximos a amostra, coletam mais sinais, sendo que a distância típica entre o dispositivo ET e o material é de 4 mm. Já no caso da posição, ela é definida em termos do ângulo de decolagem ( $\psi$ ), que trata-se do ângulo entre a superfície da amostra e centro da face do detector. Quanto maior o ângulo de decolagem, mais sinais o detector consegue coletar da amostra, só que por conta de o espaço dentro da câmara ser restrito,  $\psi$  é mantido em torno de 30 graus, como já citado.<sup>5,12</sup>

Considerando a disposição do detector, quando os elétrons secundários são ejetados da amostra e capturados por ele, o mecanismo de contraste gerado é de topografia, sendo que as características da superfície do material são destacadas ou sombreadas dependendo da posição daquela região em relação ao detector. Ou seja, as partes mais escuras da imagem gerada são de regiões mais baixas da amostra, enquanto as partes mais claras, de regiões mais altas. A figura 3.17 traz um exemplo desse tipo de contraste. Na imagem, é possível observar as diferentes profundidades de uma amostra de carvão mergulhado em ouro (Au) coloidal.

FIGURA 3.17 - Imagem SE de uma amostra de carvão mergulhado em Au coloidal.



Fonte: UI-HAMID, A. *A beginners' guide to scanning electron microscopy*. 1st ed. Cham, Switzerland: Springer, 2018.

O sinal SE é o mais comum em microscopia eletrônica de varredura e o fato de o ET apresentar qualidades como alta eficiência, baixo ruído e baixo custo faz dele um dos dispositivos mais usados no mercado de detectores para MEV.<sup>5,12</sup>

### 3.3.2. Detector de elétrons retroespalhados

Os elétrons retroespalhados podem ser detectados pelo dispositivo ET, no entanto, a coleta de sinal não é tão eficiente. Isso acontece porque os elétrons são espalhados para cima, na direção do feixe, logo, é melhor utilizar um detector que esteja posicionado na trajetória do espalhamento. Nesse contexto, o detector BSE mais utilizado é o detector diodo de estado sólido (SSD), que consiste em um eletrodo semicondutor do tipo *p* fundido a um eletrodo semicondutor do tipo *n*, no formato de um disco com quatro quadrantes, como ilustrado na figura 3.18. O eletrodo do tipo *p* é feito de silício (Si) e germânio (Ge), dopado com elementos que têm três elétrons na camada de valência, como o boro e o gálio. Já o eletrodo do tipo *n*, também é feito de Si e Ge, mas nesse caso, a dopagem é feita com elementos pentavalentes, ou seja, que têm cinco elétrons na camada de valência, como por exemplo, fósforo (P), arsênio (As) e antimônio (Sb).<sup>5,12</sup>

FIGURA 3.18 - Detector SSD junto com os componentes eletrônicos associados.



Fonte: Adaptado de UI-HAMID, A. **A beginners' guide to scanning electron microscopy**. 1st ed. Cham, Switzerland: Springer, 2018.

Em um semicondutor feito apenas de silício (intrínseco), a rede cristalina é formada por meio de ligações primárias. Como o Si pertence à família 4A da tabela periódica, ele tem quatro elétrons na camada de valência e esses elétrons podem ser compartilhados com outros átomos de Si, formando quatro ligações covalentes. Com esta configuração, não há excesso de elétrons ou vacâncias na rede, portanto, é como se o semicondutor fosse, na verdade, um isolante. Entretanto, esta situação pode ser alterada adicionando impurezas à rede em um processo conhecido como dopagem.<sup>5,12</sup>

Quando a dopagem é feita substituindo um dos átomos de silício por algum elemento do grupo 3A, cria-se uma vacância na rede. Como as vacâncias são buracos com ausência de elétrons, elas são consideradas aceitadoras das partículas carregadas negativamente. Logo, na presença de um campo elétrico, os elétrons se movem pelas vacâncias e a partir deste movimento, a corrente é transportada ao longo do semicondutor. Em contrapartida, quando a dopagem é pela substituição de um dos átomos de Si por algum elemento do grupo 5A, tem-se excesso de elétrons livres na rede. Esses elétrons se movem para a banda de condução e são responsáveis por transportar a corrente neste tipo de semicondutor.<sup>5,12</sup>

A extremidade frontal do detector SSD consiste em um contato elétrico de ouro (Au) revestido por uma fina camada de silício. Ao chegar no detector, os elétrons retroespalhados interagem com os elétrons da rede de silício e são espalhados inelasticamente. Como resultado, os elétrons retroespalhados saem da banda de valência e passam a ocupar a banda de condução do Si, criando, portanto, uma vacância. Após atingir a banda de condução, os elétrons

retroespalhados são separados pela aplicação de um campo elétrico, que é feito pela junção *p-n* do detector. Esta junção atua como um campo interno para manter as vacâncias e os elétrons separados e promove um fluxo de corrente dentro do dispositivo. O fluxo é então amplificado até gerar um sinal com intensidade suficiente para a formação de uma imagem na tela de visualização do microscópio.<sup>5,12</sup>

#### 4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Este trabalho apresentou um levantamento bibliográfico a respeito da parte instrumental de um microscópio eletrônico de varredura. O texto iniciou-se com uma contextualização do surgimento da técnica, elencando estudos realizados ao longo da história que contribuíram para a criação do primeiro microscópio de varredura. A partir da introdução, foi possível notar que a microscopia eletrônica de varredura é uma técnica de maior alcance em relação à microscopia óptica e que ela se tornou uma ferramenta para muitos estudos dentro do ramo da ciência, pois consegue caracterizar diversos tipos de materiais na escala de nanômetro a micrômetro.

Antes de discutir cada um dos principais componentes desse tipo de equipamento, o trabalho discorreu sobre alguns aspectos da óptica eletrônica e, a partir disso, concluiu-se que, de fato, muito do funcionamento da MEV está relacionado com este assunto. Foi visto que um feixe de partículas carregadas pode se comportar como um feixe de luz e que nos microscópios eletrônicos são usados campos de força para desviar e focalizar o feixe de elétrons, podendo ser campos eletrostáticos ou magnéticos. Além disso, foi possível constatar que o feixe de elétrons não pode sofrer grandes divergências, pois isso acarretará efeitos de aberração e, portanto, em uma sonda de diâmetro grande para varrer a amostra, o que impacta negativamente na resolução das imagens produzidas.

Depois disso, o trabalho iniciou a parte dos constituintes do microscópio pelo canhão de elétrons. Dos dois tipos de filamento apresentados para canhões de emissão termiônica, concluiu-se que o de hexaboreto de lantânio é melhor do que o de tungstênio em termos de vida útil e brilho, e o primeiro consegue emitir mais elétrons em uma mesma temperatura de aquecimento pelo material ter menor função trabalho. No que se refere ao filamento FEG, usado em canhões de emissão por tunelamento, ele é considerado o melhor de todos, pois é construído de forma que a ponta do material seja muito fina e consiga proporcionar um brilho muito maior do que os filamentos citados acima.

Em seguida, na parte do sistema de lentes do microscópio de varredura, foi visto que normalmente utiliza-se de duas a três lentes condensadoras para diminuir o diâmetro do feixe de elétrons e depois o feixe é focalizado sobre a superfície da amostra pela ação de uma lente objetiva. Por meio da discussão apresentada pelo trabalho, viu-se que as lentes magnéticas são fundamentais para que o processo de varredura aconteça de forma desejada, com um feixe no diâmetro adequado. E que além da parte do sistema de lentes em si, ainda no canhão de elétrons, já se observa um efeito de lente, no processo de extração das partículas carregadas do filamento. Ou seja, mais uma vez pode-se concluir que a óptica eletrônica está intimamente relacionada à instrumentação desse tipo de equipamento.

Por fim, foram descritos os principais detectores, mostrando o detector ET, que é usado para captar os sinais dos elétrons secundários, e o detector SSD, usado para os elétrons retroespalhados. Embora também seja possível utilizar o dispositivo ET para coletar sinais BSE, concluiu-se que como ele está posicionado à 30° em relação à amostra, a coleta não é tão eficiente quanto a do detector SSD, que se encontra localizado acima da amostra. Isso porque os elétrons retroespalhados são ejetados para cima, na direção onde o dispositivo SSD está. De modo geral, considerando o texto apresentado, pode-se concluir que esta monografia conseguiu cumprir com o tema proposto e poderá servir de material de apoio para ajudar iniciantes na área a entender como o microscópio eletrônico de varredura funciona.



## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ATKINS, P. W.; PAULA, J. **Físico-química: volume 1**. 9. ed. Tradução: SILVA, E. C.; CARDOSO, M. J. E. M.; BARCIA, O. E. Rio de Janeiro: LTC, 2012.
- [2] BOGNER, Agnes et al. A history of scanning electron microscopy developments: Towards “wet-STEM” imaging. **Micron**, v. 38, n. 4, p. 390-401, 2007.
- [3] EISBERG, R.; RESNICK, R. **Física quântica: átomos, moléculas, sólidos, núcleos e partículas**. 21. ed. Tradução: RIBEIRO, P. C.; SILVEIRA, E. F.; BARROSO, M. F. Rio de Janeiro: Campus, 1979.
- [4] BRETON, B. C.; McMULLAN, D.; SMITH, K. C. A. **Advances in imaging and electron physics: volume 133**. 1st ed. San Diego, CA: Academic Press, 2004.
- [5] UI-HAMID, A. **A beginners’ guide to scanning electron microscopy**. 1st ed. Cham, Switzerland: Springer, 2018.
- [6] SMITH, K. C. A. WELLS, O. C.; McMULLAN, D. The fiftieth anniversary of the first applications of the scanning electron microscope in materials research. **Physics Procedia**, v. 1, n. 1, p. 3-12, 2008.
- [7] NUSSENZVEIG, H. M. **Curso de física básica: ótica, relatividade, física quântica (volume 4)**. 2. ed. São Paulo: Blucher, 2014.
- [8] MOORE, J. H.; DAVIS, C. C.; COPLAN, M. A. **Building scientific apparatus**. Cambridge University Press, 2009. 4th ed. New York: Cambridge University Press, 2013.
- [9] HEDDLE, D. **Electrostatic lens systems**. 2nd ed. [s.l.]: CRC Press, 2000.
- [10] HAWKES, P. W.; KASPER, E. **Principles of electron optics: applied geometrical optics (volume 2)**. 2nd ed. [s.l.]: Academic Press, 2017.
- [11] HAWKES, P. W.; KASPER, E. **Principles of electron optics: basic geometrical optics (volume 1)**. 2nd ed. [s.l.]: Academic Press, 2017.
- [12] GOLDSTEIN, Joseph et al. **Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis**. 3rd ed. New York: Springer, 2003.

[13] REIMER, L. **Scanning electron microscopy: physics of image formation and microanalysis**. 2nd ed. New York: Springer, 1998.

[14] Which electron detector is right for your application?. Nano Science. Disponível em: <<https://www.nanoscience.com/blogs/which-electron-detector-is-right-for-your-application/>>.

Acesso em: 07/01/2024.