

IMAGEM ELEMENTAR NO MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA

Denise Ortigosa Stolf¹

RESUMO

Durante a fase de produção ou análise de materiais, mostra-se necessário analisar a sua microestrutura. A análise microestrutural é extremamente importante, pois permite: entender as correlações entre a microestrutura e as propriedades do material. O Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) é um dos instrumentos mais utilizados para essa finalidade que, apesar da complexidade dos mecanismos para a obtenção da imagem, o resultado é uma imagem de muito fácil interpretação. O aumento máximo conseguido pelo MEV fica entre o Microscópio Ótico (MO) e o Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET). A grande vantagem do MEV em relação ao MO é sua alta resolução e, quando comparado com o MET a grande vantagem do MEV está na facilidade de preparação das amostras. Além disso, a elevada profundidade de foco (imagem com aparência tridimensional) do MEV e a possibilidade de combinar a análise microestrutural com a microanálise química são fatores que em muito contribuem para o amplo uso desta técnica. Dessa forma, o Microscópio Eletrônico de Varredura tornou-se um instrumento imprescindível em diversas áreas como na ciência e engenharia dos materiais, geologia e eletrônica. Este trabalho foi desenvolvido com o objetivo de transmitir aos usuários dessa técnica seus princípios básicos de funcionamento e sua aplicação para a caracterização de materiais através da análise de uma fina camada de tinta prata sobre o porta amostra do MEV e também de concreto leve.

Palavras-chave: Microscópio eletrônico de varredura. Elétrons. Microestrutura.

1 INTRODUÇÃO

O Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) é geralmente utilizado para observações de amostras espessas, ou seja, basicamente não transparentes a elétrons. Ele fornece imagens com grandes aumentos da superfície de um material, sendo esta imagem similar ao que poderia, hipoteticamente, ser vista pelo olho humano, se ele fosse capaz de enxergar com grandes ampliações. Este aspecto ajuda a simplificar bastante a interpretação de imagens.

A razão principal de sua utilização está associada à alta resolução que pode ser atingida, atualmente da ordem de 2-5nm, e à grande profundidade de foco, resultando em imagens com aparência tridimensional.

¹ Doutora em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade de São Paulo, São Carlos/SP. Docente da graduação na UCEFF – Faculdade Empresarial de Chapecó.

Informações topológicas podem ser obtidas utilizando-se elétrons de baixa energia, da ordem de 50 eV, e informações sobre número atômico ou orientação podem ser obtidas utilizando-se elétrons de alta energia. Também, é possível ainda obter-se informações sobre domínios em amostras magnéticas ou utilizar-se sinais em virtude da condutividade induzida pelo feixe de elétrons e luz catodoluminescente, para a caracterização e análise de falhas de dispositivos semicondutores. Além disso, o MEV possibilita a obtenção de informações químicas em áreas da ordem de microns, DEDAVID (2007).

2 PRINCÍPIOS DE OPERAÇÃO

Uma fonte de elétrons é focada (no vácuo) formando um feixe concentrado, que é varrido sobre a superfície da amostra. As imagens no MEV são construídas ponto a ponto, de modo similar à formação de uma imagem de televisão. Quando os elétrons atingem e penetram na superfície, eles interagem com os átomos da amostra, resultando na emissão de elétrons ou de fótons.

Uma quantidade razoável dos elétrons emitidos é coletada por detectores, cujos impulsos, com maior ou menor intensidade, são usados para modular o brilho de um tubo de raios catódicos. Os impulsos de entrada no tubo variando em x-y são sincronizados com as voltagens de deflexão do feixe eletrônico, de maneira que cada ponto que o feixe atinge na amostra é mapeado diretamente em um ponto correspondente da tela, produzindo uma imagem da superfície da amostra.

O aumento do microscópio é simplesmente a relação entre a área varrida na amostra (ajustável pela variação da voltagem que controla a deflexão do feixe eletrônico) e o comprimento da linha de varredura sobre o tubo de raios catódicos, que é fixa, WATT (1985). Quanto menor a área varrida na amostra, maior o aumento observado na tela.

3 DESCRIÇÃO DO MICROSCÓPIO

O MEV, esquematizado na Figura 1, consiste basicamente de duas partes fundamentais: o gabinete de comando, que fornece acesso a todos os tipos de comandos e ajustes necessários ao seu funcionamento, e o microscópio em si, que é a parte que realmente interessa, onde encontra-se a coluna eletrônica, a câmara de amostra, o sistema de vácuo e, o sistema de formação de imagem e tipos de sinais.

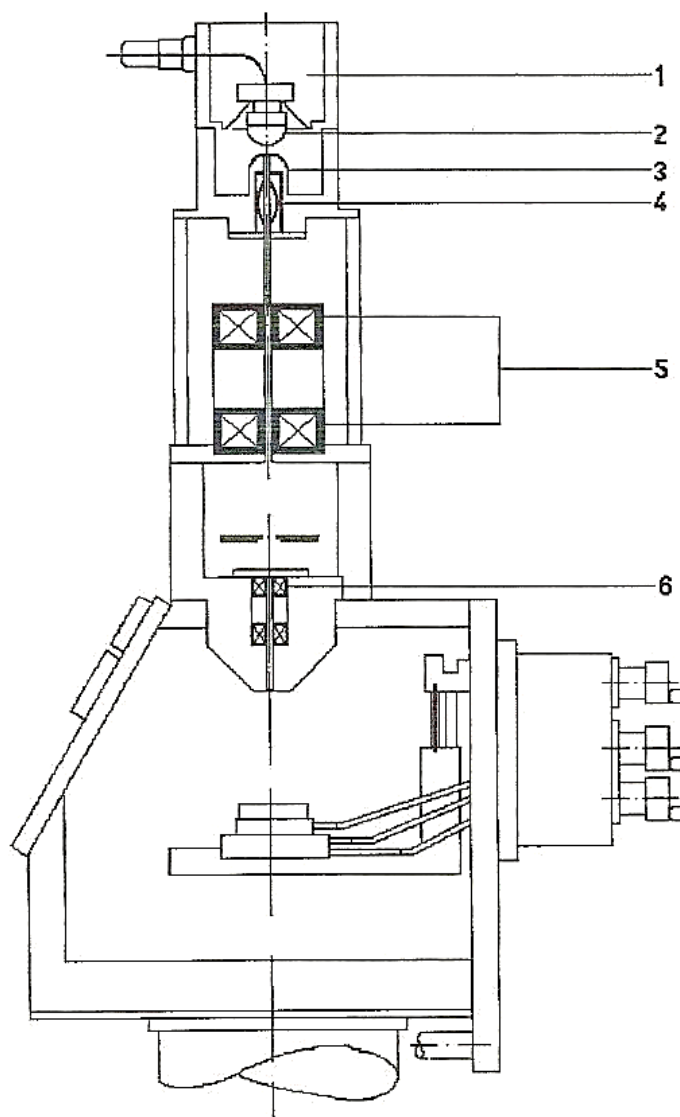


Figura 1- Esquema de um equipamento de MEV (Zeiss DMS 960), onde: 1) canhão de elétrons; 2) cilindro de Wehnelt; 3) ânodo; 4) Bobinas de alinhamento do feixe; 5) lentes eletromagnéticas (condensadoras); 6) lente objetiva.

Fonte: RODRIGUES (1997).

3.1 Coluna eletrônica

A coluna eletrônica consiste de um tubo de cobre com diâmetro interno igual a 1mm, contendo os seguintes componentes: canhão de elétrons, lentes eletromagnéticas e, bobinas de varredura e lente objetiva.

3.1.1 Canhão de elétrons

O canhão de elétrons fornece a fonte de elétrons. Estes elétrons são gerados em um cátodo (filamento que pode ser de tungstênio ou de hexaboreto de lantânio-LaB₆, o qual é aquecido e os elétrons são emitidos devido ao efeito termoiônico) e acelerados por uma diferença de potencial que varia entre 0,5 e 30kV na direção de um ânodo. Os elétrons gerados são focados em primeira instância pelo cilindro de “Whenelt” (um dispositivo em formato cilíndrico que possui um orifício de 1mm de diâmetro e fica a 1cm do ânodo), que é carregado negativamente para esta finalidade.

O filamento encontra-se imerso num vácuo de 10^4 Torr (caso o filamento seja de lantânio, o vácuo deve ser de 10^7 Torr), de acordo com STOKES (2008).

Existe também outro tipo de fonte para a geração de elétrons que é a de emissão de campo, que foi introduzida recentemente e utiliza um campo elétrico muito forte em um filamento de tungstênio com uma ponta extremamente aguda. O forte campo elétrico é capaz, nestas condições, de extrair elétrons mesmo a baixas temperaturas. O brilho desta fonte de elétrons é 10 vezes superior ao do filamento de LaB₆, o que gera imagens muito mais nítidas e com resolução superior.

3.1.2 Lentes eletromagnéticas

As lentes eletromagnéticas têm a função de colimar o feixe eletrônico, chegando a uma resolução mínima de 7nm, fenômeno denominado demagnificação ou fração de redução. Cada lente tem uma determinada abertura com a função de limitar a divergência do feixe. Normalmente o MEV tem de duas a três lentes condensadoras, as quais na maioria dos microscópios são controladas automática e simultaneamente.

O funcionamento das lentes eletromagnéticas pode ser comparado ao de uma lente ótica. Elas têm uma moldura de material magnético com uma geometria adequada para que o campo resultante concentre o feixe eletrônico.

A diferença é que uma bobina de cobre induz um campo elétrico adicional e variável, cuja ação resulta em uma força que atua no elétron e modifica sua trajetória, definindo o plano focal da lente, que depende da corrente que passa no solenoide.

3.1.3 Bobinas de varredura e lente objetiva

Dois pares de bobinas de varredura são, em geral, localizados dentro da lente objetiva, com a função de varrer o feixe de elétrons, nas direções x e y, sobre uma área na superfície da amostra, enquanto as lentes objetivas fazem a focalização do mesmo.

Dentro das lentes objetivas existe um disco de platina com um pequeno orifício, de aproximadamente 100µm, que serve para limitar a largura angular do feixe, reduzindo-se assim os efeitos de aberração, e para melhorar a profundidade de campo na imagem.

De acordo com Goldstein et al. (1992) a distância focal da lente objetiva é ajustável para focalizar o foco do feixe na superfície da amostra. No MEV, geralmente fixa-se os planos focais das lentes condensadoras variando-se apenas o da lente objetiva. A distância da superfície da amostra à parte inferior da lente objetiva é chamada de distância de trabalho (WD), e quando esta distância varia, a corrente da objetiva deve ser ajustada para continuar focalizando o feixe sobre a superfície da amostra.

Pequenas distâncias de trabalho são usadas para conseguir-se uma melhor resolução das imagens, enquanto grandes distâncias de trabalho melhoram a profundidade do campo. A distância de trabalho e a abertura da lente objetiva determinam o ângulo de convergência do feixe.

3.2 Câmara de amostra

A câmara de amostra consiste num espaço com vácuo localizado abaixo da coluna eletrônica e contém os seguintes componentes: detectores e porta amostra.

3.2.1 Detectores

Existem alguns tipos de detectores, adequados aos sinais de: elétrons secundários, elétrons retroespalhados, raio-x e corrente da amostra.

3.2.2 Porta amostra

O porta amostra consiste numa base de formato circular contendo orifícios onde se encaixam as amostras a serem estudadas (a quantidade depende do fabricante).

3.3 Sistema de vácuo

O vácuo é produzido em uma bomba difusora ou turbomolecular de dois estágios (a difusora é menos comum nos microscópios mais modernos), apoiada por uma bomba mecânica rotativa. Uma vez que a bomba turbomolecular pode operar somente após um pré-vácuo, usa-se a bomba mecânica para evacuar previamente ou fazer um bombeamento grosseiro na câmara de amostra antes de acionar a bomba turbomolecular.

3.4 Sistema de formação de imagem e tipos de sinais

A interação de um feixe de elétrons de alta energia com a superfície da amostra resulta na emissão de elétrons e raios-x com uma faixa de distribuição de energia e, em alguns casos, com emissão de radiação catodoluminescente que possui energia menor que raios-x. Os elétrons gerados pela interação do feixe primário com a amostra podem ser divididos em três tipos: secundários (SE), retroespalhados (BSE) e Auger, DEDAVUD (2007).

As imagens no MEV podem ser geradas com dois sinais diferentes, elétrons secundários e elétrons retroespalhados, os quais são produzidos por mecanismos diferentes e são diferenciados convencionalmente por suas energias. Quando um elétron primário de alta energia interage com um átomo, ele pode sofrer espalhamento inelástico ou elástico com os elétrons do átomo.

3.4.1 Imagem por elétrons secundários (SE)

Em uma colisão inelástica parte da energia do elétron primário é transferida para outro elétron. Se a quantidade de energia transferida for muito pequena (menor que a função trabalho do elemento), o elétron não pode ser emitido. Se, porém, a energia exceder a função trabalho, o elétron é emitido e pode escapar do material.

Elétrons emitidos tendo energia abaixo de 50eV são chamados de secundários. Esses elétrons vêm da superfície da amostra e são os mais importantes para a formação da imagem no MEV. Elétrons secundários produzidos em regiões mais profundas sofrem colisões

inelásticas adicionais, abaixando sua energia e ficando aprisionados na amostra, LYMAN (1990).

3.4.2 Imagem por elétron retroespalhados (BSE)

Elétrons retroespalhados são aqueles que deixam a amostra com energia superior a 50eV. Esses elétrons são de alta energia, basicamente a mesma do feixe primário, e são aqueles elétrons primários que foram espalhados elasticamente (sem perda de energia cinética) pelo núcleo do átomo. Estas colisões também podem ocorrer após o elétron primário ter perdido parte de sua energia (uma pequena parcela) devido ao espalhamento inelástico. Quanto maior o número atômico (Z) do material é mais provável a ocorrência de um espalhamento elástico.

Então, quando o feixe eletrônico é varrido de uma região de baixo Z para uma região de alto Z, o sinal devido aos BSE é aumentado e conseqüentemente o brilho na tela aumenta. Produz-se desta forma contraste na imagem devido a diferenças da composição da amostra.

4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Para essa experiência utilizou-se o MEV/Leo-440, cujo resumo de suas características está apresentado no Quadro 1. No MEV em questão, para a análise das amostras, foram utilizados: filamento de hexaboreto de lantânio (LaB_6), vácuo de 10^7 Torr no canhão e vácuo de 10^{-6} Torr na câmara de amostras.

Coluna eletrônica	Fonte (canhão) de elétrons: filamento de LaB_6 (hexaboreto de lantânio) ou W (tungstênio)
	3 lentes eletromagnéticas
	Beam shape: afilador eletrostático
	Bobinas de foco e alinhamento
	Energia (voltagem de aceleração do feixe): 300 a 30kV (ajustável em passos de 10V)
	Corrente do feixe: 1pA a 1 μ A
Câmara de amostra	Porta amostra: eixo x (100mm), eixo y (120mm), eixo z (58mm), rotação (360°); inclinação (0 a 90° - na direção do detector de S)
	Detector: de elétrons secundários (SE), de elétrons retroespalhados (BSE) e de raio-x (para análise)
	Bobinas de deflexão do feixe
Sistema de vácuo	Coluna do canhão: válvula de isolamento entre a coluna e a câmara para evitar quebra do vácuo

	Bomba iônica: atinge o vácuo da ordem de 10^{-7} Torr (esta bomba é necessária para o filamento de LaB ₆ , que exige um vácuo melhor; se for usado o filamento tradicional de W, a bomba turbomolecular seria suficiente)
	Câmara de amostra: bomba turbomolecular - atinge vácuo da ordem de 10^{-6} Torr, bomba mecânica - auxiliar da turbo
Sistema de bombeamento	A coluna permanece normalmente em alto vácuo, mantida pela bomba. As válvulas de isolamento entre a coluna e a câmara de amostra são normalmente mantidas fechadas. Essa válvula só é aberta por um procedimento de troca de filamento, quando todo o vácuo do sistema é quebrado e todas as bombas desligadas. Para recuperar o vácuo, o bombeamento é feito inicialmente com a bomba mecânica, depois a turbomolecular, até atingir um vácuo da ordem de 10^{-6} Torr. Então, as válvulas de isolamento são fechadas e a bomba iônica é ligada para continuar a bombear a coluna, até alcançar um vácuo melhor. Recomenda-se normalmente um valor mínimo de vácuo (10^{-4}) Torr antes de ligar a bomba iônica.

Quadro 1- Resumo das características do MEV Leo-440

Fonte: ELECTRON MICROSCOPY LTD (1997).

As imagens foram obtidas através do detector de elétrons secundários, sendo que somente em uma micrografia foi utilizado o detector de elétrons retroespalhados. As amostras analisadas foram:

a) tinta prata sobre a superfície de um porta amostra do MEV, usando os seguintes parâmetros: voltagem de aceleração (EHT) de 10 kV, distância de trabalho (WD) de 21mm e corrente de aceleração (Probe) de 100pA.

b) concreto leve (argamassa + agregado), usando os seguintes parâmetros: EHT = 10kV, WD = 13mm e Probe = 50pA. Embora na maioria dos casos é usado uma corrente 100pA, devido ao fato do concreto ser um material não condutor e a amostra não estar recoberta com uma substância condutora (ouro ou carbono), ocorreu um carregamento negativo nas áreas da amostra sob o feixe, causando um brilho excessivo na região. Para solucionar esse efeito foi necessário diminuir-se a corrente de aceleração para a obtenção de uma boa imagem do material.

Antes da abertura da câmara de amostras para inserir a amostra no seu interior, é preciso desligar o feixe de elétrons e ventilar a mesma com nitrogênio seco. Em seguida, usando-se sempre luvas plásticas para evitar o contato da amostra com poeira, é possível inseri-la no carro de amostras, o qual é capaz de inclinar (de 0 a 90°), elevar (58mm na direção z) e de ser rotacionado em adição às translações x (100mm) e y (120mm), que é muito útil para examinar várias amostras sequencialmente, através da mesa giratória.

O ajuste da altura ou movimento na direção z é usado para controlar a distância de trabalho. Após fechar e evacuar a câmara de amostras e observar se o vácuo está adequado,

pode-se iniciar a operação. Deve-se então, ligar novamente a alta tensão e a corrente do filamento.

Ajusta-se o feixe, a magnificação e o foco para localizar as regiões de interesse da amostra. Para obter uma imagem com boa resolução, o primeiro passo a ser feito é localizar-se um pequeno ponto na região da amostra escolhida e focá-lo com uma alta magnificação (10000 vezes ou mais).

Assim como nas imagens dos microscópios óticos, após a imagem do MEV ser focada em alta amplificação, ela está em foco para qualquer magnificação mais baixa desde que a posição das lentes objetivas não tenha mudado.

Usando-se agora a magnificação desejada e ajustando-se os parâmetros como o brilho e o contraste, ou o que for preciso para atender as necessidades do que se deseja analisar, executa-se uma varredura lenta para que a imagem fique nítida na tela e livre de qualquer ruído. Antes de salvar a imagem congela-se a varredura da tela. O próximo passo é tirar fotografias das micrografias desejadas.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados para a experiência são apresentados a seguir.

a) tinta prata sobre a superfície de um porta amostra do MEV

As micrografias da tinta prata sobre um porta amostra do MEV estão apresentadas nas Figuras 2 e 3.

Através da Figura 2 observa-se que a tinta não se apresenta de maneira homogênea, pois contém placas descontínuas em sua composição, provavelmente devido à suspensão das partículas em solução. Na Figura 3 pode-se observar uma mesma região da amostra para quatro magnificações distintas: 100x, 500x, 1000x e 10000x.

b) concreto leve (argamassa + agregado)

As micrografias do concreto leve estão apresentadas nas Figuras 4 a 8. Pode-se observar, através das figuras que o concreto leve é formado por dois materiais distintos. O agregado, composto por argila expandida em água, é mais poroso que a argamassa.

Na Figura 8, que foi obtida com o detector de elétrons retroespalhados, nota-se que a noção de profundidade é perdida.

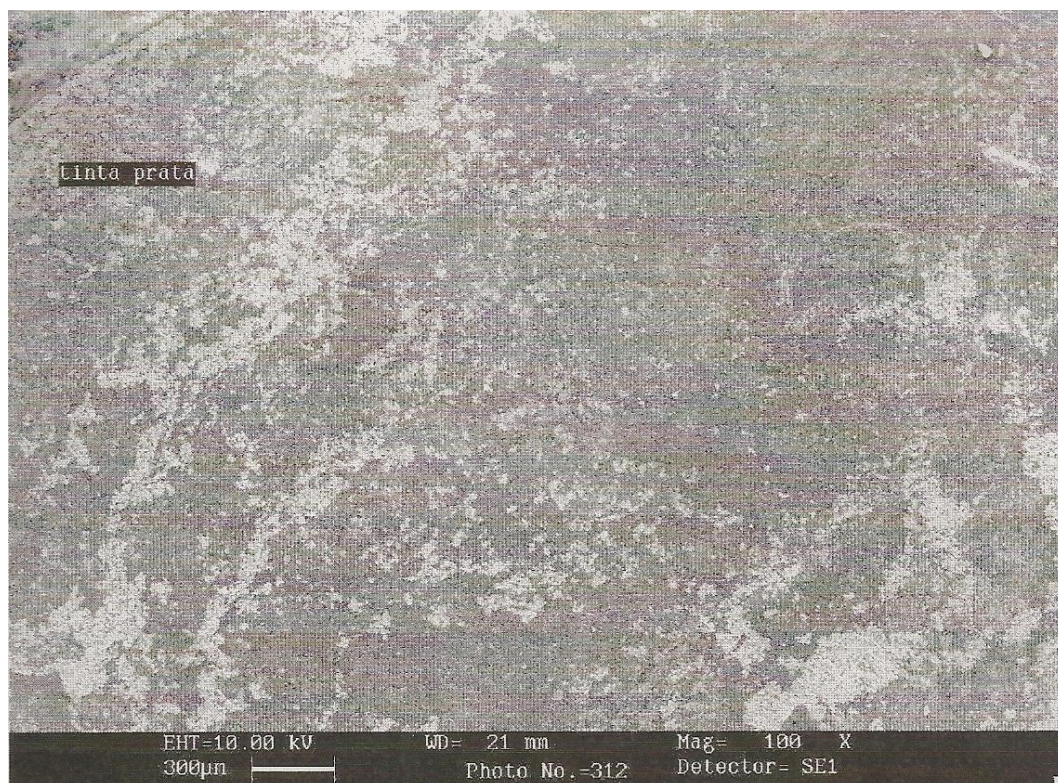


Figura 2- Imagem da tinta prata no MEV Leo 440: magnificação de 300x; detector SE
Fonte: Dados da pesquisa.



Figura 3- Imagem da tinta prata no MEV Leo 440: magnificação de 100x, 500x, 1000x e 10000x; detector SE.

Fonte: Dados da pesquisa.

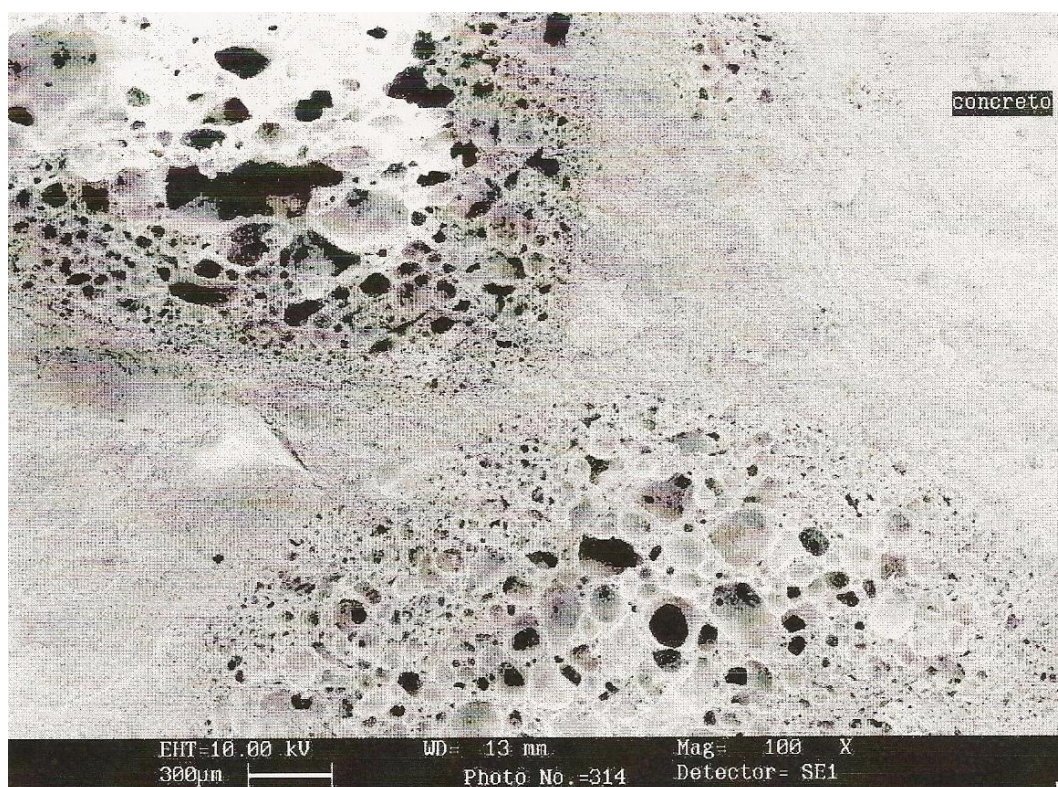


Figura 4 - Imagem do concreto leve no MEV Leo 440: magnificação de 100x; detector SE.

Fonte: Dados da pesquisa.

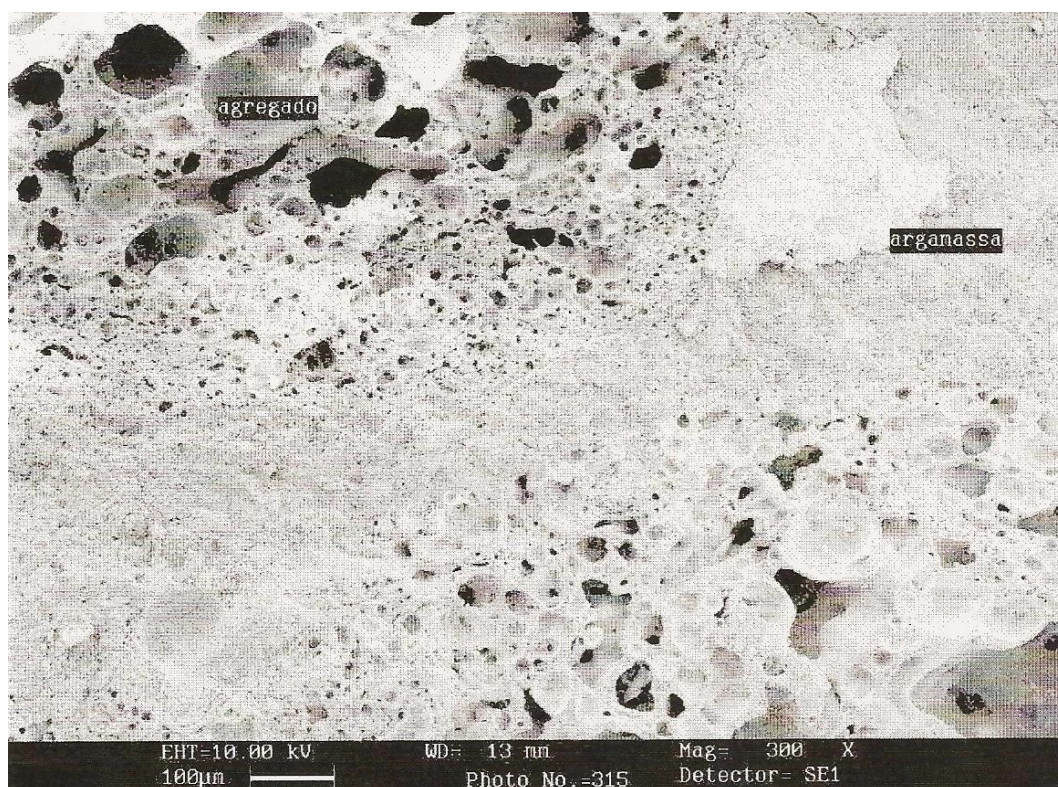


Figura 5- Imagem do concreto leve no MEV Leo 440: magnificação de 300x; detector SE.
 Fonte: Dados da pesquisa.

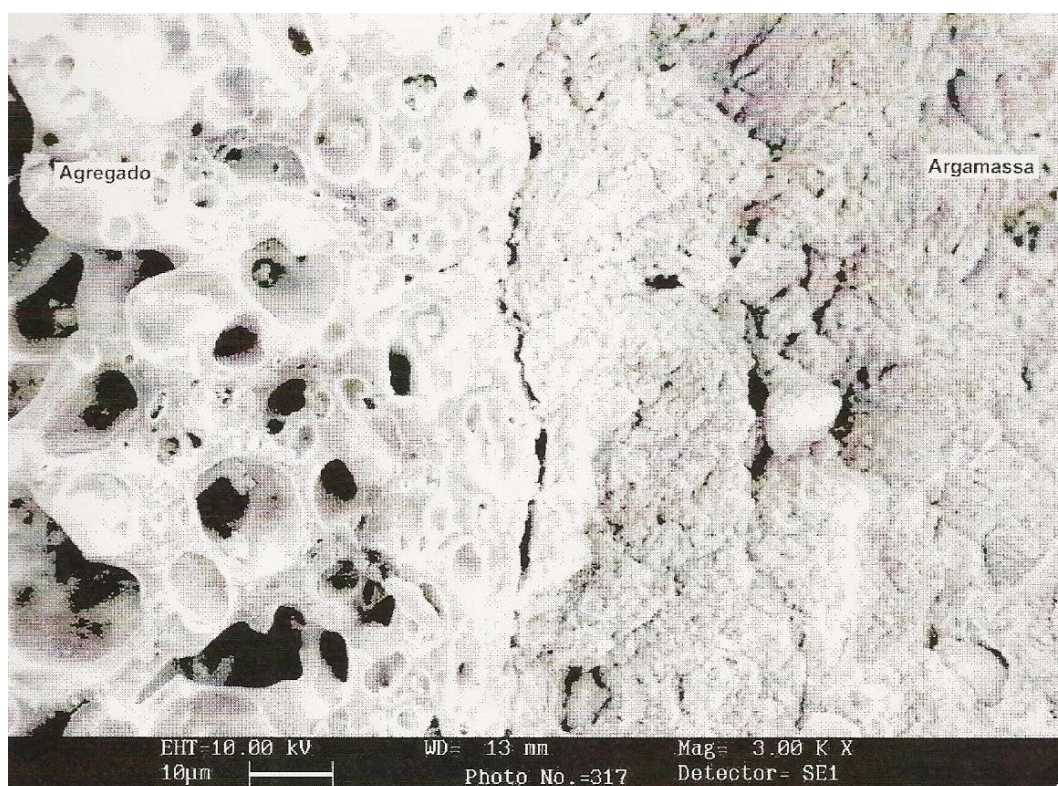


Figura 6- Imagem do concreto leve no MEV Leo 440: magnificação de 3000x; detector SE.
 Fonte: Dados da pesquisa.

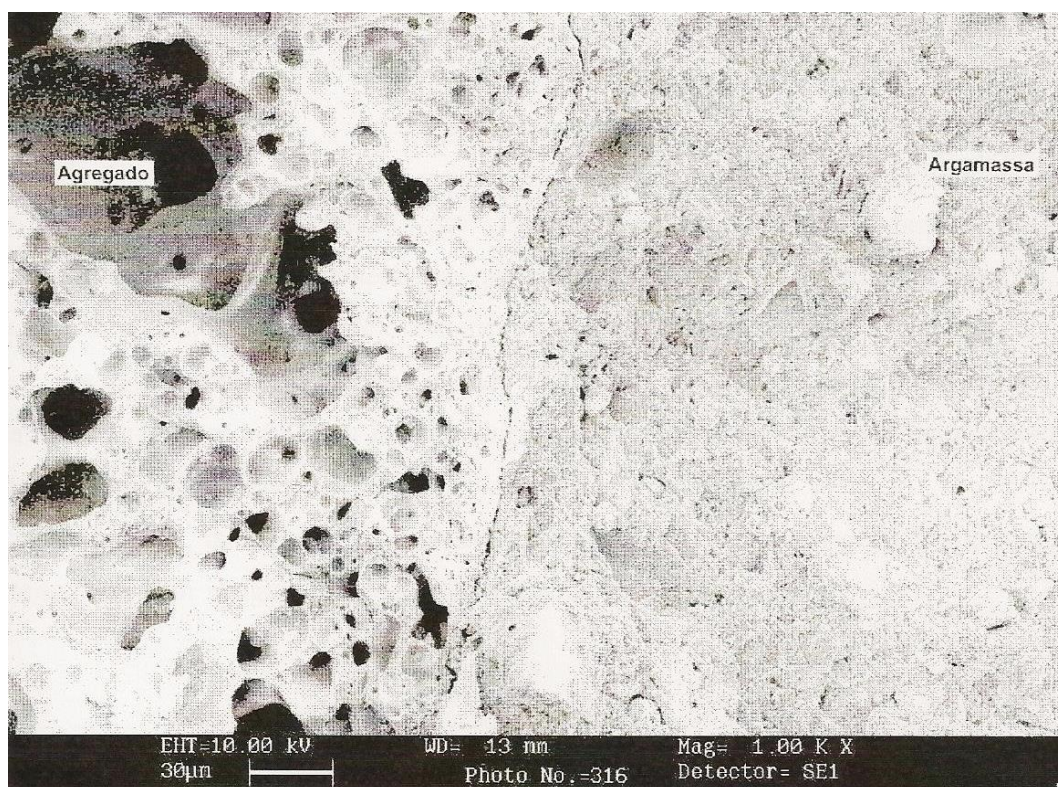


Figura 7- Imagem do concreto leve no MEV Leo 440: magnificação de 1000x; detector SE.
 Fonte: Dados da pesquisa.

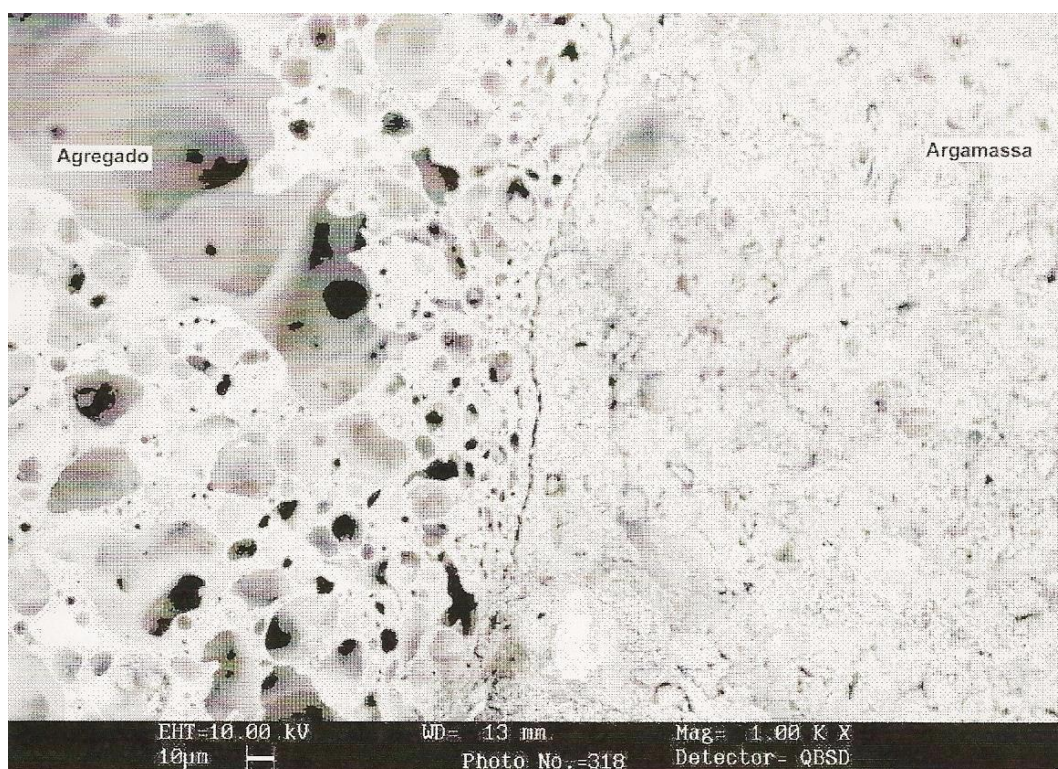


Figura 8- Imagem do concreto leve no MEV Leo 440: magnificação de 1000x; detector BSD.
 Fonte: Dados da pesquisa.

6 CONCLUSÃO

A partir dos resultados das experimentações realizadas, bem como das correspondentes discussões, concluiu-se que o MEV mostra-se um ótimo instrumento para visualização topográfica (superfície) em magnitudes superiores às do microscópio ótico.

Porém, deve-se ressaltar que quando se trata de amostra de material biológico, uma voltagem de aceleração de 10kV é muito alta, a amostra pode queimar, ocorrendo a destruição de suas cadeias de carbono.

REFERÊNCIAS

DEDAVID, B.A. **Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras – materiais poliméricos, metálicos e semicondutores**. Porto Alegre: EDIPUCRS, 2007.

ELECTRON MICROSCOPY LTD - LEO 440. **Operator Manual**, Englend, 1997.

GOLDSTEIN, J.I.; ROMIG JR, A.D.; NEWBURY, D.E.; LYIVIAN, C.E.; ECHILIN, P.; FIORI, C.; JOY, D.C.; LIFSHIN, E. **Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis: a text for biologists, materials scientists and geologists**. New York, Plenum Press, 1992.

LYMAN, CE.; NEWBURY, D.E.; GOLDSTEIN, I.J.; WILLIAMS, D.B.; ROMIG JR, A.D.; ARMSTRONG, J.T.; ECHILIN, P.; FIORI, C.; JOY, D.C.; LIFSHIN, E. **Scanning electron microscopy, x-ray microanalysis, and analytical electron microscopy: a laboratory workbook**. New York, Plenum Press, 1990.

RODRIGUES, S.G. **Estudo de técnicas de microscopia para caracterização estrutural de heteroestrutura semicondutoras**. São Carlos, 1997. 105. Dissertação (Mestrado) Instituto de Física de São Carlos, Universidade de São Paulo.

STOKES, D. J. **Principles and practice of variable pressure environmental scanning electron microscopy**. West Sussex: John Wiley & Sons Ltd, 2008.

WATT, I.M. **The principles and practice of electron microscopy**. Cambridge, 1985.