

IFUSP/P-747
B.I.F. - USP

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

PUBLICAÇÕES

INSTITUTO DE FÍSICA
CAIXA POSTAL 20516
01498 - SÃO PAULO - SP
BRASIL

IFUSP/P-747

MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA:
FOTOGRAFANDO ÁTOMOS

13 JAN 1989



Eduardo de Campos Valadares

Instituto de Física, Universidade de São Paulo

Novembro/1988

MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA :

FOTOGRAFANDO ÁTOMOS*

Eduardo de Campos Valadares

Instituto de Física, Universidade de São Paulo

A imagem que formamos do mundo ao nosso redor resulta da incidência de luz sobre a superfície dos diversos objetos. A luz incidente é refletida pelas superfícies, sendo esta luz refletida responsável pela imagem formada na retina. Instrumentos como o microscópio ótico permitem ampliar esta imagem quando luz visível é incidida sobre a superfície do objeto examinado. De uma maneira geral, para se obter informações sobre a matéria é necessário que se interaja com ela. Quando se trata de informações obtidas através do olho humano, seja diretamente ou através de um microscópio ótico, a interação se dá entre luz e matéria.

*Trabalho parcialmente financiado pelo CNPq.

Um parâmetro básico do microscópio ótico é o comprimento de onda da luz empregada. Este comprimento está associado à periodicidade espacial das ondas eletromagnéticas. Ele estabelece uma escala (veja figura 1) em que a luz visível ocupa uma faixa de comprimentos cujo valor médio é da ordem de seis micra (1 micron = 10^{-4} cm).

Comprimentos de onda podem ser também associados à partículas como o elétron, devido ao seu caráter dual de onda-partícula. Esta é uma das noções mais fundamentais em Mecânica Quântica, a teoria que descreve o comportamento da matéria a nível atômico. O comprimento de onda associado a um elétron está diretamente ligado à sua energia. Quanto mais energético for um elétron menor será o comprimento de onda a ele associado. Dependendo de sua energia um elétron pode apresentar um comprimento de onda comparável ao diâmetro típico de um átomo, aproximadamente 3 angstroms. Para se ter uma noção do que significa um angstrom - igual a um décimo de bilionésimo do metro - basta comparar as dimensões de uma pulga com o diâmetro da Terra. Este comprimento representa uma enorme diferença em relação ao comprimento de onda médio da luz visível (6000 \AA), acarretando tremendas consequências para a formação de imagens, sobretudo quando se trata de mapear detalhes da matéria a nível atômico.

A idéia original de utilizar elétrons para a obtenção de imagens baseava-se na relação bem conhecida em microscopia ótica entre resolução e o comprimento de onda da luz empregada. A resolução de um microscópio se refere à

distância mínima que deve existir entre dois pontos da superfície examinada para que na imagem formada eles possam ser vistos separadamente. Se a distância entre os dois pontos for inferior à esta distância mínima eles são vistos como um só. A resolução está portanto diretamente associada ao nível máximo de detalhes que se pode captar de uma superfície através de um instrumento de observação. No caso de um microscópio ótico a resolução vale aproximadamente a metade do comprimento de onda da luz empregada para iluminar o objeto em estudo. Assim, quanto menor o comprimento de onda, a princípio menor é a resolução alcançada e consequentemente maior o grau de detalhes que se pode visualizar através da imagem obtida. Para a luz visível, a menor resolução corresponde a cerca de 1000 vezes o diâmetro típico de um átomo. Isto explica porque não é possível observar átomos individualmente através de um microscópio ótico. Um dos objetivos principais de qualquer microscopia voltada para a escala atômica é claramente suplantiar estes limites, procurando atingir resoluções cada vez menores.

Quando se pensou inicialmente em utilizar elétrons para a obtenção de imagens, tinha-se em mente a possibilidade de se poder trabalhar com comprimentos de onda muito pequenos, da ordem das dimensões atômicas e com isto se chegar a grandes ampliações da imagem (quantas vezes o objeto observado é aumentado) sem grandes perdas de resolução (nível de detalhes preservado na imagem). O resultado foi melhor do que o esperado. Não somente foi possível obter

aumentos muito maiores, passou-se das mil ampliações correntes fornecidas pelos microscópios óticos para cem mil ampliações da imagem, como também obteve-se uma sensível melhoria da resolução, permitindo visualizar detalhes da matéria a nível atômico. Muitas outras vantagens adicionais tornaram-se evidentes ao se empregar elétrons para a formação de imagens.

Para se ter uma compreensão básica de como a imagem no microscópio eletrônico é produzida, convém em primeiro lugar mencionar que, diferente do que ocorre no microscópio ótico, em que a imagem é produzida através da luz refletida, no microscópio eletrônico de varredura não são necessariamente os elétrons refletidos pela superfície da amostra que dão origem à imagem observada. Na grande maioria das aplicações são usados para este fim os chamados elétrons secundários. Estes elétrons são arrancados da superfície do material pelos elétrons incididos sobre a mesma, denominados elétrons primários. O feixe de elétrons primários representa o mesmo que o feixe de luz no microscópio ótico, podendo estes elétrons ter sua energia e portanto o comprimento de onda variados continuamente.

A taxa de produção de elétrons secundários por elétron primário incidente na amostra depende essencialmente do elemento químico que se encontra sobre a sua superfície. Quanto mais elétrons ele possuir, isto é, maior o seu número atômico Z , maior será o número de elétrons secundários arrancados dos átomos do material por um elétron primário.

Este número pode variar entre 0,5 e 50. Caso haja hidrogênio na superfície, por exemplo, a taxa de produção de elétrons secundários será muito baixa, cerca de meio elétron por elétron primário incidente, ou seja, são necessários dois elétrons primários para cada elétron secundário emitido pela superfície. Se, por outro lado, houver ouro depositado sobre a amostra, esta taxa será enorme.

Quanto aos elétrons refletidos pela superfície, também denominados de retroespalhados ("espalhados para trás"), eles podem e devem ser usados na formação de imagens. O número de tais elétrons, no entanto, é consideravelmente menor do que o número de elétrons secundários produzidos. Por esta razão os elétrons secundários, na maioria dos casos, são preferencialmente empregados em microscopia eletrônica, reservando-se os elétrons retroespalhados para aplicações específicas.

Um diagrama esquemático de um moderno microscópio eletrônico de varredura é mostrado na figura 2. O instrumento apresenta um canhão de elétrons, basicamente um filamento, que ao ser aquecido pela passagem de uma corrente elétrica emite elétrons (efeito termoiônico), os quais são acelerados por uma diferença de potencial e jogados sobre o material em inspeção. Um conjunto de lentes eletromagnéticas, que desempenham para os elétrons um papel semelhante ao das lentes comuns em relação à luz, representadas por blocos grandes, permite convergir os elétrons emitidos pelo filamento (veja figura 3). Na

ausência destas lentes os elétrons divergiriam, chocando-se muitos deles contra as paredes do instrumento.

O sistema de lentes eletromagnéticas responsável pela produção do feixe de elétrons nada mais é do que um conjunto de bobinas nas quais circula uma corrente elétrica controlada pelo operador do microscópio eletrônico. Esta corrente dá origem a uma configuração de campo magnético que atua sobre os elétrons em movimento. Dependendo da geometria destas bobinas e da corrente circulando nas mesmas é possível se ter um controle bastante preciso do direcionamento do feixe de elétrons primários. Valores típicos do diâmetro do feixe estão na faixa de 50-100 angstroms. Assim, a região de incidência do feixe sobre a superfície da amostra pode ser considerada praticamente um ponto. A posição deste ponto na superfície pode ser alterada através de um conjunto de bobinas de varredura representadas na figura por blocos menores. Variando-se a corrente destas bobinas é possível varrer o feixe de elétrons sobre toda a superfície da amostra, daí o nome de microscópio eletrônico de varredura.

Uma vez incidido na superfície da amostra, o feixe produz elétrons secundários, que em geral são elétrons fracamente ligados aos átomos da superfície do material. Os elétrons arrancados são coletados por um "copo de Faraday". Este detector é basicamente um "copo" metálico, no qual é aplicada uma tensão positiva. Elétrons de baixa energia ("ruído") oriundos da superfície bem como elétrons de alta

energia (retroespalhados) podem ser impedidos de entrar no copo de Faraday antepondo-se a ele uma "janela" (dispositivo que seleciona quais elétrons passam e quais ficam retidos), de modo que praticamente são detectados pelo copo apenas elétrons secundários.

A corrente medida pelo copo de Faraday produz uma diferença de potencial ao passar por uma resistência elétrica, que é amplificada por um amplificador eletrônico. A diferença de potencial amplificada controla a intensidade do feixe de elétrons em um tubo de raios catódicos, o popular tubo de imagem da televisão (veja figura 4). A tela do tubo é revestida com um material especial fosforescente, que emite luz quando um feixe de elétrons incide sobre ela, mantendo persistente o brilho.

A varredura do feixe do tubo de raios catódicos é mantida permanentemente sincronizada com a varredura do feixe de elétrons primários incidente na superfície da amostra. Isto significa que o movimento do feixe de elétrons primários é acompanhado simultaneamente pelo feixe de elétrons do tubo de raios catódicos, de modo que a cada ponto da tela corresponde um ponto da superfície da amostra varrida pelo feixe de elétrons primários (veja figura 5). A relação entre a amplitude de varredura dos dois feixes (as distâncias máximas que cada um deles varre) determina o aumento fornecido pelo instrumento, isto é, o quanto é ampliada a superfície da amostra em inspeção.

A área varrida pelo feixe de elétrons do tubo de raios catódicos pode ser a princípio considerada fixa e cobre toda a tela do tubo. A tela de um tubo de raios catódicos mede tipicamente 200 mm por 200 mm. Assim, caso se deseje um aumento (ampliação) de 1000 vezes é necessário controlar a varredura do feixe de elétrons primários de modo que a distância percorrida por ele sobre a superfície seja no máximo de 200 microns. Se agora a ampliação desejada for de cem mil vezes, o comprimento de varredura do feixe passa a ser de dois microns. O aumento pode ser facilmente controlado bastando apenas ajustar a corrente das bobinas do sistema de varredura do microscópio. Deste modo ampliações intermediárias podem ser obtidas controlando um botão do aparelho.

A imagem que é formada no tubo de raios catódicos permite distinguir o relevo da superfície devido à intensidade de brilho desigual dos vários pontos da tela. Esta diferença de brilho reflete o fato de que átomos com diferentes números atômicos (números de elétrons) emitem diferentes números de elétrons secundários. Isto torna o microscópio eletrônico de varredura o instrumento ideal para caracterizar, por exemplo, redes de difração ultrafinas, obtidas a partir de fios de filmes finos metálicos depositados sobre uma matriz de vidro. O contraste na imagem destas estruturas (diferença entre a nitidez de uma dada região e suas vizinhanças) é assegurado pela diferença de números atômicos entre o metal e a matriz. Estas redes são

empregadas em todos os espectrômetros, usados para decompor radiações policromáticas em componentes monocromáticas e com isto obter seus respectivos comprimentos de onda. É indispensável que as redes de difração destes instrumentos sejam muito bem caracterizadas. O microscópio eletrônico de varredura permite determinar as dimensões dessas redes com a precisão requerida (veja figura 6).

Na prática, são produzidas sucessivas imagens com ampliações cada vez maiores. Deste modo é possível obter informações bastante detalhadas sobre a morfologia de toda a superfície da amostra (figura 7).

O levantamento topográfico da superfície examinada é feito através de um procedimento inteiramente análogo aos métodos empregados em aerofotogrametria (levantamento de relevos a partir de fotografias aéreas) ou por engenheiros de campo em levantamentos topográficos. No caso do microscópio eletrônico são feitas duas imagens da amostra com diferentes ângulos de inclinação em relação ao feixe de elétrons primários incidente (figura 8). A topografia da superfície é então reproduzida a partir de fotografias das duas imagens.

Muitas vezes a resolução e o contraste obtidos na imagem fornecida pelo microscópio eletrônico não são suficientes, tornando-se difícil distinguir o relevo da superfície examinada a partir de um certo aumento obtido na imagem. Isto se deve ao fato de existir um compromisso entre aumento e resolução (não se pode ampliar a imagem e obter

cada vez mais detalhes) e aumento e contraste (o aumento da imagem pode "apagar" os contornos).

Se fosse possível diminuir indefinidamente o diâmetro do feixe de elétrons primários, resolução e contraste seriam consideravelmente melhorados para grandes ampliações, pois o feixe poderia ser então considerado um "ponto" varrendo a superfície e não uma mancha, permitindo assim visualizar o relevo da superfície cada vez com mais detalhes. Devido à limitações técnicas, o sistema de lentes eletromagnéticas responsável pela formação do feixe de elétrons primários não permite obter feixes com diâmetros menores do que um certo valor mínimo. Mesmo que fosse possível reduzir o diâmetro do feixe a corrente de elétrons secundários medida pelo copo de Faraday se tornaria tão pequena a ponto de se confundir com "ruído". Estes fatores restringem o grau de ampliação que se pode alcançar com o microscópio eletrônico de varredura convencional. Para contornar o problema, e com isto obter menor resolução e melhor contraste, é usado o "truque" de depositar um filme fino de ouro com espessura na faixa de 20-1000 angstroms sobre a superfície do material.

O ouro apresenta inúmeras vantagens. É dotado de um elevado número atômico ($Z=79$), sendo portanto capaz de fornecer muitos elétrons, arrancados pelos elétrons secundários oriundos da amostra, amplificando assim a corrente destes elétrons. Além disso, não é oxidável, é fácil de evaporar e rende muito, já que são empregadas

pequenas quantidades em cada deposição. Poderia-se, a princípio, usar também platina ($Z=78$), mas ela é muito difícil de evaporar. Deste modo o ouro constitui a opção mais econômica e viável.

É importante que a espessura do filme seja suficientemente grande para que o número de elétrons arrancados do ouro permita um contraste satisfatório na imagem. Por outro lado, o filme deve ser suficientemente fino e homogêneo para que não haja distorções no relevo da superfície. Se a distribuição de ouro sobre a amostra não for uniforme o bastante, isto afetará a imagem, pois nos pontos onde houver maior concentração de ouro haverá uma maior amplificação da corrente de elétrons secundários original, acarretando perdas de informação sobre a superfície. Por esta razão a amplificação proporcionada pelo ouro deve ser praticamente a mesma para todos os pontos da superfície recoberta com o filme, garantindo assim uma imagem de boa qualidade. O filme de ouro desempenha o papel de um pré-amplificador de corrente instalado na própria amostra.

O microscópio eletrônico de varredura permite obter ainda inúmeras outras informações de grande importância para a caracterização de superfícies. O feixe de elétrons primários ao incidir sobre a amostra, além de elétrons secundários, produz também raios-X característicos (veja APÊNDICE I : EMISSÕES CARACTERÍSTICAS). Estas radiações são características de cada elemento químico e permitem portanto

identificar cada um deles, possibilitando determinar a estequiometria da amostra em inspeção, ou seja, sua composição química. Um mapa da localização e densidade dos diversos elementos químicos na superfície da amostra pode ser obtido diretamente na tela do microscópio eletrônico.

Para se obter este "mapa" analisa-se o raio-X característico proveniente de cada ponto da superfície da amostra através de um detector de raios-X. A princípio ele pode detectar todas as radiações características dos elementos químicos presentes na superfície do material. Para se detectar apenas o raio-X característico de um determinado elemento químico, ajusta-se o detector de forma a selecionar a radiação de interesse. Para se chegar ao "mapa", sincroniza-se a leitura do detector de raio-X com a varredura do feixe de elétrons secundários e do feixe de elétrons no tubo de raios catódicos, que já se encontram sincronizados. Deste modo a leitura da intensidade do raio-X característico produzido em um ponto da superfície coincide com a formação da imagem deste ponto na tela. Converte-se então a leitura do detector em um sinal elétrico, que por sua vez modula a intensidade do feixe de elétrons no tubo de raios catódicos. Pode-se obter assim a superposição de duas imagens: uma representando o relevo da superfície da amostra e a outra a densidade de átomos do elemento selecionado em cada ponto da superfície. Os pontos brilhantes da tela correspondem à átomos do elemento selecionado, estando ausentes os átomos deste elemento nas regiões escuras. O

sistema funciona como uma televisão de muitos canais. Se o canal 13 é selecionado (o número atômico do alumínio), então na tela se vê a distribuição de alumínio sobre a superfície. Se agora o canal 15 é selecionado (o número atômico do fósforo), observa-se a distribuição de fósforo, e assim por diante. Este sistema de caracterização de superfícies através de raios-X característicos é mais conhecido pelo nome de microanálise (veja figura 10). O mesmo procedimento pode ser empregado para estudar ligas e compostos, nos quais dois ou mais tipos de átomos se encontram presentes em uma rede cristalina de forma ordenada ou materiais amorfos, os quais não apresentam ordem cristalina.

Detalhes dos mapas levantados segundo o procedimento descrito podem ainda não estar totalmente isentos de ambiguidades. Isto decorre do fato de que raios-X característicos provenientes de camadas mais profundas podem estar mascarando as emissões de, por exemplo, grãos de dimensões menores do que estas profundidades. Para se chegar a conclusões consistentes é necessário nestes casos realizar análises adicionais, como por exemplo espectroscopia de elétrons Auger, provenientes das camadas mais próximas da superfície. Em outros casos pode ser necessário realizar cortes na amostra transversais à superfície examinada e determinar o perfil de composição destes cortes através da técnica de microanálise. Para realizar tais cortes resfria-se a amostra à temperatura do nitrogênio líquido (77 K = -196 °C) para que eles não provoquem danos estruturais. Ao

baixar a temperatura, a agitação térmica dos átomos do material diminui, aliviando as tensões a que ele é submetido, o que reduz os desarranjos atômicos provocados pelos cortes realizados.

Os microscópios eletrônicos de varredura constituem hoje em dia uma ferramenta indispensável para a obtenção de imagens e caracterização química de superfícies. Sua aplicação envolve campos tão diversos como Física de Superfícies, Química, Ciência dos Materiais, Biologia e Microeletrônica. Eles são também parte importante de sofisticados instrumentos de análise de superfícies, como o espectrômetro Auger, onde se encontram embutidos no próprio instrumento com a finalidade de proporcionar a imagem da superfície estudada.

Nos últimos anos um esforço considerável tem sido realizado para que mais e mais seja decifrado sobre a constituição da matéria a nível atômico. Este esforço tem conduzido a grandes progressos. O limite de resolução de microscópios eletrônicos de varredura mais sofisticados foi baixado para 2,4 angstrons e a implementação do microscópio de varredura de tunelamento (veja APÊNDICE II : MICROSCÓPIO DE VARREDURA DE TUNELAMENTO) permitiu que este limite fosse levado a resoluções ainda menores. Estes avanços representam um salto qualitativo em termos de resolução, tornando-se agora possível fotografar átomos.

AGRADECIMENTOS

O autor expressa seus sinceros agradecimentos ao Prof. Israel Baumvol e à Dra. Helena L.S. Santos pela inspiração e leitura crítica. Este trabalho é especialmente dedicado à Profa. Beatriz Alvarenga pelo seu entusiasmo, incentivo e contínuo esforço em prol do ensino de Física.

APÊNDICE I : EMISSÕES CARACTERÍSTICAS

Quando elétrons primários incidem sobre a amostra, são produzidas várias emissões pelos átomos da superfície e das camadas mais profundas do material. Dependendo da energia dos elétrons primários, além de elétrons secundários, responsáveis em geral pela imagem formada, podem ser gerados raios-X. Estas radiações são usadas como fonte complementar de informações sobre a superfície. Os raios-X de interesse são os chamados raios-X característicos, pois o seu comprimento de onda é característico dos elementos existentes na superfície do material, revelando assim a situação química e física de cada elemento químico ali presente. Outro grupo de emissões características de grande importância para suplementar as informações fornecidas pelas imagens padrões do microscópio eletrônico de varredura são os chamados elétrons característicos, dos quais o mais conhecido é o elétron Auger.

O elétron Auger resulta de um processo de decaimento de dois elétrons (veja figura 11). Ioniza-se uma camada interna de um átomo (isto é, arranca-se um elétron dela), formando-se aí um "buraco". Um primeiro elétron, oriundo de uma camada mais externa pula para este buraco, deixando atrás de si um novo buraco. Um segundo elétron, proveniente de uma camada ainda mais externa então preenche o vazio deixado pelo primeiro elétron na camada em que se encontrava.

Finalmente, sobra energia do átomo que é transferida, na forma de luz, para um elétron fracamente ligado a ele. Este elétron torna-se livre e passa a ter uma energia que é a diferença da energia entre o que sobrou dos dois decaimentos e a energia de ligação do elétron no átomo. O elétron liberado é o chamado elétron Auger, produzido à profundidades máximas de 10-20 angstroms abaixo da superfície da amostra. Ele depende das diferenças de energia de dois níveis do átomo, estando portanto menos sujeito à ambiguidades. O número de tais elétrons, produzido por elétron primário incidente é significativamente menor do que o número correspondente de elétrons secundários, o que mais uma vez evidencia a importância destes últimos na formação da imagem.

Os elétrons Auger são empregados em uma importante técnica de análise de superfícies, a espectroscopia Auger. Ela é capaz de distinguir, por exemplo, se átomos de silício presentes na superfície de uma amostra estão ligados a outros átomos de silício ou ligados à oxigênio. Além de identificar o tipo de ligação de um átomo esta técnica permite medir sua concentração sobre a superfície em que se encontra. Isto ilustra o importante papel dos elétrons Auger na caracterização fina de superfícies.

Além de raios-X característicos, observa-se também a emissão de luz na faixa do visível. Esta radiação é denominada luminescência do catodo (outra forma de se referir à amostra), e constitui um método versátil e eficiente de caracterizar rapidamente dispositivos semicondutores. A

luminescência é característica dos elementos presentes na superfície e das ligações químicas que eles apresentam. A sua utilização se estende ainda ao controle de qualidade de chips, à determinação, em semicondutores, do tipo de dopante (átomos introduzidos no material com a finalidade de alterar suas propriedades elétricas) e sua concentração e à medida da mobilidade eletrônica, associada ao grau de resposta de um elétron de condução do semicondutor ("elétron livre") a um campo elétrico aplicado, produzido, por exemplo, conectando-se uma bateria aos extremos da amostra. Outra fonte de informações sobre as propriedades elétricas do material em inspeção é a medida da corrente de fuga (veja figura 12), que atravessa o material ao incidir sobre ele um feixe de elétrons primários. A corrente de fuga determina, entre outras propriedades, a condutividade elétrica da amostra, associada à maior ou menor facilidade oferecida por ela à passagem de corrente elétrica.

Um aspecto de grande importância na análise de superfícies através de emissões características é a profundidade em que elas são geradas. A não consideração deste fator pode acarretar conclusões inconsistentes sobre a superfície estudada. A figura 12 ilustra as diferentes profundidades em que as diversas emissões características são produzidas na amostra.

APÊNDICE II : MICROSCÓPIO DE VARREDURA DE TUNELAMENTO

O microscópio de varredura de tunelamento é a versão mais recente do microscópio eletrônico, tendo sido inventado pelos físicos Gerd Binnig e Heinrich Rohrer, que ganharam por esta invenção o Prêmio Nobel de Física em 1986, juntamente com Ernst Ruska, considerado o pai do microscópio eletrônico. Este instrumento consiste basicamente de uma agulha ultrafina que é mantida suspensa pouco acima da amostra em inspeção, conforme ilustrado na figura 13, varrendo sua superfície ponto a ponto, com uma resolução lateral de menos de um angstrom.

Em cada posição da agulha, elétrons da superfície da amostra pulam para a ponta da agulha, havendo uma diferença de potencial de uns poucos volts aplicada entre a ponta e a superfície com a finalidade de manter o fluxo de elétrons. Este fenômeno, denominado tunelamento, é estritamente quântico e está ligado ao fato do elétron, mesmo a princípio preso à superfície da amostra, ter uma probabilidade finita de se encontrar fora dela como consequência do seu caráter dual de onda-partícula. A analogia com um lago permite visualizar esta situação facilmente. Se o lago estiver congelado, seus limites serão bem definidos, sendo pertinente afirmar que ele está confinado a uma certa região. Esta imagem representa a concepção clássica do elétron como partícula. Caso o lago não se encontre mais

congelado, seus limites deixam de ser bem definidos, pois a água pode recuar e avançar sobre terrenos adjacentes. Esta imagem ilustra o caráter ondulatório do elétron, associado à indeterminação na sua localização. O fenômeno de tunelamento seria o análogo da passagem de água, através de lençóis subterrâneos, entre dois lagos, estando eles situados à diferentes altitudes. Esta diferença em altitude corresponde, nesta analogia, justamente à diferença de potencial aplicada entre a amostra e a ponta da agulha.

A corrente de elétrons que flui da superfície da amostra para a ponta da agulha diminui sensivelmente com o aumento da distância entre a ponta e a superfície, sendo este fator responsável pela altíssima resolução vertical do instrumento, cerca de 0,01 angstroms! Assim, a medida da corrente de elétrons que tunelam para a ponta permite realizar o levantamento do relevo de superfícies com resolução subatômica.

Binnig e Rohrer imaginaram inicialmente que a ponta da agulha fosse relativamente suave. Suas pesquisas posteriores evidenciaram que ela era extremamente rugosa, devido ao tamanho finito dos átomos, havendo, a menos que um tratamento especial fosse realizado, a formação de várias pilhas de átomos na ponta da agulha. Eles determinaram que a pilha mais próxima da amostra recebe praticamente toda a corrente de tunelamento. Atualmente, a preparação de pontas em ultra-alto vácuo avançou ao nível de se fabricar pontas piramidais terminando em um único átomo. Estas pontas

atômicas são particularmente importantes na investigação de estruturas não-periódicas, sistemas desordenados e superfícies rugosas. Elas são também importantes como fontes de íons e elétrons de baixa energia.

Várias inovações foram incorporadas em versões mais recentes do microscópio de varredura de tunelamento. Além da versão operando em alto vácuo, existem outras versões que operam em contato direto com o ar, em líquidos criogênicos, água destilada, soluções salinas e eletrolíticas. Esta flexibilidade de operação em diferentes meios é uma vantagem extra deste instrumento sobre os demais sistemas de microscopia. A possibilidade de operar o microscópio de tunelamento sem a necessidade de vácuo é especialmente importante no estudo de sistemas biológicos. Em alto vácuo haveria a eliminação de água, um componente de grande importância para a matéria viva.

O fato da microscopia de tunelamento ser um método de análise não destrutivo tem implicações em inúmeras áreas. A ponta da agulha do microscópio, além do seu uso na formação da imagem de relevos, poderá ser útil para testar circuitos eletrônicos. À medida que os componentes eletrônicos vão diminuindo, torna-se necessário que os instrumentos de teste acompanhem este processo de miniaturização. A ponta da agulha pode ser então usada tanto para medir voltagens locais como servir como fonte de corrente. Neste sentido, o princípio de funcionamento do microscópio de varredura de tunelamento pode vir a ser extremamente útil quando o nível

de miniaturização alcançar os estágios de uma engenharia atômica, tornando-se possível manipular átomos e moléculas individualmente em projetos específicos⁵. Outras aplicações incluem a possibilidade de estudar reações químicas, regulando-se para isto a voltagem aplicada na ponta de modo que a energia dos elétrons que tunelam para ela se encontre na faixa das energias dos processos químicos envolvidos.

A evolução do microscópio de varredura de tunelamento tem sido notável. De um instrumento complexo e volumoso, ele passou ao que se poderia chamar de um "microscópio de bolso", tal o grau já alcançado de simplificação e miniaturização de seus componentes. Isto permite que este instrumento seja facilmente incorporado a outros sistemas, como por exemplo a um microscópio eletrônico de varredura, para análises locais com resolução subatômica.

O microscópio de varredura de tunelamento representa uma simplificação do microscópio eletrônico de varredura convencional, pois elimina a necessidade do feixe de elétrons primários que incide sobre a amostra produzindo elétrons secundários. Agora os elétrons que formam a imagem vêm diretamente da superfície em inspeção.

SUGESTÕES PARA LEITURA

- 1) E. RUSKA , Rev. Mod. Phys. vol. 59 , no 3 (1987), p.627
(um relato pessoal de quem participou do desenvolvimento do microscópio eletrônico).
- 2) J.I. GOLDSTEIN, D.E. NEWBURY, P. ECHLIN, D.C. JOY, C. FIORI e E. LIFSHIN, " Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis" , PLENUM PRESS ,New York & London (1981).
- 3) G. BINNIG e H. ROHRER, Scientific American, vol. 253 no 2 p.40 (Agosto de 1985).
- 4) C.F. QUATE, Physics Today/ agosto de 1986, p.26.
- 5) J.S.Foster, J.E. Frommer e P.C. Arnett, Nature, vol. 331, p.324 (1988)

LEGENDAS

FIGURA 1A: Ondas eletromagnéticas têm origem em oscilações de campos elétricos (E) e magnéticos (B), perpendiculares à direção de propagação. A velocidade de propagação destas ondas no vácuo é uma constante universal e vale aproximadamente 300.000 Km/s. O comprimento de onda (λ) está associado à periodicidade espacial das ondas. Assim, a intervalos correspondentes a λ ou a múltiplos de λ a configuração de campos se repete.

FIGURA 1B: Escala de comprimentos de onda (coluna à esquerda), característicos das diferentes ondas eletromagnéticas. Para a luz visível, usada no microscópio ótico para a obtenção de imagens, o comprimento de onda é da ordem de 1 micron = 10^{-4} cm e para a radiodifusão, ele se encontra na faixa que vai de aproximadamente 100 metros a 1 Km. A coluna à direita representa a escala de frequências correspondente.

FIGURA 2: Representação esquemática de um moderno microscópio eletrônico de varredura. Elétrons são emitidos por um filamento aquecido e através de um sistema de lentes constituem um feixe que incide sobre a amostra e varre sua superfície ponto a ponto, produzindo elétrons secundários que são recolhidos por um detector (copo de Faraday). A corrente elétrica resultante é amplificada e controla o

feixe de elétrons de um tubo de raios catódicos (figura 4) , que ao varrer a tela do tubo forma a imagem fornecida pelo aparelho. O sistema se encontra em alto-vácuo (10^{-6} - 10^{-7} torr) para evitar contaminação da amostra e oxidação das paredes do detector. Para maiores detalhes, veja texto.

FIGURA 3A: Desenho esquemático de um conjunto de lentes eletromagnéticas para obtenção do feixe de elétrons primários e sistema de varredura deste feixe. O sistema apresentado determina a ótica dos elétrons ,isto é, atua sobre os elétrons emitidos pelo filamento de modo análogo às lentes em relação à luz.

FIGURA 3B: Detalhe de uma bobina (fios enrolados saindo do plano do papel), do sistema de lentes eletromagnéticas, responsável pela focalização do feixe de elétrons primários. Ao lado, a variação radial e longitudinal do campo magnético produzido pela corrente elétrica na bobina, responsável pela trajetória indicada dos elétrons do feixe.

FIGURA 4: Tubo de raios catódicos (popular tubo de imagem da televisão), em cuja tela é formada a imagem fornecida pelo microscópio eletrônico de varredura. As diferenças de potencial aplicadas nas placas horizontais e verticais controlam, respectivamente, a varredura vertical e a varredura horizontal do feixe de elétrons.

FIGURA 5: O sincronismo entre o feixe de elétrons primários incidindo sobre a amostra e o feixe responsável pela imagem produzida na tela do tubo de raios catódicos faz com que a cada ponto varrido por um deles corresponda um ponto na área varrida pelo outro. A ampliação (aumento obtido na imagem) é dada pela razão L/l , entre a distância máxima varrida pelo feixe de elétrons na tela do tubo , igual às dimensões da tela (L), e a distância correspondente varrida pelo feixe de elétrons primários sobre a superfície da amostra (l).

FIGURA 6: Fotografia de uma rede de difração fornecida pelo microscópio eletrônico de varredura.

FIGURA 7: Sequência de fotos com aumentos crescentes. (a) representa uma imagem geral da superfície examinada, correspondendo a um aumento de 100 vezes. (b) e (c) se referem a um aumento de 2000 e 10.000 vezes, respectivamente, de um detalhe localizado na região assinalada em (a). Aumentos de até 100.000 vezes podem ser obtidos com um microscópio eletrônico de varredura.

FIGURA 8: No modernos microscópios eletrônicos de varredura é possível girar a amostra segundo diferentes orientações em relação ao feixe de elétrons primários incidente sobre ela, representado por uma seta. A capacidade de distinguir o relevo mostrado é muito menor em (a), onde o feixe incide diretamente sobre a amostra, do que em (b) e (c), onde a

amostra se encontra inclinada, formando ângulos φ e φ' com o feixe. Isto se deve à maior produção de elétrons secundários para as orientações (b) e (c) do que em (a), pois uma área lateral maior da elevação é varrida, o que possibilita um número maior de elétrons secundários provenientes dela, proporcionando com isto melhor contraste. Para se obter o relevo da superfície da amostra são realizadas fotografias das imagens correspondentes à (b) e (c), com φ e φ' diferindo cerca de dez graus. A partir destas fotografias, usando métodos semelhantes aos empregados no levantamento da topografia de terrenos acidentados, é possível reproduzir o relevo da superfície da amostra.

FIGURA 9: Sequência de imagens de superfícies com filmes de ouro de espessuras crescentes. Os melhores contrastes neste caso são obtidos com os filmes mais finos. Quando o filme torna-se muito espesso (F), perde-se contraste.

FIGURA 10: Partículas de carbeto de tântalo sobre uma matriz de níquel. (a) imagem de elétrons secundários. (b) imagem da distribuição de raios-X de tântalo (M_{α}). (c) imagem da distribuição de raios-X de níquel (K_{α}). As regiões claras revelam a presença do elemento com raio-X característico correspondente.

FIGURA 11: Desenho esquemático mostrando a sequência de decaimentos que dá origem aos elétrons Auger. Inicialmente

um elétron de uma camada interna do átomo é arrancado, deixando aí um "buraco". Um primeiro elétron de uma camada mais externa "pula" para este buraco, deixando um vazio na camada em que se encontrava. Este vazio é preenchido por um segundo elétron, de uma camada ainda mais externa. A energia que sobra deste processo é transferida para um elétron fracamente ligado ao átomo, tornando-se "livre" (elétron Auger).

FIGURA 12: Desenho esquemático mostrando diferentes regiões onde são geradas emissões características. Na face inferior da amostra encontra-se conectado um amperímetro para medições da corrente elétrica que atravessa o material (corrente de fuga) quando elétrons primários incidem sobre sua superfície.

FIGURA 13A : Princípio de funcionamento do microscópio de varredura de tunelamento. A ponta de uma agulha ultrafina suspensa sobre a amostra, ao varrer sua superfície, recebe de cada um de seus pontos elétrons da amostra, que realizam um salto "quântico", devido à probabilidade não-nula dos elétrons se encontrarem fora da superfície (representados pela distribuição de pontos em torno dos átomos da amostra e da ponta da agulha). A medida da corrente elétrica correspondente permite mapear a posição de praticamente cada um dos átomos ali presentes. Cada dez centímetros na imagem corresponde a 10 angstroms na superfície. Aumento

obtido : cem milhões de vezes. No detalhe pilhas de átomos presentes na ponta da agulha.

FIGURA 13B : Imagem computadorizada de uma superfície de silício obtida através do microscópio de varredura de tunelamento. O uso deste instrumento permitiu pela primeira vez obter o arranjo dos átomos do silício na superfície, que difere do arranjo existente nas camadas internas do material.



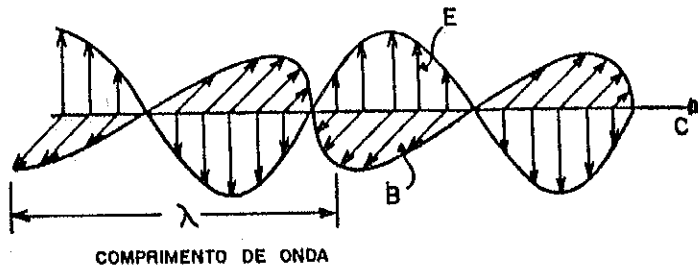
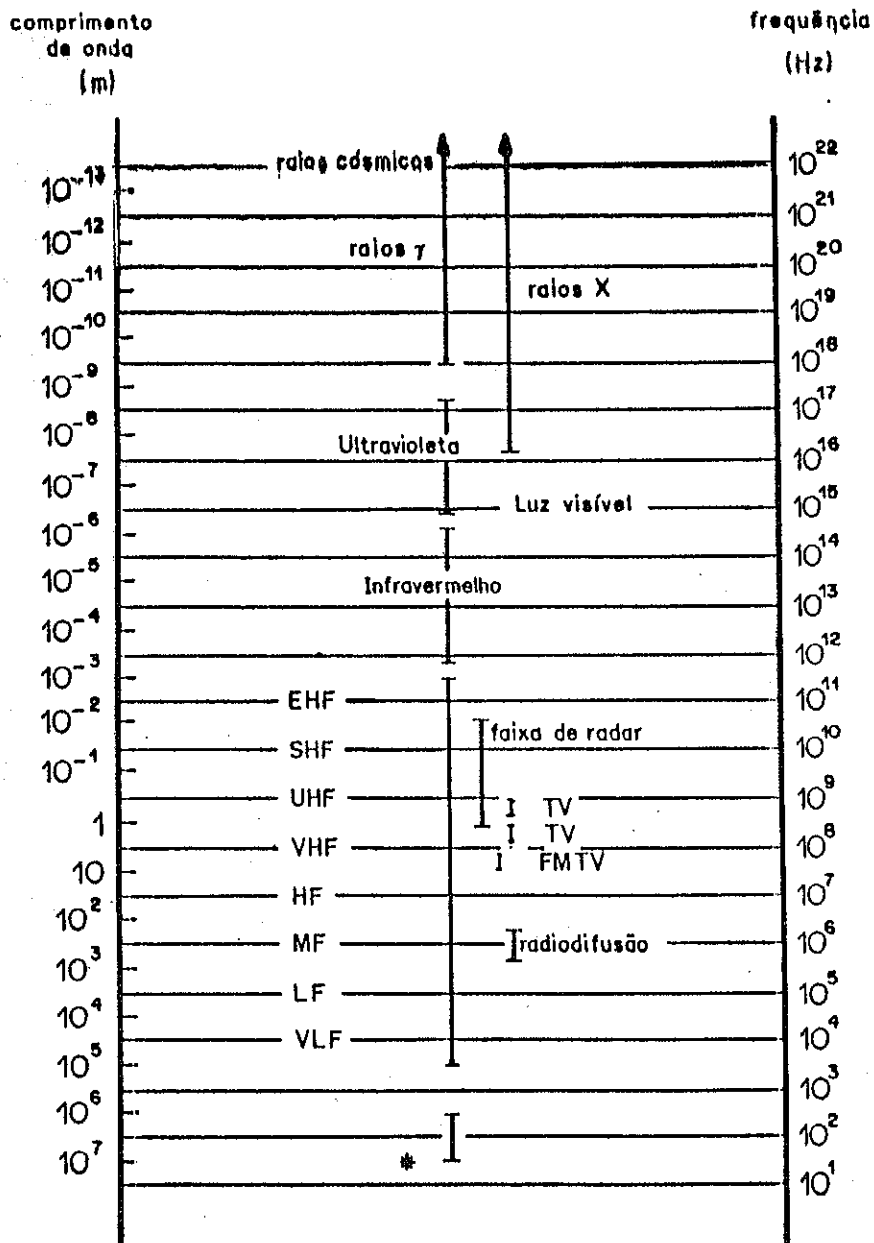


FIGURA 1A



* Faixa utilizada na distribuição de eletricidade

FIGURA 1B

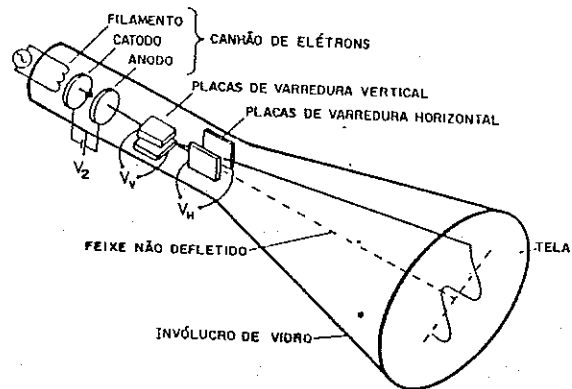


FIGURA 4

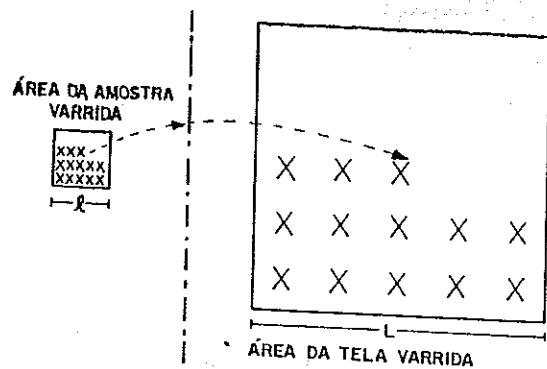


FIGURA 5

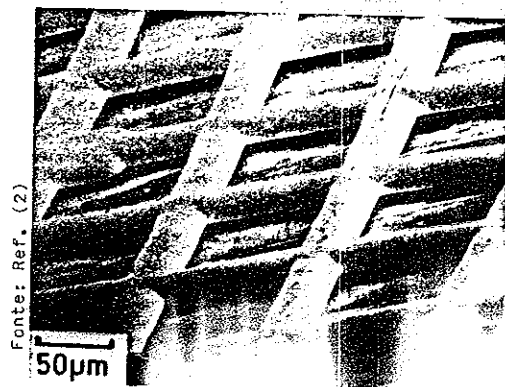


FIGURA 6

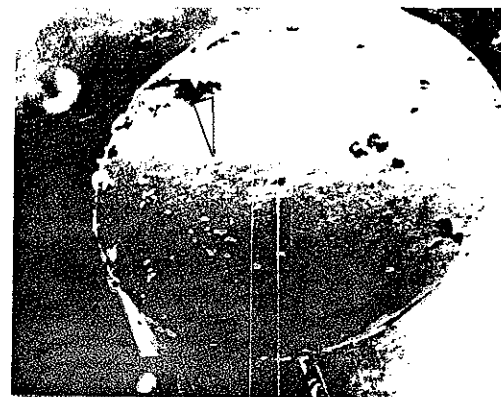


FIGURA 7A



FIGURA 7B

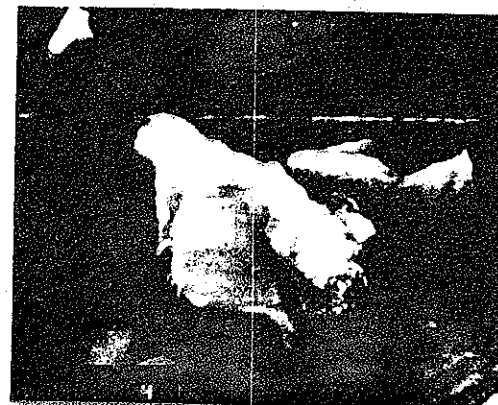


FIGURA 7C

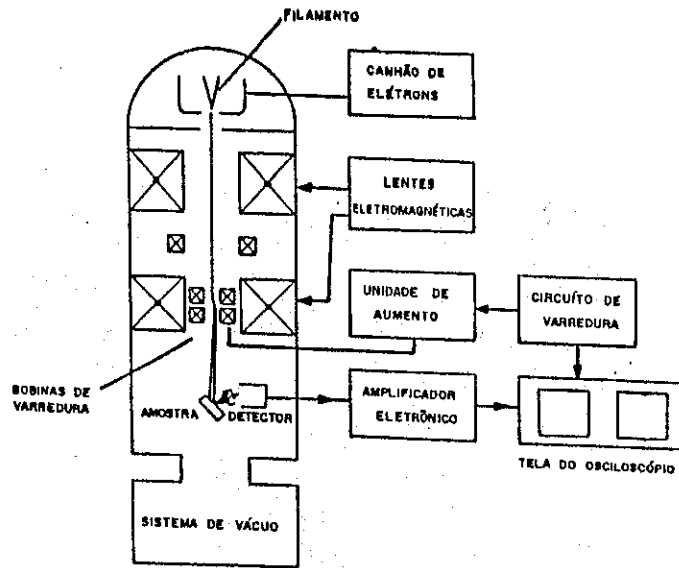


FIGURA 2

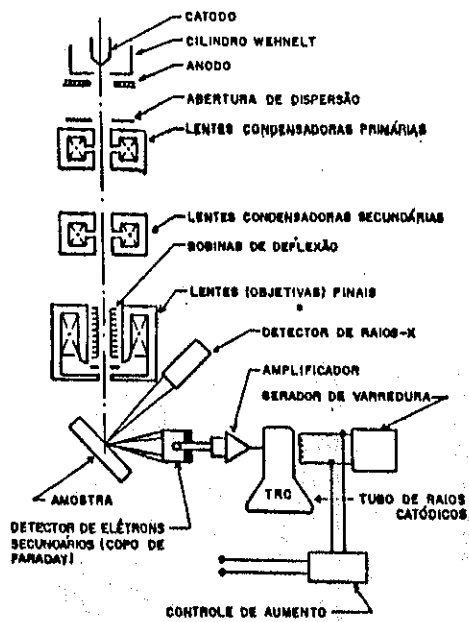


FIGURA 3A

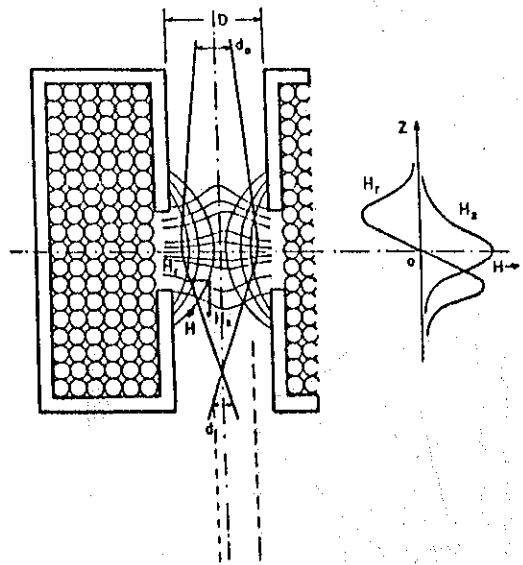


FIGURA 3B

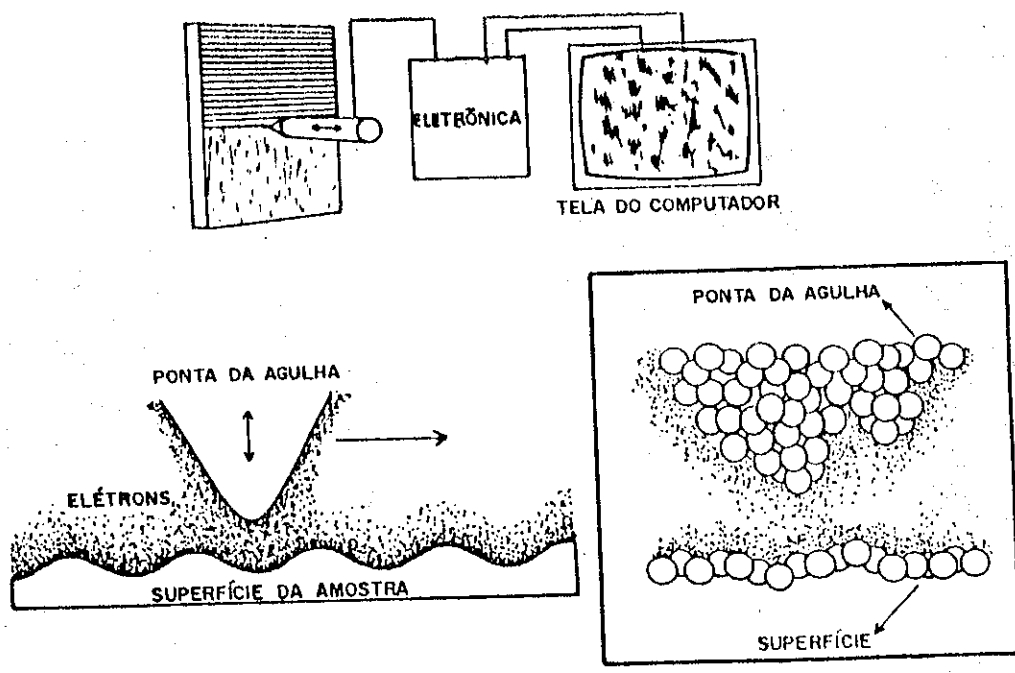


FIGURA 13A

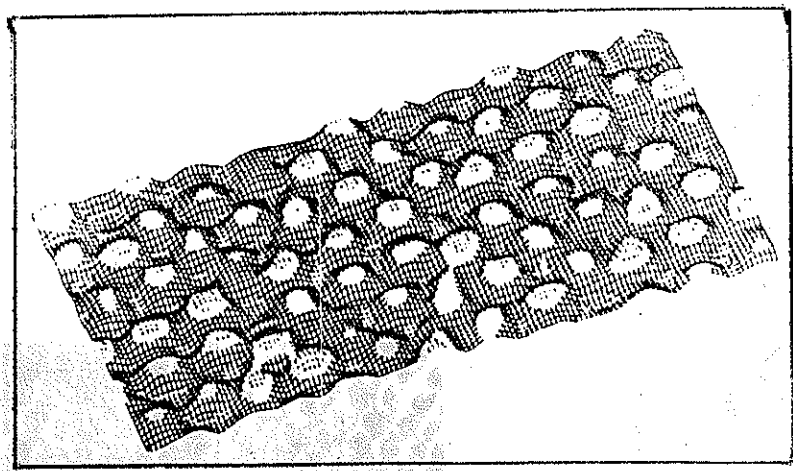


FIGURA 13B

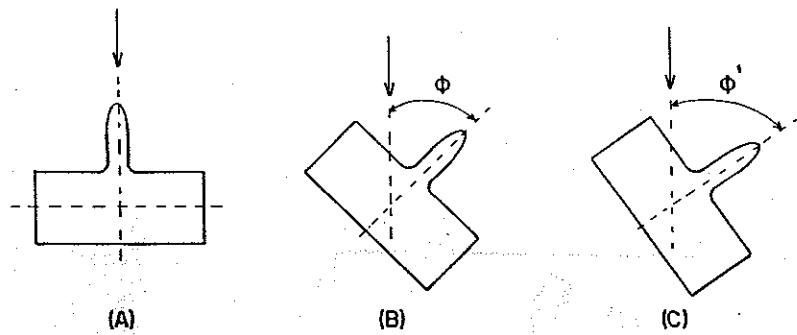


FIGURA 8

Fonte: Oliver C. Wells, Scanning electron Microscopy - Mac Graw-Hill



FIGURA 10A

FIGURA 10B

FIGURA 10C

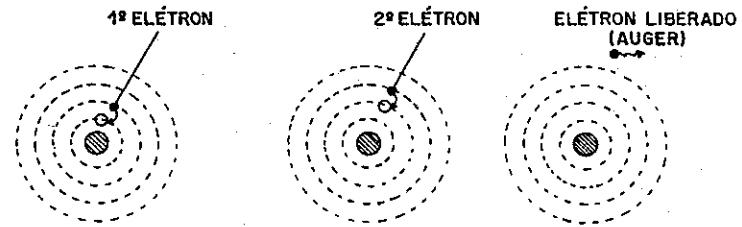


FIGURA 11

Fonte: Ref. (2)

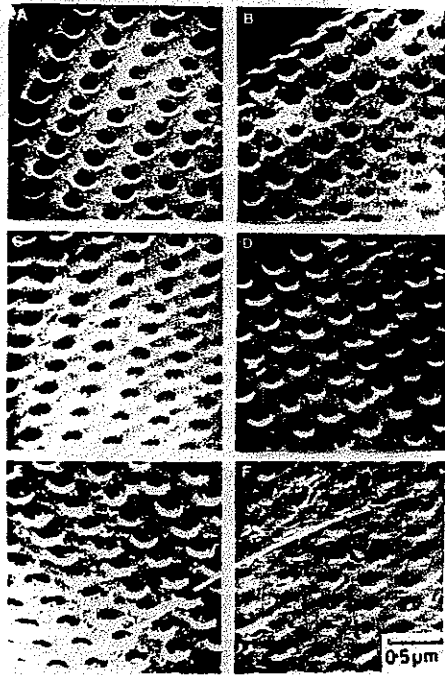


FIGURA 9

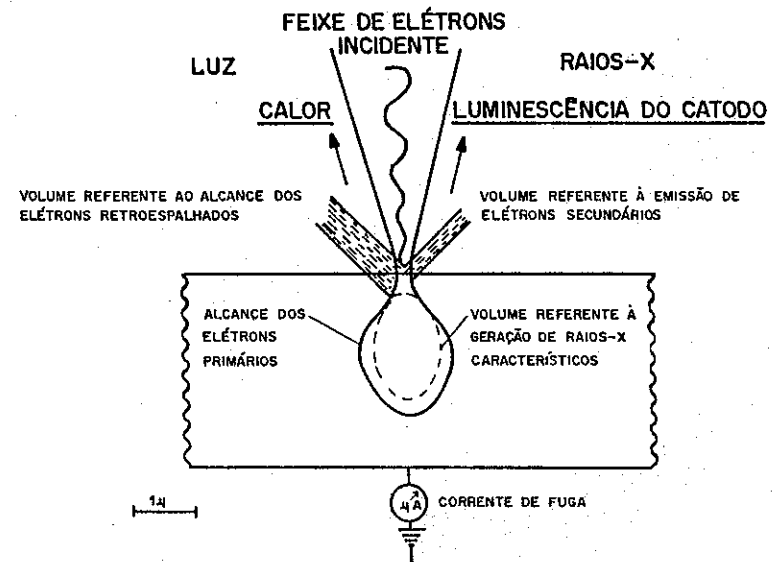


FIGURA 12