

Universidade de São Paulo

Instituto de Física

Física Aplicada
Aula 14

Profa. Márcia de Almeida Rizzutto

Edifício Oscar Sala – sala 220

rizzutto@if.usp.br

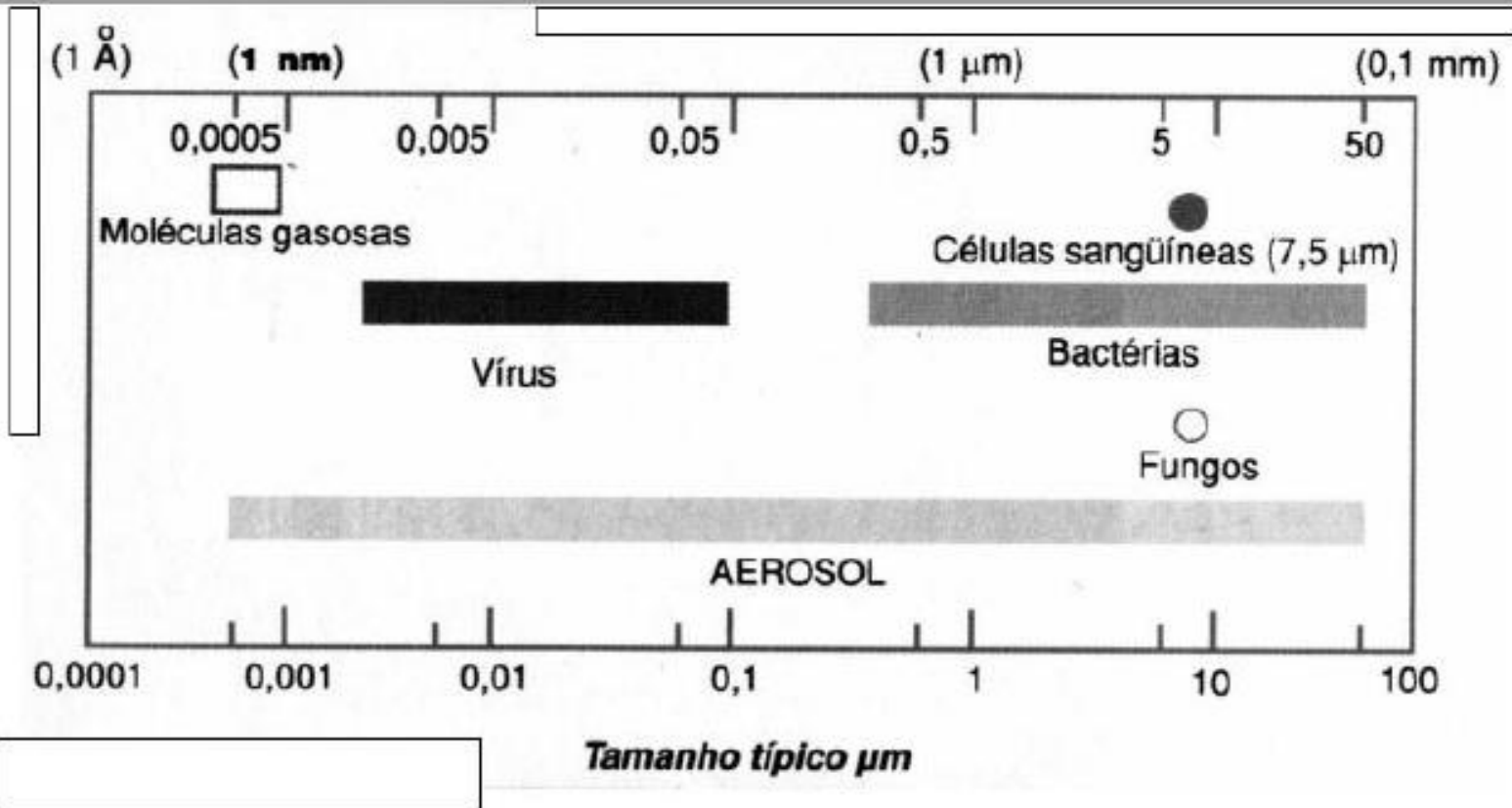
<http://disciplinas.stoa.usp.br/course/view.php?id=24279>

2º Semestre de 2016

Programa

- O Espectro Eletromagnético
 - Dimensões dos objetos
 - Produção de energia
- Revisão sobre ondas Mecânicas;
- Princípios de acústica - Efeito Doppler;
 - Imagens por Ultrassom
 - Levitação mecânica
- Revisão das Equações de Maxwell - Equação da onda eletromagnética
 - Ondas de rádio; TRC, LCD,
 - Estrutura atômica – Revisão de física moderna;
 - Efeito Fotoelétrico, Celulares solares, Modelo atômico
- Descrição dos princípios de geração dos Raios-X: Tubos de raios-X
 - Propriedades dos Raios-X – Difração, Absorção
 - Aplicações de raios X: e interação com a matéria
 - Imagens obtidas com Raios-X – Radiografia,
 - Fluorescência de raios X (XRF)
 - Tomografia.
 - Microscopia
 - Aceleradores de partículas e radiação Síncrotron
 - Uso de aceleradores para análise de materiais
 - Lasers e Aplicações
 - Física Aplicada e Reatores

Introdução: Dimensões



PSI 5838 – 2011
Mariana Pojar

Resolução

O que a vista alcança

Equipamento	Aumento de imagens	Amostras
Olho humano	1vez	Cristais de neve
Microscópio estereoscópico	7 a 150 vezes	Insetos muito pequenos, peças de relojoaria, algas
Microscópio ótico	60 a 120 vezes	Glóbulos vermelhos do sangue, bactérias, células animais e vegetais
Microscópio eletrônico de varredura	20 a 100000 vezes	Superfície de órgãos animais e vegetais, circuitos impressos, componentes da superfície de metais
Microscópio eletrônico de transmissão	1000 a 500000 vezes	Vírus, moléculas orgânicas grandes, estruturas de células
Microscópio de tunelamento	100 milhões de vezes	Moléculas, átomos de superfície de metais.

PSI 5838 – 2011
Mariana Pojar

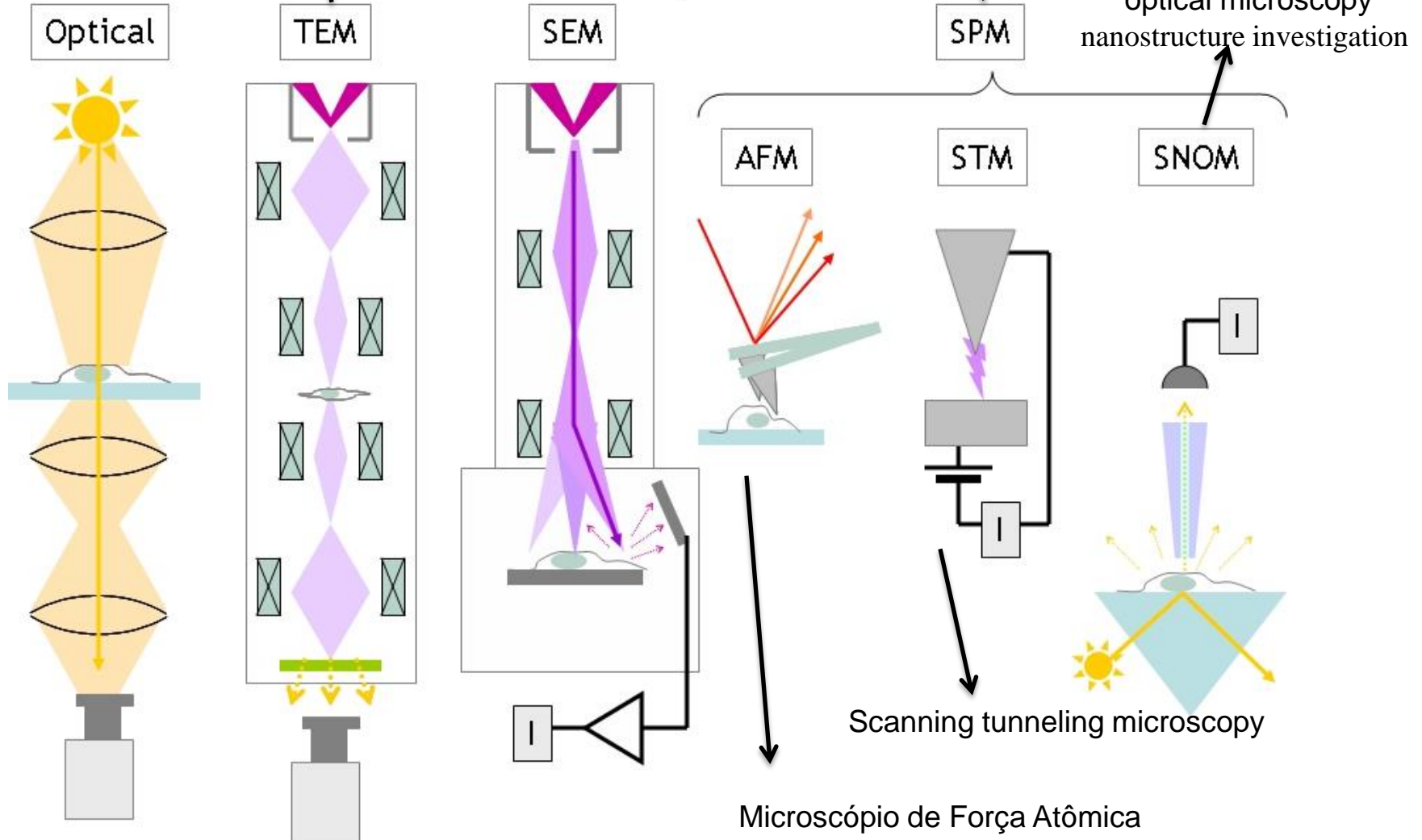
Microscopia Eletrônica de Transmissão
(MET)

Microscopia Eletrônica de Varredura
(MEV)

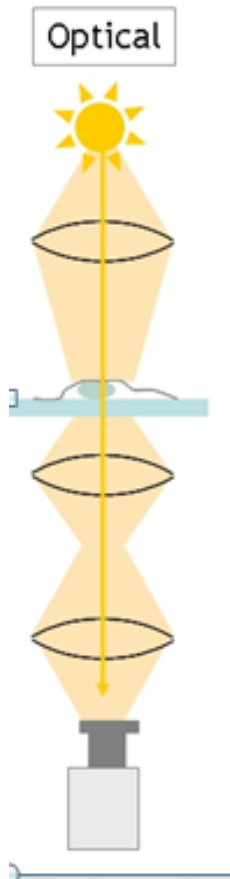
Scanning Probe Microscopy
Microscopia de varredura por sonda

scanning Near-field
optical microscopy
nanostructure investigation

Microscopes

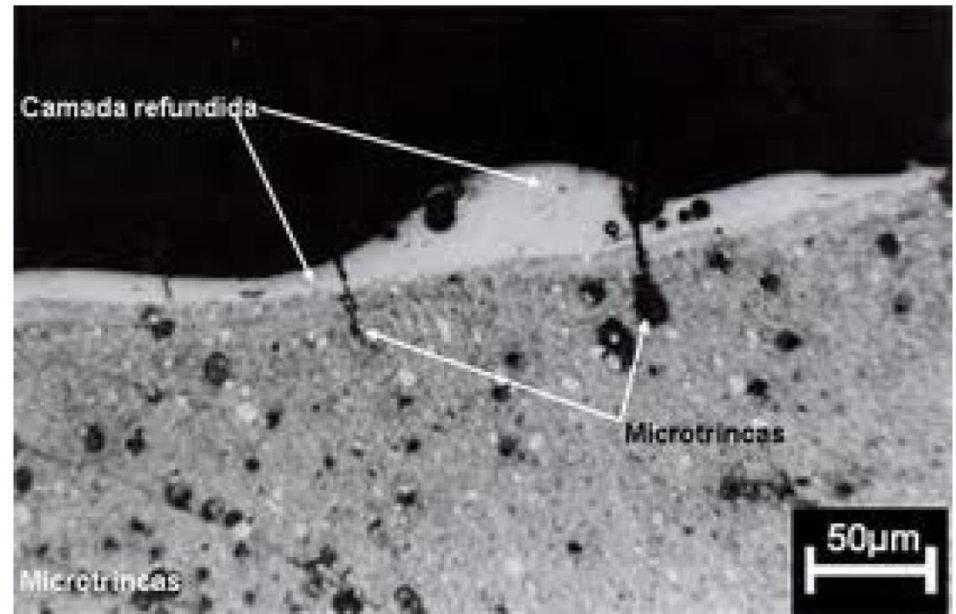
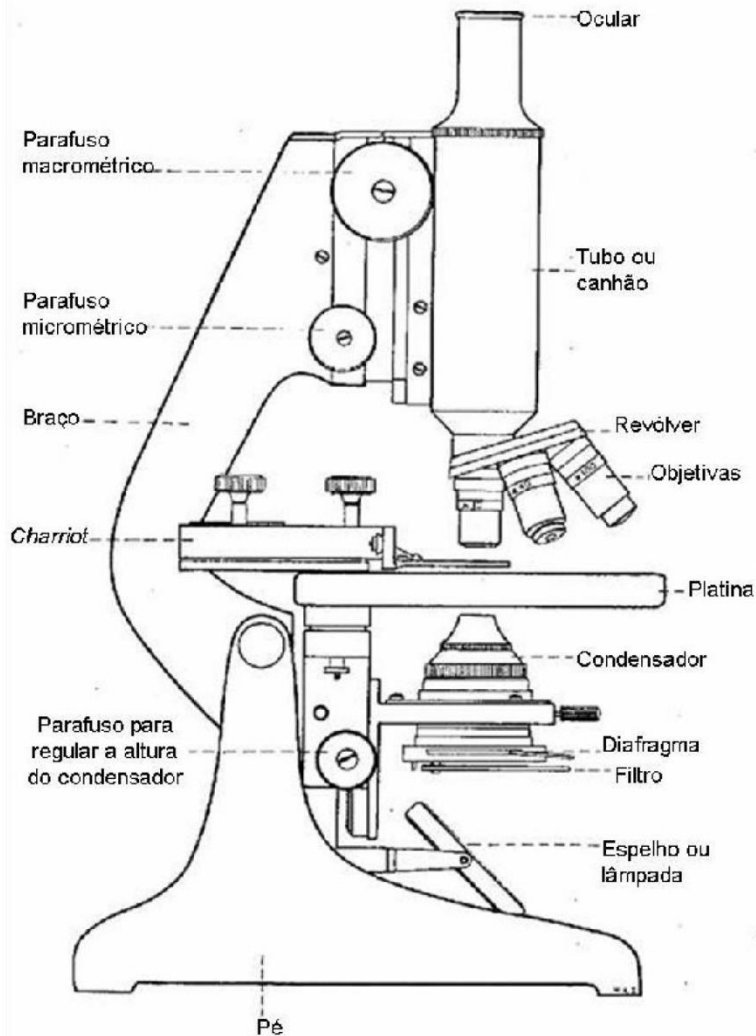


Microscopia ótica



- ✓ Utilizados nos mais diversos ramos da ciência, os microscópios ópticos permitem a **observação de objetos minúsculos, ampliando** sua imagem em **até 1000 vezes**.
- ✓ Com funcionamento simples, a ampliação é feita por meio de um conjunto de lentes – de vidro ou de cristal – e uma fonte de luz.
- ✓ Para formar a imagem aumentada da amostra, os microscópios contam com uma lente objetiva e uma ocular, colocadas nas extremidades diametralmente opostas de um tubo – o canhão – composto, por sua vez, de duas partes que podem ser estendidas ou encurtadas.
- ✓ O movimento de extensão e encurtamento do tubo é responsável pela aproximação ou afastamento do conjunto objetiva-ocular.

Microscópio Óptico (resolução até $\sim 1\mu\text{m}$)



Luz:
 $\lambda \sim 300 \text{ a } 700 \text{ nm}$

Como melhorar a resolução?

LIMITE DE RESOLUÇÃO

- LR de um microscópio é a capacidade de:
 - Separar detalhes
 - Produzir imagens separadas de partículas muito próximas
 - É a menor distância que deve existir entre dois pontos para que eles apareçam separado



Como melhorar a resolução?

Limite de Resolução

$$LR = \frac{K \cdot \lambda}{AN}$$

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meV_{ab}}}$$

- K é uma constante
- λ é o **comprimento de onda luz**
- AN é a abertura numérica da lente objetiva
- O limite e resolução é diretamente proporcional ao comprimento de onda e inversamente proporcional a abertura numérica.

Microscopia ótica no IF



Laboratório de Filmes Finos

<http://fap.if.usp.br/~lff/mo.html>

Microscópio Óptico BX-51 (50x a 5000x)

Aumentos de até 5000x.

Modos de transmissão e reflexão

Campo claro, can

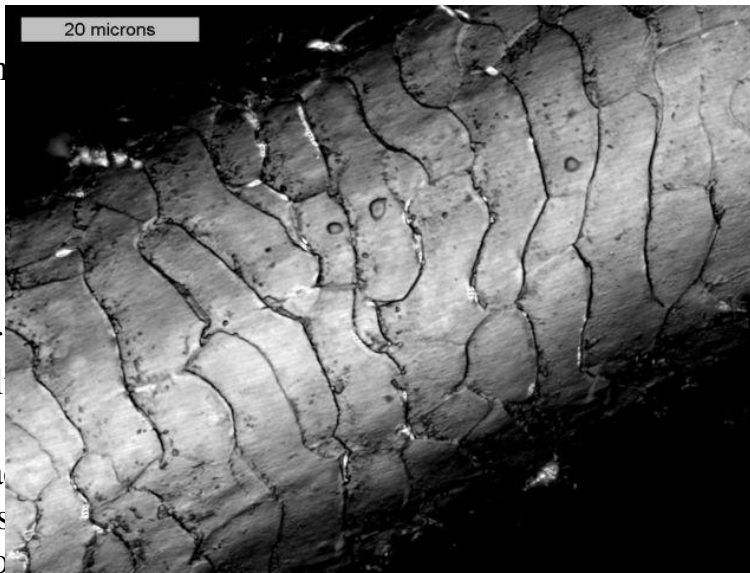
diferencial

Cambiador
mul

nte é

Software de a
medição de es
tridimensio

permite
nagens
ais.



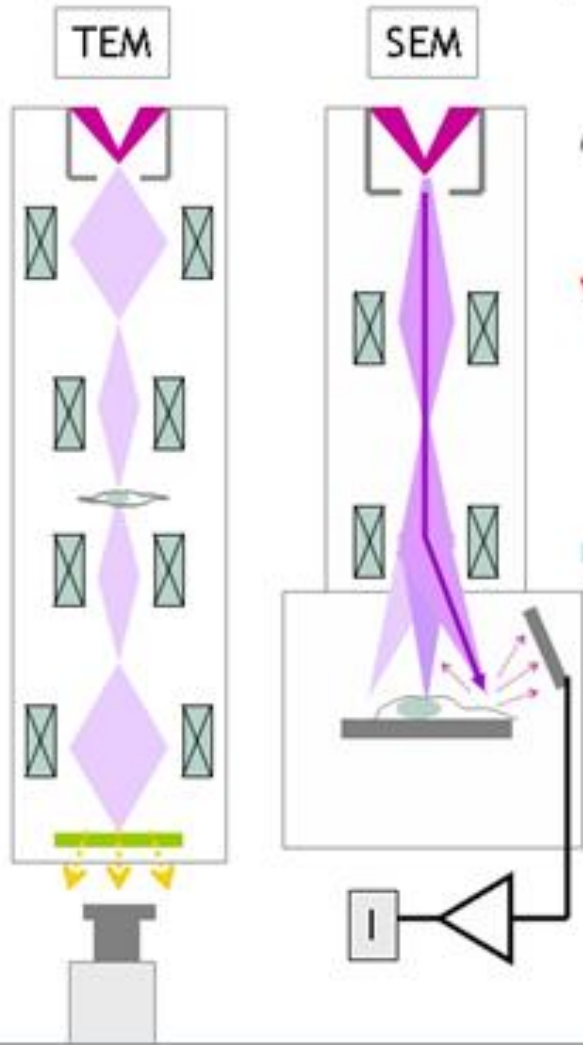
Fio de cabelo

Microscópio Óptico BX-51 da Olympus



Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET ou TEM)

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV ou SEM)



A caracterização por microscopia é feita principalmente usando as técnicas de [MET](#) (Microscopia Eletrônica de Transmissão ou TEM), [SEM](#) (Microscopia Eletrônica de Varredura - MEV),

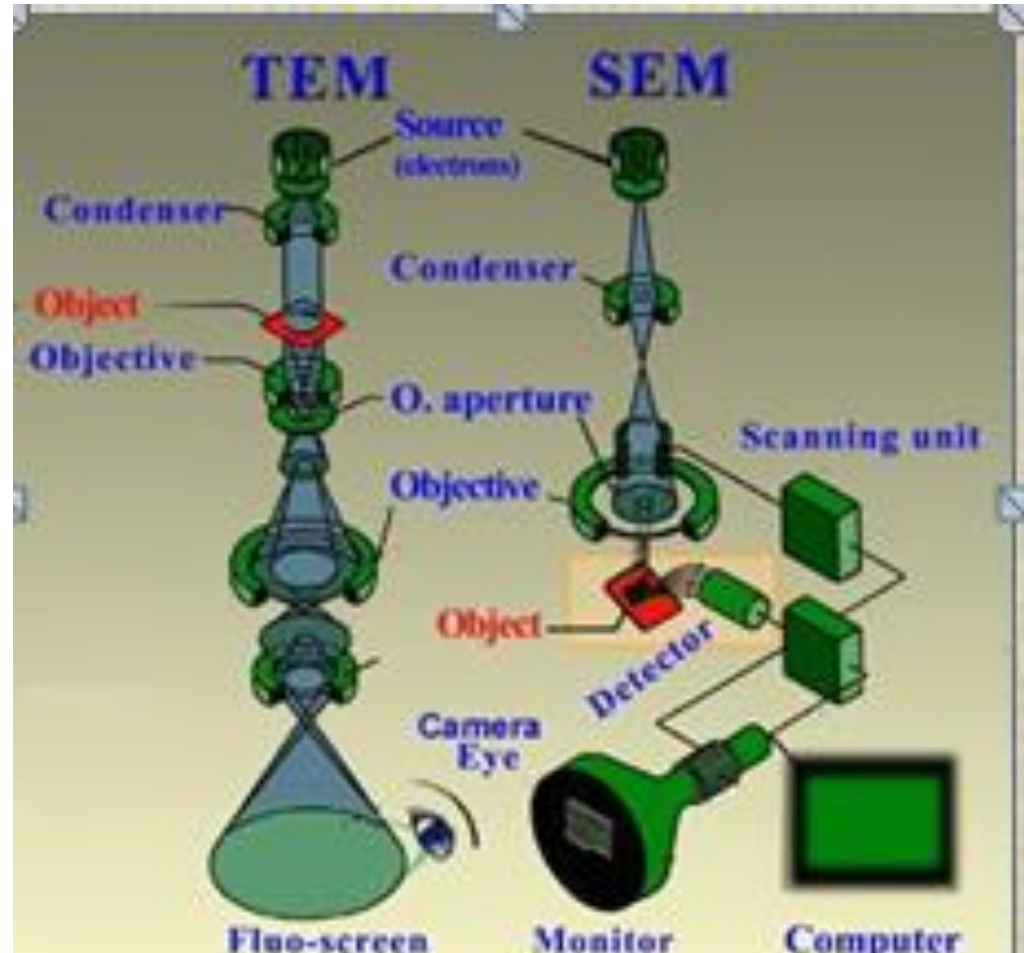
Na Microscopia de Transmissão (TEM), é usado um feixe de elétrons que interage com a amostra e a intensidade do feixe, após ultrapassar a amostra, é analisada. A análise se faz com o auxílio de uma série de lentes que amplificam a imagem. O contraste é feito pelo computador.

A técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (SEM ou MEV) é outra técnica de microscopia com elétrons que usa um feixe de alta energia para buscar características sobre o relevo da superfície, sua composição e condutividade. Os sinais analisados no MEV são elétrons emitidos, raios-X característicos, luz, corrente e elétrons transmitidos.

Microscopia eletrônica

MEV (de varredura – SEM)

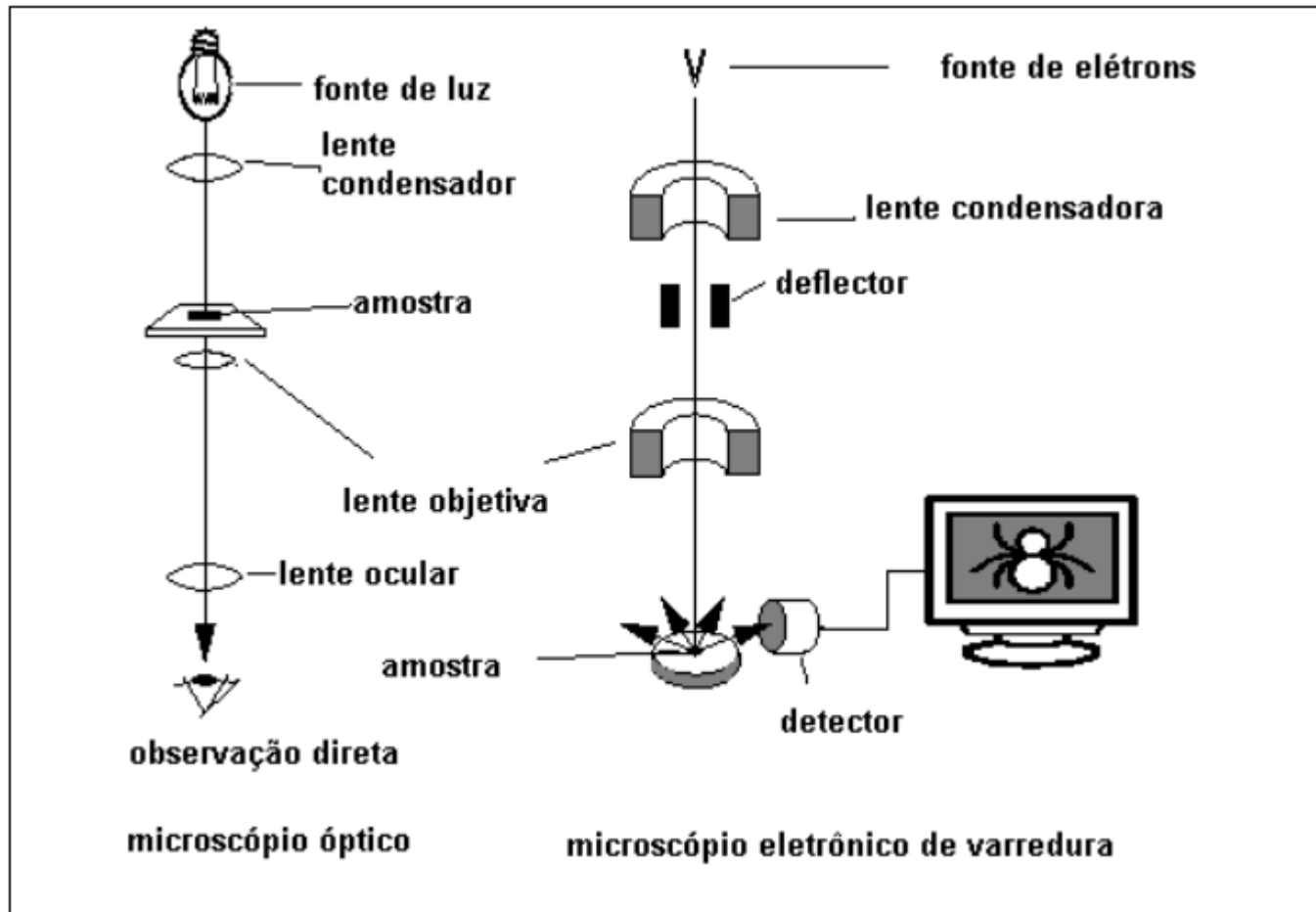
MET (de transmissão – TEM)



ACNEIVA. Curso CABENS,
outubro 2011



Diferença entre Microscopia Ótica e Eletrônica de Varredura (MEV)



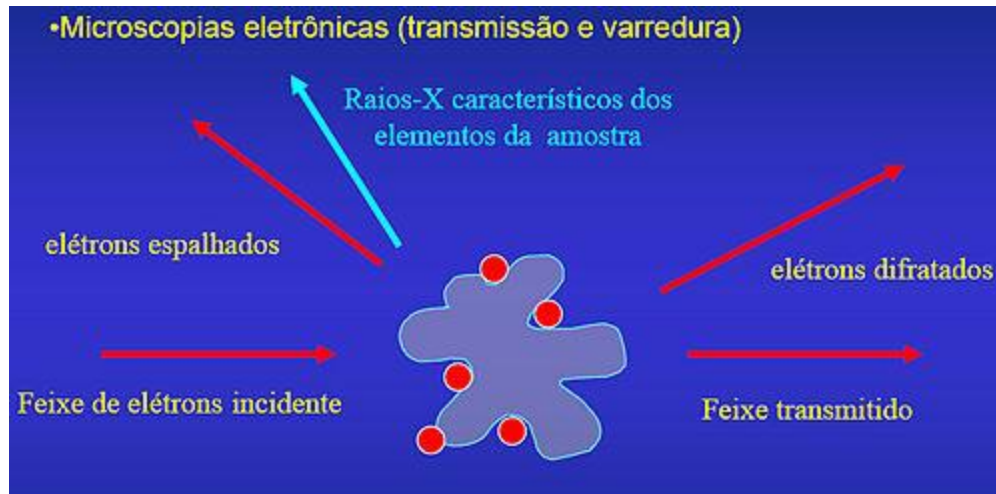
Um microscópio eletrônico de varredura (MEV) utiliza um feixe de elétrons no lugar de fótons utilizados em um microscópio óptico convencional, o que permite solucionar o problema de resolução relacionado com a fonte de luz branca.

DIFERENÇA

Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET ou TEM)

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV ou SEM)

A diferença entre a SEM e a MET é a capacidade da MET de investigar átomos individuais por ter seu comprimento de onda menor (maior energia) enquanto a SEM, apesar de não ter resolução para átomos, tem maior habilidade de tomar imagens de superfícies de maior área e de amostras mais volumosas e não apenas pequenos filmes, como a MET.



retirado de
http://www.metalmat.ufrj.br/escolanano/Caract_catalisadores_Carlos_AndrePerez.pdf

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV ou SEM)

O microscópio de varredura (SEM)

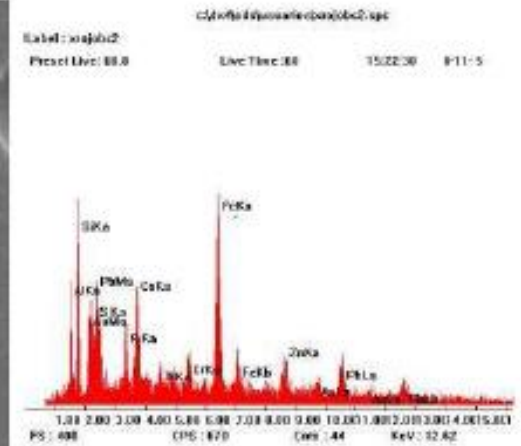
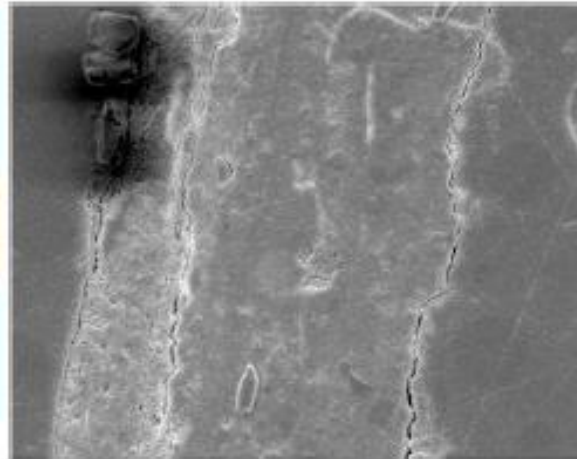
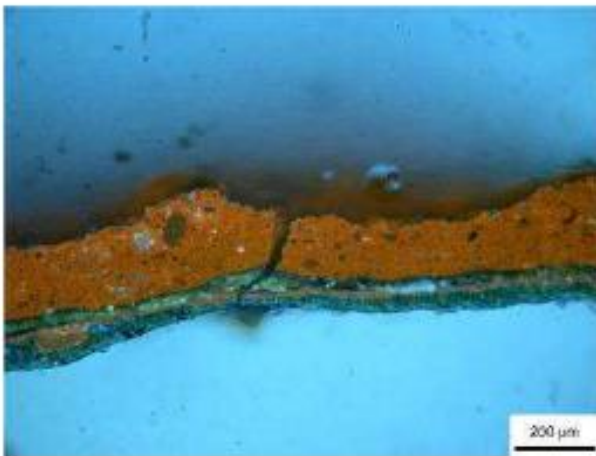
- ✓ **permite explorar a superfície da amostra** repetidamente com um feixe de elétrons muito colimado, **com diâmetro $\sim 1 \mu\text{m}$** .
- ✓ As ligeiras variações da topografia de uma superfície produzem variações de intensidade do feixe de elétrons secundários e que foram expulsos da superfície da amostra.
- ✓ **A amplificação** que pode-se obter está limitada ao diâmetro do feixe de elétrons e **é bem maior que a que se pode obter com o microscópio ótico**.
- ✓ **Possui a vantagem de visualização de uma imagem (tridimensional)**.
- ✓ A profundidade de campo do equipamento permite que uma **superfície irregular pode ser submetida a análise** o que não acontece com o microscópio ótico que necessita de superfícies planas e polidas.
- ✓ Também é uma técnica que preserva a amostra.
- ✓ Se o sistema possuir um **sistema de EDX** acoplado é possível **rapidamente obter a análise dos elementos químicos presente na área da amostra analisada**.
- ✓ A identificação elementar se dá pela determinação dos fótons característicos emitidos da amostra.

5th Pan American Conference for NDT
2-6 October 2011, Cancun, Mexico

**Non-Destructive Testing Methods and Archeometry for the Study in
Cultural Heritage**

Alba E. OBRUTSKY *

*Ensayos No Destructivos y Estructurales, Comisión Nacional De Energía Atómica, 1650
San Martín, Buenos Aires, Argentina
e-mail: obrutsky@cnea.gov.ar phone: 541147672031, fax: 541167727355



Fragmento de un pigmento Estudio estratigráfico SEM y análisis con EDAX

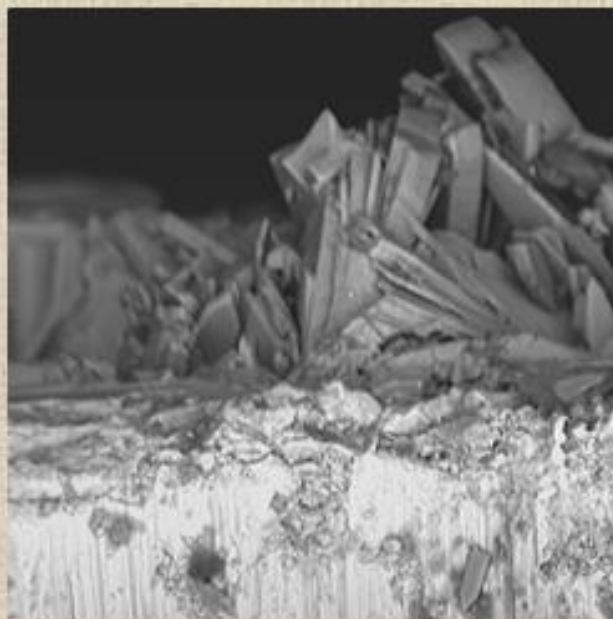
Pr-Fe-B

MEV – A. C. Neiva

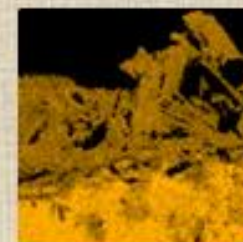


MEV – pátinas a

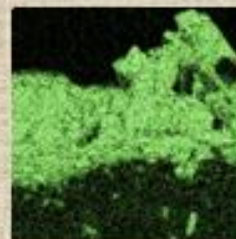
OUTRAS PÁTINAS – mapas de composição (raios X) no MEV



cloro



cobre



enxofre

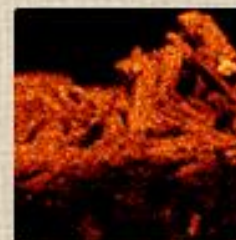


potássio

Neiva & Robiolla



zinco



oxigênio



estanho



ACNEIVA. Curso CABENS,
outubro 2011

ESEM – Environmental Scanning Electron Microscopy

Patrícia Kaji Yasumura

- ESEM diferencia-se de um SEM convencional pela presença de um gás na câmara da amostra. Portanto, as amostras não são vistas sob vácuo, mas sob um vácuo deteriorado, ou “baixo” vácuo.
- O gás atua como um condutor de cargas elétricas evitando o carregamento da amostra e facilitando a detecção do sinal.

A possibilidade de se obter imagens com a presença de gás na câmara deve-se a duas modificações:

- 1) A coluna é dividida em diferentes zonas de pressão separadas por aberturas limitadoras de pressão.

ACNEIVA. Curso CABENS,
outubro 2011



ESEM

2) O detector de elétrons do ESEM utiliza o gás da câmara como parte do detector de elétrons. À medida que os elétrons secundários lentos deixam a amostra, são atraídos por uma carga de +500 volts no detector e são acelerados pelo gás. Muito antes de atingirem o detector eles atingem uma molécula de gás, retirando um elétron. Agora haverá dois elétrons a caminho do detector. Logo estes dois elétrons irão colidir com outras moléculas do gás, formando um total de quatro elétrons e o processo se repete em um efeito “cascata” que amplifica o sinal do elétron.

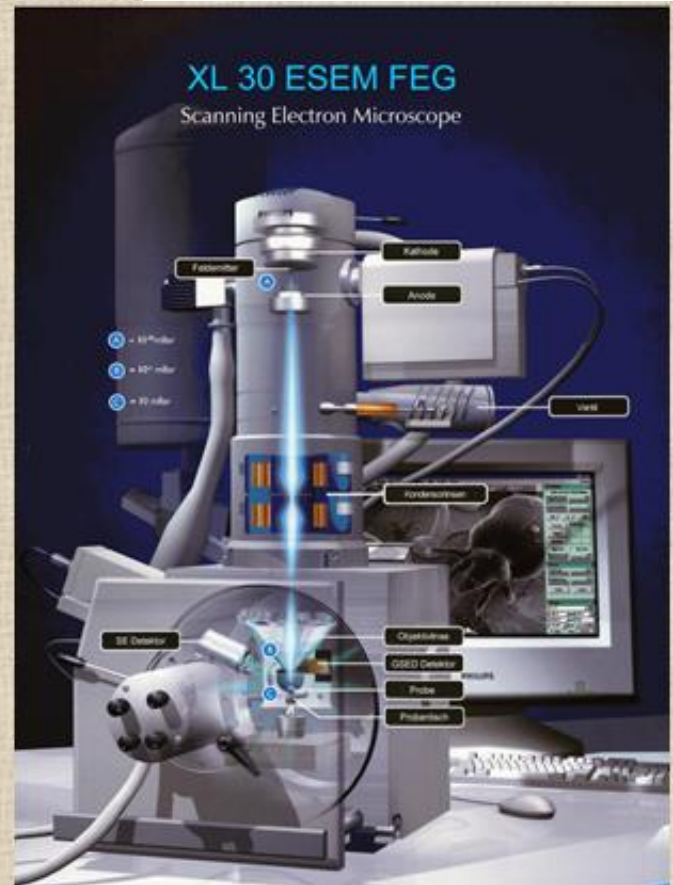
Um efeito colateral útil do efeito cascata é que as moléculas de gás que perderam elétrons estão positivamente carregadas e elas irão neutralizar as cargas negativas da amostra, se esta não for condutiva.

ACNEIVA. Curso CABENS,
outubro 2011

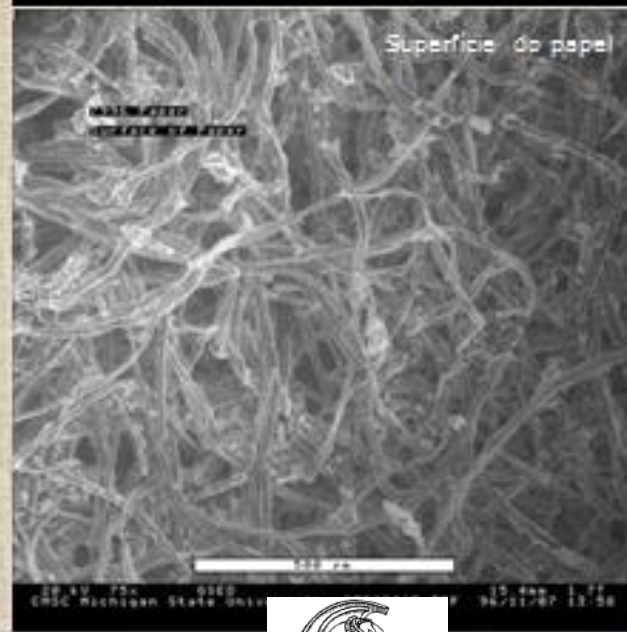
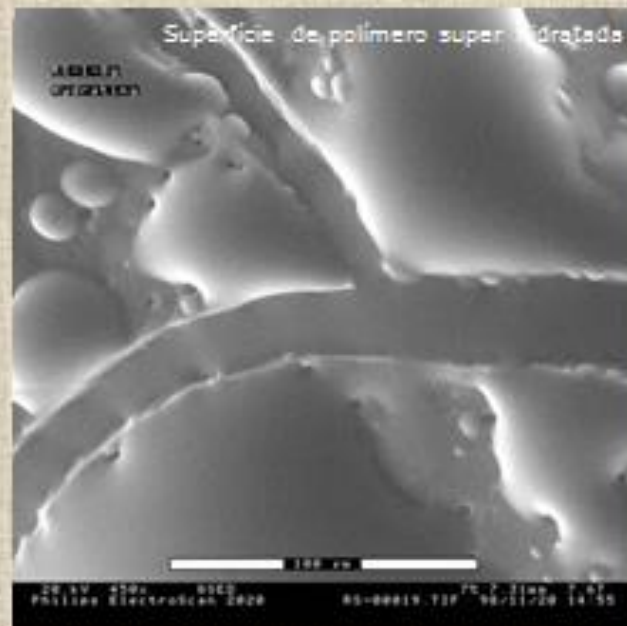


ESEM

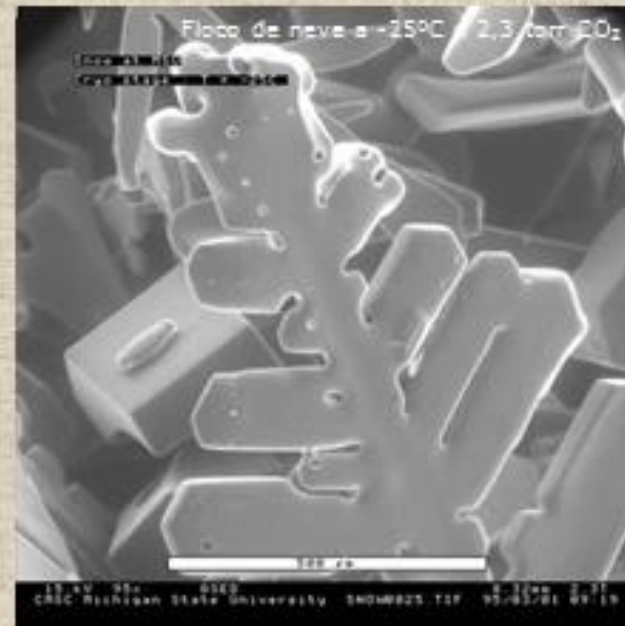
- Vantagem: não é necessária nenhuma preparação da amostra que possa causar alguma destruição da superfície e as amostras podem ser arquivadas mais facilmente.



ACNEIVA. Curso CABENS,
outubro 2011



Exemplos de micrografias ESEM

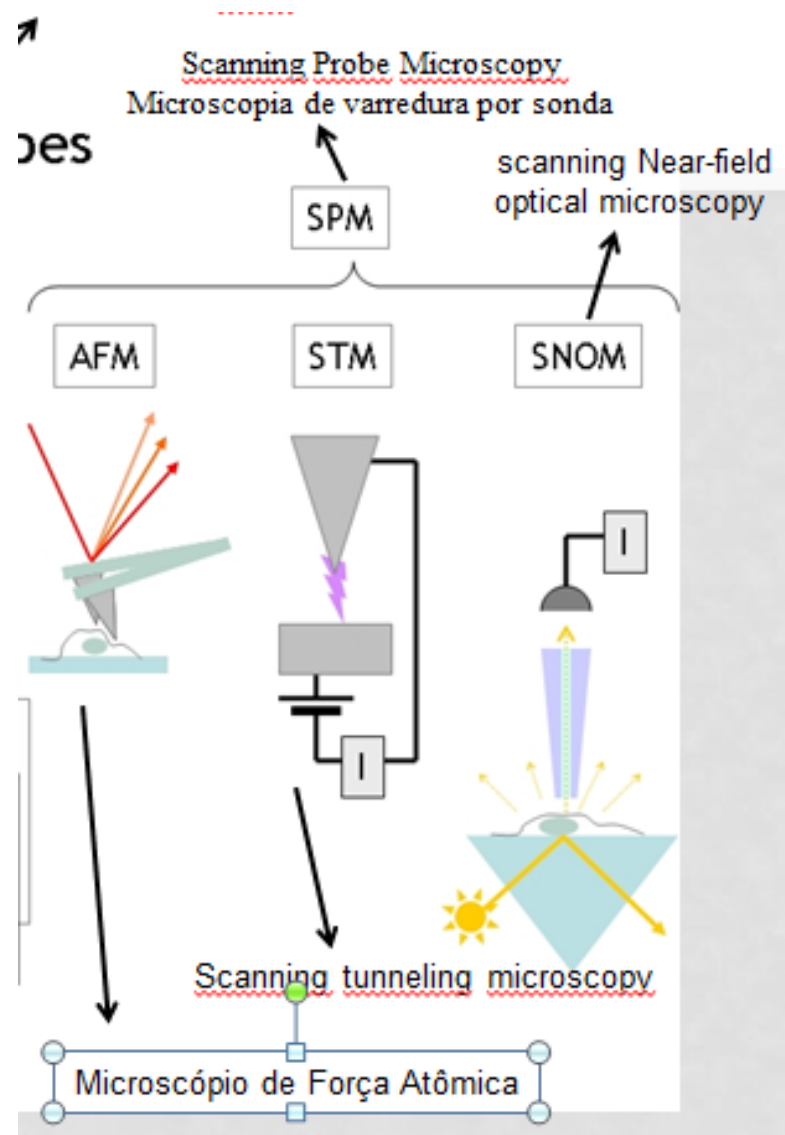


<http://www.egr.msu.edu/omso/esem/gallery/index.html>

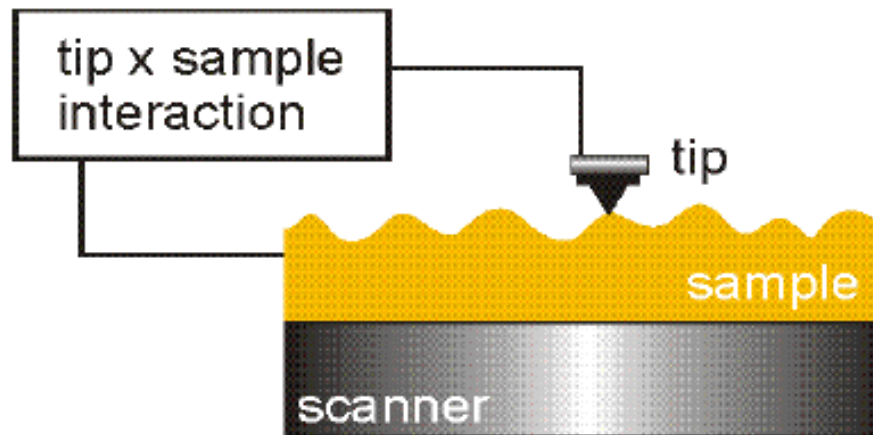
ACNEIVA. Curso CABENS,
outubro 2011

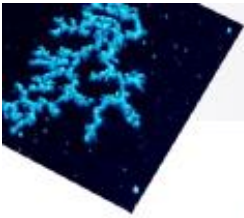


Vamos falar agora do SPM



- Qualquer microscopia onde uma sonda varre a superfície de uma amostra, e na qual a interação ponta amostra é monitorada é chamada de uma Microscopia de Varredura por Sonda (SCANNING PROBING MICROSCOPY - SPM).





Microscópio de Tunelamento Eletrônico

- Amostra condutora ou semicondutora;
- Aplicação de uma diferença de potencial entre a ponta/amostra;
- A relação entre a tensão aplicada e a corrente de tunelamento é dada por:

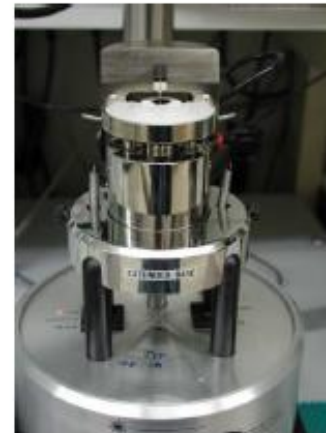
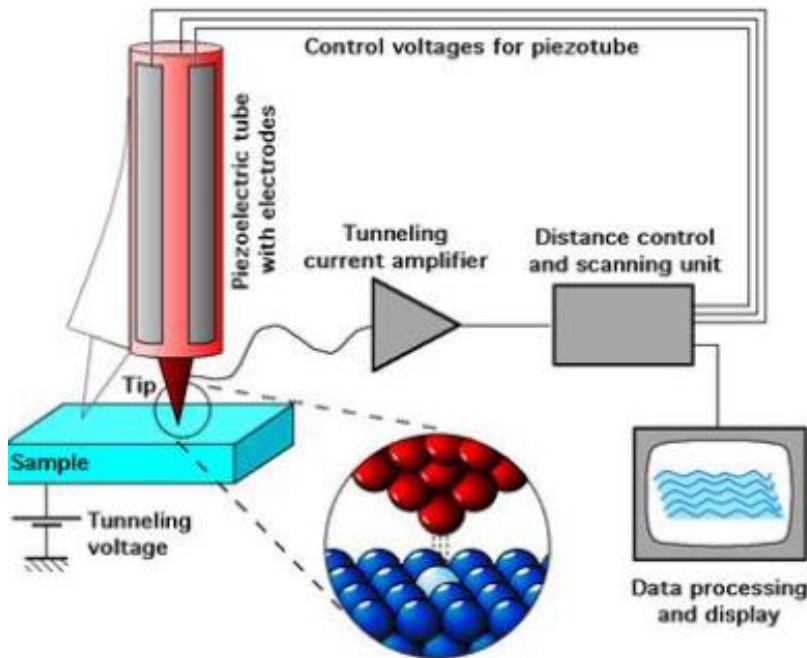
$$I_t = Ve^{-Cd}$$

I é a corrente de tunelamento;

V é a diferença de potencial;

c é uma constante;

d é a distância ponta e amostra.

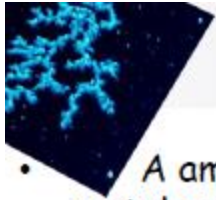


Inventado por Binnig e

Rohrer em 1981 na IBM



Rohrer e Binnig; prêmio Nobel pela invenção



Microscópio de Força Atômica

- A amostra pode ser isolante, metal ou semicondutor;
- A sonda é composta por um cantilever no qual está preso uma ponta;
- A imagem é formada pelo sistema de feedback que mantém constante a força de interação entre ponta/amostra;
- As forças de interação defletem o cantilever (Van der Waals).

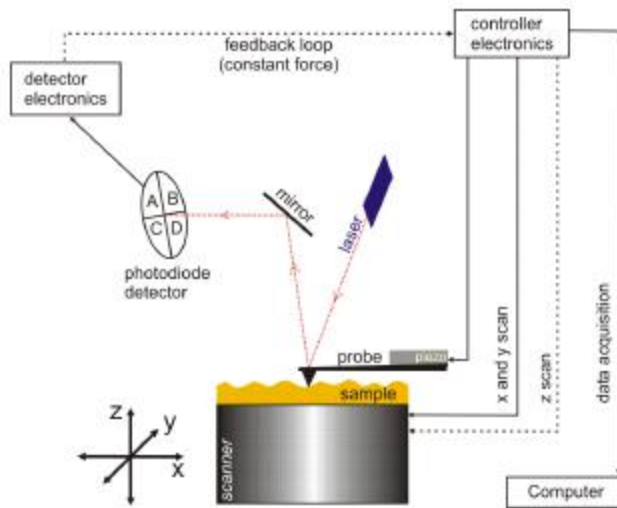
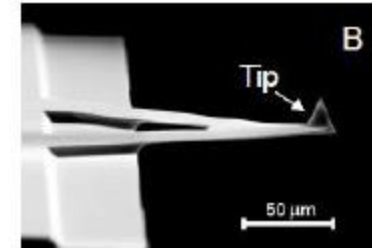


Figure 1. a) Spring depiction of cantilever b) SEM image of triangular SPM cantilever with probe (tip). (Image from [MikroMasch](#))¹

$$F = -k \cdot x$$

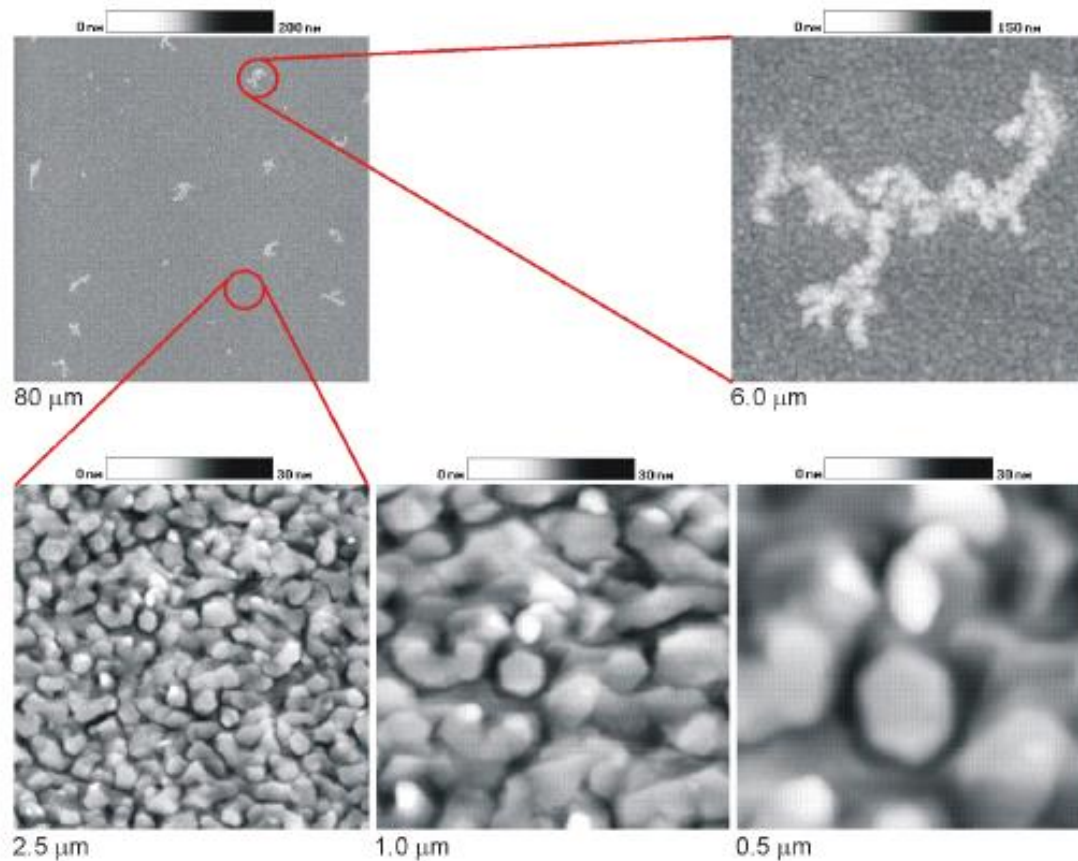
F = Force

k = spring constant

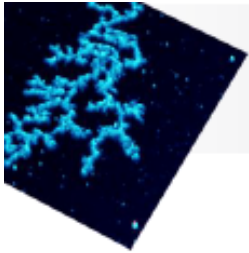
x = cantilever deflection

AFM Applications

Surface morphology of a Zr film (120 nm, $T_S = 550^\circ\text{C}$) deposited by DC magnetron sputtering on an SiO_2 substrate.



By Eliane F. Chinaglia (University of São Paulo)



AFM vs. SEM

AFM

3D surface topography
(surface roughness).

insulators and conductors

air, fluid, vacuum

heights features - 0.05 nm to 10 μ m.

composition - distinguishes
materials based on their physical
properties.

SEM

2D surface topography.

conductive samples or samples
with conductive coatings.

vacuum environment only

heights features - large
depth field.

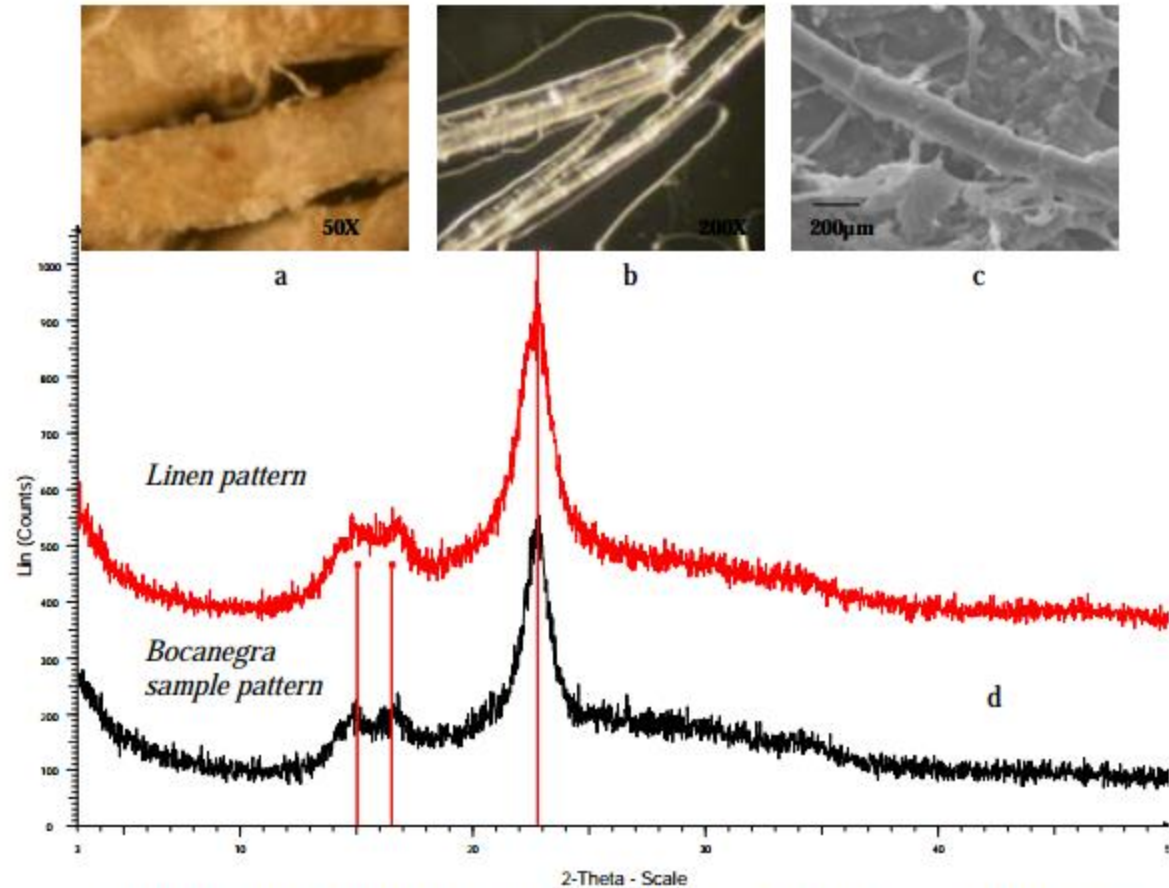
composition - provides
elemental analysis
(EDS, ...).

Imagem ótica, SEM e difratograma de tecido

Physico-Chemical Research of
Cultural Heritage Materials Using
Microanalytical Methods

Liz Karen Herrera Quintero

Instituto de Ciencia de Materiales de Sevilla
Consejo Superior de Investigaciones Científicas
Universidad de Sevilla
2009



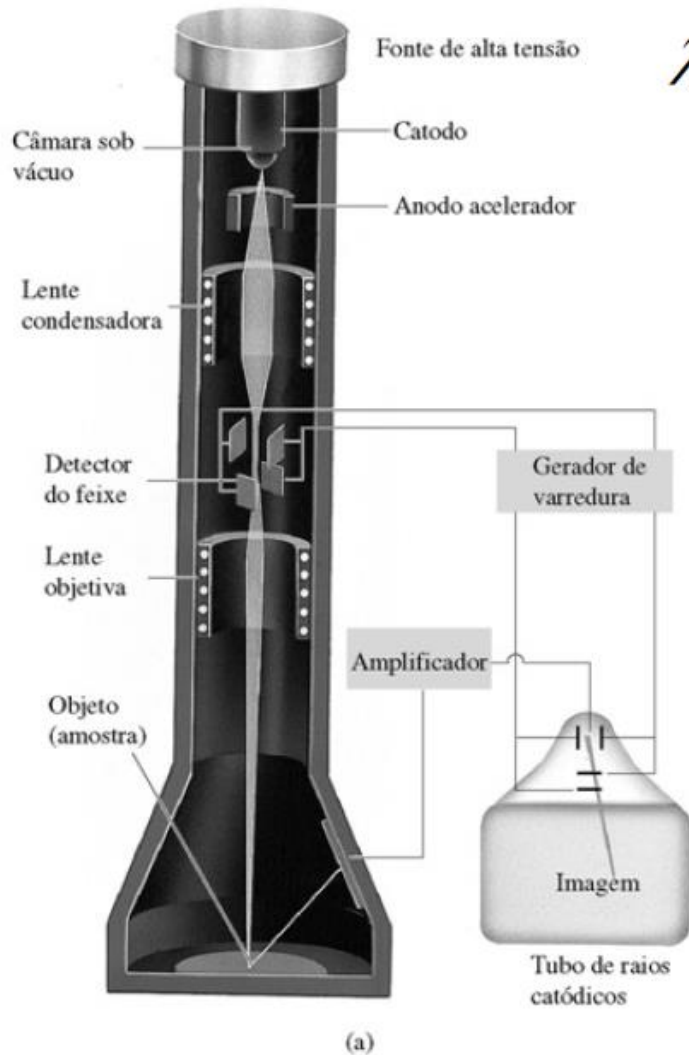
g. 6 Optical micrographs (a) without any clearing treatment and (b) after the organic compounds were removed by water with continuous heating for 24h (c) SEM image of the fibres of Bocanegra paintings (d) X-ray diffractogram of the fibres. Linen pattern and Bocanegra fibre pattern are shown.

Microscópio Eletrônico de Varredura

Ernest Ruska (1932) - Nobel : 1986



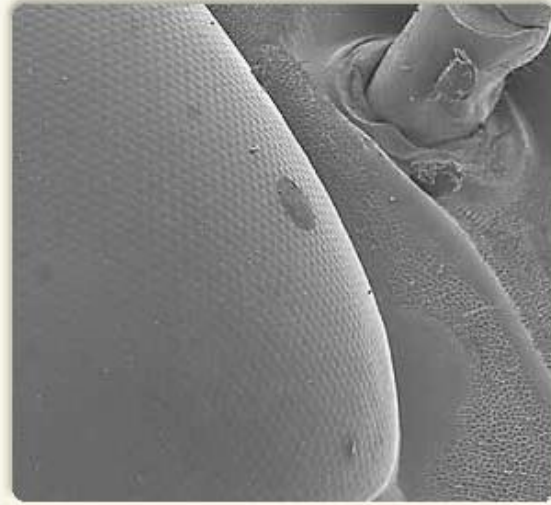
$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meV_{ab}}}$$



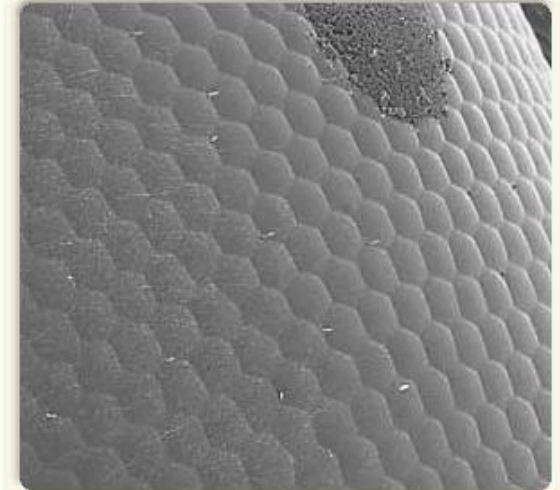
Microscópio Eletrônico de Varredura



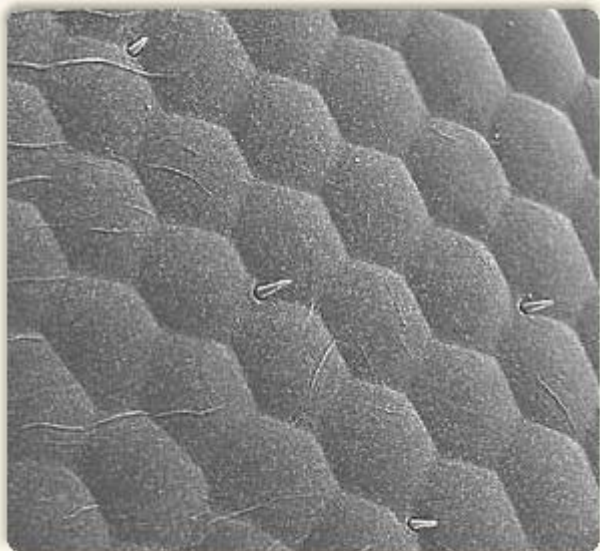
25 x de aumento



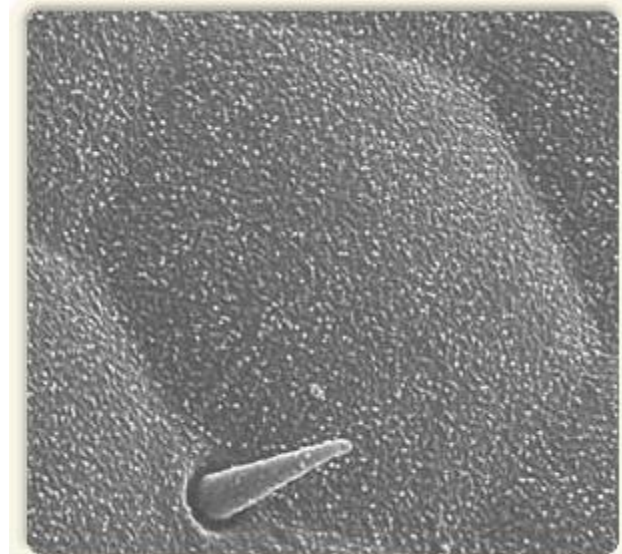
80 x de aumento



350 x de aumento

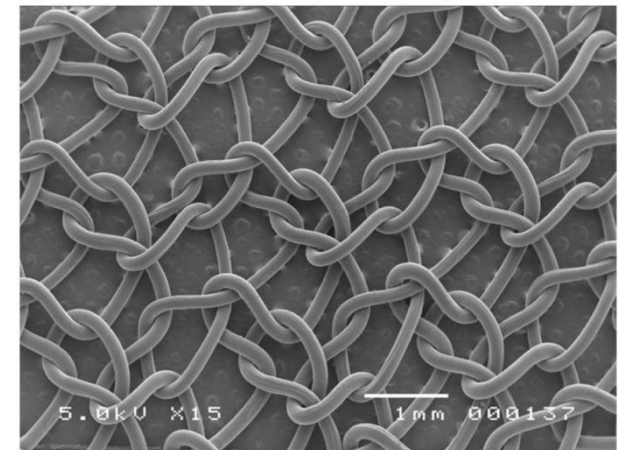
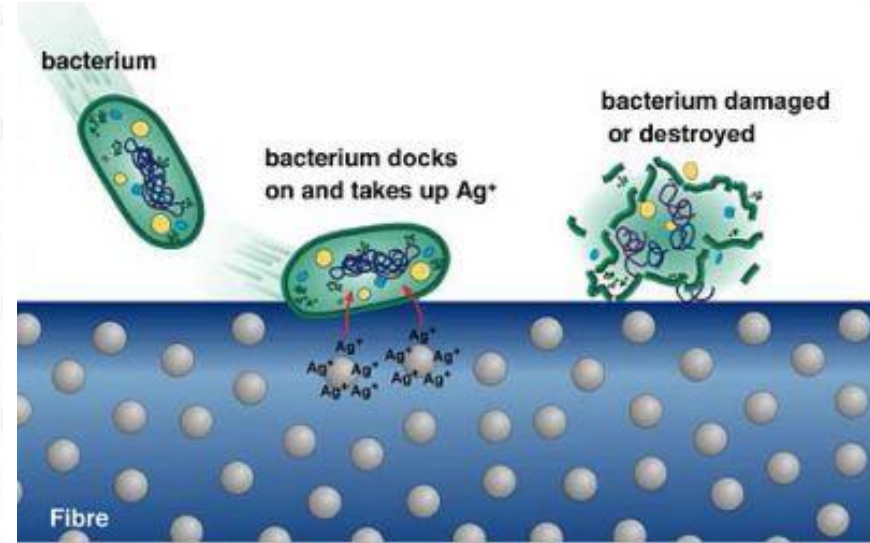
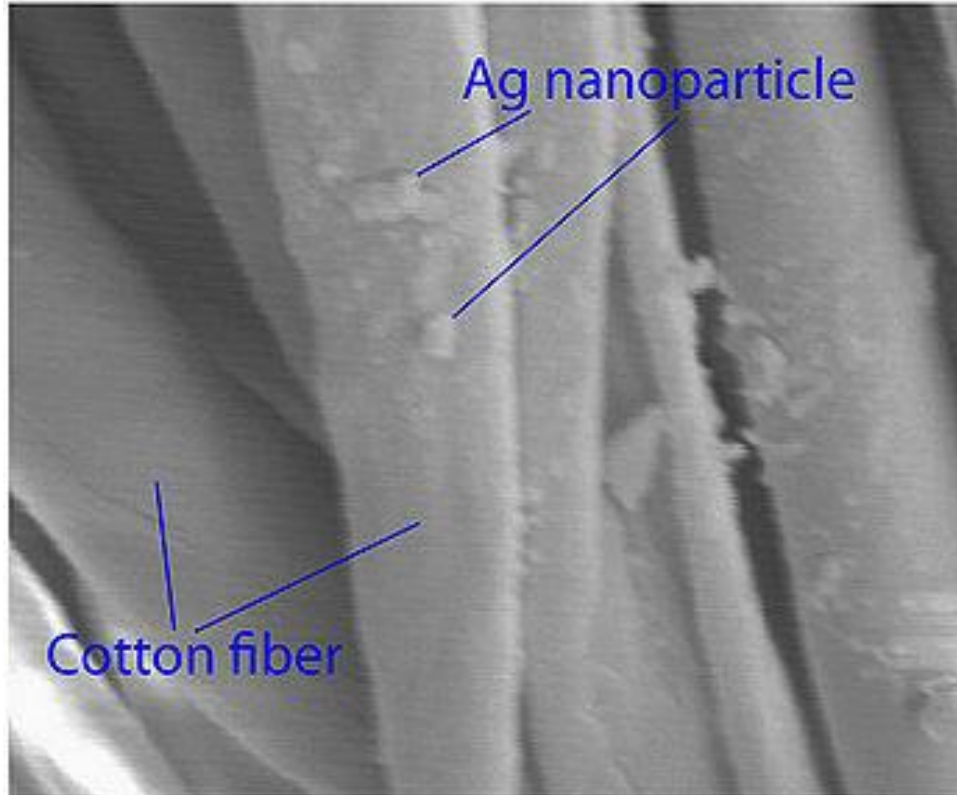


800 x de aumento



3500 x de aumento

Microscópio Eletrônico de Varredura (Eng. Textil)



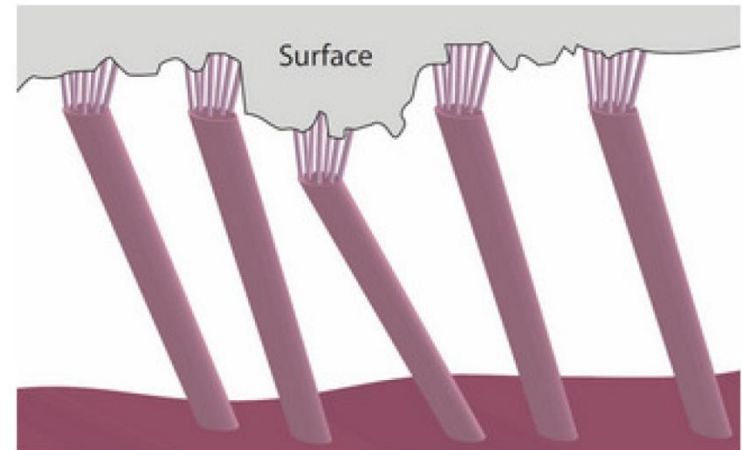
Number of washing	Bacterial reduction (%)	
	<i>S. aureus</i>	<i>E. coli</i>
Before washing	97	91
After 5 cycles	96.8	88.4
After 10 cycles	96	87.4
After 20 cycles	94	85

Tecido Cirúrgico

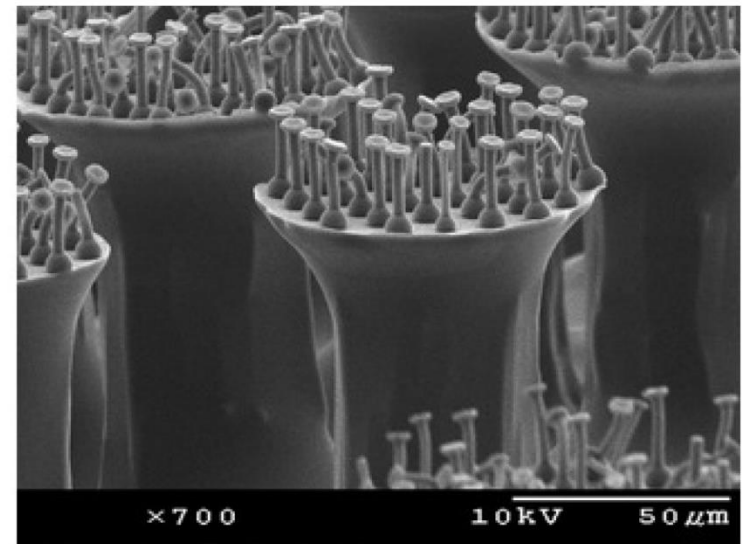
Microscópio Eletrônico de Varredura



Pata de uma lagartixa no microscópio eletrônico



[Hierarchical fibers can conform to various surface roughnesses]

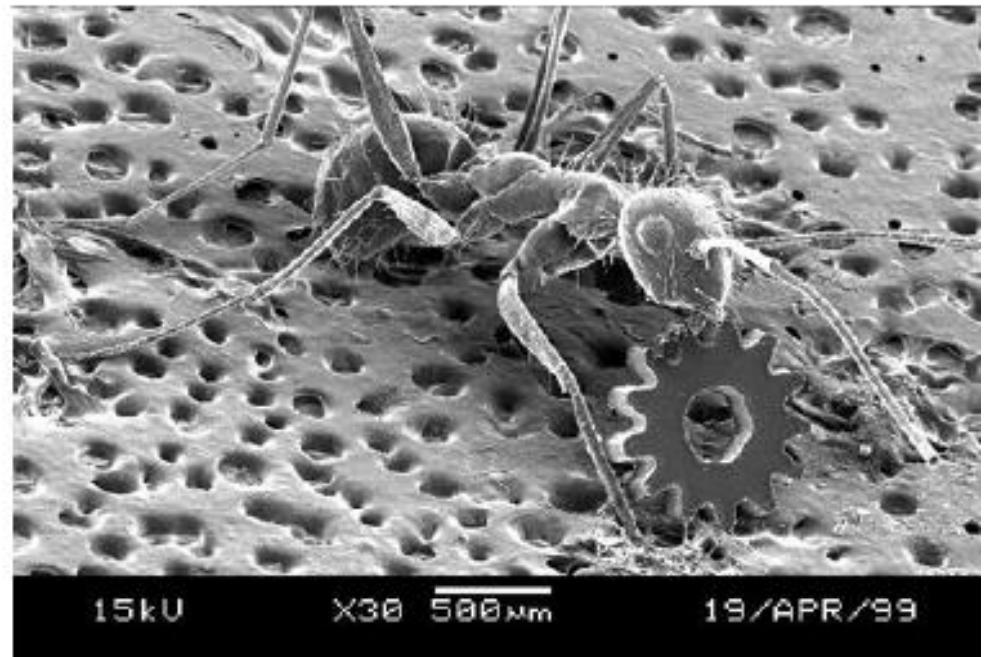


[SEM image of 2 level microfibers]

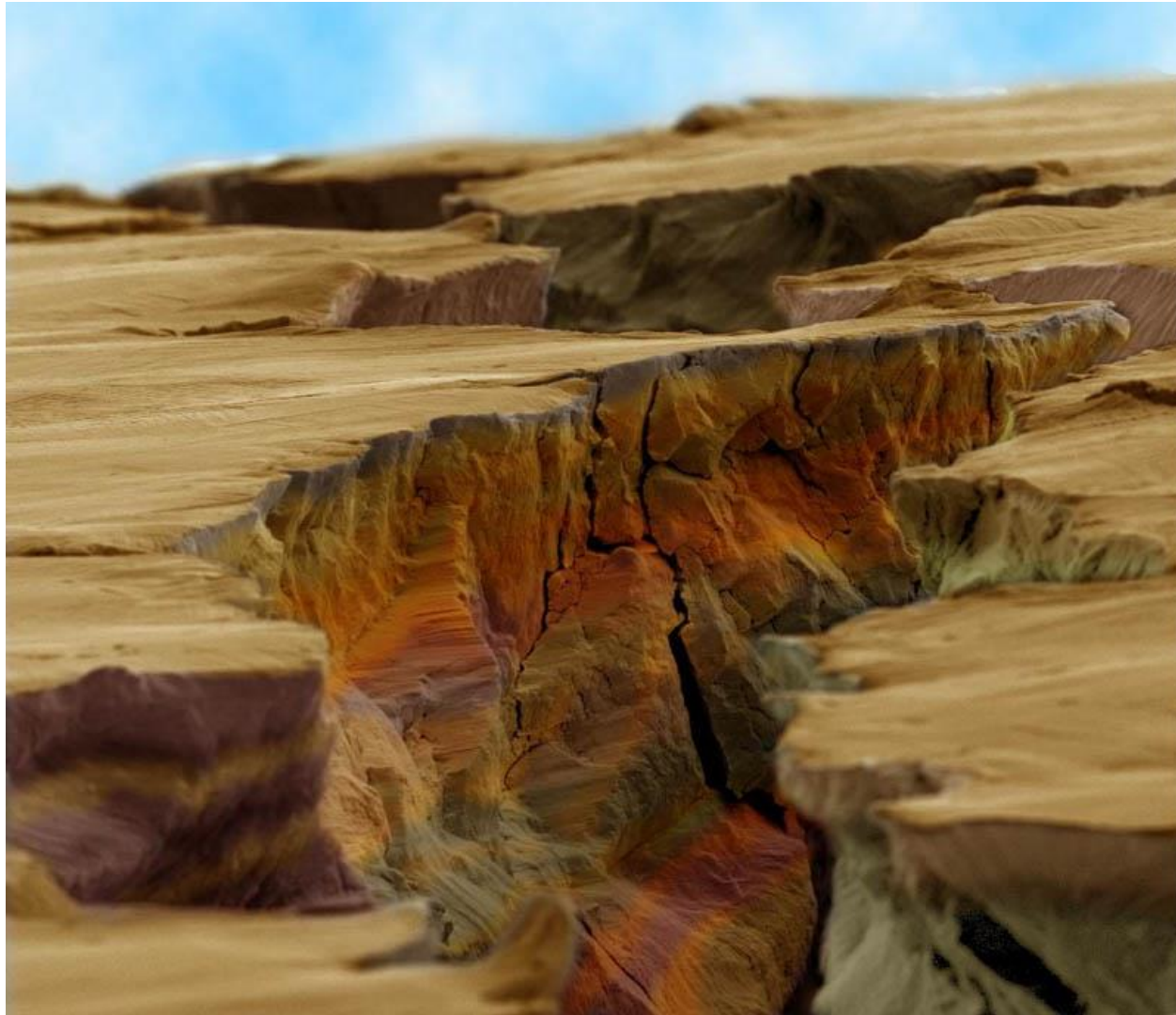
Microscópio Eletrônico de Varredura



This nano-machine is 50 microns across and can only be viewed using a powerful Scanning Electron Microscope. For comparison, a human hair is about 100 microns across.



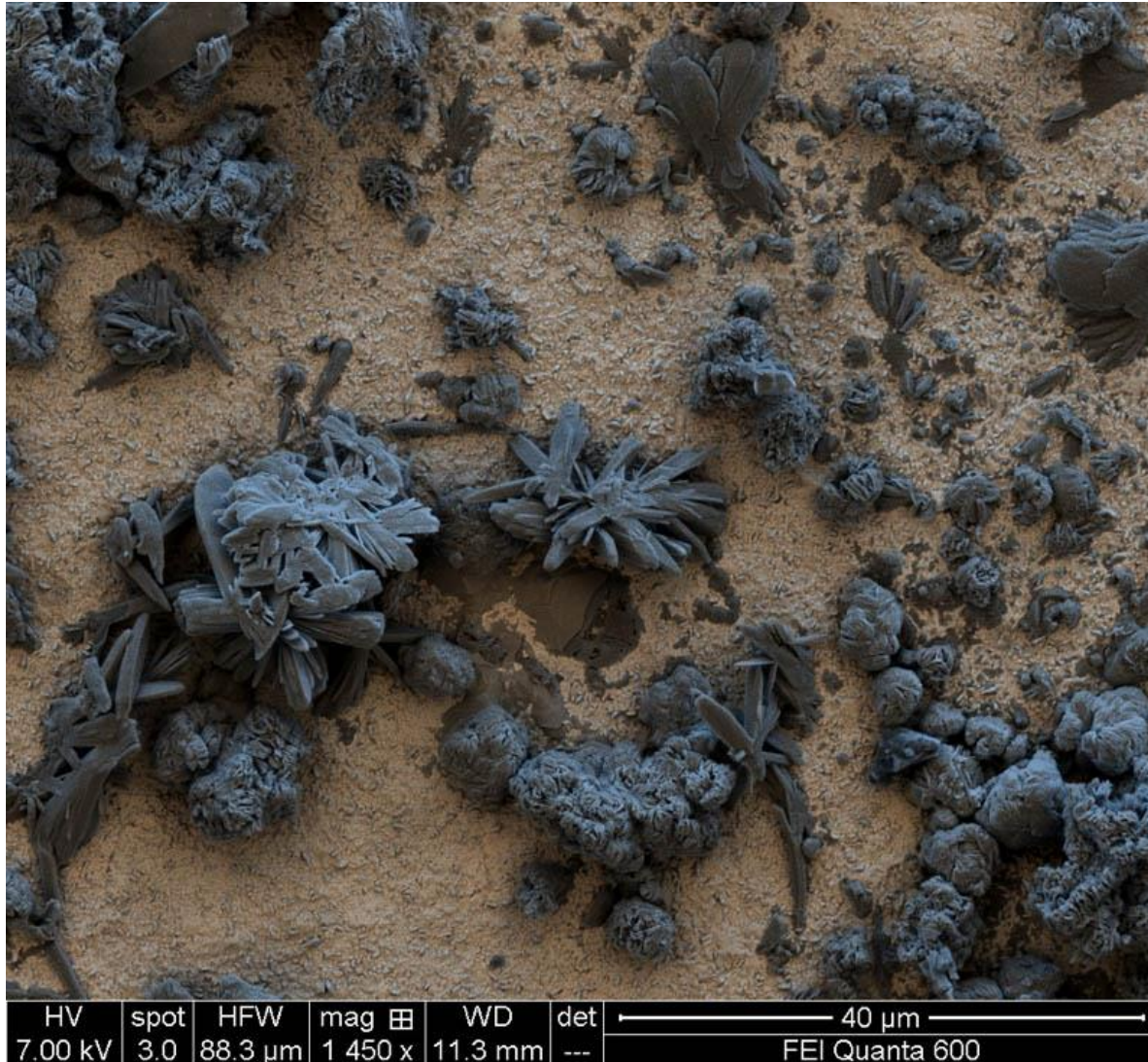
Microscópio Eletrônico de Varredura



Microcrack after bending test
Coloured by Manuel Paller
Captured by Martina Dienstleder
Instrument used: Nova DualBeam
Family
Horizontal Field Width: 67 μ m
Voltage: 5kV
Working Distance: 6.0
Detector: ETD – SE

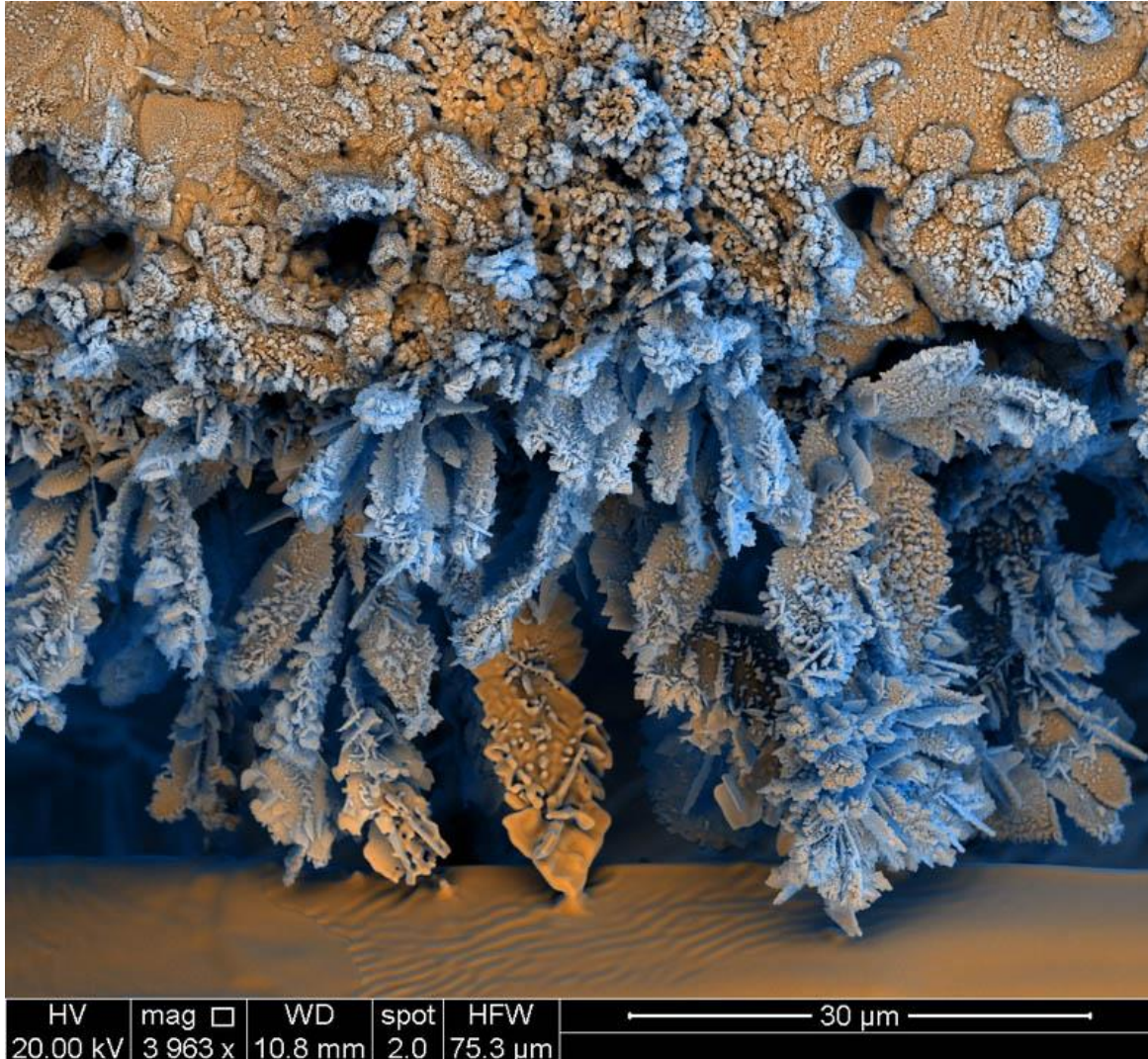
Micro Fissura no aço

Microscópio Eletrônico de Varredura



Corrosão do Cobre em um Contato Metálico de um Chip

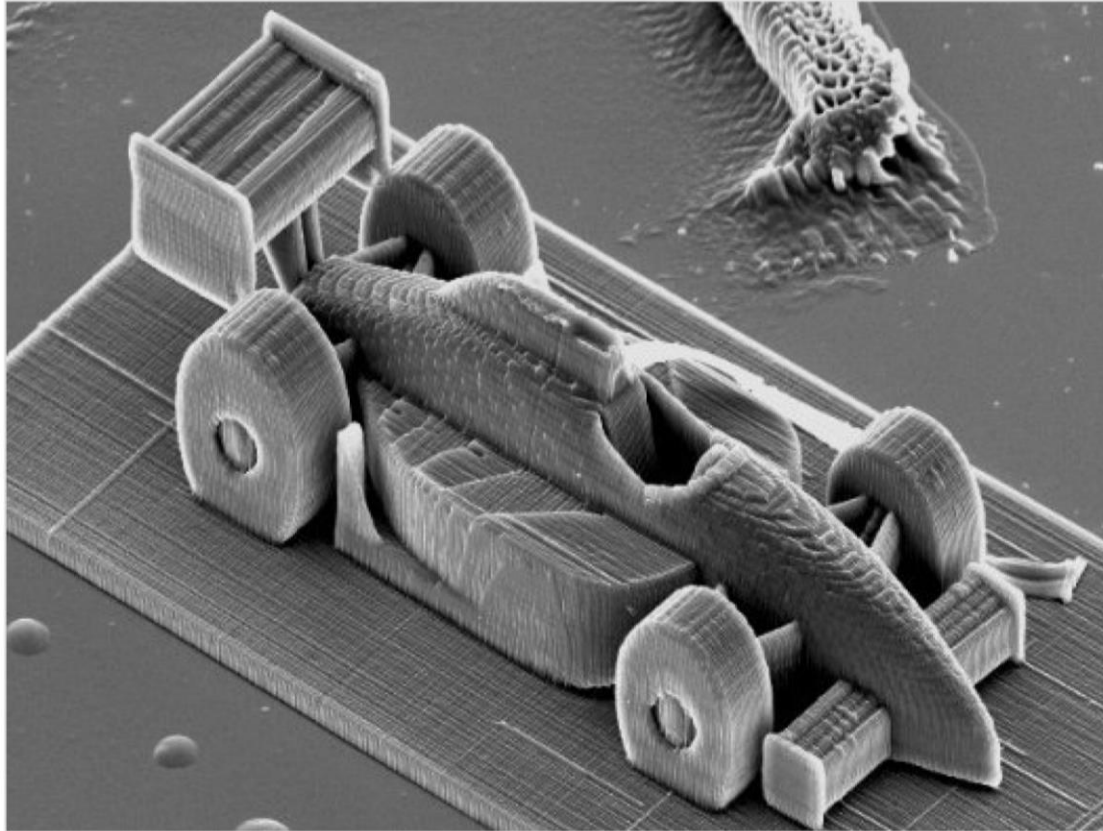
Microscópio Eletrônico de Varredura



Iron oxide
Captured by FRANCISCO RANGEL
Instrument used: Quanta Family
Magnification: 3963X
Horizontal Field Width: 75,3 µm
Vacuum: 9.27e-7 mbar
Voltage: 20 kV
Spot: 2.0
Working Distance: 10.8
Detector: Mix: SE + BSE

Oxidação do Ferro

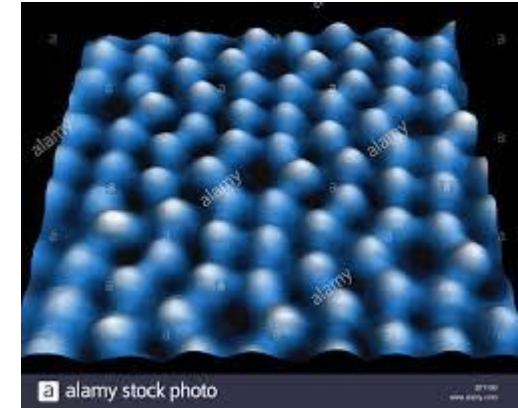
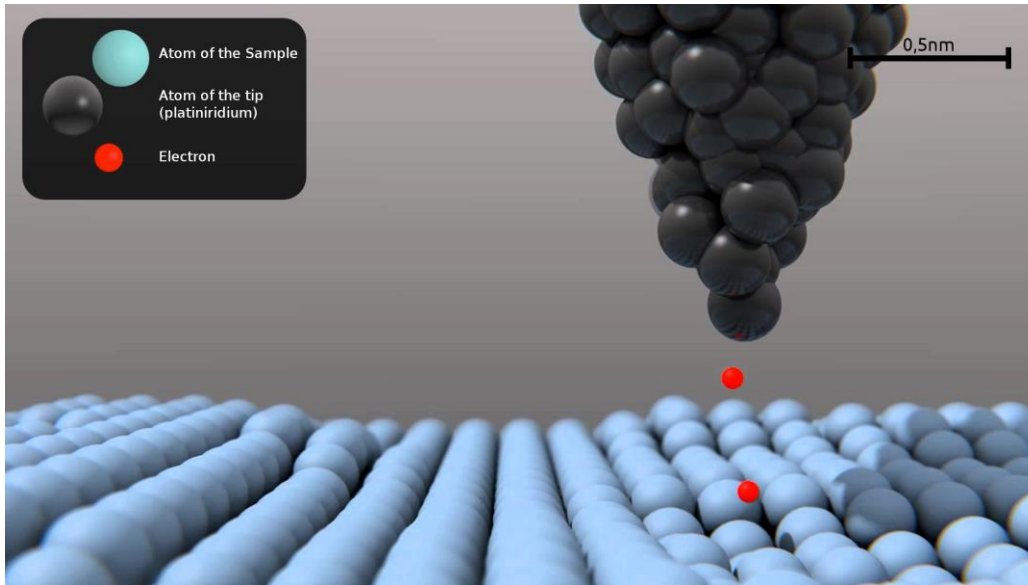
Microscópio Eletrônico de Varredura



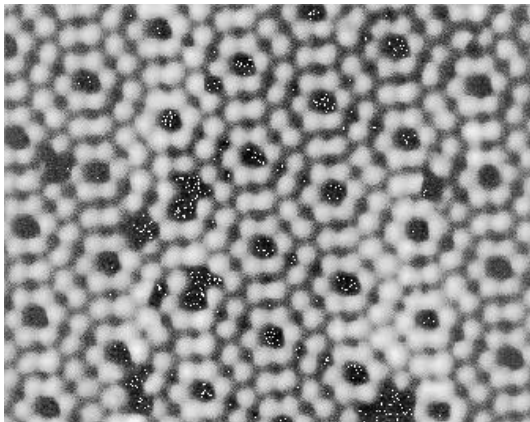
A 285-Micrometer Indy Car Printed With Two-Photon Lithography Captured by a scanning electron microscope. *Vienna University of Technology*

<http://www.popsci.com/science/article/2012-03/video-super-high-res-3-d-printing-technology-sets-speed-records>

Scanning tunneling microscopy



Átomos de Si



"Matter is not continuous, as this scanning tunneling microscope (STM) image of individual silicon (Si) atoms so graphically attests.

The 1986 Nobel Prize for physics was awarded to E. Ruska, G. Binnig, and H. Rohrer for development of this technique. .