

## 2º Lista de MEF-2

Hugo Magalhães Martins Júnior

nºUSP 11390678

**Exercício 1 : (a) Como funciona o mecanismo de ampliação (“magnificação”) em um microscópio eletrônico de varredura? O foco da imagem é alterado quando a ampliação é alterada? (b) Como é feita a geração de imagem em um MEV? Explique a conexão entre varredura de feixe, eletrônica e imagem gerada.**

- a) O mecanismo de ampliação, ou mais conhecido como ‘magnificação’, em um microscópio eletrônico funciona de tal forma que se calcula o fator de ampliação  $M$  a partir do comprimento  $L$  do Tubo de Raios Catódicos (TRC) em razão do comprimento da varredura, tal que:

$$M = \frac{L_{TRC}}{L_{amostra}}$$

Como qualquer máquina, a magnificação deve ser calibrada e reajustada periodicamente para que o cálculo e seu uso não sejam prejudicados conforme a repetição de uso.

- b) A geração de imagens a partir de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) pode ser formada de duas formas: elétrons secundários e/ou elétrons retroespalhados.

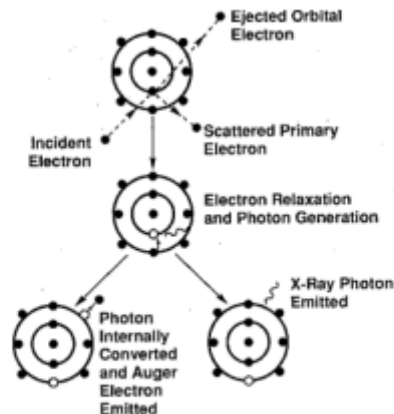
Para geração de imagens a partir de elétrons secundários, é necessário elétrons excitados da camada mais externa do átomo utilizado que da amostra a ser analisada, formando um feixe de elétrons. Desta forma, o feixe de elétrons será de baixa energia, e portanto, o relevo da amostra continuará intacto, revelando uma imagem fiel à superfície real da amostra.

Já a geração de imagem por elétrons retroespalhados é de alta energia, e por isso, pode ser utilizada para encontrar mais informações sobre a amostra como relevo; contraste entre o número atômico dos elementos químicos presentes na amostra. Esse contraste é torneado por uma região mais clara nas imagens representando os elementos mais pesados presentes na amostra.

**Exercício 2 : (a) Como acontece a geração de raios X característicos e o contínuo de raios X em um microscópio eletrônico ao injetar na amostra um feixe de elétrons de alta energia? (b) Explique as diferenças básicas entre os espectros e análises feitas utilizando Difração de Raios X e utilizando raios X característicos em microscopia eletrônica. (c) Que radiações X são utilizadas para analisar os constituintes de uma amostra em cada um dos dois casos?**

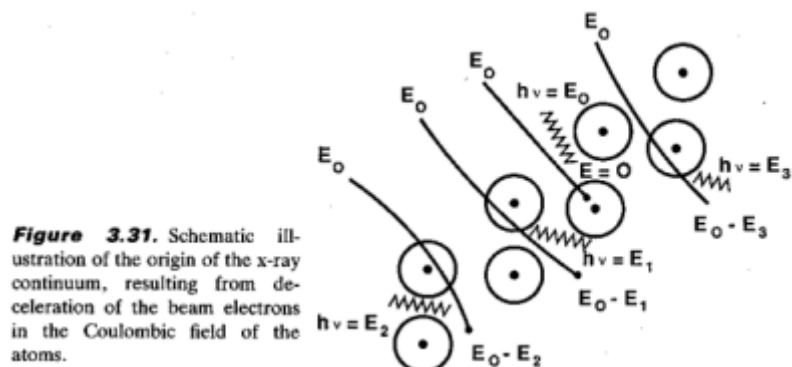
**Que tipo de análise composicional é possível em cada caso: elemental ou por fases?**

- a) A geração de raio x característicos em um microscópio eletrônico (ME) funciona da seguinte forma: A emissão de um feixe de elétrons de alta energia na superfície do material faz com que os elétrons na camada de valência do átomo sejam ejetados. Após a ejeção, o átomo relaxa, voltando ao seu estado fundamental, emitindo energia em forma de luz ( emissão de fótons), ou seja, emissão de raio x pelos fótons. Exemplo de emissão na figura a seguir:



**Figure 3.33.** Schematic illustration of the process of inner-shell ionization and subsequent de-excitation by electron transitions. The difference in energy between the shells is expressed either by the ejection of an energetic electron with characteristic energy (Auger process) or by the emission of a characteristic x ray.

Para gerar então um raio x contínuo, é necessário manipular a emissão dessa energia em forma de luz diretamente na nuvem de elétrons, dessa forma diversos elétrons terão ejeção e o logo após a relaxação do átomo, ocorrendo continuamente um feixe de raios x. Exemplo dos estados de energia na nuvem de elétrons na figura a seguir :



**Figure 3.31.** Schematic illustration of the origin of the x-ray continuum, resulting from deceleration of the beam electrons in the Coulombic field of the atoms.

- b) A diferença básica é o espectro. Enquanto um é de baixa energia e faz com que a amostra não seja tacada, mas tem menos informação na espectroscopia, e a qualidade de imagem um pouco inferior quanto a de raio-x característicos. Os raios-x característicos são de alta energia, atingem mais a superfície do material, e da mais informações composicionais da amostra, contudo, afeta a nuvem de elétrons do material.
- c) A espectroscopia de difração de raio-x é mais plausível para fases, pois as informações pela imagem são menos claras sobre a composição do material.

Enquanto a espectroscopia de raio-x característico é mais intensa na resolução de imagem, e por tanto, a composição é mais clara sendo elemental

**Exercício 3: (a) Em seu entendimento, quais seriam as aplicações para a microscopia eletrônica de transmissão (MET)? Quando esta técnica deveria ser utilizada? (b) Explique os componentes da coluna e o processo de geração de imagem em um MET.**

- Em muitas áreas, principalmente relacionadas à orgânica por não afetar diretamente com um ataque de feixe de elétrons na amostra, e por isso alguns exemplos como pesquisa do câncer, poluição e nanotecnologia são utilizados MET. MET deve ser utilizado em pequenas magnificações de amostras ultrafinas.
- O MET gera imagens a partir de um feixe de elétrons interagindo com amostra a atravessando-a e observando o comportamento com um detector através da amostra

**Exercício 4 : (a) Como acontece a geração de raios X característicos e o contínuo de raios X em um microscópio eletrônico ao injetar na amostra um feixe de elétrons de alta energia? (b) Explique as diferenças básicas entre os espectros e análises feitas utilizando Difração de Raios X e utilizando raios X característicos em microscopia eletrônica. (c) Que radiações X são utilizadas para analisar os constituintes de uma amostra em cada um dos dois casos? Que tipo de análise composicional é possível em cada caso: elemental ou por fases?**

Crystal Designation	Crystal Type	2d Spacing, Å	Analyzing Range, Å	Analyzing Range, eV	Element Range K $\alpha$
LIF(200)	Lithium Fluoride	4.0267	1.1436 - 3.7202	10,841 - 3,332	Ca to Ge
PET	Pentaerythritol	8.74	2.4827 - 8.0765	4,994 - 1,535	Si to Ti
TAP	Thallium acid phthalate	25.75	7.3130 - 23.79	1,695 - 521.2	O to Si
LSM-060	W-Si	~61	~17 - ~56	~729 - ~221	C to F
LSM-080	Ni-C	~78	~22 - ~72	~564 - ~172	B to O
LSM-200	Mo-B <sub>4</sub> C	~204	~58 - ~190	~214 - ~65	Be and B

Table 1. Common diffracting crystals used for WDX

- Espectrômetro WDS ou espectroscopia por comprimento de onda, é uma técnica utilizada para analisar metais, cerâmicas, metais preciosos e outros a partir da fluorescência de raio x. Logo, quando emitido um feixe sobre a amostra o goniômetro mede o ângulo de difração gerada ao feixe ser defletido pela amostra, como a amostra fica entre a emissor e o detector, o real ângulo de deflexão da amostra será sua metade, e assim, pela lei de Bragg podemos definir as distâncias interplanares e quais planos cristalográficos a amostra tem.

**Exercício 5: (a) Em seu entendimento, quais seriam as aplicações para a microscopia eletrônica de transmissão (MET)? Quando esta técnica deveria ser utilizada? (b) Explique os componentes da coluna e o processo de geração de imagem em um MET.**

- a) A MET gera imagens de alta resolução que podem ser utilizadas para identificar, analisar microestrutura, micro texturas, organelas , partículas e interfaces em diferentes tipos de amostras sejam elas animal, vegetal, humana, mineral e qualquer outro tipo de microrganismos. Esta técnica é utilizada quando outras técnicas não eficientes ou capazes de compreender informações necessárias de micro e nanoestruturas, como composição química e estruturas cristalinas.
- b) Nesta técnica, o feixe de elétrons interage com uma amostra fina o atravessando-a. A amostra é disposta entre a fonte e um anteparo, onde a imagem ampliada é formada pelo impacto dos elétrons transmitidos e difratados. A imagem gerada é uma projeção bidimensional, em campo claro ou escuro, ou ainda de difração de elétrons, dependendo do modo de operação do equipamento. De acordo com a tabela do exercício anterior temos : Designação de cristal, ou seja, o nome de cristal.