

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS  
INSTITUTO DE CIÊNCIAS BIOLÓGICAS, INSTITUTO DE CIÊNCIAS EXATAS E  
ESCOLA DE ENGENHARIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM INOVAÇÃO TECNOLÓGICA E  
BIOFARMACÊUTICA

MÁRCIA DIAS DINIZ COSTA

**DESENVOLVIMENTO DE INSTRUMENTAÇÃO CIENTÍFICA EM  
NANOTECNOLOGIA: INFERÊNCIAS PARA NANOESPECTROSCOPIA RAMAN A  
PARTIR DE *TECHNOLOGY ROADMAPPING* RETROSPECTIVO ADAPTADO DE  
DUAS TECNOLOGIAS CONSOLIDADAS**

Belo Horizonte

2021

Márcia Dias Diniz Costa

**Desenvolvimento de instrumentação científica em nanotecnologia: inferências para nanoespectroscopia Raman a partir de *Technology Roadmapping* retrospectivo adaptado de duas tecnologias consolidadas**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Inovação Tecnológica e Biofarmacêutica, da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Inovação Tecnológica e Biofarmacêutica

Orientador: Prof. Dr. Ado Jorio de Vasconcelos

Coorientador: Prof. Dr. Lin Chih Cheng

Belo Horizonte

2021

043

Costa, Márcia Dias Diniz.

Desenvolvimento de instrumentação científica em nanotecnologia: inferências para nanoespectroscopia Raman a partir de Technology Roadmapping retrospectivo adaptado de duas tecnologias consolidadas [manuscrito] / Márcia Dias Diniz Costa. - 2021.

278 f. : il. ; 29,5 cm.

Orientador: Prof. Dr. Ado Jorio de Vasconcelos. Coorientador: Prof. Dr. Lin Chih Cheng.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Instituto de Ciências Biológicas. Programa de Pós-Graduação em Inovação Tecnológica e Biofarmacêutica.

1. Biofarmacêutica. 2. Nanotecnologia. 3. Desenvolvimento Tecnológico/instrumentação. 4. Análise Espectral Raman. I. Vasconcelos, Ado Jorio de. II. Lin, Chih Cheng. III. Universidade Federal de Minas Gerais. Instituto de Ciências Biológicas. IV. Título.

CDU: 573:004



UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS  
**Programa de Pós Graduação em Inovação  
Tecnológica e Biofarmacêutica da UFMG**

**CERTIDÃO Nº 1/2021/ICEX-QUI-UFMG**

**"DESENVOLVIMENTO DE INSTRUMENTAÇÃO CIENTÍFICA EM NANOTECNOLOGIA: INFERÊNCIAS PARA  
NANOSPECTROSCOPIA RAMAN A PARTIR DE *TECHNOLOGY ROADMAPPING* RETROSPECTIVO ADAPTADO DE DUAS  
TECNOLOGIAS CONSOLIDADAS"**

**MÁRCIA DIAS DINIZ COSTA, Nº DE REGISTRO 2016710955.**

Tese **Aprovada** pela Banca Examinadora constituída pelos Professores Doutores:

Professor Doutor Ado Jorio de Vasconcelos  
(PPG em Inovação Tecnológica e Biofarmacêutica da UFMG)

Professor Doutor Lin Chih Cheng  
(PPG em Inovação Tecnológica e Biofarmacêutica da UFMG)

Professor Doutor Evaldo Ferreira Vilela  
(Universidade Federal de Viçosa)

Professor Doutor Felipe Silva Bellucci  
(Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovações)

Professor Doutor Rubén Dario Sinisterra Millán  
(PPG em Inovação Tecnológica e Biofarmacêutica da UFMG)

Professor Doutor Raoni Barros Bagno  
(PPG em Inovação Tecnológica e Biofarmacêutica da UFMG)

Belo Horizonte, 26 de fevereiro de 2021.



Documento assinado eletronicamente por **Raoni Barros Bagno, Membro**, em 26/02/2021, às 17:20, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Lin Chih Cheng, Membro de comissão**, em 27/02/2021, às 06:45, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Ado Jorio de Vasconcelos, Membro**, em 02/03/2021, às 13:14, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Felipe Silva Bellucci, Usuário Externo**, em 02/03/2021, às 14:31, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **IVALDO FERREIRA VILELA, Usuário Externo**, em 30/03/2021, às 17:11, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Ruben Dario Sinisterra Millan, Coordenador(a) de curso de pós-graduação**, em 31/03/2021, às 13:31, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site [https://sei.ufmg.br/sei/controlador\\_externo.php?acao=documento\\_conferir&id\\_orgao\\_acesso\\_externo=0](https://sei.ufmg.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **0574261** e o código CRC **0D18D4F4**.



UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS  
Programa de Pós Graduação em Inovação  
Tecnológica e Biofarmacêutica da UFMG

**ATA DA SESSÃO DE DEFESA DA 9ª TESE DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM INOVAÇÃO  
TECNOLÓGICA E BIOFARMACÊUTICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS, DA  
DISCENTE MÁRCIA DIAS DINIZ COSTA, Nº DE REGISTRO 2016710955.**

Aos 26 (vinte e seis) dias do mês de fevereiro de 2021 realizou-se, às 14 horas, na plataforma on-line Zoom, reuniu-se a Comissão Examinadora composta pelos Professores Doutores: Ado Jorio de Vasconcelos do Programa de Pós-graduação em Inovação Tecnológica e Biofarmacêutica da UFMG (Orientador), Lin Chih Cheng do Programa de Pós-graduação em Inovação Tecnológica e Biofarmacêutica da UFMG (Coorientador), Evaldo Ferreira Vilela da Universidade Federal de Viçosa, Felipe Silva Bellucci do Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovações, Rubén Dario Sinisterra Millán do Programa de Pós-graduação em Inovação Tecnológica e Biofarmacêutica da UFMG, Raoni Barros Bagno do Programa de Pós-graduação em Inovação Tecnológica e Biofarmacêutica da UFMG, para julgamento da Tese de Doutorado em Inovação Tecnológica e Biofarmacêutica - Área de Concentração: Gestão Da Inovação, Propriedade Intelectual e Empreendedorismo da discente Márcia Dias Diniz Costa, Tese intitulada: **“DESENVOLVIMENTO DE INSTRUMENTAÇÃO CIENTÍFICA EM NANOTECNOLOGIA: INFERÊNCIAS PARA NANOESPECTROSCOPIA RAMAN A PARTIR DE *TECHNOLOGY ROADMAPPING* RETROSPECTIVO ADAPTADO DE DUAS TECNOLOGIAS CONSOLIDADAS”**. O Presidente da Banca abriu a sessão e apresentou a Comissão Examinadora bem como esclareceu sobre os procedimentos que regem da defesa pública de tese. Após a exposição oral do trabalho pela discente e arguição pelos membros da Banca Examinadora na ordem registrada acima, com a respectiva defesa da candidata. Finda a arguição, a Banca Examinadora se reuniu, sem a presença da discente e do público, tendo deliberado unanimemente pela sua **APROVAÇÃO**. Nada mais havendo para constar, lavrou-se e fez a leitura pública da presente Ata que segue assinada por mim e pelos membros da Comissão Examinadora e pelo Coordenador do Programa (via Sistema Eletrônico de Informações – SEI). Belo Horizonte, 26 de fevereiro de 2021.

Professor Doutor Ado Jorio de Vasconcelos  
(PPG em Inovação Tecnológica e Biofarmacêutica da UFMG)

Professor Doutor Lin Chih Cheng  
(PPG em Inovação Tecnológica e Biofarmacêutica da UFMG)

Professor Doutor Evaldo Ferreira Vilela  
(Universidade Federal de Viçosa)

Professor Doutor Felipe Silva Bellucci  
(Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovações)

Professor Doutor Rubén Dario Sinisterra Millán  
(PPG em Inovação Tecnológica e Biofarmacêutica da UFMG)

Professor Doutor Raoni Barros Bagno  
(PPG em Inovação Tecnológica e Biofarmacêutica da UFMG)

Professor Doutor Rubén Dario Sinisterra Millán  
Coordenador do PPG em Inovação Tecnológica e Biofarmacêutica da UFMG



Documento assinado eletronicamente por **Raoni Barros Bagno, Membro**, em 26/02/2021, às 17:20, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Lin Chih Cheng, Membro de comissão**, em 27/02/2021, às 06:45, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Ado Jorio de Vasconcelos, Membro**, em 02/03/2021, às 13:14, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Felipe Silva Bellucci, Usuário Externo**, em 02/03/2021, às 14:31, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **EVALDO FERREIRA VILELA, Usuário Externo**, em 30/03/2021, às 17:11, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Ruben Dario Sinisterra Millan, Coordenador(a) de curso de pós-graduação**, em 31/03/2021, às 13:30, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site [https://sei.ufmg.br/sei/controlador\\_externo.php?acao=documento\\_conferir&id\\_orgao\\_acesso\\_externo=0](https://sei.ufmg.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **0574248** e o código CRC **B704C27D**.

---

**Referência:** Processo nº 23072.208188/2021-27

SEI nº 0574248



*Dedico esta tese ao meu inesquecível pai, Tarcízio Diniz Costa,  
entusiasta da vida, e que incansavelmente acreditou nas  
pessoas e no seu potencial.*

## **Agradecimentos**

Aos lindões André e Beatriz, vocês fazem meus dias valerem a pena! Obrigada por torcerem por mim e me emprestarem tanto para este trabalho.

Ao Bernardo, agradeço o companheirismo, a cumplicidade e a dedicação total à nossa família especialmente quando, por inúmeras vezes, estive ausente.

À minha mãe, Nazareth, por todo amor e apoio, e por me instigar sempre a ser uma pessoa melhor.

À minha irmã Maria Elisa, um dos presentes de ouro que recebi da vida, por me compreender e me incentivar em todos os momentos.

Aos meus irmãos José Antônio e Sérgio, e cunhados, Aninha, Zei e Thaís. Obrigada pela convivência sempre alegre, saudável e leve, uma das heranças do Degas.

Ao professor Ado Jorio, exemplo de trabalho duro, excelência e humanidade. Agradeço por todo o apoio em viabilizar meu trabalho na UFMG, pela inspiração diária, pela paciência e pelo incentivo para encarar o tema fascinante da instrumentação científica. É uma honra fazer parte do seu time.

Ao professor Lin Chih Cheng, que aceitou me co-orientar, mesmo já tendo deixado um rico legado e inúmeros herdeiros de sua escola.

Ao Inmetro, por apostar no projeto do Laboratório Associado para Inovação em Instrumentação Científica e possibilitar minha atuação no Laboratório de Nanoespectroscopia da UFMG.

Aos professores Luiz Gustavo Cançado, Wagner Nunes Rodrigues, Roberto Magalhães Paniago e Bernardo Ruegger Almeida Neves – *esses homens fantásticos e suas máquinas maravilhosas* – praticantes de ciência e tecnologia da mais alta qualidade, agradeço por disporem precioso tempo de suas ocupadas agendas para conversarmos sobre a história dos instrumentos.

Ao Cassiano Rabelo, por todo o auxílio de sempre, em todos os assuntos!

Aos colegas e ex-colegas do LabNS, em especial, Tiago Abreu, Rafael Vieira, Leandro Malard, Emerson Fonseca, Lucas Lafetá, Alexandre Barbosa, João Luiz, Raigna Armond, Vitor Monken, Virgínia Cairo, Plínio Borges, Filomeno Aguiar, Hudson

Miranda, Arthur Patrocínio, Renan Cunha, pela ajuda em vários momentos e pela ótima convivência.

À Universidade Federal de Minas Gerais, especialmente aos servidores e professores do Departamento de Física, que têm me acolhido há pelo menos seis anos.

Aos professores do Programa de Pós-Graduação em Inovação Tecnológica e Biofarmacêutica, Raoni Barros Bagno, Márcia Siqueira Rapini, e Rubén Dario Sinisterra, e ao professor Jonathan Freitas, agradeço por participarem ativamente do meu processo de crescimento como pesquisadora.

À Coordenadoria de Transferência e Inovação Tecnológica, pela parceria e prontidão em atender às minhas solicitações.

Às queridas amigas Juliana Crepalde, Mariana Santos e Raissa de Luca. Vocês foram fundamentais na caminhada de construção desta tese.

Aos amigos Matheus Pontelo, Mônica Jinzenji, Douglas Miquita, Eugênio Diniz e Rita Lages, pelas contribuições técnicas e pelos momentos de descontração, muito necessários.

À querida comadre-irmã Marcella Godoy Rocha pela linda e incondicional amizade.

*“New truths become evident when new tools become available”*  
*(Rosalyn Yalow)*

## Resumo

Instrumentação científica refere-se a dispositivos e aparatos utilizados pelos cientistas para a investigação da natureza. A capacidade de desenvolver e produzir instrumentos dá soberania a um país, pois permite que ele crie sua própria agenda científica, com significativas implicações no desenvolvimento tecnológico, possibilitando agregar valor a produtos e/ou processos. No caso do Brasil, a alta dependência externa em instrumentação científica torna a ciência mais vulnerável a fatores como câmbio e políticas de incentivo à CT&I, o que é particularmente crítico no caso das nanotecnologias, identificadas como pertencentes a uma das áreas responsáveis pelo próximo ciclo de crescimento econômico. O objetivo desta tese é identificar fatores influenciadores na trajetória de criação, difusão e comercialização de instrumentos científicos da nanotecnologia e gerar aprendizados para o desenvolvimento do nanoespectrômetro baseado em TERS (sigla em inglês para *tip-enhanced Raman spectroscopy*, ou espectroscopia Raman aumentada por sonda), um instrumento científico da nanotecnologia que ainda está predominantemente no contexto da pesquisa fundamental, com relevante participação do Brasil. A pergunta que se quer responder com este trabalho é: quais são os fatores (principalmente técnicos e institucionais) mediadores ou influenciadores na trajetória de uma tecnologia de instrumentação científica de ponta em nanotecnologia? Para tanto, foi proposta e implementada uma abordagem adaptada de *technology roadmapping* (TRM) retrospectivo, histórico, de dois instrumentos científicos da nanotecnologia já consolidados – o microscópio eletrônico (ME) e o microscópio de varredura por sonda (SPM, na sigla em inglês para *scanning probe microscopy*), também aplicada à trajetória recente do TERS. A evolução das publicações na base Scopus foi proposta como indicador de demanda dos instrumentos e para localizar as fases de emergência. Foram propostos os *roadmaps* retrospectivos para as três técnicas, e localizados seus principais elementos (camadas, fases e transições). A análise qualitativa dos eventos históricos provou-se útil para elucidar os fatores influenciadores nas trajetórias de desenvolvimento, principalmente nas fases iniciais da emergência em instrumentação, quando o número de publicações ainda é relativamente baixo. Os resultados sugerem que os fatores técnicos influenciadores mais significativos são: (a) aperfeiçoamentos no instrumento, por meio de variação de componentes para a melhoria dos resultados das medidas experimentais; (b) utilização do instrumento em novas aplicações e, na mesma intensidade, desenvolvimento de produtos que viabilizem tais aplicações. Quanto aos fatores institucionais, a análise identificou a participação dos atores da tríplice hélice, com destaque para a academia, que desenvolve instrumentação científica motivada, principalmente, a responder seus questionamentos de pesquisa. As análises sugerem que a microscopia eletrônica ainda está em crescimento e o SPM já atingiu sua maturidade. O TERS parece estar iniciando a fase de crescimento, com a expansão de suas aplicações, mas há uma lacuna na disponibilidade de instrumentos comerciais para viabilizar essas aplicações no mercado e alimentar a dinâmica entre as fases de emergência que levará à difusão da técnica e à expansão da comunidade de usuários. A principal motivação desta tese é dar luz à provável trajetória futura do TERS e, com isto, auxiliar as recentes iniciativas empreendedoras de um laboratório brasileiro com excelência científica e reconhecimento mundial nesta técnica.

**Palavras-chave:** desenvolvimento de instrumentação científica, espectroscopia Raman aumentada por sonda, mapeamento de rotas tecnológicas retrospectivo, nanotecnologia.

## Abstract

Scientific instrumentation refers to devices used by scientists for the investigation of nature. The ability to develop and produce instruments gives a country sovereignty, as it allows it to create its own scientific agenda, with significant implications for technological development, making it possible to add value to products and / or processes. In the case of Brazil, the high external dependence on scientific instrumentation makes science more vulnerable to factors such as exchange rates and policies to encourage ST&I, which is particularly critical in the case of nanotechnologies, identified as belonging to one of the areas responsible for the next cycle of economic growth. The objective of this thesis is to identify influencing factors in the trajectory of creation, diffusion and commercialization of scientific nanotechnology instruments and to generate learning for the development of the nanoespectrometer based on TERS (tip-enhanced Raman spectroscopy), a scientific instrument of nanotechnology that is still predominantly in the context of fundamental research, with relevant participation from Brazil. The question that we want to answer with this work is: what are the factors (mainly technical and institutional) that mediate or influence the trajectory of a cutting-edge scientific instrumentation technology in nanotechnology? To this end, an adapted, retrospective, historical technology roadmapping (TRM) approach was proposed and implemented for two already consolidated scientific instruments of nanotechnology – the electron microscope (EM) and the scanning probe microscope (SPM), also applied to the recent trajectory of TERS. The evolution of publications in the Scopus database was proposed as an indicator of demand for the instruments and to locate the emergency phases. Retrospective roadmaps for the three techniques were proposed, and their main elements (layers, phases and transitions) were located. The qualitative analysis of historical events proved to be useful to elucidate the influencing factors in the development trajectories, especially in the initial phases of the instrumentation emergency, when the number of publications is still relatively low. The results suggest that the most significant influencing technical factors are: (a) perfecting of the instrument, by varying components to improve the results of experimental measurements; (b) use of the instrument in new applications and, at the same intensity, development of products that make such applications feasible. As for institutional factors, the analysis identified the participation of the actors of the triple helix, with emphasis on the academy, which develops scientific instrumentation motivated, mainly, to answer their research questions. The analyzes suggest that electron microscopy is still growing, and the SPM has reached its maturity. TERS seems to be starting the growth phase, with the expansion of its applications, but there is a gap in the availability of commercial instruments to make these applications viable in the market and to feed the dynamics between the emergency phases that will lead to the diffusion of the technique and expanding the user community. The main motivation of this thesis is to shed light on the likely future trajectory of TERS and, with this, to assist the recent entrepreneurial initiatives of a Brazilian laboratory with scientific excellence and worldwide recognition in this technique.

**Keywords:** scientific instrumentation development, tip-enhanced Raman spectroscopy, retrospective technology roadmapping, nanotechnology.

## Lista de Quadros

Quadro 1 - As cinco ondas longas de Kondratieff e suas características.....	31
Quadro 2 - Seleção de instituições que desenvolvem instrumentação científica de ponta no Brasil e exemplo de instrumento .....	63
Quadro 3 - Marcos de desenvolvimento da tecnologia TERS no LabNS (até fevereiro/2021) .....	68
Quadro 4 - Ativos de propriedade industrial relacionados a TERS, de autoria do LabNS: número, título, número oficial (pedido/registo/patente), data de depósito, e titulares .....	73
Quadro 5 - Detalhamento das categorias utilizadas por elemento de análise .....	114
Quadro 6 - Rol de categorias para "produto" segundo a lógica STAM.....	115
Quadro 7 - Rol de categorias para "produto" segundo a lógica SID .....	115
Quadro 8 - Termos de busca e ano da primeira publicação na base Scopus para quatro técnicas de instrumentação científica .....	125
Quadro 9 - Percentual de mercado para cada técnica com base no total de publicações Scopus até 2019 e posição do Brasil em % e na ordem de publicações; última coluna, dado atualizado para TERS até 19/11/2020 .....	170
Quadro 10 - Composição percentual das 6 principais áreas a utilizarem o termo "electron microsc*" na base Scopus para duas faixas temporais .....	227

## Lista de Figuras

Figura 1 - Especificidade físico-química versus resolução espacial para diferentes técnicas microscópicas.....	28
Figura 2 - Esquema geral da tese .....	34
Figura 3 - (a) Foto de um modelo comercial de MEV (FEG-MEV Sigma VP, Carl Zeiss) e (b) imagem de nanocones e nanodiscos de carbono (barra de escala 200 nm, canto inferior esquerdo na imagem).....	54
Figura 4 - (a) AFM comercial Park; (b) imagem de AFM de um floco de nitreto de boro (BN) evidenciando as regiões de camada única (mono-layer MN) e poucas camadas (few-layers FL) obtidas por AFM (as cores são introduzidas para melhor visualização da topografia).....	56
Figura 5 - Balança comercial brasileira para (a) microscópios eletrônicos, período 2000-2017; (b) espectrofotômetros, período 2002-2017; e (c) lasers, exceto diodos laser, período 1997-2017.....	65
Figura 6 - Histórico de financiamentos e parcerias na trajetória do TERS no LabNS .....	72
Figura 7 - (a) Diagrama simplificado dos elementos principais de um sistema para TERS com destaque para a posição da sonda metálica; (b) imagem MEV da sonda PTPP.....	76
Figura 8 - (a) Sistema TERS em operação no LabNS; (b) espectro Raman de floco de grafeno sem sonda (tip up, linha preta) e TERS (com sonda, tip down, linha azul); no inset, detalhes do espectro Raman sem a sonda; (c) imagem hiperespectral da banda D obtida por Raman convencional, tip up; (d) TERS de (c). .....	77
Figura 9 - Arquitetura geral do roadmap .....	86
Figura 10 - Abstração do espectro de assuntos e níveis de detalhe que podem ser cobertos por um roadmap .....	87
Figura 11 - Roadmap genérico mostrando como as pesquisas fundamental e aplicada apoiarão a plataforma de produtos para mercados específicos .....	88
Figura 12 - Exemplos de formatos de mapas de rotas tecnológicas.....	90
Figura 13 - Esquema geral do roadmap para planejamento de produtos (T-Plan): como a tecnologia pode ser alinhada aos desenvolvimentos de produto e serviços, à estratégia do negócio e às oportunidades de mercado .....	92
Figura 14 - Roadmap genérico para a necessidades de pesquisa para a indústria do alumínio nos Estados Unidos, nos anos 1990 .....	93
Figura 15 - Fases e transições da emergência industrial intensiva em tecnologia .....	96
Figura 16 - Mapa de emergência para a indústria de diamante sintético .....	101
Figura 17 - Ferramentas metodológicas utilizadas nas etapas da pesquisa.....	107
Figura 18 - Etapas e ferramentas metodológicas para o estudo histórico.....	113
Figura 19 - Evolução do número de publicações em quatro técnicas de instrumentação ....	126
Figura 20 - Distribuição de documentos para ME. Base Scopus: (a) número de documentos acumulado e por ano (inset) (1932 a 2019); (b) distribuição por país (1932 a 2005). Base qualificada: (c) número de eventos acumulado e por ano (inset); (d) distribuição por país (1897-2005); setas vermelhas e linha tracejada indicam mudanças de comportamento ....	127
Figura 21 - Distribuição das categorias STAM para ME; (a) mapa de ocorrência (diâmetro da esfera proporcional ao número de eventos); (b) relevância % com o tempo e frequência total das categorias (inset); setas vermelhas, inflexões Scopus; setas amarelas, inflexões STAM .....	129
Figura 22 - Distribuição de frequências das categorias lógica SID por evento para a ME ...	131
Figura 23 - Relevância % das categorias SID de resultado ao longo do tempo para a ME; setas vermelhas, inflexões Scopus; setas verdes, inflexões SID .....	132
Figura 24 - Participação percentual das instituições na base qualificada da história da ME	133
Figura 25 - Participação institucional na história da microscopia eletrônica. (a) mapa de ocorrência e participação percentual desagregada (inset); (b) distribuição categorias STAM por instituição; (c) distribuição categorias SID por instituição .....	134
Figura 26 - Roadmap retrospectivo quantitativo para a Microscopia Eletrônica .....	136



Figura 27 - Roadmap retrospectivo qualitativo para a Microscopia Eletrônica .....	137
Figura 28 – Distribuição de documentos para STM. Base Scopus: (a) número de documentos acumulado e por ano (inset) (1982 a 2019); (b) distribuição por país (1982 a 2012). Base qualificada: (c) número de eventos acumulado e por ano (inset); (d) distribuição por país (1968-2012); inflexões indicadas por setas vermelhas.....	140
Figura 29 - Distribuição das categorias STAM para SPM: (a) mapa de ocorrência (diâmetro da esfera proporcional ao número de eventos); (b) relevância % com o tempo e frequência total das categorias (inset); setas vermelhas, inflexões Scopus; setas amarelas, inflexões STAM .....	142
Figura 30 - Distribuição de frequências das categorias lógica SID por evento para o SPM.	143
Figura 31 - Relevância % de 10 categorias SID de resultado ao longo do tempo para o SPM; setas vermelhas, inflexões Scopus; setas verdes, inflexões SID .....	144
Figura 32 - Participação percentual das instituições na base qualificada da história do SPM .....	145
Figura 33 - Participação institucional na história do SPM. (a) mapa de ocorrência e participação percentual desagregada (inset); (b) distribuição categorias STAM por instituição; (c) distribuição categorias SID por instituição .....	146
Figura 34 - Roadmap retrospectivo quantitativo para o SPM .....	148
Figura 35 - Roadmap retrospectivo qualitativo para o SPM.....	149
Figura 36 - Distribuição de documentos para TERS. Base Scopus: (a) número de documentos acumulado e por ano (inset) e (b) distribuição por país (1994 a 2019). Base qualificada: (c) número de eventos acumulado e por ano (inset) e(d) distribuição por país (1972-2019); mudanças no comportamento indicadas pelas setas vermelhas e linha tracejada. Em (c) em vermelho, documentos originários do portfólio do especialista.....	153
Figura 37 - Distribuição das categorias STAM para TERS: (a) mapa de ocorrência (diâmetro da esfera proporcional ao número de eventos); (b) relevância % com o tempo e frequência total das categorias (inset) .....	154
Figura 38 - Distribuição de frequências das categorias lógica SID por evento para o TERS .....	156
Figura 39 - Relevância % das categorias SID de resultado ao longo do tempo para o TERS; período após 1990; setas vermelhas indicam inflexões identificadas.....	157
Figura 40 - Participação percentual das instituições na base qualificada do TERS .....	159
Figura 41 - Participação institucional na história do TERS; (a) mapa de ocorrência e participação percentual desagregada (inset); (b) distribuição categorias STAM por instituição; (c) distribuição categorias SID por instituição .....	160
Figura 42 - Roadmap retrospectivo quantitativo para o TERS .....	162
Figura 43 - Roadmap retrospectivo qualitativo para o TERS.....	163
Figura 44 - Evolução (a) das publicações e (b) dos documentos de patente na base Scopus nas três técnicas estudadas; (c) publicações em SPM; (d) documentos de patente em SPM; (e) publicações em TERS; (f) documentos de patentes em TERS; (g) proporção de documentos de patente em relação ao total (publicações + patentes); (h) localização proposta para as técnicas na trajetória de emergência em instrumentação científica .....	168
Figura 45 - Comparação da distribuição percentual das categorias SID de resultado para ME, SPM e TERS .....	175
Figura 46 - Relevância institucional percentual ao longo do tempo; (a) ME, (b) SPM, (c) TERS; base qualificada .....	177
Figura 47 - Roadmap síntese dos achados do estudo de dois casos de emergência em instrumentação científica em nanotecnologia .....	180
Figura 48 - (a) Evolução no número de artigos TERS produzidos pelo LabNS (acumulado); no inset, o número absoluto; (b) participação percentual de países coautores nas publicações.....	186
Figura 49 - Evolução % das categorias (a) STAM e (b) SID de resultado para os artigos TERS do LabNS; insets: participação absoluta .....	188

Figura 50 - Participação institucional na história do TERS no LabNS; (a) mapa de ocorrência e participação percentual (inset); (b) distribuição categorias STAM por instituição ou arranjo institucional; (c) distribuição categorias SID por instituição ou arranjo institucional .....	189
Figura 51 - Distribuição percentual de itens importados: (a) aprovados em projetos FINEP entre 2007 e 2016; e (b) importados por projetos FUNDEP entre 2010 e 2017. ....	213
Figura 52 - Total importado (em US\$ 1 milhão) de (a) microscópios eletrônicos (NCM: 9012.10.10) e (b) espectrofotômetros (NCM: 9027.3020) pelo Brasil (vermelho) e pelo CNPq (verde), período: 2004-2015. ....	215
Figura 53 - Total importado (em US\$ 1 milhão) de (a) lasers exceto diodos laser (NCM: 9013.20.00) e (b) espectrômetros de massa (NCM: 9027.80.20) pelo Brasil (vermelho) e pelo CNPq (verde), período: 2004-2015. ....	216
Figura 54 - Total importado (em US\$ 1 milhão) de espectrômetros e espectrógrafos de raios X (NCM: 9022.19.10) pelo Brasil (vermelho) e pelo CNPq (verde), período: 2004-2015. ....	216
Figura 55 - Relação entre categorias STAM e SID para (a) ME, (b) SPM, (c) TERS. O eixo y indica a participação percentual total da categoria SID. ....	224
Figura 56 - Composição das publicações em microscopia eletrônica na base Scopus (1960-2019); EM "electron microsc*"; SEM "scanning electron microsc*"; TEM "transmission electron microsc*"; STEM "scanning transmission electron microsc*" .....	226
Figura 57 - Publicações em microscopia eletrônica na base Scopus utilizando quatro estratégias de busca.....	228
Figura 58 - Número de publicações Scopus por ano em AFM e STM (barra vermelha) e AFM, STM e outras técnicas derivadas da família SPM (barra verde) (1982 a 2019) .....	230
Figura 59 - Comparação das publicações Scopus em AFM e STM combinadas e separadas (1982 a 2019) .....	230
Figura 60 - Evolução no número de documentos em Raman, SPM, plasmônica, SERS, NFO e TERS; (a) período de um século em escala logarítmica; (b) período de 1970-2020, escala linear, até o maior valor observado para SERS. O inset mostra a razão entre o número de documentos TERS / SERS .....	232

## **Lista de Siglas e Abreviaturas**

AFM – *Atomic Force Microscopy / Microscope*

CDTN – Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear

CBPF – Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas

CERN – *Conseil Européen pour la Recherche Nucléaire / European Laboratory for Particle Physics*

CNIPA – *China National Intellectual Property Administration*

CNPq – Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico

CODEMGE – Companhia de Desenvolvimento de Minas Gerais

COPPE/UFRJ – Instituto Alberto Luiz Coimbra de Pós-Graduação e Pesquisa de Engenharia da Universidade Federal do Rio de Janeiro

CTIT – Coordenadoria de Transferência e Inovação Tecnológica

EMBRAPA – Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária

EMBRAPPII – Empresa Brasileira de Pesquisa e Inovação Industrial

EPO – *European Patent Office*

FabNS – Fábrica de Nanosoluções

FAPEMIG – Fundação de Amparo à Pesquisa de Minas Gerais

FAPESP – Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo

FINEP – Financiadora de Estudos e Projetos

FUNDEP – Fundação de Desenvolvimento da Pesquisa

IBM – *International Business Machines Corporation*

INFN – *Istituto Nazionale di Fisica Nucleare*

INMETRO – Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia

INPE – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais

INPI – Instituto Nacional da Propriedade Industrial

IR – *Infrared spectroscopy*

JPO – *Japanese Patent Office*

LabNS – Laboratório de Nanoespectroscopia

LNA – Laboratório Nacional de Astrofísica

MCTIC – Ministério de Ciência, Tecnologia, Inovações e Comunicações

ME – Microscopia Eletrônica

MIT – *Massachusetts Institute of Technology*

NCM – Nomenclatura Comum do Mercosul

NSOM – *Near-field scanning optical microscopy*

SEM – *Scanning Electron Microscopy / Microscope*

SPM – *Scanning Probe Microscopy*

STEM – *Scanning Transmission Electron Microscopy / Microscope*

STM – *Scanning Tunneling Microscopy*

TEM – *Transmission Electron Microscopy / Microscope*

TERS – *Tip-enhanced Raman Spectroscopy*

TRL – *Technology Readiness Level*

TRM – *Technology Roadmapping*

UENF – *Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro*

UFC – *Universidade Federal do Ceará*

UFJF – *Universidade Federal de Juiz de Fora*

UFMG – *Universidade Federal de Minas Gerais*

USPTO – *United States Patent and Trademark Office*

WIPO – *World Intellectual Property Organization*

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	23
<b>1.1 Justificativa e Contextualização</b> .....	28
<b>1.2 Objetivos</b> .....	32
<b>1.3 Estrutura da tese</b> .....	33
<b>2 INSTRUMENTAÇÃO CIENTÍFICA: DEFINIÇÃO E IMPACTOS</b> .....	35
<b>2.1 Definição de instrumentação científica e relação com o desenvolvimento científico e tecnológico</b> .....	35
<b>2.2 A ciência e a tecnologia</b> .....	39
<b>2.3 Instrumentação científica e desenvolvimento econômico e social</b> .....	44
<b>2.4 Inovação e instrumentação científica</b> .....	49
<b>2.5 Instrumentação científica em nanotecnologia</b> .....	52
<b>3 INSTRUMENTAÇÃO CIENTÍFICA NO BRASIL E O LABORATÓRIO DE NANOESPECTROSCOPIA - LABNS</b> .....	58
<b>3.1 Instrumentação científica no Brasil: histórico e ações</b> .....	58
<b>3.2 A demanda por instrumentação científica no Brasil</b> .....	64
<b>3.3 O Laboratório de Nanoespectroscopia da UFMG e o TERS</b> .....	67
<b>4 TECHNOLOGY ROADMAPPING</b> .....	79
<b>4.1 Definição, características e usos</b> .....	79
<b>4.2 Histórico do Método</b> .....	82
<b>4.3 Estrutura do mapa e como fazer</b> .....	85
<b>4.4 Exemplo de aplicação bem sucedida</b> .....	92
<b>4.5 Abordagem Retrospectiva</b> .....	94
<b>4.5.1 Exemplo de aplicação do TRM retrospectivo ao caso do diamante sintético</b> .....	100
<b>5 METODOLOGIA</b> .....	106
<b>5.1 A Base Scopus</b> .....	108
<b>5.2 Estrutura de Eventos</b> .....	110
<b>5.3 Detalhamento da abordagem de análise de pós-evento (histórico)</b> .....	112
<b>5.3.1 Microscopia Eletrônica</b> .....	117
<b>5.3.2 Microscopia de Varredura por Sonda</b> .....	118
<b>5.3.3 Tip-Enhanced Raman Spectroscopy</b> .....	119
<b>5.4 Metodologia para análise dos dados</b> .....	122
<b>6 CONSOLIDAÇÃO DOS RESULTADOS</b> .....	125
<b>6.1 Microscopia Eletrônica – TRM retrospectivo</b> .....	126
<b>6.2 Microscopia de Varredura por Sonda – TRM retrospectivo</b> .....	139
<b>6.3 Tip-Enhanced Raman Spectroscopy – história recente</b> .....	152

<b>7 ANÁLISE DOS RESULTADOS E REFLEXÕES PARA O TERS</b> .....	166
<b>7.1 Análise entre-casos</b> .....	166
<b>7.1.1 Publicações Scopus: evolução, composição e distribuição geográfica</b> .....	166
<b>7.1.2 Categorias STAM e SID</b> .....	172
<b>7.1.3 Atores</b> .....	176
<b>7.2 Mapa-síntese</b> .....	178
<b>7.3 Reflexões para o TERS</b> .....	181
<b>7.4 A posição do LabNS na trajetória do TERS</b> .....	184
<b>8 CONSIDERAÇÕES FINAIS</b> .....	191
<b>BIBLIOGRAFIA</b> .....	197
<b>APÊNDICE A – Dados de importação de equipamentos por agências de fomento brasileiras</b> .....	212
<b>APÊNDICE B – Questionário online aplicado aos participantes da Conferência Internacional TERS VII</b> .....	218
<b>APÊNDICE C – Resumo das respostas do questionário online aplicado aos participantes da Conferência Internacional TERS VII (Apêndice B)</b> .....	220
<b>APÊNDICE D – Relação entre categorias STAM e SID para as três técnicas estudadas</b> .....	224
<b>APÊNDICE E – Composição das publicações Scopus em microscopia eletrônica</b> .....	226
<b>APÊNDICE F – Composição das publicações Scopus em SPM</b> .....	229
<b>APÊNDICE G – Análise sobre as técnicas influenciadoras no desenvolvimento do TERS</b> .....	231
<b>ANEXO I – Lista de eventos da história da ME</b> .....	234
<b>ANEXO II – Lista de eventos da história do SPM</b> .....	264

## 1 INTRODUÇÃO

*“By the end of the seventeenth century, science without instruments had become inconceivable.*

*...It was now a commonplace that instruments had an essential place in the study of nature.”*

*(Albert Van Helden)*

O objetivo desta tese é identificar fatores influenciadores na trajetória de criação, difusão e comercialização de instrumentos científicos da nanotecnologia, por meio da proposição e implementação de uma abordagem adaptada de *technology roadmapping* (TRM) retrospectivo, histórico, de dois instrumentos científicos da nanotecnologia já consolidados – o microscópio eletrônico (ME) e o microscópio de varredura por sonda (SPM, na sigla em inglês para *scanning probe microscopy*) – e gerar aprendizados para o desenvolvimento do nanoespectrômetro baseado em TERS (sigla em inglês para *tip-enhanced Raman spectroscopy*, ou espectroscopia Raman aumentada por sonda), um instrumento científico da nanotecnologia que ainda está predominantemente no contexto da pesquisa fundamental. Com isso, espera-se revelar aprendizados para auxiliar no esforço de um laboratório de pesquisa brasileiro, o Laboratório de Nanoespectroscopia – LabNS da UFMG, que tem desenvolvido pesquisa e instrumentação em TERS por quase quinze anos e recentemente criou a spin-off FabNS, a Fábrica de Nanosoluções, que tem por objetivo a comercialização de sistemas TERS desenvolvidos nacionalmente.

Instrumentação científica refere-se a dispositivos e aparatos utilizados para a investigação da natureza, de forma quantitativa ou qualitativa (VAN HELDEN, 1983, p. 48). O desenvolvimento de novos instrumentos científicos permite um avanço da ciência, com transbordamentos para outras disciplinas e para a esfera industrial (ROSENBERG, 1992). A capacidade de desenvolver novos instrumentos científicos dá soberania científica a um país, e contribui na geração de novos conhecimentos, tecnologias e na capacitação de recursos humanos (CHAVES et al., 2007). Neste contexto, o assunto desta tese está em consonância com as discussões sobre o conceito e a dinâmica da inovação (SZAPIRO; MATTOS; CASSIOLATO, 2017) e sua relação com o processo de crescimento industrial e econômico, resultante das relações envolvendo diferentes formas de conhecimento, e das interações entre

múltiplos agentes, e instituições, contemplados nas abordagens sobre Sistemas Nacionais de Inovação (BITTENCOURT; CÁRIA, 2017).

A qualidade da instrumentação é determinante para o país que quer fazer ciência de fronteira (STINE; GOOD, 1986). A aquisição de instrumentos científicos no estado da arte permite que o país possa reproduzir a ciência em nível global. Entretanto, o desenvolvimento local de novos instrumentos científicos tem papel mais estruturante, pois permite que o país não só emule a ciência feita globalmente, mas crie a sua própria agenda científica e tecnológica (CHAVES et al., 2007). Um novo instrumento científico, como aqui tratado, é aquele capaz de gerar um novo campo de conhecimento ou pesquisa.

Este tema tem sido tratado no Brasil, predominantemente, em esforços de reprodução de instrumentação já existente. Esta tese resgata o tema da instrumentação e a necessidade de se buscar caminhos para que ele, efetivamente, esteja na agenda do desenvolvimento científico, tecnológico e de inovação brasileiro.

A disponibilidade de instrumentação científica para o estudo e manipulação da matéria na escala nanométrica está na base da nanotecnologia, impactando transversalmente na ciência experimental atual. A nanotecnologia diz respeito ao entendimento e controle da matéria e dos processos na nanoescala – tipicamente abaixo de 100 nanômetros<sup>1</sup> em uma ou mais dimensões – e da criação de melhores materiais, dispositivos e sistemas que exploram as novas propriedades que surgem nessa escala<sup>2</sup>. Ademais, o desenvolvimento de novos instrumentos científicos que avançam ordens de grandeza na observação da natureza é crítico para o progresso da ciência e da tecnologia. Como exemplos, pode-se citar o microscópio eletrônico (RUSKA, 1986) e o microscópio de varredura por tunelamento (STM, do inglês *scanning tunneling microscope*) (BINNIG et al., 1982).

Vários aspectos técnicos e sociais parecem influenciar a história de desenvolvimento de instrumentos científicos, desde sua concepção até sua difusão comercial. Dentre eles: políticas públicas, infraestrutura científica e colaborações institucionais (MODY, 2006). Tais aspectos devem ser combinados de forma efetiva para que uma tecnologia

---

<sup>1</sup> 1 nanômetro (nm) = 10<sup>-9</sup> metros (m)

<sup>2</sup> Escopo do grupo de trabalho ISO/TC 229. Disponível em: <https://www.iso.org/committee/381983.html>; data de acesso: 28 dez. 2018.



de ponta em instrumentação científica se consolide. Uma vez que defende-se que a nanotecnologia está na base do próximo ciclo econômico (GRAGLIA, 2018; MARTIN; DAIM, 2008; WONGLIMPIYARAT, 2005), questiona-se como estruturar e fomentar localmente instrumentação científica em nanotecnologias.

Dentre as metodologias gerenciais aplicadas à inovação, o *Technology Roadmapping* – TRM se destaca como uma forma de analisar a combinação de vários elementos influenciadores nas trajetórias de tecnologias, produtos e mercados, podendo ser aplicada a vários níveis de análise. O TRM é um método flexível, utilizado principalmente na esfera empresarial, para apoiar o planejamento estratégico de longo prazo (PHAAL; FARRUKH; PROBERT, 2004a), que adota a abordagem gráfica para explorar e comunicar as relações entre mercados em evolução, produtos e tecnologias ao longo do tempo (DE OLIVEIRA et al., 2012). Geralmente, o *roadmapping* envolve a participação de pessoas de diferentes níveis na organização e até de diferentes instituições, como por exemplo, especialistas externos, representantes de clientes e fornecedores. O método pode ser aplicado em uma variedade de contextos, podendo ser utilizado para planejamentos em nível setorial e governamental (PHAAL; FARRUKH; PROBERT, 2007).

Em seu uso tradicional, o TRM considera camadas ao longo do tempo, com foco no futuro, e os intervalos de tempo são, tradicionalmente: presente, futuro próximo e futuro distante. Nas aplicações tradicionais do TRM para orientação estratégica, o objetivo é a identificação e exploração inicial de oportunidades, para reunir recursos e construir um portfólio em particular, como o pioneiro caso da empresa *Motorola* (WILLYARD; MCCLEES, 1987). O *roadmap* para o grafeno e materiais relacionados, da *European Graphene Flagship* (FERRARI et al., 2015), objetivou guiar a comunidade no desenvolvimento de produtos baseados nesses materiais até o ano de 2024. O governo japonês usa sistematicamente o TRM para definir áreas de interesse industrial e direcionar o fomento a P&D (YASUNAGA; WATANABE; KORENAGA, 2009).

Uma inovação mais recente, e ainda incipiente, no uso do TRM é sua aplicação para captar eventos históricos relevantes em emergência industrial de forma retrospectiva (PHAAL et al., 2011; ROUTLEY et al., 2011). Nesta abordagem, a linha do tempo é

estendida ao passado, vindo até o presente, e a análise histórica pode ser usada como base para decisões prospectivas.

A literatura em *roadmapping* ainda está evoluindo para refinar as aplicações práticas da ferramenta e novas abordagens tendem a surgir, especialmente devido às especificidades tecnológicas, setoriais e organizacionais (FREITAS et al., 2019).

No caso de adventos tecnológicos de ponta, vários fatores (políticos, sociais, institucionais, técnicos etc.) se combinam e se complementam ao longo de grandes intervalos de tempo, até que haja a adoção social de um produto ou tecnologia (DOSI, 2006; SUAREZ, 2004; UTTERBACK, 1996). A literatura clássica que relaciona a mudança técnica à evolução dos sistemas econômicos dá foco no papel da inovação tecnológica nos saltos de produtividade, abordando também a organização industrial e os setores em que atuam as empresas dos ditos paradigmas tecnológicos (DOSI, 1982) ou tecno-econômicos (PEREZ, 2009) e a difusão das tecnologias (ROSENBERG, 1972). Nessa linha, há contribuições empíricas sobre o padrão setorial de inovação, que analisam a emergência e difusão de paradigmas tecnológicos e trajetórias em regimes setoriais distintos (PAVITT, 1984). Tais trabalhos clássicos utilizam a “lente” da Economia, com autores representativos da corrente dita neo-Schumpeteriana, e o nível de análise é macro. No caso desta tese, embora esta literatura seja tangenciada e mencionada quando pertinente, opta-se por um nível de análise na tecnologia, com viés dos aspectos sociotécnicos que influenciam sua trajetória.

Uma adaptação de uma abordagem de TRM que considere mais profundamente os aspectos de trajetória tecnológica passada parece ser promissora para compreender mais amplamente o advento tecnológico em instrumentação científica de ponta, com suas características particulares.

Esta tese propõe uma reinterpretação ou adaptação metodológica do TRM em sua abordagem retrospectiva, e a construção dos *roadmaps* para identificar grandes fatores determinantes das trajetórias de evolução de duas tecnologias de instrumentação científica em nanotecnologia (ME e SPM). Ou seja, identificar as camadas e os elementos centrais dos *roadmaps* retrospectivos que se destacaram na análise das trajetórias mapeadas de duas tecnologias consolidadas, e fazer uma interpretação e análise de como poderiam ser consideradas para o desenvolvimento

de uma nova tecnologia. A pergunta que se quer responder com este trabalho é: quais são os fatores (principalmente técnicos e institucionais) mediadores ou influenciadores na trajetória de uma tecnologia de instrumentação científica de ponta em nanotecnologia? Com isso, pretende-se elucidar aspectos importantes a serem considerados na trajetória de uma nova tecnologia de instrumentação científica: o TERS, em que o Brasil tem se destacado, por meio do Laboratório de Nanoespectroscopia e parceiros. TERS é uma tecnologia que combina a espectroscopia Raman, de resolução micrométrica, à microscopia de varredura por sonda, resultando em uma técnica óptica de caracterização e manipulação da matéria em escala nanométrica.

A abordagem retrospectiva do TRM utilizada neste trabalho é significativamente diferente das já apontadas na literatura, principalmente na maneira de se coletar e analisar dados e construir o mapa (comparação de histórias passadas para inferir sobre o futuro). Apesar da extensão da linha do tempo para o passado parecer relativamente simples, a consideração de trajetórias passadas tem implicações significativas para contextos baseados em ciência intensiva. Ademais, o intervalo temporal abrange até um século, o que também não é típico da metodologia. E, ainda, para a organização dos dados e construção dos *roadmaps*, utiliza-se os conceitos de *Event Frame*, ou Estrutura de Eventos (HEISE; DURIG, 1997).

Poucos estudos tratam especificamente do desenvolvimento de instrumentação científica e, sim, da origem do termo e da importância histórica (TAUB, 2009; VAN HELDEN, 1983), da origem e difusão (ROSENBERG, 1992), do impacto (SHINN, 2001), da classificação (MARCOVICH; SHINN, 2017), do incentivo do setor (IRVINE, 1991), dos atores no processo de inovação (VON HIPPEL, 1988) dos instrumentos científicos. Entretanto, não há estudos que refletem sobre os fatores influenciadores ou mediadores no desenvolvimento de novos instrumentos científicos no contexto de desenvolvimento de ciência e tecnologia, da forma como o tema é tratado aqui.

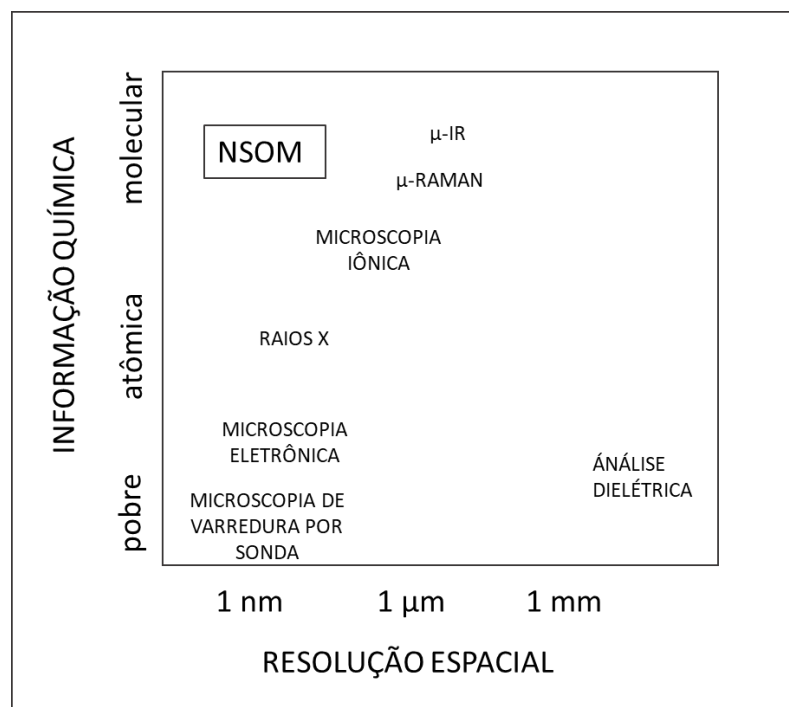
Com este trabalho, espera-se apontar caminhos para o desenvolvimento e difusão de uma tecnologia de instrumentação científica em nanotecnologia no Brasil – o TERS – para que o país possa tornar-se protagonista no novo ciclo macroeconômico que já se iniciou, com recomendações para programas e políticas de ciência, tecnologia e

inovação (CT&I). Espera-se, ainda, dar uma contribuição teórica na construção de conhecimento em TRM, ao se adaptar e aplicar a metodologia ao contexto específico.

### 1.1 Justificativa e Contextualização

A nano-óptica, ou microscopia óptica de campo próximo, é o campo de estudo da matéria em escala nanométrica com o uso da luz na região do visível. A nano-óptica diferencia-se de outras técnicas de instrumentação existentes pois combina a resolução espacial na escala nanométrica com a caracterização físico-química (NOVOTNY; HECHT, 2012), conforme se extrai da Figura 1.

Figura 1 - Especificidade físico-química versus resolução espacial para diferentes técnicas microscópicas



Fonte: adaptado de (NOVOTNY; STRANICK, 2006)

O TERS pertence à nano-óptica, ou microscopia óptica de campo próximo (NSOM, na sigla em inglês para *near-field scanning optical microscopy*) (STADLER; SCHMID; ZENOBI, 2012) e é uma técnica de instrumentação científica de fronteira, por levar a espectroscopia Raman, de resolução micrométrica (Figura 1) para a escala nanométrica (KUMAR et al., 2015; STADLER; SCHMID; ZENOBI, 2011). Ela

possibilita o estudo e manipulação da matéria com informação química em nível molecular. Por tratar-se de uma tecnologia nascente, o rol de aplicações do TERS ainda é difícil de ser delineado.

Apesar de o conceito físico por trás do TERS ser do início do século XX (SYNGE, 1928), instrumentos para produzir este efeito datam apenas do final do século XX, início do século XXI (ANDERSON, 2000; HAYAZAWA et al., 2000; STÖCKLE et al., 2000); assim, é considerada uma tecnologia complexa e ainda embrionária.

O Brasil tem expertise e tem desenvolvido instrumentação para TERS no estado da técnica: sistema de medição, componentes, sondas (VASCONCELOS et al., 2015, 2018), além de conhecimento teórico (MAXIMIANO et al., 2012), materiais de referência, e dispositivos para calibração dos chamados nanoscópios (ENGEL et al., 2018). Como consequência do desenvolvimento brasileiro nesse tipo de instrumentação de ponta e de alta tecnologia, o Brasil tem produzido também publicações de fronteira nesta área do conhecimento (ALENCAR; RABELO; VASCONCELOS, 2019; JORIO et al., 2019; MACIEL et al., 2008). Desde 2006 o grupo de nano-óptica da Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG tem concentrado esforços na construção de sistemas para realizar TERS, na otimização de sua operação, na fabricação de componentes e, mais recentemente, na criação de um protótipo comercial. Como resultado, o grupo possui nove tecnologias protegidas por propriedade industrial, em três cartas-patente concedidas pelo USPTO (escritório de patentes dos Estados Unidos), uma pelo CNIPA (China), duas pelo INPI, seis pedidos de patente nacionais, três internacionais (China e Europa). Após um histórico de projetos de pesquisa financiados principalmente por órgãos públicos tradicionais de fomento, o grupo agora trabalha para viabilizar a FabNS, uma spin-off fundada em março de 2020 (COSTA; SOUZA, 2019).

O Brasil tem investido em nanociência, principalmente desde que a nanotecnologia foi considerada como área prioritária e as primeiras políticas públicas direcionadas foram lançadas no início dos anos 2000 (PEIXOTO, 2015). Apesar dos esforços do MCTI em nanociência, e da grande produção acadêmica brasileira nesta área, ainda é reduzido o volume de projetos diretamente empregados na indústria (PEIXOTO,

2015)<sup>3</sup>. Ora, tendo implementado ações para o estímulo à nanociência, por meio da criação de políticas e programas que resultaram em apoio a instituições, fomento à infraestrutura e formação de recursos humanos (PLENTZ; FAZZIO, 2013), abre-se aqui uma janela de oportunidade para que o Brasil consolide os resultados já alcançados, em forma de produtos, processos e serviços, para se tornar um dos protagonistas nesta área portadora de futuro. Particularmente, investir em instrumentação científica para nanotecnologia, transversal a vários campos do conhecimento, representa ainda mais uma oportunidade de o país estar à frente no cenário nanotecnológico global e, ainda, aproveitar toda a sua capacidade instalada em nanociência para gerar produtos da nanotecnologia. A instrumentação científica é uma área que pode aumentar a interface entre a pesquisa fundamental e o setor industrial. Para o campo da Física, destaca-se o relatório do Centro de Gestão e Estudos Estratégicos (CGEE; SBF, 2012), que aponta, para a área de física da matéria condensada e materiais, o estímulo a editais para instrumentação científica com a participação de empresas como mecanismos possíveis da interação entre a comunidade de Física e o setor empresarial. Portanto, da perspectiva específica, este trabalho se justifica por analisar uma tecnologia de instrumentação científica emergente, com potencial para gerar novo campo de conhecimento, e em que o Brasil pode ter protagonismo, uma vez já instaladas capacidades para a nanociência e expertise em TERS.

Os esforços em instrumentação científica em áreas estratégicas também se justificam na perspectiva macroeconômica. As abordagens de ciclos econômicos pressupõem a associação de períodos de expansão econômica e crises. Cunhados por Schumpeter, os chamados ciclos de Kondratieff (GRAGLIA, 2018) seriam ondas longas, de cinquenta ou sessenta anos, em média, causadas pelo surgimento de modificações técnicas, guerras, revoluções e assimilação de novos países dentro da economia mundial. Um fator comum às abordagens de ondas longas é que as inovações tecnológicas são fatores determinantes na criação de ciclos econômicos, responsáveis por mudanças estruturais na dinâmica das economias capitalistas. O

---

<sup>3</sup> Aponta-se que o apoio à inovação em nanotecnologia tem sido descontínuo. Barbosa et al (2018) fazem uma avaliação recente dos programas Subvenção Econômica à Inovação (SEI), da FINEP, financiamento não reembolsável à associação ICT-empresa (ICT-E), da FINEP, e do programa de Formação de Recursos Humanos em Áreas Estratégicas (RHAE), destinado a pesquisadores em empresas, do CNPQ, dedicados à nanotecnologia entre os anos de 2003 e 2016 (BARBOSA; BAGATTOLLI; INVERNIZZI, 2018).

aparecimento de um novo paradigma tecnológico, ou conjunto de inovações com trajetórias tecnológicas próprias, inicia um novo ciclo, ou uma nova onda. O Quadro 1 mostra uma síntese das características de cada uma das cinco ondas já identificadas.

Quadro 1 - As cinco ondas longas de Kondratieff e suas características

Onda	Nome popular	Características Tecnológicas	Período	País(es) protagonista(s)
Primeira	Revolução Industrial – primeira fase	Invenção da máquina a vapor; uso da energia hidráulica (indústria têxtil)	1780-1830	Grã-Bretanha
Segunda	Era do Vapor e das Ferrovias	Transporte e comunicação (sistema ferroviário, telégrafo, navio a vapor) descoberta de novos processos siderúrgicos	1830-1880	Grã-Bretanha (difusão para Europa e Estados Unidos)
Terceira	Era do Aço, da Eletricidade e da Engenharia Pesada	Desenvolvimento da eletricidade, motor a combustão interna, produtos químicos com base científica, primeiras tecnologias de comunicação (invenção do telefone, do rádio e difusão do telégrafo)	1880-1930	Estados Unidos e Alemanha (avançando e ultrapassando Grã-Bretanha)
Quarta	Era do Petróleo, do Automóvel e da produção em massa	Primeiro modelo T (Ford), desenvolvimento do primeiro computador, invenção do transistor, circuito impresso, microprocessador	1930-1970	Estados Unidos (primeiro com Alemanha disputando a liderança mundial) depois se espalhando para Europa
Quinta	Era da informação e da telecomunicação	Expansão da telefonia celular digital, redes digitais, crescimento da indústria de software, desenvolvimento de tecnologias de geolocalização, novas mídias sociais digitais	1970-2010	Estados Unidos (se espalhando para Europa e Ásia)

Fonte: elaboração própria com base em (ALBUQUERQUE, 2017; GRAGLIA, 2018; PEREZ, 2009)

Devido à aceleração do progresso científico, verificam-se ondas e ciclos de duração cada vez menor. Acredita-se que a sexta onda, prevista para atuar em um período aproximado entre 2010 e 2050, será impulsionada pelas tecnologias ambientais, biotecnologias, nanotecnologias e cuidados de saúde (GRAGLIA, 2018). Na sucessão das tecnologias centrais das ondas longas – mecanização da indústria têxtil; máquina a vapor, eletricidade e química; motor a combustão e eletrônica; tecnologias da

informação e comunicação – “há por trás, uma crescente complexidade das tecnologias, grosso modo, determinada por seu crescente conteúdo científico” (ALBUQUERQUE, 2017), muitas delas com seu nascedouro na pesquisa fundamental realizada nos países protagonistas.

Para que um país possa ter protagonismo na mudança tecnológica que ocasiona as ondas longas, é necessário que adquira a capacidade de gerar e melhorar tecnologias, em vez de somente utilizá-las (PEREZ; SOETE, 1988). E isto é ainda mais importante no caso de tecnologias complexas. Cada transição de ciclo abriria uma janela de oportunidade para que países menos desenvolvidos, com condições de adquirir capacidades tecnológicas da próxima onda, participem como líderes do próximo ciclo.

Em adição aos aspectos mencionados, um estudo mensurou o impacto econômico do investimento em instrumentação a partir da Matriz de Insumo-Produto do Brasil. Tendo como referência a criação de uma spin-off para a venda de equipamentos TERS para o mercado acadêmico (tendo como base um modelo de negócios para a FabNS), demonstra-se que mesmo com parte dos componentes importados, a produção e venda nacionais movimentam mais a economia que a importação do equipamento pronto. Ou seja, o investimento governamental em estruturas para criar instrumentação de alta tecnologia pode gerar efeitos positivos sobre a economia brasileira, reduzir o déficit da balança de pagamentos e reduzir a dependência tecnológica nacional, além de outras externalidades positivas (SESSA et al., 2020).

Portanto, inspirado em um caso prático, o do nanoespectrômetro, este trabalho chama a atenção para o tema do desenvolvimento de nova instrumentação científica em nanotecnologia, como uma janela de oportunidade, até mesmo uma necessidade, para o avanço científico, tecnológico e industrial do Brasil, ressaltando a relevância da soberania científica e tecnológica em uma área portadora de futuro e que está na base do ciclo econômico que se inicia.

## **1.2 Objetivos**

O objetivo geral deste trabalho é identificar os fatores influenciadores nas trajetórias tecnológicas de dois instrumentos científicos da nanotecnologia, por meio de abordagem adaptada de TRM retrospectivo, como base para inferir sobre os



influenciadores do avanço de uma nanotecnologia de instrumentação científica em estágio inicial, considerando também o contexto brasileiro.

São objetivos específicos:

OE1) Resgatar o tema da instrumentação científica como tratado pela literatura e no contexto da relação entre ciência e tecnologia, para buscar a definição da instrumentação adotada neste trabalho, sua importância para o desenvolvimento da ciência moderna e contextualizá-lo, apontando dados sobre o tema no Brasil;

OE2) Propor uma abordagem adaptada de TRM retrospectivo combinada a conceitos de Estrutura de Eventos para o caso particular do desenvolvimento de novos instrumentos científicos;

OE3) Aplicar a abordagem em OE2, para identificar os marcos históricos no surgimento e desenvolvimento de duas tecnologias de instrumentação científica aplicadas à nanotecnologia (microscopia eletrônica e microscopia de varredura por sonda), e inferir sobre os fatores influenciadores nessas trajetórias;

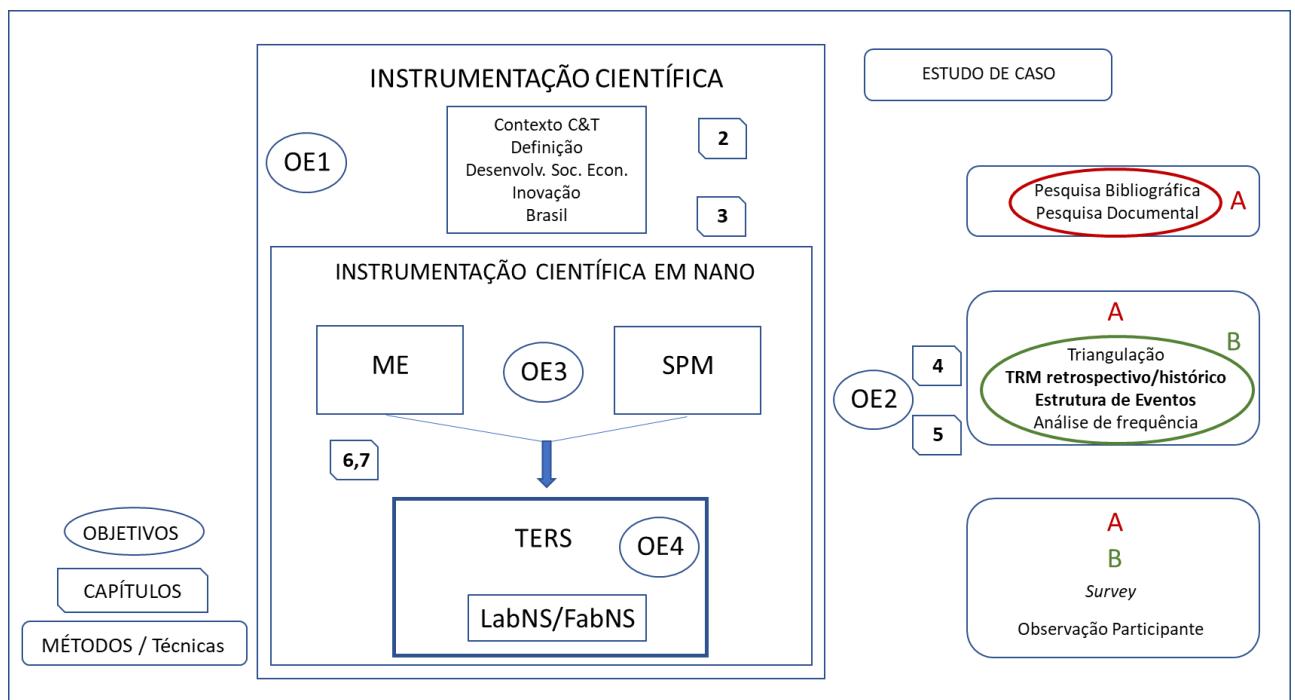
OE4) Utilizando a abordagem em OE2, descrever o desenvolvimento da tecnologia TERS no mundo e no Brasil até o presente e, com base nos achados de OE3, fazer recomendações para sua trajetória futura, e de como o país poderia se beneficiar deste desenvolvimento.

### **1.3 Estrutura da tese**

Esta tese compreende oito capítulos. Este Capítulo 1 apresentou a introdução, a justificativa e os objetivos do trabalho. O Capítulo 2 é um compêndio resumido do tema da instrumentação científica, conforme analisado por várias disciplinas. O Capítulo 3 traz dados selecionados de como este tema tem sido tratado no Brasil, com destaque para o histórico dos esforços do LabNS da UFMG no desenvolvimento de um TERS comercial, que motivou a escolha do tema desta tese. O Capítulo 4 resume a teoria da abordagem do *Technology Roadmapping*. O Capítulo 5 apresenta a metodologia utilizada para o trabalho. Adotou-se o estudo de caso histórico dos instrumentos, apoiado por pesquisa bibliográfica e documental, TRM retrospectivo apoiado em estrutura de eventos e os dados foram analisados por frequências de eventos e triangulação. Os resultados de um *survey* aplicado aos participantes da

conferência internacional em TERS em 2019 complementaram o estudo da história recente do TERS. O caso do TERS no LabNS foi estudado por observação participante e descrito com a mesma metodologia adaptada de TRM retrospectivo. No Capítulo 6 são apresentados os resultados consolidados da aplicação do TRM retrospectivo para descrever o desenvolvimento do microscópio eletrônico, do SPM e para a história recente do TERS. No Capítulo 7 é apresentada uma análise e síntese dos resultados com os principais achados e apontamentos sobre o futuro do TERS. O Capítulo 8 contém as conclusões, as considerações finais, limitações do trabalho e perspectivas. A Figura 2 apresenta o esquema geral da tese, os grandes temas tratados relacionados aos objetivos específicos e os capítulos onde se localizam, além da abordagem metodológica (métodos e técnicas).

Figura 2 - Esquema geral da tese



Fonte: elaboração própria

## **2 INSTRUMENTAÇÃO CIENTÍFICA: DEFINIÇÃO E IMPACTOS**

Este capítulo dedica-se a revisar o tema da instrumentação científica como tratado pela literatura nos aspectos de interesse desta tese. Primeiramente, discorre-se sobre o surgimento de um conceito e, na sequência, apresenta-se a definição de instrumentação científica adotada nesta tese, além da sua relação com o desenvolvimento científico e tecnológico (seção 2.1). Em seguida, faz-se uma reflexão sobre a relação entre ciência e tecnologia e a forma como esta relação se insere no desenvolvimento de nova instrumentação científica (seção 2.2). Posteriormente, faz-se uma associação entre instrumentação científica e o desenvolvimento econômico, social (2.3) e a inovação (2.4). Por fim, apontam-se alguns aspectos do tema da instrumentação científica em nanotecnologia e das três técnicas de instrumentação estudadas nesta tese: microscopia eletrônica, microscopia de varredura por sonda e espectroscopia Raman auxiliada por sonda (2.5).

### **2.1 Definição de instrumentação científica e relação com o desenvolvimento científico e tecnológico**

A busca pela definição de instrumento científico tem origem na história da ciência e na sistematização e classificação de objetos, muitas vezes para fins de curadoria de coleções em museus. Instrumentos científicos, antes de tudo, desempenham papel fundamental na história e patrimônio da ciência (TAUB, 2019). São o que se pode chamar de cultura material da ciência e devem ser estudados no contexto em que se aplicam.

O termo “instrumento científico” foi adotado no contexto da manufatura, a partir da metade do século XIX, ainda que não de forma uniforme e consensual (TAUB, 2009). Tendo variado com o próprio conceito moderno de ciência, instrumento científico pode descrever “qualquer dispositivo que representa, mostra, ou adapta, para um propósito específico, alguma parte do corpo de conhecimento organizado, racional, e muitas

vezes – mas não necessariamente – matematicamente expresso, de qualquer sociedade”<sup>4</sup> (TURNER, 1993 apud TAUB, 2009) (tradução nossa).

Historiadores da ciência apontam que até o século XIX os instrumentos eram de três tipos: matemáticos (que utilizavam uma gradação, como relógios de sol), ópticos (que utilizavam lentes, espelhos e prismas); e filosóficos (utilizados na filosofia experimental). Instrumentos filosóficos derivaram sua nomenclatura a partir do estudo da natureza, termo conhecido no início do período moderno como “filosofia natural ou experimental” (SCHECHNER, 2016). A distinção entre as três classificações (matemáticos, ópticos e filosóficos) era determinada por considerações comerciais e de negócios, e refletia práticas especializadas de fabricação (TAUB, 2009).

Durante o século XIX, os termos “*natural philosophy*” e “*philosophical instruments*” deram lugar às expressões “*science*” e “*scientific instruments*”, que se tornaram mais estabelecidas no vocabulário contemporâneo. Ainda assim, os termos mais recentes não são simples substitutos da antiga terminologia, uma vez que o conceito não é estático e tão pouco unânime (WARNER, 1990).

Se considerarmos que uma parte importante da revolução científica foi a criação de um método experimental, então a criação de convenções para o uso apropriado de instrumentos – ou seja, decidir que tipos de instrumentos deveriam ser admitidos como da filosofia natural e o que se constituía como seu uso apropriado – foi crucial para o empreendimento científico (VAN HELDEN; HANKINS, 1994). Desde o século XVII, o papel dos instrumentos mudou à medida que a ciência mudou, tanto em seus métodos quanto em sua organização social. Uma vez considerados como meramente ferramentas para testar teorias ou explorar ideias, os instrumentos científicos tiveram sua importância reconhecida a partir daí, também como um objeto de investigação por si só.

O termo sempre teve significados múltiplos na filosofia natural, e isto parece estar intrínseco ao conceito de ciência. Instrumentos científicos podem ser: modelos ou analogias da natureza, como os planetários; extensões dos sentidos, como o telescópio e o microscópio; dispositivos de medição, como os metros, micrômetros e

---

<sup>4</sup> “we may reasonably describe as scientific any device which represents, displays, or adapts for a specific purpose some part of the organized, rational, often – but not necessarily – mathematically expressed, established body of learning of any given society”

contadores; meios de se criar condições extremas que não ocorrem naturalmente na natureza, como a bomba de ar e os aceleradores de partículas; aparatos para controlar e analisar fenômenos, como o pêndulo ou aparatos químicos; e podem ser, ainda, meios de mostrar algo visualmente ou graficamente, como no caso de dispositivos de gravação. A lista não é exaustiva, nem pretende ser, uma vez que é impossível fazer justiça à inventividade daqueles que têm usado instrumentos para investigar a natureza. Isso mostra que o termo “instrumento científico” ainda é vago. Apesar disso, podemos dizer que “instrumentos são a tecnologia da ciência, uma tecnologia que expandiu enormemente desde o século XVII”<sup>5</sup> (VAN HELDEN; HANKINS, 1994, tradução nossa).

Neste conceito mais amplo de instrumentação científica são incluídos todos os objetos tais como modelos, aparatos e ferramentas utilizados para observação, medida, experimentação, replicação, demonstração, disseminação e até educação. A este rol pertence qualquer aparato utilizado em um laboratório. Este conceito está em consonância com o termo geral trazido na Enciclopédia de Ciência, Tecnologia e Ética, que define instrumentação como “o uso ou aplicação de instrumentos ou tecnologias especializadas para observação, medição, controle ou produção”<sup>6</sup> (IHDE, 2005, tradução nossa). No âmbito da ciência, seria a aplicação do termo para o estudo da natureza.

Apesar da abrangência do termo, a questão importante para os historiadores não parece ser a definição de instrumento científico, mas como os instrumentos funcionaram para determinar ou mesmo definir os métodos e conteúdo da ciência. A história dos instrumentos tem muito a oferecer aos que querem explorar os contextos sociais da apropriação da ciência (FIELD, 1988). Instrumento científico significa coisas diferentes para diferentes pessoas, e seu significado tem mudado substancialmente ao longo da história (WARNER, 1990).

Uma vez que o objetivo aqui não é discutir o significado do termo mas, antes, adotar uma definição, para os propósitos deste trabalho, a definição que parece mais

---

<sup>5</sup> “... instruments are the technology of science, a technology that has expanded greatly since the seventeenth century”.

<sup>6</sup> “Instrumentation refers to the use or application of instruments or specialized technologies for observation, measurement, control, or production”.

completa é a de Van Helden (1983, p.49), ao estudar o nascimento do conceito moderno de instrumento científico:

“A palavra *instrumento* tem uma variedade de significados, todos aglomerados em torno da ideia de ferramenta ou dispositivo. Quando a modificamos para *instrumento científico*, estamos falando de um dispositivo usado por cientistas para investigar a natureza qualitativa ou quantitativamente. Nós tacitamente assumimos que: (1) há um lugar próprio, mesmo essencial, para tais dispositivos no estudo da natureza, uma vez que os sentidos humanos apenas são muito limitados para a maioria das investigações científicas; (2) os resultados ou leituras obtidos por meio deles, geralmente, são inquestionáveis; (3) instrumentos científicos são baseados em princípios científicos indiscutíveis, como a lei da alavanca; (4) instrumentos mais novos são mais precisos, poderosos ou convenientes que os mais antigos, sendo o fator limitante, geralmente, o estado da arte na tecnologia contemporânea.” (VAN HELDEN, 1983, p. 49, tradução nossa)<sup>7</sup>.

Portanto, instrumento científico é o dispositivo utilizado por cientistas para investigar a natureza de forma qualitativa ou quantitativa, com as características da definição acima. Um critério de delimitação do conceito é pelo uso do instrumento: instrumento científico é o que é utilizado para a investigação da natureza; o que não exclui sua utilização também para outros propósitos, como educacionais<sup>8</sup>, industriais ou comerciais (WARNER, 1990), mesmo porque sua importância aumenta quando sua utilização transborda para esses novos propósitos.

Neste ponto, é útil destacar que o conceito de instrumento científico é diferente do de ferramenta. Este último tem a conotação de acessório, utensílio, e do qual não se extrai leituras, medições ou resultados. Os termos gerais “instrumento”, “ferramenta”, e “equipamento” são usados de forma intercambiada quando não se exige especificidade de conceito. Entretanto, como a própria definição adotada aqui destaca, quando se trata de instrumento científico, pressupõe-se um dispositivo mais complexo, dos quais se obtém resultados, leituras, baseadas em princípios científicos.

---

<sup>7</sup> “The word instrument has a variety of meanings, all clustered around the notion of tool or device. When we modify it to scientific instrument, we mean a device used by scientists to investigate nature qualitatively or quantitatively. We tacitly assume that: (1) there is a proper, even essential, place for such devices in the study of nature since the human senses alone are too limited for most scientific investigations; (2) the results or readings obtained with them are usually beyond question; (3) scientific instruments are based on undisputed scientific principles, such as the law of the lever; (4) newer instruments are more accurate, powerful, or convenient than older ones, the limiting factor usually being the state of the art in contemporary technology.”

<sup>8</sup> Como observa Schechner (2015), muitas vezes, equipamentos de pesquisa de uma geração tornam-se os instrumentos de ensino da próxima geração.

No contexto desta tese, é preciso reforçar que o objeto de estudo é o desenvolvimento de novos instrumentos científicos, que possibilitem observar fenômenos não antes observáveis, que representam um avanço na compreensão da natureza em relação ao possibilitado pelo estado da técnica (principalmente o item 4 da definição de VAN HELDEN, 1993), e, ainda, são responsáveis pela criação de novos campos do conhecimento, novos ramos da ciência. Este conceito é distinto da aquisição ou disponibilidade de instrumentação científica que, apesar de dar capacidade científica a um país, não necessariamente o habilita a criar sua própria agenda científica e tecnológica (CHAVES et al., 2007). Embora possam transformar campos do conhecimento, instrumentos científicos novos são, muitas vezes, os resultados de outros anteriores, que levantaram questões científicas que o novo instrumento pode responder (SIMOULIN, 2017).

## **2.2 A ciência e a tecnologia**

Os acontecimentos científicos têm influenciado o curso da vida no planeta de diversas formas. A transformação industrial das sociedades ocidentais no último século deve-se em grande parte ao resultado de desenvolvimentos científicos. A revolução científica, iniciada na Europa entre os anos 1550 e 1650, e a revolução industrial, que começou na Inglaterra nos anos 1700, foram as mudanças mais profundas e os desenvolvimentos históricos mais significativos desde a invenção da agricultura (JOHANSSON, 2016).

Um elemento importante da revolução científica foi a mudança de abordagem sobre a natureza, e a crença de que entender e observar os fenômenos naturais, processá-los de algum modo e gerar uma nova forma de conhecimento era importante, numa aliança entre experimentação e racionalização. Neste processo, assistiu-se ao surgimento de dispositivos como o telescópio, o microscópio, o termômetro, o barômetro, a bomba de ar e o relógio de pêndulo, à medida que os métodos matemáticos e experimentais ganharam importância além da observação simplesmente sensorial. O estudo da natureza passou a incluir dimensões acessíveis apenas por meio de dispositivos; telescópio e microscópio são os exemplos mais simbólicos da nova ciência.

A ciência contemporânea é um empreendimento experimental em essência, isto é, incorporada em instrumentos (IHDE, 1983). Portanto, o desenvolvimento de novos instrumentos científicos é crítico para o progresso científico. Esta afirmação remete à relação entre ciência e tecnologia, assunto abordado por filósofos e historiadores.

As discussões sobre a relação entre ciência e tecnologia são antigas e complicadas pelo fato de as definições de ciência e de tecnologia serem variadas ao longo da história; ambas as definições mudaram ao longo do tempo, pois sempre refletiram estruturas culturais e filosóficas mais amplas vigentes. Laudan (1995) compara e contrasta três definições concorrentes da tecnologia: tecnologia como ciência aplicada, tecnologia como a imagem espelhada da ciência, e tecnologia como um meio de se chegar a um dado fim (LAUDAN, 1995).

A visão da tecnologia simplesmente como ciência aplicada foi predominante entre os anos 1950 e 1960, baseada nos princípios do positivismo. A filosofia da ciência tinha o foco na estrutura formal da teoria científica e sua relação com a evidência. Não se via uma teoria formal na tecnologia, que era tida simplesmente como artefato. De fato, essa visão ainda é predominante do público em geral (LAUDAN, 1995).

Nos anos 1970, sugeriu-se um modelo mais igualitário, com a tecnologia sendo um espelho, um gêmeo da ciência; separado, porém de igual relevância, com instituições, valores, métodos e conhecimento próprios. Esta parece ser a visão de historiadores da ciência e da tecnologia, embora haja movimentos alternados entre os grupos que defendem maior importância de uma ou de outra (LAUDAN, 1995).

Mais recentemente, a tecnologia é vista como um empreendimento de solução de problemas. Nesta visão, a distinção entre conhecimento científico e tecnológico se dá pela natureza dos usos desse conhecimento. Portanto, atualmente aceita-se que há um conhecimento tecnológico, que não é ciência tácita ou aplicada. Entretanto, a demarcação entre o conhecimento científico e o conhecimento tecnológico não é tão clara, configurando-se em uma questão de ênfase (LAUDAN, 1995).

Para qualquer momento da história, o nível tecnológico geral da sociedade determinou que instrumentos estariam disponíveis para os cientistas. A tecnologia influenciou a construção, evolução e aceitação do conhecimento científico de diferentes formas. Portanto, há várias relações entre tradições científicas e tradições tecnológicas ao



longo da história. Ciência e tecnologia, ambas envolvem conhecimento; suas características individuais e inter-relações evoluem ao longo do tempo.

Paul Gardner revisou a literatura sobre a busca da relação entre tecnologia e ciência (GARDNER, 1994). Para Gardner, a palavra relação pode significar: a natureza de cada uma e de que formas as naturezas são similares ou diferentes; como se obtém e se valida conhecimento e capacidade nessas áreas; ou, ainda, qual é o valor relativo da ciência e da tecnologia. Para estabelecer uma relação, é necessário também definir o que é ciência e o que é tecnologia. Os termos não são claramente definidos, pois têm diferentes significados para diferentes áreas e variam com o tempo e com os períodos históricos.

Tecnologia pode se referir a artefatos, objetos físicos; e técnicas, grupos de habilidades e procedimentos necessários para se fazer um artefato. Uma terceira definição mais criteriosa define tecnologia como algo além de uma técnica: envolve também invenção, *design*, inovação, disseminação e melhoria. A tecnologia abrange os produtos e serviços feitos e fornecidos pelas pessoas para atender às necessidades humanas, e o conhecimento, os sistemas organizacionais e processos usados para desenvolver e entregar tais produtos e serviços. A tecnologia atende às necessidades por meio de um casamento entre pensamento e ação. A capacidade para ação não acontece apenas por estudo acadêmico, ilusão ou especulação, mas por meio de soluções práticas para problemas. O objetivo da tecnologia em atender a necessidades práticas é associado ao critério de que “se funciona, está certo”, “se atingiu seu objetivo, está certo”. Assim, muitos dispositivos e técnicas funcionam a despeito de se saber como e por que funcionam (GARDNER, 1994).

Já a ciência se refere a operações intelectuais sobre aspectos selecionados a respeito do mundo, estando o resultado dessas operações, que é o conhecimento público, sistematizado em artigos, livros e enciclopédias. Na visão de Fores (1971), a ciência é uma atividade analítica que procura descrever os fenômenos naturais em uma série de relações gerais, normalmente como resultado de um experimento controlado (FORES, 1971).

A diferenciação entre a ciência e a tecnologia pode se dar de acordo com o propósito. A ciência é predominantemente analítica, conhecimento puro e testado; a tecnologia, prática, ação bem sucedida, para uma demanda humana. A ciência busca iluminar o

que já existe no mundo natural; a tecnologia busca mostrar como algo que nunca existiu pode ser criado. A tecnologia muitas vezes se baseia em conhecimento científico, mas está mais ligada a questões de projeto, custo e mesmo aspectos legais e sociais. A capacidade tecnológica requer habilidade de solução de problemas, de conceber um produto ou serviço, projetá-lo, fazê-lo, usá-lo, disseminá-lo e melhorá-lo (GARDNER, 1994).

A diferenciação entre a ciência e a tecnologia pode se dar pelo critério de julgamento de sucesso (ou progresso). Sucesso em ciência pode ser representado por constantes substituições de teorias vigentes por melhores teorias, ou seja, mais simples, mais universais, mais detalhadas, com melhor poder explicativo. O sucesso tecnológico pode ser medido pela habilidade de produzir objetos mais diversificados, com características mais interessantes, de maneira cada vez mais eficiente. Objetos melhores são mais duráveis, mais confiáveis, mais sensíveis, mais rápidos no desempenho da função – quando essas características são essenciais – além de demandarem tempos e custos menores de produção (GARDNER, 1994).

Ambas, ciência e tecnologia, entretanto, dependem de instrumentação e um conjunto de práticas. Especialmente na fronteira do conhecimento, os experimentos científicos, geralmente, são “confusos”: os aparatos podem não funcionar como o esperado; e os cientistas devem possuir muita habilidade artesanal para obter um sinal em meio a tanto ruído, usando práticas com muito conhecimento tácito, assemelhando-se ao tecnologista. Talvez a característica mais distintiva da tecnologia em relação à ciência seja o *design* (escolha de materiais, formas, movimentos) (GARDNER, 1994).

A visão da tecnologia como ciência aplicada até hoje predomina para o público geral como definidora da relação entre ciência e tecnologia, apesar de não ser mais defensável entre historiadores da ciência e da tecnologia. Ela está geralmente incorporada num modelo causal linear, que pressupõe que a ciência gera tecnologia, e que tecnologia, por sua vez, gera efeitos. Se os efeitos são desejáveis, o modelo é usado para argumentar por mais pesquisa científica, para promover benefícios tecnológicos, como no caso do famoso relatório de Vannevar Bush em defesa da política científica dos Estados Unidos nos anos 1940. Entretanto, a história está cheia de exemplos, principalmente antes do século XX, de tecnologias que se

desenvolveram totalmente desconectadas do conhecimento científico (GARDNER, 1994).

Don Ihde, filósofo da tecnologia, defende a tese de que a tecnologia é anterior à ciência, é a condição e a possibilidade da ciência. Ele argumenta que a ciência contemporânea é essencialmente experimental e associada a algum tipo de medição. Portanto, diferentemente da ciência antiga contemplativa, a ciência moderna está necessariamente incorporada em sua instrumentação, para estender a percepção humana (IHDE, 1983). Este autor aponta que há duas grandes visões da relação entre ciência e tecnologia: a visão idealista, em que a ciência precede e dá base à tecnologia, e a visão materialista, que defende a relação inversa.

De toda forma, Ihde distingue a tecnologia tradicional da tecnologia científica e aponta que apenas esta última é historicamente dependente da ciência. A instrumentação científica é indubitavelmente tecnológica e guarda uma relação direta com as medidas de sucesso do desenvolvimento científico (IHDE, 1983). Como aponta Gardner, mais importante que buscar uma hierarquia, o que já definiria um tipo de relação, é procurar identificar a natureza e intensidade dessa relação. O estudo do processo de desenvolvimento de novos instrumentos científicos pode contribuir para o elucidar a intensidade da relação entre ciência e tecnologia hoje, particularmente no campo da nanotecnologia.

Como será visto no Capítulo 6, o surgimento de instrumentos científicos da nanotecnologia evidencia a relação intercambiável e de dependência entre ciência e tecnologia. Em sua gênese, instrumentos científicos dependem de eventos que estabelecem os fenômenos científicos de base ou subjacentes, que incluem atividades de demonstração da ciência aplicada, a que se refere como “dominados pela ciência”. Mas também dependem de acontecimentos “dominados pela tecnologia”, eventos de materialização da ciência em um dispositivo e com finalidade de melhoria de sua confiabilidade e desempenho. Muitas vezes, eventos mais ligados à tecnologia são os precursores na história bem sucedida de criação e de difusão de novos instrumentos, que possibilitam descobertas de novos fenômenos científicos.

### 2.3 Instrumentação científica e desenvolvimento econômico e social

Até a Segunda Guerra, o termo “instrumentação” referia-se principalmente a instrumentos científicos, ou seja, aqueles usados em experimentos para o propósito de demonstrar e tornar visíveis as reivindicações da teoria (SHINN, 2001). A partir daí, o termo se expandiu para abarcar também os aparatos usados na indústria, no governo, na saúde, nas forças armadas e em outras áreas. De qualquer forma, sejam instrumentos científicos, sejam instrumentos para os demais propósitos, a instrumentação é, hoje, reconhecida como central para pesquisa, engenharia, produção industrial e processos de inovação, uma vez que “é um mecanismo que condiciona o conteúdo do conhecimento, afeta a organização do trabalho e até mesmo interações sociais mais amplas” (SHINN, 2001, tradução nossa)<sup>9</sup>.

No início do século XX, a instrumentação não era discutida ou ressaltada por historiadores e filósofos da ciência. Esta era vista primordialmente como o desenvolvimento de novas teorias, com pouca atenção à experimentação, tampouco a questões como projeção, construção e uso de instrumentos científicos. Não se considerava a instrumentação como um componente ativo do processo de produção do conhecimento, exceto por alguns estudiosos, fascinados pelos aspectos técnicos e a novidade representada por alguns instrumentos, vistos como antiguidades e peças de museu (SHINN, 2001).

A ideia de que os instrumentos científicos não apenas servem à ciência, e transformam o conhecimento, mas estruturam uma comunidade científica, foi primeiramente demonstrada com o surgimento da radioastronomia, uma disciplina científica que emergiu nos anos 1950 e 1960 com o desenho, a construção, e a difusão do radiotelescópio (EDGE; MULKEY, 1976, apud SHINN, 2001). Este instrumento científico não só tornou possível a descoberta de corpos e eventos celestes, mas também deu origem a novos departamentos universitários, revistas especializadas e congressos internacionais (SHINN, 2001).

Novas abordagens no estudo da instrumentação científica se iniciaram nos anos 1970 e 1980, por investigações históricas e sociológicas da chamada “*big Science*” do período pós Segunda Guerra, principalmente na área da física. Da perspectiva

---

<sup>9</sup> “... a mechanism that conditions the content of knowledge and affects the organization of work and even broader social interactions”

sociológica, os instrumentos científicos começaram a ser considerados não apenas em seus aspectos científicos e tecnológicos, mas também de engenharia, financiamento, *design*, refletindo ambientes institucionais e econômicos relacionados ao seu desenvolvimento; como exemplo, o estudo do ciclotron de Berkeley (HEILBRON; SEIDEL, 1989, apud SHINN, 2001).

A disponibilidade de instrumentos científicos pode significar o sucesso na carreira de pesquisador e, ainda, determinar o que é verdadeiro em ciência. Este aspecto é particularmente sensível em algumas áreas em que possuir um monopólio de um instrumento significa exercer controle sobre a produção dos melhores dados experimentais. Ou seja, possuir um instrumento científico pode conferir vantagem profissional e institucional e, ainda mais importante, determinar o que é verdadeiro e falso, válido e inválido em ciência (SHINN, 2001).

Assim, autores do final do século XX já consideram a ciência não só como o resultado das interações entre teoria e experimentação, como no início do Século XX. Para Galison (1997 apud SHINN, 2001), a ciência é resultado de uma triangulação entre teoria, experimentação e instrumentação. Para outros autores, a instrumentação ocupa até a posição central. Na visão de Ian Hacking “as entidades físicas existem à medida que os instrumentos geram efeitos mensuráveis indiscutíveis”<sup>10</sup> (HACKING 1983, 1989 apud SHINN, 2001). Para o filósofo da tecnologia Don Ihde, a ciência contemporânea, eminentemente experimental, está necessariamente incorporada em sua instrumentação, e a tecnologia é a condição para a ciência (IHDE, 1983). Em sua revisão da literatura sobre a relação entre tecnologia e ciência, Paul Gardner apresenta argumentos para defender que a tecnologia é, geralmente, um precursor necessário para a ciência (GARDNER, 1994). O fluxo da tecnologia para a ciência mostra a relação de interconexão: muitas vezes, o conhecimento tecnológico atingido pela prática leva a uma busca por um nível mais profundo de conhecimento científico. Os aperfeiçoamentos da instrumentação científica, por meio de novas soluções em possibilidades de observação e medida, têm sido um importante determinante do progresso científico (ROSENBERG, 2006).

A conexão entre pesquisa fundamental em universidades, inovação em instrumentação científica e desempenho econômico foi abordada por Nathan

---

<sup>10</sup> “...physical entities exist to the extent that instruments generate unarguably measurable effects.”

Rosenberg (1992). Na análise principalmente do contexto norte americano, este autor sugere que o surgimento e difusão de novas tecnologias de instrumentação – e novas metodologias de pesquisa – são consequências centrais da pesquisa fundamental gerada em universidades. O eventual impacto econômico da pesquisa básica gerada por uma disciplina pode ser expresso por meio de novas tecnologias de instrumentação, e suas trajetórias decorrentes. A instrumentação científica seria, então, um subproduto negligenciado da pesquisa acadêmica, que gera técnicas mais poderosas e versáteis de observação e medição de fenômenos não antes observáveis ou mensuráveis. Em geral, a instrumentação científica contemporânea teve sua origem na condução de pesquisa básica, resultado de tentativas de avançar a fronteira do conhecimento científico por meio da expansão das capacidades de observação e experimentação (ROSENBERG, 1992).

Como consequências, muitos dos instrumentos científicos inicialmente projetados para responder a uma questão específica de uma disciplina, após desenvolvidos com sucesso, podem ser aplicados em outras esferas científicas, por meio de modificações e engenharia. Em alguns casos, a instrumentação científica se desenvolve e se ramifica para áreas de aplicação muito diferentes da que originalmente foi criada, podendo fazer a ligação entre a pesquisa acadêmica e a pesquisa industrial. O exemplo mais contundente e *sui generis* é o computador, criado pelas demandas de cálculos complexos de grandes sistemas de equações diferenciais, no contexto da pesquisa (ROSENBERG, 1992) e, hoje, espalhado não só por diversas áreas da pesquisa científica onde se requer qualquer tipo de cálculo, mas também por todos os setores industriais, negócios, saúde, governo, residências e dispositivos de uso pessoal (*smartphones*, etc.). Cabe esclarecer que o computador, dentro do conceito adotado neste trabalho, é considerado um instrumento científico em sua origem, passando a assumir o conceito mais amplo de instrumentação para todas as áreas em que se difundiu, e em que não é aplicado exclusivamente para a investigação da natureza<sup>11</sup>.

---

<sup>11</sup> Considerando o conceito mais amplo de instrumentação – não especificamente a instrumentação científica – ela também influencia e estrutura a organização do trabalho, uma vez que pode tornar obsoletas algumas atividades e estimular outras novas funções. Exemplos são a calculadora eletrônica e os computadores que, ao final da Segunda Guerra, provocaram o fim das calculadoras humanas, mulheres na maioria, que contribuíram com os programas militares de alta tecnologia. Mais recentemente, a robótica tem substituído e modificado funções de trabalho de forma massiva (SHINN, 2001).

Rosenberg (1992) aborda a trajetória de instrumentos científicos, e destaca três tipos principais de sua difusão: entre disciplinas acadêmicas; da academia para a esfera industrial; da indústria para a comunidade de pesquisa em geral (ROSENBERG, 1992). Os tipos de difusão são descritos na sequência.

A forma de difusão dos instrumentos científicos entre disciplinas teve papel importante para o progresso da ciência e para o entendimento do progresso de disciplinas individualmente. Este autor utiliza como exemplo a revolução do transistor, que foi fundamental para a expansão da física do estado sólido, mas foi também altamente dependente de avanços posteriores na química e na metalurgia, que tornaram disponíveis materiais suficientemente puros e cristalinos<sup>12</sup>. O fluxo da difusão também provoca a colaboração interdisciplinar. Segundo aquele autor, o fluxo parece ser grande da física para a química, e das duas para a biologia. O microscópio eletrônico, desenvolvido por físicos, foi rapidamente adotado pelas ciências biológicas. Parece haver fluxo significativo da física aplicada e engenharia elétrica para a saúde. O exemplo principal é a técnica de ressonância magnética nuclear (RMN) desenvolvida por físicos para medir momentos magnéticos de núcleos atômicos, posteriormente se tornando fundamental na química analítica, e transferida também para as ciências biológicas e para a medicina. Hoje, a ressonância magnética é uma técnica de diagnóstico por imageamento poderosa e altamente difundida. As técnicas de microscopia de varredura por sonda, principalmente o AFM, muito utilizadas para caracterização de filmes e materiais bidimensionais para resolver problemas das ciências dos materiais, também já migrou para aplicações na área biológica, havendo disponíveis linhas de equipamentos comerciais projetados especialmente para amostras biológicas<sup>13</sup>. A difusão de instrumentos científicos entre disciplinas também alimenta a colaboração interdisciplinar, fundamental para o progresso da ciência, e eventualmente, provoca a migração de pessoas e financiamentos para outras áreas de pesquisa (ROSENBERG, 1992).

A difusão da instrumentação pode também acontecer do laboratório de pesquisa acadêmica para a esfera industrial. Por exemplo, a implementação de íons originada

---

<sup>12</sup> Neste ponto, entretanto, poder-se-ia questionar se o transistor seria um típico instrumento científico. Defende-se aqui, mais uma vez, que enquanto o transistor possibilitou a observação da natureza da forma definida neste trabalho, ele é considerado instrumento científico.

<sup>13</sup> Disponível em: <https://www.jpk.com/news/2019/bruker-launches-high-resolution-large-format-bio-afm-system>; data de acesso: 8 nov. 2020.

na física de partículas e que gerou as técnicas de carregamento, aceleração e direcionamento de feixes de íon é, hoje, a técnica mais difundida de deposição em tecnologia de circuitos integrados. Outro exemplo é o microscópio eletrônico de varredura. Este instrumento altamente sofisticado migrou de suas origens acadêmicas para o universo da manufatura. Além de ser uma ferramenta indispensável na fabricação microeletrônica, para caracterização de elementos de chips de memória, suas aplicações na indústria metalúrgica vão da determinação de tamanhos de grãos até a caracterização e a distribuição de elementos químicos em minérios, e resíduos do processo de mineração. Indústrias que também se beneficiam da microscopia eletrônica são das áreas de siderurgia e transformação de bens de consumo. Outras técnicas de instrumentação científica difundidas para a indústria são: alto vácuo, criogenia, magnetos supercondutores, sensores robóticos, todos aplicados ao uso industrial em larga escala, etc. (ROSENBERG, 1992).

A terceira forma de difusão da instrumentação científica diz respeito ao movimento das tecnologias geradas na universidade, exploradas por empresas que, ao melhorar os processos de padronização, aumentam a performance e a versatilidade a um custo menor, eventualmente provocando a difusão tanto para a indústria quanto para a comunidade de pesquisa como um todo, aumentando o acesso e o uso da tecnologia por pessoas menos especializadas. Como benefício deste terceiro tipo de difusão, ocorre o fluxo reverso desses novos e melhorados instrumentos comerciais que capacitam outros pesquisadores e cientistas a conduzirem pesquisa (ROSENBERG, 1992). O espectrômetro Raman pode ser citado como exemplo. Os desenvolvimentos comerciais neste equipamento possibilitaram tanto o seu melhor desempenho quanto a versatilidade de características (equipamentos portáteis) e aplicações (equipamentos específicos para análise de fármacos), difundindo a técnica e permitindo seu uso por pesquisadores não especialistas, de várias áreas científicas e industriais.

Um último ponto destacado por Nathan Rosenberg neste ensaio é sobre os níveis de desempenho de novos instrumentos científicos, que geralmente são baixos e imprevisíveis, acabam por requerer aperfeiçoamentos posteriores, que originam mais pesquisa fundamental e, por conseguinte, levam à criação de novas linhas de pesquisa. O primeiro laser de rubi, criado em 1960, era tido mais como uma curiosidade científica do que uma inovação tecnológica, tanto que os advogados dos



Laboratórios Bell foram, em princípio, relutantes em depositar uma patente por não verem uma aparente aplicação da tecnologia na indústria de comunicações. Entretanto, o surgimento do laser sugeriu a possibilidade de utilização de fibras ópticas para transmissão, o que resultou em um adensamento da pesquisa no campo da óptica, uma subdisciplina não muito forte até então. Este fato provocou o desenvolvimento das tecnologias baseadas em laser, que deram origem a novas categorias de pesquisa fundamental, desde o estudo de isolantes e propriedades ópticas dos sólidos, até a espectroscopia atômica e a física de descarga de gás (ROSENBERG, 1992).

## **2.4 Inovação e instrumentação científica**

O Manual de Oslo (OECD/EUROSTAT, 2018) é a principal referência para um conceito globalmente aceito para o termo inovação. Em sua edição mais recente, o termo geral é definido como:

“Uma inovação é um produto ou processo novo ou aprimorado (ou uma combinação deles) que difere significativamente dos produtos ou processos anteriores da unidade e foi disponibilizado para usuários em potencial (produto) ou usado pela unidade (processo)” (OECD/EUROSTAT, 2018).

Nesta definição, o termo genérico “unidade” descreve o ator responsável pelas inovações; qualquer unidade institucional em qualquer setor. Na atual edição, os quatro tipos de inovação (produto, processo, organizacional e marketing) foram reduzidos a dois tipos: inovações de produto e inovações de processos de negócios.

Para os fins da tese, ressalta-se a inovação de produto, que para a OCDE é: “novos ou melhorados produtos ou serviços, que se diferenciam significativamente dos produtos ou serviços anteriores, e que foram introduzidos no mercado” (OECD/EUROSTAT, 2018).

Um dos principais autores a se debruçar sobre a inovação em instrumentos científicos foi Eric Von Hippel. Em um estudo mais amplo em inovações em diferentes produtos, processos e serviços, este autor examinou as fontes de inovação, e concluiu que elas variam muito dependendo na natureza de tais produtos, processos ou serviços (VON HIPPEL, 1988). As causas dessas variações estão relacionadas a apropriação do benefício da inovação.

As inovações podem ser realizadas por três principais atores: usuários; fornecedores de componentes e materiais; e fabricantes. Esta classificação é feita segundo a relação funcional por meio da qual se deriva um benefício de uma dada inovação. Quando o ator se beneficia utilizando a inovação, o principal inovador é o usuário. Quando se beneficia fabricando, então o principal inovador é o fabricante. Em paralelo, quando o ator se beneficia fornecendo componentes ou materiais necessários à construção ou uso da inovação, então o principal inovador é o fornecedor. Um inovador é definido como o indivíduo ou empresa que primeiro desenvolveu uma inovação até um estado útil, o que é provado por um resultado documentado (VON HIPPEL, 1988).

No caso dos instrumentos científicos, Von Hippel (1988) constatou que os usuários são os inovadores mais frequentes. Este autor analisou as principais inovações em famílias de alguns instrumentos científicos, a partir do primeiro instrumento comercial disponível. Os tipos de instrumentos científicos analisados por este estudo foram: cromatógrafo a gás, espectrômetros de RMN e de ultravioleta, e microscópio eletrônico de transmissão. Para este autor, uma inovação referiu-se ao primeiro dispositivo do tipo como foi primeiramente comercializado e as pequenas ou grandes melhorias comercialmente bem sucedidas que aumentaram a performance daquele dispositivo básico pelos 20 anos ou mais que se sucederam. O inovador foi a empresa ou indivíduo que primeiramente desenvolveu uma inovação a um estado funcionalmente útil, indicado pela publicação de dados gerados por ela em um periódico científico. Em resumo, quem primeiro desenvolveu uma inovação posteriormente comercializada, incorporada ao instrumento científico. Tipicamente, para esses casos, o processo de difusão da inovação seguiu uma sequência de eventos: do usuário, que percebeu a necessidade de um avanço na instrumentação – e então inventou o instrumento, construiu o protótipo, utilizou o protótipo em uma aplicação e difundiu a informação sobre o valor da invenção e sobre como o dispositivo poderia ser replicado – até o fabricante, que trabalhou na engenharia do produto para incorporar a inovação e fabricou e comercializou o produto (VON HIPPEL, 1988).

Com base nas inovações para os instrumentos Auger e Esca, Riggs e Von Hippel concluíram que as fontes de inovação dependeriam do incentivo que o ator tem para inovar, ou seja da percepção de valor do inovador (RIGGS; VON HIPPEL, 1994). Inovações com alta importância científica tendem a ser desenvolvidas por usuários

(cientistas), atuantes em universidades, laboratórios nacionais ou indústrias; já inovações com alta importância comercial tendem a ser desenvolvidas por fabricantes.

Usuários cientistas tendem a inovar na busca por um sentido de realização e de reconhecimento pelos pares. Já fabricantes, buscam majoritariamente recompensa na forma de lucro monetário. Ao categorizar e ranquear as inovações como importantes cientificamente ou comercialmente, identificou-se uma tendência de os usuários desenvolverem inovações com mais importância científica; por sua vez, de fabricantes desenvolverem inovações com alta importância comercial (RIGGS; VON HIPPEL, 1994).

Irvine analisa o processo de inovação na indústria de instrumentação científica e como promovê-lo, à luz das experiências do Reino Unido e dos Estados Unidos, para fazer recomendações para a Austrália (IRVINE, 1991). Segundo este autor, uma vez que instrumentos científicos de alta tecnologia servem ao mercado global, e o crescimento de grandes mercados internacionais tem sido mais rápido em setores de alta tecnologia, investimentos nas empresas nacionais de instrumentação científica podem representar aumento na pauta de exportações do país. Portanto, competência básica forte em tecnologias de instrumentação científica é um ativo-chave para futuramente captar os benefícios econômicos potenciais da inovação, inclusive em outros setores produtivos.

As inovações em instrumentação científica acontecem predominantemente nas universidades públicas e laboratórios nacionais (usuários). Consequentemente, o governo tem um escopo maior de envolvimento neste setor, para incentivar a transferência das tecnologias da academia para as empresas e encorajar a exploração comercial de tais tecnologias (IRVINE, 1991). O sucesso da indústria de instrumentos científicos parece estar relacionado às fortes ligações entre empresas e laboratórios de pesquisa específicos (SHINN, 2001). Além disso, a proximidade geográfica de tais empresas a universidades parece ser um fator importante nas inovações em instrumentos científicos (MACPHERSON, 1998).

De acordo com o último relatório dos indicadores globais de propriedade intelectual da Organização Mundial da Propriedade Intelectual, dos quase 3 milhões de pedidos de patente publicados no ano de 2017 no mundo, 15% referiram-se à instrumentação. Esta grande área ocupa o quarto lugar em pedidos de patentes publicados, atrás de

engenharia elétrica (29,4%), química (24,4%) e engenharia médica (22,1%) (WIPO, 2019).

## 2.5 Instrumentação científica em nanotecnologia

Em 2015, um editorial da revista *ACS Nano*, da *American Chemical Society*, respondeu seus leitores sobre o que a publicação considerava como conceitos para nanociência e nanotecnologia (MULVANEY, 2015). Criada em 2007 e com periodicidade mensal, a *ACS Nano* é uma das principais publicações internacionais em pesquisa em nanociência e nanotecnologia e suas interfaces na química, biologia, ciência dos materiais, física e engenharia (fator de impacto 14,588 em 2019). O escopo da revista é síntese, caracterização, teoria e simulação de nanoestruturas, nanobiotecnologia, nanofabricação, métodos e ferramentas para essa grande área, além de promoção de discussão de tópicos em diferentes visões sobre o futuro da nanociência e da nanotecnologia. Para esta revista, nanociência é o estudo das propriedades da matéria na nanoescala, em particular, nas propriedades únicas ditadas pela dimensão dos materiais em estado sólido, considerando novos métodos e sínteses necessários para se fabricar materiais nessa escala, bem como novos métodos de caracterização. A ciência em escala nanométrica existe há pelo menos 150 anos, desde a primeira determinação dos tamanhos dos átomos. Mas o conceito de nanociência é mais recente, e foi atribuído a Richard Feynman, em uma famosa palestra em 1959 (FEYNMAN, 1960) em que propôs o desafio de melhorar a resolução da microscopia eletrônica em 100 vezes. O conceito de nanotecnologia adotado pela revista é o definido por Norio Taniguchi, o primeiro a utilizar o termo em 1974. Nanotecnologia “*mainly consists of the processing of separation, consolidation, and deformation of materials by one atom or one molecule*” (TANIGUCHI, 1974, apud MULVANEY, 2015). Em outras palavras, nanotecnologia é a habilidade de manipular um único objeto na nanoescala (a palavra ‘único’ é a chave do conceito).

Portanto, a nanotecnologia é o campo do conhecimento que explora as propriedades de materiais na dimensão da nanoescala, tipicamente na faixa de 1 a 100 nanômetros, ou  $10^{-9}$  metros. Quando as dimensões de qualquer material são reduzidas abaixo de 100 nm, um mesmo material pode ter um conjunto de diferentes propriedades mecânicas, térmicas, ópticas e magnéticas, em geral, fortemente dependentes de sua

forma e tamanho na nanoescala. O potencial de aplicações de nanomateriais para produtos diversos é muito vasto, desde automóveis, passando por computadores, medicamentos, artigos esportivos, roupas e cosméticos. Muito ainda permanece inexplorado no potencial nanotecnológico (KULKARNI, 2015).

A nanotecnologia é interdisciplinar, intensiva em ciência e, indubitavelmente, mediada por instrumentos. Uma busca na base *Derwent Innovations Index*, base de documentos de patentes da *Clarivate Analytics* para a expressão “nano\*” no campo “tópico” retorna 540 mil documentos. Quando analisados por área do conhecimento, quase 46% (em torno de 247 mil documentos) pertencem à grande área “*instruments and instrumentation*” (data da busca: 20/08/2020).

As técnicas de instrumentação científica já estabelecidas, estudadas por este trabalho, pertencem à nanotecnologia<sup>14</sup>: microscopia eletrônica e microscopia de varredura por sonda. Seus criadores dividiram o Prêmio Nobel de Física em 1986: Ernst Ruska, por seu trabalho fundamental em óptica eletrônica e pela criação do primeiro microscópio eletrônico; e Gerd Binnig e Heirich Rohrer pela criação do microscópio de varredura por tunelamento (STM, na sigla em inglês para *scanning tunneling microscope*)<sup>15</sup>.

O microscópio eletrônico foi criado nos anos 1930. Seu funcionamento é baseado na utilização de um feixe de elétrons como fonte incidente em uma amostra. Uma vez que o comprimento de onda do elétron é menor que o da luz visível, é possível vencer o limite de difração da luz e transpor a barreira de observação até então alcançada (RUSKA, 1986). Hoje os microscópios eletrônicos atingem a observação em escala subnanométrica (PENNYCOOK, 2015).

---

<sup>14</sup> Marcovich e Shinn (MARCOVICH; SHINN, 2017) apresentam uma tentativa de categorizar instrumentos científicos a partir da análise da história de vida de 26 instrumentos do campo da Física, laureados com o Prêmio Nobel, entre 1901 e 2017. Os autores identificaram padrões de dimensões-chave que refletem uma tipologia para esses instrumentos. Os parâmetros de classificação principais são: função, trajetória e ambiente de trabalho organizacional. Entretanto, a classificação de nanotecnologias de instrumentação científica, inclusive o TERS, Segundo essa tipologia, não parece adequada para os propósitos deste trabalho, pois evidencia que estes instrumentos apresentam múltiplos elementos dos três parâmetros (COSTA; JORIO, 2017).

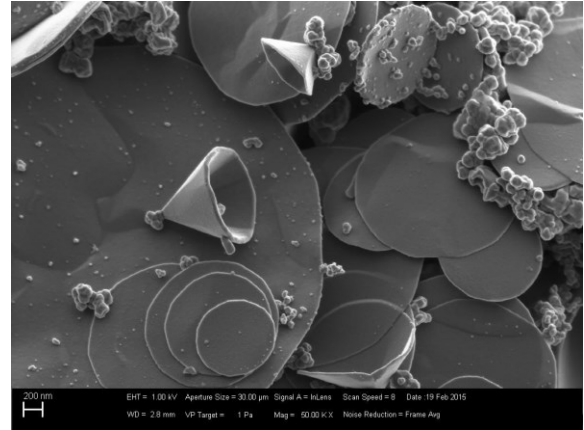
<sup>15</sup> Disponível em: <https://www.nobelprize.org/prizes/physics/1986/summary/>; data de acesso: 5 maio 2020.

Figura 3 - (a) Foto de um modelo comercial de MEV (FEG-MEV Sigma VP, *Carl Zeiss*) e (b) imagem de nanocones e nanodiscos de carbono (barra de escala 200 nm, canto inferior esquerdo na imagem)

(a)



(b)



Fonte: <http://cdtn.br/labs/nano/laboratorio-de-microscopia-eletronica> (Data de acesso: 25 out 2020)

Os progressos técnicos posteriores no microscópio eletrônico puderam ser aplicados a muitos campos do conhecimento além da física e da química, com impactos importantes na biologia, nas ciências da vida (HAGUENAU et al., 2003), até a esfera industrial (LI, 2006). De fato, o desenvolvimento do microscópio eletrônico se deu em estreita relação com sua aplicação na área biológica; Helmut Ruska, irmão de Ernst Ruska, era biólogo<sup>16</sup>. O microscópio eletrônico é hoje amplamente utilizado em setores como aeronáutica, fabricação automotiva, metalurgia, indústria de semicondutores, maquinário, farmacologia, e ciências forenses. Os avanços nas técnicas de criomicroscopia eletrônica renderam aos seus desenvolvedores o Prêmio Nobel de Química em 2017. A Figura 3 (a) mostra um microscópio eletrônico de escaneamento comercial, da marca *Carl Zeiss* em operação no CDTN; em (b), um exemplo de imagem de nanocones e nanodiscos de carbono obtida nesse equipamento.

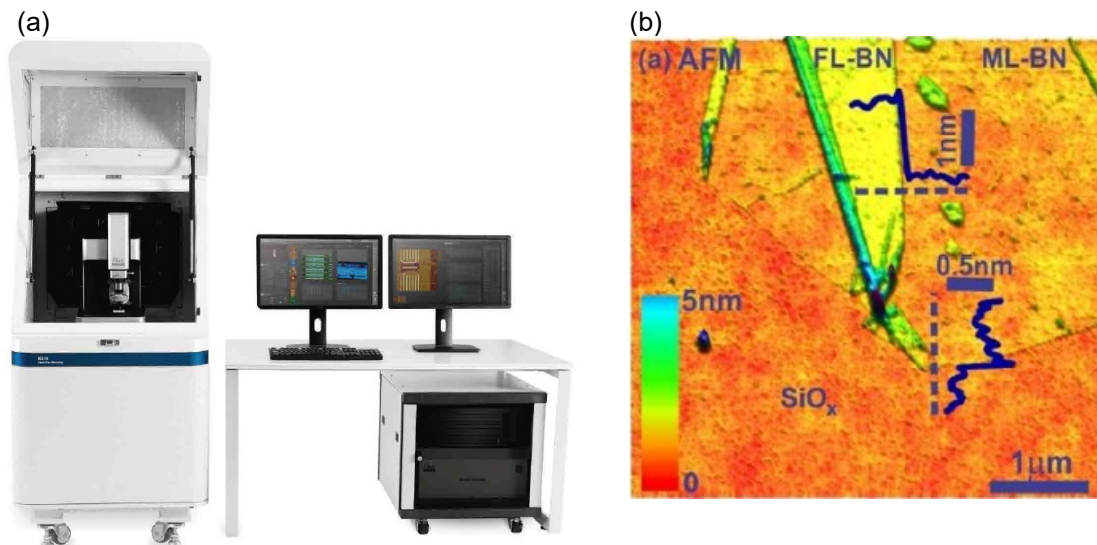
<sup>16</sup> Os primeiros microscópios eletrônicos a serem usados no Brasil foram adquiridos em 1947, da empresa RCA (*Radio Corporate America*). Dois deles foram para São Paulo: um para a Escola Politécnica da USP e o outro para a Escola de Medicina da Fundação Andrea e Virgínia Matarazzo. Também no Brasil, a aplicação da microscopia eletrônica já se iniciou em duas áreas: materiais e biológicas. Atualmente em exibição no Museu Histórico do Instituto Butantan está o primeiro microscópio eletrônico *Siemens* adquirido pelo Brasil em 1952, instalado no Departamento de Virologia daquele instituto, com o apoio do CNPq. Em 1953, Helmut Ruska esteve por 3 meses no Brasil para ministrar treinamento para pesquisadores e técnicos do instituto. Posteriormente, foi coautor em vários artigos publicados em colaboração com pesquisadores brasileiros (ALMEIDA, 2014).

Os instrumentos científicos talvez mais icônicos da nanotecnologia são aqueles pertencentes ao conjunto de técnicas denominadas microscopias de varredura por sonda, ou SPM (NEVES; VILELA; ANDRADE, 1998). As técnicas de SPM se destacam pela possibilidade de, não apenas se visualizar os objetos de análise, mas também de se realizar nanomanipulação da matéria na escala molecular, até mesmo na escala atômica (CROMMIE; LUTZ; EIGLER, 1993; EIGLER; SCHWEIZER, 1990).

Nas técnicas de SPM, o imageamento é baseado nas interações de uma sonda com o material analisado. A sonda possui uma ponta que percorre a superfície da amostra, muito próximo desta, na maioria dos casos, a uma distância da ordem de poucos nanômetros ou mesmo angstroms. Nessas condições, as forças resultantes das interações da sonda com os átomos ou moléculas da superfície são significativas e podem ser medidas (GALEMBECK et al., 2013). As técnicas de SPM são categorizadas pelo fenômeno físico que descreve a interação sonda-amostra, sendo os tipos mais comuns: a corrente de tunelamento entre a sonda e a amostra condutora, na técnica de STM (BINNIG et al., 1982); e as forças de van der Waals, na técnica de microscopia de força atômica, do inglês *atomic force microscopy* – AFM (BINNIG; QUATE; GERBER, 1986). A Figura 4 (a) mostra um instrumento comercial de AFM; em (b), uma imagem da topografia de um floco de nitreto de boro (BN) obtida por esta técnica, mostrando as regiões de camada única e poucas camadas. As cores são introduzidas artificialmente para evidenciar a topografia.

Davis Baird e Ashley Shew apresentaram uma breve história do desenvolvimento do STM, apontando com o exemplo deste instrumento, que a nanotecnologia tem sido desenvolvida em um contexto que eles denominam de “pós-acadêmico”, em que há crescente ênfase em aspectos de comercialização (BAIRD; SHEW, 2004), em uma matriz acadêmico-comercial mais integrada. O STM, o AFM e outras técnicas de varredura por sonda foram desenvolvidos no contexto da indústria (IBM), embora o trabalho tenha sido essencialmente acadêmico, realizado em um laboratório de pesquisa industrial. De toda forma, inicialmente, estas técnicas permaneceram principalmente no interesse acadêmico.

Figura 4 - (a) AFM comercial Park; (b) imagem de AFM de um floco de nitreto de boro (BN) evidenciando as regiões de camada única (*mono-layer* MN) e poucas camadas (*few-layers* FL) obtidas por AFM (as cores são introduzidas para melhor visualização da topografia).



Fonte: (a) parksystems.com; (b) reproduzido de (BARBOZA et al., 2018)

Quando se compara a difusão das duas técnicas, a microscopia eletrônica já se desenvolveu a um estágio do que eles chamam *one-hour photo lab*, tanto para o pesquisador acadêmico quanto para o industrial. Este termo ressalta que, com a microscopia eletrônica, é possível para qualquer pesquisador minimamente treinado obter imagens e resultados úteis de um microscópio eletrônico em um tempo relativamente curto, o que ainda não é totalmente possível no caso de técnicas de SPM (BAIRD; SHEW, 2004). Isto é ainda mais distante para o TERS, que atualmente ainda está muito mais presente na esfera acadêmica, com sistemas muitas vezes montados pelos próprios pesquisadores, a partir de componentes comerciais combinados a dispositivos caseiros.

Baird e Shew (2004) concluem que há seis fatores em que a microscopia eletrônica é vantajosa em relação ao STM, quanto à difusão e, conseqüentemente, mercado e utilização. São eles: a) robustez da estrutura (estabilidade, consistência do hardware); (b) facilidade de operação (possibilidade de usuários operarem o instrumento sem necessariamente conhecerem a técnica a fundo); (c) completude de obtenção de resultado (capacidade de *zoom in* e *out*); (d) versatilidade de uso (aplicações em outras áreas de conhecimento); (e) facilidade de se obter interpretação confiável do resultado da medida; e (f) habilidade do resultado da medida se sustentar por ele



mesmo como um fato (sem a necessidade de utilização de técnicas complementares) (BAIRD; SHEW, 2004).

Esta análise sugere que a busca pela melhoria desses fatores no caso do TERS pode determinar como será sua trajetória de difusão para os próximos anos e décadas, e em que pontos envidar esforços em seu desenvolvimento. A história futura do TERS dependerá, em parte, de como os atuais desenvolvedores da técnica – pesquisadores em sua maioria acadêmicos – trabalharão na melhoria dos seis fatores citados.

Em suma, este capítulo procurou revisar o tema da instrumentação científica no contexto da discussão da relação entre ciência e tecnologia. Apontou como o tema tem sido abordado pela literatura, dos pontos de vista histórico, socioeconômico, e da inovação. Procurou também mostrar que o desenvolvimento de nova instrumentação científica é estratégico tanto para a soberania científica quanto para o setor industrial, como parte da cadeia de valor para o próximo ciclo econômico, baseado, dentre outras áreas, na nanotecnologia. O Capítulo 3 trata da instrumentação científica no Brasil, abordando os seguintes temas: histórico, ações, demanda e os esforços do Laboratório de Nanoespectroscopia da UFMG no desenvolvimento de instrumentação em TERS.

### **3 INSTRUMENTAÇÃO CIENTÍFICA NO BRASIL E O LABORATÓRIO DE NANOESPECTROSCOPIA - LABNS**

Neste capítulo é traçado um histórico sobre algumas das iniciativas e políticas para o desenvolvimento de instrumentação científica no Brasil, e apontamentos sobre alguns dos resultados decorrentes. São apresentados dados sobre demanda para alguns instrumentos da nanotecnologia. Por fim, é apresentado o Laboratório de Nanoespectroscopia – LabNS da UFMG, e seu histórico no esforço de desenvolvimento de instrumentação em TERS.

#### **3.1 Instrumentação científica no Brasil: histórico e ações**

O histórico brasileiro de incentivo à instrumentação científica é marcado por programas e ações que acabaram, em sua maioria, por tratar a instrumentação como sinônimo de reprodução do estado da técnica, que levaram à nacionalização de tecnologias já existentes, que produziram pouco ou nenhum resultado consistente de geração de inovação e criação de empresas e setores de alta tecnologia em instrumentação. O aprendizado das experiências progressas é a constatação de que a reprodução pela simples reprodução não cria a capacidade tecnológica, mesmo porque são necessários outros elementos para que as iniciativas nacionais sejam bem sucedidas, tais como políticas públicas continuadas de interlocução entre atores interessados, incentivo à criação de empresas fornecedoras, mecanismos de interação com institutos produtores de conhecimento para formação de recursos humanos especializados, dentre outros. Entretanto, o lado negativo do aprendizado é a visão de que fomentar a instrumentação científica é um erro, com base em tais experiências progressas, algumas delas descritas a seguir.

Nos anos 1970, as restrições impostas à importação de instrumentos pela Resolução nº 354/1975 do Banco Central geraram interesse por instrumentação (STAL; CERANTOLA, 1989). Em 1976, o Conselho Nacional de Pesquisa – CNPq contratou um estudo de viabilidade para a produção de instrumentação nacional. Concluído em 1979, o estudo identificou vários gargalos: o mercado de instrumentação se caracterizava por intensiva atividade de importação; as empresas estrangeiras basicamente montavam instrumentos no país; havia facilidade para importação de equipamentos e dificuldades de importação de componentes; as universidades

raramente se dedicavam ao desenvolvimento de instrumentos; inexistia uma política de instrumentação no país (STAL; CERANTOLA, 1989).

Em 1977, o CNPq criou uma Coordenação para o Programa de Instrumentação, na tentativa de reverter a situação e com o propósito de fortalecer o desenvolvimento dessa área. Registros históricos do Centro de Memória do CNPq citam o trabalho dessa Coordenação até o início dos anos 80<sup>17</sup>. De fato, o Programa foi interrompido em 1984.

“Não se constituindo numa área de conhecimento tradicionalmente reconhecida, apresentava dificuldades para o apoio a projetos de pesquisa ou desenvolvimento de protótipos de novos instrumentos” (STAL; CERANTOLA, 1989).

No início dos anos 80, uma série de medidas foram tomadas, principalmente com o cunho de garantir uma reserva de mercado, por meio da fixação de índices de nacionalização, controle de importação de instrumentos, financiamento de projetos de pesquisa e desenvolvimento de protótipos, inclusão de instrumentação na linha Apoio ao Desenvolvimento Tecnológico da Empresa Nacional – ADTEN, da Financiadora de Estudos e Projetos – FINEP e ação da Telecomunicações Brasileiras S.A. – TELEBRAS, reduzindo seus fornecedores estrangeiros e fomentando a participação de empresas nacionais por meio de encomendas, dentre outros (STAL; CERANTOLA, 1989).

Criada em 1977, a política de reserva de mercado do segmento de minicomputadores foi posteriormente estendida ao conjunto de subsetores que incorporavam os componentes básicos da indústria de informática (microprocessadores e software). A instrumentação foi incluída em 1983. À época, o setor foi dividido pela Secretaria Especial de Informática – SEI em três segmentos: laboratório, biomédico e de testes e medição (FURTADO, 1993). Dentre os instrumentos que começaram a ser produzidos no Brasil estão: espectrofotômetros de absorção atômica, espectrofotômetros autorreguláveis, cromatógrafos a gás ou a líquido, balanças eletrônicas, bioanalísadores e outros, que incorporavam microprocessadores. Em estudo dos casos de empresas nacionais do setor de instrumentação afetados por esta política nos segmentos laboratório e biomédico, Furtado (1993) avalia que apesar da reserva de mercado e da saída das multinacionais do país, as empresas brasileiras

---

<sup>17</sup> Disponível em: <http://centrodememoria.cnpq.br/cmемoria-index.html>; data de acesso: 5 set. 2018.

de instrumentos complexos não foram capazes de se atualizar tecnologicamente e produzir nacionalmente devido a limitações no domínio da tecnologia e no processo produtivo. Um dos fatores de insucesso era a descoordenação da política de incentivo das demais políticas. No final dos anos 1980, as empresas nacionais abandonaram o esforço tecnológico pois perceberam o rápido deslocamento da fronteira tecnológica internacional. As empresas nacionais produziam a preços muito superiores aos do mercado internacional e havia limites do processo de substituição de importações para equipamentos complexos em mercados pequenos. Por fim, a política do governo abandonou progressivamente o esforço de implantar uma indústria nacional de instrumentação laboratorial e médica, liberando as importações de instrumentos científicos para instituições de pesquisa (FURTADO, 1993).

Freitas e Rangel relataram o caso de uma empresa diretamente afetada pela Política Nacional de Informática, embora com finalidade de divulgar a preservação da cultura material da ciência e estimular os museus científicos como fonte de conhecimento nas práticas sociais da ciência (FREITAS; RANGEL, 2014). Na análise de como a indústria brasileira de petróleo estimulou a inovação em instrumentação e no comércio, esses autores explicam como o cromatógrafo a gás desenvolvido por Rêmolo Ciola nos laboratórios do ITA em 1954 foi usado nas análises químicas de compostos orgânicos na indústria petroquímica. Em 1961, Ciola e seu sobrinho, Ivo Gregori, criaram e gerenciaram a empresa “Instrumentos Científicos C. G. Ltda.” para fornecer cromatógrafos a gás para universidades e laboratórios industriais brasileiros. Embora tendo apresentado vários desafios, inclusive pela falta de matéria prima, o trabalho de Ciola foi pioneiro na disseminação da cromatografia no Brasil e na América Latina, além de ter proporcionado o treinamento de vários técnicos e usuários. A empresa atingiu seu ápice no início dos anos 1980. Entretanto, a Política Nacional de Informática dificultou as trocas de tecnologias necessárias e a empresa acabou por sofrer com a competição de produtos estrangeiros, que os usuários passaram a preferir. O governo liberal dos anos 1990 abriu o comércio para produtos importados e a competição se tornou insustentável. A empresa foi descontinuada em 1997 (FREITAS; RANGEL, 2014).

O Programa de Apoio ao Desenvolvimento Científico e Tecnológico – PADCT, concebido em 1982 e executado entre 1984 e 2004 em suas três etapas, foi financiado pelo Banco Mundial com contrapartida do governo brasileiro, com o objetivo de

“ampliar, melhorar e consolidar a competência técnico-científica nacional no âmbito de universidades, centros de pesquisa e empresas” (STAL; CERANTOLA, 1989), incluindo três classes de atividades: formação e capacitação de recursos humanos; pesquisa, desenvolvimento, engenharia e comercialização; e apoio e serviços. O subprograma de Instrumentação (SINST) foi executado nas duas primeiras fases do PADCT (I, de 1984 a 1990 e II, de 1991 a 1996). Embora procurasse contemplar a produção nacional de instrumentos e estabelecer uma competência para domínio efetivo científico e tecnológico do setor, o SINST parece ter sofrido, mais uma vez, do efeito das políticas descoordenadas. O subprograma teve foco em tecnologia industrial básica, com instrumentação mais característica do setor industrial do que do científico, ainda que contemplasse a parceria entre universidades e empresas. Entre as exigências, havia a comprovação de interesse da indústria em produzir e comercializar o produto resultante da pesquisa universitária ou de instituto de pesquisa. A parceria universidade indústria para atender à exigência foi dificultada pela inexistência de projetos com características técnicas previamente definidas em prazos aceitáveis, para garantir o desenvolvimento de produtos comercializáveis (STAL; CERANTOLA, 1989).

Outras iniciativas governamentais pontuais de desenvolvimento de instrumentação no Brasil podem ser citadas. Em 1962, foi criado o Instituto de Engenharia Nuclear – IEN, para abrigar e operar um reator nuclear de pesquisas (o Argonauta) desenvolvido segundo projeto do laboratório de Argonne (EUA), redesenhado e construído com 93% de componentes nacionais<sup>18</sup>, em operação a partir de 1965 e ainda ativo. Com a experiência adquirida, foram desenvolvidas e fabricadas instrumentações dos reatores IPEN/MB-01 e IPR (em 1988 e 1996, respectivamente). A área de instrumentação nuclear, criada inicialmente para apoiar as atividades do Instituto, adquiriu competência para desenvolver e produzir sistemas de instrumentação para usinas nucleares e equipamentos para radioproteção, medicina nuclear e pesquisa. A partir de 2003, o IEN deixou de atuar na produção direta de equipamentos, passando a licenciar os seus projetos tecnológicos para a indústria nacional.

O projeto para um submarino nuclear brasileiro remonta à década de 1970. A Marinha do Brasil adquiriu tecnologia para o reator nuclear e enriquecimento de urânio. Apenas

---

<sup>18</sup> Disponível em: <http://www.iengov.br/index.php/historico2>; data de acesso: 5 dez. 2018.

em 2008, um acordo firmado entre os governos do Brasil e da França criou o PROSUB – Programa de Desenvolvimento de Submarinos, para a construção de quatro submarinos diesel-elétricos e um submarino de propulsão nuclear<sup>19</sup>. O acordo garantiu o desenvolvimento da parte não nuclear dos projetos, parcerias industriais, transferência de tecnologia e formação de pessoal. A construção do Submarino Nuclear Brasileiro “Álvaro Alberto” (SN 10) está induzindo a capacitação da indústria nacional para a produção de componentes para trocadores de calor, ventiladores, conversores elétricos e módulos de software. O SN 10 demandará mais de 900 mil peças, sendo considerado um produto altamente complexo. Apenas cinco países dominam a tecnologia da versão nuclear (EUA, Rússia, China, França e Reino Unido)<sup>20</sup>. Segundo informações da Marinha, “o PROSUB já movimentou 700 empresas civis nacionais, 18 universidades e institutos de pesquisa, e foi responsável pela geração de 4,8 mil empregos diretos e 12,5 mil empregos indiretos”<sup>21</sup>. Embora tenha seus méritos, a construção do submarino nuclear representa mais um processo de capacitação tecnológica do Brasil do que de geração ou desenvolvimento de nova instrumentação.

Os exemplos citados até aqui mostram iniciativas brasileiras relacionadas efetivamente à reprodução de instrumentação já existente, sem foco claro para o desenvolvimento de nova instrumentação aqui adotado.

Por outro lado, e mais aderentes à linha de defesa deste trabalho, citam-se outros projetos pontuais, a exemplo dos projetos do Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais – CNPEM. As construções do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron – LNLS em 1987 e do Sirius, iniciado em 2009 e inaugurado em 2018, possibilitaram a existência de infraestrutura da chamada *big Science* no Brasil, ambas a partir de projetos de autoria de pesquisadores brasileiros e com fornecimento de componentes por parte de empresas nacionais, que se capacitaram tecnicamente para esta finalidade. No caso do Sirius, os eletroímãs projetados para o acelerador foram produzidos pela WEG, uma empresa brasileira que, a partir de sua capacitação

---

<sup>19</sup> Disponível em: <https://www.defesaareanaval.com.br/submarino-nuclear-brasileiro-alvaro-alberto-sn-10/>; data de acesso: 6 dez. 2018.

<sup>20</sup> Disponível em: <https://www1.folha.uol.com.br/poder/2017/11/1932746-projeto-de-submarino-nuclear-brasileiro-enfim-avanca.shtml>; data de acesso: 6 dez. 2018.

<sup>21</sup> Disponível em: <https://www.correiopovo.com.br/Noticias/Geral/2018/10/664215/Primeiro-submarino-brasileiro-sera-lancado-ao-mar-em-dezembro>; data de acesso: 6 dez. 2018.

tecnológica para atender ao Sirius está se tornando um fornecedor mundial. Destaca-se também o envolvimento de outras mais de duzentas empresas nacionais fornecedoras no projeto.

O desenvolvimento da tecnologia TERS no Brasil principalmente pela UFMG é outra iniciativa governamental no fomento ao desenvolvimento de nova instrumentação, e será detalhada na Seção 3.3. Além da UFMG e do CNPEM, já citados, outras instituições ligadas ao tema de desenvolvimento de nova instrumentação são o Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas – CBPF, o Laboratório Nacional de Astrofísica – LNA, o Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE e a Embrapa Instrumentação. Em todas elas – ligadas ao Governo Federal, quatro ligadas ao MCTI – há exemplos de casos práticos de desenvolvimento de nova instrumentação para o tipo desenvolvido, de acordo com a natureza da instituição, conforme se extrai do Quadro 2.

Quadro 2 - Seleção de instituições que desenvolvem instrumentação científica de ponta no Brasil e exemplo de instrumento

<b>Instituição / ano de fundação</b>	<b>Tipo de instrumentação</b>	<b>Caso prático</b>
Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas – CBPF (1949)	Instrumentação científica em física	Projeto Caipora – Instrumento para controlar parâmetros ambientais em tempo real (parceria com o INT)
Laboratório Nacional de Astrofísica – LNA (1985)	Instrumentação astronômica	STELES (espectrógrafo para o telescópio SOAR)
Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais – INPE (1961)	Satélite de maior complexidade	AMAZÔNIA-1 (satélite de observação da terra)
Embrapa Instrumentação (1984)	Tecnologias de ponta e instrumentos aplicados ao agronegócio	AGLIBS (da spinoff Agrobótica) para análise de solos

Fonte: elaboração própria

Cabe aqui um destaque ao CBPF, a mais antiga das instituições do Quadro 2, e que no ano 2000 criou um Mestrado Profissional em Física com ênfase em Instrumentação Científica – MP/CBPF. Voltado para Físicos e Engenheiros, este programa visa a formação de recursos humanos qualificados para o desenvolvimento de instrumentação científica e produção de tecnologia. Este programa tem como objetivo preencher um espaço na formação de pessoal, buscando suprir a demanda e a carência nacional de pessoal qualificado em Instrumentação Científica e inovação tecnológica. A ideia principal é o fortalecimento e a ampliação de ações que estabeleçam parcerias com outras instituições e com o setor produtivo e a promoção

da inovação neste setor. O MP/CBPF já formou mais de 70 mestres. Além da produção de tecnologias protegidas por patentes (e média uma por ano de 2017 a 2019), os egressos do mestrado profissional têm conseguido boa inserção no mercado profissional em instituições como Petrobras, COPPE/UFRJ, UENF, INFN-Roma, UFJF, CERN-Genebra, INPI, Marinha do Brasil, LNLS, dentre outras. Desde 2004, o CBPF já depositou 36 patentes nacionais, nove (9) internacionais, registrou três (3) softwares e duas (2) marcas <sup>22</sup>.

Quanto aos pesquisadores do tema no Brasil, dados do Diretório de Grupos de Pesquisa do CNPq de maio/2020<sup>23</sup> dão conta de 30 grupos cadastrados que utilizam a expressão-chave “instrumentação científica” em qualquer dos campos: nome do grupo, nome da linha de pesquisa, palavra-chave da linha de pesquisa, ou objetivo da linha de pesquisa. Desses, 19 grupos (63%) estão na grande área “Ciências Exatas e da Terra”, 15 dos quais na área de Física (50% do total), sendo um deles o grupo do LabNS/UFMG. Seis (6) grupos estão nas Engenharias (20%). A título de comparação, substituindo-se a expressão-chave “instrumentação científica” para “microscopia” e “nanotecnologia”, são identificados 281 e 565 grupos respectivamente.

### **3.2 A demanda por instrumentação científica no Brasil**

Os esforços pontuais de desenvolvimento de nova instrumentação científica no Brasil, relatados na Seção 3.1 não são suficientes para a estruturação de um setor dedicado que possa posicionar o país vantajosamente na balança comercial. A sistematização de dados públicos de importação e exportação do Portal de Estatísticas do Comércio Exterior – COMEXTAT, para nanotecnologias selecionadas revela a altíssima dependência do Brasil das empresas estrangeiras produtoras de instrumentação científica. A Figura 5 mostra a balança comercial brasileira para instrumentos e dispositivos científicos selecionados: (a) microscópios eletrônicos (NCM 9012.10.10)<sup>24</sup>, (b) espectrofotômetros (NCM 9027.30.20), e (c) lasers (exceto diodos laser, NCM 9013.20.00), em períodos específicos.

---

<sup>22</sup> Disponível em: <https://portal.cbpf.br/pt-br/pos-graduacao/programa-profissional>; data de acesso: 20 março 2021.

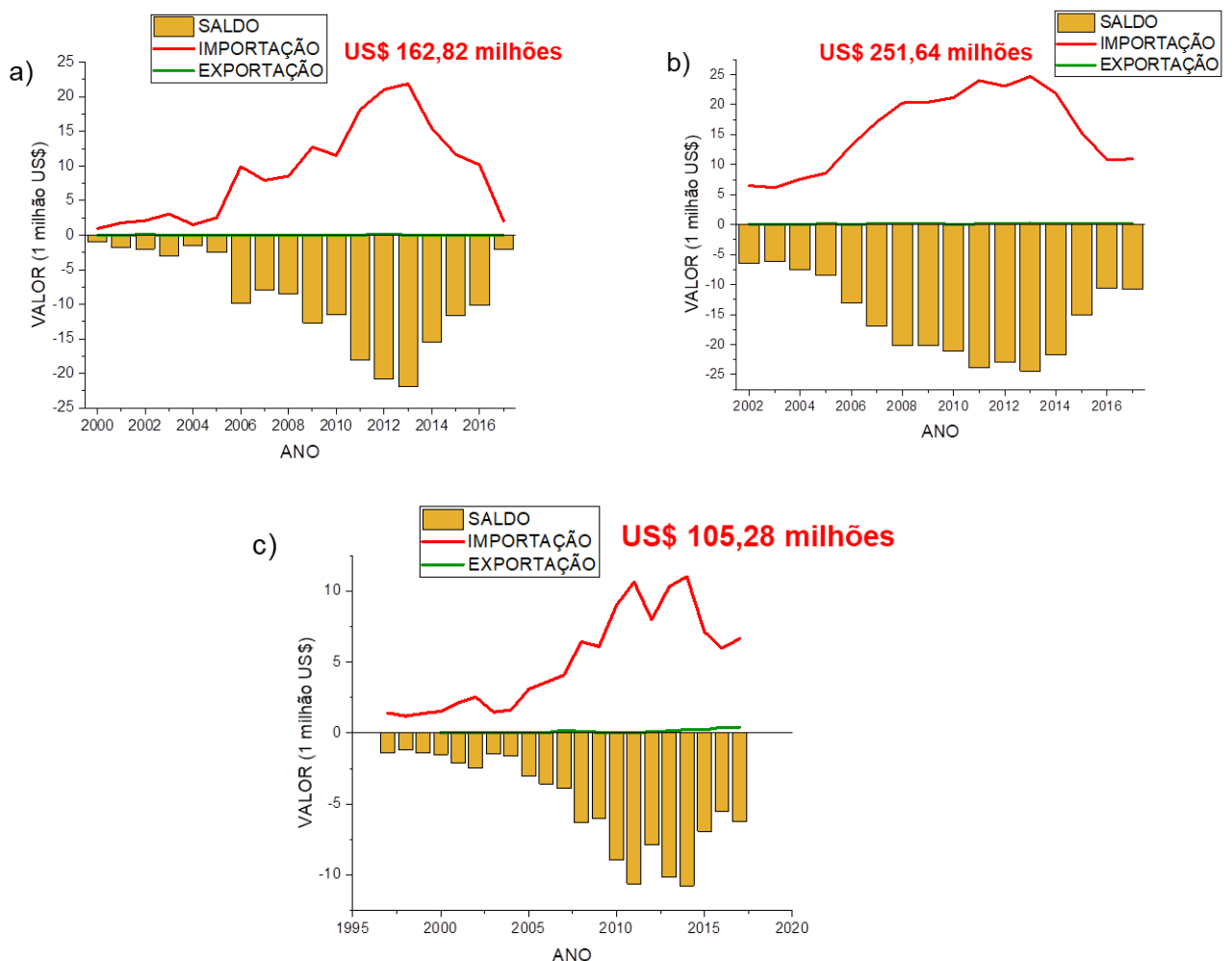
<sup>23</sup> Disponível em: <http://lattes.cnpq.br/web/dgp>; data de acesso: 23 maio 2020.

<sup>24</sup> A Nomenclatura Comum do Mercosul – NCM é baseada no Sistema Harmonizado – SH, que é “um método internacional de classificação de mercadorias, baseado em uma estrutura de códigos e respectivas descrições e



Entre os anos de 2000 e 2017, o Brasil importou US\$ 162,82 milhões em microscópios eletrônicos; entre 2002 e 2017, US\$ 251,54 milhões em espectrofotômetros; e entre 1997 e 2017, US\$ 105,28 milhões em lasers (exceto diodos laser). Este comportamento deficitário é também encontrado para outros instrumentos científicos complexos tais como espectrômetros de massa e difratômetros de raios X.

Figura 5 - Balança comercial brasileira para (a) microscópios eletrônicos, período 2000-2017; (b) espectrofotômetros, período 2002-2017; e (c) lasers, exceto diodos laser, período 1997-2017



Fonte: elaboração própria com base em (SESSA et al., 2020) e COMEXTAT

Dados relacionados a importações por fundações de apoio brasileiras refletem esta dependência externa e apontam que, em média, em torno de  $\frac{1}{4}$  do total aprovado ou efetivamente importado por tais fundações foi investido em instrumentos científicos relacionados à microscopia e espectroscopia óptica, área a que pertence a tecnologia TERS aqui estudada (Apêndice A). A aquisição de instrumentação científica no Brasil ocorre no âmbito dos editais de fomento, e não há esforço continuado de financiamento para desenvolvimento de nova instrumentação científica.

Uma publicação do CGEE, resultado de um esforço de mais de 200 especialistas oriundos da academia, empresas e governo que cooperaram ao longo de 2008 e 2009, apresentou um estudo para oferecer subsídios para tomadores de decisão sobre o desenvolvimento de materiais avançados de interesse prioritário no Brasil, em aplicações magnéticas, eletrônicas e fotônicas; energia; defesa nacional e segurança pública; atividades espaciais; meio ambiente; recursos naturais minerais e biológicos, saúde médico-odontológico; e tribologia (CGEE, 2010). Em relação ao cenário de infraestrutura para caracterização de materiais e matérias primas, constatou-se que, devido às facilidades de importação nos anos anteriores e à abertura de linhas de crédito voltadas para aquisição de novos instrumentos, a grande maioria dos instrumentos existentes no país deveriam estar próximas do estado da arte, em 2010. As aquisições vinham sendo estimuladas pelo CNPq, Fapesp e outros órgãos de apoio e justificadas por projetos aprovados por pares ou pela Finep. À época, existiam no Brasil instrumentos voltados à caracterização de materiais em todos os níveis de sofisticação, implantados principalmente em universidades. Um conjunto importante dos instrumentos estava alocado em centros de pesquisa públicos e/ou privados e em laboratórios de âmbito nacional. Uma boa parcela de instrumentos estava implantada em centros de pesquisa de empresas multinacionais com destacado histórico de PD&I, porém as informações sobre eles são apenas parcialmente disponibilizadas para conhecimento público (CGEE, 2010).

Mas posteriormente, em 2013, IPEA, CNPq e MCTI realizaram um mapeamento para oferecer um diagnóstico profundo sobre a infraestrutura de pesquisa científica e tecnológica no Brasil. Foram mapeadas 2.082 infraestruturas, das quais mais de 30% estão na área das engenharias, e 26% nas ciências exatas e da terra. Constatou-se que a imensa maioria da infraestrutura de pesquisa no país é formada de pequenos laboratórios espalhados nas universidades brasileiras, com média de quatro

pesquisadores por infraestrutura e equipamentos de pesquisa que custam menos de R\$ 2 milhões (em cerca de 90% dos casos). Ou seja, o país dispõe de pouquíssimas instalações de pesquisa de grande porte. Além disso, apenas 13% dos respondentes declararam que seu laboratório é compatível com as melhores infraestruturas do gênero no exterior (DE NEGRI; SQUEFF, 2016).

Um dos laboratórios que se destaca no tema no Brasil é apresentado na próxima seção. O Laboratório de Nanoespectroscopia – LabNS da UFMG desenvolve instrumentação científica em espectroscopia Raman e suas técnicas, com destaque para instrumentação em TERS. É apresentado um histórico do laboratório desde que trouxe a tecnologia TERS para o Brasil, e os projetos, financiamentos, parcerias e ativos de propriedade intelectual que construiu nesta trajetória.

### **3.3 O Laboratório de Nanoespectroscopia da UFMG e o TERS**

Criado em 2006 no Departamento de Física da UFMG, o LabNS é coordenado pelos líderes do grupo de pesquisa “Espectroscopia e Imagem Espectroscópica de Nanomateriais e Biocompósitos”, cadastrado no CNPq. Conta com uma equipe multidisciplinar, com formação em áreas como física, química, engenharia, ciência da computação, biologia, farmácia, oftalmologia e gestão, totalizando aproximadamente 40 pessoas, das quais 20 são pesquisadores de dedicação exclusiva ou alunos e 20 são pesquisadores associados em projetos. O laboratório desenvolve instrumentação científica em Espectroscopia Raman em seus vários modos e microscopia de varredura por sonda para pesquisa fundamental e aplicações em nanomateriais, energia, meio ambiente e saúde.

Em 2003, o pesquisador líder teve o primeiro contato com a tecnologia TERS ao assistir uma apresentação em conferência e, percebendo o seu potencial, iniciou uma série de visitas científicas de colaboração, principalmente com grupos dos Estados Unidos (Universidade de Rochester), Alemanha (Universidade de Munique) e Suíça (ETH, Zurique), por meio das quais aprendeu a técnica e a reproduziu no laboratório da UFMG. A partir daí, iniciou uma série de melhorias no protótipo, em várias frentes (sonda, cabeça de escaneamento, óptica, software, hardware) e estudos teóricos.

Quadro 3 - Marcos de desenvolvimento da tecnologia TERS no LabNS (até fevereiro/2021)

Ano	Marco(s) de desenvolvimento
<b>Tecnologia de estágio inicial (early stage) (TRL 1 a 3)</b>	
2003	Primeiro contato com a técnica, conferência no Canadá, palestra Achim Hartschuh (especialista em TERS)
2005	Palestra Achim Hartschuh no Encontro Nacional de Física da Matéria Condensada; a comunidade brasileira de Física tem contato e vislumbra o potencial da técnica TERS
2006	Criação do LabNS Visita científica à Univ. de Rochester; doutorando do LabNS fica por 6 meses na Univ. de Tuebingen para aprendizado da técnica Início da Rede SPM Brasil
2008	Primeiro artigo de campo próximo com fotoluminescência do grupo do LabNS; Primeiro artigo de TERS do grupo ( <i>Nature Materials</i> )
2009	Primeiro experimento TERS no protótipo laboratorial do LabNS (TRL3)
<b>Consolidação da Técnica (TRL 4)</b>	
2011	Prêmio Sociedade Brasileira de Física para melhor tese de Doutorado, aluno do LabNS (TERS); Início da Rede NI (ou Rede TERS) Depósito das três primeiras patentes do grupo no INPI, relacionada a sonda para TERS
2013	Menção Honrosa para trabalho sobre TERS na XXII Semana de Iniciação Científica da UFMG para aluno do LabNS; Criação do Laboratório Associado ao Inmetro para Inovação em Instrumentação Científica (LA3IC), um dos temas é o TERS
2014	Organização da Conferência Internacional TERS IV coordenada pelo líder do LabNS; Início de parceria informal com cliente potencial (IBM)
<b>Concepção da spin-off (TRL 5 a 6)</b>	
2015	Início da confecção do Modelo de Negócios FabNS Convênio com a empresa InventVision para desenvolvimento conjunto em TERS Projeto com IBM Research Brasil para utilização de TERS em caracterização de interações óleo e rocha
2016	Projeto com o Laboratório de Pesquisa do Exército Americano (ARL – <i>Army Research Lab</i> ) para utilização de TERS em aplicação militar Depósito dos primeiros dois pedidos de patente via PCT ainda ativos, referentes a sondas para TERS: sonda de ouro com corte por FIB e pirâmide dupla (batizada de PTTP)
2017	Início das fases nacionais das duas patentes depositadas via PCT, nos Estados Unidos, Europa e China
2018	Início de projeto conjunto de duas Unidades Embrapii e financiamento Codemge para desenvolvimento de produto para realizar TERS (Projeto Na@Mo) Início de projeto conjunto com Invent Vision e Inmetro e financiamento SibratecNano para desenvolvimento de rotas alternativas de sondas eficientes para TERS
2019	Concessão da primeira carta patente pelo escritório de patentes dos Estados Unidos (USPTO), referente à sonda com corte por FIB
2020	Concessão da segunda carta patente pelo USPTO e aviso de concessão da primeira carta patente pelo CNIPA, ambas relacionadas à sonda PTTP Concessão das duas primeiras patentes nacionais pelo INPI Criação da spin-off Fábrica de Nanosoluções - FabNS
2021	Publicação de capa na revista <i>Nature</i> em artigo de utilização do TERS do LabNS para investigação as propriedades excepcionais do grafeno rodado (GADELHA et al., 2021) Previsão de finalização do Projeto Na@Mo (TRL6)

Fonte: adaptado de (COSTA; SOUZA, 2019)

Desde 2014, o laboratório tem envidado esforços para desenvolver protótipos funcionais com o objetivo de empreender e comercializar sistemas para TERS. A

FabNS, spin-off do LabNS, foi criada em março de 2020 <sup>25</sup>. Os marcos de desenvolvimento da tecnologia TERS no Brasil, desde a criação do LabNS até a abertura da FabNS estão resumidos no Quadro 3 (COSTA; SOUZA, 2019). Neste Quadro, a divisão temporal contempla três etapas principais. A primeira etapa, denominada “tecnologia de estágio inicial”, compreende os esforços para se construir o protótipo laboratorial da tecnologia no Brasil, e seu fim é marcado pelo ano de 2009, ano da primeira prova de conceito, ou seja, o primeiro experimento TERS bem sucedido no laboratório, quando então se inicia a segunda etapa, de consolidação da técnica. No ano de 2014 foi iniciada uma parceria para utilização do TERS com potencial cliente e, em 2015, iniciados esforços para a criação da spin-off, buscando evoluir da fase de protótipo funcional para produto, fatos que marcam o início da terceira etapa, a de concepção do empreendimento. Na escala de nível de maturidade tecnológica (MANKINS, 1995), a primeira fase corresponderia aos TRLs de 1 a 3, a segunda fase, ao TRL 4, e a terceira fase, ao TRL 5, com previsão de se chegar ao TRL 6 ainda em 2021, conforme se explicita no Quadro 3.

A seguir é apresentado um detalhamento das características de cada etapa, incluindo principais realizações, parcerias e financiamentos que viabilizaram a maioria dos recursos físicos e humanos.

- Etapa “Tecnologia em Estágio Inicial”. A tecnologia começou a ser estudada pelo cientista líder no ano de 2003, e a infraestrutura do laboratório foi instalada em 2006. Nesta etapa, houve financiamento do CNPq, da Fapemig e da UFMG, além de um projeto com financiamento da Força Aérea dos Estados Unidos (valor total na casa de centenas de milhares de reais). As parcerias deste período incluem o Inmetro (o pesquisador líder atuou inicialmente como consultor, e posteriormente, licenciou-se da UFMG para implementar a nanometrologia na Divisão de Metrologia de Materiais do instituto), e universidades estrangeiras, tais como o MIT e Universidade de Rochester (Estados Unidos), Universidade de Tohoku (Japão) e Universidade de Tuebingen (Alemanha). Esta última recebeu um doutorando do LabNS para um doutorado sanduíche por um período de um ano. A Universidade de Rochester recebeu um recém-doutor do Departamento de Física da UFMG para um estágio pós-doutoral, por um período de três anos. O pesquisador líder realizou visitas científicas nestas

---

<sup>25</sup> A FabNS Fabrica de Nanosoluções e Participações LTDA tem sede em Belo Horizonte; uma sala em espaço de co-working, não tendo ainda iniciado suas operações. Atualmente, está negociando a transferência de tecnologia em TERS da UFMG relativa às patentes depositadas e concedidas.

instituições estrangeiras e recebeu, no Brasil, seus pesquisadores. O principal financiamento para o TERS veio pela Rede de Microscopia de Varredura por Sonda (Rede SPM Brasil), de 2006 a 2011, com financiamento do então MCT (hoje MCTI) e participação de várias instituições coexecutoras. Na UFMG, o grupo do LabNS foi responsável pelo desenvolvimento do TERS. A Rede viabilizou a construção do primeiro protótipo de TERS e geração dos primeiros resultados experimentais em 2009.

- Etapa “Consolidação da Técnica”. Além dos financiamentos da Fapemig e do CNPq, o LabNS recebeu aportes da Finep e da Capes, tendo integrado o Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia – INCT de Nanomateriais de Carbono, para aquisição de equipamentos e componentes. O principal projeto desta etapa foi a Rede de Nanoinstrumentação (Rede NI ou Rede TERS), executada entre 2011 e 2017, com financiamento do MCTI e coordenada pelo líder do LabNS, com parceria de outras nove instituições de pesquisa brasileiras e duas estrangeiras (Universidade de Munique e ETH-Zurique). Esta rede proporcionou a continuidade do desenvolvimento do equipamento completo para realizar TERS na UFMG e a replicação do sistema em outras duas instituições coexecutoras (Inmetro e UFC), além da formação de massa crítica de desenvolvedores e usuários. A Rede NI proporcionou a confecção de um modelo de negócios para a produção comercial de equipamentos para TERS prevendo a criação de spin-off acadêmica (Fábrica de Nanosoluções). Nesta mesma etapa, iniciou-se uma parceria informal com a Invent Vision <sup>26</sup>, que aportou capital intelectual e recursos em equipamentos. O pesquisador Líder foi coordenador da CTIT/UFMG por três anos, fato importante para mobilizar recursos gerenciais e estabelecer contatos com diversos atores do ecossistema local de inovação, internos e externos à universidade. Agregaram-se às parcerias internacionais do laboratório o ETH de Zurique e a Universidade de München (Alemanha) e, nacionalmente, a *IBM Research Brazil*. Ainda neste período, o LabNS passou a integrar a Rede de Laboratórios Associados ao Inmetro para Inovação e Competitividade, Rede LAIIC, tornando-se núcleo do Laboratório Associado ao Inmetro para Inovação em Instrumentação Científica – LA3IC. Também parte desta etapa estão os primeiros três depósitos de

---

<sup>26</sup> A Invent Vision Sistemas de Imagem e Visão S.A. é a única fabricante brasileira de câmeras industriais inteligentes, e atua nas seguintes áreas: óptica, sistemas de imagem multiespectrais, sistemas embarcados, processamento de alto desempenho, processamento de sinais e imagens e visão computacional. A empresa desenvolve, comercializa e implementa tecnologia de ponta para aplicações industriais de monitoramento, inspeção e controle de qualidade, além de trabalhar com projetos de inovação, participando de P&D junto a universidades e institutos de pesquisa ([inventvision.com.br](http://inventvision.com.br); data de acesso: 22 fev. 2021).

patente junto ao INPI, referentes a sondas para TERS e método de fabricação. O financiamento total desta etapa esteve na casa de milhões de reais.

- Etapa Concepção do Empreendimento. Nesta etapa, um dos alunos e futuro empreendedor da FabNS participou de programa *Academy Industry Training*, parceria entre os governos brasileiro e suíço (*Swissnex Brazil*). O LabNS recebeu aportes da *IBM Research Brazil* e do Exército dos Estados Unidos (*Army Research Laboratory – ARL*) para execução de pesquisas de aplicação do TERS, além de ter formalizado parceria com a Invent Vision, por meio de um convênio. O LabNS agregou parceiros com competências gerenciais, tais como o Núcleo de Tecnologia da Qualidade e da Inovação – NTQI (Departamento de Engenharia de Produção da UFMG) e o IEBT Inovação, consultoria especializada em empresas nascentes de base tecnológica, contratada para a confecção do Modelo de Negócios para a FabNS, com financiamento do MCTI por meio da Rede de NI. O principal financiamento desta etapa vem do projeto Nanoantena em Microscópio Óptico (Na@Mo), uma iniciativa da Companhia de Desenvolvimento de Minas Gerais (Codemge) e Empresa Brasileira de Pesquisa e Inovação Industrial (Embrapii - MCTI), com participação de duas unidades Embrapii (DCC-UFMG e Senai/Cimatec/Bahia), para geração de um protótipo funcional integrado para TERS, validado em ambiente relevante, passível de replicação (TRL 6, conforme Manual de Operação das Unidades Embrapii <sup>27</sup>). Destaca-se, também nesta etapa, o Projeto Nanoantenas Ópticas, por meio do Programa SibratecNano, em parceria com a empresa InventVision para produção em escala de sondas otimizadas para TERS. Nesta etapa também são depositados pedidos de patente via *Patent Cooperation Treaty – PCT*, e entradas nas fases nacionais nos Estados Unidos, Europa e China, de duas sondas com maior eficiência para TERS produzidas pelo grupo e seus métodos de fabricação: uma sonda de ouro com corte por FIB e uma pirâmide dupla (batizada de PTTP, sigla em inglês para *plasmon tunned tip pyramid*). Em 2019 e 2020 são concedidas as duas cartas patentes relacionadas, pelo escritório de patentes dos Estados Unidos (USPTO, sigla para *United States Patent and Trademark Office*). Todo o processo de proteção da propriedade intelectual foi financiado pela UFMG. Ainda em 2020, é concedida a primeira patente pelo escritório Chinês, e as primeiras patentes nacionais, pelo INPI. Em fevereiro de 2021, o artigo da utilização do TERS para a investigação das propriedades excepcionais do grafeno rodado é capa da renomada revista *Nature*, tendo grande repercussão no

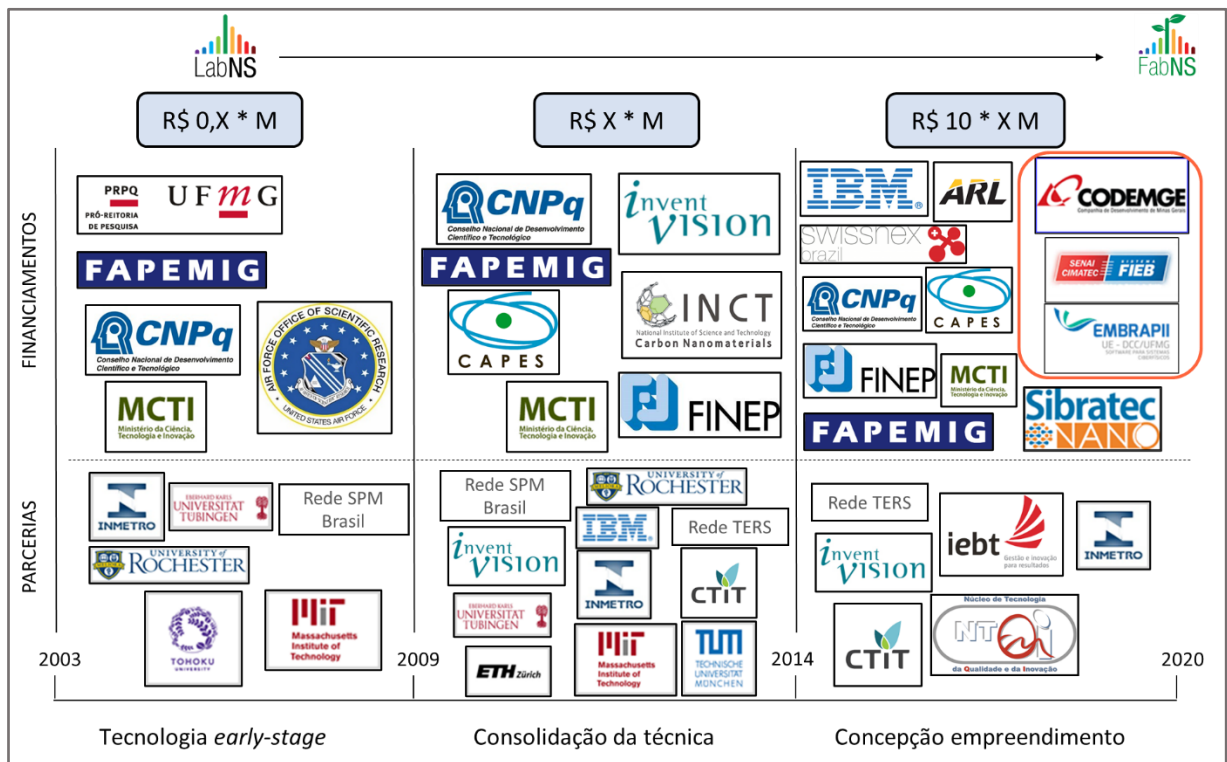
---

<sup>27</sup> Disponível em [https://embrapii.org.br/wp-content/images/2020/10/Manual\\_EMBRAPII\\_UE\\_2020\\_6.0-de-20.10.20.pdf](https://embrapii.org.br/wp-content/images/2020/10/Manual_EMBRAPII_UE_2020_6.0-de-20.10.20.pdf); data de acesso: 21 março 2021).

meio científico (GADELHA et al., 2021) e divulgação pela mídia. O recurso financeiro total desta etapa, das diversas fontes, está na ordem de dezena de milhão de reais.

Na história de criação e estabelecimento do LabNS e do TERS no Brasil, o capital social – ativos de natureza relacional oriundos dos recursos potenciais ou reais acessados em redes de relacionamento (NAHAPIET; GOSHAL, 1998), como, por exemplo, mobilização de competências gerenciais, atração de talentos e geração de conexões de rede frutíferas com agentes nacionais e internacionais – construído pelos agentes do LabNS em todo o período analisado, foi essencial para a obtenção de financiamentos crescentes ao longo do tempo. Também contribuiu muito para a obtenção de recursos de natureza não financeira, mas essenciais ao processo que culminou na criação da spin-off acadêmica. A Figura 6 dispõe o histórico de financiamentos e parcerias para a geração da tecnologia que culminou na criação da FabNS, desde 2003 até 2020, seguindo a divisão de macroetapas proposta pelo Quadro 3 e com a ordem de grandeza dos montantes recebidos.

Figura 6 - Histórico de financiamentos e parcerias na trajetória do TERS no LabNS



Fonte: adaptado de (COSTA; SOUZA, 2019)



Ao longo de sua trajetória, o LabNS produziu melhorias a partir da tecnologia trazida de seus parceiros internacionais, que resultaram em publicações científicas e ativos de propriedade industrial. As mais de 30 publicações científicas do grupo, relacionadas a TERS, serão vistas com mais detalhes no Capítulo 7.

Os ativos de propriedade industrial de autoria dos integrantes do LabNS e relacionados a TERS estão no Quadro 4, que apresenta o número do pedido ou carta patente, a data de depósito ou concessão, o título e os titulares. Ao todo, são 9 tecnologias que estão descritas em 9 pedidos de patente ativos e seis cartas-patente, além de registros de software e uma marca, conforme detalhes a seguir:

- 3 patentes concedidas no USPTO (EUA);
- 1 patente concedida pelo CNIPA (China);
- 2 patentes concedidas pelo INPI;
- 6 pedidos de patente nacionais ativos, depositados no INPI;
- 3 pedidos de patentes internacionais, relacionados a 2 tecnologias: dois no EPO (Europa); um no CNIPA;
- 3 registros de software;
- 1 registro de marca.

Sete tecnologias foram depositadas via PCT; apenas dois destes pedidos estão ativos e entraram em fases nacionais em três escritórios, cada um: Estados Unidos (duas patentes concedidas), Europa (em exame) e China (uma patente concedida, outra em exame).

Quadro 4 - Ativos de propriedade industrial relacionados a TERS, de autoria do LabNS: número, título, número oficial (pedido/registro/patente), data de depósito, e titulares

N.	TÍTULO	N. OFICIAL	DATA	TITULARES
<b>PATENTES INTERNACIONAIS CONCEDIDAS</b>				
1	METALLIC DEVICE FOR SCANNING NEAR-FIELD OPTICAL MICROSCOPY AND SPECTROSCOPY AND METHOD FOR MANUFACTURING SAME	US 10,274,514	07-11-2017	UFMG INMETRO
2	CALIBRATING TIP-ENHANCED RAMAN MICROSCOPES	US 10,605,826	17-06-2018	UFMG IBM
3	METALLIC DEVICE FOR SCANNING PROBE MICROSCOPY AND METHOD FOR MANUFACTURING SAME	US 10,605,827	14-06-2018	UFMG INMETRO
4	METALLIC DEVICE FOR SCANNING PROBE MICROSCOPY AND METHOD FOR MANUFACTURING SAME	CN109073675B	15-08-2018	UFMG INMETRO

<b>PATENTES NACIONAIS CONCEDIDAS</b>				
1	DISPOSITIVO DE FIBRA ÓPTICA COM ELEMENTO UNIDIMENSIONAL PARA MICROSCOPIA E ESPECTROSCOPIA ÓPTICA DE CAMPO PRÓXIMO	BRPI1105972B1	29-12-2011	UFMG
2	DISPOSITIVO VAZADO COM EXTREMIDADE UNIDIMENSIONAL PARA MICROSCOPIA E ESPECTROSCOPIA ÓPTICA DE CAMPO PRÓXIMO	BRPI1107185B1	29-12-2011	UFMG
<b>PATENTES NACIONAIS DEPOSITADAS</b>				
1	DISPOSITIVO MACIÇO ENCAPADO COM NANOCONE DE CARBONO PARA MICROSCOPIA E ESPECTROSCOPIA POR VARREDURA DE SONDA	BR 1020120269732	22-10-2012	UFMG
2	DISPOSITIVO MACIÇO COM EXTREMIDADE UNIDIMENSIONAL PARA MICROSCOPIA E ESPECTROSCOPIA ÓPTICA DE CAMPO PRÓXIMO	BR 1020120333040	27-12-2012	UFMG INMETRO UFRGS
3	MÉTODO E EQUIPAMENTO DE POSICIONAMENTO AUTOMÁTICO PARA MICROSCOPIA POR VARREDURA DE SONDA E ESPECTROSCOPIA ÓPTICA IN SITU	BR1020150112335	15-05-2015	UFMG
4	DISPOSITIVO METÁLICO PARA MICROSCOPIA E ESPECTROSCOPIA ÓPTICA DE CAMPO PRÓXIMO E MÉTODO DE FABRICAÇÃO DO MESMO	BR1020150103522	07-05-2015	INMETRO UFMG
5	DISPOSITIVO METÁLICO PARA MICROSCOPIA POR VARREDURA POR SONDA E MÉTODO DE FABRICAÇÃO DO MESMO	BR1020160291267	12-12-2016	INMETRO UFMG
6	MÉTODO DE POSICIONAMENTO AUTOMÁTICO PARA MONTAGEM DE SONDAS PARA VARREDURA E ESPECTROSCOPIA ÓPTICA IN SITU E DISPOSITIVO	BR1020170079171	17-04-2017	UFMG INMETRO INVENT VISION
<b>PATENTES INTERNACIONAIS DEPOSITADAS</b>				
1	METALLIC DEVICE FOR SCANNING NEAR-FIELD OPTICAL MICROSCOPY AND SPECTROSCOPY AND METHOD FOR MANUFACTURING SAME	EP16789396.5	29-11-2017	UFMG INMETRO
2	METALLIC DEVICE FOR SCANNING NEAR-FIELD OPTICAL MICROSCOPY AND SPECTROSCOPY AND METHOD FOR MANUFACTURING SAME	CN107850621A	15-12-2017	UFMG INMETRO
3	METALLIC DEVICE FOR SCANNING PROBE MICROSCOPY AND METHOD FOR MANUFACTURING SAME	EP16875011.5	12-07-2018	UFMG INMETRO
<b>SOFTWARES</b>				
1	HYPERSPECTRUM TOOLBOX - HSPE	BR5120170003971	19-04-2017	UFMG
2	FOCUS MASTER	BR5120200010261	05-06-2020	UFMG
3	PROBE MASTER	BR5120200010270	05-06-2020	UFMG
<b>MARCA</b>				
1	FabNS	914814486	07-06-2018	

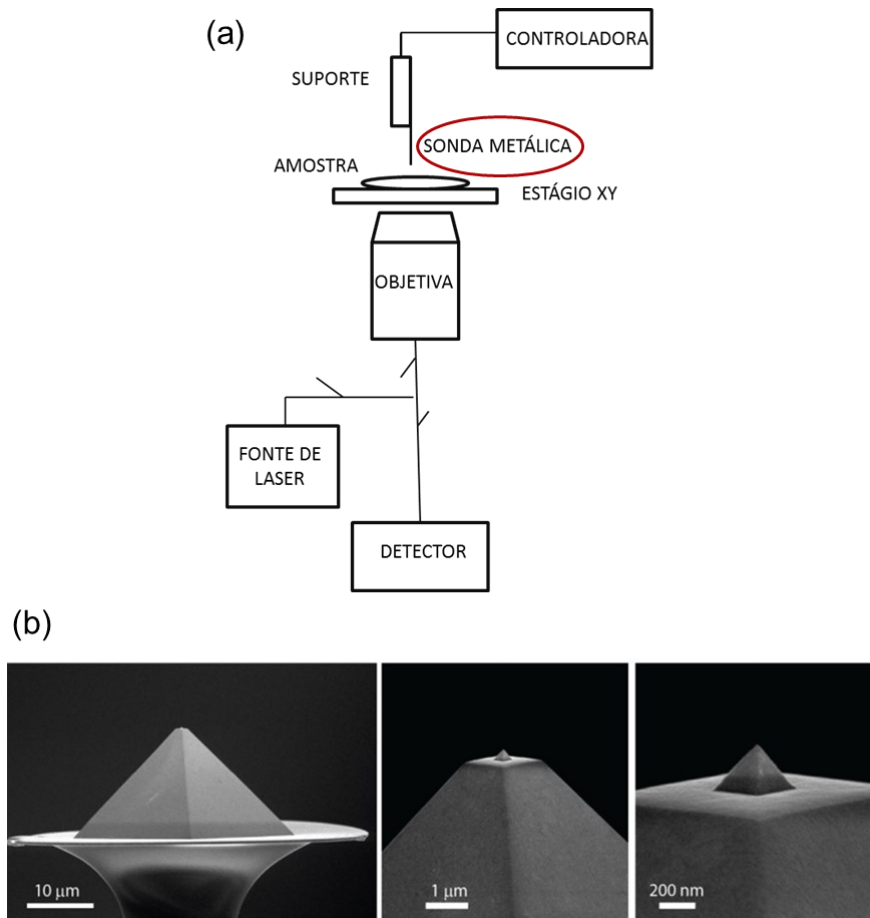
Fonte: elaboração própria a partir de dados fornecidos pela CTIT/UFMG

Das nove tecnologias protegidas por patente, seis referem-se a novas sondas eficientes para TERS. As demais referem-se a: método de posicionamento automático do foco do laser na sonda e dispositivo associado; método de posicionamento automático para montagem de sondas; protocolo e material de referência para calibração de sistemas TERS. Os softwares referem-se a análise de espectros (HSPE Toolbox) e controle do sistema TERS (ProbeMaster e FocusMaster). A FabNS é marca registrada no INPI.

A Figura 7 (a) mostra o esquema simplificado da configuração do equipamento para fazer TERS na geometria adotada pelo LabNS: uma fonte de laser percorre um caminho óptico composto de lentes e espelhos responsáveis por condicionar a luz até uma objetiva que a focaliza na amostra; a sonda metálica é controlada por meio de um sistema de feedback nos moldes da microscopia de varredura por sonda; o acoplamento da luz com a sonda em condições otimizadas (comprimento de onda da luz acoplada ao material da sonda) fornece um aumento do sinal Raman a partir do efeito de nanoantena, o que também confere a resolução na escala nanométrica; o sinal Raman é então captado de volta pelo detector gerando um espectro; softwares de análise produzem uma imagem de hiperespectro a partir da intensidade de bandas Raman específicas do material. A Figura 7 (b) mostra a imagem de microscopia eletrônica de varredura do ápice da sonda denominada PTTP, a sonda mais eficiente para TERS até agora produzida pelo grupo (carta-patente US10,605,827, carta-patente CN109073675B, e pedidos de patente BR1020160291267 e EP16875011.5).

O LabNS opera hoje dois sistemas para TERS, em pleno funcionamento. O encerramento do projeto Na@Mo, coexecutado pelas unidades Embrapii, resultará em um equipamento compacto em gabinete, com softwares de controle e análise robustos, especialmente desenvolvidos considerando a experiência do usuário e com inovações nas funcionalidades em comparação às dos softwares mais atuais utilizados em microscópios AFM e espectrômetros Raman comerciais. A partir dos projetos Na@Mo e SibratecNano, o protótipo se aproxima de um equipamento comercial que será o primeiro produto da FabNS.

Figura 7 - (a) Diagrama simplificado dos elementos principais de um sistema para TERS com destaque para a posição da sonda metálica; (b) imagem MEV da sonda PTPP

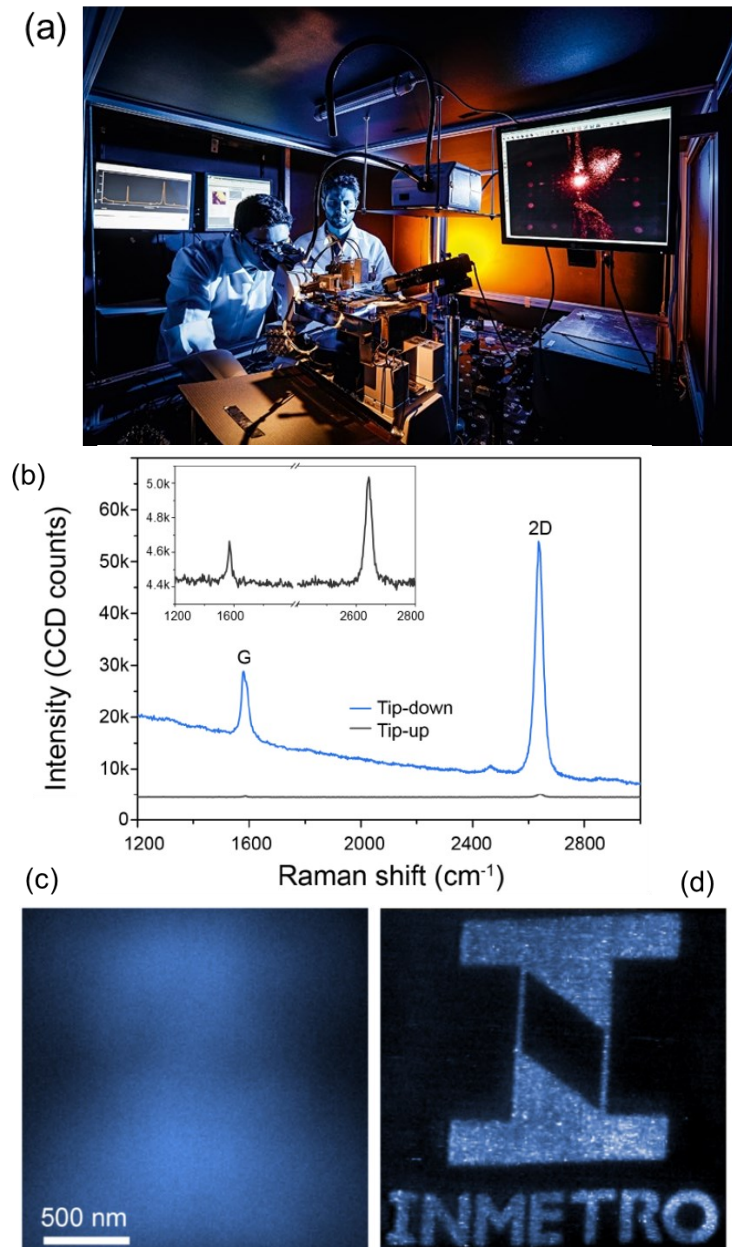


Fonte: (a) elaboração própria; (b) US10,605,827

A Figura 8 (a) mostra sistema TERS do LabNS em sua configuração de protótipo laboratorial. Em (b) estão os espectros Raman convencional (*tip up*) e TERS (*tip down*) de uma amostra de grafeno em que foi nanofabricada a logomarca do Inmetro (ver (c,d)), utilizando um microscópio de íons de hélio. Como pode ser observado em (b), a configuração TERS possibilita um aumento do sinal Raman tipicamente da ordem de 10 a 100 vezes. Em (c) está a imagem obtida pela medida da intensidade de uma banda Raman característica de defeitos induzidos pelo feixe de íons de hélio no material (banda D) por toda a amostra. No Raman convencional (micro-Raman) não é possível se obter detalhes na escala nanométrica. Em (d) repetiu-se a medida com a sonda (TERS ou nano-Raman) (VASCONCELOS et al., 2021). O confinamento da luz proporcionado pela sonda permite aumentar a resolução enormemente a ponto de se obter imagens com muito mais detalhe e ser possível observar estruturas não vistas

na imagem de micro-Raman convencional. Além da revelação da topografia por AFM, o TERS fornece a informação química do material.

Figura 8 - (a) Sistema TERS em operação no LabNS; (b) espectro Raman de floco de grafeno sem sonda (*tip up*, linha preta) e TERS (com sonda, *tip down*, linha azul); no *inset*, detalhes do espectro Raman sem a sonda; (c) imagem hiperespectral da banda D obtida por Raman convencional, *tip up*; (d) TERS de (c).



Fonte: (a) Leo Drummond; (b-d) reproduzido de (VASCONCELOS et al., 2021)

A experiência do LabNS com o TERS é a motivação para procurar entender como se dá o desenvolvimento de instrumentação científica em nanotecnologia e apontar caminhos para as próximas etapas a partir da criação da FabNS.

Este capítulo procurou analisar programas e ações relacionados ao tema da instrumentação científica no Brasil. Os dados aqui descritos evidenciam que, no Brasil, não se desenvolve nova instrumentação científica como estratégia, mas predomina o fomento à aquisição de equipamentos importados, para atender a demanda claramente existente. Entretanto, o volume de aquisições está vulnerável às crises mundiais e à proporção de dispêndios dedicados à CT&I, além de limitar a atuação científica do país a equipamentos estabelecidos. O país já teve iniciativas de incentivo ao desenvolvimento de instrumentação científica. Entretanto, em sua maioria, os esforços foram na reprodução do que havia no estado da técnica mundialmente, o que, descoordenado de outras políticas, não produziu resultados relevantes, o que pode ter gerado descrédito da comunidade científica para este tema. Nas poucas iniciativas de desenvolvimento de nova instrumentação, o país já foi capaz de fomentar a indústria nacional e gerar capacidade tecnológica. O Laboratório de Nanoespectroscopia vem desenvolvendo instrumentação para TERS em mais de uma década. Recentemente, criou a FabNS, Fábrica de Nanosoluções, num esforço empreendedor para produzir equipamentos TERS e retornar para a sociedade o investimento, principalmente público, que recebeu para pesquisa, desenvolvimento e formação de recursos humanos.

No próximo capítulo serão apresentados os conceitos de *Technology Roadmapping*, a abordagem aqui escolhida para estudar os elementos influenciadores nas trajetórias de três instrumentos científicos da nanotecnologia.

## 4 TECHNOLOGY ROADMAPPING

Em anos recentes, os avanços tecnológicos têm motivado indústrias, empresas e governo na busca de um melhor alinhamento entre objetivos estratégicos e gerenciamento de tecnologia, por meio da aplicação de abordagens estruturadas e flexíveis. Uma delas é o *Technology Roadmapping* – TRM, ou mapeamento de rotas tecnológicas (CARVALHO; FLEURY; LOPES, 2013). O *roadmapping* é um processo que permite a um grupo de pessoas explorar um tópico baseado em onde estão no momento, e aonde querem chegar, formando um plano para como chegar lá.

Este capítulo apresenta a definição, características e usos do TRM, um breve histórico da abordagem, as estruturas típicas e exemplos possíveis para os mapas, um exemplo bem sucedido de aplicação do TRM, e a descrição da abordagem retrospectiva do TRM ilustrada com um exemplo da indústria de diamante sintético.

### 4.1 Definição, características e usos

O TRM é um método para apoiar o desenvolvimento, a comunicação e a implementação de tecnologia na estratégia do negócio e auxiliar no gerenciamento e planejamento da inovação (DE OLIVEIRA et al., 2012; PHAAL; FARRUKH; PROBERT, 2004a, 2010). Ele é conhecido como uma ferramenta para P&D, desenvolvimento de produtos e processos de comunicação entre diversas partes interessadas (YASUNAGA; WATANABE; KORENAGA, 2009). Sua função é a articulação de consenso de visões de tecnologias futuras atrativas informadas pela ciência e, por isso, é largamente aplicado da perspectiva de empresas baseadas em tecnologia. O TRM é utilizado para apoiar o gerenciamento e o planejamento de tecnologia, especialmente para explorar e comunicar as relações dinâmicas entre os recursos tecnológicos, os objetivos organizacionais e o ambiente em constante mudança (PHAAL; FARRUKH; PROBERT, 2004a).

O método consiste em dois componentes principais: o processo de *roadmapping*, que envolve considerações sobre como preparar a aplicação da abordagem, executá-la, utilizar seus resultados e consolidar as informações; e o *roadmap*, que é um mapa com os possíveis caminhos de um negócio ou organização em direção aos seus objetivos, que mostra oportunidades e desafios (DE OLIVEIRA et al., 2012). Os mapas de rotas tecnológicas são esquemas gráficos com várias camadas em função do

tempo, e permitem o alinhamento dos desenvolvimentos tecnológicos com as tendências e direcionadores do mercado (PHAAL; FARRUKH; PROBERT, 2010). Mais detalhes sobre os mapas são relatados na Seção 3.3.

Para Garcia, o *technology roadmap* é o resultado de um processo estratégico de planejamento de tecnologia que identifica, de forma cooperativa, alvos de performance de produtos e processos, as alternativas e marcos tecnológicos para se atingir esses alvos, e um plano ou caminho tecnológico comum para as atividades de pesquisa e desenvolvimento (GARCIA, 1997). Já o processo de *roadmapping* envolve basicamente três fases: atividades preliminares de preparação, desenvolvimento do *roadmap* e o acompanhamento posterior para sua implementação e futura atualização (GARCIA; BRAY, 1997).

Os termos *roadmap* e *roadmapping* são utilizados frequentemente em seus significados literais. Neste trabalho, entretanto, o significado reflete a abordagem de TRM utilizada pelo *Centre for Technology Management*, da Universidade de Cambridge, escola de referência neste tema. A palavra *roadmap* é um sumário de planos de ciência e tecnologia em forma de mapas. Já o *roadmapping* é o processo de desenvolvimento do mapa. Embora um *roadmap* possa ser representado de maneiras diversas, geralmente ele é uma representação gráfica em camadas de um plano que conecta tecnologias e produtos a oportunidades de mercado (CARVALHO; FLEURY; LOPES, 2013).

Um relatório sobre os fundamentos do TRM com base na experiência de aplicação do método nos Laboratórios Nacionais Sandia – instituição vinculada ao Departamento de Defesa dos Estados Unidos – identificou três usos do método: 1) ajudar a desenvolver um consenso sobre as necessidades organizacionais e as tecnologias para atender tais necessidades; 2) apoiar a previsão tecnológica em áreas estratégicas; 3) fornecer uma estrutura para planejar e coordenar desenvolvimentos tecnológicos, nos níveis organizacional e setorial (GARCIA; BRAY, 1997). Os benefícios identificados na adoção do método são: melhoria da confiança nas decisões de investimentos em tecnologia com atividades de pesquisa coordenadas dentro e entre organizações; e adoção de ferramenta de comunicação para apoiar o *marketing* da tecnologia, tanto interna quanto externamente à organização. O TRM é apropriado em situações onde há decisões desafiadoras de investimento de



tecnologia, quando as alternativas não estão claras, os tempos são incertos e há necessidade de coordenar desenvolvimentos dentro ou entre organizações (GARCIA; BRAY, 1997).

Os benefícios trazidos pela adoção do método, como ferramenta auxiliar à estratégia são: combinação de conhecimento coletivo vindo de várias áreas da organização para vislumbrar o futuro de um tópico escolhido, num processo altamente colaborativo, o que estimula compromisso e adesão dos participantes, gerando entendimento de seus papéis no panorama da organização; identificação de novas ideias e oportunidades, mas também desafios e barreiras; possibilidade de integração com outras ferramentas de planejamento estratégico e tecnológico, tais como análise de cenários, análise SWOT, gerenciamento de portfólio, dentre outras; flexibilidade para aplicação em vários propósitos, tais como desenvolvimento de produtos, estratégia de inovação, estratégia funcional e estratégia do negócio; eficiência na aplicação inicial do método, por meio de ferramentas ágeis; prontidão da organização em ser mais responsiva aos desafios atuais de mudanças internas e externas em ritmo acelerado <sup>28</sup>.

Para Garcia, o *roadmapping* pode ser feito em dois níveis: setor industrial ou corporação, o que vai requerer diferentes demandas em termos de tempo, custo, nível de esforço e complexidade (GARCIA; BRAY, 1997).

Para Coelho e colaboradores, há três grandes tópicos sobre os quais são realizados estudos de *roadmaps*: ciência e tecnologia; indústrias e governos; produtos tecnológicos e plataformas (COELHO et al., 2010). Em ciência e tecnologia, os mapas podem mostrar os desenvolvimentos futuros de um campo científico ou técnico. Os desafios são relacionados à evolução do campo sob estudo e as aplicações correntes ou potenciais da tecnologia, que então serão objeto de planos de ação para investimentos. No setor industrial e nos governos, os *roadmaps* objetivam descrever o futuro de uma área de conhecimento ou um setor industrial, para identificar ações a serem tomadas para impulsionar a indústria ou o setor. No caso de *roadmaps* aplicados a produtos tecnológicos e plataformas, sua construção é baseada nas potencialidades de evolução do produto ou da plataforma, cujo sucesso dependerá da

---

<sup>28</sup> Disponível em <https://www.ifm.eng.cam.ac.uk/ifmecs/ifm-ecs-courses/roadmapping/>; data de acesso: 16 ago. 2020.

gestão das complexidades, tais como custos, design e uso de tecnologias mais apropriadas (COELHO et al., 2010).

Para Phaal e Muller, o *roadmapping* pode ser aplicado a diferentes objetos, tais como tecnologia, produtos, programas, setores industriais e campos científicos (PHAAL; MULLER, 2009). Uma das características do método é sua flexibilidade, que o fez se difundir e ser, hoje, largamente utilizado em diferentes setores, para vários propósitos e em vários níveis: da tecnologia, do produto, do negócio, da organização, do setor, e nacional. As adaptações podem ser aplicadas em planejamento de componentes, produtos, sistemas, cadeias de suprimento e redes, setores (aplicações e tecnologias de todo tipo), regiões e nações (KERR; PHAAL, 2020). Em organizações, o método é principalmente utilizado para suprir a necessidade de planejar e gerenciar cenários futuros relativos à inovação, mas também como auxílio no planejamento estratégico da inovação (DE OLIVEIRA et al., 2012).

#### **4.2 Histórico do Método**

As raízes do método de TRM datam dos anos 1950 (PHAAL; SIMONSE; DEN OUDEN, 2008), na indústria automotiva norte americana (PROBERT; RADNOR, 2003). Mas as empresas *Motorola* e *Corning* foram as que lideraram abordagens de TRM no final dos anos 1970 e 1980 (PROBERT; RADNOR, 2003). A abordagem da *Motorola* para apoiar o planejamento integrado de produto e tecnologia foi descrita no primeiro artigo no tema (WILLYARD; MCCLEES, 1987), que declarava que o *roadmapping* oferece um meio de comunicar aos engenheiros de design e desenvolvimento e ao pessoal de vendas, quais tecnologias irão requerer desenvolvimento e aplicação para produtos futuros. Embora contivesse oito partes e uma descrição completa da linha de produtos (passado, presente, futuro) para uma divisão ou um grupo operacional, além de detalhes e técnicas para cada caso, o que chamou a atenção dos leitores foi o diagrama tipo matriz – o mapa – que compilava vários documentos e incluía, dentre outras, a descrição do negócio, a alocação de recursos e o portfólio de patentes, contendo, portanto, todas as informações típicas de um plano ou estratégia de negócios. A novidade, portanto, foi a representação diagramática (a matriz de *roadmap*) da estratégia (PHAAL; FARRUKH; PROBERT, 2010). Segundo Probert e Radnor, a partir do caso da *Motorola*, o interesse pelo

*roadmap* aumentou significativamente a partir dos anos 1990, como consequência direta da diminuição dos tempos de ciclo de desenvolvimento de produto, cada vez menores, o que criava uma grande necessidade de coordenação dos vários fatores envolvidos nesse processo (PROBERT; RADNOR, 2003). Portanto, a velocidade de desenvolvimento de novos produtos e tecnologias passou a ser fator primordial. O trabalho da *Motorola* passou a ser referenciado pela sigla TRM – *Technology Roadmap* (DE OLIVEIRA et al., 2012). Enquanto a *Motorola* adotou uma abordagem focada na evolução e no posicionamento de suas tecnologias, a *Corning* mapeou os eventos críticos para a estratégia da corporação e das unidades de negócio (NETO, 2005). Embora tenha havido a adoção do termo “*technology roadmapping*”, de fato, a “tecnologia” é geralmente apenas um aspecto de um *roadmap*, e a abordagem poderia ser denominada “*business*”, “*strategic*” ou “*innovation*” *roadmapping*, (PHAAL et al., 2003).

Pouco depois da publicação do artigo da *Motorola*, várias empresas europeias, principalmente a *British Petroleum* (BARKER; SMITH, 1995) e a *Philips* (GROENVELD, 1997), adotaram o conceito. A associação europeia EIRMA (*European Industrial Research Management Association*) documentou um processo de *roadmapping* em 1997, baseado na experiência de 25 empresas. Destacam-se, ainda, os trabalhos da indústria de semicondutores, do Laboratório de pesquisa da Sandia, da rede de indústrias americanas MATI (*Management of Accelerated Technology Innovation*), que se tornaram importantes referências (DE OLIVEIRA et al., 2012). Outras organizações que adotaram o TRM foram: *Lucent*, *HP*, *ABB*, *GM*, *Vodafone*, *Boeing*, *NASA*, *Roche*, *Domino*, *Rockwell Automation*, *UK Post Office* (NETO, 2005). Em artigo recente, Kerr e Phaal traçam as raízes industriais do método – que antecede a literatura tradicional de gerenciamento da tecnologia e da inovação – e detalham seu uso por várias organizações que iniciaram e avançaram a prática do TRM (KERR; PHAAL, 2020) ao estágio como se conhece hoje, com o objetivo de reconhecer e dar o devido crédito às instituições pioneiras na aplicação e desenvolvimento da abordagem.

A partir dos anos 2000, o uso do TRM difundiu-se ainda mais, com o surgimento de trabalhos como o *T-plan*, que é uma espécie de guia sobre como iniciar o processo de *roadmapping* em uma organização, de forma rápida e econômica, facilitando a customização da abordagem (PHAAL et al., 2003; PHAAL; FARRUKH; PROBERT,

2004b). A inerente flexibilidade da abordagem em termos tanto da arquitetura do *roadmap* quanto do processo adotado para sua construção é, ao mesmo tempo, um benefício – possibilidade de uso em diferentes contextos – e uma dificuldade, uma vez que a customização pode ser trabalhosa (PHAAL et al., 2003). Com o *T-plan*, que busca facilitar essa customização, o método foi adaptado e aplicado a uma variedade de contextos industriais, nos níveis de empresa e de setor.

O *roadmapping* é usado por empresas e agências governamentais, e é reconhecido, da perspectiva institucional, pelas Nações Unidas como uma ferramenta facilitadora para estabelecer direções e determinar ações decorrentes orientadas a um objetivo. Ademais, na esfera política, o congresso dos Estados Unidos publicou o “*Solar Technology Roadmap Act*” para estabelecer e apoiar a criação e manutenção de um *technology roadmap*, para estimar as necessidades de pesquisa e desenvolvimento em energia solar em curto, médio e longo prazos, que atendessem as prioridades nacionais em segurança energética, dentre outras coisas (KERR; PHAAL, 2020).

Por outro lado, a pesquisa acadêmica em *roadmapping* está muito aquém da prática industrial, tendo início nos anos 1990 nos Estados Unidos, Europa e Japão, com grupos de pesquisa altamente engajados na indústria, tipicamente em departamentos de engenharia de universidades (KERR; PHAAL, 2020). O autor mais ativo nas publicações sobre o tema é Robert Phaal, do Departamento de Engenharia da Universidade de Cambridge.

Os artigos de revisão no assunto apontam que ainda há um vasto campo de investigação para esta área do conhecimento diretamente ligada ao planejamento estratégico da inovação. Exemplos de objetivos, funções, arquiteturas, implementações, ferramentas e desafios do TRM podem ser encontrados (VATANANAN; GERDSRI, 2012). Carvalho e colaboradores apresentam uma revisão da literatura em TRM com apontamentos sobre a falta de avaliações e resultados efetivos da aplicação do TRM em termos de desempenho de inovação (CARVALHO; FLEURY; LOPES, 2013). Esses autores reportam que o TRM ainda está em fase exploratória de pesquisa e que as interfaces entre *roadmapping* e outras iniciativas vitais à inovação, tais como gerenciamento do conhecimento, habilidades de comunicação e recursos e competências estratégicas são pouco estudados na literatura. Perspectivas na literatura de *roadmapping* também podem ser encontradas

em outros trabalhos (OLIVEIRA VALÉRIO; SANCHES DA SILVA; NEVES, 2020), que também apontam a falta de estudos relacionados a procedimentos híbridos, ou seja, outras ferramentas que podem ser integradas ao método. Todos esses trabalhos apontam lacunas da literatura no tema.

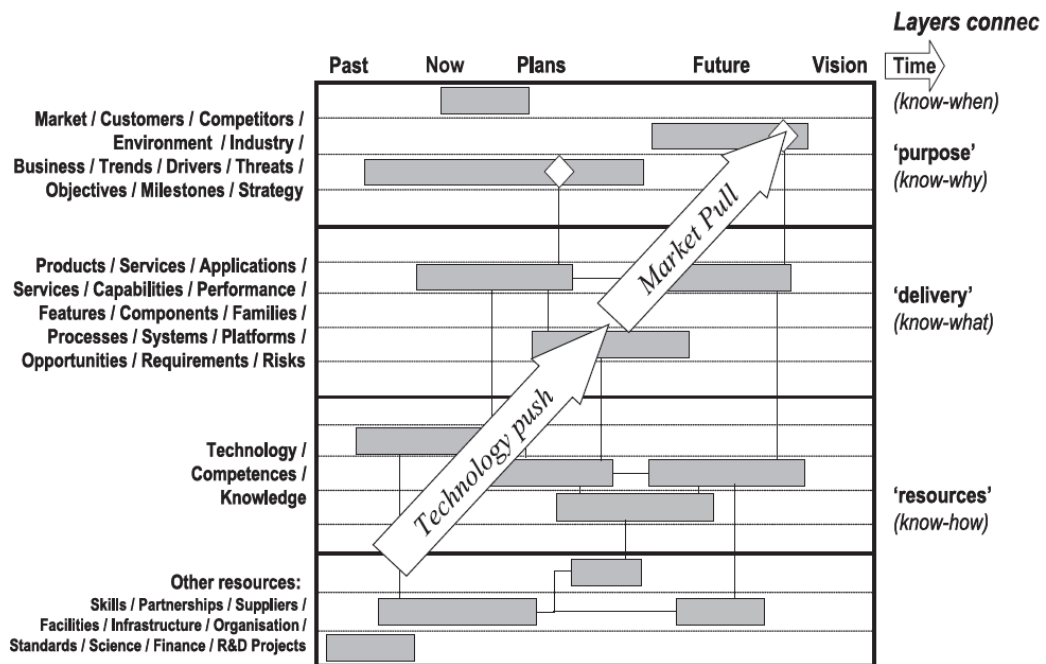
Em revisão sistemática da literatura, por meio de estudo bibliométrico e análise de redes e de conteúdo, Alcântara e Martens geraram clusters de artigos e pesquisadores para explorar como o tema do TRM tem sido abordado na literatura quanto aos modelos e tipos de aplicações (DE ALCANTARA; MARTENS, 2019). Winkowski aponta as finalidades para as quais os *roadmaps* tecnológicos são mais usados: estimativa do potencial impacto da mudança tecnológica no ambiente para antecipar seus efeitos; determinação do futuro do progresso tecnológico em empresas, agências governamentais e outras organizações; e projeção de direções para o desenvolvimento de tecnologia no contexto de desenvolvimento sustentável (WINKOWSKI, 2020). A pesquisa em *roadmapping* vem crescendo nos últimos 20 anos e conta com pelo menos sete escolas com diferentes e complementares ênfases, que vêm construindo um eclético corpo de conhecimento no tema (PARK et al., 2020).

### **4.3 Estrutura do mapa e como fazer**

Os mapas tecnológicos podem ter várias formas. Geralmente, são tabelas contendo multiníveis relacionados a cronogramas temporais, para permitir o alinhamento dos desenvolvimentos tecnológicos às tendências do mercado (COELHO et al., 2010).

A estrutura geral do mapa, a que se denomina arquitetura do *roadmap*, consiste de um diagrama, que combina as perspectivas de tempo e camadas, conforme mostrado na Figura 9 (PHAAL; FARRUKH; PROBERT, 2004a).

A linha do tempo, tipicamente o eixo horizontal, pode incluir o passado, bem como perspectivas de pequeno, médio e longo prazos. O horizonte de tempo varia com o objetivo: para setores industriais, esse horizonte está tipicamente entre 10 e 15 anos (GARCIA; BRAY, 1997); mas pode variar de 2 ou 3 anos (por exemplo, em empresas que comercializam software), até dezenas de anos (por exemplo, para planejamento de infraestrutura ou para o setor aeroespacial), podendo chegar a 100 anos (PHAAL; MULLER, 2009).

Figura 9 - Arquitetura geral do *roadmap*

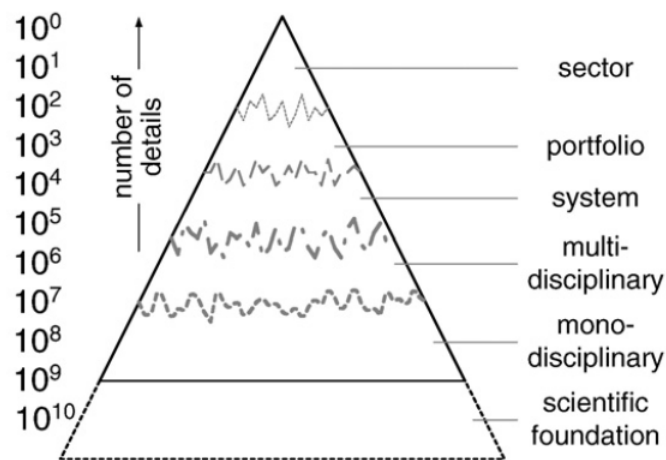
Fonte: adaptado de Phaal (PHAAL; FARRUKH; PROBERT, 2004a)

As camadas e subcamadas, tipicamente o eixo vertical, representam uma taxonomia hierárquica baseada em sistemas, que permite enfoque em diferentes níveis de detalhe. São principalmente três: a camada superior abrange tendências e direcionadores associados à dimensão “por quê” (*know-why*); a camada intermediária relaciona-se a sistemas tangíveis para responder às tendências da camada superior, representando a dimensão “o quê” (*know-what*); já a camada inferior se relaciona aos recursos necessários para se desenvolver as camadas superiores, representando a dimensão “como” (*know-how*). Cada camada pode ter subcamadas (tipicamente, entre 5 e 8) (PHAAL; MULLER, 2009). O mapa é um esquema estruturado que auxilia a organização ou o setor a responder as perguntas-chave “aonde queremos chegar?”, “onde estamos?” e “como chegaremos lá?”, típicas do planejamento estratégico.

O mapa pode ser considerado uma “lente estratégica de propósito geral”, por meio da qual um sistema complexo pode ser examinado (PHAAL; MULLER, 2009). O propósito dessa lente é estruturar e representar perspectivas múltiplas que se inter-relacionam em um sistema. O espectro de escala e complexidade dos sistemas que um *roadmap* pode cobrir é vasto. O propósito é alinhar esforços científicos às tendências do setor.

A Figura 10 mostra uma abstração da hierarquia e o espectro dinâmico que pode ser abordado por um *roadmap* (PHAAL; MULLER, 2009). Quando se inicia um processo de *roadmapping*, o passo inicial é entender o contexto estratégico (foco, escopo e objetivos) e identificar quais perspectivas são críticas para entender a dinâmica do sistema, e quais níveis de detalhes serão cobertos.

Figura 10 - Abstração do espectro de assuntos e níveis de detalhe que podem ser cobertos por um *roadmap*



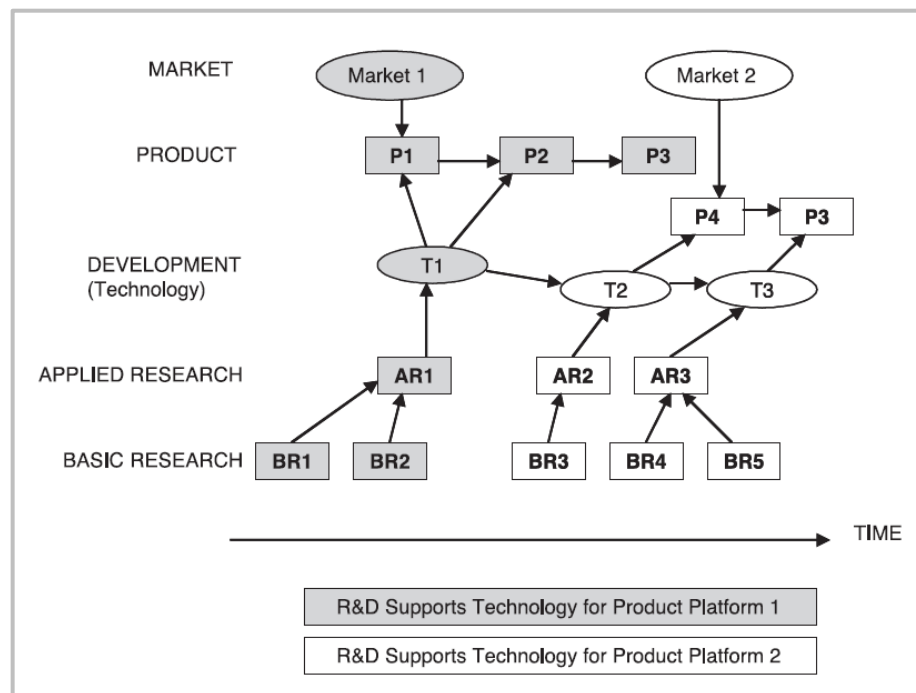
Fonte: reproduzido de (PHAAL; MULLER, 2009)

A matriz em várias camadas evidencia um benefício chave da abordagem que é a comunicação associada ao alinhamento dos fatores tecnológico e comercial e o balanço das estratégias puxadas pelo mercado (*market pull*) ou empurradas pela tecnologia (*technology push*), permitindo com que as várias funções e perspectivas de uma organização, ou setor, sejam alinhadas em um diagrama de uma página (*one-page-view*). A lógica de construção do mapa depende da estratégia da organização. Nas organizações em que as estratégias de inovação são predominantemente ditadas pelo mercado (*demand pull*), a partir da definição do porquê da inovação, constrói-se o quê desenvolver para inovar e como fazer o desenvolvimento em termos de recursos e tecnologias necessários. Já nas organizações de base tecnológica, a lógica é que as tecnologias empurrem os desenvolvimentos (*technology push*) e são o porquê das inovações, pois podem criar novos produtos e serviços e redefinir a competitividade do mercado.

A estrutura e o processo de construção da maioria dos *roadmaps* baseiam-se em seis questões estratégicas fundamentais. Três estão associadas ao eixo vertical (camadas): “Por que precisamos agir?”; “O que devemos fazer?”; “Como devemos fazer?”. E três estão associadas ao eixo horizontal (tempo): “Para onde queremos ir?”; “Onde estamos agora?”; “Como podemos chegar lá?”. As perguntas são típicas de um processo de planejamento estratégico e no TRM, ele é customizado para atender o foco e o escopo da aplicação, considerando o contexto organizacional.

A Figura 11 contém um mapa genérico para uma organização que avalia duas plataformas de produtos e suas tecnologias correspondentes, contemplando níveis para ciência básica e aplicada. Neste exemplo, consideram-se também decisões sobre o portfólio de pesquisa a ser investido.

Figura 11 - *Roadmap* genérico mostrando como as pesquisas fundamental e aplicada apoiarão a plataforma de produtos para mercados específicos



Fonte: reproduzido de (PETRICK; ECHOLS, 2004)

Os vários usos do método são refletidos também nos vários formatos dos mapas (PHAAL; FARRUKH; PROBERT, 2010). Todos eles podem ser considerados esquemas que atuam como radares prospectivos, que informam as decisões



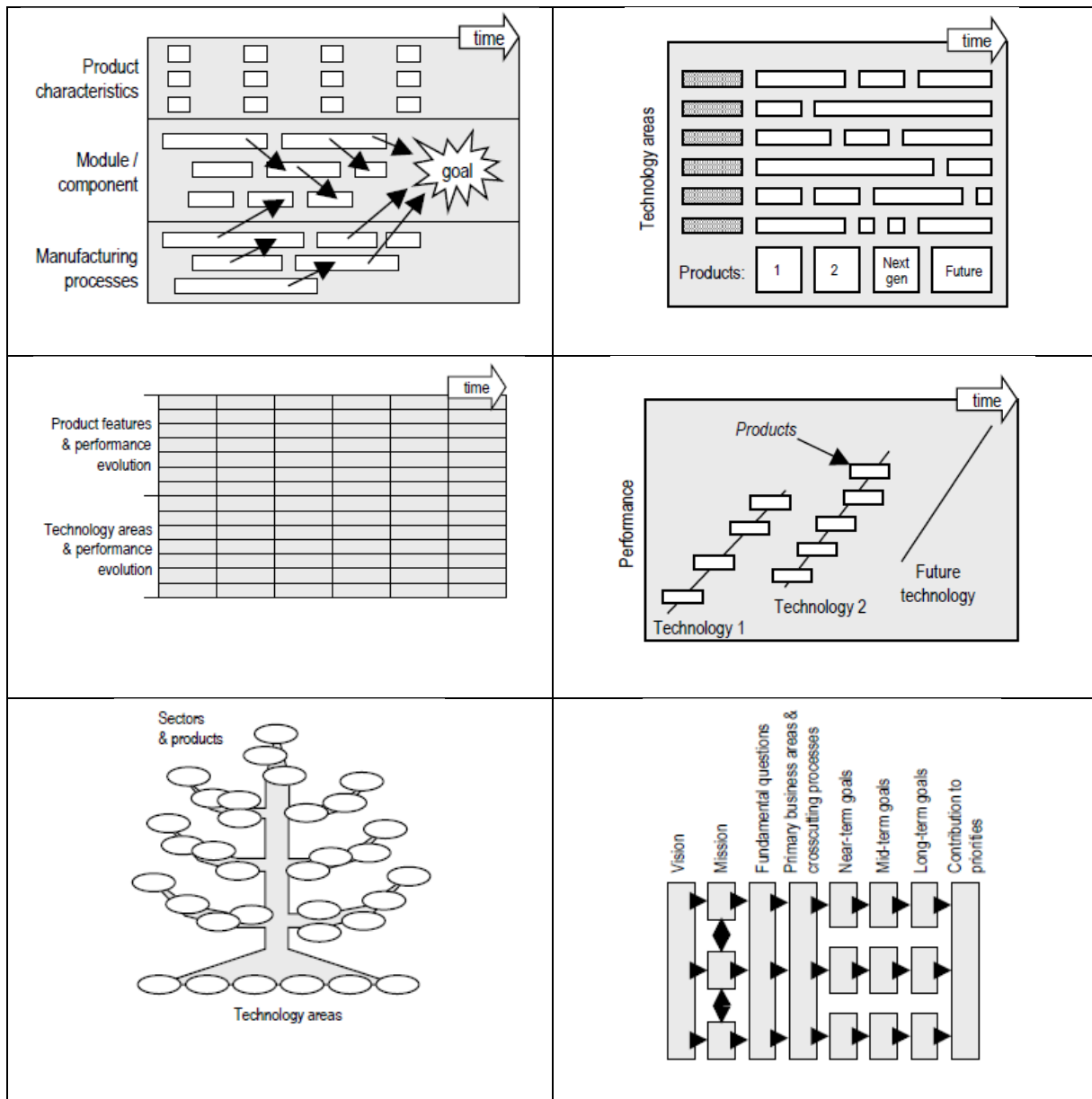
estratégicas necessárias no presente. O entendimento do contexto estratégico (ambiente competitivo futuro) e dos marcos principais (tais quais oportunidades e ameaças), leva à construção de um consenso e à comunicação sobre um grupo de atividades, ações e decisões que colocam uma organização no caminho em direção a um estado futuro desejado. O mapa oferece um apoio nesse caminho, e é atualizado à medida que os eventos acontecem. Os componentes relacionados com o estilo gráfico do *roadmap* (formas, cores e atributos dos elementos) complementam sua arquitetura e determinam sua linguagem visual.

O estilo gráfico permite apresentar as informações em formas visuais diferentes, dependendo da mensagem que o mapa quer transmitir e do público que a receberá. Portanto, há várias possibilidades de camadas e linhas do tempo na arquitetura de um *roadmap*. Esta flexibilidade é uma característica da abordagem que permite sua modificação para comportar os objetivos e contextos de uma aplicação.

Phaal e colaboradores identificam oito tipos de *roadmaps*, de acordo com o propósito: planejamento de produto, planejamento de serviço/capacidade, planejamento estratégico, planejamento de longo prazo, planejamento de ativos de conhecimento, planejamento de programas, planejamento de processo, e planejamento de integração. Em relação ao formato gráfico, esses autores relatam pelo menos oito tipos: várias camadas, barras, tabelas, gráficos, representações pictóricas, diagramas de fluxo, única camada, e texto (PHAAL; FARRUKH; PROBERT, 2004a). A Figura 12 mostra exemplos de variações no formato do mapa.

Oliveira e colaboradores apresentam exemplos de *Roadmaps* no nível de empresas (DE OLIVEIRA et al., 2012, p. 124). Mapas no nível de setor e nacional podem ser encontrados na internet e em bases públicas de artigos científicos. Com o objetivo de influenciar a pesquisa e a agenda de políticas públicas, citam-se o *roadmap* para o grafeno e materiais bidimensionais (FERRARI et al., 2015), em nível mundial; e para políticas de financiamento em áreas de interesse industrial (YASUNAGA; WATANABE; KORENAGA, 2009). Uma taxonomia para o TRM no setor de energia pode ser encontrada em Geum e Park (GEUM; PARK, 2013). Em 2011, Phaal publicou uma lista de mais de dois mil *roadmaps* de domínio público (PHAAL, 2011).

Figura 12 - Exemplos de formatos de mapas de rotas tecnológicas



Fonte: reproduzido de (PHAAL; FARRUKH; PROBERT, 2001)

Mais valioso que o mapa em si é o processo para o seu desenvolvimento, que estimula a comunicação e o consenso entre funções e organizações, de forma iterativa. O processo de construção do *roadmap* consiste em agrupar um time de experts para organizar e apresentar a informação crítica de planejamento tecnológico, necessária à tomada de decisão mais apropriada de investimento em tecnologia, e aumentar tais investimentos (GARCIA; BRAY, 1997). Tal processo iterativo se ajusta no planejamento estratégico organizacional mais amplo, no planejamento tecnológico e no contexto de desenvolvimento do negócio ou do sistema.

Um compêndio bibliográfico no tema mantido pelo professor Robert Phaal, apresenta mais de 1110 publicações que reportam especificamente o *roadmapping*, ou seja, com foco no método, ferramenta ou processo, e não no conteúdo do assunto específico<sup>29</sup>.

Oliveira e colaboradores descrevem os elementos nos processos de *roadmapping* e propõem melhores práticas para a aplicação bem-sucedida da metodologia, mesmo considerando sua flexibilidade (DE OLIVEIRA et al., 2012). Embora haja disponível material que indica os passos-chave do processo de construção do TRM (GARCIA; BRAY, 1997; GROENVELD, 1997), em geral, é preciso customizar a abordagem para atender ao propósito particular. De toda forma, o desenvolvimento de bons *roadmaps* requer o envolvimento de pessoas e grupos-chave, que representem as diferentes perspectivas/camadas/níveis de análise, vindos de diferentes disciplinas, funções e níveis dentro e fora da organização, que possam trazer aos seminários/workshops os diversos pontos de vista (PHAAL; MULLER, 2009).

A escolha da forma como o *roadmapping* é aplicado acontece em função de dois critérios: o escopo e a motivação. O escopo diz respeito à abrangência da aplicação: se dentro de uma organização ou envolvendo várias organizações. Quanto à motivação, há dois tipos principais de aplicação: para definição de estratégias de inovação; e para o planejamento de produtos e tecnologias (DE OLIVEIRA et al., 2012).

O *S-Plan* é o processo mais conhecido para a motivação da definição de estratégias. Ele consiste em três etapas, que ocorrem ao longo de um workshop de um dia de duração: mapeamento estratégico, detalhamento de tópicos e revisão dos resultados. A arquitetura típica do mapa no *S-Plan* é a mostrada na Figura 9.

Já o *T-Plan* é o processo de *roadmapping* desenvolvido para contribuir no planejamento de produtos e tecnologias. Para a sua construção, há pelo menos quatro workshops que abordam conteúdos relativos à cada camada do *roadmap*, e a integração e alinhamento das camadas além da construção de plano de ações para os produtos e tecnologias (DE OLIVEIRA et al., 2012). A arquitetura típica do mapa no *T-Plan* é a mostrada na Figura 13. O diagrama permite a exploração da evolução dos mercados, produtos e tecnologias (trinômio tecnologia-produto-mercado) e as

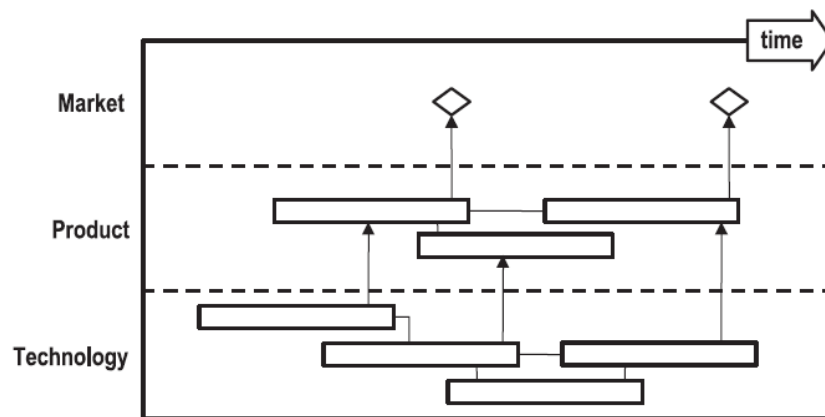
---

<sup>29</sup> Disponível em: [http://www.ifm.eng.cam.ac.uk/uploads/Research/CTM/Roadmapping/Roadmapping\\_Bibliography\\_Phaal.pdf](http://www.ifm.eng.cam.ac.uk/uploads/Research/CTM/Roadmapping/Roadmapping_Bibliography_Phaal.pdf);

data de acesso: 11 ago. 2020.

ligações e descontinuidades entre as várias perspectivas (PHAAL; FARRUKH; PROBERT, 2004a). Esta arquitetura também é a base da estrutura utilizada no exemplo de TRM retrospectivo para a indústria do diamante sintético, que será detalhada na Seção 4.5.1.

Figura 13 - Esquema geral do *roadmap* para planejamento de produtos (*T-Plan*): como a tecnologia pode ser alinhada aos desenvolvimentos de produto e serviços, à estratégia do negócio e às oportunidades de mercado



Fonte: reproduzido de (PHAAL; FARRUKH; PROBERT, 2004a)

#### 4.4 Exemplo de aplicação bem sucedida

Nesta seção, um exemplo de aplicação do *roadmap* em nível estratégico governamental foi escolhido para ilustrar o uso da ferramenta.

No início dos anos 1990, o governo dos Estados Unidos utilizou o TRM para identificar áreas estratégicas de investimento em pesquisa e desenvolvimento. Um exemplo é o Programa Indústrias do Futuro, do Departamento de Energia (DOE, na sigla em inglês para *Department of Energy*) dos Estados Unidos. Partindo do dado de que a indústria consumia 33% de toda a energia usada no país, indústria e governo formaram uma parceria para desenvolver e adaptar tecnologias mais energeticamente eficientes para os nove setores industriais mais intensivos em energia (agricultura, alumínio, produtos químicos, produtos de madeira e papel, produção de vidro, fundição de metais, mineração, refinamento de petróleo, aço). Essas indústrias produziam mais de um trilhão de dólares anuais e representavam 5% do PIB, fornecendo mais de 90% dos materiais que integravam produtos acabados nos Estados Unidos. O passo inicial foi

a criação de visão e objetivos específicos para a indústria dentro de um período de 5 a 10 anos. O principal interesse do DOE estava em identificar tecnologias para melhorar a eficiência energética em processos industriais. Ao final de um ciclo de *roadmapping*, o DOE financiou – em parceria com a indústria – pesquisa nas tecnologias identificadas por meio do processo. Desde a concepção do programa em 1992, mais de 170 tecnologias chegaram ao mercado por meio de projetos de P&D que foram custeados por governo e indústria. Esse processo gerou uma economia significativa para a agência e vários benefícios para o governo e para a indústria, dentre eles, avanços tecnológicos, melhoria de produtividade, redução do consumo de recursos, redução das emissões, e aumento da qualidade de produtos. Um exemplo do *roadmap* gerado para a indústria de alumínio é mostrado na Figura 14 (INDUSTRY CANADA, 2007).

Figura 14 - *Roadmap* genérico para a necessidades de pesquisa para a indústria do alumínio nos Estados Unidos, nos anos 1990

		Research Needs				
		1997	2000	2010	2020	Performance Targets 2020
Aluminum Industry of the Future	<b>Finished Products</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Integration of product, process, material</li> <li>Process waste reduction</li> <li>Improved alloys</li> <li>Prototype bridges</li> </ul>		<ul style="list-style-type: none"> <li>Understanding of microstructural effects of composition and processing</li> <li>Advanced forming technologies</li> </ul>		<ul style="list-style-type: none"> <li>Reduce metal production costs by 25%</li> <li>Increase AI use auto (40% in 5 years) infrastructure (50%) buildings</li> </ul>
	<b>Rolling &amp; Extrusion</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Understanding of strength/formability</li> <li>Computerized die designs</li> <li>Understanding of customer requirements</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Reduce energy use</li> <li>Enhanced formability studies</li> <li>Process optimization</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Causes of instability</li> <li>Process simplification</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Reduce weight by 20%</li> <li>Reduce energy use</li> <li>Improve productivity, quality, and reliability</li> </ul>	
	<b>Casting</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Low-cost inclusion sensor</li> <li>Continuous casting consortium</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Solidification modeling</li> <li>Removal of impurities</li> <li>Continuous thin-strip casting</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Melting/casting plant of the future</li> <li>High capacity furnace</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Increase reliability to 95%</li> <li>Improve quality and control</li> </ul>	
	<b>Primary Products</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Process models of refining and reduction</li> <li>New materials</li> <li>Retrofit anode/cathode technology</li> <li>New uses for byproducts</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Advanced anode and cathode technology</li> <li>Alternative refining and reduction processes</li> </ul>		<ul style="list-style-type: none"> <li>Reduce energy use 13 kwh/kg (2010) 11 kwg/kg (2020)</li> <li>Eliminate CO emissions</li> </ul>	

Fonte: reproduzido de (INDUSTRY CANADA, 2007)

#### 4.5 Abordagem Retrospectiva

Abordagens holísticas e integradoras podem dar suporte ao entendimento das trajetórias iniciais para um ciclo de vida industrial. A utilização das estruturas de *roadmapping* para examinar os processos históricos de surgimento de setores industriais baseados em tecnologia – abordagem retrospectiva do TRM – é útil para estudar as dinâmicas e características da emergência industrial.

Esta forma de utilização do TRM não é típica e foi proposta pelo grupo da Universidade de Cambridge no final da década de 2000. Ao revelar os eventos mais remotos de desenvolvimento científico e tecnológico com transições fundamentais relacionadas à transformação do conhecimento científico em diferentes casos, é possível captar características comuns dos contextos de emergência industrial para várias tecnologias. As técnicas de mapeamento auxiliam na identificação de facilitadores e barreiras, para traçar orientações para organizações que querem criar valor em indústrias emergentes baseadas em tecnologia (PHAAL et al., 2009, 2011; ROUTLEY et al., 2011).

O TRM convencional adota uma visão de futuro, integrada à estratégia. A extensão do eixo do tempo retrospectivamente permite a utilização do método para mapear as atividades históricas que são compatíveis com a estratégia futura, e a identificação de pontos-chave de aprendizado para serem incluídos nas decisões estratégicas.

Em uma primeira fase de aplicação, Phaal e colaboradores produziram 20 mapas piloto de vários setores e subsetores industriais, intensivos em tecnologia e baseados em um produto específico, escolhidos de acordo com a disponibilidade de fontes de informação e contemplando uma diversidade de tecnologias, aplicações e tipos de mercado (PHAAL et al., 2009; PROBERT et al., 2013; ROUTLEY et al., 2011). Exemplos de assuntos abordados pelos mapas piloto são: diamante sintético, telefonia móvel, diagnóstico por imagem, software, computador, bateria, queijo, setor automotivo, tecnologia de baixa temperatura, semicondutores, entre outros. Com isso o TRM retrospectivo foi testado e foram verificados padrões gerais aplicáveis a casos de emergência atual e futura.

A emergência industrial não é necessariamente linear, e as interações entre as organizações são fundamentais, especialmente quando a indústria é tida como um sistema social em desenvolvimento. As perspectivas de ciclo de vida de indústria,

produto e tecnologia fornecem uma estrutura para analisar a evolução de uma indústria, da emergência até além da maturidade, desde que não se adote a perspectiva linear.

O estudo da emergência da indústria tem o foco nos estágios iniciais da evolução, com as fases de inovação tecnológica, modos de organização das empresas para a inovação e a dinâmica da emergência tecnológica. Para tanto, para tecnologias baseadas em ciência, sugere-se três pontos de transição (SUAREZ, 2004): da ciência para a tecnologia; da tecnologia para a aplicação; da aplicação para o mercado. Este foi o foco da proposta da abordagem retrospectiva de Phaal e colaboradores, diferentemente das várias estruturas sugeridas pela literatura para os ciclos de vida de indústria, produto e tecnologia que são caracterizados por: mais ênfase nos estágios posteriores (crescimento e maturidade) e menos ênfase nos estágios iniciais, onde a indústria realmente surge; muitas abordagens enfatizam os estágios e não as transições entre eles, o que pode ser mais interessante para entender a dinâmica industrial; não há uma visão holística do processo evolucionário, desde os primórdios até o crescimento tardio.

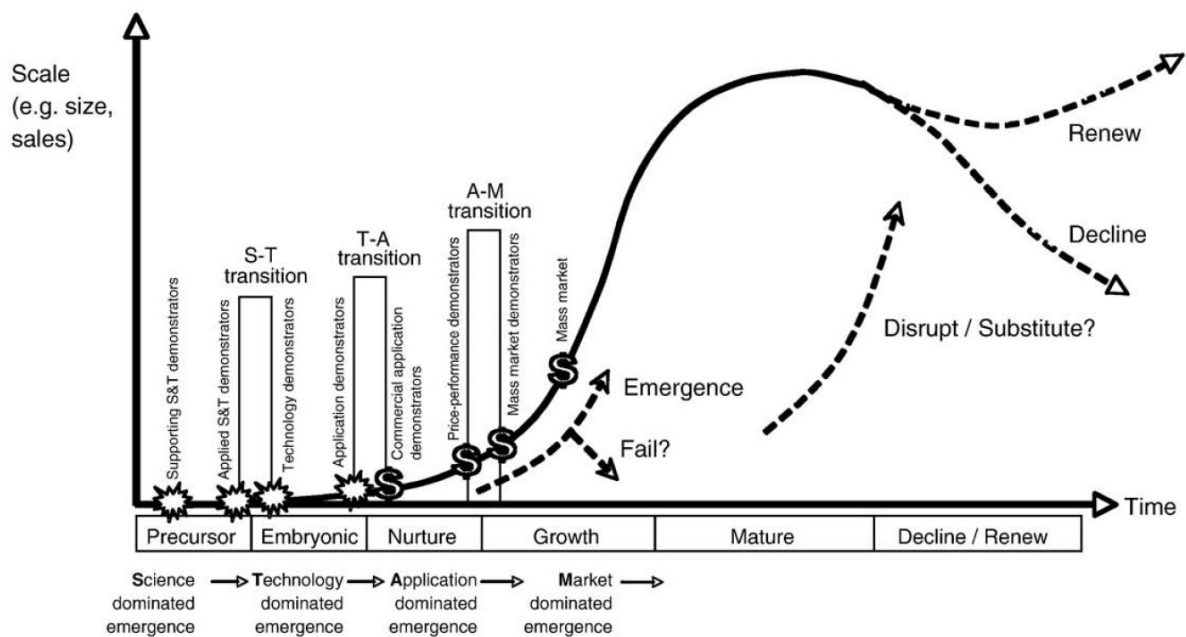
A primeira aplicação da abordagem retrospectiva foi feita em 2003, na criação de um mapa de como os sistemas de giroscópio de silício foram desenvolvidos e explorados em uma empresa aeroespacial (DISSEL et al., 2006). Este projeto foi a inspiração para a proposta de abordagem retrospectiva do TRM.

No estudo de Phaal e colaboradores, considerado uma fase piloto da abordagem retrospectiva, o eixo do tempo foi dividido em seis fases: precursora, embrionária, nutrição, crescimento, maturidade, declínio/renovação (PHAAL et al., 2009). A fase precursora captura o contexto histórico e as condições iniciais da emergência, incluindo os desenvolvimentos científicos mais importantes, as primeiras tentativas de identificar potenciais aplicações para a nova ciência e a influência de mercados análogos existentes. A fase embrionária descreve a translação das provas de conceito da ciência aplicada em protótipos de tecnologia e demonstradores iniciais da aplicação. A Figura 15 apresenta, de forma resumida, as fases e transições observadas, refletindo o foco em gerenciamento e investimento em termos de desenvolvimento de tecnologia, aplicação e mercado, associados ao conteúdo e padrão geral observado nos mapas do estudo piloto. Nesta figura, o ciclo de vida da

indústria é similar aos encontrados na literatura, porém contempla adicionalmente: a ênfase nos estágios iniciais da evolução industrial; o foco nas transições entre as fases; a identificação de demonstradores específicos que marcam as fases e transições (gatilhos da emergência ou do mercado).

Pode-se notar da Figura 15: uma ênfase nos estágios iniciais da evolução industrial; uma ênfase nas transições entre as fases (ciência-tecnologia; tecnologia-aplicação; e aplicação-mercado); a identificação de eventos e marcos específicos (técnicos ou de mercado) que delimitam as várias fases e transições; a inclusão de uma fase precursora para representar a emergência inicial, tipicamente associada aos desenvolvimentos científicos que antecedem a emergência industrial baseada em tecnologia.

Figura 15 - Fases e transições da emergência industrial intensiva em tecnologia



Fonte: reproduzido de (PHAAL et al., 2011)

As fases e transições geralmente carregam algum nível de atividade e interação entre tecnologia, aplicação e mercado. Entretanto, pode-se dizer que as grandes fases tendem a ser progressivamente dominadas por atividades e eventos relacionados a ciência (S), tecnologia (T), aplicação (A) e mercado (M). As fases e transições



propostas para emergência industrial baseada em ciência são (PHAAL et al., 2011; PROBERT et al., 2013; ROUTLEY et al., 2011):

- (1) Fase precursora (dominada pela ciência, S): da observação de fenômenos científicos que são o pano de fundo, até a primeira demonstração do potencial de ciência aplicada, que estimula interesse e investimento industrial;
- (2) Transição ciência-tecnologia (S-T): a atividade tem foco na tradução do potencial da ciência aplicada em demonstradores de tecnologia, para evidenciar que a tecnologia é suficientemente robusta para ser integrada em um sistema funcional
- (3) Fase embrionária (dominada pela tecnologia, T): a atividade tem foco na melhoria da confiabilidade e desempenho da tecnologia até um ponto onde pode ser demonstrada em campo;
- (4) Transição tecnologia-aplicação (T-A): a atividade tem foco em desenvolver a tecnologia e aplicação até um ponto onde o sistema integrado pode ser demonstrado para clientes, levando à primeira venda do negócio;
- (5) Fase de nutrição (dominada pela aplicação, A): a ênfase é na melhoria do preço e do desempenho da aplicação até um ponto em que seja possível desenvolver um mercado de massa;
- (6) Transição aplicação-mercado (A-M): atividade com foco na tradução de demonstradores preço-desempenho em um mercado com substancial potencial de crescimento;
- (7) Fase de crescimento (dominada pelo mercado, M): foco em marketing, comercial, e outros aspectos do negócio, com o objetivo de se atingir crescimento sustentável do negócio; alinhamento otimizado de oportunidades de mercado e recursos podem ser cruciais neste estágio;
- (8) Fase de maturação: o foco da atividade é nos refinamentos para estabelecer aplicações, processos de produção e modelos de negócios. Economias de escala são importantes à medida que os produtos se tornam commoditizados, com o fenômeno da emergência desempenhando um papel relativamente menor (consequentemente, esta fase não é foco da abordagem histórica);
- (9) Fase de declínio / renovação: a indústria sofre o declínio ou é renovada através do desenvolvimento de novas tecnologias baseadas em ciência (uma 'segunda onda') associada a uma repetição das fases anteriores, com fenômenos tipo emergenciais desempenhando um papel na renovação.

As fronteiras entre fases e transições podem ser difusas, uma vez que é comum haver atividades agregadas em subsetores e nas muitas organizações envolvidas no setor industrial. Os padrões de emergência e os eventos e marcos que os caracterizam dependem do tipo de setor, ou seja, a estrutura de mapeamento deve ser adaptada.

Os grandes temas para o eixo vertical dos *roadmaps* propostos nessa abordagem são relacionados à criação de valor. Na camada superior, o contexto de valor, que considera o ambiente industrial e quais oportunidades para criação e captura de valor, considerando tendências de mercado (aspectos sociais, econômicos, ambientais, políticos e tecnológicos). Na camada intermediária, a captura de valor, que considera mecanismos e processos utilizados pelas organizações para se apropriar do valor por meio da entrega de produtos e serviços, incluindo considerações de modelos e estratégias de negócio. Na camada inferior, a criação de valor, que considera as competências e habilidades da organização para gerar produtos e serviços, inclusive atividades de pesquisa e desenvolvimento, recursos humanos, financeiros, sistemas de gestão e relações.

Portanto, em termos da estrutura tradicional do *roadmapping*, nesta abordagem retrospectiva, as fases S-T-A-M correspondem às três questões fundamentais relacionadas à linha do tempo: aonde queremos ir, onde estamos agora, como chegaremos lá. E as perspectivas baseadas em valor correspondem às outras três questões fundamentais: porque precisamos agir, o que devemos fazer, como devemos fazer. Os eixos horizontal e vertical formam o *roadmap* retrospectivo, que oferece uma ‘narrativa’ dos demonstradores (técnicos ou de mercado) e outros fatores que caracterizam o processo de emergência industrial. Os demonstradores podem ser: de apoio a ciência e tecnologia, de ciência e tecnologia aplicados, de tecnologia, de aplicação, de aplicação comercial, de mercado preço-performance, de mercado de massa. Outros fatores incluem: atividade de mercado precursor, mercados especialistas, mercado de “*early adopter*”, estímulos de mercado, estímulos de tecnologia, facilitadores, barreiras e perspectivas regionais (PHAAL et al., 2011). Destacam-se, resumidamente (PHAAL et al., 2009, 2011):

- Demonstradores de ciência (associados à fase precursora): demonstração de novo conhecimento científico fundamental, geralmente disseminado na forma de literatura acadêmica;

- Demonstradores de ciência aplicada (associados ao final da fase precursora e início da transição S-T): demonstração da viabilidade de potencial de aplicação prática do fenômeno científico;
- Demonstradores técnicos (associados ao final da transição S-T e início da fase embrionária): protótipos que demonstram a robustez da tecnologia e indicadores de que ela pode ser integrada a um sistema funcional;
- Demonstradores de campo (associados ao final da fase embrionária e início da transição T-A): demonstração da viabilidade da aplicação da tecnologia em condições do ambiente fora do laboratório de pesquisa, em um sistema integrado;
- Demonstradores de aplicação (associados à transição T-A): demonstração dos benefícios funcionais potenciais do sistema a clientes;
- Primeira venda (associado ao final da transição T-A e início da fase nutrição): primeira venda de produto no contexto de um modelo de negócios com mercado alvo com potencial de crescimento;
- Demonstradores de mercado preço-desempenho (associado ao final da fase nutrição e início da transição A-M): demonstração da viabilidade de um mercado de massa;
- Demonstradores de mercado de massa (associados ao final da transição A-M e início da fase de crescimento): demonstração da funcionalidade, performance e custo da aplicação a níveis apropriados para um mercado que sustente o investimento de crescimento do negócio;
- Atividade precursora de mercado: atividades que podem influenciar a entrada de novas aplicações baseadas em tecnologia, por exemplo, por meio da demonstração de demanda de mercado para produtos análogos;
- Facilitadores: atividade, evento ou processo que avança ou acelera a emergência industrial;
- Barreiras: atividade, evento ou processo que impede ou inibe a emergência industrial;
- Perspectivas regionais: atividade regional ou nacional relacionada à criação ou captura de valor.

Na aplicação proposta nesta tese, os demonstradores foram utilizados para localizar a distribuição horizontal dos eventos nos *roadmaps* retrospectivos. Outros fatores citados (facilitadores, barreiras, perspectivas regionais) foram apontados.

Mapas retrospectivos já foram aplicados para setores e subsetores industriais, empresas e sistemas específicos, que demonstraram a escalabilidade da abordagem.

A partir do trabalho de Phaal e colaboradores, surgiram algumas poucas publicações no tema. Do mesmo grupo de Cambridge, destaca-se o estudo da indústria de impressão a jato de tinta (FORD et al., 2012, 2014), com foco histórico. Um grupo chinês adotou a estrutura S-T-A-M, porém com foco na tendência futura, e integrou as abordagens retrospectiva e prospectiva, para estudar dois setores industriais emergentes baseados em tecnologia: célula solar sensibilizada com corante (LI et al., 2015); e a OLED (LI et al., 2016). Para as fases iniciais (S-T) os autores utilizaram análise bibliométrica isoladamente (primeiro trabalho) ou associada a análise de patentes (segundo trabalho). A abordagem prospectiva por meio de workshops com especialistas foi adotada para o entendimento do contexto industrial e planejamento do futuro das duas indústrias emergentes baseadas em tecnologia. Portanto, o foco, neste caso, foi o futuro.

De toda forma, há ainda poucos trabalhos que exploram a estrutura de TRM retrospectivo proposto por Phaal e colaboradores (PHAAL et al., 2011).

#### **4.5.1 Exemplo de aplicação do TRM retrospectivo ao caso do diamante sintético**

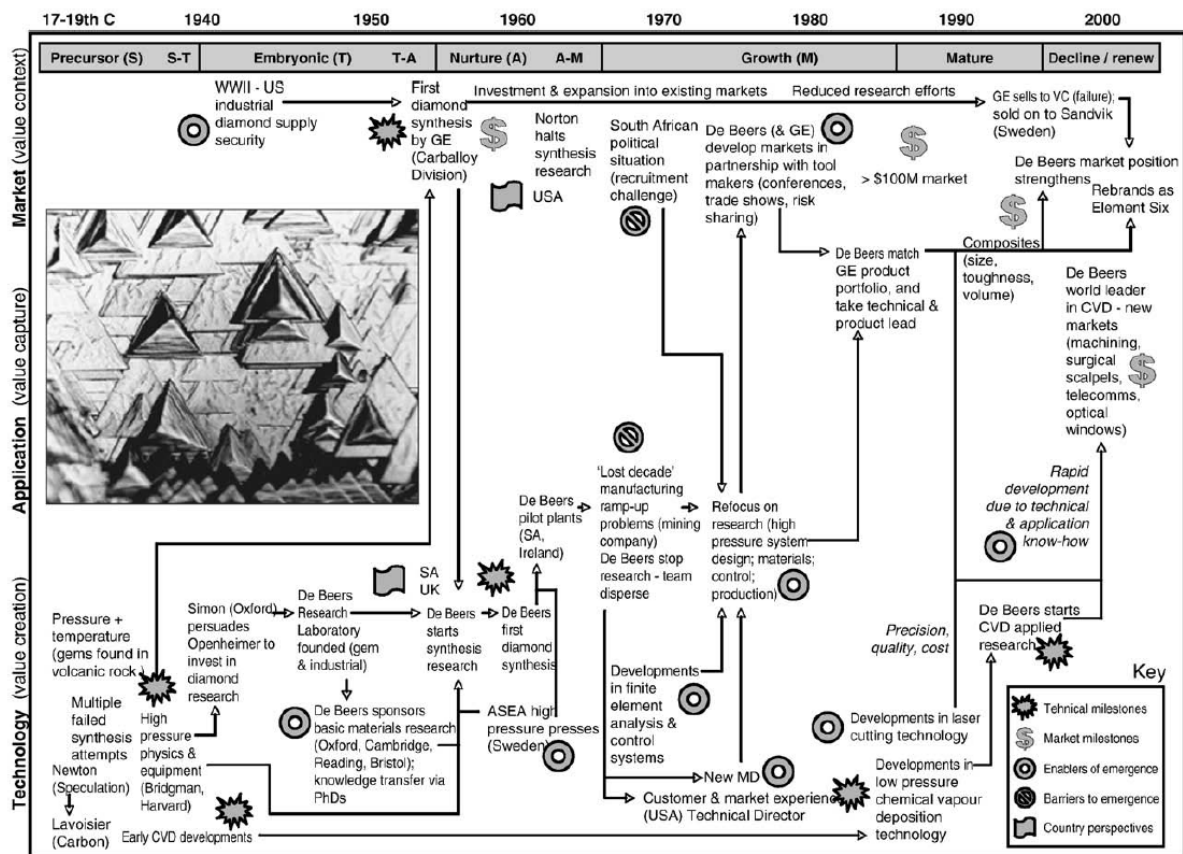
A indústria de diamante sintético foi estudada aplicando-se a estrutura descrita para o estudo do processo de emergência industrial (PHAAL et al., 2009, 2011). O diamante sintético é muito usado na indústria de manufatura devido a suas propriedades mecânicas, térmicas, químicas e ópticas únicas. Por muito tempo, a indústria foi dominada por divisões das empresas *General Electric* (GE) e *De Beers*.

O caso se aplica ao nível da empresa e baseia-se em entrevista com um gerente sênior aposentado, da Divisão de Diamante Industrial da *De Beers*, que esteve pessoalmente envolvido na pesquisa inicial e nos desenvolvimentos subsequentes do negócio e da indústria, dos anos 1950 até os anos 1990. Os próprios autores destacam que um trabalho posterior seria necessário para se ter uma visão mais compreensiva dessa indústria, por exemplo, por meio das visões da GE e do cliente. A discussão foi guiada pela estrutura do diagrama, formando a base para o mapa de emergência industrial mostrado na Figura 16. A perspectiva pessoal foi complementada com informações extraídas de um relato histórico publicado, contendo os primeiros avanços científicos da síntese do diamante. Muitos mapas são

o produto de uma primeira iteração rápida, onde um primeiro rascunho é criado em poucos dias, baseado em dados acessíveis por meio de pesquisa na internet, entrevista e/ou workshop. Este método tem o benefício de fornecer uma visão geral do campo, com detalhes suficientes para fornecer contexto e foco para identificação dos próximos passos, para reunião de mais informações e melhoria do mapa em áreas de interesse específicas.

A Figura 16 ilustra a abordagem de mapeamento da emergência industrial que cobre o ciclo de vida completo de uma indústria. Mostra uma gama de padrões e fenômenos associados com a emergência industrial, e mostra como eventos específicos no nível micro podem ter um papel importante em como o setor evolui.

Figura 16 - Mapa de emergência para a indústria de diamante sintético



Fonte: reproduzido de (PHAAL et al., 2009, 2011)

No caso em questão, utilizou-se a abordagem de mapeamento de emergência industrial como um instrumento de pesquisa para estudo de caso, que captou a narrativa pessoal da emergência industrial, baseada em uma entrevista curta (1h30 de duração), o que destacou o estilo narrativo da abordagem de mapeamento. O diagrama e a narrativa constituem o resultado do processo. As setas conectando os eventos e atividade do mapa mostram o fluxo lógico da narrativa, que é estruturado de acordo com as fases macro da emergência. Códigos também são usados para mostrar os eventos significativos, como mostra a legenda da Figura 16.

A seguir está um resumo da narrativa associada ao mapa da Figura 16.

- Fase Precursora

Atividades que precedem a primeira síntese do diamante datam de 1772, quando o químico Lavoisier demonstrou que o diamante era composto de carbono (demonstrador da ciência). Depósitos de diamante foram descobertos em vulcões extintos na África do Sul, no final do século XIX, e demonstraram que seria possível sintetizar diamante em laboratório, sob condições de alta pressão e temperatura. Muitos experimentos subsequentes falharam por falta de equipamentos que pudessem simular tais condições. As descobertas-chave foram uma combinação de: desenvolvimento de um diagrama de fases teórico que definiu a transição grafite-diamante em 1938; desenvolvimento de um equipamento experimental de alta pressão que culminou em um prêmio Nobel em 1946.

- Fase Embrionária

Muitas empresas iniciaram programas de pesquisa aplicada para sintetizar o diamante. Atribuiu-se à GE a primeira síntese bem sucedida em 1954 (demonstrador da tecnologia), e a primeira venda comercial foi realizada em 1956-7, em quantidade limitada de um material de baixa qualidade (demonstrador da aplicação). De fato, uma empresa suíça de eletricidade (*Allmänna Svenska Elektriska Aktiebolaget* - ASEA) já havia sintetizado o diamante em 1953, porém, não publicou o feito. Durante o mesmo período, a empresa *De Beers* pesquisava ativamente as propriedades do diamante, tanto para fornecimento à indústria de manufatura quanto para a fabricação de gemas. Em 1947, Ernest Oppenheimer fundou o *Diamond Research Laboratory* (DRL) em Joanesburgo, e construiu uma competência sólida na física, na química e nas propriedades do diamante. A *De Beers* acelerou o programa de pesquisa na síntese, e conseguiu sintetizar um diamante de 70 quilates em 1959, usando equipamentos de alta pressão desenvolvidos pela ASEA (*De Beers* acabou por adquirir uma divisão da ASEA).

- Fase de Nutrição / Estímulo

As escalas de produção em laboratório pelas empresas GE e *De Beers* ainda eram pequenas. Faltava escalar o processo para produzir comercialmente quantidades viáveis de diamante a um preço competitivo (demonstrador de aplicação comercial). Já havia um mercado para diamantes industriais naturais (atividade precursora de mercado), e poucas barreiras para a adoção do novo substituto sintético. Entretanto, o diamante sintético apresentava vantagens em termos de qualidade e confiabilidade. Uma vez que os desafios de escalar a produção fossem transpostos (demonstrador preço-desempenho), haveria poucos limites práticos para garantir o volume produzido. Com a expansão dos mercados (demonstrador de mercado de massa), a posição do diamante natural nas aplicações industriais tornou-se quase irrelevante. A GE investiu pesadamente na expansão da produção e na P&D, ameaçando a posição de mercado da *De Beers*, e estabelecendo-se como um negócio de sucesso no final dos anos 1960. Posicionamentos estratégicos da *De Beers* não representaram ameaça de mercado à GE, que passou a dominar a venda.

- Fase de Crescimento

Mudanças estratégicas na *De Beers* no início dos anos 1970 geraram reinvestimento e expansão das atividades de pesquisa nessa empresa. Apesar de ter sido difícil superar a liderança de 10 anos da GE em engenharia de ultra-alta pressão e posição de mercado, a *De Beers* desenvolveu tecnologia de modelamento numérico (análise de elemento finito) e sistemas de controle que resultaram em uma nova geração de sistemas de alta pressão (estímulo tecnológico externo). Nesta época, a demanda por diamante superava, em muito, as reservas do produto natural. As duas empresas investiram no estímulo e na expansão do mercado (estímulo de mercado interno), incluindo o patrocínio de conferências e participação em exposições comerciais. Houve necessidade de estimular os fabricantes de instrumentos para a adoção dos novos materiais, por meio de fornecimento gratuito inicial para teste, programas de desenvolvimento colaborativo, incentivos no pagamento, entre outros. Os investimentos da *De Beers* começaram a dar retorno e ela assumiu a liderança em termos de portfólio de tecnologia e de produto. No final dos anos 1980, a *De Beers* assumiu a posição de liderança no mercado.

- Fase de Maturidade

Nesta época (final dos anos 1980), as duas empresas estavam estabelecidas e a indústria pode ser considerada madura. O principal avanço técnico deste período foi o desenvolvimento de produtos de compósitos de diamante, com pequenas quantidades de solventes metálicos, o que levou à criação de um material de abrasão resistente, que poderia ser produzido com baixo custo, em uma variedade de formatos e tamanhos, para

muitas aplicações, tais como indústria automotiva, marcenaria, cerâmica, vidro, extração de óleo e mineração.

- Fase de Declínio / Renovação

O diamante sintético tornou-se uma commodity já no final dos anos 1990, e a GE vendeu seu negócio de diamante sintético para uma firma de *private equity*, não sendo bem sucedido, e que foi depois adquirido pela *Sandvik*, uma empresa suíça de abrasivos. Por muitos anos, a *De Beers* esteve atenta a uma técnica alternativa de baixa pressão para sintetizar o diamante; a técnica de CVD (*Chemical Vapour Deposition*). As primeiras tentativas nesse sentido ocorreram em 1911, na Europa (demonstrador de ciência aplicada). Nos anos 1980, a tecnologia estava suficientemente avançada para garantir um esforço em P&D, o que levou à síntese em 1989 (demonstrador de tecnologia). Iniciou-se um programa de pesquisa com muitos progressos, o que resultou em um produto comercial em 1992 (demonstrador de aplicação comercial), e levou a novas oportunidades de negócio. O diamante pode ser crescido na forma de folhas grandes, o que torna possível produzir uma variedade de produtos, desde bisturis e instrumentos de corte, até janelas ópticas, com baixo custo (mercados especialistas de primeiros adotantes / “*early adopters*”).

Cabe aqui salientar que as abordagens clássicas do TRM (prospectivo) dão foco em indústrias estabelecidas, tais como a eletroeletrônica, que possuem variáveis de referência ou desempenho, ou seja, há alguma informação para se guiar a visão de futuro. Entretanto, apesar da flexibilidade do método, e como já foi apontado, a adaptação para outros contextos não convencionais não é trivial. Ou seja, o TRM em si não dá respostas prontas ao objeto de pesquisa aqui tratado. Portanto, ainda há uma lacuna inerente ao método, quando aplicado em contextos muito diferentes dos que o geraram. Em se tratando da abordagem retrospectiva, isso é ainda mais crítico, uma vez que ela não é típica, conforme apontam os trabalhos de revisão em TRM já citados (CARVALHO; FLEURY; LOPES, 2013; DE ALCANTARA; MARTENS, 2019; OLIVEIRA VALÉRIO; SANCHES DA SILVA; NEVES, 2020; VATANANAN; GERDSRI, 2012; WINKOWSKI, 2020).

Portanto, esta tese criou uma reinterpretação do TRM retrospectivo, com estruturação das grandes camadas e elementos na trajetória de desenvolvimento de nova instrumentação científica, o que ainda não foi verificado na literatura. A forma de relacionar diversos elementos graficamente é útil neste caso. E a abordagem tradicional de workshop ou entrevista, para uma história global, parece não se aplicar



para os objetivos deste trabalho. A história traçada por meio de documentos científicos e outras publicações, que são as fontes de dados, estruturada por meio do *Event Frame* (que será detalhado na Seção 5.2) e com o auxílio dos elementos de TRM retrospectivo, pode dar uma visão mais sistêmica da narrativa.

Em suma, o Capítulo 4 apresentou os principais conceitos associados à abordagem do *technology roadmapping*, suas origens e como ela é utilizada tipicamente para planejar estratégias futuras de inovação, tanto no nível de produtos quanto de processos, setores, governos e investimentos em pesquisa, com exemplos de estruturas de mapa e um caso de aplicação bem sucedida. Por fim, discorreu sobre a abordagem retrospectiva do TRM, que tem sido utilizada para o estudo da emergência industrial, e uma ilustração de aplicação para a indústria de diamante sintético, e como o TRM retrospectivo foi usado nesta pesquisa.

## 5 METODOLOGIA

Nesta tese estuda-se o desenvolvimento do TERS, tomando por base os estudos dos casos de desenvolvimento de duas tecnologias de instrumentação já consolidadas, pela perspectiva histórica. Embora não empregado tipicamente, elementos do estudo de caso (YIN, 2001) foram utilizados. O estudo de caso é o “estudo profundo e exaustivo de um ou de poucos objetos, de maneira a permitir seu conhecimento amplo e detalhado” (GIL, 2008, p. 57); é uma investigação empírica de “um fenômeno contemporâneo dentro de seu contexto da vida real” (YIN, 2001, p. 32); e é a estratégia apropriada quando faz-se uma questão do tipo “como” ou “por que”, e o pesquisador tem pouco controle sobre os eventos (YIN, 2001, p. 19).

A Figura 17 apresenta as ferramentas metodológicas empregadas, com referência à estrutura da tese explicitada na Figura 2.

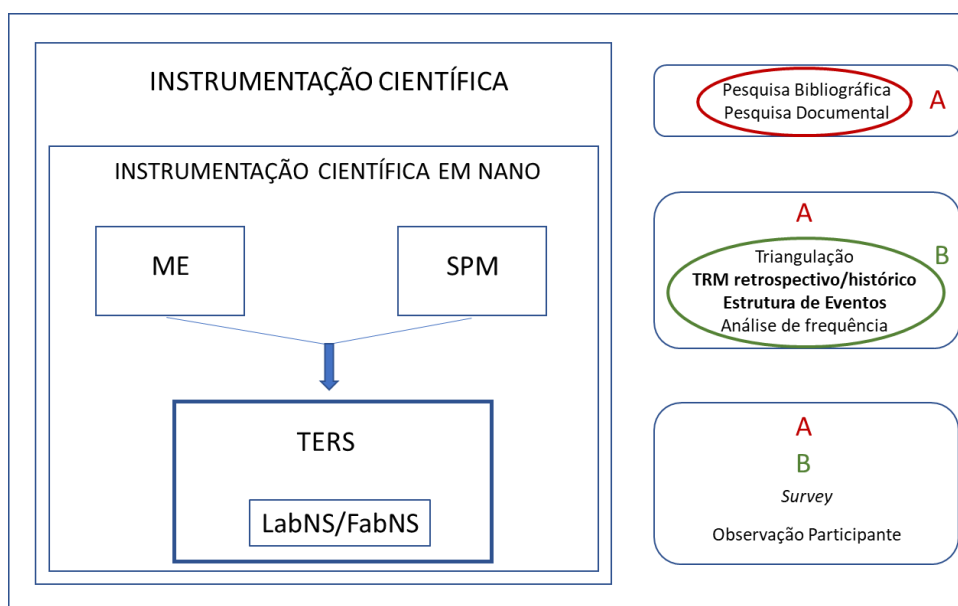
As pesquisas bibliográfica e documental foram utilizadas para revisão da literatura sobre o desenvolvimento da ciência e da tecnologia, o tema contextual da instrumentação científica, o histórico de incentivo e financiamento da instrumentação científica no Brasil, as abordagens metodológicas, e para a busca de literatura histórica sobre as três técnicas. Segundo Gil, a principal vantagem da pesquisa bibliográfica é permitir ao investigador cobrir uma gama muito mais ampla de fenômenos do que a obtida em pesquisa direta, importante vantagem quando o problema de pesquisa requer dados dispersos, sendo indispensável nos estudos históricos (GIL, 2008, p. 50). A pesquisa documental vale-se de materiais que não receberam um tratamento analítico, ou que ainda podem ser elaborados de acordo com o objeto de pesquisa (GIL, 2008, p. 51).

Para descrever o LabNS da UFMG, e os esforços para a criação da *spin-off* FabNS, conteúdo da Seção 3.3, utilizou-se, ainda, a observação participante na forma natural, uma vez que a autora atua há mais de cinco anos como gestora de projetos e de inovação neste laboratório. A observação participante é a participação real do observador, que obtém conhecimento sobre um grupo a partir de seu interior. Na observação participante natural, o observador pertence ao grupo que investiga (GIL, 2008, p. 103).

O caso TERS foi estudado à luz de dois casos; duas técnicas de instrumentação em nanotecnologia que já estivessem estabelecidas, ou seja, disponíveis no mercado há

pelo menos três décadas (ME e SPM). O ponto de partida foi a evolução do número de publicações na base Scopus para essas técnicas, e a identificação de mudanças de comportamento na evolução do número de publicações, traduzidas em três pontos de inflexão: o primeiro documento a aparecer na base; o primeiro ponto de inflexão indicando um crescimento no número de publicações; o segundo ponto de inflexão indicando aumento do crescimento ou estabilização. Para explicar o comportamento das publicações Scopus, uma base qualificada de eventos foi montada para cada técnica, a partir de publicações e marcos identificados por pesquisa bibliográfica, com validação de especialistas. Os detalhes de como a base qualificada foi construída para cada instrumento estão nas Seções 5.3.1, 5.3.2 e 5.3.3.

Figura 17 - Ferramentas metodológicas utilizadas nas etapas da pesquisa



Fonte: elaboração própria

A análise da base qualificada deu-se pela utilização de uma metodologia adaptada: a combinação do TRM, na abordagem retrospectiva (Seção 4.5), à Estrutura de Eventos (que será detalhada na Seção 5.3). O procedimento convencional de realização de workshops ou entrevistas pontuais, previsto na metodologia de *roadmapping* tradicional, foi substituído pela análise em profundidade da base qualificada. Com base na metodologia de Estrutura de Eventos, foram construídas categorias para elementos selecionados, baseadas na literatura de ciência, tecnologia e

desenvolvimento de instrumentação científica. Adotou-se a triangulação na coleta e na análise de dados, com a consulta a especialistas nas técnicas de instrumentação (detalhes serão dados nas subseções deste capítulo). Na sequência, foram identificadas frequência e relações entre os elementos por meio da abordagem gráfica. Este procedimento foi também utilizado para o estudo da história recente do TERS, para a qual a mesma sequência metodológica foi adotada.

A utilização dos princípios do TRM retrospectivo possibilitou a visualização sistêmica da evolução das categorias e a relação entre elas ao longo do tempo para gerar insights sobre a evolução da difusão encontrada na base Scopus. A análise intra-caso dos eventos e categorizações gerou as propostas das fases de emergência industrial para cada instrumento, e uma proposta de *roadmap* retrospectivo. A análise entre-casos foi base para inferências dos fatores influenciadores nas trajetórias dos dois instrumentos estabelecidos e, a partir da fase de emergência atual identificada do TERS, foram geradas propostas para sua difusão.

Por fim, para o estudo de caso do TERS, além do exame de sua história recente, foi aplicado um *survey*, aos participantes da 7ª conferência internacional em TERS, o que será detalhado na seção 5.3.3.

As Seções a seguir referem-se a: justificativa da utilização da base Scopus (5.1); introdução à Estrutura de Eventos (5.2); justificativa da análise de pós-evento (histórico) e como a Estrutura de Eventos foi adaptada ao TRM e utilizada para os objetivos da tese (5.3); metodologia para a montagem e análise da base qualificada para cada técnica (subseções 5.3.1, 5.3.2, e 5.3.3); metodologia para a análise dos resultados (5.4).

## 5.1 A Base Scopus

A base Scopus é um dos produtos da empresa Elsevier, uma companhia global de publicações de origem holandesa, fundada em 1880<sup>30</sup>. Lançada em 2004, a Scopus é uma base de publicações científicas, cada vez mais utilizada em pesquisa científica e comparável à base *Web of Science* (ZHU; LIU, 2020). Contém mais de 75 milhões de registros, dos quais 68 milhões depois de 1970; mais de 6,5 milhões datam de

---

<sup>30</sup> Disponível em [Scopus.com](https://scopus.com), data de acesso: 11 out. 2020.

1788 até 1970. São mais de 24.600 títulos ativos entre revistas revisadas por pares, séries de livros, e artigos aceitos para publicação. Contém mais de 194 mil livros, incluindo monografias, volumes editados, trabalhos de referência e livros texto em nível de graduação. Os assuntos cobertos nos títulos são equilibrados entre quatro grandes categorias: ciências da saúde, ciências físicas, ciências sociais e ciências da vida. A cada ano, aproximadamente 3 milhões de novos itens são adicionados (BAAS et al., 2020). Uma vez que há uma curadoria, o processo de seleção para inclusão na base de dados é rigoroso, conduzido por um Conselho Consultivo e de Seleção de Conteúdo, de cientistas e especialistas independentes.

A base oferece buscas por documentos por meio de palavras-chave, nome do autor ou afiliação, sendo possível refinar a busca por tipo de fonte, ano, língua, autor, afiliação, órgão financiador, dentre outros, bem como analisar citações, acessar tendências, analisar o resultado de publicação por autor e o impacto, e o desempenho de uma revista em relação a outras.

A base Scopus é muito utilizada como fonte bibliométrica para análises de avaliações da pesquisa em larga escala, estudos do panorama da pesquisa, avaliações de política científica e até rankings de instituições acadêmicas (BAAS et al., 2020).

Uma vez que o objeto de estudo é a instrumentação científica, o número de publicações científicas nas três técnicas e a sua evolução no tempo, obtidos pela base Scopus, é um indicador do panorama de difusão, em outras palavras, da emergência das tecnologias aqui analisadas. Portanto, a base Scopus foi utilizada como referência da emergência em instrumentação científica.

A base Scopus foi utilizada na revisão teórica do TRM (Capítulo 4). Uma busca para documentos contendo o termo “*technology roadmapping*” nos campos título, resumo ou palavras-chave, retorna 398 documentos desde 1997 (data da busca, 18 agosto 2020), e confirma que o autor com maior frequência em publicações é o professor Robert Phaal, do Departamento de Engenharia da Universidade de Cambridge. Adaptando a pesquisa recente realizada por Winkowski (WINKOWSKI, 2020), quando modificada a expressão de busca para “*technology roadmap\**”, o resultado é 2.935 documentos, desde 1984, ainda com a liderança em publicações por Phaal. O primeiro artigo nesta última busca é um trabalho de conferência sobre o *roadmap* da Motorola, que antecedeu o artigo em revista, de 1987 (WILLYARD; MCCLEES, 1987). A média

é de 80 artigos por ano para todo o período, e de pouco mais de uma centena desde 2003. A maioria dos documentos são artigos de conferência (46,7%) seguidos de artigos em revistas (40,4%).

## 5.2 Estrutura de Eventos

Abell explorou as abordagens de explicações narrativas, como alternativas às explicações centradas em variáveis, mais estabelecidas (ABELL, 2004). Por uma vertente, narrativa é uma forma explicativa implantada na história ou nas ciências sociais. Diz respeito a cadeias de eventos e/ou ações que levam a uma conclusão ou resultado que não é previsível como consequência da interposição de uma infinidade de eventos contingentes. As narrativas são construídas ao redor de três grupos de entidades: estados, ações e atores. Segundo Abell, três métodos se destacam no desenvolvimento das ideias narrativas (ABELL, 2004). Abbott (ABBOTT, 1995) trata o tema por meio da análise comparativa sistemática de sequências de entidades para grandes números de sequências. Franzosi (FRANZOSI 2003 apud ABELL, 2004) desenvolveu uma abordagem baseada em dados narrativos para converter texto em escala numérica que, em suas aplicações mais conhecidas permite a contagem de trios sujeito-ação-objeto. Já Heise e Durig propuseram a análise de Estrutura de Eventos (*Event Frame*), que fornece uma semântica sistemática para ações e eventos, por meio de um grupo de categorias abertas (HEISE; DURIG, 1997). Das abordagens narrativas, esta última foi escolhida para se criar a estrutura de dados, uma vez que o objetivo não era analisar sequências nem grupos de elementos, e não foi possível o estabelecimento de relação de causalidade entre os eventos.

Em Estrutura de Eventos (EE), a descrição de um evento produtivo é feita partindo-se este evento em uma série de elementos, que podem ser aplicados de várias formas para organizar uma sequência de acontecimentos. A estrutura pode ser o fundamento para codificar uma narrativa social sobre esses acontecimentos e base para visões dessa narrativa ao especificar como os eventos são constituídos e fornecer um esquema para analisar como eventos colaborativos estão inter-relacionados em macro ações (HEISE; DURIG, 1997).

São oito os elementos sugeridos por Heise e Durig (1997):

- (1) *Agente*: iniciador de um acontecimento ou pessoa/entidade que executa a ação.

- (2) *Ação*: fusão dos elementos da estrutura de eventos em um acontecimento; verbos.
- (3) *Objeto*: entidade que é movida ou modificada; foco da ação;
- (4) *Instrumento*: entidade usada pelo agente para permitir o acontecimento, mas não sendo significativamente mudado por ele; entidades alinhadas a um objeto de uma maneira particular para promover o evento;
- (5) *Alinhamento*: lugar ou tempo específico em que um instrumento é aplicado a um objeto ou em uma configuração; linguisticamente assinalado por preposições; usado para especificar pontos ou momentos em que um instrumento é aplicado a uma ação;
- (6) *Configuração*: convergência de agentes, objetos e instrumentos com uma fronteira espaço-tempo; é o domínio espaço-tempo da ação, a arena dentro da qual o agente está em seu papel, os objetos e instrumentos são acessíveis e ações são legitimadas;
- (7) *Produto*: entidade que passa a existir como o resultado de um acontecimento e que permite ou impede acontecimentos subsequentes; em geral, produtos resultam da transmutação, reorganização, relocação ou reconfiguração de objetos;
- (8) *Beneficiário/Afetado* (FREITAS, 2014): agente de um evento que intencionalmente é acionado ou vetado pelo agente no evento em foco; o usuário do produto de um evento.

O texto a seguir ilustra uma narrativa completa e seus elementos associados:

O *pesquisador* (agente) *submeteu* (ação) um *projeto* (objeto) por meio da *fundação de apoio da universidade* (instrumento) para o *CNPq* (alinhamento), dentro da *Iniciativa Nacional de Nanotecnologia* (configuração) produzindo um *pedido de financiamento* (produto) para o *analista do Conselho* (beneficiário) processar.

Em alguns casos, a identificação de todos os elementos não é óbvia, tanto porque não está explícita ou porque não está na narrativa. Mas o método é flexível e, quando válido, é possível rephrasear a narrativa para explicitar os elementos.

A partir da divisão da narrativa em elementos, é possível elaborar categorias para eles e fornecer uma base formal para a descrição dos eventos. As categorias podem ser escolhidas de acordo com o fenômeno sociológico em estudo e a lógica de criação das categorias é baseada no campo de conhecimento.

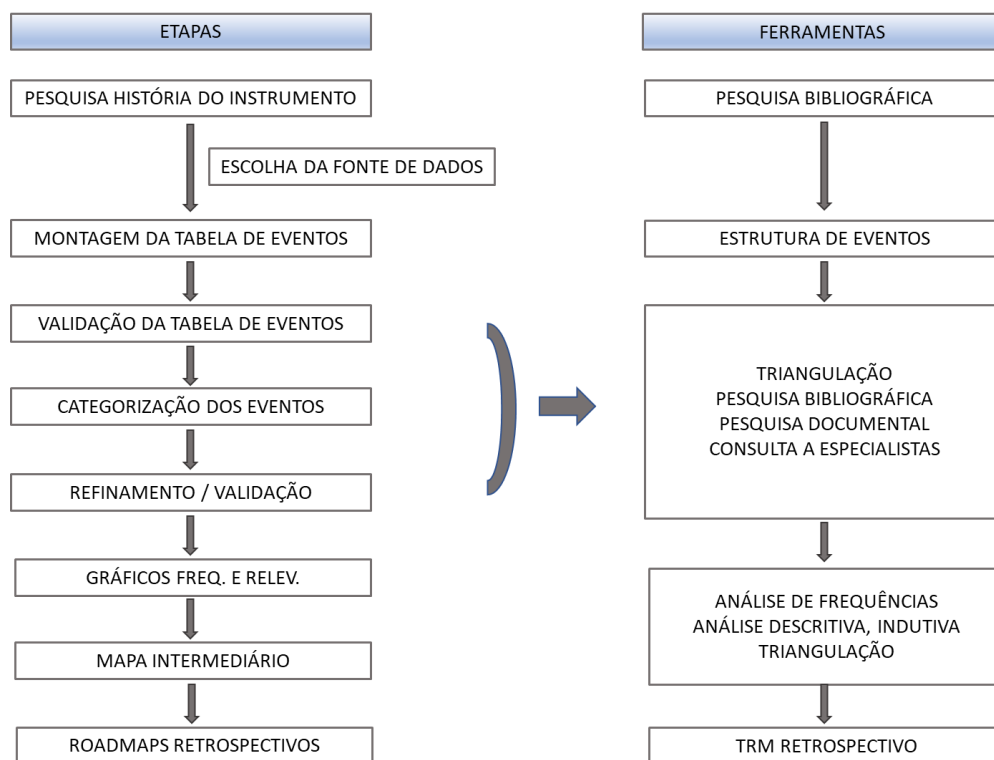
Nesta tese, propõe-se o uso combinado de TRM retrospectivo, em sua forma gráfica, e elementos da EE para tratar do desenvolvimento de instrumentação científica. A EE auxilia na localização e descrição dos eventos e a forma gráfica do TRM é utilizada para demonstrar visualmente a relação entre os elementos da estrutura de eventos. O diálogo entre essas duas metodologias permite traçar a evolução das categorias principais dos elementos que surgem nas trajetórias dos instrumentos científicos estudados.

### **5.3 Detalhamento da abordagem de análise de pós-evento (histórico)**

No Século XIX, o campo da história acompanhou a reflexão em relação aos métodos de produção de conhecimento ocorrida nas ciências humanas e sociais, uma vez que era parte delas (GIL, 2008, p. 4). Nesta época, surgiram vertentes historiográficas do chamado paradigma da história científica, com ênfase no evento, irrepetível, singular, individual, de valor intrínseco (REIS, 1996, p. 6). Uma das principais mudanças foi a relação com o trabalho documental e a possibilidade de produção de um saber que pode ser verificado, mesmo com toda a discussão sobre seus limites, como a influência do presente e a não possibilidade de resgate do passado de forma absoluta. Dentre os principais legados dessa vertente está o rigor em relação ao trato documental, que se incorporou à prática historiográfica atual. Nessa tentativa de constituição de uma história objetiva, “o conhecimento histórico parece ter-se aproximado de um conhecimento “cientificamente produzido”” (REIS, 1996, p. 9), embora atualmente a história viva um paradigma dito pós-moderno, com a “reivindicação do individual, do subjetivo, do simbólico como dimensões necessárias e legítimas da análise histórica” (CARDOSO, 1997). Portanto, justifica-se a análise de pós-evento como método científico, mesmo com suas limitações. Não se pretende aqui fazer o trabalho do historiador, uma vez que são utilizadas fontes secundárias, já compiladas por especialistas nas técnicas e no fazer da história da ciência. A contribuição na abordagem histórica, que se utiliza do método científico, está na sistematização desse conhecimento e na análise descritiva e indutiva dela derivada.



Figura 18 - Etapas e ferramentas metodológicas para o estudo histórico



Fonte: elaboração própria

Quanto aos procedimentos, a Figura 18 detalha as etapas percorridas para os estudos de caso históricos (ME, SPM e história recente do TERS) e as ferramentas utilizadas. Após a pesquisa bibliográfica para literatura histórica dos instrumentos, foi escolhida a fonte de dados principal, na qual se baseou a montagem da tabela de eventos (base qualificada). Esta tabela foi validada por especialistas nas técnicas (um para o microscópio eletrônico, dois para o SPM e dois para o TERS). A formação dos especialistas será detalhada nas subseções 5.3.1, 5.3.2 e 5.3.3. As tabelas de eventos foram caracterizadas com relação à base Scopus por comparação em termos de número de eventos e publicações por ano, e países protagonistas. Em seguida, os eventos foram categorizados, para alguns dos elementos preconizados por Heise e Durig (HEISE; DURIG, 1997): agente, configuração e produto. Os agentes foram categorizados segundo as instituições de afiliação, com foco nas categorias da hélice tríplice (ETZKOWITZ; LEYDESDORFF, 2000). A verificação das instituições de afiliação foi feita por meio de consulta a artigos científicos, documentos de patentes, ou sites, quando não disponíveis. A configuração referiu-se às localizações geográficas (país, continente), dadas pelas afiliações dos agentes, e temporal (ano). E o produto, no contexto da ação, foi categorizado, segundo duas lógicas principais.

A lógica denominada STAM (*Science-technology-application-market*) refere-se à predominância da fase de maturidade da instrumentação, tendo como referência a literatura sobre TRM retrospectivo (PHAAL et al., 2011; PROBERT et al., 2013). A lógica denominada SID (*scientific instrumentation development*) refere-se à característica principal relacionada à literatura de instrumentação científica identificada no Capítulo 2.

As categorias serão detalhadas na sequência. A pesquisadora-autora e os especialistas nas técnicas categorizaram os eventos com relação às duas lógicas, separadamente. Após uma análise dos conjuntos de categorizações pelos diferentes pesquisadores, foi realizado um refinamento das categorias, seguida de nova validação dos especialistas. Foram então gerados gráficos de frequência e relevância de categorias dos elementos ao longo do tempo (detalhes na Seção 5.4) que foram as fontes para a geração de um *roadmap* intermediário contendo os resumos dos achados gráficos. Estes foram a base para gerar dois *roadmaps* retrospectivos (quantitativo e qualitativo) para cada técnica. Os *roadmaps* qualitativos foram complementados com informações coletadas de fontes históricas mapeadas na pesquisa bibliográfica. A análise dos resultados gráficos forneceu insights que estão apresentados no Capítulo 7.

O Quadro 5 mostra o detalhamento das categorias utilizadas para cada elemento analisado. Neste quadro, instituições híbridas são aquelas que congregam financiamento público e privado ou que são formadas por esforços em rede das demais instituições. Os Quadros 6 e 7 mostram o rol de categorias possíveis para o elemento “produto” e as respectivas definições, para as lógicas STAM e SID respectivamente.

Quadro 5 - Detalhamento das categorias utilizadas por elemento de análise

ELEMENTO	DETALHAMENTO	CATEGORIAS
Agente	Instituição de afiliação	Universidade, laboratório nacional, empresa, outro
	Instituição de afiliação (hélice triplíce)	Academia, governo, indústria, instituição híbrida
Configuração	Localização temporal	(ano)
	Localização geográfica	(continente) (país)
Produto	Lógica STAM	C, T, A, M (Quadro 6)
	Lógica SID	17 categorias (Quadro 7)

Fonte: elaboração própria com base em (HEISE; DURIG, 1997)

Quadro 6 - Rol de categorias para "produto" segundo a lógica STAM

CATEGORIA	DEFINIÇÃO
C	Dominado pela ciência – Ênfase em atividades que estabelecem os fenômenos científicos de base / de suporte / subjacentes ao desenvolvimento do instrumento científico, incluindo atividades de demonstração da ciência aplicada.
T	Dominado pela tecnologia – Ênfase em atividades relacionadas à tecnologia (ferramenta / artefato / instrumento) para melhoria de sua confiabilidade e desempenho a um ponto em que ela possa ser demonstrada em campo. O foco é a materialização da ciência em um instrumento / dispositivo).
A	Dominado pela aplicação – Ênfase em atividades que visam melhorar o desempenho da aplicação e que, conseqüentemente, podem resultar em melhoria do preço da tecnologia. O foco é a melhoria da tecnologia direcionada a uma aplicação, ou seja, a eficiência do uso da tecnologia para uma determinada aplicação, o que pode resultar em melhoria do preço. Vale ressaltar que um artigo de cunho científico que utiliza o instrumento científico em análise para o desenvolvimento do conhecimento de outra área é considerado A.
M	Dominado pelo mercado – Ênfase em atividades que lidam com os aspectos da comercialização da tecnologia (marketing, comercial, negócio) visando crescimento do mercado de consumidores.

Fonte: adaptado de (ROUTLEY et al., 2011)

Quadro 7 - Rol de categorias para "produto" segundo a lógica SID

CATEGORIA	DEFINIÇÃO
Descrição teórica	Descrição teórica (cálculos, modelos matemáticos) que acontece antes de haver um experimento que observa um fenômeno.
Descrição teórica que explica a prática	A teoria para explicar algo já observado; vem depois do experimento.
Prova prática de uma teoria sem evolução técnica	Prova experimental de uma teoria realizada com equipamentos já conhecidos; abrange, por exemplo, a construção de um equipamento pela primeira vez em um outro país.
Prova prática de uma teoria com evolução técnica	Prova experimental de uma teoria, realizada com novos equipamentos; abrange o primeiro equipamento construído para dada técnica; as primeiras patentes para equipamentos ou dispositivos relacionados às técnicas de instrumentação; e as variantes de equipamentos derivados do principal (ex: SEM na história do TEM; AFM, MFM, EFM, etc, na história do STM).
Descrição experimental de um novo fenômeno sem evolução técnica	Observação experimental que acontece antes de haver uma teoria que explique o fenômeno observado; feita com equipamentos/dispositivos já existentes.
Descrição experimental de um novo fenômeno com evolução técnica	Observação experimental que acontece antes de haver uma teoria que explique o fenômeno observado; feita com novos equipamentos/dispositivos.
Varição de componente/setup que resulta na melhoria do resultado	Varição de um dos componentes ou da configuração do setup que proporciona melhoria no resultado experimental; melhorias incrementais; patentes ou pedidos de patentes sobre melhorias incrementais em dispositivos já conhecidos.
Combinação de uma técnica de instrumentação independente	Combinação de uma técnica instrumental alternativa, já existente, que aumenta o potencial da técnica estudada; inclui a utilização de software de tratamento

	de dados e imagens; e técnicas de preparação de amostras utilizadas em outras áreas.
Nova aplicação da técnica de instrumentação	Aplicação da técnica de instrumentação para uma nova área ou problema, diferente da área de origem do instrumento estudado; quando o foco é na aplicação/uso e não no desenvolvimento da instrumentação.
Dados adicionais para confirmar uma teoria	Dados adicionais obtidos experimentalmente para confirmar uma teoria existente.
Dados adicionais para modificar uma teoria	Dados adicionais obtidos experimentalmente para modificar uma teoria existente.
Publicação técnica relevante	Publicação sobre a técnica, em forma de livros, artigos, traduções etc.; aqui incluem-se eventos de lançamento de programas de fomento, projetos ou cursos dedicados ao desenvolvimento de instrumentação.
Publicação histórica relevante	Publicação sobre a história do instrumento, em forma de livros, artigos etc.
Congresso da comunidade técnica	Congresso/simpósio/conferência internacional no tema do instrumento estudado.
Incorporação da técnica de instrumentação pela indústria	Incorporação ou adoção da técnica de instrumentação pelo setor industrial (fundação de empresa para venda do equipamento, lançamento do primeiro modelo comercial, utilização do instrumento pela primeira vez por um setor).
Evolução/adaptação de dispositivo para propósitos comerciais	Evolução ou adaptação de componente/dispositivo existente ou um modelo de equipamento para torná-lo mais competitivo comercialmente ou possibilitar uma melhor funcionalidade.
Saída de um player comercial do mercado	Empresa que para de vender ou produzir o instrumento, ou porque encerra as atividades, ou porque é adquirida por outra.

Fonte: elaboração própria

Para a lógica SID, foi proposto inicialmente um rol de dez categorias. Ao longo do processo de categorização dos eventos, surgiram outras dez categorias que melhor refletiam o evento e justificaram ser inseridas. Três das dez categorias foram inseridas nas definições de outras já existentes de forma que o rol final continha 17 categorias. O Quadro 7 contém todas as categorias propostas ou criadas ao longo do processo. Como será visto posteriormente, para cada instrumento utilizado, a presença ou ausência de categorias, e a frequência delas, refletiram as particularidades da história de desenvolvimento estudada.

A seguir, serão relatadas as particularidades da montagem da tabela de eventos e validações para cada instrumento.

### 5.3.1 Microscopia Eletrônica

A pesquisa bibliográfica foi conduzida em abril-maio de 2018, nas bases *Web of Science* e *Google Scholar*, utilizando-se o termo truncado “*electron microscop\*\**” combinado às palavras-chave “*history*”, “*development*” ou “*evolution*”. Foram encontrados 35 artigos considerados relevantes, dos quais procedeu-se à leitura dos resumos e a seleção de 15 deles para a leitura do texto completo.

O artigo *Key Events in the History of Electron Microscopy* (HAGUENAU et al., 2003) foi selecionado como base para a construção da tabela de eventos para a microscopia eletrônica. Este artigo foi escrito por seis autores pertencentes a diferentes instituições e países (França, Reino Unido, Canadá e Estados Unidos), e apresenta uma cronologia de eventos-chave na história da microscopia eletrônica, de 1897 a 2002, com três enfoques (três seções): “*Electron optics and instrumentation*”, “*Electron microscopy in physics and materials science*”, e “*Electron microscopy in the life sciences*”. A primeira seção foi selecionada e os marcos descritos no artigo serviram de base para a montagem da cronologia de eventos. Dos 149 eventos apresentados no artigo de referência, resultaram 208 eventos na tabela (de 1897 a 2005; ver ANEXO I), uma vez que houve necessidade da separação de eventos ocorridos em datas diferentes (critério temporal) e que os autores haviam agrupado, e retirada de eventos em alguns casos avaliados por um especialista em microscopia eletrônica. Além disso, foram acrescentados à tabela sete eventos por recomendação do pesquisador especialista que validou a tabela. A fonte principal da tabela de eventos foi ainda apoiada por informações de sites de instituições, empresas e de laboratórios ativos no tema, que serviram de base para complementar as categorizações de localização geográfica e afiliações, quando necessário. Cabe destacar que o processo de categorização e validação de eventos e categorias foi realizado em uma dezena de reuniões ao vivo, entre a pesquisadora e o especialista, de forma que o processo gerou um melhor entendimento da metodologia e das categorias por parte do especialista.

O especialista que validou a tabela de eventos e categorizou os resultados dos eventos é doutor em física pela *Universitat Gesamthochschule Duisburg* (Alemanha), com experiência de mais de 30 anos na área de Física da Matéria Condensada, com ênfases em Superfícies e Interfaces; Películas e Filamentos; Materiais e Física

Aplicada. Atua principalmente nos seguintes temas: sensores de infravermelho, visível e raios-X, micro fabricação, e microscopia eletrônica. Era o Diretor do Centro de Microscopia da UFMG quando este trabalho foi realizado, cargo que ocupava desde 2014.

### 5.3.2 Microscopia de Varredura por Sonda

A pesquisa bibliográfica foi conduzida em março de 2019, nas bases *Web of Science* e *Google Scholar*, utilizando-se o termo truncado “*scanning probe microscop*” combinado às palavras-chave “*history*”, “*development*” ou “*evolution*”. Foram encontrados mais de mil artigos, sendo que, aproximadamente 50 estavam mais relacionados ao tema de histórico de desenvolvimento da técnica. Entretanto, muitos deles relatam desenvolvimentos em assuntos ou épocas específicas.

Na leitura de pouco mais de uma dezena de documentos mais relevantes, foi identificado e escolhido o livro “*Instrumental Community: probe microscopy and the path to nanotechnology*”, de Cyrus Mody (MODY, 2011), como fonte principal para a montagem da tabela de eventos para o SPM. Este livro é resultado de um estudo em profundidade, com a coleta de informações de mais de 150 entrevistados que ativamente participaram da história da formação da comunidade de microscopistas de sonda, principalmente nos cenários dos Estados Unidos e Europa, com maior foco em algumas instituições específicas, tais como *National Bureau of Standards - NBS*, *IBM*, *Bell Labs*, Universidade da Califórnia, *Digital Instruments* e outras instituições protagonistas. O autor conta a história da invenção, difusão e comercialização do SPM em termos das estruturas de redes de colaboração e competição que surgiram dentro de uma comunidade diversa de pesquisadores. A autora deste trabalho criou uma tabela de eventos a partir da leitura do livro.

A fonte principal da tabela foi apoiada por informações das outras fontes identificadas, principalmente um capítulo de livro (BAIRD; SHEW, 2004), artigos (GIESSIBL; QUATE, 2006; PARROT et al., 2007; WICKRAMASINGHE, 1990, 2000), além de uma entrevista realizada com um pesquisador especialista em AFM, com experiência de mais de 20 anos na técnica, e informações encontradas na internet, principalmente em sites de laboratórios de pesquisa dos Estados Unidos, da Suíça, e das empresas mencionadas na fonte principal (MODY, 2011). Os sites foram a base para as

categorizações de localização geográfica e afiliações, quando necessário. Sete eventos foram acrescidos com base na experiência do pesquisador citado.

A tabela de eventos final contém 97 eventos (de 1968 a 2012; ver ANEXO II). Dois professores com pós-doutorado, físicos, com mais de 20 anos de experiência em técnicas de SPM, validaram a tabela de eventos e categorizaram os resultados. Um deles foi Professor Visitante na *Indiana University*, onde trabalhou com investigação de vírus e bactérias por SPM e trabalha atualmente em aplicações das técnicas de SPM, principalmente o AFM, na investigação de nanoestruturas de carbono, materiais bidimensionais, sistemas auto-constituídos e nanolitografia. O outro professor, doutor pela *Universität Kassel*, tem experiência de mais de 20 anos na área de Física, com ênfase em Física de Superfície e Estados Eletrônicos, atuando principalmente nos seguintes temas: espectroscopia Mössbauer, espectroscopia de fotoelétrons, XPS UPS, difração de elétrons em superfícies, LEED RHEED e microscopia de tunelamento STM.

Cabe aqui destacar que o processo de categorização e validação foi realizado separadamente por cada pesquisador/especialista. A autora deste trabalho compilou os resultados, refinou as categorias e realizou uma reunião conjunta com os dois especialistas para consenso sobre os eventos em que houve discordância das categorias.

### **5.3.3 Tip-Enhanced Raman Spectroscopy**

Para avaliar a história recente do TERS, montou-se uma base de dados de publicações em TERS usando duas fontes principais. A primeira fonte foi a base Scopus, na qual foi conduzida uma busca por documentos contendo expressões específicas no campo “*Keywords, title of abstract*”. As expressões foram: “*tip enhanced Raman spectroscopy*” OR “*tip enhanced Raman spectroscope*” OR “*tip enhanced Raman scattering*” OR “*tip enhanced raman microscopy*” OR “*tip enhanced Raman microscope*” OR “*near field optic\* AND Raman*” OR “*nano-Raman*” OR “*near-field Raman*”, o que resultou em 1382 documentos desde 1994 (data da busca: 7 maio 2019).

Dois critérios foram aplicados para filtrar os documentos. Primeiramente, selecionou-se os documentos com o *Field Weighted Citation Index*<sup>31</sup> (FWCI) igual ou maior que 5. FWCI é usado para comparar o impacto da pesquisa independentemente de diferenças de entidade, tamanho, perfil disciplinar, idade e composição da publicação (PURKAYASTHA et al., 2019). Para os documentos com o FWCI menor que 5, selecionou-se aqueles com mais de 100 citações; em ambos os filtros, foram excluídos capítulos de livros e artigos de conferência. Artigos de revisão foram incluídos apenas se obedeciam ao critério de FWCI. Este primeiro filtro resultou em 109 documentos, dos quais 27 não eram especificamente sobre o desenvolvimento do TERS. Assim, este grupo resultou em 82 documentos.

Para complementar o banco de dados, foi consultada a coleção pessoal de artigos considerados importantes por um cientista com mais de 30 anos de experiência no campo da espectroscopia Raman e mais de 15 anos de experiência em TERS. A essa coleção, composta de 114 documentos, aplicou-se os mesmos critérios de filtro da base Scopus, o que resultou em 37 documentos, dos quais 16 já constavam da primeira seleção Scopus; assim 21 documentos foram adicionados. A inclusão desses 21 documentos foi uma tentativa de agregar artigos que não utilizam as palavras-chave típicas de TERS (palavra Raman sozinha ou combinadas às expressões de busca), em áreas com realizações experimentais que levaram à detecção do efeito TERS, tais como SERS (*surface-enhanced Raman spectroscopy*, na sigla em inglês), óptica de campo próximo, plasmônica (incluindo o desenvolvimento de nano-antenas). Por fim, seis outros documentos históricos da coleção pessoal que não obedeciam aos critérios de seleção foram incluídos, uma vez que são considerados essenciais para representar tanto a história pregressa quanto os desenvolvimentos mais recentes do TERS. Estes artigos foram incluídos com base no entendimento do cientista especialista que, de acordo com a comunidade TERS, historicamente, a semente para o desenvolvimento da técnica foi um conceito teórico introduzido há aproximadamente um século (SYNGE, 1928). Após a proposição de Synge para transposição do limite de difração da luz, passaram-se quase 50 anos até que Ash e Nicholls primeiramente

---

<sup>31</sup> O *Field Weighted Citation Index*, disponível apenas na base Scopus, é a proporção do total de citações realmente recebidas e o total de citações que seria esperado com base na média do campo de conhecimento ou assunto; indica de que forma o número de citações recebidas por uma publicação se compara com o número médio de citações recebidas por todas as outras publicações similares no universo de dados, independente da área de conhecimento.



executaram microscopia de campo próximo na região do micro-ondas com uma sonda de abertura (ASH; NICHOLLS, 1972). Nos anos seguintes, a evolução combinada nas áreas de SERS, plasmônica, SPM e óptica de campo próximo foram fundamentais para o estabelecimento do TERS.

Ao final, a base de dados filtrada resultou em 109 documentos (de 1972 a 2019, ver Informação Suplementar em (COSTA; CANÇADO; JORIO, 2020)), que serviram de fonte para montar a cronologia de eventos. A base qualificada representa quase 10% da base Scopus, e foi completada em 7 de maio de 2019, quando não foi executada outra busca ou reanálise dos parâmetros de filtro.

Os dois pesquisadores que validaram a tabela e categorizaram os resultados dos eventos são Doutores em Física, especialistas em espectroscopia Raman e trabalham em pesquisa e desenvolvimento de instrumentação científica em TERS para o estudo de nanoestruturas de carbono. Um deles é pós-doutor pela *University of Rochester* e pela *University of Central Florida*, vice-Coordenador da "Rede Brasileira de Pesquisa e Instrumentação em Nano-Espectroscopia Óptica", e Líder do Grupo de pesquisa "Espectroscopia e Imagem Espectroscópica de Nano-Materiais" do CNPq. O outro pesquisador é pós-doutor pelo MIT, professor titular, membro da Sociedade Brasileira de Física, da Academia Brasileira de Ciências e recebeu o "*membership award to the American Chemical Society*" (2015). Em 2016 foi incluído na lista dos "*Highly Cited Researchers*" da Thomson Reuters. Ocupou os cargos de Coordenador de Estudos Estratégicos e Informação no Inmetro; e de Diretor da Coordenadoria de Transferência e Inovação Tecnológica e Pró-Reitor de Pesquisa na UFMG.

No caso do TERS, o processo de categorização foi realizado separadamente por cada pesquisador/especialista. A autora deste trabalho compilou e refinou os resultados e realizou duas reuniões com os especialistas para analisar todos os eventos e validar as categorias em consenso.

Para complementar os achados sobre o provável desenvolvimento futuro do TERS, foi elaborado um questionário de seis perguntas, enviado previamente aos participantes da 7ª conferência internacional no tema, o TERS VII, realizada de 9 a 12 de novembro de 2019, em Xiamen (China). O conteúdo do questionário está no Apêndice B. Os organizadores do evento criaram um painel de discussão de 50 minutos de duração, incluído na programação da conferência, onde apresentaram um

compilado das respostas (Apêndice C) e abriram para discussão. O compilado das principais tendências para o TERS percebidas pelos especialistas mundiais será discutido no Capítulo 7.

#### **5.4 Metodologia para análise dos dados**

Os dados obtidos com o protocolo de coleta descrito na Seção 5.3 foram consolidados em um conjunto de gráficos e figuras, para as três técnicas:

- A. Gráfico publicação Scopus e países protagonistas; gráfico número de eventos e países protagonistas: utilizado para caracterizar a base qualificada (eventos) em relação à base Scopus, em termos de evolução por ano e acumulado e países protagonistas. Os gráficos Scopus fornecem o panorama geral de evolução de publicações, sendo possível identificar os três momentos principais: entrada do tema do instrumento específico na base de artigos; início do crescimento; ponto de inflexão, que pode ser indicativo de um aumento ainda maior no número de publicações, ou uma estabilização, ou até mesmo um declínio. A partir destes pontos identificados, procura-se, pela base qualificada (eventos) e suas categorizações, descrever os eventos responsáveis por estes marcos temporais;
- B. Mapa de ocorrência das categorias STAM com o tempo; relevância percentual das categorias STAM com o tempo e frequência total das categorias STAM: tendo como base as fases sugeridas de emergência industrial da literatura, estes gráficos dão indícios de quando cada fase de emergência começou, em termos aproximados, e em qual momento estas fases predominaram; indicam ainda a categoria STAM de maior frequência;
- C. Gráfico de ocorrência das categorias SID: informa quais categorias de resultado segundo a lógica SID foram mais relevantes para aquele instrumento específico;
- D. Gráfico de relevância percentual das categorias SID com o tempo: dá indícios de quais categorias foram predominantes em cada fase da emergência segundo a lógica SID;
- E. Gráfico da distribuição percentual das instituições: informa a frequência de participação das instituições categorizadas segundo a hélice tríplice e mostra que tipos de colaboração foram encontrados entre estes atores;
- F. Mapa de ocorrência de instituições ao longo do tempo, frequência de instituições, participação das instituições nas categorias STAM e SID: os dados de instituições foram desagregados, ou seja, contabilizados sem considerar as associações, para avaliar a participação geral do ator da hélice tríplice. Além disso, foram analisadas as

contribuições de cada ator para as categorias de resultado STAM e SID, para verificar a participação institucional típica nessas categorias.

A partir dos comportamentos observados no conjunto de figuras e gráficos (A a F), as fases de emergência das três técnicas foram localizadas, com base nos seguintes critérios:

- Base qualificada: indicação das fases iniciais Precursora, Embrionária e transição para Nutrição;
- 1ª inflexão Scopus: início da Fase Nutrição;
- 2ª inflexão Scopus: início de uma fase ou transição posterior à Nutrição.

O comportamento das publicações Scopus é um indicador de demanda por instrumentação científica. Até a primeira inflexão Scopus, quando as publicações ainda são poucas, os dados foram esmiuçados com a análise qualitativa possibilitada pela adaptação da metodologia de *roadmap* retrospectivo a partir da base qualificada (tabela de eventos). A segunda inflexão Scopus foi examinada e sua correspondência com fases ou transições foi proposta considerando as particularidades de cada técnica.

Foram, então, propostos os seguintes dois *roadmaps* retrospectivos:

- *Roadmap* retrospectivo quantitativo: baseado no comportamento dos elementos encontrado no conjunto de gráficos de A a F (relevâncias e frequências das categorias dos elementos), e nas publicações Scopus;
- *Roadmap* retrospectivo qualitativo: gerado a partir da seleção dos eventos correspondentes aos destaques do *roadmap* retrospectivo quantitativo, com acréscimo de outros eventos representativos.

A visão sistêmica proporcionada pelos *roadmaps* retrospectivos gerou *insights* nas trajetórias de desenvolvimento do ME, do SPM e do TERS, que formaram a base para as análises entre casos e reflexões finais apresentadas no Capítulo 7. No caso do TERS, foram complementadas pelas discussões advindas da Conferência TERS VII.

Por fim, a posição estratégica do Laboratório de Nanoespectroscopia da UFMG foi mapeada, com o auxílio da geração dos gráficos de A a E para os 36 artigos científicos produzidos pelo grupo até novembro de 2020 (tabela de eventos TERS no LabNS). As análises apontaram as frentes de atuação do laboratório para o TERS.

Uma vez explicada a metodologia utilizada na tese, o próximo capítulo (Capítulo 6) apresenta os resultados gráficos consolidados para as três técnicas.

## 6 CONSOLIDAÇÃO DOS RESULTADOS

Neste capítulo será apresentada uma descrição dos resultados dos mapeamentos dos elementos selecionados dos eventos, em termos de frequências e ocorrências temporais, na forma de mapas intermediários, cujos exames e análises foram a base para a geração dos *roadmaps* retrospectivos de cada técnica, que também serão apresentados (análise intra-casos).

Primeiramente, examina-se a evolução anual das publicações na base Scopus nas três técnicas de instrumentação científica estudadas, uma vez que esta base é usada como referencial de difusão das técnicas. A espectroscopia Raman foi incluída na análise para comparação, uma vez que o TERS é a combinação de Raman e SPM. As palavras-chave utilizadas no campo “*article title, keywords or abstract*” e os anos do primeiro documento na base estão apresentados no Quadro 8 (data da busca: 12 de outubro de 2020).

Quadro 8 - Termos de busca e ano da primeira publicação na base Scopus para quatro técnicas de instrumentação científica

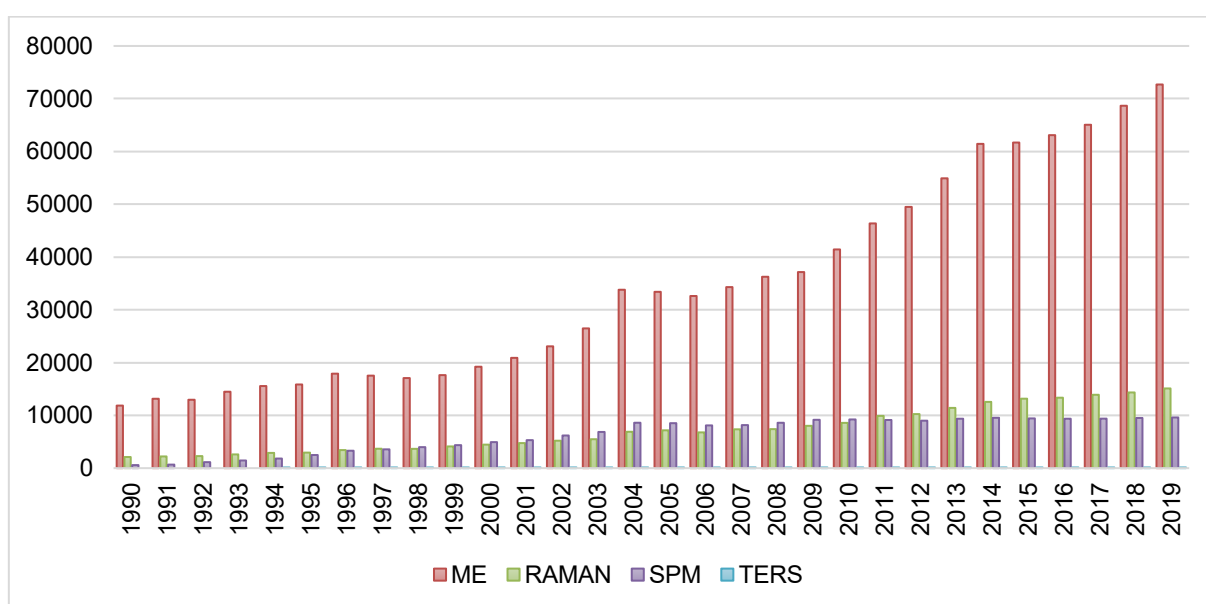
TÉCNICA	TERMOS DE BUSCA	ANO INÍCIO
MICROSCOPIA ELETRÔNICA	“ <i>electron microsc**</i> ”	1929
RAMAN	“ <i>raman spectr**</i> ” OR “ <i>raman microsc**</i> ” OR “ <i>raman scat**</i> ”	1932
SPM	“ <i>scanning tunneling microsc**</i> ” OR “ <i>atomic force microsc**</i> ”	1982
TERS	“ <i>tip enhanced Raman spectro**</i> ” OR “ <i>tip enhanced Raman scat**</i> ” OR “ <i>tip enhanced Raman microsc**</i> ” OR ““ <i>near field optic**</i> ” AND “ <i>Raman**</i> ” OR “ <i>nano-Raman</i> ” OR “ <i>near field Raman</i> ”	1994

Fonte: elaboração própria com base em Scopus (data da busca: 12 out. 2020)

A Figura 19 mostra a evolução das publicações das técnicas de instrumentação do Quadro 8 para o período de 1990 a 2019 (números absolutos). Embora publicações em espectroscopia Raman constem da base Scopus desde 1929, mesmo antes da microscopia eletrônica, a partir de 1943, as publicações anuais em microscopia eletrônica ultrapassam aquelas em espectroscopia Raman e continuam com grande tendência de crescimento. As publicações em ambas as técnicas apresentam tendência crescente. Já as em SPM, que de 1998 a 2010 superaram as publicações em Raman, parecem ter se estabilizado na última década. As publicações em TERS somam, em média, uma centena por ano, para os últimos dois anos e apresentam

tendência de crescimento. A Figura 19 dá uma indicação do grau de difusão e utilização de tais técnicas, mostrando que o TERS está em seu início. As histórias dos eventos do SPM e da Microscopia Eletrônica podem dar indícios de como o TERS poderá se difundir nas décadas vindouras e os elementos necessários para uma trajetória bem sucedida.

Figura 19 - Evolução do número de publicações em quatro técnicas de instrumentação



Fonte: elaboração própria com base em *Scopus* (data da busca: 12/10/2020)

Os mesmos termos de busca do Quadro 8 foram utilizados sempre que a base *Scopus* foi consultada ou referenciada nos dados.

A seguir, a Seção 6.1 traz os resultados gráficos para o Microscópio Eletrônico; a Seção 6.2, para o SPM e a Seção 6.3, os resultados para a história recente do TERS.

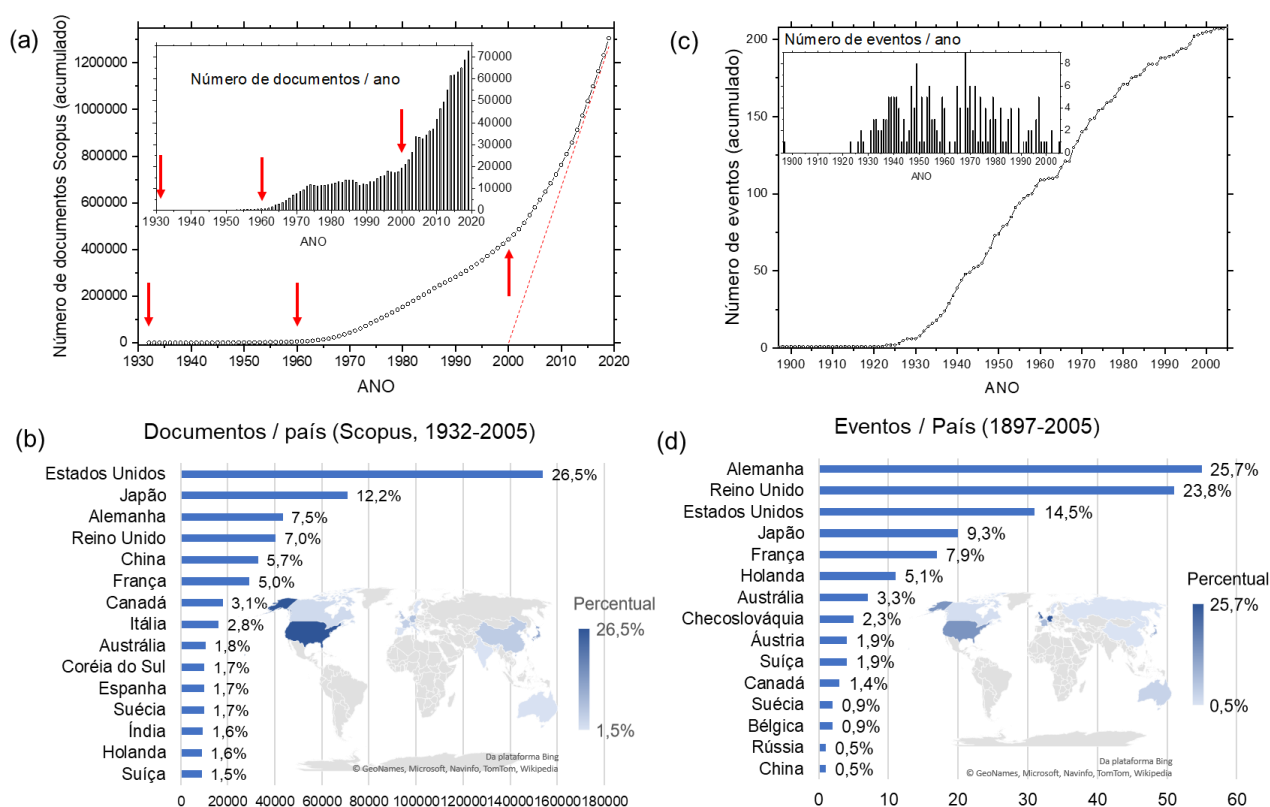
### 6.1 Microscopia Eletrônica – TRM retrospectivo

Nesta seção são apresentados os resultados obtidos pela análise da tabela de eventos gerada para descrever a história da microscopia eletrônica.

A Figura 20 (a) mostra a evolução anual dos pouco mais de 1,3 milhão de artigos em microscopia eletrônica na base *Scopus* para o período de 1932 a 2019, em números absolutos (no *inset*) e o acumulado. Na Figura 20 (b) está a distribuição geográfica

por país, para os 15 países com maior número de eventos, para o período até 2005. Optou-se por este limite para coincidir com o da base qualificada. A Figura 20 (c) mostra a distribuição dos 208 eventos da base qualificada em números absolutos (no *inset*) e o acumulado; em (d), a distribuição geográfica de todos os países da base qualificada; de 1897 a 2005.

Figura 20 - Distribuição de documentos para ME. Base Scopus: (a) número de documentos acumulado e por ano (*inset*) (1932 a 2019); (b) distribuição por país (1932 a 2005). Base qualificada: (c) número de eventos acumulado e por ano (*inset*); (d) distribuição por país (1897-2005); setas vermelhas e linha tracejada indicam mudanças de comportamento



Fonte: elaboração própria

Na Figura 20 (a), as setas vermelhas e linha tracejada indicam os três pontos onde se observam as principais mudanças de comportamento: a entrada de artigos na base, em 1932; após 1960 quando se inicia um primeiro crescimento; a partir de 2000 quando se intensifica ainda mais o crescimento. Nota-se que, por volta de 1975 há uma diminuição da taxa de crescimento, com algumas oscilações, até a segunda

inflexão, em 2000. A base qualificada inicia o crescimento na mesma época do início da base Scopus (por volta de 1930), e se encerra em 2005 (Figura 20 (c)).

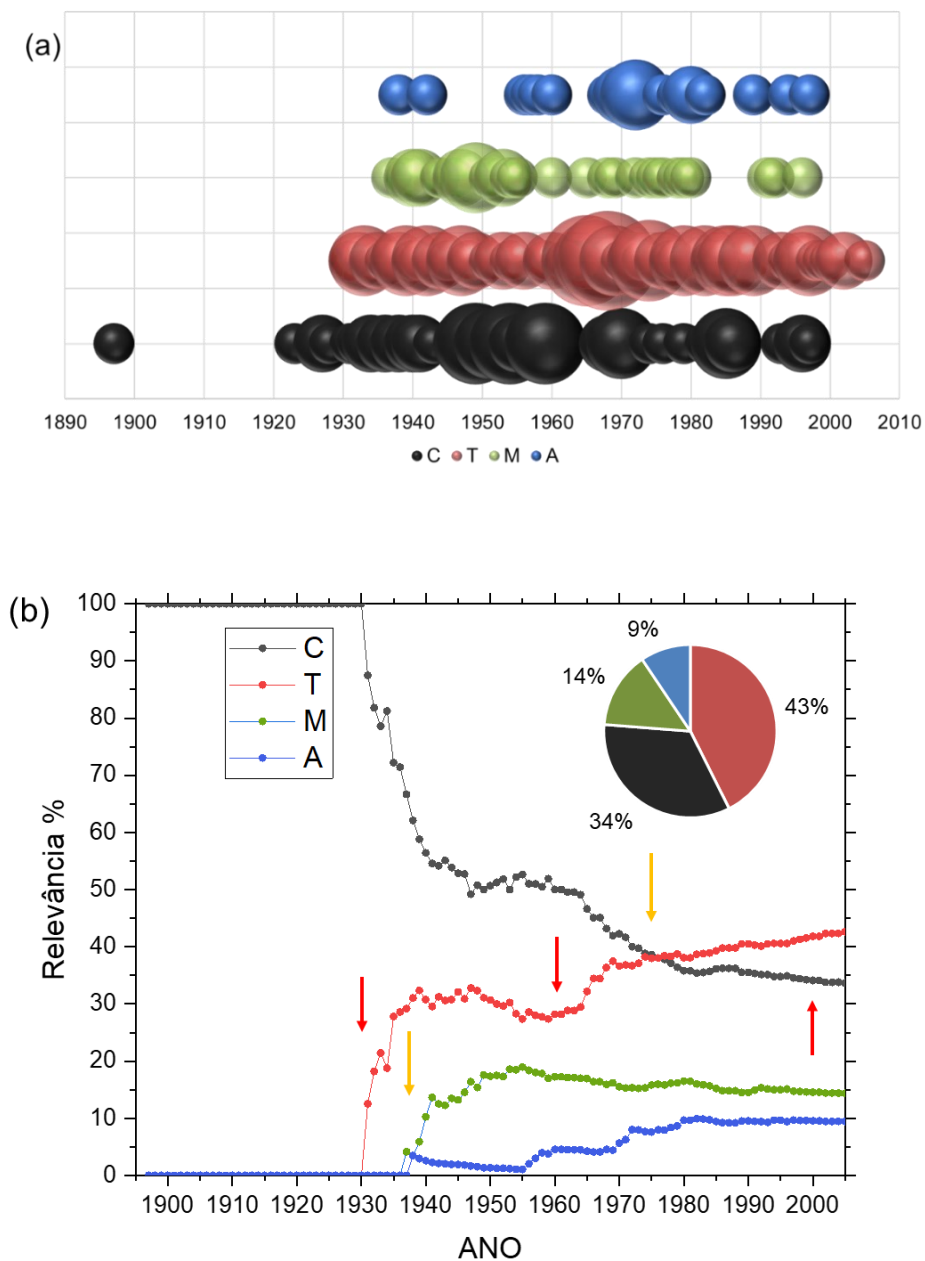
Quanto à distribuição geográfica, a liderança das publicações Scopus é dos Estados Unidos (26,5%) (Figura 20 (b)). Na base qualificada, Alemanha (25,7%) e Reino Unido (23,8%) são protagonistas (Figura 20 (d)). Exceto pela China, que vem apresentando um crescimento vertiginoso no número de publicações científicas em todas as áreas nos últimos 20 anos, o grupo de cinco países protagonistas se repete em (b) e (d): Alemanha, Reino Unido, Estados Unidos, Japão e França. A presença da China não é marcante na base qualificada, apesar de ter participação em 0,5% dos eventos. A densidade de eventos no final da base qualificada é baixa, e não captou a importância que este país tem tido nas publicações recentes. Caso a Figura 20 (b) incluísse todos os anos da Figura 20 (a), ou seja 1932 a 2019, a China seria a primeira colocada, com 20,2% das publicações (na sequência estariam Estados Unidos, 19,5%; Japão, 8,4%; Alemanha, 6,2%; Índia, 5,8%; e Reino Unido, 5,3%).

A Figura 21 mostra a ocorrência das categorias segundo a lógica STAM em três formatos: (a) mapa de ocorrência com o tempo, em que o diâmetro das esferas é proporcional ao número de eventos; (b) relevância percentual das categorias ao longo do tempo e frequência total das categorias (no *inset*). Eventos dominados pela ciência iniciam a trajetória, seguidos por dominados pela tecnologia. Já em 1937 e 1938 surgem eventos dominados pelo mercado e pela aplicação. Evidencia-se a coexistência de eventos dominados por C, T, A e M ao longo de toda a história (Figura 21 (a)).

Na Figura 21 (b), além dos pontos de inflexão da base Scopus (setas vermelhas) são identificadas inflexões observadas na evolução das categorias STAM (setas amarelas). A entrada na base Scopus é coincidente com a entrada da categoria T (1932). A entrada de A e M em 1937 e 1938 é evidenciada pela primeira seta amarela. A partir da primeira inflexão Scopus (1960), eventos dominados pela tecnologia ganham importância até assumirem a liderança na relevância percentual a partir de 1975 (segunda seta amarela na Figura 21 (b)), ultrapassando eventos dominados pela ciência que eram predominantes.



Figura 21 - Distribuição das categorias STAM para ME; (a) mapa de ocorrência (diâmetro da esfera proporcional ao número de eventos); (b) relevância % com o tempo e frequência total das categorias (*inset*); setas vermelhas, inflexões Scopus; setas amarelas, inflexões STAM



Fonte: elaboração própria

A janela temporal da base qualificada não evidenciou a segunda inflexão Scopus, em 2000. Acredita-se que após esse ano, os desenvolvimentos tecnológicos que lideraram os eventos até então tenham dado lugar a aplicações da tecnologia desenvolvida, e este foi o fator impulsionador das publicações a partir da segunda

inflexão. Eventos dominados pelo mercado atingem seu ápice de importância percentual por volta de 1955. Eventos dominados pela aplicação apresentam ondas de crescimento por volta de 1960, 1972 e 1980. Em termos absolutos (*inset*, Figura 21 (b)), eventos dominados pela tecnologia são os mais frequentes, com 43% de participação, seguidos por eventos dominados pela ciência (34%), mercado (14%) e aplicação (9%). Eventos referentes a publicações (técnicas ou históricas), 15 no total, foram categorizados como uma combinação “C,T” e, para fins de análise, as categorias foram desagregadas.

Acredita-se que eventos dominados pela aplicação estejam sub representados na base qualificada, uma vez que a seção do artigo de referência utilizada como fonte da tabela de eventos tem o foco na instrumentação; a última das três seções do artigo é dedicada a técnicas de microscopia eletrônica para ciências da vida, e, caso tivesse sido incluída na tabela, grande parte dos eventos derivados dessa seção seria categorizada como dominada pela aplicação.

A Figura 22 mostra a distribuição percentual dos 208 eventos da história do ME segundo a lógica SID de resultado. Na primeira tentativa de categorização dos eventos, foram identificadas 18 categorias que, por refinamento de afinidades ou baixa frequência foram reduzidas a 13, mostradas na Figura 22. Ressalta-se que as categorias “publicação técnica relevante”, com 16% de participação, e “publicação histórica relevante”, com 3% de participação, foram criadas durante a categorização, indicando que a disseminação do conhecimento escrito, em forma de livros, artigos, tratados e traduções foi importante no desenvolvimento desta tecnologia em particular. Das categorias originais desenhadas com base na literatura, as quatro mais frequentes foram: variação de componente que resulta na melhoria do resultado (20% dos eventos); combinação de uma técnica de instrumentação independente (9%); nova aplicação da técnica de instrumentação (9%); e incorporação da técnica de instrumentação pela indústria (9%).

Figura 22 - Distribuição de frequências das categorias lógica SID por evento para a ME

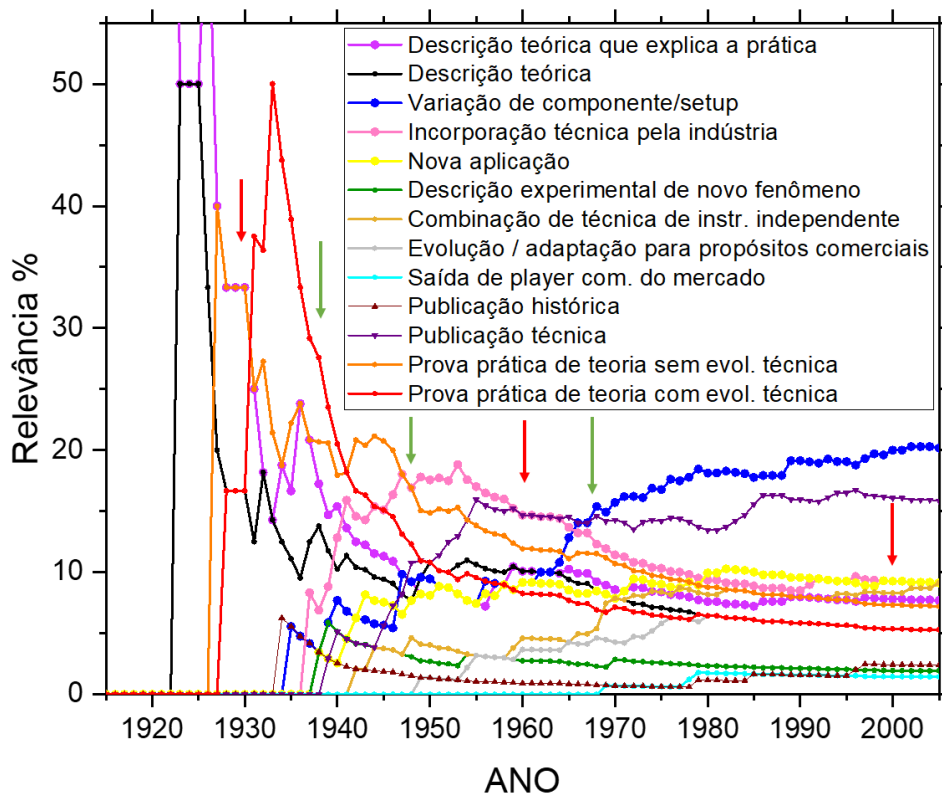


Fonte: elaboração própria

A Figura 23 mostra a relevância percentual das 13 categorias SID ao longo do tempo; as setas vermelhas localizam inflexões Scopus e setas verdes os destaques da evolução das categorias SID. Extrai-se desta figura que a história da microscopia eletrônica se iniciou com eventos de descrição teórica seguidos de eventos de prova prática das teorias anteriores, ou seja, a invenção do microscópio eletrônico proporcionou a realização experimental das teorias concebidas até 1925. Entre 1935 e 1942, surge a maioria das categorias, inclusive a categoria variação de componente (primeira seta verde, coincidente com a primeira seta amarela STAM, Figura 21 (b)). Os eventos de prova prática protagonizam esta história até por volta de 1950, quando “incorporação da técnica de instrumentação pela indústria” passa a dominar (segunda seta verde), até por volta de 1966, quando “variação de componente ou setup” lidera os eventos (terceira seta verde). A tendência de crescimento em participação percentual da categoria “variação de componente” a partir de 1966, é acompanhada

pelas categorias “combinação de técnica independente”, e “evolução para propósitos comerciais”. O mesmo se aplica para “nova aplicação”, porém em intensidade menor. Ou seja, a microscopia eletrônica ainda evolui na melhoria de componentes, na exploração de novas aplicações, inclusive agregando outras técnicas de instrumentação e com objetivos comerciais, sugerindo que ainda não chegou à fase de maturidade, e que ainda há desenvolvimento tecnológico e crescimento de mercado. A Figura 23 evidencia a importância de “publicação técnica relevante” que, a partir do início da década de 1950 ocupa o segundo lugar em relevância. Observe-se, ainda, que no início da trajetória, “prova prática *com* evolução técnica” é mais importante que “prova prática *sem* evolução técnica” entre os anos 1930 e 1940, a década da invenção do microscópio eletrônico por Ruska.

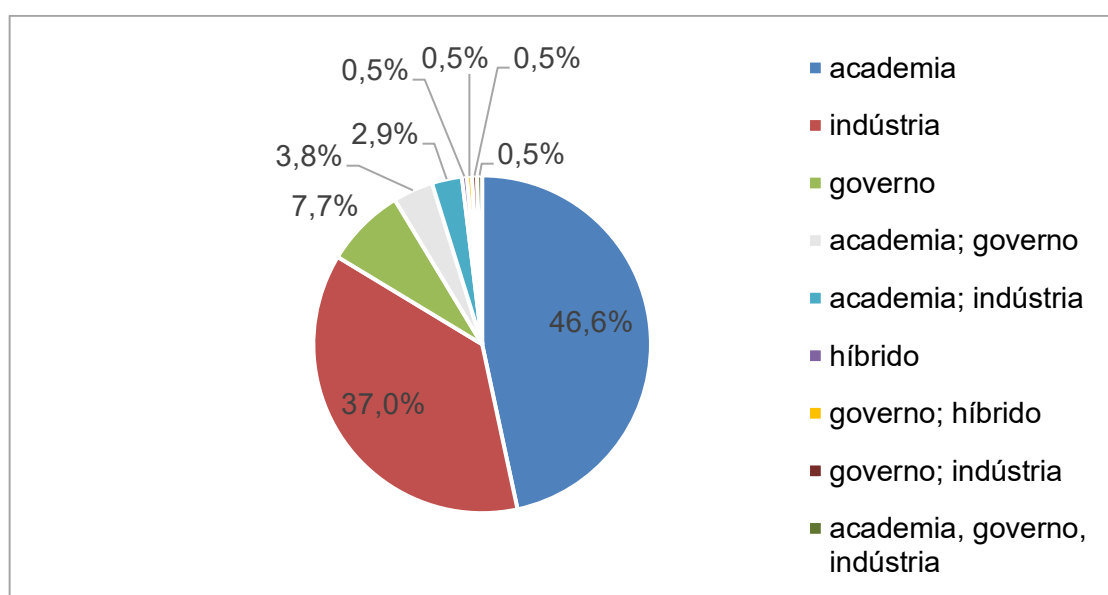
Figura 23 - Relevância % das categorias SID de resultado ao longo do tempo para a ME; setas vermelhas, inflexões Scopus; setas verdes, inflexões SID



Fonte: elaboração própria

A Figura 24 mostra a distribuição percentual institucional dos eventos da história da microscopia eletrônica, onde são identificadas 9 categorias ou combinações institucionais. Academia e indústria, isoladamente, atuam em participação muito próxima (46,6% e 37,0% respectivamente) quando comparadas a governo e instituições híbridas. Academia, indústria e governo participam isoladamente na maioria dos eventos; em apenas 8,2% dos eventos há cooperação interinstitucional.

Figura 24 - Participação percentual das instituições na base qualificada da história da ME



Fonte: elaboração própria

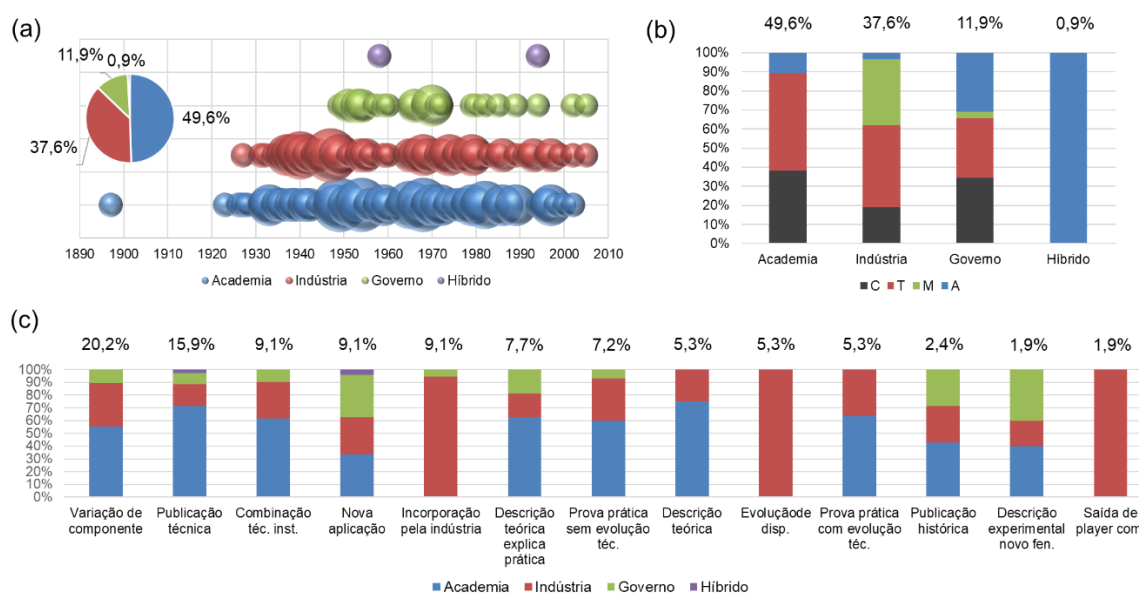
A Figura 25 (a) mostra a participação institucional desagregada. Academia inicia os eventos em 1895 e lidera a participação percentual, com 49,5% dos eventos no total. É seguida pela indústria, que inicia sua participação em 1927, e apresenta 37,6% de participação. Laboratórios nacionais aparecem em 1949, coincidente ao início de sua criação no pós-guerra, e são responsáveis por quase 12% dos eventos. Instituições ditas híbridas têm apenas 1% de participação, e aparecem em 1958. Nota-se a coexistência e a alternância na importância institucional ao longo do tempo, neste caso, principalmente entre instituições acadêmicas e empresas.

A Figura 25 (b) mostra a distribuição institucional por categoria de resultado segundo a lógica STAM. Indústria atua em todas as categorias, principalmente T e M. Academia

é predominante nas categorias T e C. Governo tem distribuição mais igualitária entre C, T e A. Instituições híbridas têm foco em eventos dominados pela aplicação.

A Figura 25 (c) apresenta a distribuição institucional por categoria de resultado segundo a lógica SID. Academia é predominante em todas as categorias, exceto nos casos de atividades típicas de mercado (incorporação pela indústria; evolução para propósitos comerciais, saída de player comercial). Governo se destaca em nova aplicação e descrição experimental de novo fenômeno.

Figura 25 - Participação institucional na história da microscopia eletrônica. (a) mapa de ocorrência e participação percentual desagregada (*inset*); (b) distribuição categorias STAM por instituição; (c) distribuição categorias SID por instituição



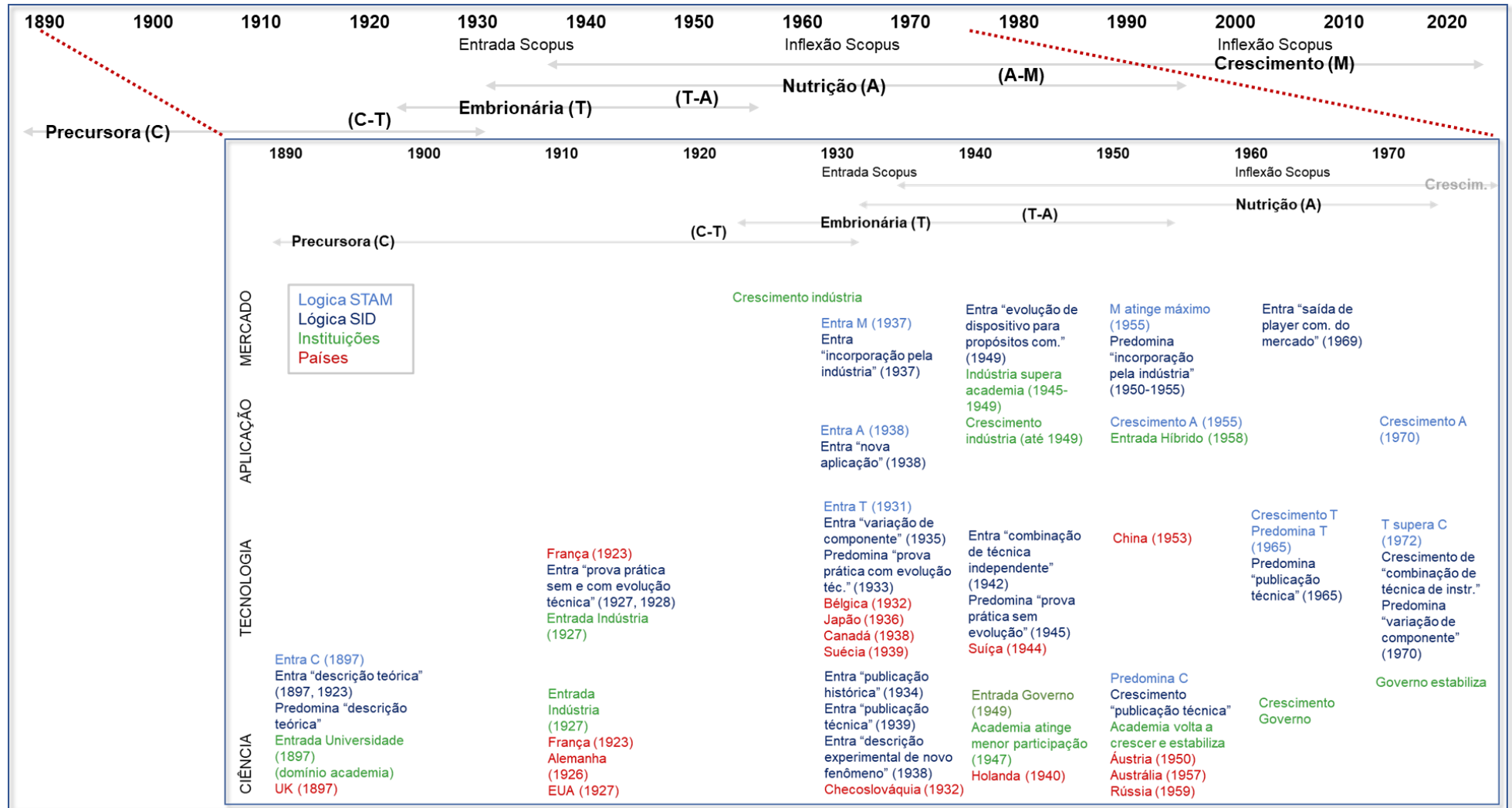
Fonte: elaboração própria

Com base nos dados explicitados até aqui, foi construído o *roadmap* retrospectivo quantitativo mostrado na Figura 26, em que o código de cores reflete as quatro categorizações principais (resultado lógica STAM, resultado lógica SID, instituições e países). A partir dos elementos destacados neste mapa, foi gerado o *roadmap* retrospectivo qualitativo, na Figura 27, em que o código de cores reflete a participação institucional, e são destacados alguns marcos técnicos, marcos de mercado, facilitadores, barreiras e perspectivas regionais. Em seguida, propõe-se a narrativa associada aos mapas. As evidências coletadas nos mapeamentos intermediários

sugerem a seguinte distribuição temporal para fases e transições da emergência industrial da microscopia eletrônica (considerando a convenção para fases e transições iniciais explicitadas na Seção 5.4):

Precursora (C): 1890 a 1920; Transição C-T: 1921-1929; Embrionária (T): 1930-1950; Transição T-A: 1951-1959; Nutrição (A): 1960-1980; Transição A-M: 1981-1999; Crescimento (M): 2000 até os dias atuais.

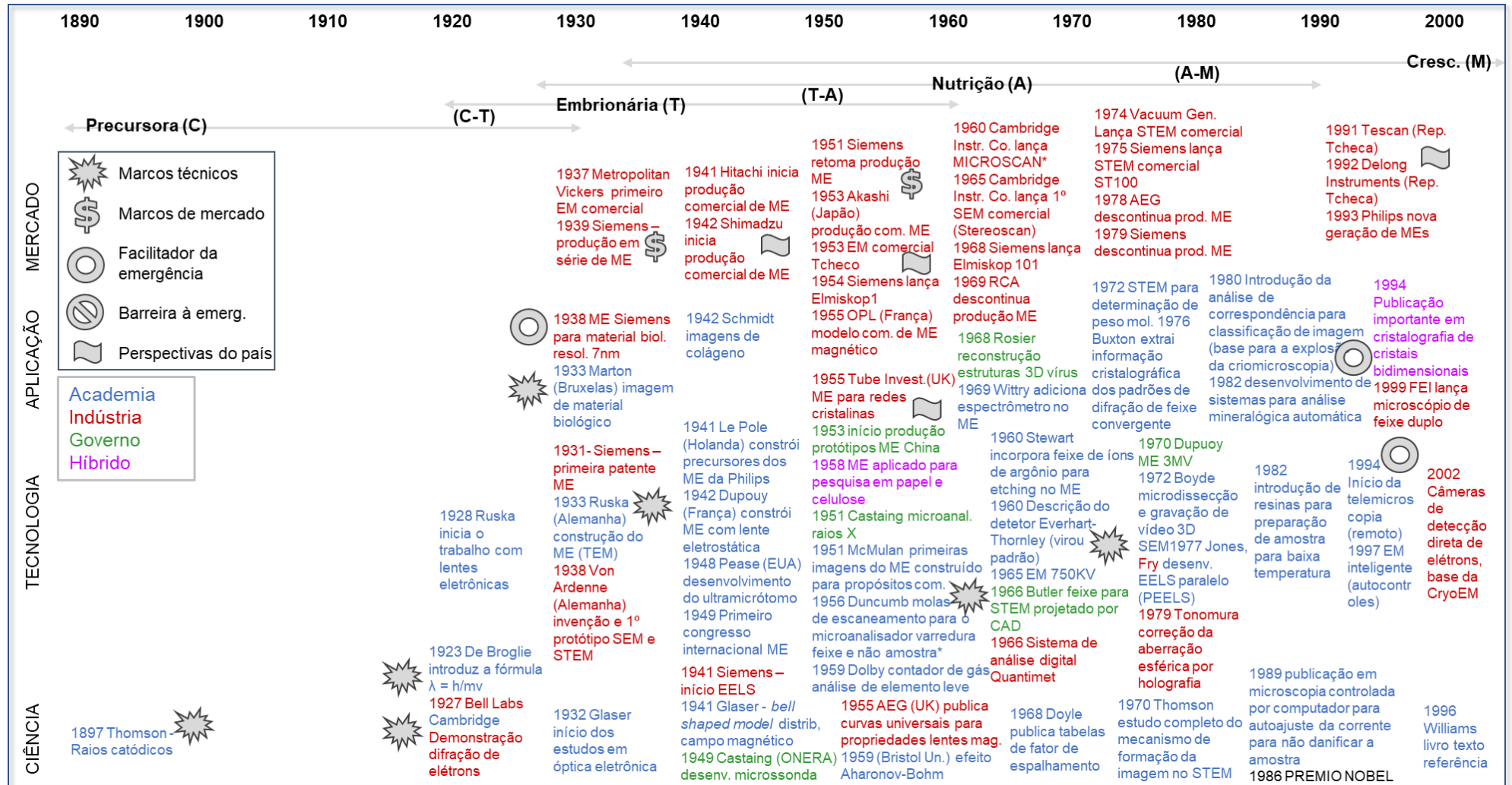
Figura 26 - Roadmap retrospectivo quantitativo para a Microscopia Eletrônica



Fonte: elaboração própria



Figura 27 - Roadmap retrospectivo qualitativo para a Microscopia Eletrônica



Fonte: elaboração própria

A seguir a narrativa associada aos mapas das Figura 26 e 27:

- Fase Precursora

As demonstrações científicas desta fase envolvem a descoberta de que os raios catódicos eram constituídos de partículas extremamente leves que, posteriormente foram denominadas de elétrons. Em seguida é proposta a fórmula do comprimento de onda de De Broglie (demonstradores da ciência), que posteriormente foi aplicada para a demonstração da difração de elétrons. Ao final da fase precursora, iniciam-se os primeiros trabalhos na construção de lentes para focalizar os feixes de elétrons (transição C-T).

- Fase Embrionária

Em 1931, Reinhold Rudenberg, da Siemens, requer a primeira patente pelo microscópio eletrônico com lentes eletrostáticas. Ernst Ruska constrói o primeiro microscópio eletrônico de transmissão, com lentes magnéticas, com resolução apenas um pouco melhor que a de um microscópio óptico, e pelo qual ganharia o Prêmio Nobel em 1986 (demonstrador de tecnologia). Muitas empresas iniciaram projetos de microscópios eletrônicos de transmissão comerciais. Ao mesmo tempo, são criados os primeiros microscópios eletrônicos de escaneamento (SEM) e de escaneamento-transmissão (STEM). Já em sua origem, o ME é aplicado para o estudo de materiais biológicos com resolução de menos de 10 nm (demonstrador de aplicação). A empresa *Metropolitan Vickers* (Manchester) fornece um primeiro modelo comercial para uso em pesquisa, mas a resolução do instrumento não era melhor que a de um microscópio óptico. A Siemens produz o primeiro microscópio eletrônico comercial em série em 1939. Curiosamente, entre os anos da guerra (1939 a 1945) a empresa vendeu 38 microscópios eletrônicos de transmissão. A partir de 1940, várias empresas também começam a comercializar microscópios eletrônicos. As pesquisas científicas, teóricas e experimentais, evoluem para explicar os fenômenos da interação do feixe de elétrons com as amostras (por exemplo, a proposição da curva em forma de sino para representar a distribuição do campo magnético). Estudos em perda de energia do elétron prenunciam a técnica EELS (sigla em inglês para *electron energy loss spectroscopy*), uma técnica de caracterização da amostra por espalhamento inelástico que foi incorporada ao microscópio de transmissão. Há o desenvolvimento de dispositivos para técnicas de preparação de amostra para expansão das aplicações; o mais famoso é o ultramicrotomo, criado em 1948 e utilizado para o corte de espécimes muito finas e assim, poderem ser examinadas no microscópio de transmissão. Em 1949, Castaing inicia o desenvolvimento da microsonda (analisador de raios X), capaz de identificar os elementos químicos presentes em uma amostra

examinada pelo microscópio eletrônico. Surgimento de microscópios comerciais em outros países e expansão das aplicações.

- Fase de Nutrição

Exploração dos limites da técnica em termos de energia do feixe, até que se chega a uma relação ótima entre benefício e custo. Lançamento dos primeiros microscópios eletrônicos de varredura e de varredura-transmissão comerciais. Consolidação do mercado de microscopia eletrônica, e expansão de usuários, principalmente pelo advento do microscópio de varredura, mais simples e barato (responsável pela maioria das publicações em microscopia eletrônica) em comparação ao de transmissão. Incorporação de espectrômetro e do feixe de íons de argônio (para *etching*) ao equipamento. Advento do processamento de imagem e de métodos computacionais para análise de imagens. Automatização e medidas remotas.

- Fase de Crescimento

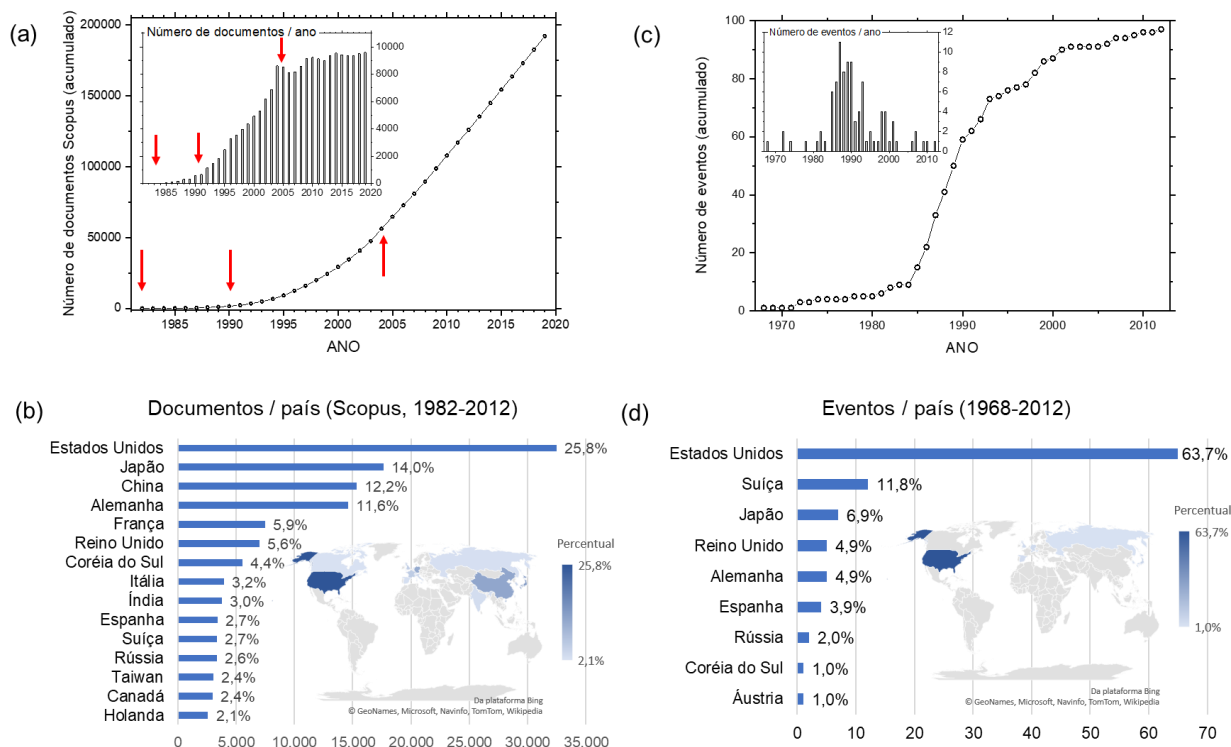
Desenvolvimento das bases da criomicroscopia, técnica que resultaria em um Prêmio Nobel de Química em 2017.

A segunda inflexão Scopus sugere que a tecnologia está ainda em fase de crescimento, não mostrada na base qualificada, uma vez que esta contemplou eventos até o início dos anos 2000. De toda forma, nos últimos anos da base qualificada, observa-se uma variação na distribuição percentual de categorias de resultado (STAM e SID), o que sugere uma trajetória ainda dinâmica. A intensidade de eventos dominados pela tecnologia a partir de 1960, que superaram eventos dominados pela ciência a partir de 1975 pode estar, após o ano 2000, se traduzindo em aplicações e mercado, tecnologias incorporadas nos equipamentos atuais, apoiadas, ainda, por desenvolvimento científico.

## **6.2 Microscopia de Varredura por Sonda – TRM retrospectivo**

Nesta seção, são apresentados os resultados obtidos para a história da microscopia de varredura por sonda e análises derivadas.

Figura 28 – Distribuição de documentos para STM. Base Scopus: (a) número de documentos acumulado e por ano (*inset*) (1982 a 2019); (b) distribuição por país (1982 a 2012). Base qualificada: (c) número de eventos acumulado e por ano (*inset*); (d) distribuição por país (1968-2012); inflexões indicadas por setas vermelhas



Fonte: elaboração própria

A Figura 28 mostra a comparação entre as publicações da base Scopus e a base qualificada, em termos de número de documentos ou eventos absolutos e acumulado, bem como os países protagonistas. Na Figura 28 (a) está a evolução dos pouco mais de 192 mil documentos Scopus desde que aparecem na base, no ano de 1982, até 2019; o *inset* mostra o número de documentos por ano. Os três pontos de inflexão (setas vermelhas no *inset*) estão em 1982, início do SPM na base Scopus e início do crescimento das publicações; por volta de 1990, com uma tendência de aceleração no crescimento, mas logo apresentando oscilações; e em 2005, quando o número de publicações anuais começa a se estabilizar. Na Figura 28 (c), observa-se maior aceleração no crescimento dos eventos a partir de 1985, até por volta de 1995. A maioria dos eventos da base qualificada se concentra entre 1985 e 2005, o trecho de maior variação na base Scopus.

Para fins de comparação, foram considerados os 15 países na base Scopus com maior número de eventos (Figura 28(b)), até o ano de 2012, que é o ano limite da base qualificada. A Figura 28 (d) mostra a distribuição de países nesta última base. Proporcionalmente, os Estados Unidos estão mais representados na base qualificada (63,7% de participação), uma vez que a referência principal para a construção da tabela se concentrou naquele país. De toda forma, exceto pela Áustria, todos os países da base qualificada estão entre os 15 protagonistas Scopus, em que os Estados Unidos apresentam 25,8% de participação. Como na microscopia eletrônica, a base qualificada não captou a importância da China, que até 2012 estava em terceiro lugar em publicações, e em 2019 assume a segunda colocação, com 15,5% das publicações (atrás apenas dos Estados Unidos que ainda lidera com 24%).

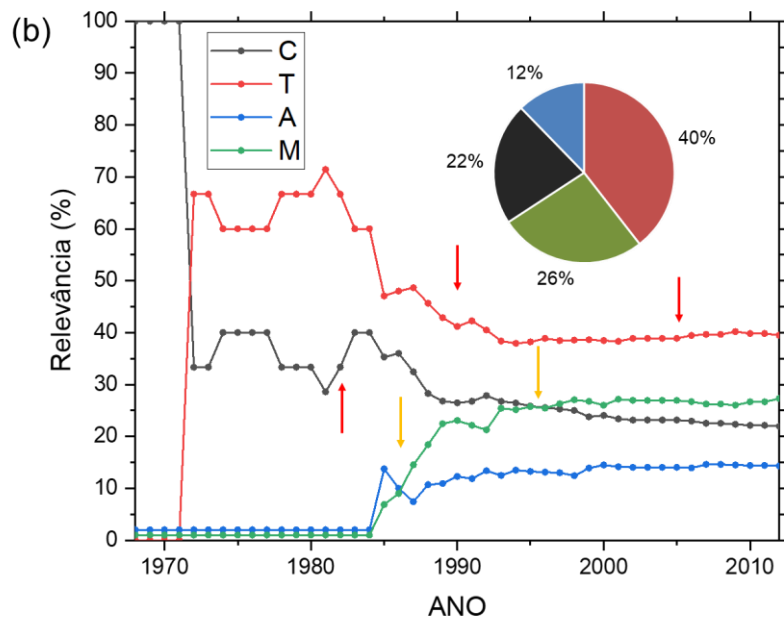
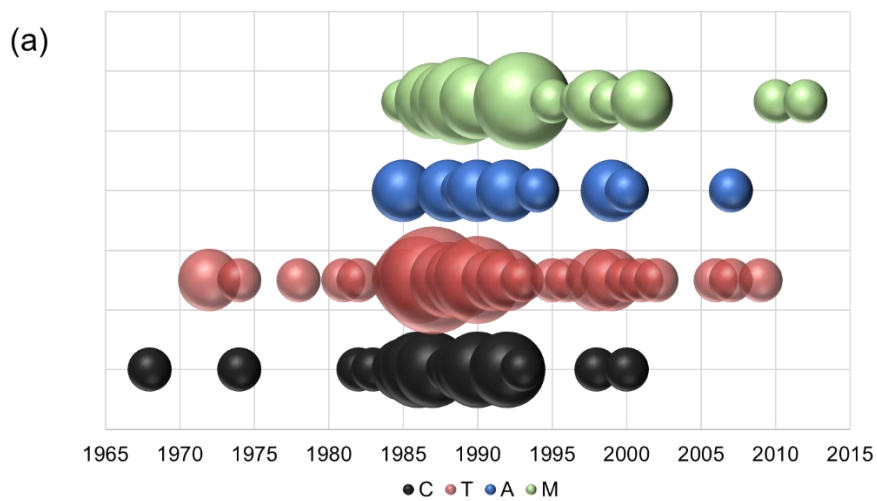
A Figura 29 mostra a ocorrência das categorias segundo a lógica STAM para a base qualificada do SPM em três formatos: (a) mapa de ocorrência com o tempo, onde o tamanho das esferas é proporcional ao número de eventos; (b) relevância percentual das categorias ao longo do tempo e frequência total das categorias (*inset*).

Eventos dominados pela ciência iniciam a trajetória (1968), seguidos por dominados pela tecnologia (1972). Em 1985 surgem eventos dominados pela aplicação e, em 1986, pelo mercado. No período de maior densidade de eventos, entre 1985 e 1995, nota-se a coexistência das quatro categorias (Figura 29 (a)).

Na Figura 29 (b) são indicadas as inflexões Scopus (setas vermelhas) e os destaques STAM (setas amarelas). Entre as duas primeiras inflexões Scopus (fase de maior crescimento das publicações) observa-se o surgimento de eventos dominados pela aplicação e pelo mercado (primeira seta amarela por volta de 1986, ano da invenção do AFM). O segundo destaque é em 1995, quando há predominância de eventos dominados pelo mercado, que ultrapassam eventos dominados pela ciência (segunda seta amarela). Observa-se que eventos dominados pela tecnologia predominam desde seu surgimento e por todo o período analisado. Eventos T estão em maioria (40% dos eventos), seguidos por eventos M (26%), próximos a eventos C (22%); eventos A representam 12% da base qualificada. Na história do SPM, a baixa representatividade de eventos dominados pela aplicação pode significar também a baixa difusão desta técnica para outras áreas do conhecimento. Neste caso, a base qualificada não privilegiou nenhuma categoria; embora a fonte principal da base tenha

dedicado grande parte da narrativa a relatar o histórico das principais empresas, e isto explique eventos M estarem em segundo lugar no percentual total. Em 13 dos 97 eventos, a categorização foi mista (C,T, 8 eventos; C,T,A, 4 eventos; T,A, 1 evento), e foram desagregados no *inset* da Figura 29 (b).

Figura 29 - Distribuição das categorias STAM para SPM: (a) mapa de ocorrência (diâmetro da esfera proporcional ao número de eventos); (b) relevância % com o tempo e frequência total das categorias (*inset*); setas vermelhas, inflexões Scopus; setas amarelas, inflexões STAM



Fonte: elaboração própria

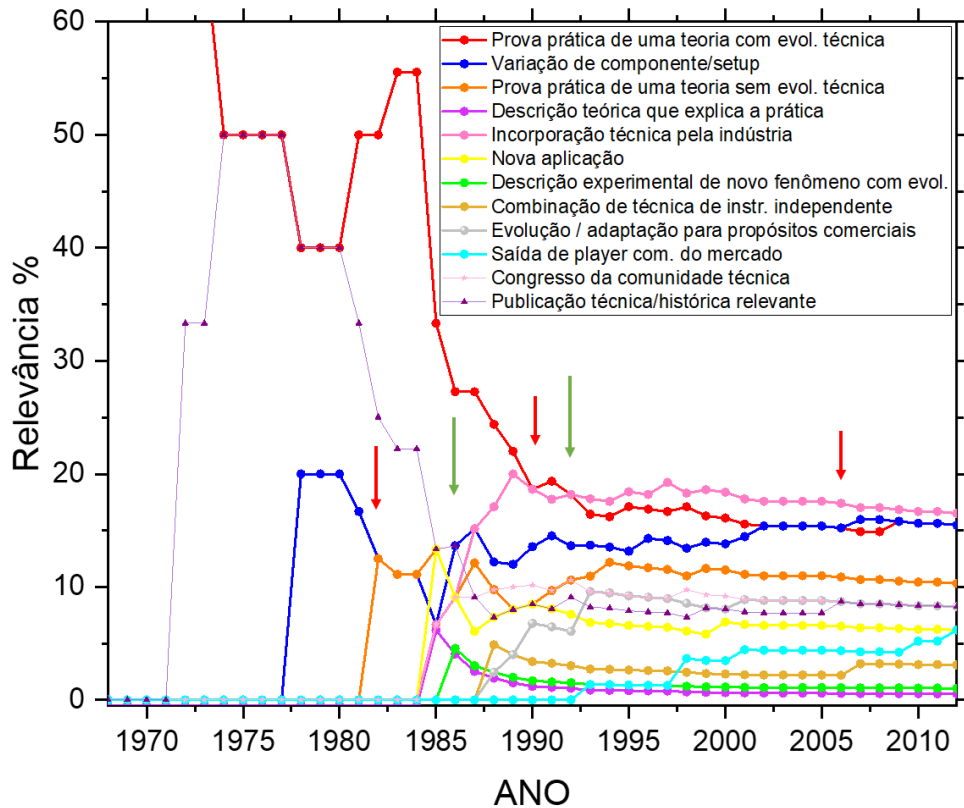
A Figura 30 mostra a distribuição percentual das 12 categorias SID de resultado para os 97 eventos da história do SPM, em que o código de cores foi mantido em relação ao da Figura 22 (lógica SID para ME). A categoria mais frequente é “incorporação da técnica de instrumentação pela indústria”, com 17%, seguida de “variação de componente”, e “prova prática de uma teoria com evolução técnica”, ambas com 16%. “Prova prática de uma teoria sem evolução técnica” é a quarta colocada, com 10% de participação. Portanto, a categoria geral “prova prática de uma teoria” (com ou sem evolução) foi representativa na história do SPM, com 26% de participação. Ademais, a bibliografia principal em que se baseou a tabela de eventos traçou o papel das comunidades de técnicas e sua influência no desenvolvimento do SPM, o que é refletido com os 8% de participação da categoria “congresso da comunidade técnica”. Devido à pouca relevância, as categorias publicação técnica e publicação histórica foram unidas em “publicação técnica/histórica relevante”, com 8% de participação.

Figura 30 - Distribuição de frequências das categorias lógica SID por evento para o SPM



Fonte: elaboração própria

Figura 31 - Relevância % de 10 categorias SID de resultado ao longo do tempo para o SPM; setas vermelhas, inflexões Scopus; setas verdes, inflexões SID



Fonte: elaboração própria

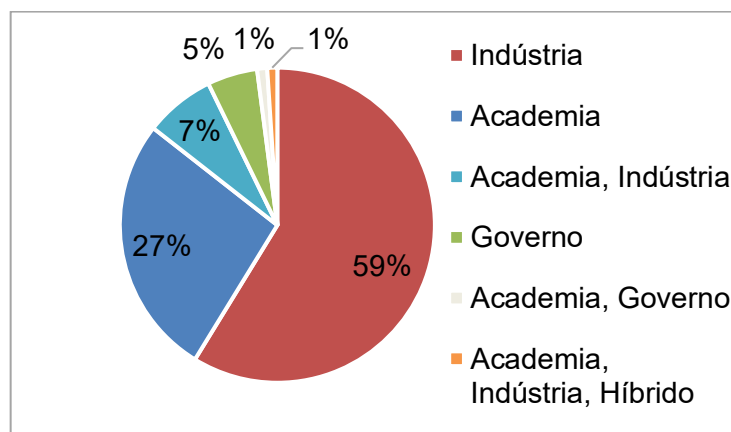
A evolução temporal da relevância percentual das doze categorias SID da história do SPM está mostrada na Figura 31, com indicação das inflexões e mudanças de tendência de crescimento identificadas (setas vermelhas, Scopus; verdes, categorias de resultado SID). Observa-se a predominância da categoria “prova prática com evolução técnica” desde o início até após a primeira inflexão Scopus (segunda seta vermelha). No período entre 1978 a 1982, “publicação técnica/histórica” se iguala a “prova prática com evolução técnica”. A primeira inflexão da lógica SID, marcada pela primeira seta verde (em 1986, coincidente com a primeira inflexão STAM da Figura 29 (b)) evidencia a entrada da maioria das categorias. Por volta de 1992 (segunda seta verde), “prova prática com evolução” dá lugar a duas outras categorias: “incorporação pela indústria” e “variação de componente”. A primeira passa a dominar os eventos a



partir da seta verde. Em 2003, “variação de componente” adquire a mesma importância de “prova prática com evolução”, chegando a superar esta última entre 2007 e 2008. Os últimos 3 anos são marcados por um leve aumento da importância de “saída de player comercial do mercado”. Exceto por pequenas variações, a partir de 2002, 2003, há uma estabilização da distribuição de categorias SID nos últimos anos estudados.

A Figura 32 mostra a distribuição das sete categorias institucionais encontradas na história do SPM, considerando a combinação, quando ocorrida, ou seja, com agregação. Na base qualificada, a indústria teve 59% de participação, seguida de academia, com 27%. O terceiro arranjo institucional mais frequente é a combinação de academia e indústria, com 7% de participação. Em apenas 9% dos eventos há cooperação institucional. Instituições híbridas aparecem apenas combinadas. Extrai-se deste gráfico que indústria e academia, nesta ordem, tiveram o maior destaque na história do SPM, segundo a fonte principal da base qualificada.

Figura 32 - Participação percentual das instituições na base qualificada da história do SPM

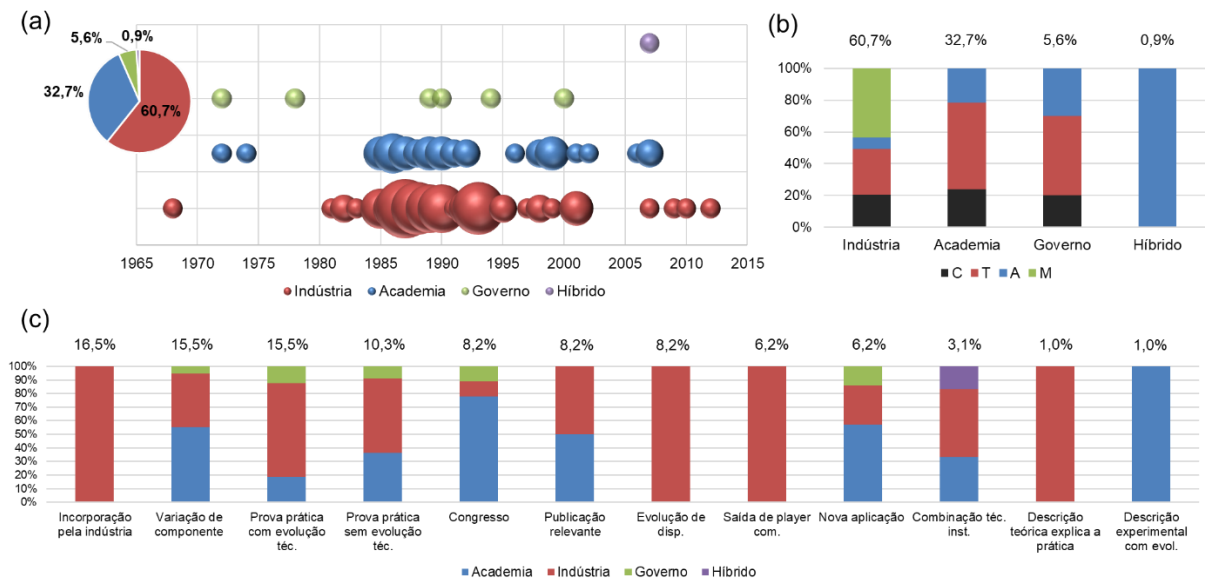


Fonte: elaboração própria

A Figura 33 (a) mostra o mapa de ocorrência das instituições com o tempo, e a participação percentual desagregada (*inset*). Os eventos se iniciam na indústria e logo são também protagonizados pela academia e pelo governo. Como no caso da ME, há coexistência institucional e alternância de intensidade de participação. A indústria participa em 60,7% dos eventos, seguida de academia (32,7%) e governo (5,6%) (dado desagregado); instituições híbridas participam em apenas um evento (*inset*). A

alta participação da indústria reflete o enfoque da base de dados que destacou a formação das primeiras empresas a desenvolver e comercializar o SPM. De fato, a tecnologia foi originada nos laboratórios de P&D da IBM. Cabe destacar, entretanto, que a conexão com as universidades era uma constante; por exemplo, a maioria das inovações comercializadas nos produtos da *Digital Instruments* foram trazidas pela conexão de seu fundador, Virgil Elings, com as universidades de Stanford e da Califórnia em Santa Barbara (MODY, 2011, p. 137), e pela contratação de PhDs formados por estas universidades. Segundo Mody, não havia distinção clara entre pesquisadores acadêmicos e pesquisadores de empresas, devido às constantes interações, mesmo porque os principais clientes iniciais dos equipamentos eram os acadêmicos.

Figura 33 - Participação institucional na história do SPM. (a) mapa de ocorrência e participação percentual desagregada (inset); (b) distribuição categorias STAM por instituição; (c) distribuição categorias SID por instituição



Fonte: elaboração própria

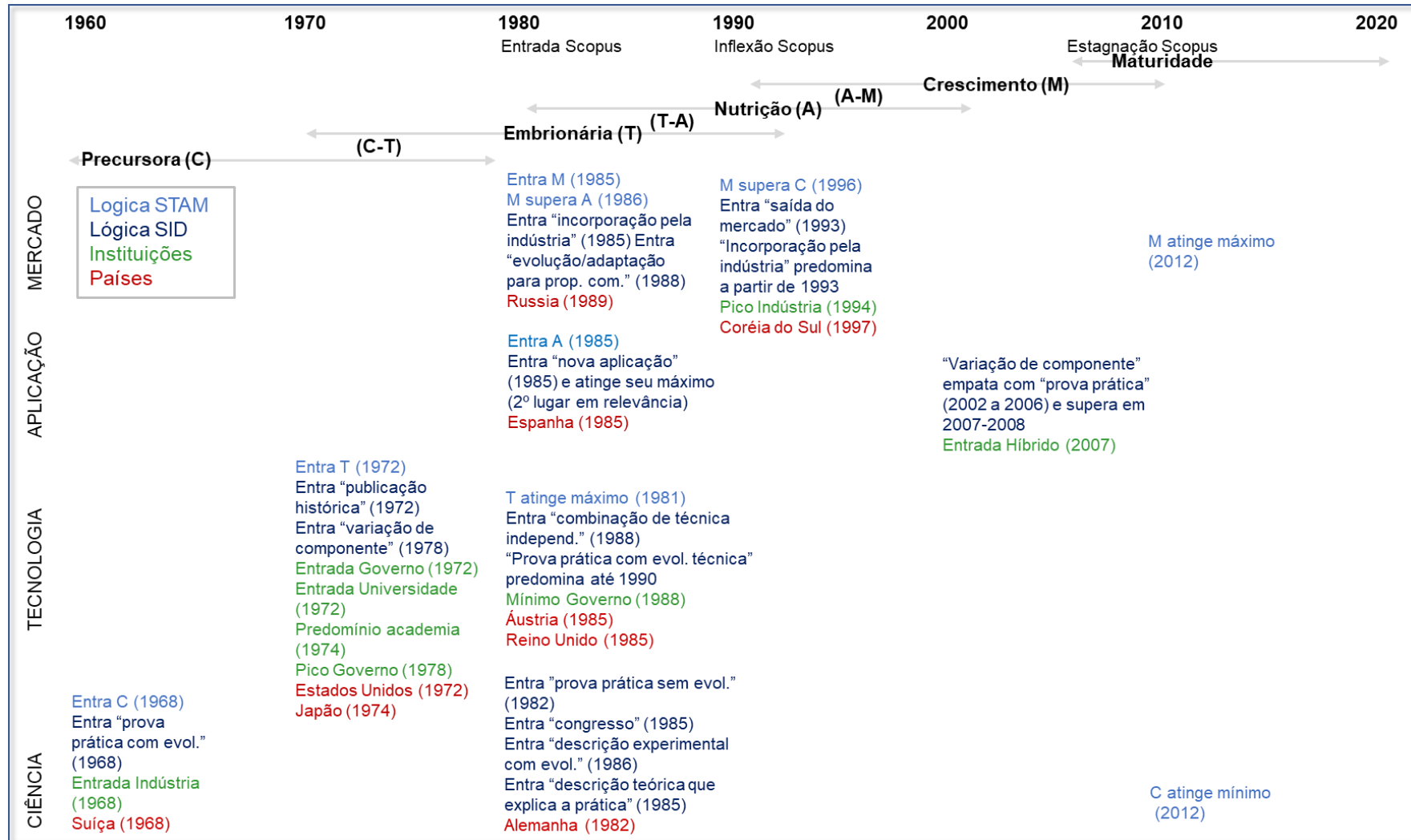
A Figura 33 (b) mostra a distribuição de categorias STAM por agente. Indústria protagoniza eventos nas quatro categorias, com eventos dominados pelo mercado sendo os mais frequentes. Academia e governo protagonizam eventos nas categorias ciência, tecnologia e aplicação. O único evento com participação de instituição híbrida é dominado pela aplicação. Já a Figura 33 (c) mostra a distribuição institucional por

categoria SID. Indústria tem participação em eventos em todas as categorias, exceto “descrição experimental de novo fenômeno com evolução técnica”, protagonizado por academia. As categorias em que academia supera indústria são: “variação de componente”, “congresso da comunidade técnica”, “publicação relevante”, e “nova aplicação”. Instituições híbridas participam em eventos relacionados a “combinação de técnica de instrumentação independente”.

A Figura 34 mostra o *roadmap* retrospectivo quantitativo para o SPM construído a partir dos achados das formas gráficas; a Figura 35 mostra o *roadmap* retrospectivo qualitativo, com eventos selecionados a partir dos destaques da Figura 34 e da bibliografia base da tabela de eventos. Ambos os mapas trazem os códigos de cores e símbolos adotados para os mapas retrospectivos da microscopia eletrônica. As evidências coletadas nos mapeamentos intermediários sugerem a seguinte distribuição temporal para fases e transições da emergência industrial da microscopia de varredura por sonda:

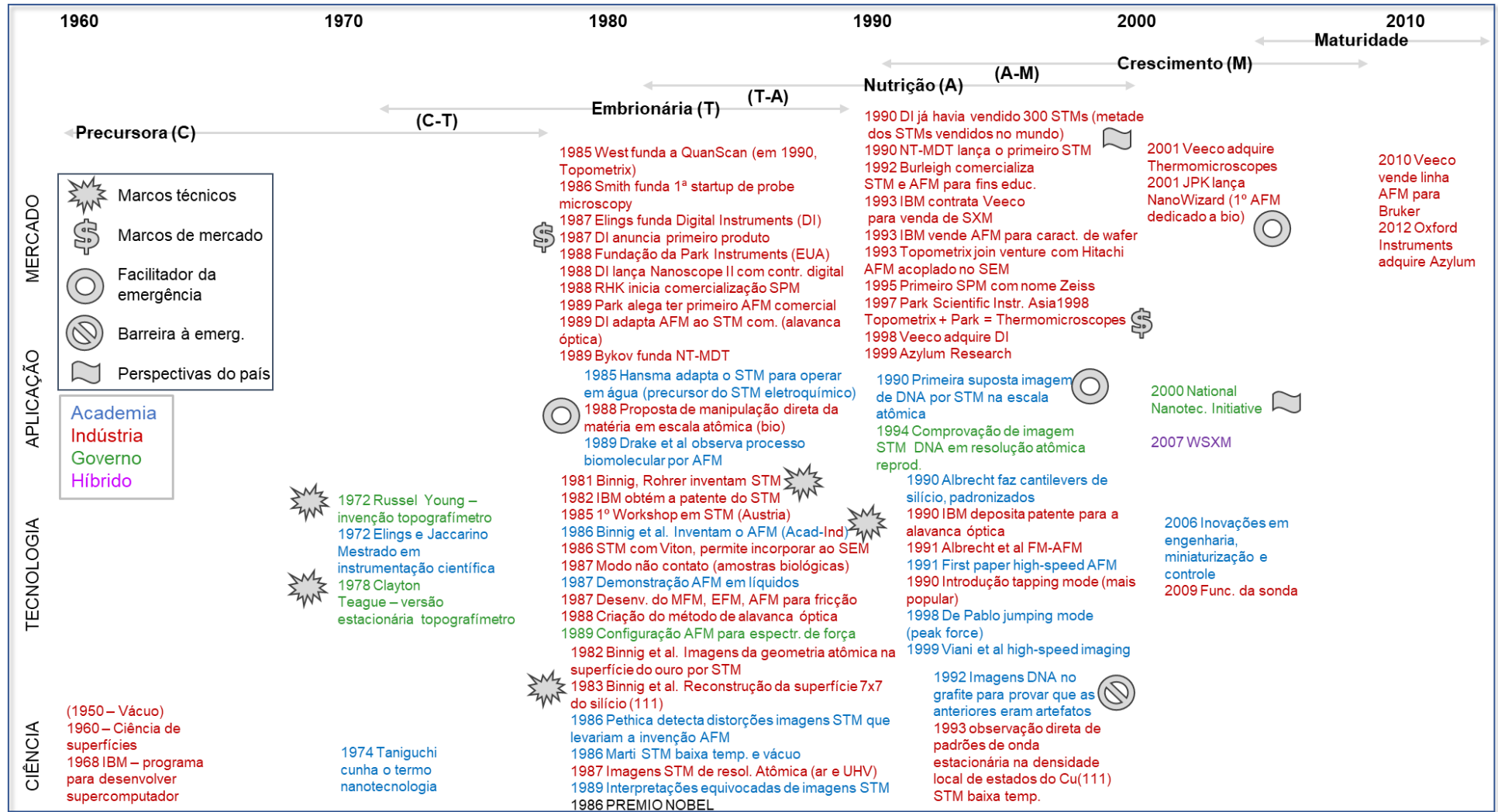
Precursora (C): 1960 a 1975; Transição C-T: 1975-1980; Embrionária (T): 1980-1990; transição T-A: 1986-1990; Nutrição (A): 1990-2000; Transição A-M: 1996-2000; Crescimento (M): 2000-2005; Maturidade: 2005 até os dias atuais.

Figura 34 - Roadmap retrospectivo quantitativo para o SPM



Fonte: elaboração própria

Figura 35 - Roadmap retrospectivo qualitativo para o SPM



Fonte: elaboração própria

A seguir a narrativa associada aos mapas das Figura 34 e 35:

- Fase Precursora

Tem origem no desenvolvimento de tecnologias para geração e medidas em ambientes de baixíssima pressão (vácuo) nos anos 1950, que possibilitou e influenciou o desenvolvimento da ciência de superfícies nos anos 1960. Marcada pelo precursor do STM, o topografímetro. Um instrumento desenvolvido no National Bureau of Standards dos EUA. As demonstrações científicas que baseavam esta fase já estavam postas e fundamentaram os trabalhos experimentais de Binnig e Rohrer em tunelamento de elétrons no vácuo para estudar o crescimento e as propriedades elétricas de camadas isolantes de forma local, para auxiliar no esforço da IBM na criação do computador supercondutor. Destaque para o estabelecimento de um Mestrado em Instrumentação Científica criado por Virgil Elings e Vincent Jaccarino, na Universidade da Califórnia em Santa Barbara, que formou recursos humanos para as empresas que surgiram nos anos 1980, inclusive a Digital Instruments fundada por Elings.

- Fase Embrionária

Binnig e Rohrer constroem o primeiro STM, pelo qual ganhariam o Prêmio Nobel em 1986 (demonstrador de tecnologia), e obtêm os primeiros resultados científicos que atraem a comunidade de ciência de superfícies para a potencialidade do equipamento. Por exemplo, a resolução, em 1983, de um problema antigo relacionado à reconstrução da superfície 7x7 do silício. As primeiras empresas a comercializar o STM começam a surgir a partir de 1985. Em 1986, Binnig, Quate e Berger inventam o AFM, uma variante da família de microscopias de sonda mais versátil, por não exigir uma amostra condutora, uma vez que baseada na interação por forças de van der Waals. A partir daí, as aplicações na área biológica se expandem. A primeira inflexão observada na base Scopus pode ter sido impulsionada pelo surgimento, a partir de 1986, das primeiras empresas a comercializar STMs e, posteriormente, AFMs (transição T-A). Além do AFM, a maioria das outras variantes é desenvolvida nesta fase (MFM, EFM, espectroscopia de força, etc). Os desenvolvimentos na tecnologia são apoiados por estudos científicos que analisam as imagens obtidas dos instrumentos que, posteriormente, levarão a melhorias na tecnologia.

- Fase de Nutrição

Fase marcada pela padronização dos dispositivos (ex. cantilevers), e subsequentes desenvolvimentos de variantes da família da microscopia de sondas. Introdução do *tapping-mode*, que depois veio a ser o modo mais popularizado de se executar o AFM em instrumentos comerciais. Nesta fase, houve a demonstração definitiva de que era

possível se obter imagens de DNA em escala atômica por meio do STM. Fase também marcada pela dinâmica mercadológica com a entrada de mais empresas, bem como pela especialização e produtos.

- Fase de Crescimento

Fase marcada pelos movimentos de fusões e aquisições de empresas e pelos esforços em se aumentar a velocidade de obtenção de imagens (high-speed), uma das demandas principais dos usuários de scanning probe, principalmente empresas. A Iniciativa Nacional em Nanotecnologia, nos Estados Unidos, apesar de não ser a primeira, estimulou a pesquisa e o desenvolvimento, por meio de financiamento, para todas as áreas relacionadas à pesquisa em nano, e o SPM foi um dos beneficiários. Tal iniciativa foi reverberada por todo o mundo, em políticas específicas para a caracterização e manipulação da matéria na escala nanométrica. Nesta fase surge o software livre WSXM, largamente utilizado ainda hoje, e são iniciados os trabalhos em funcionalização de sondas, para exploração de propriedades específicas da interação sonda-amostra.

- Fase de Maturidade

Por representar o trecho final da base qualificada, há pouca representatividade de eventos. Porém, pode-se ver pelo gráfico de publicações Scopus que a pesquisa científica apresenta certa estagnação, o que indica que o SPM pode ter atingido sua maturação. De qualquer forma, nesta fase são continuadas as pesquisas para obtenção de imagens de forma mais rápida e os movimentos de fusões e aquisições de *players* do mercado.

No caso do SPM, observou-se um ciclo de emergência mais curto em relação à microscopia eletrônica. Tendo como pano de fundo os avanços em pesquisa no vácuo, nos anos 1950, e as pesquisas da comunidade de ciência de superfícies, a história se iniciou em um laboratório nacional (NBS), nas universidades da costa leste americana e nos laboratórios de P&D de empresas, chegando a eventos dominados pela aplicação em menos de 20 anos. Aparentemente, a tecnologia já atingiu a maturidade, não apresentando crescimento ou indicação de crescimento na demanda, o que é corroborado pelo gráfico de publicações Scopus. Diferentemente da microscopia eletrônica, não se observa uma dinâmica de relevância percentual para as categorias STAM e SID, ou seja, a estagnação também se reflete nas categorias de resultado. Especula-se se o TERS, como uma variante do SPM mais vantajosa em

termos de especificidade química, poderá assumir o papel de um dos substitutos do AFM/STM, em uma segunda onda de crescimento.

### **6.3 Tip-Enhanced Raman Spectroscopy – história recente**

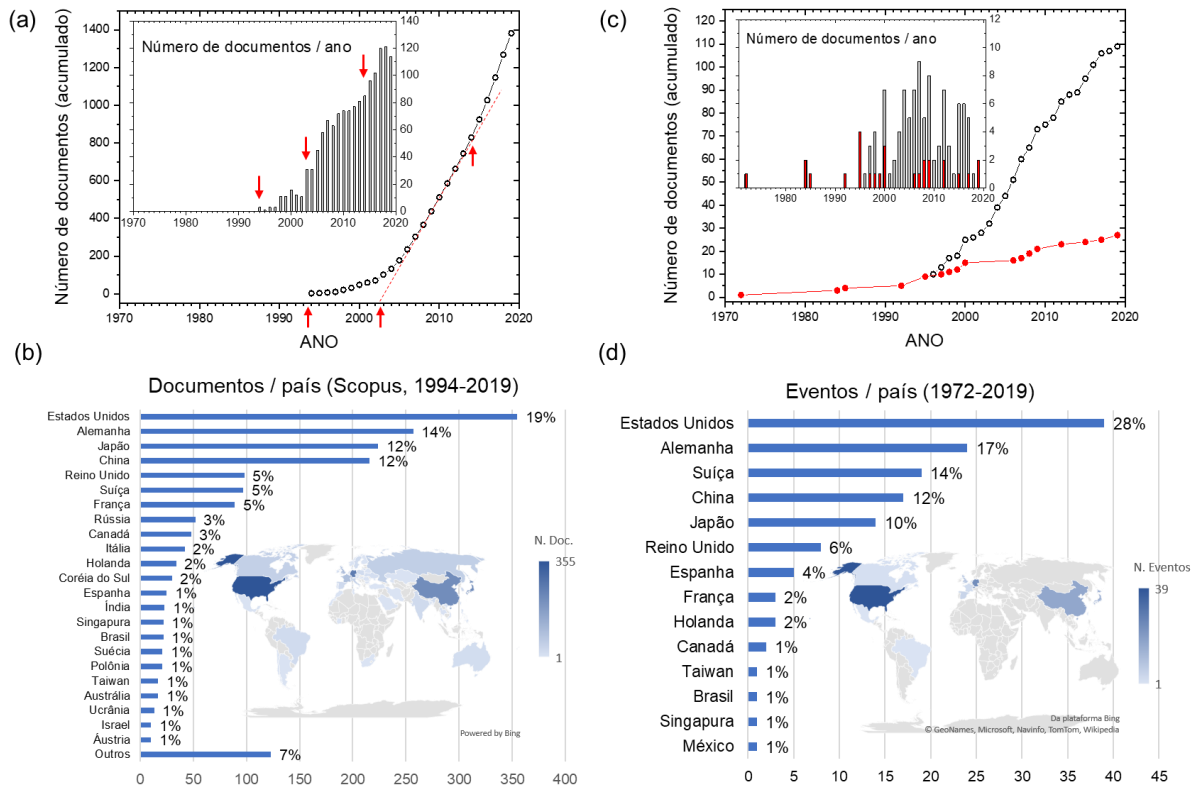
Nesta seção, são apresentados os resultados obtidos para a história do TERS e análises derivadas, a partir da base qualificada gerada por meio da tabela de eventos, nas mesmas formas gráficas apresentadas para os outros dois instrumentos (Seções 6.1 e 6.2). A tabela de eventos foi baseada em uma seleção de artigos científicos conforme descrito na seção 5.3.3.

A Figura 36 (a) mostra a evolução do número total de documentos TERS na base Scopus, que contém 1382 documentos até 2019 em números acumulados e a distribuição por ano (*inset*). As setas e a linha tracejada indicam mudanças no comportamento (inflexões). A Figura 36 (b) mostra a participação por país nos documentos Scopus. Os principais grupos estão nos Estados Unidos, Alemanha, Japão, China, Reino Unido, Suíça e França.

A Figura 36 (c) mostra a evolução do número total de documentos TERS na base qualificada, um total de 109 documentos desde 1972, até 7 de maio de 2019, quando a tabela de eventos foi finalizada. Os dados em vermelho no gráfico principal e no *inset* representam os artigos da coleção pessoal, como definido na Seção 5.3.3. Estes documentos completaram a fonte principal (Scopus) para considerar artigos anteriores a 1994 (1º artigo Scopus) e trabalhos mais recentes, não impactados ainda pelos critérios de seleção (FWCI e número de citações), além de documentos que não carregavam explicitamente as expressões de busca. Nota-se que a contribuição mais significativa da segunda fonte é exatamente no início e no final da janela temporal analisada. A Figura 36 (d) mostra a distribuição de países, em número de eventos e respectivos percentuais. Os seis países líderes são os mesmos na base Scopus sem filtros (Figura 36 (b)). Em ordem cronológica, o Reino Unido inicia os eventos (1972) (ASH; NICHOLLS, 1972), seguido de Suíça e Estados Unidos (1984) (LEWIS et al., 1984; POHL; DENK; LANZ, 1984), e Alemanha (1995) (KARRAI; GROBER, 1995). O grupo da UFMG representa o Brasil na base qualificada, com um artigo de 2008, em colaboração com o Inmetro (MACIEL et al., 2008).



Figura 36 - Distribuição de documentos para TERS. Base Scopus: (a) número de documentos acumulado e por ano (*inset*) e (b) distribuição por país (1994 a 2019). Base qualificada: (c) número de eventos acumulado e por ano (*inset*) e (d) distribuição por país (1972-2019); mudanças no comportamento indicadas pelas setas vermelhas e linha tracejada. Em (c) em vermelho, documentos originários do portfólio do especialista



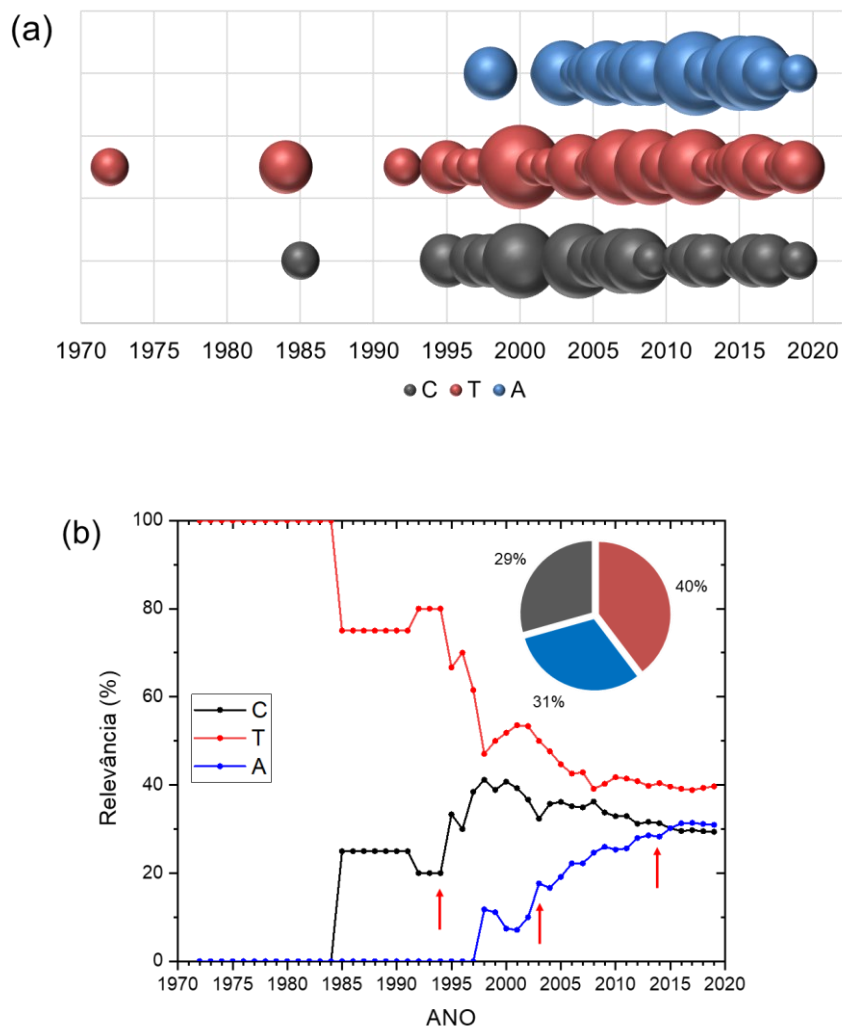
Fonte: adaptado de (COSTA; CANÇADO; JORIO, 2020)

Em termos da evolução acumulada de documentos, a linha da Figura 36 (a) indica as três inflexões, marcadas no gráfico principal por setas vermelhas: (1994-1995), quando os primeiros documentos aparecem na base Scopus; 2002-2003, quando há um grande aumento no número de documentos; 2014-2015, quando uma outra inflexão acontece, aumentando ainda mais o número de contribuições que aparece na literatura.

Na base qualificada, 36% dos eventos são dominados pela tecnologia, 28% pela aplicação e 25% pela ciência; em 11% dos eventos houve uma combinação destas categorias. Quando desagregados os dados dos 11%, observa-se que a distribuição é praticamente igual entre C, T e A, mas eventos dominados pela tecnologia são predominantes, com 40% de participação. A Figura 37 (a) mostra o mapa de

ocorrência das categorias, onde o diâmetro da esfera é proporcional ao número de eventos. Eventos dominados pela tecnologia estão no início da trajetória, apesar de terem sua base precursora no conceito teórico relatado por Synge, em 1928 (SYNGE, 1928). Na Figura 37 (b), está o gráfico de relevância das categorias com o tempo, onde se indicam as três inflexões observadas; no *inset*, a distribuição percentual de categorias para a base qualificada, considerando o dado desagregado.

Figura 37 - Distribuição das categorias STAM para TERS: (a) mapa de ocorrência (diâmetro da esfera proporcional ao número de eventos); (b) relevância % com o tempo e frequência total das categorias (*inset*)



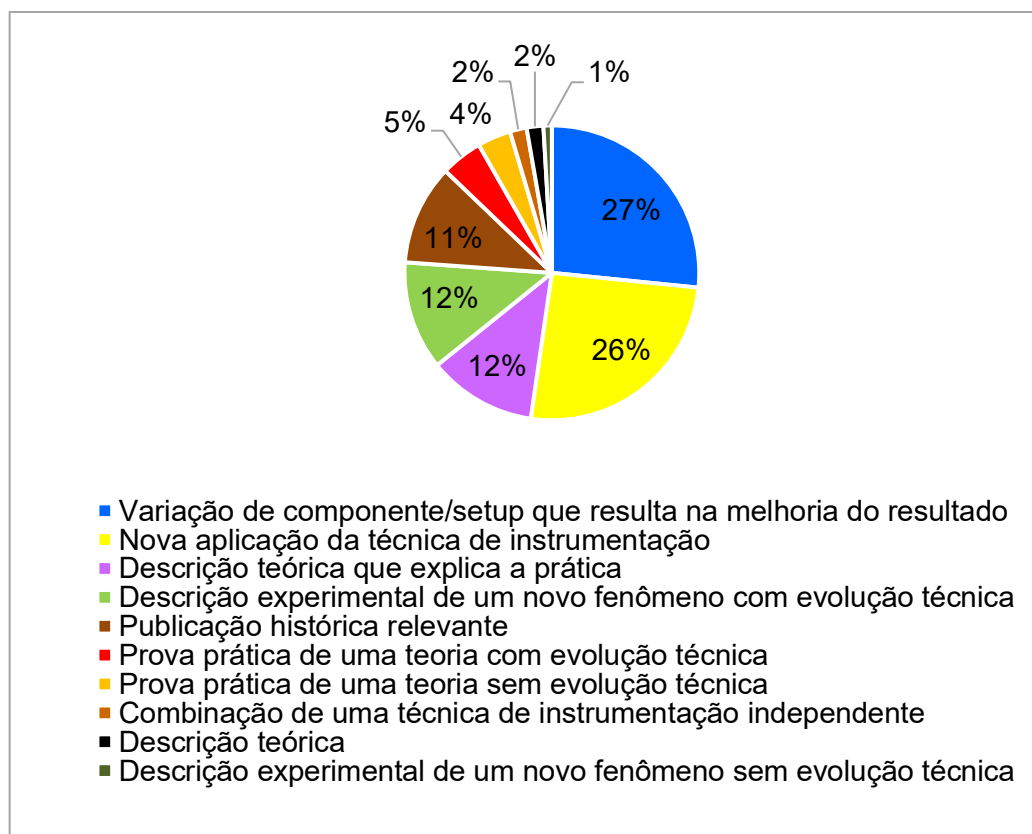
Fonte: (a) elaboração própria; (b) adaptado de (COSTA; CANÇADO; JORIO, 2020)

Após a primeira inflexão, entre 1994 e 1995, eventos dominados pela ciência começam a se tornar importantes, mostrando que os aspectos tecnológicos da implementação do TERS estavam disponíveis, tornando possível o desenvolvimento da ciência. Eventos dominados pela aplicação também parecem ganhar importância após a segunda inflexão (2002-2003). Após a última inflexão (2014-2015), eventos dominados pela aplicação claramente superam os dominados pela ciência. Eventos C têm a menor participação após a última inflexão, o que pode indicar que a maioria das descobertas e entendimentos científicos já foram feitos para que o TERS cresça. Por outro lado, a tendência crescente de trabalhos dominados pela aplicação é um indicador de que o desenvolvimento do TERS está se difundindo para outras áreas de conhecimento que podem se beneficiar desta técnica.

A Figura 38 mostra a distribuição percentual dos 109 eventos da história do TERS, segundo a lógica SID de resultado, com o mesmo código de cores adotado para as outras técnicas. A categoria mais frequente é “variação de componente” com 27% de participação; portanto, desenvolvimentos incrementais em dispositivos ou sistemas para TERS é predominante. Em seguida, está “nova aplicação da técnica de instrumentação”, com quase o mesmo percentual, 26%, o que é um resultado promissor, pois prova o valor da tecnologia em outras áreas de conhecimento diferentes da área em que foi originado o TERS (óptica). Embora os eventos dominados pela aplicação sejam frequentes, as áreas de aplicação ainda estão nos campos da física e da química fundamentais, na maioria dos eventos, e alguns em biologia. Apesar de aplicado à investigação de semicondutores, vírus e bactérias, por exemplo, o TERS ainda é pouco difundido em engenharias ou saúde. Ainda assim, a relativa importância de eventos dominados pela aplicação é um indicador de que TERS está em algum grau de maturidade no processo de difusão. A categoria “descrição experimental de novo fenômeno com evolução técnica” está em 12% dos eventos, mostrando a importância do TERS em tornar possível um experimento, mesmo antes de se haver uma teoria para explicar os resultados; e eles acontecem com evolução técnica, em contraste à contrapartida sem evolução, com apenas 1% de participação. Também com 12% de participação está “descrição teórica que explica a prática”, ou seja, conceitos e cálculos dedicados a oferecer teoria para descrever os resultados experimentais já realizados. Publicação histórica foi a categoria de 11%

dos eventos, que representam, em sua maioria, artigos de revisão, importantes para a disseminação do conhecimento sobre TERS.

Figura 38 - Distribuição de frequências das categorias lógica SID por evento para o TERS



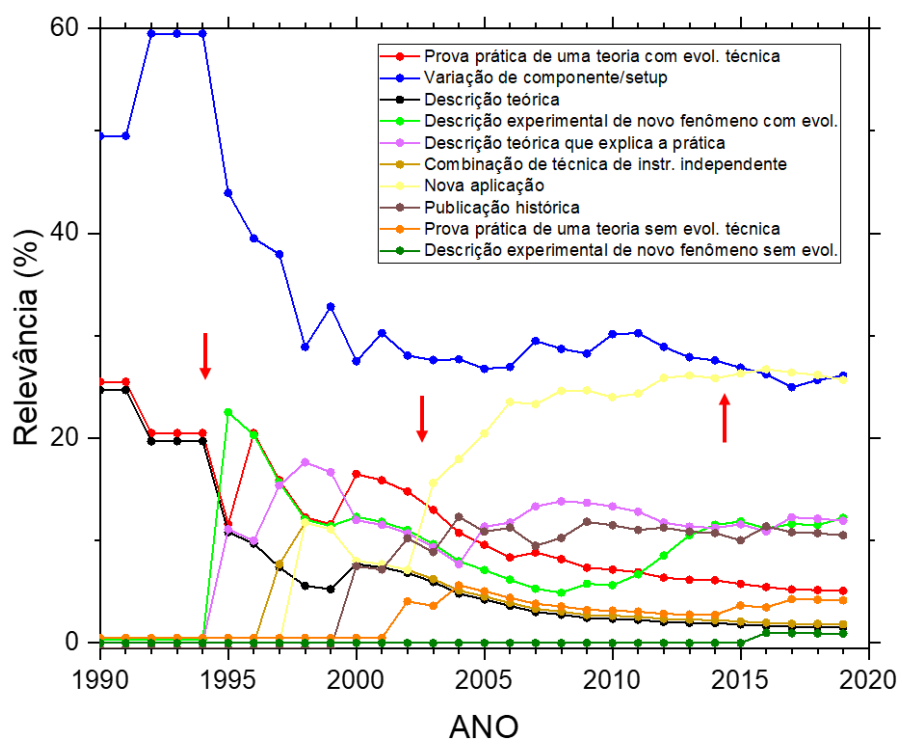
Fonte: elaboração própria

Interessante observar que ambas as categorias que representam eventos com evolução técnica (“descrição experimental de um novo fenômeno com evolução técnica” e “prova prática de uma teoria com evolução técnica”), com 12% e 5% respectivamente, são mais frequentes que suas contrapartidas sem evolução técnica (com 1% e 4% respectivamente). Adicionalmente, “descrição experimental de um novo fenômeno com evolução técnica” é mais frequente (12%) que “prova prática de uma teoria com evolução técnica”, isto é, experimento antes de uma teoria para explicá-lo é mais frequente que experimento após a teoria. Isto também é uma característica que reflete a literatura do desenvolvimento de instrumentação científica, uma vez que o instrumento torna possível observar novos fatos, e novos dados para serem estudados posteriormente por teoria. Além disso, a teoria “pura”, antes do

experimento (categoria “descrição teórica”), vem antes na história, mas é menos frequente (2%) do que “descrição teórica que explica a prática” (12%), isto é, teoria que é desenvolvida para explicar o experimento já realizado.

“Combinação de técnica independente” tem frequência de 2%, relacionada à combinação de espectroscopia Raman (mais especificamente SERS) e óptica de campo próximo para possibilitar o TERS. Uma vez que esta combinação foi possível, poucos eventos agregaram outras técnicas para desenvolver TERS.

Figura 39 - Relevância % das categorias SID de resultado ao longo do tempo para o TERS; período após 1990; setas vermelhas indicam inflexões identificadas



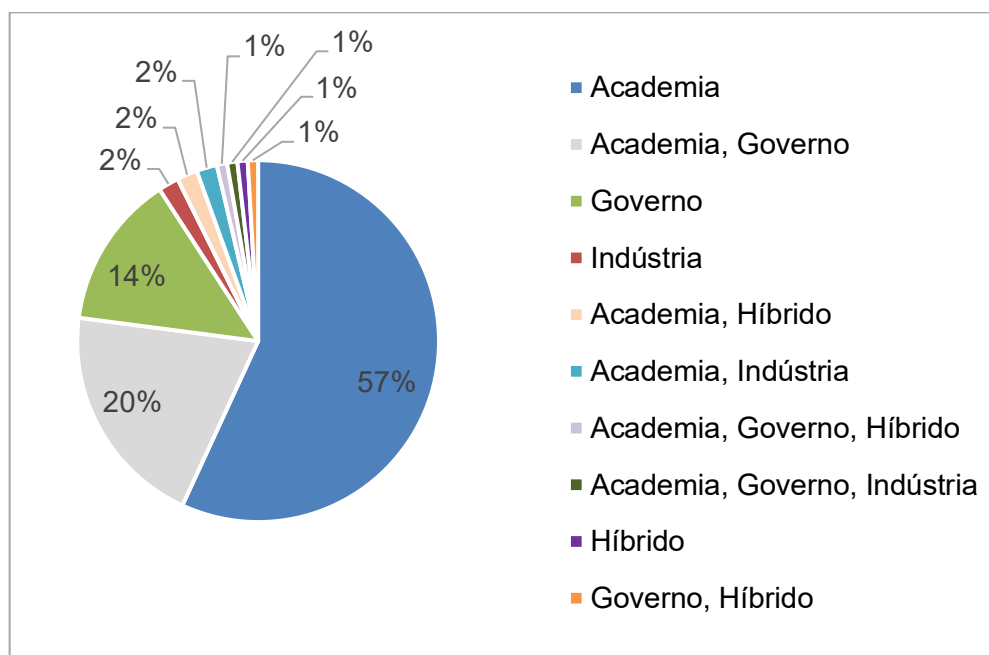
Fonte: adaptado de (COSTA; CANÇADO; JORIO, 2020)

A evolução temporal da relevância das categorias segundo a lógica SID é mostrada na Figura 39, com a indicação das inflexões identificadas no gráfico de publicações Scopus. Antes da primeira inflexão (1994-1995), a categoria principal é “variação de componente”, que começa a decair neste ponto, com o aumento da importância de

“descrição experimental de um novo fenômeno com evolução técnica” e “descrição teórica que explica a prática”, seguida por “combinação de técnica de instrumentação independente”, o nascimento de “nova aplicação da técnica de instrumentação” e o aparecimento de “publicação histórica relevante”. Estas categorias estão consistentes com o fato de essa inflexão ser um efeito dominó, iniciado pelo estabelecimento do SPM, necessário para o desenvolvimento das técnicas de óptica de campo próximo, possibilitando a transferência de tecnologia do campo do SERS para a implementação do TERS. A segunda inflexão (2002-2003) é claramente marcada pelo aumento sustentado na importância da categoria “nova aplicação da técnica de instrumentação”. A nanotecnologia tem um grande aumento no número de publicações após o ano de 2000. Esta evolução em nano estimulou a pesquisa em SERS e plasmônica, em TERS inclusive, levando as técnicas a novas aplicações. Um exemplo de um nanomaterial intensamente estudado neste período são os nanotubos de carbono. Em 2001, foi demonstrado que os nanotubos de carbono (NTCs) poderiam ser medidos por espectroscopia Raman em molécula única sem aumento (JORIO et al., 2001). Neste contexto, a resposta Raman extremamente alta dos NTCs foi um fator chave para demonstrar o potencial de TERS como uma ferramenta poderosa para a nanociência. Como tal, desde 2003, a comunidade TERS adotou os NTCs como uma amostra protótipo (ANDERSON et al., 2005, 2006; ANDERSON; HARTSCHUH; NOVOTNY, 2007; HAGEN et al., 2005; HARTSCHUH; ANDERSON; NOVOTNY, 2003; HAYAZAWA et al., 2003; KHARINTSEV et al., 2007; ROY; WANG; WELLAND, 2006; SAITO et al., 2005, 2006; VANNIER et al., 2006; YANO; INOUE; KAWATA, 2006), difundindo a técnica para a comunidade de ciência dos materiais.

A Figura 40 mostra a distribuição institucional na história do TERS, considerando a combinação de instituições, quando ocorrida para determinado evento, ou seja, com agregação. Foram encontradas 10 categorias institucionais. Em aproximadamente 73% dos eventos, há apenas um ator; em 27%, combinações de atores. Universidades são os principais atores, seguidas de colaboração universidade e laboratório nacional.

Figura 40 - Participação percentual das instituições na base qualificada do TERS



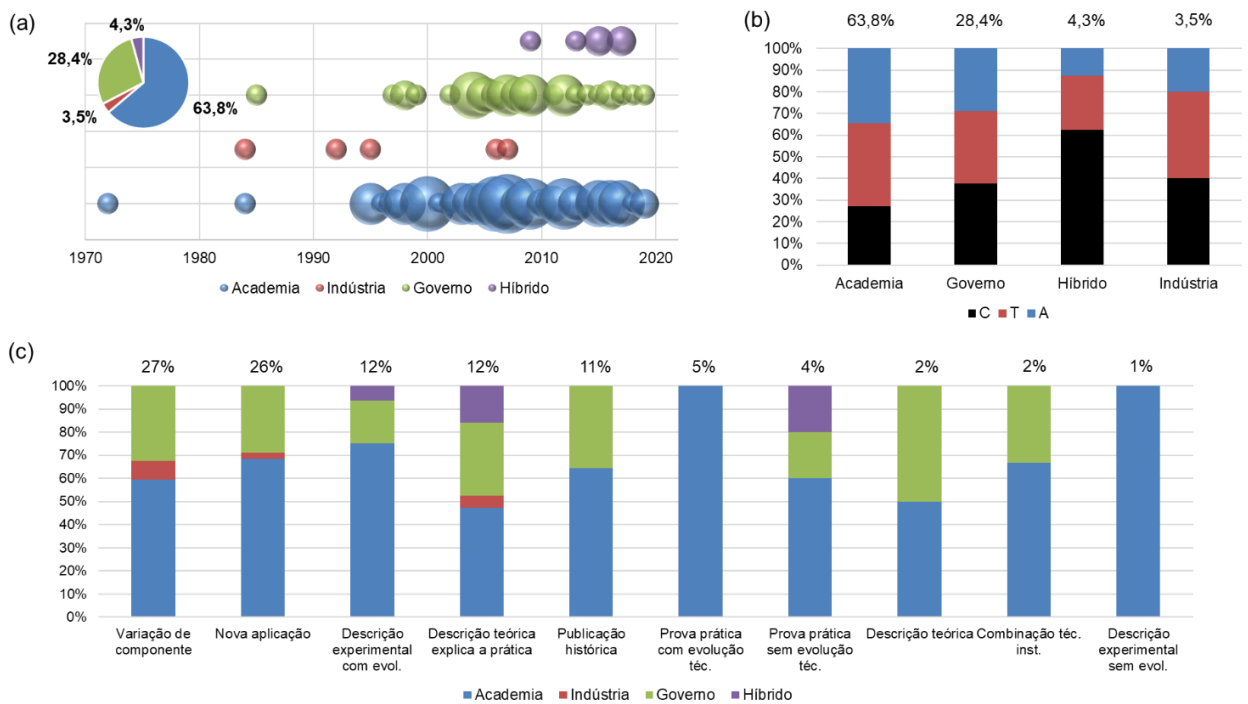
Fonte: elaboração própria

A Figura 41 (a) mostra o *roadmap* institucional para o período considerado na base qualificada, com os dados desagregados, ou seja, considerando a participação institucional total; o diâmetro das esferas é proporcional ao número de eventos. O *inset* mostra que a academia é responsável por 64% dos eventos, seguida por governo (28,5%). Instituições híbridas têm 4% de participação e indústria, 3,5%, mas, na maioria deles, está em cooperação com academia e/ou governo. Apenas em dois eventos a indústria é o único ator. Este resultado corrobora que o desenvolvimento do TERS ainda está dentro de universidades e laboratórios nacionais. Após o artigo de Synge sobre o conceito de óptica de campo próximo, universidades iniciaram o desenvolvimento, posteriormente acompanhadas pela indústria (1984) e governo (1985). A participação da indústria é interrompida de 1996 a 2006, e após 2007. A presença de instituições híbridas ocorre apenas após 2009.

A Figura 41 (b) mostra a distribuição de categorias STAM por instituição. A maioria dos eventos em que a academia atua é dominado pela tecnologia (T). Para o governo, a distribuição é praticamente igual para C, T e A. A indústria participa em apenas 5 eventos (2C, 2T e 1A). Os dois únicos eventos em que a indústria participa sem cooperação com outro ator é dominado pela tecnologia e ocorre antes da primeira

inflexão (em 1984 e 1992). Em instituições híbridas, eventos dominados pela tecnologia são prevalentes. A tecnologia TERS está, portanto, sendo desenvolvida por seus usuários, principalmente na academia e em laboratórios nacionais; a indústria tem participação tímida e, aparentemente, sem foco específico. Não há eventos dominados pelo mercado.

Figura 41 - Participação institucional na história do TERS; (a) mapa de ocorrência e participação percentual desagregada (inset); (b) distribuição categorias STAM por instituição; (c) distribuição categorias SID por instituição



Fonte: adaptado de (COSTA; CANÇADO; JORIO, 2020)

A Figura 41 (c) mostra a distribuição de categorias SID por ator. Universidades têm participação em todas as categorias; governo em oito categorias. A indústria participa em apenas três categorias: variação de componente, aplicação e descrição teórica que explica a prática; variação de componente é a mais importante para este ator.

Proporcionalmente, a principal atividade na academia, no governo e na indústria é relacionada a evolução técnica. Academia e governo são as únicas a produzir publicações sobre o campo. Academia é o único ator a produzir descrição teórica

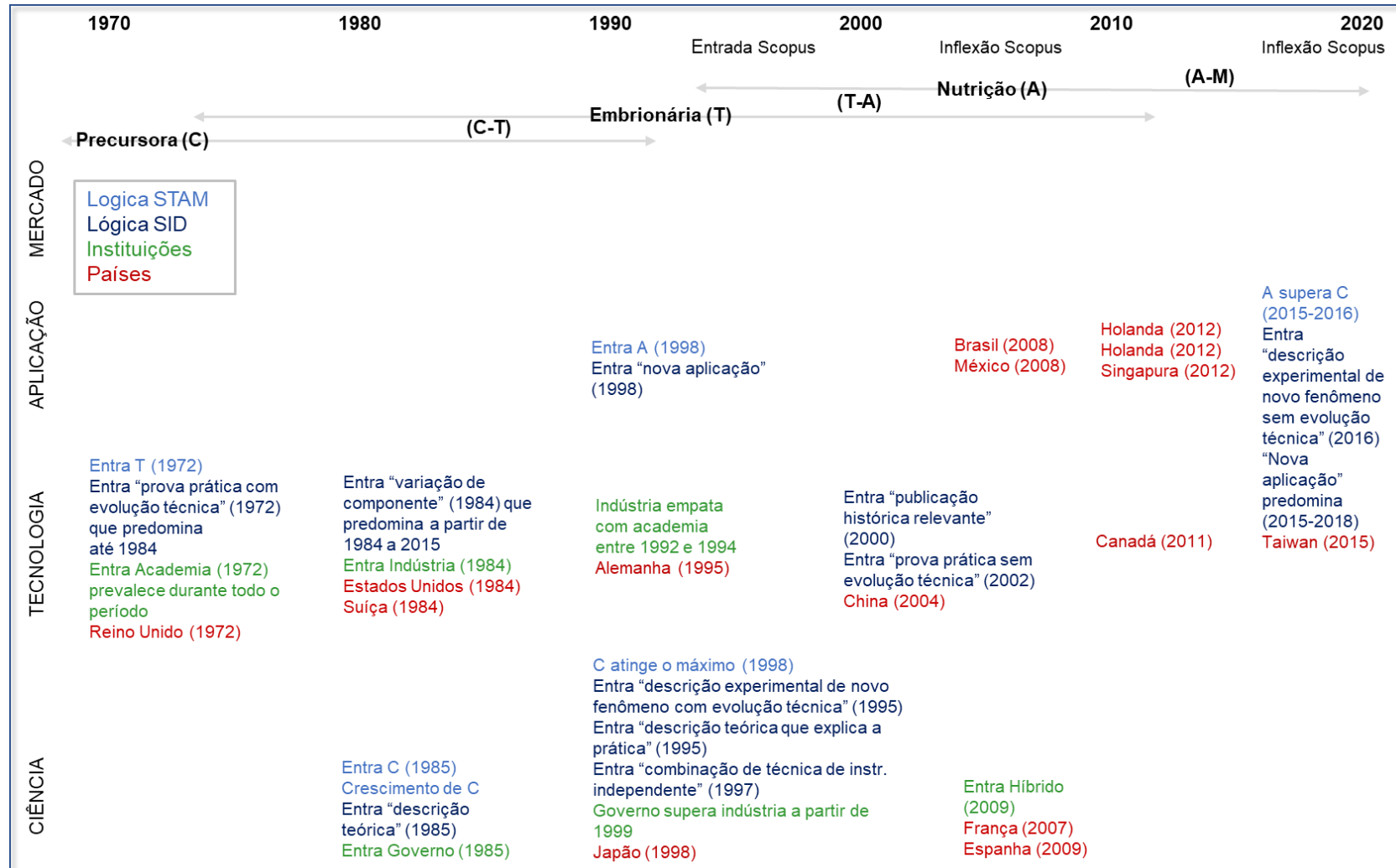


(antes do experimento) e descrição de um novo fenômeno (antes de uma teoria para explicá-lo).

A partir das análises advindas dos mapeamentos das características dos eventos da história do TERS até 2019, foram propostos os *roadmaps* retrospectivos para localizar a tecnologia na etapa pertinente de emergência industrial. As evidências coletadas nos mapeamentos intermediários sugerem a seguinte distribuição temporal para fases e transições da emergência industrial da microscopia eletrônica:

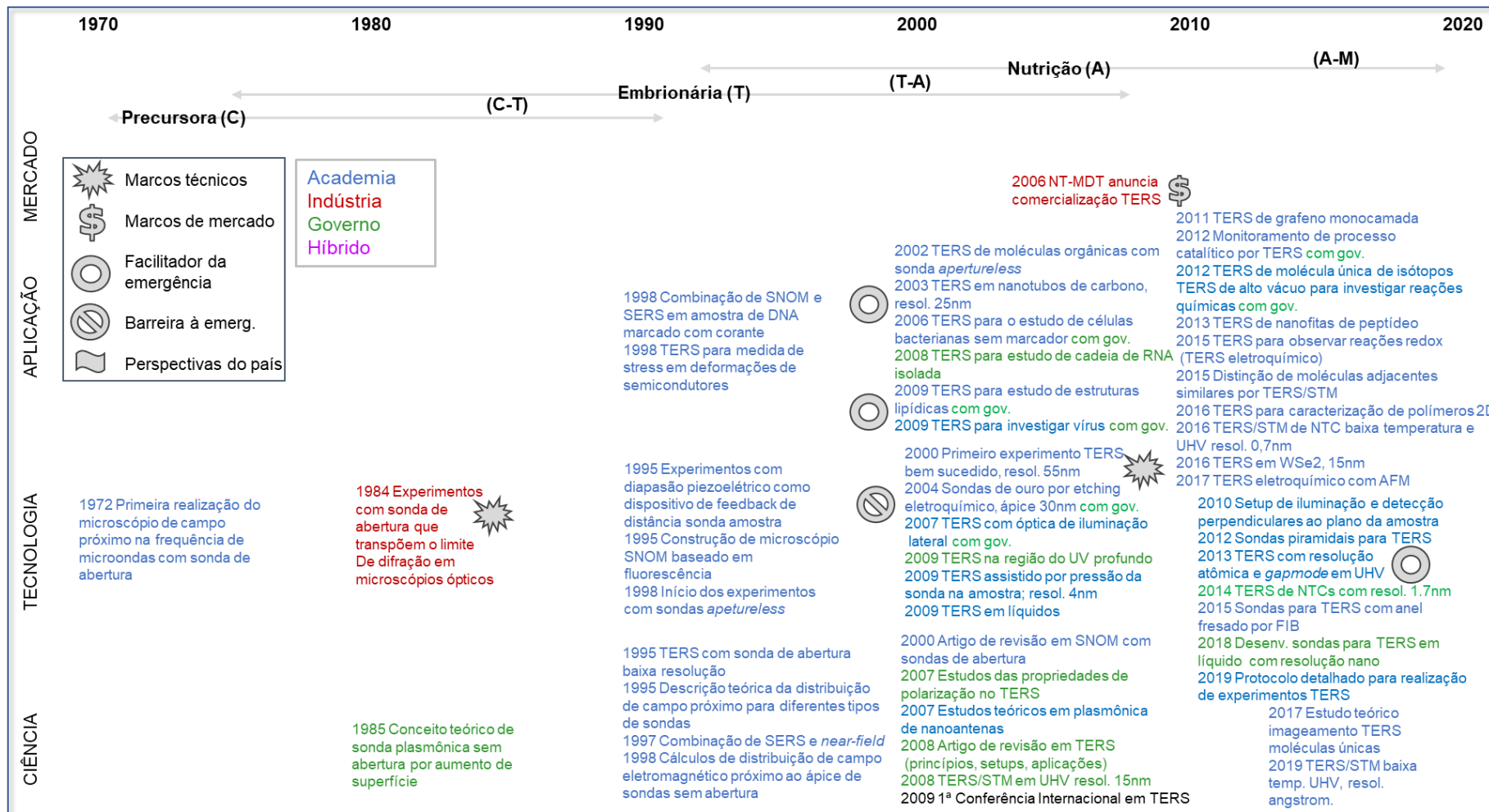
Precursora (C): 1970 a 1985; Transição C-T: 1985-1990; Embrionária (T): 1990-2000; Transição T-A: 2000-2004; Nutrição (A): 2004-2014; Transição (A-M): 2015 até os dias atuais.

Figura 42 - Roadmap retrospectivo quantitativo para o TERS



Fonte: elaboração própria

Figura 43 - Roadmap retrospectivo qualitativo para o TERS



Fonte: elaboração própria

As Figuras 42 e 43 apresentam os mapas quantitativos e qualitativos resultados do TRM retrospectivo da história recente do TERS.

A seguir a narrativa associada aos mapas das Figura 42 e 43:

- Fase Precursora

A fase precursora se inicia nos anos 1970 com as primeiras realizações experimentais do microscópio de campo próximo, a partir de um conceito teórico proposto por Synge, em 1928, para a transposição do limite de difração da luz por meio de uma abertura. Nos anos 1980, além de experimentos com sondas de abertura, que ainda não possibilitavam a transposição do limite de difração da luz, surgiram estudos teóricos em plasmônica para sondas sem abertura.

- Fase Embrionária

Inicia-se com os desenvolvimentos em sistemas de *feedback* para controle da distância sonda-amostra, nos anos 1990, e o início dos experimentos com sondas sem abertura, mais eficientes em termos de resolução espacial. Muitos desenvolvimentos são originários dos conceitos de SERS e plasmônica e estudos de comportamento do campo eletromagnético no entorno do ápice das sondas. Surgem as primeiras aplicações do TERS em áreas diferentes, chegando a aplicações em ciência de superfícies (semicondutores) e materiais biológicos (DNA).

- Fase de Nutrição

Inicia-se com o primeiro experimento TERS considerado bem sucedido, devido à resolução alcançada, que de fato era vantajosa em relação à microscopia óptica (demonstrador de tecnologia). A aplicação de TERS em nanotubos de carbono dá resultados muito promissores. As sondas sem abertura se consolidam como as mais eficientes e iniciam-se estudos teóricos e experimentais para o desenho de sondas específicas para TERS (*etching* eletroquímico, sondas piramidais, etc). Em 2006, há o primeiro anúncio de um equipamento comercial pela empresa NT-MDT. As aplicações do TERS se expandem para outras áreas da ciência de materiais (grafeno), química (monitoramento de processos catalíticos, reações químicas, detecção de isótopos), e biologia (lipídios, cadeia de RNA, vírus e bactérias). São realizados experimentos com geometrias alternativas para a óptica de iluminação e o sistema. Em 2009 é realizada a primeira Conferência Internacional em TERS. Nos últimos anos, há intensificação no uso do TERS em outras áreas, e a exploração dos limites da técnica, com experimentos em baixa temperatura e ultra-alto vácuo que permitem chegar até a resolução na escala de Angstroms, com aplicações na distinção de moléculas similares, estudo de peptídeos e

reações eletroquímicas. A tecnologia está ainda no contexto acadêmico, e aplicada para problemas fundamentais de física, química e biologia, além de ainda demandar recursos humanos qualificados para sua operação.

Pelas evidências analisadas, acredita-se que o TERS está possivelmente na transição A-M, entre as fases de Nutrição e Crescimento, onde as aplicações estão se expandindo e o mercado está se estabelecendo.

Neste capítulo, foram identificados as fases e marcos de emergência de duas técnicas de instrumentação consolidadas, por meio da análise de um conjunto de elementos ao longo do tempo, tendo como referência uma base qualificada de eventos, que culminou com a geração de *roadmaps* retrospectivos quantitativos e qualitativos. A metodologia foi reproduzida para a história recente do TERS, que sugere que esta técnica está provavelmente na transição entre as fases de Nutrição e Crescimento da emergência industrial. O Capítulo 7 é dedicado a uma análise comparativa das três tecnologias para elaborar argumentos sobre quais elementos encontrados nos mapas do ME e do SPM poderiam ser úteis para a trajetória futura do TERS.

## **7 ANÁLISE DOS RESULTADOS E REFLEXÕES PARA O TERS**

Este capítulo apresenta uma análise entre casos das trajetórias das três técnicas, com relação aos elementos estudados, com apontamentos sobre a aderência dos resultados com a literatura de emergência industrial, e uma indicação sobre os influenciadores da futura trajetória do TERS (Seção 7.1). A Seção 7.2 apresenta um mapa-síntese dos achados dos estudos de caso. A Seção 7.3 traz reflexões sobre os resultados para o TERS e um paralelo com a literatura, corroborada pela percepção de especialistas em TERS sobre as características e o futuro da tecnologia, informação trazida do compilado do *survey* aplicado aos participantes da Conferência Internacional TERS VII. O capítulo se encerra com a descrição do desenvolvimento do TERS no LabNS valendo-se da mesma metodologia gráfica utilizada para as três técnicas (Seção 7.4). Com isso, aponta-se a posição que este grupo ocupa na trajetória mundial, com reflexões sobre as forças e fraquezas do empreendimento nascente (FabNS), que tem sido o foco de atuação do Laboratório nos últimos anos.

### **7.1 Análise entre-casos**

Esta seção traz os aprendizados advindos das análises das publicações Scopus, em relação à evolução de documentos e a concentração geográfica (7.1.1); resultados segundo a lógica STAM e SID (7.1.2) e atores (7.1.3) dos eventos das bases qualificadas.

#### **7.1.1 Publicações Scopus: evolução, composição e distribuição geográfica**

Como já foi apontado, a evolução das publicações científicas é um indicador de demanda para instrumentos científicos, em que os principais usuários são pesquisadores. Utiliza-se a comparação do número de publicações contidas na base Scopus para os três instrumentos aqui estudados para ilustrar o grau de maturidade e difusão ou utilização dessas técnicas.

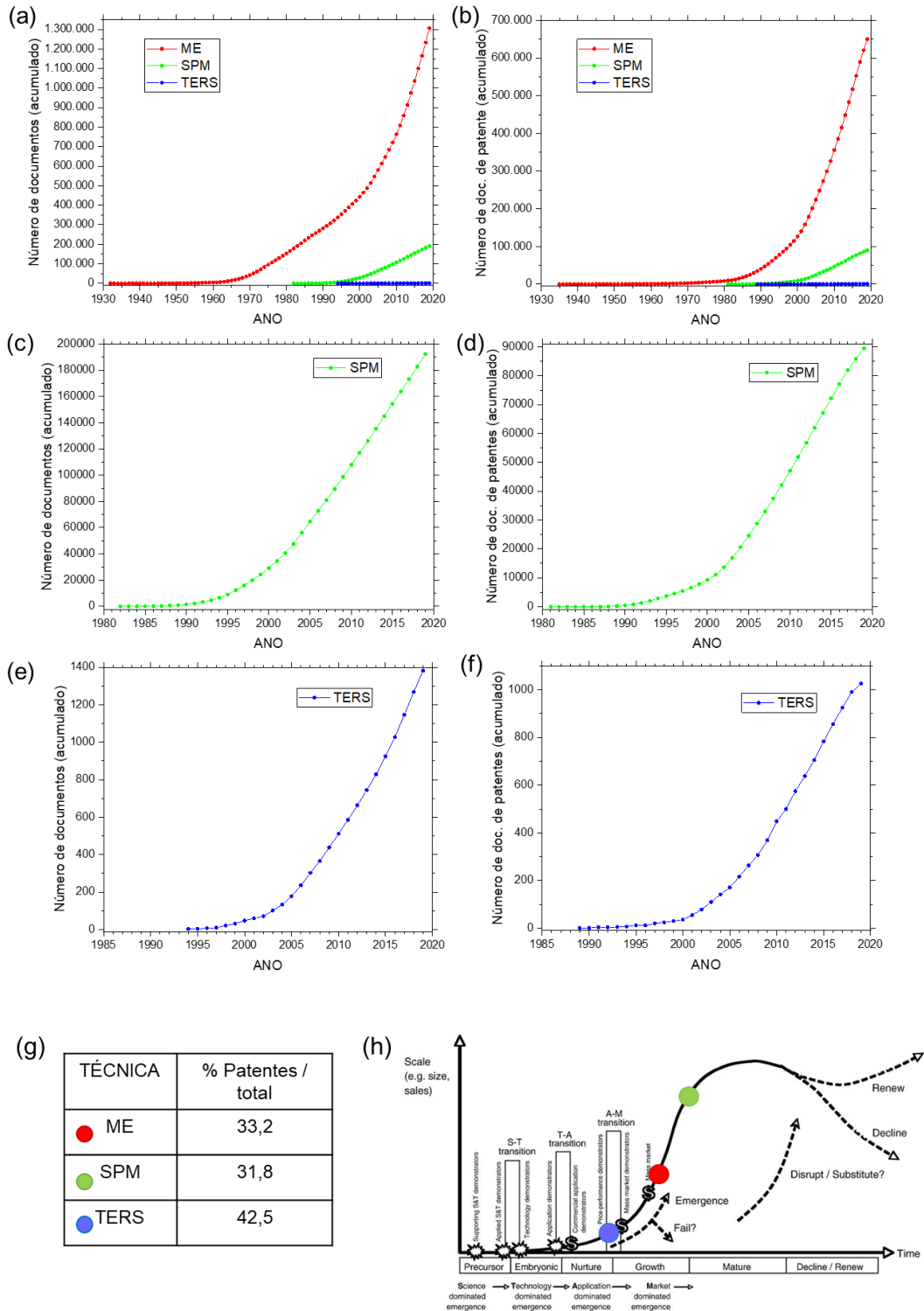
A Figura 44 (a) mostra o número acumulado de publicações Scopus<sup>32</sup> nas três tecnologias. Para comparação, foi selecionada a opção “patentes” com os mesmos termos de busca nesta base. A evolução do número acumulado de documentos de patentes<sup>33</sup> está mostrada na Figura 44 (b) para as três tecnologias. Para uma melhor visualização, foram colocados os gráficos de publicações e patentes separadamente para o SPM (Figuras 44 (c) e (d)) e para o TERS (Figuras 44 (e) e (f)). Percebe-se uma tendência muito similar na evolução do número acumulado de patentes em relação às publicações, para as três técnicas. A relação do percentual de patentes com o total de documentos (patentes + publicações) é mostrada no quadro da Figura 44 (g). Este indicador indireto de atividade tecnológica em relação à atividade científica mostra que, relativamente, ME (33,2%) está mais ativo em depósitos de patente que SPM (31,8%). A proporção de patentes em relação ao total é ainda maior para o TERS (42,5%), ou seja, há intensa atividade de proteção por patente na área, o que pode corroborar que esta é uma técnica promissora. Estes gráficos fornecem um indicativo de que, quando comparado às outras técnicas, a ME é muito mais difundida e ainda estaria na fase “Crescimento” da emergência (não chegou na maturidade e nem mesmo no declínio); só em 2019, há o registro de mais de 72 mil publicações (e 29 mil documentos de patente) em ME na base Scopus. SPM estaria na fase “Maturidade” da emergência, caracterizada pela estabilidade no crescimento; de 2013 a 2019, o número de publicações Scopus anual nesta técnica permaneceu por volta de 9,4 mil (e o de patentes, 3,7 mil). TERS ainda está no início de sua história, com uma centena de publicações e 35 registros de patente em 2019. Como foi sugerido, TERS está provavelmente na transição entre as fases “Nutrição” e “Crescimento” (com predomínio de eventos “A”), e o grande questionamento é qual será o comportamento das publicações em TERS nos próximos anos. A partir dessas análises, a Figura 44(h) propõe a localização provável das três técnicas na trajetória do que aqui denominamos emergência em instrumentação científica em nanotecnologia (referência da fase em que cada tecnologia está quando comparada às outras).

---

<sup>32</sup> Publicações ou “Documents”, como definido pelo Scopus, incluem: “*article, conference paper, review, book chapter, letter, note, short survey, editorial, conference review, book, erratum, data paper, report, retracted, abstract report, business article, undefined*”

<sup>33</sup> “Patents”, como definido pelo Scopus, inclui: mais de 43,7 milhões de registros de documentos de patente (concedidas, depositadas e em análise) derivadas de cinco escritórios: WIPO, EPO, USPTO, JPO e UK Intellectual Property Office.

Figura 44 - Evolução (a) das publicações e (b) dos documentos de patente na base Scopus nas três técnicas estudadas; (c) publicações em SPM; (d) documentos de patente em SPM; (e) publicações em TERS; (f) documentos de patentes em TERS; (g) proporção de documentos de patente em relação ao total (publicações + patentes); (h) localização proposta para as técnicas na trajetória de emergência em instrumentação científica



Fonte: (a)-(g) elaboração própria com base em Scopus (data da busca: 12 out. 2020); (h) adaptado de (PHAAL et al., 2011)



No início dos anos 2000 observou-se um aumento no crescimento de publicações Scopus, tanto para o ME quanto para o TERS (indicados por pontos de inflexão). As publicações em SPM também cresceram anualmente neste período e até 2005. Esta tendência pode estar relacionada ao aumento do financiamento à pesquisa em nanotecnologia (ROCO, 2002), com o surgimento de políticas nacionais de incentivo como, por exemplo, a Iniciativa Nacional em Nanotecnologia, nos Estados Unidos (ROCO; MIRKIN; HERSAM, 2011), embora políticas para o desenvolvimento da nanociência tenham sido lançadas pelo mundo pelo menos uma década antes (HULLMANN, 2006).

O Apêndice E mostra que, na composição das publicações Scopus em microscopia eletrônica, até por volta de 1990 o termo mais utilizado era “*electron microsc\**”. Este termo foi se especializando para as principais técnicas (“*scanning electron microscopy*”, “*transmission electron microscopy*” e “*scanning transmission electron microscopy*”). A maior contribuição do crescimento das publicações em ME a partir de 2005 é devido ao microscópio eletrônico de escaneamento, um equipamento mais versátil, menor, com versões mais baratas e de maior aplicação.

O Apêndice F mostra a composição das publicações em SPM e elucida que a principal contribuição no número de publicações da família de microscopias de sonda é do AFM. Mesmo com a inclusão das técnicas derivadas mais importantes dos últimos anos, não se identifica uma diferença significativa nas tendências de crescimento e estabilização mostradas no Capítulo 6. Isto pode reforçar que o SPM atingiu o seu potencial, principalmente nos fatores apontados por Baird e Shew, Seção 2.5, Capítulo 2, importantes para a difusão da técnica e o aumento do número de usuários e aplicações: a) robustez da estrutura; (b) facilidade de operação; (c) completude de obtenção de resultado (capacidade de *zoom in* e *out*); (d) versatilidade de uso; (e) facilidade de se obter interpretação confiável do resultado da medida; e (f) habilidade do resultado da medida se sustentar por ele mesmo como um fato (sem a necessidade de utilização de técnicas complementares) (BAIRD; SHEW, 2004). Mesmo sendo uma técnica valiosa e amplamente utilizada para a caracterização de materiais bidimensionais, materiais de carbono (nanotubos, grafeno, etc), e com aplicação estabelecida na indústria de semicondutores e até em materiais biológicos, não se observa sua expansão para outras áreas, podendo indicar que as aplicações já estão bem estabelecidas.

O Apêndice G traz uma análise das técnicas que contribuíram para o nascimento do TERS, com base no número de publicações Scopus em espectroscopia Raman, SERS, SPM, plasmônica e óptica de campo próximo (COSTA; CANÇADO; JORIO, 2020). TERS é a combinação de espectroscopia Raman e SPM, e pôde se desenvolver a partir do surgimento da última. A análise sugere que é o estabelecimento do SERS e da plasmônica como campos desenvolvidos que permite ao TERS evoluir significativamente após o período entre 2005-2010. Após 2010, o TERS começa a ter um papel mais significativo como uma ferramenta científica por si só.

No Capítulo 6 foi analisada a distribuição geográfica das publicações Scopus até o ano correspondente ao último considerado na tabela de eventos (Seções 6.1, 6.2 e 6.3). Os estudos de mercado no setor de instrumentação analítica costumam agrupar os países em categorias mais significativas em volume de vendas. O Quadro 9 agrupa as publicações Scopus até 2019 em seis principais mercados e suas respectivas participações para as três técnicas aqui analisadas, considerando os 20 primeiros países em número de publicações. O Brasil foi incluído para comparação. Para este país, além da participação percentual, foi destacada a posição na ordem de importância. O dado foi atualizado até novembro de 2020 para o TERS, o que é explicitado na última coluna do Quadro 9.

Quadro 9 - Percentual de mercado para cada técnica com base no total de publicações Scopus até 2019 e posição do Brasil em % e na ordem de publicações; última coluna, dado atualizado para TERS até 19/11/2020

MERCADO / % do total	ME (%) 2019	SPM (%) 2019	TERS (%) 2019	TERS (%) até nov. 2020
EUROPA	25,6	36,0	49,4	48,7
EUA & CANADA	22,1	25,5	29,2	30,1
JAPÃO	8,4	11,4	16,2	15,8
CHINA	20,2	15,5	15,6	16,3
ÍNDIA	5,8	5,0	1,7	1,7
OUTRO ÁSIA/PACÍFICO	10,8	13,4	10,1	10,3
<b>BRASIL (POSIÇÃO)</b>	<b>2,0 (13º)</b>	<b>1,5 (19º)</b>	<b>1,6 (15º)</b>	<b>1,8 (13º)</b>

Fonte: elaboração própria com base em Scopus (data da busca: 19 nov. 2020<sup>34</sup>)

<sup>34</sup> Este resultado já inclui um artigo com data de publicação em 2021.

A Europa é líder em publicações nas três técnicas, seguida por “Estados Unidos & Canadá”. A China, um mercado em ascensão, está em terceiro lugar em publicações em ME e SPM, com maior representatividade em 2019 do que no limite das bases qualificadas (ME, ano 2005 Figura 20(b); SPM, ano 2012, Figura 28(b)). Este país, que estava em 4º lugar em TERS em 2019, ultrapassou o Japão, ocupando também a 3ª colocação em TERS até novembro de 2020.

Destaca-se a participação expressiva do Brasil nas publicações em TERS. Com apenas duas décadas desde o experimento considerado bem sucedido, o país ocupava o 15º lugar, com 1,6% das publicações (22 das 1382 publicações) até 2019. Das 22 publicações de grupos brasileiros em TERS que retornam no Scopus para os termos de busca utilizados, 18 são do LabNS e seus parceiros (com destaque para o Inmetro, ETH, e Universidade de Rochester). De 2019 a 19 de novembro de 2020, o Brasil subiu duas colocações, ultrapassando Índia e Espanha e passando para o 13º colocado em documentos TERS, com o total de 27 documentos, dos quais 23 são do LabNS. Apenas o LabNS tem 1,5% das publicações mundiais em TERS até esta data, empatado com a Polônia, em 17º lugar em publicações. Em ME, técnica com quase 100 anos de existência desde o primeiro equipamento de Ruska, o país está em 13º lugar, com 2% das publicações. No SPM, com quase 40 anos, o Brasil ocupa o 19º lugar, com 1,5%. Os autores brasileiros de trabalhos em ME e SPM estão espalhados por todas as regiões do país.

Analisando os 20 primeiros países em número de publicações Scopus separadamente, apenas a China e o Brasil subiram de colocação em percentual de publicações Scopus em TERS entre 2019 e novembro de 2020.

Estes números demonstram que o Brasil, representado principalmente pelo grupo do LabNS, se inseriu no tema TERS em sua origem e a experiência acumulada de pelo menos 15 anos, que ajudou a construir a reputação científica, vem aportar vantagem competitiva para uma empresa nascente, intensiva em ciência.

Além de explicitar o protagonismo do Brasil e do LabNS e parceiros em TERS, esta análise ressalta a importância do monitoramento dos mercados-alvo da Europa, Estados Unidos, China e Japão, em termos de potenciais clientes, proteção da propriedade intelectual, e dinâmica das empresas fornecedoras de sistemas completos e componentes para TERS.

Cabe aqui uma nota quanto aos resultados de documentos de patentes para TERS. Não foi possível apurar detalhes do mecanismo de recuperação de documentos utilizado na base Scopus, que ainda está em desenvolvimento <sup>35</sup> (Figura 44 (f)). Anteriormente, a autora deste trabalho realizou busca prévia de documentos de patentes em TERS em bases públicas específicas (EPO, USPTO, JPO, CNIPA e *Google Patents*) para obter um panorama geral do campo (COSTA; JORIO, 2017). O número de documentos encontrados varia com o mecanismo de busca da base específica, algumas delas contabilizando todos os documentos tanto da família de patentes quanto da família estendida (todas as publicações) e, em alguns casos, com indexações que resultam na baixa reprodutibilidade das buscas. Para o caso do *Spacenet* (base do EPO), uma das bases públicas mais confiáveis e reprodutíveis, uma busca recente nos campos “título e resumo”, com os mesmos termos de busca utilizados para TERS na base Scopus, retorna aproximadamente 60 documentos, dos quais, mais de 50% de autoria da academia <sup>36</sup>. Ressalta-se, ainda, que a busca de documentos de patentes em TERS é desafiadora, primeiramente por envolver dispositivos de duas técnicas já estabelecidas, ou seja, tecnologias que são utilizadas em outros instrumentos. Ademais, TERS é um instrumento complexo, tipo plataforma, com vários dispositivos ópticos, mecânicos, eletrônicos, que abrangem vários assuntos, possíveis temas de busca (sistema, sonda, iluminação, detecção espectral, controle, análise de dados, propriedades do laser, entre outros).

### 7.1.2 Categorias STAM e SID

Os resultados consolidados indicam que a categoria STAM mais frequente na emergência em instrumentação científica é a de eventos dominados pela tecnologia (T). Este resultado pode ser considerado característico do objeto de pesquisa, em que T representa a incorporação de princípios científicos a um dispositivo. No geral, a cronologia das categorias obedece à ordem C-T-A-M, preconizada pela literatura. No caso do TERS, o primeiro evento foi caracterizado como T, embora as raízes do TERS remontem ao princípio teórico proposto por Syngge (dominado pela ciência) em 1928,

---

<sup>35</sup> Em consulta por e-mail à Elsevier (Information Request 210218-017075), em 18 de fevereiro de 2021, a empresa informou que a base Scopus utiliza metadados das bases dos cinco escritórios de patentes já citados, mas não forneceu maiores detalhes sobre a lógica adotada no mecanismo de busca.

<sup>36</sup> Primeiro documento depositado data de 2002. Disponível em: <https://worldwide.espacenet.com/>; data da consulta: 4/2/2021.

para transposição do limite de difração da luz. No caso do ME, eventos dominados pelo mercado se anteciparam (em um ano apenas) à entrada de eventos dominados pela aplicação. Eventos A e M parecem também caminhar juntos, uma vez que a difusão do instrumento em outras áreas acaba por criar demanda e aumentar a comunidade de usuários, o que é um indicador de potencial mercadológico da tecnologia. Nota-se a coexistência de C e T em todo o período das trajetórias, em um reforço mútuo entre fundamentação científica e incorporação tecnológica. A e M têm entradas sempre posteriores a C e T, embora as participações totais de A e M sejam mais influenciadas pela metodologia de construção das tabelas de eventos em cada caso estudado. De toda forma, A e M também coexistem a partir do momento em que se apresentam na trajetória. Acredita-se que “A” está sub representado no ME devido à natureza da tabela de eventos, como já foi explicado (na fonte principal para a tabela de eventos do ME, a seção dedicada às técnicas de preparo de amostra e experimentos para ciências da vida não foi incluída). É provável que o impulso nas publicações em ME nos últimos anos (a partir de 2000-2003) venha de suas aplicações, principalmente em nanomateriais.

O comportamento das publicações Scopus é refletido na dinâmica das categorias STAM principalmente nos últimos anos analisados. ME e TERS ainda estão em movimento dinâmico (variação) da distribuição de categorias. SPM parece ter estabilizado essa distribuição, pelo menos desde 2005, refletindo a fase de maturidade proposta no *roadmap*.

Na história de desenvolvimento do SPM, a presença forte de empresas está refletida no percentual de eventos dominados pelo mercado, que estão em segundo lugar na distribuição de lógica STAM, com 26%. Embora ainda haja espaço para desenvolvimentos, para possibilitar a realização de varreduras mais rápidas, requisito para difusão industrial da técnica, acredita-se que o SPM já se estabeleceu em seus nichos de aplicação, principalmente em sua modalidade AFM, na ciência de superfícies e na indústria de semicondutores.

As categorias SID destrincham os eventos em seus aspectos particulares de instrumento científico. Na análise da relevância percentual das categorias de resultado segundo a lógica SID para as três técnicas, a primeira inflexão observada nos três gráficos (primeira seta vermelha) geralmente é associada à entrada de várias

categorias em um curto período (fase Embrionária). A primeira inflexão, portanto, mostra o período de maior intensidade da dinâmica de desenvolvimento da técnica, onde várias ações compõem os esforços de estabelecimento da instrumentação. Já a segunda inflexão (terceira inflexão no caso do TERS) é associada à identificação da prevalência de uma ou duas categorias em relação às demais, o que pode indicar o estágio da trajetória. No caso do ME, a segunda inflexão é marcada pela importância da categoria “variação de componente que resulta na melhoria do resultado”, com destaque também para “prova prática de uma teoria”. Portanto, a dinâmica do final da tabela de eventos ainda está focada nas melhorias incrementais em dispositivos e na possibilidade de o instrumento realizar experimentalmente teorias subjacentes. No caso do SPM, a segunda inflexão reflete a importância da “incorporação da técnica de instrumentação pela indústria”, mas que está muito próxima também a “variação de componente” e “prova prática com evolução”. Já para o TERS, é “nova aplicação da técnica de instrumentação”, e “variação de componente”.

Para as três técnicas nota-se a relevância das categorias “variação de componente” e “prova prática”, com destaques para “publicação relevante” para o ME (em segundo lugar, com 16% de participação), “incorporação pela indústria” para o SPM e “nova aplicação” para o TERS.

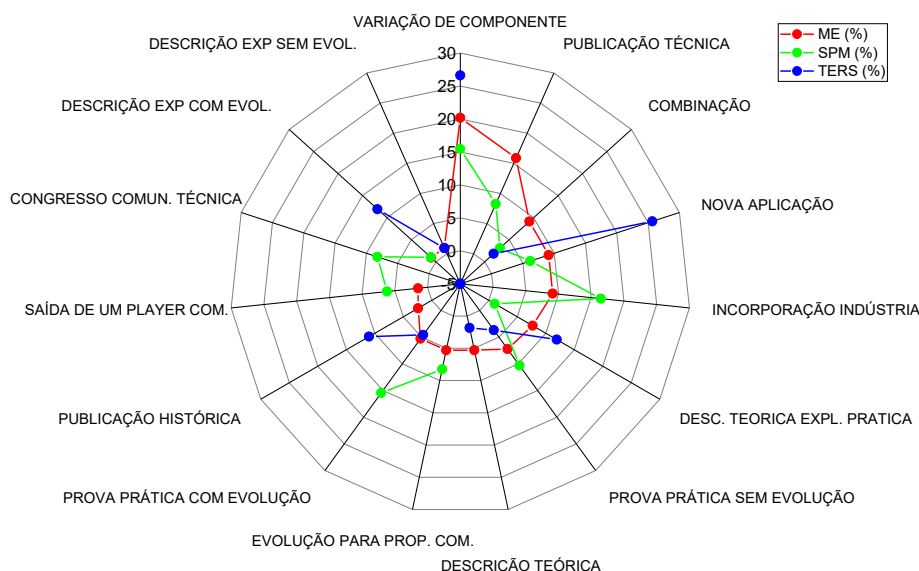
A Figura 45 mostra a comparação da distribuição percentual de categorias SID para as três técnicas. Para a construção da Figura 45, na história do ME, o único evento categorizado como “congresso da comunidade técnica”, foi incluído na categoria “publicação técnica relevante”. Na história do SPM não houve eventos na categoria “descrição teórica” e eventos de publicação técnica e histórica foram unidos à categoria “publicação técnica/histórica”, representada no gráfico pela categoria “publicação técnica”.

Da análise da Figura 45, e assumindo que a trajetória do ME tem sido mais bem sucedida que a do SPM, uma vez que ainda está em crescimento, são propostos os seguintes indicadores de uma trajetória bem sucedida de instrumentação científica:

- eventos relacionados a variação de componente ou setup para melhoria do resultado têm papel de destaque;
- a relevância percentual da categoria “incorporação da técnica de instrumentação pela indústria” deve ser semelhante à da categoria “nova aplicação da técnica de

instrumentação”, ou seja, a indústria deve acompanhar e viabilizar as novas aplicações comprovadas pela técnica.

Figura 45 - Comparação da distribuição percentual das categorias SID de resultado para ME, SPM e TERS



Fonte: elaboração própria

Extrapolando estas proposições para o TERS, o indicador relacionado a “variação de componente” se faz presente, e é a mais importante categoria até o final da trajetória, exceto pelos últimos 5 anos, quando “nova aplicação” supera ou empata em relevância percentual. Quanto ao segundo indicador, é necessário que, para o TERS evoluir em sua trajetória, haja no futuro próximo a incorporação da técnica pela indústria tornando possível todas as aplicações que têm sido desenvolvidas nos últimos anos, para aumentar a oferta e criar demanda por sistemas TERS dedicados e, assim, possibilitar a adesão das comunidades de usuários reais e potenciais. A indústria deve ser capaz de incorporar nos sistemas TERS as funcionalidades e os módulos apropriados para cada área de aplicação, além de investir em usabilidade e facilidade de operação, como será comentado a seguir.

Uma última análise quanto às categorias de resultado foi realizada, plotando a relação entre as categorias SID e STAM para as três técnicas, onde ficaram evidentes as

características típicas de cada categoria SID. Por exemplo, quando um evento foi categorizado como M na lógica STAM, na maioria das vezes ele assumiu as categorias “incorporação pela indústria”, “evolução/adaptação de dispositivo” ou “saída de player comercial do mercado”, na lógica SID, como seria esperado. Quando um evento foi caracterizado como “descrição teórica”, ele foi tipicamente dominado pela ciência (C). Esta relação de dependência foi traçada para cada técnica e está no Apêndice D e mostra que a lógica SID é uma especialização da lógica STAM para o caso da instrumentação científica, embora para cada técnica haja alguma variação na composição do conteúdo STAM em cada categoria SID.

### 7.1.3 Atores

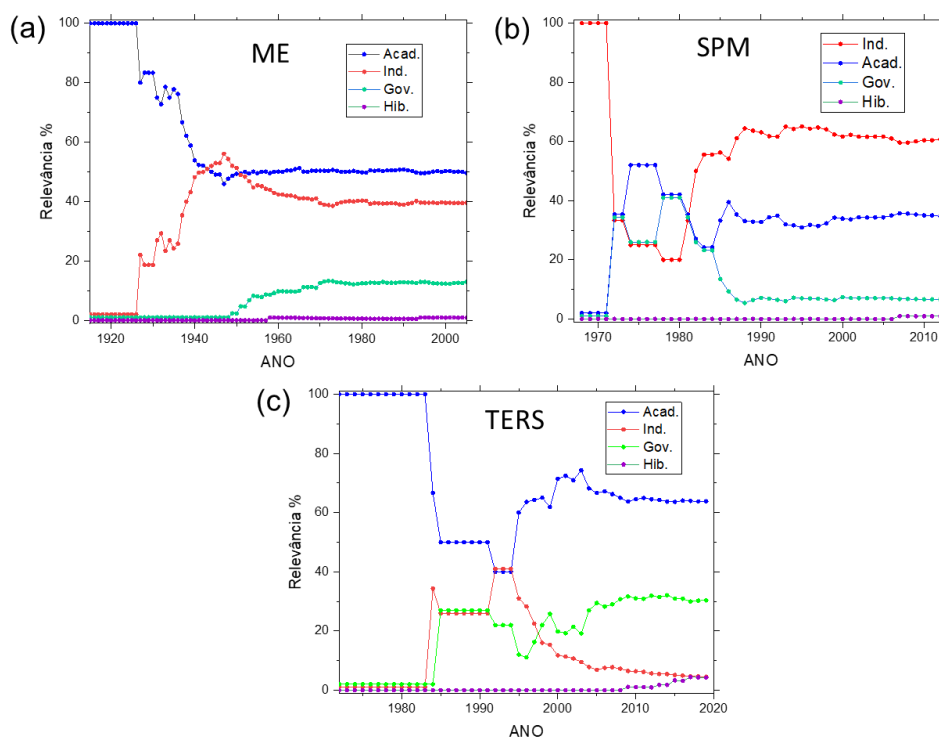
A Figura 46 mostra a relevância percentual institucional ao longo da história das três técnicas, para a base qualificada. Na história do ME (Figura 46(a)), há predomínio das instituições acadêmicas, exceto pelo período próximo a 1950, em que há o predomínio da indústria, coincidente ao pico da categoria “incorporação da técnica pela indústria”. Em (b), para o SPM, destaca-se o protagonismo da indústria praticamente durante toda a trajetória, exceto 1972 e 1980, uma elevação na participação da academia em 1985, coincidente com a primeira inflexão STAM identificada, e um pico de participação da indústria na segunda inflexão STAM, por volta de 1995. Em (c) observam-se: o protagonismo da academia durante todo o período analisado, a intensificação da participação da indústria no início dos anos 1990, por volta da entrada na base Scopus, e o crescimento da participação do governo por volta da segunda inflexão, provavelmente, em associação com a academia.

A Figura 46 sugere que o desenvolvimento de instrumentação científica é protagonizado pela academia, ator motivado pela curiosidade científica. Academia é o principal ator na história bem sucedida do ME. O SPM iniciou na indústria, teve participação expressiva da academia entre os anos 1975 e 1980, e depois foi protagonizado novamente pela indústria, ator motivado pelo mercado. No caso do SPM, a indústria parece não ter correspondido a todas as demandas científicas, o que se reflete no menor número de publicações Scopus em relação ao ME. O governo é ator motivado pelas políticas nacionais, tendo participação relativa pouco expressiva



nos dois casos (ME e SPM). A Figura 46 sugere que o TERS está trilhando um caminho promissor, pelo destaque da participação relativa da academia.

Figura 46 - Relevância institucional percentual ao longo do tempo; (a) ME, (b) SPM, (c) TERS; base qualificada



Fonte: elaboração própria

De toda forma, indústria e laboratórios nacionais tem o seu papel, cada um em sua vocação. Os laboratórios nacionais são geralmente responsáveis por criar procedimentos de padronização, auxiliar na regulamentação e muitas vezes até fazer a ligação com o setor produtivo, aplicando as políticas nacionais em suas áreas, dedicando-se a inserir a tecnologia na sociedade, a exemplo dos institutos de metrologia e de saúde. A indústria é responsável pela inserção do produto no mercado e desenvolvimentos junto à academia para atender às necessidades de pesquisa e expandir o número de usuários.

Langer e coautores relatam a colaboração próxima entre pesquisadores especialistas e algumas empresas fabricantes de instrumentos comerciais para TERS, além de

fornecedores de componentes (sistemas AFM ou STM ou espectrômetros Raman) (LANGER et al., 2020). Dentre as recomendações para o TERS sugere-se o aumento da participação da indústria nos eventos vindouros, e a intensificação desta colaboração com a academia e os laboratórios nacionais.

Cabe aqui uma nota às spin-offs acadêmicas, que são instrumentos efetivos de transferência de tecnologias complexas e intensivas em ciência, da academia para a sociedade (COSTA; SOUZA, 2019; SHANE, 2004). Adicionalmente, ressalta-se o importante papel do cientista-empresendedor como catalisador para superar os desafios na comercialização da nanotecnologia, que tem sido um processo mais vagaroso em comparação às atividades de publicação e patenteamento nesta área (MAINE, 2014).

## 7.2 Mapa-síntese

Os resultados encontrados nesta tese são sumarizados no mapa-síntese da Figura 47: um *roadmap* consolidado para emergência em instrumentação científica baseado nos estudos de caso, com foco até a fase de Crescimento. As camadas horizontais contêm as categorias STAM, que estão ordenadas conforme os *roadmaps* retrospectivos propostos para os instrumentos e são representadas por elementos que carregam o seguinte código de cores: ciência (cinza); tecnologia (vermelho); aplicação (azul); mercado (verde). No fluxo entre os elementos principais das camadas estão as categorias SID de resultado, que estão em suas localizações típicas, encontradas experimentalmente. Exceto pela camada mercado, que é típica da indústria, os atores da hélice tríplice têm papel complementar na emergência, e estão representados em todas as outras camadas.

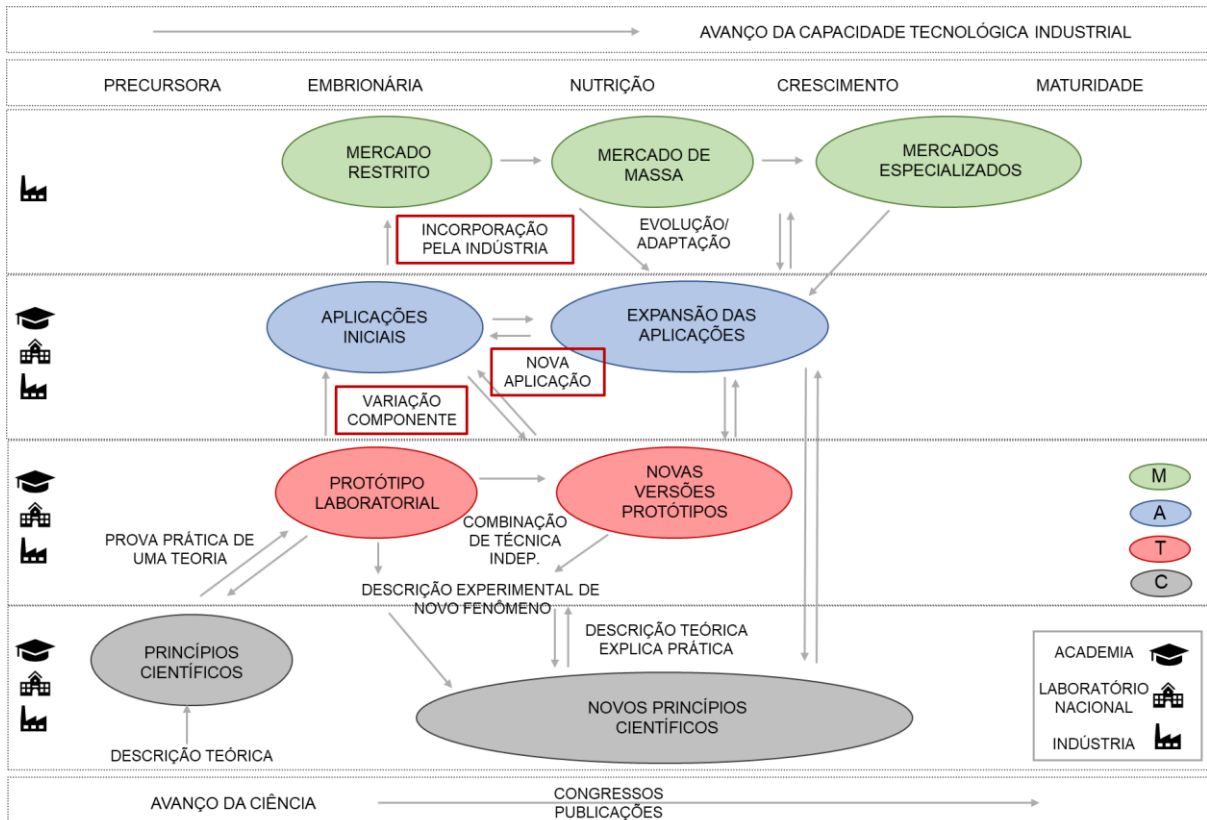
A seguinte narrativa, dividida em fases, está associada a este mapa (categorias SID, próximas às setas do mapa, estão explicitadas):

- Precursora: A emergência pode acontecer a partir dos princípios científicos descritos teoricamente (descrição teórica), que podem ser provados experimentalmente (prova prática de uma teoria) com a construção de um protótipo laboratorial de instrumento.
- Embrionária: A emergência pode também iniciar-se deste protótipo, que gera resultados experimentais ainda não descritos em teoria (descrição experimental de

novo fenômeno), o que estimula os estudos teóricos (descrição teórica que explica a prática). O protótipo laboratorial construído pode ser testado, inicialmente, em poucas aplicações iniciais, e refinado ou melhorado (variação de componente ou setup que resulta em melhoria de resultado). A prova de conceito nas aplicações iniciais desperta o interesse do mercado (incorporação da técnica de instrumentação pela indústria), inicialmente para um público restrito, seja por meio de empresas já estabelecidas, que monitoram o potencial da técnica pela atividade científica em artigos e congressos e procura ganhar vantagem competitiva, seja por meio de spin-offs acadêmicas, a partir de grupos pioneiros que aproveitam a janela de oportunidade para inovação. As empresas iniciam melhorias nos produtos. A maioria das categorias SID entram nesta fase.

- **Nutrição:** O movimento da fase anterior pode incentivar a geração de novas versões de protótipos (por exemplo, por pesquisadores acadêmicos) para adaptá-los às necessidades da pesquisa de fronteira em instrumentação, inclusive pela incorporação de técnicas de instrumentação independentes (combinação de técnica de instrumentação independente). As novas versões de protótipos podem, por sua vez, contribuir para a geração de novos princípios científicos. Com o aumento do número de empresas, as aplicações se expandem ainda mais para atender as demandas dos usuários (evolução/adaptação de dispositivos para propósitos comerciais). As fases Embrionária e Nutrição se retroalimentam: uma vez que o produto comercial está disponível, inicialmente para um mercado restrito, a difusão para outras áreas é facilitada pelos testes em novas aplicações, o que pode gerar novas versões de protótipos, e criar um mercado de massa. As fases Embrionária e Nutrição são marcadas pela nítida coexistência de atividades em ciência, tecnologia, aplicação e mercado. Nesta fase percebe-se o predomínio de algumas categorias SID.
- **Crescimento:** A dinâmica das fases Embrionária e Nutrição resulta no crescimento do mercado e na criação de equipamentos para mercados especializados. A dinâmica de expansão de aplicações se mantém.
- **Maturidade:** nesta fase, o potencial de aplicações já foi explorado e os mercados se especializam naquelas de maior demanda. A emergência abandona, aos poucos, o círculo embrionária-nutrição-crescimento, e tende a se estabilizar. Até que possa ser substituída por uma tecnologia inovadora e com maior potencial para atender às demandas das aplicações estabelecidas. Neste momento, iniciaria a fase declínio/renovação.

Figura 47 - *Roadmap* síntese dos achados do estudo de dois casos de emergência em instrumentação científica em nanotecnologia



Fonte: elaboração própria

Os quadrados vermelhos da Figura 47 destacam as categorias identificadas como as cruciais na difusão da instrumentação científica, que estão na dinâmica de retroalimentação identificada entre as fases Embrionária e Nutrição, que fomentarão a fase de Crescimento, e que devem ser foco de atenção para o TERS (variação de componente, nova aplicação, incorporação pela indústria).

Ressalta-se que o *roadmap* consolidado da Figura 47 está limitado às perspectivas e elementos aqui abordados, que consideram eminentemente os fatores técnicos e institucionais, não incluindo outras questões influenciadoras na trajetória, relacionadas a financiamento, interações institucionais, regulação, contexto político e econômico, maturidade do sistema de inovação regional/local e vocações tecnológicas, para citar alguns. O estudo de casos adicionais de emergência em instrumentação científica em nanotecnologia (por exemplo, raios X, ressonância magnética nuclear), e o exame de outras perspectivas influenciadoras poderia

fornecer elementos para a proposição de uma estrutura conceitual genérica para o objeto de pesquisa, ou seja, um modelo de *roadmap* para emergência em instrumentação científica em nanotecnologia.

### 7.3 Reflexões para o TERS

A análise da emergência das três tecnologias de instrumentação verificou e confirmou alguns dos pontos destacados por Phaal (PHAAL et al., 2009). O primeiro deles é que a evolução não é linear, embora as perspectivas de ciclo de vida de indústria e tecnologia forneçam uma estrutura útil para esta análise. O segundo, é que foi possível identificar, a partir dos casos estudados, os eventos e acontecimentos particulares que delinearam as várias fase e transições. O terceiro é a coexistência de categorias C, T, A e M ao longo de toda trajetória, entretanto, com maior destaque e intensidade nas fases embrionária e nutrição, que foram o foco do estudo.

Na instrumentação científica, a fase “*T-dominated*” parece ter maior importância e coexistir por mais tempo. Ademais, as fases Embrionária e Nutrição coexistem e explicitam a relação de dependência entre novas aplicações e incorporação da instrumentação pela indústria, principalmente para o ME.

Na construção dos *roadmaps* retrospectivos, diferentemente de Phaal, para o eixo horizontal, considerou-se o início da fase de Nutrição quando da primeira inflexão Scopus. De fato, Phaal esclarece que a abordagem de mapeamento é flexível e escalável, e o foco pode estar em qualquer sistema de “criação e captura de valor”, em qualquer nível. O importante é definir o sistema industrial foco e suas fronteiras, para entender sua dinâmica. No caso do TERS, a base qualificada é um subconjunto das publicações Scopus. O procedimento de seleção da base qualificada do TERS (critérios de citação e FWCI) não foi viável para o ME e o SPM, uma vez que o número de artigos Scopus é muito superior para essas duas técnicas. Optou-se, então, pela sistematização de dados já coletados por especialistas (artigo de revisão em ME, e livro sobre a história do SPM). Assim, a metodologia adaptada de TRM retrospectivo foi útil principalmente para o estudo das fases até a Nutrição e início da fase de Crescimento.

Phaal alerta que as fronteiras entre fases e transições podem não ser tão claras, uma vez que há agregação de atividades, o que foi constatado nos estudos de caso. Os

padrões de emergência e os eventos e marcos particulares que caracterizam esse comportamento dependem do tipo de setor (PHAAL et al., 2009).

Esta pesquisa também corroborou a constatação de que diferentes tecnologias apresentam diferentes comportamentos na emergência industrial. Embora sejam instrumentos científicos da nanotecnologia, cada tecnologia estudada apresentou peculiaridades na duração das fases e transições. Especula-se se o TERS terá um ciclo de vida longo (como o ME) ou mais curto (como o SPM). Acredita-se que, como o TERS é uma variante do SPM, ou uma especialização deste, ele possa representar um novo ciclo (Renovação) da trajetória do SPM.

Nas respostas ao *survey* aplicado na conferência TERS VII (Apêndices B e C), os especialistas indicaram:

- (i) Há três possíveis trajetórias para o TERS: extensão para diferentes campos e amadurecimento para uma ferramenta analítica de rotina (visão otimista); crescimento com estabilização nos próximos anos (visão neutra); estabilização ou diminuição, e o TERS mantendo-se eminentemente uma ferramenta da academia ou de laboratórios nacionais (visão pessimista);
- (ii) Para especular sobre o futuro do TERS, deve-se comparar suas vantagens e desvantagens às das técnicas concorrentes. Embora a técnica de infravermelho em campo próximo, com feedback de AFM seja capaz de fornecer características moleculares na nanoescala em condições ambientes, tal como o TERS, este último é também eficiente em ambiente líquido, o que pode ser a principal vantagem competitiva. De toda forma, as espectroscopias Raman e infravermelho são complementares, ou seja, há moléculas ativas no Raman e inativas no infravermelho e vice-versa.
- (iii) Muitas das vantagens da microscopia eletrônica ainda não são possíveis no TERS, e estão relacionadas às principais desvantagens do último. São elas: pequena área de imageamento; tempo longo para realizar uma medida; impossibilidade de imagear por vídeo; aplicações ainda limitadas (os maiores aumentos são obtidos por configuração *gap-mode*<sup>37</sup>, o que requer amostras muito finas e exclui a maioria dos materiais biológicos); não existência de um método reprodutível e escalável

---

<sup>37</sup> O TERS em "*gap-mode*" se dá pelo acoplamento entre a sonda e um substrato metálico em que se deposita a amostra. O sinal Raman das moléculas localizadas entre o dipolo induzido na sonda e o dipolo induzido no substrato causa um aumento ainda maior do sinal Raman, quando a distância entre a sonda e a amostra é de poucas dezenas de nanômetros, e a geometria de iluminação e coleta do sistema TERS é direta ou lateral (STADLER; SCHMID; ZENOBI, 2012).

de sondas altamente eficientes para TERS, que estejam disponíveis comercialmente (que poderia eliminar a necessidade de configuração *gap-mode*); necessidade de um operador altamente qualificado devido à complexidade do instrumento; a técnica ainda requer estudos teóricos para melhorar o cálculo dos espectros, e, conseqüentemente, desenvolvimento em software de controle e análise.

- (iv) A comunidade atual de usuários TERS demanda instrumentos estáveis, que não sejam tão sensíveis a variações de temperatura, que atinjam a resolução sem a necessidade de medidas em vácuo, com possibilidade de imageamento rápido por meio de informação hiperespectral e que possam ser operados remotamente e com um mínimo de treinamento. Além de poder ser combinado a outras técnicas para possibilitar uma análise sistêmica da amostra. São citados: infravermelho, KPFM (*Kelvin probe force microscopy*, ou microscopia Kelvin, que mede a diferença de potencial entre a ponta do cantilever e a amostra) e até RMN na nanoescala. Um dos pontos críticos demandados é a sonda, que deve ser padronizada, para possibilitar medidas confiáveis de forma rotineira. Os instrumentos comerciais atuais ainda não atendem a essas demandas e são, muitas vezes, o acoplamento de sistemas SPM a sistemas Raman já existentes, ou seja, não são dedicados a TERS desde o projeto, o que contribui para que não explorem todo o potencial da técnica.
- (v) Para que o instrumento TERS chegue ao ambiente da indústria, além de todos os fatores já mencionados, é fundamental que tenha o nível de confiabilidade requerido pelo ambiente de produção, seja um dispositivo pequeno e compacto e, como já foi mencionado, de fácil operação.

Os pesquisadores apontaram, ainda, que os desenvolvimentos em TERS devem também atender ao que Baird e Shew denominam “*one-hour-photo lab*” (BAIRD; SHEW, 2004), analogia para a obtenção de resultados nos experimentos como a impressão rápida de uma foto, o que diferencia a microscopia eletrônica da microscopia de varredura por sonda. Primeiramente, os pesquisadores devem poder enviar amostras para um laboratório com a expectativa de receber resultados e imagens em curto tempo. Resultados úteis não devem depender apenas de o técnico a operar o TERS entender muito da amostra. Além disso, os técnicos não devem ter que saber muito sobre a operação do nanoscópio, ou seja, deve ser possível a eles produzir boas imagens por meio de um ajuste rotineiro do instrumento, feito com um

mínimo conhecimento dos princípios por trás da operação do nanoscópio TERS. Consequentemente, deve ser possível para qualquer pesquisador razoavelmente treinado colocar uma amostra no equipamento e ser capaz de obter resultados úteis sem treinamento ou experiência extensa no instrumento.

Portanto, uma vez conhecidas as limitações atuais do TERS, para uma trajetória futura bem sucedida, é necessário haver foco nas demandas-chave apontadas pelos usuários, e isso deve ser feito por atores da indústria. Até o momento, o desenvolvimento tem sido feito na academia e na cooperação academia e laboratórios nacionais, para levar a técnica ao seu limite, porém, em equipamentos de bancada, muitas vezes montados pelos próprios pesquisadores, a partir de equipamentos Raman ou SPM comerciais, e dispositivos fabricados nos próprios laboratórios. Entretanto, a academia continuará sendo fundamental para continuar gerando resultados a partir de perguntas científicas que o equipamento pode responder.

Por fim, um dos fatores responsáveis pela difusão de uma tecnologia de instrumentação científica é que ela se prove útil a resolver os problemas críticos em voga nas disciplinas ou áreas do conhecimento, além de fatores como usabilidade, facilidade de operação, prontidão na obtenção dos resultados, e acessórios para tratamento dos dados (tais como software de controle e análise). Acrescenta-se a esses fatores a possibilidade de se criar metodologias de padronização de medidas e materiais de referência que possam ser adotados em controle de qualidade de produtos. Uma vez estabelecidos os protocolos, eles podem ser inseridos em legislações de certificações e ensaios de qualidade, e incorporados aos processos de aferição da qualidade. No caso da nanotecnologia, os trabalhos nessa direção estão se desenvolvendo nos fóruns internacionais (ISO, por exemplo). Uma vez que, na fase de Nutrição, o TERS se prove uma ferramenta poderosa de caracterização para a escala nanométrica, ele será fundamental para aferir a qualidade dos produtos que incorporam a nanotecnologia e contribuirá para o estabelecimento da regulação deste setor.

#### **7.4 A posição do LabNS na trajetória do TERS**

Tendo localizado o TERS na sua fase de emergência, e inferido sobre os fatores influenciadores para uma provável trajetória futura bem sucedida, com base em um



esboço de *roadmap* para emergência em instrumentação científica em nano, esta seção analisa a posição do LabNS a partir das publicações em TERS de seus integrantes. Ressalta-se que nem todas as publicações em TERS do grupo aqui contabilizadas estão incluídas na base Scopus, discutidas na Seção 7.1.1, devido às limitações dos termos de busca, e devido ao fato de que aqui são também considerados artigos aceitos para publicação, ainda não efetivamente publicados.

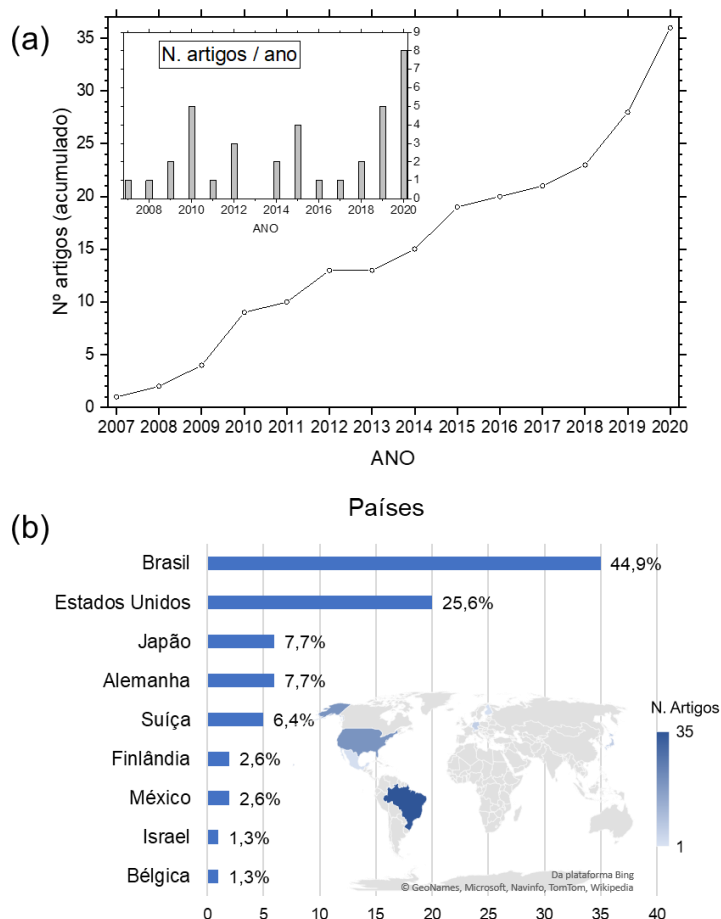
A Figura 48 (a) mostra a evolução dos 36 artigos em TERS de autoria do LabNS de 2007 a 2020<sup>38</sup>; média de 2,6 artigos por ano. Destacam-se os anos de 2010 e 2019, com cinco artigos cada, e 2020, com oito artigos até novembro. 2010 é o ano seguinte à prova de conceito. Os anos recentes (2019 e 2020) são influenciados pelos esforços do grupo na solução de questões de estabilidade do sistema, reprodutibilidade nas medidas, automatização de experimentos (softwares de controle), muitos desses desenvolvimentos resultados do projeto Codemge-Embrapiis. Além disso, o grupo tem se especializado na produção e uso das sondas PTTP, dispositivo que tem gerado resultados experimentais de alta qualidade, ou seja, com um aumento considerável do sinal Raman e da resolução espacial em condições ambiente. O grupo está otimizando as rotas de confecção das sondas PTTP para produção em larga escala e estudando melhorias incrementais na sua composição e geometria. Dentre as publicações dos dois anos recentes estão estudos experimentais e teóricos produzidos a partir da utilização desse dispositivo, e expansão das aplicações em grafeno, materiais bidimensionais e áreas de recente interesse científico, como a “twistrônica”.

Os grupos protagonistas das publicações Scopus em TERS estão nos Estados Unidos, Alemanha, Japão, China, Reino Unido, Suíça e França. O LabNS mantém colaboração com especialistas em TERS em todos esses países, já tendo publicações em coautoria com a maioria deles, exceto pela França e Reino Unido (Figura 48 (b)). Destacam-se os grupos do MIT, Universidade de Rochester e ETH. O principal parceiro nacional é o Inmetro, com 14 publicações em coautoria.

---

<sup>38</sup> Dos oito artigos contabilizados em 2020, um foi aceito para publicação, um está em processo de revisão por referee, e um já foi publicado, entretanto, na edição de janeiro-fevereiro de 2021.

Figura 48 - (a) Evolução no número de artigos TERS produzidos pelo LabNS (acumulado); no *inset*, o número absoluto; (b) participação percentual de países coautores nas publicações



Fonte: elaboração própria

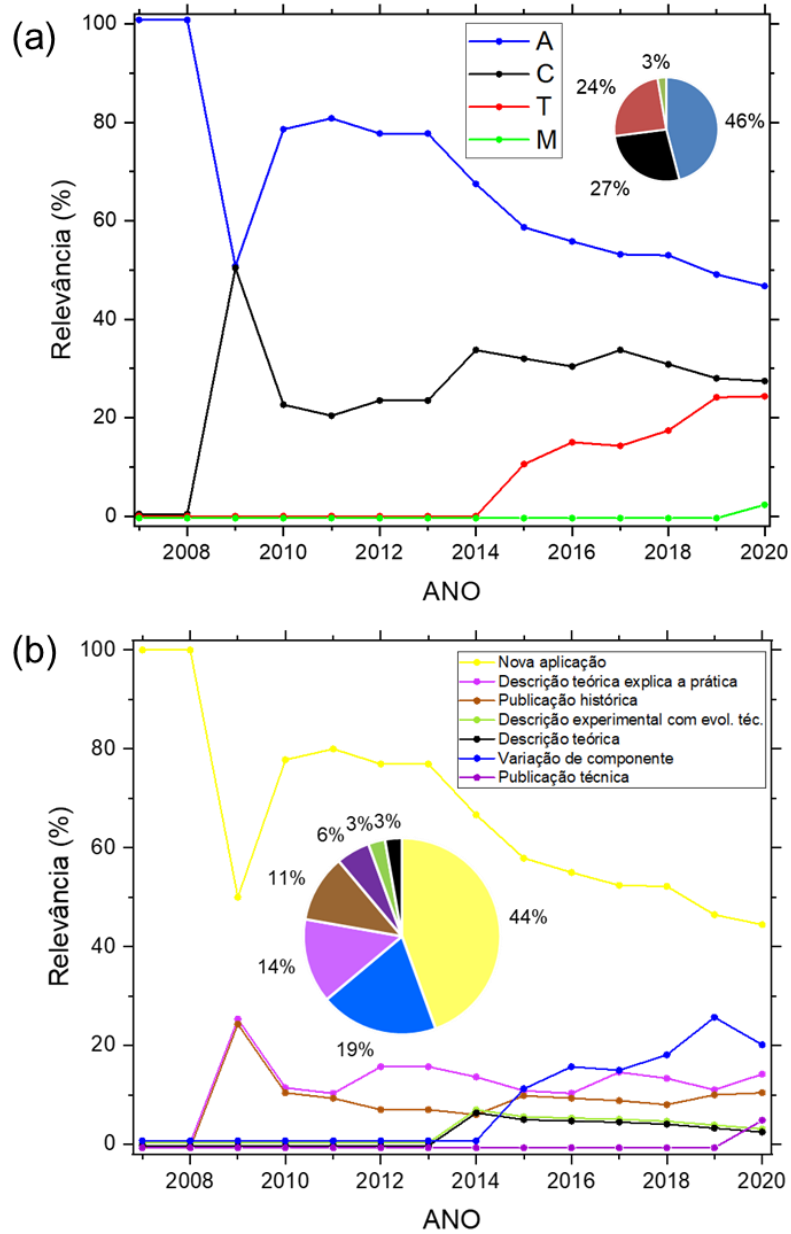
A Figura 49 mostra as categorias dos artigos de acordo com as lógicas STAM (a) e SID (b) de resultado. O grupo do LabNS direcionou suas pesquisas para o TERS a partir de sua especialização em espectroscopia Raman em nanomateriais de carbono. A grande potencialidade da utilização do TERS principalmente em nanotubos de carbono e grafeno, demonstrados experimentalmente a partir de 2003, atraiu os pesquisadores do LabNS nesta rota. Os primeiros artigos do grupo são dominados pela aplicação (Figura 49 (a)), até o ano da prova de conceito (2009), a partir do qual o LabNS começou a desenvolver ciência e fundamentos teóricos para o TERS. Em 2015, coincidente ao início da atual fase (Fase de concepção de spin-off, Quadro 3, Seção 3.3), artigos dominados pela aplicação deram lugar a artigos dominados pela

tecnologia, que passam a crescer em relevância percentual, aproximando-se de artigos em ciência do TERS nos últimos dois anos, com 27% e 24% de relevância para as categorias C e T, respectivamente. Uma revisão histórica, resultado desta tese, inaugurou a publicação com foco no mercado (categoria M), em que os autores discutem a trajetória mundial do TERS e como os eventos dominados pela aplicação identificados nos últimos anos poderão contribuir para a inserção desta tecnologia no mercado (COSTA; CANÇADO; JORIO, 2020). No total, a aplicação é preponderante (46% dos artigos); entretanto, é importante destacar que o laboratório está atuando nas quatro frentes, com tendência a desenvolver tecnologia nos últimos cinco anos (sistema completo para TERS e sondas de alta eficiência).

A vocação para as aplicações nos anos iniciais é traduzida pelo comportamento da relevância percentual das categorias SID de resultado (Figura 49 (b)). “Nova aplicação da técnica de instrumentação” é a categoria mais frequente (44%). Desde 2014, a categoria “variação de componente” passa a crescer ocupando o segundo lugar em relevância a partir de 2015, e atualmente com 19% de participação, traduzindo as melhorias incrementais em sondas e componentes, refletidas inclusive nas patentes internacionais concedidas e nos demais pedidos de patente. “Descrição teórica que explica a prática”, categoria típica dominada pela ciência, é a terceira colocada, com 14%. Portanto, o laboratório está atuando fortemente em desenvolver aplicações para TERS, melhorar os dispositivos, e estudar a ciência por trás dos resultados experimentais. Concomitantemente, está produzindo publicações históricas (11%) e técnicas (6%) em TERS. Foram identificadas, ainda, as categorias “descrição experimental com evolução técnica” e “descrição teórica”, ambas com 3% das publicações.

O LabNS tem atuado em sete das dez categorias encontradas no *roadmap* retrospectivo do TERS (seção 6.3). A variedade de temas em que o LabNS está atuando, refletida na variedade de categorias SID das publicações, tem potencial para se traduzir em diferencial competitivo com implicações importantes para a diversificação do portfólio de produtos e serviços e para a sustentabilidade da FabNS.

Figura 49 - Evolução % das categorias (a) STAM e (b) SID de resultado para os artigos TERS do LabNS; *insets*: participação absoluta

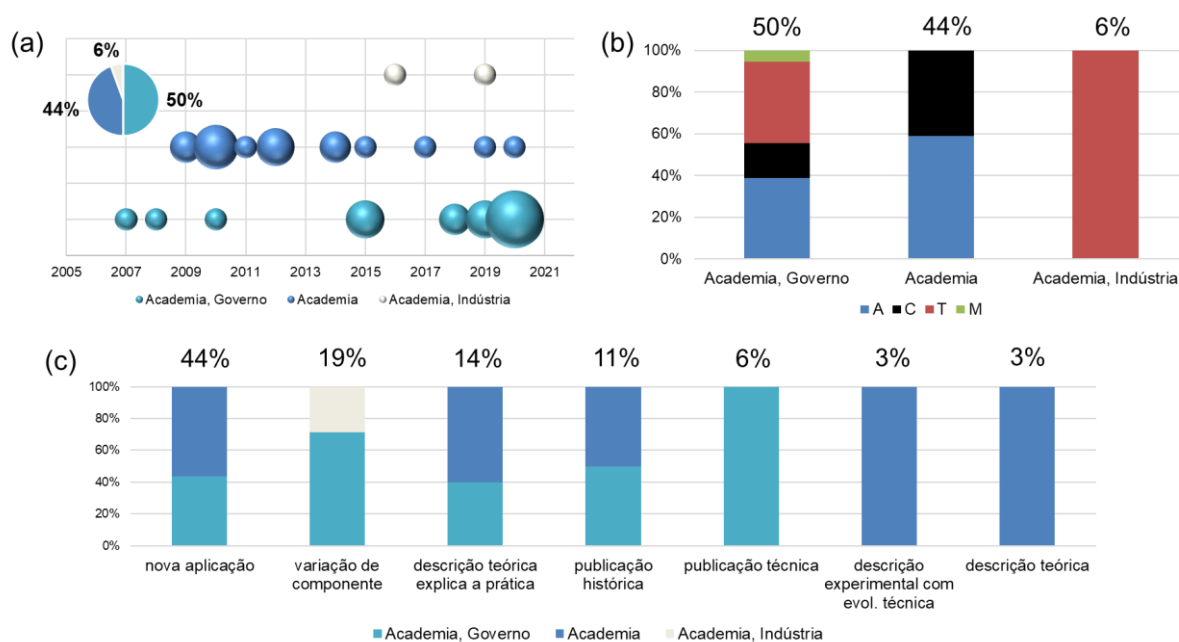


Fonte: elaboração própria

A Figura 50 mostra a participação institucional na história do TERS no LabNS, com dados agregados. Na maioria dos artigos (56%) há cooperação com outra instituição; 50% com o governo (Inmetro), no início e, mais acentuadamente, nos últimos anos da trajetória, e 6% com a indústria, em 2016 e 2019, coincidente com a terceira fase da

história do LabNS, de concepção de spin-off (Figura 50 (a) e *inset*). No restante dos artigos (44%), o único ator é a academia. Academia e Governo participam nas categorias C, T, A e M (Figura 50 (b)); academia sozinha desenvolve C e A; a cooperação com indústria acontece em artigos dominados pela tecnologia. A Figura 50 (c) mostra que academia e governo estão na maioria das categorias. Indústria participa apenas em “variação de componente”. Academia atua sozinha em “descrição experimental com evolução técnica” e “descrição teórica”. Ressalta-se que em apenas um artigo do grupo – um dos três artigos de revisão – não há coautoria com outra instituição. A média é de 6,5 autores por artigo.

Figura 50 - Participação institucional na história do TERS no LabNS; (a) mapa de ocorrência e participação percentual (*inset*); (b) distribuição categorias STAM por instituição ou arranjo institucional; (c) distribuição categorias SID por instituição ou arranjo institucional



Fonte: elaboração própria

Em suma, quando analisada pela metodologia adotada nesta tese, a produção do LabNS em TERS é feita principalmente em colaboração com o governo (Inmetro). Tendo iniciado por eventos dominados pela aplicação do TERS principalmente em nanomateriais de carbono, o grupo tem desenvolvido tecnologia e ciência em TERS, e agora está utilizando o nanoscópio em temas de fronteira (pesquisa em grafeno e

twistrônica, por exemplo). Nos últimos anos, os esforços para empreender se refletem na publicação dominada pelo mercado (M) em 2020. A diversidade de categorias SID mostra a atividade do laboratório em várias frentes. A posição do LabNS nas publicações em TERS na base Scopus, até 2020, corrobora seu protagonismo no assunto.

Neste capítulo foram apresentados os principais resultados extraídos das análises do TRM retrospectivo para o ME e o SPM e os aprendizados derivados. Após a localização do TERS na fase de emergência industrial (Capítulo 6), foram apontados indicativos de como sua trajetória futura poderá ser bem sucedida. A evolução do TERS no LabNS foi mapeada utilizando-se a mesma metodologia de construção de tabela de eventos. O LabNS tem produzido publicações científicas voltadas a várias categorias de resultado, principalmente “nova aplicação da técnica de instrumentação”, “variação de componente” e “descrição teórica que explica a prática”, atuando nas quatro categorias da lógica STAM (C, T, A e M) e foco em áreas identificadas como os gargalos para que a tecnologia dê um salto de difusão nos próximos anos. Por meio da criação da FabNS, o LabNS vem preencher a lacuna da participação da categoria M, que não foi revelada nos *roadmaps* retrospectivos do TERS (Seção 6.3). A FabNS representa a introdução da categoria “incorporação da técnica de instrumentação pela indústria” e o aumento do mix de categorias SID correspondentes. Conforme foi apontado, especial foco deve ser dado na intensificação da categoria “variação de componente” e no equilíbrio na relevância das categorias “nova aplicação” e “incorporação da técnica pela indústria”. Como spin-off acadêmica, e com o envolvimento do time de cientistas empreendedores do LabNS, a FabNS pode tornar mais efetiva a transferência da tecnologia ao mercado, em comparação a uma empresa já estabelecida.

## 8 CONSIDERAÇÕES FINAIS

*“That the history of science and increasingly the history of modern culture is indeed a history of instruments and their intelligent – and sometimes not so intelligent – use should be well known. We need to take notice.”  
(Davis Baird)*

Essa tese atingiu seu objetivo geral, de identificar os fatores, principalmente técnicos, influenciadores na trajetória de uma tecnologia de instrumentação científica da nanotecnologia em estágio inicial. Os resultados sugerem que os fatores técnicos influenciadores mais significativos são: (a) aperfeiçoamentos no instrumento, por meio de variação de componentes para a melhoria dos resultados das medidas experimentais; (b) utilização do instrumento em novas aplicações e, na mesma intensidade, desenvolvimento de produtos comerciais que viabilizem tais aplicações. A dinâmica das atividades direcionadas a esses dois fatores parece levar ao crescimento da demanda pelos instrumentos. Quanto aos fatores institucionais, a análise identificou a participação de todos os atores da tríplice hélice, com destaque para a academia, que desenvolve instrumentação científica motivada, principalmente, a responder seus questionamentos de pesquisa. Quanto à localização geográfica, Europa, Estados Unidos e Japão são protagonistas no desenvolvimento das três técnicas estudadas, com a China ganhando importância mais recentemente, a partir do final da primeira década dos anos 2000, além do destaque brasileiro em TERS.

A capacidade de desenvolver nova instrumentação científica internamente é fator estratégico para um país. Além da soberania científica, esta iniciativa fomenta o mercado interno de fornecedores especializados, forma recursos humanos qualificados, e agrega valor aos produtos nacionais, rompendo um ciclo vicioso de dependência externa em equipamentos de alta complexidade intensivos em ciência. Isto é ainda mais crítico para instrumentos da nanotecnologia, uma das áreas apontadas como protagonistas no próximo ciclo de crescimento econômico.

No Brasil, historicamente, trata-se a instrumentação predominantemente como sinônimo de reprodução do estado da técnica, a exemplo do incentivo à nacionalização de tecnologias já existentes, que produziram pouco ou nenhum resultado consistente de geração de inovação e criação de empresas e setores de

alta tecnologia em instrumentação. Talvez por esse motivo, o tema da instrumentação científica no país sofra certo descrédito, até mesmo da comunidade científica.

O desenvolvimento da microscopia eletrônica e da microscopia de varredura por sonda foi descrito, nessa tese, com base na estrutura de emergência industrial proposta por Phaal (PHAAL et al., 2011) e as devidas adaptações, apontando o protagonismo da academia, a forte influência de eventos dominados pela tecnologia e a importância das melhorias incrementais em dispositivos, prospecção de novas aplicações para a tecnologia, concomitante à viabilização de um instrumento comercial por empresas. A adaptação metodológica foi útil principalmente para explicar as fases iniciais de emergência (até o início da fase de Crescimento).

Os *roadmaps* retrospectivos (ME e SPM) foram resultado da sistematização de fontes secundárias diversas de informação para captar elementos técnicos que facilitam o desenvolvimento de instrumentação científica e sua disseminação. Para o TERS, optou-se por selecionar uma base de dados qualificada de artigos científicos como os eventos representativos de sua história recente.

A pesquisa apontou que, para se difundir, os instrumentos devem expandir seu rol de aplicações, o que de fato os levam da fase Embrionária para a fase de Nutrição, cuja dinâmica de retroalimentação leva à fase de Crescimento. A intensidade dessa retroalimentação indica que o setor ainda está dinâmico. Observou-se que a microscopia eletrônica ainda apresenta este dinamismo, mas o SPM pode ter já explorado seu rol de aplicações estabelecidas, uma vez que foi localizado na fase de Maturidade da emergência.

A adoção da técnica pela indústria, ou seja, a produção e venda de equipamentos de fronteira é essencial para a emergência industrial e o surgimento de um mercado de massa, descrito no terceiro caso de difusão apontado por Rosenberg (ROSENBERG, 1992), quando a indústria torna os instrumentos mais operáveis. Para tanto, a tecnologia deve criar demanda e se tornar economicamente viável e isto só ocorre quando as aplicações em mais áreas do conhecimento são viabilizadas.

Em relação ao TERS, há um forte indício de que esteja na transição da fase Nutrição, caminhando para a fase Crescimento, com a expansão das aplicações, que têm se tornado relevantes. Os desenvolvimentos de dispositivos, sistemas integrados e software devem então visar as aplicações da técnica para o maior número de áreas e



problemas possíveis, e rumar para uma técnica tipo “*one-hour photo lab*”, liderados pelo setor industrial em estreita colaboração com pesquisadores acadêmicos, que são os principais usuários e desenvolvedores. Os achados dessa pesquisa corroboraram o protagonismo da academia e a importância do envolvimento de todas as instituições da hélice tríplice no esforço conjunto do desenvolvimento tecnológico em um setor intensivo em ciência.

Assim, os esforços do LabNS no empreendimento para produção de instrumentação científica para TERS devem agregar o maior número de usuários potenciais que aportem necessidades de pesquisa e aplicações para moldar o desenvolvimento de um equipamento competitivo e que difunda o TERS e seu potencial para diferentes comunidades de usuários. Percebe-se que a trajetória do LabNS e da recém-criada FabNS tem priorizado as demandas identificadas: produção de sistema compacto para TERS (*hardware*), softwares de fronteira para controle e análise, desenho de rotas para produção reproduzível e em escala de sondas de alta eficiência, expansão das aplicações comprovadas por meio de publicações científicas para gerar credibilidade na comunidade de especialistas. Mais do que isso, a FabNS vem ocupar uma lacuna global de produção de sistemas dedicados à técnica TERS desde a gênese do projeto do produto.

- Contribuições

As contribuições desta tese podem ser assim sumarizadas:

- (i) Contribuições para o campo da instrumentação científica: revisão do tema da instrumentação científica; adaptação das categorias STAM ao problema da instrumentação; criação de rol de categorias SID que refletem a literatura em instrumentação científica; elucidação das trajetórias de desenvolvimento da ME, SPM e história recente do TERS; identificação de fatores influenciadores na trajetória de desenvolvimento de novos instrumentos científicos, apontando aspectos técnicos relevantes para novos empreendimentos nesta área, e identificação, ainda que não aprofundada, dos aspectos institucionais; proposição de uma correlação entre as categorias STAM e SID e sua localização predominante nas fases de emergência em instrumentação científica (mapa síntese, Figura 47);

- (ii) Contribuições para o campo do *roadmapping*: criação de uma adaptação não típica do *roadmapping* à estrutura de eventos, para sistematização de informação e entendimento de um novo problema (desenvolvimento de nova instrumentação científica em nanotecnologia) em um intervalo de tempo longo (no caso da ME, até um século); identificação da base Scopus como uma referência para a emergência em instrumentação científica, exceto pelas fases iniciais, quando se aplicou a metodologia qualitativa de análise de eventos aqui proposta;
- (iii) Implicações para políticas públicas: resgate do tema da instrumentação científica como estratégico para a autonomia científica e tecnológica do país; apontamentos para a necessidade de incentivo e investimento contínuo nesta área, levando em conta os papéis dos atores envolvidos e a necessidade de se estabelecer políticas direcionadas ao tema, concatenadas a outras políticas estratégicas; evidência da importância do investimento em pesquisa nacional – para ocupar a 13ª posição em publicações em microscopia eletrônica, foram importados aproximadamente US\$ 251 milhões em equipamentos entre os anos 2000 e 2016 (SESSA et al., 2020); no caso do TERS, o Brasil ocupa a 13ª posição em publicações com equipamento desenvolvido nacionalmente.

- Limitações

Os resultados refletem, antes de tudo, a base de dados escolhida para os eventos, e esta é uma limitação deste trabalho. Publicações relevantes em microscopia eletrônica, segundo lugar em frequência na lógica SID, e geralmente relacionadas a eventos C, podem ter influenciado a relevância destes no início da trajetória, em comparação a T. Para este instrumento, eventos dominados pela aplicação estão subrepresentados, pela opção de escolha da fonte secundária de dados. Já a referência para a tabela de eventos do STM abordou o contexto das empresas envolvidas no início do desenvolvimento da técnica e, conseqüentemente, a maior presença de eventos dominados pelo mercado (M). Para o TERS, a ausência de eventos M foi influenciada pela opção de se adotar somente artigos científicos na composição da base qualificada. A diversidade da natureza da referência principal da tabela de eventos igualmente limitou a análise entre-casos.

Embora a etapa de workshops do *roadmapping* tradicional não tenha sido utilizada, a adaptação aqui proposta gerou aprendizados tanto para a pesquisadora quanto para os especialistas, constituindo-se oportunidade para aprofundamento e reflexão das

características principais na história dessas técnicas. Em parte, o *survey* realizado com os participantes da conferência internacional TERS VII buscou preencher esta lacuna da pesquisa, tendo em conta as limitações de execução dos eventos de workshop.

Outras limitações são: o pequeno número de especialistas consultados para validação dos dados em cada técnica estudada; certo grau de arbitrariedade na atribuição das categorias que, apesar de minimizado pela validação, teve contribuição da não familiaridade dos especialistas com a natureza das categorias de resultado; a não utilização de documentos de patentes em bases tradicionais para uma análise aprofundada da relação com as publicações científicas, principalmente para o TERS; para citar algumas. Quanto às patentes, entretanto, uma vez que os principais depositantes estão na academia, conforme recente busca na base *Spacenet*, acredita-se que a maioria das tecnologias esteja contemplada na base qualificada de artigos científicos.

- Perspectivas

Quanto às perspectivas de pesquisa, estudos históricos em outras técnicas poderiam contribuir para refinar a metodologia aqui adaptada, e resultar em proposta de uma estrutura conceitual geral (camadas e perspectivas) de um *roadmap* de emergência em instrumentação científica da nanotecnologia. Exemplos de casos para estudo seriam as técnicas estabelecidas de difração de raios X e ressonância magnética nuclear, e outras mais recentes, da família da microscopia de campo próximo.

Outros desdobramentos possíveis são: (a) atualização das tabelas de eventos das três técnicas para monitoramento da trajetória tecnológica; (b) adaptação da metodologia para inclusão (criação de critérios de seleção, sistematização e análise) de dados de documentos de patente, no caso da trajetória futura do TERS, o que poderia contemplar aspectos de certa forma mais relacionados ao mercado; (c) análise de outros elementos da tabela de eventos (instituições protagonistas, autores protagonistas); (d) análise das relações entre os elementos, como por exemplo, a relação entre a natureza institucional e as políticas nacionais de incentivo a CT&I; (e) inclusão de outros fatores/camadas nos mapas, para contemplar aspectos de financiamento, interações institucionais, regulação, contexto político e econômico, e

derivar análises sobre maturidade do sistema de inovação regional/local e vocações tecnológicas.

Por fim, quanto às perspectivas estratégicas e de inovação, a capacidade tecnológica dominada pelo LabNS e parceiros, desde o estudo dos fundamentos do TERS até o produto, foi viabilizada pelo histórico de investimento público que culminou na recente criação da FabNS, que agora inicia sua estruturação. Aponta-se para a importância da continuidade de captação de financiamento para executar as fases vindouras e para os desafios que a spin-off enfrentará na transposição do chamado “vale da morte”, até que possa se consolidar como desenvolvedora de soluções de caracterização e manipulação de nanoestruturas. Ademais, a empresa vai gerar empregos de qualidade e absorverá parte dos recursos humanos já capacitados pelos projetos do LabNS dos últimos anos. O sucesso da spin-off a partir de agora será dependente não só da habilidade técnica e gerencial de sua equipe, para a inserção da empresa no mercado mundial, mas também de políticas nacionais que efetivamente deem suporte à complexa trajetória de comercialização de produto de alto valor agregado para aplicação na pesquisa, desenvolvimento e inovação em nanotecnologia.

## BIBLIOGRAFIA

- ABBOTT, A. Sequence Analysis: New Methods for Old Ideas. **Annual Review of Sociology**, v. 21, n. 1, p. 93–113, 1995.
- ABELL, P. Narrative Explanation: An Alternative to Variable-Centered Explanation? **Annual Review of Sociology**, v. 30, n. 1, p. 287–310, 2004.
- ALBUQUERQUE, E. D. M. E. Dinâmica das revoluções tecnológicas: mudança técnica, dinâmica industrial e transformações do capitalismo. In: RAPINI, M. S.; SILVA, L. A.; ALBUQUERQUE, E. D. M. E. (Eds.). . **Economia da ciência, tecnologia e inovação: fundamentos teóricos e a economia global**. Curitiba: Prisma, 2017. p. 39–64.
- ALENCAR, R. S.; RABELO, C.; VASCONCELOS, T. L. Probing Spatial Phonon Correlation Length in Post-Transition Metal Monochalcogenide GaS Using Tip-Enhanced Raman Spectroscopy. **Nano Letters**, v. 19, n. 10, p. 7357–7354, 2019.
- ALMEIDA, A. M. Instituto Butantan's first electron microscope. In: GRANATO, M.; LOURENÇO, M. C.; ORGS. (Eds.). . **Scientific Instruments in the History of Science: studies in transfer, use and preservation**. Rio de Janeiro: Museu de Astronomia e Ciências Afins, 2014. p. 173–184.
- ANDERSON, M. S. Locally enhanced Raman spectroscopy with an atomic force microscope. **Applied Physics Letters**, v. 76, n. 21, p. 3130–3132, 2000.
- ANDERSON, N. et al. Nanoscale vibrational analysis of single-walled carbon nanotubes. **Journal of the American Chemical Society**, v. 127, n. 8, p. 2533–2537, 2005.
- ANDERSON, N. et al. Subsurface raman imaging with nanoscale resolution. **Nano Letters**, v. 6, n. 4, p. 744–749, 2006.
- ANDERSON, N.; HARTSCHUH, A.; NOVOTNY, L. Chirality changes in carbon nanotubes studied with near-field Raman spectroscopy. **Nano Letters**, v. 7, n. 3, p. 577–582, 2007.
- ASH, E. A.; NICHOLLS, G. Super-resolution Aperture Scanning Microscope. **Nature**, v. 237, n. June 30, p. 510–512, 1972.
- BAAS, J. et al. Scopus as a curated, high-quality bibliometric data source for

academic research in quantitative science studies. **Quantitative Science Studies**, v. 1, n. 1, p. 377–386, 2020.

BAIRD, D.; SHEW, A. Probing the history of scanning tunneling microscopy. **Discovering the Nanoscale**, p. 145–156, 2004.

BARBOSA, T. C.; BAGATTOLLI, C.; INVERNIZZI, N. Política de inovação em nanotecnologia no Brasil: a trajetória dos instrumentos financeiros não reembolsáveis. **Revista Tecnologia e Sociedade**, v. 14, n. 31, p. 56–74, 2018.

BARBOZA, A. P. M. et al. Compression-Induced Modification of Boron Nitride Layers: A Conductive Two-Dimensional BN Compound. **ACS Nano**, v. 12, n. 6, p. 5866–5872, 2018.

BARKER, D.; SMITH, D. J. H. Technology foresight using roadmaps. **Long Range Planning**, v. 28, n. 2, p. 21–28, 1995.

BINNIG, G. et al. Surface studies by Scanning Tunneling Microscopy. **Physical Review Letters**, v. 49, n. 1, p. 57–61, 1982.

BINNIG, G.; QUATE, C. F.; GERBER, C. Atomic Force Microscope. **Physical Review Letters**, v. 56, n. 9, p. 930–933, 1986.

BITTENCOURT, P. F.; CÁRIA, S. A. F. Sistemas de Inovação: das raízes no século XIX à análise global contemporânea. In: RAPINI, M. S.; SILVA, L. A.; ALBUQUERQUE, E. D. M. E. (Eds.). . **Economia da ciência, tecnologia e inovação: fundamentos teóricos e a economia global**. 1a. ed. Campinas, SP: Editora Prismas, 2017. p. 331–370.

CARDOSO, C. F. Introdução: história e paradigmas rivais. In: CARDOSO, C. F.; VAINFAS, R.; (ORG.) (Eds.). . **Domínios da História: ensaios de teoria e metodologia**. 5ª ed. [s.l.] Editora Campus, 1997. p. 288.

CARVALHO, M. M.; FLEURY, A.; LOPES, A. P. An overview of the literature on technology roadmapping (TRM): Contributions and trends. **Technological Forecasting and Social Change**, v. 80, n. 7, p. 1418–1437, 2013.

CGEE. **Materiais Avançados**. Brasília: CGEE - Centro de Gestão e Estudos Estratégicos, 2010.

CGEE; SBF. **A Física e o desenvolvimento nacional**. Brasília: CGEE, 2012.

CHAVES, A. S. et al. **Física para um Brasil competitivo**. Brasília: CAPES, 2007.

COELHO, G. M. et al. Caminhos para o desenvolvimento em prospecção tecnológica: Technology Roadmapping—um olhar sobre formatos e processos. **Parcerias Estratégicas**, v. 10, n. 21, p. 199–234, 2010.

COSTA, M. D. D.; CANÇADO, L. G.; JORIO, A. Event chronology analysis of the historical development of tip-enhanced Raman spectroscopy. **Journal of Raman Spectroscopy**, v. accepted, p. 1–13, 2020.

COSTA, M. D. D.; JORIO, A. **Espectroscopia Raman com Aumento de Campo Local: categorização da técnica no campo da instrumentação**. Delfos 2017: Multidisciplinaridade em inovação - futuro de mestres e doutores. **Anais...Belo Horizonte: Even3, 2017** Disponível em:  
<<https://www.even3.com.br/anais/delfosufmg/73668-espectroscopia-raman-com-aumento-de-campo-local--categorizacao-da-tecnica-no-campo-da-instrumentacao/>>

COSTA, M. D. D.; SOUZA, M. L. P. **Descrição da trajetória de concepção de spin-off acadêmica de alta tecnologia em uma universidade brasileira**. Os 10 Anos do Mestrado Profissional em Inovação Tecnológica e Propriedade Intelectual da UFMG. **Anais...Belo Horizonte: UFMG, 2019**

CROMMIE, M. F.; LUTZ, C. P.; EIGLER, D. M. Confinement of Electrons to Quantum Corrals on a Metal Surface. **Science**, v. 262, n. October, p. 218–220, 1993.

DE ALCANTARA, D. P.; MARTENS, M. L. Technology Roadmapping (TRM): a systematic review of the literature focusing on models. **Technological Forecasting and Social Change**, v. 138, n. March, p. 127–138, 2019.

DE NEGRI, F.; SQUEFF, F. DE H. S. (ORG. ). **Sistemas Setoriais de Inovação e Infraestrutura de Pesquisa no Brasil**. Brasília: IPEA : FINEP : CNPq, 2016.

DE OLIVEIRA, M. G. et al. **Roadmapping: uma abordagem estratégica para o gerenciamento da inovação em produtos, serviços e tecnologias**. Rio de Janeiro: Elsevier, 2012.

DISSEL, M. C. et al. Value roadmapping: A structured approach for early stage technology investment decisions. **Portland International Conference on Management of Engineering and Technology**, v. 3, n. c, p. 1488–1495, 2006.

DOSI, G. Technological paradigms and technological trajectories. A suggested interpretation of the determinants and directions of technical change. **Research Policy**, v. 11, n. 3, p. 147–162, 1982.

DOSI, G. **Mudança técnica e transformação industrial: a teoria e uma explicação à indústria dos semicondutores**. Campinas: Unicamp, 2006.

EIGLER, D. M.; SCHWEIZER, E. K. Positioning single atoms with a scanning tunneling microscope. **Nature**, v. 344, p. 524–526, 1990.

ENGEL, M. et al. **Calibrating Tip-Enhanced Raman Microscopes** **US20190383854A1**USA, 2018.

ETZKOWITZ, H.; LEYDESDORFF, L. The dynamics of innovation: From National Systems and “mode 2” to a Triple Helix of university-industry-government relations. **Research Policy**, v. 29, n. 2, p. 109–123, 2000.

FERRARI, A. C. et al. Science and technology roadmap for graphene, related two-dimensional crystals, and hybrid systems. **Nanoscale**, v. 7, n. 11, p. 4598–4810, 2015.

FEYNMAN, R. P. **There is plenty of room at the bottom** **Engineering and Science**, 1960.

FIELD, J. V. What is scientific about a scientific instrument? **Nuncius**, v. 3, p. 3–26, 1988.

FORD, S. J. et al. Capturing past experience: The Expert Scan visual mapping process. **International Journal of Technology Intelligence and Planning**, v. 8, n. 1, p. 47–59, 2012.

FORD, S. J. et al. The industrial emergence of commercial inkjet printing. **European Journal of Innovation Management**, v. 17, n. 2, p. 126–143, 2014.

FORES, M. Price , Technology , and the Paper Model. **Technology and Culture**, v. 12, n. 4, p. 621–627, 1971.

FREITAS, J. S. **Eventos Críticos para a Formação de Centros Tecnológicos de Origem Acadêmica**. [s.l.] Universidade Federal de Minas Gerais, 2014.

FREITAS, J. S. et al. Adapting the roadmapping approach to science-intensive organizations: Lessons from a drug development program for neglected diseases.



**Journal of Engineering and Technology Management - JET-M**, v. 52, n. April 2016, p. 3–15, 2019.

FREITAS, V. L.; RANGEL, M. F. The trajectory of chromatography in Brazil: the case of the gas chromatograph. In: GRANATO, M.; LOURENÇO, M. C. (Eds.). . **Scientific Instruments in the History of Science: studies in transfer, use and preservation**. Rio de Janeiro: Museu de Astronomia e Ciências Afins, 2014. p. 161–172.

FURTADO, A. T. Tecnologia no setor de instrumentação biomédica. **Revista de Administração**, v. 28, n. 4, p. 117–125, 1993.

GADELHA, A. C. et al. Lattice dynamics localization in low-angle twisted bilayer graphene. **Nature**, v. 590, n. 18 February 2021, p. 405–409, 2021.

GALEMBECK, F. et al. Microscopia de sondas: uma caixa de ferramentas da nanotecnologia. **Ciência e Cultura**, v. 65, n. 3, p. 37–43, 2013.

GARCIA, M. L. **Introduction to Technology Roadmapping : The Semiconductor Industry Association ' s Technology Roadmapping Process Report SAND97-0666**. Albuquerque, NM: [s.n.].

GARCIA, M. L.; BRAY, O. H. **Fundamentals of Technology Roadmapping Report SAND97-0665**. Albuquerque, NM: [s.n.].

GARDNER, P. L. The relationship between technology and science: Some historical and philosophical reflections. Part I. **International Journal of Technology and Design Education**, v. 4, n. 2, p. 123–153, 1994.

GEUM, Y.; PARK, Y. The state-of-the-art of public-sector technology roadmaps: A taxonomical approach to energy technology roadmaps. **Science and Public Policy**, v. 40, n. 3, p. 327–339, 2013.

GIESSIBL, F. J.; QUATE, C. F. Exploring the nanoworld with atomic force microscopy. **Physics Today**, v. 59, n. 12, p. 44–50, 2006.

GIL, A. C. **Métodos e Técnicas de Pesquisa Social**. 6ª ed. ed. São Paulo: Editora Atlas S.A., 2008.

GRAGLIA, M. A. V. **As novas tecnologias e os mecanismos de impacto no trabalho**. [s.l.] Pontifícia Universidade Católica de São Paulo PUC-SP, 2018.

- GROENVELD, P. Roadmapping integrates business and technology. **Research-Technology Management**, v. 40, n. 5, p. 48–55, 1997.
- HAGEN, A. et al. Exponential decay lifetimes of excitons in individual single-walled carbon nanotubes. **Physical Review Letters**, v. 95, n. 19, p. 1–4, 2005.
- HAGUENAU, F. et al. Key events in the history of electron microscopy. **Microscopy and Microanalysis**, v. 9, n. 2, p. 96–138, 2003.
- HARTSCHUH, A.; ANDERSON, N.; NOVOTNY, L. Near-field Raman spectroscopy using a sharp metal tip. **Journal of Microscopy**, v. 210, n. 3, p. 234–240, 2003.
- HAYAZAWA, N. et al. Metallized tip amplification of near-field Raman scattering. **Optics Communications**, v. 183, n. 1, p. 333–336, 2000.
- HAYAZAWA, N. et al. Detection of an individual single-wall carbon nanotube by tip-enhanced near-field Raman spectroscopy. **Chemical Physics Letters**, v. 376, n. 1–2, p. 174–180, 2003.
- HEISE, D. R.; DURIG, A. A frame for organizational actions and macroactions. **Journal of Mathematical Sociology**, v. 22, n. 2, p. 95–123, 1997.
- HULLMANN, A. Who is winning the global nanorace? **Nature Nanotechnology**, v. 1, n. 2, p. 81–83, 2006.
- IHDE, D. The Historical-Ontological Priority of Technology over Science. In: DURBIN, P. T.; RAPP, F. (Eds.). . **Philosophy and Technology**. [s.l.] Springer, 1983. p. 235–252.
- IHDE, D. Instrumentation. In: MITCHAM, C. (Ed.). . **Encyclopedia of Science, Technology and Ethics**. [s.l.] Thomson Gale, 2005. p. 1027–1030.
- INDUSTRY CANADA. **Technology Roadmapping in Canada: A Development Guide**. [s.l.: s.n.].
- IRVINE, J. **Promoting innovation in scientific instruments: Some lessons for government policy** *Science and Public Policy*, 1991.
- JOHANSSON, L.-G. **Philosophy of Science for Scientists**. [s.l.] Springer International Publishing, 2016.
- JORIO, A. et al. Structural (n, m) determination of isolated single-wall carbon nanotubes by resonant Raman scattering. **Physical Review Letters**, v. 86, n. 6, p.

1118–1121, 2001.

JORIO, A. et al. Tip-Enhanced Spectroscopy and Imaging of Carbon Nanomaterials. In: **Handbook of Carbon Nanomaterials**. 1. ed. [s.l.] World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd, 2019. p. 175–221.

KARRAI, K.; GROBER, R. D. Piezoelectric tip-sample distance control for near field optical microscopes. **Applied Physics Letters**, v. 66, n. 14, p. 1842–1844, 1995.

KAWATA, S. Plasmonics for nanoimaging and nanospectroscopy. **Applied Spectroscopy**, v. 67, n. 2, p. 117–125, 2013.

KERR, C.; PHAAL, R. Technology roadmapping: Industrial roots, forgotten history and unknown origins. **Technological Forecasting and Social Change**, v. 155, n. February, p. 119967, 2020.

KHARINTSEV, S. S. et al. Atomic force and shear force based tip-enhanced Raman spectroscopy and. **Nanotechnology**, v. 18, p. 315502, 2007.

KULKARNI, S. K. **Nanotechnology : Principles and Practices**. 3rd. ed. New Delhi: Capital Publishing Company, 2015.

KUMAR, N. et al. Tip-enhanced Raman spectroscopy : principles and applications. **EPJ Techniques and Instrumentation**, v. 2, n. 9, p. 1–23, 2015.

LANGER, J. et al. Present and future of surface-enhanced Raman scattering. **ACS Nano**, v. 14, n. 1, p. 28–117, 2020.

LAUDAN, R. Natural Alliance or Forced Marriage? Changing Relations between the Histories of Science and Technology. **Technology and Culture**, v. 36, n. 2, p. S17, 1995.

LEWIS, A. et al. Development of a 500 Å spatial resolution light microscope. I. light is efficiently transmitted through  $\lambda/16$  diameter apertures. **Ultramicroscopy**, v. 13, n. 3, p. 227–231, 1984.

LI, J. The industrial application of advanced electron microscopy. **Jom**, v. 58, n. 3, p. 19, 2006.

LI, X. et al. Integrating bibliometrics and roadmapping methods: A case of dye-sensitized solar cell technology-based industry in China. **Technological Forecasting and Social Change**, v. 97, p. 205–222, 2015.

- LI, X. et al. Roadmapping for industrial emergence and innovation gaps to catch-up: A patent-based analysis of OLED industry in China. **International Journal of Technology Management**, v. 72, n. 1, p. 105–143, 2016.
- MACIEL, I. O. et al. Electron and phonon renormalization near charged defects in carbon nanotubes. **Nature Materials**, v. 7, n. 11, p. 878–883, 2008.
- MACPHERSON, A. D. Academic-industry linkages and small firm innovation: Evidence from the scientific instruments sector. **Entrepreneurship and Regional Development**, v. 10, n. 4, p. 261–276, 1998.
- MAINE, E. Scientist-Entrepreneurs as the Catalysts of Nanotechnology Commercialization. **Reviews in Nanoscience and Nanotechnology**, v. 2, n. 5, p. 1–8, 2014.
- MANKINS, J. C. **Technology readiness levels** Office of Space Access and Technology, NASA, , 1995. Disponível em: <[https://aiaa.kavi.com/apps/group\\_public/download.php/2212/TRLs\\_MankinsPaper\\_1995.pdf](https://aiaa.kavi.com/apps/group_public/download.php/2212/TRLs_MankinsPaper_1995.pdf)>
- MARCOVICH, A.; SHINN, T. How scientific research instruments change: A century of Nobel Prize physics instrumentation. **Social Science Information**, v. 56, n. 3, p. 348–374, 2017.
- MARTIN, H.; DAIM, T. Technology roadmapping through intelligence analysis: case of nanotechnology. **International Journal of Society Systems Science**, v. 1, n. 1, p. 49–66, 2008.
- MAXIMIANO, R. V. et al. Mechanism of near-field Raman enhancement in two-dimensional systems. **Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics**, v. 85, n. 23, p. 1–8, 2012.
- MODY, C. C. M. Corporations, universities, and instrumental communities: commercializing probe microscopy, 1981-1996. **Technology and Culture**, v. 47, n. 1, p. 56–80, 2006.
- MODY, C. C. M. **Instrumental community: probe microscopy and the path to nanotechnology**. Cambridge: The MIT Press, 2011.
- MULVANEY, P. Nanoscience vs nanotechnology-defining the field. **ACS Nano**, v. 9,

n. 3, p. 2215–2217, 2015.

NAHAPIET, J.; GOSHAL, S. Social Capital, Intellectual Capital, and the Organizational Advantage. **Academy of Management Review**, v. 23, n. 2, p. 242–266, 1998.

NETO, P. M. **Planejamento de novos produtos por intermédio do método Technology Roadmapping (TRM) em uma pequena empresa de base tecnológica do setor de internet móvel**. [s.l.] Universidade Federal de Minas Gerais, 2005.

NEVES, B. R. A.; VILELA, J. M. C.; ANDRADE, M. S. Microscopia de varredura por sonda mecânica: uma introdução. **Cerâmica**, v. 44, p. 212–219, 1998.

NOVOTNY, L. Chapter 5 The history of near-field optics. **Progress in Optics**, v. 50, p. 137–184, 2007.

NOVOTNY, L.; HECHT, B. **Principles of Nano-Optics**. 2nd. ed. [s.l.] Cambridge University Press, 2012.

NOVOTNY, L.; STRANICK, S. J. Near-Field Optical Microscopy and Spectroscopy With Pointed Probes. **Annual Review of Physical Chemistry**, v. 57, n. 1, p. 303–331, 2006.

OECD/EUROSTAT. **Oslo Manual 2018**. [s.l.: s.n.].

OLIVEIRA VALÉRIO, K. G. DE; SANCHES DA SILVA, C. E.; NEVES, S. M. Overview on the technology roadmapping (TRM) literature: gaps and perspectives. **Technology Analysis and Strategic Management**, v. 0, n. 0, p. 1–12, 2020.

PARK, H. et al. Twenty years of technology and strategic roadmapping research: A school of thought perspective. **Technological Forecasting and Social Change**, v. 154, n. February, p. 119965, 2020.

PARROT, P. et al. Past, present and future of atomic force microscopy in life sciences and medicine. **Journal of Molecular Recognition**, v. 20, p. 418–431, 2007.

PAVITT, K. Sectoral patterns of technical change: towards a taxonomy and a theory. **Research Policy**, v. 13, p. 343–373, 1984.

PEIXOTO, F. J. M. A política de inovação em nanotecnologia no Brasil em um

contexto de crescimento e crise. In: **Sustentabilidade socioambiental em um contexto de crise**. Rio de Janeiro: E-papers, 2015. p. 365–388.

PENNYCOOK, S. J. Fulfilling Feynman’s dream: “Make the electron microscope 100 times better” - Are we there yet? **MRS Bulletin**, v. 40, n. 1, p. 71–78, 2015.

PEREZ, C. Technological revolutions and techno-economic paradigms. **Cambridge Journal of Economics**, v. 34, n. 1, p. 185–202, 2009.

PEREZ, C.; SOETE, L. **Catching up in technology: entry barriers and windows of opportunity** *Technical change and economic theory*, 1988.

PETRICK, I. J.; ECHOLS, A. E. Technology roadmapping in review: A tool for making sustainable new product development decisions. **Technological Forecasting and Social Change**, v. 71, n. 1–2, p. 81–100, 2004.

PHAAL, R. et al. Customizing the Technology Roadmapping Approach. **Portland International Conference on Management of Engineering and Technology**, p. 361–369, 2003.

PHAAL, R. et al. Developing a Framework for Mapping Industrial Emergence. **Portland International Conference on Management of Engineering and Technology (PICMET)**, p. 428–440, 2009.

PHAAL, R. et al. A framework for mapping industrial emergence. **Technological Forecasting and Social Change**, v. 78, n. 2, p. 217–230, 2011.

PHAAL, R. **Public-Domain Roadmaps Database**. Disponível em: [http://www.ifm.eng.cam.ac.uk/uploads/Research/CTM/Roadmapping/public\\_domain\\_roadmaps.pdf](http://www.ifm.eng.cam.ac.uk/uploads/Research/CTM/Roadmapping/public_domain_roadmaps.pdf).

PHAAL, R.; FARRUKH, C. J. P.; PROBERT, D. R. Technology Roadmapping : Linking Technology Resources to Business Objectives. **Center for Technology Management, University of Cambridge**, p. 1–18, 2001.

PHAAL, R.; FARRUKH, C. J. P.; PROBERT, D. R. Technology roadmapping - A planning framework for evolution and revolution. **Technological Forecasting and Social Change**, v. 71, n. 1–2, p. 5–26, 2004a.

PHAAL, R.; FARRUKH, C. J. P.; PROBERT, D. R. Customizing roadmapping. **Research Technology Management**, v. 47, n. 2, p. 26–37, 2004b.

- PHAAL, R.; FARRUKH, C. J. P.; PROBERT, D. R. Strategic roadmapping: A workshop-based approach for identifying and exploring strategic issues and opportunities. **EMJ - Engineering Management Journal**, v. 19, n. 1, p. 3–12, 2007.
- PHAAL, R.; FARRUKH, C. J. P.; PROBERT, D. R. **Roadmapping for Strategy and Innovation: alligning technology and markets in a dynamic world**. [s.l.] University of Cambridge, Institute of Manufacturing, 2010.
- PHAAL, R.; MULLER, G. An architectural framework for roadmapping: Towards visual strategy. **Technological Forecasting and Social Change**, v. 76, n. 1, p. 39–49, 2009.
- PHAAL, R.; SIMONSE, L.; DEN OUDEN, E. Next generation roadmapping for innovation planning. **International Journal of Technology Intelligence and Planning**, v. 4, n. 2, p. 135–152, 2008.
- PLENTZ, F.; FAZZIO, A. Considerações sobre o Programa Brasileiro de Nanotecnologia. **Ciência e Cultura**, v. 65, n. 3, p. 23–27, 2013.
- POHL, D. W.; DENK, W.; LANZ, M. Optical stethoscopy: Image recording with resolution  $\lambda/20$ . **Applied Physics Letters**, v. 44, n. 7, p. 651–653, 1984.
- PROBERT, D. R. et al. Understanding and navigating industrial emergence. **Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture**, v. 227, n. 6, p. 781–793, 2013.
- PROBERT, D.; RADNOR, M. Frontier experiences from industry-academia consortia. **Research Technology Management**, v. 46, n. 2, p. 27–30, 2003.
- PURKAYASTHA, A. et al. Comparison of two article-level, field-independent citation metrics: Field-Weighted Citation Impact (FWCI) and Relative Citation Ratio (RCR). **Journal of Informetrics**, v. 13, n. 2, p. 635–642, 2019.
- RAMAN, C. V. A new radiation. **Indian J. Phys.**, v. 2, p. 387–398, 1928.
- REIS, J. C. **A história, entre a filosofia e a ciência**. São Paulo: Editora Ática, 1996.
- RIGGS, W.; VON HIPPEL, E. Incentives to innovate and the sources of innovation: the case of scientific instruments. **Research Policy**, v. 23, n. 4, p. 459–469, 1994.
- ROCO, M. C. Government nanotechnology funding: An international outlook. **Jom**, v. 54, n. 9, p. 22–23, 2002.

ROCO, M. C.; MIRKIN, C. A.; HERSAM, M. C. Nanotechnology research directions for societal needs in 2020: Summary of international study. **Journal of Nanoparticle Research**, v. 13, n. 3, p. 897–919, 2011.

ROSENBERG, N. Factors affecting the diffusion of technology. **Explorations in Economic History**, v. 10, n. 1, p. 3–33, 1972.

ROSENBERG, N. Scientific instrumentation and university research. **Research Policy**, v. 21, n. 4, p. 381–390, 1992.

ROSENBERG, N. Quão exógena é a ciência? In: **Por Dentro da Caixa Preta: tecnologia e economia**. Campinas, SP: Editora Unicamp, 2006. p. 215–241.

ROUTLEY, M. J. et al. Tools to assist with navigating industrial emergence. **5th European Conference on Management of Technology (EuroMOT)**, p. 404–419, 2011.

ROY, D.; WANG, J.; WELLAND, M. E. Nanoscale imaging of carbon nanotubes using tip enhanced Raman spectroscopy in reflection mode. **Faraday Discussions**, v. 132, p. 215–225, 2006.

RUSKA, E. The emergence of the electron microscope. **Journal of Ultrastructure and Molecular Structure Research**, v. 95, n. 1–3, p. 3–28, 1986.

SAITO, Y. et al. Polarization measurements in tip-enhanced Raman spectroscopy applied to single-walled carbon nanotubes. **Chemical Physics Letters**, v. 410, n. 1–3, p. 136–141, 2005.

SAITO, Y. et al. Vibrational Analysis of Organic Molecules Encapsulated in Carbon Nanotubes by Tip- Enhanced Raman Spectroscopy. **Japanese Journal of Applied Physics**, v. 45, n. 2, p. 9286–9289, 2006.

SCHECHNER, S. J. Instrumentation. In: MONTGOMERY, G. M.; LARGENT, M. A. (Eds.). **A Companion to the History of American Science**. 1. ed. [s.l.] John Wiley & Sons, Ltd., 2016. p. 408–419.

SESSA, C. B. et al. O Impacto Econômico do Financiamento da Ciência: um estudo de caso um bem de capital em nanotecnologia. **Economia Ensaios**, v. 35, n. 1, p. 332–359, 2020.

SHANE, S. Academic entrepreneurship: University spinoffs and wealth creation.



**Academic Entrepreneurship: University Spinoffs and Wealth Creation**, p. 1–335, 2004.

SHINN, T. **Scientific Instrumentation: history and sociology of** Pergamon, , 2001. (Nota técnica).

SIMOULIN, V. An instrument can hide many others: Or how multiple instruments grow into a polymorphic instrumentation. **Social Science Information**, v. 56, n. 3, p. 416–433, 2017.

STADLER, J.; SCHMID, T.; ZENOBI, R. Nanoscale chemical imaging of single-layer graphene. **ACS Nano**, v. 5, n. 10, p. 8442–8448, 2011.

STADLER, J.; SCHMID, T.; ZENOBI, R. Developments in and practical guidelines for tip-enhanced Raman spectroscopy. **Nanoscale**, v. 4, n. 6, p. 1856–1870, 2012.

STAL, E.; CERANTOLA, W. A. PADCT: uma avaliacao preliminar do subprograma de instrumentação. **Revista de Administração**, v. 24, n. 2, p. 83–93, 1989.

STINE, J. K.; GOOD, G. A. Government Funding of Scientific Instrumentation: A Review of U.S. Policy Debates since World War II. **Science, Technology, & Human Values**, v. 11, n. 3, p. 34–46, 1986.

STÖCKLE, R. M. et al. Nanoscale chemical analysis by tip-enhanced Raman spectroscopy. **Chemical Physics Letters**, v. 318, n. 1–3, p. 131–136, 2000.

SUAREZ, F. F. Battles for technological dominance: An integrative framework. **Research Policy**, v. 33, n. 2, p. 271–286, 2004.

SYNGE, E. H. Philosophical Magazine Series 7 XXXVIII . A suggested method for extending microscopic resolution into the ultra-microscopic region. **Philosophical Magazine**, n. 6:35, p. 356–362, 1928.

SZAPIRO, M.; MATTOS, M.; CASSIOLATO, J. E. Sistemas de Inovação e Desenvolvimento. In: RAPINI, M. S.; SILVA, L. A.; ALBUQUERQUE, E. D. M. E. (Eds.). . **Economia da ciência, tecnologia e inovação: fundamentos teóricos e a economia global**. 1a. ed. Campinas, SP: Editora Prismas, 2017. p. 371–412.

TAUB, L. On scientific instruments. **Studies in History and Philosophy of Science Part A**, v. 40, n. 4, p. 337–343, 2009.

TAUB, L. What is a scientific instrument, now ? **Journal of the History of**

**Collections**, v. 31, n. 3, p. 453–467, 2019.

UTTERBACK, J. **Dominando a dinâmica da inovação**. Rio de Janeiro: Qualitymark, 1996.

VAN HELDEN, A. The Birth of the Modern Scientific Instrument, 1550-1700. In: **The Uses of Science in the Age of Newton**. Berkeley and London: University of California Press, 1983. p. 49–84.

VAN HELDEN, A.; HANKINS, T. L. Introduction: Instruments in the History of Science. **Osiris**, v. 9, p. 1–6, 1994.

VANNIER, C. et al. Multifunctional microscope for far-field and tip-enhanced Raman spectroscopy. **Review of Scientific Instruments**, v. 77, n. 2, p. 023104, 2006.

VASCONCELOS, T. L. et al. Tuning Localized Surface Plasmon Resonance in Scanning Near-Field Optical Microscopy Probes. **ACS Nano**, v. 9, n. 6, p. 6297–6304, 2015.

VASCONCELOS, T. L. et al. Plasmon-Tunable Tip Pyramids: Monopole Nanoantennas for Near-Field Scanning Optical Microscopy. **Advanced Optical Materials**, v. 6, n. 20, p. 1–6, 2018.

VASCONCELOS, T. L. et al. Optical Nanoantennas for Tip-Enhanced Raman Spectroscopy. **IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics**, v. 27, n. 1, p. 1–12, 2021.

VATANANAN, R. S.; GERDSRI, N. The current state of technology roadmapping (trm) research and practice. **International Journal of Innovation and Technology Management**, v. 9, n. 4, p. 1–20, 2012.

VON HIPPEL, E. **The sources of innovation**. New York: Oxford University Press, 1988.

WARNER, D. J. **What is a scientific instrument, when did it become one, and why?** **The British Journal for the History of Science**, 1990.

WICKRAMASINGHE, H. K. Scanning probe microscopy: Current status and future trends. **Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films**, v. 8, n. 1, p. 363–368, 1990.

WICKRAMASINGHE, H. K. Progress in scanning probe microscopy. **Acta Materialia**,

v. 48, n. 1, p. 347–358, 2000.

WILLYARD, C. H.; MCCLEES, C. W. Motorola ' s Technology Roadmap process. **Research Management**, v. 30, n. 5, p. 13–19, 1987.

WINKOWSKI, C. Technology development roadmaps: A bibliometric analysis of scientific literature. **European Research Studies Journal**, v. 23, n. 2, p. 694–713, 2020.

WIPO. **World Intellectual Property Indicators 2019**. Geneva: WIPO, 2019.

WONGLIMPIYARAT, J. The nano-revolution of Schumpeter's Kondratieff cycle. **Technovation**, v. 25, n. 11, p. 1349–1354, 2005.

YANO, T. A.; INOUE, Y.; KAWATA, S. Nanoscale uniaxial pressure effect of a carbon nanotube bundle on tip-enhanced near-field Raman spectra. **Nano Letters**, v. 6, n. 6, p. 1269–1273, 2006.

YASUNAGA, Y.; WATANABE, M.; KORENAGA, M. Application of technology roadmaps to governmental innovation policy for promoting technology convergence. **Technological Forecasting and Social Change**, v. 76, n. 1, p. 61–79, 2009.

YIN, R. K. **Estudo de caso: planejamento e métodos**. 2<sup>a</sup> ed. ed. Porto Alegre: Bookman, 2001.

ZHU, J.; LIU, W. A tale of two databases: the use of Web of Science and Scopus in academic papers. **Scientometrics**, v. 123, n. 1, p. 321–335, 2020.

## **APÊNDICE A – Dados de importação de equipamentos por agências de fomento brasileiras**

Para analisar os instrumentos adquiridos externamente para a ciência no Brasil, foram solicitados dados de importação em equipamentos e material permanente nas seguintes agências de fomento: CNPq, FINEP, FAPESP, FAPEMIG e FUNDEP. As solicitações para CNPq, FINEP e FAPESP foram realizadas por meio do Portal e-SIC<sup>39</sup>, do Sistema Eletrônico do Serviço de Informações ao Cidadão, com base na Lei de Acesso a Informação, a Lei nº 12.527, de 18 de novembro de 2011. As solicitações para FAPEMIG e FUNDEP foram realizadas por contato via e-mail. Das agências pesquisadas, somente o CNPq, a FINEP e a FUNDEP possuíam dados sistematizados de importação disponíveis.

Os dados repassados pela FUNDEP referem-se ao total importado efetivamente pela Fundação entre os anos de 2010 e 2017, separados por data, item, número do projeto e valor, além de outros detalhes. A FINEP tem disponíveis eletronicamente as mesmas informações separadas, entre os anos de 2007 e 2016, entretanto relacionadas a projetos aprovados, mas não efetivamente executados, uma vez que a prestação de contas da agência, até a data da pesquisa, ainda era feita em papel.

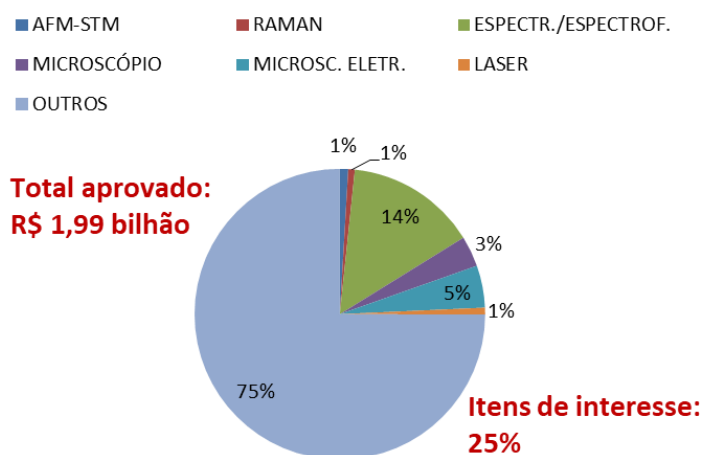
Os dados repassados pela FUNDEP e pela FINEP foram analisados da seguinte forma: do total declarado pelas agências como item de importação, foram separados itens de interesse relacionados às tecnologias desenvolvidas pelo laboratório ou relacionadas a nanotecnologia. São elas instrumentos para: AFM ou STM; espectrômetros Raman; espectrômetros ou espectrofotômetros (exceto Raman); microscópios (exceto eletrônicos); microscópios eletrônicos, lasers. Foi então contabilizado (em R\$) o total importado (ou aprovado para importação, no caso da FINEP) e o referente a cada item de interesse, em termos percentuais. A Figura 51 mostra o total importado ou aprovado, para cada agência e a distribuição percentual por item de interesse.

---

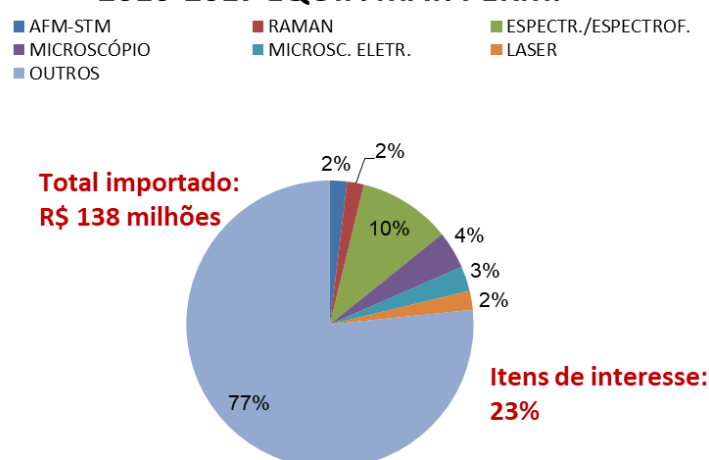
<sup>39</sup> Disponível em: <https://esic.cgu.gov.br>; data de acesso: 10 agosto 2017.

Figura 51 - Distribuição percentual de itens importados: (a) aprovados em projetos FINEP entre 2007 e 2016; e (b) importados por projetos FUNDEP entre 2010 e 2017.

a) **TOTAL APROVADO IMPORTAÇÃO  
PROJETOS FINEP 2007-2016**



b) **TOTAL IMPORTADO FUNDEP  
2010-2017 EQUIP. MAT. PERM.**



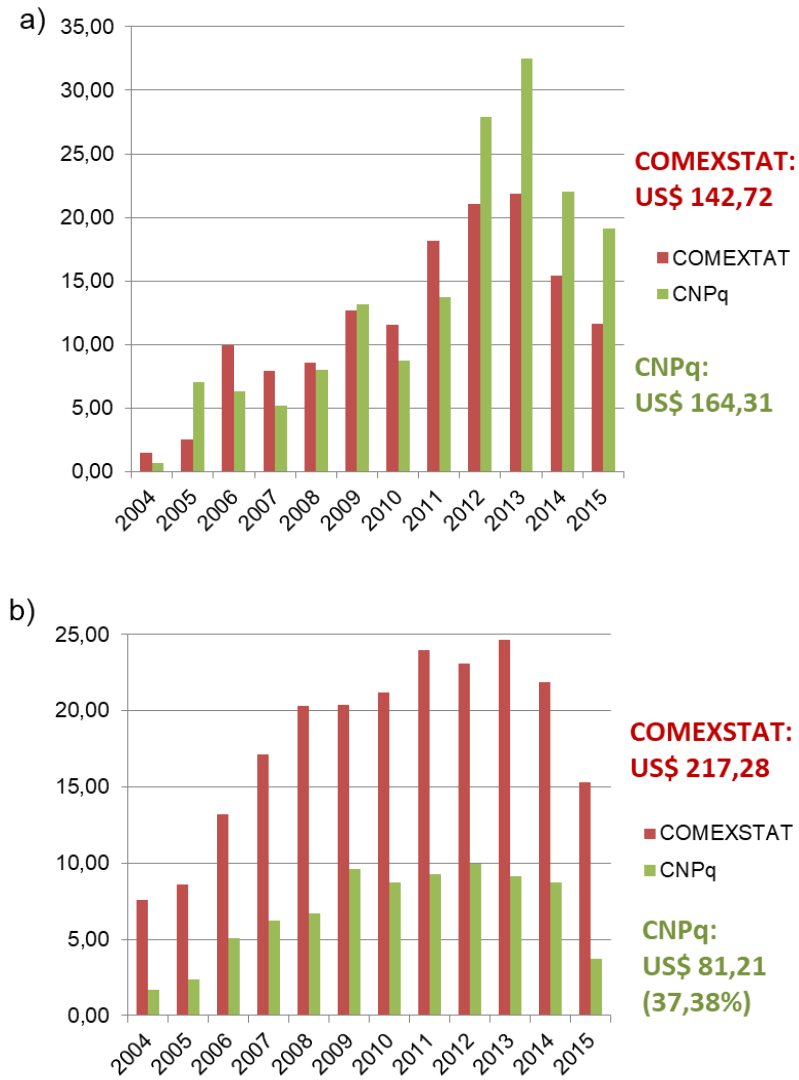
Fonte: elaboração própria

Do total aprovado pela FINEP para importação entre 2007 e 2016 (R\$ 1,99 bilhão), 25% corresponde a itens relacionados a tecnologias desenvolvidas pelo LabNS ou à nanotecnologia. No caso da FUNDEP, do total importando entre 2010 e 2017 (R\$ 138 milhões), 23% são itens relacionados a tecnologias desenvolvidas no LabNS ou a nanotecnologia.

O CNPq é o órgão responsável pelo credenciamento das instituições que realizam pesquisa científica e tecnológica beneficiados pela Lei nº 8.010, de 29 de março de 1990, que isenta, dos impostos de importação e sobre produtos industrializados e do adicional ao frete para renovação da marinha mercante, as importações de máquinas, equipamentos, aparelhos e instrumentos destinados à pesquisa científica e tecnológica, a chamada Lei do Importa Fácil. A contabilização dos dados repassados por essa agência permite analisar, do total importado pelo país, o que foi direcionado à ciência, uma vez que tais dados também guardam a informação da NCM. Para o período entre 2004 e 2015 (informações compiladas e enviadas pelo CNPq), foram selecionados alguns itens de instrumentação científica, para os quais foram somados os totais importados por ano. Esses foram plotados juntamente aos dados disponíveis no COMEXTAT (Seção 3.2, Figura 5), para microscópios eletrônicos, espectrofotômetros, lasers (exceto diodos laser), espectrômetros de massa e espectrômetros de raios X.

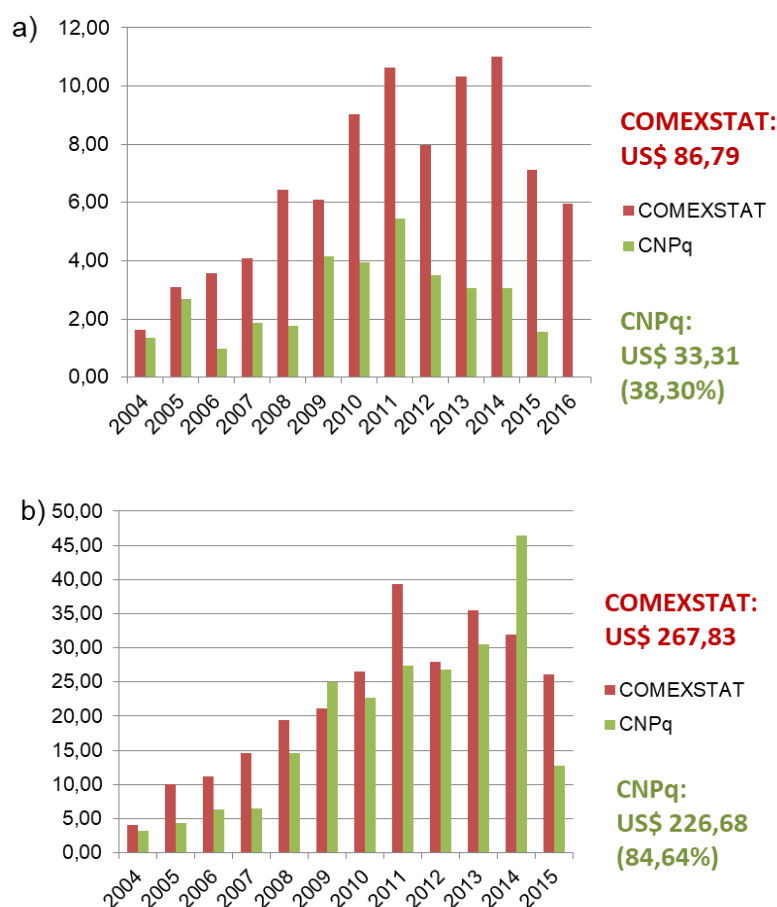
A análise do total importado em dólares para os itens das Figuras 52, 53 e 54 aponta inconsistências. Na Figura 52 (a), o total importado em microscópios eletrônicos por este órgão foi superior ao total nacional. De fato, ao examinar os itens aos quais foram atribuídos a NCM 9012.1010 na planilha do CNPq, estão equipamentos tais como AFM e STM, originalmente não pertencentes a esta classificação. A Figura 52 (b) mostra que, dos US\$ 217,28 milhões em espectrofotômetros importados pelo Brasil no período analisado, 37,38% foi direcionado às instituições de pesquisa. Analogamente, a Figura 53 (a) revela um total de 38,30% em lasers (exceto diodos laser) e a Figura 53 (b), 84,64% em espectrômetros de massa importados para a pesquisa. De acordo com a Figura 54, 31,35% do total dos espectrômetros e espectrógrafos de raios X importados foram para a pesquisa, no período analisado.

Figura 52 - Total importado (em US\$ 1 milhão) de (a) microscópios eletrônicos (NCM: 9012.10.10) e (b) espectrofotômetros (NCM: 9027.3020) pelo Brasil (vermelho) e pelo CNPq (verde), período: 2004-2015.



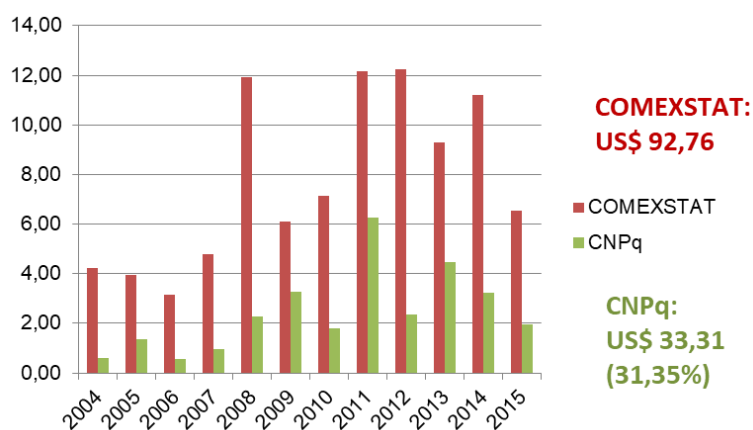
Fonte: elaboração própria

Figura 53 - Total importado (em US\$ 1 milhão) de (a) lasers exceto diodos laser (NCM: 9013.20.00) e (b) espectrômetros de massa (NCM: 9027.80.20) pelo Brasil (vermelho) e pelo CNPq (verde), período: 2004-2015.



Fonte: elaboração própria

Figura 54 - Total importado (em US\$ 1 milhão) de espectrômetros e espectrógrafos de raios X (NCM: 9022.19.10) pelo Brasil (vermelho) e pelo CNPq (verde), período: 2004-2015.



Fonte: elaboração própria



A partir destes resultados podem ser feitas as seguintes considerações: (a) instrumentos científicos relacionados à microscopia e espectroscopia óptica representam em torno de  $\frac{1}{4}$  do total importado por agências de fomento; (b) instrumentos mais complexos, tais como espectrômetros de massa (84,64% do total importado) e mesmo microscópios eletrônicos, tendem a ser destinados em maior volume aos institutos de pesquisa; (c) instrumentos mais simples e mais difundidos são destinados também a outros setores (industrial, por exemplo), como é o caso dos espectrômetros, lasers e espectrômetros e espectrógrafos de raios X.

Particularmente, podem ser apontadas algumas inconsistências nos dados em anos específicos. Para os anos de 2005, 2009 e de 2012 a 2015, a importação de microscópios eletrônicos pelo CNPq foi maior que para o Brasil (Figura 52 (a)). Nos anos de 2009 e 2014, a importação de espectrômetros de massa pelo CNPq também superou as importações totais nacionais (Figura 53(b)).

Ainda que a Lei de Acesso à Informação permita um mecanismo de obtenção dos dados das agências de fomento, nem todas elas possuem processos para sistematização e organização de tais dados, tampouco dados homogêneos. Até o momento, o processo de prestação de contas na FINEP é feito em papel, não sendo possível obter a informação do que efetivamente foi importado (executado) por meio dos projetos financiados por esta agência, a não ser presencialmente. A FUNDEP mantém as informações organizadas desde 2010. Por carregar a NCM, o CNPq fornece uma fonte rica de dados para serem analisados e de fácil manipulação, sendo aqui apresentada apenas uma vertente de análise. Entretanto, inconsistências de atribuições da NCM, cujo motivo é difícil de ser identificado, impossibilitam uma análise mais acurada das importações para a ciência no Brasil. Uma das explicações pode estar nas sucessivas mudanças na empresa terceirizada para fornecimento de serviços de informática no CNPq, que não possuía, até esta consulta, uma uniformidade de processos para extrair os dados de importação. Embora solicitada pessoalmente à Coordenação de Importação do CNPq, a autora não obteve retorno sobre a solicitação de revisão dos dados até a escrita deste trabalho.

## APÊNDICE B – Questionário online aplicado aos participantes da Conferência Internacional TERS VII

### SURVEY FOR TERS VII

Note: The goal of this survey is to get your personal perspective on the main issues in the development of TERS technique so far, with insights for its future. It has six (6) open questions and it will take about 15 minutes of your time.

Profile identification:

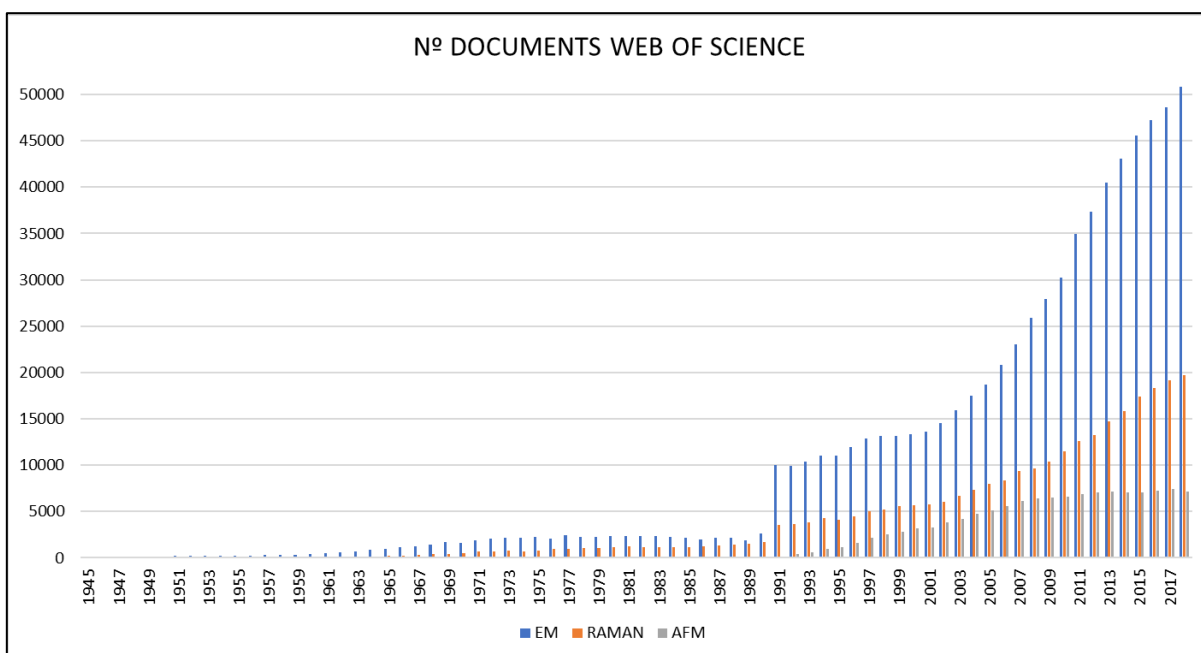
Affiliation: ( ) academy; ( ) national laboratory; ( ) industry; ( ) other. Which?

Country: \_\_\_\_\_

Years of experience in your field: ( ) 1-5; ( ) 6-10; ( ) 11-15; ( ) more than 16.

#### Questions:

- 1) The graph below shows the evolution in the number of documents with time, at the Web of Science database, for three nanotechnology instrumentation techniques: electron microscopy (EM), Raman spectroscopy (RAMAN) and atomic force microscopy (AFM). What do you think it will be the evolution of TERS research papers in the next decades? Do you think it will raise as for the electron microscopy and Raman spectroscopy, or it will stabilize like AFM? Do you think it will reach the same levels of total number of papers? Please provide arguments to base your belief.



- 2) Konrad Zuse invented the computer, back in 1936. When Zuse tried to sell it to the German government four years later, as a high-speed machine specifically for code cracking, it was dismissed as not interesting and irrelevant to the war effort. Less than 50 years later, the computer was responsible for a fully new worldwide economic cycle. Recent studies states that the next big economic cycle will be dominated by the nano, bio, environment and energy related technologies. Do you think this new economic cycle will boost TERS? Please provide arguments to base your belief.
- 3) What are the main limitations for TERS to be widespread as a nano-characterization and nano-manipulation technique? Can these limitations be overcome?
- 4) How would you describe technically: (a) the ideal TERS equipment; (b) the minimal TERS equipment; (c) a common-sense but impracticable TERS equipment?

- 5) What do you think it will be the main technical developments for TERS in the next ten years?
- 6) What do you think it will be the main scientific and industrial applications for TERS in the next ten years?

Thank you very much for your contribution.

## APÊNDICE C – Resumo das respostas do questionário online aplicado aos participantes da Conferência Internacional TERS VII (Apêndice B)

### Summary of Panel Discussion from TERS 7 (Bin Ren, Xiamen University, China / Dec. 2019)

The first paper of tip-enhanced Raman spectroscopy (TERS) was submitted on Dec. 10, 1999 and Dec. 10 2019, the open date of Dec. 10, of 7<sup>th</sup> tip-enhanced Raman spectroscopy (TERS7) is right the 20's anniversary of TERS.

Based on annual publications, interest in TERS has increased at an accelerating pace since its inception. One of the drivers of this has been 2D materials, which are an ideal sample for characterization by TERS. Fundamental research has also flourished with the aid of TERS, as demonstrated by the recent developments in pico-science. While there is no doubt that such experiments will continue to yield exciting results, there are potentially many directions for TERS that have not been fully explored.

From the trends shown in Figure 1, we can see that TERS development essentially follows the same trend as Raman spectroscopy, and is in a much smaller pace than the electron microscopy. In the 20<sup>th</sup> anniversary of TERS, it is timely to have an in-depth discussion on the current status and future development of TERS and related fields and to know the future trends of TERS.

The panel discussion focused on the advantages, key challenges and future directions of TERS in industry and on developments in instrumentation that could expand the application of TERS to other kinds of systems.

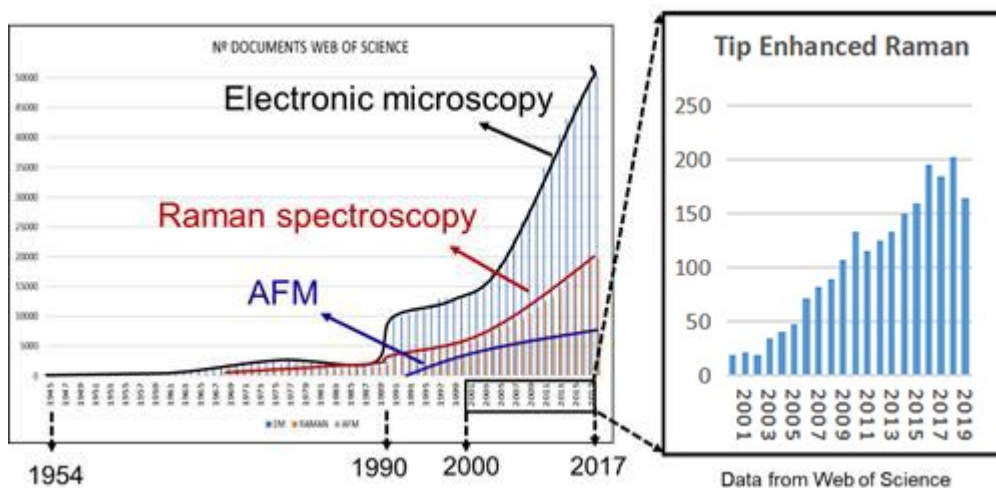


Figure 1. Recent publications related relevant techniques to TERS.

Up to now, there are three types of opinions in the TERS community:

1. Optimistic: in the category, researchers believe TERS will surge up and extend into different fields. Optimistic: with the mature of TERS technique. It will mature into a routine analytical tool.
2. Neutral: The number of TERS papers will still grow but it will soon stabilize.

3. Pessimistic: No breakthrough is possible. TERS will remain as a special laboratory tool.

In order to predict the future opportunity, it is necessary to carefully analyze the key advantages and disadvantages of TERS.

The key advantages of TERS are:

1. TERS can provide molecular fingerprint features with nanoscale spatial resolution under ambient condition. This advantage is shared by AFM-IR.
2. TERS is the only nanospectroscopy capable of working in liquid in addition to other working condition of vacuum and air. This is unique advantage. This field could be the strength of TERS in the near future as compared with other techniques.

The disadvantages are as obviously as its advantages:

1. TERS can only analyze small area and the imaging time is usually long. There are still a lot of obstacles to be overcome in order to achieve a video-rate nanoscale imaging or large area imaging.
2. The applications of TERS is still very limited. The key challenge that TERS currently faces is the difficulty of reliably making tips with high enhancement factors. Because of this, many laboratories must perform TERS measurements using a gap mode configuration, which restricts them to studies of thin materials that can be attached to a coinage metal. This restriction is particularly problematic for biological samples, which can be thicker than the ideal gap size and may not adsorb well on coinage metals. Thus, a reliable and accessible way to make tips with high enhancement factors would open more avenues for many laboratories.
3. Although after 20 years development, the tip is still the bottleneck limiting the development of TERS. Tip is the dominating player determining the TERS enhancement. Although there are some commercial TERS tips available, the tip reproducibility is yet to be improved and the price is yet to be reduced to stimulate the development of TERS.
4. TERS is a combination of scanning probe microscope with the Raman spectroscopy. The former is a high sensible tool and can be easily interfered by any external noise and vibration. The latter need to have a simple optical path to ensure a high sensitivity. It is necessary to have a careful design of the instrument to maintain the so-called atomic spatial resolution of SPM while performing TERS measurement, which is not achievable in any commercial TERS instrument.
5. Also because of the above point, TERS is very complicated to operate, especially in atomic force microscopy mode. There are too many parameters to be optimized in order to characterize a new type of sample. The key to TERS measurement is to keep the tip apex sufficiently close to the substrate. However, this distance can not be easily and strictly obtained.
6. Also because of above, TERS requires a very experienced SPM user to obtain reliable result. Up to now, quite some TERS reports in the literature may suffer from the tip contamination problem, i.e., sample was picked up by the tip. Therefore, the signal obtained in these studies can only be considered as tip-SERS not TERS.

7. TERS is currently not very quantitative, due to the difficulty of calculating TERS spectra. However, the level of theoretical work on TERS will improve, and more reliable calculations may become possible within the next 2-3 years.

From above analysis, one may realize that the key competitor to TERS is the AFM IR. Therefore, it is worthwhile to analyze the AFM IR in order to have a better understanding of the advantages of TERS. From the point of view of industry, IR and Raman methods provide similar information for many kinds of samples. In such cases, companies prefer the technique that provides results most easily, and IR has an advantage over TERS in this respect. With less effort, it is now possible to achieve 6 nm spatial resolution using near-field IR microscopy, which is near the spatial resolution achievable with TERS. However, there are some areas where TERS provides better information than IR.

1. TERS has an order of magnitude higher spatial resolution at ultralow temperature and ultrahigh vacuum.
2. IR is ineffective for studying samples in water. This point is especially important as users are increasingly interested in studying biological and physiological systems, where water is unavoidable.
3. Routine TERS measurements can be performed with simple diode lasers, whereas IR requires quantum cascade lasers, which are currently more expensive.
4. TERS is already being applied to map the strain in materials, because high resolution measurements of materials are necessary for analyzing failure in small devices (e.g., 7 nm).

According to the above analysis, we may rationalize what a perfect TERS system will be:

1. It should have a minimal thermal drift and very good stability
2. It can easily provide atomic spatial resolution under the ambient condition, instead of ultralow temperature and ultrahigh vacuum.
3. It can perform spectral imaging at the video rate to provide hyperspectral information over the interested areas, allowing for extracting chemical specificity.
4. It will be idea if the fs time resolution can be achievement so that the carriers transport can be studied in real space.
5. More advanced TERS system should be able to be operated with minimal training. With the further integration of automation, it is ideal if the TERS measurement can be performed remotely.
6. In the future, using the TERS signal alone is not sufficient to obtain a full picture of a system. It is therefore importance to combine TERS with other techniques, including the IR, KPFM and even nanoscale NMR.
7. To have TERS tips that can be used reliably and routinely.

After analyzing the advantage of TERS, we may propose the future fields of strength for TERS.

1. The most important is to develop non-coupling mode TERS. Only with this feature, can TERS be used for the following applications of strength.
2. In situ, in situ and in operando analyses in liquid phase are the key application field of TERS.

3. The application in polymers and biomolecules
4. The application in 2D materials, sensors, molecular electronics, and semiconductor industries. 2D materials are the sweetest materials for TERS, which can be investigated in both coupling and non-coupling modes.

The following points need to be considered if we would like to push TERS to industrial applications.

1. It should pass the reliability test required by industry.
2. It should be easy to operate so that even inexperienced users can operate it.
3. Finally, the use of TERS should not be restricted to its current form of measurement and an entire TERS apparatus could potentially fit in a pocket-sized device.

These kinds of considerations remind us that TERS is still a developing technique that may evolve in ways we have not even considered.

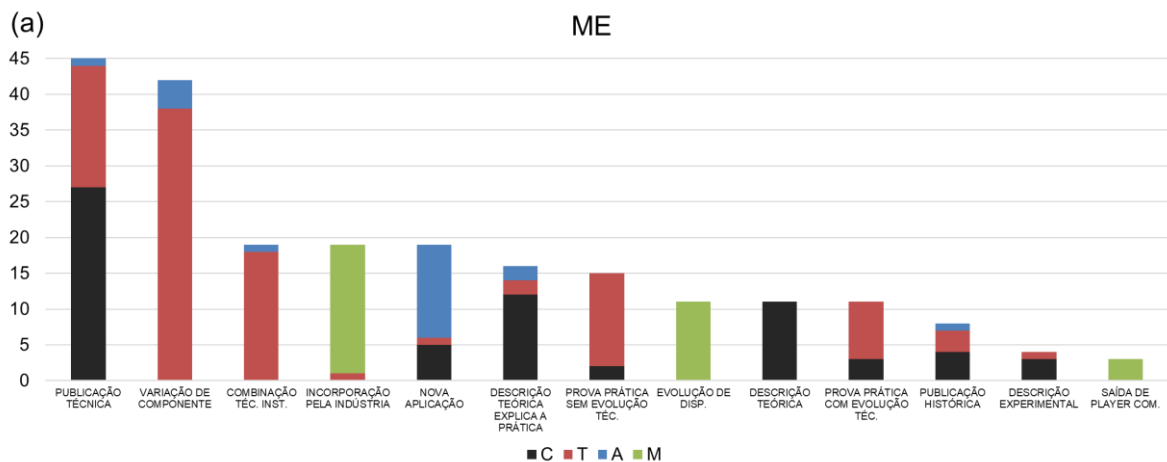
## APÊNDICE D – Relação entre categorias STAM e SID para as três técnicas estudadas

Neste Apêndice, são mostradas as relações entre as categorias STAM e SID para as três técnicas estudadas, com base em como o mesmo evento foi categorizado segundo cada uma. A Figura 55 (a) mostra a relação para o ME; (b) para o SPM e (c) para o TERS.

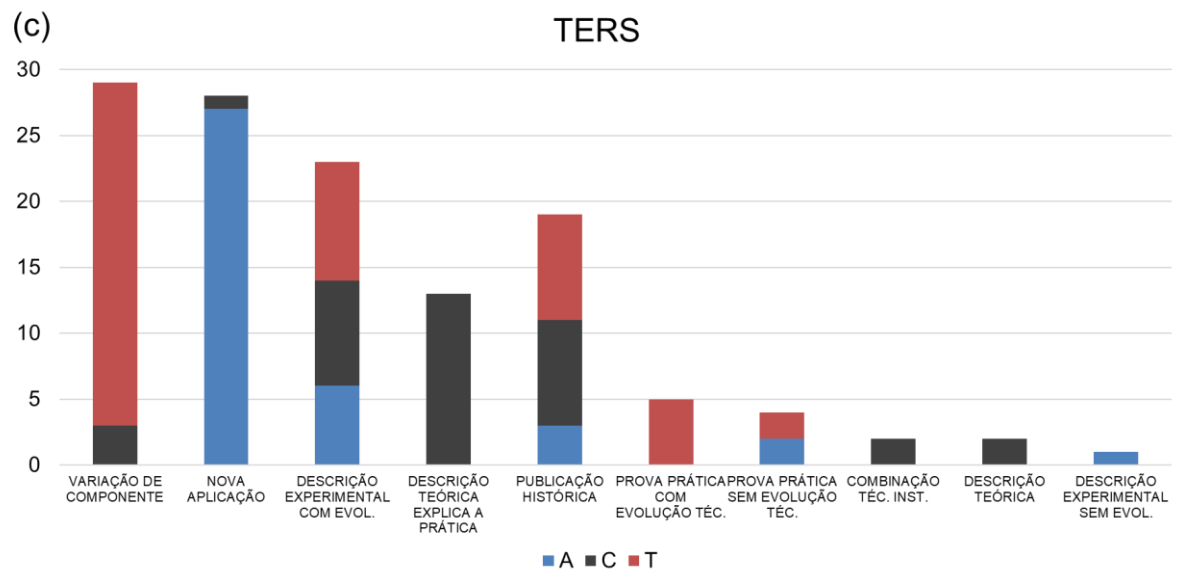
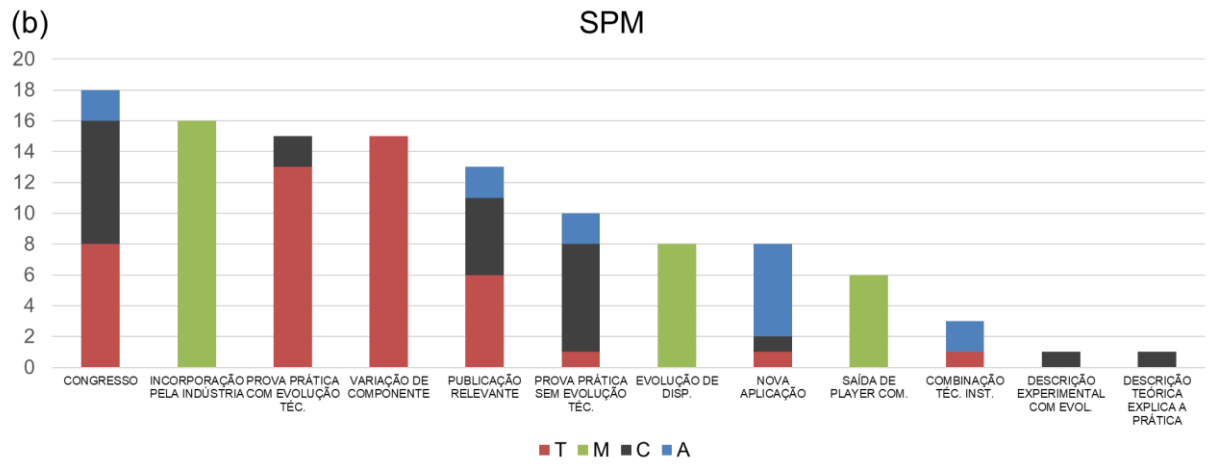
A natureza da relação entre categorias varia de um instrumento para outro. É possível identificar semelhanças. Categorias SID típicas dominadas pela ciência: “descrição teórica”; “descrição teórica que explica a prática”; descrição experimental de novo fenômeno”. Categorias SID típicas dominadas pela tecnologia: “variação de componente que resulta na melhoria do resultado”; “prova prática de uma teoria”; “combinação de uma técnica de instrumentação independente”. A categoria SID típica dominada pela aplicação é “nova aplicação da técnica de instrumentação”. Categorias SID típicas dominadas pelo mercado são “incorporação da técnica de instrumentação pela indústria”, “evolução ou adaptação de dispositivo para propósitos comerciais” e “saída de player comercial do mercado”.

A natureza da relação STAM e SID auxiliou na localização da fase de emergência e na proposta de mapa-síntese consolidado apresentado no Capítulo 7.

Figura 55 - Relação entre categorias STAM e SID para (a) ME, (b) SPM, (c) TERS. O eixo y indica a participação percentual total da categoria SID.





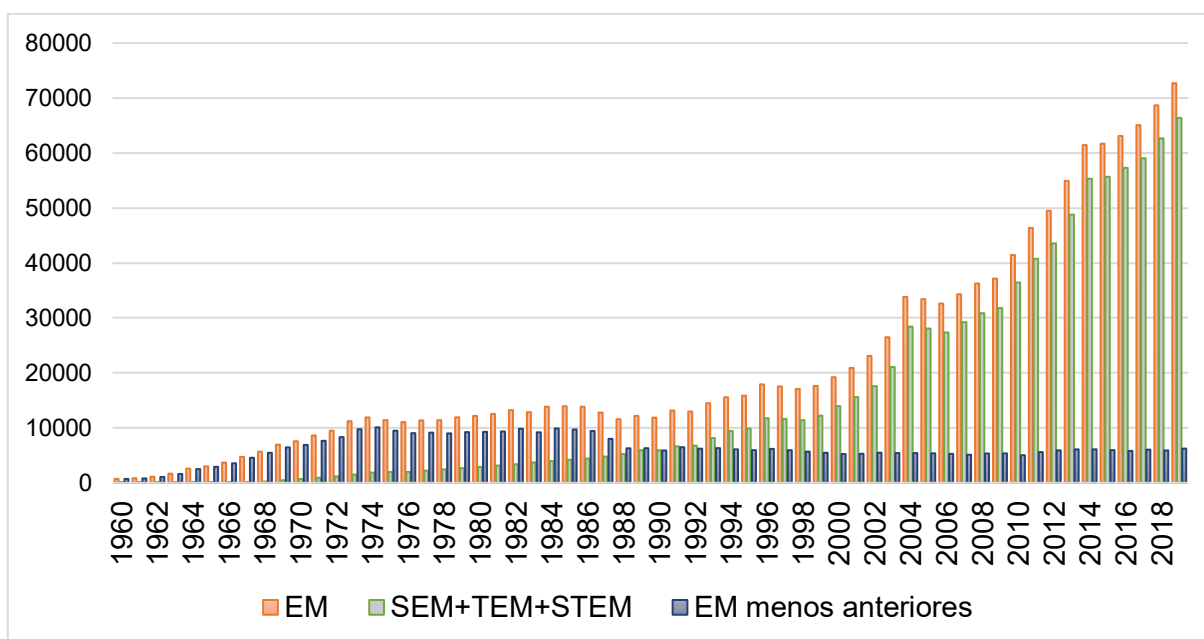


Fonte: elaboração própria

## APÊNDICE E – Composição das publicações Scopus em microscopia eletrônica

A composição das publicações Scopus em microscopia eletrônica está na Figura 56, para o período entre 1960 e 2019, em que quatro expressões-chave foram utilizadas no campo de busca “título, resumo ou palavras-chave”: EM (“*electron microsc\**”), SEM (“*scanning electron microsc\**”); TEM (“*transmission electron microsc\**”); STEM (“*scanning transmission electron microsc\**”). A barra amarela mostra o número de publicações para EM; a barra verde, a soma de SEM, TEM e STEM; a barra roxa foi resultado da busca EM exceto as anteriores (expressão booleana “*and not*”).

Figura 56 - Composição das publicações em microscopia eletrônica na base Scopus (1960-2019); EM “*electron microsc\**”; SEM “*scanning electron microsc\**”; TEM “*transmission electron microsc\**”; STEM “*scanning transmission electron microsc\**”



Fonte: elaboração própria com base em Scopus (data da busca: 16 out. 2020)

Quando surgiu na base Scopus, a microscopia eletrônica era mencionada com o termo mais geral (“*electron microsc\**”). Além disso, a área de conhecimento mais frequente para esta palavra-chave é a medicina, para o período entre 1960 e 1990. De fato, 7 das 10 revistas com mais publicações neste período são da área de medicina ou biologia. As áreas de conhecimento relacionadas às publicações em EM (termo geral) apresentadas pela base Scopus de 1932 até 1990, e de 1990 a 2019 são mostradas

no Quadro 10, juntamente com o número total de publicações para EM, em cada período (obtidas por meio da aba “*Analyze search results*” da base).

Quadro 10 - Composição percentual das 6 principais áreas a utilizarem o termo “*electron microsc*” na base Scopus para duas faixas temporais

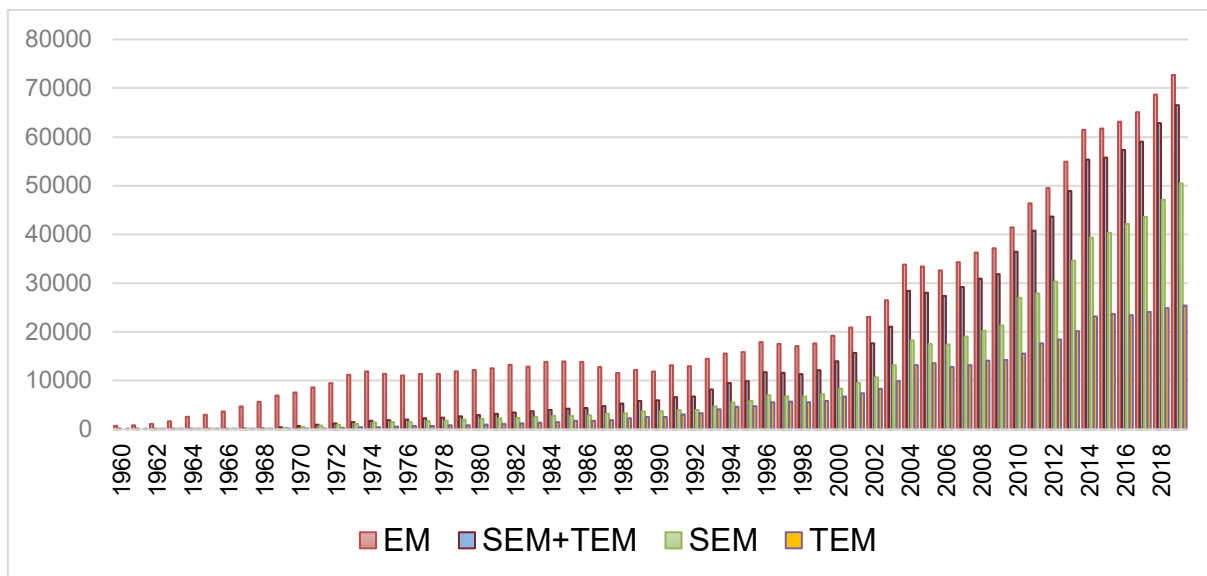
ÁREAS	1932 a 1990 281 mil doc.	ÁREAS	1990 a 2019 1.036 mil doc.
Medicina	36,3%	Ciência dos materiais	22,2%
Bioquímica, genética e biologia molecular	19,9%	Física e astronomia	14,5%
Engenharia	6,7%	Engenharia	13,9%
Ciência dos materiais	6,5%	Química	12,5%
Física e Astronomia	5,9%	Engenharia Química	7,1%
Imunologia e microbiologia	5,1%	Bioquímica, genética e biologia molecular	7,1%

Fonte: elaboração própria com base em Scopus (data da busca: 16 out. 2020)

Após 1990, SEM, TEM e STEM começam a ser utilizados como palavras-chave. A ocorrência de publicações utilizando o termo EM após 1990 pode estar relacionada a artigos de revisão, históricos e áreas de aplicação onde não é importante a especificação da técnica.

A Figura 57 mostra a evolução das publicações Scopus com os termos separados para SEM, TEM e SEM+TEM, além do termo geral EM. Nota-se que, apesar de a microscopia ter iniciado no modo transmissão, a invenção do SEM possibilitou a expansão do número de usuários e aplicações, devido a possibilidade de utilização de amostras mais espessas, além de o equipamento para SEM ser em média menos complexo e mais barato. O crescimento da microscopia eletrônica após 2005-2006 foi mais influenciado pelo SEM. TEM apresenta tendência de estabilização a partir de 2015.

Figura 57 - Publicações em microscopia eletrônica na base Scopus utilizando quatro estratégias de busca



Fonte: elaboração própria com base em Scopus (data da busca: 16 out. 2020)

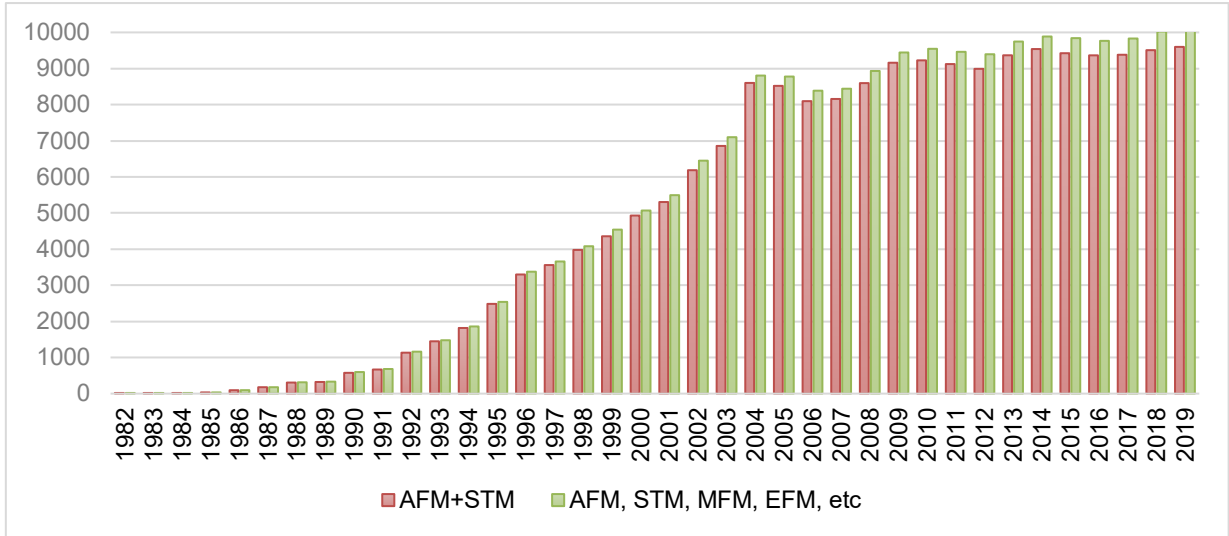
## APÊNDICE F – Composição das publicações Scopus em SPM

Para avaliar a influência das outras técnicas da família SPM no número de publicações Scopus, foi realizada uma busca incluindo termos apropriados para recuperar documentos também em MFM (*magnetic force microscopy*), espectroscopia de força, EFM (*electrostatic force spectroscopy*), FM-AFM (*frequency modulation atomic force microscopy*), *jumping mode force microscopy*, *peak force spectroscopy*, *jumping probe microscopy*, *hybrid mode spectroscopy*, *pinpoint force spectroscopy*, e *kelvin probe spectroscopy*. Estas técnicas foram apontadas pelo especialista que validou a tabela de eventos do SPM como as mais importantes, após o AFM e o STM, dentro da família SPM. Foram utilizados os seguintes termos de busca, no campo “título, resumo ou palavra-chave”, desde o primeiro documento até 2019 (data da busca: 18 out. 2020):

*"scanning tunneling microsc\*\*" OR "atomic force microsc\*\*" OR "magnetic force microsc\*\*" OR "force spectrosc\*\*" OR "electrostatic force microsc\*\*" OR "frequency modulation atomic force" OR "jumping mode force microsc\*\*" OR "peak force spectrosc\*\*" OR "jumping probe microsc\*\*" OR "hybrid mode spectrosc\*\*" OR "pinpoint force spectrosc\*\*" OR "kelvin probe force\*\*"*

A Figura 58 mostra a comparação do número de publicações anuais Scopus utilizando os termos AFM e STM combinados (*"atomic force microsc\*\*" OR "scanning tunneling microsc\*\*"*), aqui chamado “AFM+STM” e para a nova estratégia, com a inclusão de todas as técnicas mencionadas na busca (AFM, STM, MFM, EFM etc.), e revela que a consideração das outras técnicas não muda a tendência de crescimento e estabilização encontrada no Capítulo 6, Seção 6.2.

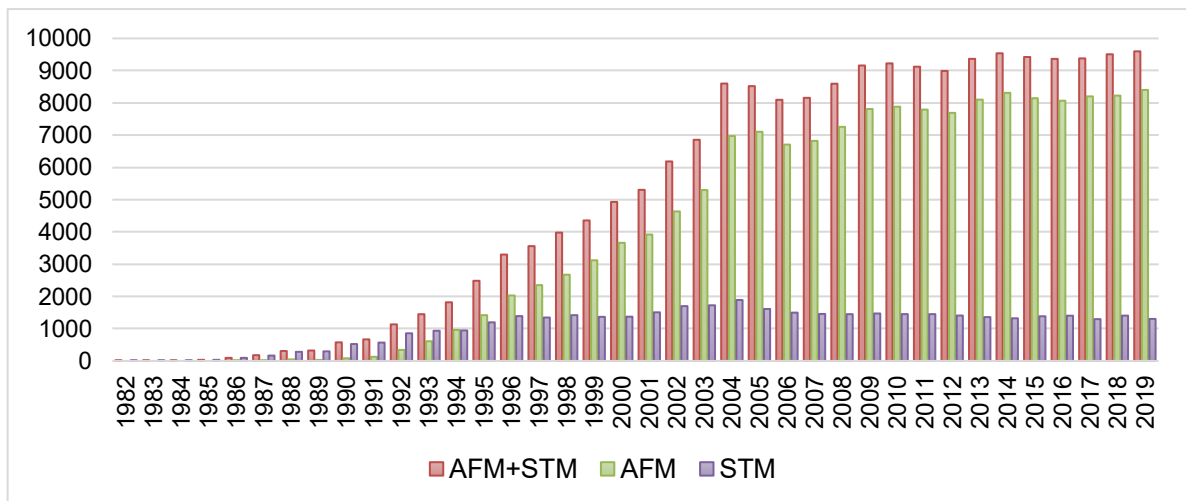
Figura 58 - Número de publicações Scopus por ano em AFM e STM (barra vermelha) e AFM, STM e outras técnicas derivadas da família SPM (barra verde) (1982 a 2019)



Fonte: elaboração própria com base em Scopus (data da busca: 18 out 2020)

Na Figura 59, o número de publicações AFM+STM foi comparado ao número de publicações devidas à contribuição individual de cada técnica em separado (AFM e STM), e revela que a principal contribuição nas publicações em SPM vem do AFM.

Figura 59 - Comparação das publicações Scopus em AFM e STM combinadas e separadas (1982 a 2019)



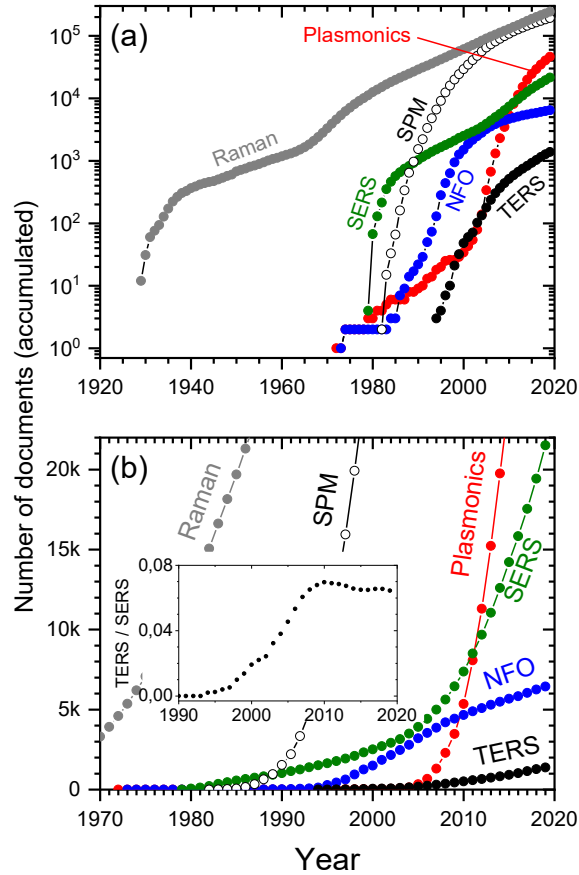
Fonte: elaboração própria com base em Scopus (data da busca: 18 out 2020)

## APÊNDICE G – Análise sobre as técnicas influenciadoras no desenvolvimento do TERS

A Figura 60 mostra a evolução no número total de documentos científicos publicados em TERS juntamente com a evolução de cinco campos que precederam e influenciaram a introdução e o estabelecimento do TERS: espectroscopia Raman (RAMAN) (RAMAN, 1928), SERS (LANGER et al., 2020), SPM (WICKRAMASINGHE, 1990), óptica de campo próximo (NFO, na sigla em inglês para *near-field optics*) (NOVOTNY, 2007) e plasmônica (KAWATA, 2013). Os dados da Figura 60 foram construídos a partir da busca na base Scopus para as seguintes expressões no campo “palavra-chave, título ou resumo” (data da busca, 17/09/2020): RAMAN: “*Raman spectr\**” OR “*Raman microsc\**” OR “*Raman scat\**”; SPM: “*scanning tunneling microsc\**” OR “*atomic force microsc\**”; PLASMÔNICA: “*plasmonic\**”; SERS: “*surface enhanced Raman\**”; NFO: “*near field optic\**”; TERS: expressões do Quadro 8 (página 102). Em (a), os dados para o período de cem anos, em escala logarítmica; em (b) os dados para o período de 1970 a 2020 em escala linear até o maior valor observado para SERS. O *inset* mostra a relação entre os números de documentos TERS e SERS.

O sistema TERS é um instrumento de óptica de campo próximo (NFO) dedicado a espectroscopia Raman na escala nano, composto por um espectrômetro acoplado a um SPM. Em termos de plasmônica, o precursor da tecnologia TERS é o efeito SERS. Em SERS, os campos de radiação incidente e espalhada são aumentados por um arranjo de uma camada bidimensional de objetos com propriedades plasmônicas que acoplam à luz. Em TERS, essa interação é localizada na vizinhança de um único dispositivo plasmônico, que é a nanoantena, cuja posição é controlada por um sistema de SPM. O primeiro documento em espectroscopia Raman da base Scopus é em 1929, e o Prêmio Nobel de Física de 1930 foi entregue a Sir Chandrasekhara Venkata Raman por seu trabalho no espalhamento de luz e pela descoberta do efeito que carregou seu nome. Uma técnica relacionada, que evoluiu por volta dos anos 1980, baseada no efeito Raman, foi o SERS. SERS é a técnica mãe do TERS e introduziu o conceito de usar o campo próximo de uma nanopartícula plasmônica para aumentar localmente o efeito do espalhamento Raman. Há um aumento constante no número de publicações SERS após o período de 2005 a 2010, quando o campo da plasmônica igualmente exhibe uma evolução considerável, passando de dezenas a dezenas de milhares de documentos.

Figura 60 - Evolução no número de documentos em Raman, SPM, plasmônica, SERS, NFO e TERS; (a) período de um século em escala logarítmica; (b) período de 1970-2020, escala linear, até o maior valor observado para SERS. O *inset* mostra a razão entre o número de documentos TERS / SERS



Fonte: (COSTA; CANÇADO; JORIO, 2020)

Paralelamente, um campo inicialmente não correlato evoluiu: o SPM, com o primeiro documento da base também publicado nos anos 1980 e logo com alto crescimento. O campo do NFO apresenta documentos a partir de 1973. Entretanto, o crescimento significativo começa por volta de 1995, após a maturidade do SPM, o que permite o uso do procedimento de sonda de varredura para o desenvolvimento do NFO. TERS é um tipo específico de NFO, e aparece também por volta deste período. A desaceleração em publicações em NFO após o período de 2005-2008, coincidente com o aumento no TERS, ocorre uma vez que TERS é uma especialização ou uma subárea de NFO. De fato, a soma de documentos NFO e TERS geram uma linha



praticamente reta. Portanto, pode-se dizer que é o estabelecimento do SERS e da plasmônica como campos desenvolvidos que permite ao TERS evoluir significativamente após o período entre 2005-2010. Como a Figura 60 (b) mostra, SERS e plasmônica crescem extraordinariamente por volta de 2003-2005, quando as publicações TERS também começam a aumentar, indicando que SERS e plasmônica estão por trás do estabelecimento do TERS. A relação entre SERS e TERS na última década é evidente no *inset* da Figura 60 (b), que mostra a razão entre as publicações TERS e SERS – o TERS cresce, comparativamente ao SERS, entre 1995 e 2010, e posteriormente o crescimento das duas técnicas é o mesmo, com a evolução constante da razão TERS/SERS. Esta tendência indica que, após 2010, o TERS começa a ter um papel mais significativo como uma ferramenta científica.

## ANEXO I – Lista de eventos da história da ME

1

Year: 1897

Agent: J.J. Thomson

Country: UK

Action/output: announce that cathode rays consist of exceptionally light (for extremely highly charged) particles; the fact that these were indeed exceptionally light was confirmed in 1899 and the particles soon came to be called "electrons"

STAM Category: S

SID Category: Theoretical description that explains the practice

Institutional category: Academy

Source: Thomson, J.J., Cathode rays. *Electrician* 39 (1897) 104–109; *Phil. Mag.* 44 (1897) 293–316.

2

Year: 1923

Agent: Louis de Broglie

Country: France

Action/output: introduce the notion of a frequency, and hence a wavelength, for particles  $\lambda = h/mv$ .

STAM Category: S

SID Category: Theoretical description of a phenomenon

Institutional category: Academy

Source: Broglie, L. de, Recherches sur la théorie des quanta. *Ann. Physique (Paris)* 3 (1925) 22–128, reprinted in *Ann. Fond. Louis de Broglie* 17 (1992) 1–109.

3

Year: 1926

Agent: Hans Busch

Country: Germany

Action/output: show that the focusing effect of a rotationally symmetric magnetic field can be described by the lens formula

STAM Category: S

SID Category: Theoretical description that explains practice

Institutional category: academy

Source: Busch, H., Über die Wirkungsweise der Konzentrierungsspule bei der Braunschen Röhre. *Arch. Elektrotech.* 18 (1927) 583–594.

4

Year: 1927

Agent: George Paget Thomson

Country: UK

Action/output: demonstrate electron diffraction

STAM Category: S

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Academy

Source: Thomson, G.P., Diffraction of cathode rays by thin films of platinum. *Nature* 120 (1927) 802.

5

Year: 1927

Agent: Clinton J. Davisson &amp; Lester H. Germer

Country: USA

Action/output: demonstrate electron diffraction

STAM Category: S

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Industry

Source: Davisson, C.J. and Germer, L.H., Diffraction of electrons by a crystal of nickel. *Phys. Rev.* 30 (1927) 705–740.

6

Year: 1928

Agent: Ernst Ruska

Country: Germany

Action/output: begin work on electron lenses; under Max Knoll, Ernst Ruska begins research that leads to the first two-stage electron microscope in 1931. The first image had a magnification of X16.

STAM Category: S

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Academy

Source: Knoll, M. and Ruska, E., Das Elektronenmikroskop. *Z. Physik* 78 (1932) 318–339; Beitrag zur geometrischen Elektronenoptik, I, II. *Ann. Physik (Leipzig)* 12 (1932) 607–640 and 641–661.

7

Year: 1931

Agent: Ernst Ruska

Country: Germany

Action/output: show that Busch's lens formula is correct

STAM Category: S

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Academy

Source: Ruska, E. and Knoll, M., Die magnetische Sammelspule für schnelle Elektronenstrahlen. *Z. Tech. Phys.* 12 (1931) 389–400 and 448.

8

Year: 1931

Agent: Siemens-Shuckert Werke

Country: Germany

Action/output: apply the first patent for an electron microscope; Siemens was Reinhold Rudenberg's employer, and the patent was later recognized as Rudenberg's in the United States

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Industry

Source: The Beginnings of Electron Microscopy (Adv. Electron. Electron Phys. Supplement 16, 1985, 602–608).

9

Year: 1932

Agent: Walter Glaser

Country: Czechoslovakia

Action/output: begin theoretical studies on electron optics; his work is paramount for the future development of the subject (see 1952)

STAM Category: S

SID Category: Theoretical description of a phenomenon

Institutional category: Academy

Source: Glaser, W., Grundlagen der Elektronenoptik (Springer, Vienna 1952).

10

Year: 1932

Agent: Ladislaus Marton

Country: Belgium

Action/output: construct electron microscopes; the first was a "magnifying glass", with only one lens

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Academy

Source: Marton, L., Electron microscopy of biological objects. Nature 133 (1934) 911 and Phys. Rev. 46 (1934) 527–528.

11

Year: 1932

Agent: Ernst Brüche & H. Johannson

Country: Germany

Action/output: develop emission microscopes using electrostatic lenses (while Knoll and Ruska were developing the transmission electron microscope with magnetic lenses in the TH Berlin)

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Industry

Source: Brüche, E., Elektronenmikroskop. Naturwissenschaften 20 (1932) 49; Brüche, E. and Johannson, H., Elektronenoptik und Elektronenmikroskop. Naturwissenschaften 20 (1932) 353–358. Johannson, H., Über das Immersionsobjektiv der geometrischen Elektronenoptik, I, II. Ann. Physik (Leipzig) 18 (1933) 385–413 and 21 (1934) 274–284.

12

Year: 1933

Agent: Ernst Ruska

Country: Germany

Action/output: construct a two-stage electron microscope with three magnetic lenses, condenser, objective, and projector; images of cotton fibers and aluminum foils were obtained; a magnification of x 12000 could be attained and the resolution was slightly better than that of a light microscope

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Academy

Source: Ruska, E., Über Fortschritte im Bau und in der Leistung des magnetischen Elektronenmikroskops. Z. Physik 87 (1934) 580–602.

13

Year: 1933

Agent: Bodo von Borries

Country: Germany

Action/output: publish his first paper with Ruska; von Borries joined Max Knoll's group in 1929 as a research student

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Academy

Source: Borries, B. von and Ruska, E., Die Abbildung durchgestrahlter Folien im Elektronenmikroskop. Z. Physik 83 (1933) 187–193.

14

Year: 1933

Agent: Ladislaus Marton

Country: Belgium

Action/output: construct electron microscopes; the second instrument, built in 1933, had three lenses and produced the first image of a biological specimen, a 15- $\mu$ m-thick specimen of the leaf of a sundew plant, impregnated with osmium tetroxide

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Academy

Source: Marton, L., Electron microscopy of biological objects. Nature 133 (1934) 911 and Phys. Rev. 46 (1934) 527–528.

15

Year: 1934

Agent: L.C. Martin

Country: UK

Action/output: publish the first text in English on electron optics

STAM Category: S

SID Category: Theoretical description that explains the practice

Institutional category: Academy

Source: Martin, L.C., The paraxial equations of electron optics. *J. Television Soc.* 1 (1934) 377–383.

16

Year: 1934

Agent: Ernst Brüche & Otto Scherzer

Country: Germany

Action/output: publish the first monograph on electron optics

STAM Category: S

SID Category: Relevant historical publication

Institutional category: Industry

Source: Brüche, E. and Scherzer, O., *Geometrische Elektronenoptik* (Springer, Berlin 1934).

17

Year: 1935

Agent: E. Driest & H.O. Muller

Country: Germany

Action/output: obtain images of unfixed biological specimens (wings and legs of a housefly) in Ruska's microscope, now equipped with an internal camera; soon after, Friedrich Krause imaged diatoms, epithelial cells of the hellbinder, and bacteria

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Driest, E. and Muller, H.O., *Elektronenmikroskopische Aufnahmen (Elektronenmikrogramme) von Chitinobjekten*. *Z. Wiss. Mikrosk.* 52 (1935) 53–57; Krause, F., *Elektronenoptische Aufnahmen von Diatomeen mit dem magnetischen Elektronenmikroskop*. *Z. Physik* 102 (1936) 417–422; *Neuere Untersuchungen mit dem magnetischen Elektronenmikroskop*. In

Busch, H. and Brüche, E., eds, *Beiträge zur Elektronenoptik*, pp. 55–61 (Barth, Leipzig 1937).

18

Year: 1935

Agent: Paul Anderson & Kenneth Fitzsimmons

Country: USA

Action/output: construct the first North American electron microscope (a lack of funding stopped their work on the subject in 1938 - source: <https://news.wsu.edu/2018/05/14/wsu-home-north-americas-first-electron-microscope/>)

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Academy

Source: Yoshii, Z., *Pioneers of electron microscopy at Washington State University and their work*. *Bull. Yamaguchi Med. School* 17 (1970) No. 3/4, 191–200; Cohen, A.L. and Steever, R.G.E., *An early electron microscope*. *EMSA Proc.* 29 (1971) 4–

5; Reisner, J.H., *An early history of the electron microscope in the United States*. *Adv. Electron. Electron Phys.* 73 (1989) 133–231.

19

Year: 1936

Agent: Otto Scherzer

Country: Germany

Action/output: demonstrate that the spherical and chromatic aberration coefficients of electron lenses are intrinsically nonvanishing and hence cannot be eliminated by skillful design. This result was proved by showing that the integrands that occur in the formulae for these coefficients can be written as a sum of squared terms

STAM Category: S

SID Category: Theoretical description that explains the practice

Institutional category: Academy

Source: Scherzer, O., *Über einige Fehler von Elektronenlinsen*. *Z. Physik* 101 (1936) 593–603.

20

Year: 1936

Agent: Hans Boersch

Country: Germany

Action/output: hint at selected-area diffraction

STAM Category: S

SID Category: Theoretical description that explains the practice

Institutional category: Industry

Source: Boersch, H., *Über das primäre und sekundäre Bild im Elektronenmikroskop*, I, II. *Ann. Physik (Leipzig)* 26 (1936) 631–644 and 27 (1936) 75–80.

21

Year: 1936

Agent: Eizi Sugata

Country: Japan

Action/output: begin the construction of primitive electron microscopes. This work is catalyzed by the creation of a Cooperative Research Committee in 1939 and also by the arrival of a copy of M. von Ardenne's treatise *ElektronenÜbermikroskopie* (Springer, Berlin, 1940).

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Academy

Source: Kanaya, K., *Reminiscences of the development of electron optics and electron microscope instrumentation in Japan*. *Adv. Electron. Electron Phys.*, Supplement 16 (1985) 317–386; Fujita, H., ed., *History of Electron Microscopes*. Published in

commemoration of ICEM-11 (Kyoto, 1986); Tadano, B., *Progress of electron microscopes in Hitachi*. *Hitachi Rev.* 1 (1953) No. 4, 19–30.

22

Year: 1937

Agent: The Metropolitan-Vickers Company

Country: UK

Action/output: supply the first commercial electron microscope (EM1) to Louis C. Martin at Imperial College, London. The resolution of this instrument, capable of furnishing a light image and an electron image of the same specimen, was no better than that of a light microscope

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Martin, L.C., Whelpton, R.V. and Parnum, D.H., A new electron microscope. *J. Sci. Instrum.* 14 (1937) 14–24.

23

Year: 1937

Agent: Siemens & Halske

Country: Germany

Action/output: set up an Ultramicroscopy Laboratory

STAM Category: T

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Ruska, E. "Die frühe Entwicklung der Elektronenlinsen und der Elektronenmikroskopie", *Acta Hist. Leopoldina* No. 12 (1979); English translation by T. Mulvey, *The Early Development of Electron Lenses and Electron Microscopy* (Hirzel, Stuttgart 1980) and *Microscopica Acta Supplement* 5 (1980).

24

Year: 1937

Agent: Langmuir, D.B.

Country: USA

Action/output: recognize that brightness has a physical limit

STAM Category: S

SID Category: Theoretical description of a phenomenon

Institutional category: Industry

Source: Langmuir, D.B., Theoretical limitations of cathodray tubes. *Proc. Inst. Radio Eng.* 25 (1937) 977–991.

25

Year: 1938

Agent: Siemens & Halske

Country: Germany

Action/output: begin to operate two prototype electron microscopes. A resolution of about 7 nm is achieved. These are used principally for biological studies by Helmut (Ruska's brother) and H. O. Müller, who have published some 20 papers by the end of 1939.

STAM Category: A

SID Category: New application of the instrumentation technique

Institutional category: Industry

Source: Ruska, E. "Die frühe Entwicklung der Elektronenlinsen und der Elektronenmikroskopie", *Acta Hist. Leopoldina* No. 12 (1979); English translation by T. Mulvey, *The Early Development of Electron Lenses and Electron Microscopy* (Hirzel, Stuttgart 1980) and *Microscopica Acta Supplement* 5 (1980).

26

Year: 1938

Agent: Walther Kossel & Gottfried Möllenstedt

Country: Germany

Action/output: first use of convergent-beam electron diffraction; this inspires the theoretical work of Carolina MacGillavry

STAM Category: S

SID Category: Experimental description of a new phenomenon

Institutional category: Academy

Source: Kossel, W. and Möllenstedt, G., Elektroneninterferenzen in konvergentem Bündel. *Naturwiss.* 26 (1938) 660–661; Elektroneninterferenzen im konvergenten Bündel. *Ann. Physik* 36 (1939) 113–140; Dynamische Anomalie von Elektroneninterferenzen. *Ann. Physik* 42 (1942) 287–293; Möllenstedt, G., Messungen an den Interferenzerscheinungen im konvergenten Elektronenbündel. *Ann. Physik* 40 (1941) 39–65. MacGillavry, C., Diffraction of convergent electron beams. *Nature* 145 (1940) 189–190; Zur Prüfung der dynamischen Theorie der Elektronenbeugung an Kristallgitter. *Physica* 7 (1940) 329–343.

27

Year: 1938

Agent: James Hiller & Albert Prebus

Country: Canada

Action/output: construct a transmission electron microscope with magnetic lenses, once thought to be the first in North America; the useful magnification is 40,000 x and a resolution of 6 nm is achieved

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Academy

Source: Prebus, A. and Hillier, J., The construction of a magnetic electron microscope of high resolving power. *Can. J. Res.* 17A (1939) 49–63.

28

Year: 1938

Agent: Manfred von Ardenne

Country: Germany

Action/output: invent the first scanning electron microscope and the first scanning transmission electron microscope

STAM Category: S

SID Category: Theoretical description of a phenomenon

Institutional category: Industry

Source: von Ardenne, M., Das Elektronen-Rastermikroskop. Theoretische Grundlagen. Z. Physik 109 (1938) 553–572, and Das Elektronenmikroskop. Praktische Ausführung. Z. Tech. Phys. 19 (1938) 407–416. A contemporary description in English is to be found in von Ardenne's U.S. Patent No. 2,257,774, "Electronic-Optical Device", filed February 15, 1938 and granted October 7, 1941.

29

Year: 1938

Agent: Manfred von Ardenne

Country: Germany

Action/output: Construct the first scanning electron microscope and the first scanning transmission electron microscope

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Industry

Source: Haguenau, 2003

30

Year: 1939

Agent: Siemens

Country: Germany

Action/output: deliver

the first serially produced transmission electron microscope (between 1939 and 1945, 38 microscopes are constructed)

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Wolpers, C., Electron microscopy in Berlin 1928–1945. Adv. Electron Electron Phys. 81 (1991) 211–229.

31

Year: 1939

Agent: Bodo von Borries & Ernst Ruska

Country: Germany

Action/output: show that a resolution of 7 nm was achieved at 70 kV, in a paper

STAM Category: T

SID Category: Experimental description of a new phenomenon

Institutional category: Industry

Source: Borries, B. von and Ruska, E., Versuche, Rechnungen und Ergebnisse zur Frage des Auflösungsvermögens beim Übermikroskop. Z. Tech. Phys. 20 (1939) 225–235.

32

Year: 1939

Agent: Hans Mahl & Hans Boersch

Country: Germany

Action/output: describe electrostatic microscopes

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Industry

Source: Mahl, H., Über das elektrostatische Elektronenmikroskop hoher Auflösung. Z. Tech. Phys. 20 (1939) 316–317. Boersch, H., Das Elektronen-Schattenmikroskop. Z. Tech. Phys. 20 (1939) 346–350.

33

Year: 1939

Agent: Karl Manne Georg Siegbahn

Country: Sweden

Action/output: build the first Scandinavian electron microscope, which has a resolution of about 150 nm (in about 1944, Georg Schönander AB in Stockholm produces a commercial model, for which a resolution of 2 nm was claimed, of which 10-15 were constructed)

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Academy

Source: Siegbahn, M., Vetenskapakademiens Forskningsinstitut för experimentell fysik. Kungl. Svenska Vetenskapsakademiens Årsbok (1939) 147–148 [a paragraph of this annual report describes the electron microscope project]

34

Year: 1939

Agent: Leonard Morris Myers

Country: USA

Action/output: publish a major treatise on electron optics

STAM Category: S

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy

Source: Myers, L.M., Electron Optics, Theoretical and Practical (Chapman and Hall, London 1939).

35

Year: 1940

Agent: Carolina MacGillavry

Country: The Netherlands

Action/output: describe the results of Kössel and Möllenstedt, in a theoretical work

STAM Category: S

SID Category: Theoretical description that explains the practice

Institutional category: Academy

Source: MacGillavry, C., Diffraction of convergent electron beams. Nature 145 (1940) 189–190; Zur Prüfung der dynamischen Theorie der Elektronenbeugung an Kristallgitter. Physica 7 (1940) 329–343.

36

Year: 1940

Agent: Manfred von Ardenne

Country: Germany

Action/output: publish an influential treatise

STAM Category: S

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Industry

Source: Ardenne, M. von, *Elektronen-Übermikroskopie* (Springer, Berlin 1940).

37

Year: 1940

Agent: Hans Mahl

Country: Germany

Action/output: introduce replica techniques into electron microscopy

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Industry

Source: Mahl, H., *Metallkundliche Untersuchungen mit dem elektrostatischen Übermikroskop*. *Z. Tech. Phys.* 21 (1940) 17–18;*Plastisches Abdruckfahren bei Oberflächen*. *Z. Tech. Phys.* 22 (1941) 33.

38

Year: 1940

Agent: James Hiller

Country: USA

Action/output: develop a commercial TEM (after joining RCA)

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Rasmussen, N., *Picture Control. The Electron Microscope and the Transformation of Biology in America, 1940–1960* (Stanford University Press, Stanford 1997).

39

Year: 1940

Agent: Allgemeine Elektrizitäts-Gesellschaft (AEG)

Country: Germany

Action/output: complete a production model of their EM5 electron microscope with electrostatic lenses

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Ramsauer, C. (ed.), *Elektronenmikroskopie. Bericht über Arbeiten des AEG Forschungs-Instituts 1930 bis 1942* (Springer, Berlin 1943).

40

Year: 1941

Agent: Hitachi

Country: Japan

Action/output: begin commercial production of electron microscopes

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Kanaya, K., *Reminiscences of the development of electron optics and electron microscope instrumentation in Japan*. *Adv. Electron. Electron Phys.*, Supplement 16 (1985) 317–386; Fujita, H., ed., *History of Electron Microscopes*. Published in commemoration of ICEM-11 (Kyoto, 1986); Tadano, B., *Progress of electron microscopes in Hitachi*. *Hitachi Rev.* 1 (1953) No. 4, 19–30.

41

Year: 1941

Agent: Shimadzu

Country: Japan

Action/output: begin commercial production of electron microscopes

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Kanaya, K., *Reminiscences of the development of electron optics and electron microscope instrumentation in Japan*. *Adv. Electron. Electron Phys.*, Supplement 16 (1985) 317–386; Fujita, H., ed., *History of Electron Microscopes*. Published in commemoration of ICEM-11 (Kyoto, 1986); Tadano, B., *Progress of electron microscopes in Hitachi*. *Hitachi Rev.* 1 (1953) No. 4, 19–30.

42

Year: 1941

Agent: Walter Glaser

Country: Czechoslovakia

Action/output: introduce a bell-shaped model to represent the magnetic field distribution in magnetic lenses; this gives closed-form expressions for all the paraxial optical properties and aberration coefficients of such lenses, a very valuable feature in precomputer days

STAM Category: S

SID Category: Theoretical description of a phenomenon

Institutional category: Academy

Source: Glaser, W., *Streng Berechnung magnetischer Linsen der Feldform  $H = H_0 / (1 + (z/a)^2)$* . *Z. Physik* 117 (1941) 285–315.

43

Year: 1941

Agent: Jan Bart Le Poole

Country: The Netherlands

Action/output: construct electron microscopes; these are the forerunners of the Philips range of electron microscopes

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Academy

Source: contribution by J.B. Le Poole to P.W. Hawkes (ed.) "The Beginnings of Electron Microscopy", *Adv. Electron Electron Phys. Supplement* 16 (1985); memoir of Le Poole by T. Mulvey and D.J.J. van de Laak–Tijssen (*Adv. Imaging & Electron Phys.* 115, 2001, 287–354).

44

Year: 1941

Agent: Gerhard Ruthemann's work on energy losses

Country: Germany

Action/output: foreshadow Electron Energy Loss Spectroscopy (EELS)

STAM Category: S

SID Category: New application of the instrumentation technique

Institutional category: Industry

Source: Ruthemann, G., Diskrete Energieverluste schneller Elektronen in Festkörpern. *Naturwissenschaften* 29 (1941) 648; Elektronenbremsung an Röntgenniveaus. *Ibid.* 30 (1942) 145; Diskrete Energieverluste mittelschneller Elektronen beim Durchgang durch dünne Folien. *Elektronenbremsung an Röntgenniveaus. Physik* 2 (1948) 113–134 and 135–146.

45

Year: 1942

Agent: Gaston Dupouy

Country: France

Action/output: construct electron microscopes with magnetic lenses; the MIII CSF instrument is marketed in 1946 and a much improved model, the MIX, is announced in 1949; Optique de Précision de Levallois (OPL) produce a commercial model of the magnetic microscope in 1955.

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Academy

Source: Dupouy, G., Microscope électronique magnétique à grand pouvoir de résolution. *J. Phys. Radium* 7 (1946) 320–329. Fert, C. and Selme, P., Le microscope électronique O.P.L. *Bull. Microsc. Appl.* 6 (1956) 157–164.

46

Year: 1942

Agent: Pierre Grivet

Country: France

Action/output: construct electron microscope with electrostatic lenses

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Industry

Source: Grivet, P. and Bruck, H., Le microscope électronique électrostatique. *Ann. Radioél.* 1 (1946) 293–310.

47

Year: 1942

Agent: F.O. Schmidt, C.E. Hall & M. Jakus

Country: USA

Action/output: obtain images of collagen

STAM Category: A

SID Category: New application of the instrumentation technique

Institutional category: Academy

Source: Schmidt, F.O., Hall, C.E. and Jakus, M., Electron microscope studies of the structure of collagen. *J. Cell. Comp. Physiol.* 20 (1942) 11–33.

48

Year: 1942

Agent: Heinz O. Müller

Country: Germany

Action/output: give the first example of shadowing by metal evaporation

STAM Category: T

SID Category: Combination of an independent instrumentation technique

Institutional category: Industry

Source: Müller, H.O., Die Ausmessung der Tiefe übermikroskopischer Objekte. *Kolloid Z.* 99 (1942) 6–28.

49

Year: 1943

Agent: James Hillier

Country: USA

Action/output: describe the possibility of energy-loss spectroscopy; together with R.F. Baker, he obtains the first inner-shell loss spectrum

STAM Category: S

SID Category: New application of the instrumentation technique

Institutional category: Industry

Source: Hillier, J., On microanalysis by electrons. *Phys. Rev.* 64 (1943) 318–319; Hillier, J. and Baker, R.F., Microanalysis by means of electrons. *J. Appl. Phys.* 15 (1944) 663–675.

50

Year: 1944

Agent: Robley Williams & Ralph Wyckoff



Country: USA

Action/output: introduce the example of shadowing by metal evaporation, independently from Heinz O. Müller (1942)

STAM Category: T

SID Category: Combination of an independent instrumentation technique

Institutional category: Academy

Source: Williams, R.C. and Wyckoff, R.W.G. (1944). The thickness of electron microscopic objects. *J. Appl. Phys.* 15 (1944) 712–715.

51

Year: 1944

Agent: Giovanni Induni

Country: Switzerland

Action/output: develop a Swiss microscope

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Industry

Source: Induni, G., *Das Schweizerische Übermikroskop. Vierteljahresschr. Naturforsch. Ges. Zürich* 90 (1945) 181–195.

52

Year: 1944

Agent: Georg Schönander AB

Country: Sweden

Action/output: produce a commercial model of the first Scandinavian electron microscope, for which a resolution of 2 nm was claimed, of which 10-15 were constructed

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Bergqvist, A., *Det Svenska elektronmikroskopet. Tek. Tidskr.* 76 (1946) 649–655 or *Ett Svensk elektronmikroskop. Industritidningen Norden* 33 (1946) 3–7.

53

Year: 1945

Agent: Vladimir Kosmich Zworykin, George A. Morton, E.G. Ramberg, James Hillier & A.W. Vance

Country: USA

Action/output: publish a very influential text

STAM Category: T

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Industry

Source: Zworykin, V.K., Morton, G.A., Ramberg, E.G., Hillier, J. and Vance, A.W., *Electron Optics and the Electron Microscope* (Wiley, New York 1945).

54

Year: 1946

Agent: Compagnie Générale de Télégraphie sans Fil (CSF)

Country: France

Action/output: markets the MIII CSF instrument

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Haguenau, 2003

55

Year: 1946

Agent: Pierre-Michel Duffieux

Country: France

Action/output: publish the first full account of Fourier optics, invented by Pierre-Michel Duffieux

STAM Category: S

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy

Source: Duffieux, P.-M., *L'Intégrale de Fourier et ses Applications à l'Optique* (privately printed for the author by Les Imprimeries Oberthur, Rennes 1946).

56

Year: 1947

Agent: Trüb-Täuber

Country: Switzerland

Action/output: market the KM model, a Swiss microscope (from the development of Giovanni Induni in 1944)

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Haguenau, 2003.

57

Year: 1947

Agent: François Bertein

Country: France

Action/output: discover the principle of the stigmator

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Industry

Source: Bertein, F., *Un système correcteur en optique électronique, C.R. Acad. Sci. Paris* 225 (1947) 801–803.

58

Year: 1947

Agent: James Hillier

Country: USA

Action/output: discover the principle of the stigmator

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Industry

Source: Hillier, J. and Ramberg, E.G., The magnetic electron microscope objective: contour phenomena and the attainment of high resolving power. *J. Appl. Phys.* 18 (1947) 48–71.

59

Year: 1947

Agent: Jan Bart Le Poole

Country: The Netherlands

Action/output: invent the focusing aid known as the "wobbler"; the Philips EM 100 is equipped with this device

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Industry

Source: Le Poole, J.B., A new electron microscope with continuously variable magnification. *Philips Tech. Rev.* 9 (1947) 33–46.

60

Year: 1947

Agent: Otto Scherzer

Country: Germany

Action/output: list almost all the ways of correcting the spherical aberration of electron lenses

STAM Category: S

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy

Source: Scherzer, O. Sphärische und chromatische Korrektur von Elektronenlinsen, *Optik* 2 (1947) 114–132.

61

Year: 1947

Agent: Associated Electrical Industries (AEI)

Country: UK

Action/output: appear the first serially produced English electron microscope, the EM2 (several models are produced until 1978 - separated event -, when Associated Electrical Industries (AEI) ceases electron microscope production)

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Haime, M.E., The design and construction of a new electron microscope. *J. Inst. Elec. Eng.* 14 (1947) 447–462; The electron optical system of the electron microscope. *J. Sci. Instrum.* 24 (1947) 61–66.

62

Year: 1948

Agent: Charles Oatley

Country: UK

Action/output: launch a programme of research in the Cambridge University Engineering Department (that culminates in the appearance of the first commercial scanning electron microscope in 1965); (the first such microscope is constructed by Dennis McMullan and the first images are obtained in 1951 - separated event -; the work is continued by Kenneth C.A. Smith, Oliver Wells (who obtained the first stereo 3-D images) and many others)

STAM Category: S

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy

Source: McMullan, D., An improved scanning electron microscope for opaque specimens. *Proc. Inst. Elec. Eng.* 100 (1953) 245–259.

63

Year: 1948

Agent: Denis Gabor

Country: UK

Action/output: invent holography as a means of circumventing the resolution limiting effect of the spherical aberration of electron lenses

STAM Category: S

SID Category: New application of the instrumentation technique

Institutional category: Industry

Source: Gabor, D., A new microscopic principle. *Nature* 161 (1948) 777–778.

64

Year: 1948

Agent: S. Suzuki

Country: Japan

Action/output: publish early books in Japanese on electron microscopy and electron optics

STAM Category: S

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy

Source: Suzuki, S., *Denshi Kenbikyo [Electron Microscopy]* (Kawade Shobo, 1948).

65

Year: 1948

Agent: D.C. Pease, R.F. Baker

Country: USA

Action/output: develop the ultramicrotome. The arrival of microtomes capable of cutting very thin sections had an immense effect on the development of the subject. It halted the progress toward higher voltage microscopes, which seemed essential for the thick specimens then being examined, and it improved the quality of micrographs out of all recognition.

STAM Category: T

SID Category: Combination of an independent instrumentation technique

Institutional category: Academy

Source: Pease, D.C. and Baker, R.F., Sectioning techniques for electron microscopy using a conventional microtome. *Proc. Soc. Exp. Biol. Med.* 67 (1948) 470–474.

66

Year: 1949

Agent: Japan Electron Optics Laboratory Limited (JEOL)

Country: Japan

Action/output: begin commercial production of electron microscopes

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Kanaya, K., Reminiscences of the development of electron optics and electron microscope instrumentation in Japan. *Adv. Electron. Electron Phys.*, Supplement 16 (1985) 317–386; Fujita, H., ed., *History of Electron Microscopes*. Published in commemoration of ICEM-11 (Kyoto, 1986); Tadano, B., Progress of electron microscopes in Hitachi. *Hitachi Rev.* 1 (1953) No. 4, 19–30.

67

Year: 1949

Agent: Otto Rang

Country: Germany

Action/output: discover the principle of the stigmator

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Rang, O., Der elektrostatische Stigmator, ein Korrektiv für astigmatische Elektronenlinsen. *Optik* 5 (1949) 518–530.

68

Year: 1949

Agent: A.L. Houwink, J.B. Le Poole, W.A. Le Rütte

Country: The Netherlands

Action/output: is held the first international congress on electron microscopy. The proceedings of this meeting herald many major developments in electron microscopy

STAM Category: S,T

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy

Source: Houwink, A.L., Le Poole, J.B. and Le Rütte, W.A. (eds) *Proceedings of the Conference on Electron Microscopy*, Delft, 4–8 July, 1949 (Hoogland, Delft, 1950).

69

Year: 1949

Agent: Otto Scherzer

Country: Germany

Action/output: publish the first studies on image formation and resolving power in wave-optical terms

STAM Category: S

SID Category: Theoretical description of a phenomenon

Institutional category: Academy

Source: Scherzer, O., The theoretical resolution limit of the electron microscope. *J. Appl. Phys.* 20 (1949) 20–29.

70

Year: 1949

Agent: Compagnie Générale de Télégraphie sans Fil (CSF)

Country: France

Action/output: announce the MIX, a much improved model of electron microscope (compared to MIII)

STAM Category: M

SID Category: Device evolution/adaptation for commercial purposes

Institutional category: Industry

Source: Haguenau, 2003.

71

Year: 1949

Agent: Philips

Country: The Netherlands

Action/output: launch its first commercial microscope, the EM100; this is followed by a series of progressively improved models, which continues today (2002) under FEI management (See Agar in *The Growth of Electron Microscopy* (1996) for a full account).

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Dorsten, A.C. van, Nieuwdorp, H. and Verhoeff, A., The Philips EM100. *Philips. Tech. Repts.* 12 (1950) 33–64.

72

Year: 1949

Agent: Ehrenberg & Siday

Country: UK

Action/output: publish an article in which the so-called Aharonov-Bohm effect is predicted on semi-classical grounds. (After many years of dispute, the existence of the effect is proved beyond any doubt by Akira Tonomura et al.)

STAM Category: S

SID Category: Theoretical description of a phenomenon

Institutional category: Academy

Source: Ehrenberg, W. and Siday, R.E., The refractive index in electron optics and the principles of dynamics. Proc. Phys. Soc. (London) B62 (1949) 8–21; Aharonov, Y. and Bohm, D., Significance of electromagnetic potentials in the quantum theory. Phys. Rev. 115 (1959) 485–491; Tonomura, A., Osakabe, N., Matsuda, T., Kawasaki, T. and Endo, J., Evidence for Aharonov–Bohm effect with magnetic field completely shielded from electron wave. Phys. Rev. Lett. 56 (1986) 792–795.

73

Year: 1949

Agent: Raymond Castaing

Country: France

Action/output: develop the X-ray microanalyser; preliminary descriptions are to be found in the Proceedings of the Delft (1949) conference on electron microscopy

STAM Category: S

SID Category: New application of the instrumentation technique

Institutional category: Academy; Government

Source: Castaing, R., Application des sondes électroniques à une méthode d'analyse ponctuelle chimique et cristallographique. Thèse, Paris 1951; Microanalysis by means of an electron-probe principle and corrections. In Electron Physics, National Bureau of Standards Circular 527 (1954) 305–308.

74

Year: 1950

Agent: Walter Glaser

Country: Austria

Action/output: publish the first studies on image formation and resolving power in wave-optical terms

STAM Category: S

SID Category: Theoretical description of a phenomenon

Institutional category: Academy

Source: Glaser, W., Zur wellenmechanischen Theorie der elektronenoptischen Abbildung. Sitzungsber. Öst. Akad. Wiss. Math-Naturw. Kl., Abt IIa, 159 (1950) 297–360.

75

Year: 1951

Agent: Raymond Castaing

Country: France

Action/output: develop the X-ray microanalyser; a full account becomes available (thesis)

STAM Category: S

SID Category: New application of the instrumentation technique

Institutional category: Academy; Government

Source: Castaing, R., Application des sondes électroniques à une méthode d'analyse ponctuelle chimique et cristallographique. Thèse, Paris 1951; Microanalysis by means of an electron-probe principle and corrections. In Electron Physics, National Bureau of Standards Circular 527 (1954) 305–308.

76

Year: 1951

Agent: Kyugo Sasagawa

Country: Japan

Action/output: publish early books in Japanese on electron microscopy and electron optics

STAM Category: S

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy

Source: Sasagawa, K., Denshi Kenbikyo [Electron Microscopy] (Honda Shoten, 1951)

77

Year: 1951

Agent: Dennis McMullan

Country: UK

Action/output: obtain the first images of the first electron microscope constructed with commercial purposes (from Charles Oatley research program); the work is continued by Kenneth C.A. Smith, Oliver Wells (who obtained the first stereo 3-D images) and many others

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Academy

Source: McMullan, D., An improved scanning electron microscope for opaque specimens. Proc. Inst. Elec. Eng. 100 (1953) 245–259.

78

Year: 1951

Agent: Siemens

Country: Germany

Action/output: resume microscope production. The UM100 appears in 1951 [and the Elmiskop 1 (resolution 1 nm) in 1954; the Elmiskop 101 follows in 1968, the 102 in 1972, and the CT150 in 1976, but in 1979, Siemens discontinues electron microscope production]"

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Haguenau, 2003

79

Year: 1951

Agent: Peter Andrew Sturrock

Country: USA

Action/output: publish a formal approach to aberration theory, inspired by Glaser's pioneering work

STAM Category: S

SID Category: Theoretical description that explains the practice

Institutional category: Government

Source: Sturrock, P.A., Perturbation characteristic functions and their application to electron optics. Proc. Roy. Soc. (London) A210 (1951) 269–289.

80

Year: 1952

Agent: Walter Glaser

Country: Austria

Action/output: publish a treatise on electron optics that remained the standard work for many decades

STAM Category: S

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy

Source: Glaser, W., Grundlagen der Elektronenoptik (Springer, Vienna 1952).

81

Year: 1953

Agent: Akashi

Country: Japan

Action/output: begin commercial production of electron microscopes

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Kanaya, K., Reminiscences of the development of electron optics and electron microscope instrumentation in Japan. Adv. Electron. Electron Phys., Supplement 16 (1985) 317–386; Fujita, H., ed., History of Electron Microscopes. Published in commemoration of ICEM-11 (Kyoto, 1986); Tadano, B., Progress of electron microscopes in Hitachi. Hitachi Rev. 1 (1953) No. 4, 19–30.

82

Year: 1953

Agent: Walter Glaser & P. Schiske

Country: Austria

Action/output: publish the first studies on image formation and resolving power in wave-optical terms

STAM Category: S

SID Category: Theoretical description of a phenomenon

Institutional category: Academy

Source: Glaser, W. and Schiske, P., Elektronenoptische Abbildung auf Grund der Wellenmechanik. Ann. Physik 12 (1953) 240–266 and 267–280.

83

Year: 1953

Agent: Prof. Qian Ning Zhao

Country: China

Action/output: discover a Metropolitan-Vickers EM3, still in its crate; it is assembled and is the prototype for the first Chinese microscopes

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Government

Source: Huang, L. Y. (1996). 4.7 The Construction of Commercial Electron Microscopes in China. Advances in Imaging and Electron Physics, 805–847. doi:10.1016/s1076-5670(08)70074-0

84

Year: 1953

Agent: A. Delong & V. Drahos

Country: Czechoslovakia

Action/output: appear a commercial Czech microscope, the TESLA BS241 (<https://www.isbrno.cz/en/profile>) (see also <http://www.czech-research.com/electron-microscopy-pride-czech-republic/>)

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Government

Source: Delong, A. and Drahos, V., Ceskoslovensky elektronovy mikroskop. Sb. VST Brno 20 (1951) 334–348.

85

Year: 1953

Agent: Cecil Edwin Hall

Country: USA

Action/output: publish a heavily used text

STAM Category: T

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy

Source: Hall, C.E., Introduction to Electron Microscopy (McGraw–Hill, New York 1953).

86

Year: 1954

Agent: Raymond Castaing

Country: France

Action/output: publish a full account of the X-ray microanalyser

STAM Category: S

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy; Government

Source: Castaing, R. Microanalysis by means of an electron-probe principle and corrections. In *Electron Physics*, National Bureau of Standards Circular 527 (1954) 305–308.

87

Year: 1954

Agent: Siemens

Country: Germany

Action/output: launch of the Elmiskop 1 (resolution 1 nm) electron microscope

STAM Category: M

SID Category: Device evolution/adaptation for commercial purposes

Institutional category: Industry

Source: Haguenau, 2003.

88

Year: 1954

Agent: Walter Glaser & G. Braun

Country: Austria; USA

Action/output: publish the first studies on image formation and resolving power in wave-optical terms

STAM Category: S

SID Category: Theoretical description of a phenomenon

Institutional category: Academy; Industry

Source: Glaser, W. and Braun, G., Zur wellenmechanischen Theorie der elektronenoptischen Abbildung. *Acta Phys. Austriaca* 9 (1954–5) 41–74 and 267–296.

89

Year: 1954

Agent: Koichi Kanaya

Country: Japan

Action/output: publish early books in Japanese on electron microscopy and electron optics

STAM Category: S

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy

Source: Kanaya, K., *Denshi Kenbikyo, Riron to sono Toriatsukai* [Electron Microscope, Theory and Practice] (Denki Shoin, Kyoto 1954).

90

Year: 1954

Agent: Heinz Düker & Gottfried Möllenstedt

Country: Germany

Action/output: obtain interference fringes by use of an electron biprism

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Academy

Source: Möllenstedt, G. and Düker, H., Fresnelsche Interferenzversuche mit einem Biprisma für Elektronenwellen. *Naturwissenschaften* 42 (1954) 41–43.

91

Year: 1954

Agent: Hans Boersch

Country: Germany

Action/output: discover the effect now known as the Boersch effect, whereby the energy distribution in an electron beam is altered if the current density becomes high

STAM Category: S

SID Category: Experimental description of a new phenomenon

Institutional category: Academy; Government

Source: Boersch, H. Experimentelle Bestimmung der Energieverteilung in thermisch ausgelösten Elektronenstrahlen. *Z. Physik* 139 (1954) 115–146.

92

Year: 1955

Agent: Optique de Précision de Levallois (OPL)

Country: France

Action/output: produce a commercial model of the magnetic microscope

STAM Category: M

SID Category: Device evolution/adaptation for commercial purposes

Institutional category: Industry

Source: Fert, C. and Selme, P., Le microscope électronique O.P.L. *Bull. Microsc. Appl.* 6 (1956) 157–164.

93

Year: 1955

Agent: G. Liebmann

Country: UK

Action/output: publish a heavily used set of "universal curves" representing magnetic lens properties

STAM Category: S

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Industry

Source: Liebmann, G., A unified representation of magnetic electron lens properties. *Proc. Phys. Soc. London B68* (1955) 737–745.

94

Year: 1955

Agent: Peter Andrew Sturrock

Country: UK  
Action/output: publish a full account in English of the eikonal method of analyzing electron optical systems  
STAM Category: S  
SID Category: Relevant technical publication  
Institutional category: Academy  
Source: Sturrock, P.A., *Static and Dynamic Electron Optics* (Cambridge University Press, London 1955).  
95  
Year: 1956  
Agent: Tadahoshi Hibi  
Country: Japan  
Action/output: introduce the pointed filament  
STAM Category: T  
SID Category: Component/configuration variation that improves the result  
Institutional category: Academy  
Source: Hibi, T., Pointed filament. I. Its production and its applications. *J. Electronmicrosc.* 4 (1956) 10–15.  
96  
Year: 1956  
Agent: James W. Menter  
Country: UK  
Action/output: observe crystal lattice images with dislocations  
STAM Category: A  
SID Category: New application of the instrumentation technique  
Institutional category: Industry  
Source: Menter, J.W., The direct study by electron microscopy of crystal lattices and their imperfections. *Proc. Roy. Soc. (London)* A236 (1956) 119–135.  
97  
Year: 1956  
Agent: Peter Duncumb  
Country: UK  
Action/output: add scanning coils to the microanalyser. [In the version introduced by Castaing, the specimen was moved mechanically under the (stationary) beam.]  
STAM Category: T  
SID Category: Component/configuration variation that improves the result  
Institutional category: Academy  
Source: Cosslett, V.E. and Duncumb, P.D., Micro-analysis by a flying-spot X-ray method. *Nature* 177 (1956) 1172–1173.  
98  
Year: 1957  
Agent: John Cowley & Alexander Moodie  
Country: Australia  
Action/output: propose the multislice method of image simulation (theoretically)  
STAM Category: S  
SID Category: Theoretical description that explains the practice  
Institutional category: Government  
Source: Cowley, J.M. and Moodie, A.F., Fourier images. I. The point source. *Proc. Phys. Soc. London* B70 (1957) 486–496; The scattering of electrons by atoms and crystals. I. A new theoretical approach. *Acta Cryst.* 10 (1957) 609–619.  
99  
Year: 1957  
Agent: Hide Yoshioka  
Country: Japan  
Action/output: study the effect of inelastic scattering on electron diffraction patterns  
STAM Category: A  
SID Category: Theoretical description that explains the practice  
Institutional category: Academy  
Source: Yoshioka, H., Effect of inelastic waves on electron diffraction. *J. Phys. Soc. Japan* 12 (1957) 618–628.  
100  
Year: 1958  
Agent: Pulp and Paper Research Institute  
Country: Canada  
Action/output: take delivery of a scanning electron microscope, based on the model constructed by K.C.A. Smith in the Department of Engineering of Cambridge University. (10 years later, Rezanowich summarizes its uses.)  
STAM Category: A  
SID Category: New application of the instrumentation technique  
Institutional category: Industry-Government-Academy  
Source: Rezanowich, A., Some applications of the scanning electron microscope at the Pulp and Paper Research Institute of Canada. *Scanning Electron Microsc.* (1968) 13–27.  
101  
Year: 1959  
Agent: Aharonov and Bohm  
Country: UK  
Action/output: publish the Aharonov-Bohm effect  
STAM Category: S  
SID Category: Theoretical description of a phenomenon  
Institutional category: Academy  
Source: Aharonov, Y. and Bohm, D. *Phys. Rev* 115 (1959) 485–491.  
102

Year: 1959

Agent: Peter Hirsch, Archibald Howie, Michael Whelan, Hatsujiro Hashimoto

Country: UK

Action/output: develop the kinematic and dynamical theory of image formation in crystalline specimens, in a series of publications. This is brought together in a book by Hirsch et al.

STAM Category: S

SID Category: Theoretical description that explains the practice

Institutional category: Academy

Source: Hirsch, P.B., Howie, A., Nicholson, R.B., Pashley, D.W. and Whelan, M.J., *Electron Microscopy of Thin Crystals* (Butterworths, London 1965).

103

Year: 1959

Agent: V.M. Kel'man & S.Ya. Yavor

Country: Russia

Action/output: publish a full treatise on electron optics in Russian

STAM Category: S

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Government

Source: Kel'man, V.M. and Yavor, S.Ya., *Elektronnaya Optika* (Izd. Akad. Nauk SSSR, Moscow and Leningrad 1959).

104

Year: 1959

Agent: W. Tretner

Country: Germany

Action/output: publish of a major paper, that completes Scherzer's result of 1936 (that chromatic and spherical aberration can never be eliminated from round lenses by skillful design); Tretner establishes the limits on these coefficients as a function of physical constraints

STAM Category: S

SID Category: Theoretical description that explains the practice

Institutional category: Industry

Source: Tretner, W., *Existenzbereiche rotationssymmetrischer Elektronenlinsen*. *Optik* 16 (1959) 155–184.

105

Year: 1959

Agent: R.M. Dolby; Vernon Ellis Cosslett

Country: UK

Action/output: use of the gas proportional counter for the analysis of light elements in X-ray microanalysis and first explorations of signal processing

STAM Category: T

SID Category: Combination of an independent instrumentation technique

Institutional category: Academy

Source: Dolby, R.M., Some methods for analysing unresolved proportional counter curves of X-ray line spectra. *Proc. Phys. Soc. (London)* 73 (1959) 81–94; Dolby, R.M. and Cosslett, V.E., A spectrometer system for long-wavelength X-ray emission microanalysis. In *X-ray Optics and X-ray Microanalysis* (Engström, A., Cosslett, V. and Pattee, H., eds) 351–357 (Elsevier, Amsterdam, London & New York, 1960).

106

Year: 1960

Agent: Cambridge Instruments

Country: UK

Action/output: market MICROSCAN, the scanning coils added to the microanalyser (by Peter Dncumb, in 1956)

STAM Category: M

SID Category: Device evolution/adaptation for commercial purposes

Institutional category: Industry

Source: Haguenau, 2003

107

Year: 1960

Agent: Gaston Dupouy

Country: France

Action/output: obtain the first pictures with the 1.2-MV microscope, constructed in Toulouse. (Dupouy had great hopes that this instrument would enable biologists to study living material by electron microscopy).

STAM Category: A

SID Category: New application of the instrumentation technique

Institutional category: Government

Source: Dupouy, G., Perrier, F., and Durrieu, L., *L'observation de la matière vivante au moyen d'un microscope électronique fonctionnant sous très haute tension*. *C.R. Acad. Sci. Paris* 251 (1960) 2836–2841.

108

Year: 1960

Agent: A.D.G. Stewart

Country: UK

Action/output: incorporate argon ion beam etching in a SEM

STAM Category: T

SID Category: Combination of an independent instrumentation technique

Institutional category: Academy

Source: Stewart, A.D.G., Investigation of the topography of ion bombarded surfaces with a scanning electron microscope. *Proc. ICEM-5 (Philadelphia 1962)* vol. 1, D-12.

109

Year: 1960



Agent: T.E. Everhart & R.F.M. Thornley

Country: UK

Action/output: describe a much-used SEM detector, the Everhart-Thornley detector

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Everhart, T.E. and Thornley, R.F.M., Wideband detector for micro-microampère low-energy electron currents. *J. Sci. Instrum.* 37 (1960) 246–248.

110

Year: 1962

Agent: Raymond Castaing & Lucien Henry

Country: France

Action/output: describe an energy filter combining a magnetic prism and an electrostatic mirror for elemental mapping

STAM Category: T

SID Category: Component/ configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Castaing, R. and Henry, L., Filtrage magnétique des vitesses en microscopie électronique. *C. R. Acad. Sci. Paris* 255 (1962) 76–78.

111

Year: 1964

Agent: André Laberrigie & Paul Levinson

Country: France

Action/output: first propose for magnetic lenses exploiting superconductivity. [The early proposals of André Laberrigie and Paul Levinson in Reims were quickly followed by work in Chicago (Humberto Fernández-Morán), Japan (S. Ozasa et al.), Berlin (Hans Boersch), and in the Siemens Research Laboratory in Munich. A section of the proceedings of the International Congress on Electron Microscopy held in Kyoto in 1966 is devoted to superconducting lenses. A major development was the introduction of the "shielding lens" by Isolde Dietrich and colleagues in Munich. The subject was reviewed by David Hardy in 1973 and the book by Isolde Dietrich may be regarded as its swan song.]

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Laberrigie, A. and Levinson, P., Utilisation des propriétés des fils supraconducteurs en microscopie électronique. *C. R. Acad. Sci. Paris* 259 (1964) 530–532.

112

Year: 1965

Agent: The Cambridge Instrument Company

Country: UK

Action/output: launch the first commercial SEM, the Stereoscan

STAM Category: M

SID Category: Device evolution/adaptation for commercial purposes

Institutional category: Industry

Source: Stewart, A.D.G. and Snelling, M.A., A new scanning electron microscope. *Proc. EUREM-3 (Prague 1964)* A, 55–56.

113

Year: 1965

Agent: Karl-Joseph Hanszen

Country: Germany

Action/output: introduce the notion of contrast-transfer function into electron optics

STAM Category: T

SID Category: Theoretical description that explains the practice

Institutional category: Government

Source: Hanszen, K.-J. and Morgenstern, B., Die Phasenkontrast- und Amplitudenkontrast-Übertragung des elektronenmikroskopischen Objektivs. *Z. Angew. Phys.* 19 (1965) 215–227; Hanszen, K.-J., Problems of image interpretation in electron microscopy with linear and nonlinear transfer. *Z. Angew. Phys.* 27 (1969) 125–131.

114

Year: 1965

Agent: Albert Crewe

Country: USA

Action/output: describe the scanning transmission electron microscope (STEM) briefly at a Conference; (a successful working model is presented in 1968. This is the first major use of a field-emission gun in electron microscopy. The gun was designed by James Butler, an early example of computer-aided design in electron optics)

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Crewe, A.V., Wall, J. and Welter, L.M., A high-resolution scanning transmission electron microscope. *J. Appl. Phys.* 39 (1968) 5861–5868.

115

Year: 1965

Agent: Cavendish Laboratory

Country: UK

Action/output: complete the Cambridge high-voltage electron microscope (750 kV)

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Proceedings of ICEM-6 (ICEM-6 was in Kyoto)

116

Year: 1965

Agent: various (Hitachi, Shimadzu, JEOL, Nagoya University)

Country: Japan

Action/output: complete several Japanese 1-MV microscope projects

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy; Industry

Source: Proceedings of ICEM-6; Komoda, T. (1996). 4.5 Electron Microscopes and Microscopy in Japan. *Advances in Imaging and Electron Physics*, 685–722. doi:10.1016/s1076-5670(08)70068-5

117

Year: 1965

Agent: Charles Oatley, William Nixon & Fabian Pease

Country: UK

Action/output: prepare the first full account of the modern SEM

STAM Category: T

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy

Source: Oatley, C.W., Nixon, W.C. and Pease, R.F.W., *Scanning Electron Microscopy*. *Adv. Electron. Electron Phys.* 21 (1965) 181–247.

118

Year: 1966

Agent: James Butler

Country: USA

Action/output: first use practically the gun for the STEM designed by Albert Crewe (1966); this is an early example of computer-aided design in electron optics

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Government

Source: Butler, J.W., *Digital computer techniques in electron microscopy*. ICEM-6 (Kyoto) 1, 191–192.

119

Year: 1966

Agent: W.D. Riecke & Ernst Ruska

Country: Germany

Action/output: first use practically the condenser-objective lens, the advantages of which had been predicted by Glaser

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy; Government

Source: Riecke, W.D. and Ruska, E., A 100 kV transmission electron microscope with single-field condenser-objective. ICEM-6 (Kyoto 1966) 1, 19–20.

120

Year: 1966

Agent: F. Thon

Country: Germany

Action/output: visualize the contrast-transfer function

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Industry

Source: Thon, F., Zur Defokussierungsabhängigkeit des Phasenkontrastes bei der elektronenmikroskopischen Abbildung. *Z. Naturforsch.* 21a (1966) 476–478.

121

Year: 1966

Agent: M. Cole

Country: UK

Action/output: arrival of the Metals Research "Quantimet" for the analysis of scanning electron microscope images

STAM Category: T

SID Category: Combination of an independent instrumentation technique

Institutional category: Industry

Source: Cole, M., The Metals Research Quantimet (QTM). *Microscope & Crystal Front* 15 (1966) 148–160.

122

Year: 1968

Agent: Albert Crewe

Country: USA

Action/output: present a successful working model of the scanning transmission electron microscope (STEM). This is the first major use of a field-emission gun in electron microscopy. (The gun was designed by James Butler, an early example of computer-aided design in electron optics.)

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Crewe, A.V., Wall, J. and Welter, L.M., A high-resolution scanning transmission electron microscope. *J. Appl. Phys.* 39 (1968) 5861–5868.

123

Year: 1968

Agent: Siemens

Country: Germany

Action/output: launch the Elmiskop 101 electron microscope

STAM Category: M

SID Category: Device evolution/adaptation for commercial purposes

Institutional category: Industry

Source: Haguenau, 2003

124

Year: 1968

Agent: Akira Tonomura, Akira Fukuhara, Hiroshi Watanabe & Tsutomu Komoda

Country: Japan

Action/output: first reconstruct optically an in-line electron hologram

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Industry

Source: Tonomura, A., Fukuhara, A., Watanabe, H. and Komoda, T., Optical reconstruction of image from Fraunhofer electron-hologram. *Japan. J. Appl. Phys.* 7 (1968) 295.

125

Year: 1968

Agent: David de Rosier & Aaron Klug

Country: UK

Action/output: first reconstruct three dimensional structures (in this case, of a virus).

STAM Category: A

SID Category: New application of the instrumentation technique

Institutional category: Government

Source: Rosier, D. de and Klug, A., Reconstruction of three dimensional structures from electron micrographs. *Nature* 217 (1968) 130–134.

126

Year: 1968

Agent: Gottfried Möllenstedt & Herbert Wahl

Country: Germany

Action/output: first experiment on off-axis holography

STAM Category: T

SID Category: Combination of an independent instrumentation technique

Institutional category: Academy

Source: Möllenstedt, G. and Wahl, H., Elektronenholographie und rekonstruktion mit Laserlicht. *Naturwissenschaften* 55 (1968) 340–341.

127

Year: 1968

Agent: N.C. MacDonald; White, E.W., McKinstry, H.A. and Johnson, G.G.

Country: USA

Action/output: first attempt to process scanning microscope images

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: MacDonald, N.C., Computer-controlled scanning electron microscopy. *EMSA Proc.* 26 (1968) 362–363; White, E.W., McKinstry, H.A. and Johnson, G.G., Computer processing of SEM images. *Scanning Electron Microsc.* (1968) 95–103.

128

Year: 1968

Agent: Peter Duncumb

Country: UK

Action/output: describe the first analytical TEM designed for X-ray spectroscopy. Ahead of its time, but constrained by the use of bulky, inefficient crystal spectrometers, the EMMA was not a commercial success, but paved the way for the next generation of EDS-based AEMs.

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Industry

Source: Duncumb, P., EMMA, A combination of an electron microscope and a microprobe analyser, *J. Microscopie* 7, 581–589.

129

Year: 1968

Agent: P.A. Doyle & P.S. Turner

Country: Australia

Action/output: publish reliable scattering factor tables

STAM Category: S

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy

Source: Doyle P.A. and Turner P.S., Relativistic Hartree–Fock X-ray and electron scattering factors. *Acta Cryst.* A24, 390–397.

130

Year: 1968

Agent: P.R. Thornton

Country: UK

Action/output: publish the first book on scanning electron microscopy

STAM Category: S,T

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy

Source: Thornton, P.R., *Scanning Electron Microscopy, Applications to Materials and Device Science* (Chapman & Hall, London 1968).

131

Year: 1969

Agent: Akira Tonomura

Country: Japan

Action/output: first experiment on off-axis holography (in the same period of Gottfried Möllenstedt & Herbert Wahl, Tübingen, 1968)

STAM Category: T

SID Category: Combination of an independent instrumentation technique

Institutional category: Industry

Source: Tonomura, A., Electron beam holography. *J. Electron Microsc.* 18 (1969) 77–78.

132

Year: 1969

Agent: Von Walter Hoppe

Country: Germany

Action/output: introduce the notion of ptychography. In this technique, information about the phase distribution of the electron wavefunction is obtained by modulating the wave incident on the specimen.

STAM Category: T

SID Category: Combination of an independent instrumentation technique

Institutional category: Academy

Source: Hoppe, W., Beugung in inhomogenen Primärstrahlwellenfeld. I. *Acta Cryst.* A25 (1969) 495–501; Hoppe, W. and Strube, G., II. *Acta Cryst.* A25, 502–507; Hoppe, W., III. *Acta Cryst.* A25 (1969) 508–514.

133

Year: 1969

Agent: B.D. Wittry

Country: UK

Action/output: add a post-column electron energy-loss spectrometer.

STAM Category: T

SID Category: Combination of an independent instrumentation technique

Institutional category: Academy

Source: Wittry, D.B., An electron spectrometer for use with the transmission electron microscope. *J. Phys.* D2 (1969) 1757–1766.

134

Year: 1969

Agent:

Country: USA

Action/output: cease production of electron microscopes. For a few years since 1940 (first commercial TEM by RCA), RCA dominates the electron microscope market, but after the war, many European and Japanese firms develop such instrument.

STAM Category: M

SID Category: Market exit of a commercial player

Institutional category: Industry

Source: Rasmussen, N., *Picture Control. The Electron Microscope and the Transformation of Biology in America, 1940–1960* (Stanford University Press, Stanford 1997).

135

Year: 1970

Agent: Gaston Dupouy & F. Perrier

Country: France

Action/output: obtain the first images with the Toulouse 3-MV microscope presented at the IECM

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Government

Source: Dupouy, G. and Perrier, F., *Microscope électronique 3 millions de volts. ICEM-7* (Grenoble, 1970) 1, 129–130.

136

Year: 1970

Agent: M.G.R. Thomson & E. Zeitler

Country: USA

Action/output: first full study of the mechanism of STEM image formation

STAM Category: S

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy

Source: Thomson, M.G.R. and Zeitler, E., *Scanning transmission electron microscopy. I and II. Optik* 31 (1970) 258–280 and 359–366.

137

Year: 1970

Agent: Stenn, K. and Bahr, G.F.

Country: USA

Action/output: begin the preoccupation with radiation damage (that is, damage to the specimen caused by electron bombardment). The selection of references (column SOURCE) gives an idea of the attempts to study and circumvent it, including some early work on the study of living material in a microchamber.

STAM Category: C

SID Category: Experimental description of a new phenomenon

Institutional category: Government

Source: Stojanova, I.G. and Belawzowa, E.M., *Experimentelle Untersuchung der thermischen Einwirkung des Elektronenstrahls auf das Objekt im Elektronenmikroskop. ICEM-4* (Berlin, 1958) vol. 1, 100–103. Stoyanova, I.G., Nekrasova, T.A. and Biryuzova, V.I., Study of the action of radiation on bacterial cells in the wet microchamber of an electron microscope. *Dokl. Akad. Nauk* 131 (1960) 195–198; *Sov. Phys. Dokl.* 5 (1960–1) 433–436. Stoyanova, I.G. and Nekrasova, T.A., Study of live microorganisms in the electron microscope by the gas microchamber method. *Dokl. Akad. Nauk* 134 (1960) 467–470; *Sov. Phys. Dokl.* 5 (1960–1961) 1117–1121. Stoyanova, I., On damage of electron microscope objects by electrons of average

energies; Some results obtained while studying bacterial cells in gas microchamber of electron microscope. ICEM-6 (Kyoto, 1966) 1, 581–582 and 2, 265–266. Stenn, K. and Bahr, G.F., Specimen damage caused by the beam of the transmission electron microscope, a correlative reconsideration. *J. Itrastruct. Res.* 31 (1970) 526–550. Grubb, D.T. and Groves, G.W., Rate of damage of polymer crystals in the electron microscope. Dependence on temperature and beam voltage. *Phil. Mag.* 24 (1971) 815–828. Baumeister, W., Hahn, M., Seredynski, J. and Herbertz, L.M., Radiation damage of proteins in the solid state: changes of amino acid composition in catalase. *Ultramicroscopy* 1 (1976) 377–382. Reimer, L., Information about the radiation damage of organic molecules by electron diffraction. *J. Microsc. Spectrosc. Electron.* 3 (1978) 579–590. Glaeser, R.M. and Taylor, K.A., Radiation damage relative to transmission electron microscopy of biological specimens at low temperature: A review. *J. Microscopy* 112 (1978) 127–138. "Cryomicroscopy and radiation damage." Special issue of *Ultramicroscopy* 10 (1982) 1–177.

138

Year: 1970

Agent: J. Beauvillain

Country: France

Action/output: revive of interest in convergent-beam electron diffraction

STAM Category: A

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Government

Source: Beauvillain, J., Formation simultanée de deux diagrammes de diffraction électronique. *J. Microscopie* 9 (1970) 455–464.

139

Year: 1970

Agent: D.J. Barber

Country: UK

Action/output: first describe the use of twin ion guns to thin nonconducting specimens from both sides simultaneously. Also the first paper to describe rotating the specimen to give more uniform surface finish. From this paper has grown the current broad spectrum of commercial ion-beam thinning devices, essential for TEM of multiphase, insulating, and semiconducting materials.

STAM Category: A

SID Category: Combination of an independent instrumentation technique

Institutional category: Academy

Source: Barber, D.J., Thin foils of non-metals made for electron microscopy by sputter etching, *J. Mater. Sci.* 5, (1970) 1–8.

140

Year: 1970

Agent: A.V. Crewe, J.Wall &amp; J. Langmore

Country: USA

Action/output: present images of single atoms, by forming the ratio of the elastic and inelastic images in a STEM. The contrast mechanism is known as "Z-contrast", since the ratio of the scattering cross sections is approximately proportional to the atomic number Z.

STAM Category: S

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Academy

Source: Crewe, A.V., Wall, J. and Langmore, J., Visibility of single atoms. *Science* 168 (1970) 1338–1340.

141

Year: 1971

Agent: Anthony Crowther

Country: UK

Action/output: place the method of three-dimensional reconstruction (by David de Rosier and Aaron Klug in 1968) on a firm theoretical footing

STAM Category: A

SID Category: New application of the instrumentation technique

Institutional category: Government

Source: Crowther, R.A., Procedures for three-dimensional reconstruction of spherical viruses by Fourier synthesis from electron micrographs. *Phil. Trans. Roy. Soc. London B*261 (1971) 221–230.

142

Year: 1971

Agent: Hajime Ohiwa

Country: Japan

Action/output: introduce the moving objective lens

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Ohiwa, H., Goto, E. and Ono, A., Elimination of third-order aberrations from electron-beam scanning systems. *Electron. Commun. Japan* 54B (1971) No. 12, 44–51.

143

Year: 1972

Agent: Colin Fisher

Country: UK

Action/output: come of age of Metals Research "Quantimet" (for the analysis of scanning electron microscope images), with Model 720, which provides high-speed, dedicated, automatic digital image analysis and external digital scan control of the SEM

STAM Category: T

SID Category: Combination of an independent instrumentation technique

Institutional category: Industry

Source: Fisher, C., The new Quantimet 720. *Microscope* 19 (1972) 1–20; Fisher, C., Automatic image analysis for the stereologist. *J. Microscopy* 95 (1972) 385–392.

144

Year: 1972

Agent: Siemens

Country: Germany

Action/output: launch the Elmiskop 102 electron microscope

STAM Category: M

SID Category: Device evolution/adaptation for commercial purposes

Institutional category: Industry

Source: Haguenau, 2003.

145

Year: 1972

Agent: A. Boyde

Country: UK

Action/output: enable the microdissection and 3-D video recording performed in the scanning electron microscope, by real-time, direct-view stereoscopic scanning electron microscopy

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Boyde, A., Quantitative photogrammetric analysis and qualitative stereoscopic analysis of SEM images. *J. Microscopy* 98 (1973) 452–471; Boyde, A., Real-time stereo TV-speed scanning electron microscopy. *Beiträge zur Elektronenmikroskopische Direktabbildung von Oberflächen (BEDO)* 7 (1974) 221–230.

146

Year: 1972

Agent: Ralph Gerchberg, Owen Saxton

Country: UK

Action/output: describe an algorithm for the iterative solution of the phase problem

STAM Category: A

SID Category: Theoretical description that explains the practice

Institutional category: Academy

Source: Gerchberg, R.W. and Saxton, W.O., A practical algorithm for the determination of phase from image and diffraction plane pictures. *Optik* 35 (1972) 237–246.

147

Year: 1972

Agent: Joseph Wall

Country: USA

Action/output: begin to use the STEM for molecular weight determination (<https://www.bnl.gov/newsroom/news.php?a=110483>). The first proposal was made by Joseph Wall (is taken up elsewhere, notably by Andreas Engel (1978)).

STAM Category: A

SID Category: New application of the instrumentation technique

Institutional category: Academy

Source: Wall, J., Mass and mass loss measurements on DNA and fd phage. *EMSA* 30 (1972) 186–187.

148

Year: 1972

Agent: Dennis Lynch & Michael O'Keefe

Country: Australia

Action/output: put into practice the multislice method of image simulation proposed by John Cowley and Alexander Moodie in 1957

STAM Category: A

SID Category: New application of the instrumentation technique

Institutional category: Government

Source: Allpress, J.G., Hewat, E.A., Moodie, A.F. and Sanders, J.V., n-beam lattice images. I. Experimental and computed images from W4Nb26O77. *Acta Cryst.* A28 (1972) 528–536; Lynch, D.F. and O'Keefe, M.A., n-beam lattice images. II. Methods of calculation. *Acta Cryst.* A28 (1972) 536–548; Anstis, G.R., Lynch, D.F., Moodie, A.F. and O'Keefe, M.A., n-beam lattice images. III. Upper limits of ionicity in W4Nb26O77. *Acta Cryst.* A29 (1973) 138–147; O'Keefe, M.A. n-beam lattice images. IV. Computed two-dimensional images. *Acta Cryst.* A29 (1973) 389–401.

149

Year: 1973

Agent: Eric Munro

Country: UK

Action/output: first account fully the advantages of the finite-element method for electron optical field calculation

STAM Category: T

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy

Source: Munro, E., Computer-aided design of electron lenses by the finite-element method. In *Image Processing and Computer-aided Design in Electron Optics* (P.W.Hawkes, ed.) pp. 284–323 (Academic Press, London & New York 1973).

150

Year: 1974

Agent: Ludwig Reimer

Country: Germany

Action/output: publish the first of a series of books on scanning electron microscopy

STAM Category: S,T

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy

Source: Reimer, L. and Pfefferkorn, G., *Raster-Elektronenmikroskopie* (Springer, Berlin & New York 1973, 1977).

151

Year: 1974

Agent: Harald Rose, Erich Plies

Country: Germany

Action/output: introduce the  $\Omega$ -filter. Further studies are made by Gerard Zanchi, Jean-Philippe Pérez, Yolande Kihn, and Jean Sevely, which lead to the construction of such a filter for the 1.2-MV microscope in Toulouse, and by Pearce-Percy et al.

STAM Category: T

SID Category: Combination of an independent instrumentation technique

Institutional category: Academy

Source: Rose, H. and Plies, E., Entwurf eines fehlerarmen magnetischen Energie-Analysators. *Optik* 40 (1974) 336–341; Zanchi, G., Perez, J.-P. and Sevely, J., Adaptation of a magnetic filtering device on a one megavolt electron microscope. *Optik* 43 (1975) 495–501; Pearce-Percy, H.T., Krahl, D. and Jaeger, J., A 4-magnet imaging spectrometer for a fixed-beam transmission electron microscope. *EUREM-6* (Jerusalem, 1976) 1, 348–349; Zanchi, G., Kihn, Y. and Sevely, J., On aberration effects in the chromatic plane of the omega filter. *Optik*, 60 (1982) 427–436.

152

Year: 1974

Agent: N.H. Dekkers, H. de Lang

Country: The Netherlands

Action/output: show that the use of detectors that are not circularly symmetric in STEM yields phase information

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Industry

Source: Dekkers, N.H. and Lang, H. de, Differential phase contrast in a STEM. *Optik* 41 (1974) 452–456.

153

Year: 1974

Agent: Vacuum Generators

Country: UK

Action/output: make a commercial STEM, the HB5. (Soon after, Siemens also markets a STEM, the ST100)

STAM Category: M

SID Category: Device evolution/adaptation for commercial purposes

Institutional category: Industry

Source: Wardell, I.R.M., Morphey, J. and Bovey, P., Results and performance of a high-resolution STEM. In *Scanning Electron Microscopy; Systems and Applications 1973* (Nixon, W.C., ed.) 182–185 (Institute of Physics, London 1973).

154

Year: 1974

Agent: Vincent J Coates, Leonard M Welter

Country: USA

Action/output: marked revival of interest in low-voltage scanning electron microscopy

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Industry

Source: Pawley, J.B., Low voltage scanning electron microscopy. *J. Microscopy* 136 (1984) 45–68. Welter, L.M. and Coates, V.J., High resolution scanning microscopy at low accelerating voltages. *Scanning Electron Microsc.* (1974) 59–66. "Low voltage SEM," special issue of *J. Microscopy* 140 (1985) No. 3. Reimer, L., *Image Formation in Low-voltage Scanning Electron Microscopy* (SPIE Press, Bellingham, WA 1993).

155

Year: 1975

Agent: Siemens

Country: Germany

Action/output: market a STEM, the ST100 (Elmiskop ST100F)

STAM Category: M

SID Category: Device evolution/adaptation for commercial purposes

Institutional category: Industry

Source: Krisch, B., Müller, K.H., Schliepe, R., Thon, F. and Willasch, D., Elmiskop ST100—ein Durchstrahlungs-Rasterelektronenmikroskop höchster Leistung. *Siemens Z.* 50 (1976) 47–50.

156

Year: 1976

Agent: Isolde Dietrich

Country: Germany

Action/output: publish the book that is considered the swang song in the subject of magnetic lenses exploiting superconductivity (first proposals by André Laberrigue and Paul Levinson in Reims, 1964)

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Industry

Source: Dietrich, I., *Superconducting Electron-optic Devices*. (Plenum, New York & London 1976).

157

Year: 1976

Agent: Siemens

Country: Germany

Action/output: launch the CT150 electron microscope

STAM Category: M

SID Category: Device evolution/adaptation for commercial purposes

Institutional category: Industry

Source: Haguenu, 2003.

158

Year: 1976

Agent: B.F. Buxton, J.A. Eades, J.W. Steeds & G.M. Rackham

Country: UK

Action/output: extract crystallographic information from convergent-beam diffraction patterns

STAM Category: A

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Buxton, B.F., Eades, J.A., Steeds, J.W. and Rackham, G.M., The symmetry of electron diffraction zone-axis patterns. *Phil. Trans. Roy. Soc. London A281* (1976) 181–184.

159

Year: 1976

Agent: E. Harting & F.H. Read

Country: Australia; UK

Action/output: publish the first book wholly on electrostatic lenses

STAM Category: S,T

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy

Source: Harting, E. and Read, F.H., *Electrostatic Lenses* (Elsevier, Amsterdam 1976).

160

Year: 1977

Agent: Jones, B.L., Jenkins, D.G., Booker, G.R. and Fry, P.W.

Country: UK

Action/output: develop parallel EELS (PEELS)

STAM Category: T

SID Category: Combination of an independent instrumentation technique

Institutional category: Academy; Industry

Source: Jones, B.L., Jenkins, D.G., Booker, G.R. and Fry, P.W., Use of silicon linear photodiode arrays for detection of high-energy electrons. In *Developments in Electron Microscopy and Analysis, 1977* (Misell, D.L., ed.) 73–76 (Institute of Physics, Bristol 1977); Johnson, D.E., Csillag, S., Monson, K.L. and Stern, E.A., A photodiode, parallel detection system for energy loss spectroscopy. *Proc. EMSA 39* (1981) 370–371; Shuman, H., Parallel recording of electron energy loss spectra. *Ultramicroscopy 6* (1981) 163–167; Egerton, R.F., Parallel-recording systems for electron energy loss spectroscopy (EELS). *J. Electron Microsc. Techn. 1* (1984) 37–52; Egerton, R.F. and Crozier, P.A., A compact parallel-recording detector for EELS. *J. Microscopy 148* (1987) 157–166; Krivanek, O.L., Ahn, C.C. and Keeney, R.B., Parallel detection electron spectrometer using quadrupole lenses. *Ultramicroscopy 22* (1987) 103–115; Krivanek, O.L. and Kundmann, M.K., Progress in parallel-detection EELS. *EMAG–MICRO 89* (London, 1989) 1, 33–40.

161

Year: 1978

Agent: Andreas Engel

Country: Switzerland

Action/output: take up the proposal of the use of the STEM for molecular weight determination. (The first proposal was made by Josephh Wall (1972))

STAM Category: A

SID Category: New application of the instrumentation technique

Institutional category: Academy

Source: Engel, A., Molecular weight determination by scanning transmission electron microscopy. *Ultramicroscopy 3* (1978) 273–281.

162

Year: 1978

Agent: Associated Electrical Industries (AEI)

Country: UK

Action/output: cease electron microscope production

STAM Category: M

SID Category: Market exit of a commercial player

Institutional category: Industry

Source: Haguenau, 2003.

163

Year: 1978

Agent: Harald Rose

Country: Germany

Action/output: cancel some aberrations in  $\Omega$ -type filters by the introduction of additional symmetries. The advantages of a symmetric design are not supplemented by introducing a plane of antisymmetry in each half of the filter.

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Rose, H., Aberration correction of homogeneous magnetic deflection systems. *Optik 51* (1978) 15–38.

164

Year: 1979

Agent: Siemens

Country: Germany

Action/output: discontinue electron microscope production

STAM Category: M

SID Category: Market exit of a commercial player

Institutional category: Industry

Source: Haguenau, 2003.

165

Year: 1979

Agent: Ernst Ruska



Country: Germany

Action/output: publish a history of the early years of the electron microscope

STAM Category: S,T

SID Category: Relevant historical publication

Institutional category: Academy; Government; Industry

Source: Ruska, E. "Die frühe Entwicklung der Elektronenlinsen und der Elektronenmikroskopie", Acta Hist. Leopoldina No. 12 (1979); English translation by T. Mulvey, The Early Development of Electron Lenses and Electron Microscopy (Hirzel, Stuttgart 1980) and Microscopica Acta Supplement 5 (1980).

166

Year: 1979

Agent: A. Tonomura, T. Matsuda & J. Endo

Country: Japan

Action/output: correct the spherical aberration of an objective lens, by holography, as in Gabor's original proposal

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Industry

Source: Tonomura, A., Matsuda, T., and Endo, J., Sphericalaberration correction of an electron lens by holography. Japan. J. Appl. Phys. 18 (1979) 1373–1377.

167

Year: 1979

Agent: G.D. Danilatos & V.N.E. Robinson

Country: Australia

Action/output: explain the mode of image formation in the scanning electron microscope with a modest vacuum.

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Danilatos, G.D. and Robinson, V.N.E., Principles of scanning electron microscopy with high specimen chamber pressures. Scanning 2 (1979) 72–82.

168

Year: 1979

Agent: M.M.J. Treacy, A. Howie & S.J. Pennycook

Country: UK

Action/output: first intimate a new form of Z-contrast in the STEM, later to evolve into the high-angle angular dark-field (HAADF) technique (in 1989 on, especially in the hands of Steven Pennycook and Peter Nellist.)

STAM Category: A

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Treacy, M.M.J., Howie, A. and Pennycook, S.J., Z contrast of supported catalyst particles in the STEM. In Electron Microscopy and Analysis 1979 (Mulvey, T., ed.), 261–264 (Institute of Physics, Bristol & London 1980).

169

Year: 1980

Agent: Philips

Country: The Netherlands

Action/output: introduce the Philips TWIN lens for the EM400 series of transmission electron microscopes

STAM Category: M

SID Category: Device evolution/adaptation for commercial purposes

Institutional category: Industry

Source: Mast, K. van der, Rakels, C.J. and Le Poole, J.B., A high quality multipurpose objective lens. EUREM-7 (The Hague 1980) 1, 72–73; Bormans, B. and Hagemann, P., The TWIN lens system—a high resolution objective lens at 300 kV. Proc. EMSA 44 (1986) 610–613.

170

Year: 1980

Agent: M. Tanaka, R. Saito, K. Ueno & Y. Harada

Country: Japan

Action/output: continue work on the extraction of crystallographic information from convergent-beam electron diffraction patterns with a large angular view

STAM Category: A

SID Category: New application of the instrumentation technique

Institutional category: Academy; Industry

Source: Tanaka, M., Saito, R., Ueno, K. and Harada, Y., Large-angle convergent-beam electron diffraction. J. Electron Microsc. 29 (1980) 408–412.

171

Year: 1980

Agent: Joachim Frank, Martin van Heel

Country: The Netherlands; USA

Action/output: introduce correspondence analysis for image classification (this gave the basis for cryomicroscopy)

STAM Category: A

SID Category: New application of the instrumentation technique

Institutional category: Academy; Government

Source: Frank, J. and Heel, M. van, Intelligent averaging of single molecules using computer alignment and correspondence analysis. I. The basic method. EUREM-7 (The Hague, 1980) 2 (1980) 690–691; Heel, M. van and Frank, J., Intelligent averaging of single molecules using computer alignment and correspondence analysis. II. Localization of image features. EUREM-7 (The Hague, 1980) 2 (1980) 692–693; Heel, M. van and Frank, J., Use of multivariate statistics in analysing the images of biological macromolecules. Ultramicroscopy 6 (1981) 187–194; Frank, J., Verschoor, A. and Boublik, M., Multivariate statistical analysis of ribosome electron micrographs. L and R lateral views of the 40S subunit from HeLa cells. With an Appendix by Frank, J. and

Heel, M. van, Correspondence analysis of aligned images of biological particles. *J. Mol. Biol.* 161 (1982) 107–137;  
 Radermacher, M., Wagenknecht, T., Verschoor, A. and Frank, J., A new 3-D reconstruction scheme applied to the 50S  
 ribosomal subunit of *E. coli*. *J. Microscopy* 141 (1986) RP1–RP2; Radermacher, M., Wagenknecht, T., Verschoor, A. and Frank,  
 J., Three-dimensional reconstruction from a single exposure, random conical tilt series applied to the 50S ribosomal subunit of  
*Escherichia coli*. *J. Microscopy* 146 (1987) 113–136; Radermacher, M., Threedimensional reconstruction of single particles from  
 random and nonrandom tilt series. *J. Electron Microsc. Tech.* 9 (1988) 359–394; Heel, M. van, A new family of powerful  
 multivariate statistical sequence analysis techniques. *J. Mol. Biol.* 220 (1991) 877–887.

172

Year: 1982

Agent: Tom Mulvey

Country: UK

Action/output: first describe fully of a large family of unusual magnetic lens designs

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Mulvey, T., Unconventional lens design. In *Magnetic Electron Lenses* (P.W. Hawkes, ed.), pp. 359–420 (Springer,  
 Berlin 1982).

173

Year: 1982

Agent: E. Carlemalm, R.M. Garavito &amp; W. Villiger

Country: Switzerland

Action/output: introduce Lowicryl resins for low-temperature embedding

STAM Category: T

SID Category: Combination of an independent instrumentation technique

Institutional category: Academy

Source: Carlemalm, E., Garavito, R.M. and Villiger, W., Resin development for electron microscopy and an analysis of  
 embedding at low temperature. *J. Microscopy* 126 (1982) 123–143.

174

Year: 1982

Agent: John C.H. Spence

Country: USA

Action/output: first edit an influential text on high-resolution electron microscopy

STAM Category: S,T

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy

Source: Spence, J.C.H., *Experimental High-resolution Electron Microscopy* (Oxford University Press, New York and Oxford  
 1980, 1988, 2002).

175

Year: 1982

Agent: Jones, M.P.; Miller P.R., Reid A.F. &amp; Zuiderwyk M.A.

Country: UK; Australia

Action/output: develop systems for automatic mineralogical analysis using scanning electron microscopy and X-ray  
 spectroscopy induced by the electron beam

STAM Category: A

SID Category: Nova aplicação da técnica de instrumentação

Institutional category: Academy; Government

Source: Jones M.P., Designing an X-ray image analyser for measuring mineralogical data, XIV Int.Min.Proc.Cong., Toronto,  
 VIII-4.1 - 4.17 (1982). Miller P.R., Reid A.F. & Zuiderwyk M.A., QEM\*SEM image analysis in the determination of modal assays,  
 mineral association and mineral liberation, XIV Int.Min.Proc.Cong., Toronto, VIII- 3.1 - 3.20 (1982).

176

Year: 1983

Agent: C.C. Ahn &amp; O.L. Krivanek

Country: USA

Action/output: first publish an atlas of EELS spectra

STAM Category: S,T

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Industry

Source: Ahn, C.C. and Krivanek, O.L., *EELS Atlas* (Gatan, Warrendale, PA 1983; Wiley, New York & Chichester 2003).

177

Year: 1984

Agent: The Bristol Group (compiled by J. Mansfield)

Country: UK

Action/output: produce sets of reference images and related data, one of the two major contributors to the renaissance of  
 convergent-beam diffraction; (the others are Tanaka & Tearuchi; in the case of the Japanese group, this is the first of a series)

STAM Category: S,T

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy

Source: Steeds, John. *Convergent Beam Electron Diffraction of Alloy Phases*, assembled by the Bristol Group (Adam Hilger,  
 Bristol & Boston 1984).

178

Year: 1985

Agent: M. Tanaka &amp; M. Terauchi

Country: Japan

Action/output: produce sets of reference images and related data, one of the two major contributors group to the renaissance of  
 convergent-beam diffraction; this is the first of a series

STAM Category: S,T

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Industry

Source: Tanaka, M. and Terauchi, M., Convergent-beam Electron Diffraction (JEOL, Tokyo 1985); further volumes appeared (with Kaneyama, T.) in 1988 and 1994 and (with K. Tsuda and K. Saitoh) in 2002.

179

Year: 1985

Agent: P.W. Hawkes

Country: France

Action/output: publish a collection of historical articles by the pioneers of electron optics and microscopy

STAM Category: S,T

SID Category: Relevant historical publication

Institutional category: Government

Source: P.W. Hawkes (ed.), "The Beginnings of Electron Microscopy," Adv. Electron Electron Phys. Supplement 16 (1985).

180

Year: 1985

Agent: Ludwig Reimer

Country: Germany

Action/output: publish the first English text by Ludwig Reimer on SEM

STAM Category: S,T

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy

Source: Reimer, L., Scanning Electron Microscopy (Springer, Berlin & New York 1985, 1998).

181

Year: 1986

Agent: Akira Tonomura

Country: Japan

Action/output: prove the existence of the Aharonov-Bohm effect, beyond any doubt

STAM Category: S

SID Category: Theoretical description that explains the practice

Institutional category: Industry

Source: Tonomura, A., Osakabe, N., Matsuda, T., Kawasaki, T. and Endo, J., Evidence for Aharonov-Bohm effect with magnetic field completely shielded from electron wave. Phys. Rev. Lett. 56 (1986) 792–795.

182

Year: 1986

Agent: Stefan Lanio, Herald H. Rose & Krahl D. Dieter

Country: Germany

Action/output: disclose practical high-quality designs on  $\Omega$ -filters

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy; Industry

Source: Lanio, S., High-resolution imaging magnetic energy filters with simple structure. Optik 73 (1986) 99–107. Lanio, S., Rose, H. and Krahl, D., Test and improved design of a corrected imaging magnetic energy filter. Optik 73 (1986) 56–68.

183

Year: 1986

Agent: Hannes Lichte

Country: Germany

Action/output: resumpt holography in Tübingen

STAM Category: T

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy

Source: Lichte, H., Electron holography approaching atomic resolution. Ultramicroscopy 20 (1986) 293–304.

184

Year: 1986

Agent: Ray Egerton

Country: Canada

Action/output: appear the standard reference on EELS

STAM Category: S,T

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy

Source: Egerton, R.F., Electron Energy-loss Spectroscopy in the Electron Microscope (Plenum, New York and London 1986, 1996).

185

Year: 1989

Agent: Steven Pennycook & Peter Nellist

Country: UK; USA

Action/output: evolve the new form of Z-contrast in the STEM (first intimated by Treacy et al in 1979) into the high-angle angular dark-field (HAADF) technique.

STAM Category: A

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy; Government

Source: Pennycook, S.J., Z-contrast STEM for materials science. Ultramicroscopy 30 (1989) 58–69. Pennycook, S.J. and Jesson, D.E., High-resolution incoherent imaging of crystals. Phys. Rev. Lett. 64 (1990) 938–941. Nellist, P.D. and Pennycook, S.J., The principles and interpretation of annular dark-field Z-contrast imaging. Adv. Imaging & Electron Phys. 113 (2000) 147–203.

186

Year: 1989

Agent: A.J. Koster, W.J. de Ruijter, A. van den Bos, K. van der Mast

Country: The Netherlands

Action/output: publish a typical contribution article on computer-controlled microscopy, a field that has been gradually developing for several years

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Koster, A.J., Ruijter, W.J. de, Bos, A. van den and Mast, K. van der, Autotuning of a TEM using minimum electron dose. *Ultramicroscopy* 27 (1989) 251–272.

187

Year: 1989

Agent: J. Frosien, E. Plies, K. Anger

Country: Germany

Action/output: explain the advantages of combining magnetic and electrostatic lenses

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Industry

Source: Frosien, J., Plies, E. and Anger, K., Compound magnetic and electrostatic lenses for low-voltage applications. *J. Vac. Sci. Technol. B*7 (1989) 1874–1877.

188

Year: 1989

Agent: John Rodenburg

Country: UK

Action/output: introduce a technique for solving the phase problem by recording all the information furnished by a STEM

STAM Category: T

SID Category: Theoretical description that explains the practice

Institutional category: Academy

Source: Rodenburg, J.M., Higher spatial resolution via signal processing in the microdiffraction plane. *EMAG–MICRO* 89 (London 1989) 1, 103–106; The phase problem, microdiffraction and wavelength-limited resolution—a discussion. *Ultramicroscopy* 27 (1989) 413–422.

189

Year: 1991

Agent: Five former Tesla employees

Country: Czechoslovakia

Action/output: found Tescan. The company initially only repaired microscopes and then later began manufacturing them. In 2013, Tescan joined with the French firm Orsay Physics, thus forming today's Tescan Orsay Holding, wherein the Czech share is dominant. This is a global business.

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: <http://www.czech-research.com/electron-microscopy-pride-czech-republic/>

190

Year: 1992

Agent: Vladimír Kolarík

Country: Czechoslovakia

Action/output: found Delong Instruments, a private company, with former staff from The Institute of Scientific Instruments and Tesla Brno.

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: [http://www.electronoptica.com/Electron\\_optica/Delong\\_Instruments.html](http://www.electronoptica.com/Electron_optica/Delong_Instruments.html); <https://www.delong.cz/about-us/>; <http://www.czech-research.com/electron-microscopy-pride-czech-republic/>

191

Year: 1993

Agent: M.T. Otten &amp; W.M.J. Coene

Country: The Netherlands

Action/output: describe the design concepts that led to a very successful series of transmission electron microscopes, exploiting the benefits of a high-coherence, high brightness electron source

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Industry

Source: Otten, M.T. and Coene, W.M.J., High-resolution imaging on a field-emission TEM, *Ultramicroscopy* 48, 77–91.

192

Year: 1993

Agent: Akira Tonomura

Country: Japan

Action/output: publish the first book on electron holography

STAM Category: S,T

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Industry

Source: Tonomura, A., *Electron Holography* (Springer, Berlin & New York 1993).

193

Year: 1994

Agent: Werner Kühlbrandt, Da Neng Wang & Yoshinori Fujiyoshi

Country: Germany; Japan

Action/output: remarkably exemplify electron crystallography of two-dimensional crystals

STAM Category: A

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Government; Hybrid

Source: Kühlbrandt, W., Wang, D.N. and Fujiyoshi, Y., Atomic model of plant light-harvesting complex by electron crystallography. *Nature* 367 (1994) 614–621.

194

Year: 1994

Agent: Ellisman, M.H.

Country: USA

Action/output: begin telemicroscopy

STAM Category: T

SID Category: Combination of an independent instrumentation technique

Institutional category: Academy

Source: Ellisman, M.H., Soto, G.E. and Martone, M.E., The merger of microscopy and advanced computing: a new frontier for the 21st century. *Proc. MSA* 52 (1994) 10–11; Zaluzec, N.J., Tele-presence microscopy/ LabSpace: An interactive collaboratory for use in education and research. *Proc. MSA* 54 (1996) 382–383.

195

Year: 1996

Agent: Philips

Country: The Netherlands

Action/output: acquire one of the three companies derived from The Institute of Scientific Instruments, Brno (Czechoslovakia) and Tesla (government firm). The company becomes a division of Philips. This division was subsequently taken over by the American giant Thermo Fisher Scientific (previously known as FEI). Today the firm is a global leader in the field and the FEI Czech Republic factory has a crucial share in the company's multi-billion-dollar turnover.

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: <http://www.czech-research.com/electron-microscopy-pride-czech-republic/>

196

Year: 1996

Agent: Tom Mulvey

Country: UK

Action/output: publish a collection of historical articles by representatives of many of the member societies of IFSEM (International Federation of Societies of Electron Microscopy)

STAM Category: S,T

SID Category: Relevant historical publication

Institutional category: Academy

Source: T. Mulvey (ed.), "The Growth of Electron Microscopy". *Adv. Imaging Electron Phys.* 96 (1996).

197

Year: 1996

Agent: D.B. Williams & C.B. Carter

Country: USA

Action/output: publish an authoritative teaching text on electron microscopy

STAM Category: S,T

SID Category: Relevant technical publication

Institutional category: Academy

Source: Williams, D.B. & Carter, C.B., *Transmission Electron Microscopy, A Textbook for Materials Science* (Plenum, New York and London 1996).

198

Year: 1997

Agent: Ondrej Krivanek

Country: UK

Action/output: success of one of the two attempts to correct spherical aberration: Ondrej Krivanek uses quadrupoles and octopoles to reduce the size of a STEM probe in a commercial instrument

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Industry

Source: Krivanek, O.L., Dellby, N., Spence, A.J., Camps, R.A. and Brown, L.M., Aberration correction in the STEM. *EMAG* 97, 35–40; Krivanek, O.L., Dellby, N., and Lupini, A.R., Towards sub-Å electron beams. *Ultramicroscopy* 78 (1999) 1–11; Batson, P.E., Dellby, N. and Krivanek, O.L., Sub-ångström resolution using aberration corrected electron optics. *Nature* 418 (2002) 617–620.

199

Year: 1997

Agent: Max Haider

Country: Germany

Action/output: success of one of the two attempts to correct spherical aberration: Max Haider uses a sextupole combination to correct the aberrations of the objective lens of a TEM. (OBS: CEOS, founded in 1996 by Maximilian Haider and Joachim Zach, is concentrating on research, development and production of advanced optical components for electron microscopes. These include correctors for spherical, chromatic and coma-type aberrations and monochromators. Source: <http://www.ceos-gmbh.de/en>)

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Industry

Source: Haider, M. and Uhlemann, S., Seeing is not believing reduction of artefacts by an improved point resolution with a spherical aberration corrected 200kV transmission electron microscope. *Microsc. & Microanal.* 3 (1997) Suppl. 2, 1179–1180; Haider, M., Uhlemann, S., Schwan, E., Rose, H., Kabius, B. and Urban, K., Electron microscopy image enhanced. *Nature* 392 (1998) 768–769; Haider, M., Rose, H., Uhlemann, S., Schwan, E., Kabius, B. and Urban, K., A spherical aberration-corrected 200 kV transmission electron microscope. *Ultramicroscopy* 75 (1998) 53–60.

200

Year: 1997

Agent: John C. H. Spence

Country: USA

Action/output: propose direct method of inverting electron diffraction patterns to obtain structure factors

STAM Category: S

SID Category: Theoretical description that explains the practice

Institutional category: Academy

Source: Spence, J.C.H., Direct inversion of dynamical electron diffraction patterns to structure factors. *Acta Cryst.* A54 (1998) 7–18.

201

Year: 1997

Agent: SEM

Country: UK

Action/output: become intelligent

STAM Category: T

SID Category: Combination of an independent instrumentation technique

Institutional category: Academy

Source: Caldwell, N.H.M., Breton, B.C. and Holburn, D.M., Towards the intelligent SEM. *EMAG* (Cambridge 1997) 53–56.

202

Year: 1997

Agent: professional historians of science

Country: Australia

Action/output: become interested in electron microscopy

STAM Category: A

SID Category: Relevant historical publication

Institutional category: Academy

Source: Rasmussen, N., *Picture Control. The Electron Microscope and the Transformation of Biology in America, 1940–1960* (Stanford University Press, Stanford 1997).

203

Year: 1998

Agent: Kahl, F. and Rose, H.

Country: Germany

Action/output: focus the attention on the energy spread of the electron beam, once it happened the defeat of spherical aberration. A number of monochromators are explored.

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Kahl, F. and Rose, H., Outline of an electron monochromator with small Boersch effect. *ICEM-14* (Cancún 1998) 1, 71–72; Design of a monochromator for electron sources. *EUREM-12* (Brno 2000) 3, 1459–1460. Mook, H.W. and Kruit, P., On the monochromatisation of high brightness sources for electron microscopy. *Ultramicroscopy* 78 (1999) 43–51; Construction and characterisation of the fringe-field monochromator for a field-emission gun. *Ultramicroscopy* 81 (2000) 129–139. Tiemeijer, P.C., Measurement of Coulomb interactions in an electron beam monochromator. *Ultramicroscopy* 78 (1999) 53–62; Operation modes of a TEM monochromator. *Proc. EMAG* (1999) 191–194.

204

Year: 1999

Agent: FEI

Country: USA

Action/output: launch the Dual Beam Microscope; incorporation of the focused ion gun in scanning microscopes, allowing nanofabrication and, specially, fabrication of coverslips (lamelas) for transmission electron microscopy

STAM Category: T

SID Category: New application of the instrumentation technique

Institutional category: Industry

Source: Krueger, R. (1999) Dual-column (FIB-SEM) wafer applications. *Micron*, 30, 221–226.

205

Year: 2000

Agent: L.M. Brown & A.L. Bleloch

Country: UK

Action/output: describe the ambitious SuperSTEM project, in which two corrected STEMs will be constructed

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Brown, L.M. and Bleloch, A.L., New projects for SuperSTEM. *Microsc. Microanal.* 6 (2000) Suppl. 2, 98–99.

206

Year: 2002

Agent: P. Hartel, D. Prekšzas, R. Spehr, H. Müller & H. Rose

Country: Germany

Action/output: full describe the SMART (Spectro-Microscope for All Relevant Techniques) project

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy; Industry

Source: Hartel, P., Preikszas, D., Spehr, R., Müller, H. and Rose, H., Mirror corrector for low-voltage electron microscopes. Adv Imaging & Electron Phys. 120 (2002) 41–133.

207

Year: 2002

Agent: A.R. Faruqi, D.M. Cattermole, C. Raeburn

Country: UK

Action/output: use cameras of direct electron detection, in place of CCD cameras with optical conversion, which is the base of the actual technique named single particle Cryo-electron Microscopy (CryoEM)

STAM Category: T

SID Category: Combination of an independent instrumentation technique

Institutional category: Government

Source: Direct electron detection methods in electron microscopy By: Faruqi, AR; Cattermole, DM; Raeburn, C. Conference: 6th International Conference on Position Sensitive Detectors Location: UNIV LEICESTER, LEICESTER, ENGLAND Date: SEP 09-13, 2002 NUCLEAR INSTRUMENTS & METHODS IN PHYSICS RESEARCH SECTION A-ACCELERATORS

SPECTROMETERS DETECTORS AND ASSOCIATED EQUIPMENT Volume: 513 Issue: 1-2 Pages: 317-321 Published: NOV 1 2003.

208

Year: 2005

Agent: A.R. Faruqi, R. Henderson, J. Holmes

Country: UK

Action/output: use cameras of direct electron detection, in place of CCD cameras with optical conversion, which is the base of the actual technique named single particle Cryo-electron Microscopy (CryoEM)

STAM Category: T

SID Category: Combination of an independent instrumentation technique

Institutional category: Government; Industry

Source: Radiation damage studies on STAR250 CMOS sensor at 300keV for electron microscopy

By: Faruqi, A. R.; Henderson, R.; Holmes, J. Conference: International Workshop on Semiconductor Pixel Detectors for Particles and Imaging Location: Bonn Univ, Bonn, GERMANY Date: SEP 05-08, 2005. Sponsor(s): Fraunhofer Inst

Zuverlässigkeit & Mikrointegrat; ISEG High Voltage; Philips Med Syst GmbH; Wiener Plein & Baus GmbH. NUCLEAR INSTRUMENTS & METHODS IN PHYSICS RESEARCH SECTION A-ACCELERATORS SPECTROMETERS DETECTORS AND ASSOCIATED EQUIPMENT Volume: 565 Issue: 1 Pages: 139-143 Published: SEP 1 2006.

## ANEXO II – Lista de eventos da história do SPM

1

Year: 1968

Agent: IBM

Country: Switzerland, USA

Action/output: start a program to develop a supercomputer based on so-called Josephson junctions. These are named after Brian Josephson, the British solid-state theorist who, as a 22-year-old graduate student, predicted several intriguing properties of a sandwich tunnel junction in which the electrodes are formed from superconducting materials (i.e., materials that lose all resistance to the flow of electricity below some very low temperature). When no voltage is placed across these superconducting layers, a direct current will nevertheless continue to flow between them. When a voltage is placed across the junction, a high-frequency alternating current will switch back and forth through the sandwich.

STAM Category: S

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional Category: Industry

Source: Robinson, Arthur L. 1982. New Superconductors for a Supercomputer. *Science* 215 (4528) (January 1): 40 – 43.Robinson, Arthur L. 1983. IBM Drops Superconducting Computer Project. *Science* 222 (4623) (November 4): 492 – 494.

2

Year: 1972

Agent: Russell Young

Country: USA

Action/output: invent the topografiner

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Government

Source: Young, R.; Ward, J.; Scire, F. The Topografiner: an instrument for measuring surface microtopography. *Review of Scientific Instruments* 43, 999 (1972).

3

Year: 1972

Agent: Virgil Elings, Vincent Jaccarino

Country: USA

Action/output: found "a Master's of Scientific Instrumentation (MSI) program "to teach people from diverse backgrounds - engineering, physics, biology even psychology - about how to design instruments". Jaccarino was the condensed-matter physicist with whom Rohrer worked during his sabbatical at UC Santa Barbara in the 1970's

STAM Category: T

SID Category: Relevant technical/historical publication

Institutional category: Academy

Source: Elings, V. (1995). "Invent or die" is the key to success in science. *R&D Magazine*, 21. Nicoli, D.F, Barrett, P.H., Elings,V.B. (1978). *Masters in Instrumentation. Physics Today* 31 (9): 9.

4

Year: 1974

Agent: Norio Taniguchi

Country: Japan

Action/output: coin the term nanotechnology and points for future requirement for instruments to measure in the nano scale

STAM Category: S,T

SID Category: Relevant technical/historical publication

Institutional category: Academy

Source: Taniguchi, Norio. 1974. On the Basic Concept of 'Nano- Technology'. In *Proceedings of the International Conference on Production Engineering, Part 2.*

5

Year: 1978

Agent: Clayton Teague

Country: USA

Action/output: build the stationary version of the Topografiner and demonstrates, much more convincingly than Russell Young, that this setup could produce the vacuum tunneling signature. He does vacuum tunneling measurements without an insulating layer

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Government

Source: Teague, E. Clayton. 1978. Room Temperature Gold- Vacuum- Gold Tunneling Experiments. Ph.D. dissertation, North

Texas State University. Teague, E. 1986. Room Temperature Gold- Vacuum- Gold Tunneling Experiments. *Journal of Research of the National Bureau of Standards* 91 (4): 171 – 233.

6

Year: 1981

Agent: Heini Rohrer; Gerd Binnig

Country: Switzerland

Action/output: invent the scanning tunneling microscope

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Industry

Source: Gerber, C.; Lang, H.P. (2006) How the doors to the nanoworld were opened. *Nature Nanotechnology*, v. 1, p. 3-5. IBM

website: the first patent disclosure on the STM was submitted by Binnig and Rohrer in January 1979

(<https://www.ibm.com/ibm/history/ibm100/us/en/icons/microscope/>)

7



Year: 1982

Agent: IBM

Country: USA

Action/output: win the US patent 4,343,993 for the invention of the Scanning Tunneling Microscope (STM). Patent was filed in 1979.

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Industry

Source: Mody (2011).

8

Year: 1982

Agent: G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber, and E. Weibel

Country: Switzerland

Action/output: obtain images of gold that purported to show the atomic geometry of its surface reconstruction using the STM

STAM Category: S

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Industry

Source: Binnig, G., H. Rohrer, C. Gerber, and E. Weibel. 1982. Surface Studies by Scanning Tunneling Microscopy. *Physical Review Letters* 49 (1) (July 5): 57.

9

Year: 1983

Agent: G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber, and E. Weibel

Country: Switzerland

Action/output: resolve the 7 x 7 reconstruction of the Si(111) surface in real space

STAM Category: S

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Industry

Source: Binnig, G.; Rohrer, H.; Gerber, C. & Weibel, E.: 1983, '7x7 Reconstruction On Si(111) Resolved in Real Space', *Physical Review Letters*, 50, 120-123.

10

Year: 1985

Agent: STM community IBM Europe

Country: Austria

Action/output: organize a workshop at Oberlech (Austrian Alps), researchers started to realize the potential of the STM. About fifty STMers, or practically the entire STM community, gathered for the first time at a workshop of the IBM Europe Institute in Oberlech, Austria. The workshop was a cross between a school and a research conference: everybody learned like a student but practically everybody also had an opportunity to lecture. The main interest was focused on such instrumental questions as vibrations, speed and tip stability, and on surface topographies, some of them with atomic resolution.

STAM Category: S,T

SID Category: Congress of the technical community

Institutional category: Industry

Source: Gerber, C.; Lang, H.P. (2006) How the doors to the nanoworld were opened. *Nature Nanotechnology*, v. 1, p. 3-5.

Behm, R.J.; García, N.; Rohrer, H. (editors) (2013). *Scanning Tunneling Microscopy and Related Methods*. Springer Science & Business Media, 2013, 526 pp.

11

Year: 1985

Agent: J. Tersoff, D. R. Hamann; AT&T Bell Laboratories

Country: USA

Action/output: present the first paper on the theory for tunneling between a real surface and a model probe tip applicable for the recently developed scanning tunneling microscope. This was the most important early theoretical understanding of STM images. Jerry Tersoff was a postdoc at Bell Labs with the guidance of a senior theorist, Don Hamann.

STAM Category: S

SID Category: Theoretical description that explains the practice

Institutional category: Industry

Source: Tersoff, J.; D. R. Hamann, D.R. (1985). Theory of the scanning tunneling microscope. *Phys. Rev. B* 31, 805-813

12

Year: 1985

Agent: A.M. Baró; R. Miranda; J. Alamán; N. García; G. Binnig; H. Rohrer; Ch. Gerber; J.L. Carrascosa

Country: Spain, Switzerland

Action/output: study bacteriophages by STM that establish that STM was capable of imaging biological materials, although they did not achieve atomic resolution (they claim 5-10 Å of lateral resolution)

STAM Category: A

SID Category: New application of the instrumentation technique

Institutional category: Academy, Industry

Source: Baró, A.M.; Miranda, R.; Alamán, J.; García, N.; Binnig, G.; Rohrer, H.; Gerber, Ch.; Carrascosa, J.L. (1985)

Determination of surface topography of biological specimens at high resolution by scanning tunnelling microscopy. *Nature*, v. 315, p. 253-254 (May 1985).

13

Year: 1985

Agent: Paul West

Country: USA

Action/output: found QuanScan; in 1990 the company is renamed TopoMetrix

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Mody (2011)

14

Year: 1985

Agent: Paul Hansma

Country: USA

Action/output: adapt his STM to run in water as well as in air. That, in turn, led him (like Binnig) into electrochemical STM

STAM Category: A

SID Category: New application of the instrumentation technique

Institutional category: Academy

Source: SONNENFELD, R., & HANSMA, P. K. (1986). Atomic-Resolution Microscopy in Water. *Science*, 232(4747), 211–213. doi:10.1126/science.232.4747.211

15

Year: 1985

Agent: M.D. Pashley, J.B. Pethica and J. Coombs

Country: UK

Action/output: build the first STM in Great Britain

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Academy

Source: Pashley, M.D., Pethica, J.B., Coombs, J. (1985) Scanning tunneling microscope studies. *Surface Science* 152/153, 27-32.

16

Year: 1986

Agent: Nicolas Garcia

Country: Spain

Action/output: organizes the first STM International Conference series. This event became the basis for an annual meeting, known colloquially as the STM Conference. (Oxnard, California, in 1987; United Kingdom in 1988; Japan in 1989; East Coast of the US in 1990). The STM Conference became an important site for linking probe microscopy to the emerging nanotechnology enterprise. This first meeting was dominated by IBM and Bell Labs researchers, most of whom were using tunneling microscopy for surface-science research in ultrahigh vacuum. These people were a natural constituency for the American Vacuum Society. But at the second meeting (Oxnard) surface scientists began to give ground to STMers working in air or liquid, or to those looking at graphite, at high-temperature superconductors, and at other materials that weren't of interest to most surface scientists.

STAM Category: S,T

SID Category: Congress of the technical community

Institutional category: Academy

Source: Sekhsaria, P. (2013). The making of an indigenous scanning tunneling microscope. *Current Science*, V. 104, n. 9, p. 1152-1158.

17

Year: 1986

Agent: John Pethica, Mike Pashley

Country: UK

Action/output: detect the distortion of the STM images by the tip pressing down into the sample, making the heights of surface structures and adsorbates appear anomalously large. They observed that tunneling seemed to be occurring even at anomalously low bias voltages, suggesting that this might indicate that the tip and the sample were in contact, separated not by an air or vacuum gap but by dirt of oxide on the surfaces of the tip and the sample. Pethica's observations were meant to caution STMers that some of their images were distorted by forces acting between the tip and the sample. This work, together with the work of Clayton Teague (event in 1978, National Bureau of Standards), a doctoral dissertation on metal-vacuum-metal tunneling, on which he tried to calculate the forces acting between the two tunneling electrodes in his apparatus - are said to be the inspiration for force microscopy (AFM).

STAM Category: S

SID Category: Experimental description of a new phenomenon with technical evolution

Institutional category: Academy

Source: Coombs, J.H.; Pethica, J.B. (1986). Properties of vacuum tunneling currents - anomalous barrier heights. *IBM Journal of Research and Development* 30(5): 455-459.

18

Year: 1986

Agent: G. Binnig, C. Quate, Ch. Gerber

Country: USA

Action/output: invent the atomic force microscope

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Academy, Industry

Source: Binnig, G., Quate, C. & Gerber, Ch. *Phys. Rev. Lett.* 56, 930–933 (1986).

19

Year: 1986

Agent: G. Binnig, H. Rohrer

Country: Switzerland

Action/output: win the Nobel prize in Physics

STAM Category: S

SID Category: Relevant technical/historical publication

Institutional category: Industry

Source: Gerber, C.; Lang, H.P. (2006) How the doors to the nanoworld were opened. *Nature Nanotechnology*, v. 1, p. 3-5.

20

Year: 1986

Agent: Ch Gerber, G. Binnig, H. Fechs, O. Marti, H. Rohrer

Country: Switzerland

Action/output: develop a small, vibration-free STM with Viton (a trademarked rubber from DuPont) dampers at the IBM Zurich. This model was copied by many early STMers. It allowed the incorporation of an STM in a SEM.

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Industry

Source: Gerber, Ch.; Binnig, G.; Fechs, H.; Marti, O.; Rohrer, H. (1986). Scanning Tunneling Microscope combined with a Scanning Electron Microscope. *Review of Scientific Instruments*, v. 57, p. 221-224.

21

Year: 1986

Agent: Othmar Josef Marti

Country: Switzerland

Action/output: builds a scanning tunneling microscope (STM) for cryogenic temperature and ultrahigh vacuum environment, so typically low-temperature phenomena like superconductivity is accessible; it allows the measurement of thermally broadened quantities like phonon spectra, reduces temperature drift and offers the possibility of higher operating currents and increased thermal and mechanical stability of tip and sample.

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Marti, O.J. (1986). Scanning Tunneling Microscope at low temperatures. Dissertation submitted to the Swiss Federal Institute of Technology, Zurich. Switzerland, 1986. 119 p.

22

Year: 1986

Agent: Douglas Smith

Country: USA

Action/output: found Smith's Tunneling Microscope Company, the first probe-microscope start-up company. The company had only one "employee", another Quate student, Mike Kirk, who helped with product assembly. It existed for about one year.

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Mody, 2011

23

Year: 1987

Agent: R.M. Feenstra; Joseph A. Stroscio; J. Tersoff; A.P. Fein

Country: USA

Action/output: report the first voltage-dependent scanning-tunneling-microscope images of a compound semiconductor surface, GaAs(110). Images show either only Ga atoms, or only As atoms, depending on the bias voltage. By combining voltage-dependent images with theoretical calculations, they quantitatively determine surface structural parameters which cannot be inferred from the images alone. The technique yielded an image of gallium arsenide that was featured on the cover of *Physics Today* (vol.40, n.1, Jan 1987).

STAM Category: S

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Industry

Source: Feenstra, R.M.; Stroscio, J.A.; Tersoff, J.; A.P. Fein, A.P. (1987) Atom-selective imaging of the GaAs(110) surface. *Physical Review Letters*, v. 58, n. 12, p.1192-1195.

24

Year: 1987

Agent: Virgil Elings

Country: USA

Action/output: found Digital Instruments. Elings approached his departmental colleague Paul Hansma, that instead of accepting it, offered Elings the blueprints and advice. Elings then invited one of his former students, John "Gus" Gurley.

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Mody, C.C.M. (2004). How probe microscopists became nanotechnologists. In: D. Baird, A. Nordmann & J. Schummer (eds.), *Discovering the Nanoscale*, Amsterdam: IOS Press, 2004. p. 119-133.

25

Year: 1987

Agent: Digital Instruments

Country: USA

Action/output: announce its first product, the analog NanoScope I, advertised by \$25,000 ("atomic resolution-guaranteed, operation in air or liquid"). By July of 1988, DI was advertising NanoScope II, with an all-digital controller, "a new dimension in microscopy". Early ads in *Physics Today*. By early 1990, after only three years in operation, DI had sold about 300 microscopes, "more than half of all the STMs in the world".

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Mody, 2011

26

Year: 1987

Agent: Y. Martin, C. C. Williams, and H. K. Wickramasinghe

Country: USA

Action/output: introduce non-contact mode. Developed in an effort to more accurately image soft biological samples, in non-contact mode the cantilever oscillates close to its resonant frequency at a small distance (1-10nm) above the surface. Long-

range attractive forces induce changes in the amplitude, frequency and phase of the cantilever and maintain a constant distance during scanning. Because the forces on the sample are much lower than in contact mode, even the softest samples can be imaged without damage.

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Industry

Source: <https://hansmalab.physics.ucsb.edu/afmhistory.html>) Martin, Y., Williams, C. C., & Wickramasinghe, H. K. (1987).

Atomic force microscope—force mapping and profiling on a sub 100-Å scale. *Journal of Applied Physics*, 61(10), 4723–4729.

doi:10.1063/1.338807

27

Year: 1987

Agent: Marti O, Drake B, Hansma PK

Country: USA

Action/output: demonstrate AFM in liquids

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Academy

Source: Marti O, Drake B, Hansma PK. 1987. Atomic force microscopy of liquid-covered surfaces: atomic resolution images.

*Appl. Phys. Lett.* 51: 484–486.

28

Year: 1987

Agent: Binnig G, Gerber C, Stoll E, Albrecht T, Quate CF

Country: Switzerland, USA

Action/output: use microfabricated cantilevers in the AFM

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy, Industry

Source: Binnig G, Gerber C, Stoll E, Albrecht T, Quate CF. 1987. Atomic resolution with atomic force microscope. *Europhys. Lett.* 1281–1286.

29

Year: 1987

Agent: Larry McCormick, Darryl McCormick

Country: USA

Action/output: found Angstrom Technology, with help from Paul Hansma's collaborator, Stuart Lindsay. The McCormicks' business plan was to apply for Small Business Innovation Research grants and to sell STMs on the side. The McCormicks based their STM on a digital controller that Uwe Knipping, an ASU technician, had developed for Lindsay. The equipment design was so complex that, although it could yield "unbelievably sophisticated" data, it would work only for so long and then in the middle of a critical experiment - crash. The machines were amazing but unreliable. Eventually, Angstrom Technology closed its doors.

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Mody, 2011

30

Year: 1987

Agent: IBM Almaden Group

Country: USA

Action/output: show atomic-resolution STM images of a close-packed gold surface in air and UHV

STAM Category: S

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Industry

Source: Hallmark, V.M., Chiang, S., Rabolt, J.F., Swalen, J.D., Wilson, R.J. (1987). Observation of Atomic Corrugation on Au(111) by Scanning Tunneling Microscopy. *Physical Review Letters* 59(25) (December 21): 2879.

31

Year: 1987

Agent: Y. Martin and H. K. Wickramasinghe

Country: USA

Action/output: develop the magnetic force microscope, using a magnetized tip; introduction of the magnetic modes of the SPM

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Industry

Source: Martin, Y., Wickramasinghe, K. (1987) Magnetic imaging by "force microscopy" with 1000 Å resolution. *Appl. Phys. Lett.* 50 (20) (May 1987): 1455-1457.

32

Year: 1987

Agent: C. Mathew Mate, Gary M. McClelland, Ragnar Erlandsson, Shirley Chiang

Country: USA

Action/output: develop a type of AFM that could measure frictional forces - a measurement useful to IBM's disc-drive business;

introduction of the "mechanical" modes of SPM

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Industry

Source: Mate, C.M., McClelland, G.M., Erlandsson, R., Chiang, S. (1987). Atomic-scale friction of a tungsten tip on a graphite surface. *Physical Review Letters* 59 (17): 1942-1945.

33

Year: 1987

Agent: John Baldeschwieler's group

Country: USA

Action/output: organizes the second International Conference on Scanning Tunneling Microscopy. Beginning from this edition on, almost all of the conference's proceedings appeared in the *Journal of Vacuum Science and Technology*, a publication of the American Vacuum Society. James Murday, at the time a trustee of the AVS, was probably responsible for this connection. Over time, the Vacuum Society also took on some back-office functions of the STM Conference (for instance, processing registrations).

STAM Category: S,T

SID Category: Congress of the technical community

Institutional category: Academy

Source: Mody, 2011

34

Year: 1988

Agent: Y. Martin, David W. Abraham, H. Kumar Wickramasinghe

Country: USA

Action/output: develop the electrostatic force microscope, showing the detection of charge as small as single electron; introduction of the electrical modes of the SPM

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Industry

Source: Martin, Y., Abraham, D.W., Wickramasinghe, H.K. (1988) High-resolution capacitance measurement and potentiometry by force microscopy. *Appl. Phys. Lett.* 52(13), (March 1988): 1103-1105.

35

Year: 1988

Agent: Andrew Briggs

Country: UK

Action/output: take the International Conference on STM to the United Kingdom

STAM Category: S,T

SID Category: Congress of the technical community

Institutional category: Academy

Source: Mody, 2011

36

Year: 1988

Agent: Sang-il Park, Sung Park

Country: USA

Action/output: found Park Scientific Instruments, targeting the surface-science market. Like other companies in that sector, Park tried to offer the full line of surface-science equipment: "complete, multifunctional UHV systems are available, including vacuum chamber, STM, LEED, and Auger."

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: *Physics Today*, February 1991: 51.

37

Year: 1988

Agent: Digital Instruments

Country: USA

Action/output: announce "NanoScope II, with an all-digital controller, "a new dimension in microscopy"

STAM Category: M

SID Category: Device evolution/adaptation for commercial purposes

Institutional category: Industry

Source: Mody, 2011

38

Year: 1988

Agent: G. Meyer, N.M. Amer

Country: USA

Action/output: report optical lever method, for the first time (although Alexander et al. 1989 later was considered as the person responsible to diffuse it). The optical lever method made AFM a much more reliable and useful technique.

STAM Category: T

SID Category: Combination of an independent instrumentation technique

Institutional category: Industry

Source: Meyer G, Amer NM. 1988. Novel optical approach to atomic force microscopy. *Appl. Phys. Lett.* 53 (12): 1045.

39

Year: 1988

Agent: Joe Zasadzinski, Paul Hansma

Country: USA

Action/output: report the use of electron microscopists' specimen-preparation techniques (freezing a sample, then coating it with a metal film to make it conductive) to image phospholipid membranes in an STM

STAM Category: A

SID Category: Combination of an independent instrumentation technique

Institutional category: Academy, Industry

Source: Zasadzinski, J.A.N., Schneir, J., Gurley, J., Elings, V., Hansma, P.K. (1988). Scanning tunneling microscopy of freeze-fracture replicas of biomembranes. *Science* 239 (4843): 1013-1015.

40

Year: 1988

Agent: J.S. Foster; J.E. Frommer, P.C. Arnett

Country: USA

Action/output: first propose direct manipulation of matter, especially biological, on the atomic scale

STAM Category: A

SID Category: New application of the instrumentation technique

Institutional category: Industry

Source: Foster, J.S., Frommer, J.E., Arnett, P.C. (1988). Molecular manipulation using a tunneling microscope. *Nature* 331 (6154): 324-326. Pethica, J.B. (1988). Scanning Tunnelling microscopes: atomic-scale engineering. *Nature* 331 (6154): 301.

41

Year: 1988

Agent: RHK Technology

Country: USA

Action/output: start commercializing SPM; the company was founded by Adam Kollin in 1981 (according to RHK website)

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: <https://www.rhk-tech.com/about-rhk/leadership/>

42

Year: 1989

Agent: Osamu Nishikawa

Country: Japan

Action/output: take the International Conference on STM to Japan

STAM Category: S,T

SID Category: Congress of the technical community

Institutional category: Academy

Source: Mody, 2011

43

Year: 1989

Agent: S. Alexander, L. Hellemans, O. Marti, J. Schneir, V. Elings, P. K. Hansma, M. Longmire, and J. Gurley

Country: USA

Action/output: report the optical lever method. Sam Alexander began working with Othmar Marti and Barney Drake in 1988.

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy, Industry

Source: Alexander, S., L. Hellemans, O. Marti, J. Schneir, V. Elings, P. K. Hansma, M. Longmire, and J. Gurley. 1989. An Atomic- Resolution Atomic- Force Microscope Implemented Using an Optical Lever. *Journal of Applied Physics* 65 (1): 164.

44

Year: 1989

Agent: Digital Instruments

Country: USA

Action/output: adapt optical lever prototypes as an AFM "add-on" to its commercial STM; this was the launching of the AFM by DI. The AFM was an "optional" to the already commercialized STM, because Virgil Elings didn't see AFM's potential at first. By February of 1991, only 15 months after the introduction of DI's AFM "add-on", DI's ads estimated that more than half of the 200 or more NanoScopes sold in that period had been AFMs. For the rest of its existence, DI would be primarily an AFM and MFM company.

STAM Category: M

SID Category: Device evolution/adaptation for commercial purposes

Institutional category: Industry

Source: Mody, 2011

45

Year: 1989

Agent: Nancy A. Burnham, Richard J. Colton

Country: USA

Action/output: configure the AFM to execute force spectroscopy; the force between a tip mounted on a cantilever beam and a sample surface as function of the tip-surface separation. This allows the AFM to study both the nanomechanical properties of the sample and the forces associated with the tip-surface interaction. Additionally, the instrument itself is compact and relatively inexpensive.

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Government

Source: Burnham, N.A., Colton, R.J. 1989. Measuring the nanomechanical properties and surface forces of materials using an atomic force microscope. *J. Vac. Sci. Technol. A* 7 (4), Jul/Aug 1989, p. 2906-2913.

46

Year: 1989

Agent: Park Instruments

Country: USA

Action/output: announces what is said to be the first commercial AFM.

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Mody, 2011

47

Year: 1989

Agent: Drake B, Prater CB, Weisenhorn AL, Gould SA, Albrecht TR, Quate CF, Cannell DS, Hansma HG, Hansma PK  
Country: USA

Action/output: observe, for the first time, a biomolecular process using an AFM

STAM Category: A

SID Category: New application of the instrumentation technique

Institutional category: Academy

Source: Drake B, Prater CB, Weisenhorn AL, Gould SA, Albrecht TR, Quate CF, Cannell DS, Hansma HG, Hansma PK. 1989.

Imaging crystals, polymers, and processes in water with

the atomic force microscope. *Science* 243: 1586–1589.

48

Year: 1989

Agent: almost all First wave commercial SPM makers

Country: USA

Action/output: enter the business market

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Mody, 2011

49

Year: 1989

Agent: Robert Hamers

Country: USA

Action/output: publish a review article on STM, including "discrepancies" about a Quate's group article on a graph of tunneling current versus bias voltage for sorbic acid adsorbed onto graphite immersed in liquid helium. Those discrepancies reveal the common misinterpretation and overinterpretations in STM images, some wrong results.

STAM Category: S

SID Category: Relevant technical/historical publication

Institutional category: Industry

Source: Hamers, R.J. 1989. Atomic-resolution surface spectroscopy with the scanning tunneling microscope. *Annual Review of Physical Chemistry* 40(1): 531-559.

50

Year: 1989

Agent: Victor Bykov

Country: Russia

Action/output: found NT-MDT. Initially, the strategy was to duplicate the technology from the north american companies; due to patent restrictions, initially, NT-MDT didn't commercialize in the US.

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: [https://www.ntmdt-si.com/data/media/files/brochures/nt-mdt\\_scanning\\_probe\\_microscopes\\_corporate\\_brochure\\_a4.pdf](https://www.ntmdt-si.com/data/media/files/brochures/nt-mdt_scanning_probe_microscopes_corporate_brochure_a4.pdf)

51

Year: 1990

Agent: Tom Albrecht

Country: USA

Action/output: make tiny, standardized silicon cantilevers; in substitution to handmade probes. Tom Albrecht fabricated the first silicon microcantilever, an innovation to be hailed in the same breath as the AFM, according to Calvin Quate. AFM images became easier to generate and - because they were more standardized - somewhat easier to interpret.

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Albrecht, T.R., Akamine, S., Carver, T.E., Quate, C.F. (1990) Microfabrication of cantilever styli for the Atomic Force Microscope. *Journal of Vacuum Science & Technology A* 8(4): 3386-3396.

52

Year: 1990

Agent: Digital Instruments

Country: USA

Action/output: reach the total of 300 units of STMs sold, doubling the size of the STM community

STAM Category: M

SID Category: Device evolution/adaptation for commercial purposes

Institutional category: Industry

Source: Mody, 2011

53

Year: 1990

Agent: Gerhard Meyer; Nabil Amer

Country: USA

Action/output: file a patent for the optical-lever method; the patent was granted in 1992.

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Industry

Source: US5144833

54

Year: 1990

Agent: D. M. Eigler; E. K. Schweizer

Country: USA

Action/output: arrange atoms of xenon to spell "IBM" on a nickel surface.

STAM Category: S

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Industry

Source: Eigler, D.M.; Schweizer, E.K. (1990). Positioning single atoms with a Scanning Tunneling Microscope. Nature, v. 344, p. 524-526.

55

Year: 1990

Agent: John Baldeschwieler's Group

Country: USA

Action/output: present the first allegedly atomic-scale imaging of DNA using STM. Later it was proved it was an artifact. This publication raised interest at the NIH in the possibility of using an STM to sequence DNA; over the next few years, that agency awarded several grants dedicated to topics such as "AFM and STM in novel approaches to sequencing" and "Feasibility studies for STM/AFM-based DNA sequencing" under the Human Genome Project, jointly supported by the DOE and NIH.

STAM Category: A

SID Category: New application of the instrumentation technique

Institutional category: Academy

Source: Driscoll, R.J.; Youngquist M.G.; Baldeschwieler J.D. (1990). Atomic-scale imaging of DNA using scanning tunneling microscopy. Nature, v. 346, p. 294-296.

56

Year: 1990

Agent: Joe Griffith; G. P. Kochanski

Country: USA

Action/output: write a review article on STM. All of the examples that they gave in this article were either from Bell Labs' Murray Hill site or IBM Yorktown Heights.

STAM Category: S,T

SID Category: Relevant technical/historical publication

Institutional category: Industry

Source: Griffith, J. E., and G. P. Kochanski. 1990. Scanning Tunneling Microscopy. Annual Review of Materials Science 20: 219 – 244.

57

Year: 1990

Agent: NT-MDT

Country: Russia

Action/output: launch STM-MDT 1, the first product

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: [https://www.ntmdt-tips.com/data/media/images/nt\\_mdt\\_afm\\_probes\\_2012.pdf](https://www.ntmdt-tips.com/data/media/images/nt_mdt_afm_probes_2012.pdf)

58

Year: 1990

Agent: Park Instruments

Country: USA

Action/output: start do commercialize an AFM line

STAM Category: M

SID Category: Device evolution/adaptation for commercial purposes

Institutional category: Industry

Source: Mody (2011)

59

Year: 1990

Agent: James Murday, Rich Colton

Country: USA

Action/output: change the name of the STM Conference, when they chaired it. They renamed it as the "Fifth International Conference on Scanning Tunneling Microscopy/Spectroscopy and the First International Conference on Nanometer Scale Science and Technology". Murday's plan was that from then on the STM Conference would dissolve and be replaced by a wider NANO Conference. A meeting based solely on one class of instrumentation could not, he thought, survive. But a conference on "nanometer scale science and technology", with probe microscopy at its center, would solve the demographic and structural tensions of both the AVS (American Vacuum Society) and the probe microscopy community, and cement the connection between the two. Later on, this fact allowed also participants of the "Three Beams" Conference (International Symposium on Electron, Ion and Photo Beams to meet with the NANO Conference participants, especially after 1990. (In 1995 they also rename it "International Conference on Electron, Ion, and Photon Technology and Nanofabrication"). Through that exposure to probe microscopy attendees of the Three Beams Conference came to see that the fabrication of tiny structures could be accomplished with an STM or an AFM rather than with an electron, photon or ion beam.

STAM Category: S,T,A

SID Category: Congress of the technical community

Institutional category: Academy, Government

Source: Mody, 2011

60

Year: 1991

Agent: Thomas Albrecht and his colleagues at IBM's

Country: USA

Action/output: introduce frequency modulation atomic force microscopy technique (FM-AFM)

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Industry



Source: Albrecht, T. R., Grütter, P., Horne, D., & Rugar, D. (1991). Frequency modulation detection using high Q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity. *Journal of Applied Physics*, 69(2), 668–673. doi:10.1063/1.347347.

61

Year: 1991

Agent: R.C. Barret, C. Quate

Country: USA

Action/output: publish the first paper on high-speed AFM

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Barrett RC, Quate CF. 1991. High-speed, large-scale imaging with the atomic force microscope. *J. Vac. Sci. Tech. B*. 9: 302–306.

62

Year: 1991

Agent: C.R. Clemmer; T.P. Beebe

Country: USA

Action/output: write an article indicating images of DNA on graphite; to argue that the images so far produced were, mainly, artifacts, once graphite is so protean that isolated images of it could look like almost anything. After this publication and the next publication, researchers quickly lost interest in air STM, and in STM of DNA, and the National Institutes of Health lost interest in funding such work.

STAM Category: S

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Academy

Source: Clemmer, C.R., Beebe, T.P. (1991). Graphite: a mimic for DNA and other biomolecules in Scanning Tunneling Microscope Studies. *Science* 251 (4994) (February 8): 640-642.

63

Year: 1992

Agent: W.M. Heckl; G. Binnig

Country: Germany

Action/output: write an article indicating images of DNA on graphite; to argue that the images so far produced were, mainly, artifacts, once graphite is so protean that isolated images of it could look like almost anything. After this publication and the previous publication, researchers quickly lost interest in air STM, and in STM of DNA, and the National Institutes of Health lost interest in funding such work.

STAM Category: S

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Academy, Industry

Source: Heckl, W.M., Binnig, G. (1992). Domain walls on graphite mimic DNA. *Ultramicroscopy* 42-44 (2): 1073-1078.

64

Year: 1992

Agent: Heinrich Rohrer

Country: Switzerland

Action/output: publish a history of the 10 years of STM

STAM Category: S,T,A

SID Category: Relevant technical/historical publication

Institutional category: Industry

Source: Rohrer, H. (1992). STM: 10 Years After. *Ultramicroscopy*, v. 42, p. 1–6.

65

Year: 1992

Agent: Gordon Conference series on Chemistry and Physics of Microstructure Fabrication organizers

Country: USA

Action/output: open the meeting to new techniques, especially STM and AFM. This edition and the next (1994) illustrate three trends: probe microscopy appeared on the scene suddenly and in force; the terrain of the GRC Microfabrication conference shifted away from an almost exclusive focus on semiconductors and (some) metals to include biological materials; GRC Microfabrication attendees began to identify themselves as working on "nano" rather than "micro". In doing so, they received instruction from federal grant officers which articulated how nanotechnology could be an organizing principle for research. In 1994 edition, they approved a motion to change the name to Chemistry and Physics of Nanostructure Fabrication.

STAM Category: S,T,A

SID Category: Congress of the technical community

Institutional category: Academy

Source: <https://pdfslide.net/documents/575095681a28abbf6bc18f4d.html>

66

Year: 1992

Agent: Burleigh

Country: USA

Action/output: begins offering an "instructional" air STM and AFM for \$25,000.00 alongside its "personal" UHV STM (\$50,000.00). (This shows that a few suppliers of surface-science equipment were branching into DI's market, i.e. every user except surface science researchers). Burleigh's instruments were designed for teaching labs, but the company claimed they "could, in fact, function nicely as a basic research instrument". Burleigh was founded in 1972.

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: *Physics Today*, August 1993:8, *Physics Today*, February 1992: 69. Baird, D., Shew, A. Scanning Tunneling Microscopy. In: *Discovering the Nanoscale*, IOS Press. Davis Baird (ed.) 2004.

<https://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/ac00079a713>

67

Year: 1993

Agent: Q. Zhong, D. Inniss, K. Kjoller, V. Elings

Country: USA

Action/output: introduce "tapping mode"

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Industry

Source: Zhong Q, Inniss D, Kjoller K, Elings V. 1993. Fractured polymer/silica fiber surface studied by tapping mode atomic force microscopy. *Surf. Sci. Lett.* 290: L688–L692.

68

Year: 1993

Agent: Stuart Lindsay; Tianwai Jing

Country: USA

Action/output: co-found Molecular Imaging Corporation (Phoenix), later acquired by Agilent Technologies

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Mody, 2011

69

Year: 1993

Agent: IBM

Country: USA

Action/output: contract with Veeco, a supplier of semiconductor equipment, to sell and service the SXM (which IBM continued to manufacture). For Veeco, the move added a new semiconductor-characterization tool to complement its other surface-analysis products. Yet Veeco spent much of the rest of 1990's trying to figure out how to sell the SXM.

STAM Category: M

SID Category: Device evolution/adaptation for commercial purposes

Institutional category: Industry

Source: Anonymous. 1995. Veeco SXM® Atomic Force Microscope used for Advanced Submicron Applications. *Business Wire*, February 6. Moody (2011), pg. 154.

70

Year: 1993

Agent: IBM

Country: USA

Action/output: begin selling industrial AFM for wafer characterization

STAM Category: M

SID Category: Device evolution/adaptation for commercial purposes

Institutional category: Industry

Source: Mody, 2011

71

Year: 1993

Agent: M.F. Crommie, C.P. Lutz e D.M. Eigler

Country: USA

Action/output: report the direct observation of standing-wave patterns in the local density of states of the Cu(111) surface using the STM at low temperature.

STAM Category: S

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Industry

Source: Crommie, M. F., Lutz, C. P., & Eigler, D. M. (1993). Imaging standing waves in a two-dimensional electron gas. *Nature*, 363(6429), 524–527. doi:10.1038/363524a0

72

Year: 1993

Agent: Digital Instruments

Country: USA

Action/output: initiate a patent litigation against Topometrix. Topometrix had licenced IBM's patents on the STM and the AFM (Calvin Quate had co-invented the AFM but is not listed on the patent). Neither DI nor Topometrix was able to win a clear legal victory but DI was in a much better financial position to absorb the costs. This resulted in Topometrix and Park Instruments merging in 1998.

STAM Category: M

SID Category: Market exit of a commercial player

Institutional category: Industry

Source: Digital Instruments v. Topometrix, US District Court, Northern District of California, Docket N. C93-20900, 1993.

73

Year: 1993

Agent: Topometrix

Country: Japan, USA

Action/output: start a joint venture with Hitachi which resulted in an AFM device which can be used with the Hitachi Scanning Electron Microscope

STAM Category: M

SID Category: Device evolution/adaptation for commercial purposes

Institutional category: Industry

Source: Atomic Force Microscopy/Scanning Tunneling Microscopy 2, Edited by Samuel H. Cohen, Marcia L. Lightbody (1997) DOI: 10.1007/978-1-4757-9325-3 and <https://documents.net/document/topometrix-and-hitachi-announce-joint-development-program-for-semspm.html>

74

Year: 1994

Agent: Reinhard Guckenberger

Country: Germany

Action/output: show that reproducible atomic-resolution STM images of DNA could indeed be obtained

STAM Category: A

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Government

Source: Guckenberger, R., Heim, M., Cevc, G., Knapp, H.F., Wiegräbe, W., Hillebrand, A. (1994). Scanning tunneling microscopy of insulators and biological specimens based on lateral conductivity of ultrathin water films. *Science* 266 (5190) (December 2): 1538-1540.

75

Year: 1995

Agent: Y. Martin; H. K. Wickramasinghe

Country: USA

Action/output: take an image of the sidewalls of a trench in a dynamic random-access memory chip, with a prototype of the IBM/Wickramasinghe commercial SXM microscope. Sidewalls such as these are very difficult to measure with a standard AFM, but measuring them is very desirable for semiconductor manufacturers. This trench is 700 nanometers deep and 400 nanometers wide. The SXM was "the first manufacturing hardened instruments that went to all the major IBM manufacturing and development labs". (Mody, 2011, pg. 153). The SXM was developed between 1987 and 1990 by Wickramasinghe's group, along with engineers at IBM's facilities in Boca Raton, Florida and Sindelfingen, Germany.

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Industry

Source: Martin Y.; Wickramasinghe, H.K. (1995). Toward Accurate Metrology with Scanning Force Microscopes. *Journal of Vacuum Science and Technology B* v. 13, p. 2335-2239.

76

Year: 1995

Agent: Carl Zeiss

Country: Germany

Action/output: introduce the first probe microscope to carry the Zeiss name; an STM licenced from Besoki Delta GMBH (German company)

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: *Atomic Force Microscopy/Scanning Tunneling Microscopy 2*, Edited by Samuel H. Cohen, Marcia L. Lightbody (1997)

DOI: 10.1007/978-1-4757-9325-3

77

Year: 1996

Agent: D.A. Walters

Country: USA

Action/output: produce small cantilevers, optical detector

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Walters DA. 1996. Short cantilevers for atomic force microscopy. *Rev. Sci. Instrum.* 67: 3583.

78

Year: 1997

Agent: Sang-il Park

Country: South Korea

Action/output: found a semi-independent spin-off company, PSIA, which acted as ThermoMicroscopes' East Asian AFM distributor. However, when Veeco acquired ThermoMicroscopes in 2001, Park terminated this relationship and marketed his own AFM.

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Mody, 2011

79

Year: 1998

Agent: Topometrix and Park Scientific Instruments

Country: USA

Action/output: merge unto a new name: ThermoMicroscopes. This was in consequence of a patent litigation from DI against Topometrix. In the wake of a lawsuit with DI, Topometrix sold itself to an instrumentation holding company, Thermo Electron. Thermo Electron then acquired the struggling Park Scientific Instruments. A few years later, it discontinued selling the microscopes

STAM Category: M

SID Category: Market exit of a commercial player

Institutional category: Industry

Source: Mody, 2011

80

Year: 1998

Agent: Seizo Morita

Country: Japan

Action/output: initiate the International Workshop on Noncontact Atomic Force Microscopy, that has since turned into an annual conference series and has helped to share ideas and insights among the growing force-microscopy community

STAM Category: S,T

SID Category: Congress of the technical community

Institutional category: Academy

Source: Giessibl, F.J.; Quate, C.F. Exploring the nanoworld with atomic force microscopy. *Physics Today*, December 2006, p. 44-50.

81

Year: 1998

Agent: Veeco

Country: USA

Action/output: buy Digital Instruments, reportedly for about \$150 million in stock. After a few years with the merged company, Elings took his share of that money and embarked on a new career in philanthropy, giving millions to universities, halfway houses, museums, schools, and municipalities. In 2007, Elings and his former wife, Betty Elings Wells, gave \$12.5 million for UCSB to build Elings Hall - the home of the Santa Barbara portion of the California NanoSystems Institute.

STAM Category: M

SID Category: Market exit of a commercial player

Institutional category: Industry

Source: Fasca, Chad. 1998. Veeco Deals for Digital Instruments. *Electronic News*, February 16.

[http://findarticles.com/p/articles/mi\\_m0EKF/is\\_n2206\\_v44/ai\\_20323832/pg\\_2/?tag=content/col1](http://findarticles.com/p/articles/mi_m0EKF/is_n2206_v44/ai_20323832/pg_2/?tag=content/col1) (not found in 2020);

<http://www.fundinguniverse.com/company-histories/veeco-instruments-inc-history/> (access in 8 may 2020). Veeco went on to acquire more than a dozen firms in addition to DI between 1997 and 2003, including IBM's SXM division (in 2000) and Thermomicroscopes (in 2001)"

82

Year: 1998

Agent: P.J. de Pablo, J. Colchero, J. Gómez-Herrero, A.M. Baró

Country: Spain

Action/output: present jumping mode scanning force microscopy; also known as "peak force" spectroscopy (Bruker), "hybrid mode" (NT-MDT), "pinpoint" (Park Instruments). Although this article claims presenting jumping mode for the first time, there is a patent from Bruker, inventors being Virgil Elings and John Gurley (US5266801A, filed in 1993) with the title "Jumping probe microscope"

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Academy

Source: de Pablo, P.J.; Colchero, J.; Gómez-Herrero, J.; Baró, A.M. (1998). Jumping mode scanning force microscopy. *Applied Physics Letters*, 73 (22), p. 3300-3302.

83

Year: 1999

Agent: Tomoji Kawai

Country: Japan

Action/output: show that reproducible atomic-resolution STM images of DNA could indeed be obtained

STAM Category: A

SID Category: Practical proof of a theory without technical evolution

Institutional category: Academy

Source: Kanno, T., Tanaka, H., Nakamura, T., Tabata, H., Kawai, T. (1999). Real space observation of double-helix DNA structure using a low temperature scanning tunneling microscopy. *Japanese Journal of Applied Physics* 38 (2): L606-L607.

84

Year: 1999

Agent: M.B. Viani, T.E. Schaffer, A. Chand, M. Rief, H.E. Gaub, P.K. Hansma

Country: USA, Germany

Action/output: do high-speed imaging

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Viani MB, Schaffer TE, Chand A, Rief M, Gaub HE, Hansma PK. 1999. Small cantilevers for force spectroscopy of single molecules. *J. Appl. Phys.* 86: 2258–2262. Ando T, Uchihashi T, Fukuma T (2008) High-speed atomic force microscopy for nano-visualization of dynamic biomolecular processes. *Prog Surf Sci* 83:337–437.

85

Year: 1999

Agent: Jason Cleveland

Country: USA

Action/output: found Asylum Research. As a spin-off of Veeco. Jason Cleveland and Roger Proksch (president of Asylum) were both veterans of Paul Hansma's group at UC Santa Barbara and of Digital Instruments. The founding idea of the company was that it would provide an asylum for disaffected Veeco employees, but also that it would be a place where "crazy" suggestions for how AFM technology should move forward would be encouraged and listened to, once Veeco was becoming bureaucratic. Asylum probably developed the best SPM equipment so far.

STAM Category: M

SID Category: Incorporation of the instrumentation technique by industry

Institutional category: Industry

Source: Mody, 2011

86

Year: 1999

Agent: International Union of Pure and Applied Chemistry

Country: Switzerland

Action/output: find that descendants of the STM included more than fifty named probe microscopies. This proliferation of new variants meant that companies needed to identify which variants were worth pursuing, and to explain those variants to customers in a multiplicity of academic disciplines and industrial sectors. A surprising number of the variants were initially

developed or suggested by researchers at IBM and Bell Labs, especially by former members of Calvin Quate lab. Yet IBM and AT&T were ambivalent about the commercial possibilities of new variants - an ambivalence that made it easier for Digital Instruments and other start-ups to commercialize those variants instead.

STAM Category: T,A

SID Category: Relevant technical/historical publication

Institutional category: Academy

Source: Friedbacher, G., Fuchs, H. (1999). Classification of Scanning Probe Microscopies (Technical Report). Pure and Applied Chemistry 71: 1337-1357.

87

Year: 2000

Agent: Bill Clinton

Country: USA

Action/output: announce the formation of National Nanotechnology Initiative

STAM Category: S,T,A

SID Category: New application of the instrumentation technique

Institutional category: Government

Source: Mody, 2011

88

Year: 2001

Agent: Toshio Ando, Noriyuki Kodera, Eisuke Takai, Daisuke Maruyama, Kiwamu Saito, and Akitoshi Toda

Country: Japan

Action/output: report high-speed AFM

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy, Industry

Source: Ando T, Kodera N, Takai E, Maruyama D, Saito K, Toda A. 2001. A high-speed atomic force microscope for studying biological macromolecules. Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A. 98:

12468–12472. Ando T, Uchihashi T, Fukuma T (2008) High-speed atomic force micros microscopy for nano-visualization of

dynamic biomolecular processes. Prog Surf Sci 83:337–437".

89

Year: 2001

Agent: Veeco

Country: USA

Action/output: acquire Thermomicroscopes; this let PSI (South Korean Park spin-off) to terminate the relationship with Veeco. From then on, PSI markets its own AFM.

STAM Category: M

SID Category: Market exit of a commercial player

Institutional category: Industry

Source: Mody, 2011

90

Year: 2001

Agent: JPK Instruments AG

Country: Germany

Action/output: launch NanoWizard ® the world's first dedicated BioAFM, at the 2001 NanoBioTec conference in Münster; two years after founding the company (the three founders were friends from the University of Berlin); JPK is the leader AFM instrument for the bio community

STAM Category: M

SID Category: Device evolution/adaptation for commercial purposes

Institutional category: Industry

Source: <https://www.jpk.com/company/profile/history>

91

Year: 2002

Agent: Toyooki Eguchi and Yukio

Hasegawa

Country: Japan

Action/output: discover that soft cantilevers can be vibrated stably at small amplitudes, provided they have been sharpened by annealing to 900 °C, a process that can dramatically lower the attractive forces

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Eguchi, T., & Hasegawa, Y. (2002). High Resolution Atomic Force Microscopic Imaging of the Si(111) (7×7) Surface: Contribution of Short-Range Force to the Images. Physical Review Letters, 89(26). doi:10.1103/physrevlett.89.266105

92

Year: 2006

Agent: P.K. Hansma, G. Schitter, G.E. Fantner, C. Prater

Country: USA

Action/output: present innovations in engineering, miniaturization, and control-system design have the potential to allow faster imaging by atomic force microscopes.

STAM Category: T

SID Category: Relevant technical/historical publication

Institutional category: Academy

Source: Hansma PK, Schitter G, Fantner GE, Prater C. 2006. Applied physics. High-speed atomic force microscopy. Science 314: 601–602.

93

Year: 2007

Agent: L. Picco, L. Bozec, A. Ulcinas, D. Engledew, M. Antognozzi, M. Horton, M. Miles

Country: UK

Action/output: describe further developments of the previously reported high-speed contact-mode AFM

STAM Category: T

SID Category: Component/configuration variation that improves the result

Institutional category: Academy

Source: Picco L, Bozec L, Ulcinas A, Engledew D, Antognozzi M, Horton M, Miles M. 2007. Breaking the speed limit with atomic force microscopy. *Nanotechnology* 18: 1–4.

94

Year: 2007

Agent: I. Horcas, R. Fernández, J.M. Gómez-Rodríguez, J. Colchero, J. Gómez-Herrero, A.M. Baro

Country: Spain

Action/output: make available WSXM, a freeware scanning probe microscopy software based on MS-Windows. The project for the WSXM begun in 1998.

STAM Category: A

SID Category: Combination of an independent instrumentation technique

Institutional category: Academy, Industry, Hybrid (Acad-Gov-Ind)

Source: Horcas, I., Fernández, R., Gómez-Rodríguez, J.M., Colchero, J., Gómez-Herrero, J., Baro, A.M. (2007) *Rev. Sci. Instrum.* 78, 013707; doi: 10.1063/1.2432410.

95

Year: 2009

Agent: Leo Gross, Fabian Mohn, Nikolaj Moll, Peter Liljeroth, Gerhard Meyer

Country: Switzerland

Action/output: present the chemical structure of a molecule resolved by AFM, functionalizing the microscope's tip apex with suitable, atomically well-defined terminations, such as CO molecules.

STAM Category: T

SID Category: Practical proof of a theory with technical evolution

Institutional category: Industry

Source: Gross, L., Mohn, F., Moll, N., Liljeroth, P., & Meyer, G. (2009). The Chemical Structure of a Molecule Resolved by Atomic Force Microscopy. *Science*, 325(5944), 1110–1114. doi:10.1126/science.1176210.

96

Year: 2010

Agent: Veeco

Country: USA

Action/output: sell its AFM business to Bruker

STAM Category: M

SID Category: Market exit of a commercial player

Institutional category: Industry

Source: <https://analyticalscience.wiley.com/do/10.1002/micro.2920/full/>

97

Year: 2012

Agent: Oxford Instruments

Country: UK

Action/output: acquire Asylum Research.

STAM Category: M

SID Category: Market exit of a commercial player

Institutional category: Industry

Source: <https://analyticalscience.wiley.com/do/10.1002/micro.2920/full/>