

C.N.E.A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
Nº 1	AÑO 1973

CNEA/TE 31/125

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
DEPENDIENTE DE LA PRESIDENCIA DE LA NACION

MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO

M. IPOHORSKI

M. R. MARRAPODI

BUENOS AIRES

1973

CNEA/TE 31/125

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
DEPENDIENTE DE LA PRESIDENCIA DE LA NACION

MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO

M. IPOHORSKI

M.R. MARRAPODI

BUENOS AIRES
1973

AGRADECIMIENTOS.

Los autores desean expresar su reconocimiento a las siguientes personas e instituciones:

- Al Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas y al Dr. Juan H. Tramezzani, Director del Instituto de Neurobiología, por las facilidades brindadas para hacer uso del microscopio electrónico de barrido.
- Al Sr. Natalio De Vincenzo por el manejo del instrumento y la colaboración y asistencia técnica prestadas durante las observaciones.
- Al Ing. J. Mazza, al Ing. M. Sarrate, al Ing. J. Kittl y al Ing. H. Espejo, por la lectura crítica del manuscrito.
- Al Sr. Luis Millara, a cargo del servicio de Fotografía del Instituto de Neurobiología, por las micrografías electrónicas.
- Al Sr. P. Nieto y al Sr. F. Segovia, por la labor fotográfica relacionada con todos los esquemas, diagramas y ampliaciones que contiene el presente trabajo.
- A la Srta. Amalia Casco por la colaboración prestada en la preparación de las muestras.

MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO

I INTRODUCCION

II DESCRIPCION DEL MICROSCOPIO ELECTRONICO DE BARRIDO

- II.1 Filamento y generación del haz electrónico
- II.2 Sistema de lentes
- II.3 Sistema de barrido
- II.4 Sistema de detección
- II.5 Sistema de proyección de imágenes
- II.6 Descripción del microscopio electrónico de barrido
JEOL JSM U3

III FORMACION E INTERPRETACION DE IMAGENES

- III.1 Señales generadas a partir de la interacción entre el haz electrónico y la muestra
- III.2 Volumen de emisión de las señales. Resolución
- III.3 Análisis de las imágenes obtenidas
 - III.3.1 Imágenes obtenidas por electrones secundarios
 - III.3.2 Imágenes obtenidas por electrones retrodifundidos
 - III.3.3 Imágenes obtenidas por catodoluminiscencia
 - III.3.4 Imágenes obtenidas por rayos X
 - III.3.5 Imágenes obtenidas por electrones transmitidos

IV PREPARACION DE LAS MUESTRAS

IV.1 Muestras masivas

IV.2 Réplicas

V OTRAS APLICACIONES DE LA MICROSCOPIA ELECTRONICA
DE BARRIDO

V.1 Análisis químico

V.2 Efectos eléctricos

V.3 Aplicaciones al estudio de materiales

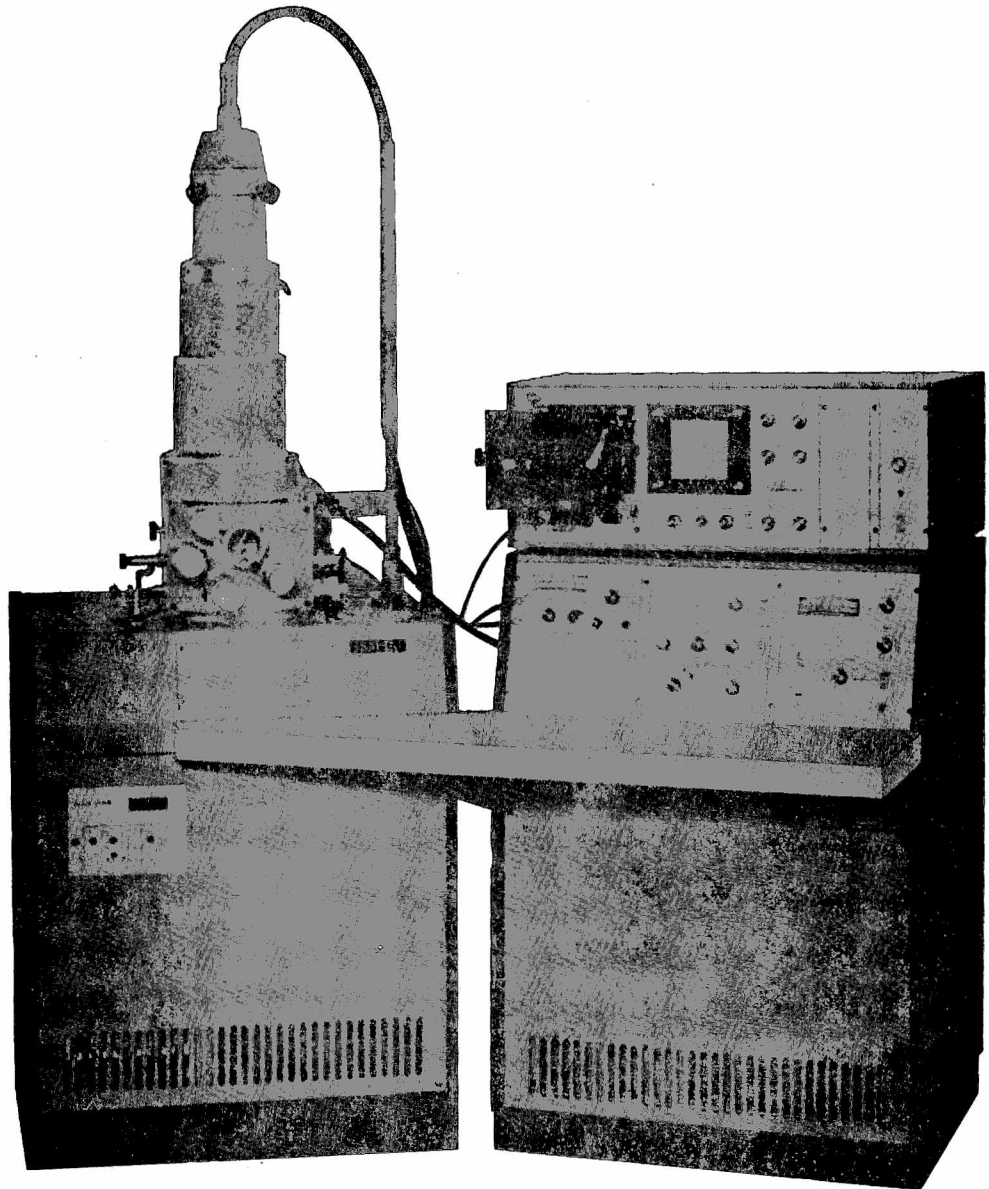


Fig.I.1 Microscopio electrónico de barrido JEOL JSM U3.

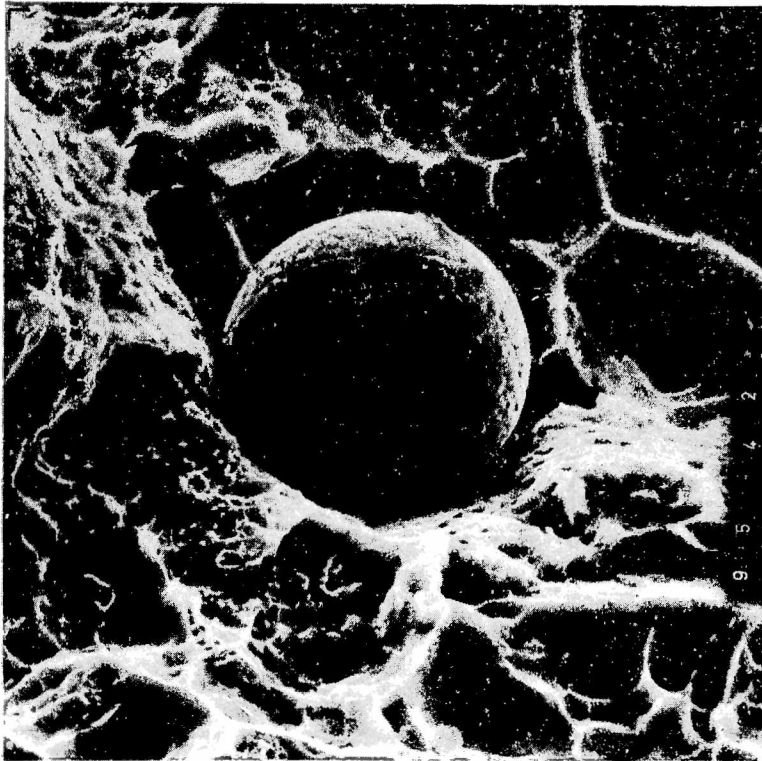


Fig.I.2 Micrografía electrónica de barrido de la superficie de fractura de un acero, obtenida con electrones secundarios. Nótese los efectos de iluminación sobre la inclusión esférica. $M = 3000 \times$

I INTRODUCCION

Un microscopio electrónico de barrido está constituido esencialmente por los siguientes elementos:

- Una unidad óptica-electrónica que genera el haz que incide y se desplaza sobre la muestra.
- Un portamuestras con distintos grados de movimiento.
- Una unidad de detección de las señales que se originan en la muestra, seguida de un sistema de amplificación adecuado.
- Un sistema de visualización de imágenes (tubo de rayos catódicos).

La unidad óptica-electrónica incluye una fuente emisora de electrones, un ánodo para acelerar los mismos, y un sistema de lentes para producir un haz finamente colimado. Al incidir este haz sobre la superficie se genera una serie de señales, como se detalla en la sección III.1. La variación de la intensidad de estas señales, que pueden ser convertidas en señales eléctricas por medio de detectores adecuados, es la que permite la obtención de imágenes en un microscopio de barrido. Para ello se introduce una serie de bobinas deflectoras en la unidad óptica-electrónica, que hacen desplazar el haz de electrones sobre la muestra de manera de barrer una porción de su superficie.

La misma señal que se aplica a la bobina deflectora se usa para barrer en forma sincronizada el haz del tubo de rayos catódicos, como en un tubo de televisión corriente. De esta manera existe una correspondencia punto a punto entre la superficie de la muestra barrida por el haz y la pantalla de observación.

Si además se modula la intensidad del haz del tubo de rayos catódicos con la señal eléctrica dada por alguno de los detectores se tendrá en la pantalla una especie de imagen de la muestra. No es inmediato que ésta se pueda interpretar como una imagen óptica de su superficie, pero veremos más adelante que ésto es posible en muy buena aproximación. Por el momento lo que sí es cierto es que en la pantalla se describe la variación de un tipo dado de emisión producida por la superficie de la muestra barrida por el haz primario. Por ejemplo, si la señal corresponde a la emisión de electrones secundarios, la imagen dada por el tubo de rayos catódicos visualiza los puntos de la muestra caracterizados por una alta emisión secundaria. De la misma

manera, si se modula el haz con la emisión correspondiente a radiación X característica de un cierto elemento, se obtiene un mapa de la distribución de ese elemento sobre la muestra (caso bien conocido de la microsonda electrónica).

En todos los casos la magnificación lineal de esa "imagen" está dada por el cociente entre el ancho de la pantalla de observación y el ancho de la zona barrida por el haz primario.

Estos son los principios generales en los cuales se basa el microscopio electrónico de barrido. El funcionamiento y las aplicaciones de este instrumento son diferentes a los del microscopio electrónico de transmisión, y sobre este último presenta una serie de ventajas. Mencionaremos brevemente algunas de ellas:

- Facilidad de preparación de las muestras, que se reduce en ocasiones a un simple corte.
- Obtención inmediata de la imagen correspondiente.
- Baja intensidad de corriente del haz electrónico (10^{-10} a 10^{-12} A), lo que reduce tanto el daño por calentamiento de la muestra como la contaminación superficial.
- Gran profundidad de campo. Esta varía inversamente con el aumento, desde unos 1000μ a $100\times$ disminuyendo hasta unos 10μ a $10000\times$.
- Amplia gama de aumentos, que se extiende desde $20\times$ hasta $140000\times$. La facilidad de pasar de un aumento a otro permite al observador obtener una visión panorámica de toda la muestra y el estudio inmediato de una zona particular de la misma.

Por las razones mencionadas el uso del microscopio de barrido se ha extendido rápidamente al estudio de toda clase de superficies, particularmente aquellas que presentan grandes irregularidades, en los campos de la metalurgia, biología, geología, tecnología de semiconductores y ciencia de los materiales.

Orígenes del microscopio electrónico de barrido.

El microscopio electrónico de barrido se encuentra disponible en el comercio desde hace sólo unos pocos años, pero sus fundamentos se conocían ya por los años 30. Es interesante ver cómo fue

evolucionando el desarrollo del instrumento desde esa época hasta nuestros días.

KNOLL en Alemania (1935) propuso un instrumento muy parecido al actual, destinado fundamentalmente a estudiar el fenómeno de emisión secundaria.

El primer microscopio de barrido fué diseñado por VON ARDENNE en 1938 para estudiar por transmisión muestras relativamente gruesas. Este instrumento poseía lentes electrostáticas y barrido electromagnético, pero carecía de dispositivos de amplificación y de pantalla de observación. El haz de electrones atravesaba la muestra e incidía directamente sobre una placa fotográfica que se desplazaba en sincronización con el haz, pero a mayor velocidad; el aumento de la imagen estaba dado directamente por la razón entre las velocidades de la película y el haz primario. Las desventajas de este tipo de instrumento son evidentes, puesto que las imágenes sólo podían observarse una vez obtenidas las placas fotográficas y éstas requerían largos tiempos de exposición.

VON ARDENNE sugirió también la posibilidad de observar superficies de cuerpos opacos, recogiendo y amplificando los electrones secundarios emitidos por ellas para modular la intensidad del haz de un tubo de rayos catódicos.

En 1942 ZWORYKIN, HILLIER y SNYDER diseñaron un microscopio de barrido mucho más práctico, con el que se observaban directamente superficies de muestras metálicas. También empleaba lentes electrostáticas y barrido electromagnético del haz. La superficie a observar se colocaba en un plano perpendicular al eje de la lente objetivo y los electrones secundarios emitidos por dicha superficie se aceleraban hacia atrás a través de esta lente para ser detectados en una pantalla fluorescente seguida de un fotomultiplicador. La señal después de ser amplificada se aplicaba a un sistema de registro sincronizado con el haz primario. El contraste de la imagen estaba dado por las diferencias de composición y de topografía de la superficie. Para obtener una mejor emisión secundaria se usaba una tensión de aceleración baja, del orden de los 800 volts, lo que reducía la intensidad del haz necesitándose largos tiempos de exposición (10 minutos) para obtener las fotografías. Además, a una baja tensión de aceleración la emisión de electrones secundarios se veía muy afectada por la contaminación.

Después de la guerra continuó el desarrollo del microscopio electrónico de barrido. OATLEY y McMULLAN diseñaron en 1948 un instrumento similar al de ZWORYKIN pero con muchas mejoras; este microscopio fué construido por McMULLAN en Cambridge. La tensión de aceleración usada fué mayor (10-40 kV) lo que redujo los efectos de la contaminación; se introdujo un tubo fotomultiplicador adecuado para sistemas de vacío desmontables, que amplificaba directamente los electrones secundarios, mejorando muchísimo la calidad de la imagen. El barrido de la superficie era oblicuo y ésto disminuía en cierto modo el poder de resolución en la dirección vertical de la imagen, pero permitía una recolección más eficiente de electrones. La observación de la imagen se efectuaba directamente en un tubo de rayos catódicos de larga persistencia. Los tiempos de exposición para obtener las placas fotográficas se redujeron a menos de 5 minutos.

En 1957 BERNARD y DAVOINE construyeron en Francia un instrumento con el que se obtuvo un poder de resolución de 2μ .

El desarrollo y estudio del microscopio de barrido continuó en Cambridge (Inglaterra) y en Jeol (Japón), culminando en 1965 con la introducción al comercio de instrumentos que alcanzaban unos 250 Å. de resolución. Actualmente se ha llegado a desarrollar en escala comercial instrumentos que garantizan una resolución máxima de 150 Å en imágenes de electrones secundarios.

En cuanto a bibliografía general, podemos decir que se nota una cierta falta de textos "clásicos" en la materia, posiblemente debido a que el desarrollo de las técnicas de microscopía electrónica de barrido es muy reciente. El libro más citado en las publicaciones es:

P.R. THORNTON, "Scanning Electron Microscopy"
Chapman & Hall, London, 1968

que incluye técnicas de microscopía de barrido por transmisión, así como estudios de efectos magnéticos. Los adelantos más recientes, tanto en el campo de ciencia de los materiales como en el de biología, se publican todos los años a partir de 1968 en los resúmenes del IIT Research Institute de Chicago. En particular el último volumen,

Scanning Electron Microscopy/1972
Proc. of the 5th Annual Scanning Electron Microscopy Symposium. IIT Research Institute, Chicago, Illinois

comienza con un artículo de K.C.A. SMITH:

"Scanning Electron Microscopy: The Next Ten Years"

en el cual se detallan los progresos que se esperan de este tipo de instrumentos en los próximos diez años, en lo concerniente a resolución, detectores, mejoras en la visualización de imágenes y aplicaciones de la microscopía de barrido en general.

Las distintas maneras de procesar información proveniente del microscopio de barrido han sido tratadas en el primer volumen de 1968 por

E.W.WHITE, H.A. McKRISTY y G.C.JOHNSON

y en los volúmenes subsiguientes aparecen constantemente nuevos artículos sobre el tema.

Finalmente, se recomiendan los siguientes artículos generales:

"The Characteristics and Applications of the Scanning Electron Microscope"

S. KIMOTO y J.C.RUSS

American Scientist, 57, 1, 112-113, 1969

"Scanning Electron Microscopy"

W.C.NIXON

Contemporary Physics, 10, 1, p.71, 1969

En las secciones siguientes pasaremos a describir los distintos sistemas que posee un microscopio de barrido moderno, concentrando la atención en aquellos que determinan más directamente la calidad de la imagen observada, para luego analizar los diferentes tipos de imágenes que se pueden obtener y la información contenida en cada una de ellas.

II DESCRIPCION DEL MICROSCOPIO ELECTRONICO DE BARRIDO

II.1 Filamento y generación del haz electrónico.

Sin entrar en mayores detalles, mencionaremos los distintos tipos de fuentes emisoras de electrones de las que disponen actualmente los instrumentos comerciales.

La fuente de electrones más usada y conocida hasta el presente está constituida por el filamento de tungsteno. Este se calienta al rojo blanco por medio de una corriente eléctrica, en un vacío de difusora del orden de 10^{-5} torr. Entre el ánodo acelerador y el filamento se coloca un electrodo adicional de control llamado cilindro de Wehnelt, que hace que los electrones emitidos por la zona caliente del filamento focalicen en un punto ligeramente por debajo del cilindro. Con un diseño adecuado y un potencial convenientemente elegido, el diámetro de esta zona de entrecruzamiento se puede hacer mucho menor que el diámetro de la zona emisora de electrones en el filamento. En efecto, mientras que esta última es del orden de los 90μ , la zona de entrecruzamiento puede llegar a unos 10μ .

La búsqueda de fuentes que pudieran emitir mayor cantidad de electrones condujo al desarrollo del cátodo de hexaboruro de lantano (LaB_6). Como este material no es trefilable, es necesario usar ciertas técnicas para su calentamiento indirecto. Pero, a pesar de esta pequeña complicación, se obtienen fuentes mucho más brillantes y de mayor duración que el alambre de tungsteno. Para la operación estable del cátodo de LaB_6 se necesita un vacío del orden de 10^{-6} torr.

Si se desea aumentar aún más la emisión electrónica, en cualquiera de los dos casos mencionados es necesario aumentar la temperatura de trabajo del emisor. Pero en la práctica esto no se puede hacer más allá de un límite dado por la resistencia mecánica del filamento y la duración del mismo.

Estas limitaciones condujeron al desarrollo del sistema de emisión de campo, también llamado cátodo frío. El fenómeno de emisión de electrones bajo la acción de un campo eléctrico se conoce desde hace mucho tiempo, pero recién en 1970 se aplicó a la construcción de una fuente emisora en un microscopio electrónico. Este

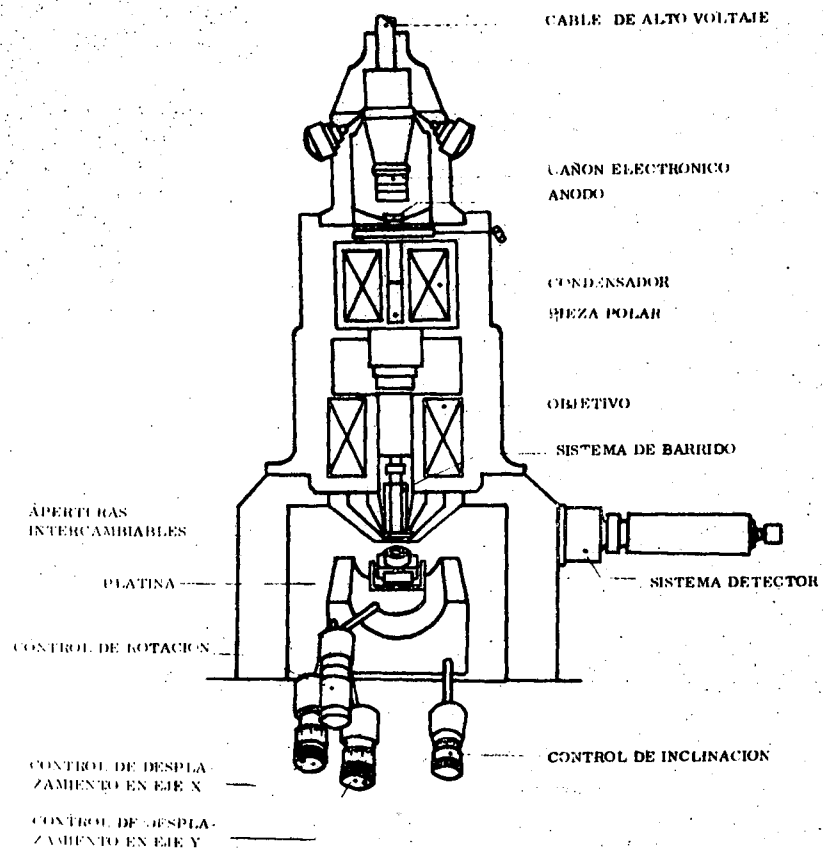


Fig.II.1 Esquema del microscopio electrónico de barrido JEOL JSM U3.

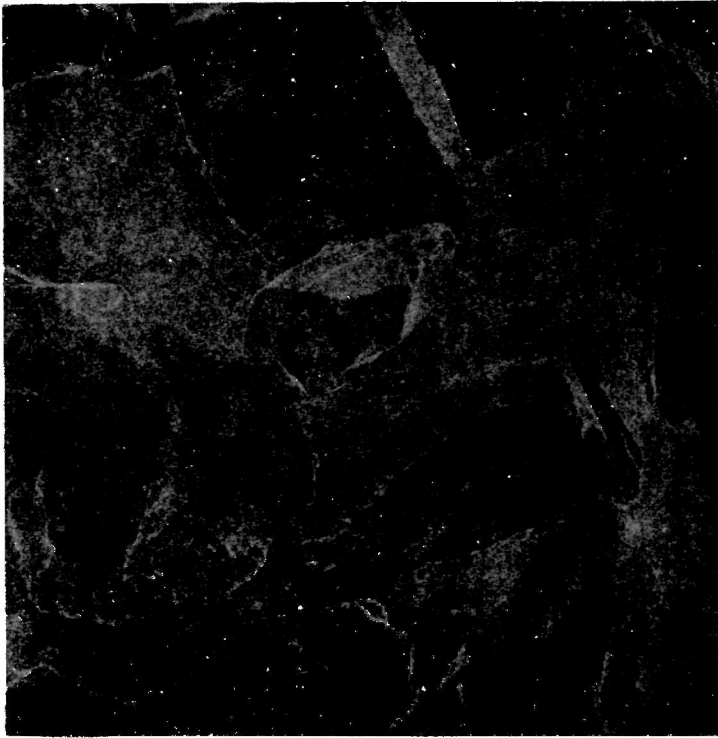


Fig.II.2 Ejemplo de un par de micrografías estereoscópicas obtenidas con electrones secundarios. La muestra corresponde a partículas de carbono amorfo adheridas al portamuestras mediante una capa delgada de pintura de plata. Angulo de rotación entre las dos micrografías: 10° . $M = 100 \times$

nuevo cañón electrónico está compuesto fundamentalmente por un cátodo consistente en una punta muy aguda de tungsteno (radio de curvatura = 600-2000 Å) y un ánodo situado muy cerca del cátodo, conectado a un potencial positivo. El campo eléctrico resultante, de unos 10^7 volt/cm sobre la punta, es suficiente para arrancar electrones de la misma. Si además se orienta cristalográficamente la punta de tungsteno, es posible aumentar aún más la emisión. De esta manera se pueden obtener brillo hasta 10.000 veces mayores que los correspondientes a la emisión termoiónica, aunque por razones prácticas aquél es solamente unas 30 o 50 veces mayor. En estos casos ya no es posible trabajar con vacío de difusora, pues es necesario alcanzar unos 10^{-10} torr.

II.2 Sistema de lentes electrónicas.

El microscopio electrónico de barrido emplea dos, tres o cuatro lentes óptico-electrónicas que tienen una misma función: disminuir el diámetro del haz de electrones, que es de aproximadamente 50μ en su origen, a valores comprendidos entre 250-100 Å al incidir sobre la muestra.

En los microscopios electrónicos tanto de transmisión como de barrido se usan lentes magnéticas, que son más resistentes, difíciles de desalinear y fáciles de limpiar que los sistemas electrostáticos; además con ellos disminuyen las aberraciones.

II.3 Sistema de barrido.

Consiste en un campo de deflexión simple o doble, que puede ser electrostático o magnético, y que hace barrer el haz electrónico sobre la superficie del especimen en las direcciones X e Y.

La misma señal que se aplica a las bobinas deflectoras se usa para barrer en forma sincronizada el haz del tubo de rayos catódicos, produciéndose así una correspondencia punto a punto entre la superficie de la muestra que es barrida por el haz electrónico y la pantalla donde se observa la imagen.

El sistema es semejante al de la televisión, pero con ve-

locidades de barrido mucho más bajas

II.4 Sistema de detección.

Se usa un mismo detector para electrones secundarios, electrones retrodifundidos y catodoluminiscencia.

Los electrones secundarios y retrodifundidos se detectan mediante un cristal de centelleo y un tubo fotomultiplicador. Cada electrón excita el cristal de centelleo y produce un fotón luminoso, que al pasar por el fotomultiplicador se convierte en una cascada de fotones. Estos fotones inciden luego en el fotocátodo, que es parte del fotomultiplicador, y se produce un pulso eléctrico que es amplificado por el sistema electrónico subsiguiente.

Los electrones secundarios (electrones emitidos por la muestra como resultado de la incidencia del haz electrónico sobre la superficie) tienen una energía muy baja (10-50 eV), por lo que es necesario aplicar un alto voltaje (10 kV) a una grilla que se antepone al detector. De este modo los electrones secundarios son acelerados hacia él.

El alto voltaje que se aplica a la grilla del detector hace que los electrones secundarios recorran una trayectoria curva al dejar la superficie de la muestra, lo que permite obtener señales aún de regiones muy inclinadas con respecto al detector. Esto no sucede en el caso de los electrones retrodifundidos, que viajan en línea recta produciendo imágenes con sombras oscuras muy definidas (ver sección III.3).

Los electrones retrodifundidos (porción reflejada del haz incidente) tienen una alta energía, prácticamente la misma del haz primario, por lo que no es necesario aplicar un alto voltaje para captarlos.

Los electrones retrodifundidos pueden ser captados también mediante un sistema de un par de detectores que incluye un amplificador mediante el cual se puede operar con ambos en conjunto o separadamente. Esto permite separar la imagen de un espécimen en una imagen de topografía y una imagen de composición. Una explicación más

detallada del sistema de dos detectores se encuentra en la sección III.3.2.

La cátodoluminiscencia, al ser luz visible es detectada directamente por el tubo fotomultiplicador, obviándose el paso por el cristal de centelleo. Es posible extender la región detectable hasta una longitud de onda de 11.000 Å, mediante un detector de cátodoluminiscencia infrarrojo.

Las radiaciones X características son analizadas mediante un espectrómetro actuando en este caso el microscopio como una microsonda.

II.5 Sistema de proyección de imágenes.

Las imágenes se proyectan en dos tubos de rayos catódicos de alta resolución, que funcionan en sincronización con el barrido electrónico de la muestra.

Uno de ellos tiene una pantalla de gran persistencia, en la cual se observa el especimen fijando el tiempo de barrido en 10 segundos, teniendo una imagen de 500 líneas. La pantalla del otro tubo es de poca persistencia y en ella se registran las imágenes; se usa con un barrido más lento, generalmente de 50 segundos, obteniendo una imagen de 1000 líneas. Adosada a esta segunda pantalla va la cámara fotográfica.

Las dos pantallas tienen el mismo tamaño (100 mm por 100 mm), siendo éste por lo tanto el tamaño máximo de la imagen, el cual puede ser reducido a cualquier dimensión hasta un mínimo de 10 mm por 10 mm en cualquier parte de la pantalla fluorescente.

II.6 Descripción del microscopio de barrido JEOL JSM U3.

El microscopio electrónico de barrido modelo JEOL JSM U3, único instrumento de este tipo actualmente en uso en el país (*), comprende dos unidades:

- La primera consiste en una columna óptico-electrónica, una platina donde se coloca la muestra, un sistema colector de señales y un sistema de vacío.
- La segunda comprende un panel de operación, un sistema de proyección de imágenes y el conjunto de fuentes electrónicas que forman parte de la estructura misma del aparato.

A continuación se describirán brevemente las partes fundamentales del instrumento:

Primera unidad:

a) Columna óptico-electrónica.

Un cañón de alto brillo y pequeño punto de entrecruzamiento (cross-over) permite la obtención de un haz muy fino de electrones incidente (del orden de $100 \text{ \AA}$ o menos), lo que da una alta resolución, usando dos lentes electromagnéticas. La fuente de emisión de electrones es un filamento de tungsteno, que se debe calentar a tal efecto.

El voltaje de aceleración de electrones puede variar entre 5 y 50 kV, siendo la estabilidad de 5×10^{-5} / 10 min. y el "ripple" de 100 mV. El kilovoltaje que se aplica depende de las características (espesor, tipo de material, etc.) de la muestra que se observa. Por ejemplo, para el espesor de películas apropiadas para microcircuitos se usan voltajes bajos, del orden de 5 kV, mientras que para observar muestras masivas de metales se aplican

(*) El instrumento pertenece al Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas y es operado en el Instituto de Neurobiología.

voltajes del orden de los 25 kV. En el caso de réplicas es aconsejable usar 15 kV para evitar posibles roturas.

La intensidad de la corriente del haz fluctúa entre 10^{-7} y 10^{-12} Amperes.

Lentes:

El instrumento tiene dos tipos de lentes electromagnéticas: condensador y objetivo. Esta última tiene tres aperturas intercambiables de 0.4, 0.2 y 0.1 mm respectivamente. La distancia de trabajo del objetivo es de 13mm o de 32mm, dependiendo del portamuestras que se use.

Sistema de barrido:

Bajo la lente objetivo se encuentra el sistema electromagnético deflector del haz o sistema de barrido propiamente dicho. El tiempo de barrido puede ser variado entre 0.5 y 500 segundos, pasando por 1, 2.5, 5, 10, 25, 50, 100 y 250 segundos, indicando estos valores el tiempo que demora el haz en barrer verticalmente la zona de la muestra que se está observando en la pantalla.

El siguiente cuadro relaciona el número de líneas de barrido con el tiempo de barrido vertical y horizontal.

Número de líneas de barrido	Tiempo de barrido vertical (seg)	Tiempo de barrido horizontal (seg)
250	0.5	2
	1.0	4
	2.5	10
500	10	10
	10	20
	25	50
1000	50	50
	100	100
	250	250
	500	500

Usualmente se trabaja con un tiempo de barrido de 10 segundos durante la observación preliminar de la muestra, pero las fotografías se toman con un tiempo de 50 segundos, con lo cual se tiene un mayor número de líneas de barrido y por lo tanto una mayor definición.

La resolución máxima del instrumento es de aproximadamente 150 Å. El rango de aumentos está comprendido entre 22 x y 140.000 x.

b) Platina.

La platina que contiene el especimen permite los siguientes movimientos:

- Desplazamiento en dos direcciones ortogonales (ejes X e Y) en un plano a lo largo de la superficie observada de la muestra; en el eje horizontal el movimiento está comprendido entre 0 y 10 mm, y en el eje longitudinal entre 0 y 25 mm.
- Movimiento de rotación sobre el propio plano de la muestra, en $\pm 180^\circ$.
- Movimiento de inclinación (tilting) en el plano horizontal, entre -5 y $+45^\circ$.
- A lo largo del eje del haz (Z) existe una distancia fija de trabajo (13 o 32 mm), pero es posible hacer un ajuste fino de ± 1.6 mm en la posición de trabajo de 32 mm.

El hecho de tener la platina mecanismos de inclinación a la vez que movimientos en los ejes X e Y, permite inclinar el especimen tomando como eje cualquier punto que se está observando. Se puede inclinar el especimen por este mecanismo sin necesidad de variar el enfoque, lo que es muy importante cuando se desea tomar un par estereoscópico de fotografías.

También es posible trasladar y rotar el especimen en su plano sin hacer ajustes en el eje Z.

Esta platina se usa indistintamente para detección de electrones secundarios, retrodifundidos o transmitidos, cátodoluminiscen

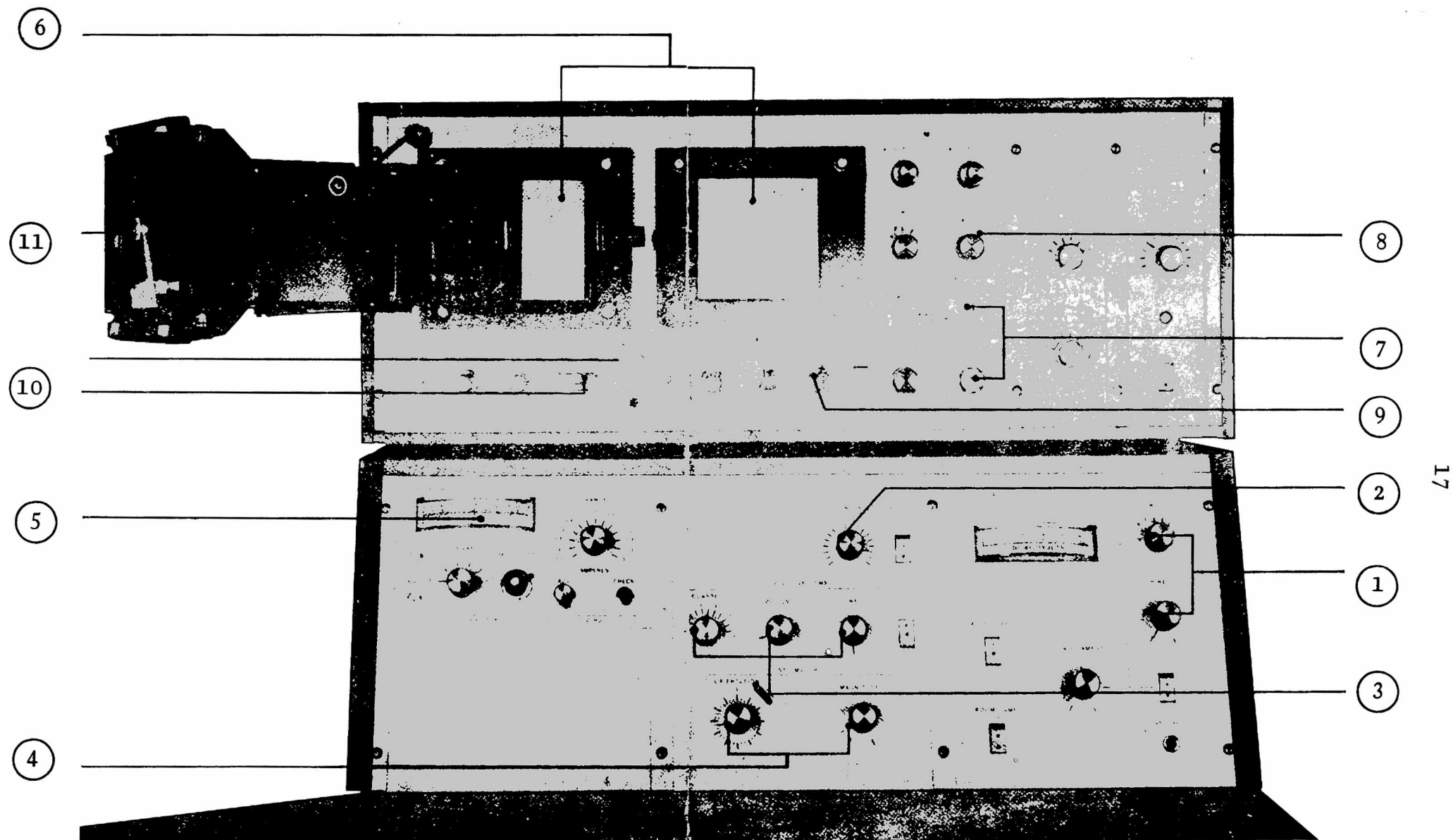


Fig.II.3 Panel de operaciones del microscopio electrónico de barrido JEOL JSM U3.

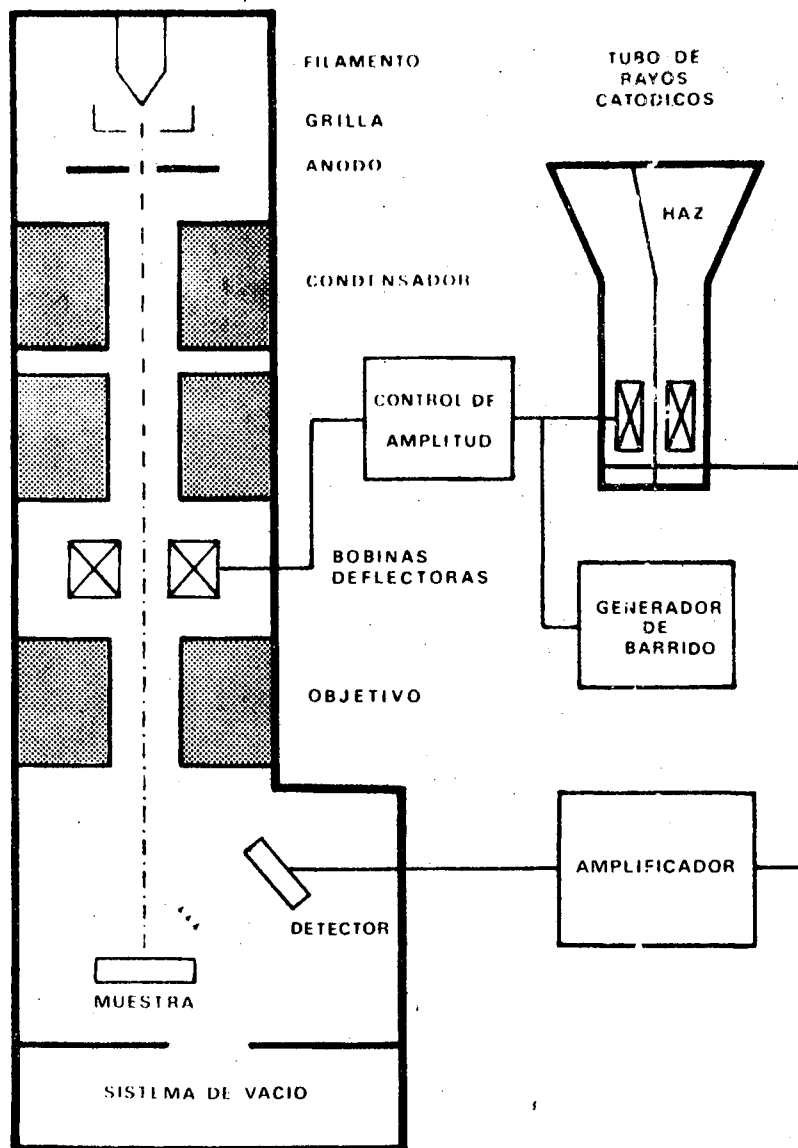


Fig.11.4 Esquema de un microscopio electrónico de barrido.

cia, análisis de rayos X y tecnología de semiconductores.

El instrumento tiene dos tipos de portamuestras, lo que permite diferentes tamaños de muestras :

- Uno de los portamuestras acepta especímenes de 10 mm de diámetro por 10 mm de altura; en este caso la distancia de trabajo es de 13 mm y el área observable tiene un diámetro de 0.8 mm.
- El segundo portamuestras puede contener un espécimen de 26 mm de diámetro por 20 mm de altura; la distancia de trabajo es de 32 mm y el área observable tiene 1.5 mm de diámetro.

Es preferible usar el portamuestras más pequeño pues permite una distancia de trabajo menor y por lo tanto una mayor resolución.

Existen aditamentos especiales de la platina que permiten calentar y traccionar el espécimen durante su observación.

c) Sistema de detección.

Los electrones secundarios, retrodifundidos y la catodoluminiscencia son captados por un mismo detector.

Los electrones absorbidos son detectados por un micromicroamperímetro.

Las radiaciones X son analizadas mediante un espectrómetro.

d) Sistema de vacío.

Es controlado en forma totalmente automática y consta de dos bombas rotatorias y una bomba difusora. La presión de trabajo es de 5×10^{-5} torr.

Segunda unidad:

Panel de operación.

Mediante el panel de operaciones se controla el sistema óptico-electrónico. En él se encuentran:

- Fuentes de poder para alto voltaje y excitación de lentes.
- Sistema de astigmatadores.
- Micromicroamperímetro.
- Sistema de proyección de imágenes (tubos de rayos catódicos).

La Fig. II. 3 muestra el panel de operación del microscopio de barrido JEOL JSM U3, en el cual se distinguen:

- (1) Controles (grueso y fino) para variar el voltaje de aceleración del haz electrónico dentro de un rango que se extiende de 5 a 50 kV.
- (2) Controles del condensador, mediante los cuales se ajusta el diámetro e intensidad del haz de electrones al cambiar la corriente de excitación de dichos lentes.
- (3) Controles del objetivo. Variando la corriente que pasa por el objetivo se enfoca el espécimen. Hay un control grueso que se mueve paso a paso, y un control medio y otro fino que se mueven en forma continua.
- (4) Controles de magnitud y orientación, con los que se lleva a cabo la corrección del astigmatismo.
- (5) Micromicroamperímetro. Controla la intensidad electrónica absorbida. Se usa en el centrado de la columna y para fijar la intensidad correcta del calentamiento del filamento. Sirve como amplificador y detector de electrones absorbidos.
- (6) Tubos de rayos catódicos.

- (7) Controles para variar el aumento de la imagen, cuya lectura se efectúa directamente. El aumento puede fluctuar entre 22 x y 140.000 x seleccionando el voltaje de aceleración y la distancia de trabajo.
- (8) Control para seleccionar la velocidad de barrido, la que puede ser variada paso a paso entre 0.5 y 500 segundos (10 pasos).
- (9) Control que permite mover el área de barrido en 10μ a lo largo de los ejes X e Y. Esto facilita la selección del área a observar cuando se está trabajando a grandes aumentos.
- (10) Medidor de exposición y controles de brillo y contraste de la imagen en los tubos de rayos catódicos.
- (11) Cámara fotográfica.

III FORMACION E INTERPRETACION DE IMAGENES

III.1 Señales generadas a partir de la interacción entre el haz electrónico y la muestra.

Veremos ahora los distintos procesos mediante los cuales puede interactuar un electrón del haz incidente con los átomos de la muestra, y las distintas señales a las que da origen. Estos procesos se suelen denominar en general difusión de electrones (electron scattering) y se clasifican de la siguiente manera:

1) Difusión elástica:

En este proceso no cambia la energía del electrón incidente sino que solamente se modifica su impulso, lo que se traduce en una variación de su trayectoria original. Los fenómenos de difracción son originados precisamente por la difusión elástica.

2) Difusión inelástica:

Se produce en este caso una transferencia de energía entre el electrón incidente y el átomo del material bombardeado. Existen varias posibilidades para este tipo de procesos (ver Fig.III.1):

- a) Excitación del "core" o electrones ligados. Como resultado de la interacción del electrón incidente con los electrones orbitales del átomo, éstos pueden desprenderse y ser emitidos como electrones libres, cuya energía es de unos 10 a 50 eV. Estos son los electrones secundarios. Debido a su baja energía, solamente los originados cerca de la superficie pueden llegar a la misma y ser acelerados hacia el detector. Los electrones secundarios generados en regiones más profundas quedan absorbidos al recombinarse con átomos ionizados, y no contribuyen por lo tanto a la emisión secundaria.
- b) En lugar de desprenderse del átomo, los electrones orbitales pueden ser llevados a un nivel mayor de energía, quedando el átomo en estado excitado. Al volver a su estado de energía estable, puede radiar la diferencia de energía como:
 - i) Radiación X característica.- La energía de esta radiación es característica del átomo que la emite y permi-

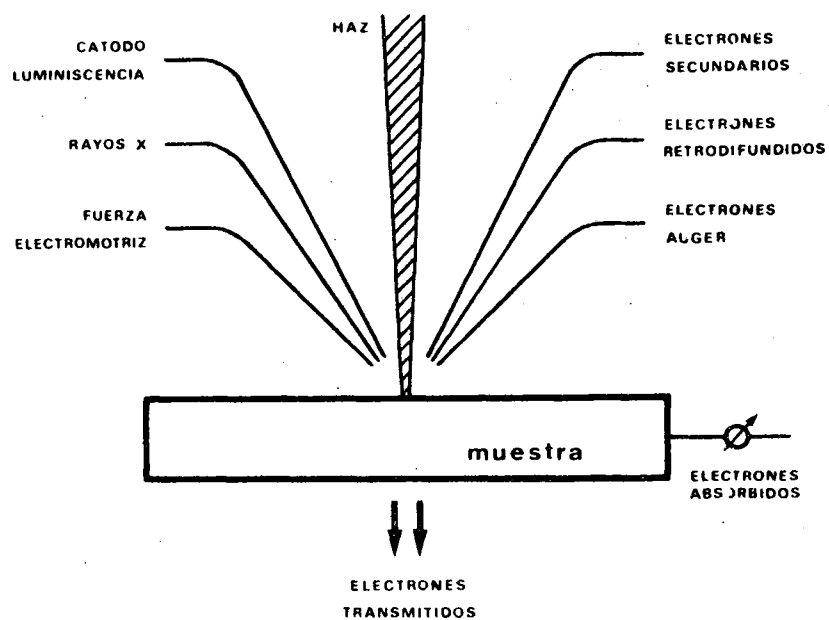


Fig.III.1 Distintos tipos de señales que se originan en una muestra al incidir sobre la misma un haz de electrones de alta energía.

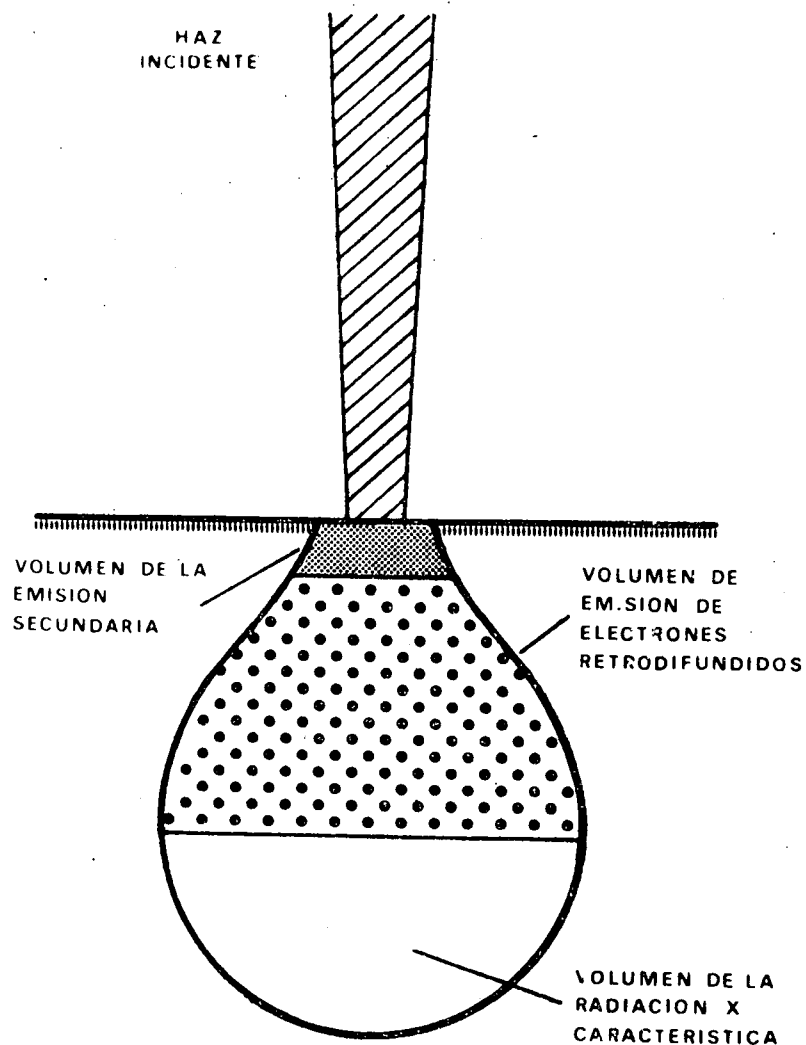


Fig.III.2 Volumen en el cual se dispersan los electrones de un haz electrónico al incidir sobre la superficie de una muestra. Nótese la diferencia entre los volúmenes de emisión de electrones secundarios y retrodifundidos, hecho directamente relacionado con la resolución máxima obtenible en las imágenes correspondientes a los dos tipos de señales.

te por lo tanto la identificación del mismo (microsonda electrónica).

- ii) Radiación visible.- Este es el fenómeno de la cátodo-luminiscencia.
 - iii) Electrones Auger.- En los elementos livianos es más probable la emisión de un electrón de baja energía que la emisión de radiación X. Los electrones Auger se caracterizan por una energía que depende de los niveles cuánticos del átomo considerado. Por lo tanto, mediante el análisis de su energía se puede obtener información sobre la presencia de elementos livianos en una substancia.
- c) Una porción del haz incidente puede ser reflejada, variando su trayectoria en ángulos próximos a 180° . Estos electrones, cuyas energías son del orden de la mitad de la correspondiente al haz incidente, se denominan retrodifundidos (back scattered).

III.2 Volumen de emisión de las señales. Resolución.

Es muy fácil intuir que la resolución de un microscopio electrónico de barrido está directamente relacionada con las dimensiones de la zona de la muestra que es excitada por el haz electrónico primario. Esta zona es ligeramente mayor que la sección de dicho haz, como se esquematiza en la Fig.III.2. Cuando el haz electrónico incide sobre la superficie de la muestra, los procesos de interacción que hemos mencionado en la sección anterior, hacen que los electrones del haz primario se dispersen en un volumen que tiene aproximadamente la forma de gota que se indica en la figura. La intensidad de las señales emitidas está determinada por las dimensiones del volumen donde se generan las mismas y su posterior absorción por la misma muestra, lo que a su vez depende de:

- La composición de la muestra (Número atómico Z).
- La energía E_0 de los electrones del haz incidente.

En general, valen las siguientes estimaciones para las profundidades máximas a las que pueden generarse señales que llegan a la superficie:

Electrones secundarios.....100 a 300 Å

Electrones retrodifundidos....1000 a 10000 Å

Rayos X característicos.....5000 Å a 5 μ

Por otro lado, el haz primario de electrones penetra más adentro de la muestra si:

- Es mayor la energía E_0 del haz primario
- Es menor el número atómico Z de la muestra

y la difusión transversal de los electrones es mayor si:

- Es menor la energía E_0 del haz primario
- Es mayor el número atómico Z de la muestra.

Estos hechos son los que determinan el poder de resolución máximo alcanzable por el microscopio de barrido.

Comenzaremos por analizar la resolución de las imágenes obtenidas con electrones secundarios. Estos son producidos en todos los puntos del volumen de excitación mencionado. Como sus energías son muy bajas, 10 a 50 eV, son totalmente absorbidos al atravesar una distancia del orden de los 100 Å, y en consecuencia sólo una pequeña porción del volumen contribuye a emitir electrones secundarios que pueden llegar al detector. Las dimensiones de esta sección son ligeramente mayores que el diámetro del haz incidente. A partir del esquema de la Fig.III.2 se puede ver inmediatamente que la imagen obtenida con electrones secundarios es la que proporciona la máxima resolución. Intuitivamente se podría pensar que es posible mejorar la resolución reduciendo el diámetro del haz que incide sobre la muestra, con lo cual se reducirían las dimensiones del volumen excitado. Esto es cierto, pero tiene un límite. En efecto, aún en el hipotético caso de un haz de electrones de diámetro infinitamente pequeño, el volumen excitado en la muestra ten-

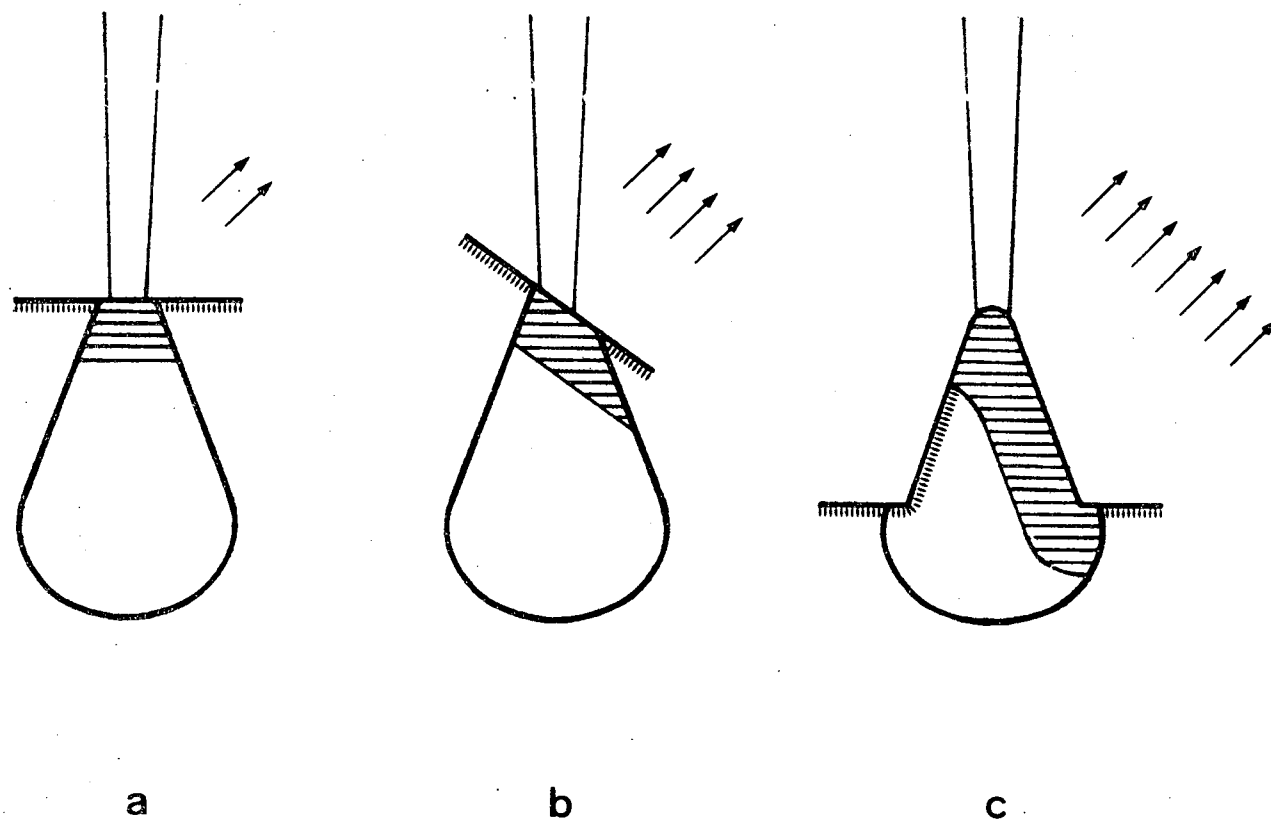


Fig.III.3 Influencia de la topografía superficial sobre la emisión secundaria.
a) Electrones secundarios emitidos por una superficie plana.
b) Electrones secundarios emitidos por una superficie inclinada respecto del haz.
c) Electrones secundarios emitidos por una saliente o borde agudo.

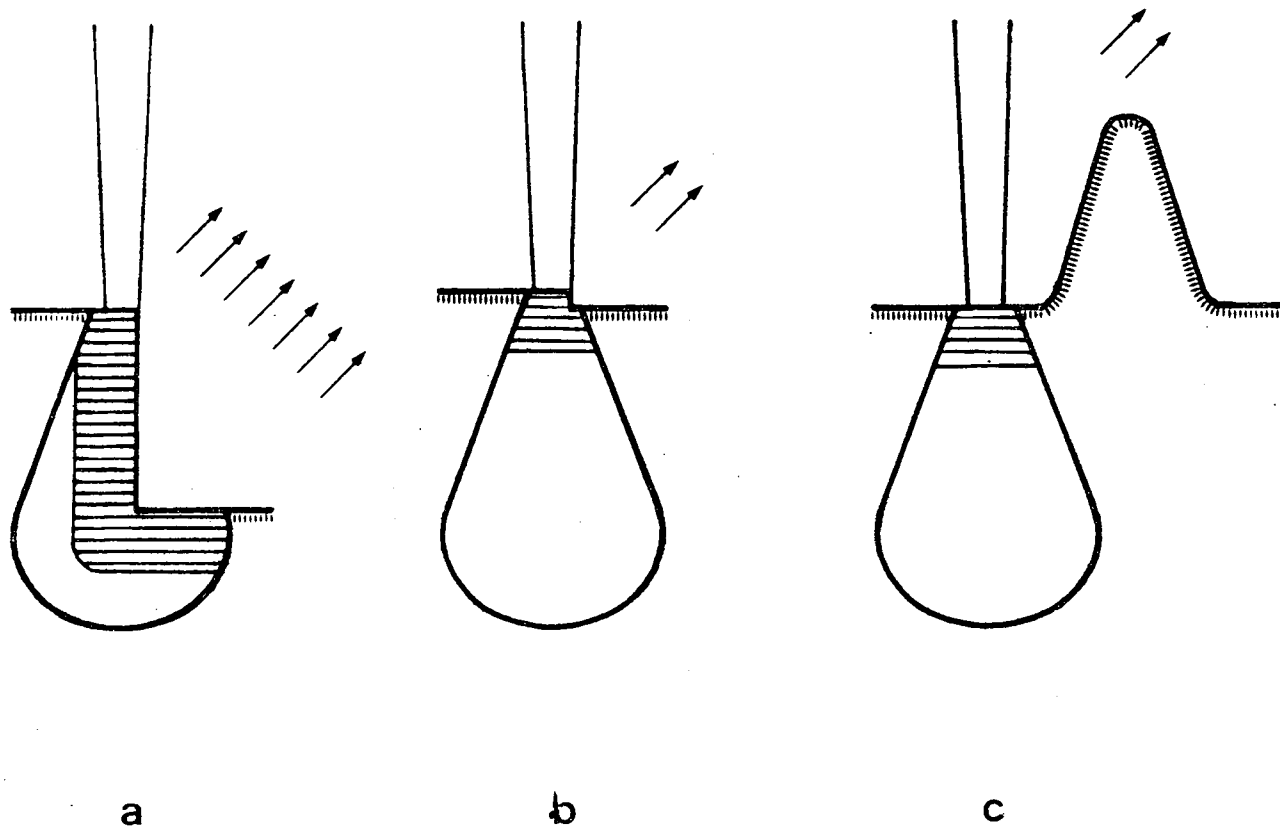


Fig.III.4 Influencia de la topografía superficial sobre la emisión secundaria.

- a) Electrones secundarios emitidos por un escalón de altura mayor que la profundidad máxima de emisión secundaria.
- b) Electrones secundarios emitidos por un escalón pequeño.
- c) Electrones secundarios emitidos por detrás del borde de la muestra, que llegan al detector por influencia del campo eléctrico aplicado entre este último y la muestra.

dría una cierta dimensión, y ésta delimitaría el poder de resolución máximo obtenible en este tipo de instrumento a unos 50 a 100 Å según el material observado. Normalmente el haz de un microscopio de barrido moderno tiene unos 80 Å de diámetro y la resolución máxima es de unos 150 Å. Finalmente digamos que la resolución de la imagen de electrones secundarios empeora al disminuir a tensión de aceleración de los electrones incidentes, debido al aumento de la difusión transversal de los mismos en la muestra.

En cambio, los electrones retrodifundidos que pueden llegar al detector provienen de un volumen mucho mayor dada su mayor energía (aproximadamente 10 KeV) y por lo tanto la imagen obtenida a partir del análisis de los mismos es de menor resolución. Además, el volumen a partir del cual se originan los electrones retrodifundidos, que es prácticamente el total del volumen en forma de gota, aumenta con la tensión de aceleración del instrumento. Lo mismo sucede con el volumen de emisión de la radiación X característica. Por lo tanto, la resolución en estos dos tipos de imágenes empeora al aumentar la tensión de aceleración del haz. El valor máximo de la resolución en las imágenes de electrones retrodifundidos sería de unos 400 Å.

En el caso de analizar las imágenes correspondientes a una lámina delgada (ver sección III.3.5), los volúmenes donde se originan los distintos tipos de señales son comparables, y las resoluciones obtenidas con electrones retrodifundidos, rayos X o luz visible, son similares a las correspondientes a electrones secundarios.

III.3 Análisis de las imágenes obtenidas.

Una micrografía obtenida con electrones secundarios o retrodifundidos, como la que aparece en la Fig.I.2 o en la Fig.III.10, tiende a ser interpretada por el observador como si fuera una imagen óptica de la superficie iluminada lateralmente por una cierta fuente luminosa. Ahora veremos que precisamente la gran utilidad de la microscopía electrónica de barrido reside en el hecho de que las imágenes que proporciona pueden ser efectivamente interpretadas de manera análoga a una imagen óptica.

Consideremos primero el efecto que tienen las variaciones de la topografía de una muestra sobre las imágenes de electrones se

Everhart y col. demostraron que un cambio de inclinación de la superficie de una muestra con respecto al haz electrónico incidente, aún en unos pocos grados, produce una variación apreciable en el número de electrones secundarios emitidos. Este hecho es fácil de apreciar en forma intuitiva, Fig.III.3 (a) y (b), puesto que el número de electrones emitidos es aproximadamente proporcional al área de la intersección del volumen de excitación con la superficie de la muestra.

Mediante el mismo argumento anterior se puede ver que un borde agudo o una protuberancia sobre la superficie generan un número muy grande de electrones secundarios. En efecto, la superficie que puede emitir electrones hacia el detector es mucho mayor debido a la geometría del borde agudo, Fig.III.3 (c). Lo mismo sucede si se trata de un escalón sobre la superficie de la muestra cuyas dimensiones sean mayores que la profundidad máxima de emisión de electrones secundarios, Fig.III.4 (a).

En el caso de bordes agudos o escalones, el aumento en la emisión de electrones secundarios es en realidad aún mayor debido al efecto del campo eléctrico aplicado entre la muestra y el detector. Ya hemos visto (sección II.3) que la grilla situada frente al detector se coloca a un potencial positivo bastante alto (10 kV) para poder coleccionar los electrones secundarios. El campo eléctrico es mucho más intenso en los bordes y puntas agudas de la muestra, y por lo tanto aumenta el número de electrones allí emitidos. Este hecho deberá considerarse al analizar imágenes de muestras compuestas por dos o más fases. Las zonas claras por lo general corresponden a la fase menos atacada, pero también pueden ser efecto de otras variaciones de la topografía superficial producidas por el ataque químico. Además, el mismo campo eléctrico produce un efecto adicional que hay que considerar al observar imágenes de bordes y escalones. En efecto, el campo es tal que permite que al detector lleguen electrones emitidos por zonas situadas detrás de una saliente, Fig.III.4 (c), con lo cual es posible obtener señales provenientes de zonas que deberían aparecer oscuras, o, dicho de otro modo, de zonas que el detector no debería "ver".

Por otro lado, cualquiera sea la topografía, los electrones secundarios emitidos por la muestra siguen trayectorias curvas hacia el detector (independientemente de la dirección inicial en la que fueron emitidos) por influencia del campo eléctrico aplicado entre la muestra y el detector, Fig.III.5 (a).

ELECTRONES SECUNDARIOS

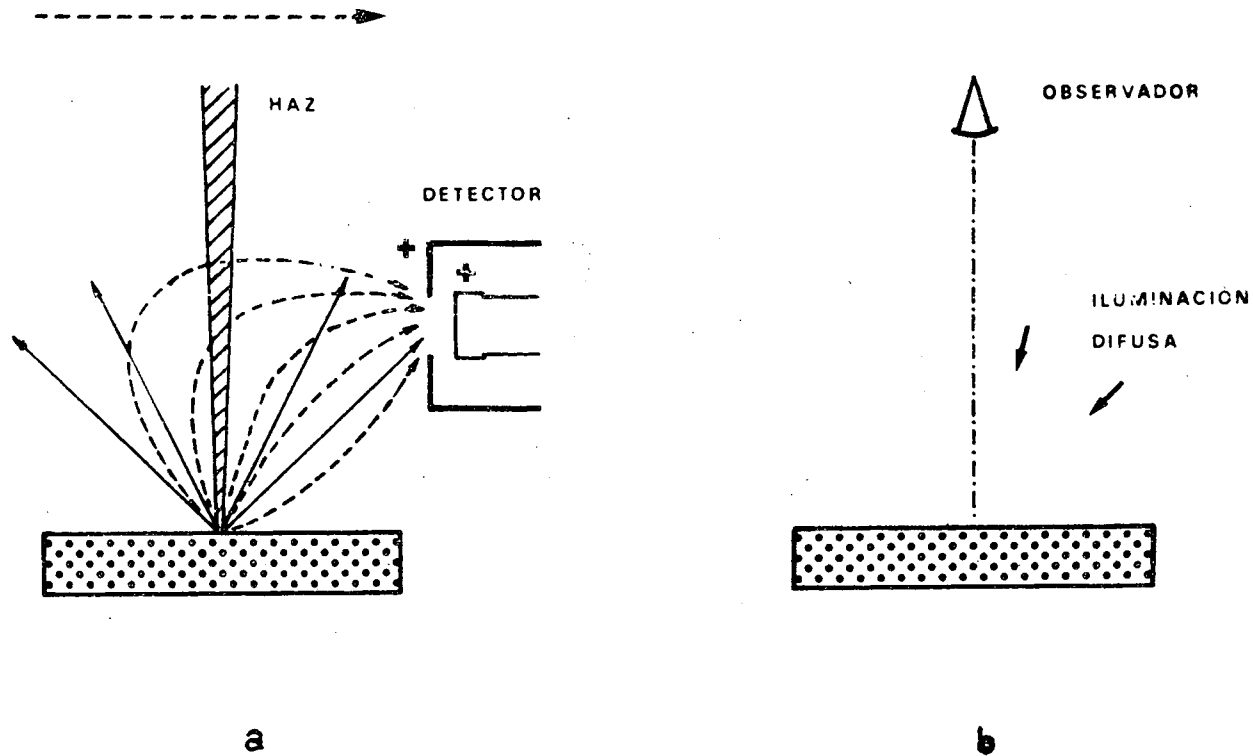
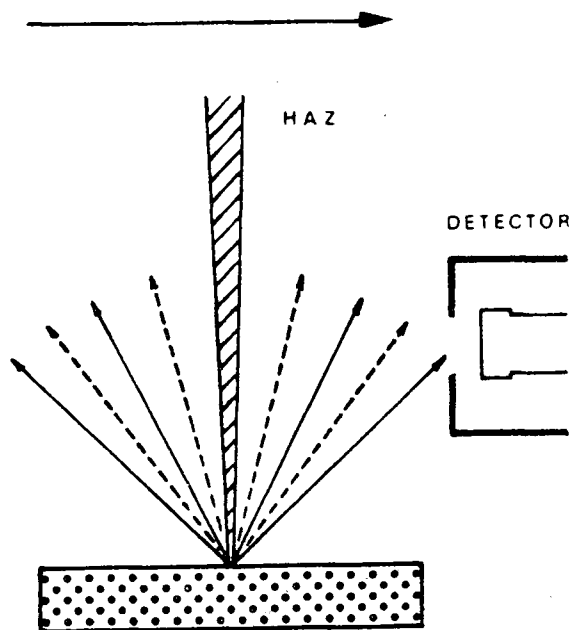
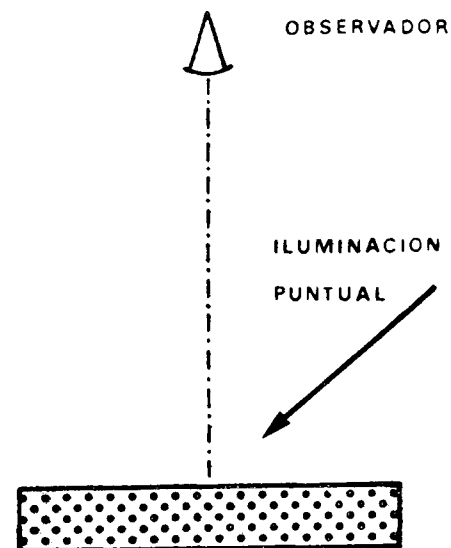


Fig.III.5 a) Debido al fuerte campo eléctrico aplicado entre el detector y la muestra, llegan al detector prácticamente todos los electrones secundarios emitidos por la muestra. Los efectos de luz y sombra son en consecuencia más bien atenuados.
b) Por esta razón las micrografías correspondientes presentan efectos de iluminación difusos, sin sombras definidas.

ELECTRONES RETRODIFUNDIDOS

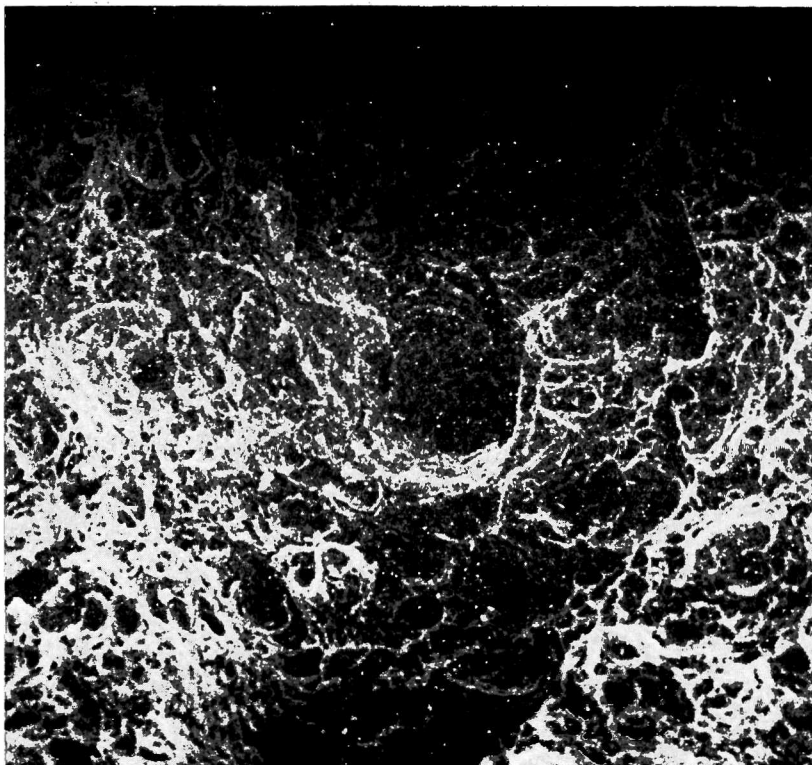


a

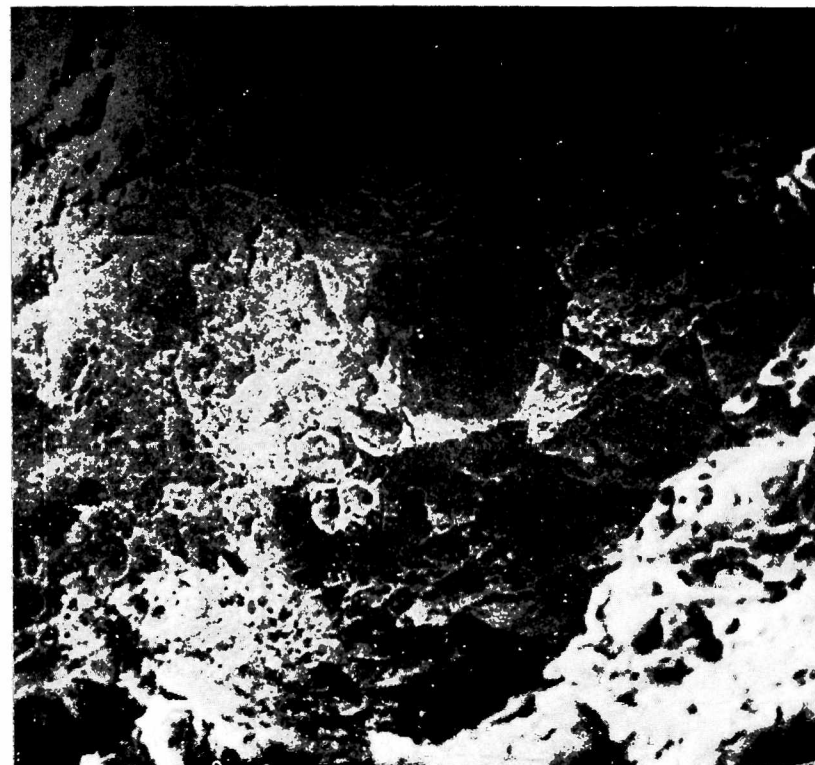


b

Fig.III.6 a) Dada su alta energía, los electrones retrodifundidos siguen trayectorias rectilíneas hacia el detector.
 b) Por lo tanto, las imágenes de electrones retrodifundidos presentan contrastes muy marcados, con efectos de luz y sombra bien definidos.



a



b

Fig.III.7 a) Micrografía electrónica de barrido de la superficie de fractura de un acero, obtenida con electrones secundarios.
b) Imagen de la misma zona, obtenida con electrones retrodifundidos. Nótese que en este caso el contraste es más pronunciado y los efectos de luz y sombra más definidos.

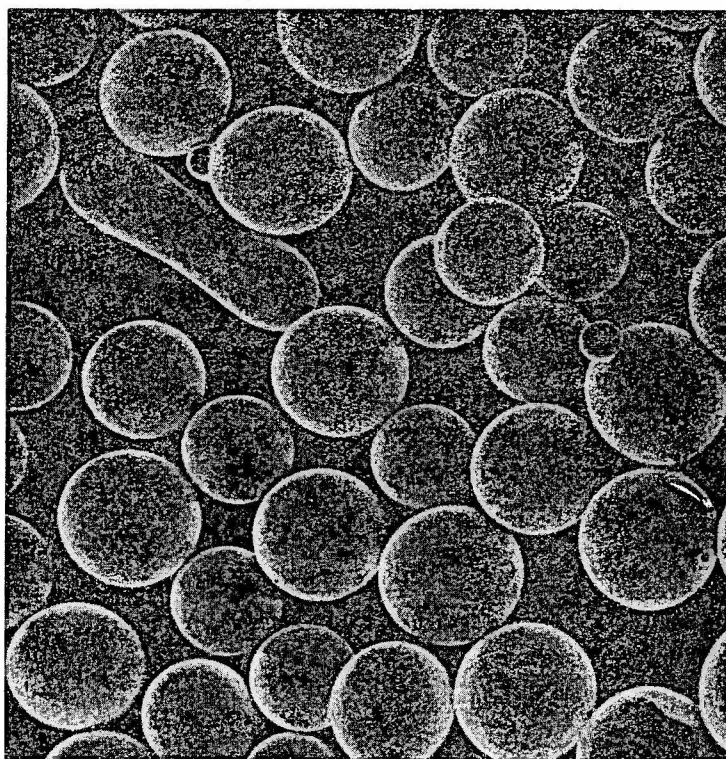


Fig.III.8 Micrografía electrónica de barrido de pequeñas esferas de pintura fluorescente. Note se que el contraste es muy brillante en los bordes, donde la incidencia del haz primario es rasante, y se va haciendo más oscuro a medida que el haz tiende a incidir en forma normal a la superficie de la muestra. La micrografía electrónica obtenida con electrones secundarios se puede interpretar por lo tanto como una imagen óptica de la superficie vista según la dirección del haz incidente e iluminada con una fuente situada en la posición del detector. $M = 300 \times$

Se deduce de todo lo mencionado, que los efectos de variación de la emisión secundaria en función de las características topográficas de una superficie, permiten que se pueda interpretar la imagen de electrones secundarios como una imagen óptica de dicha superficie. Las micrografías obtenidas corresponden entonces a una vista de la superficie según la dirección del haz electrónico incidente, iluminada por una luz situada en la posición del detector. En el caso de emisión secundaria, esta luz se puede considerar distribuida sobre una cierta sección, dando efectos de luz y sombra más bien atenuados, Fig.III.5 (b).

En el caso de imágenes obtenidas con electrones retrodifundidos, vale también la analogía anterior, pero la fuente luminosa equivalente debe considerarse mucho más definida. La superficie de la muestra aparece con un efecto de iluminación puntual, con zonas bien definidas de luz y sombra, Fig.III.6 (a).

Hemos visto entonces que tanto las imágenes de electrones secundarios como las de electrones retrodifundidos se pueden interpretar como imágenes ópticas, teniendo en cuenta solamente las diferencias mencionadas en los efectos de iluminación.

A continuación consideraremos las características que son particulares de los dos tipos de imágenes y la información adicional que se puede obtener de las mismas.

III.3.1 Imágenes obtenidas por electrones secundarios.

En este capítulo se discutirán los distintos factores que influyen en el contraste de una imagen obtenida con electrones secundarios.

a) Contraste debido a la topografía superficial.

El ángulo de incidencia del haz electrónico sobre la superficie es el factor que determina más directamente la emisión de electrones secundarios. Cuanto más rasante incide el haz sobre la superficie, tanto más electrones son emitidos, puesto que solamente los que son originados en capas muy próximas a la superficie pueden ser emitidos y llegar al colector. Este hecho se comprueba fácil-

mente en una imagen correspondiente a pequeñas esferas, Fig.III.8. En ella se observa una zona muy brillante en los bordes, donde la incidencia del haz primario es prácticamente rasante, seguida de zonas que se van haciendo más oscuras a medida que el haz tiende a incidir en forma normal a la superficie de la muestra. Vemos entonces que efectivamente el contraste de la imagen de electrones secundarios depende principalmente de la topografía superficial.

b) Contraste debido al número atómico.

En las imágenes de electrones secundarios se observan también variaciones de contraste debido a diferencias en la composición química, puesto que del total de electrones secundarios que llegan al detector, una parte en realidad corresponde a electrones secundarios que son producidos por electrones previamente retrodifundidos. La contribución de estos últimos a la producción de electrones secundarios depende de la muestra, y en algunos casos puede ser incluso mayor que la correspondiente al haz incidente. Por lo tanto la imagen de electrones secundarios lleva implícita una parte de la información correspondiente a electrones retrodifundidos.

Para aclarar este punto conviene especificar cuáles son en realidad las señales que contribuyen a la formación de una imagen en el microscopio electrónico de barrido, Fig.III.10. Estas son:

- S_1 = Electrones secundarios excitados en la muestra por el haz primario.
- S_2 = Electrones secundarios producidos por un electrón retrodifundido sobre la superficie de la muestra.
- S_3 = Electrones secundarios excitados en la pieza polar de la lente objetivo por un electrón retrodifundido sobre la superficie de la muestra.
- R_1 = Electrones retrodifundidos por la superficie de la muestra.
- R_2 = Electrones retrodifundidos excitados en la pieza polar de la lente objetivo por un electrón retrodifundido previamente por la superficie de la muestra.



Fig.III.9 Micrografía electrónica de barrido obtenida con electrones secundarios, correspondiente a la superficie de fractura de un acero. Las zonas claras corresponden a salientes o bordes agudos, y las zonas oscuras a poros o depresiones. $M = 5.000 \times$

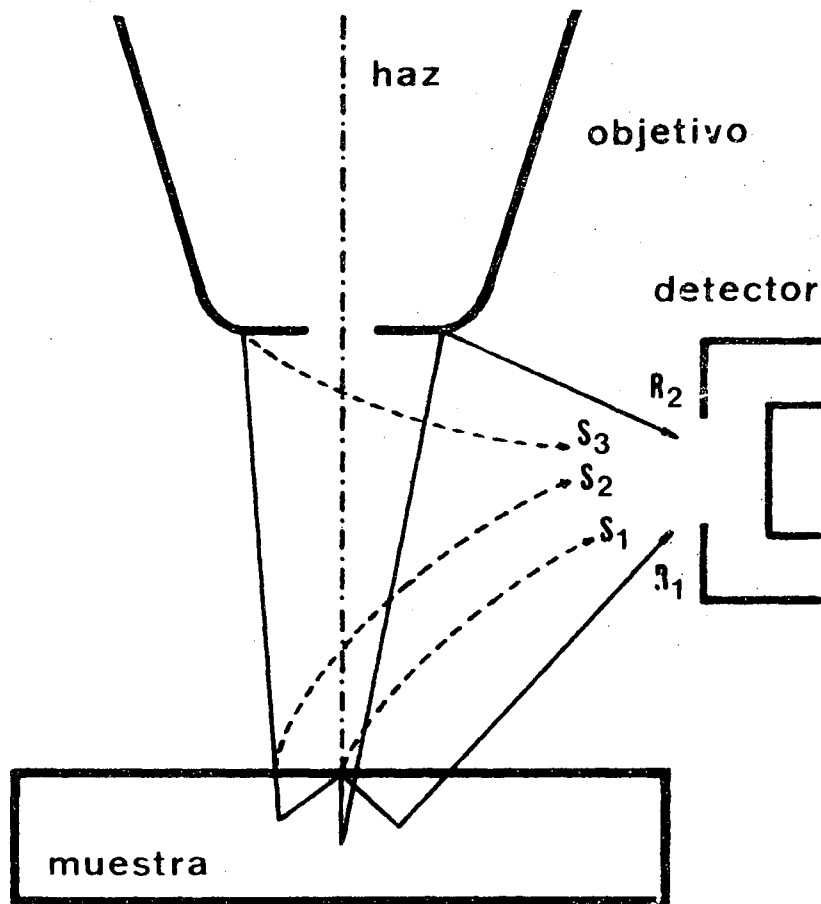


Fig.III.10 Señales que pueden contribuir a una imagen de electrones secundarios o retrodifundidos en un microscopio de barrido.

- S_1 = Electrones secundarios excitados en la muestra por el haz primario.
- S_2 = Electrones secundarios excitados por un electrón retrodifundido cerca de la superficie de la muestra.
- S_3 = Electrones secundarios excitados en la pieza polar de la lente objetivo por un electrón retrodifundido por la superficie de la muestra.
- R_1 = Electrones retrodifundidos por la superficie de la muestra.
- R_2 = Electrones retrodifundidos por la pieza polar de la lente objetivo, excitados por un electrón previamente retrodifundido por la superficie de la muestra.

En general el sistema de detección se puede ajustar de manera de eliminar la contribución de las señales R_1 , R_2 y S_3 cuando se quiere observar la imagen de electrones secundarios. Esto se hace mediante un diseño adecuado de la geometría del sistema y un ajuste del campo eléctrico entre el detector y la muestra. Pero las señales S_1 y S_2 no pueden ser separadas una de otra y la imagen de electrones secundarios contiene siempre información correspondiente a electrones retrodifundidos debido a la contribución de S_2 . Por lo tanto existe siempre un contraste debido a diferencias de composición también en las imágenes de electrones secundarios.

III.3.2 Imágenes obtenidas por electrones retrodifundidos.

Como ya lo hemos visto, el contraste de la imagen observada en la pantalla de un microscopio de barrido está determinado por la variación de la intensidad de alguna de las señales emitidas por la muestra. Este contraste puede controlarse, ya sea en el proceso mismo de detección o en el procesamiento electrónico posterior de la señal correspondiente.

Veremos un ejemplo de la información que se puede obtener mediante el análisis de electrones retrodifundidos. La intensidad de esta señal depende del número atómico de la muestra (ver sección V.1) y del ángulo de incidencia del haz primario sobre la superficie. En consecuencia, la imagen de electrones retrodifundidos lleva información acerca de la composición de la muestra, así como de su topografía.

Supongamos que colocamos dos detectores A y B simétricamente respecto del haz incidente (Fig.III.13), y que detectamos las señales correspondientes a los electrones retrodifundidos solamente. En la misma figura se muestran tres relaciones posibles entre composición y topografía: En la Fig.III.13 la superficie es completamente plana y solamente existen diferencias de composición entre las zonas (1) y (2), mientras que en la Fig.III.14 la muestra es de composición uniforme, con pequeñas variaciones en su topografía. En la Fig.III.15 se muestra en cambio el caso más general, en el cual la variación de composición de la muestra está acompañada por una variación en la topografía de la superficie (caso de una muestra con ataque preferencial).

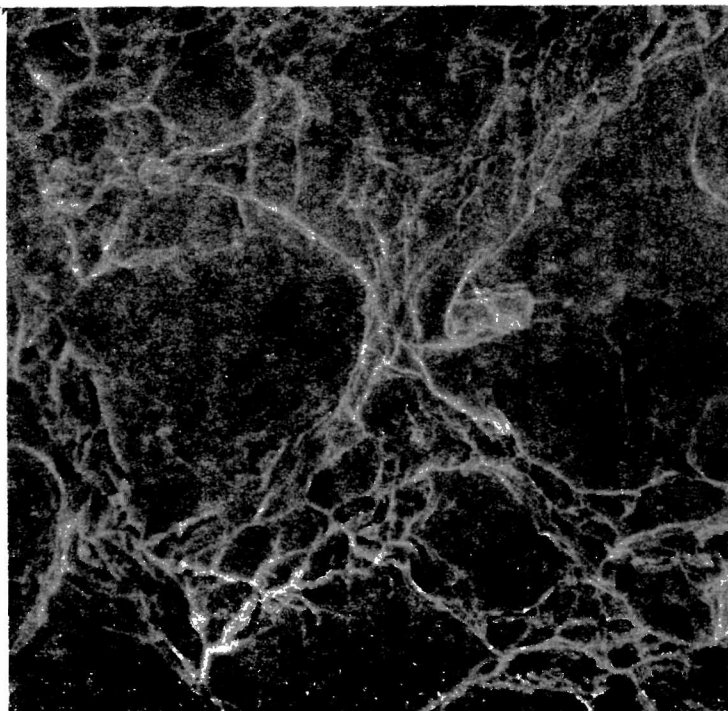
Se puede ver fácilmente cuál será la variación de las señales de electrones retrodifundidos cuando el haz incidente recorre la superficie de la muestra.

En el primer caso, las señales dadas por los detectores A y B son similares (Fig.III.13), pero al existir discontinuidades en la superficie, los dos detectores registran señales ligeramente distintas (Figs.III.14 y III.15). También se puede ver que cualquier rugosidad de la superficie provoca efectos de distinto signo en los detectores. Si un borde agudo trae como consecuencia que más electrones retrodifundidos lleguen al detector A, el detector B recibirá simultáneamente menos electrones. Se ve inmediatamente que la suma de las dos señales $A + B$ no contiene la información correspondiente a los efectos de topografía, y solamente resalta la diferencia entre las composiciones de las zonas (1) y (2). De la misma manera, la señal diferencia $A - B$ resalta el efecto de la topografía superficial, pasando por alto la diferencia de las composiciones químicas. Si se modula con estas señales combinadas la intensidad del haz en el tubo de rayos catódicos, se obtendrán las llamadas imágenes de composición, $A + B$, y las imágenes topográficas, $A - B$, como se muestra en la Fig.III.16.

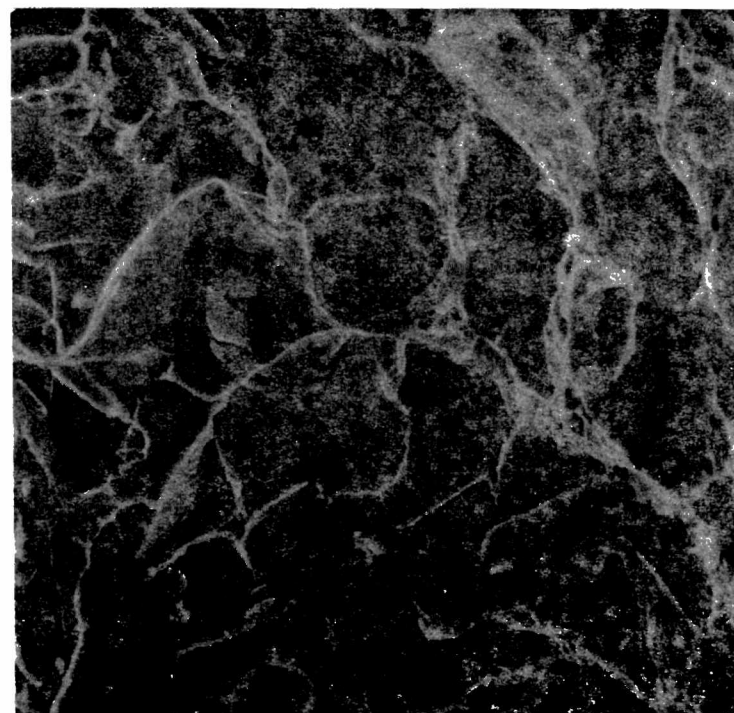
Este es un ejemplo sencillo que muestra claramente la ventaja de un microscopio electrónico de barrido al operar con una señal eléctrica para construir la imagen. Los sistemas eléctricos modernos permiten el procesamiento de la señal original de manera de proporcionar una señal modificada que haga resaltar en la imagen un aspecto dado de la misma.

Otra posibilidad de mejorar la calidad de la imagen es mediante la supresión de la componente continua de una señal variable. Por ejemplo, si la componente alterna de una señal dada por el detector es mucho menor que la componente continua, la imagen correspondiente presenta muy bajo contraste, y no se pueden visualizar ciertos detalles en la misma. Este inconveniente se puede obviar con un circuito adecuado que suprima la componente continua o parte de ella, y que amplifique fundamentalmente la parte variable de la señal.

De la misma manera, la calidad de una imagen puede mejorarse optimizando alguna de sus características mediante el control de las frecuencias de corte del sistema amplificador de las



a



b

Fig.III.11 Micrografía electrónica de barrido de una superficie de fractura de acero, obtenida con electrones secundarios. a) Fractura dúctil b) Fractura frágil.

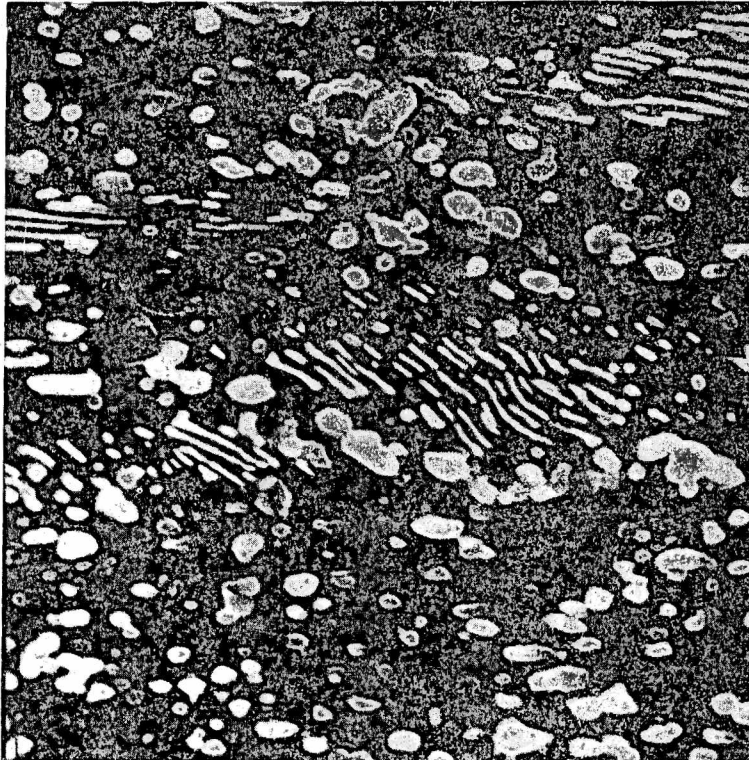


Fig.III .12 Micrografía electrónica de barrido de una estructura parcialmente esferoidizada por deformación en caliente, a 600°C, en un acero SAE 1090. M = 10.000 x Foto : R. Castillo.

señales o del factor de amplificación en un cierto rango de frecuencias. Esto equivale a eliminar ciertos armónicos que producen un efecto indeseable, mejorando en cambio la amplificación de otros.

III.3.3 Imágenes obtenidas por cátodoluminiscencia.

El fenómeno de la cátodoluminiscencia consiste en la capacidad que tienen algunos compuestos de emitir luz visible o casi visible al ser bombardeados con electrones. Esta luz se detecta con un fotomultiplicador y la señal producida se usa para modular el tubo de rayos catódicos. Si se desea se pueden introducir filtros adecuados antes del fotomultiplicador.

La cátodoluminiscencia permite examinar la composición de los especímenes detectando las fases fluorescentes y tiene especial interés en biología y geología.

III.3.4 Imágenes obtenidas por rayos X.

Los distintos elementos de una muestra emiten rayos X característicos al ser ésta bombardeada por electrones. La identificación de las longitudes de onda de estas radiaciones permite una determinación precisa de la composición de dicha muestra. Este análisis puede ser tanto cualitativo como cuantitativo.

III.3.5 Imágenes obtenidas por electrones transmitidos.

Si las muestras son lo suficientemente delgadas como para permitir el pasaje de una cantidad apreciable de electrones del haz incidente, se puede obtener información muy valiosa acerca de la estructura interna del material observado.

Mediante un cristal de centelleo y un fotomultiplicador situados debajo de la muestra se puede hacer visible en la pantalla de observación una señal correspondiente a la intensidad electrónica transmitida por la muestra.

Análogamente a la microscopía electrónica por transmisión convencional, se coloca una apertura de manera de permitir solamente la llegada de los electrones correspondientes al haz directo. Si, por el contrario, se desea obtener una imagen correspondiente a la intensidad difractada, se puede desplazar la misma apertura hacia uno de los haces difractados si se trata de un material cristalino, o usar aperturas anulares para el caso de materiales amorfos o semi-amorfos.

Es evidente que estas imágenes tienen que ser similares en muchos aspectos a las imágenes de campo claro y campo oscuro del microscopio electrónico convencional. Pero el hecho de que las imágenes de barrido son obtenidas mediante un análisis punto a punto de la muestra presenta ciertas ventajas. En primer lugar, el contraste en ellas es siempre mayor, puesto que los electrones difundidos por un punto dado de la muestra no contribuyen a aumentar el fondo correspondiente a otro punto. En efecto, si algún punto particular analizado difunde muchos electrones en forma inelástica, éstos solamente pueden afectar la imagen correspondiente a dicho punto, lo que no sucede en microscopía electrónica convencional. Por otro lado, como la imagen final resulta de la amplificación de una señal eléctrica, el contraste final puede controlarse e incluso mejorarse por un procesamiento adecuado de la misma. Esto es de fundamental importancia en muestras biológicas.

Otra ventaja para todo tipo de muestras es que la corriente del haz electrónico primario es muy baja (10^{-10} A) comparada con la del haz de un microscopio electrónico convencional (10^{-6} A), y no produce daño apreciable en forma de contaminación o de calor.

Además, el sistema de barrido por transmisión no presenta rotación de la imagen al cambiar la magnificación, inconveniente del microscopio convencional. El brillo de la imagen es independiente de la magnificación y no es necesario desgasar placas fotográficas puesto que las imágenes se fotografían en la pantalla de un tubo de rayos catódicos.

El método de análisis del haz transmitido también permite obtener imágenes de muestras mucho más gruesas que las admitidas en microscopía electrónica convencional para iguales tensiones de aceleración. Aún cuando se usen intensificadores de imágenes en este último caso, los electrones que han atravesado un espesor apreciable de muestra ya no son monocromáticos, debido a diferentes

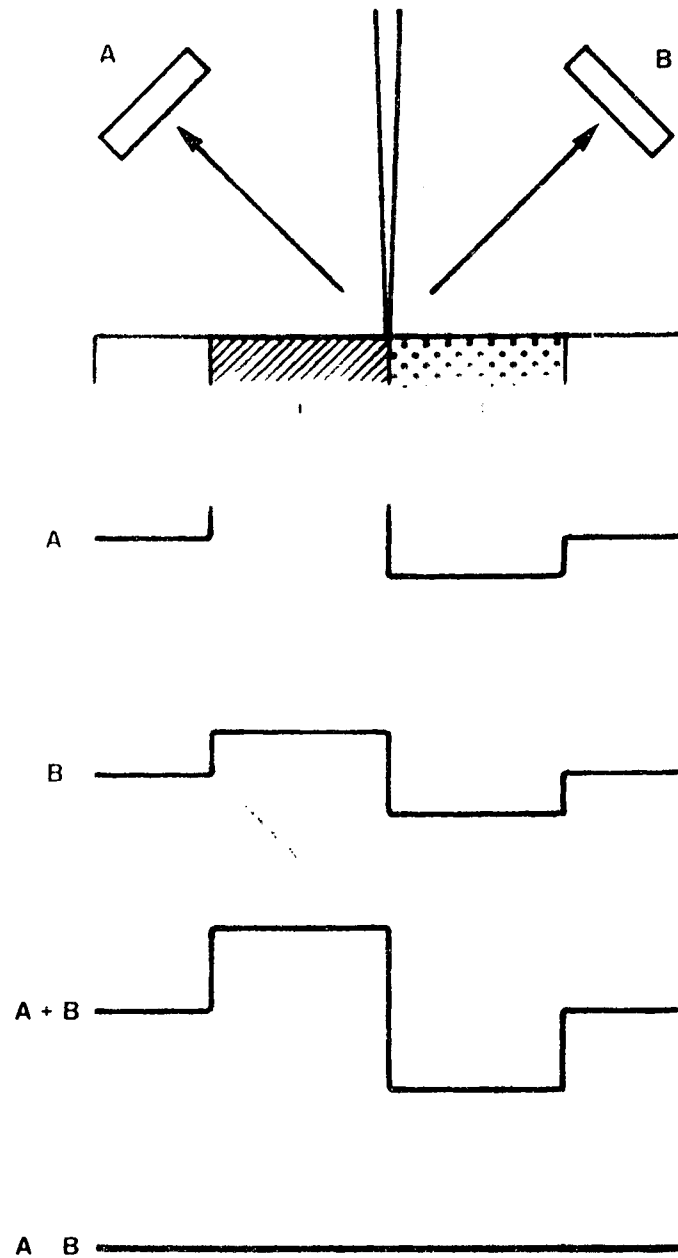


Fig.III.13 Mejoramiento del contraste en las imágenes de electrones retrodifundidos, mediante el empleo de dos de tectores simétricos A y B. Las zonas (1) y (2) difieren solamente en su composición química y las señales registradas por ambos detectores son iguales. La señal suma $A + B$ resalta el efecto de la composición química, mientras que la señal diferencia $A - B$ es nula.

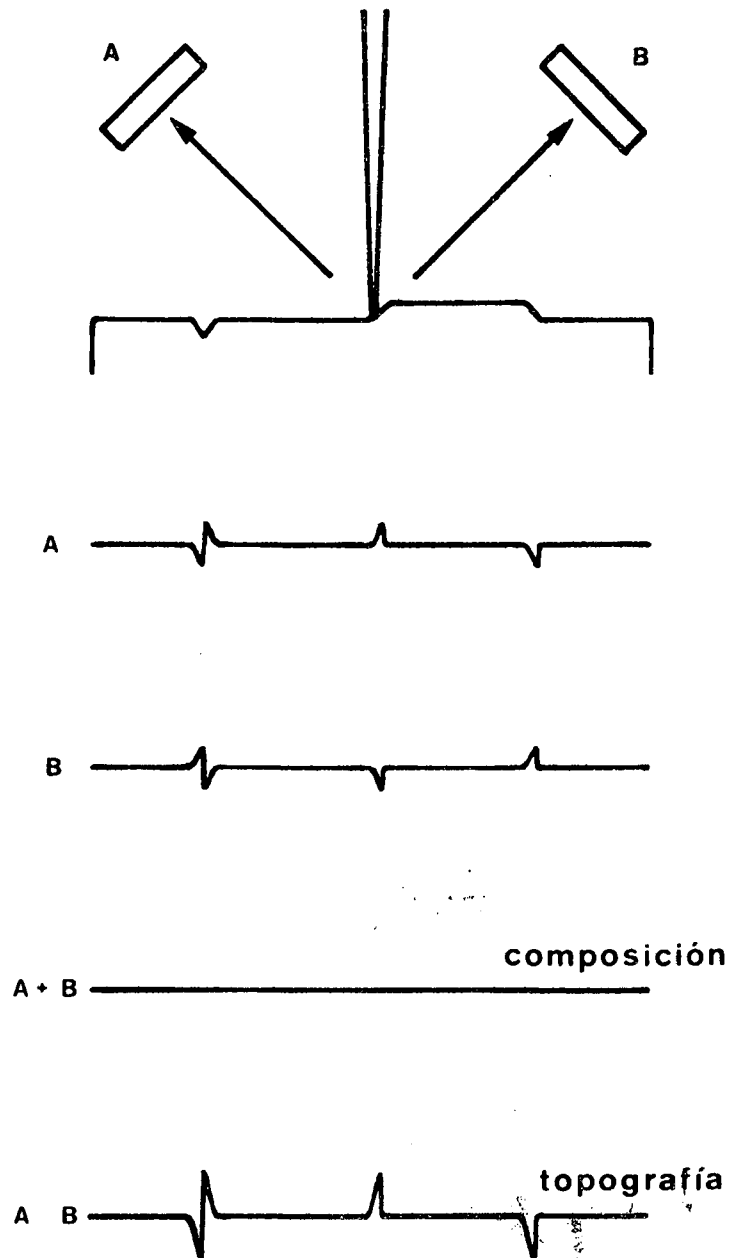


Fig.III.14 Mejoramiento del contraste en las imágenes de electrones retrodifundidos. La muestra es uniforme en su composición pero su superficie presenta discontinuidades en su topografía. Estas producen variaciones de signo opuesto en las señales registradas por los detectores A y B. La señal suma $A + B$ es nula, mientras que la señal diferencia $A - B$ resalta el efecto de la topografía.

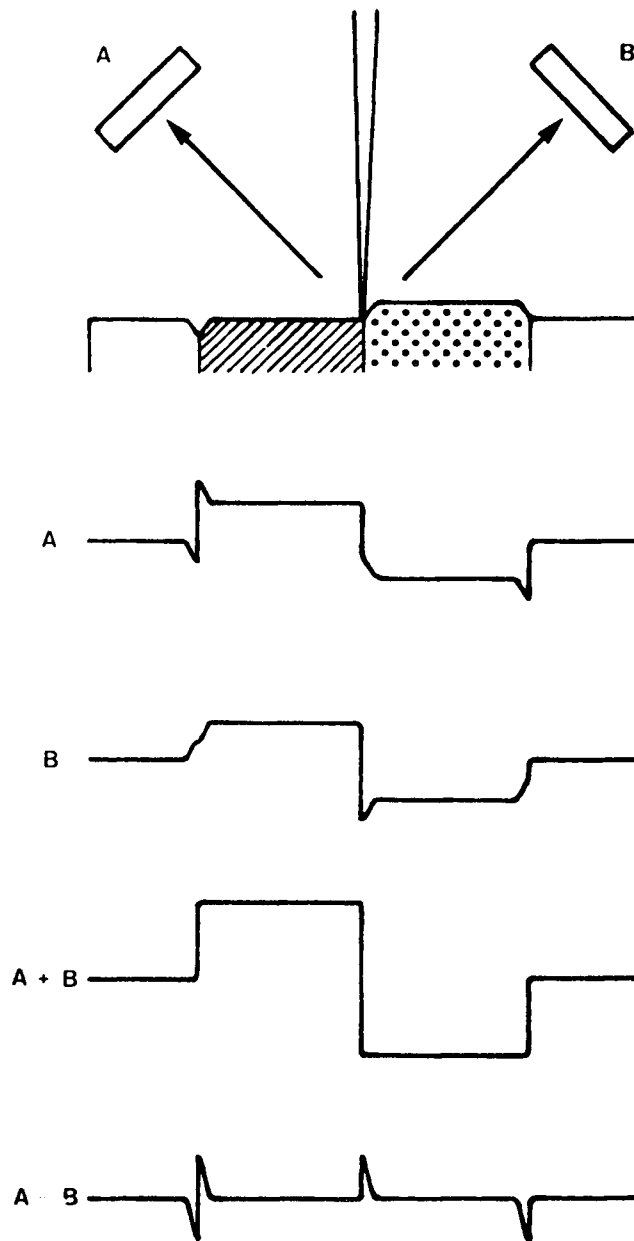
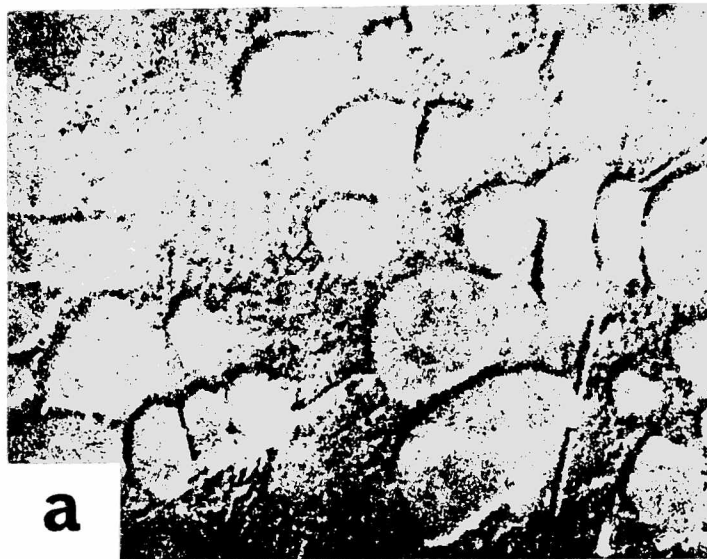
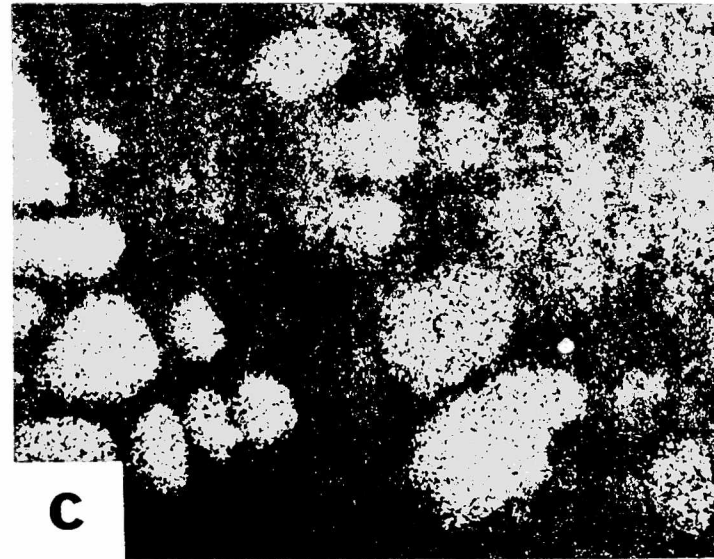


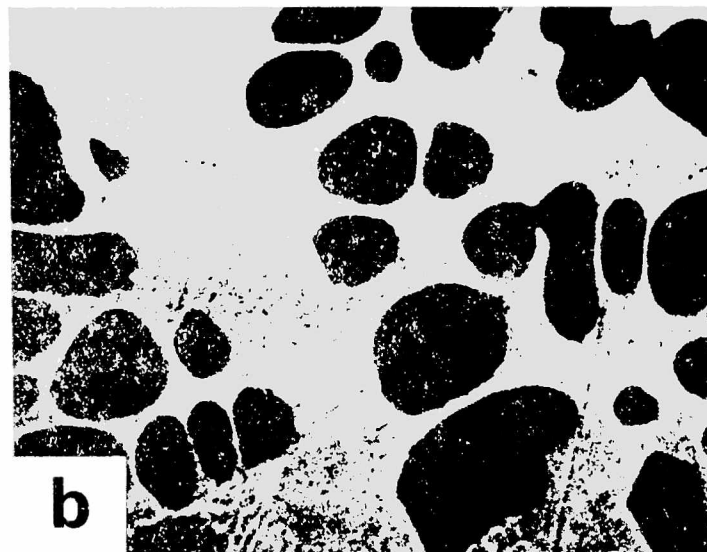
Fig.III.15 Mejoramiento del contraste en las imágenes de electrones retrodifundidos. La muestra presenta discontinuidades en su composición química así como en su topografía. La señal suma $A + B$ resalta solamente las diferencias de composición, mientras que la señal diferencia $A - B$ resalta solamente la topografía de la superficie.



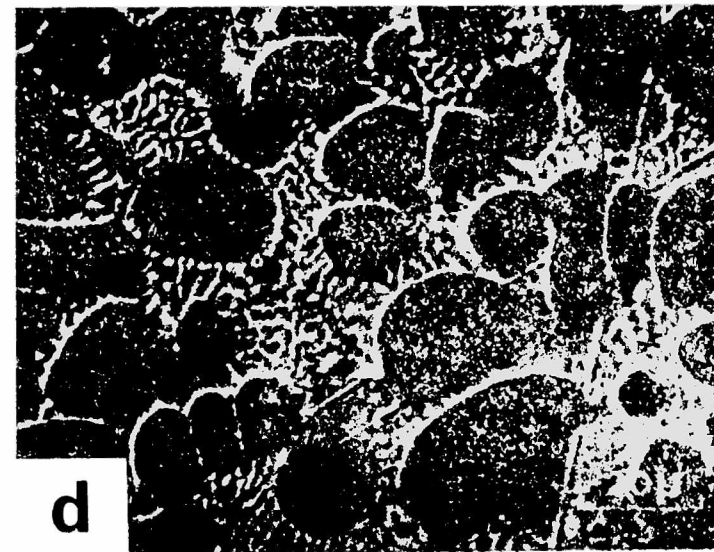
a



c



b



d

Fig.III.16 Mejoramiento del contraste en las imágenes de electrones retrodifundidos, mediante el empleo de dos detectores simétricos.

a) Imagen topográfica

b) Imagen de composición

c) Imagen de radiación X característica

d) Superposición de b y c

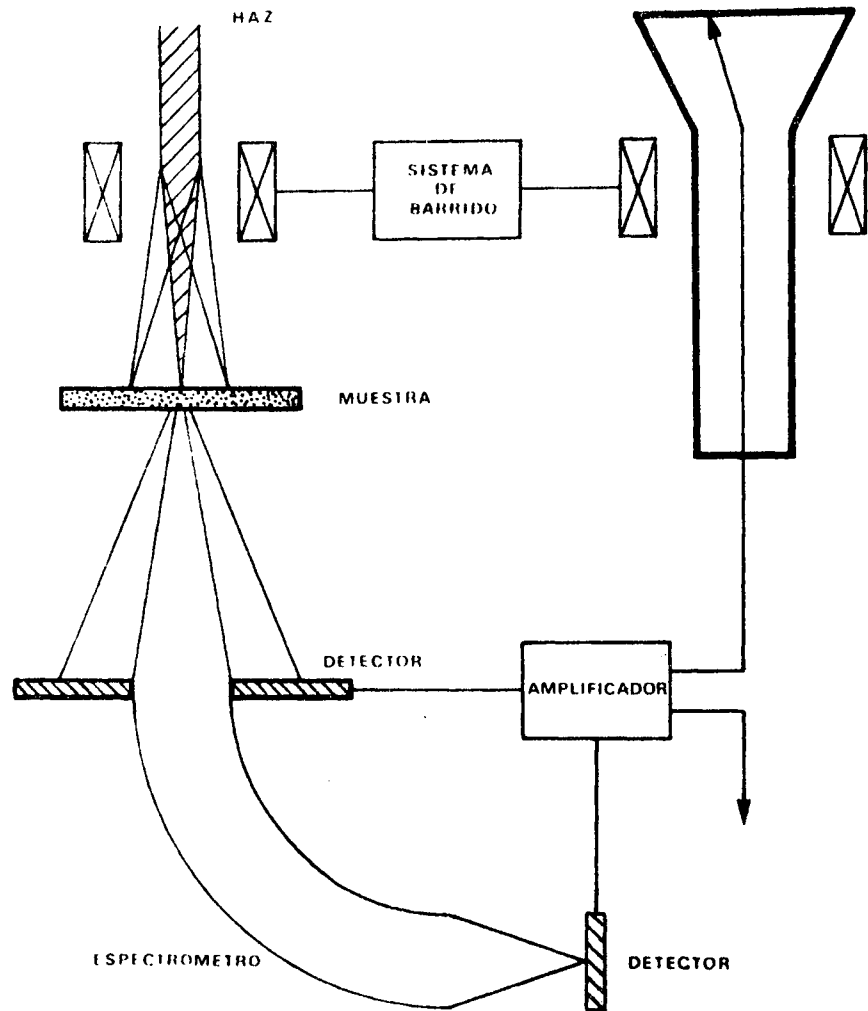


Fig.III.17 Esquema de un microscopio electrónico de barrido por transmisión.

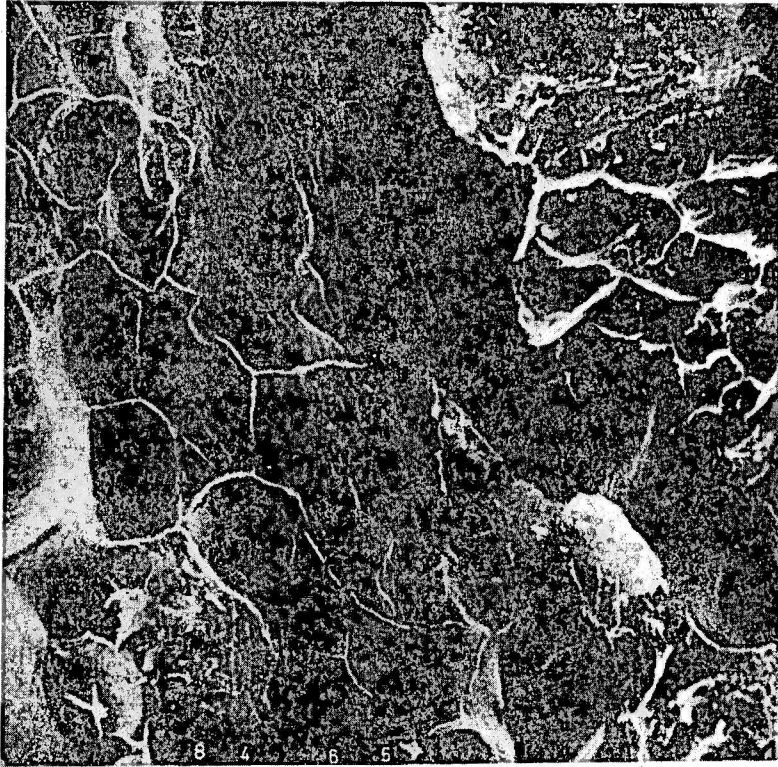


Fig.IV.1 Micrografía electrónica de barrido de una réplica plástica metalizada, correspondiente a la superficie de fractura de un acero.

— M = 3.000 x

pérdidas de energía por procesos de difusión. La imagen resultante dada por el sistema de lentes magnéticas presenta por lo tanto fuertes aberraciones cromáticas. En cambio, en el sistema de barrido: no se utilizan lentes para amplificar las imágenes, y la resolución final no está limitada por las aberraciones mencionadas. Las pérdidas de energía de los electrones difundidos inelásticamente no son importantes y no afectan la calidad de la imagen.

La resolución del microscopio de barrido operando en transmisión está dada directamente por el diámetro del haz incidente. Como no existe la limitación dada por el volumen excitado en el caso de electrones secundarios, la resolución de las imágenes transmitidas puede mejorarse siempre que se consiga disminuir la sección del haz sobre la muestra. Las experiencias de A.W.CREWE en la Universidad de Chicago dieron como resultado un microscopio que resolvía 20 Å en transmisión y existen actualmente instrumentos que alcanzan una resolución de 5 Å.

El continuo aumento de la eficiencia de detección y elaboración posterior de la información, junto con la posibilidad de aumentar el contraste, hacen pensar que en el futuro estos instrumentos tomarán la delantera respecto de los microscopios convencionales. El primer microscopio de barrido por transmisión fabricado por AEI fué instalado en 1972 en el Laboratorio de Biología Molecular de Cambridge para el estudio de ultraestructura de macromoléculas.

IV PREPARACION DE LAS MUESTRAS

El microscopio electrónico de barrido ofrece la enorme ventaja de poder observar directamente muestras de tamaño considerable, sin requerir una preparación especial.

Cuando el material que se desea observar sobrepasa las medidias permitidas por los portamuestras y no se puede cortar para adaptarlo, se debe recurrir al método de réplicas.

Metalizado:

Si el material a observar no es conductivo (réplicas plásticas y material masivo no metálico) debe ser metalizado evaporando sobre él un metal que puede ser aluminio, oro, plata-paladio, oro-paladio, platino-carbono, etc. La capa metálica evaporada debe tener el menor espesor posible para evitar enmascarar algunos detalles finos de la superficie. Para obtener un recubrimiento perfecto es aconsejable sombrear primero con carbono, pues está comprobado que con un espesor de tan sólo 10 Å la película de carbono es ya totalmente coherente. Esto permite evaporar posteriormente una capa muy ligera de metal teniendo la seguridad de que no quedarán sitios sin recubrir en la muestra.

Montaje:

El especimen se pega al portamuestras mediante un adhesivo de gran conductividad eléctrica que consiste en polvo de plata disuelto en acetato de butilo.

IV.1 Muestras masivas.

En este caso, la única preparación que requiere el material consiste en llevarlo al tamaño adecuado a los portamuestras (10 mm de diámetro por 10 mm de altura si se trata del portamuestras más pequeño, o 26 mm de diámetro por 20 mm de altura si se usa el portamuestras de mayor tamaño) y metalizarlo si dicho material no es conductivo.

Si la muestra se presenta en forma de partículas pequeñas,

éstas se pueden esparcir sobre una cinta adhesiva de doble faz y luego metalizar el conjunto. También se pueden espolvorear directamente las partículas sobre el portamuestras previamente recubierto por una capa delgada del adhesivo de plata.

Limpieza:

Las muestras resistentes mecánicamente pueden ser sometidas a ultrasonido usando solventes que no dejen residuos.

Otro método de limpiar las superficies es el uso del aerosol de Freón.

IV.2 Réplicas.

Se usan cuando no es posible cortar el material masivo para adecuarlo o al tamaño permitido por el microscopio.

Existen dos métodos de obtención de réplicas según el estado de rugosidad de la superficie:

1) Réplica plástica directa.

Es el método que se usa comúnmente y consiste en la aplicación de un derivado celulósico (barniz nitrocelulósico, acetato de celulosa) sobre la superficie a replicar; se deja secar aproximadamente 40 minutos y se retira, procediéndose luego a metalizar la réplica obtenida.

2) Réplica plástica indirecta

Se usa para superficies extremadamente irregulares o porosas, y consiste en obtener una impresión de la superficie con una goma de silicona y luego replicar este molde por el método de réplica plástica. Debido a que en esta técnica se pierde gran cantidad de detalles finos, se usa únicamente cuando no se puede aplicar otro método.

V OTRAS APLICACIONES DE LA MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO.

V.1 Análisis químico.

Es un hecho bien conocido por los usuarios de la microsonda electrónica que los elementos de número atómico alto retrodifunden una mayor proporción de electrones del haz incidente que los elementos livianos. Los elementos más pesados reflejan aproximadamente la mitad de los electrones del haz incidente. La Fig.V.1 representa la relación entre la corriente electrónica i_r retrodifundida y la corriente i_0 correspondiente al haz primario, en función del número atómico Z de la muestra.

Es interesante observar que esta relación no depende de la tensión de aceleración del haz en un rango comprendido entre 10 y 50 kV, valores comúnmente usados en un microscopio electrónico de barrido. Por lo tanto una imagen obtenida con electrones retrodifundidos da una idea acerca de la distribución promedio de elementos de alto número atómico sobre la muestra, aunque esta información es más bien cualitativa.

Por las razones expuestas en la sección III.3.1, también presentan un contraste debido a diferencias de composición las imágenes de electrones secundarios, aunque el contraste en este caso es menor.

Otro método que permite examinar diferencias de composición química es el de la cátodoluminiscencia, que revela las fases fluorescentes en un compuesto y que ya fué descrito en la sección III.3.3.

Pero, por supuesto, la mejor manera de identificar los distintos elementos de un compuesto es el análisis de la radiación X característica emitida, método en el cual se basa la microsonda electrónica.

Recientemente se ha conseguido poner a punto técnicas de análisis químico cuantitativo, por medio de la combinación de la espectroscopía Auger con una técnica llamada LEED en la literatura

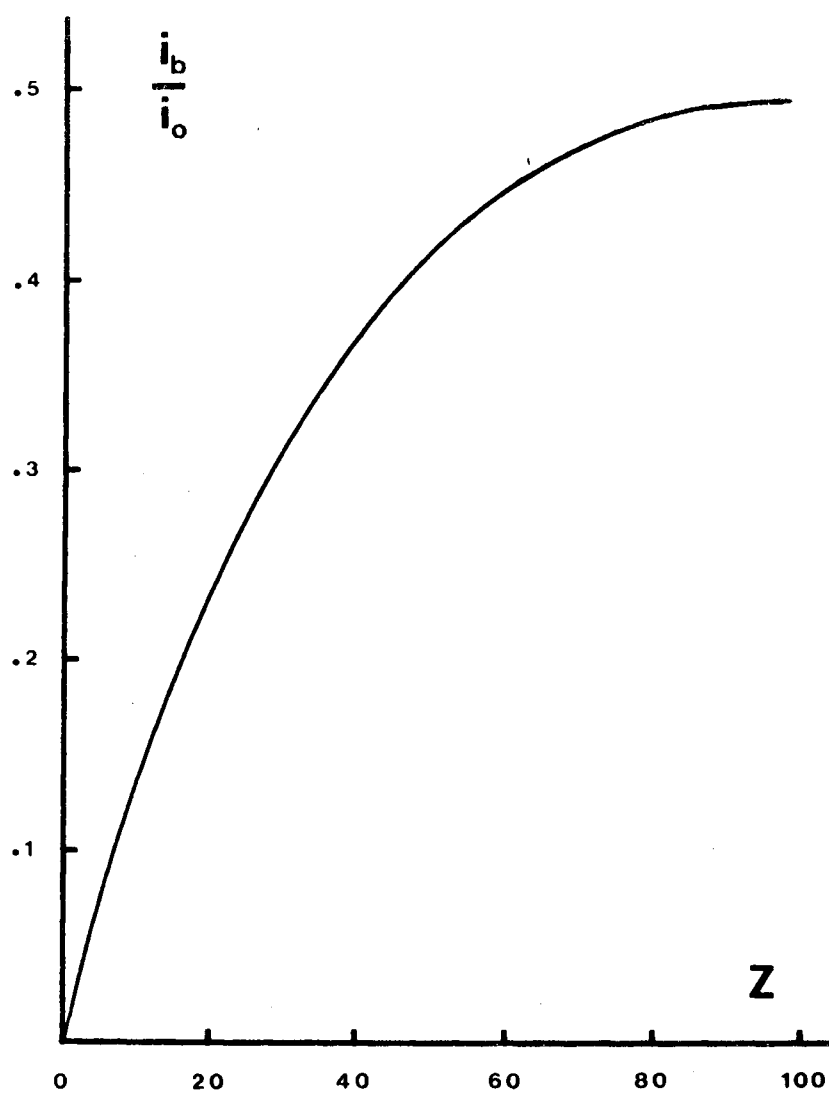


Fig.V.1 Variación del cociente entre la corriente electrónica i_r retrodifundida, y la corriente i_0 correspondiente al haz primario, en función del número atómico Z de la muestra. Nótese que para los elementos más pesados aproximadamente la mitad de los electrones del haz incidente son retrodifundidos.

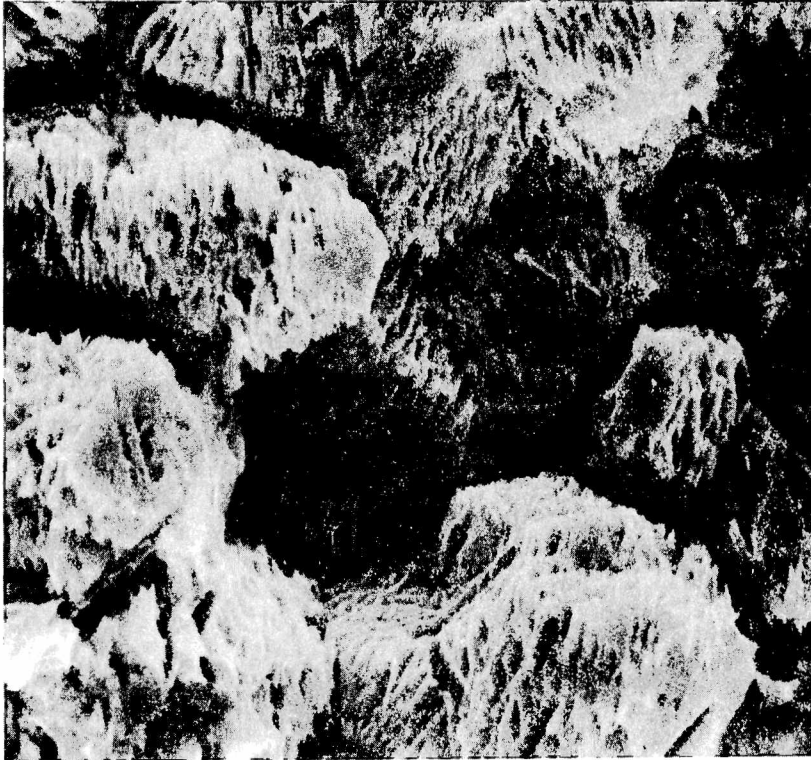


Fig.V.2 Superficie de fractura en la corrosión bajo tensiones de Zry 4 en NaCl 1N, donde se puede observar la propagación intergranular así como el severo ataque de los granos. M = 3000 x.
Foto: G.Cragnolino y J.R.Galvele.

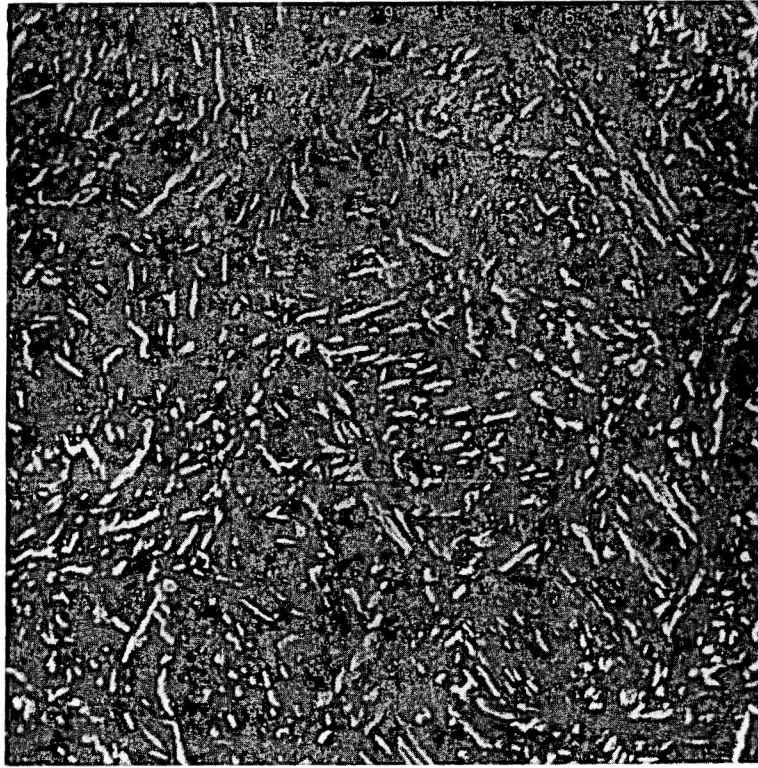


Fig.V.3 Martensita revenida a 490°C en un acero SAE 3335 desbastado mecánicamente y atacado con picral 1% durante 20 segundos. Obsérvese la distribución de tamaños de los carburos (zonas claras). $M = 10.000 \times$. Foto: J.V.Ovejero.

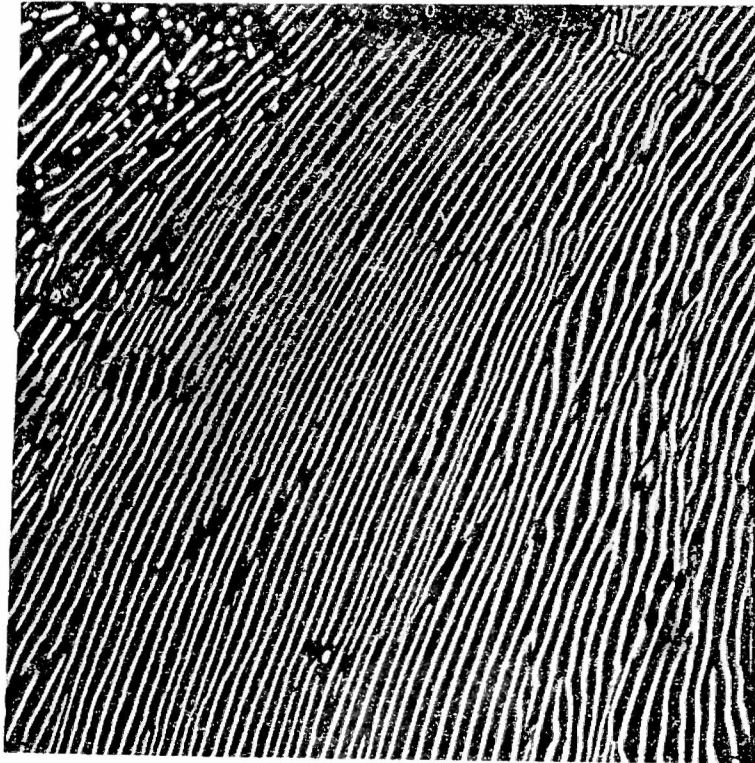


Fig.V.4 Distribución de perlita obtenida por tratamiento isotérmico a 550°C en un acero SAE 1090 atacado con nital 1% durante 10 segundos.
M = 10.000 x. Foto: R.Castillo.

(Low Energy Electron Diffraction). Esta última técnica es en realidad bastante antigua y se basa en el viejo principio de que la mejor información obtenida a partir de la difracción se consigue cuando la longitud de onda de la radiación utilizada es del mismo orden de la periodicidad de la estructura analizada. En el caso de electrones esto se obtiene con una tensión de aceleración muy baja, del orden de los 100 volts. La penetración dentro de una sustancia cristalina es consecuentemente mucho más baja, no mayor de una o dos capas atómicas. Las técnicas de difracción de electrones de tan baja energía permiten por lo tanto estudiar solamente efectos superficiales (por ejemplo, adsorción) y son muy sensibles a todo efecto de contaminación de la muestra.

V.2 Efectos eléctricos.

A través de la emisión de electrones secundarios se puede obtener información sobre la distribución de potenciales eléctricos en distintas partes de la muestra. Los primeros investigadores de estos efectos analizaron la influencia que podrían tener estos potenciales aplicados a la muestra sobre las trayectorias de los electrones secundarios.

La variación del campo eléctrico sobre la superficie de la muestra trae como consecuencia que lleguen al detector más o menos electrones emitidos, produciendo por lo tanto una variación en la señal que modula la intensidad del haz electrónico sobre la pantalla de observación. Las zonas correspondientes a potencial positivo emitirán menos electrones secundarios y aparecerán por lo tanto más oscuras. Por el contrario, las zonas de potencial negativo emitirán mayor número de electrones y aparecerán más brillantes. Estos efectos son independientes de la orientación de la muestra.

Este método se utiliza para estudiar elementos de circuitos integrados o semiconductores. Las variaciones de tensión producen un contraste que sirve para detectar defectos de fabricación, o distintos tipos de interacción entre distintos elementos del circuito. Se pueden observar de esta manera diferencias de voltaje de 0.1 volts y además estimar cuantitativamente las distribuciones de potencial.

En cambio, las imágenes de electrones retrodifundidos no

se ven mayormente afectadas por una variación en el potencial superficial, dada la alta energía con que estos electrones son emitidos desde la muestra.

De la misma manera un campo magnético puede afectar las trayectorias de los electrones secundarios y es posible observar la presencia de estos campos en las imágenes producidas en este tipo de emisión.

V.3 Aplicaciones al estudio de materiales.

La microscopía electrónica de barrido tuvo inmediatas aplicaciones al estudio de superficies de materiales. Con el desarrollo de este instrumento se han podido observar directamente superficies de fractura de metales y plásticos. Se puede decir que esta técnica fué la que impulsó el desenvolvimiento de la fractografía hasta su estado actual.

Anteriormente, el estudio de superficies se hacía mediante réplicas de distinto tipo, que eran luego observadas por transmisión en el microscopio electrónico convencional. Pero esas réplicas no eran de fácil preparación, y a menudo no representaban fielmente la superficie original. La microscopía de barrido, en cambio, permite la observación directa de superficies, prácticamente sin preparación previa, y las imágenes obtenidas son fácilmente interpretables por su analogía con las observaciones hechas con el microscopio óptico (ver sección III.3).

En el caso particular de plásticos o de compuestos fibrosos, no es posible preparar réplicas que repreoduzcan fielmente la superficie y que puedan luego desprenderse sin daño alguno. En general, lo mismo sucede con las superficies de fractura de cerámicos, maderas y estructuras porosas.

El microscopio electrónico de barrido ha sido muy usado para observar muestras deformadas o corroídas, ver Fig.V.2, ya que generalmente sus superficies son muy frágiles y es difícil preparar réplicas sobre ellas. Incluso, con una platina caliente o de deformación, accesorios comunes a un microscopio de barrido moderno, es posible estudiar la evolución de distintos efectos superficiales producidos ya sea por una tensión aplicada exteriormente o por efec



Fig.V.5 Bainita granular, obtenida por tratamiento isotérmico a 520°C y templado final de un acero de bajo carbono y baja aleación. Las zonas claras corresponden a martensita más austenita retenida y las zonas oscuras a ferrita bainítica. Los puntos blancos pequeños corresponden a carburos precipitados (cementita). M = 6.000 x. Foto: A.Rivelis.

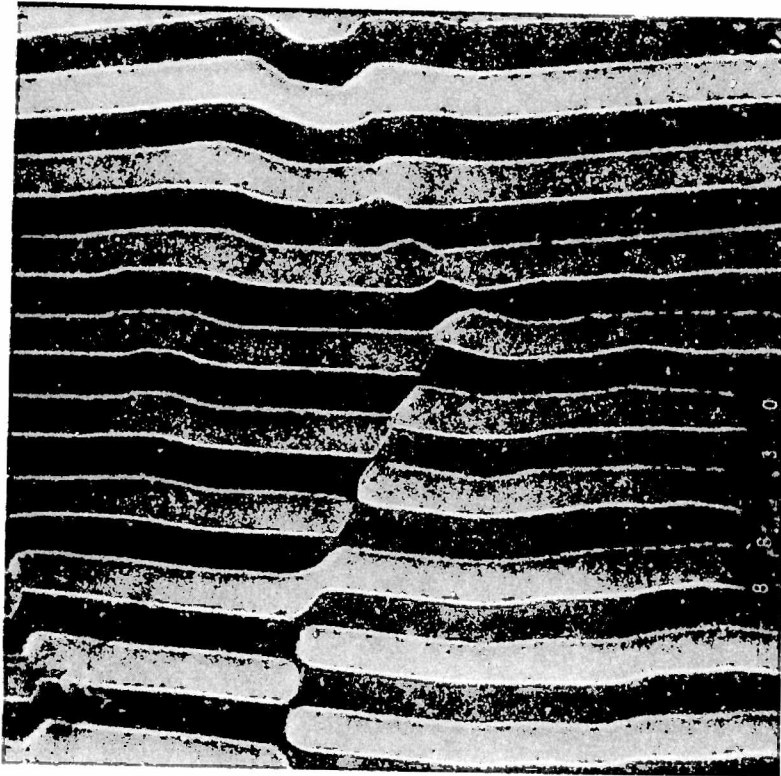


Fig.V.6 Eutético laminar Al-33%Cu, crecido uni direccionalmente y templado desde 520°C en agua.
M = 2.600 x. Foto: A.M.Monti.

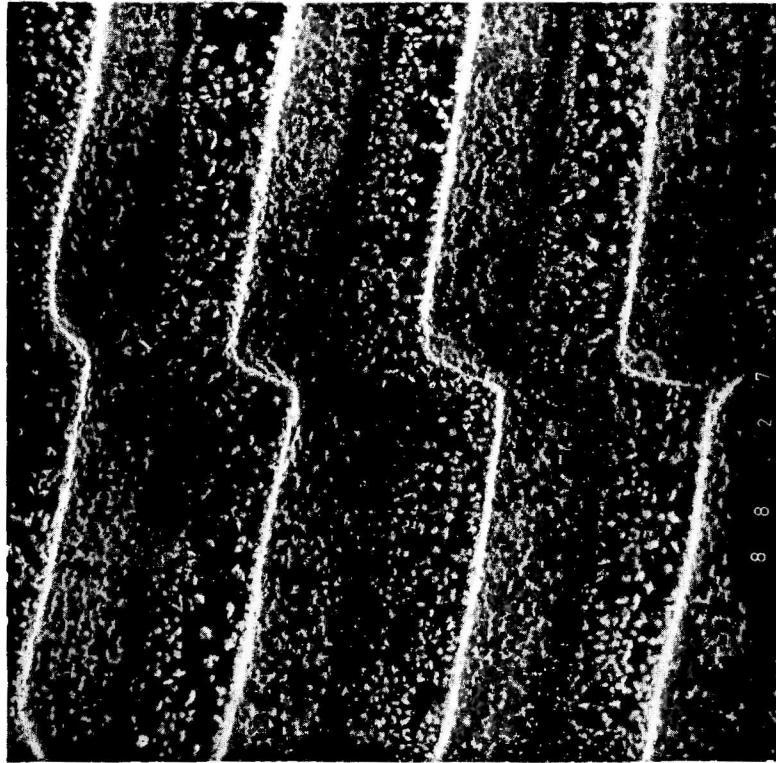


Fig.V.7 Eutético laminar Al-33%Cu, crecido uni
direccionalmente, templado desde 520°C y recocii
do a 300°C durante 27 horas. Láminas oscuras:
fase α con los precipitados metaestables θ' .
Láminas claras: compuesto intermetálico Al_2Cu .
= 8.000 x. Foto: A.M.Monti.

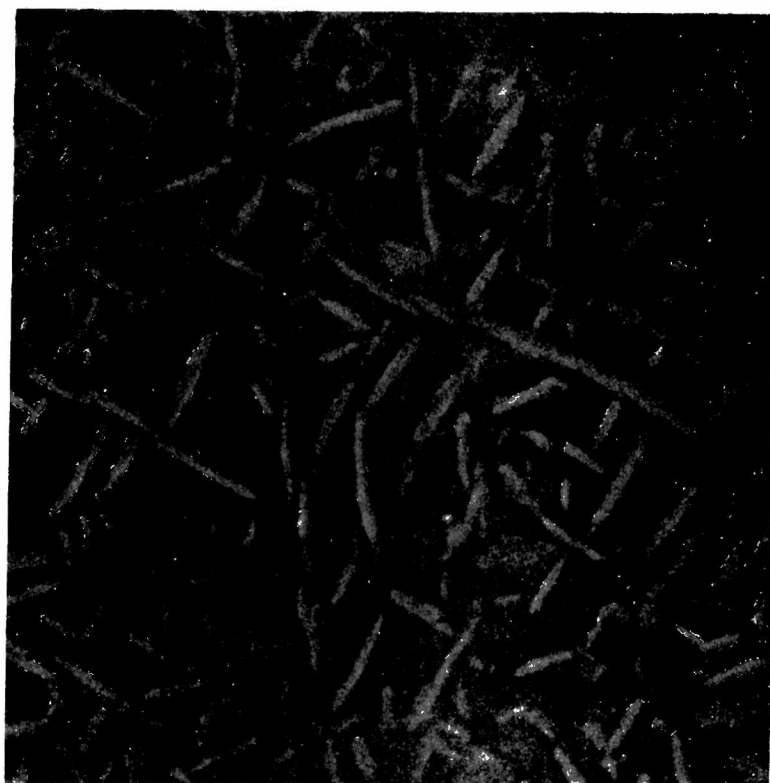


Fig.V.8 Micrografía de una aleación de Fe-10%Mo desbastada mecánicamente y atacada con nital 2%. Se notan claramente los precipitados de Fe_2Mo dentro de la matriz de FeMo. $M = 10.000 \times$.
Foto: C.Rodríguez Milla.

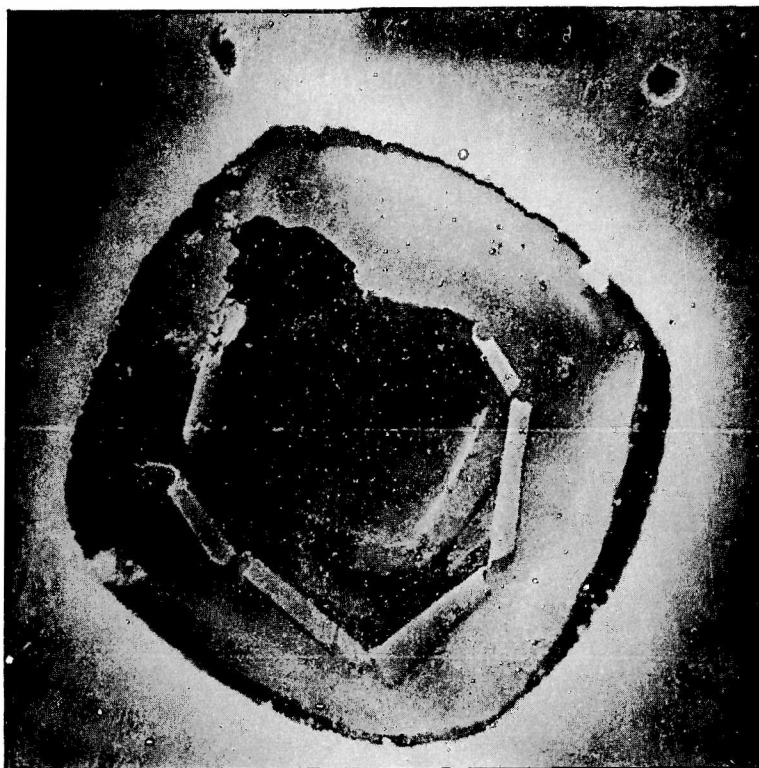


Fig.V.9 Picadura en una aleación Al-3%Mg resultante de la corrosión en NaNO_3 . M = 2.500 x.
Foto: I.L.Müller.



Fig.V.10 Líneas de deslizamiento en aluminio ata
cado con solución de NaNO_3 1N. $M = 1.000 \times$.
Foto: F.Pedraza.

tos de calentamiento.

Las técnicas de microscopía de barrido se han aplicado también al estudio de todo tipo de superficies que presentan fuertes rasgos topográficos. Tal es el caso, entre innumerables ejemplos, de los aceros de mediano o bajo contenido de carbono, como el que se observa en la Fig.V.3. En la micrografía, obtenida con electrones secundarios, se nota claramente la distribución de carburos en un acero SAE 3335 pulido y atacado. Los carburos sobresalen ligeramente de la superficie de la muestra y presentan por lo tanto un contraste mucho más claro que el resto de la matriz. De la misma manera, una estructura perlítica como la que aparece en la micrografía de la Fig.V.4, presenta un contraste característico consistente en largas franjas brillantes (carburos) en un fondo oscuro (ferrita).

Durante el enfriamiento continuo de aceros de bajo carbono y baja aleación, suele aparecer una estructura particular denominada bainita granular, Fig.V.5. Las zonas claras corresponden a martensita más austenita retenida y las zonas oscuras a ferrita bainítica. Los pequeños puntos blancos corresponden a carburos precipitados (cementita).

En la Fig.V.6 se observa la estructura laminar de un eutéctico Al-33% Cu, crecido unidireccionalmente y templado posteriormente en agua desde 520°C. El templado retiene la fase α (láminas oscuras) en su estado de equilibrio correspondiente a altas temperaturas (solución sólida sobresaturada). Las láminas más claras corresponden al compuesto intermetálico Al_2Cu . Después de un recocido a 300°C, en la fase α aparecen los precipitados metaestables Θ' , claramente visibles en la micrografía de la Fig.V.7.

Finalmente, en la Fig.V.8, se puede observar la distribución de tamaños y relación de orientaciones de los precipitados de Fe_2Mo en una aleación Fe-10%Mo pulida y atacada, y en las Figs.V.9 y V.10 se muestran dos ejemplos de imágenes de superficies atacadas.