

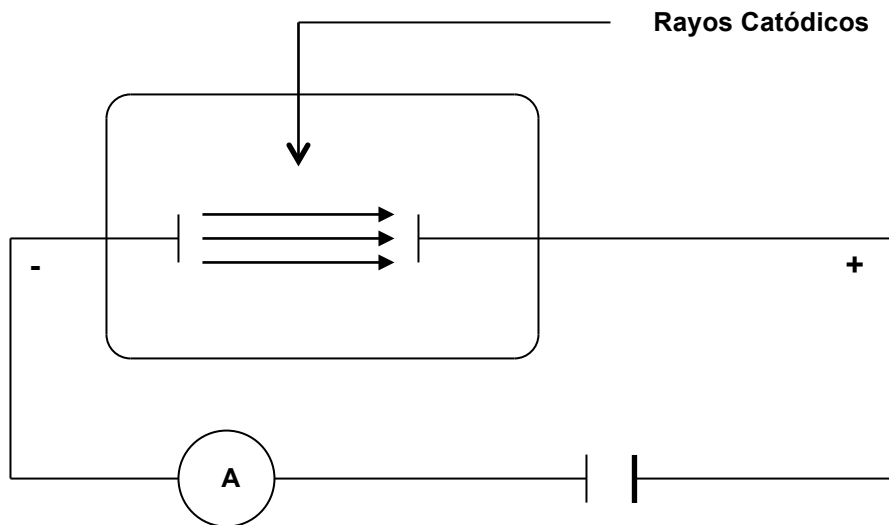
# Microscopía electrónica de Barrido

José Jesús MENA DELGADILLO

## Historia.

La microscopía electrónica de Barrido surge en 1897 con el descubrimiento de los rayos catódicos, nombre que correspondía al flujo de electrones. Un científico francés llamado A. Masson genero una chispa eléctrica en una bobina de inducción de alto voltaje a través de un recipiente de vidrio donde se había realizado previamente un vacío parcial y observo que en lugar de una descarga eléctrica se presentaba un resplandor.

Posteriormente H. Geissler, perfecciono estos tubos de descarga, fueron útiles para una buena cantidad de físicos, estos instrumentos son conocidos como “tubos Geissler”.



**figura 1. Diagrama de un tubo de descarga de un gas Geissler, en donde se muestra la propagación de rayos catódicos hacia el ánodo. A representa la bobina de inducción conectada a una batería.**

En 1869, J. W. Hittorf, realizo observaciones en estos tubos de Geissler. Observó que a medida que a medida que se iba haciendo un vacío, se notaban resplandores en forma de líneas gruesas entre los electrodos, después

resplandores de color rosa, luego azules, hasta que finalmente a una presión alrededor de  $1 \times 10^{-3}$  mm de Hg aparecía en todo el tubo una luz verdosa. El resplandor verdoso emanaba del cátodo y se dirigía hacia el ánodo. Por lo cuál el físico alemán E. Goldstein les denominó rayos catódicos.

Posteriormente en 1895, el físico francés J. Perrin descubrió que los rayos catódicos sufrían desviaciones en presencia de campos magnéticos. Y en 1897, J Thompson obtuvo evidencia experimental que la carga de estas partículas era la misma que la de un ión de Hidrógeno y recibió el premio Nobel a partir de estas investigaciones.

Los experimentos anteriores ponen de manifiesto que los rayos catódicos, a los que se renombran como electrones, están formados por partículas muy pequeñas, que poseen masa y carga eléctrica, y no eran lo que al principio se creía, un haz luminoso parecido a la luz.

En 1923, el físico francés Luis de Broglie propuso que los electrones tienen asociada una onda de longitud de onda,  $\lambda$  y una frecuencia,  $\nu$ . Por lo tanto dichos electrones podían ser utilizados como una radiación, con la ventaja de que el haz de electrones acelerados tienen una longitud de onda mucho menor en comparación con los haces de luz. Es decir usando electrones como radiación, estos tienen asociados como se ha mencionado una longitud de onda y frecuencia, con la ventaja de que este haz de electrones acelerados tienen una longitud de onda mucho menor en comparación con un haz de luz.

Si se podía utilizar a los electrones como radiación, había que encontrar una lente para ellos. Dado que J-B Perrin ya había descubierto que un campo magnético desviaba a los electrones. Así, instigaciones de H. Buch en 1927 permitieron observar el efecto que tiene un campo magnético (generado por una bobina) sobre un haz de electrones acelerados que puede ser descrito por las leyes que explican la acción que tienen las lentes de vidrio sobre los rayos de luz.

Entre 1927 y 1928, Denis Gabor agrupó un conjunto de bobinas dentro de una cubierta de hierro dulce para diseñar la primer lente electromagnética, más adelante lo perfeccionaría M. Knoll y E. Ruska.

En 1931, el físico alemán E. Ruska, construyó el primer Microscopio Electrónico de Transmisión (MET), por lo cual fue galardonado con el Premio Nobel de Física y posteriormente se construyó el Microscopio Electrónico de Barrido.

En 1938, Manfred Von Ardenne adicionó bobinas de barrido a un MET y desarrolló el primer Microscopio de Transmisión de Electrones por dispersión (Scanning Transmission Electron Microscope) STEM. La primer micrografía obtenida por STEM fue un cristal de  $ZnO$  tomada a un voltaje de 23 KeV, aumento de 8 000 X y con una resolución espacial de entre 50 y 100 nm.

En 1942, Los norteamericanos Zworikin, Hiller y Snijder, sentaron las bases para construir un Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) que trabajaba con lentes electrostáticas. En donde los electrones secundarios son los responsables del contraste topográfico de las imágenes, entonces, construyeron y adicionaron un colector de electrones conectado a un potencial eléctrico de 50 V al MEB y lo acoplaron a un preamplificador; después , la señal era enviada finalmente al tubo de rayos catódicos. Usando como fuente un filamento de emisión termoiónica de tungsteno.

En 1948 C. Oatley y Mc-Mullan, en la Universidad de Cambridge, Inglaterra, construyeron el primer MEB propiamente dicho, que para 1952 tiene una resolución de 50 nm.

En 1960 Everhart y Tornley desarrollaron el detector de electrones secundarios o también llamado centellador que adicionador al MEB.

En 1963, Pease construyo un prototipo de MEB con tres lentes electromagnéticas y el centellador.

En 1965, La compañía Cambridge Scientific Instruments comercializo el primer MEB, que tenia una resolución de 20 nm.

Mas adelante se dieron otros avances principalmente relacionados con la mejoría de la resolución del MEB.

En 1965, Broers desarrollo el filamento de La B<sub>6</sub>, que proporciona una mayor brillantes, y por lo tanto, una muy buena calidad de imagen en alta resolución.

En 1970 Crewe y Wall desarrollaron el cátodo de emisión de campo, en donde, se obtienen resoluciones en el MEB, desde 0.5 nm hasta 0.1 nm.

A partir de 1972, se inicia el procesamiento digital de imágenes.

### **Microscopio Electrónico de Barrido.**

El Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) es un instrumento, cuyo funcionamiento esta dado en el barrido de la superficie de una muestra, por medio de un haz de electrones cuyo diámetro es de 4 nm a 200 nm, obtenido por lentes electromagnéticas formadas por el paso de corriente de bobinas. Después de que el haz de electrones interacciona con la muestra, se generan varios tipos de señales, las cuales son colectadas por una serie de detectores. Finalmente, se produce una imagen en un monitor de TV que es almacenada en una placa fotográfica que puede ser convertida a una imagen digital. El proceso anterior se muestra a continuación en la figura 2.

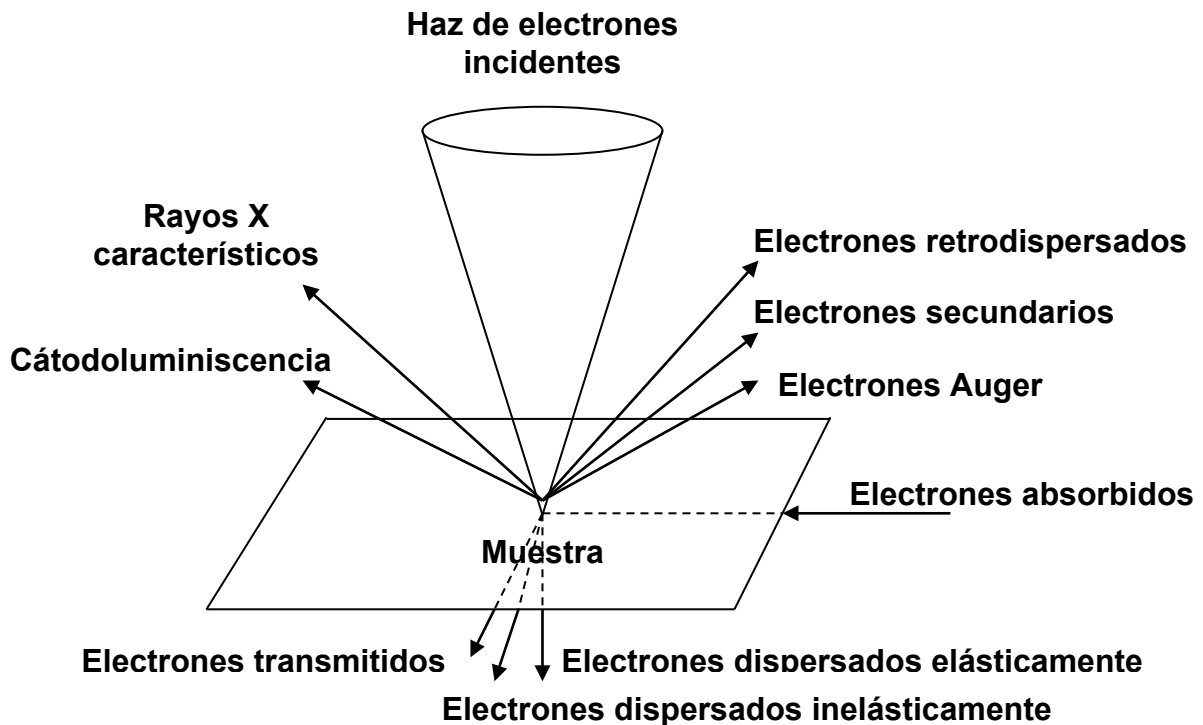


Figura 2. En la interacción de los electrones del haz primario con la muestra, unos generan varios tipos de señales; mientras que otros electrones son absorbidos, transmitidos y difractados ( éstos últimos se utilizan en el Microscopio Electrónico de Transmisión MET).

El límite de resolución de un microscopio óptico (luz) y electrónico se muestra en la tabla 1.

Tipo de Microscopio	Espécimen	Tamaño (Resolución)
Microscopio óptico	Óvulo	0.1 mm-0.01 mm
	Eritrocito	0.001 mm
Microscopio electrónico de barrido	Proteína	10 nm -100 nm
Microscopio electrónico de transmisión	Moléculas, aminoácidos	1 nm – 0.1 nm

Tabla 1. Muestra el tipo de microscopio capaz de determinar la micrografía de cada una de los especímenes de la muestra según su tamaño.

La resolución del MEB depende de los siguientes parámetros:

- a) Longitud de onda.

La relación entre la longitud de onda promedio del haz de electrones y la resolución del MEB esta dada por la ecuación de Abbe, escrita de la forma:

$$R = K \frac{\lambda}{n \operatorname{sen} \alpha} \quad (1)$$

En donde:

R: Resolución.

$\lambda$ : Longitud de onda.

K: Constante óptica.

n: índice de refracción del medio.

$\alpha$ : ángulo de apertura.

Cabe mencionar de la relación (1), el hecho de que si  $\lambda$  disminuye, entonces la resolución del MEB; también, se reduce; es decir, en función del valor de la longitud de onda el instrumento óptico tendrá una mayor posibilidad para revelar estructuras más pequeñas en la superficie del espécimen.

b) Voltaje de aceleración.

Por medio de la ecuación de De broglie:

$$\lambda = \frac{h}{m v} \quad (2)$$

En donde:

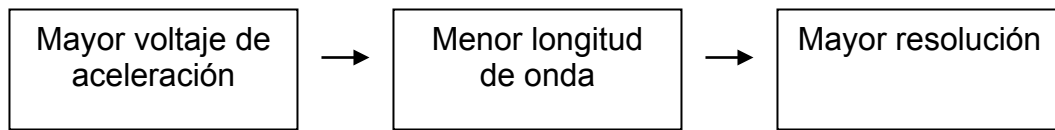
$\lambda$  : Longitud de onda de la radiación.

h : Constante de Planck.

m : Masa del electrón.

v : Velocidad del haz de electrones.

De la ecuación 2, se puede inferir que a longitudes de ondas pequeñas se incrementa la velocidad con la cual son acelerados los electrones; Es decir, a mayores voltajes de aceleración, la longitud de onda disminuye y se incrementa la resolución del aparato. En forma esquemática se establece la siguiente relación:



c) Diámetro del haz de electrones.

El diámetro del haz de electrones influye en la resolución del MEB y depende de la capacidad del sistema óptico-electromagnético (lentes). Entre más pequeño sea el diámetro de la punta del haz con la cuál se barre la superficie de la muestra, esté tendrá una mayor sensibilidad para detectar sus rasgos topográficos. Se observa que la imagen obtenida con un menor diámetro de la punta del haz tiene una mejor resolución. Sin embargo, la desventaja es que habrá pocos electrones del haz primario que interaccionen con la muestra, y por lo tanto la señal de los electrones secundarios o retrodispersados que salgan de la muestra también serán pocos. De manera, que es necesario encontrar un balance adecuado entre el diámetro de la punta del haz y la corriente necesaria, es decir, si se requiere es una gran resolución, es adecuado un diámetro de haz pequeño, pero si por el contrario si se incrementa el diámetro del haz por ejemplo para microanálisis químico, entonces será necesario aplicar un mayor voltaje de aceleración.

d) Profundidad de campo.

La profundidad de campo es la distancia entre dos planos en relación con el objeto que puede observarse en foco con el plano imagen; es decir, define la capacidad que tiene el microscopio para formar imágenes en foco de la estructura de un objeto a diferentes niveles de profundidad. Con el MEB se pueden obtener grandes profundidades de campo en comparación del microscopio óptico MO; por ejemplo, a 1000X en el perímetro, la profundidad de campo es de 30  $\mu\text{m}$ , mientras que en el MO es de 0.1  $\mu\text{m}$ . Esta característica es la que le proporciona el aspecto tridimensional a las imágenes obtenidas con el MEB.

### **Las Principales componentes del MEB.**

l) Columna electrón-óptica.

La columna electrón-óptica está compuesta por:

i) Cañón.

El cañón esta constituido por tres partes: El cátodo o fuente de electrones del haz de electrones, el cilindro de Wehneit, y el ánodo. Estos dos últimos son cilindros

con un pequeño orificio por donde pasa el haz de electrones emitido por el filamento hacia las lentes electromagnéticas.

Tipos de cátodo.

Las fuentes de electrones utilizadas actualmente en microscopia electrónica de barrido son: El filamento de tungsteno (W), el filamento de hexaboruro de lantano ( $L_a B_6$ ) y el cátodo de emisión de campo, algunas características se presentan en la tabla 2.

Filamento	Diámetro de la fuente	Corriente del haz ( $A/cm^2$ )	Duración	Vacío requerido (Torr)
Tungsteno (W)	50 $\mu m$	1.75	40-80 hrs.	$10^{-6}$
Hexaboruro de lantano	10 $\mu m$	65	> 1000 hrs.	$10^{-10}$
Emisión de campo	10 nm	$10^3$ a $10^6$	> 3 años	$10^{-11}$

**Tabla 2. Características de fuentes de electrones más comunes utilizadas por MEB.**

Filamento de tungsteno (W).

Es un alambre de aproximadamente 0.01 de diámetro con una punta de forma de V de 100  $\mu m$  de diámetro, cubierto con un cilindro de W, el cual tiene un orificio en la punta por donde cruzarán los electrones. Estos son emitidos del filamento por un proceso llamado emisión termoiónica, es decir, se calienta aproximadamente a 2700 ° C dentro del cañón en alto vacío, por lo cual emite electrones que forman una nube alrededor de la punta del filamento y son atraídos por el ánodo aplicando un voltaje positivo de 5 KV a 30 KV, respecto al cátodo. A esta diferencia de potencial se le conoce como voltaje de aceleración. El diámetro del crossover que produce este filamento es de 50  $\mu m$ . Debido al calentamiento del filamento, su diámetro disminuye con el tiempo debido a la evaporación del tungsteno, y su periodo de vida útil es de 40 a 80 hrs. con una corriente de emisión de  $1.75 A/cm^2$  que trabaja a un vacío de  $10^{-5}$  Torr.

A continuación se muestra el diagrama del cañón de emisión de electrones del MEB. En la Figura 3.

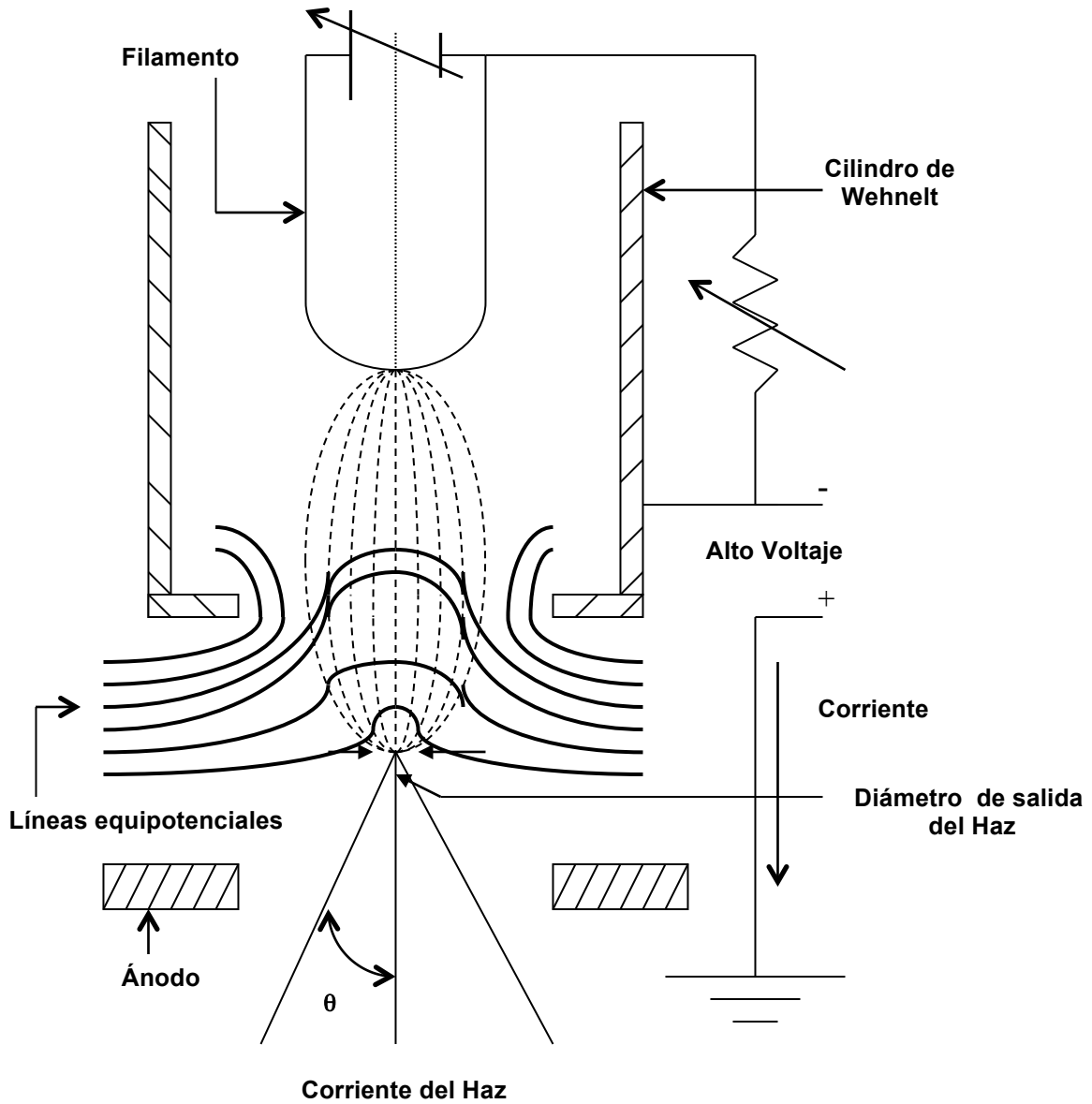


Figura 3. Diagrama del cañón constituido por el filamento de tungsteno, cilindro de Wehnelt y el ánodo y se observan líneas equipotenciales correspondientes a la lente electrostática.



Cátodo de emisión de campo.

El cátodo de emisión de campo, o también llamado cátodo frío, es comúnmente de tungsteno y tiene forma de rodillo con una punta fina en uno de sus extremos (con un diámetro de aproximadamente 100 nm). La emisión de electrones en este caso no es por efecto termiónico, sino por un proceso conocido por emisión de campo. Los electrones son extraídos del cátodo por la acción de dos placas que funcionan como ánodos, es decir, cuando el cátodo es conectado a un potencial negativo relativo al ánodo, el campo eléctrico en la punta del filamento es tan intensa que se reduce la barrera que evita que los electrones salgan de la punta y, por consecuencia los electrones pueden saltar (efecto túnel) y salir del cátodo, sin necesidad de suministrar energía térmica adicional para sacar electrones. Sin embargo este filamento requiere para operar un vacío mayor que el de tungsteno. Puesto que la presencia de pocas moléculas de gas producen que la corriente emitida sea inestable eventualmente, el cátodo debe limpiarse calentando a altas temperaturas (2000 °C) por algunos segundos.

Este tipo de fuente de electrones produce una punta de haz (crossover) después de pasar por el ánodo con un diámetro de aproximadamente 10 nm, logrando obtener alta resolución con el filamento de tungsteno. Sin embargo debido al tamaño tan pequeño del haz, pueden generarse problemas a causa de aberraciones ópticas.

A continuación se presenta un esquema del cátodo de emisión de campo.

En el MEB existen dos tipos de lentes:

a) Lente electrostática.

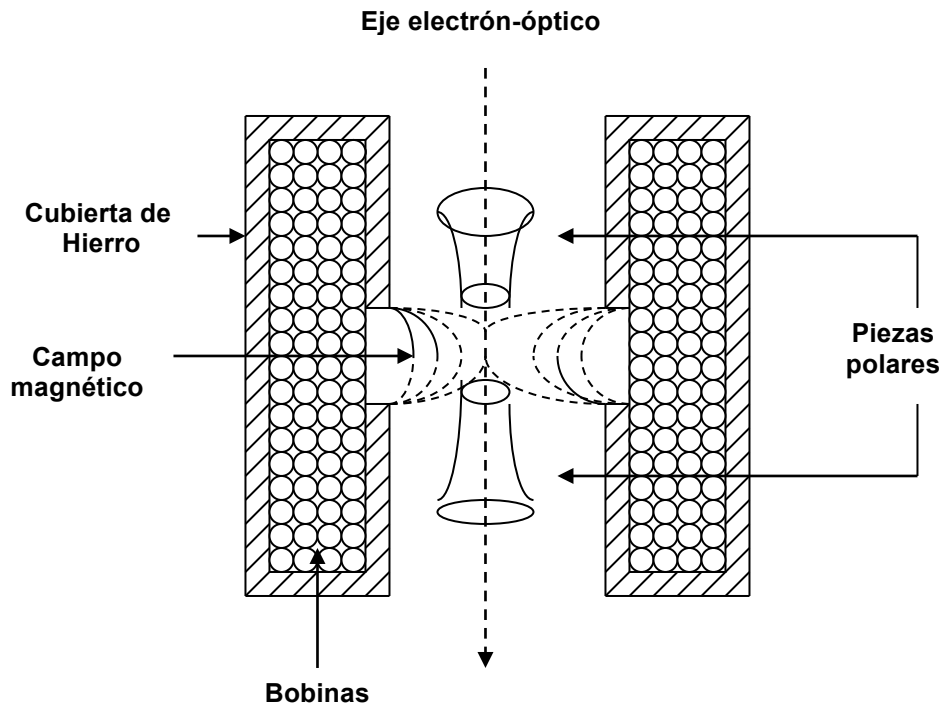
La lente electrostática se forma en efecto de diferencias de potencial eléctrico entre el filamento, dentro del cañón de Wehneld y el ánodo (figura 3). El haz de electrones al pasar a través de las líneas equipotenciales del campo electromagnético se comporta como la luz al pasar por un medio de menor a mayor índice de refracción, convergiendo en un punto determinado (crossover), definiendo la primera imagen de la nube de electrones formada en la punta del filamento.

El diámetro de este crossover depende principalmente del material de que este hecho el filamento (Tabla 2); por ejemplo el filamento de tungsteno produce un crossover con un diámetro de 50  $\mu\text{m}$ . Entre más pequeño sea el diámetro del crossover más pequeña será la punta del haz con la que se barrera al espécimen, y por lo tanto es mayor la resolución del equipo.

b) Lente electromagnética.

Las lentes electromagnéticas consisten en un conjunto de bobinas o solenoides enrollados por donde se hace pasar una corriente eléctrica que genera un campo

magnético. Están rodeadas por una cubierta de hierro dulce con un pequeño hueco en su interior que las conecta con dos piezas denominadas piezas polares que concentran el flujo magnético. (Figura 4).



**Figura 4. Muestra el corte transversal de una lente electromagnética.**

En el MEB las lentes electromagnéticas comprenden la lente condensadora y la lente objetivo, son usadas para disminuir el diámetro del haz primario de electrones ( $10 - 15 \mu\text{m}$ ) denominado crossover generado en el cañón; hasta un punta muy fina de entre  $5$  y  $200 \text{ nm}$  con la cual es barrida la superficie del espécimen (muestra). Un aspecto importante es que cuando se incrementa la corriente de las lentes condensadora y objetivo, puede llegarse a la saturación magnética de las partes de hierro de las piezas polares de las lentes. Por ejemplo, generalmente es necesario resetear la lente condensadora después de un cambio de corriente para eliminar el magnetismo residual conocido como histéresis.

Cámara del espécimen (muestra).

Comprende una plataforma en donde se coloca el porta-espécimen y su tamaño puede variar de acuerdo con la amplificación del microscopio. El tamaño de la muestra que puede introducirse, puede ser tan pequeña aproximadamente  $15$  milímetros hasta  $12 \text{ cm}$  de longitud.

La plataforma en donde se coloca el porta-muestras puede rotar, inclinarse o moverse en un espacio de ejes X, Y, Z. El parámetro Z, es la distancia de la lente objetivo a la superficie de la muestra. Un termino que es importante distinguir es la denominada distancia de trabajo (cuyas siglas en ingles es WD), que define la

distancia de la base la lente objetivo a la superficie de la muestra (en donde el haz de electrones es enfocado por la lente objetivo).

Si la muestra es mas alta o mas baja que el nivel del porta-muestras, entonces, se considera que:  $Z \neq WD$ ; Sin embargo, si la muestra es no rebasa la parte superior del porta-muestras, entonces, se satisface que  $Z = WD$ , lo cual es importante considerando que el microscopio trabaja con WD variable, debido a que el equipo, cuando se enfoca la imagen, tanto la punta del haz de electrones primarios como el porta-muestras se acercan o alejan del lente objetivo. Por tanto es recomendable tener precaución, pues si la muestra es demasiado alta se puede “pegar” al detector de electrones retrodispersados o a la lente objetivo en el momento de enfocar.

La cámara del espécimen esta aislada de las vibraciones externas que pueden deteriorar la resolución y en ella se acomodan varios aditamentos que forman parte del sistema de detección y que amplían las aplicaciones del MEB, como son los espectrómetros para microanálisis químico y detectores de electrones secundarios, retrodispersados, Auger, etc.

Sistema de detección.

El sistema de detección se encarga de recolectar distintas señales, por ejemplo: electrones secundarios, electrones retrodispersados ( backscattered), electrones Auger, radiación bremsstrahlung, etc. que provienen del espécimen debido a la interacción del haz de electrones con los átomos de la muestra. Estas radiaciones proporcionan diferentes clases de información si se coloca un detector específico para cada una de ellas. Los dos principales tipos de detectores que se utilizan son:

a) Detector de Centelleo.

b) Detector de estado sólido.

Detector de Centelleo.

Es usado ampliamente para la detección de electrones secundarios y en menor proporción para electrones retrodispersados. Consiste básicamente en una jaula de Faraday (Colector), centellador, tubo de cristal, fotomultiplicador y preamplificador.

En este tipo de detectores, los electrones secundarios (con energías menores a 50 eV) son atraídos hacia el colector, el cual es conectado a un potencial de 200 eV que asegura que estos sean atraídos y acelerados al centellador usualmente compuesto de plástico, vidrio o Ca F. Entonces, los electrones producen fotones que son conducidos por el tubo de vidrio hasta el fotomultiplicador, creándose una cascada de electrones al chocar con los electrodos; por último, la señal es amplificada en el preamplificador y enviada al tubo de rayos catódicos produciendo la imagen del espécimen.

Detector de estado sólido.

Es un semiconductor delgado (algunos milímetros) y plano, generalmente existen dos tipos; uno es usado para la detección de electrones retrodispersados o backscattering, y el otro para la colección de la señal característica de rayos X.

Sistema de Vacío.

Las bombas de vacío tienen como finalidad producir el vacío necesario para el haz de electrones no sea desviado por los átomos del medio. Existen varios tipos de bombas de vacío, a saber: mecánica ( $10^{-3}$  Torr), difusora ( $10^{-6}$  Torr), turbomolecular ( $10^{-10}$  Torr) y iónica ( $10^{-11}$  Torr). Cada una de ellas alcanza diferentes valores de vacío como se muestra entre paréntesis.

Formación de la imagen.

El proceso para generar la imagen del espécimen se inicia en el cañón al calentarse el filamento por la corriente alterna y emitir un haz de electrones primario, que es atraído por el ánodo, el cual es mantenido a un voltaje positivo (5 – 30 KeV) con respecto al filamento. Este haz de electrones, al seguir su trayectoria a través de la lente condensadora y la lente objetivo, se reduce el diámetro a un diámetro final, con el que barrera la superficie del espécimen. (Véase Figura 3).

El barrido del haz sobre la superficie del espécimen se realiza a través de bobinas de barrido, ubicadas cerca de la lente objetivo, que se mueve primero en forma horizontal y después diagonalmente sin tocar la superficie, para regresar justo a un punto debajo de donde inicio la primera línea de barrido. Así con un movimiento continuo se barren regiones muy cercanas, hasta el ultimo punto de la ultima línea en un área rectangular elegida por el aumento seleccionado.

Al interaccionar el haz de electrones primario con los átomos de la muestra, se generan electrones secundarios que, en sincronía con otro haz barrerán el monitor del tubo de rayos catódicos para modular su brillantez: Es decir el movimiento, el movimiento del haz en la dirección X –Y, esta sincronizado con los voltajes de desviación del haz de electrones primarios, de tal forma que cada punto en el espécimen con el haz primario que interaccione será proyectado directamente como un punto sobre el monitor, lo que producirá una imagen de la topografía de la superficie del espécimen. La brillantez de cada punto de la imagen del monitor de TV dependerá de la cantidad de electrones secundarios que salgan del punto correspondiente de la superficie de la muestra. Entonces, electrones producidos de la parte más profunda de un hueco; tendrá menos probabilidad de llegar al detector, en comparación con los que están ubicados en la superficie; es decir, una superficie con bajo relieve se observara más oscura que una con mayor relieve.

### Voltaje de aceleración.

Como se menciono anteriormente a partir de la ecuación de De Broglie, conforme se incrementa el voltaje de aceleración se obtendrá una mejor resolución. Sin embargo. En algunos casos al utilizar voltajes altos, se genera una cantidad de señal innecesaria (ruido), que producirá una falta de detalle en las estructuras del espécimen debido a que se acentúa la brillantez en las orillas de las superficies (efecto de borde). Además, aumenta la posibilidad de carga en especímenes que no conducen los electrones, como polímeros y muestras biológicas y, por lo tanto hay un mayor daño del espécimen del haz.

Por ello, es necesario elegir un voltaje de aceleración de acuerdo con lo que se necesita. En material biológico comúnmente se sugiere emplear entre 15 y 20 KeV, según la resistencia del espécimen, y en material inorgánico como mineral o metal se puede aplicar entre 20 y 25 Kev. Para observar los detalles finos de la superficie de un espécimen, se recomienda utilizar un voltaje intermedio de 15 KeV o cuando se requieren aumentos pequeños, en donde, no importa ver tanto el detalle, es mejor aplicar un voltaje de aceleración bajo y aumentar la corriente por medio de una lente condensadora.

### Efecto de campo.

Para observar muestras no conductoras en el MEB, estas deben de ser recubiertas con un material conductor como carbón, oro, plata, etc. De lo contrario se produce el efecto de carga, el cual ocasiona descargas entre el haz de electrones y la muestra; esta carga se refleja en forma de rayas, contraste anormal, deformación y movimiento en la imagen del espécimen. Para evitar este efecto, se sugiere disminuir el voltaje de aceleración, recubrir la superficie de la muestra y no proteger las muestras con algodón, ya que sus fibras se pueden adherir al espécimen y producir cargas.

### Distancia de trabajo (DW).

La distancia entre la lente objetivo y la muestra (DW) al cambiarla produce variaciones en la resolución y en la profundidad del campo. Así, al incrementar WD se perderá resolución, pero se tendrá una mejor profundidad de campo. Y al disminuir WD se tendrá una mejor resolución, pero la profundidad de campo será menor.

### Diámetro de la apertura del lente objetivo.

La apertura del lente objetivo tiene como función reducir el diámetro del haz de electrones para producir una determinada corriente del haz. En el MEB generalmente hay tres aperturas de diferente diámetro (100  $\mu\text{m}$ , 200  $\mu\text{m}$  y 600  $\mu\text{m}$ ) Que pueden ser seleccionadas. Éstas controlan la cantidad de señal emitida para formar la imagen correspondiente.

Astigmatismo.

El astigmatismo es una aberración causada por defectos muy finos de fabricación en las piezas polares de las lentes electromagnéticas; es difícil de detectar y corregir, y puede ser eliminada por ajuste de las lentes astigmadoras ajustando los botones X e Y. Si este defecto no es corregido, la imagen de la micrografía se verá fuera de foco o con falta de resolución. La forma de comprobar si se tiene astigmatismo en la imagen es realizando un sobre-enfoque y bajo-enfoque, si la imagen se distorsiona hacia la derecha o hacia la izquierda, entonces hay astigmatismo. Se sugiere corregir el astigmatismo al doble de aumento del que se tomaría la micrografía (utilizando ampliificaciones mayores a 5000X o 10000X ).

### **Interacción del haz primario de electrones con la muestra.**

La interacción del haz de electrones primario con el espécimen es un proceso que se inicia cuando el haz se origina en la punta del filamento; después, es acelerado y conducido por la columna hasta la muestra, en donde interacciona con los átomos en el volumen del espécimen.

Al disipar su energía cinética, el haz produce varias señales, entre las cuales están: electrones secundarios, rayos X característicos, electrones Auger, fluorescencia de rayos X, electrones retrodispersados y radiación Bremsstrahlung. Cada una de estas señales proporciona distinta información (Véase Tabla 3 ) y se generan diferentes niveles de profundidad en la micrografía de la muestra.

<b>Señal</b>	<b>Resolución espacial</b>	<b>Información obtenida</b>
Electrones secundarios	10 nm	Topografía
Electrones retrodispersados	100 nm	Topografía Composición química Estado cristalino
Electrones Auger	10 – 50 nm	Topografía Composición química
Radiación característica de rayos X	1 $\mu$ m	Composición química
Cátodoluminiscencia	100 nm	Luminiscencia visible ó infrarroja

**Tabla 3. Muestra la resolución espacial y tipo de información que proporcionan las señales emitidas por la interacción del haz primario de electrones en el espécimen.**

El tamaño del volumen de interacción depende de los siguientes factores:

- a) Corriente del haz de electrones incidentes.
- b) Voltaje de aceleración.
- c) Densidad atómica de la muestra.

A mayor corriente y voltaje de aceleración, el haz penetrará la muestra a una mayor profundidad y, entre más elementos químicos con número atómico grande estén presentes, el haz penetrará menos la muestra.

Existen programas de software, como el de Monte Carlo diseñados para modelar la profundidad de la dispersión de los electrones del haz al chocar con la muestra, además de que proporcionan información sobre la resolución espacial, definida como del volumen de interacción del cual proviene el 99 % de la señal.

De acuerdo con esta definición; si se tiene una partícula con un tamaño de 10 nm, la señal de electrones secundarios proviene sin duda alguna de ésta; debido a que la resolución espacial de esta señal es de 10 nm, pero la señal de rayos X característicos procederá de un volumen mayor, debido a que su resolución espacial es de 1  $\mu\text{m}$ . De esta forma, una estructura que se observa en la pantalla del monitor no representa el volumen completo desde el cual están saliendo los rayos X. En la práctica no es recomendable analizar con rayos X característicos partículas con diámetros menores de 1 o 2  $\mu\text{m}$ .

### Electrones secundarios.

La densidad de los electrones secundarios tiene la mayor densidad comparadas con las otras señales mencionadas anteriormente y por lo tanto, la mayor resolución. Se genera cuando un electrón en el haz primario interactúa con un electrón de los átomos en la muestra y lo saca de su órbita con cierta cantidad de energía cinética. Los electrones secundarios se generan a diferentes profundidades de la muestra, pero, debido a que son electrones de baja energía (menor a 50 eV), sólo los que se emiten cerca de la superficie alcanzarán a llegar al detector y se considerarán como electrones secundarios. (El proceso se ilustra en la figura 5). Esta señal, en consecuencia lleva información principalmente del relieve o topografía de la muestra.

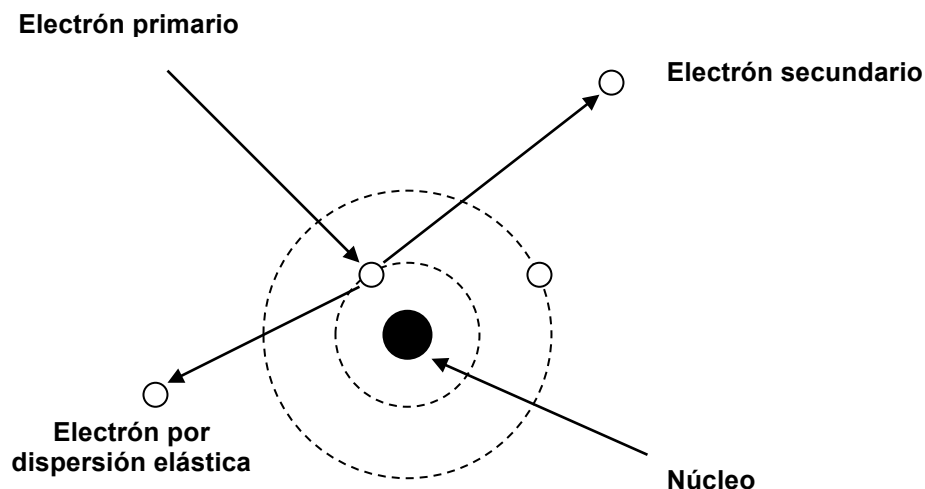


Figura 5. Muestra a producción de electrones secundarios en el modelo atómico de Bohr.

**Un electrón del haz primario interacciona con uno del átomo de la muestra y lo eyecta; éste último se denomina electrón secundario, Mientras, el electrón primario se dispersa de manera inelástica con pérdida de energía .**

### **Rayos X característicos.**

Esta señal se genera de un volumen mucho mayor que el de los electrones secundarios o retrodispersados y de una profundidad mucho mayor, por lo cuál se tiene una resolución espacial pobre. La señal característica de rayos X se produce después que un electrón es eyectado de su orbital, entonces el átomo se vuelve inestable y, para regresar a su estado base, el otro electrón del orbital siguiente o de cualquier otro tiende a llenar su vacancia. Sin embargo, la energía de estos orbitales es diferente, y al llenarse el hueco, la diferencia de energía entre los orbitales se libera como radiación característica de rayos X.

### **Nomenclatura.**

La nomenclatura que se utiliza para identificar a los rayos X por microanálisis químico, consiste en nombrarlos de acuerdo con el orbital donde se originó la vacancia y en base con el orbital del cuál salió el electrón que lleno esa vacancia. En MEB la mayoría de los rayos X que se utilizan para el microanálisis químico están dentro de orbitales K, L y M. Este modelo de producción de rayos X, implica que, para que el electrón sea inyectado del átomo, éste debe ser excitado con una energía ligeramente mayor a aquélla con la cuál se encuentra unido el electrón al orbital (energía de enlace). La energía de enlace para el electrón del orbital K es más grande que la de un electrón en el orbital L, puesto que el electrón en el orbital K esta más cerca del núcleo y, por lo tanto, está más fuertemente unido. La energía necesaria para excitar una línea de rayos X se conoce como energía de ionización. En la práctica, para saber el voltaje de aceleración que hay que usar para excitar una determinada línea de rayos X, se calcula multiplicando su valor de energía por un factor de 2.5 a 3.0. Sin embargo, existen valores de energía de rayos X que no sería posible alcanzar con el voltaje del MEB. En consecuencia, se recomienda que para identificar elementos con número atómico igual o menor a 30 se utilice la línea K y para elementos con número atómico mayor de 30, las líneas L o M.

### **Electrones Auger.**

Los electrones Auger son producidos por desexcitación del átomo. Es decir se originan cuando la radiación característica de los rayos X no salen de la muestra sino que es reabsorbida dentro del mismo átomo y está se utiliza para eyectar un electrón de menor energía, conocido como electrón Auger.

Los electrones Auger llevan información química específica del átomo que los originó, son de muy baja energía, por lo cuál solo pueden atravesar distancias cortas dentro de la muestra y, por lo tanto, la información que llevan es específica de la superficie de la muestra (pocas capas atómicas). Sin embargo, los



electrones detectados pueden contener electrones Auger producidos, por electrones retrodispersados, si el punto irradiado por el haz se localiza muy cerca de la orilla ( $\sim 1 \mu\text{m}$ ). Ahora, si el espécimen es muy delgado, solo electrones Auger emitidos por la superficie serán detectados.

El proceso de producción de la señal Auger se favorece en elementos con número atómico bajo y, en elementos con número atómico alto, se propicia la radiación característica de rayos X.

### Fluorescencia secundaria.

Después de haberse generado un electrón Auger, el átomo queda inestable, entonces otro electrón de un nivel externo llena la segunda vacancia, lo que produce rayos X conocidos como fluorescencia secundaria. En la figura 6, se muestra la emisión de un electrón Auger y la fluorescencia secundaria.

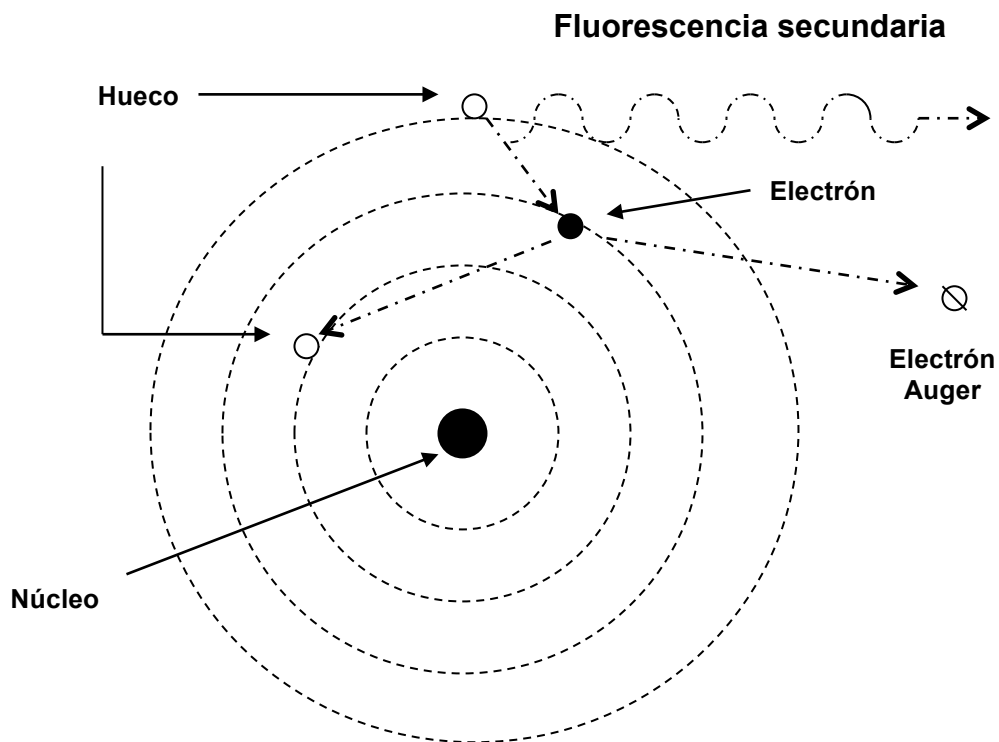


Figura 6. Muestra la emisión de un electrón Auger y fluorescencia secundaria. El rayo X producido por la desexcitación es reabsorbido y su energía sirve para eyectar un electrón denominado Auger. La salida de éste provoca que el átomo quede inestable nuevamente,

entonces otro electrón llena otro hueco, lo cuál genera rayos X conocidos como fluorescencia secundaria.

### **Electrones retrodispersados (Backscattered).**

A diferencia de los electrones secundarios, los retrodispersados tienen mucho más energía (mayor a 50 eV) y pueden escapar desde una profundidad mucho mayor, hasta la superficie de la muestra y llegar hasta el detector. Esta señal se produce cuando un electrón en el haz primario interactúa con el núcleo de un átomo, y "rebota" al electrón primario hacia fuera de la muestra sin pérdida de energía (dispersión elástica).

Esta señal no tiene tanta resolución ni lleva tanta información de la topografía de la muestra como en el caso de los electrones secundarios, sin embargo, proporciona información acerca de la composición química por medio de la contraste en la imagen. Es decir, en zonas compuestas por elementos con número atómico grande, el haz primario de electrones tendrá mayor posibilidad de interactuar con los núcleos, por lo que producirá una mayor cantidad de electrones retrodispersados y estas zonas se observarán más claras en la imagen del monitor con respecto a aquellas con un número atómico pequeño, las cuales se percibirán más oscuras.

### **Radiación bremsstrahlung.**

Los rayos X se producen cuando los electrones del haz primario interactúan con los orbitales de los electrones del átomo. Otro tipo de radiación se origina cuando el haz primario de electrones interactúa con el núcleo del átomo, ya que los electrones son desacelerados por el campo que rodea al núcleo (campo de Coulomb) y se produce una dispersión inelástica (pérdida de energía). La cantidad de energía perdida en este evento es convertida en un fotón de rayos X conocido como radiación bremsstrahlung, continua o de frenado.

Debido a que un electrón primario puede perder cualquier cantidad de energía, este tipo de radiación forma un espectro continuo desde energía cero hasta la energía del haz (Voltaje de aceleración) y, por lo tanto, más grande será la energía perdida. En el caso extremo, un electrón primario puede ceder toda su energía en un choque con el campo de Coulomb y generar un límite máximo de radiación continua que sería principalmente el Voltaje de aceleración utilizado en la columna óptica-electrón.

### **Técnicas de microanálisis utilizando el MEB.**

Las técnicas más utilizadas utilizando el MEB corresponden:

a) Microanálisis de microsonda de electrones.

El microanálisis de microsonda de electrones, se basa en la adquisición y cuantización de rayos X emitidos desde una zona microscópica en un espécimen sólido que se bombardeada por un haz de electrones y es útil en el análisis de micro-volúmenes hasta de un micrómetro cúbico.

Esta técnica se basa en el hecho que la estructura química de cada elemento químico es diferente y al excitarlos emiten un patrón característico de rayos X. Es decir, cada elemento químico emite un rayo X con determinada energía, longitud de onda y patrón. Entonces, los rayos X emitidos pueden ser medidos por su energía o por su longitud de onda y así identificar y cuantificar a dichos elementos.

b) Espectroscopia por dispersión de longitud de onda de rayos X.

La espectroscopia por dispersión de longitud de onda de rayos X, se realiza midiendo la longitud de onda del rayo X, se utiliza es espectrómetro por dispersión de longitud de onda de rayos X, que consta de cristales de difracción que separan a los rayos X emitidos por la muestra de acuerdo con su longitud de onda. Cuando se la energía del rayo X, se utiliza el espectrómetro por dispersión de energía de rayos X , que esta constituido básicamente por un detector de Si-Li.

c) Espectroscopia por dispersión de energía de rayos X.

La espectroscopia por dispersión de energía de rayos X se aplica en:

- 1) El estudio de la composición química de inclusiones o pequeñas partículas de material desconocido.
  - 2) En el análisis de la distribución de la concentración de elementos químicos con una muestra heterogénea, ya sea en un punto, al largo de una línea o en un área.
  - 3) En la composición química de películas delgadas depositadas en un sustrato.
- d) Análisis cualitativo por el espectrómetro de dispersión de electrones.

El análisis cuantitativo consiste en identificar los elementos presentes en la muestra. En resumen, este proceso se efectúa al determinar las energías de los picos presentes en el espectro y, al comparar éstas, con energías conocidas de emisión de rayos X descritas en tablas.

## **Bibliografia.**

Chandler J.A.; X -ray Microanalysis in the Electron Microscope, North-Holland Publishing Company, Amsterdam, 1977.

Goldstein J., Newbury E., Echlin P., Fiori C.; Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis, Plenum Press, New York, 1992.

Reed S.; Electron microprobe analysis, 2a. Edition , University press Cambridge, 1975.

Philips, Manual for the course SEM-EDX Microanalysis, Philips Electron Optics. Applications Laboratory, Copyrights Philips Electron Optics, Eindhoven, Netherlands, 1995.