

UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA

FACULTAD DE CIENCIAS



TESIS

**“PRINCIPIOS FÍSICOS Y APLICACIONES DE LA MICROSCOPIA
ELECTRÓNICA DE BARRIDO”**

PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE LICENCIADO EN FÍSICA

JOSE ANTONIO AGUILAR LARA

LIMA-PERU

2003

CONTENIDO

AGRADECIMIENTOS.....	2
CONTENIDO.....	3
RESUMEN.....	11
INTRODUCCIÓN.....	12
MOTIVACIÓN Y OBJETIVOS.....	16
1 INTRODUCCIÓN Y LOS PRINCIPIOS FÍSICOS DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO (MEB).....	17
1.1 DESCRIPCIÓN GENERAL DEL MEB	17
1.1.1 El sistema de iluminación.....	19
1.1.2 Sistema de detección de señal	20
1.1.3 Sistema de vacío.....	21
1.2 ÓPTICA ELECTRÓNICA	24
1.2.1 Lentes Electrónicas:.....	25
1.2.1.1 Lentes electrostáticas.....	26
1.2.1.2 Lentes magnéticas.....	29
1.3 INTERACCIÓN DE LOS ELECTRONES CON LA MATERIA (SÓLIDO)	34
1.3.1 Dispersión elástica.....	34
1.3.2 Dispersión inelástica.....	34
1.3.3 Volumen de interacción y rango electrónico.....	35

1.4	SEÑALES OBTENIDAS EN EL PROCESO DE INTERACCIÓN.....	37
1.4.1	Electrones retrodispersados (ER).....	39
1.4.1.1	Dependencia de η con el numero atómico medio (Z_m) y la energía de los Electrones Primarios (EP).....	40
1.4.1.2	Dependencia de η con la inclinación de la muestra.....	41
1.4.1.3	Distribución angular de los ER (η)	42
1.4.1.4	Distribución energética de los ER.....	43
1.4.1.5	Distribución espacial lateral de los ER.....	44
1.4.1.6	Profundidad de información de los ER.....	45
1.4.2	Electrones Secundarios (ES)	46
1.4.2.1	Distribución de energía de los ES.....	46
1.4.2.2	Dependencia de δ con la composición de la muestra.....	46
1.4.2.3	Dependencia de δ con la energía del rayo incidente.....	47
1.4.2.4	Distribución angular de los ES.....	48
1.4.2.5	Profundidad de información de los ES.....	49
1.4.2.6	Dependencia de δ con la inclinación de la muestra.....	49
1.4.3	Rayos X característicos y electrones Auger.....	51
1.4.3.1	Profundidad de producción de rayos X (rango de rayos x).....	54
1.5	DETECTORES.....	56
1.5.1	Detectores de electrones.....	57
1.5.1.1	Sistema detector centellador-fotomultiplicador (detector Everhart-Thornley).....	57

1.5.1.2	Detectores de estado sólido.....	60
1.5.2	El detector de rayos X	62
1.5.2.1	El detector de rayos X por longitud de onda dispersiva (WDS).....	62
1.5.2.2	El detector de rayos X por energía dispersiva (EDS).....	64
2	FUNCIONAMIENTO DE LAS LENTES Y TÉCNICAS DE FORMACIÓN DE IMÁGENES.....	66
2.1	LENTES ELECTRÓNICAS EN EL MEB	66
2.1.1	El cañón electrónico (lente electrostática).....	66
2.1.2	Lentes magnéticas en el MEB (lente condensadora y la lente objetivo).....	70
2.1.3	Aberraciones en las lentes.....	73
2.1.4	Relación entre el ángulo de incidencia, corriente y el diámetro de la sonda.....	77
2.1.5	Consecuencias que trae la variación de las distintas componentes de la columna electrónica.....	79
2.1.5.1	Efecto de variar el tamaño de la abertura final.....	79
2.1.5.2	Efecto de variar la distancia de trabajo.....	80
2.1.5.1.3	Efectos de variar la potencia de la lente condensadora.....	81
2.2	CONTRASTE.....	82
2.2.1	Contraste composicional o de número atómico promedio.....	83
2.2.1.1	Contraste composicional utilizando el detector de estado sólido.....	83
2.2.1.2	Contraste composicional utilizando el detector Everhart Thornley.....	84

2.2.2	Contraste topográfico.....	86
2.2.2.1	Contraste topográfico con el detector de estado sólido.....	86
2.2.2.2	Contraste topográfico usando el detector Everhart-Thornley....	88
2.2.3	Contraste topográfico en alta resolución.....	90
2.2.3.1	Electrones Retrodispersados.....	90
2.2.3.2	Electrones Secundarios.....	91
2.3	CRITERIO PARA OBTENER LA CORRIENTE LIMITE PARA OBTENER CONTRASTE EN EL TRC.....	94
2.3.1	Estrategia para conocer la resolución final a partir de la corriente mínima	96
2.3.1.1	Limitación de la óptica electrónica.....	97
2.3.1.2	Limitación del contraste de la muestra.....	98
2.3.1.3	Limitación del volumen de interacción	98
2.4	FORMACION DE IMÁGENES	100
2.4.1	Construcción de imagen (Mapeo)	101
2.4.1.1	Intensidad modulada en el TRC (imagen)	102
2.4.1.2	Deflexión en el eje Y en función de la señal (análisis lineal)...	102
2.4.2	Magnificación.....	103
2.4.2.1	Elemento de imagen.....	104
3	DATOS TÉCNICOS Y DESCRIPCIÓN DEL MEB HITACHI S-500.....	107
3.1	CONDICIONES DE LOS ABASTECEDORES PARA EL FUNCIONAMIENTO DEL MEB.....	107
3.1.1	Abastecedor de potencia.....	107

3.1.2	Unidad de enfriamiento por agua (CHILLER).....	107
3.1.3	Abastecedor de aire a alta presión (compresor).....	107
3.2	CONDICIONES AMBIENTALES DEL LABORATORIO.....	107
3.2.1	Temperatura y humedad relativa del ambiente.....	107
3.2.2	Vibración.....	108
3.2.3	Campo magnético.....	108
3.3	CONFIGURACIÓN ESTANDAR DEL MEB HITACHI S-500.....	108
3.3.1	Columna Electrónica.....	108
3.3.2	Sistema de evacuación (vacío).....	109
3.3.3	Diagrama de bloques del circuito electrónico.....	111
3.4	INSTALACIÓN.....	112
3.4.1	Instalación de la columna del microscopio.....	112
3.4.2	Instalación del cañón de electrones.....	114
3.4.3	El tubo de línea del MEB y las aberturas.....	116
3.4.4	Instalación del detector Everhart-Thornley.....	117
3.4.5	Cableado de la columna del MEB HITACHI S-500.....	118
3.4.6	Instalación de las bombas mecánicas.....	120
3.5	DESCRIPCIÓN DE LOS CONTROLES DEL MEB.....	121
3.5.1	La unidad de Display.....	121
3.5.2	La consola principal.....	122
3.5.2.1	Tornillos de alineamiento axial del cañón electrónico.....	122
3.5.2.2	Tornillos de alineamiento axial de las lentes condensadoras..	123

3.5.2.3	Aberturas de la lente objetivo.....	123
3.5.2.4	Perillas del goniómetro.....	124
3.5.2.5	Panel de operación del sistema de evacuación.....	125
3.5.3	El panel de control.....	126
3.5.3.1	Control de emisión.....	126
3.5.3.2	Control de señal de vídeo.....	128
3.5.3.3	Control de lentes y magnificación.....	129
3.5.3.4	Control de velocidad y modo de barrido.....	130
3.5.3.5	Selector de señal y control de fotografía.....	132
3.5.3.6	Control de salida de datos, manual y automático.....	133
4	OPERACIÓN DEL MEB HITACHI S-500.....	134
4.1	PROCEDIMIENTO DE EVACUACIÓN.....	134
4.2	INTERCAMBIO DE MUESTRAS.....	134
4.3	ALINEAMIENTO DEL SISTEMA DE ILUMINACIÓN DEL MEB.....	135
4.3.1	Saturación del filamento.....	137
4.3.2	Alineamiento de la columna.....	138
4.3.3	Calibración de la barra micrométrica.....	139

4.4	OBSERVACIÓN EN EL MEB.....	139
4.5	CORRECCIÓN DEL ASTIGMATISMO.....	140
4.6	TOMA DE FOTOGRAFÍA.....	142
4.7	PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS PARA LA OBSERVACIÓN EN EL MEB.....	143
4.7.1	Materiales metálicos y semiconductores.....	144
4.7.1.1	Observación topográfica.....	144
4.7.1.2	Observación de la Microestructura.....	145
4.7.2	Muestras no metálicas (Muestras geológicas y cerámicas, etc).	146
5	APLICACIONES.....	149
5.1	ANÁLISIS POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DEL ESPESOR DE ETIQUETAS HOLOGRÁFICAS.....	149
5.2	EFFECTO DE LOS ADITIVOS (ABRILLANTADORES) EN UN DEPÓSITO DE NÍQUEL USANDO CELDAS GALVÁNICAS.....	151
5.3	ESTUDIO POR MEB DE LAS DISTINTAS MICROESTRUCTURAS QUE SE FORMAN EN EL ACERO A PARTIR DE TRATAMIENTOS TERMICOS.....	154
5.4	MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO EN LA DETECCIÓN DEL TIPO DE FRACTURAS (FRACTOGRAFÍA).....	160
5.5	TAMAÑOS Y FORMAS DE PARTÍCULAS DE POLVO ENCONTRADOS EN EL AMBIENTE DE UNA PLANTA DE CONCENTRACIÓN DE MINERALES.....	165
5.6	HISTOLOGÍA DENTAL.....	169

5.7	MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO APLICADA A LA RESTAURACIÓN ODONTOLÓGICA.....	174
5.8	INFLUENCIA DEL SUBSTRATO, DEL TRATAMIENTO TÉRMICO Y DEL DOPAJE (Cu) EN LA MORFOLOGÍA DEL WO₃ UTILIZADO COMO UN SENSOR DE GAS.....	177
5.9	ANÁLISIS MORFOLÓGICO POR MEB DE LA SUPERFICIE DEL ZnO APLICADO COMO SENSOR DE GAS CUANDO SE CAMBIAN LAS CONCENTRACIONES DEL Sn COMO DOPANTE.....	184
5.10	APLICACIONES A LA GEOLOGÍA.....	193
5.11	RECONOCIMIENTO DE MINERALES UTILIZADOS EN LA CONSTRUCCIÓN DE CERÁMICAS ARQUEOLÓGICAS (ARQUEOLOGIA).....	196
5.12	EL MEB EN LA RECUPERACIÓN DE ORO.....	200
6	CONCLUSIONES Y SUGERENCIAS PARA TRABAJOS FUTUROS.....	203
7	BIBLIOGRAFÍA.....	207
8	APÉNDICE.....	211
	▪ La microscopía electrónica en el Perú.....	211

RESUMEN

El presente trabajo resume los principios físicos del funcionamiento, el proceso de formación e interpretación de la imagen del Microscopio Electrónico de Barrido (MEB). Asimismo, se describe las diferentes señales obtenidas en el MEB y su relación con las propiedades físicas de la muestra.

En el Capítulo 1 se hace una descripción general del MEB, es decir, las etapas que la conforman y la descripción del funcionamiento de cada una de esas etapas. Además en este capítulo se presentan todos los fundamentos teóricos concernientes a la óptica electrónica, la interacción de los electrones con la materia, las señales que resultan debido al proceso de interacción, y una descripción general de los detectores usados en el MEB.

En el capítulo 2 se explica en detalle el funcionamiento de las distintas lentes que conforman al MEB (cañón electrónico, lente condensadora y lente objetivo); también, en este capítulo, se discute el proceso de formación de imágenes y los criterios que se deben tener en cuenta para obtener una imagen en un tubo de rayos catódicos (TRC).

En el capítulo 3 se describe al MEB HITACHI S-500 y se menciona las condiciones ambientales con que se debe contar para su óptimo funcionamiento. Mientras que en el capítulo 4 se dan las pautas de cómo alinear y operar correctamente al MEB HITACHI S-500. Además, en este capítulo se describe el procedimiento experimental, a seguirse, de cómo preparar las muestras, tanto metálicas como no metálicas, para dejarlo listo para el análisis por MEB

Por último, se presenta una relación de aplicaciones donde se ha utilizado muestras obtenidas en los distintos laboratorios de la facultad de ciencias como de otras facultades y también de algunas muestras procedentes de la industria.

INTRODUCCIÓN

El desarrollo del MEB siempre a estado ligado a la búsqueda de imágenes libres de ruido y de gran resolución (imágenes claras). Para lograr esto, era necesario reducir fuertemente el tamaño de la sonda final y mejorar la recolección de la señal emitida.

En los primeros MEBs la óptica electrónica consistía de tres lentes electrostáticas con bobinas de barrido puestas entre la segunda y la tercera lente^[1]. Con estos primeros MEBs se obtenían resoluciones de hasta 50 nm.

Al principio se usó como señal de entrada la caída de voltaje en una resistencia debido a la corriente generada por la señal de electrones secundarios; con estos primeros MEBs se obtenían resoluciones de hasta 1 μm . Posteriormente se utilizó un tubo multiplicador electrónico como pre-amplificador para la señal; sin embargo, se obtenían imágenes ruidosas^[1]. Everhart y Thornley reemplazaron el tubo multiplicador de electrones por un sistema Centellador, tubo de luz y fotomultiplicador; el cual convierte primero la señal electrónica secundaria en luz y luego ésta en corriente eléctrica. En este sistema se incrementa notablemente la señal colectada, incrementando la razón señal-ruido y mejorando notablemente la imagen y la resolución.

En 1942, Zworykin^[1] desarrolló un análisis teórico donde relacionó las aberraciones de las lentes, el brillo del cañón electrónico y el tamaño de la sonda final, obteniéndose como resultado el tamaño mínimo de la sonda como función de la corriente de sonda. Esto era importante ya que permitía predecir la resolución esperada a partir de la corriente del haz usado.

En 1969, Broes^[1] desarrolló el cátodo de hexaboruro de Lantano (LaB_6), esta fuente proporciona alto brillo electrónico (puede concentrar más corriente por unidad de área) y como resultado una mejor resolución. En 1969 Crewe usó como cañón de electrones una fuente emisora de campo intenso (cuya densidad de corriente es de miles de amperios por centímetro cuadrado) el cual proporciona brillo mucho más alto y hoy en día estos son usadas en los MEBs para obtener imágenes de alta resolución y operar en bajas energías de rayo (muestras biológicas). No obstante ellos necesitan ser operados en alto vacío (10^{-8} Pa o mejores) los cuales, gracias a la tecnología avanzada en vacíos, son conseguidos con relativa facilidad.

En 1956, Smith^[1] sugirió que realizando un procesamiento electrónico de señales se podría mejorar la imagen obtenida; y usó por primera vez un amplificador no lineal (procesamiento gamma). También reemplazó las lentes electrostáticas por las lentes electromagnéticas y mejoró el sistema de barrido introduciendo un sistema de barrido de doble deflexión. Finalmente introdujo por primera vez los astigmatadores en el MEB.

Se han realizado muchas técnicas de procesamiento de señal; desde las técnicas de procesamiento de señal analógico, como son amplificación diferencial, no lineal y de diferenciación, hasta la introducción de las computadoras que proporcionan una señal digital y permiten el almacenamiento de datos. Actualmente muchos MEBs están equipados con cuadros de almacenaje digital que permite la observación temporal de la imagen y posteriormente la transferencia a un disco magnético para su almacenaje permanente. Todos los procesamientos realizados con métodos analógicos así como nuevos procesamientos pueden ser alcanzados con señales digitales. Hoy en día los MEBs están equipados con computadoras con alta resolución gráfica y con potentes programas de análisis de imágenes capaces de procesar y cuantificar las imágenes digitales obtenidas.

Se han encontrado otros tipos de contraste, que requieren un tipo especial de instrumentación, tal como, el contraste de tunelaje electrónico, producido por la orientación del cristal y la interacción de la red con el rayo primario; también contraste magnético, obtenidas en dominios magnéticos de una muestra.

Por otro lado, las técnicas e instrumentación asociadas a la preparación de muestras biológicas fueron también mejorándose, a tal punto que cualquier muestra biológica puede ser examinada con la seguridad que la imagen observada representa un estado antes viviente. Hoy en día se realiza la estabilización de muestras orgánicas delicadas quitando o inmovilizando los fluidos de las células y cubriéndolas con una capa delgada de un material conductor para examinarla en el MEB. El desarrollo de sostenedores de muestras de baja temperatura ayudaron a reducir la pérdida de masa y los daños térmicos en muestras sensibles al calor.

La gran profundidad de campo que ofrece el MEB hace posible observar y analizar objetos en tres dimensiones usando métodos estereoscópicos. La imagen de aspecto tridimensional permite la observación, la interpretación y la medida definitiva de las características morfológicas que ofrece la muestra, lo cual es una de las enormes ventajas que ofrece en comparación con la microscopía de luz.

En un MEB, es posible la adaptación de un detector de rayos X, con lo cual se convierte en un micro-analizador químico de sonda electrónica. Hoy en día los MEBs, en su mayoría, están equipados con estos detectores que les dan mayores capacidades analíticas. De esta manera la información topográfica, cristalográfica y composicional de la misma área de observación puede ser obtenida simultánea y rápidamente.

En la última década se ha introducido en el mercado un MEB que permite observar muestras sometidas a presiones entre 100-1000 Pa conocido como "Microscopio Electrónico de Barrido Ambiental". Este MEB utiliza la técnica de evacuación diferencial^[1] para obtener una presión elevada en la cámara de muestras, mientras mantiene un alto vacío en el cañón de electrones. La técnica de evacuación diferencial consiste en mantener diversas regiones del MEB (cámara de muestras, regiones de las lentes y cañón electrónico) en vacíos moderados cada una con su propio sistema de evacuación dedicado exclusivamente y separados por una pequeña abertura que hace a la vez de abertura limitadora de rayo.

Algunos ejemplos de las distintas aplicaciones que se les pueden dar al MEB (adaptado a un detector de rayos X) se resumen en:

- ◆ Metalurgia. Observación y reconocimiento de micro-estructuras e identificación de fases en piezas metálicas, semi-metálicas y no metálicas.
- ◆ Geología. Identificación y textura (inter-crecimientos) de minerales. Incluidos aquellos minerales que se presentan en bajas concentraciones (del orden de unos pocos ppb), como los minerales de oro y plata.
- ◆ Recuperación de minerales. Análisis de concentrados de minerales: cuantificación e identificación de minerales (metálicos y no metálicos).
- ◆ Estudios forenses. Identificación de partículas que se encuentran en trazas, tales como: fibras, pinturas, tierras, residuos de disparos u otros que contribuyan al esclarecimiento de un hecho.
- ◆ Arqueología. Caracterización metalúrgica (micro-estructura, inclusiones y análisis químico) de objetos arqueo-metalúrgicos. Caracterización de vasijas u otros utensilios cerámicos (micro-estructura, minerales constituyentes). Análisis elemental de pigmentos (minerales) empleados para dar color a distintos objetos.

- ◆ **Biología.** Estudios morfológicos y estructurales (ultra-estructural) de superficies biológicas (células, bacterias, virus).
- ◆ **Medio Ambiente.** Identificación y clasificación (por forma y tamaños) de partículas (metálicas y no metálicas) encontradas en el medio ambiente (ríos y aire), producto de la contaminación que se produce.
- ◆ **Bio-materiales.** Estudio de superficies de materiales Biocompatibles (materiales utilizados para implantaciones), cinéticas de degradación o biodegradación de estos.
- ◆ En el estudio de diversos materiales: Semiconductores, Cerámicos y Polímeros.
- ◆ **Medición, identificación y caracterización morfológica de partículas sólidas** (cuyos tamaños pueden variar desde algunos nanómetros hasta algunos milímetros).

En la actualidad el Perú se ha caracterizado como un país dedicado fuertemente a la extracción y recuperación de minerales. Así mismo, en el área de fabricación y estudio de nuevos materiales cada vez requiere análisis más exigentes. En todos estos estudios el MEB ha resultado ser una herramienta muy poderosa que ayuda a reconocer el tipo de problema, dejando al interesado decidir el tipo de solución mas conveniente.

MOTIVACIÓN Y OBJETIVOS

El presente trabajo viene a ser el primero realizado en la facultad de ciencias de la UNI nuestro medio en base al Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) en lo que se refiere a la parte instrumental, principios físicos y aplicaciones a la física de los materiales. Este trabajo junto al estudio realizado con el Microscopio Electrónico de Transmisión (MET) EM-300 (de la UNI), es un esfuerzo por desarrollar la Microscopía Electrónica en el Perú.

La gran ventaja que posee el MEB (con EDS) casi en todas las áreas de investigación lo convierten en una herramienta indispensable en cualquier laboratorio de investigación y de servicios. Sin embargo, saber como se genera la imagen y cual es su relación con la muestra es parte de la interpretación de las imágenes obtenidas; y el éxito de esta, requiere un reconocimiento del equipo y de la física del proceso de interacción muestra-electrón.

La motivación de la presente tesis fué el planteamiento de un programa de trabajo que diera a conocer las diversas aplicaciones y los alcances del trabajo experimental con un MEB, eventualmente acoplado a un módulo EDS, impulsando esta línea de trabajo en la FC de la UNI. La presente tesis se propuso alcanzar los siguientes objetivos.

- Poner en funcionamiento el Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) HITACHI S-500 de la facultad de Ciencias de la UNI (recibido en donación de la compañía Xerox de USA).
- Acondicionar el laboratorio para el análisis.
- Establecer una metodología de trabajo en el laboratorio de microscopía electrónica, para hacer uso óptimo del MEB.
- Adiestrarse en el uso y mantenimiento del MEB en general (usando como prototipo el MEB HITACHI S-500) conociendo el proceso de cómo se realiza el sondeo, la formación de la imagen y la interpretación respectiva.
- Realizar distintos estudios relacionados a la obtención de distintos materiales (en los laboratorios de investigación de nuestra facultad) y otros estudios relacionados a la ciencia de los materiales.
- Impulsar los alcances del MEB a distintos científicos y empresas que laboran en nuestro medio para contribuir en la solución de su estudio o problema específico.

1 INTRODUCCIÓN Y LOS PRINCIPIOS FÍSICOS DEL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO (MEB)

1.1 DESCRIPCIÓN GENERAL DEL MEB

El MEB es una herramienta de investigación que permite la observación y caracterización superficial de distintos materiales sólidos a escalas microscópicas y sub-microscópicas; para lograr esto, cada punto del área a ser analizada, es irradiada secuencialmente por un fino haz de electrones, conocida como la **sonda electrónica**.

Cuando la sonda electrónica interacciona con un punto de la muestra (un punto es el área de la sección transversal de la sonda electrónica), en ella se produce una serie de dispersiones electrónicas elásticas e inelásticas. La pequeña región donde se producen las interacciones se denomina **volumen de interacción**.

El resultado de las dispersiones genera diversas señales (electrones, fotones y fonones); cuyas intensidades y energías dependen de las propiedades de la muestra. Entre las señales que se producen, podemos mencionar a los electrones secundarios (ES), electrones retrodispersados (ER), electrones Auger (EA), rayos X característicos y fotones de diferentes energías. Cada una de estas señales es sensible a una cierta propiedad física de la muestra (ya sea topografía de la superficie, composición química u orientación cristalográfica).

Estas señales son seleccionadas y recolectadas por detectores específicos, los cuales las convierten en señales eléctricas de vídeo que sirven para modular el brillo de un punto (o pixel) en la pantalla de un Tubo de Rayos Catódicos (TRC). De esta manera, existe una relación entre la propiedad física que presenta dicho punto de la muestra y el brillo del punto en el TRC. Ahora, si la sonda "barre" o recorre toda el área, la variación de dicha propiedad, en cada punto del área, generará una imagen en la pantalla del TRC (Figura N°1.1).

El MEB en su configuración elemental cuenta con una lente electrostática (el cañón de electrones), dos lentes^{*} electromagnéticas demagnificadoras (la lente condensadora y la lente objetivo) y un detector Everhat-Thornley. Las lentes en conjunto, logran formar la sonda electrónica justo sobre la superficie de la muestra; mientras que un par de bobinas deflectoras (una para el eje X y otra para el eje Y),

*En algunos modelos, como el HITACHI S-500, cuentan con tres lentes: dos lentes condensadoras (interconectadas) y una lente objetivo.

colocadas justo antes de la lente objetivo, se encargan de deflectar el haz de electrones, produciéndose el barrido sobre cada punto de la superficie de la muestra. Por otro lado, el detector Everhat-Thornley, tiene la capacidad de detectar tanto la combinación de ES y ER, como ER solamente.

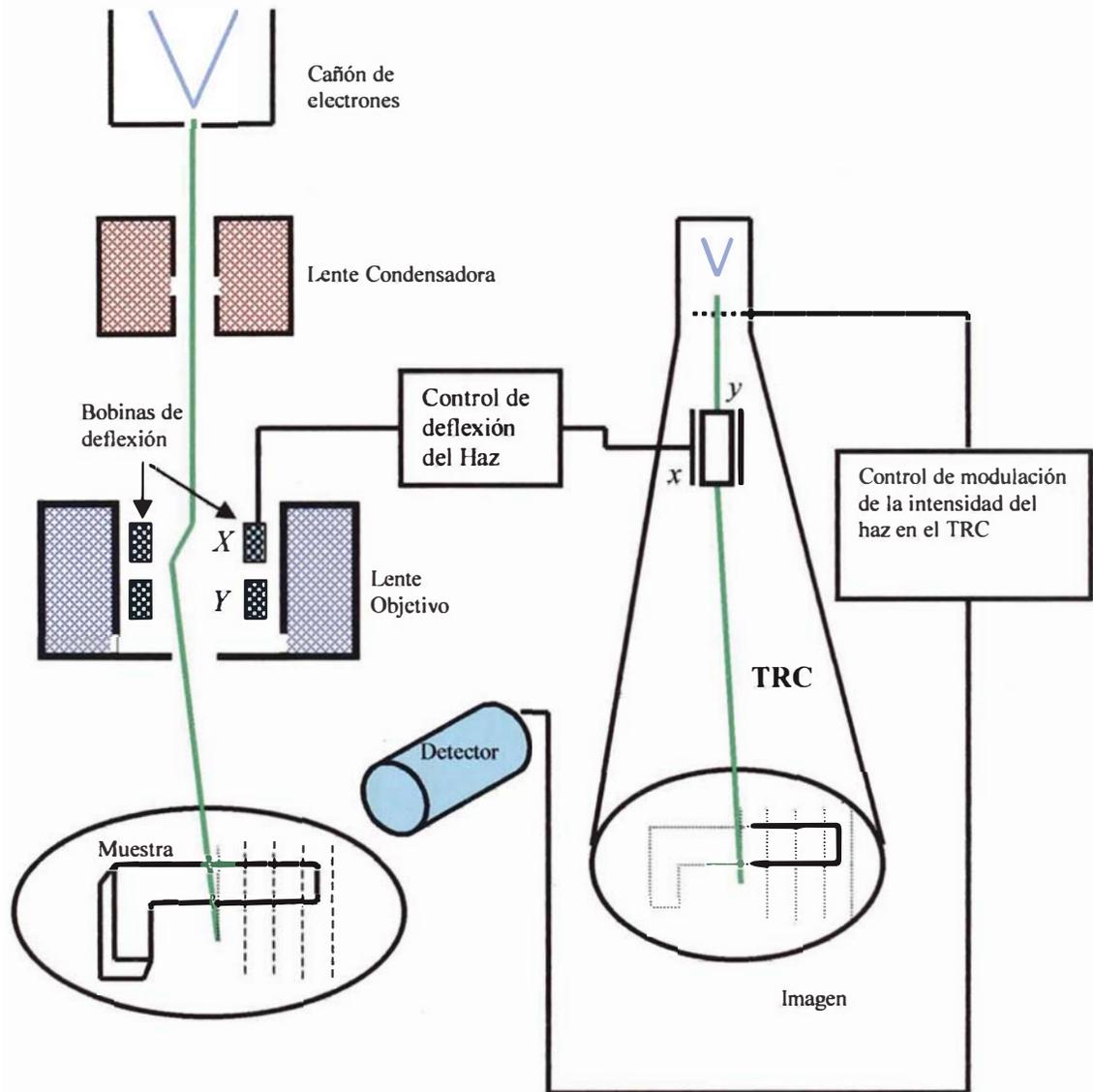


Figura Nº1.1: Diagrama esquemático mostrando el funcionamiento de un Microscopio Electrónico de Barrido^[16].

Para un mejor entendimiento del funcionamiento del MEB, este se puede dividir en tres sistemas fundamentales: el sistema de iluminación, el sistema de detección y procesamiento electrónico de señal, y el sistema de vacío. Para el funcionamiento del MEB es necesario que funcionen estos tres sistemas en forma simultánea.

1.1.1 EL SISTEMA DE ILUMINACIÓN

Llamado también columna electrónica. Se encarga de producir un haz de electrones energéticos, cuyo diámetro final, o diámetro de sonda, sea pequeño; pero, con bastante corriente electrónica (*corriente de sonda*) como para producir suficiente señal cuando el haz interacciona con la muestra.

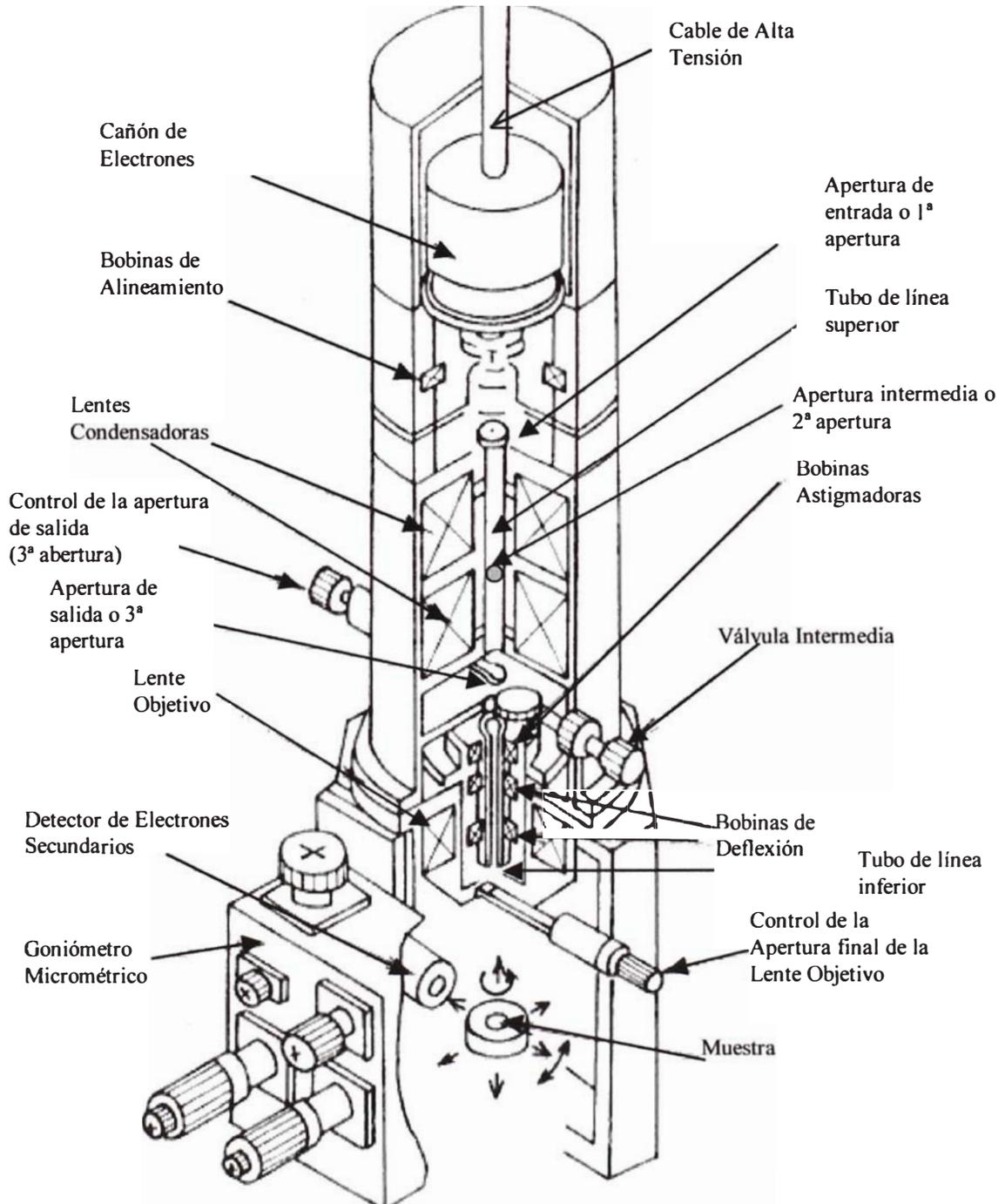


Figura Nº1.2: Sección transversal del Microscopio Electrónico de Barrido (HITACHI S-500)^[16].

La columna electrónica consta básicamente de un cañón de electrones, una o dos lentes condensadoras, una lente objetivo, las bobinas de deflexión, las bobinas de alineamiento (Gun Tilt y Gun Shift), las bobinas astigmadoras y aperturas delimitadoras de corriente (Figura N°1.2).

En el cañón de electrones; los electrones son obtenidos por calentamiento de un delgado filamento de tungsteno (Emisión termoiónica) y son acelerados (energizados) por alto voltaje; además, debido a la configuración geométrica y a los potenciales de los electrodos del cañón (cátodo, ánodo grilla ó Bias), ellos tienden a cruzarse (converger) en una pequeña área circular conocida como el crossover (Capítulo N°2, Figura N°2.1); el diámetro de este crossover puede variar desde 50 hasta 200 μm , siendo más pequeño cuando el voltaje de aceleración es mas alto. El voltaje de aceleración puede variar en la mayoría de los MEBs desde 1 hasta 30 keV.

El crossover sirve como objeto para el juego de lentes subsecuentes, las cuales junto con las aperturas, son usadas por tres motivos: controlar el tamaño, la corriente y el ángulo de incidencia de la sonda final. La disminución del tamaño de la sonda lo hacen en conjunto la lente condensadora y la lente objetivo; la corriente de sonda es controlada por la lente condensadora, la apertura de salida de la lente condensadora y la apertura final de la lente objetivo; mientras que el ángulo de incidencia es controlada por la lente objetivo y su correspondiente apertura final.

Las bobinas de deflexión se encargan de **barrer (o recorrer)** la sonda sobre una pequeña superficie cuadrada de la muestra cuya imagen se desea obtener. El proceso de barrido se logra con dos pares de bobinas de deflexión, un par para cada eje, X e Y, respectivamente. El primer par defleca el haz a lo largo del eje X (posición Y constante) hasta llegar al final del lado del cuadrado, el segundo par desplaza el haz sobre el eje Y a una posición adyacente. Este proceso se repite hasta recorrer una pequeña superficie cuadrada de la muestra. Simultáneamente, se defleca el haz de electrones del TRC hasta barrer completamente la pantalla, correspondiendo así cada punto analizado en la muestra con cada punto de la pantalla del TRC.

1.1.2 SISTEMA DE DETECCIÓN DE SEÑAL

Los ES y ER, emitidos por la muestra después de que el haz de electrones interactúen con la muestra, pueden ser colectados por el detector Everhart-Thornley.

* En sistemas antiguos, como el MEB HITACHI S-500, el Gun Shift y el Gun Tilt está conformado por un sistema mecánico, además de una bobina electromagnética Gun Tilt para afinamiento fino.

Este está compuesto por un sistema Centellador-Fotomultiplicador, que en conjunto convierten estas señales en señales eléctricas de vídeo que posteriormente es amplificada y usada para controlar el brillo del TRC.

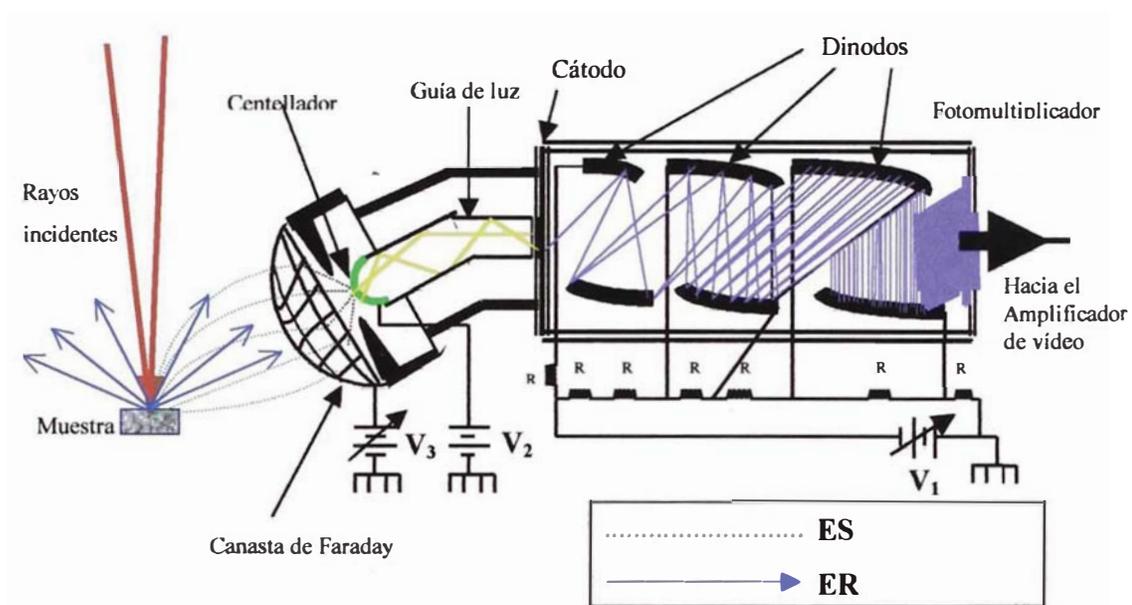


Figura Nº1.3: Diagrama esquemático del detector Everhat-Thomley^{18J}.

La canasta de FÁraday, cumple doble función, puede ayudar a coleccionar todos los ES (300 V), así como repelerlos (-50 V) en su totalidad (Capítulo Nº2.2). El centellador es de CaF_2 dopado con europio, cuya función es emitir luz cada vez que son golpeados con electrones energéticos (es por esto que el centellador esta conectado a un potencial externo de 12 kV, el cual eleva la energía de los electrones secundarios incidentes). La luz emitida por el centellador es conducida hacia el fotomultiplicador por medio de una guía de luz (varilla de vidrio transparente). El fotomultiplicador se encarga de convertir los fotones en pulsos eléctricos. Cada vez que la luz golpea la fotocelda de entrada del fotomultiplicador (compuesto de antimonio y bario), esta produce electrones (efecto fotoeléctrico), los cuales son acelerados y multiplicados (emisión de electrones secundarios) por placas (dinodos) puestas a potenciales crecientes (Figura Nº1.3).

1.1.3 SISTEMA DE VACÍO

Las razones por el cual el sistema de vacío es importante en el MEB son:

- Los rayos electrónicos no pueden ser generados y mantenidos en un ambiente con gas (aire); ya que el alto voltaje requerido, ionizaría al gas, y provocaría descargas eléctricas indeseables en el cañón (esto generaría corrientes de sonda inestables).

- La presencia del oxígeno, puede provocar la oxidación del material emisor, disminuyendo su eficiencia y su tiempo de vida.
- Las moléculas de gas en la cámara de muestras interactúan con los electrones secundarios (ionizándolas o desviándolas) no permitiendo que lleguen al detector.
- Los gases en la cámara de muestras, ya sea aire y/o los gases formados por evaporación de la muestra, pueden formar compuestos, que al condensarse sobre la muestra (contaminación) no permita el análisis correcto de ella.

El sistema de vacío está conformado por una bomba mecánica rotatoria y una bomba difusora de aceite o una turbo-molecular, que en conjunto llegan a alcanzar un vacío de 10^{-4} Pa.

Bomba mecánica rotatoria: También llamada bomba de bajo vacío, ya que la presión final alcanzada es de alrededor de 0,1 Pa. Su velocidad de transferencia es de aproximadamente 100 l/min. Posee dos funciones específicas: primero realiza un vacío previo en el MEB (0.1 Pa), donde la bomba de alto vacío opera más eficientemente; posteriormente, esta sirve como bomba de desfogue para la bomba de alto vacío (capítulo N°3).

Bomba difusora de Aceite: llamada también bomba de alto vacío, ya que alcanza presiones de hasta 10^{-4} Pa. Su velocidad de evacuación es aproximadamente 1000 l/s. Su función principal es crear el alto vacío dentro del MEB. Cuando esta bomba no funciona en condiciones óptimas; moléculas de aceite pueden difundirse hasta llegar a la muestra y a la columna del MEB, contaminándolas. Esta es la desventaja principal de este tipo de bombas.

Bomba turbo-molecular: Proporciona altos vacíos más "limpios" (sin partículas de aceite), ya que utiliza un diseño puramente mecánico. El principio de funcionamiento de éste tipo de bombas es parecido a la de una compresora de aire común. Consiste de placas conectados a rotores, las cuales son conectadas a un eje común, el cual los hace girar a grandes velocidades (90000 rpm). El diseño geométrico de las placas es de tal forma que al golpear a las moléculas de gas los envía a la parte inmediata inferior de la bomba, donde otra placa hará lo mismo. De esta manera, el aire es llevado hasta la parte inferior de la bomba, donde la bomba mecánica expulsará el aire hacia el exterior. La desventaja de este tipo de bombas es su alto costo en el mercado y la vibración producida al girar los rotores.

Existen otros tipos de bombas de alto vacío, como la Bomba Getter, bombas de cryo-adsorción y la bomba iónica (por “sputtering”). A diferencia de las anteriores que expulsan el gas hacia fuera del MEB, éstas lo retienen dentro del MEB, en la superficie de la bomba. Estas superficies son usualmente enfriadas con Nitrógeno líquido para mejorar la velocidad de captura. Después de un periodo de tiempo de uso, la superficie debe ser renovada. Esto se logra, ya sea, cubriéndola por sublimación del mismo material (Bombas Getter y bombas de cryo-adsorción) o evaporando las moléculas del gas (dejando la bomba a temperatura ambiente). De esta manera, la superficie queda libre para las próximas capturas. Estos tipos de bombas son usados para conseguir ultra altos vacíos (alrededor de 10^{-5} Pa), los cuales son necesarios para el funcionamiento de cañones de electrones especiales, como el hexaboruro de Lantano (LaB_6) o fuentes emisoras de campo.

Configuración del sistema de vacío

Las configuraciones del sistema de vacío casi no varían para los distintos modelos de Microscopios. En la Figura N°1.4 se muestra dos distintas configuraciones: con bomba difusora y bomba turbomolecular; MEB HITACHI S-500 y MEB PHILIPS 515 respectivamente. Ambos sistemas utilizan circuitos electrónicos lógicos que realizan el alto vacío automáticamente.

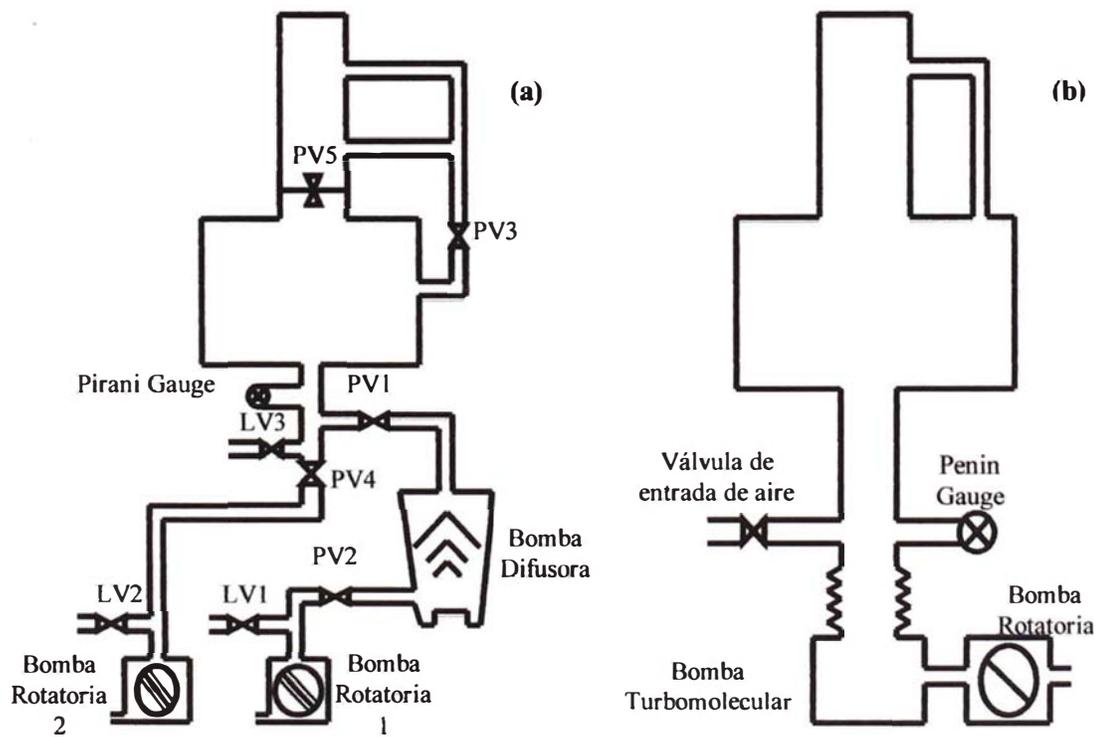


Figura N°1.4: a) Configuración de sistemas de vacío con bomba difusora; y b) con bomba turbomolecular^[17, 18]. El Pirani Gauge y el Penin Gauge son medidores de vacío^[21]. PV1 al PV5 son válvulas electro-neumáticas, mientras que LV1; LV2 y LV3 son válvulas electromagnéticas de entrada de aire.

1.2 ÓPTICA ELECTRÓNICA

Para describir el comportamiento del haz de electrones a través de lentes electromagnéticas (utilizadas para formar la sonda electrónica final), la óptica electrónica, utiliza las leyes de la *óptica geométrica para lentes ideales*^[10]. Esto es posible debido a la analogía que presenta el principio de mínima acción^[11]

($\delta \int_A^B mv ds = 0$ *, usados para describir el recorrido de las partículas a través de dos

medios diferentes), con el principio de Fermat^[10] ($\delta \int_A^B n ds = 0$, usados para describir el

recorrido de la luz a través de dos medios diferentes); Figura N°1.5.

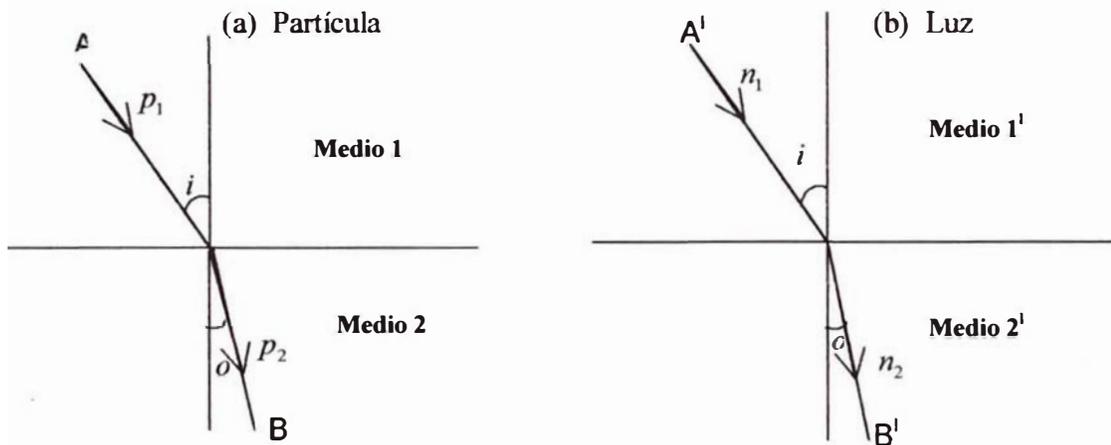


Figura N°1.5 a) camino seguido por una partícula a través de dos medios diferentes
b) camino seguido por un rayo de luz a través de dos medios diferentes.

Estos resultados sugieren que los métodos de la *óptica geométrica*, pueden ser usados para resolver problemas mecánicos (movimiento del electrón), siempre en cuando se asocia el momento (p) que lleva la partícula con el índice de refracción. Es decir^[2]:

$$n : p \quad (1.1)$$

Consideremos a un electrón que es abandonado, con velocidad cero ($p = 0$), sobre un campo cuyo potencial varía desde cero hasta un valor máximo φ_2 . El índice de refracción en cualquier punto de la superficie equipotencial φ está dado por^[2]:

$$\frac{p^2}{2m} = e\varphi \Rightarrow n : \sqrt{2me\varphi} \quad (1.2)$$

*En realidad el principio de mínima acción es $\delta \int_A^B T dt = 0$, pero $p ds = 2T dt$, entonces queda $\delta \int_A^B mv ds = 0$.

Por otro lado, Las leyes básicas de la *óptica geométrica*^[10], (Figura N°1.5):

1. La propagación de los rayos es en línea recta donde n es constante.
2. La ley de Reflexión: $i = o$.
3. La ley de Refracción: $\frac{\text{sen } i}{\text{sen } o} = \frac{n_2}{n_1}$.
4. La independencia de los rayos.

Estas son cumplidas tanto para la óptica geométrica y la óptica electrónica^[2]. Las tres primeras se deducen fácilmente del principio de Fermat y del principio mínima acción. La cuarta es válida para fotones de baja energía; mientras que para la óptica electrónica, solo se cumple cuando la densidad de corriente electrónica es muy baja, de tal manera que los electrones no interactuen entre sí.

1.2.1 LENTES ELECTRÓNICAS

Mientras que las lentes usadas en la óptica de la luz visible son de vidrio; ciertas distribuciones de campos (eléctricos o magnéticos) pueden ser usadas como lentes para los rayos electrónicos. En estos casos, el cambio del índice de refracción es continua, y los rayos son curvas continuas (dentro del campo).

Ahora, para que un sistema físico se comporte como una lente ideal, esta debe cumplir las tres condiciones de Clerk Maxwell, válidas para la óptica geométrica^[2].

1. Cada rayo procedente de un punto del objeto, debe después de pasar a través del instrumento converger a, o diverger de, un simple punto de la imagen.
2. Si el objeto es una superficie plana, perpendicular al eje del instrumento, la imagen de algún punto de este debe también yacer en un plano perpendicular a este.
3. La imagen de un objeto sobre este plano debe ser similar al objeto, ya sea si sus dimensiones lineales se alteren o no.

Sin embargo, se ha demostrado que ningún sistema físico⁷ puede ser construido y satisfacer los requerimientos de una lente ideal^[2]. No obstante, en la aproximación de

⁷Estas interacciones son conocidas como el efecto Boersch y provocan una leve dispersión en la energía de los electrones^[3].

Un sistema físico puede ser: una lente convencional de vidrio, una lente magnética, una lente electrostática o cualquier dispositivo usado como una lente.

rayos paraxiales^[10] (rayos cercanos al eje), el sistema físico se comporta como una lente ideal; y es por esto que son válidas todas las fórmulas (conocidas) para las lentes ideales.

Si R es el campo (ya sea eléctrico o magnético) dentro de la lente (no existe carga encerrada) entonces se debe cumplir:

$$\frac{\partial R_x}{\partial x} + \frac{\partial R_y}{\partial y} + \frac{\partial R_z}{\partial z} = 0 \quad (1.3)$$

La segunda condición de Clerk Maxwell nos sugiere que cualquier tipo de lente debe tener un eje de simetría. Por lo tanto, la distribución de campo, eléctrico o magnético (o los potenciales respectivos), deben tener un eje de simetría. si R se representa por un potencial escalar $p_{(r,z)}$, este debe de cumplir (usando coordenadas cilíndricas):

$$\frac{\partial^2 p}{\partial x^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial p}{\partial r} \right) = 0 \quad (1.4)$$

La solución a esta ecuación, teniendo en cuenta la aproximación paraxial, es^[2]:

$$p_{(r,z)} = q_{(z)} - \frac{q_{(z)}''}{4} r^2 + \frac{q_{(z)}''''}{64} r^4 - \dots \quad (1.5)$$

Donde $q_{(z)} = p_{(0,z)}$; y las derivadas están con respecto a z .

1.2.1.1 LENTES ELECTROSTÁTICAS

Están constituidas por un sistema de electrodos, cuyos potenciales electrostáticos están dispuestos para obtener una distribución de campo axialmente simétrico. La Figura N°1.6 representa la región de una lente (cuyo eje Z representa el eje de simetría), en donde el campo dentro de la lente está representado por el potencial $\varphi_{(r,z)}$; y $\phi_{(z)}$ es el potencial en el eje de simetría ($\phi_{(z)} = \varphi_{(0,z)}$); φ_0 y φ_i son los potenciales de entrada y salida (fuera de la lente); y α es ángulo de la pendiente (r_o') de la trayectoria del electrón justo en la entrada de la lente ($r = r_o, z = 0$).

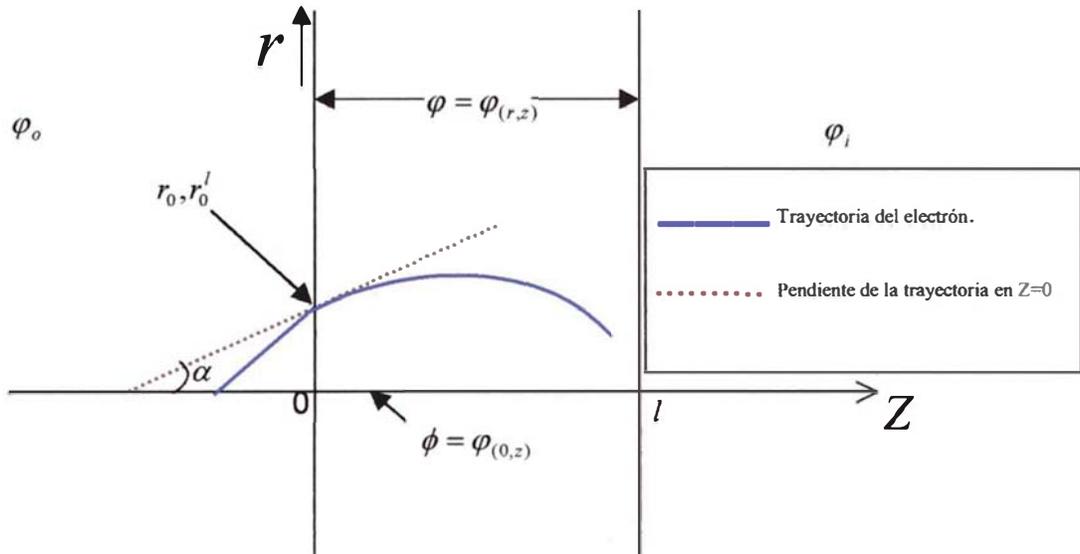


Figura N°1.6: Diagrama de la trayectoria de un electrón en un campo electrostático axialmente simétrico^[2].

Para encontrar la ecuación de la trayectoria de un electrón, cuando éste ingresa ($z = 0$) a la región del campo (Figura N°1.6) a una distancia r_0 con pendiente de trayectoria r'_0 , se debe de aplicar la 2º ley de Newton^[2].

$$\frac{d(m\dot{r})}{dt} = e \frac{\partial \phi}{\partial r} \quad (1.6)$$

Usando la aproximación paraxial (Ecuación N°1.5), la ecuación anterior queda^[2]:

$$r'' + \frac{\phi'}{2\phi} r' + \frac{\phi''}{4\phi} r = 0 \quad (1.7)$$

Donde todas las derivadas son con respecto a z . La solución a esta ecuación es:

$$r = r_0 P_{(z)} + r'_0 Q_{(z)} \quad (1.8)$$

Donde, $P_{(z)}$, $Q_{(z)}$ son funciones de z solamente.

No Obstante, la expresión anterior es la ecuación de la trayectoria para los rayos paraxiales que atraviesan un campo eléctrico axialmente simétrico. Las conclusiones obtenidas del comportamiento de este sistema están de acuerdo con propiedades de una lente ideal. Entre las deducciones más importantes obtenidas de la Ecuación N°1.8 se pueden mencionar^[2]:

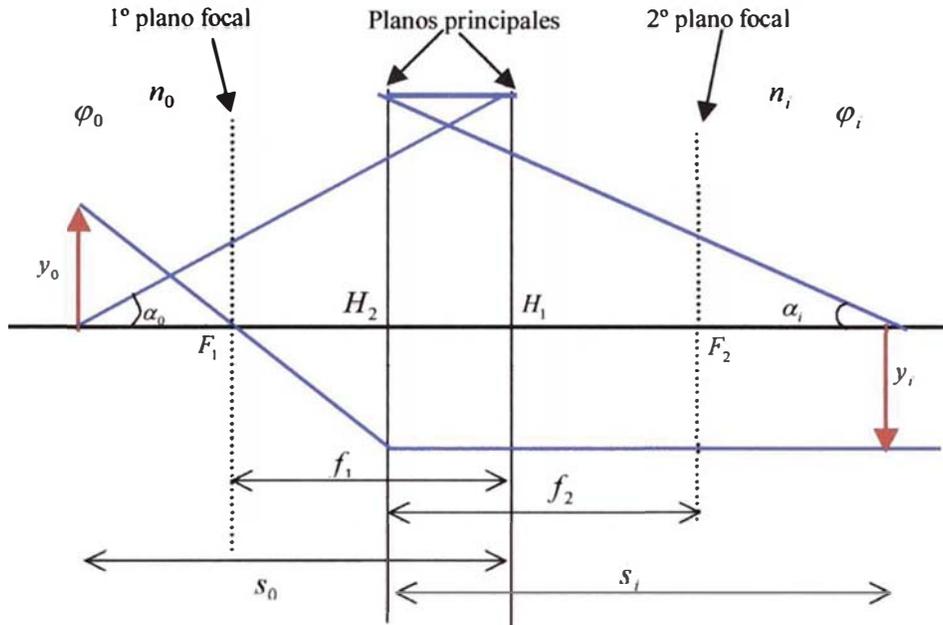


Figura N°1.7: Puntos y planos principales para una lente electrostática.^[2] H_1 y H_2 son los puntos principales; F_1 y F_2 son los puntos focales.

Todas las formulas validas para lentes ideales son validas para las lentes electrostáticas, teniendo en cuenta que el índice de refracción en este caso es $\sqrt{\varphi}$

$$\frac{\varphi_o^{1/2}}{s_o} + \frac{\varphi_i^{1/2}}{s_i} = \frac{\varphi_o^{1/2}}{f_1} = \frac{\varphi_i^{1/2}}{f_2} \quad (1.9)$$

$$M = \frac{y_i}{y_o} = \frac{n_o \alpha_o}{n_i \alpha_i} = \frac{\alpha_o}{\alpha_i} \sqrt{\frac{\varphi_o}{\varphi_i}} \quad (1.10)$$

$$\frac{f_1}{f_2} = \sqrt{\frac{\varphi_o}{\varphi_i}} \quad (1.11)$$

1. Si φ_o, φ_i son constantes los planos principales son cruzados (ver Figura N°1.7).
2. Si una lente electrostática es rodeada por regiones donde φ es constante, la lente es siempre convergente.

En las regiones fuera de la lente, los potenciales son constantes y los rayos son líneas rectas. Mientras que dentro de esta región, $0 < Z < l$, la trayectoria esta dada por la solución de la segunda ley de Newton.

Un ejemplo aplicado al MEB sobre este tema, es el cañón de electrones, el cual es una lente convergente que consta de tres electrodos: cátodo, grilla y ánodo (ver Capitulo N°2.1).

1.2.1.2 LENTES MAGNÉTICAS.

Al igual que las lentes electrostáticas, las lentes magnéticas son constituidos por campos magnéticos axialmente simétricos; los cuales son producidos por una corriente eléctrica que circula por una bobina. El campo producido es transportado a una pequeña región (región de la lente) por medio de un circuito magnético (barras de hierro); la forma final del campo lo determina el par de piezas polares (norte y sur), que son pequeños conos de hierro que se colocan en los extremos finales del circuito magnético^[2]. La distribución del campo característico para las lentes magnéticas es mostrada en la Figura N°1.8.

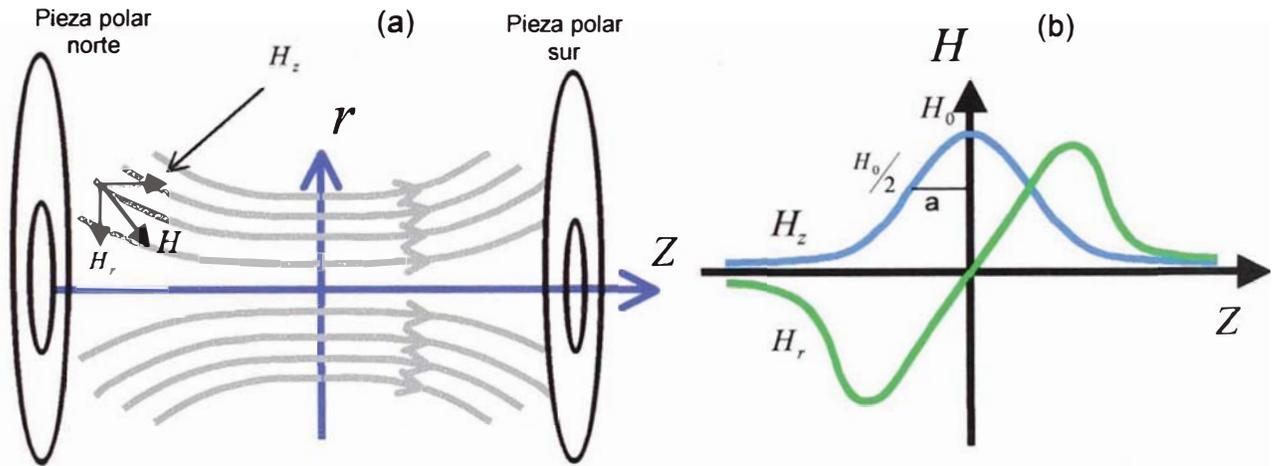


Figura N°1.8: (a) Mostrando las líneas de campo magnético a lo largo del eje de simetría (Z) o eje óptico; (b) la distribución de intensidades de los campos H_z y H_r , cerca al eje^[2].

En la aproximación paraxial, las componentes radial (H_r) y axial (H_z), del campo magnético axialmente simétrico \vec{H} , pueden obtenerse a partir del potencial magnético escalar^[12] M y usando la aproximación paraxial (Ecuación N°1.5):

$$H_z = \frac{\partial M}{\partial Z} = m'_{(z)} - \frac{m''''_{(z)}}{4} r^2 + \frac{m''''_{(z)}}{64} r^4 - \dots \quad (1.12)$$

$$H_r = \frac{\partial M}{\partial r} = -\frac{m''_{(z)}}{2} r + \frac{m''''_{(z)}}{16} r^3 - \dots \quad (1.13)$$

Donde, $m_{(z)}$ es el valor del potencial magnético en el eje Z, es decir $m_{(z)} = M_{(0,z)}$

También (como r es pequeño):

$$H_r \approx -\frac{r}{2} \frac{\partial H_z}{\partial z} \quad (1.14)$$

Para encontrar la trayectoria de un electrón en la región del campo (región de la lente) es necesario resolver la 2ª ley de Newton:

$$\overline{F} = -\frac{e}{c} \overline{V_x} \overline{H} \quad (1.15)$$

ó utilizando coordenadas cilíndricas^[12]

$$F_r = -\frac{e}{c} r H_z \frac{d\theta}{dt} \quad (1.16)$$

$$F_\theta = -\frac{e}{c} H_r \frac{dZ}{dt} + \frac{e}{c} H_z \frac{dr}{dt} \quad (1.17)$$

Utilizando las Ecuaciones N°1.12, 1.13 y 1.14 (aproximación paraxial) y teniendo en cuenta además que el electrón lleva energía cinética (producto de un potencial de aceleración φ), las ecuaciones se reducen a^[2]:

$$r'' = -\left(\frac{e}{8mc^2\varphi}\right) r H_z^2 \quad (1.18)$$

$$\theta'_{(z)} = \left(\frac{e}{8mc^2\varphi}\right)^{1/2} H_z \quad (1.19)$$

Donde todas las derivadas son con respecto a z ; y φ es el potencial de aceleración.

La solución en ambos casos son respectivamente:

$$r = r_0 P_{(z)} + r_0' Q_{(z)} \quad (1.20)$$

$$\theta_i = \left(\frac{e}{8mc^2\varphi}\right)^{1/2} \int_0^i H_z dz \quad (1.21)$$

Donde, $P_{(z)}, Q_{(z)}$ son funciones de Z solamente.

Las deducciones obtenidas de la Ecuación N°1.20 están de acuerdo con las propiedades de una lente ideal. Mientras que la Ecuación N°1.21 indica que todos los rayos que atraviesan la región del campo rotarán un ángulo θ adicional.

Por lo tanto, todo campo magnético axialmente simétrico, en la aproximación paraxial, se comportará como una lente ideal para electrones. De esta manera, todas las relaciones conocidas para las lentes ideales pueden ser aplicadas para las lentes magnéticas, con la salvedad que la imagen siempre aparecerá rotada un ángulo θ° (Figura N°1.9).

Una descripción cualitativa de la acción de enfoque de una lente magnética es la siguiente: Un rayo inicialmente paralelo es afectado por la componente radial del campo magnético y sufre una fuerza en dirección perpendicular al plano de la hoja, el cual crea una componente de velocidad $r \dot{\theta}$ en esta dirección. Esta componente de la velocidad interactúan con la componente Z del campo magnético, el cual crea una fuerza hacia el eje de la lente. Esta fuerza es la responsable de la acción de enfoque.

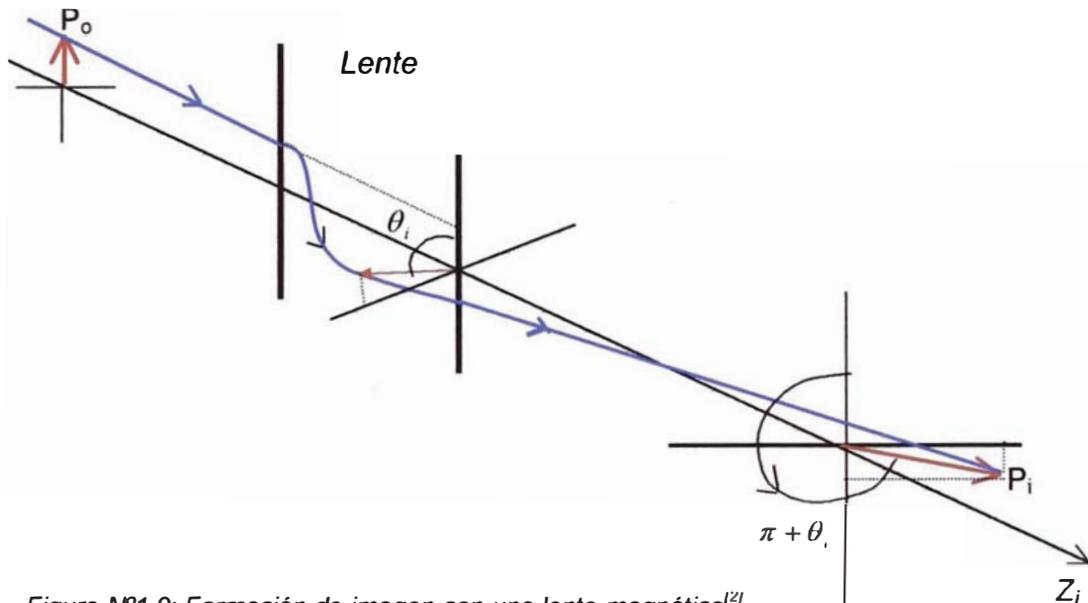


Figura N°1.9: Formación de imagen con una lente magnética^[2].

A continuación se mencionan algunas características de las lentes magnéticas que son deducidas de las Ecuaciones N°1.20 y N°1.21^[2]:

1. Todas las fórmulas válidas para lentes ideales se aplican a las lentes magnéticas.
2. Todas las lentes magnéticas son siempre convergentes, ya sea si el objeto se encuentra dentro del campo magnético o no. Lo cual es cierto para las lentes electrostáticas, siempre en cuando, el objeto este libre de campo.
3. En la ausencia de campos electrostáticos, el índice de refracción es la misma en el espacio objeto y en el espacio imagen, y por lo tanto $f_1 = f_2$.
4. Los planos principales son siempre cruzados.
5. Las propiedades de enfocamiento dependen críticamente de φ , el potencial de aceleración.

6. La imagen se encuentra rotada a un ángulo de $180^\circ + \theta_i$, con respecto al objeto.
7. Debido a que θ no aparece en la ecuación para r' , es posible emplear la construcción geométrica para rayos en un plano r, z . La rotación de la imagen puede ser añadida posteriormente.

Las lentes usadas en el MEB generalmente producen campos cuya distribución para H_z tiene la forma de campana (ver la Figura N°1.8(b));

$$H_z = \frac{H_o}{1 + (z/a)^2} \quad (1.22)$$

Donde H_o es el valor máximo de H_z y a es una constante igual al semi-ancho de la distribución a media altura.

Si H_o es pequeña (lente débil), y la distancia entre las piezas polares es pequeña (lente delgada); el cálculo de la longitud focal y el ángulo de rotación es inmediato.

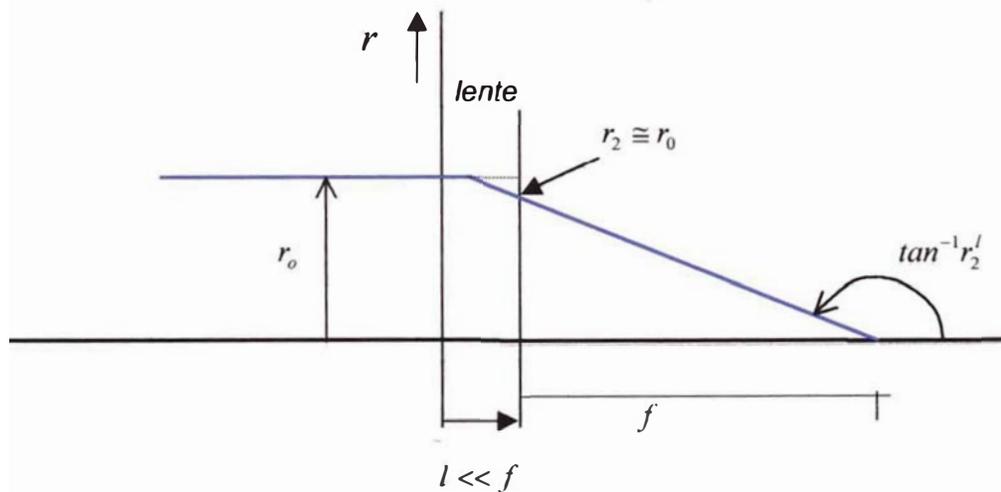


Figura N° 1.10: Diagrama esquemático de una lente delgada^[2].

Del gráfico anterior:

$$\frac{r_o}{f} = -r_2^l \quad (1.23)$$

Integrando la Ecuación N°1.18 y utilizando la Ecuación N°1.23, obtenemos:

$$\frac{1}{f} = \frac{e}{8mc^2\phi_0} \int_0^l H_z^2 dz \quad (1.24)$$

De la Ecuación N°1.19, θ_i esta dado por:

$$\theta_i = \left(\frac{e}{8mc^2\phi} \right)^{1/2} \int_0^l H_z dz \quad (1.25)$$

Introduciendo el valor del campo magnético dado por la Ecuación N°1.22 (forma de campana), se obtiene:

$$f = \frac{2a}{\pi K^2} \quad \text{Para} \quad K^2 \ll 1 \quad (\text{Lente delgada y débil}) \quad (1.26)$$

Donde

$$K^2 = \frac{eH_0^2 a^2}{8mc^2 \phi} = \frac{eH_0^2 a^2}{8mV} \quad (1.27)$$

Donde: V es el voltaje de aceleración inicial de los electrones, y está en voltios.

Pero el campo H_0 depende directamente de la corriente I que circula por la bobina de la lente y del número de vueltas con que ésta cuenta; es decir:

$$H_0 \propto NI \quad (1.28)$$

Por lo tanto, la distancia focal será:

$$f \propto \frac{V}{(NI)^2} \quad (1.29)$$

Por otro lado, el ángulo de rotación esta dado por:

$$\theta = \pi K \quad \text{para} \quad K^2 \ll 1 \quad (1.30)$$

también:

$$\theta \propto \frac{NI}{\sqrt{V}} \quad (1.31)$$

Es decir, la longitud focal y el ángulo de rotación cambiarán cuando el voltaje de aceleración inicial V cambie, y/o cuando la corriente que circula por las bobinas de las lentes cambie I . Este efecto se manifiesta en la pantalla del TRC como una rotación de la imagen.

1.3 INTERACCIÓN DE LOS ELECTRONES CON LA MATERIA (SÓLIDO)

Cuando un haz de electrones con determinada energía interacciona con los átomos del sólido, lo hace en forma elástica o inelástica^[3]. La dispersión elástica es responsable de la desviación de la trayectoria de los electrones dentro del sólido, dando lugar a los electrones dispersados fuera de la superficie, conocidos como electrones retrodispersados; mientras que la dispersión inelástica, limita la profundidad de penetración, y van creando a su paso otros tipos de señales (EA, ES, RX característicos, etc.) hasta que ellos son capturados por el sólido.

1.3.1 DISPERSIÓN ELÁSTICA:

Se llama interacción elástica a la colisión de los electrones energéticos incidentes con el núcleo de un átomo, parcialmente *apantallados* por los electrones orbitales; sin pérdida de energía, solo una desviación de su dirección inicial. En cada interacción elástica puede producirse una desviación entre 0° y 180°. La sección transversal diferencial, para una desviación ω con respecto a la dirección inicial, es descrita por la expresión de Rutherford para núcleos apantallados^[3]:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} \approx \frac{e^4}{16\pi^2 \epsilon_0^2} \frac{Z^2}{E^2} \frac{1}{\left[\sin^2(\omega/2) + \left(\frac{\lambda}{4\pi a_H Z^{-1/3}} \right)^2 \right]^2} \quad (1.32)$$

Donde, Z es el número atómico, E es la energía del electrón, e es la carga del electrón, ϵ_0 es la permitividad eléctrica, a_H es el radio de Bohr y λ es la longitud de onda del electrón incidente^[3].

1.3.2 DISPERSIÓN INELÁSTICA:

En un proceso inelástico el electrón energético incidente interactúa con los electrones orbitales de los átomos de la muestra; tanto con los de las capas interiores (enlace fuerte) como con los electrones de la periferia (débilmente enlazados). Después de la interacción, el electrón pierde energía cinética, la pérdida puede ser de solo algunos eV como de la totalidad de la energía que tiene. En este proceso los electrones sólo se desvían un pequeño ángulo, generalmente menor a 0.1°.

Entre los procesos de dispersión inelástica más importantes para el MEB^[3] tenemos: excitación del Fonón^[1], excitación del Plasmón^[3], excitación de electrones

secundarios^[3], ionización de capas interiores del átomo (producción de rayos X característicos o electrones Auger) y Bremsstrahlung o rayos X continuos.

Las secciones transversales para cada proceso inelástico, en general es difícil de obtener para cada muestra. Sin embargo, en muchos cálculos es conveniente agrupar todos los procesos inelásticos y considerar que el electrón va perdiendo energía continuamente (dE/ds) durante su recorrido por la muestra. Según Bethe^[1], la pérdida de energía, en keV/nm , está dado por:

$$\frac{dE}{ds} = -2\pi e^4 N_A \frac{Z\rho}{AE_m} \ln \frac{1.166E_m}{J} \quad (1.33)$$

Donde: N_A es el número de Avogadro, Z es el número atómico, A es el peso atómico, ρ es la densidad de la muestra, E_m es la energía media (en keV) a lo largo del segmento s y J es el potencial de ionización (keV).

El potencial de ionización se define como la pérdida de energía promedio para la interacción inelástica (considerando todos los procesos de pérdida de energía); y ha sido obtenido por Berger y Seltzer como^[1]:

$$J_{(KeV)} = (9.76Z + 58.5Z^{-0.19}) \times 10^{-3} \quad (1.34)$$

1.3.3 VOLUMEN DE INTERACCIÓN Y RANGO ELECTRÓNICO

Los efectos combinados de la dispersión elástica e inelástica, dan lugar a una región sobre la cual, los electrones interactúan con el sólido cediéndoles energía y produciendo señales medibles. Esta región es conocida como el volumen de interacción^[3]. La forma y profundidad del volumen de interacción limita la resolución máxima que puede alcanzar el MEB. A esta profundidad se le conoce como rango electrónico. Kanaya y Okayama^[1], encontraron experimentalmente una expresión para el rango electrónico (R_{KO}):

$$R_{KO} = \frac{0.0276AE_0^{1.67}}{Z^{0.89}\rho} \quad (1.35)$$

Para determinar el volumen de interacción en determinada muestra de interés se usa la técnica de simulación de Montecarlo^[3]. No obstante, las formas del volumen de interacción pueden ser comprendidas cualitativamente utilizando la expresión de Rutherford (Ecuación N°1.32) y la fórmula de Bethe (Ecuación N°1.33).

En la Figuras N°1.11(a) se observa la variación del volumen de interacción si se varía la energía del electrón incidente, en una muestra de Hierro. Cerca de la superficie ellos no sufren muchas interacciones elásticas ($\sigma \propto 1/E^2$), ni pierden rápidamente su energía ($dE/ds \propto 1/E$); mas bien, conservan su dirección inicial. Después que han perdido suficiente energía comienzan a sufrir mas interacciones elásticas ($\sigma \propto 1/E^2$) y se desvían de su camino original, perdiendo con mas rapidez su energía. La profundidad y el ancho de está, será mayor cuando la energía de los electrones incidentes es mayor.

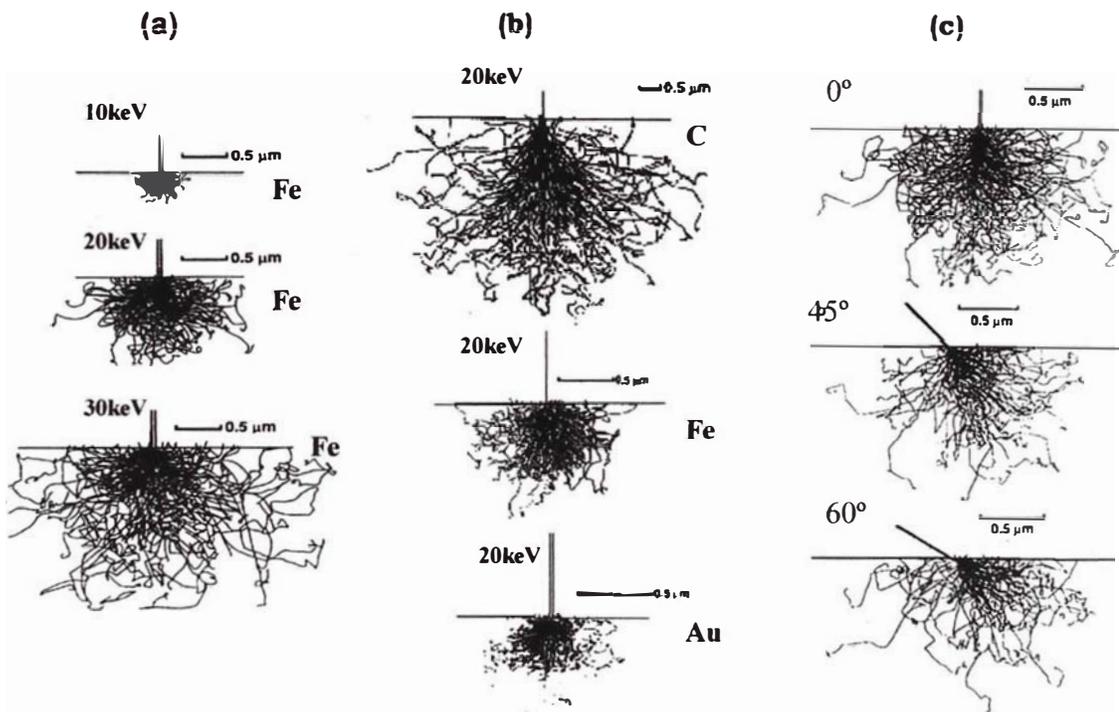


Figura N°1.11: Comparación de la forma y profundidad, utilizando la simulación de Montecarlo, para: (a) distintas energías de haz de electrones, 10 keV, 20 keV y 30 keV; b) distintas muestras: C, Fe y Au; y (c) distintos ángulos de incidencia: 0°, 45° y 60°.

En las Figuras 1.11(b) se muestra los diferentes volúmenes de interacción cuando un haz de electrones con 20 keV de energía inciden sobre muestras cuyos números atómicos promedio son diferentes. En materiales cuyo número atómico promedio es alto, aumenta la probabilidad para la dispersión elástica ($\sigma \propto Z^2$), los electrones rápidamente cambian su dirección inicial de vuelo y retornan a la superficie; la forma del volumen de interacción es parecido a la de una semi-esfera (con el centro en el punto de impacto). En materiales de menor número atómico la probabilidad de sufrir una dispersión elástica es relativamente menor, por ende los electrones conservan su

dirección inicial de viaje, permitiendo una penetración mayor; en este caso, la forma aproximada para el volumen de interacción es parecido a la de una "pera".

Si la muestra está inclinada, el volumen de interacción disminuye; pero, éste se extiende a lo largo de la superficie de la muestra (Figura N°1.11(c)). Al principio los electrones tienden a seguir su dirección inicial de vuelo (poca dispersión elástica); y cuando ellos acumulan un ángulo de dispersión grande, retornaran hacia la superficie dejando la muestra. Debido a esto, la profundidad de penetración disminuye; el recorrido lateral paralelo a la superficie crece; y aumenta la cantidad de electrones retrodispersados.

1.4 SEÑALES OBTENIDAS EN EL PROCESO DE INTERACCIÓN

Entre las señales que se producen, podemos mencionar a los electrones secundarios (ES), electrones retrodispersados (ER), electrones Auger (EA), rayos X característicos, rayos X continuos y fotones de bajas energías (Figura N°1.12). Cada una de estas señales es sensible a una cierta propiedad física de la muestra (ya sea topografía de la superficie, composición química u orientación cristalográfica).

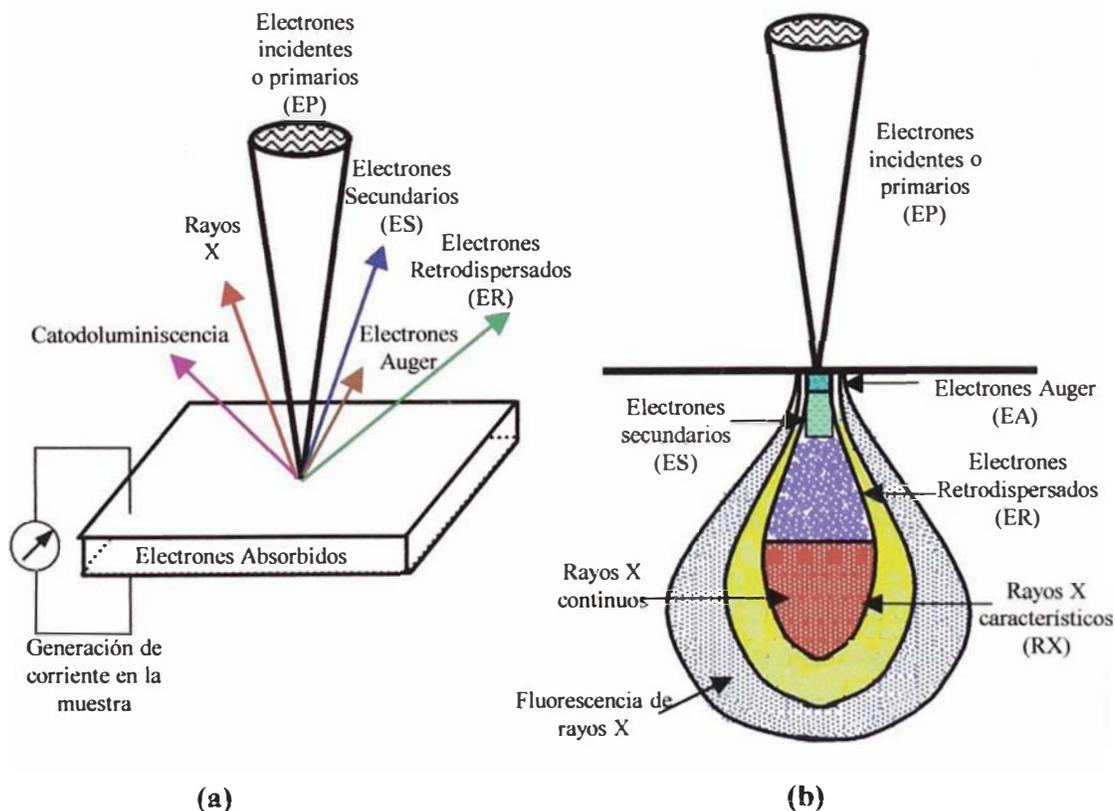


Figura N°1.12: a) Producción de señales en el proceso de interacción. b) Profundidad donde ellos son producidos^[8].

Los ES son creados por interacciones inelásticas entre los electrones primarios con los electrones de la banda de valencia de la muestra; de tal manera que los electrones producidos tengan la suficiente energía como para vencer a la función trabajo del material.

La producción de EA y de rayos X característicos tienen el mismo origen, la ionización de las capas internas del átomo. El exceso de energía generado, cuando un electrón de la capa superior llena la vacancia de la capa ionizada del átomo, puede ser convertida a un cuanto de rayos X de energía $h\nu = E_2 - E_1$, o transferido a otro electrón atómico (del mismo átomo); el cual deja la muestra como un EA, cuya energía cinética de salida es: $E_2 - E_1$ menos la energía necesaria para vencer la energía de ionización y a la función trabajo del material. De esta manera, los EA llevan información acerca de la composición química de la superficie de la muestra (algunos nanómetros por debajo de la superficie).

Una vez producido los rayos X estos pueden ser absorbidos por otro átomo de la muestra, excitando un electrón de la capa interna hasta capas superiores, al retornar el átomo a su estado fundamental, lo hace emitiendo sus rayos X característicos, a este proceso se le llama fluorescencia de rayos X.

Debido a la desaceleración que sufren los electrones primarios al interactuar con el campo eléctrico producido por el núcleo atómico apantallado se originan fotones de distintas energías. La energía de estos rayos X puede tomar desde un valor cero hasta la energía del electrón incidente. La intensidad de los rayos X continuos para una energía determinada está dada por la regla de Kramers^[3]:

$$I_B \propto \frac{iZ(E_0 - E_\nu)}{E_\nu} \quad (1.36)$$

Donde Z es el número atómico promedio, E_0 es la energía del rayo incidente, i es la corriente de rayo, E_ν es la energía del fotón de rayos X continuo del cual se desea calcular su intensidad.

Entre los fotones de bajas energías se encuentran aquellos que son originados por catodoluminiscencia. Este fenómeno se da en materiales aislantes y semiconductores; y se generan cuando los electrones primarios excitan a los electrones de la banda de valencia, llevándolos hasta la banda de conducción creando un par hueco-electrón; y si no existe un potencial acelerador estos se vuelven a recombinar emitiendo un fotón

cuya energía es característica del material. Generalmente estas energías están entre 2 y 5 eV (espectro de luz visible).

1.4.1 ELECTRONES RETRODISPERSADOS (ER)

Cuando el haz de electrones interacciona con la muestra, electrones con diferentes energías cinéticas son expulsados alrededor del punto de impacto. Por convención se ha aceptado que el límite entre los ES y los ER es de 50 eV (Figura N°1.13); Mientras que los EA se ubican en el rango de 50 eV a 2 keV (dentro del rango de los ER).

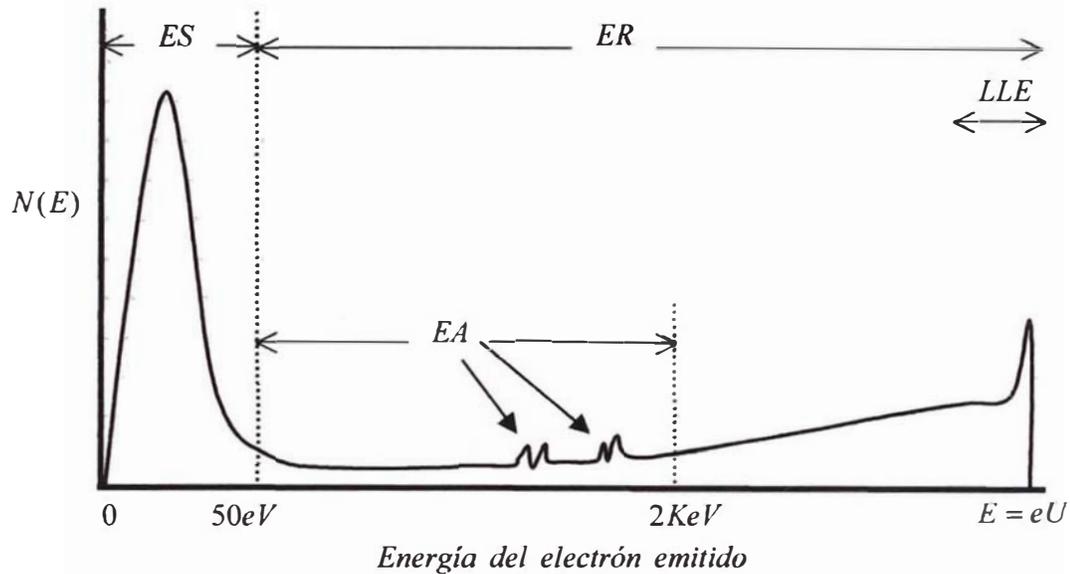


Figura N°1.13: Espectro de energía de los electrones emitidos. *LLE* (low loss electron) son los ER que han sufrido poca pérdida de energía, y por lo tanto, provienen de una zona cercana a la superficie de impacto^[3].

Cuando el haz de electrones interacciona con la muestra, por ejemplo, para el Cobre, solo el 70% de estos electrones deja toda su energía dentro del volumen de interacción para luego ser atrapados por el sólido; mientras que el 30% restante son dispersados fuera de la superficie, a estos electrones se les conocen como electrones Retrodispersados (ER). Algunos de ellos conserva casi la totalidad de su energía inicial incidente y son conocidos como LLE (low-loss electron), ellos solo han sufrido pocos procesos elásticos cerca de la superficie; mientras que el resto son el producto de muchos procesos elásticos e (inelásticos también) que se han ido acumulando hasta invertir su dirección inicial. La máxima profundidad de información de los ER es aproximadamente la mitad del rango electrónico. La fracción de ER es cuantificada por el coeficiente de electrones retrodispersados η , que se define como:

$$\eta = \frac{n_{BSE}}{n_B} = \frac{i_{BSE}}{i_B} \quad (1.37)$$

Donde: n_{BSE} e i_{BES} es el número y la corriente de ER; n_B e i_B es el número y Corriente de electrones incidentes.

Los ER nos da información sobre: la composición (Contraste composicional), inclinación local de la superficie de la muestra (contraste Topográfico). En los siguientes párrafos se describe la producción de ER en función de las condiciones en que ocurre la interacción de los electrones primarios con la muestra.

1.4.1.1 DEPENDENCIA DE η CON EL NÚMERO ATÓMICO MEDIO (Z_m) Y LA ENERGÍA DE LOS ELECTRONES PRIMARIOS (EP)

Existe una dependencia monótona entre η y el número atómico (número atómico promedio si se trata de alguna aleación) de la muestra; ésta se debe a la fuerte dependencia del proceso elástico con el número atómico ($\sigma \propto Z^2$). La Figura N°1.14 muestra esta dependencia.

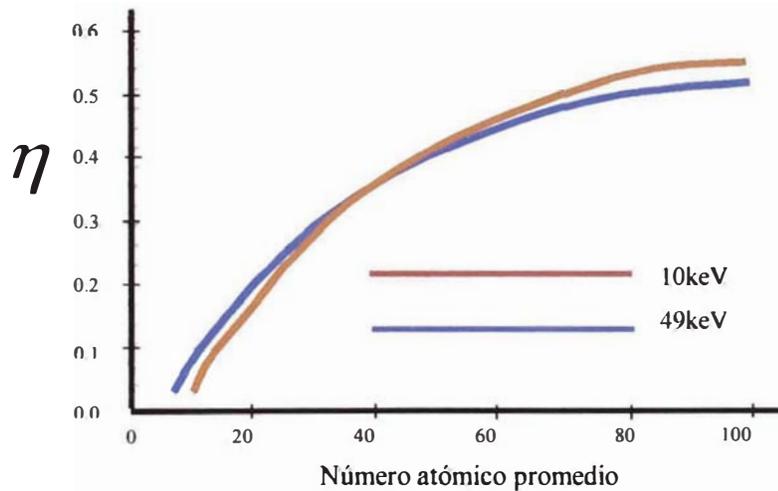


Figura N°1.14: Variación del coeficiente de electrones Retrodispersados (η) como función del número atómico para electrones primarios con 10 keV y 49 keV^[1].

Cuando la muestra es una mezcla homogénea de algunos elementos (ejemplo: una solución sólida), el coeficiente de electrones Retrodispersados de la mezcla es:

$$\eta_m = \sum_i C_i \eta_i \quad (1.38)$$

Donde η_i es el coeficiente de ER para el elemento i , y C_i es la concentración del elemento i en la muestra.

Por otro lado, en la Figura N°1.14 se puede observar la pobre dependencia de η con la energía inicial de los EP; que a diferencia del volumen de interacción (crece con el aumento de la energía), η solo sufre una variación de alrededor del 10% en el intervalo de 10 keV a 49 keV. La insensibilidad de η con la energía se puede entender de la siguiente manera: Cuando los EP de alta energía golpea al sólido, estos tienden a penetrar más profundamente que cuando llevan baja energía. Sin embargo, mientras los electrones van penetrando, ellos van perdiendo energía, y llega un momento en que las dispersiones elásticas son mas importantes e invierten su dirección inicial de vuelo; pero cuando esto sucede todavía les queda suficiente energía para retornar a la superficie como ER de baja energía. En cambio, cuando los EP son de baja energía lo anterior sucede mas cerca de la superficie. Por lo tanto, en ambos casos tienden a obtener la misma cantidad de ER.

1.4.1.2 DEPENDENCIA DE η CON LA INCLINACIÓN DE LA MUESTRA

Se ha encontrado que η aumenta paulatinamente conforme se va incrementando el ángulo de inclinación β (definido como el ángulo que hace el rayo electrónico con la normal a la superficie de la muestra). Este aumento con la inclinación es por que el volumen de interacción se encuentra mas cercano a la superficie; teniendo los electrones más probabilidad de dejar la muestra^[1]. La Figura N°1.15 muestra esta dependencia para ciertos materiales.

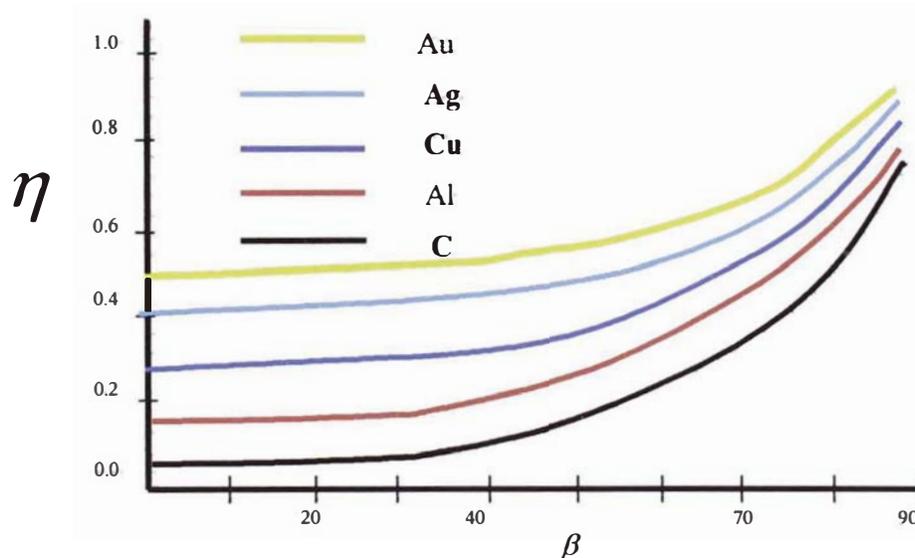


Figura N°1.15: Coeficiente de electrones Retrodispersados (η) como función del ángulo de inclinación β para algunos elementos. Energía del rayo 30 keV^[3].

La dependencia de η con la inclinación de la superficie, es la base para el contraste topográfico que presentan los ER. Esta dependencia se tiene en cuenta también para la corrección de intensidad de rayos X que se pierde debido a la inclinación (A mayor cantidad de ER quedarán menos electrones para producir rayos X característicos).

1.4.1.3 DISTRIBUCIÓN ANGULAR DE LOS ER (η)

La cantidad de ER emitidos en una dirección determinada (distribución de ER) depende de la inclinación de la superficie de la muestra: incidencia normal o incidencia inclinada (Figura N°1.16). En cada caso, la cantidad de ER que escapan, es inversamente proporcional a la longitud de camino recorrido dentro de la muestra^[1]; ya que a mayor distancia recorrida, mayor será la pérdida de energía, y en consecuencia mayor es la probabilidad de ser capturados por el sólido.

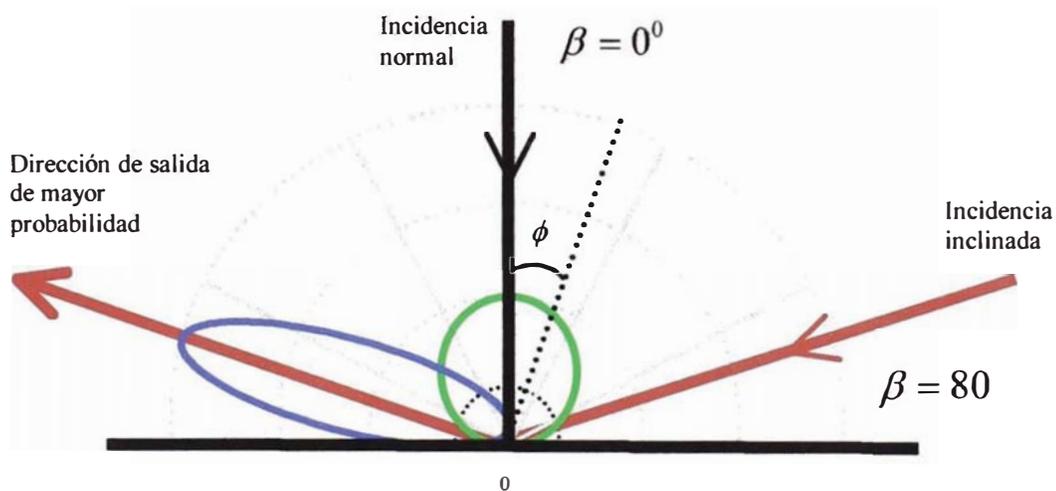


Figura N°1.16: Distribución angular de η cuando el ángulo de incidencia normal (círculo verde) e inclinada (círculo azul)^[1].

Incidencia normal: En este caso la distribución tiene simetría rotacional alrededor de la normal; y corresponde a una distribución cosenoidal^[1] (ver Figura N°1.16):

$$\eta_{(\phi)} = \eta_n \cos \phi \quad (1.39)$$

Donde η_n es el valor del coeficiente de ER medido a lo largo en la dirección normal. $\eta_{(\phi)}$ es el valor del coeficiente de ER medido en la dirección ϕ .

Incidencia inclinada: Cuando la muestra está altamente inclinada ($\beta > 45^\circ$), la mayor cantidad de electrones salen por el otro de la lado de la normal, aproximadamente con el mismo ángulo de incidencia^[1] (reflexión, ver Figura N°1.16). La simetría rotacional desaparece en este caso. Mientras más grande sea el ángulo de inclinación, mas cerca al plano de la muestra serán emitidos (dispersiones laterales), ya que solo es suficiente que interactúen con los primeros planos atómicos para retornar al vacío.

Por otro lado, si la inclinación de la muestra no es muy grande ($\beta < 45^\circ$) la distribución cosenoidal todavía persiste, pero ésta tiene una pequeña distorsión, al otro lado de la normal, en la dirección que corresponde al ángulo de incidencia.

1.4.1.4 DISTRIBUCIÓN ENERGÉTICA DE LOS ER

Los ER pueden tener desde energía cero (los electrones se mueven por la muestra perdiendo aproximadamente 10 eV/nm) hasta una energía igual a la energía incidente (aquellos que en un solo evento han sufrido una suficiente desviación como para retornar a la superficie). En la figura N°1.17, la región (I) representa a los ER que han perdido menos del 70% de su energía y son llamados ER_I . La región (II) representa a aquellos ER que han perdido mas del 70% y son llamados ER_{II} .

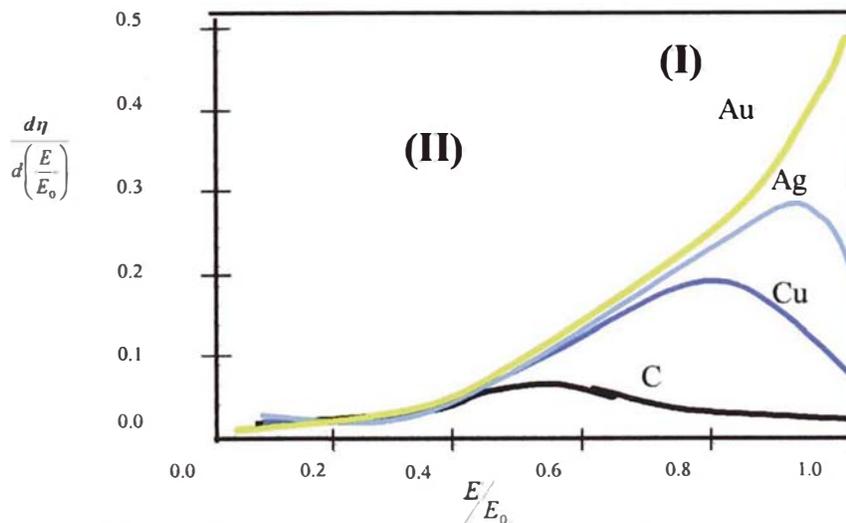


Figura N°1.17: Distribución de energía de electrones Retrodispersados para algunos elementos^[1].

Los ER_I generalmente salen cerca al punto de impacto y son utilizados para formar la imagen de ER; mientras los ER_{II} constituyen el ruido de fondo.

1.4.1.5 DISTRIBUCIÓN ESPACIAL LATERAL DE LOS ER

Las Figuras N°1.18 (a) y (b) muestran la distribución espacial de los ER para incidencia normal del Oro y del Aluminio. Donde el eje Z representa la frecuencia de ocurrencia (cantidad relativa de ER emitidos desde ese punto), siendo el punto de impacto el origen de coordenadas. La distribución es simétrica y parecida a un sombrero; aquellos ER que salen del área de impacto (o alrededores cercanos) llevan información localizada y son sensibles a detalles muy pequeños de la muestra; la parte alta del sombrero incluye esta zona. Los ER que parten por el lado de la *cola* (zonas alejadas del área de impacto) deterioran la información de características finas, y contribuyen con el ruido de fondo. Para muestras de menor número atómico la *cola* domina la señal (Figura N°1.18(b)) degradando fuertemente la resolución. El ancho de la cola disminuye en muestras de mayor número atómico (Figura N°1.18(a)).

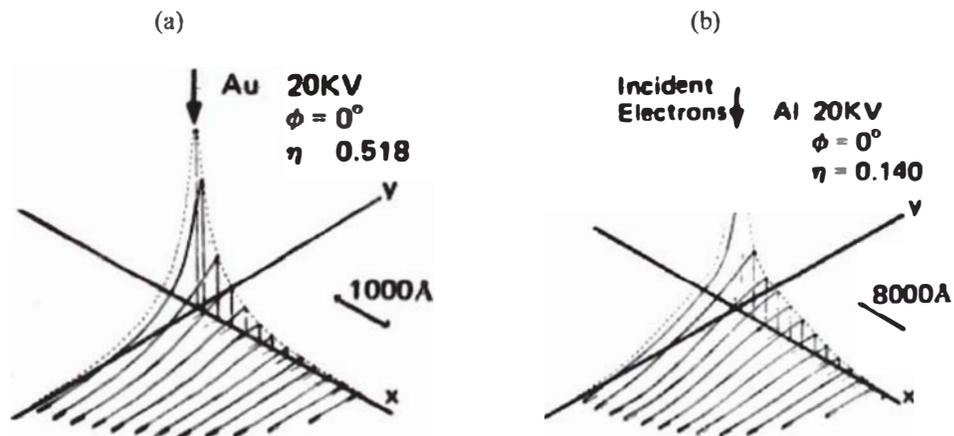


Figura N°1.18: Distribución espacial de electrones retrodispersados del aluminio (a) y el oro (b), para incidencia normal . $E_0 = 20keV$ [1].

La distribución es mas angosta si solo se consideran aquellos electrones que han perdido menos del 10% de su energía incidente; ya que los electrones que salen alejados de la zona de impacto, han viajado más distancia dentro de la muestra, y en consecuencia han perdido mas energía.

Para incidencia inclinada (muestra inclinada), la distribución es asimétrica y con el pico desplazado al otro lado de la normal; la mayor cantidad de ER son emitidos por el lado opuesto del lado de incidencia, mientras que la emisión es mínima por el lado de incidencia.

1.4.1.6 PROFUNDIDAD DE INFORMACIÓN DE LOS ER

Debido a que la dispersión elástica es más probable dentro de una profundidad determinada de la muestra (esta depende del número atómico de la muestra y de la energía de los electrones incidentes)^[1], los ER traen información de una región sub-superficial de la muestra. La Figura N°1.19 resume esta situación.

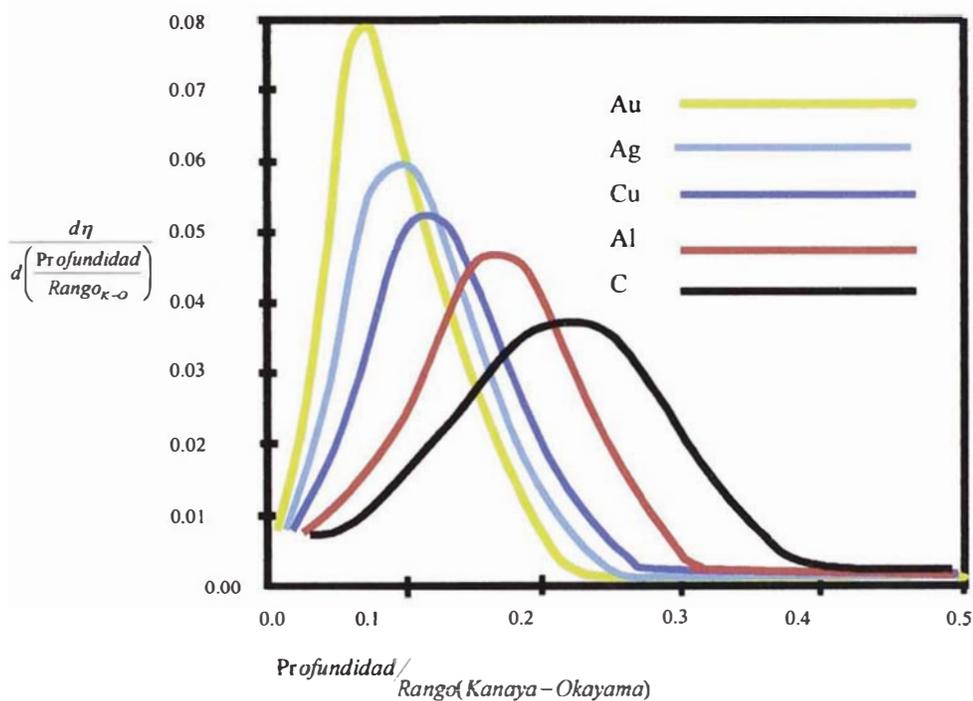


Figura N°1.19: Distribución de la máxima profundidad alcanzada por el rayo de electrones antes de retornar a la superficie y escapar como ER, calculados por simulación de trayectorias de Montecarlo (las gráficas está normalizadas con respecto al rango de Kanaya-Okayama). $E_0 = 20keV$ [1].

La Figura N°1.19 muestra la influencia del número atómico con la profundidad de información que llevan los ER. A mayor número atómico mejor es la emisión de ER mas cerca de la superficie. De la Figura N°1.19 se puede notar también que el 90% del total de los ER, se obtiene a una profundidad de $0.17R_{\kappa-O}$ para el oro; mientras para el carbón la misma cantidad se obtiene a la profundidad de $0.29R_{\kappa-O}$ [1].

Cuando la energía es baja, el Rango de Kanaya-Okayama decrece rápidamente y en consecuencia la señal de ER es más sensible a la superficie; sin embargo las características del detector limita trabajar con bajas energías.

1.4.2 ELECTRONES SECUNDARIOS (ES)

Los ES son producidos como resultado de la interacción entre los electrones energéticos incidentes y los electrones de la banda de conducción^[3] en metales; o los electrones de valencia en semiconductores y aislantes. Como producto de esta interacción, unos pocos eV son transferidos a dichos electrones, los cuales adquieren energía cinética suficiente como para vencer a la función trabajo del sólido (aproximadamente 5 eV) y escapar al vacío como ES. La energía cinética con que los electrones secundarios escapan del sólido se encuentran en el rango de 2 a 10 eV. Pero, por convención se consideran ES a aquellos electrones que escapan de la superficie con una energía cinética menor a 50 eV.

El coeficiente de electrones secundarios, δ está definido como:

$$\delta = \frac{n_{ES}}{n_B} = \frac{i_{ES}}{i_B} \quad (1.40)$$

Donde: n_{ES} es el número de electrones secundarios e i_{ES} su corriente respectiva, n_B es el número de electrones incidentes e i_B su corriente correspondiente.

1.4.2.1 DISTRIBUCIÓN DE ENERGÍA DE LOS ES

Debido a la gran diferencia de energía que presentan los electrones incidentes con la energía de enlace de los electrones de conducción (o de valencia), solo una pobre transferencia de energía cinética es eficientemente transferido a ellos, los cuales escapan como ES^[3]; éstos son conocidos como ES *lentos* (cuya energía de salida está entre 2 y 10 eV). No obstante, también son probables grandes transferencias de energía; a estos ES se les denomina electrones secundarios *rápidos*^[1] (su energía de salida es aproximadamente mayor que la mitad de la energía de los electrones incidentes). Sin embargo la cantidad de ES *rápidos* es despreciable comparado a los ES *lentos*; más del 90% de los ES son emitidos con energías cinéticas menor a 10 eV.

1.4.2.2 DEPENDENCIA DE δ CON LA COMPOSICIÓN DE LA MUESTRA

Para el MEB, en muestras compuestas por elementos puros, no existe dependencia de δ con el número atómico; para 20 keV, δ toma el valor de aproximadamente 0.1, para la mayoría de los elementos^[1] (Figura N°1.20). Solo en el Carbono (y materiales cercanos) y en el Oro (y materiales cercanos) difieren considerablemente de este valor, siendo 0.05 y 0.2 respectivamente.

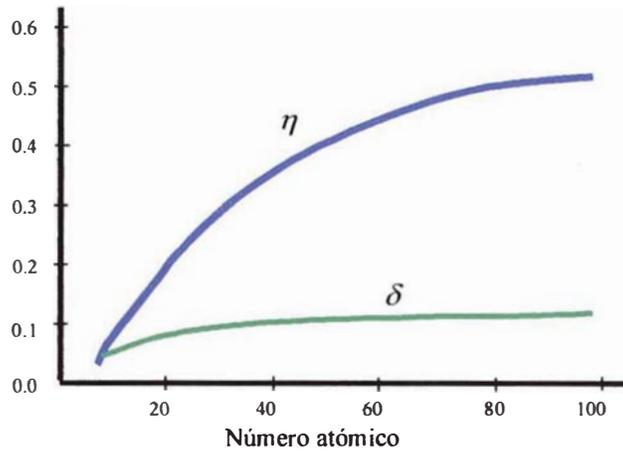


Figura N°1.20: El coeficiente de ER y el coeficiente de ES en función del número atómico de la muestra. $E_0 = 30 \text{ keV}$ [3].

Sin embargo, bajo ciertas condiciones, particularmente a baja energía, δ puede aproximarse o exceder de la unidad para muchos materiales aislantes. Para materiales compuestos δ varía ampliamente. En general δ puede ser influenciado por la naturaleza del enlace molecular, impurezas (en semiconductores), orientación del cristal, conductividad, y perfección de la superficie del cristal haciendo difícil hallar una dependencia de δ con la composición de la muestra^[1].

1.4.2.3 DEPENDENCIA DE δ CON LA ENERGÍA DEL RAYO INCIDENTE

En general δ disminuye cuando se va incrementando la energía^[3]. La Tabla N°1.1 proporciona datos experimentales de δ medidos para el oro y el aluminio a diferentes energía de rayo.

Tabla N°1.1: Valores de δ para el Al y el Au para diferentes voltajes de aceleración^[1].

Elementos	5 keV	20 keV	50 keV
Al	0.4	0.1	0.05
Au	0.7	0.2	0.1

El incremento de δ a bajas energías es atribuido a la poca profundidad de penetración de los electrones primarios, siendo más probable que los ES producidos escapen hacia el vacío (sí los ES son producidas en grandes profundidades, estos no podrían alcanzar la superficie debido a su poca energía cinética).

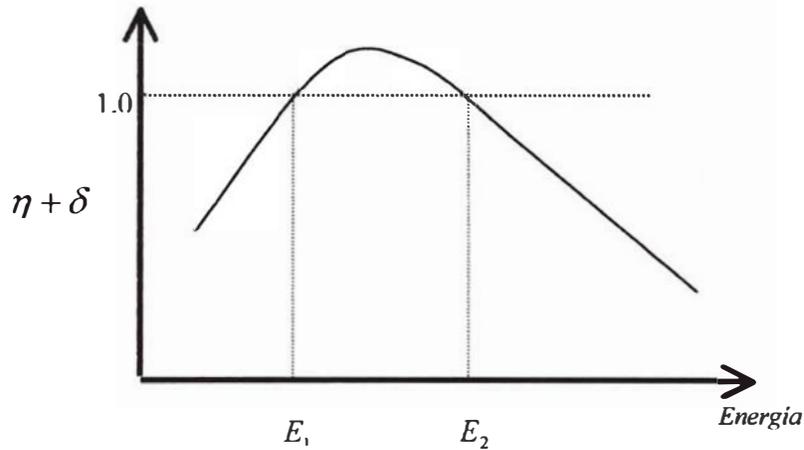


Figura N°1.21: Variación del coeficiente total ($\eta + \delta$) como función de la energía (menores a 5 keV) del haz de electrones incidente^[1].

En la Figura N°1.21 se muestra el comportamiento de $\delta + \eta$ como función de la energía (menores a 5 keV) del haz de electrones incidente^[1]; esta variación es atribuida generalmente a δ , ya que η no varía mucho en este rango de energía. Para ciertos materiales (aislantes y semiconductores), E_1 puede tomar valores desde 0.4 keV, mientras que E_2 alcanza valores de hasta 4.5 keV. El valor máximo de $\delta + \eta$, es ligeramente mayor a la unidad para metales, y puede llegar hasta 20 para ciertos aislantes^[1].

1.4.2.4 DISTRIBUCIÓN ANGULAR DE LOS ES

Cuando se generan ES, estos salen dispersados en todas direcciones desde el punto de origen. Aquellos ES que tengan mas longitud de recorrido tendrán menos probabilidad de escapar al vacío. La longitud de recorrido aumenta según la secante del ángulo de escape de los ES (medido con respecto a la normal de la superficie); y la probabilidad para que los electrones salgan con cierto ángulo de escape es inversamente proporcional a su distancia recorrida^[1]. Entonces la distribución angular del coeficiente de electrones secundarios tiene una dependencia de la forma:

$$\delta_{(\phi)} = \delta_0 \cos \phi \quad (1.41)$$

Donde δ_0 es el valor del coeficiente de ES medido a lo largo de la dirección normal, ϕ es el ángulo de escape de los ES medido con respecto a la normal de la superficie.

Para incidencia inclinada; la distribución angular de ES permanece obedeciendo la función coseno (a diferencia de los ER); éste comportamiento es resultado de la generación isotrópica de los ES cuando el rayo primario incide sobre la muestra^[1].

1.4.2.5 PROFUNDIDAD DE INFORMACIÓN DE LOS ES

Debido a que los ES tienen poca energía cinética (alrededor de 10 eV), ellos tienen una mayor probabilidad de sufrir interacciones elásticas e inelásticas (generalmente con electrones de conducción por tener el mismo orden de energía), perdiendo así su energía y quedando atrapados nuevamente dentro del sólido. Además, para poder escapar al vacío, los ES deben vencer la función trabajo del sólido. Es por eso que los ES solo extraen información de una pequeña región cerca a la superficie. La probabilidad de escape decrece exponencialmente con la profundidad; y obedece a la siguiente relación:

$$P_{(x)} \propto \exp \frac{-x}{\lambda} \quad (1.42)$$

Donde: $P_{(x)}$ es la probabilidad de escape de los electrones que se encuentran a una profundidad x (profundidad donde se originó el electrón secundario); y λ es el camino libre medio del ES para el material en estudio; para metales es alrededor de 1 nm (abundantes electrones de conducción, mayor probabilidad de los ES interactúen con estos), y para aislantes aproximadamente de 10 nm (muy pocos electrones de conducción). Seiler determinó que la máxima profundidad de emisión de ES para la mayoría de muestras es de alrededor de 5λ ^[1].

1.4.2.6 DEPENDENCIA DE δ CON LA INCLINACIÓN DE LA MUESTRA

Cuando la muestra está inclinada β° ; δ incrementa según la relación^[3]:

$$\delta = \delta_0 \text{Sec} \beta \quad (1.43)$$

Donde δ_0 es el valor de δ encontrado cuando la inclinación es 0° (incidencia normal).

Este comportamiento de δ es empleado para construir imágenes que representan la topografía que presenta la superficie de la muestra.

Por otro lado, los ER en su camino de retorno generan también ES, estos son denominados ES_{II} cuya distribución lateral y de profundidad son parecidos a los de los ER (Figura N°1.22). Los ES generados directamente por el haz incidente son denominados ES_I , y son las que presentan mayores resoluciones, ellos escapan aproximadamente del área de impacto (resolución lateral) y de pequeñas profundidades (5λ).

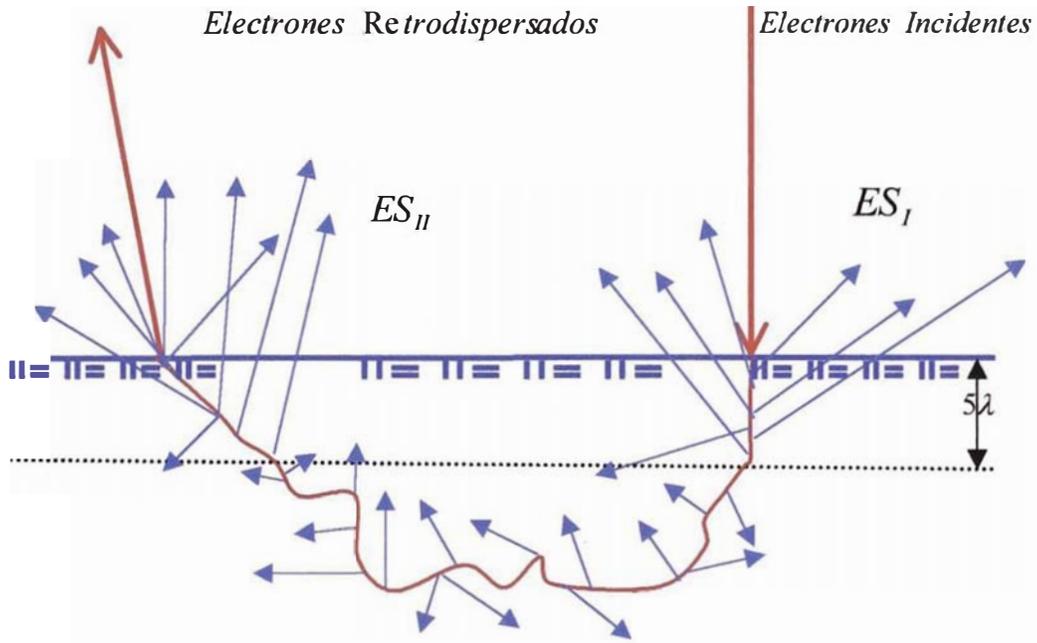


Figura N°1.22: Dos formas de producción de electrones secundarios: ES_I , generados por el rayo incidente, y ES_{II} , generados por los $ER^{(1)}$.

El coeficiente de emisión de ES total, δ_τ , está dado por:

$$\delta_\tau = \delta_I + \delta_{II}\eta \quad (1.44)$$

Donde: δ_I es el coeficiente de ES producidos por el rayo incidente. δ_{II} es el coeficiente de ES producidos por los ER y η es el coeficiente de ER.

En general, se cumple aproximadamente:

$$\frac{\delta_{II}}{\delta_I} \approx 3 \quad (1.45)$$

Esto se debe a que los ER tienen una mayor longitud de viaje (mayor probabilidad). Además, los ER llevan menor energía que los electrones incidentes, dando lugar a la mayor eficiencia de producción de los electrones secundarios (electrones de baja energía son más eficientes en transferir energía cinética a los electrones de la muestra débilmente enlazados como para salir como electrones secundarios)⁽¹⁾. Teniendo en cuenta que $\delta_{II}/\delta_I = 3$ y usando valores de η , podemos calcular la razón de producción de los electrones secundarios (ES_{II}/ES_I) para distintos materiales⁽¹⁾, Tabla N°1.2.

Tabla Nº1.2: Valores de δ_τ , η y razón de comparación de los ES_{II} y ES_I ⁽¹⁾.

Material	δ_τ	η	$\frac{ES_{II}}{ES_I} = \frac{\eta\delta_{II}}{\delta_I}$
Carbón	0.05	0.06	0.18
Aluminio	0.1	0.16	0.48
Cobre	0.1	0.30	0.9
Oro	0.2	0.50	1.5

De la Tabla Nº1.2 se observa que los ES_I son de mayor importancia para matrices de número atómico pequeño; mientras que ES_{II} son de mayor importancia para matrices de número atómico grande. No obstante, la cantidad de ES_I emitidos por unidad de área es mayor que la de los ES_{II} . Everhart, determinó que el diámetro de escape de ES_I es el diámetro del haz aumentado en λ (que para metales es del orden de 1 nm); mientras que para los ES_{II} es similar al de los ER ($\geq 1\mu\text{m}$). Por lo tanto, cuando el haz de electrones barre la muestra, los ES_I responden a las características de la superficie local, llevando información de ésta para formar la imagen; mientras que los ES_{II} actúan como ruido de fondo para la señal anterior⁽¹⁾. No obstante, los ES_{II} llevan información del número atómico de la muestra (η) especialmente cuando se tratan de muestras que tienen gran diferencia en sus números atómicos.

1.4.3 RAYOS X CARACTERÍSTICOS Y ELECTRONES AUGER

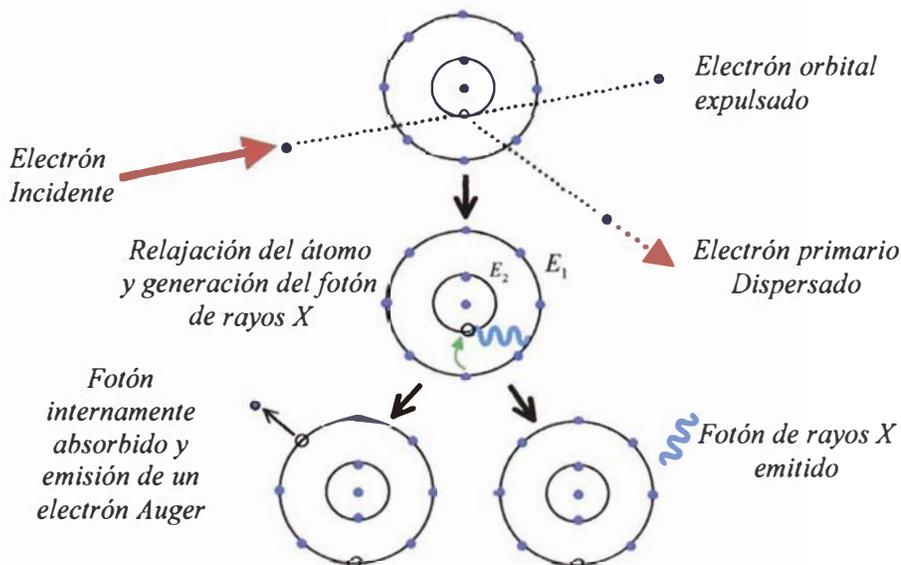


Figura Nº1.23: Ilustración esquemática del proceso de ionización de la capa interna y la relajación del átomo por emisión de un electrón Auger o de rayos X característico⁽¹⁾.

Cuando el electrón incidente interactúa con los electrones de las capas internas, fuertemente enlazadas (con energía E_2), y un electrón adquiere suficiente energía para poder escapar del átomo; da como resultado un ión en un estado excitado. En el proceso de relajación del átomo, la vacante es llenada por electrones de las capas más externas (con energía E_1); el exceso de energía $E_2 - E_1$, puede ser emitido de dos maneras (Figura N°1.23): Emisión de EA o emisión de rayos X característico.

En el proceso Auger^[3] esta diferencia de energía puede ser absorbido por un electrón de la capa exterior (del mismo átomo) el cual deja la muestra como un EA, cuya energía cinética de salida es: $E_2 - E_1$ menos la energía necesaria para vencer la energía de ionización y la función trabajo del material. De esta manera, los EA llevan información acerca de la composición química de la muestra; y por ser muy sensibles solo traen información de la superficie (algunos nanómetros por debajo de esta). Por otro lado, el átomo puede relajarse emitiendo un fotón de rayos X de energía $E_2 - E_1$, y dirigirse fuera de la superficie conservando la totalidad de su energía. Algunos de estos fotones pueden ser absorbidos por otros átomos de la muestra, cuya energía de excitación es menor a la energía del fotón primario^[1]. El proceso Auger es favorecido para átomos cuyo número atómico es pequeño, mientras que el proceso de rayos X característicos es favorecido para átomos cuyo número atómico es grande^[3].

Las distintas transiciones que tienen lugar cuando se produce la relajación, por ejemplo del átomo de Oro (Au), se muestra en la Figura N°1.24, donde se usa la notación para espectrometría de rayos X^[1].

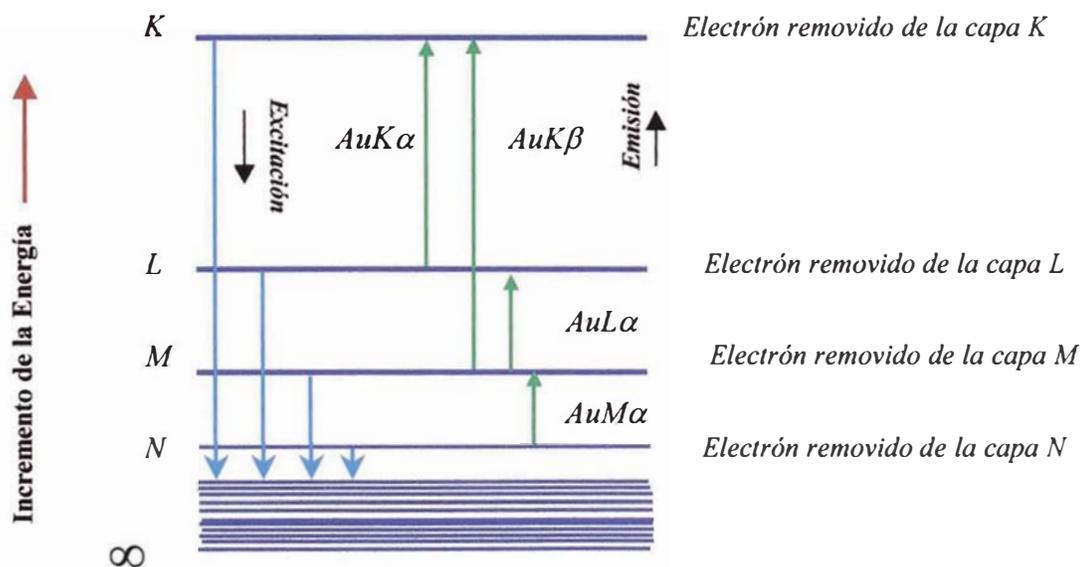


Figura N°1.24: Diagrama de niveles de energía para un átomo de Oro; ilustrando la excitación de las capas K, L, M y N y la formación de rayos X característicos $AuK\alpha$, $AuK\beta$, $AuL\alpha$ y $AuM\alpha$ ^[1].

De esta manera, para cada transición atómica, la energía (o longitud de onda) de los fotones emitidos es característico para cada átomo; la relación que describe esta situación está dado por la relación de Moseley^[1]:

$$\lambda = \frac{B}{(Z - C)^2} \quad (1.46)$$

Donde B y C son característicos para cada transición atómica.

En el proceso de relajación, diferentes transiciones son posibles, por ejemplo: si un electrón atómico de la capa K es expulsado, entonces un electrón de la capa L (Línea $K\alpha$), o de la capa M (Línea $K\beta$) puede ser transferido para llenar el vacío dejado (Figura N°1.24). A este conjunto de transiciones posibles se les denomina familia de líneas, y cada línea posee distinta energía. La probabilidad de transición de una línea determinada depende del número atómico y varía de un modo complejo^[1]. Las probabilidades de las líneas K se muestran en la Figura N°1.25.

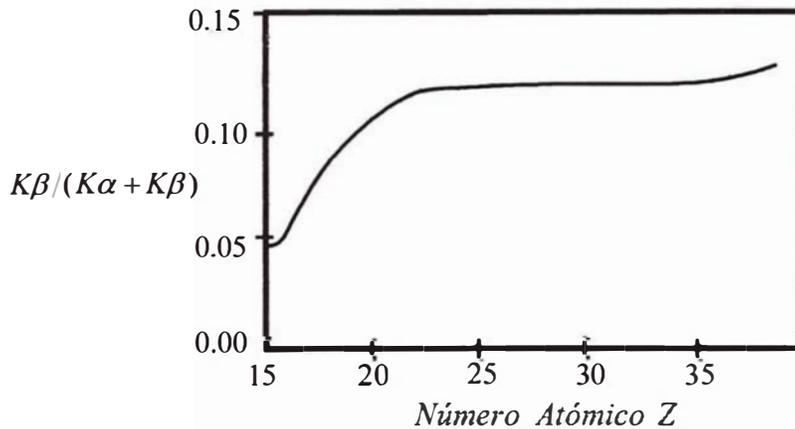


Figura N°1.25: Gráfica de los pesos relativos de las líneas $K\alpha$ y $K\beta$ ^[1].

La intensidad de rayos X encontrado experimentalmente^[1], para una línea en particular, producido dentro de la muestra, viene dado por:

$$I_c = a \left(\frac{E_0 - E_c}{E_c} \right)^n \quad (1.47)$$

Donde E_0 es la energía del electrón incidente, E_c es la energía de ionización para la capa o sub-capa, a y n son constantes para un elemento y capa en particular.

Por lo tanto, la razón pico a background (ver Ecuaciones N°1.36 y N°1.47) para un elemento y una energía en particular está dado por:

$$\frac{P}{B} = \frac{1}{Z} \left(\frac{E_0 - E_c}{E_c} \right)^{n-1} \quad (1.48)$$

La razón del pico a background aumenta cuando la diferencia $E_0 - E_c$ incrementa. Sin embargo, al incrementar la energía de incidencia E_0 ; el ancho (resolución espacial lateral) y la profundidad de producción (Rango) de rayos X aumenta, disminuyendo la resolución del análisis. Además los fotones de rayos X, formados mas profundamente tienen mayor probabilidad de ser absorbidos por la muestra en su camino a la superficie, disminuyendo el límite de detección e incrementando el error para un análisis cuantitativo^[3].

1.4.3.1 PROFUNDIDAD DE PRODUCCIÓN DE RAYOS X (RANGO DE RAYOS X)

El Rango de rayos X, para una muestra de densidad ρ , que es irradiado por un haz de electrones de energía E_0 , cuya energía de ionización para una capa en particular es E_c , viene dado por la relación Andersen y Hasler^[1]:

$$\rho R = 0.064(E_0^{1.68} - E_c^{1.68}) \quad (1.49)$$

Donde R está en micrómetros cuando E está en keV; y ρ en g/cm^3 .

En la Figura N°1.26 se muestra la variación de la forma y profundidad del volumen de producción de rayos X para el aluminio y el cobre.

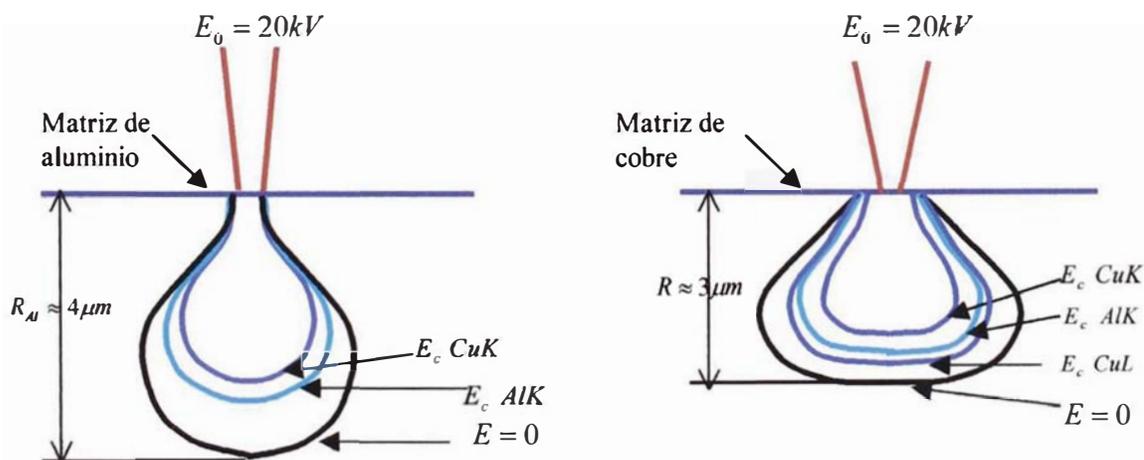


Figura N°1.26: Comparación de las profundidades producción de rayos X de muestras con densidades de $3 \text{ g}/\text{cm}^3$ (izquierda) y $10 \text{ g}/\text{cm}^3$ (derecha)^[1].

De la Figura N°1.26 se observa que, la profundidad de producción de ambas líneas, $\text{AlK}\alpha$ y el $\text{CuK}\alpha$, es mayor para la matriz que tiene la menor densidad. La forma del volumen de producción de rayos X difieren para ambas matrices: para una matriz de

menor densidad tiene una forma de pera, y para una matriz de mayor densidad el cuello de la pera se agranda.

Por otro lado, la producción de rayos X en una profundidad ζ , debajo de la superficie, está caracterizado por la función distribución de producción de rayos X, $\phi_{(d\zeta)}$. Ella se define como el cociente entre la cantidad de rayos X generados por una capa de grosor $d\zeta$, ubicado a una distancia ζ debido a los electrones primarios y retrodispersados entre la cantidad de rayos X producidos por una capa del mismo grosor, debido solamente por los electrones primarios.

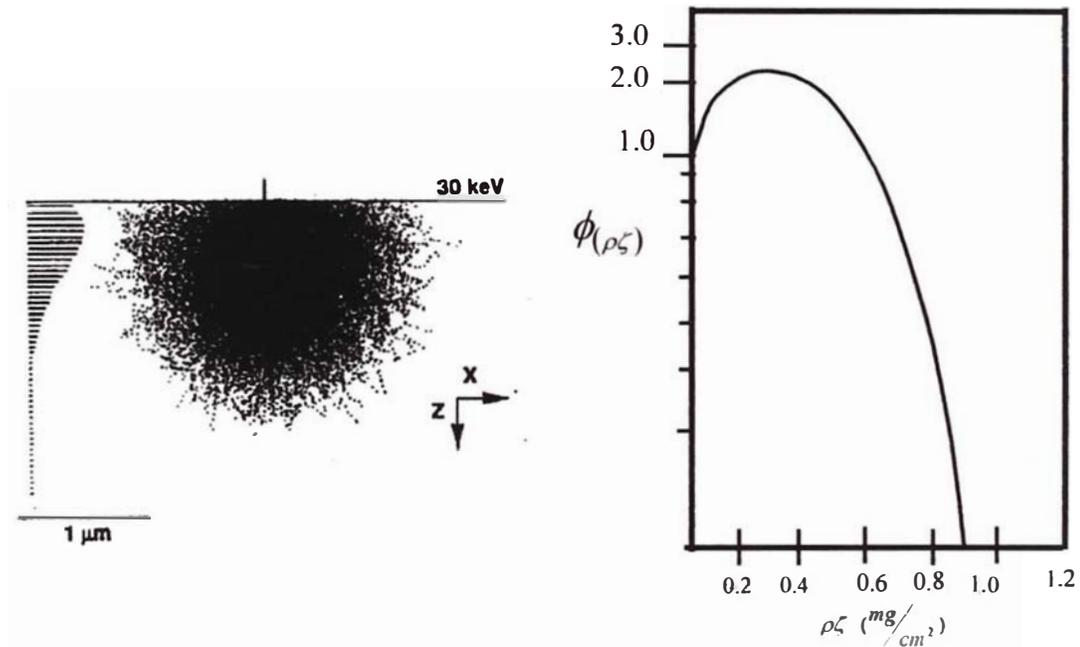


Figura N°1.27: a) Función distribución de producción de rayos X en una profundidad ζ .
b) Función distribución de producción de rayos X para el aluminio^[1].

La forma de $\phi_{(d\zeta)}$ en función de la profundidad se puede explicar cualitativamente: la producción de rayos X, cerca de la superficie, se debe, tanto, a los electrones incidentes como a los ER que pasan por esta zona. A una determinada profundidad Cuando se va avanzando, $\phi_{(d\zeta)}$ tiene un máximo, debido a que los electrones primarios cruzan esta capa oblicuamente (producto de las interacciones elásticas), aumentando su recorrido en esta capa, los cuales son sumados a aquellos producidos por los ER que pasan por esta zona. Debajo de esta zona, $\phi_{(d\zeta)}$ va disminuyendo paulatinamente debido a que disminuye el número de los electrones incidentes (y la energía que llevan) los que pasan por estas zonas, siendo menos probable que se produzcan rayos X.

1.5 DETECTORES

Son aquellos dispositivos que se encargan de convertir las señales emitidas por la muestra (ES, ER, RX) en señales eléctricas de vídeo. Estas señales son procesadas electrónicamente y son presentadas en la pantalla de un TRC, ya sea como imagen (modo imagen) o en forma de una distribución de intensidades (forma de onda o modo Y). Con el propósito de comprender e interpretar la imagen obtenida en un MEB. Aparte de entender el proceso de interacción de los electrones con la materia, es necesario también saber como la señal es recolectada.

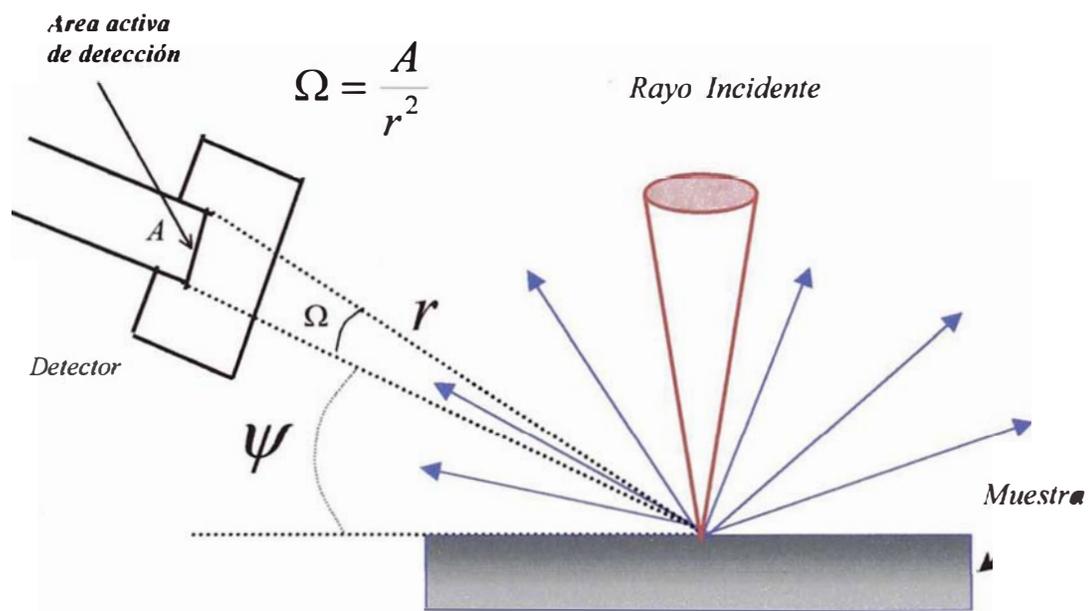


Figura N°1.28: Parámetros de un detector cualquiera en la cámara de muestras (configuración geométrica)^[3].

Los parámetros más importantes que se debe de tener en cuenta (ver Figura N°1.28) en cualquier detector son:

- ◆ El ángulo de elevación ψ (take-off) del detector, con respecto a la superficie de la muestra;
- ◆ El ángulo sólido de recolección de señal $\Omega = A/r^2$, donde A es el área activa del detector y r es la distancia entre el punto de impacto hasta la superficie del detector;
- ◆ La eficiencia de conversión del detector, es decir el porcentaje de señal (ya sea ES, ER o Rayos X) que golpea al detector y produce respuesta;

- ◆ El ancho de banda o el rango de frecuencias de señal que el detector puede procesar; esto depende del tiempo que utiliza el detector para recolectar la señal correspondiente a un punto de la muestra.

Los detectores pueden clasificarse en dos grupos: detectores de electrones y detectores de fotones. A continuación desarrollaremos los detectores más comunes usados en un MEB.

1.5.1 DETECTORES DE ELECTRONES:

El detector usado para captar a los ES (y también ER) es el convencional detector centellador-fotomultiplicador (conocido como el detector Everhart-Thornley); mientras que los ER son detectados por un detector de estado sólido.

1.5.1.1 SISTEMA DETECTOR CENTELLADOR-FOTOMULTIPLICADOR (DETECTOR EVERHART-THORNLEY)

El detector Everhart-Thornley esta compuesto por un centellador y un fothomultiplicador (ver Figura N°1.3). Los modelos más modernos llevan en la parte frontal una rejilla conocida como la *jaula de Faraday*, cuyo potencial (Bias del detector) puede estar entre -50 V y 300 V. Este Bias cumple doble función: puede ayudar a coleccionar todos los ES (potencial positivo), y también pueden repeler en su totalidad a los ES (potencial negativo); además, evita que los electrones primarios *sientan* la presencia del potencial del centellador (12 kV), el cual puede deflectar el rayo primario y así crear problemas de astigmatismo.

El centellador es un pequeño disco delgado de 1 cm de diámetro, hecho de un material fluorescente como el CaF_2 dopado con Europio y cubierto por una película delgada de Aluminio de 20 nm de espesor. El Aluminio está a un potencial externo de 12 kV; el cual acelera a los ES que llegan al detector. Cuando los electrones energéticos chocan con el centellador, se produce luminiscencia. Los fotones de luz emitidos son conducidos hacia un fotomultiplicador por medio de un guía de luz (Tubo de luz)⁽¹⁰⁾. Los fotones chocan con una fotocelda en la entrada del fotomultiplicador (generalmente de Antimonio y Bario) y se producen electrones (efecto fotoeléctrico), los cuales son acelerados por electrodos (dinodos) puestos a potenciales crecientes y estos se multiplican cada vez que chocan con estos dinodos. La ganancia del fotomultiplicador es de 10^5 a 10^6 (la cual es variada externamente ajustando el voltaje

de los electrodos), y tiene muy poco ruido en un amplio ancho de banda de frecuencia, incluida la frecuencia de Tv.

Bias negativo (recolección solamente de ER): cuando el potencial del Bias es puesto a un potencial negativo (-50 V) todos los ES son rechazados debido a que su energía es menor que 50 eV. Solo los ER que salen disparados en la dirección del detector son recolectados (ver distribución angular de los ER), ellos no sienten la presencia del potencial Bias ya que llevan grandes energías.

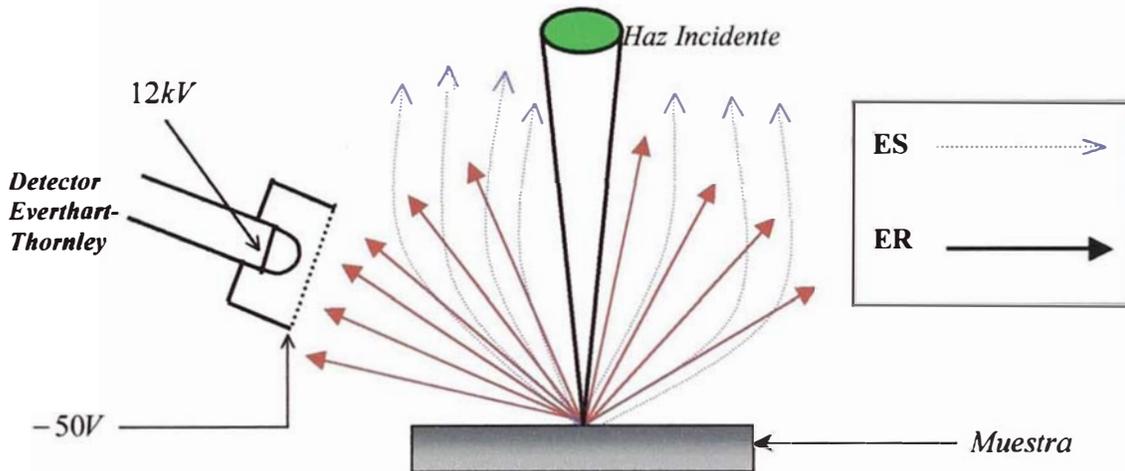


Figura N°1.29: Detector Everhart- Thornley con voltaje de bias negativo (-50 V), solo los ER que se dirigen al detector son colectados. Los ES son repelidos en su totalidad^[3].

La mayoría de los detectores Everhart-Thornley son colocados aproximadamente a un ángulo de 30° de la muestra. Considerando que el centellador tiene 1 cm de diámetro y se encuentra a 4 cm del punto de impacto, el ángulo sólido para este detector es de 0.05 sr, el cual representa un 0.8% de eficiencia geométrica. Sin embargo, la eficiencia de recolección de ER también depende de la distribución angular, para pequeños ángulos de despegue la fracción de ER coleccionados es menor que el dado por la eficiencia geométrica.

Bias positivo (recolección de ES y ER): Cuando el potencial del Bias es positivo (100 a 300 V) la mayoría de los ES son recolectados. Este potencial positivo desvía el recorrido de los ES y los lleva hacia el centellador (Figura N°1.30). Los ER que son emitidos en la dirección del ángulo sólido del detector son también detectados.

*Botón CONTRASTE en el HITACHI S-500 y botón GAIN en el PHILIPS 515

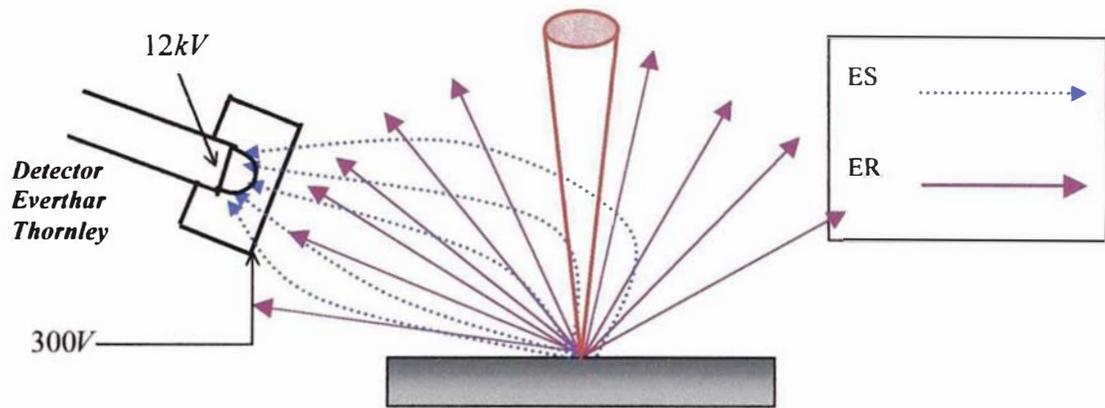


Figura N°1.30: Detector Everthar Thornley con voltaje de bias positivo (300V), la mayoría de los ES y aquellos ER que se dirigen hacia el detector son colectados en su totalidad^[3].

Este potencial positivo trae como consecuencia un efecto inesperado, como se observa en la Figura N°1.31. La mayoría de los ER son emitidos fuera del ángulo sólido del detector, y chocan con la pieza polar y las paredes de la cámara de muestras creando nuevos ES. Estos ES producidos son denominados Electrones secundarios III (ES_{III}) y son colectados eficientemente por el detector Everhart-Thornley con Bias positivo. Como los ES_{III} son consecuencia de los ER; entonces estos ES llevan información de la composición de la muestra.

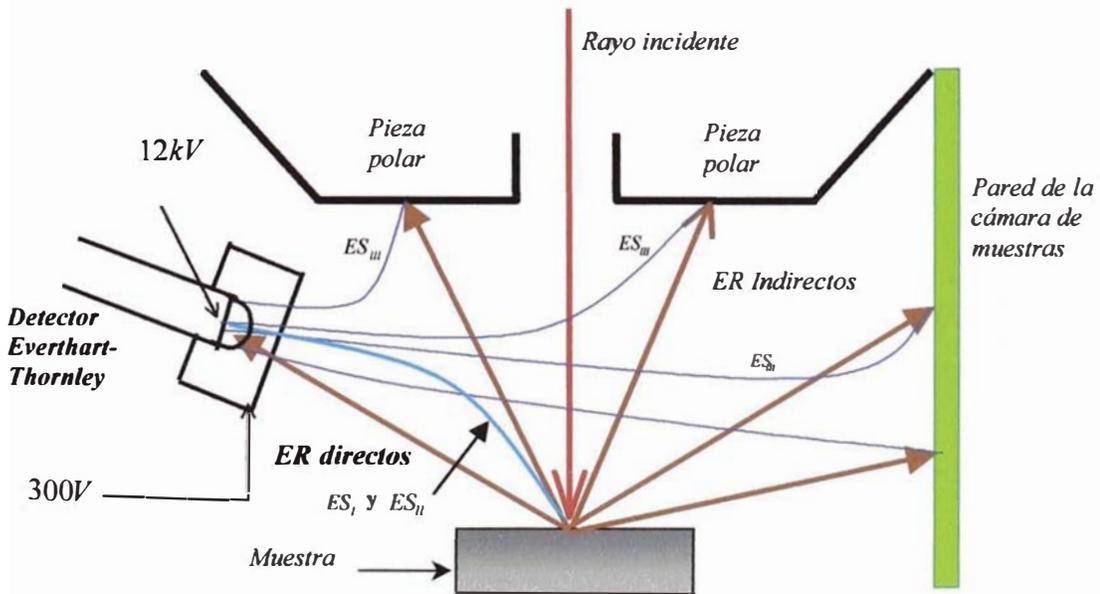


Figura N°1.31: Ilustración esquemática de las distintas fuentes de ES producidos cuando el haz golpea un punto de la muestra^[1].

El detector Everhart-Thornley con Bias positivo colecta a los ES y ER. Como generalmente η es mayor que δ , en muchos casos la señal correspondiente a los ER es la componente más significativa de la señal total recolectada. En la Tabla N°1.3 se da el porcentaje de cada una de las componentes de la señal correspondiente a los ES que conforman la señal total recolectada por el detector Everhart-Thornley con Bias positivo para una muestra de Oro.

Tabla N°1.3: Colección de ES por el detector Everhart-Thornley con potencial Bias positivo de una muestra de Oro⁽¹⁾.

SEÑAL	FUENTE	PORCENTAJE DEL TOTAL
ES_I	ES producidos por el rayo incidente	9 %
ES_{II}	ES producidos dentro de la muestra por los ER	28 %
ES_{III}	ES producidos por los ER fuera de la muestra	61 %
ES_{IV}	ES Producidos por el rayo incidente al golpear la abertura	2 %

1.5.1.2 DETECTORES DE ESTADO SÓLIDO

Este consta de un material semiconductor (Silicio), La interacción de los ER con el semiconductor es una interacción inelástica. Los ER excitan a los electrones de la banda de valencia llevándolos a la banda de conducción, creando electrones en la banda de conducción y huecos en la banda de valencia. Un voltaje externo es aplicado a los electrodos del detector (contactos de oro de 20 a 50 nm de espesor) para producir una corriente de portadores; el cual es usado como la señal de vídeo.

Para crear un par electrón-hueco en el Silicio, la energía del ER debe ser mayor a 3.6 eV. Si un electrón de 10 keV de energía golpea al detector, entonces se crean 2800 pares de electrón-hueco. La cantidad de corriente eléctrica proporcionada por el detector depende de la energía del ER incidente (el potencial de los contactos de oro son fijos).

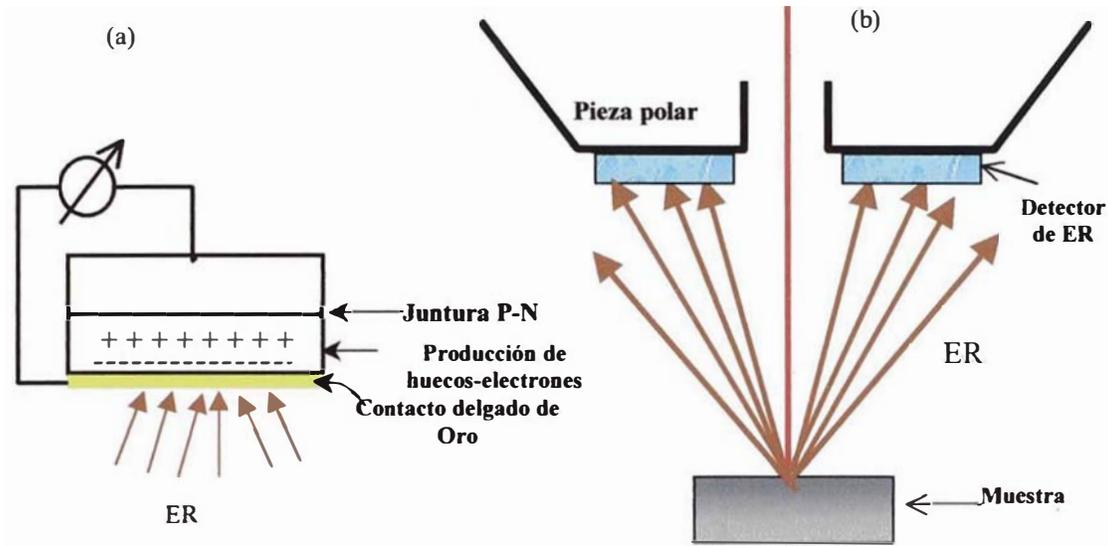


Figura N°1.32: (a) Detector de estado sólido de ER y, (b) su localización en la parte inferior de la pieza polar de la lente final^[1].

Las características más importantes de los detectores de estado sólido son:

Los detectores de estado sólido son pequeños (1 cm de diámetro) y muy delgados (de 2 ó 3 mm de espesor). Esto permite realizar arreglos de múltiples detectores, y ser colocados justo debajo de la pieza polar, muy cerca de la muestra. Este arreglo proporciona un gran ángulo sólido de recolección (alta eficiencia geométrica).

El detector es sensible solamente a los ER, cuya energía es mayor a 2 keV, y no a los ES. El detector también es afectado por los fotones de rayos X, pero estos son muy pocos comparados a los ER.

Existe una energía límite mínima (threshold), por encima del cual la respuesta del detector con la energía de los ER, tiene un comportamiento lineal (Figura N°1.33). Esta energía mínima se debe a la pérdida de energía que experimenta el ER al cruzar el contacto de oro (20 nm, aproximadamente) y la capa muerta del silicio (200 nm)^[1]. Esta energía mínima depende del grosor de la capa de oro. Este comportamiento mejora la resolución, ya que los ER de menor energía provienen de lugares lejos del punto de impacto y con poca información característica de dicho punto.

*La superficie del disco es dividida en dos o en cuatro partes, siendo cada parte un detector que actúa independientemente de los otros. A partir de esto es posible mezclar las señales de cada detector.

El detector de estado sólido actúa como un pre-amplificador, ya que en el proceso de creación de pares hueco-electrón se eleva la señal alrededor de tres ordenes de magnitud.

La alta capacitancia (grandes tiempos de relajación) que presenta el detector, limita el ancho de banda de frecuencias que puede procesar. Las altas frecuencias, como las de TV, no pueden ser procesadas; en su lugar se utilizan frecuencias menores a 10 Hz.

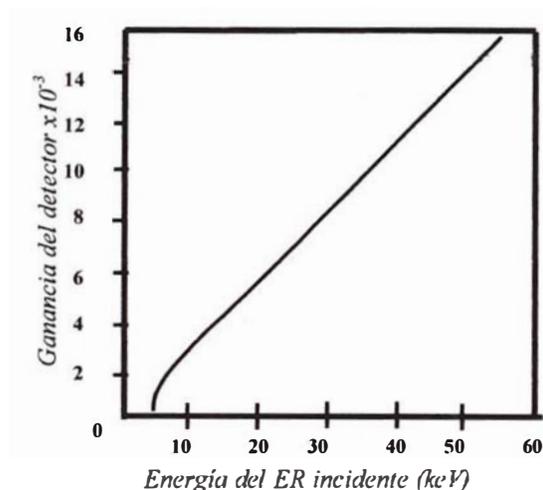


Figura N°1.33: Respuesta de un detector de estado sólido como función de la energía del ER incidente⁽¹⁾.

1.5.2 EL DETECTOR DE RAYOS X

Los rayos X generados, debido a la interacción de los electrones con la muestra, son usados para un Microanálisis químico (por rayos X) de la muestra. Por la naturaleza de recolección de señal, se subdivide en dos técnicas distintas: Espectroscopia de rayos X por longitud de onda dispersiva (WDS) y Espectroscopia de rayos X por energía dispersiva (EDS).

1.5.2.1 EL DETECTOR DE RAYOS X POR LONGITUD DE ONDA DISPERSIVA (WDS)

En la Figura N°1.34 se muestra el diagrama de un espectrómetro por longitud de onda dispersiva. El cual está conformado por un cristal analizador, un contador proporcional (detector de rayos X), un amplificador, un analizador de canal simple (ACS) y un dispositivo donde se presentaran los resultados como intensidades versus longitud de onda (Computador, escalímetro o medidor analógico).

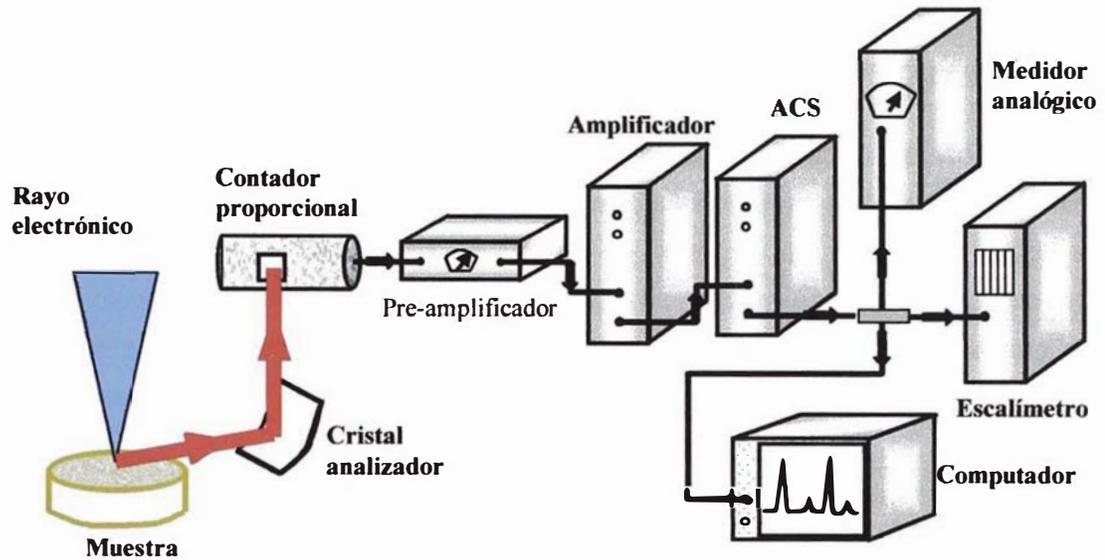


Figura N°1.34: Diagrama esquemático de un espectrómetro por longitud de onda dispersiva (WDS) y su electrónica asociada^[1].

Los fotones de rayos X provenientes de la muestra pueden ser rayos X característicos o una radiación continua. Al rotar el cristal analizador (variar el ángulo θ de Bragg) difracta a aquellos rayos X cuya longitud de onda λ satisface la relación de Bragg:

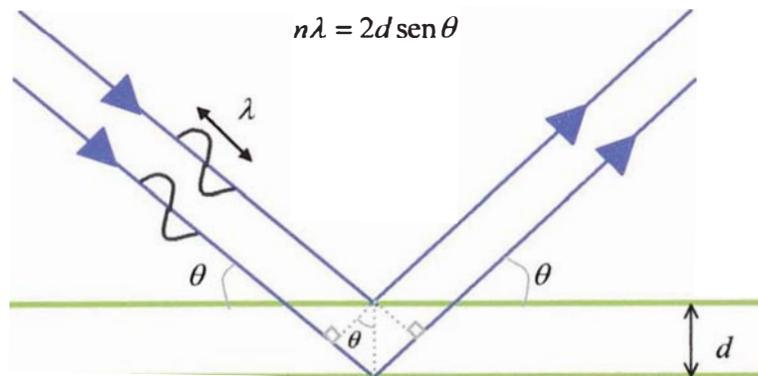


Figura N°1.35: Difracción de rayos X que satisfacen la relación de Bragg, d es la distancia interplanar, λ es la longitud de onda del fotón de rayos X incidente, θ el ángulo de incidencia y n un número entero^[1].

Los fotones difractados son dirigidos hacia el contador proporcional, el cual se encarga de convertir la señal de rayos X a un pulso de voltaje proporcional a su intensidad^[1]. Esta señal es llevada a un analizador de canal simple donde se cuantifica la intensidad, la misma que será mostrada por un dispositivo en forma de intensidad versus el ángulo θ (correspondiente a la longitud de onda λ del fotón incidente).

1.5.2.2 EL DETECTOR DE RAYOS X POR ENERGÍA DISPERSIVA (EDS)

En un EDS, cada fotón al interactuar con el detector crea un pulso de voltaje proporcional a la energía del fotón. La señal es posteriormente amplificada y analizada por un computador analizador multicanal de rayos X en donde los datos son seleccionados y presentados como un histograma de la intensidad del fotón de rayos X con su respectiva energía^[1] (Figura N°1.36). Los datos pueden ser usado para posteriores procesamientos, como, la identificación y cuantificación de los resultados.

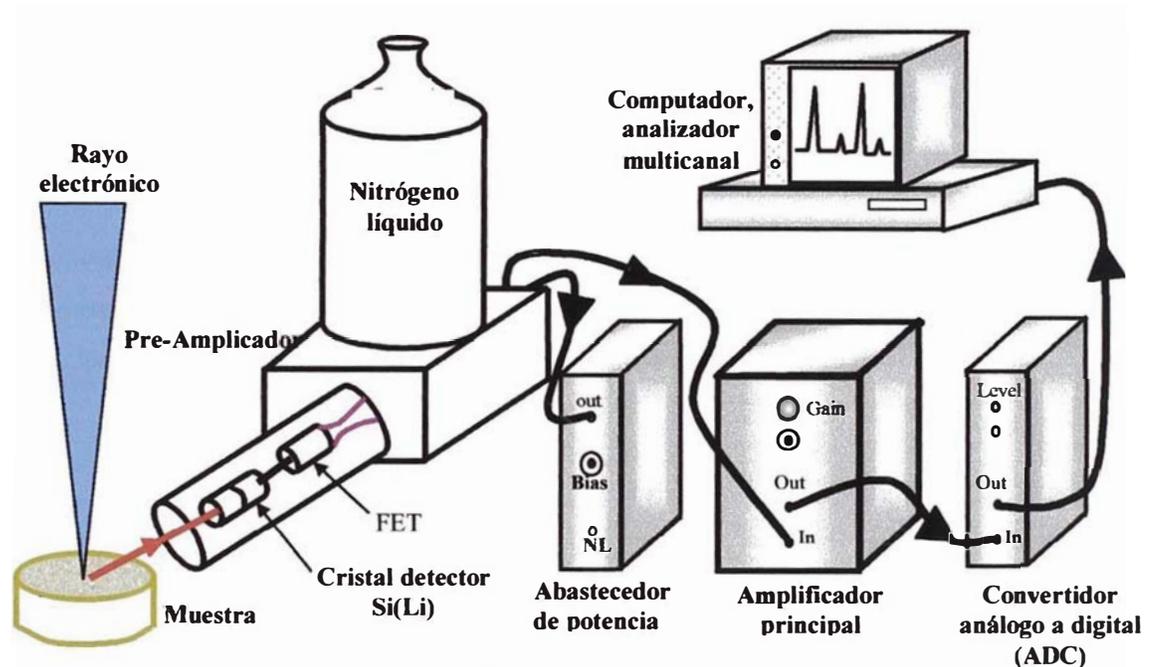


Figura N°1.36: Diagrama esquemático de un espectrómetro por energía dispersiva (EDS) y su electrónica asociada^[1].

El material usado para la detección de rayos X, en principio puede ser cualquier material semiconductor intrínseco, como el Silicio o el Germanio. En estos materiales, la banda de valencia y la banda de conducción se encuentran separados por un ancho de energía prohibido (característica del material usado). La banda de valencia está totalmente llena de electrones, mientras que la banda de conducción se encuentra vacía. Cuando los rayos X golpean al semiconductor, los electrones de la banda de valencia son transferidos a la banda de conducción creando pares electrón-hueco. Estos son transportados por medio de un potencial Bias externo (contacto de oro de 10 nm de espesor). La cantidad de pares de electrón-hueco, creados por un fotón de rayos X de una energía determinada, está dada por:

$$n = \frac{E}{\epsilon} \quad (1.50)$$

Donde E es la energía del fotón y ε es la energía del ancho de energía prohibido del material, 3,6 eV para el silicio.

La cantidad de carga generada por el detector, cuando incide un fotón de rayos X, es extraordinariamente baja (del orden $10^{-16} C$). Para medir esta carga es necesario minimizar el ruido electrónico (generado debido a la temperatura); es por esto, que el detector debe trabajar a temperaturas bajas, del orden de la temperatura del nitrógeno líquido.

Sin embargo el silicio intrínseco es difícil de obtener, en su lugar se utiliza un cristal de Si(Li). Este consiste de silicio tipo p , a cuya superficie se le aplicado Litio (dopante tipo n); al difundirse el Litio, sobre el silicio tipo p , se crea una delgada juntura intrínseca $p-n$. Aplicando un potencial inverso, el espesor de la región intrínseca aumenta, haciéndola ideal para un detector de rayos X. El detector debe funcionar a temperaturas bajas, del orden del nitrógeno líquido, ya que a más altas temperaturas el Litio se difundirá por toda la región degradando al detector.

2 FUNCIONAMIENTO DE LAS LENTES Y TÉCNICAS DE FORMACIÓN DE IMÁGENES

2.1 LENTES ELECTRÓNICAS EN EL MEB

2.1.1 EL CAÑÓN ELECTRÓNICO (LENTE ELECTROSTÁTICA)

El propósito del cañón de electrones es proporcionar grandes corrientes de electrones mono-energéticos (rayos electrónicos) desde una pequeña región (superficie del filamento o cátodo), el cual sirve como objeto para el sistema de lentes subsecuentes. La imagen, proyectada sobre la muestra, de este objeto se denominada *sonda electrónica final*. Existen dos tipos de emisores electrónicos: emisor termoiónico y emisor por campo intenso^[4]. La Figura N°2.1 muestra un diagrama esquemático de un cañón de electrones termoiónico.

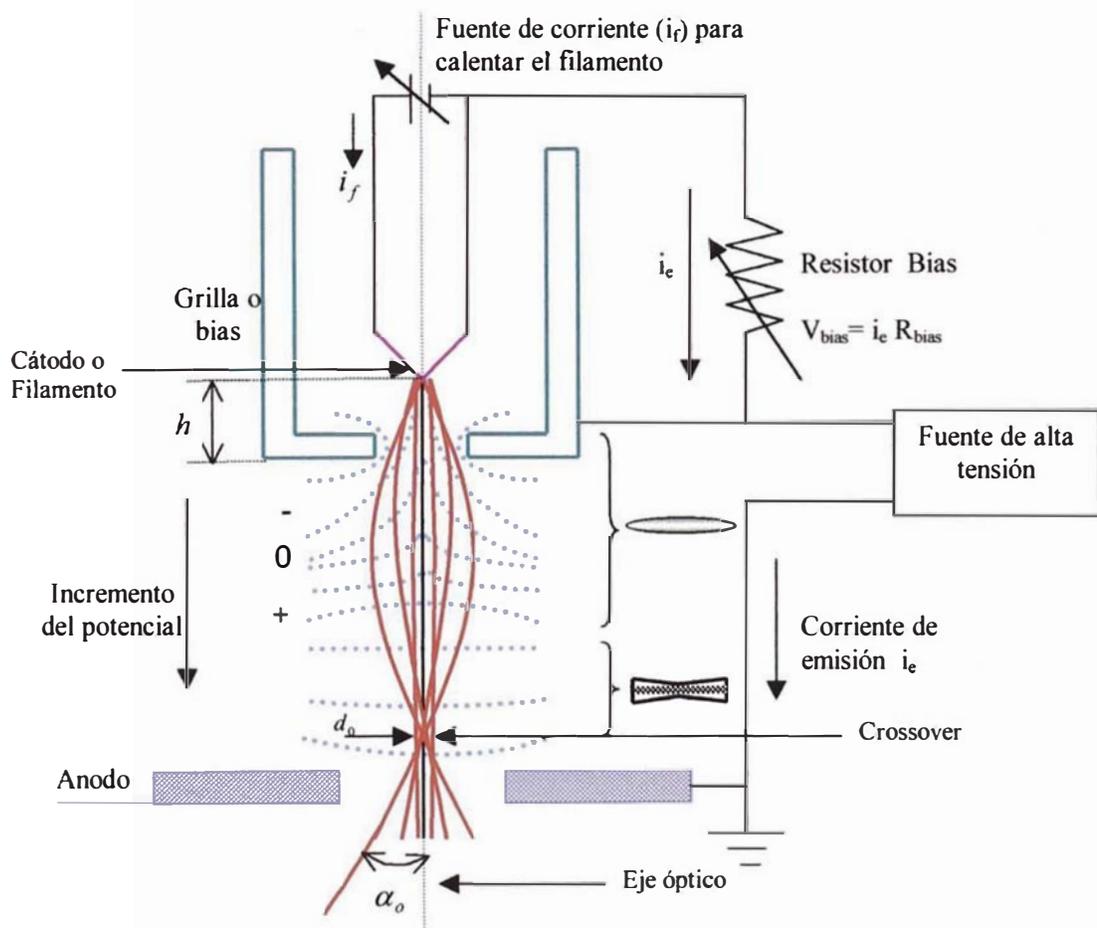


Figura N°2.1: Diagrama esquemático del cañón electrónico termoiónico (filamento de tungsteno) cuyo potencial del bias es automático (potencial autobias)^[2].

El cañón de electrones está constituido por tres electrodos (Figura N°2.1):

- El filamento emisor, que constituye el cátodo, cuyo potencial es $\phi_c = -U$ es calentado resistivamente por una fuente de corriente externa;
- El cilindro de Wehnelt, grilla o *bias*, cuyo potencial ϕ_w , es de algunos cientos de voltios más negativo que la del cátodo;
- El ánodo acelerador puesto a la tierra física ($\phi_a = 0$).

El sistema así configurado se comporta como una lente electrostática convergente; el objeto viene a ser la superficie del filamento, donde los electrones son liberados (aproximadamente de $100 \mu m$); y la imagen, denominada el *Crossover* (aproximadamente de $30 \mu m$ a $100 \mu m$), se forma justo antes del ánodo. El *crossover* actúa como fuente electrónica (objeto) para la lente condensadora.

En el caso de requerirse altas resoluciones, es necesario que el tamaño de la sonda electrónica final sea la más pequeña posible, y la corriente total sea lo suficientemente grande (para poder obtener suficiente señal). En este contexto, el *crossover* debe ser pequeño, tener una alta corriente, y especialmente una dispersión angular α_0 pequeño (para no perder rayos en el trayecto hacia la muestra). La cantidad física que toma en cuenta estas tres propiedades del *crossover*, se denomina el brillo del cañón de electrones^[3], y está definido como la densidad de corriente por unidad de ángulo sólido que forman los rayos en el *crossover*,

$$\beta = \frac{\text{Corriente}}{\text{Área} \cdot \text{Ángulo sólido}} = \frac{4 \cdot i_e}{\pi^2 \alpha_0^2 d_0^2} \quad (2.1)$$

Donde: i_e , d_0 y α_0 es la corriente, el diámetro y el ángulo de divergencia del rayo en el *crossover*, (Figura N°2.1).

El brillo electrónico³ se mantiene constante^[4] en cualquier lugar del eje óptico donde se forme la imagen del *crossover* (lo cual no sucede para la densidad de corriente). Para obtener una gran resolución el valor del brillo electrónico debe ser grande. Sin embargo el valor máximo del brillo del cañón está limitado por la naturaleza estadística que presenta el momento de los electrones cuando estos abandonan el filamento^[4].

³El brillo electrónico y la cantidad mínima de corriente para el cual se obtenga imagen (Capítulo 2.3) son los parámetros más importantes de un MEB.

El potencial negativo (con respecto al cátodo) del *bias* tiene la finalidad de controlar el tamaño del crossover, la cantidad de corriente, y el ángulo de salida de los electrones que son liberados (Ver Figuras N°2.2). Solo los electrones que vean un potencial cero podrán escapar al vacío (área no sombreada en las Figuras N°2.2), mientras que aquellos que vean a un potencial negativo (área sombreada en las Figuras N°2.2) no podrán dejar la superficie.

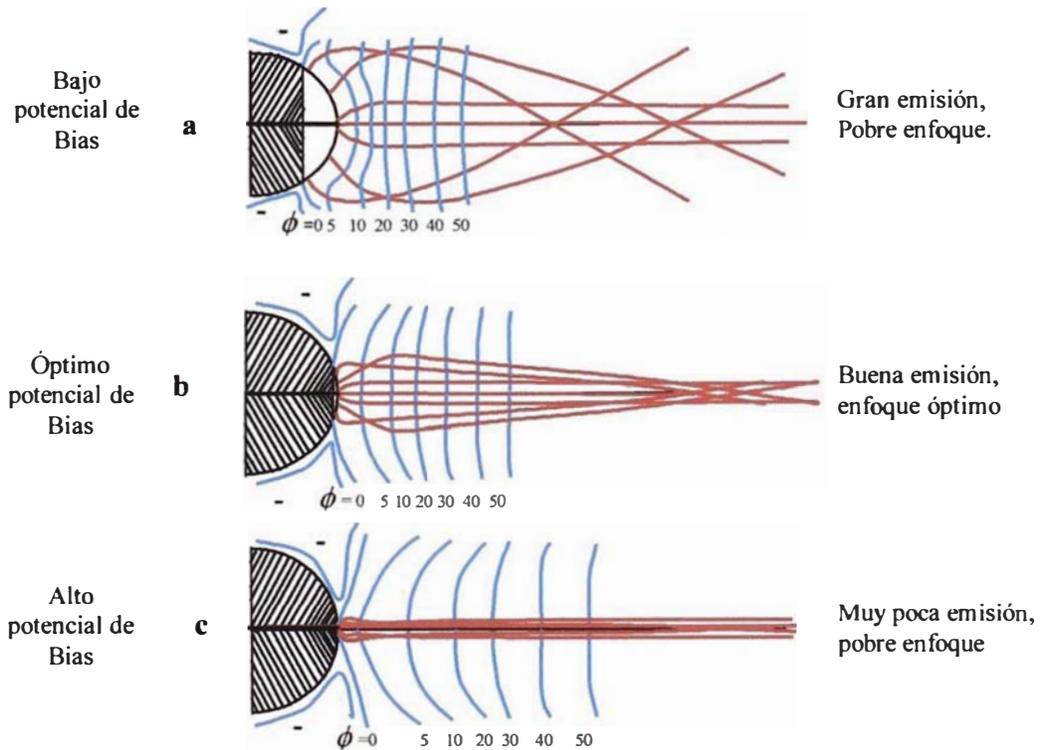


Figura N°2.2: Variación de las curvas equipotenciales frente al cátodo al aumentar el voltaje negativo del bias (de a a c)^[4].

En la Figura N°2.2(a), los electrones son liberados de una gran área (no necesariamente en un plano), estos sufren grandes fuerzas radiales hacia el eje, y los rayos tienden a cruzar al eje en diferentes lugares, formando una pobre imagen del objeto (crossover hueco). En la Figura N°2.2(b), los electrones liberados entran en un campo mas o menos uniforme, los cuales van ejerciendo moderadas fuerzas radiales hacia el eje, haciendo que los rayos tiendan a cruzarse en una pequeña sección transversal circular (el crossover). En la Figura N°2.2(c), el área de emisión y la corriente total son disminuidos, los pocos electrones que son liberados sufren pequeñas fuerzas radiales cerca del cátodo; sin embargo, ningún decrecimiento del crossover es observado. Ningún electrón deja el cátodo si el potencial negativo del bias es fuertemente incrementado.

⁴Considerando que el potencial del ánodo es positivo e igual al voltaje de aceleración +U.

En la práctica, el potencial del bias se consigue por una caída de voltaje a través de la resistencia R_{bias} por donde circula la corriente de emisión i_e (Figura N°2.1). El sistema así configurado se le denomina cañón electrónico *auto-bias*. Esta configuración tiene la ventaja de que i_e alcanza un valor máximo, en el cual pequeñas variaciones de la corriente de filamento (i_f) no altera el valor de i_e (estabilidad de la corriente de emisión), condición conocida como **saturación** del filamento. Si hubiese un incremento en i_e , debido a la variación de la temperatura del filamento (i_f), inmediatamente incrementará el voltaje *bias*, el cual contendrá el incremento de i_e .

En la mayoría de los cañones electrónicos usados en los MEBs, existen tres parámetros que pueden ser variados (ver Figura N°2.1) por el operador: la altura h , la resistencia R_{bias} y la corriente de calentamiento de filamento i_f ; cuyos valores óptimos están relacionados entre ellos. Una vez que la altura h es fijada, el operador debe elegir el brillo del cañón para el cual desee trabajar, según esto debe elegir la resistencia R_{bias} , y luego incrementar la corriente i_f hasta alcanzar la saturación.

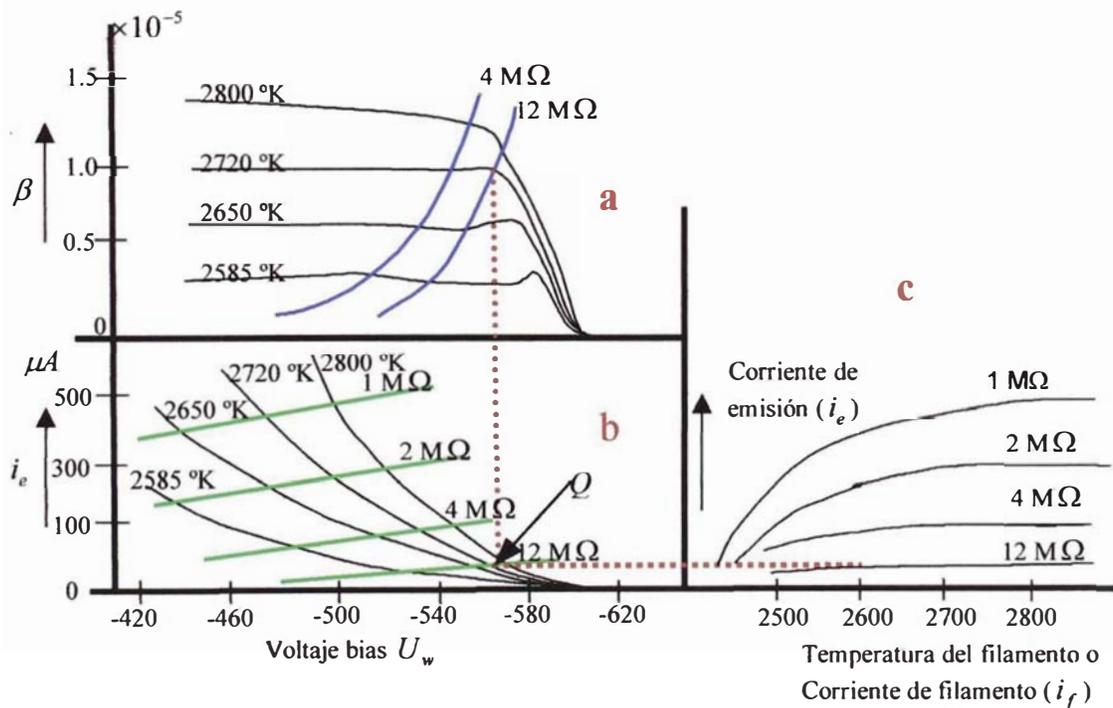


Figura N°2.3 Saturación del filamento en una cañón de electrones *auto-bias*¹¹.

En las Figuras N°2.3 muestra la manera como trabaja un cañón electrónico *Auto-Bias*. Primero el operador debe elegir el brillo con que desea trabajar, para esto debe elegir la resistencia R_{bias} (Figura N°2.3(a)). Luego debe incrementar la corriente de filamento

i_f (aumento de la temperatura) el cual dará lugar al incremento de la corriente de emisión i_e , y el voltaje del Bias U_w (Figuras N°2.3(c) y (b) respectivamente). La **saturación** se alcanza al seguir incrementando la corriente de filamento hasta que muy pequeñas variaciones del brillo y de la corriente de emisión sean obtenidas (obsérvese las líneas punteadas en la Figura N°2.3(c)).

No obstante, existen otros tipos de emisores donde se pueden obtener brillos mas altos que los tradicionales emisores de tungsteno. Por ejemplo, el Hexaboruro de lantano (LaB₆), que al igual que el tungsteno es una fuente termoiónica; o las fuentes con emisores de campo intenso. Estas fuentes requieren condiciones de vacío muy altas. En la Tabla N°2.1 se compara los parámetros obtenidos y requeridos (más importantes) de las distintas fuentes de emisores electrónicos.

Tabla N°2.1: Algunas propiedades de diferentes tipos de fuentes electrónicas⁴¹.

Fuente	Brillo β (A/cm ² sr)	Diámetro del crossover d_0 (μm)	Tiempo de vida (horas)	Dispersión energética ΔE (eV)	Vacío requerido (Pa)
Tungsteno	10^5	30 - 100	40 - 100	1 - 3	$10^{-2} - 10^{-3}$
LaB ₆	10^6	5 - 50	200 - 1000	1 - 2	$10^{-3} - 10^{-4}$
Emisión de campo					
Fría	10^8	< 5 nm	> 1000	0.3	$10^{-7} - 10^{-8}$
Térmica	10^8	< 5 nm	> 1000	1	$10^{-7} - 10^{-8}$
Schottky	10^8	15 - 30 nm	> 1000	0.3 - 1	$10^{-7} - 10^{-8}$

2.1.2 LENTES MAGNÉTICAS EN EL MEB (LENTE CONDENSADORA Y LA LENTE OBJETIVO)

Las lentes utilizadas en el MEB son básicamente dos: La lente condensadora y la lente Objetivo, ellas en conjunto, demagnifican y proyectan al crossover justo sobre la superficie de la muestra, es decir son las encargadas de producir la sonda final.

Además, ellas (junto con el cañón electrónico) se encargan de controlar tanto el tamaño (la resolución) y la corriente final (la cantidad de señal) de la sonda.

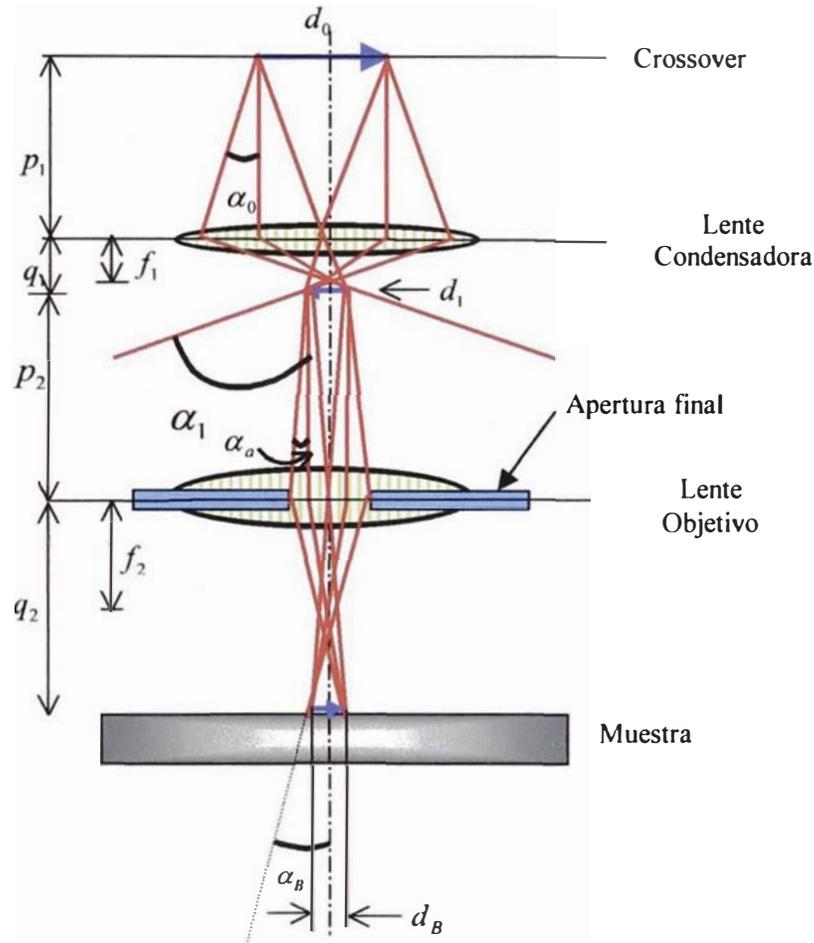


Figura N°2.4: Sistema óptico electrónico formador de sonda, conformado por dos lentes magnéticas: lente condensadora y la lente objetivo^[1].

La demagnificación está dada por^[1]:

$$m = \frac{p_1}{q_1} \times \frac{p_2}{q_2} \quad (2.2)$$

Mientras que la cantidad de corriente que llega a pasar por la abertura final está dado por:

$$I_B = I_1 \left(\frac{\alpha_a}{\alpha_1} \right)^2 \quad (2.3)$$

Donde I_B : es la corriente de la sonda final (corriente que atraviesa la lente objetivo),

I_1 : es la corriente justo en la imagen intermedia d_1 (Figura N°2.4).

Los ángulos (α_B) que intervienen en la formación de imágenes en el MEB están entre 0.001 a 0.02 radianes (0.05° a 1°).

La lente condensadora es la encargada de demagnificar en primer plano el Crossover producido por el cañón electrónico. Además, junto con la abertura final controla la cantidad de corriente que impacta sobre la muestra. En algunos MEB_s existen dos lentes magnéticas interconectadas* (HITACHI S-500). Esta lente es controlada externamente por el operador y es nombrada por los fabricantes como CONDENSADOR (HITACHI), SPOT SIZE (PHILIPS) o RESOLUCION (JEOL).

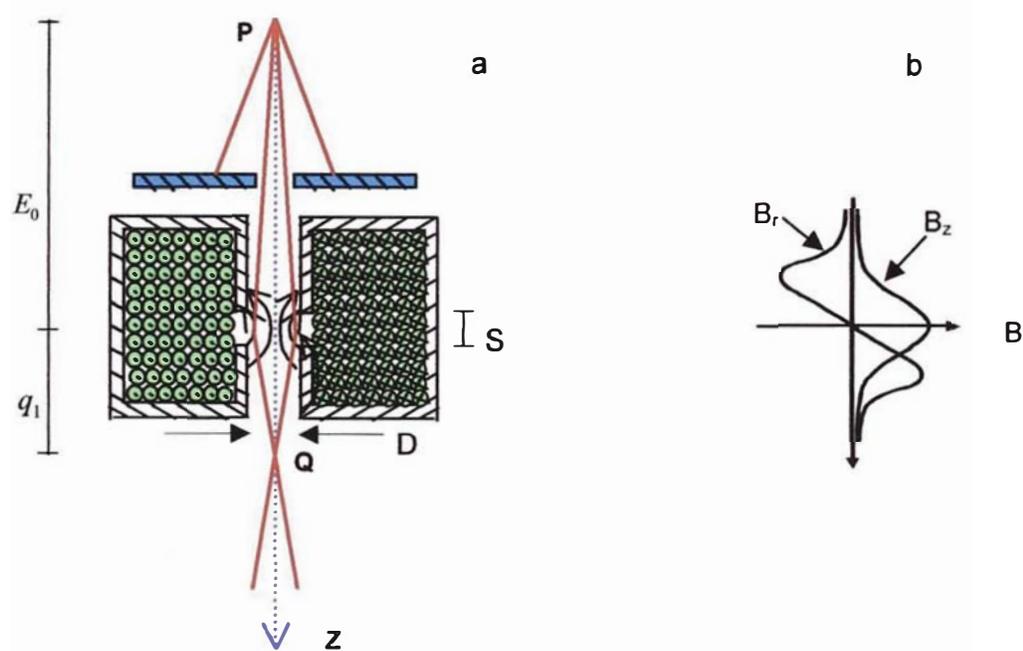


Figura 2.5: a) Diagrama esquemático de una lente condensadora. Observe que el tamaño de la abertura (D) es comparable a la longitud del Gap (S), y ambos son pequeños (lente ideal²⁾). b) muestra la forma del campo magnético en la lente condensadora. B_r y B_z son las componentes radial y longitudinal respectivamente¹⁾.

La lente objetivo: Se encarga de demagnificar la imagen intermedia y proyectarla sobre la muestra, formando así la **sonda electrónica** final. Esta también es controlada externamente (por el operador) y es llamada por los fabricantes como FOCUS (HITACHI, JEOL) o OBJETIVO (PHILIPS). El diseño de esta lente es geoméricamente especial, ya que debe tener suficiente espacio para incorporar las bobinas de deflexión (A_1 , A_2), los astigmatadores y la abertura final (limitante).

*Se usan dos lentes para evitar el calentamiento excesivo que puede causar la corriente al pasar por una sola bobina.

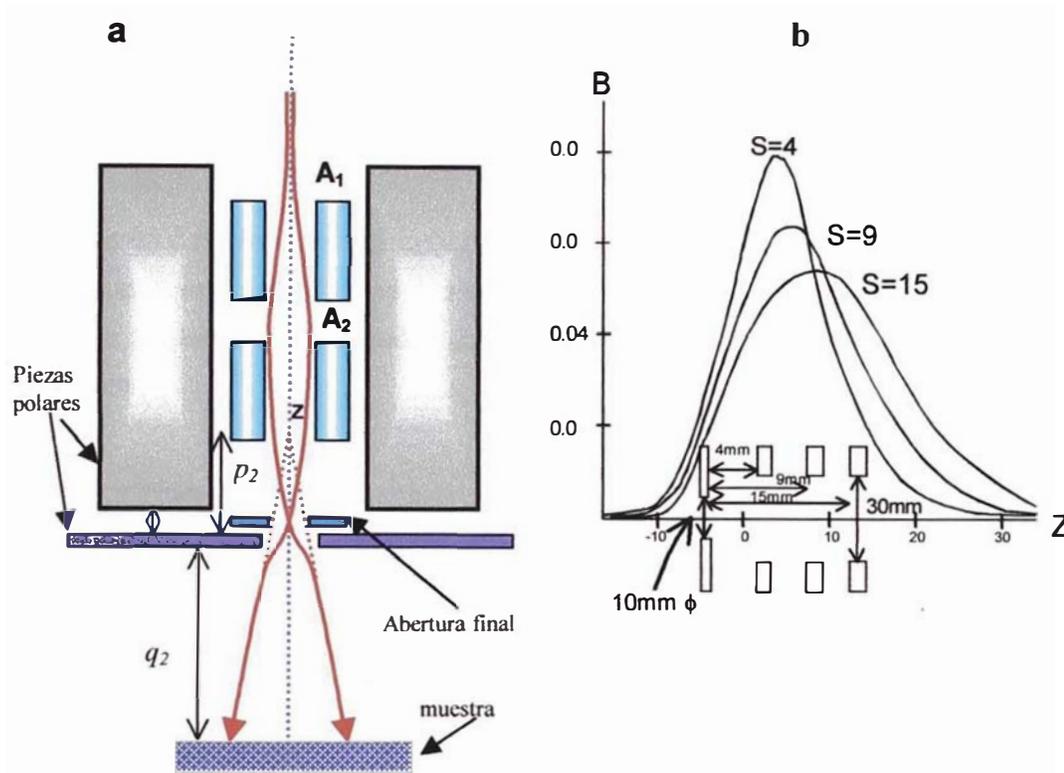


Figura N°2.6: (a) Diagrama esquemático de la lente objetivo, se muestra dos rayos en tiempos diferentes. (b) Forma del campo magnético B_z . S en cada caso es la distancia entre las piezas polares^[2].

Se define la distancia de trabajo q_2 a la distancia existente entre la muestra y la pieza polar inferior (Figura N°2.6(a)). Las distancias de trabajo típicas en los MEB_s pueden variar entre 5 mm y 40 mm. La elección de la distancia de trabajo dependerá de la profundidad de foco y la resolución (Ver ecuación N°2.2) que se desea obtener.

La *abertura final* es colocada en el espacio vacío (Figura N°2.6(a)) de la lente objetivo, tiene como finalidad limitar la cantidad de corriente que llega a la muestra y fijar el ángulo de convergencia final del rayo; la región de la abertura actúa como pivote de los rayos electrónicos sobre el cual se deflecta el haz en el proceso de barrido.

2.1.3 ABERRACIONES EN LAS LENTES

Las imperfecciones que se cometen en la construcción de las lentes y el hecho de que éstas, en realidad, no se comportan como una lente ideal; trae como consecuencia que todos los rayos electrónicos provenientes de un punto objeto no sean enfocados

²Ver Capítulo N°2.4.

en el punto imagen correspondiente, si no dentro de un pequeño disco, llamado disco de mínima confusión. A este defecto se le denomina aberración de la lente^[3]. La aberración presentada en la lente objetivo es la más importante, ya que las producidas por las lentes precedentes son despreciables debido al tamaño relativamente grande de la sonda que ellos producen (sondas intermedias).

Aberración esférica: Se origina del solo hecho de tratar a estas lentes en el marco de la aproximación paraxial. Aquí, los electrones que viajan mas alejados del eje óptico son mas fuertemente deflectados (hacia el eje) que aquellos que viajan mas cerca al eje óptico.

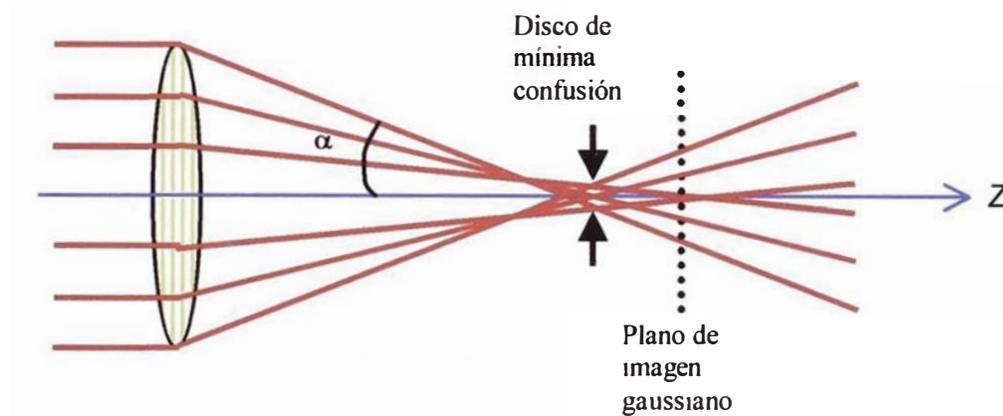


Figura N°2.7: Acción de la aberración esférica; los electrones que cruzan la lente lejos del eje son mas fuertemente deflectados^[1].

El diámetro del disco de mínima confusión está dado por^[3]:

$$d_s = \frac{1}{2} C_s \alpha^3 \quad (2.4)$$

Donde α es el semi-ángulo fijado por la abertura final de la lente (lente objetivo) y por la distancia de trabajo. C_s , es la constante de aberración esférica y depende de la distancia focal y de la geometría de la lente. Para la lente objetivo usadas en el MEB el C_s toma un valor entre 10 mm a 20 mm.

Aberración cromática: este tipo de aberración se genera debido a la dispersión de energía ΔE , que presentan los electrones al abandonar el filamento emisor. Los electrones que llevan diferentes energías son enfocados en distintos puntos del eje óptico; este efecto es más notorio cuando el ángulo de incidencia α es mayor.

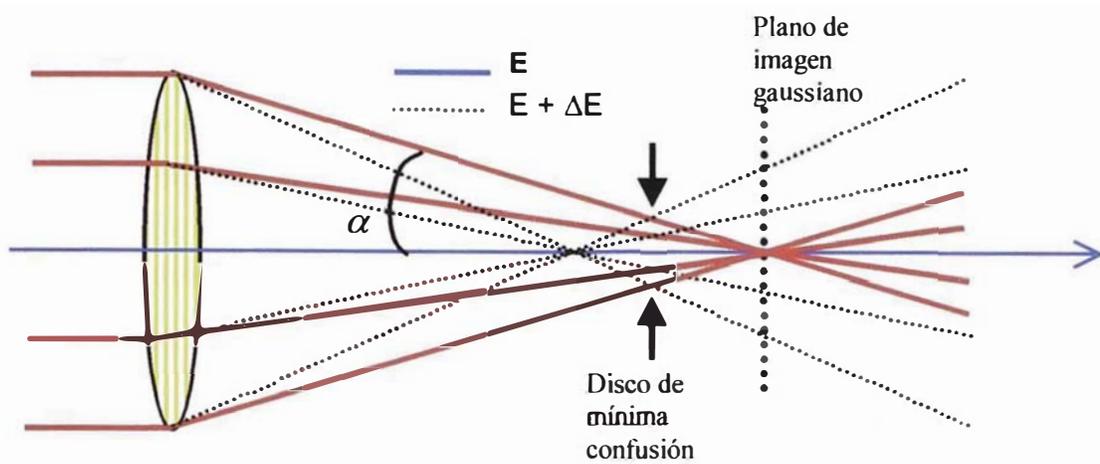


Figura N°2.8: Acción de la aberración esférica. Electrones con diferentes energías son enfocados a distancias diferentes de la lente^[1].

El diámetro del disco de mínima confusión está dada por:

$$d_c = C_c \alpha \frac{\Delta E}{E_0} \quad (2.5)$$

Donde: ΔE es la dispersión de energía, y es del orden de 1 a 3 eV para el emisor de tungsteno; 1 a 2 eV para el LaB₆ y 0.2 a 0.3 eV para el emisor de campo intenso. Por otro lado, C_c es el coeficiente de aberración cromática y también está relacionado con f . Para muchos objetivos de los MEBs el valor de C_c es similar a C_s , pero puede variar dependiendo de las condiciones de operación ($E_0, \Delta E, \alpha, f$)^[2]

Aberración por Difracción:

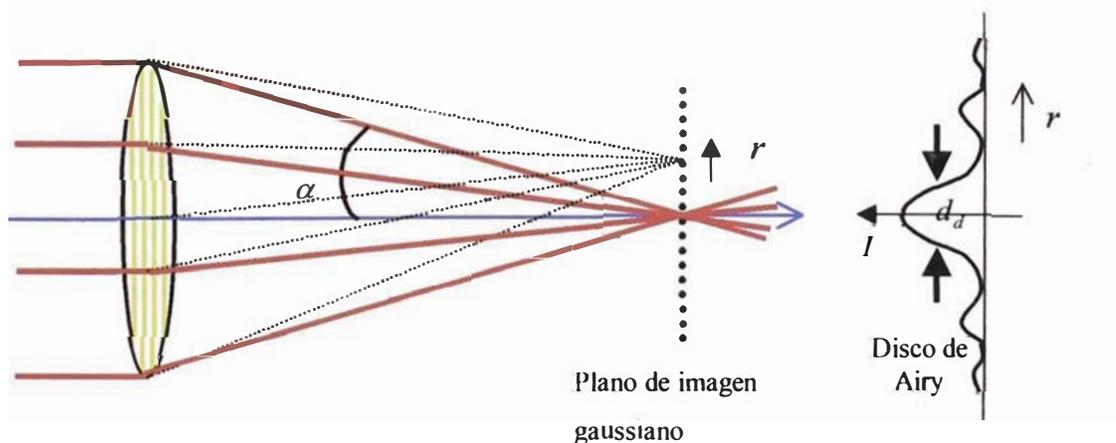


Figura N°2.9: Difracción de electrones en las paredes de la abertura final. Una distribución de intensidades es obtenida^[1].

Esta es una consecuencia de la naturaleza ondulatoria de los electrones y de la pequeña abertura (abertura final) que es colocada para reducir la aberración esférica. La imagen de un punto P aparece como una distribución de intensidad (disco de Airy), rodeado de pequeños máximos secundarios. La contribución a la sonda final es por definición el ancho de la mitad de la altura media (FWHM) de la distribución principal de intensidades, Figura N°2.9.

$$d_d = 0.61 \frac{\lambda}{\alpha} \quad (2.6)$$

Donde: λ es la longitud de onda de los electrones dada por:

$$\lambda = 10226 * [U(1 + 0.9778 * 10^{-6} U)]^{-1/2} \quad (2.7)$$

Con λ en nm, y U en Voltios

Astigmatismo: Es el defecto mas importante que sufren las lentes. Es provocada por la falta de homogeneidad (asimetría axial) del campo magnético de la lente; el cual puede ser debido a: la falta de homogeneidad en las piezas polares (producidas al momento de la fabricación), efecto de carga en la lente (suciedad en la abertura final) o falta de homogeneidad en las propiedades magnéticas del hierro de las piezas polares de la lente. Como consecuencia, los electrones que son incidentes en los planos sagital y meridional son enfocados en diferentes distancias de la lente.

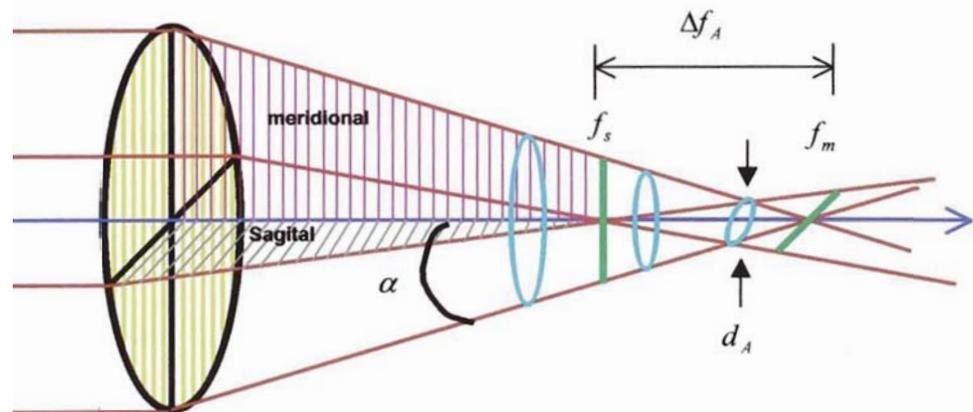


Figura N°2.10: Lente astigmática. Los electrones que se desplazan por el plano sagital tienen su foco en el punto f_s , mientras los que se desplazan por el plano meridional se encuentran en f_m . El disco de menor confusión tiene como diámetro d_A [1].

El diámetro del disco de menor confusión está dado por [3]:

$$d_A = \Delta f_A \alpha \quad (2.8)$$

El astigmatismo aumenta el tamaño de la sonda final disminuyendo notablemente la resolución. No obstante, el astigmatismo de una lente puede ser corregido usando astigmatadores^[15]; el cual consiste de un par de bobinas cuadrupolares situado cerca del Gap de la lente objetivo. Los Astigmatadores superponen campos magnéticos adicionales haciendo parecer que la lente sea simétrica. El astigmatismo generalmente se reconoce enfocando y sobre-enfocando la sonda sobre la muestra, las imágenes correspondientes aparecerán *estiradas* y mutuamente perpendiculares, indicando que la lente está astigmática.

2.1.4 RELACIÓN ENTRE EL ÁNGULO DE INCIDENCIA, CORRIENTE Y EL DIÁMETRO DE LA SONDA

El ángulo de incidencia, la corriente y el diámetro de la sonda final están relacionados mediante la ecuación del Brillo electrónico (Ecuación N°2.1). Por tanto la sonda final tiene un diámetro geométrica d_B (sin aberraciones) dado por:

$$d_B = \left(\frac{4I_B}{\pi^2 \beta} \right)^{1/2} \alpha_B^{-1} \quad (2.9)$$

Sin embargo, las aberraciones presentes en la lente objetivo agrandan este diámetro. Si asumimos que los discos de error cuyos anchos son d_s, d_c, d_d obedecen una distribución radial gaussiana, entonces el diámetro efectivo o diámetro de la sonda real $d_p^{[1]}$ está dado por:

$$d_p^2 = d_B^2 + d_d^2 + d_s^2 + d_c^2 \quad (2.10)$$

Reemplazando obtenemos:

$$d_p^2 = \left[\left(\frac{4I_B}{\pi^2 \beta} \right) + (0.6\lambda)^2 \right] \alpha_B^{-2} + \frac{1}{4} C_s^2 \alpha_B^6 + \left(C_c \frac{\Delta E}{E} \right)^2 \alpha_B^2 \quad (2.11)$$

Pero, $\left(\frac{4I_B}{\pi^2 \beta} \right)^{1/2} \gg 0.6\lambda^{[1]}$, y por lo tanto el error de difracción puede ser despreciado;

además, debido a que $\Delta E/E$ es pequeña (para potenciales de aceleración mayor a 10 keV), la aberración cromática también puede ser despreciada, por lo tanto queda:

$$d_p^2 = \left(\frac{4I_B}{\pi^2 \beta} \right) \alpha_B^{-2} + \frac{1}{4} C_s^2 \alpha_B^6 \quad (2.12)$$

Por lo tanto el diámetro, el ángulo y la corriente de sonda están relacionados mediante la Ecuación N°2.12. La Figura N°2.11 presenta el comportamiento de d_p vs. α_p para distintas corrientes de sonda.

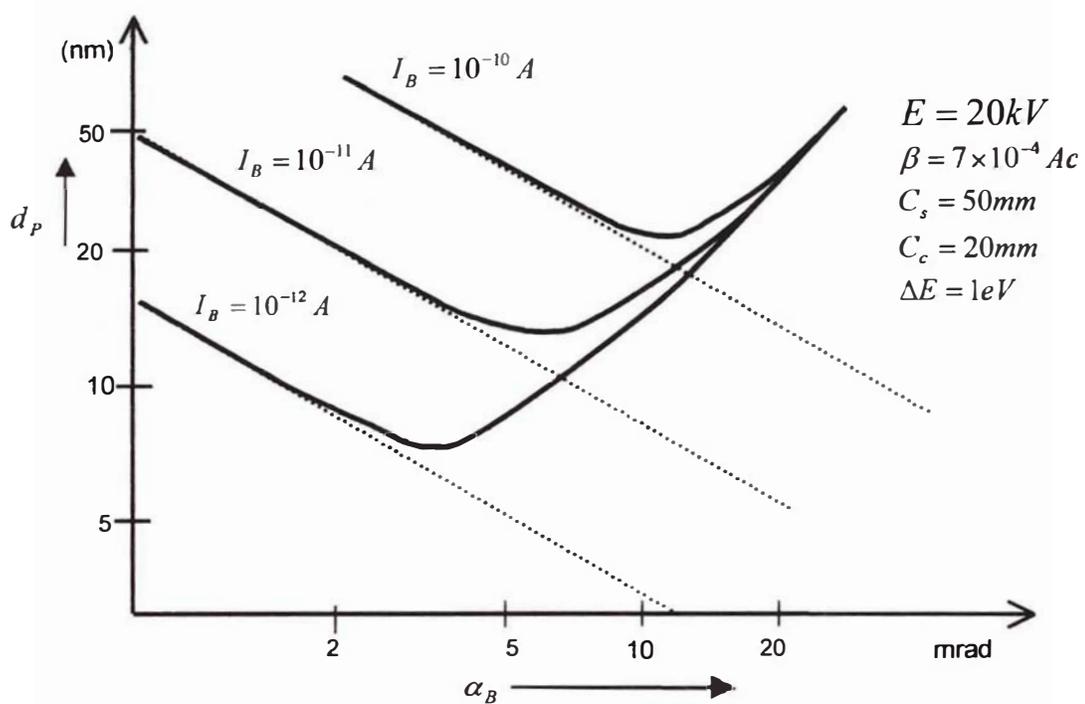


Figura N°2.11: Gráfica del diámetro de la sonda d_p como función del ángulo de incidencia α_B para diferentes corrientes de sonda $I_B^{[1]}$.

La gráfica muestra que para una determinada corriente I_B , el diámetro de sonda electrónica d_p , presenta un diámetro mínimo d_{min} a una abertura $\alpha_p = \alpha_{opt}$. Además se observa que d_{min} disminuye con la corriente de sonda, lo cual debe de tenerse en cuenta cada vez que se desee obtener una imagen de alta resolución .

¹Para imágenes con alta resolución es necesario que el diámetro de la sonda sea lo mas pequeña posible (menor que la resolución que se desee obtener); pero, además debe llevar la suficiente corriente como para poder obtener señal para la formación de imágenes, Ver Capítulo N° 2.3.

2.1.5 CONSECUENCIAS QUE TRAE LA VARIACIÓN DE LAS DISTINTAS COMPONENTES DE LA COLUMNA ELECTRÓNICA.

2.1.5.1 EFECTO DE VARIAR EL TAMAÑO DE LA ABERTURA FINAL

El diámetro de la abertura final oscila, para la mayoría de los MEBs entre $100\ \mu\text{m}$ y $400\ \mu\text{m}$; este puede ser elegido por el operador y tiene tres objetivos principales: Primero, controla el ángulo de incidencia sobre la muestra; segundo, controla la profundidad de campo (pequeños ángulos producen grandes profundidades de campo); y por último, controla la cantidad de corriente que llega a la muestra.

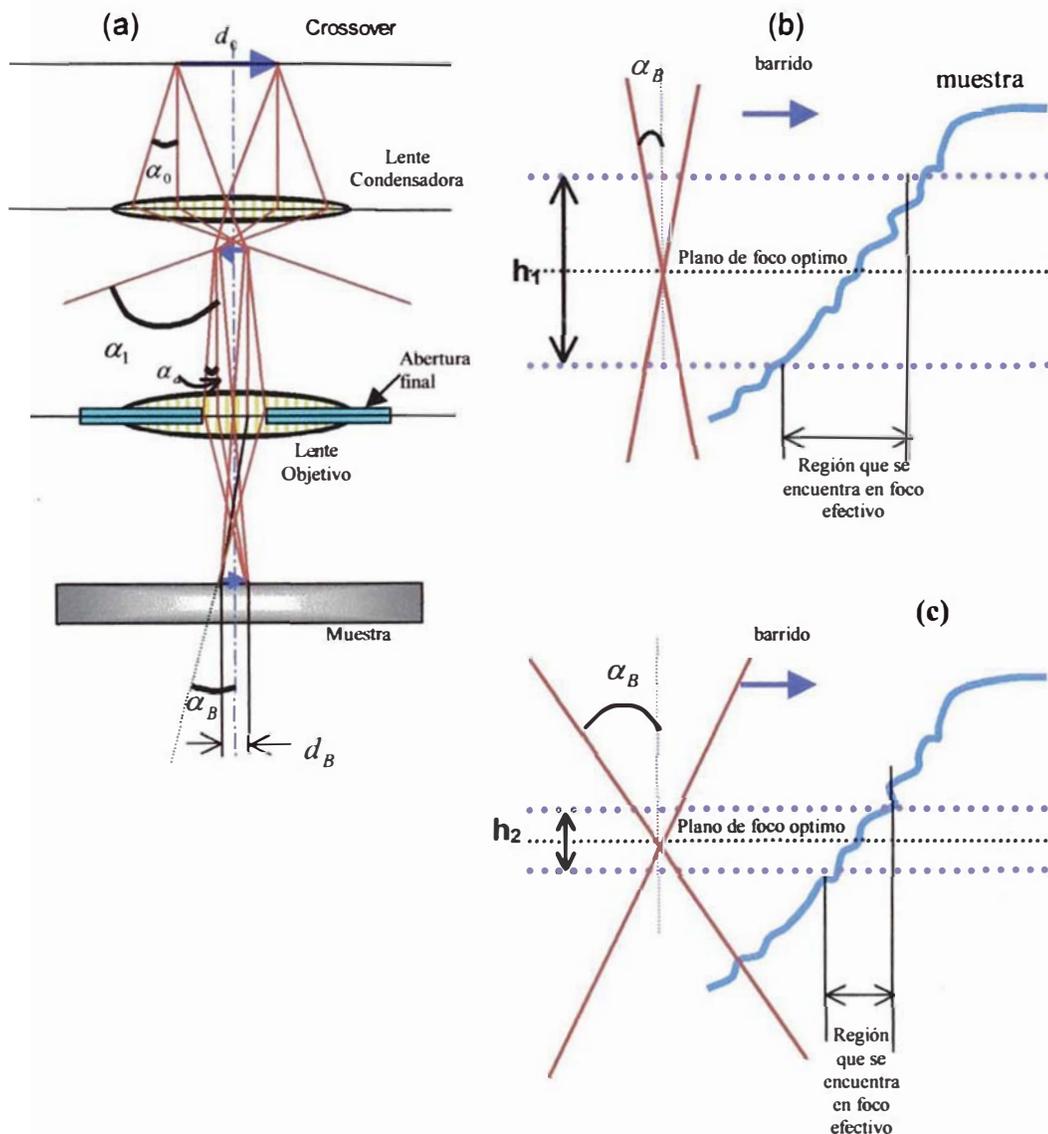


Figura 2.12: El tamaño de la abertura controlando (a) la cantidad de corriente que llega a la muestra; y la profundidad de campo, (b) gran profundidad de campo (pequeño diámetro), y (c) corta profundidad de campo (gran diámetro)^[1].

En la Figura N°2.12(a) se muestra como la abertura final junto a la lente condensadora controlan la cantidad de corriente que llega a la muestra; solo aquellos rayos que pasen por la abertura llegaran a la muestra, los otros rayos golpean las paredes de abertura y se van a tierra. En la Figura N°2.12(b) y (c) se comparan las profundidades de campo para dos aberturas finales distintas. En (b) el tamaño de la abertura es más pequeña (pequeño ángulo de incidencia) que en (c); por lo tanto, la profundidad de campo es mayor ($h_1 > h_2$) en (b) que en (c).

2.1.5.2 EFECTO DE VARIAR LA DISTANCIA DE TRABAJO

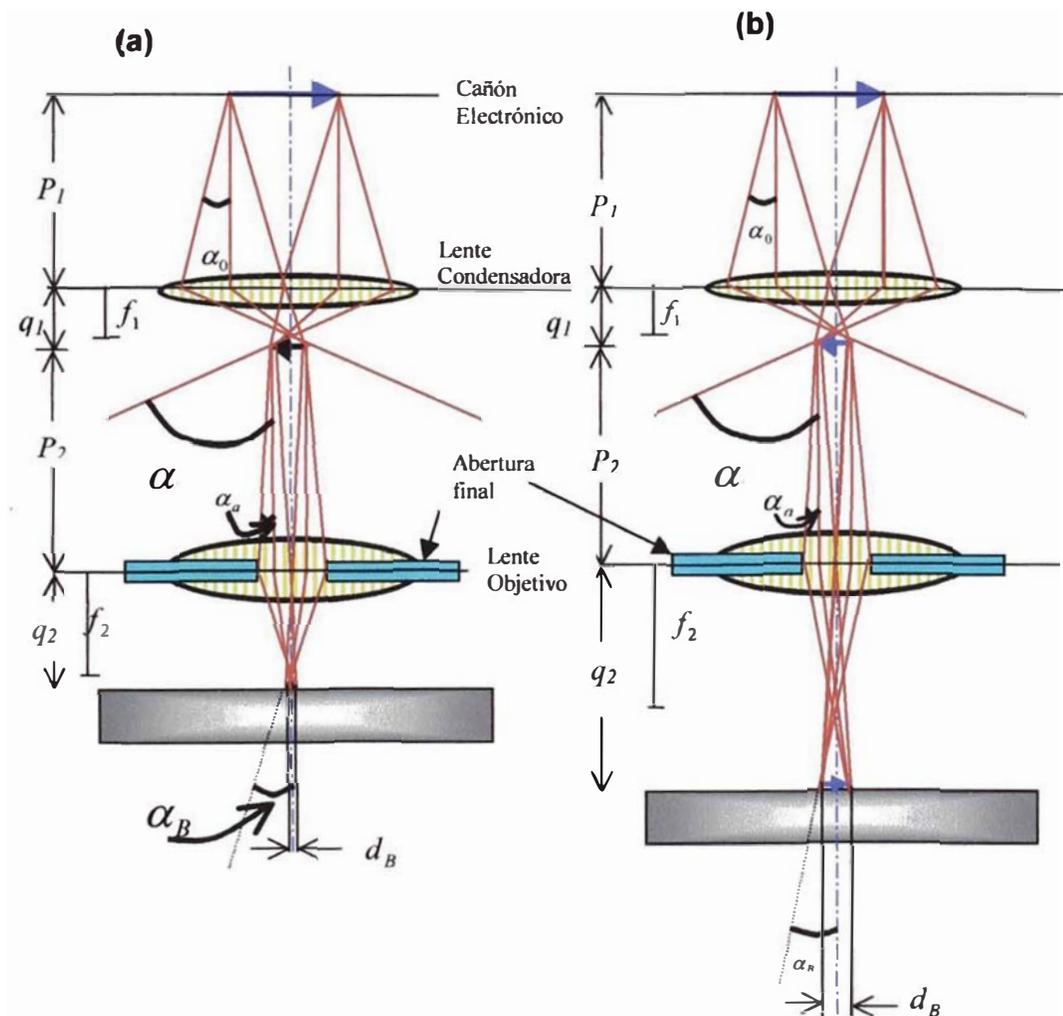


Figura N°2.13:(a) Pequeña distancia de trabajo (b) Gran distancia de trabajo, el tamaño de sonda final es mayor al anterior^[1].

Si dejamos que la potencia de la lente condensadora y el tamaño de la abertura final sea la misma, y solo aumentamos la distancia de trabajo q_2 ; la demagnificación dada por la lente objetivo $m_2 = p_2/q_2$ decrecerá, aumentando el tamaño de la sonda

(compare las Figuras N°2.13(a) y (b)), degradando la resolución*. No obstante, el ángulo de convergencia final α_B decrecerá, mejorando la profundidad de campo (Figura N°2.13(b)).

De lo expuesto hasta ahora, se llega a la conclusión que existe un compromiso entre la resolución final y la profundidad de campo, y que esta última puede ser controlada tanto por el tamaño de la abertura como con la distancia de trabajo.

2.1.5.3 EFECTOS DE VARIAR LA POTENCIA DE LALENTE CONDENSADORA

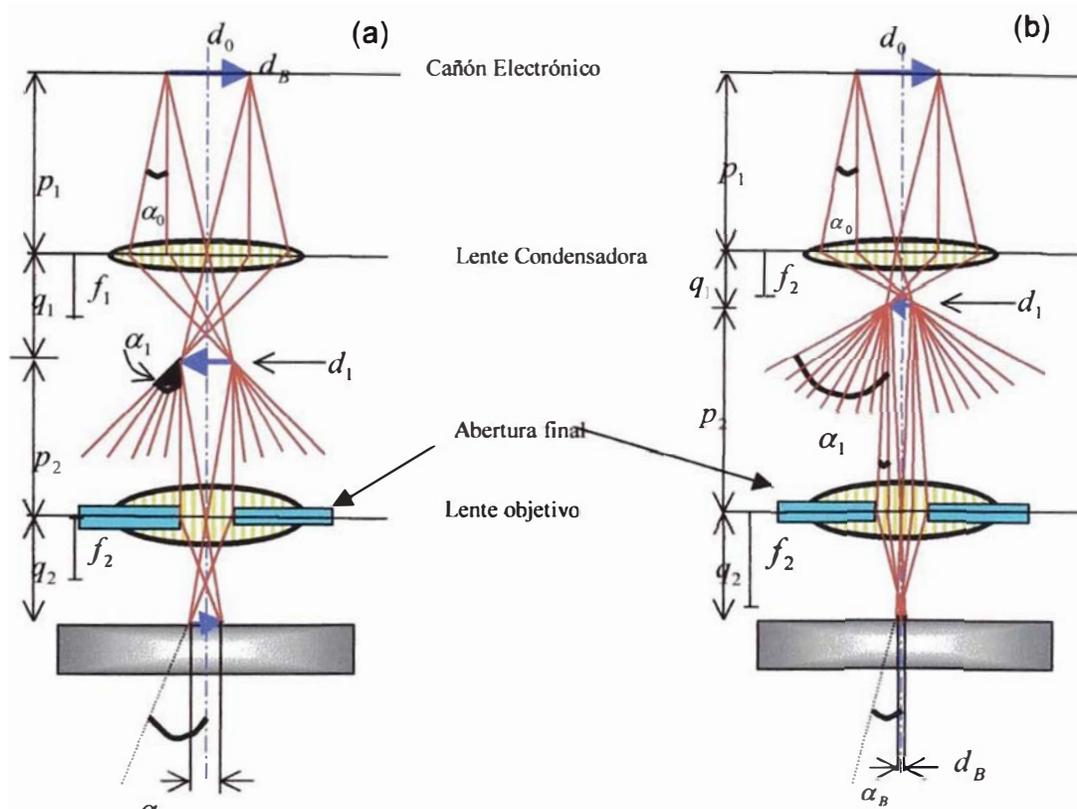


Figura N°2.14: (a) Lente condensadora débilmente excitada (b) lente condensadora fuertemente excitada⁽¹⁾.

Al incrementar la potencia de la lente condensadora, decrecen el tamaño y la corriente de la sonda final. El incremento de la fuerza de ésta lente, implica el decrecimiento de la distancia imagen q_1 (aumento de la demagnificación m_1 y m_2), y en consecuencia la disminución de la sonda final. Por otro lado, al aumentar ión la fuerza de esta lente, el ángulo de esparcimiento α_1 aumentará; disminuyendo la cantidad de corriente que logra pasar por la abertura final y que posteriormente formará la sonda electrónica.

* La resolución final depende del tamaño de la sonda final. Ver capítulo 2.3.

2.2 CONTRASTE

Se dice que dos puntos de la muestra presentan contraste, de una de sus propiedades físicas, cuando existe diferencia en la medida de sus señales (medida a la salida del detector). Al discutir contraste se debe de considerar a la muestra y al detector como un solo sistema; ya que la señal medida por el detector, no solo depende de la señal emitida por la muestra sino también de las características del detector (La ubicación, el ángulo sólido y la respuesta del detector). Cuantitativamente el contraste entre dos puntos de la muestra está dado por:

$$C = \frac{(S_2 - S_1)}{S_2}, \quad S_2 > S_1 \quad (2.13)$$

Donde S_2, S_1 representan las señales detectadas en dos puntos arbitrarios de la muestra. En la Tabla N°2.2 se presenta el contraste por número atómico (ER) de algunos elementos.

Tabla N°2.2 Contraste por número atómico (ER) para distintos elementos obtenido con un voltaje de 20 kV.

Z_A	Z_B	η_A	η_B	C
13 (Al)	14 (Si)	0.153	0.164	0.067
13 (Al)	26 (Fe)	0.153	0.279	0.451
13 (Al)	79 (Au)	0.153	0.487	0.686
Elementos adyacentes				
5 (B)	6 (C)	0.055	0.067	0.14
13 (Al)	14 (Si)	0.153	0.164	0.067
26 (Fe)	27 (Co)	0.279	0.287	0.028
41 (Nb)	42 (Mo)	0.375	0.379	0.013
78 (Pt)	79 (Au)	0.485	0.487	0.0041

Existen tres componentes que contribuyen al contraste final, estas son:

Componente numérica: Se refiere simplemente al contraste entre dos puntos, que se origina de la diferencia de número de electrones que son emitidos de dichos puntos en respuesta a los cambios de las características de la muestra en estos puntos.

Componente de trayectoria (efecto de sombra): Se refiere al efecto de contraste que resultan debido a los caminos que siguen los electrones al dejar la muestra.

Componente de energía: típicamente se refieren a los ER . La respuesta del detector dependerá de la energía que llevan los ER . Un ER que lleva mas energía produce mas ganancia en el detector que un ER de baja energía (Ver Figura N°1.35).

2.2.1 CONTRASTE COMPOSICIONAL O DE NÚMERO ATÓMICO PROMEDIO

2.2.1.1 CONTRATE COMPOSICIONAL UTILIZANDO EL DETECTOR DE ESTADO SÓLIDO

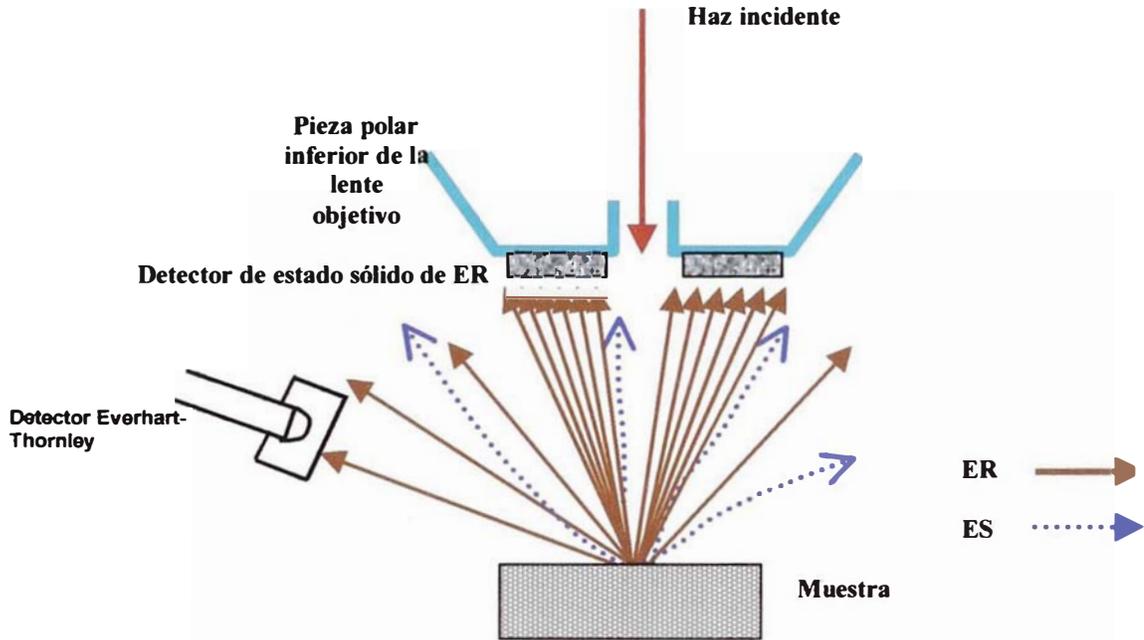


Figura Nº2.15: Ubicación del detector de estado sólido, y recorrido de los ER y ES¹¹.

El contraste de una muestra que contiene dos regiones con números atómicos promedios Z_1 , Z_2 (donde $Z_2 > Z_1$), y medidos con un detector sensible al número de ER (por ejemplo, el detector Everhart-Thornley con potencial de *bias* negativo, o el detector de estado sólido) está dado por:

$$C = \frac{S_2 - S_1}{S_2} = \frac{(e_{BS}\eta_2 - e_{BS}\eta_1)}{e_{BS}\eta_2} = \frac{\eta_2 - \eta_1}{\eta_2} \quad (2.14)$$

Donde e_{BS} representa la eficiencia del detector (efectos geométricos y respuesta energética del detector).

La ecuación anterior solo representa una aproximación al contraste que ofrece el detector de estado sólido; ya que los ER, presentan una distribución energética; y como anteriormente se mencionó: la respuesta de éste detector no es la misma para ER de diferentes energías. Debido a la ubicación del detector, ésta recolecta la mayor cantidad de ER que llevan mayor energía. Es por esta razón que este tipo de detector es el mas indicado para obtener imágenes que lleven información composicional de la

muestra. Cuando el detector de estado sólido es de dos segmentos (o de cuatro segmentos) se debe utilizar el modo suma A+B (o A+B+C+D) para recolectar la mayor cantidad de ER^[1].

2.2.1.2 CONTRASTE COMPOSICIONAL UTILIZANDO EL DETECTOR EVERHART THORNLEY

El contraste composicional detectado por el detector Everhart-Thornley consiste de dos tipos de señales: señal de ER y señal de ES (ES_{II} y ES_{III}). Cuando el potencial del Bias es negativo (o cuando el voltaje del centellador es nulo) solo la señal de ER es colectado; mientras que para potenciales positivos (o alto voltaje en el centellador) se obtiene la mezcla de las dos señales (e inclusive los ES_I).

Potencial bias negativo o voltaje del centellador nulo

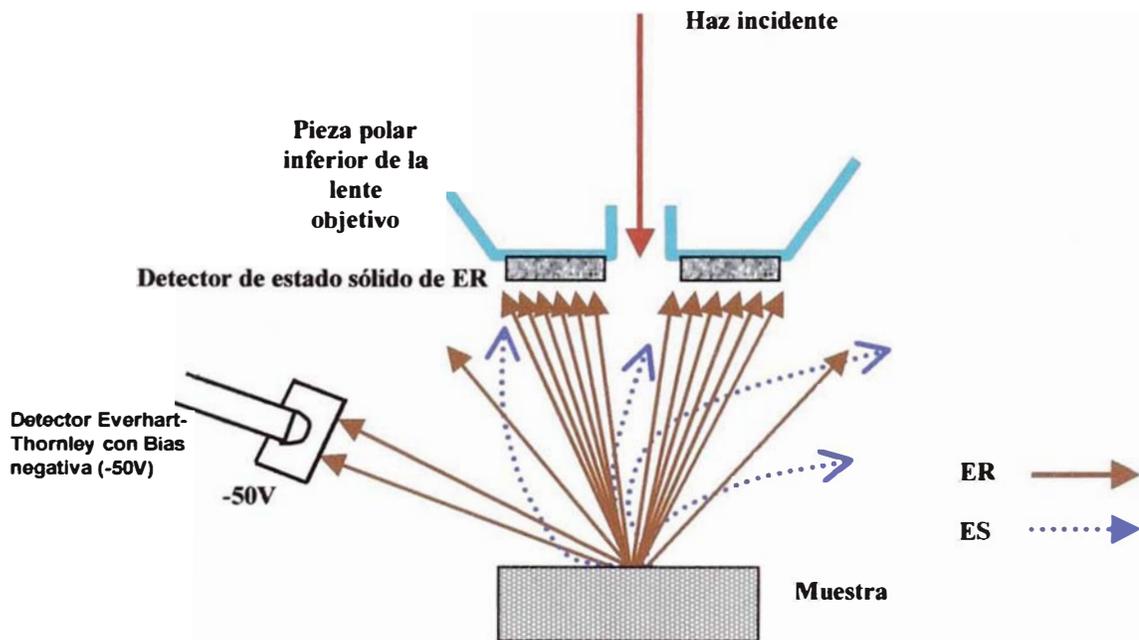


Figura N°2.16: Recorrido de los ER y ES. El Detector Everhart-Thornley es puesto a un potencial de Bias negativa (-50 V). Ningún ES llega al detector Everhart-Thornley con este potencial^[1].

Debido a la ubicación del detector Everhart-Thornley, el contraste se pierde, ya que los ER que éste detecta generalmente provienen de grandes profundidades (poco contraste, ver Capítulo N°1.4) y solo son recolectados una pequeña fracción del total de ER (imagen ruidosa). Es por esta razón que este tipo de detector no es el más adecuado para obtener contraste composicional.

Potencial bias positivo o alto voltaje del centellador (10 kV)

En esta configuración se obtiene la combinación de señales de ER y ES . El contraste para éste detector está dado por:

$$C = \frac{S_2 - S_1}{S_2} = \frac{[(e_{ER}\eta_2 + e_{ES}\delta_2) - (e_{ER}\eta_1 + e_{ES}\delta_1)]}{(e_{ER}\eta_2 + e_{ES}\delta_2)} \quad (2.15)$$

Donde e_{ER} y e_{ES} representan la eficiencia de recolección para ER y ES respectivamente.

Para energías mayores a 10 keV, δ es casi la misma para muchos materiales, siendo despreciable la contribución de ES . No obstante, la cantidad de ES incrementa debido a la recolección indirecta de ER (Capítulo N°1.4); sin embargo, la contribución al contraste es pequeña, y es por esto, que este aumenta levemente, aunque el nivel de señal aumente (poco ruido). De esta manera, el contraste composicional es casi la misma como si el detector estuviera con el *bias* negativo pero con poco ruido^[1].

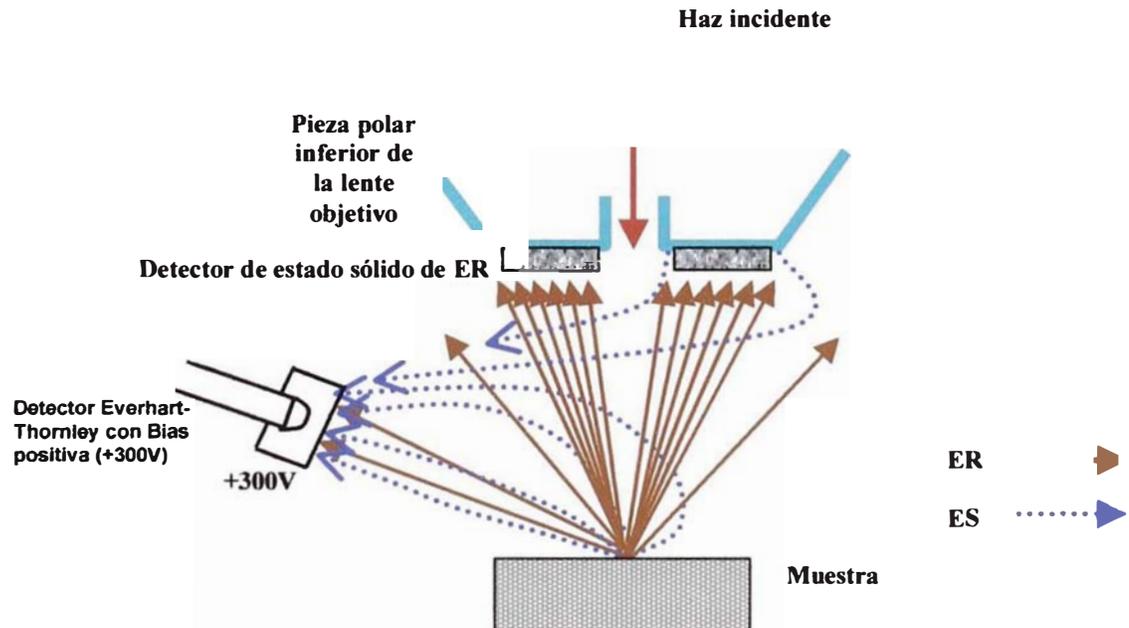


Figura N°2.17: Recorrido de los ER y ES. El Detector Everhart-Thornley es puesto a un potencial de Bias positiva (+300 V)^[1].

Para energías menores a 10 keV, δ incrementa, pero debido a la falta de información en este rango de energía, es dificultoso la interpretación del contraste de número atómico. Generalmente en los MEBs convencionales δ no cambia grandemente al

variar el número atómico de la muestra, por lo tanto el contraste composicional no es observado con esta señal. Sin embargo existen casos excepcionales en el cual el contenido de impurezas, en los distintos compuestos químicos (especialmente los semiconductores) que contiene la muestra, modifica los niveles aceptores en la estructura de bandas que controla la emisión de ES ; en estos materiales, se obtiene contraste composicional con $ES^{[1]}$.

2.2.2 CONTRASTE TOPOGRÁFICO

Para comprender el proceso de formación del contraste topográfico se debe tener en cuenta lo siguiente:

1. Debe de considerarse que los rayos son paralelos al momento de impactar sobre la muestra.
2. η aumenta monoatómicamente con la inclinación de la muestra (componente numérica)
3. La distribución angular de los ER depende de la inclinación de la muestra (componente de trayectoria)
4. δ es una función monótonica de la inclinación de la muestra; (componente numérica).
5. La distribución angular de δ no varía con el ángulo de inclinación.
6. El contraste topográfico dependerá del detector usado y su posición relativa a la muestra (componente de energía y componente de trayectoria).

2.2.2.1 CONTRASTE TOPOGRÁFICO CON EL DETECTOR DE ESTADO SÓLIDO

En una muestra que presente topografía accidentada como diferentes fases químicas (Número atómico promedio); tanto el contraste topográfico como el contraste composicional aparecerán mezcladas en la imagen final.

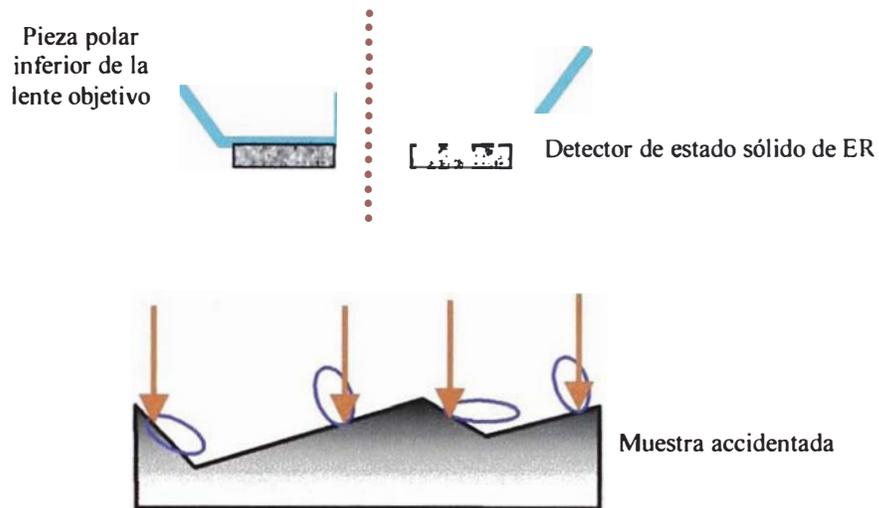


Figura N°2.18: Distribución angular de ER en distintos puntos de una muestra accidentada^[1].

Cuando se operan estos detectores en modo suma (A+B), la componente numérica y la componente de trayectoria contribuyen para la formación de la imagen final; por lo tanto en este modo se tendrá información topográfica y de composición. Suponiendo que la muestra es de composición uniforme; solo la componente de trayectoria contribuye al contraste (contraste topográfico); sin embargo la cantidad de señal que llega al detector va decreciendo conforme incrementa la inclinación de la superficie (ver Figura N°2.18); debido a esto, el contraste topográfico es aproximadamente inverso al contraste obtenido por los *ES*.

Al operar estos detectores en modo diferencia (A-B), componentes numéricas son casi eliminadas desde que cada segmento recibe la misma cantidad de *ER*; debido a esto el contraste composicional es eliminado. En cambio, en este modo, la componente de trayectoria domina, debido que cada segmento de detector ve a la muestra de un ángulo diferente; la imagen obtenida es totalmente topográfica, parecida a la imagen obtenida en un microscopio óptico de luz iluminado desde la ubicación del detector con signo positivo (parecido al contraste obtenido cuando se utiliza un detector Everhart-Thornley con potencial de *bias* negativo; ver mas abajo).

Si solo se toma uno de los segmentos (A o B) la imagen obtenida contendrá tanto la componente de trayectoria como la componente numérica. Debido al poco ángulo de recolección en este modo, el contraste topográfico predominará ligeramente sobre el contraste composicional.

2.2.2.2 CONTRASTE TOPOGRÁFICO USANDO EL DETECTOR EVERHART-THORNLEY

El contraste topográfico producido por el detector Everhart-Thornley consiste de dos tipos de señales: señal de ER y señal de ES (ES_I, ES_{II}, ES_{III} y ES_{IV}). Cuando el potencial del $Bias$ es negativo (o cuando el voltaje del centellador es nulo) solo se consigue la señal de ER ; mientras que para potenciales positivos (o alto voltaje en el centellador) se obtiene la mezcla de las dos señales.

Potencial bias negativo o voltaje del centellador nulo

Para comprender el contraste formado con esta configuración debe de tenerse en cuenta las siguientes propiedades del detector (ver Figura N°2.19):

1. El detector es localizado a un costado de la muestra, tal que esta tiene una visión anisotrópica de la muestra (efecto de sombra).
2. El ángulo sólido de colección es pequeño, tal que solo una fracción de ER es colectado.

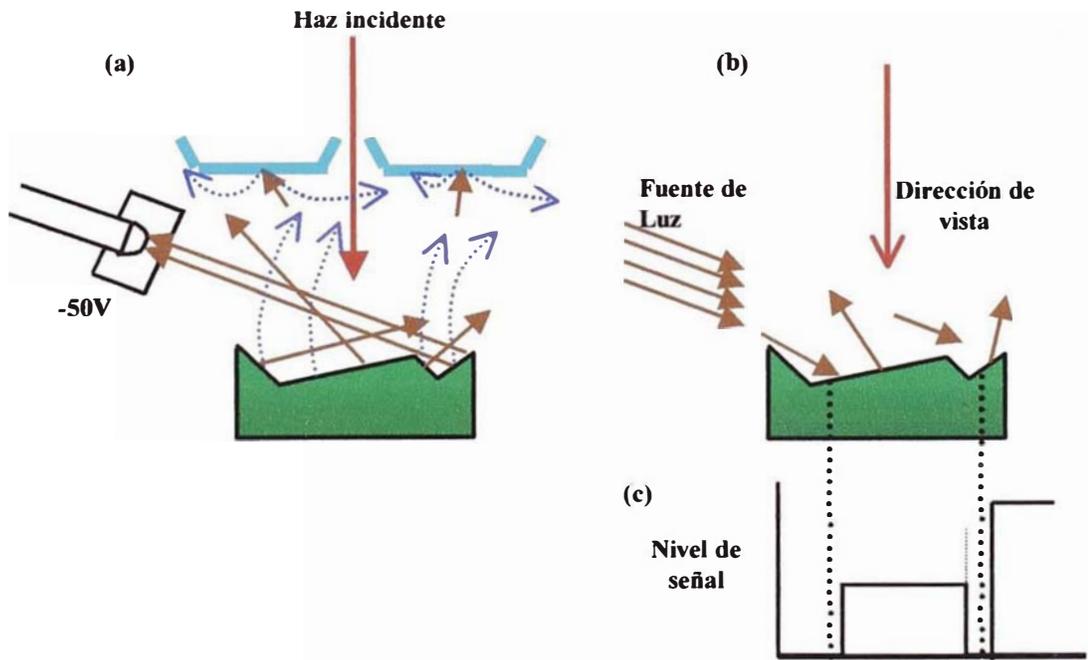


Figura N°2.19: (a) Detector Everhart-Thornley con Bias negativa (-50 V) solo los ER que parten en la dirección del detector contribuyen a la intensidad de señal. (b) Equivalente óptico, posición de la fuente de luz y la dirección de vista, para producir una imagen similar. (c) Intensidad de señal como función de la posición del rayo^[1].

En la Figura N°2.19 se observa que solo los *ER* que se dirigen al detector y que no sean obstruidos por parte de la muestra (efecto de sombra), son los que llevan la señal. Las superficies que dan la cara al detector se verán claras, mientras que los que no, se verán oscuras (no llegan los *ER* al detector). La intensidad de gris indicará que tan inclinada se encuentra la muestra con respecto al detector.

Un contraste similar puede conseguirse con un microscopio de luz (Ver Figura N°2.19b). Para esto es necesario iluminar la muestra con una fuente de luz altamente direccional colocada en la misma posición del detector (en el MEB) y ver la imagen desde la parte superior de la muestra (dirección de incidencia de los rayos electrónicos primarios).

Potencial bias positivo o alto voltaje del centellador

En ésta configuración los *ER* que se dirijan hacia el detector no se verán afectadas por este potencial. Sin embargo, los *ES* serán recolectadas en su mayoría. Los *ES_I* se crean en la muestra en todos los puntos golpeados por el rayo incidente, en mayor número cuando la muestra está inclinada (función Secante). El contraste producido por dos superficies de diferentes inclinaciones, generados por los *ES_I* es⁽¹⁾:

$$C = \frac{d\delta}{\delta} = \frac{\delta_0 \text{Sec}\theta \text{Tan}\theta d\theta}{\delta_0 \text{Sec}\theta} = \text{Tan}\theta d\theta \quad (2.16)$$

Donde:

θ es el ángulo promedio de inclinación de las dos superficies .

$d\theta$ es la diferencia de inclinación entre las dos superficies en estudio.

Además de recolectar a los *ES_I* , el *Bias* positivo es capaz de recolectar a los *ES_{II}* , *ES_{III}* (producto por los *ER*) y a los *ES_{IV}* (que son despreciables).

El contraste calculado anteriormente (asumiendo componente numérica solamente) solo es una aproximación debido a que los estos presentan componente numérica como componente de trayectoria (efecto de sombra). Las zonas claras obtenidas con la señal de *ER* (*bias* negativo) seguirán siendo claras; y las zonas oscuras se presentarán también iluminadas (poco intensas) debido a la componente de *ES* y a la recolección indirecta de *ER* (*ES_{II}* y *ES_{III}*).

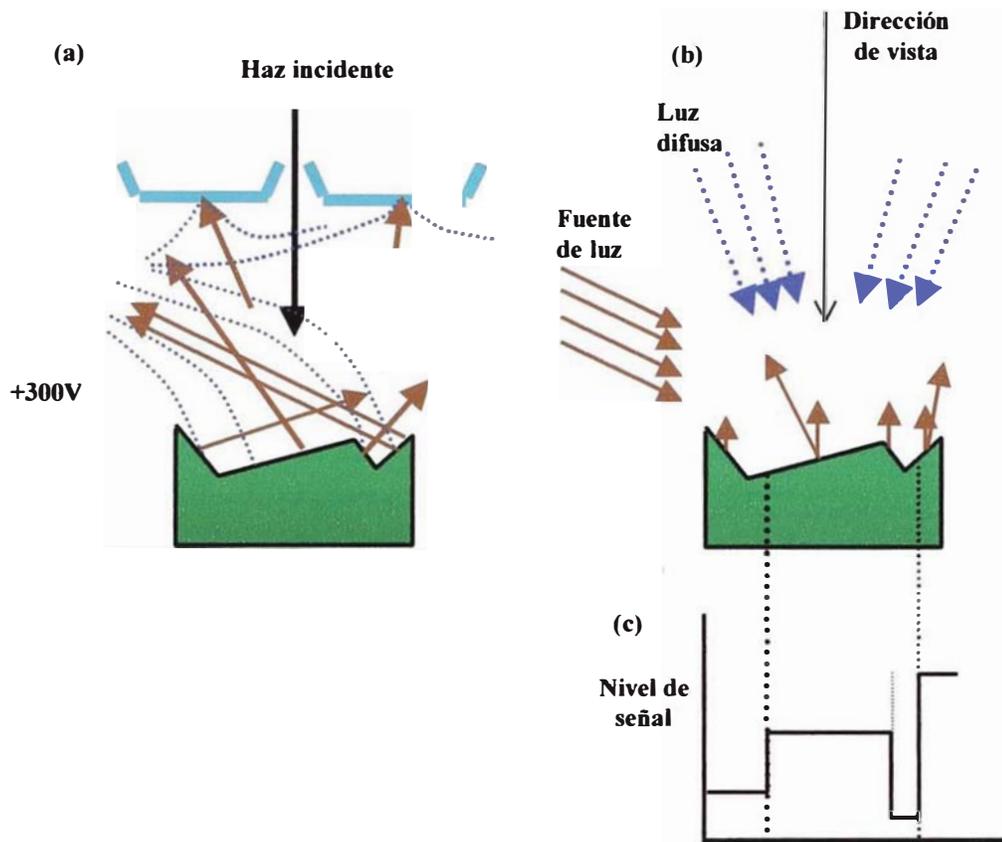


Figura Nº2.20: (a) Detector Everhart-Thomley con Bias positivo (300V) Los ER que parten en la dirección al detector, los ES_I , ES_{II} y ES_{III} contribuyen a la intensidad de señal. (b) Equivalente óptico, posición de la fuente de luz y la dirección de vista, para producir una imagen similar. (c) Intensidad de señal como función de la posición del rayo^[1].

Para hacer la analogía con un microscopio de luz, se debe de considerar que la iluminación viene de dos tipos de fuentes: una altamente direccional, proveniente de la ubicación del detector (ER directos); y la otra difusa provenientes de todas las direcciones de la cámara de muestras (ES_{II} y ES_{III}). Como en el caso anterior el observador ve la muestra desde la parte superior (dirección del Haz incidente).

2.2.3 CONTRASTE TOPOGRÁFICO EN ALTA RESOLUCIÓN

2.2.3.1 ELECTRONES RETRODISPERSADOS

Solo los ER_I llevan información local cercano al área de impacto ya que ellos *retroceden* solo de algunos nanómetros debajo de la superficie (conservan la mayor cantidad de su energía), mientras que los ER_{II} , que son los de mayor proporción, son emitidos de un área mas grande (aproximadamente del orden del rango de Kanaya-Okayama). De esta manera, mientras los ER_I contribuyen con grandes resoluciones

(del orden del tamaño la sonda electrónica), los ER_{II} aumentan el ruido degradando fuertemente la resolución^[1].

2.2.3.2 ELECTRONES SECUNDARIOS

Con los ES la situación es mas crítica ya que los ES_{II} (pobre resolución) no pueden ser separados de los ES_I (alta resolución); además de los ES_{II} también existen los ES_{III} (pobre resolución) que en conjunto aumentan el ruido y degradan fuertemente la resolución. Sin embargo existen dos situaciones donde se puede conseguir alta resolución con éste tipo de señal:

Efecto de puntas o efecto de borde

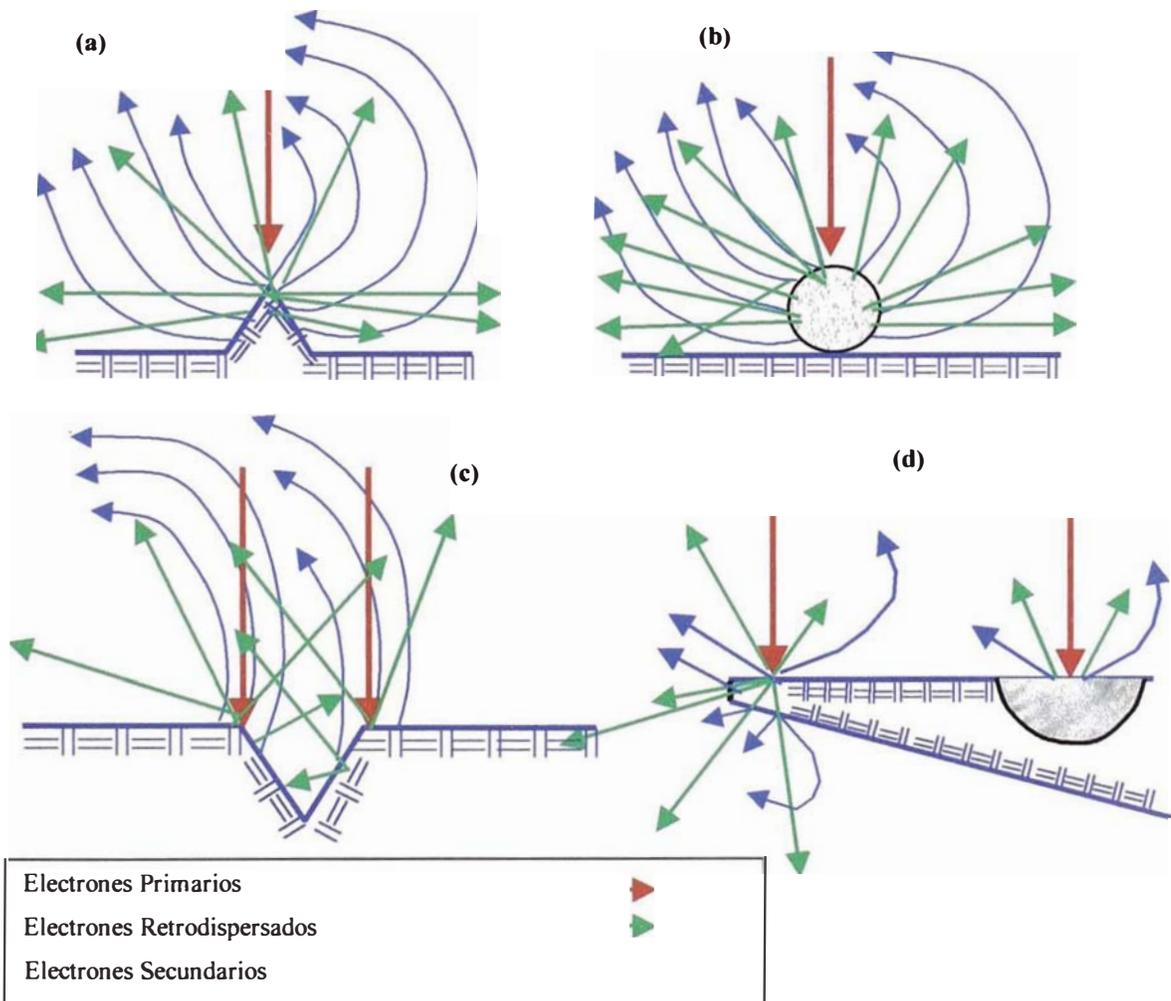


Figura N°2.21: Elevada producción de ER_{II} y ES_{II} debido a la difusión de EP en una (a) punta (b) esfera de diámetro menor al volumen de interacción (c) bordes (d) borde con poca profundidad^[3].

En lugares donde las dimensiones de la muestra (ya sea en profundidad o lateralmente) son menores al rango electrónico ($< 5 \mu\text{m}$), por ejemplo: puntas, bordes

y esferas (menor a 5 μm) existe mayor área por donde puedan escapar los ER_{II} , generando a su paso ES_{II} y ES_{III} . El efecto total es la producción, en ese lugar, de una gran intensidad de ES los cuales pueden ser colectados eficientemente por el detector Everhart Thornley

El elevado contraste que presentan algunos de estos detalles se resumen en la Figura N°2.22.

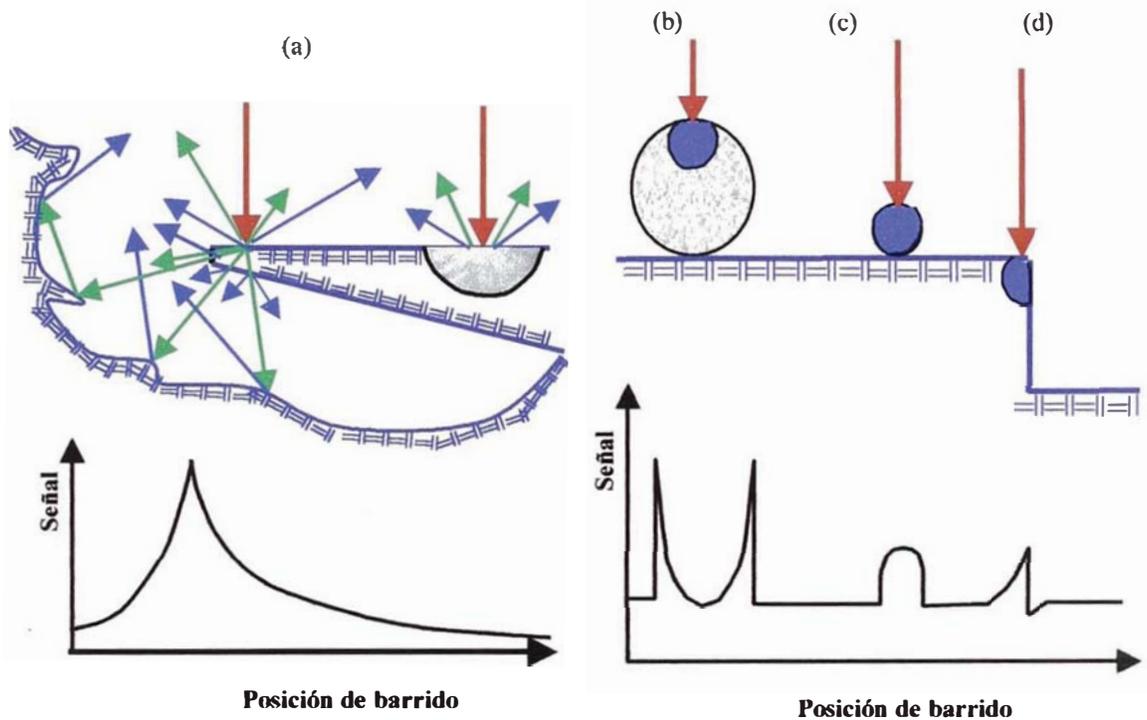


Figura N°2.22: Señal producida por (a) borde de poca profundidad, (b) por una esfera cuyo diámetro es mayor al volumen de interacción ($> 5\mu\text{m}$) (c) Esfera cuyo diámetro es menor al volumen de interacción ($< 5\mu\text{m}$) y (d) borde. En la parte inferior se presenta la intensidad de señal, en función de la posición correspondiente, para cada uno de los detalles mencionados^[3].

Número Atómico promedio

En muestras de bajo número atómico (como el silicio) y cuando se operan en altos voltajes, la resolución mejora, esto es debido a dos razones: En primer lugar la razón ES_{II}/ES_I es menor que uno (ver Tabla N°1.2); y en segundo lugar es que cuando se trabaja en alta resolución (magnificación mayor a 100000X), el campo de vista total es de aproximadamente 1 μm o menos, mientras que el rango de Kanaya-Okayama es de aproximadamente 10 μm ; y cuando el rayo es barrido dentro de esta área el movimiento efectivo de la distribución de ES_{II} es despreciable, de tal manera que la

magnitud absoluta de los ES_{II} permanece relativamente constante; De esta manera la variación de señal es debido solamente a los ES_I ; la señal de ES_{II} constituye el ruido de fondo en este caso. Para muestras de intermedio y grandes números atómicos la resolución decrece ya que el volumen de interacción decrece en un factor que puede variar desde 2 hasta 10 comparada al del silicio disminuyendo el FWHM de los ES_{II} mientras que el FWHM de los ES_I permanece constante. Además la razón ES_{II}/ES_I aumenta para este tipo de muestras (aumentando el ruido).

Debido a que el rango electrónico decae rápidamente cuando la energía disminuye, otra alternativa para obtener grandes resoluciones es operar en bajos voltajes. En estas condiciones el FWHM de los ES_{II} y de los ER_{II} se aproximan al de los ES_I aumentando así la razón señal-ruido. La situación mejora en muestras de intermedios y altos números atómicos ya que el rango electrónico decrece para estos materiales. Sin embargo, el brillo electrónico decrece rápidamente con la energía degradando fuertemente el tamaño de la sonda. Además debido al corto rango electrónico, la contaminación formada en la superficie de la muestra puede dominar la imagen degradando la emisión de señal. Por todo esto, cuando se desee trabajar con bajos voltajes es recomendable trabajar con un MEB que cuente con una fuente emisor de campo (alto brillo) y que trabaje con vacíos limpios (poca contaminación).

2.3 CRITERIO PARA OBTENER LA CORRIENTE LÍMITE PARA OBTENER CONTRASTE EN EL TRC

Cuando el haz de electrones incide sobre un punto de la muestra éste emite diferentes tipos de señales cada señal esta compuesto por un número n grande de partículas, distribuidas aleatoriamente en un intervalo de tiempo τ (tiempo en que la sonda permanece sobre este punto de la muestra, conocido como el tiempo dwell). Si realizamos muchas veces lo expuesto anteriormente en las mismas condiciones y en el mismo lugar de la muestra, el número n de partículas obtenidas en cada caso, variará alrededor de un número promedio \bar{n} por una cantidad $\bar{n}^{1/2}$ (dispersión de señal o ruido). Una medida cuantitativa acerca de la calidad de la imagen se obtiene midiendo la razón de señal S a ruido R ^[1]:

$$\frac{S}{R} = \frac{\bar{n}}{\bar{n}^{1/2}} = \bar{n}^{1/2} \quad (2.20)$$

La razón señal-ruido mejorará cuando se aumente el valor de n , lo cual se consigue aumentando el tiempo dwell o aumentando el valor de la corriente del haz

Existe un criterio para que un observador normal pueda distinguir, en una pantalla de TRC, la diferencia de señal ΔS (contraste) entre dos puntos de la muestra en presencia de ruido R . El criterio sostiene^[1]:

$$\Delta S > 5R \quad (2.21)$$

Utilizando la ecuación anterior y la ecuación de contraste, se obtiene:

$$\bar{n} > \left(\frac{5}{C}\right)^2 \quad (2.22)$$

Por otro lado, n está relacionado con la corriente de señal i_s (producido por los ES o ER) por la siguiente relación:

$$i_s = \frac{\bar{n}e}{\tau} \quad (2.23)$$

Donde τ es el tiempo dwell, e i_s es la corriente de señal que está relacionado con la corriente de rayo, i_B , por:

$$i_s = i_B \times \mathcal{E} \quad (2.24)$$

Donde \mathcal{E} es la eficiencia de colección, y depende de la generación de portadores de señal (en el proceso de interacción de los electrones con la muestra) y de las condiciones geométricas y de la respuesta del detector.

Por lo tanto, el criterio de contraste, en función de la corriente de rayo i_B , del tiempo dwell τ (o del tiempo total de barrido T), de la eficiencia de colección \mathcal{E} y del contraste C es:

$$i_B > \frac{25 \times 1,6 \times 10^{-19}}{\mathcal{E} C^2 \tau} = \frac{4 \times 10^{-12}}{\mathcal{E} C^2 T}, \quad \text{con } T = \tau \times N_{pp} \quad (2.25)$$

Donde : N_{pp} es el número de puntos imagen en la muestra *mapeada*, que para una alta calidad de imagen es de 10^6 (Matriz de 1000×1000).

La ecuación anterior define a la mínima corriente de rayo i_B (o corriente threshold) necesaria para observar un cierto nivel de contraste C con una eficiencia de colección \mathcal{E} y un tiempo de barrido T .

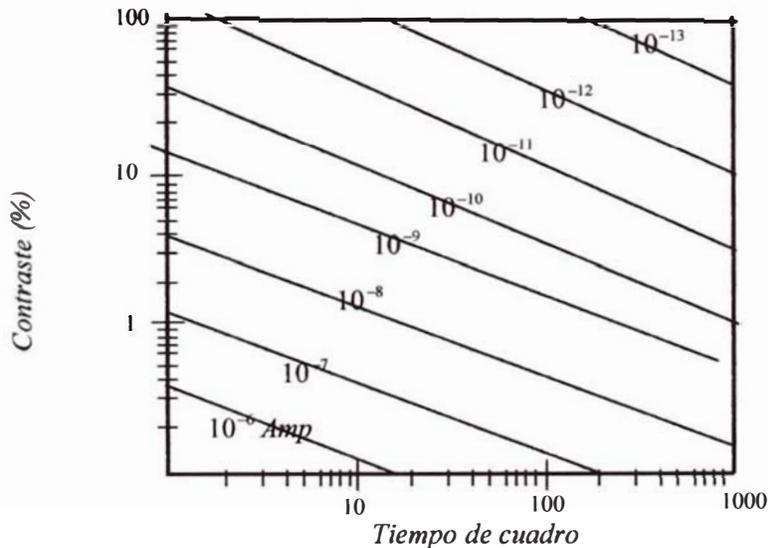


Figura Nº2.23: Representación gráfica de los parámetros de la ecuación de corriente límite para una eficiencia de colección \mathcal{E} de $0,25^{[1]}$.

En la figura anterior se ha asumido que $\mathcal{E} = 0,25$ (lo cual es razonable para muestras con altos η ó δ , como el Oro, y utilizando el detector Everhart-Thornley con potencial Bias positivo). Por ejemplo, si queremos distinguir un contraste del 10%, para la muestra anterior, utilizando un tiempo de cuadro de 100s, entonces debemos utilizar una corriente mayor a 10^{-11} A. Si la muestra produce solo un nivel de contraste de 0.5%, corrientes de rayo mayores a 10^{-8} A deben de ser usadas. Inversamente, si tenemos la corriente de rayo, existirá un contraste debajo del cual se pierde toda visibilidad de algún detalle; por

ejemplo, si una corriente de rayo de 10^{-10} A, y un tiempo de cuadro de 100 s son usados, todos los detalles con contraste menor al 5% serán perdidos (confundido con el ruido).

2.3.1 ESTRATEGIA PARA CONOCER LA RESOLUCIÓN FINAL A PARTIR DE LA CORRIENTE MÍNIMA

Si suponemos que no existen aberraciones (como primera aproximación), además seleccionamos un ángulo de divergencia, entonces el tamaño mínimo de la sonda correspondiente a la corriente mínima (Ecuación N°2.25) se puede hallar a partir de la ecuación del brillo (Capítulo N°2.1):

$$d_B = \sqrt{\frac{4i_B}{\pi^2 \beta \alpha_B^2}} \quad (2.26)$$

Donde: d_B tamaño de la sonda correspondiente a la corriente mínima i_B (Ecuación N°2.25), α_B es el ángulo de divergencia del haz y β es el brillo electrónico.

Por Ejemplo, si deseamos ver pequeños detalles de una muestra compuesta de la mezcla de hierro y aluminio (Contraste atómico = 0,45), y elegimos los siguientes valores para los parámetros del microscopio: Potencial de aceleración 20 kV, Tiempo de cuadro total (T) de 100 s, un ángulo de divergencia de 10^{-2} rad (200 μ m de abertura final y a una distancia de trabajo de 10 mm), un brillo electrónico de 5×10^4 A/cm².Sr (Emisor de Tungsteno), y suponemos una eficiencia de colección $\varepsilon = 0,25$; entonces la corriente mínima (Ecuación N°2.25) a ser usado debe ser $7,9 \times 10^{-13}$ A; y el diámetro de prueba (ecuación del Brillo) mínimo es de 2.5 nm .

En la Tabla N°2.3 se ha calculado el tamaño mínimo de sonda d_B que se puede obtener conociendo el contraste entre dos puntos. De ella vemos, que mientras el contraste es pequeño se necesitará mayor corriente de sonda lo cual implica que el tamaño de sonda se agrandará degradando la resolución.

Tabla N°2.3: Corriente y tamaño de sonda mínima para varios valores del contraste. Parámetros del microscopio: Potencial de aceleración 20 kV, Tiempo de cuadro total de 100 s, ángulo de divergencia de 10^{-2} rad (200 μ m de abertura final y a una distancia de trabajo de 10 mm), un brillo electrónico de 5×10^4 A/cm².sr (Emisor de Tungsteno), y una eficiencia de colección $\varepsilon = 0.25^{[1]}$.

Contraste	$i_B \times 10^{-13}$ A	d_B (nm)
1.0	6.52	2.3
0.5	26.1	4.6
0.25	102.2	9.1
0.1	652.6	23
0.05	2610.5	46
0.025	10216.3	91
0.01	65262.7	230
0.005	261051.0	460
0.0025	1023873.9	911
0.001	6526275.9	2300

Sin embargo estos tamaños de sonda d_B se incrementará debido a las aberraciones de las lentes, al contraste que presenta la muestra y al volumen de interacción.

2.3.1.1 LIMITACIÓN DE LA ÓPTICA ELECTRÓNICA

El tamaño de la sonda final dado por la ecuación del brillo, queda degradada debido a las aberraciones que las lentes presentan (Capítulo N°2.1).

Por ejemplo, si consideramos la misma muestra del caso anterior y con los mismos parámetros del microscopio, el tamaño de prueba mínimo encontrado es de 2,5 nm; Pero ahora, si consideramos cada uno de las aberraciones de las lentes como son^[1]:

$$\text{Aberración por Difracción: } d_d = 1,22 \frac{\lambda}{\alpha_B} = 1,01 \text{ nm} \quad , \text{ para } \alpha = 10^{-2} \text{ rad}$$

$$\text{Aberración Cromática: } d_c = \frac{\Delta E}{E_0} C_c \alpha_B = 8 \text{ nm} \quad , \text{ para : } C_c = 8 \text{ cm} \quad \text{y}$$

$$\text{Aberración esférica: } d_s = \frac{C_s}{2} \alpha_B^3 = 10 \text{ nm} \quad , \text{ para } C_s = 2 \text{ cm}$$

Entonces el diámetro de prueba final será (ver Ecuación N°2.10):

$$d = 13,1 \text{ nm}$$

Por lo tanto, en la muestra analizada y con los parámetros seleccionados se podrá distinguir el hierro del aluminio siempre en cuando el tamaño de cada partícula sea mayor a 13,1 nm.

Esta limitación solo podría mejorarse usando fuentes electrónicas de mas alto brillo y con lentes cuyo coeficiente de aberración cromática y esférica sean menores a los anteriores.

2.3.1.2 LIMITACIÓN DEL CONTRASTE DE LA MUESTRA

La resolución que presenta el MEB generalmente es limitada por el contraste que produce la muestra. Cuando dos puntos de la muestra presentan un pobre contraste el criterio para que este sea distinguible es que deben de llevar suficiente corriente (Ecuación N°2.25) lo cual implica un tamaño de sonda relativamente grande. Por ejemplo, existen muchas muestras de interés que presentan un contraste que se encuentra entre 0.1 a 0.01; los cuales implican un tamaño de sonda que se encuentra en el rango de 23 a 230 nm (Tabla N°2.3). Por lo tanto, en muestras que presenten dichos contrastes detalles menores a lo tamaños de sonda calculados, serán perdidos.

2.3.1.3 LIMITACIÓN DEL VOLUMEN DE INTERACCIÓN

Como se ha visto anteriormente el engrandecimiento de la sonda electrónica es necesario para satisfacer los requerimientos ópticos de las lentes y para poder observar con claridad la imagen. Pero no solo el tamaño de la sonda limita la resolución, se debe de tener en cuenta también que los electrones que llevan señal (ES y ER) salen de un volumen finito de la muestra y las dimensiones de este volumen es mucho mayor al área de impacto de la sonda electrónica. Existen tres diferentes situaciones donde se manifiesta este caso.

Si una muestra, constituida por dos compuestos de diferentes números atómicos promedio, es observada con señal de ER ; el límite de ambos no quedará bien definida en la imagen, debido a que el coeficiente de electrones retrodispersados cambiará gradualmente al cruzar dicha interfase. Esto se debe a que el volumen de interacción va ocupando gradualmente parte del otro material (Ver Figura N°2.24).

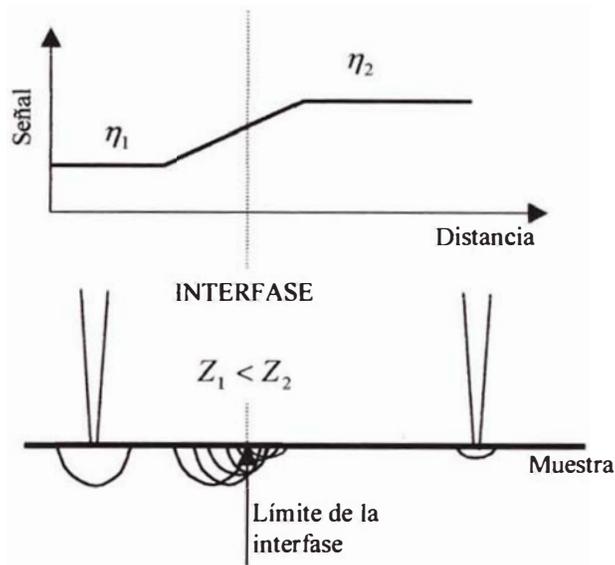


Figura N°2.24: Ilustración esquemática de la dependencia de η en la interfase de dos compuestos de diferentes número atómico promedio.

Otra consecuencia que trae las dimensiones del volumen de interacción se encuentra cuando se está trabajando con señal de ES en alta resolución. Como se sabe los ER en su camino de regreso generan ES_{II} y ES_{III} , los cuales salen de lugares alejados del punto de impacto; esto aumentará el ruido y por lo tanto se reducirá la eficiencia de colección de señal ε ; esto es debido a que toda la señal captada no lleva la información requerida. Por tanto será necesario incrementar d_B (a la vez I_B) para poder obtener una imagen clara (Ecuación N°2.25). Esto es más notorio para muestras cuyo número atómico es alto debido al gran coeficiente de ER (η) que ellos presentan.

El finito volumen de interacción también se manifiesta cuando una muestra está constituida por pequeñas partículas que presenta bordes. Como se ha visto en el Capítulo N°2.2 (Figura N°2.22), en los bordes de las partículas se generan una mayor cantidad de ES los cuales generan un alto contraste y por tanto una alta resolución es posible (reducir la corriente y el tamaño de la sonda). Este alto contraste no se presentará en el interior de la partícula debido a que la cantidad de señal disminuye. Por tanto, la gran resolución que se presenta en el borde no se presentará en el interior de la muestra; y esto hará parecer que el interior de la muestra sea completamente liza.

2.4 FORMACIÓN DE IMÁGENES

Cuando el rayo electrónico, definido por los parámetros diámetro de sonda (d_B) corriente de sonda (I_B) y ángulo de incidencia (α_B), golpea a la muestra, distintas señales son obtenidas (ER , ES , RX característicos y continuos, etc.). Al medir estas señales, con detectores específicos, ciertas propiedades locales de la muestra pueden ser medidos, (por ejemplo: topografía y la composición química local), y al compararlas (contraste) con otras localizaciones contiguas es posible construir una imagen de un área. Para lograr esto, el rayo debe ser barrido (escaneado) de lugar en lugar por toda el área; esto se logra por medio de un sistema de barrido.

El sistema de barrido esta conformada por dos pares de bobinas deflectoras electromagnéticas, un par (superior e inferior) para cada dirección de deflexión X,Y. Estas bobinas son colocadas en la parte central hueca de la lente objetivo. El generador de barrido controla tanto a las bobinas superiores e inferiores, de tal manera que las primeras dirigen el rayo fuera del eje, mientras que las bobinas inferiores deflexan el haz otra vez hacia el eje, cruzándolo justo en la posición de la abertura final (Pivote de los rayos), ver Figura N°2.24.

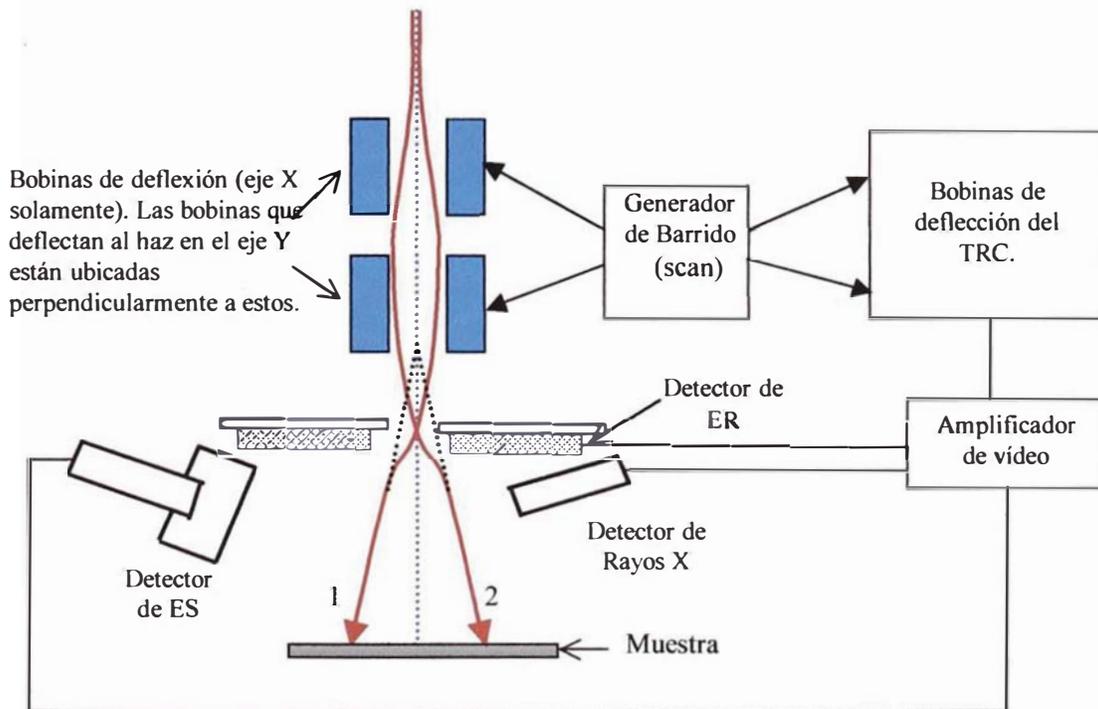


Figura N°2.25: Ilustración esquemática del sistema de barrido en un MEB (se muestra solo las bobinas que deflexan al haz en el eje X). Dos recorridos de los rayos se han simulado (1 y 2), cada uno se ejecuta en diferentes tiempos^[1].

En un sistema de barrido analógico convencional, el haz es deflectado continuamente (señal diente de sierra) primero en una línea en la dirección X; para luego ser desplazado ligeramente en la dirección Y (señal diente de sierra sincronizada con la primera)^[14], al termino de este proceso toda el área (seleccionada) es recorrida. Para un sistema de barrido digital, el proceso de barrido (primero en X y después en Y) es el mismo; pero en este caso el haz es ubicado en localizaciones discretas (dwell point) sobre la muestra; quedándose allí un cierto tiempo (dwell time) para luego moverse a la siguiente posición contigua (el tiempo para desplazar el rayo entre un punto a otro es despreciable comparado al dwell time). Simultáneamente, el mismo generador de barrido, es usado para deflectar el haz de un TRC donde se construirá la imagen (Figura N°1.1). El brillo de cada punto en el TRC será controlado por la intensidad de señal (modulación de intensidad) proporcionada por el detector.

2.4.1 CONSTRUCCIÓN DE IMAGEN (MAPEO)

La formación de imagen en el MEB es producida por la operación de mapeo sobre la muestra y por el proceso de transformación de señal del espacio muestra al espacio imagen en el TRC; Figura N°2.26.

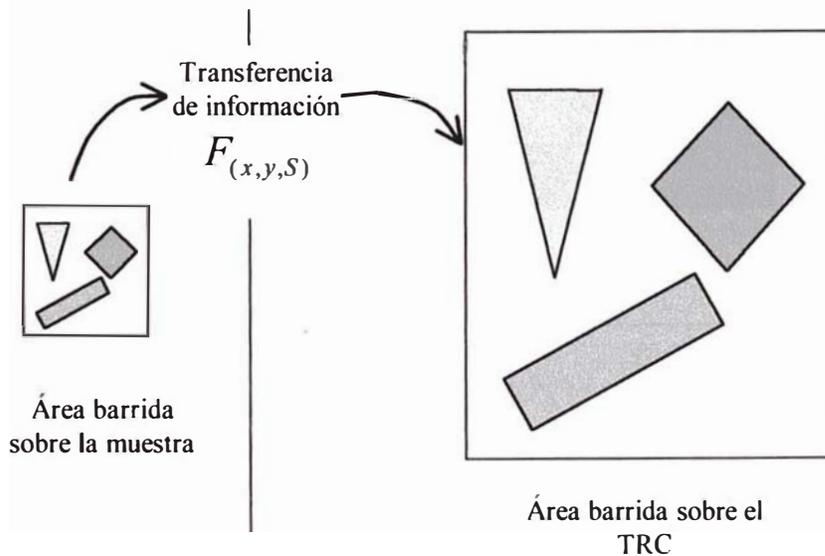


Figura N°2.26: Correspondencia uno a uno entre los puntos del área de la muestra y los de la pantalla del TRC. Las formas de los objetos de la muestra son transferidos sin distorsión sobre el TRC^[1]. x , y representan las posiciones del rayo mientras que S la señal obtenida de dicha posición.

El proceso de transformación de la señal del espacio muestra al espacio TRC es realizado por el detector y el sistema electrónico correspondiente^[17]; ambas en

conjunto muestran la información en una pantalla del TRC de una manera entendible para el observador (según las propiedades de interacción del haz electrónico con la muestra). Generalmente en la pantalla del TRC la señal puede ser presentado de dos maneras: Intensidad modulada por la señal, conocida como modulación Z (se forma la imagen en el TRC); o deflección en forma de onda (modulación Y), la amplitud de la onda es controlada por la intensidad de señal.

2.4.1.1 INTENSIDAD MODULADA EN EL TRC (IMAGEN)

También conocida en el MEB como modulación Z, en este caso cada punto mapeado en la muestra corresponde a cada punto en el TRC; la intensidad de señal obtenida en cada punto (atravez del detector), es usada para regular el brillo del punto correspondiente, de la pantalla del TRC. De esta manera una imagen de intensidades se construye sobre la pantalla del TRC (similar a un sistema de TV).

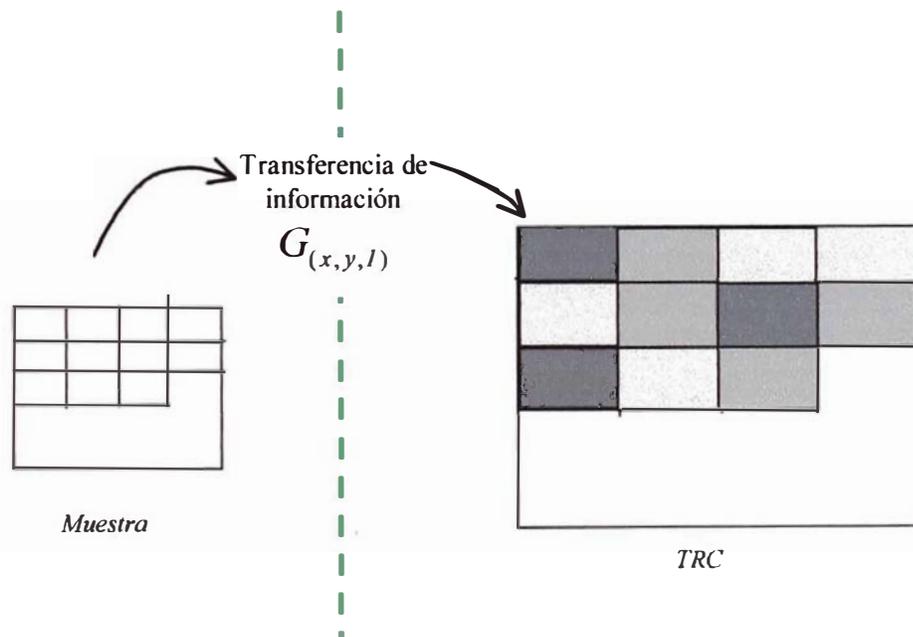


Figura N°2.27: Principio de modulación de la intensidad de señal. Los puntos negros representan baja intensidad; gris, intensidad intermedia; blanco, alta intensidad^[1].

2.4.1.2 DEFLECCIÓN EN EL EJE Y EN FUNCIÓN DE LA SEÑAL (ANÁLISIS LÍNEAL)

Conocida como modulación Y. En este caso el barrido se efectúa sobre una línea (dirección X) sobre la muestra; la misma que se hace corresponder a una línea horizontal (dirección horizontal) sobre la pantalla del TRC. La señal se presenta en

forma de onda (deflexión Y) sobre la línea horizontal. La amplitud de la onda será modulada por la intensidad de señal entregada por el detector. La modulación Y se usa para diferenciar pequeños contrastes (debido a que el barrido se hace con grandes tiempos dwell) que no pueden ser discernidos en una imagen convencional

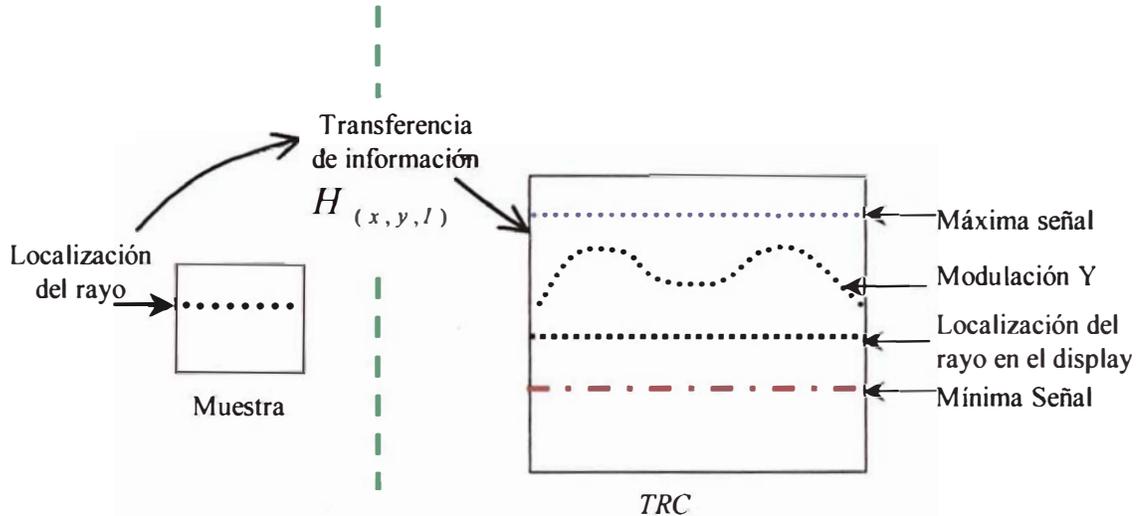


Figura N°2.28: Principio de modulación Y. En la muestra, el rayo barrido a lo largo de una línea. Este es localizado en el TRC, mientras que la intensidad de señal (ES, ER, rayos X, etc.) es usada para ajustar la posición vertical (eje Y)^[1].

(modulación Z).

2.4.2 MAGNIFICACIÓN

La magnificación en el MEB está definido como:

$$M = \frac{L_{TRC}}{\ell} \quad (2.27)$$

Donde: L_{TRC} Es la longitud lateral de la pantalla del TRC, para el HITACHI S-500 es aproximadamente 10 cm; ℓ es la longitud correspondiente al lado del cuadrado del área mapeado sobre la muestra.

Tabla N°2.4: Área barrida sobre la muestra cuando se tiene una magnificación dada suponiendo que la longitud del TRC es 10 cm^[1].

Magnificación	Área Sobre La Muestra
10X	(1 cm) ²
100X	(1 mm) ²
1000X	(100 μm) ²
10000X	(10 μm) ²
100000X	(1 μm) ²
1000000X	(100 nm) ²

El aumento de la magnificación se logra reduciendo el área de barrido sobre la muestra (ver Tabla N°2.4), la cual depende solo de la excitación de las bobinas de deflexión y no de la lente objetivo. Es por esto, que la imagen no rota cuando la magnificación es cambiada.

2.4.2.1 ELEMENTO DE IMAGEN

Un concepto importante que relaciona a la magnificación y a la resolución^[5] es el elemento Imagen. El elemento imagen es el tamaño (teórico) del área, sobre la superficie de la muestra, del cual la información es transferida a un punto del TRC. Considerando al elemento imagen como un simple cuadrado, el tamaño de este está dado por:

$$D_{EI} = \frac{\ell}{N_{EI}} \quad (2.28)$$

Donde: ℓ es la longitud del área barrida, el cual está relacionada con la magnificación y la longitud de la pantalla del TRC ($L_{TRC} = M\ell$); y N_{EI} es el número de los elementos imágenes a lo largo de la longitud barrida ℓ , (conocidas en el MEB como: point dwell).

En función de la magnificación el tamaño del elemento imagen está dado por:

$$D_{EI} = \frac{L_{TRC}}{M \cdot N_{EI}} = \frac{100 \mu m}{M} \quad (2.29)$$

Donde el término L_{TRC}/N_{EI} es la resolución que presentan las pantallas del TRC usados en el MEB; que en la mayoría de los casos (TRCs analógicos y monitores matriciales de alta resolución, 1000 x 1000) es de 100 μm . La Tabla N°2.5 muestra algunos valores de D_{EI} como función de la magnificación, para una pantalla de TRC cuya matriz es de 1000 x 1000 ó 10 cm x 10 cm (En ambos casos la resolución de la pantalla del TRC es de 100 μm).

Tabla N°2.5: Tamaño del lado del elemento imagen como función de la magnificación^[4].

Magnificación	Tamaño del lado del elemento imagen
10X	10 μm
100X	1 μm
1000X	0.1 μm (100 nm)
10000X	0.01 μm (10 nm)
100000X	1 nm

Por otro lado, el tamaño del diámetro del área efectiva (d_{Eff}) de donde sale la información depende de dos factores: el tamaño de la sonda final (d_B), y del tamaño del área proyectada del volumen de interacción (de la señal en cuestión) de donde emana la señal (d_S). Por lo tanto d_{Eff} viene dado por:

$$d_{Eff} = (d_B^2 + d_S^2)^{1/2} \quad (2.30)$$

El tamaño del elemento imagen es seleccionado por el operador al elegir la magnificación, quien debe tener en cuenta lo siguiente.

1. Si para una magnificación dada, el tamaño (teórico) del elemento imagen es igual al tamaño del área efectiva ($D_{EI} = d_{Eff}$) de donde sale la información (tamaño verdadero) entonces la imagen en el TRC será nítida; en este caso la resolución será máxima e igual al elemento imagen.
2. Si para una magnificación dada, el tamaño (teórico) del elemento imagen es menor al tamaño del área efectiva ($D_{EI} < d_{Eff}$) de donde sale la información (tamaño verdadero), entonces la imagen en el TRC aparecerá nublada; ya que, la información correspondiente a los elementos imágenes adyacentes se solaparan entre ellos. En este caso se perderá resolución.
3. Si para una magnificación dada, el tamaño (teórico) del elemento imagen es mayor al tamaño del área efectiva ($D_{EI} > d_{Eff}$) de donde sale la información (tamaño verdadero), entonces la imagen en el TRC será nítida; sin embargo es posible alcanzar mayor resolución (aumentando lamagnificación).

Por otro lado, el criterio del tamaño de imagen también puede usarse para el cálculo de la profundidad de campo que presenta el MEB. En una muestra con superficie rugosa, como el de la Figura N°2.28, el tamaño de la sonda variará dependiendo de la altura donde se encuentre el detalle. La imagen se mantendrá en foco solo si el tamaño de la sonda es menor o igual al tamaño del elemento imagen (condición 1 ó 3 ó ambas).

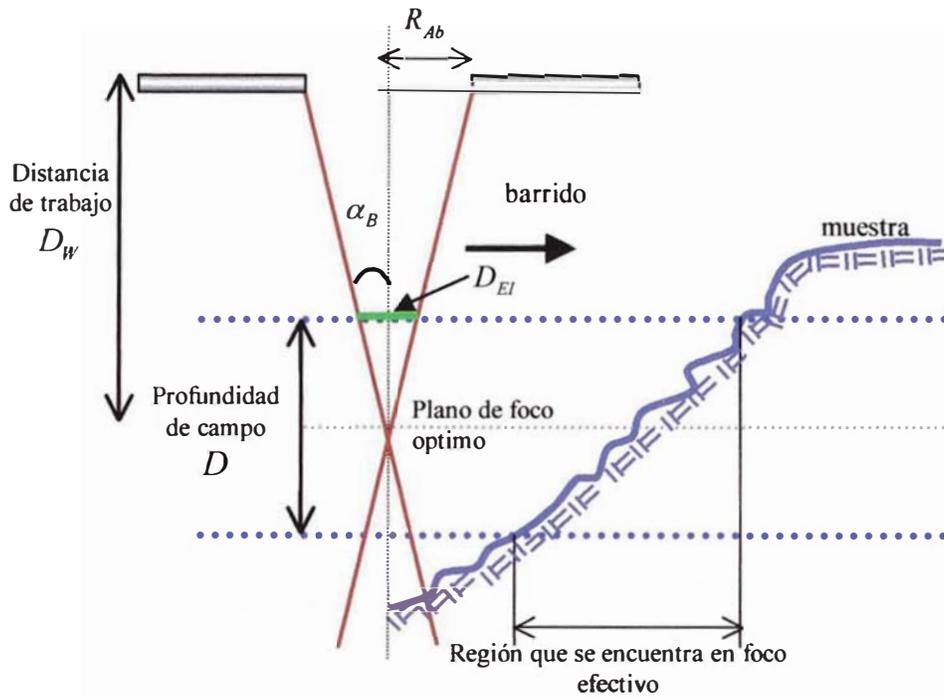


Figura N°2.29: Ilustración esquemática de la profundidad de campo de un MEB^[1].

De la figura anterior es fácil calcular la profundidad de campo D en función de la magnificación^[1].

$$D = \frac{100 \mu m}{\alpha_B \cdot M} \quad (2.31)$$

Donde M es la magnificación, y α_B es el semiángulo de divergencia con que llega el rayo a la muestra y está relacionado con el tamaño de la abertura final por:

$$\alpha = \frac{R_{Ab}}{D_w} \quad (2.32)$$

Donde: D_w Es la distancia de trabajo (entre 5 a 50 mm). R_{Ab} Es el radio de la abertura final. Estas pueden ser: 50, 100, 200 y 300 μm .

En la Tabla N°2.6 se dan algunos valores de la profundidad de campo para varias magnificaciones y varios ángulos de divergencia.

Tabla N°2.6: Profundidad de foco en μm como función de la magnificación y del semiángulo de divergencia sobre la muestra^[1].

Magnificación	Profundidad de foco		
	0.5×10^{-2} rad	1×10^{-2} rad	3×10^{-2} rad
10X	4000	2000	670
50X	800	400	133
100X	400	200	67
500X	80	40	13
1000X	40	20	6.7
10000X	4	2	0.67
100000X	0.4	0.2	0.067

3 DATOS TECNICOS Y DESCRIPCION DEL MEB HITACHI S-500

3.1 CONDICIONES DE LOS ABASTECEDORES PARA EL FUNCIONAMIENTO DEL MEB

3.1.1 ABASTECEDOR DE POTENCIA

Voltaje: $220 V \pm 10 \%$.

Potencia: $3 kW$.

Frecuencia: $60 Hz$

Terminal tierra (menor a 50Ω), exclusivamente para el MEB

3.1.2 UNIDAD DE ENFRIAMIENTO POR AGUA (CHILLER)

Flujo de agua: $2 a 4 \text{ litros/minuto}$.

Presión de agua: $50 kPa a 200 kPa$.

Temperatura del agua: $10^{\circ}C a 25^{\circ}C$.

3.1.3 ABASTECEDOR DE AIRE A ALTA PRESIÓN (COMPRESOR)

Ya que el sistema de vacío funciona con válvulas electro-neumáticas es necesario tener aire a alta presión para abrir o cerrar las válvulas; La presión requerida está entre 200 a 400 kPa.

3.2 CONDICIONES AMBIENTALES DEL LABORATORIO

3.2.1 TEMPERATURA Y HUMEDAD RELATIVA DEL AMBIENTE

Temperatura ambiente: $15^{\circ}C a 35^{\circ}C$.

Humedad relativa: menor a 70% .

Para obtener estas condiciones es necesario que funcione permanentemente un sistema acondicionador de aire y un deshumecedor de ambiente.

3.2.2 VIBRACIÓN

Libre de toda vibración (Especialmente de alta frecuencia).

El MEB HITACHI S-500 se encuentra sobre una base de hierro el mismo que se encuentra suspendido sobre 4 bases neumáticas antivibratorias.

3.2.3 CAMPO MAGNÉTICO

Fluctuaciones no mayores a 1 *mGauss* cada 5 minutos.

3.3 CONFIGURACION ESTANDAR DEL MEB HITACHI S-500

La configuración estándar del MEB HITACHI S-500 está conformada por tres grandes etapas: La columna Electrónica, el sistema de evacuación (vacío) y la electrónica asociada para la formación de imágenes.

3.3.1 COLUMNA ELECTRÓNICA

Entre las componentes mas importantes que conforman la columna electrónica del MEB HITACHI S-500 se encuentra: el cañón de electrones con emisor de Tungsteno, dos lentes condensadoras (interconectadas entre ellas) con sus respectivas aberturas, una lente objetivo, un control de abertura final tipo *caserina* (que permite seleccionar la abertura final de la lente objetivo), un detector de electrones secundarios tipo Everhart-Thornley (sin jaula de Faraday) y un goniómetro micrométrico (portamuestras).

En la Figura N°1.2 se presenta una gráfica donde se muestra la sección transversal de la columna electrónica del MEB HITACHI S-500, allí se señala la disposición de todas las componentes ópticas electrónicas.

3.3.2 SISTEMA DE EVACUACIÓN (VACIO)

El sistema de evacuación del MEB HITACHI S-500 consta de 2 bombas mecánicas de vacío tipo rotatoria cuyo poder de evacuación alcanza los 100 *litros/min* , una Bomba Difusora de aceite cuyo poder de evacuación alcanza los 320 *litros/seg* , 5 válvulas electroneumáticas las cuales interconectan la columna con las bombas de vacío, 3 válvulas electromagnéticas de entrada de aire y un medidor de vacío tipo Pirani Gauge el cual alcanza a medir un vacío de 10^{-4} Pa.

Teniendo en cuenta el siguiente diagrama se explicará el proceso de evacuación del MEB HITACHI S-500.

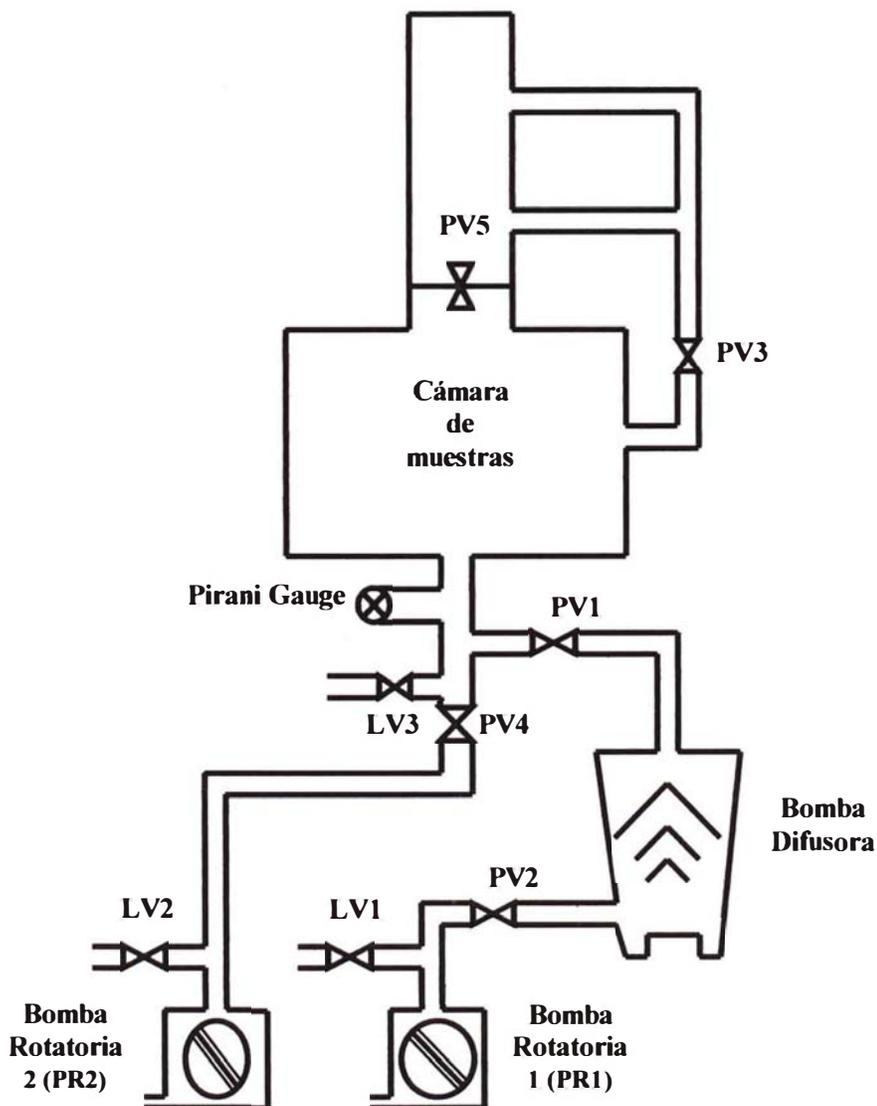


Figura N°3.2: Configuración de sistemas de vacío del MEB HITACHI S-500. PV1 al PV5 son válvulas electroneumáticas, mientras que LV1;LV2 y LV3 son válvulas electromagnéticas de entrada de aire.

Cuando recién se enciende el MEB HITACHI S-500; la secuencia seguida para alcanzar el alto vacío es el siguiente:

1. Se enciende las bombas rotatorias PR1 y PR2^{*}; después de 1 minuto se abre las válvulas PV2, PV3 y PV4 empezando el ciclo de pre-vacío en toda la columna y en la bomba difusora; además, comienza el calentamiento de la bomba difusora, ésta operación toma aproximadamente 30 minutos.
2. Una vez que la presión medida por el Pirani Gauge^[14] sea de 0,1 Pa y la temperatura de funcionamiento de la bomba difusora sea la adecuada (entre 10 °C y 25 °C), se termina el ciclo de pre-vacío, cerrándose PV4, y comienza el ciclo de alto vacío, abriéndose PV1 y PV5.
3. Cuando el vacío alcanzado en la cámara de muestras, columna y cañón electrónico sea menor a aproximadamente 10^{-4} Pa, se habilita la alta tensión del sistema, indicando que el sistema ha alcanzado el alto vacío. Si el sistema está en óptimas condiciones el alto vacío se alcanza aproximadamente en 1.5 minutos (después del pre-vacío),

Para el cambio de muestra, se debe admitir aire solamente a la cámara de muestras. Para esto se cierran las válvulas: PV3, PV5, PV1 y PV4 (solo queda abierta PV2) y se abre la válvula LV3, por donde ingresa el aire.

Una vez cambiada la muestra, se debe retornar al alto vacío. Para esto, el sistema ejecuta los siguientes pasos:

1. Primero se debe hacer un pre-vacío en la cámara de muestras. Esto se logra cerrando la válvula LV3 y se abre la válvula PV4 (permaneciendo el resto, con excepción a PV2, cerradas). El Pre-vacío se logra aproximadamente en 2 minutos.
2. Una vez alcanzado el pre-vacío, empieza el ciclo de alto vacío. Para esto se cierra PV4, y se abren PV3, PV5 y PV1 (además de PV2, que siempre queda abierta).

Después de aproximadamente 2 minutos el sistema alcanzara nuevamente el alto vacío y estará listo para la observación.

* Las válvulas electromagnéticas LV1 y LV2 permiten el inicio de las bombas rotatorias PR1 y PR2 permanecen abiertas cuando el equipo está apagado, y se cierran automáticamente cada vez que se encienda el equipo.

3.3.3 DIAGRAMA DE BLOQUES DEL CIRCUITO ELECTRONICO

En la Figura N°3.3 se presenta el diagrama de bloques del circuito electrónico que controla a los distintos componentes del MEB HITACHI S-500. Sorprendentemente MEBs de otras marcas presentan muy pocas diferencias con este diagrama de bloques.

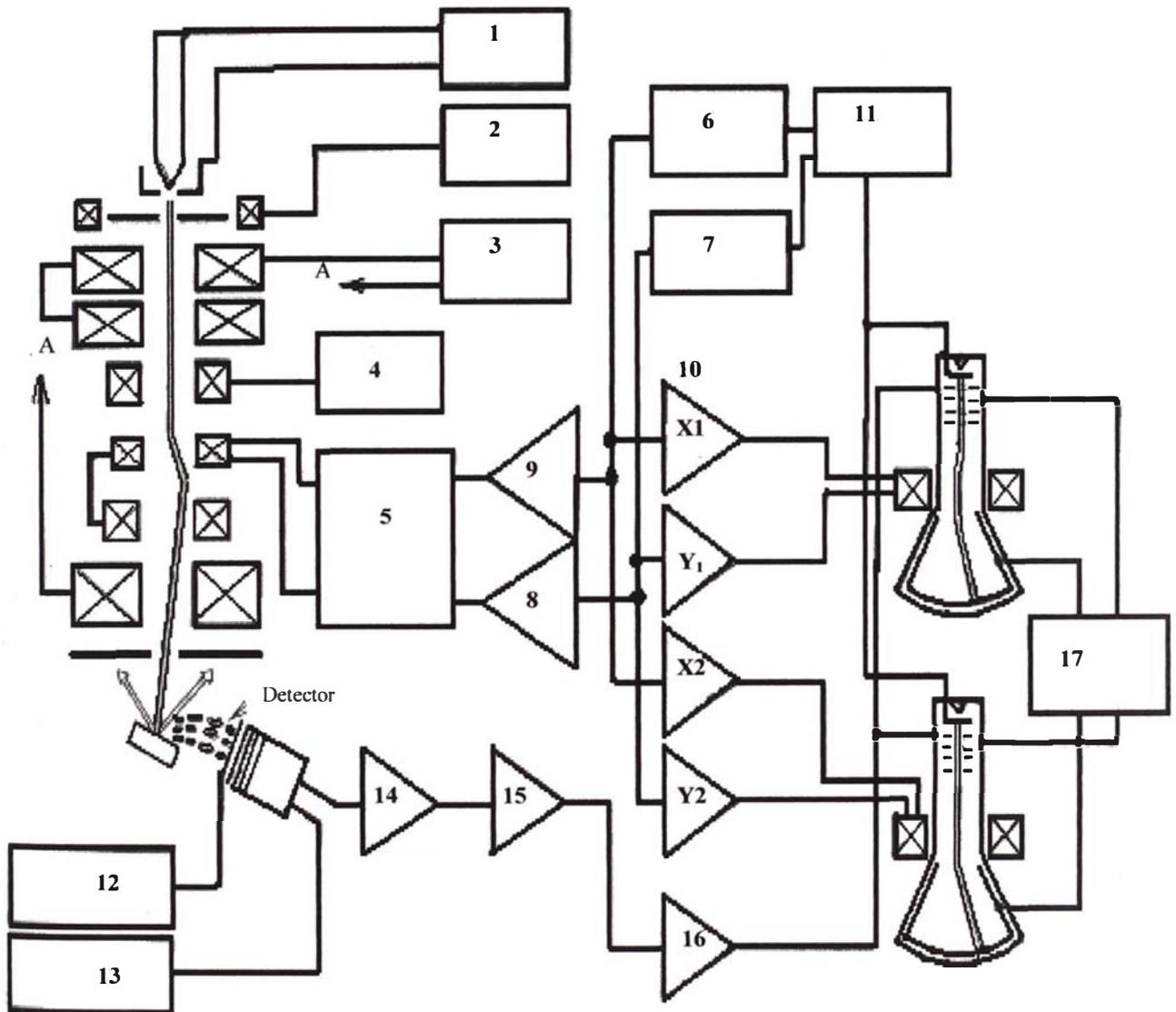


Figura N°3.3: configuración esencial por bloques del MEB HITACHI S-500.

1. Abastecedor de alto voltaje de aceleración.
2. Abastecedor de potencia de las bobinas de alineación.
3. Abastecedor de potencia de las lentes electromagnéticas.

4. Abastecedor de potencia de las bobinas astigmadoras.
5. Circuito controlador de la magnificación.
6. Generador de señal Diente de Sierra para la deflexión en la dirección X.
7. Generador de señal Diente de Sierra para la deflexión en la dirección Y.
8. Amplificador de deflexión X para la columna.
9. Amplificador de deflexión Y para la columna.
10. Amplificadores de deflexión para el TRC (X e Y).
11. Circuito de protección.
12. Abastecedor de alta tensión para el centellador.
13. Abastecedor de alta tensión para el fotomultiplicador.
14. Pre-Amplificador.
15. Amplificador principal.
16. Circuito control gamma.

3.4 INSTALACIÓN

La instalación del equipo son resumidos en los gráficos siguientes.

Por otro lado, el sistema de toma de fotografía fue totalmente reemplazado debido a que el material fotográfico que originalmente utilizaba (Película 120 mm o polaroid) no es comerciable en nuestro mercado. En su lugar se utilizó un sistema de lentes, el cual permite la adaptación de una cámara normal (Reflex); este utiliza una película que es comerciable en el mercado (35 mm

ASA 400).

3.4.1 INSTALACIÓN DE LA COLUMNA DEL MICROSCOPIO

La columna electrónica consta de 3 bloques: el Bloque superior, el bloque intermedio y el bloque inferior. En el bloque superior viene encapsulada el cañón de electrones y las bobinas de alineamiento; en el bloque intermedio vienen las lentes condensadoras y el tubo de línea superior; y por último, en el bloque inferior viene la lente objetivo, y el tubo de línea inferior el cual está rodeado (y encapsulado) por las bobinas deflectoras y las bobinas astigmadoras.

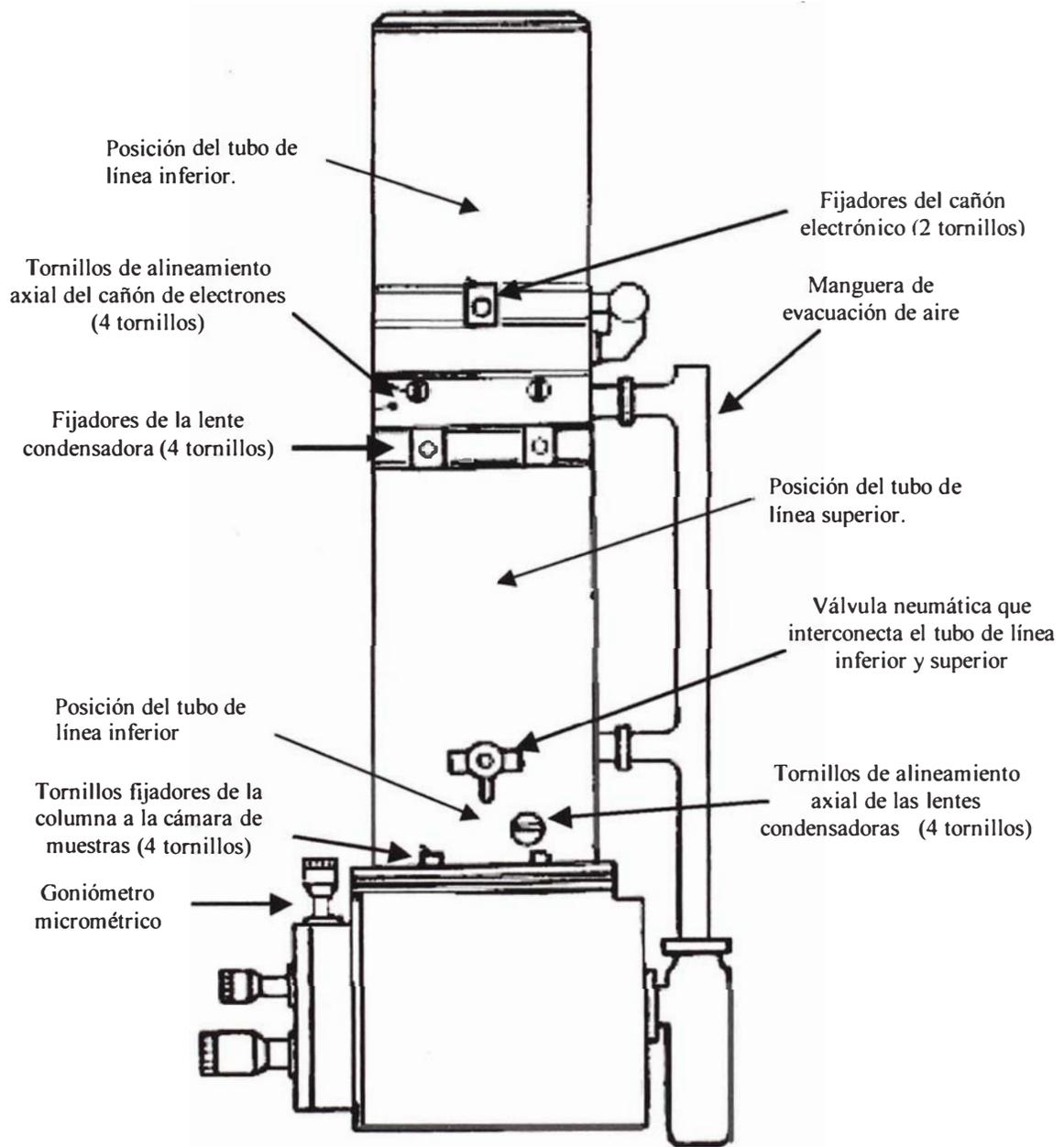


Figura Nº3.4 Bloques que conforman la columna electrónica

Los bloques están enlazados por intermedio de empaquetaduras especiales para alto vacío (O-ring)

3.4.2 INSTALACION DEL CAÑÓN DE ELECTRONES

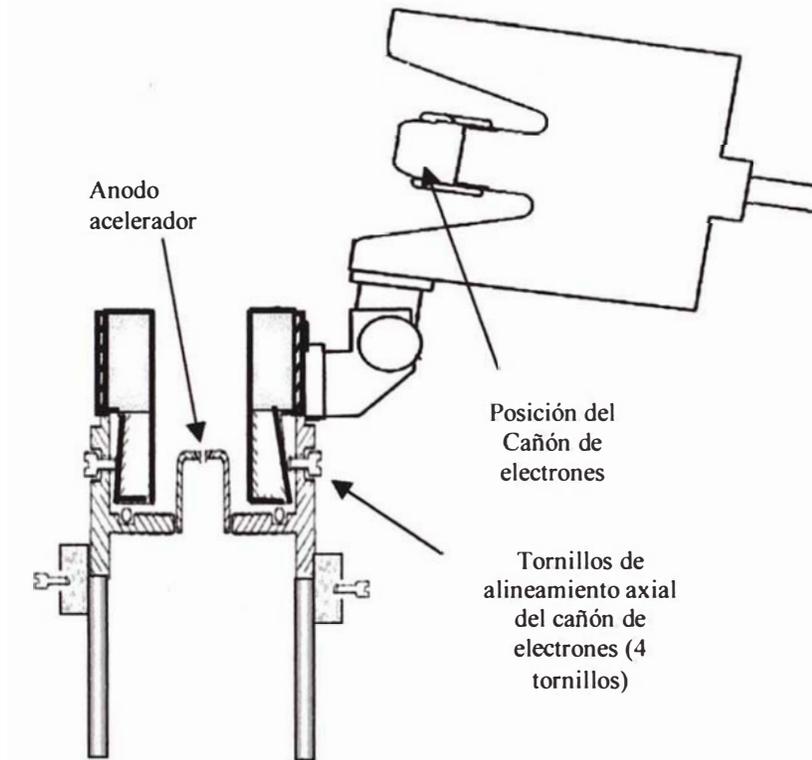


Figura Nº3.5 Ubicación del cilindro de Whenelt y del ánodo acelerador en la columna electrónica.

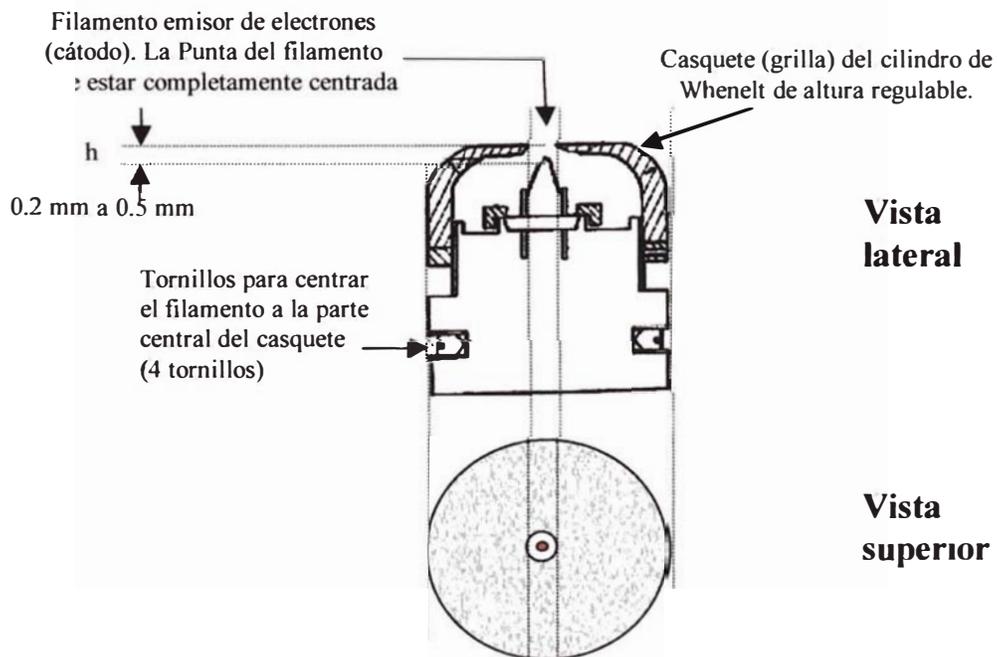


Figura Nº3.6 Vista lateral y superior del cilindro de Whenelt mostrando la correcta posición del filamento dentro de este.

Las Figuras N°3.5 y N°3.6 muestran la forma correcta de cómo debe ser instalado el cañón de electrones dentro de la columna. Como puede verse en ambas figuras tanto el cilindro de Whenelt como el ánodo acelerador se encuentran fijados dentro de la columna; mientras que el filamento (cátodo) debe ser centrada y puesta a una determinada altura (con respecto a la parte superior del cilindro) para asegurar el buen funcionamiento del cañón.

Debe de tenerse en cuenta que toda esta zona va estar rodeada por alta tensión; es por esto que debe de encontrarse libre de partículas extrañas como grasa polvo o humedad; de lo contrario descargas eléctricas pueden generarse deteriorando el filamento o la fuente de alta tensión.

La Tabla N°3.1 muestra la manera de controlar la distancia de la punta del filamento al cilindro de Whenelt (h) a través del medidor **EMISSION CURRENT** (ver mas abajo), y cuando se aplica 30 kV y estando la perilla Bias completamente excitada.

<i>Posición del medidor EMISSION CURRENT cuando la corriente de emisión está saturada.</i>	<i>Distancia entre la punta del filamento y el cilindro de Whenelt (h)</i>
	Muy corta
	Optimo
	Muy grande

Tabla N°3.1 Registro del medidor **EMISSION CURRENT** en función de la altura h .

3.4.3 EL TUBO DE LÍNEA DEL MEB Y LAS ABERTURAS

El camino de los electrones, desde el cañón hacia la cámara de muestras, lo hace a través del Tubo de línea. Esta debe de coincidir con el eje óptico del sistema (Cañón de electrones y lentes magnéticas). Dentro de este tubo se encuentran los soportes respectivos para las aberturas de cada lente.

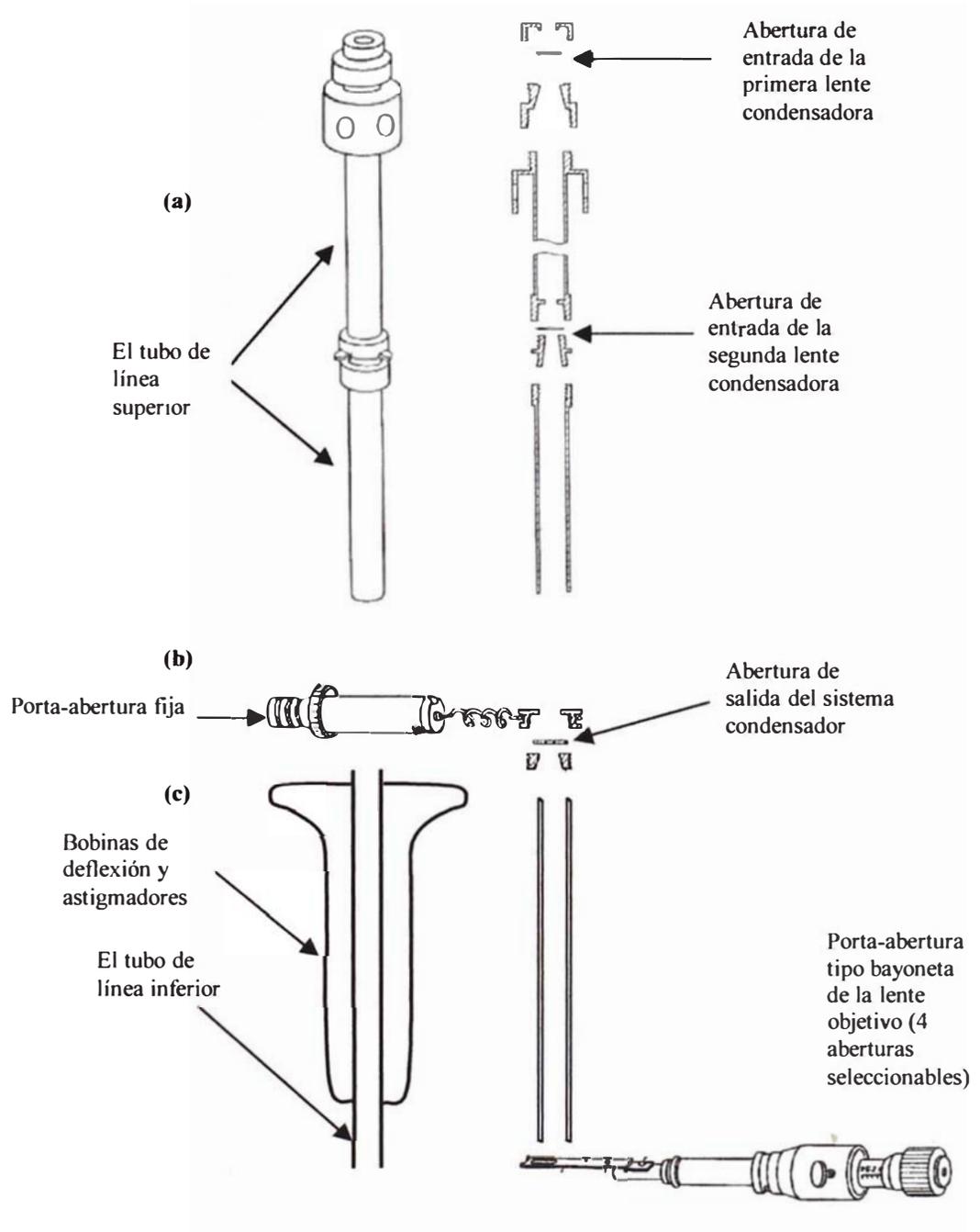


Figura Nº3.7 El tubo de línea superior mostrando las diferentes posiciones de las aberturas. B) La tercera abertura. C) La abertura final de la lente objetivo.

3.4.4 INSTALACIÓN DEL DETECTOR EVERHART-THORNLEY

El detector Everhart-Thornley tiene en general un largo tiempo de vida es por esta razón que no es recomendable desmontarlo; solo cuando se note que el centellador ha sido degradado (cubierto con partículas extrañas) con el transcurso del tiempo (3 años aproximadamente) es necesario reemplazarlo; en este proceso se debe de aprovechar para realizar una limpieza de el tubo de luz (con solventes apropiados)^[16]; la conexión entre la guía de luz y el fotomultiplicador debe ser por medio de una capa muy delgada de silicona.

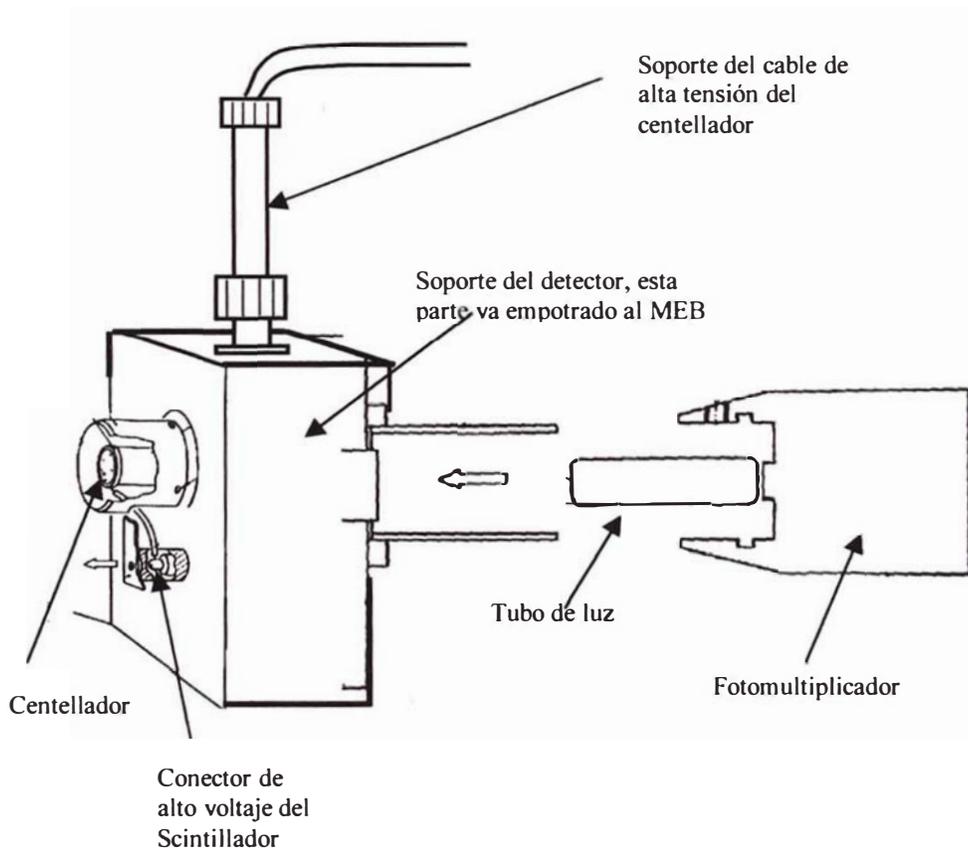


Figura Nº3.8 Componentes del detector Everhart-Thornley.

La falta de claridad en la imagen (imagen lluviosa) en muestras que presenten alta eficiencia de emisión de electrones secundarios (por ejemplo el Oro o Platino) es un aviso que el centellador necesita ser reemplazado.

3.4.5 CABLEADO DE LA COLUMNA DEL MEB HITACHI S-500

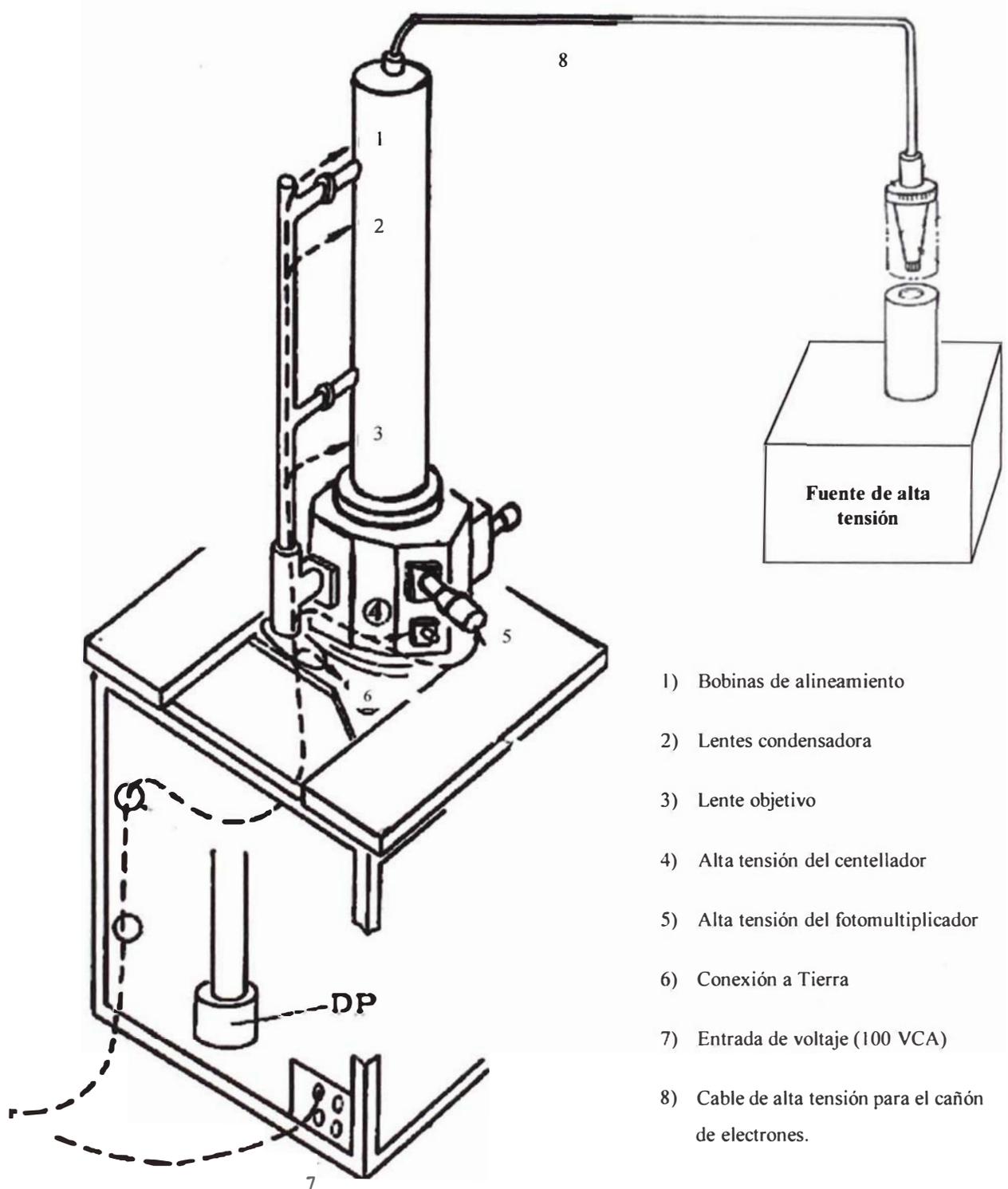


Figura Nº3.9 Cableado de la columna. Las líneas punteadas muestran el recorrido de los cables.

Se debe de tener en cuenta que se debe de aislar los contactos de alta tensión usando grasa aisladora de alta tensión

Cableado Posterior

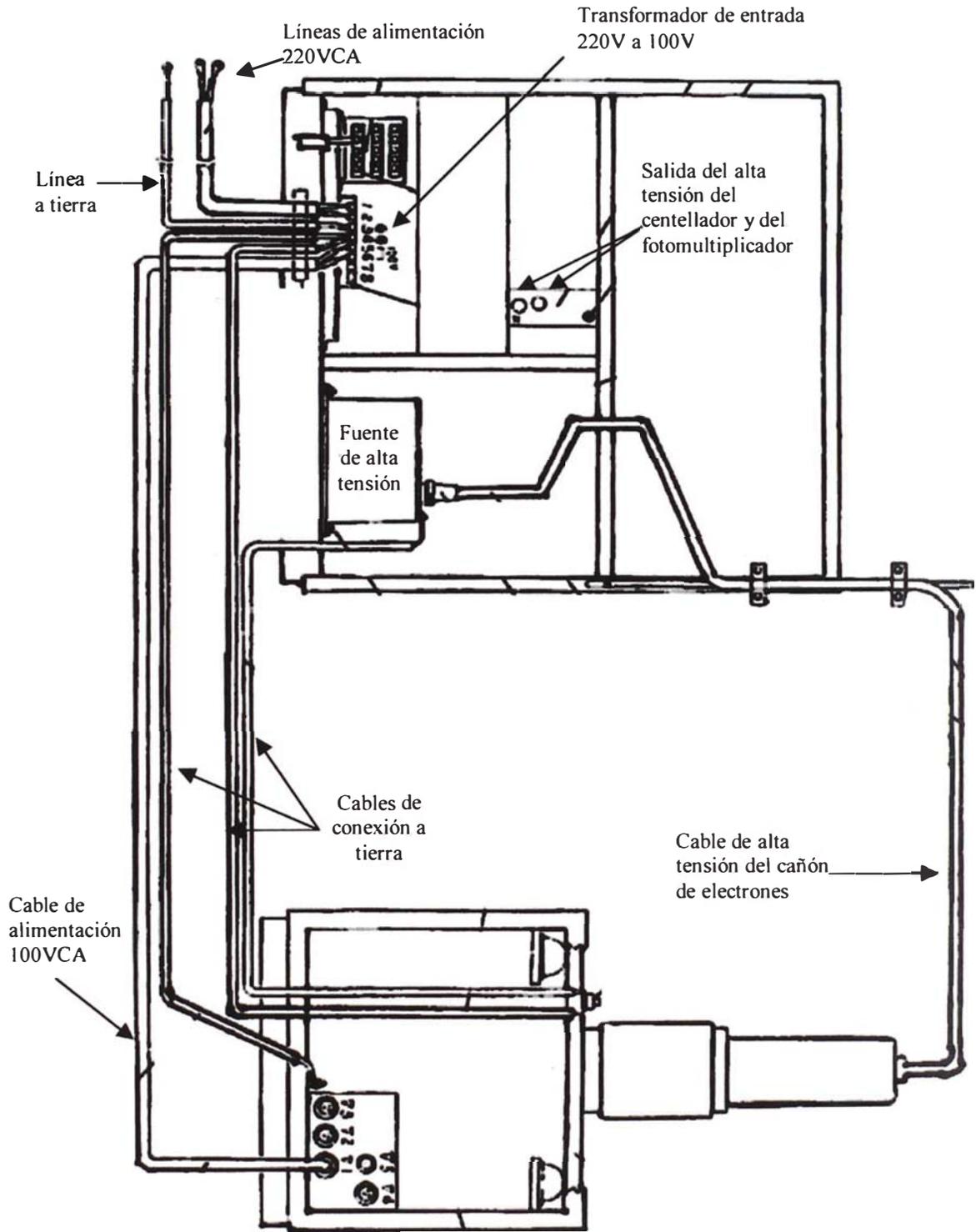


Figura N°3.10 El cableado posterior

3.4.6 INSTALACIÓN DE LA BOMBAS MECÁNICAS

La instalación de las bombas mecánicas de vacío se realiza en la parte posterior de la columna electrónica. Es muy importante que la faja mecánica que conecta el motor eléctrico con el rotor de las paletas de la bomba se encuentre en un buen estado y debidamente ajustadas; asimismo se debe de revisar permanentemente que el nivel de aceite de la bomba se encuentre en el nivel permitido.

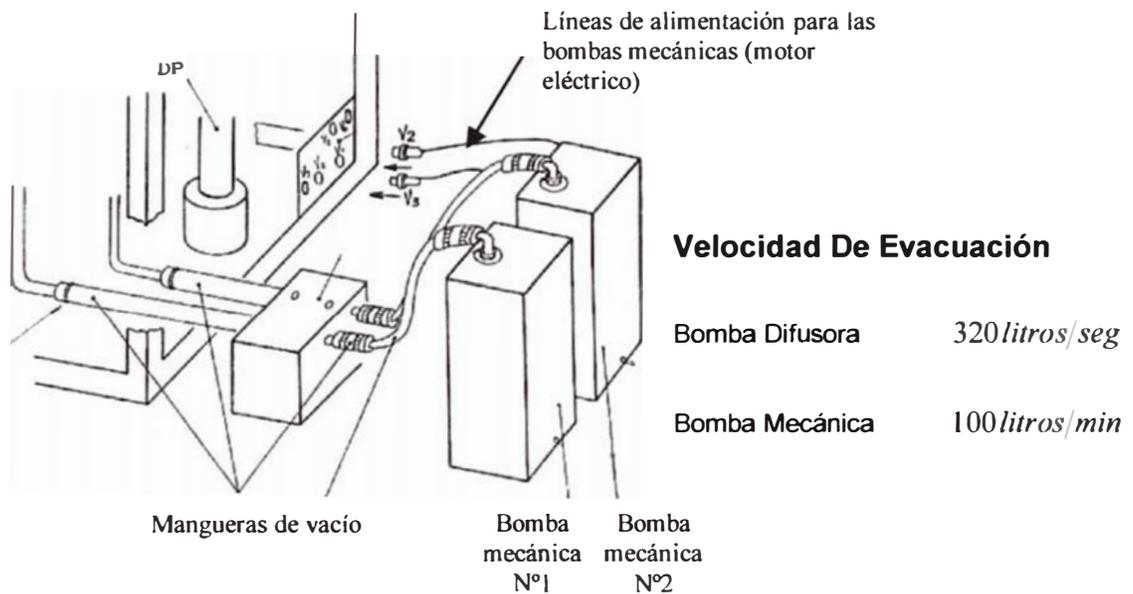


Figura N°3.11 Instalación de las bombas mecánicas.

El tiempo necesario para intercambiar de aceite depende de la limpieza que se tenga al momento de fijar la muestra, ya que cualquier residuo de muestra al final caerá en el aceite la bomba mecánica. Cuando se note (en el visor de la bomba) que el aceite se encuentra turbio, este debe ser reemplazado inmediatamente.

3.5 DESCRIPCION DE LOS CONTROLES DEL MEB

Los controles del MEB HITACHI S-500 se encuentran ubicados en tres lugares diferentes: La Unidad de DISPLAY, Consola Principal y el Panel de Control.

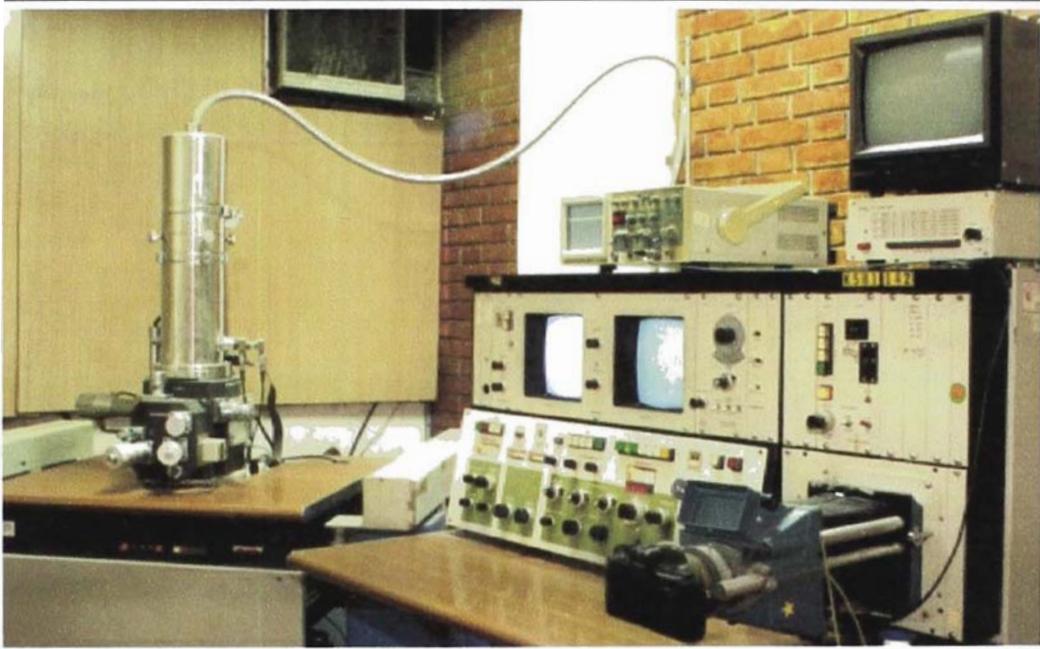


Figura Nº3.12 Diagrama esquemático del MEB HITACHI S-500 donde se muestra la consola principal (lado izquierdo), el panel de control, y la unidad de display.

3.5.1 LA UNIDAD DE DISPLAY

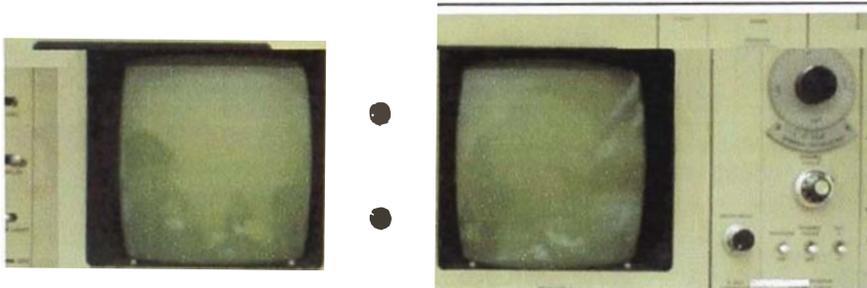


Figura Nº3.13 Diagrama esquemático de la unidad de DISPLAY. En el lado derecho se encuentran los interruptores de entrada de potencia.

EVAC ON/OFF: Interruptor de entrada AC para el sistema de vacío (Evacuación)

DISPLAY ON/OFF: Interruptor de entrada AC para los siguientes circuitos que controlan: altos voltajes, detectores, lentes, barrido y TRCs.

ROOM LIGHT ON/OFF: Interruptor para la lámpara de iluminación del laboratorio

TRC BRGHTNESS perillas controlan el brillo del MONITOR 1 ó 2

PHOTO RECORDING (Lámparas) indican cual de las imágenes, MONITOR 1 o MONITOR 2, serán transferidos al fotomonitor.

3.5.2 LA CONSOLA PRINCIPAL

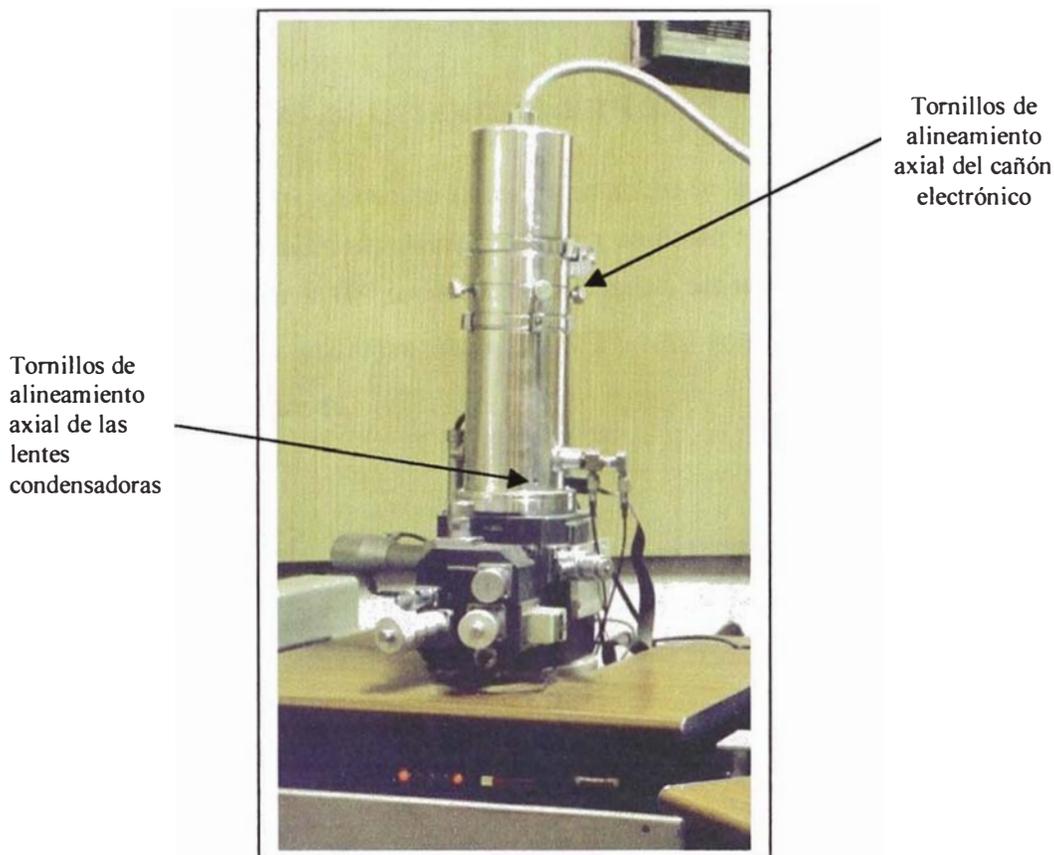


Figura Nº3.14 Diagrama esquemático mostrando la columna electrónica del MEB HITACHI S-500 mostrando los tornillos de alineamiento del cañón y de las lentes condensadoras.

3.5.2.1 TORNILLOS DE ALINEAMIENTO AXIAL DEL CAÑÓN ELECTRÓNICO

Permiten el alineamiento (grueso) del cañón electrónico. Conformada por 4 tornillos, que se encargan de desplazar, al cilindro de Wherelt con respecto al ánodo, en las direcciones X, Y. se utiliza conjuntamente con la perillas **ALIGNMENT**, del panel de control, el cual realiza el alineamiento fino respectivo. Generalmente se utilizan cada vez que se intercambia el filamento, o cuando se mueve cualquier parte del cañón de electrones.

3.5.2.2 TORNILLOS DE ALINEAMIENTO AXIAL DE LAS LENTES CONDENSADORAS

Permiten la alineación de las lentes condensadoras con respecto a la lente objetivo (que permanece fijo sobre la columna). Igual al caso anterior está conformada por 4 tornillos que desplazan en las direcciones X, Y a la lente condensadora. El desalineamiento de ésta se reconoce cuando la imagen, de algún detalle en la muestra (vista a 1000X), cambia de posición cada vez que se cambia la excitación de la lente condensadora.

3.5.2.3 ABERTURAS DE LALENTE OBJETIVO

Las aberturas de la lente objetivo se encuentran sobre un porta-aberturas móviles tipo cacerina que consiste de una lamina delgada de paladio con cuatro agujeros de 400 μm , 300 μm , 200 μm y 100 μm los cuales pueden ser elegidos por el operador. Las aberturas de 300 μm y 200 μm (Abertura N°2 y N°3) son normalmente utilizadas para observaciones ordinarias.

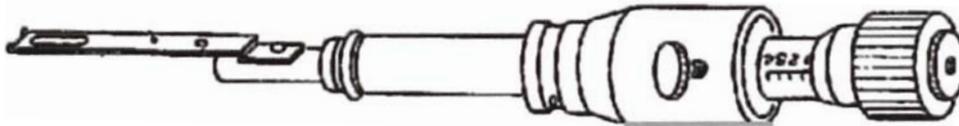


Figura N°3.15 Porta-abertura tipo cacerina con cuatro tamaños diferentes de abertura

La elección del tamaño de la abertura depende de las características de la muestra que se deseen observar. Esto se resume en la Tabla N°3.2

Abertura N°	1	2	3	4
Diámetro de la abertura (μm)	400	300	200	100
Profundidad de foco	Poco profundo			Profundo
Resolución.	Baja			Alto
Corriente que llega a la muestra.	Alto			Bajo

Tabla N°3.2 Elección del tamaño de abertura según las características de la muestra que se deseen obtener.

3.5.2.4 PERILLAS DEL GONIÓMETRO

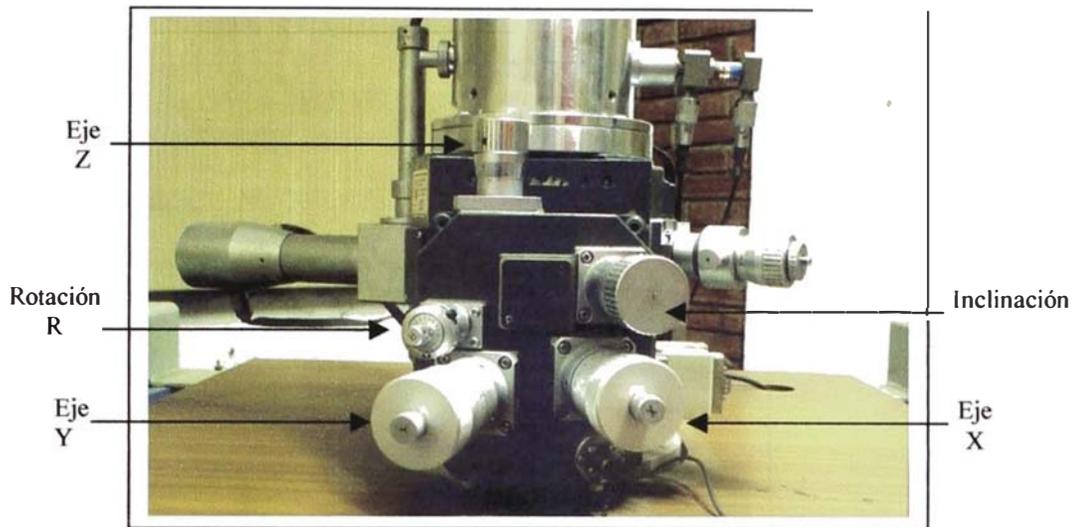


Figura N°3.16 Perillas micrométricas del goniómetro.

Las características de las perillas del goniómetro se resumen en la siguiente tabla:

Perilla	Descripción	Rango movable	Graduación mínima	Movimiento total al rotar una vuelta completa
X	Perilla para mover la muestra en la dirección X (dirección longitudinal, vista desde el frente de la columna)	$\pm 8mm$	$2\mu m$	$0.5mm$
Y	Perilla para mover la muestra en la dirección Y (dirección lateral, vista desde el frente de la columna)	$\pm 5mm$	$2\mu m$	$0.5mm$
R	Perilla para rotar la muestra	360°	1°	18°
T	Perilla para inclinar la muestra (la muestra es inclinada en la dirección Y)	-5° a 45°	0.5°	10°
Z	Perilla para mover la muestra en la dirección Z (dirección vertical). Esta controla la distancia de trabajo	$5mm$ a $45mm$	$20\mu m$	$1mm$

Tabla N°3.3 Descripción de las perillas del goniómetro

La elección de la distancia de trabajo depende de la profundidad de foco y de la resolución que se desee obtener. Generalmente es 5 mm cuando se requiere una alta resolución. En la Tabla N°3.4 se sugiere la distancias de trabajo mas convenientes según la profundidad de foco que se desee obtener.

Distancia de trabajo (mm)	5	10	15	30
Profundidad de foco	Bajo			Alto
Resolución	Alta			Bajo

Tabla N°3.4 Elección de la distancia de trabajo en función a la profundidad de foco y a la resolución

3.5.2.5 PANEL DE OPERACIÓN DEL SISTEMA DE EVACUACION



Figura N°3.17 interruptores e indicadores del sistema de vacío.

EVAC (Pulsador) Cuando se oprime este interruptor la columna y la cámara de muestras son automáticamente evacuadas realizándose el pre-vacío y el alto vacío automáticamente.

SC AIR (Pulsador) Cuando se oprime este interruptor se introduce aire a la cámara de muestras solamente

COL AIR (Pulsador) Cuando se oprime este interruptor se introduce aire a la columna y también a la cámara de muestras.

PRE EVAC Interruptor para la pre- evacuación (No usada en el MEB)

VACUUM (Medidor) Medidor que indica el grado de vacío dentro de la cámara de muestras. Indica $100\mu A$ cuando está a presión atmosférica; y $0\mu A$ cuando se alcanza el máximo vacío ($10^{-4}Pa$).

WARM UP (Lámpara) Se enciende esta lámpara cuando la bomba difusora todavía no ha completado el calentamiento adecuado para su funcionamiento.

WATER (Lámpara) Se enciende esta luz cuando el agua fluye sobre la bomba difusora.

L. VAC (Lámpara) Se encienda esta luz cuando se efectúa la pre-evacuación (bombas mecánica) sobre la columna.

H. VAC (Lámpara) Se enciende esta luz cuando se efectúa la evacuación final (por la bomba difusora) sobre la columna.

AIR (Lámpara) Se enciende esta luz cuando se abre la válvula de entrada de aire a la cámara de muestras.

3.5.3 EL PANEL DE CONTROL

El panel de control es el encargado de controlar el sistema óptico electrónico del MEB



Figura Nº3.18 Diagrama esquemático del panel de control

A continuación describiremos cada uno de estos controles.

3.5.3.1 CONTROL DE EMISIÓN

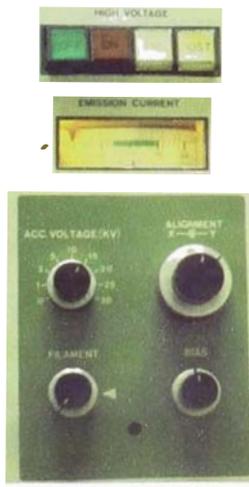


Figura Nº3.19 Diagrama esquemático del control de emisión.

OFF (pulsador verde) éste se enciende automáticamente cuando se alcanza el alto vacío dentro del microscopio, indicando que el MEB está listo para obtener una imagen.

ON (pulsador rojo) permite la entrada de la alta tensión sobre el cañón de electrones (solo está activo cuando el pulsador OFF esta iluminado).

PM (Pulsador) permite la entrada de la alta tensión sobre fotomultiplicador (solo cuando el pulsador OFF esta iluminado).

POST (Pulsador) permite la entrada de la alta tensión sobre el centellador (solo está activo cuando el pulsador OFF está iluminado).

VOLTAJE ACC (selector) selecciona el voltaje de aceleración: 1 kV, 2 kV, 5 kV, 10 kV, 15 kV, 20 kV, 25 kV y 30 kV. En la mayoría de los casos, un voltaje de 20 kV, satisface la mayoría de los requerimientos necesarios en los distintos análisis por MEB.

La Tabla N°3.5 se da un resumen del voltaje de aceleración recomendado según la aplicación que se desee.

Aplicación	Voltaje de aceleración (kV)							
	1	2	5	10	15	20	25	30
Resolución	Baja						Alta	
Imagen de electrones secundarios	<u>Recomendado</u>							
Imagen de electrones retrodispersados	<u>Recomendado</u>							
Sobrecarga	Baja						Alta	
Contaminación	Alta						Baja	
Excitación requerida para la lente condensadora (perilla COND LENS)	Baja						Alta	
Análisis por rayos X	<u>Recomendado</u>							

Tabla N°3.5 Elección del voltaje de aceleración según la aplicación que se desee.

FILAMENT (perilla) controla la corriente de filamento; el punto de saturación se encuentra alrededor de la muesca < (Ver Fotografía N°3.7)

EMISSION CURRENT (medidor) indica la corriente de emisión y el voltaje de aceleración. Cuando no existe corriente de emisión sólo el voltaje de aceleración es indicado ($10\mu A$ corresponde a $10kV$). Cuando existe corriente de emisión, el medidor registra el voltaje de aceleración mas la corriente total de emisión.

ALIGNMENT (perillas) Conformada por dos perillas (X e Y). Controlan el alineamiento axial (fino) electromagnético del cañón de electrones.

3.5.3.2 CONTROL DE SEÑAL DE VÍDEO



Figura N°3.20 Diagrama esquemático del panel que controla la señal de vídeo.

BRIGHTNESS (perilla) permite cambiar el nivel de brillo de la imagen

CONTRAST (perilla) permite cambiar el contraste de la imagen.

BRIGHTNESS (medidor) indica el nivel de brillo de la imagen. El rango verde del medidor indica un nivel de brillo aceptable tanto al monitor del usuario como al fotomonitor (Película ASA 400).

CONTRAST (medidor) indica el contraste de la imagen. El rango verde del medidor indica un contraste aceptable tanto al monitor del usuario como al fotomonitor.

POLARIDAD (Pulsador) cuando se oprime este pulsador se invierte el tono de grises de la imagen.

CONTROL GAMMA (selector) usadas para suavizar el intenso contraste que pueden aparecer localmente sobre la imagen. El control gamma no opera cuando está posesionada en 0; y opera fuertemente en orden ascendente 1, 2, 3.

3.5.3.3 CONTROL DE LENTES Y MAGNIFICACION

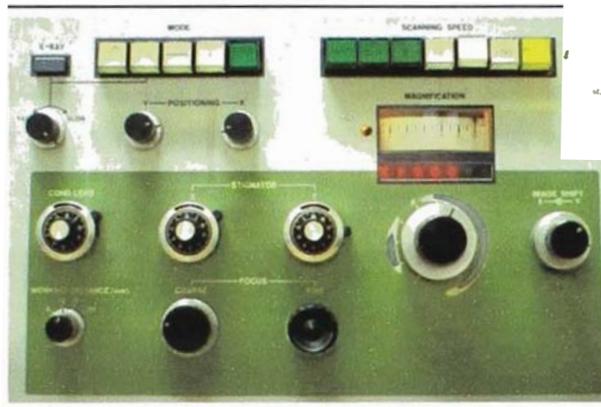


Figura N°3.21 Diagrama esquemático del panel que controla las lentes.

COND. LENS (perilla): controla la corriente que circula por la lente condensadora. Cuando la perilla se gira en sentido horario se incrementa la corriente que circula por la lente. La posición entre 500 y 600 satisface la mayoría de los requerimientos para una aceptable resolución y calidad de la imagen (aproximadamente 25 nm cuando se utiliza 30 Kv y una abertura final de 200nm).

Corriente de excitación de la lente condensadora	Baja						Alta
Escala de la perilla de COND LENS	0	200	300	400	500	600	800
Corriente que llega a la muestra		10^{-7}	10^{-8}	10^{-9}	10^{-10}	10^{-11}	10^{-12}
Resolución	Baja						Alta
Imagen de electrones secundarios							<u>Recomendado</u>
Imagen de electrones retrodispersados	<u>Recomendado</u>						
Razón señal/ruido	Alta						Baja
Análisis por rayos X	<u>WDS</u>			<u>EDS</u>			

Tabla N°3.6 Excitación de la lente condensadora según la aplicación que se desee

FOCUS COARSE, FINE (perillas) usadas para realizar el enfoque grueso y fino respectivamente. Este se realiza ajustando la corriente de la lente objetivo. Cuando la perilla se gira en sentido horario se incrementa la corriente que circula por la lente.

STIGMATOR X, Y (perillas) usadas para corregir el astigmatismo (en ambas direcciones perpendiculares X, Y) presente en la imagen.

IMAGE SHIFT X, Y (Perillas) usada para desplazamiento fino. Es útil cuando se opera en grandes magnificaciones (>10000X). El proceso se lleva a cabo desplazando eléctricamente el rayo electrónico en las direcciones X e Y.

MAGNIFICATION (Perillas interior y exterior) permiten seleccionar la magnificación. Esto se logra controlando la corriente que circula por las bobinas de deflexión. La perilla interior selecciona los rangos, los cuales pueden ser x10, x100, x1000, x10000, 100000; mientras que la exterior cambia la magnificación continuamente sobre estos rangos.

MAGNIFICATION (Medidores: analógico y digital) mide la magnificación usada. El medidor analógico está numerado del 1 al 10 mientras que el medidor digital da el factor multiplicativo. Por ejemplo si el medidor analógico registra 4 mientras que el medidor digital indica X1000, la magnificación será 4000. La magnificación leída por el medidor indica la magnificación teniendo en cuenta la pantalla del TRC de la cámara fotográfica. La magnificación de la imagen sobre el TRC de usuario es 1.2 veces la magnificación leída por el medidor.

WORKING DISTANCE (selector) Utilizada para compensar la magnificación debido a las distintas distancias de trabajo, sus valores pueden ser 5 mm, 10 mm, 15 mm y 30 mm. Esta debe coincidir, aproximadamente, con la distancia de trabajo donde se encuentra la muestra.

3.5.3.4 CONTROL DE VELOCIDAD Y MODO DE BARRIDO

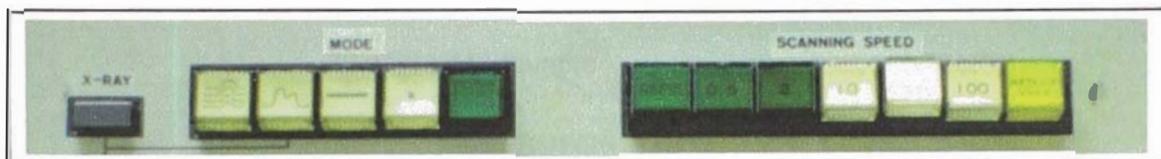


Figura Nº3.22 Diagrama esquemático del panel que controla la velocidad y el modo de barrido

MODE (Pulsadores) Los modos de barrido son seleccionados por los siguientes pulsadores.

NORMAL		Se usa este modo cuando se desea observar una imagen.
SPOT		Usado para el análisis puntual (Microanálisis de rayos X).
LINE		Usado para poseionar una línea sobre el cual se desea hacer un análisis lineal
LINE ANALYSIS		Usado para obtener la señal en forma de onda (modulación Y) sobre una línea seleccionada.
OBLIQUE		Usado para obtener la señal en forma de onda (modulación Y) sobre toda el área de barrido.

POSITIONING X,Y (Perillas) Usadas para posicionar el rayo electrónico cuando se está operando en el modo **SPOT, LINE, y REDUCE AREA**

X-RAY (Pulsador) y X-RAY (perilla) Usado, conjuntamente con el modo **LINE ANALYSIS**, para realizar el análisis lineal de rayos X. El pulsador **X-RAY** da pase al análisis de rayos X; mientras que la perilla **X-RAY** controla la velocidad de barrido desde 30 a 300 segundos/línea (la velocidad de barrido es 0.1 segundo cuando el pulsador es puesto en OFF).

SCANNING SPEED (Pulsadores) Permite seleccionar la velocidad de barrido cuando **MODE** es puesto a **NORMAL**. Las velocidades correspondientes son:

RAPID	20 cuadros /segundo.
0.5	2 cuadros /segundo.
2	2 segundos /cuadro
10	10 segundos /cuadro
30	30 segundos /cuadro
100	100 segundos /cuadro
REDUCE AREA	13 cuadros /segundo. En este caso las dimensiones del cuadro son reducidos a la tercera parte de las dimensiones del cuadro total.

3.5.3.6 CONTROL DE SALIDA DE DATOS, MANUAL Y AUTOMÁTICO

Permite grabar algunos datos importantes de los parámetros del microscopio y de la muestra: voltaje de aceleración, número de muestra, barra micrométrica y el número correspondiente a la escala.

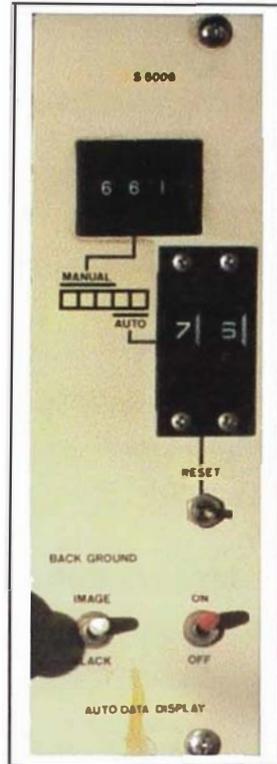


Figura N°3.24 Diagrama esquemático del panel que controla los datos de salida.

MANUAL (selector) corresponden a los tres dígitos más altos; y son elegidos manualmente por el usuario. Generalmente es usado para catalogar a la muestra.

AUTO (Contador) referidos a los dos dígitos más bajos. Aumenta de uno en uno (automáticamente) cuando las fotografías son tomadas. Utilizada generalmente para distinguir las Fotografías.

RESET (Pulsador) usado para resetear al autocontador.

DATA ERASE Ningún dato es grabado cuando este interruptor es puesto en OFF.

BACKGROUND (selector) Cuando este selector es puesto en **BLACK** los datos son grabados en un fondo negro; y cuando se selecciona **IMAGE** se graban solo los datos (sin Background).

4 OPERACIÓN DEL MEB HITACHI S-500

La operación del MEB HITACHI S-500 es relativamente sencilla. En general, Los distintos modelos de MEBs poseen los mismos controles, pero cada uno de ellos les da diferentes denominaciones a los pulsadores y Perillas que controlan las distintas componentes del microscopio.

4.1 PROCEDIMIENTO DE EVACUACIÓN

- Encender el Enfriador de agua (Chiller) y abrir la válvula del aire comprimido;
- Levantar la llave general que abastece de energía eléctrica al MEB;
- Llevar a **ON** el interruptor **EVAC ON/OFF** que se encuentra en la Unidad de Display; las bombas mecánica empiezan operar y empieza el calentamiento de la bomba difusora. Las lámparas **WATER** y **WARN UP** de la Consola Principal se encenderán;
- Presionar el Pulsador **EVAC** de la Consola Principal. De esta manera el circuito automático que controla al sistema de vacío se encargará de realizar el alto vacío a toda la columna. Esta secuencia tardará alrededor de 25 minutos.

Cuando se presiona **EVAC** la lámpara **LVAC** de la Consola Principal se encenderá, indicando que las bombas rotatorias están realizando el pre-vacío correspondiente. Después de realizar el pre-vacío (aproximadamente 0.1 Pa) y si la bomba difusora ha alcanzado su temperatura de funcionamiento (aproximadamente 20 minutos), se apagarán **LVAC** y **WARN UP**, y se encenderá **HVAC** dando pase a la última secuencia de la evacuación. El instrumento quedará listo para la operación cuando el medidor de vacío **VACUUM** registre 0 (cero).

4.2 INTERCAMBIO DE MUESTRAS

Para realizar el intercambio de muestras es necesario introducir aire a la cámara de muestras de tal manera que la presión del aire dentro de la cámara de muestras sea igual a la presión atmosférica. Para realizar esta operación sin causar daños a los componentes electrónicos e internos del MEB, se deben seguir los siguientes pasos:

- Asegurarse que el pulsador **OFF** (color Rojo), de la alta tensión, en el panel de control, se encuentre encendido. Los pulsadores **ON**, **PM** y **POST** de la alta tensión deberán estar apagados y el medidor **EMISSION CURRENT** deberá registrar $0\mu A$;
- Asegurarse que la perilla de inclinación **T** del goniómetro, marque 0° ; y también que la perilla **Z** del goniómetro sea mayor que 15 mm;
- Presionar el pulsador **S.C. AIR** de la Consola Principal. La lámpara **AIR** se encenderá indicando que la válvula de entrada de aire se ha abierto. El medidor de vacío en estas condiciones aumentará hasta 100;
- Después de 30 segundos, cuando la cámara de muestras haya alcanzado la presión atmosférica, retirar hacia fuera el goniómetro;
- Retire la muestra usando guantes de seda (o cualquiera que no deje pelusa u otra partícula) teniendo cuidado de no dejar residuos de grasa (orgánicas) sobre los accesorios que van expuestos al alto vacío;
- Introducir la nueva muestra teniendo en cuenta la respectiva distancia de trabajo que se va usar (ver la tabla N°3.4);
- Cerrar la cámara de muestras; presionando el goniómetro hacia adentro y oprimir **EVAC** en la Consola Principal;

Cuando se presiona **EVAC** la lámpara **LVAC** de la Consola Principal se encenderá indicando que las bombas rotatorias están realizando el pre-vacío correspondiente. Después de realizar el pre-vacío (3 minutos), **LVAC** se apagará y se encenderá **HVAC**, dando pase a la última secuencia de la evacuación. El instrumento quedará listo para la observación cuando el medidor de vacío **VACUUM** registre $0\mu A$ (2 minutos más).

4.3 ALINEAMIENTO DEL SISTEMA DE ILUMINACION DEL MEB

Para llevar a cabo este proceso exitosamente es recomendable usar una muestra metálica que presente detalles tanto a 5000X como a bajas magnificaciones, 100X, 500X y 1000X (como el TiAlN); y antes de llevar a cabo el alineamiento debe asegurarse que los siguientes controles deben estar en las siguientes posiciones:

1. introducir la muestra (adecuadamente fijada) a la cámara de muestras y asegurarse que la distancia de trabajo sea de 10 mm. realice el vacío respectivo (presión **EVAC**)
2. En la Consola Principal, el medidor de vacío **VACUM**, debe registrar $0\mu A$, y la lámpara **HVAC** debe estar encendida;
3. En el panel de control, el Interruptor **DISPLAY ON/OFF** se encuentre en la posición ON;
4. El pulsador **OFF** (de color verde), debe encontrarse encendido;
5. La perilla **VOLTAJE ACC** debe encontrarse en cero (0 kV);
6. Las perillas **ALIGNMENT X, Y** en sus posiciones medias;
7. La perilla **FILAMENT**, debe encontrarse completamente en sentido antihorario (en su posición mínima);
8. La perilla **BIAS**, debe encontrarse completamente en sentido antihorario (en su posición mínima);
9. El pulsador **POLARITY** en su posición normal (hacia fuera);
10. Ajustar las perillas **BRIGHTNESS** y **CONTRAST** hasta que los medidores **BRIGHTNESS** y **CONTRAST** estén a la mitad de su recorrido (banda verde);
11. La perilla **COND LEND** debe encontrarse entre 400 y 500;
12. La perilla **WORKING DISTANCE** debe coincidir con la distancia de trabajo elegida;
13. Las perillas **MAGNIFICATION** deben encontrarse completamente en sentido antihorario (en sus posiciones mínimas);
14. **EI PORTA-ABERTURA** debe encontrarse en la posición 1 (diámetro: $400\ \mu m$);
15. El pulsador **NORMAL**, de los Switches **MODE**, debe estar oprimido;
16. Poner los selectores del **SIGNAL SELECTOR** a la posición **ES**;
17. Los pulsadores **PHOTO START** y **PHOTO STANDBY** deben estar apagados;

Una vez asegurada estas condiciones debe de seguirse secuencialmente los siguientes pasos:

4.3.1 SATURACIÓN DEL FILAMENTO

- Presionar el pulsador **ON** (color rojo), de la alta tensión;
- Presionar el pulsador **PM**, de la alta tensión;
- Presionar el pulsador **POST**, de alta tensión;
- Llevar el selector **ACC VOLTAJE KV** a 20 kV. Este debe de hacerse paso a paso dejando un lapso de 5 segundos entre cada paso;
- Rotar suavemente la perilla **FILAMENT** hasta que el medidor **EMISSION CURRENT** alcance la banda verde, en estas condiciones una imagen en la pantalla debe de obtenerse;
- Rotar suavemente las perillas **ALIGNMENT X,Y**, hasta que el brillo en la pantalla del TRC alcance un valor máximo;
- Rotar suavemente la perilla **BIAS** (Brillo del cañón) hasta el valor deseado;
- Aumentar ligeramente la perilla **FILAMENT** hasta que el medidor **EMISSION CURRENT** alcance un valor máximo (saturación). Si este valor máximo sobrepasa, ligeramente, la banda verde debe aumentarse la perilla **BIAS**; de lo contrario debe disminuirse;
- Si en el paso anterior, se nota que el brillo de la imagen decae, cuando se alcanza la máxima deflexión del medidor **EMISSION CURRENT**; rotar nuevamente las perillas **ALIGNMENT X,Y** hasta que la imagen sea lo mas brillante posible;
- Para asegurarse que el filamento está saturado se debe de seguir aumentando, ligeramente la perilla **FILAMENT** y no debe aumentar el brillo en la imagen ni aumentar el valor de la corriente en el medidor **EMISSION CURRENT**;
- Para asegurarse que el cañón de electrones se encuentre completamente alineado se debe aumentar ligeramente la perilla **FILAMENT** y no debe disminuir el brillo de la imagen; y si esto ocurre, mover nuevamente las perillas **ALIGNMENT X,Y** hasta alcanzar nuevamente el brillo máximo;

En estas condiciones se dice que el filamento se encuentra saturado y el cañón de electrones alineado. Este procedimiento debe de realizarse diariamente y cada vez que se requiera usar distintos voltajes de aceleración y en especial cuando se intercambie el filamento.

4.3.2 ALINEAMIENTO DE LA COLUMNA

Los siguientes pasos generalmente no se realizan a menos que el tubo de línea del MEB haya sido desmontado completamente, ya sea para el reemplazo de alguno de sus partes o para la limpieza respectiva.

Tornillos de alineamiento axial del cañón de electrones (Figura N°3.14)

Estos tornillos son usados cuando no se consigue el brillo máximo en el centro de la pantalla usando las perillas **ALIGNMENT X, Y** en la etapa de saturación; o cuando se consigue esto, pero con las perillas **ALIGNMENT X, Y** completamente deflectadas. Para corregir esto debe de moverse los tornillos de alineamiento axial (pares opuestos) conjuntamente con la perillas **ALIGNMENT X, Y** hasta que el brillo máximo se encuentre en el centro de la pantalla y las perillas **ALIGNMENT X, Y** se encuentren en su posición central.

Tornillos de alineamiento axial de las lentes condensadoras (Figura N°3.14)

Solo en el caso que lo anterior no se logre; o cuando se logre pero con los tornillos de alineamiento axial del cañón de electrones completamente deflectadas; en estos casos deben moverse estos tornillos (pares opuestos) hasta que el brillo máximo se encuentre en el centro de la pantalla y hasta que los tornillos de alineamiento axial se encuentren en sus posiciones intermedias.

Alineamiento de la abertura final de la Lente Objetivo

Elegir la abertura a utilizarse. En un aumento de 100X enfocar la imagen. Sobre enfocar y desenfocar la imagen; en este proceso la imagen en el pantalla rotará. Ubicar el centro de rotación de la imagen, una vez encontrado el centro de rotación mover los controles **X, Y** del controlador de abertura tipo cacerina, hasta

- Enfocar la imagen usando la perilla **FOCUS COARSE** del panel de Control;
- Elegir y centrar la abertura final, con que se desea trabajar (Según la Tabla N°3.2);
- Seleccionar el valor de la perilla **COND LEND** teniendo en cuenta la resolución que se desea obtener (Ver Tabla N°3.6). En este paso debe ajustarse el **BRIGHTNESS** y **CONTRAST** de tal manera que el medidor **BRIGHTNESS** y **CONTRAST** se encuentren siempre en la banda verde;
- Enfoque nuevamente la imagen usando **FOCUS COARSE**;
- Aumente la magnificación, hasta la magnificación deseada;
- Enfoque nuevamente la imagen usando **FOCUS COARSE**;
- Presione **REDUCE AREA** de los pulsadores **SCANNING SPEED** y aumente la magnificación, aproximadamente, 4 veces mas de la magnificación deseada;
- Realice el enfoque fino usando **FOCUS FINE**;
- Realice, si es necesario, la corrección del astigmatismo (ver mas adelante, sección 4.1.5) usando las perillas **STIGMATOR X,Y**;
- Presione nuevamente **RAPID** y retorne nuevamente a la magnificación deseada;
- Observe la imagen y elija, si es necesario, el valor **GAMMA** adecuado;

En estas condiciones el equipo se encuentra listo para la toma de fotografía.

4.5 CORRECCIÓN DEL ASTIGMATISMO

Cuando la imagen se muestra astigmática se pierde grandemente el poder de resolución que el microscopio puede alcanzar. En esta parte damos a conocer el proceso a seguir para corregir el astigmatismo en cualquier tipo de muestra.

- Elija una zona de la muestra que presente pequeños detalles;
- Consiga una imagen a gran magnificación (recomendable mayor a 5000X),
- Presione **REDUCE AREA** y enfoque la imagen usando **FOCUS COARSE** y **FOCUS FINE** si la imagen está astigmática no se podrá resolver la imagen

desplazar el centro de rotación hacia aproximadamente el centro de la pantalla. Para asegurar el alineamiento fino realice lo mismo con magnificaciones mas altas 500X, 1000X y 5000X.

En estas condiciones el MEB se encuentra alineado y esta lista para la observación.

4.3.3 CALIBRACIÓN DE LA BARRA MICROMÉTRICA

Cuando se requiere conocer las dimensiones exactas de algún detalle de la muestra es necesario calibrar la barra micrométrica usando una rejilla calibre^[23] cuyas dimensiones sean conocidas y certificadas por el fabricante. Para este proceso se debe de realizar los siguientes pasos:

- Elegir la distancia de trabajo usando la perilla **Z** del goniómetro y según esto seleccionar la posición correspondiente de la perilla **WORKING DISTANCE** del panel de control;
- Obtener la imagen y observar si la barra micrométrica coincide con las dimensiones del calibre. Si no coinciden debe de moverse levemente el control **Z** del goniómetro hasta que las dimensiones coincidan; de lo contrario se debe obtener la equivalencia respectiva entre la barra micrométrica y el valor real del calibre.

Es importante que la muestra a medirse sea dispuesta de la misma manera (misma distancia de trabajo y mismo ángulo de inclinación) que la muestra patrón; de lo contrario se producirán errores en la medida.

4.4 OBSERVACIÓN EN EL MEB

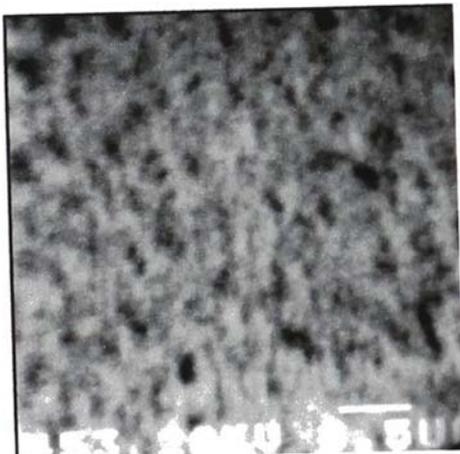
Para asegurar una imagen con la resolución deseada, libre de astigmatismo, y con el brillo y contraste adecuado se recomienda seguir los siguientes pasos:

- Prepare la muestra según lo expuesto mas adelante (Capítulo N°4.) fíjelo y móntelo en la cámara de muestras eligiendo la distancia de trabajo adecuada según la Tabla N°3.4. Presione **EVAC** y espere hasta completar el alto vacío.
- Seleccionar el selector **WORKING DISTANCE** de tal manera que coincida con la distancia de trabajo elegida;
- Elegir el voltaje de aceleración, **ACC VOLTAGE (kV)**, deseado según la Tabla N°3.5 y sature el filamento.

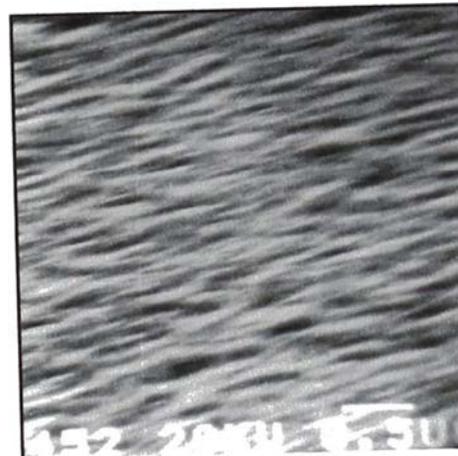
claramente. En la micrografía N°1 se muestra la imagen de TiAlN, en foco, pero esta presenta astigmatismo;

- Para reconocer que la falta de resolución de la imagen obtenida es debido al astigmatismo, y no a la falta de limpieza o desalineamiento de algunos de las componentes de la columna del MEB; se realiza alternadamente, con la perilla **FOCUS FINE**, sobre-enfoques (perilla rotada ligeramente en sentido Horario) y bajo-enfoques (perilla rotada ligeramente en sentido antihorario); en ambos casos las imágenes apuntarán 90° de una imagen a otra (Ver micrografías N°2 y N°3).
- Para corregir el astigmatismo se debe de poner la imagen en foco, y mover cada astigmador (uno a la vez) hasta que la imagen se muestre mas claro, en cada momento se debe de ir enfocando la imagen usando **FOCUS FINE**;

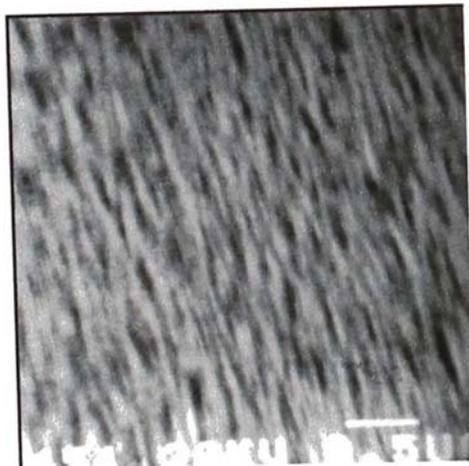
La imagen no presentará astigmatismo si al sobre enfocar y bajo enfocar no presente el efecto antes descrito (rotación de la imagen en 90° una respecto a la otra).



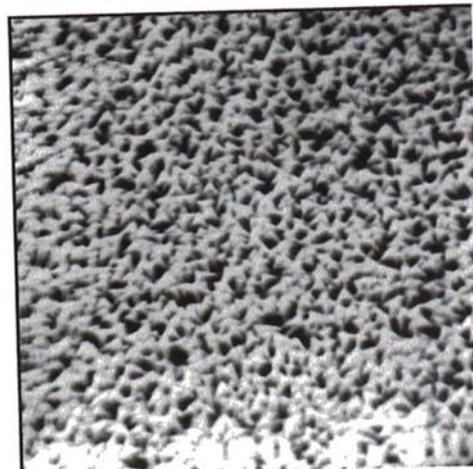
Micrografía N°1 enfocado correctamente, imagen con astigmatismo.



Micrografía N°2 sobre enfocada con astigmatismo.



Micrografía N°3 Bajo enfocada con astigmatismo.



Micrografía N°4 Enfocado correctamente sin astigmatismo.

4.6 TOMA DE FOTOGRAFIA

Para realizar exitosamente la toma de fotografía debe de tenerse en cuenta lo siguiente

- Asegúrese que la cámara fotográfica se encuentre cargada con película blanco y negro ASA 400 y que el obturador del sistema fotográfico se encuentre en la posición 16 (el tamaño del obturador dependerá del tipo de película a usarse);
- Elija los números manuales en el **AUTO DATA DISPLAY**, de la Unidad de Control, de tal manera que la muestra quede catalogada. Presione **RESET** (si es necesario);
- Observe en la pantalla del TRC que la muestra se encuentre enfocada y libre de astigmatismo. Si se va a superponer en la foto el análisis Lineal, fije la posición de esta usando los controles **POSITIONING Y**;
- Poner el selector **PHOTO SPEED** a la posición 1 (50 s/cuadro);
- Observe que la señal en el osciloscopio, y ajuste el brillo y el contraste de tal manera que la señal se encuentre entre 0 V y 2 V;
- Si la muestra presenta mucho ruido puede utilizarse la velocidad 2 (100 s/cuadro); asegurándose siempre que el brillo y contraste se encuentre en el rango de voltaje indicado arriba;
- Presione el pulsador **STAND BY** (esta se encenderá esperando la orden para la toma de fotografía);
- Presione el disparador de la cámara fotográfica;
- Presione el pulsador **PHOTO** (esta se encenderá indicando que la toma de fotografía está en proceso);
- Una vez completado el barrido se apagará el pulsador **PHOTO**;
- Si se desea superponer una línea sobre la fotografía, cambie el modo **NORMAL** al **MODE LINE** y presione nuevamente **PHOTO**. De lo contrario el proceso habrá terminado y puede pasarse al próximo paso;

- Si se desea superponer el análisis lineal (deflexión en forma de onda o en el eje Y) cambie del **MODE LINE** al **MODO OBLIQUE** y presione nuevamente **PHOTO**. De lo contrario el proceso habrá terminado y puede pasarse al próximo paso;
- Una vez terminada suelte el disparador de la cámara y vuelva a presionar el pulsador **STAND BY** (está se apagará indicando que la toma de fotografía ha terminado);

De esta manera se habrá completado la toma de fotografía y el contador **AUTO** avanzará automáticamente al siguiente número.

Nota:

Durante la toma de fotografía no debe de moverse la consola principal.

Los procedimientos seguidos para el revelado de la fotografía (negativo y estampado en papel) son los mismos que el revelado de una fotografía convencional en blanco y negro.

4.7 PREPARACION DE LAS MUESTRAS PARA LA OBSERVACIÓN EN EL MEB

Una de las grandes ventajas del MEB es que muchas muestras pueden ser examinadas sin ninguna preparación previa (materiales metálicos y semiconductores) solo debe de asegurarse que exista contacto eléctrico con el chasis metálico del MEB (conexión a tierra); y que no exista materiales orgánicos (grasa) sobre la superficie de la muestra. Para materiales no conductores, debe de aplicarse una fina película delgada de un material conductor o semiconductor para evitar los efectos de carga y daños térmicos.

Además, debe de asegurarse que la muestra sea lo suficientemente pequeña (aproximadamente $\leq 5\text{cm} \times 5\text{cm} \times 5\text{cm}$) de tal manera que pueda desplazarse libremente en la cámara de muestras.

El MEB se caracteriza por que al incidir el haz electrónico genera distintas señales, donde cada una de ellas trae distinta información de la muestra. Pero muchas veces algunas de estas señales quedan apantalladas por el mal estado de la superficie o por el daño que causa el haz al incidir sobre la muestra. Es por esto, que la muestra debe ser preparada y analizada según el análisis a realizarse.

En el proceso de preparación, deben elegirse los materiales y reactivos adecuados, de tal manera que no alteren las propiedades de la muestra que se desea observar. Por ejemplo, si deseáramos observar la microestructura del acero (constituido por ferrita y cementita^[26,27]) es recomendable pulir la muestra y realizar el ataque químico con una solución de alcohol y ácido nítrico al 10% (Nital). Además, debe de elegirse el voltaje de aceleración, la corriente de rayo y el detector adecuado para obtener la información que se desea (imagen). Todas estas variables deben de tomarse en cuenta en la interpretación de las imágenes obtenidas. Por ejemplo si deseamos ver pequeños residuos de cementita es recomendable utilizar voltajes de 20 KV a 30 KV con una corriente de haz moderada (perilla de la condensadora entre 5 y 6) y recolectar la señal con el detector Everhart-Thornley (centellador encendido); de esta manera se verán los pequeños remanentes de cementitas sobresaliendo sobre la superficie;

En el presente capítulo describiremos los pasos a seguirse para la clasificación, el preparado y el ensayo por MEB de distintos tipos de muestras.

RECEPCIÓN DE LA MUESTRA

Al ser recibida la muestra debe de preguntarse el tipo de análisis que se desea hacer.

Según lo anterior debe de averiguarse todo lo referente a la muestra. Por ejemplo: si es conductora, contiene agua, se oxida fácilmente, los reactivos para el ataque, etc.

La preparación de las muestras y la elección de los parámetros del MEB para el análisis dependen de dos factores: el tipo de muestra y el análisis a realizarse. Los materiales que generalmente son analizados por MEB pueden ser clasificados en materiales metálicos, semiconductores y no metálicos.

4.7.1 MATERIALES METÁLICOS Y SEMICONDUCTORES

En este tipo de muestras es posible observar la topografía de la superficie (debido tal vez a una fractura), la microestructura que presenta dicha muestra y en ambos casos podría realizarse microanálisis de rayos X.

4.7.1.1 OBSERVACIÓN TOPOGRÁFICA

Para la observación topográfica es necesario que la superficie de la muestra se encuentre libre de cualquier tipo de impurezas como grasas o partículas de polvo.

- Para Desengrasar la muestra debe utilizarse baños ultrasónicos con solventes como acetona alcohol o tolueno; teniendo cuidado de que estos no alteren la superficie (reacciones químicas, contaminaciones). Dejar secar la muestra, a una temperatura adecuada (entre 30 °C y 40 °C), en un lugar limpio y seco.
- Fijar la muestra al portamuestra utilizando pintura conductiva (plata) o con cinta adhesiva conductora, estables al alto vacío,. Debe de utilizarse la mínima cantidad de estos fijadores. Dejar secar la muestra, en un horno a una temperatura adecuada (entre 30 °C y 40 °C) hasta que este se encuentre completamente adherido al portamuestras.
- Si la muestra contiene inclusiones no metálicas, debe de recubrirse con una fina capa (de 10 nm a 20 nm) delgada de oro o de grafito (Grafito si se desea realizar microanálisis); para realizar el recubrimiento por oro debe utilizarse un cobertor por Sputtering (sputter coating), mientras que el recubrimiento con grafito se realizan generalmente con evaporadores al vacío (Carbon coating)
- Si en el proceso de hacer vacío, en la cámara de muestras del cobertor (o en el MEB), esta toma demasiado tiempo (lo normal es de 1 a 3 minutos según las dimensiones de la muestra), sacar la muestra, y debe de proseguirse con el secado.
- Para asegurarse que la muestra se encuentre libre de impurezas (partículas de polvo que se depositan sobre la superficie) debe de dirigirse un chorro de gas Freón.

En estas condiciones la muestra se encuentra lista para la observación por MEB.

4.7.1.2 OBSERVACIÓN DE LA MICROESTRUCTURA

Si la microestructura (distribución de fases en la muestra) no se puede observar directamente es necesario pulir la muestra y realizar el ataque químico correspondiente (similar a la preparación que se realiza para un examen metalográfico con microscopía óptica de luz).

- Debe de realizarse baños ultrasónicos con solventes adecuados para retirar partículas extrañas que hayan quedado del proceso de pulido. Debe de tenerse en cuenta que los solventes usados no reaccionen químicamente con las fases presentes en la muestra.

- Fijar la muestra al portamuestra utilizando pintura conductiva (plata o carbón), estable al alto vacío, o con cinta adhesiva conductora. Debe de utilizarse la mínima cantidad de estos fijadores. Dejar secar la muestra, en un horno a una temperatura adecuada (30 °C a 40 °C).
- Antes de introducir la muestra al MEB, debe de dirigirse un chorro de gas Freón, para expulsar a las pequeñas partículas presentes en el medio ambiente (polvo) que pudieron depositarse superficialmente sobre la superficie.

Nota:

Si la muestra es puesto sobre un soporte como Bakelita o resina epóxica, tanto la muestra como el soporte deben ser recubiertos con Oro o grafito (si es que se desea realizar además microanálisis de rayos X)

Si desea ver las inclusiones (óxidos, sulfuros, etc.) que presenta la muestra, es recomendable observar la superficie pulida sin ningún ataque químico y recubierta con una película de carbón.

- **4.7.2 MUESTRAS NO METÁLICAS (Muestras geológicas, cerámicas, etc.)**

Debido a la naturaleza de este tipo de muestras es necesario recubrir la superficie con un material conductor (como el oro, platino o una aleación de Oro-Paladio) o semiconductor (como el grafito). La elección de usar cualquiera de estos dependerá del tipo de análisis a realizarse; si se desea (además de observar imagen) realizar microanálisis de rayos X es recomendable usar grafito. En cambio si se desea observar la topografía de la muestra con altas resoluciones es recomendable usar Oro, ya que el carbón tiende a emitir pocos electrones secundarios y por lo tanto empobrece la resolución.

Debe de tenerse en cuenta que en el proceso de deposición de Oro, este tiende a aglomerarse formando pequeñas partículas que pueden confundirse con los verdaderos detalles que presenta la muestra, para llegar a la película continua es necesario cubrir más la sustancia, formándose una película gruesa que en algunas veces ocultan los detalles que pueda presentar la muestra. Para evitar esta aglomeración se puede utilizar un Target de aleación 60:40 Oro-Paladio o Paladio puro, ya que ellos no se aglomeran y por tanto requieren menos material para asegurar una película continua^[1].

La preparación para este tipo de muestras es similar a la de muestras metálicas solo que al final se debe de proceder a recubrir la muestra para evitar posibles daños térmicos (Los daños térmicos se manifiestan como: descomposición o sublimación, deformación, contracción y destrucción de la muestra)^[1].

En muestras poliméricas y biológicas* (contienen en su interior agua u otro líquido) además de la metalización, es recomendable usar bajos potenciales de aceleración (menores a 5 KV) y bajas corrientes de haz (perilla de la lente condensadora mayor a 5), ya que estos materiales son más sensibles al daño térmico.

Por otro lado, para realizar Microanálisis de rayos X, se debe realizar lo siguiente:

- Los potenciales de aceleración deben ser lo suficiente como para producir rayos X (ya sea $K\alpha$ o $L\alpha$); generalmente 20 KV a 30 KV abarcan la mayor cantidad de elementos (ver Tabla N°3.5);
- La corriente del haz debe ser intermedia para EDS y alta para WDS (Tabla N°3.6).
- Se debe de tener en cuenta la configuración de la muestra (abertura usada, distancia de trabajo, excitación de la lente condensadora, potencial de aceleración e inclinación de la muestra) para realizar los análisis semicuantitativos y cuantitativos respectivos. Debe de tratarse en todo momento que la muestra sea completamente plana.
- Para el análisis debe de primero fijarse las condiciones en que se va a ser el análisis, para luego obtener una imagen completamente enfocada a estas condiciones; al final debe de dirigirse el haz hacia la fase que se desee analizar; es posible también realizar un análisis químico de toda la superficie de la muestra (análisis total) en este caso es recomendable que el haz barra toda el área a analizarse (varias veces) mientras se toma los datos. El tiempo de adquisición de datos debe ser suficiente como para poder distinguir los picos respectivos con el background correspondiente.
- Es recomendable usar grafito, si es necesario, para recubrir la muestra (si es no metálica), y nunca usar materiales con alto número atómico como el Oro o Platino.

* Algunas muestras biológicas contienen una membrana protectora que soporta la diferencia de presiones entre el líquido que se encuentra contenido en la muestra y la cámara de muestras (10^{-4} Pa). en otros casos se debe de realizar una preparación especial^[1].

Para realizar cálculos cuantitativos, tanto la muestra como los estándares deben ser preparados y analizados de la misma manera (voltajes de aceleración, corriente de sonda que golpea a la muestra, distancia de trabajo, ángulo de despegue y tiempo de análisis).

5 APLICACIONES

5.1 ANÁLISIS POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DEL ESPESOR DE ETIQUETAS HOLOGRÁFICAS

El presente trabajo consiste en medir los espesores de las laminas que conforman la etiqueta holográfica (esticker holográfico) de dos muestras usadas para distintos fines.

La etiqueta holográfica consta de dos materiales (láminas).

1. Holograma metálico.

2. Plástico protector

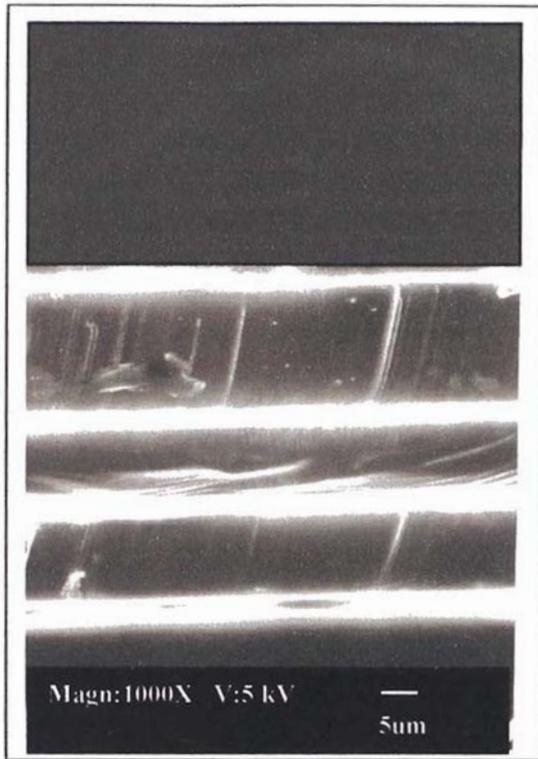
El plástico protector es totalmente transparente y viene adherido al holograma metálico, protegiéndole así, contra el desgaste que ocasionaría la manipulación y su exposición constante al medio ambiente.

Para realizar las medidas fue necesario cortar el esticker transversalmente, teniendo cuidado de no deformar a la muestra y especialmente al plástico, ya que ésta se deforma mas fácilmente (deformación plástica).

Las muestras fueron metalizadas usando primero oro y después grafito. La primera para hacer que la muestra permanezca estable y no sufra daños térmicos (*quemadura*) por el efecto del calor producido por el bombardeo electrónico; y la segunda para evitar la excesiva emisión de electrones secundarios en los bordes y en las paredes laterales de la muestra ya que esto opacaría las verdaderas dimensiones de la muestra.

Cada fotografía muestra tres capas:

1. Lamina soporte (no forma parte del esticker. Solo para fines de manipulación).
2. .Holograma metálico.
3. Plástico protector.

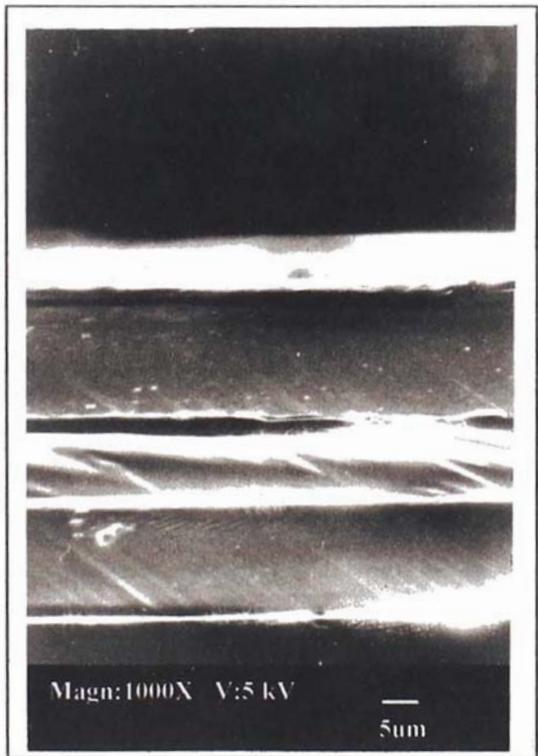


Micrografía N°1: Sección transversal del holograma N°1.

Lámina Soporte : 19 μm

Holograma metálico : 12 μm

Plástico protector : 14 μm



Micrografía N°2: Sección transversal del holograma N°2.

Lámina Soporte : 17 μm

Holograma metálico: 12 μm

Plástico protector : 15 μm

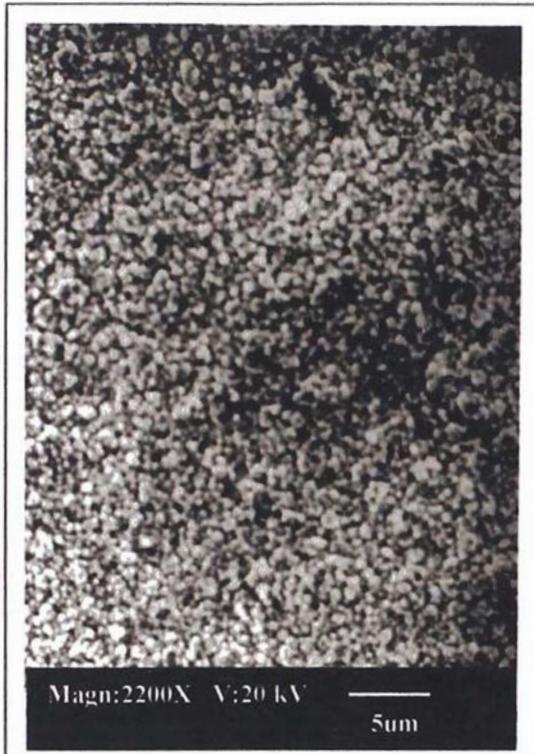
5.2 EFECTO DE LOS ADITIVOS (ABRILLANTADORES) EN UN DEPÓSITO DE NÍQUEL USANDO CELDAS GALVÁNICAS.

El recubrimiento de superficies metálicas con Níquel, utilizando tratamientos Electroquímicos^[33], tiene dos funciones específicas; como protección anticorrosiva, y para fines exclusivamente decorativos. Para la protección anticorrosiva es necesario que el recubrimiento sea relativamente grueso (para evitar posibles agujeros que conecten el material a proteger con el ambiente corrosivo). Mientras que para darle brillantez se utilizan reactivos especiales denominados abrillantadores.

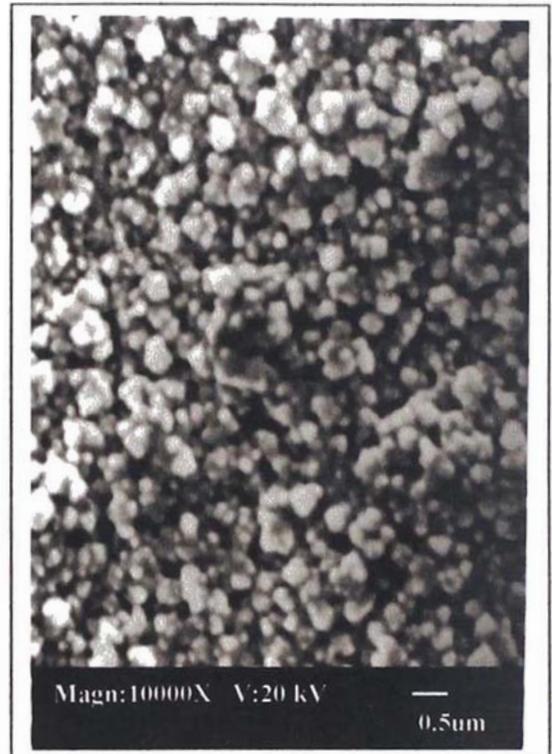
El objetivo de este análisis es comparar las rugosidades respectivas de las superficies de dos recubrimientos con Níquel; la primera empleando los aditivos y procedimientos tradicionales^[33] para un recubrimiento galvánico con Níquel, y la segunda, además de ésta, una pequeña cantidad de un aditivo denominado en el mercado como *abrillantador*.

Ambas superficies a recubrir (acero) fueron exhaustivamente pulidas y después de este proceso quedaron ambas brillantes (espejo). Los parámetros del baño en ambos casos eran los mismos; la única diferencia entre ambas es que en una de ellas la solución contenía el *abrillantador*. Al final se obtuvo que la superficie niquelada, que fue depositada con presencia del *abrillantador*, poseía una superficie mucho mas brillante.

RECUBRIMIENTO SIN ADITIVOS

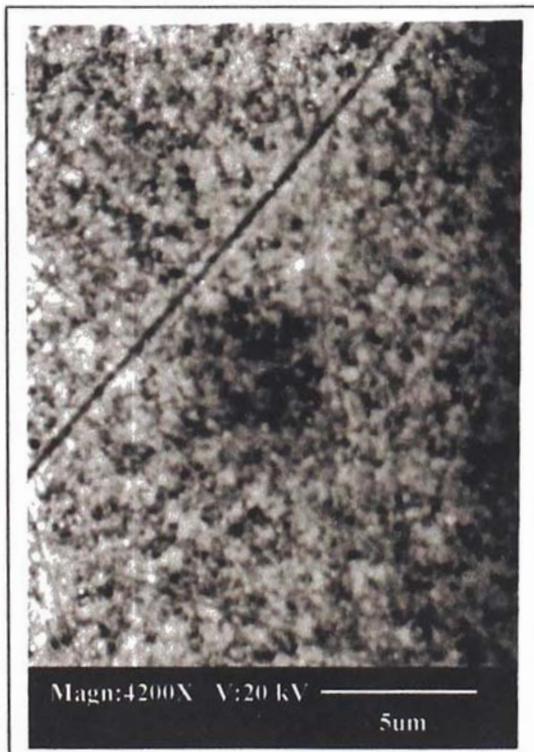


Micrografía N°1 Superficie accidentada debido a la acumulación de partículas.



Micrografía N°2 Partículas de alrededor de 500 nm.

RECUBRIMIENTO CON ADITIVOS



Micrografía N°3 Superficie conformada por pequeñas partículas. Se observan también muy pocos huecos.



Micrografía N°4 Las partículas son menores a 100 nm.

Como pueden observarse en la micrografía N°1 y N°2 las partículas depositadas en el recubrimiento mas opaco (sin aditivos) son de aproximadamente de 500 nm, y la acumulación de estas tienden a formar una superficie altamente rugosa; de esta manera cuando la luz llega a la superficie se dispersará en todas direcciones y por lo tanto tendrá una apariencia opaca^[10].

Por otro lado, las partículas que conforman la superficie mas brillante (Micrografías N°3 y N°4) son muy pequeñas (menores a 100 nm) y se encuentran densamente empaquetadas dejando pocos espacios entre ellos; de esta manera la superficie formada es, microscópicamente, libre de rugosidad.

5.3 ESTUDIO POR MEB DE LAS DISTINTAS MICROESTRUCTURAS QUE SE FORMAN EN EL ACERO A PARTIR DE TRATAMIENTOS TÉRMICOS^[27].

Las propiedades mecánicas que presentan los aceros (y en general cualquier material) dependen de la microestructura que ellas presentan^[27]. Por ejemplo, la dureza de la Perlita (Laminas paralelas de Ferrita y Cementita) es de 13 (referido a la escala de Rockwell). Sin embargo existen Perlitas mas finas las cuales son mas duras. Otra microestructura que es mas dura que la Perlita fina es la Bainita, que a diferencia de la Perlita, son agregados pequeños de Ferrita (Fe- α , estructura BCC) y Cementita (también suelen presentarse en forma de agujas de Cementita en una matriz de Ferrita). Existe otra micro estructura mas dura que la Bainita se trata de la Martensita, cuya dureza es extremadamente alta el cual hace que el material sea muy frágil para aplicaciones prácticas.

Es posible obtener a partir de un acero simple (1045) cualquiera de las estructuras antes mencionadas; esto puede verse mejor a partir del diagrama TTT (Temperatura, Tiempo y Transformación)^[27]. Aquí se observa que a temperaturas superiores a los 780° el material se encuentra totalmente en la fase Austenita (Fe- γ , estructura FCC). dependiendo de la velocidad de enfriamiento se originará una microestructura determinada (figura N°1).

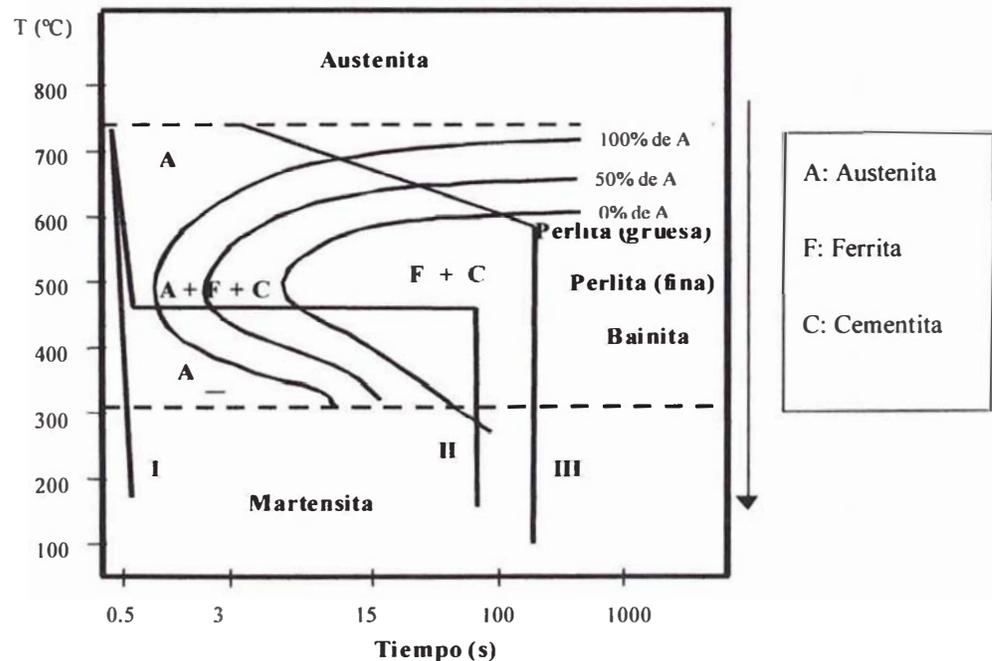


Figura N° 1 Diagrama Temperatura, Tiempo y Transformación (TTT) para el acero. El proceso III es para la obtención de Perlita gruesa; el II es para la obtención de Perlita fina (y algo de Bainita); y la I para la obtención de Martensita^[27].

FORMACIÓN DE LA PERLITA GRUESA Y LA FERRITA^[27]

La formación de la Perlita gruesa se lleva a cabo siguiendo el proceso mostrado en la figura N°2 (proceso N°III en la figura N°1); esta consiste en enfriar el acero muy lentamente hasta los 580°C. Cuando la temperatura es ligeramente menor a 780°C la Austenita se empieza a transformar en Ferrita y luego la Austenita que queda se transforma en Perlita (Ferrita mas Cementita); esta microestructura es estable y permanece aun a la temperatura ambiente. La microestructura del material obtenido pueden observarse en las micrografías N°1, N°2 y N°3 en ellas se observan que las láminas de Cementita sobresalen (son mas claras que la ferrita) por encima de la Ferrita.

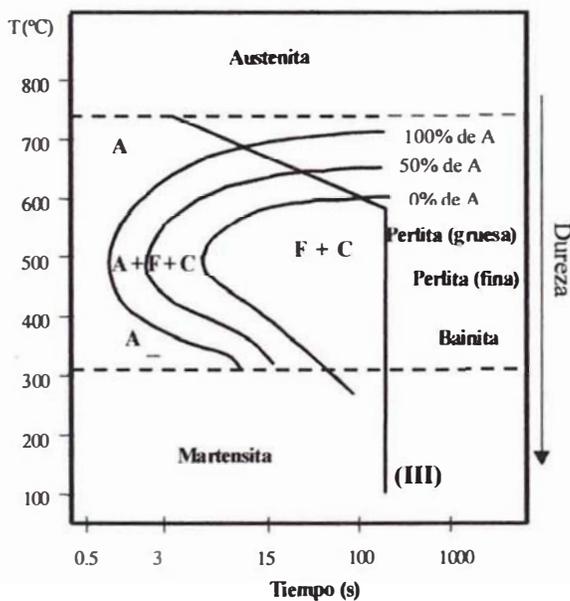


Figura N°2 Camino a seguir para la obtención de perlita gruesa y ferrita^[27].



Micrografía N°1: Microestructura de un acero 1045 enfriado lentamente (figura anterior) mostrando a la Ferrita y a la Perlita.



Micrografía N°2 Imagen de electrones secundarios (ES) , mostrando la forma lamelar de la perlita; las franjas claras son la cementita.



Micrografía N°3 Imagen de electrones Retrodispersados (ER), misma zona al anterior, Obsérvese que la información topográfica es mejor al anterior. La franjas de la cementita en la perlita se encuentra sobresalida.

FORMACIÓN DE LA PERLITA FINA Y LA FERRITA^[27]

En el caso de la formación de la Perlita fina y la Bainita, el acero es enfriado siguiendo el proceso mostrado en la figura N°3 (proceso N°II en la figura N°1); este consiste en enfriarlo rápidamente hasta la temperatura de 480°C y mantenerlo allí en un tiempo no menor a 10 minutos y luego enfriarlo hasta la temperatura ambiente. En este proceso, la Austenita se transforma en Ferrita (Empezando por bordes de grano); luego a la temperatura de 480°C la Austenita no transformada se convierte en Perlita fina y también en Bainita; estas estructuras son estables y se conservan aun a la temperatura ambiente. En las micrografías N°4 y N°5 se observan a la Ferrita bordeando a la Perlita y Bainita; asimismo en la micrografía N°6 se observan las finas laminas de Cementita en la Perlita y las pequeñas agujas y grumos de la Cementita de la estructura Bainítica.

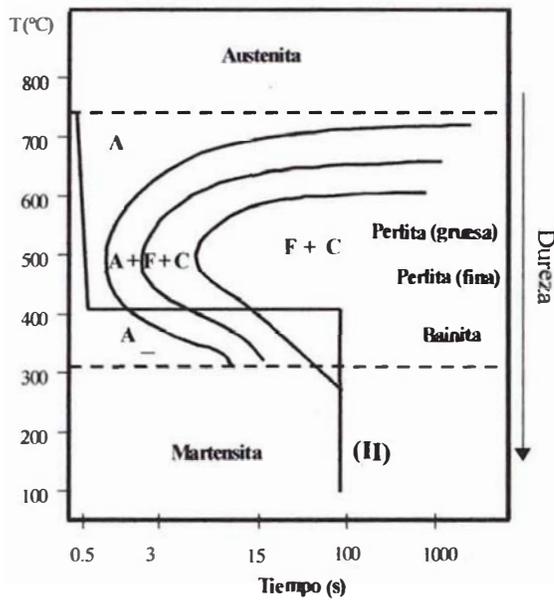
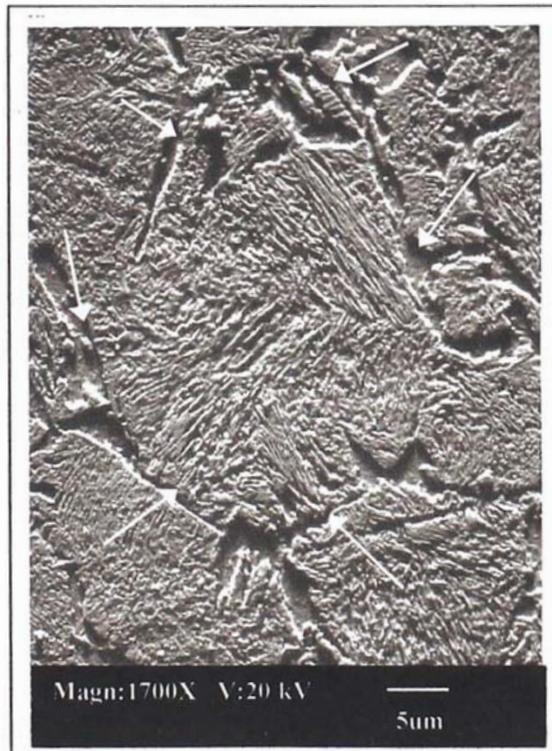


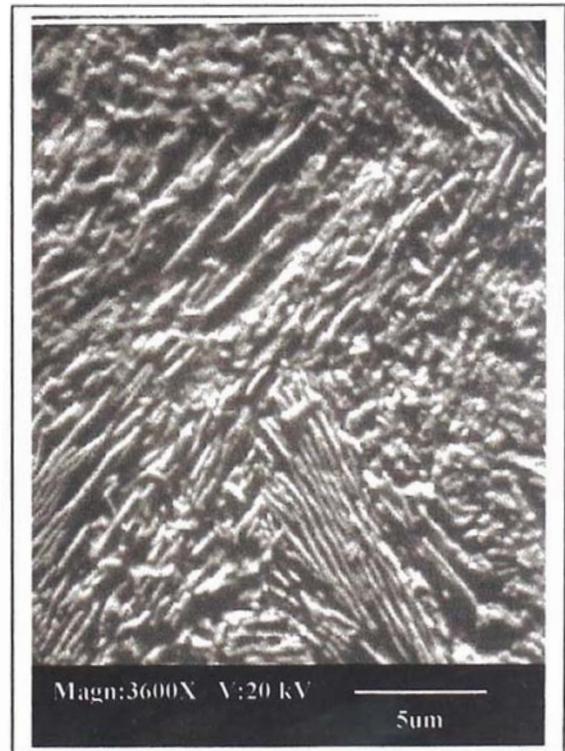
Figura N°3 Camino a seguir para la obtención de perlita fina con algo de Bainita y ferrita²⁷.



Micrografía N°4 Imagen de E.R. Microestructura de un acero 1045 enfriado como se muestra en la figura anterior; los huecos señalados por las flechas son ferritas.



Micrografía N°5 Imagen de ER; se muestra como las ferritas (flechas) rodean a la perlita; ambas en conjunto constituyen primitivamente una partícula de Austenita.



Micrografía N°6 Imagen de ER; Se muestra la Perlita fina (franjas paralelas). Las partículas agranuladas y las agujas son características de la estructura Bainítica.

FORMACIÓN DE LA MARTENSITA^[27]

Para la formación de la Martensita (estructura tetragonal centrada en el cuerpo) se sigue el proceso mostrado en la figura N°3 (proceso N°1 en la figura N°1); en esta la velocidad de enfriamiento es mucho mayor que las anteriores. Sin embargo, la Martensita es muy dura y por lo tanto quebradiza, es decir no es tenaz (no resiste al impacto fuerte). Para aumentarle la tenacidad es necesario realizar un proceso de revenido (aumentarle la temperatura a 280°C y mantenerla allí aproximadamente 1 minuto) el cual aumenta la tenacidad y la ductilidad del material. En la micrografía N°7 se muestra la microestructura característica de la Martensita y en la micrografía N°8 y N°9 se muestran los pequeños carburos producto del revenido.

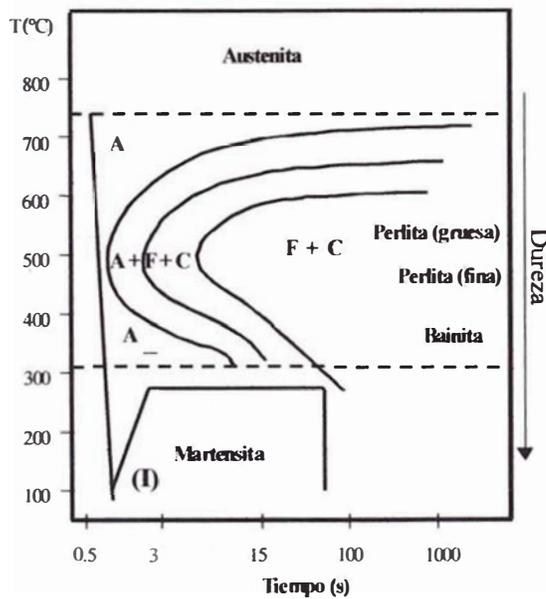
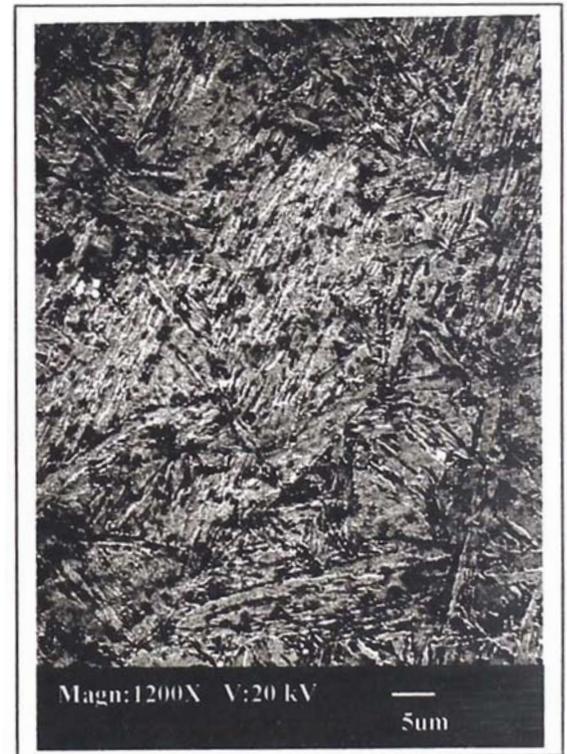


Figura N°4 Camino a seguir para la obtención de la fase Martensita^[27].



Micrografía N°7. Microestructura Característica de la Martensita.



Micrografía N°8. El material apuntando en una dirección determinada característicos de la fase martensítica.



Micrografía N°9 Pequeñas partículas en los bordes de la martensita; probablemente carburos de Hierro (producto del revenido).

5.4 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO EN LA DETECCIÓN DEL TIPO DE FRACTURAS (FRACTOGRAFÍA)^[28].

Según sus propiedades mecánicas, los materiales pueden clasificarse en materiales dúctiles y materiales frágiles. Cuando a un material dúctil se le somete a una tensión alta, ésta tiende primero a deformarse aumentando su longitud (estricción) en dirección a la tensión aplicada; si se sigue aumentando la tensión el material se fractura dejando una superficie cuya morfología es característico a dicha fractura^[26].

En los materiales frágiles casi no se presencia ningún tipo de deformación (no existe estricción), la fractura es rápida una vez que empieza y la morfología de la superficie fracturada es también característica. Existen dos tipos de fractura frágil; la transgranular (o transcristalina), debido a que las grietas pasan a través de los granos; y la intergranular donde la grieta se propaga a través de los bordes de grano. En la fractura transgranular la propagación de la grieta se debe a la sucesiva y repetida rotura de enlaces a lo largo de planos cristalográficos (descohesión); mientras que en la fractura intergranular se produce después de un proceso que debilita o fragiliza las regiones de los bordes de grano^[26].

El microscopio electrónico es el instrumento mas adecuado para el examen fractográfico debido a que tiene mayor resolución y mayor profundidad de campo que el microscopio óptico; las cuales son necesarias para revelar los detalles topográficos de la superficie fracturada.

En nuestro caso, se trabajo con tres distintos materiales en las cuales podemos observar los tres casos de fractura mas común: Fractura Dúctil y fractura Frágil (transgranular e intergranular).

FRACTURA DÚCTIL

Zona alejada del inicio de la fractura (borde de la probeta)

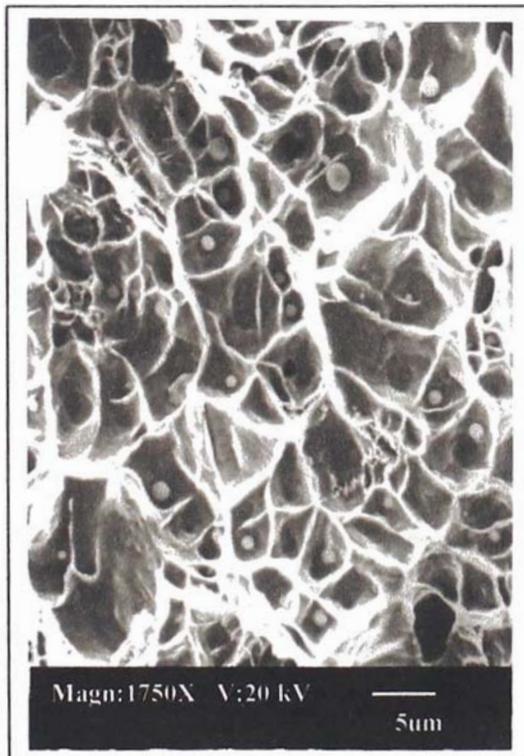


Micrografía N°1 Lóbulos elípticos cuyos bordes apuntan hacia el centro de la probeta.

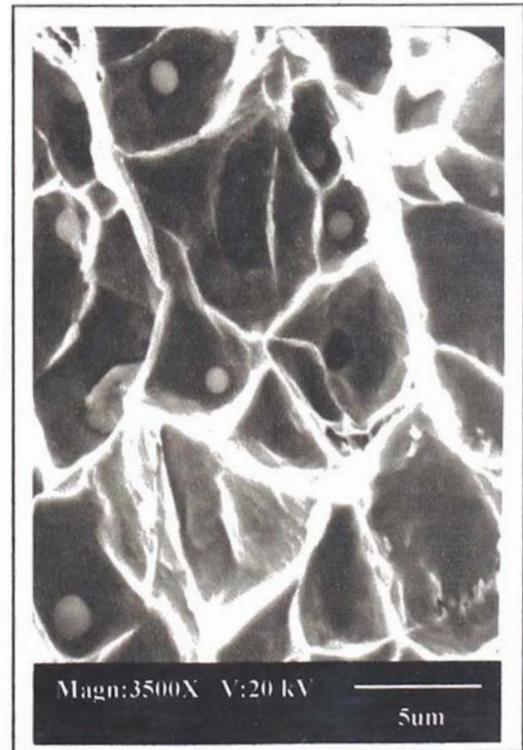


Micrografía N°2 Dentro de los lóbulos se hallan pequeñas esferas de aproximadamente 1µm.

Zona donde se inicio la fractura (aproximadamente parte central de la probeta)



Micrografía N°3 Lóbulos semicirculares, los bordes apuntan hacia afuera de la superficie del papel.



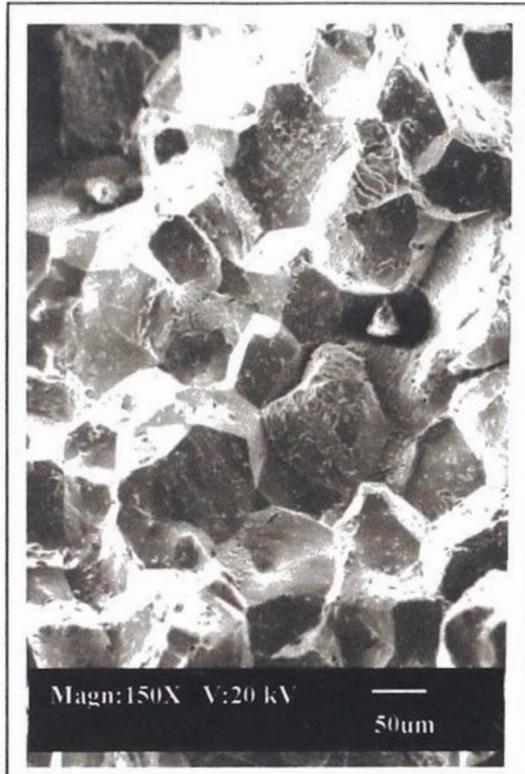
Micrografía N°4 También dentro de estos agujeros se hallan pequeñas esferas de aproximadamente 1µm.

En el primer caso (micrografía N°1 y N°2), la dirección de los lóbulos elípticos indican la dirección donde se inicio la fractura; además, en esta zona el modo de tensionamiento es por cizalladura. Por otro lado, los lóbulos circulares (micrografía N°3 y N°4), indican que en esta zona el modo de tensionamiento ha sido por tracción. En general, la presencia de estos lóbulos indican que se trata de un material dúctil. El hecho que existan estas dos zonas en la probeta y que la zona de lóbulos circulares se encuentren en el centro de la probeta y los de lóbulos elípticos rodeándolos indican que el modo de fractura de la probeta ha sido por tensionamiento y que la fractura se inicio en la zona de los lóbulos circulares^[26].

La presencia de partículas extrañas, probablemente sulfuros^[28], dentro de los lóbulos es inusual en los aceros es muy probable que la poca resistencia a la tracción de este material sea debido a estas partículas.

FRACTURAS FRÁGILES (TRÁNSGRANULAR E INTERGRANULAR)

Fractura intergranular

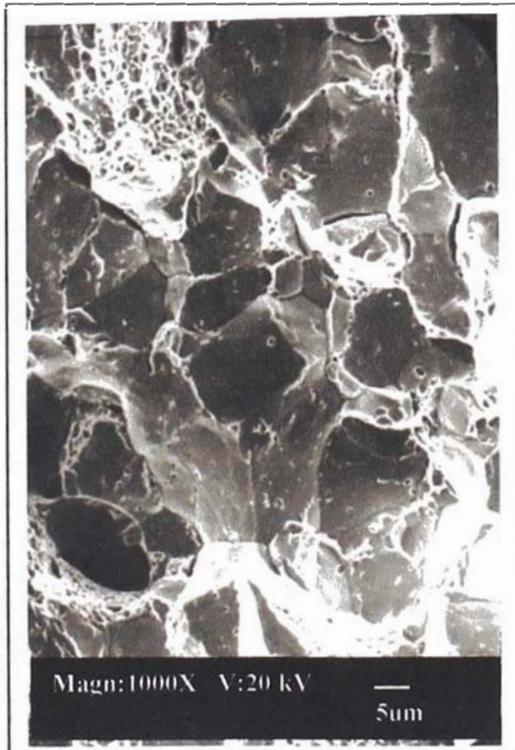


Micrografía N°5 Superficie fracturada (accidentada) característico de una fractura frágil intergranular.

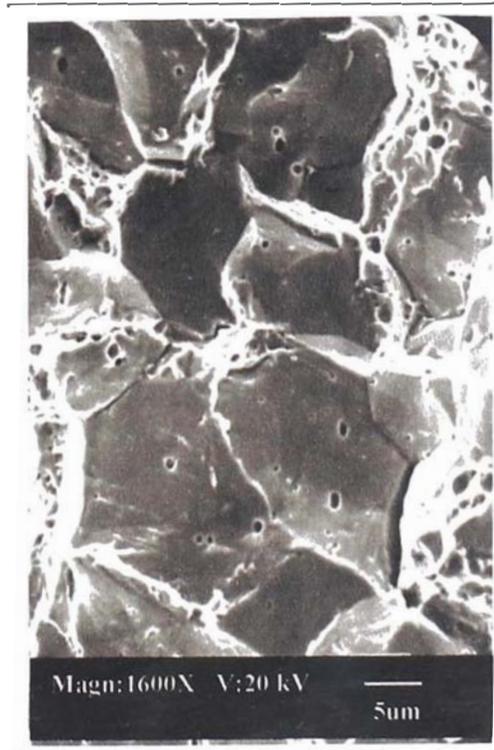


Micrografía N°6 Forma tridimensional de los granos que conforman el acero.

Fractura Tránsgranular



Micrografía N°7 Superficie fracturada (poco accidentada) característico de una fractura frágil tránsgranular.



Micrografía N°8 Textura granular y facetada entre grano y grano.

Es posible distinguir entre fracturas frágiles trággranular e ítergranular. En la ítergranular es posible observar los granos tridimensionalmente (micrografías N°5 y N°6) ya que la fractura se da por los bordes de grano, quedando los granos en su forma natural; mientras que en la fractura trággranular la rotura se da a través de los granos y por lo tanto la superficie es casi liza (micrografías N°7 y N°8). Cabe señalar que macroscópicamente ambas fracturas son muy parecidas ya que en ningún caso ocurre deformación del material.

Por lo tanto, la morfología de la superficie fracturada trae información acerca del mecanismo de fractura (Dúctil ó Frágil), así como las causas que la originaron.

5.5 TAMAÑOS Y FORMAS DE PARTÍCULAS DE POLVO ENCONTRADOS EN EL AMBIENTE DE UNA PLANTA DE CONCENTRACIÓN DE MINERALES.

La mayoría de polvos industriales están constituidos por partículas que varían ampliamente en tamaño. La cantidad de partículas mas pequeñas superan ampliamente a las mas grandes, y generalmente no pueden verse directamente (menores a 50 μm). En las plantas concentradoras de minerales, generalmente se tritura al mineral en el intento de separar la Ganga de la Mena^[32]; en este proceso se producen grandes cantidades de polvo, cuyas partículas son siempre los minerales que eran al principio; la concentración de ellas generalmente varia ya que los minerales mas duros son mas difíciles a ser pulverizados.

Algunas partículas son mas nocivas para los pulmones que otras. Por ejemplo la Sílice (SiO_2) y el Asbesto (en sus distintas presentaciones)^[25] producen la Silicosis y la Asbestosis respectivamente, dos enfermedades que provocan la Neumoconiosis, el cual impide el funcionamiento normal de los pulmones (dificultad en la respiración). Otras partículas, como por ejemplo los silicatos, no causan en general una incapacidad seria de la función pulmonar, como la producida por sílice libre o por asbestos; por tanto pueden tolerarse niveles mucho mayores de polvo de silicato. Sin embargo el cuerpo no cuenta con una defensa adecuada contra las cantidades indiscriminadas de polvo; en consecuencia, aunque para muchos polvos de minerales no han sido descritos síntomas específicos, la concentración de estos polvos deben permanecer por debajo de los valores límites^[34].

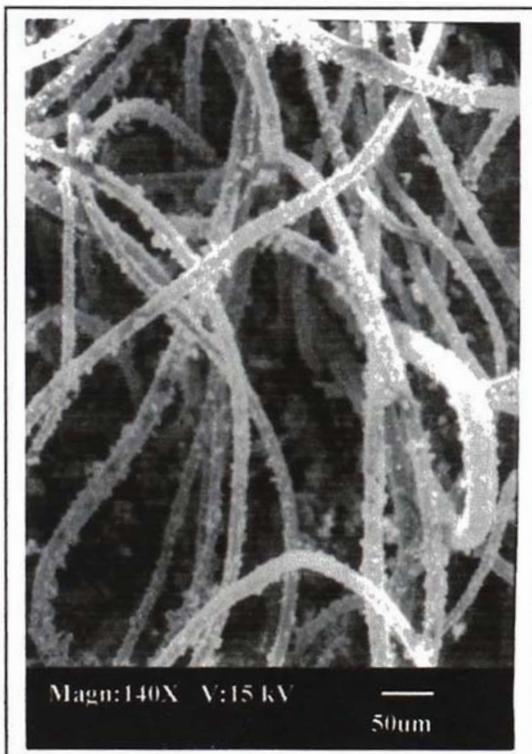
Existen dos formas en que las partículas puedan ingresar al cuerpo humano: ingiriéndolas o respirándolas. Cuando son ingeridas (con la comida o la saliva) estos pueden ser disueltos por los fluidos del cuerpo que a la larga pasan a la sangre. Los que no son disueltos son eliminados por el tracto intestinal. En cambio las partículas que son inhaladas pasan directamente a los pulmones donde algunas se acumulan (produciendo la Neumoconiosis) y otras son disueltas por los fluidos del cuerpo (pasando luego a la sangre).

No todas las partículas que están en forma de polvo ingresan a los pulmones; solo aquellas que son menores a 5 μm y algunas de hasta 10 μm pueden penetrar con facilidad hacia los pulmones; prácticamente todas las partículas mayores a 10 μm

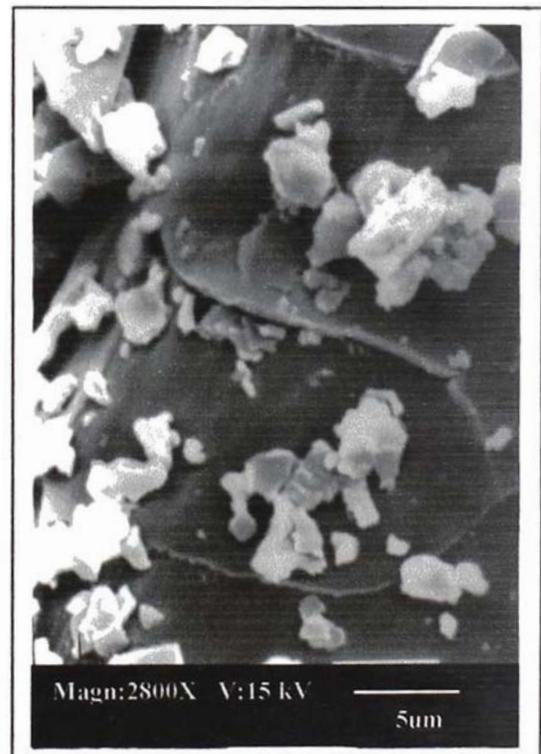
quedan atrapadas en los conductos nasales, garganta, Laringe, Traquea y Bronquios, desde donde son expectoradas o deglutidas.

Por otro lado, se ha encontrado que las partículas de Sílice que desarrollan la forma puntiaguda contribuyen al rápido avance de la silicosis; así mismo las fibras de asbestos cuyas longitudes son mayores a 5 μm colaboran al rápido avance de la asbestosis^[34].

En este contexto el Microscopio Electrónico de Barrido contribuye a la detección de estas partículas, investigar su morfología y clasificarlas de acuerdo a su tamaño. En este estudio se muestran las diferentes formas que tienen las partículas de polvo obtenidas de una planta concentradora de minerales. Las partículas se colectaron mediante un filtro de celulosa, empleando delante de el un dispositivo que selecciona el tamaño de partículas (ciclón), de tal manera de colectar solo partículas de tamaño respirable (menores a 10 μm).



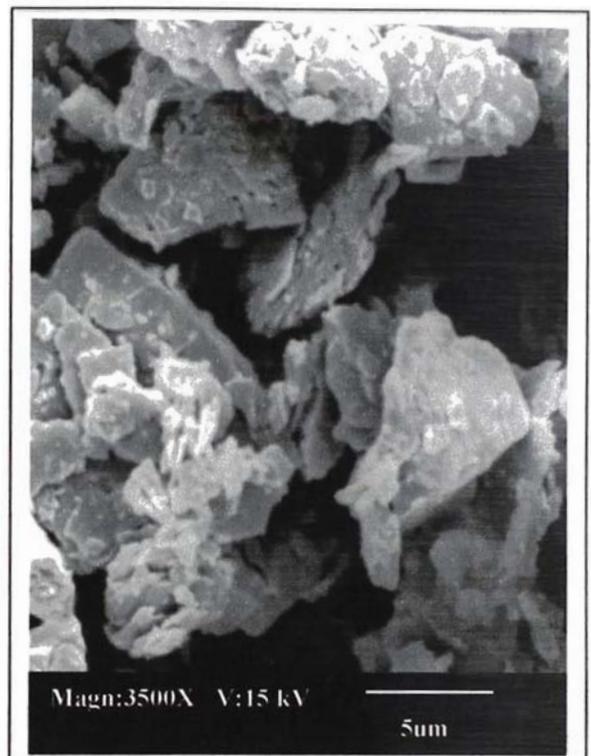
Micrografía N°1 Partículas sobre las fibras del filtro; el grosor promedio de las fibras es de 30 μm .



Micrografía N°2 Superficie escamosa de las fibras, sobre ellas se observan pequeñas partículas angulosas.



Micrografía N°3 Partículas angulosas (probablemente Cuarzo) menores a 10 um.



Micrografía N°4 Agrupación de partículas fibrosas menores a 10 um.

Las partículas mas abundantes son aquellas que son angulosas, micrografía N°3; también existen partículas sub-redondeadas y fibrosas (micrografías N°2 y N°4).

Los distintas partículas encontradas pueden clasificarse según: sus tamaños; y de esta manera encontrar los porcentajes respectivos del número de partículas; sus áreas (el cual es aproximadamente proporcional al porcentaje en peso) que ellas ocupan. Los resultados de esta clasificación se resumen en la tabla N°1. Si bien es cierto, con la práctica puede hallarse rápidamente el porcentaje en áreas de las partículas; pero el conteo de partículas es generalmente muy tedioso y se emplea mucho tiempo (es por esto que no es muy práctico realizar esto). En la actualidad se han desarrollado potentes programas (como el programa de Análisis de Imágenes SYS) que realizan todas estas tareas a partir de la obtención de la imagen (Micrografía).

Tamaños	% en áreas (peso)	% de número de partículas
10um – 5um	17	2
5um – 3um	47	8
3um – 1um	30	45
< 1um	6	45

Tabla N°1

Utilizando la técnica de EDS es posible determinar el mineral correspondiente; Esto se logra irradiando a la partícula correspondiente y obteniendo su análisis químico. Pero, debido a su pequeña tamaño (menor a 5 um) debe de tenerse en cuenta que la recolección de rayos X es incompleta^[1], por tanto, la cuantificación puede ser errónea conduciendo a una mala identificación del mineral.

5.6 HISTOLOGÍA DENTAL

El objetivo principal de este estudio es reconocer la morfología que presentan los tejidos principales que conforman al diente después de que este ha sido bombardeado por una sonda de rayos láser y posteriormente atacado con una solución acuosa de ácido fosfórico (37%).

Las partes del diente se conforman como muestra la siguiente figura:

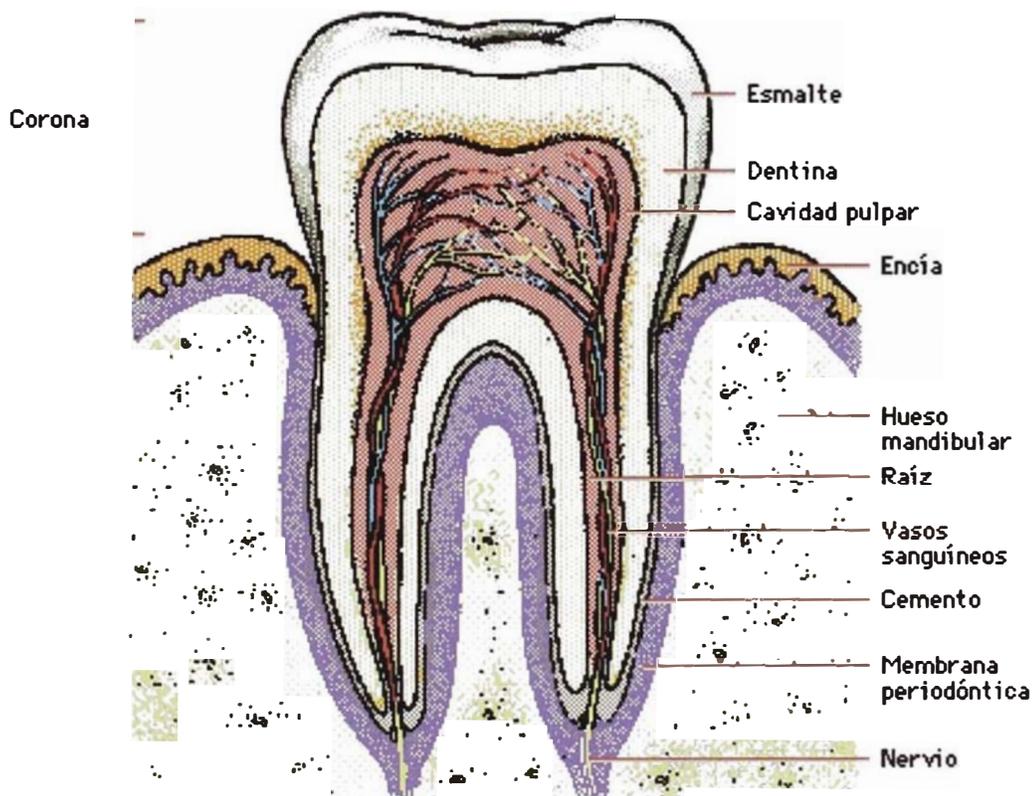


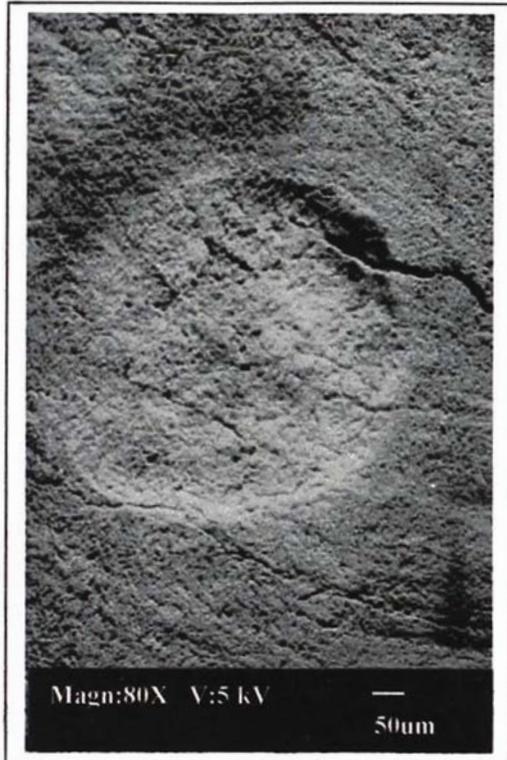
Figura Nº5.1 Diagrama esquemático de las partes de un diente^[35].

Debido a que el esmalte y la dentina son los que cubren la cavidad pulpar y lo protegen del medio ambiente presente en la boca; estos son los más propensos de ser afectados por un ataque químico-biológico, degradando estas capas y exponiendo la cavidad pulpar al medio ambiente (causando dolor). De esta manera muchos estudios se han realizado de estas partes del diente. El presente estudio muestra la morfología que presenta el esmalte y la dentina después que ambos han sido limpiados de impurezas (smear Layer) que cubren la verdadera morfología de estas^[31].

Las muestras utilizadas fueron dientes permanentes^[31]. Para observar la dentina se hizo un corte transversal (paralelo a la Encía) de tal manera que quede expuesta solo la dentina; mientras que el esmalte por estar en la superficie no fue necesario hacerle corte alguno. Ambas superficies fueron expuestas a una sonda de rayos láser (cuya potencia de salida es de 265 mW y utiliza fotones cuya longitud de onda promedio es de 468 nm); Los rayos láser van destruyendo la capa superficial y van dejando expuesta el tejido (esmalte o dentina), libre de cualquier defecto superficial que se haya generado al momento del corte. Debido a que en la superficie quedan restos de esmalte o dentina completamente destruidos, los cuales no permiten ver la morfología, es por esto que se atacó la muestra usando una solución acuosa de ácido fosfórico (37%) por 30 s. Después de todo este proceso las muestra fueron lavadas con agua destilada.

Las micrografías N° 1, 2, 3, 4 fueron tomadas de la región del esmalte, mientras que las micrografías N° 5, 6, 7, 8 pertenecen a la zona de la dentina.

ESMALTE



Micrografía N°1: Impacto del rayo láser sobre el esmalte.



Micrografía N°2: Arreglo de partículas dentro de la zona de impacto.



Micrografía N°3: Las partículas son alargadas y están orientadas.



Micrografía N°4: Las partículas tienen forma laminar y se encuentran parcialmente destruidas.

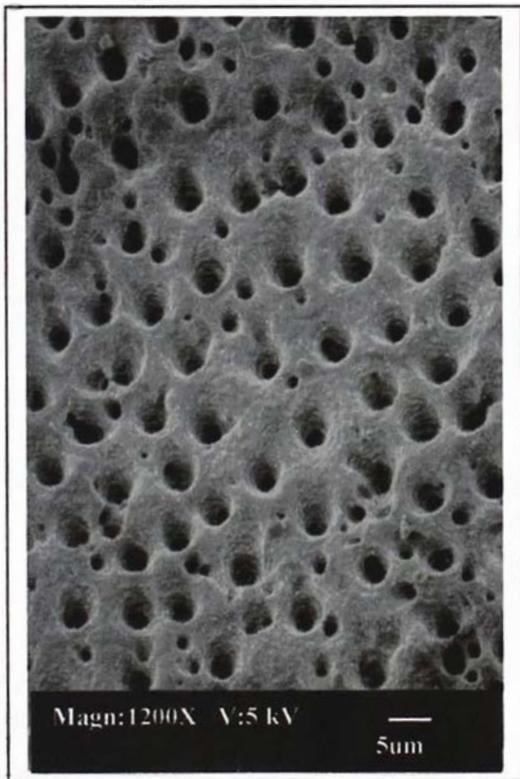
DENTINA



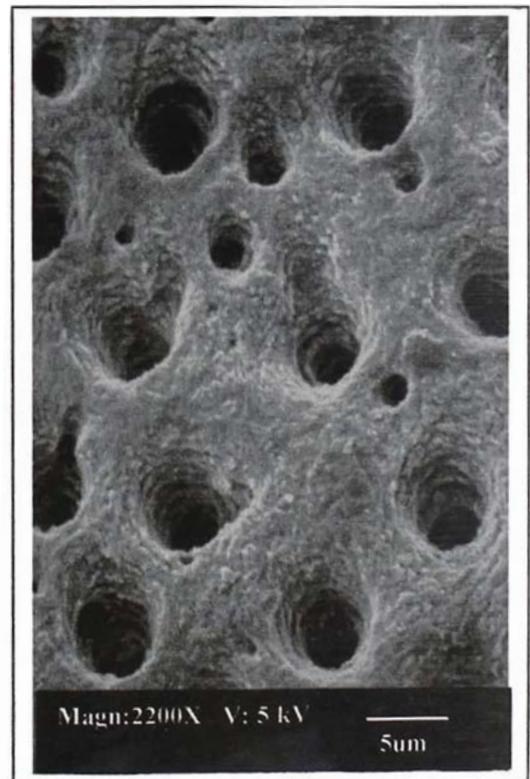
Micrografía N°5: Impacto del rayo láser sobre la dentina.



Micrografía N°6: Superficie de la dentina dentro de la zona de impacto.



Micrografía N°7: La superficie se encuentra agujereada con agujeros menores a 5 um.



Micrografía N°8: Los agujeros de la dentina son profundos; y la superficie entre los agujeros es accidentada.

A pesar que ambas zonas fueron bombardeadas por el mismo láser y el mismo tiempo, el diámetro de la marca dejada en la dentina es mayor que en el esmalte.

Las partículas que conforman al esmalte tienen la forma de túbulos alargados los cuales presentan una superficie accidentada; estos túbulos se encuentran uniformemente distribuidas en toda la zona del esmalte.

La superficie de la dentina está completamente agujereada. El diámetro promedio de los agujeros es de aproximadamente 5 μm . En la superficie ubicada entre los agujeros, da la apariencia que se han depositado pequeñas partículas (menores a 1 μm) dando la apariencia que se tratara de una superficie rugosa.

5.7 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO APLICADA A LA RESTAURACIÓN ODONTOLÓGICA^[22]

La adhesión de materiales artificiales a estructuras dentales es un área de amplio interés para la Operatoria Dental, pues en las restauraciones dentales las discrepancias o hendiduras en la interfase Diente-Restauración es un elemento crítico en el éxito de las restauraciones; ya que éstas pueden causar eventualmente el fracaso de la restauración.

Para tratar de evitar la producción de estas discrepancias se recurre a innovadoras técnicas restauradoras. La técnica mixta y la técnica mixta alternativa.

La Técnica mixta consiste en utilizar resinas autopolimerizables y fotopolimerizables (resinas de consistencia genérica o convencional), Mientras que en la técnica mixta alternativa se usan resinas de consistencia modificada: resinas fotopolimerizables fluidas y condensables^[31].

El objetivo de este estudio fue evaluar mediante Microscopía Electrónica de Barrido, la adherencia de la interfase Diente-Resina con la utilización de dos técnicas restauradoras: la Técnica Mixta y la Técnica Mixta Alternativa.

En el presente estudio se emplearon 8 dientes premolares humanos extraídos libres de caries, se realizaron cavidades estándar en la superficie vestibular de 3 mm de diámetro, y 2,4 mm. de profundidad. Después de realizadas las cavidades, los dientes fueron almacenados en agua destilada por un tiempo aproximado de 48 horas.

La restauración con la Técnica Mixta consiste en dos capas de resinas horizontales, la primera capa de resina Degufill autopolimerizable (Degussa, Alemania) con un espesor de 1.4 mm; y la segunda capa con resina Z100 – fotopolimerizable (3M, USA) con un espesor de 1.0 mm.

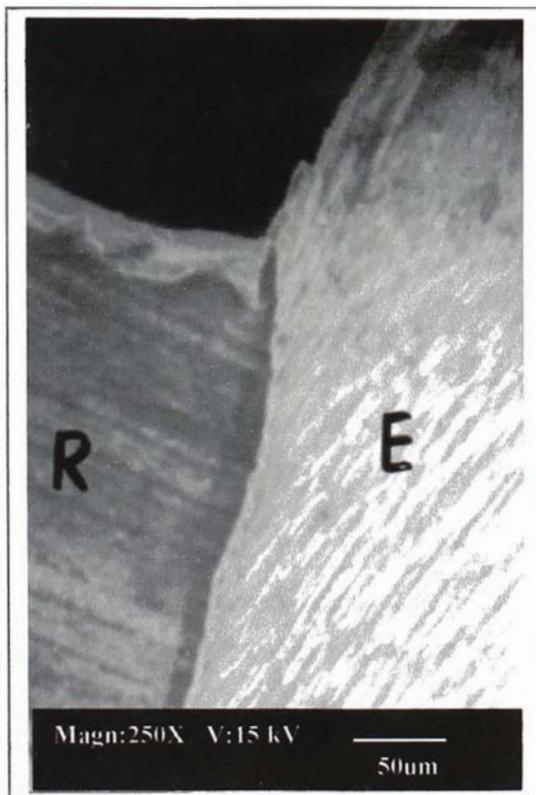
La restauración con la Técnica Mixta Alternativa también consiste en dos capas, como primera capa se usa la resina Revolution fotopolimerizable fluida (SDS Kerr, USA) con un espesor de 0.4 mm, y como segunda capa la resina Prodigy condensable (SDS Kerr, USA), con espesor de 2 mm.

Luego de restaurados todos los especímenes fueron almacenados por 36 horas en agua destilada a 37°C. Después los especímenes fueron colocados en el equipo de termociclaje El ciclaje térmico estándar ISO TR/ 11405^[30] consistió en baños de agua a $(5 \pm 2)^\circ\text{C}$ y otro a $(55 \pm 2)^\circ\text{C}$. Los dientes fueron ciclados con 2000 exposiciones en cada baño al menos 20 segundos cada uno. El tiempo de transferencia de un baño al otro fue de 10 segundos. Los dientes después de la sesión diaria de ciclaje térmico fueron almacenados en agua destilada a 37°C.

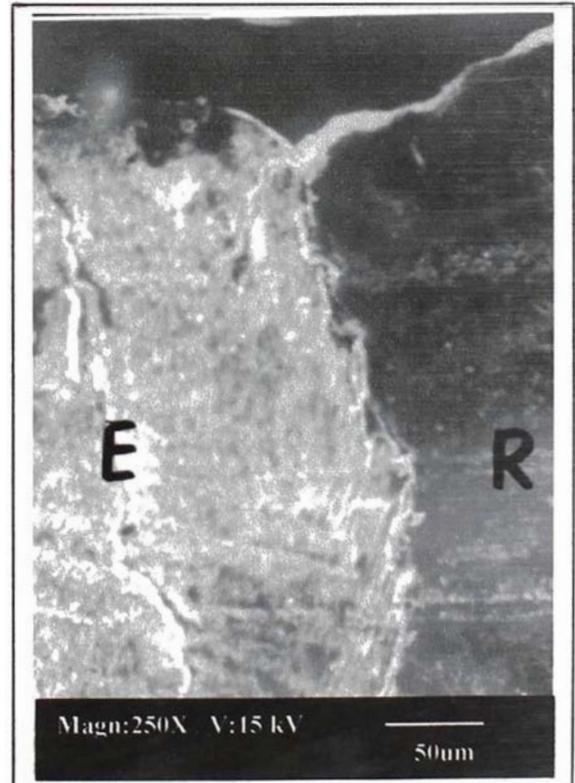
Posteriormente, se cortó el diente longitudinalmente con discos de diamante de baja velocidad para evitar daños térmicos indeseados.

Las superficies de los especímenes se limpiaron con ácido fosfórico al 37% durante 15 s y se lavaban rápidamente con un aerosol de aire-agua durante 30 s. Todos los especímenes fueron deshidratados con alcohol etílico.

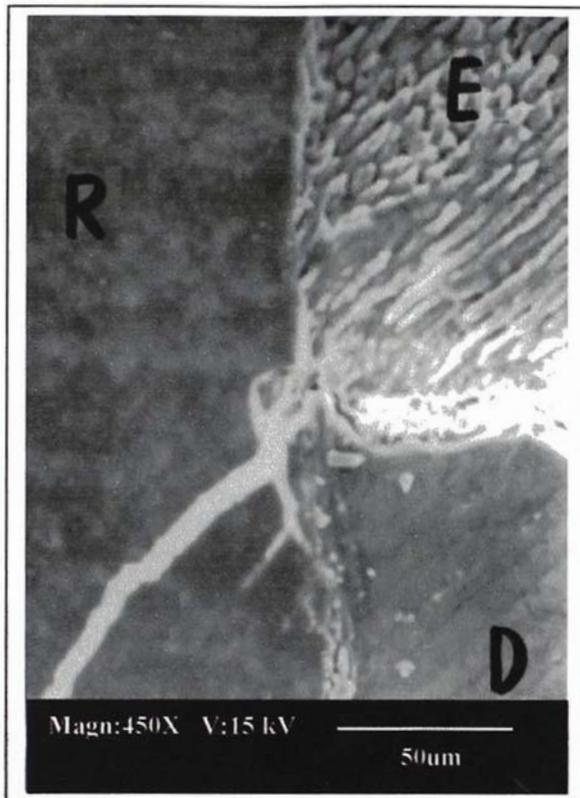
Antes de ingresar al MEB, los especímenes fueron recubiertos por 60 s con una capa de Oro de aproximadamente 10 nm. Debido al gran tamaño que presentaban las muestras y a la poca resolución que se necesita para realizar las medidas, fue conveniente utilizar una distancia de trabajo de 25 mm.



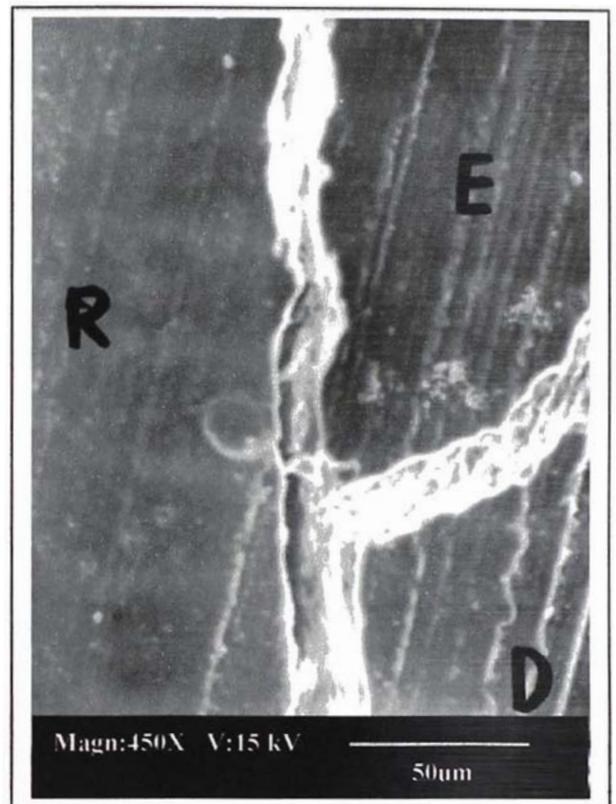
Micrografía N°1: Interfase Resina - Esmalte, técnica Mixta.



Micrografía N°2: Interfase Resina-Esmalte, técnica Mixta Alternativa.



Micrografía N°3: Interfase Resina – Diente (Esmalte y dentina) técnica Mixta.



Micrografía N°4: Interfase Resina – Diente (Esmalte y dentina) técnica Mixta Alternativa.

En la zona del esmalte del diente, las discrepancias que presentaban en la interfase Diente-Restauración oscila entre 1 a 3 μm para la Técnica Mixta. Mientras, que en la restauración con la Técnica Mixta Alternativa presentaron discrepancias que varían entre 4 a 8 μm .

La Técnica Mixta presentó menores discrepancias en la zona de transición Resina-Esmalte/dentina, las que oscilaron de 1 a 5 μm ; en cambio para esta misma zona, estas discrepancias varían entre 2 a 8 μm cuando se utiliza la Técnica Mixta Alternativa. En esta transición se observa menores discrepancias en la interfase esmalte-restauración que en dentina-restauración.

Las menores Discrepancias generadas por las resinas autopolimerizables en relación a las fotopolimerizables, pueden explicarse, principalmente, a partir del tardío punto de gelación de las resinas autopolimerizables, lo que permitiría que una mayor cantidad de resina fluya durante la contracción de polimerización.

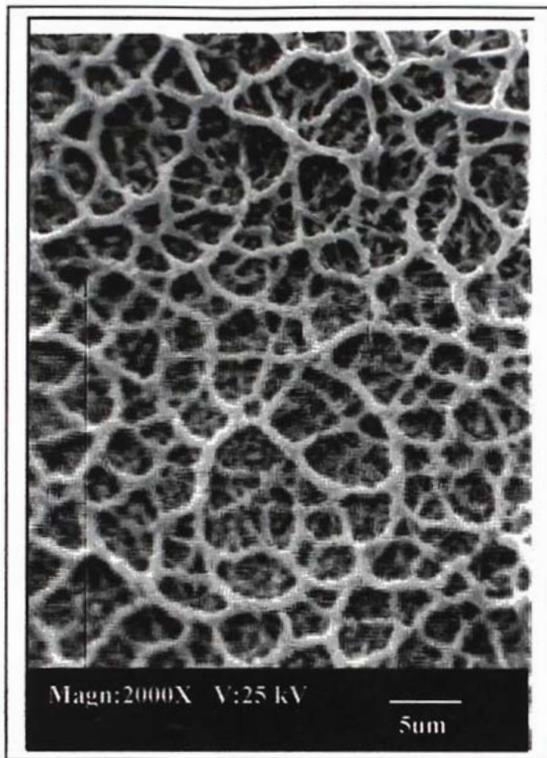
5.8 INFLUENCIA DEL SUBSTRATO, DEL TRATAMIENTO TÉRMICO Y DEL DOPAJE (Cu) EN LA MORFOLOGÍA DEL WO₃ UTILIZADO COMO UN SENSOR DE GAS^[24].

El presente estudio muestra las diferencias morfológicas que presenta el WO₃ cuando es depositado (con buena adherencia), en substratos de vidrio y alúmina. También se estudia el cambio morfológico que tiene lugar debido al tratamiento térmico (600°C) del WO depositado sobre un substrato de alúmina. Por último, se compara la morfología anteriormente obtenida con la morfología del mismo material dopado con cobre ya que este último presenta mayor sensibilidad cuando es usado como sensor de gas (Ethanol).

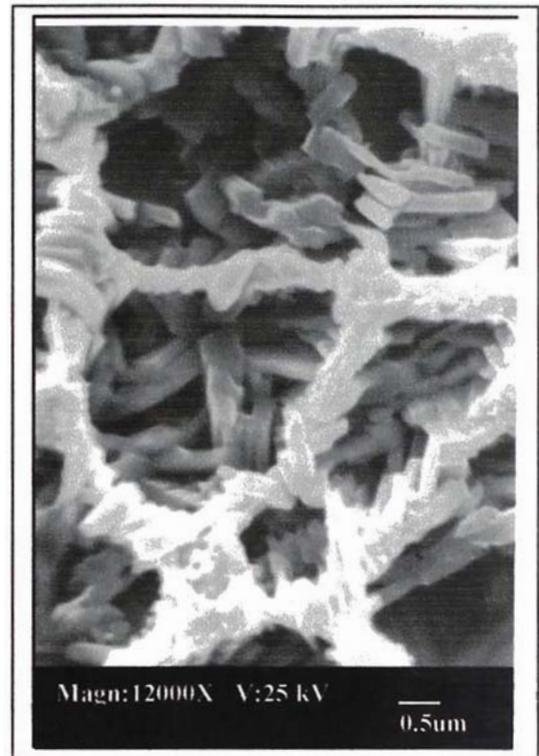
a) Influencia del substrato (alúmina y vidrio) en la adherencia del material.

Según las investigaciones realizadas en el laboratorio de películas delgadas de la facultad de ciencias de la UNI, el WO₃, depositado por el método de Spray-Sol-Gel^[24], presenta una buena adherencia sobre vidrio (porta-objetos) cuando es preparado a una temperatura de 450°C. Mientras, que a la misma temperatura, no existe buena adherencia cuando se utiliza un substrato de alúmina. Para conseguir la adherencia, el proceso se realizó a una temperatura de 250°C.

En las micrografías N°1 y N°2 se aprecia la morfología del material cuando es depositada sobre vidrio a una temperatura de 450°C. El material así depositado presenta buena adherencia y además se trata de un WO₃ cuya estructura es monoclinica; la cual fue corroborada por Difracción de Rayos X obtenidas en la facultad de ciencias de la UNI.



Micrografía N°1. Vista panorámica. Observe los hilos superficiales, cuyo ancho está entre 400 nm y 700 nm, que se propagan sin dirección particular; y al parecer son los bordes de las gotas del Spray. Temperatura de deposición 450°C.

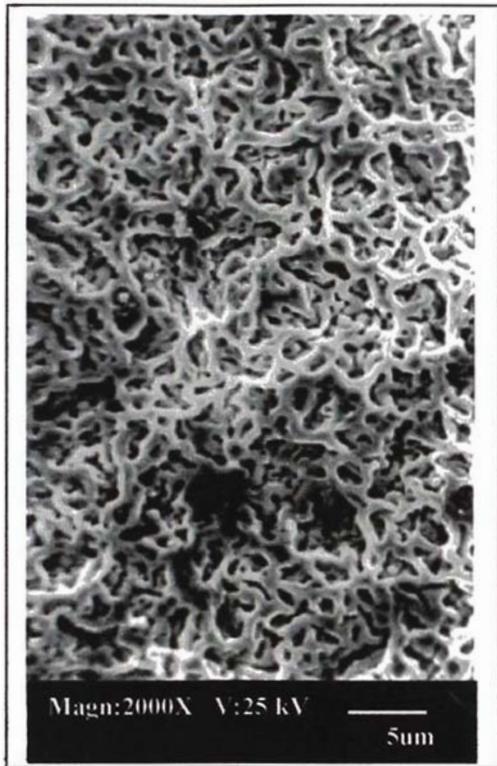


Micrografía N°2. El material consta de Cristales tabulares cuyos tamaños se encuentran entre 400 nm y 800 nm.

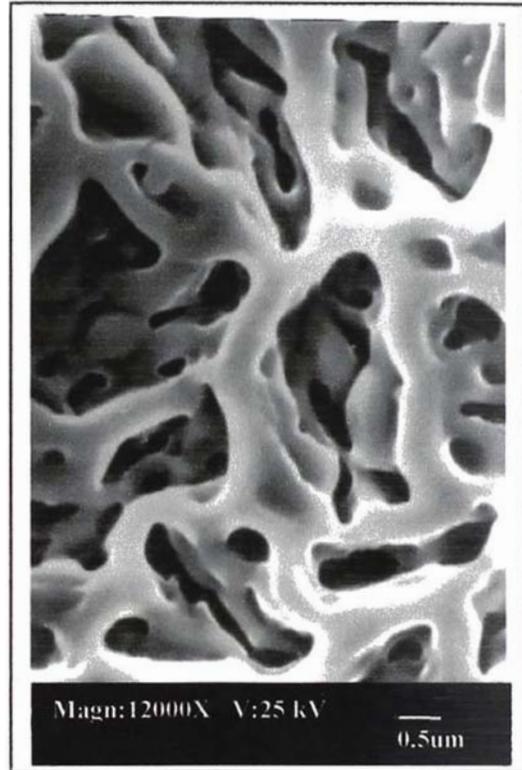
Debido a la agrupación al azar de los *cristales** y a la uniformidad del tamaño: existen espacios vacíos dejados entre ellos (Micrografía N°2) los cuales lo convierten en un material poroso de gran superficie activa.

Por otro lado, las micrografías N°3 y N°4 muestran la morfología del material cuando es depositado sobre alúmina a una temperatura de 250°C. El material así depositado presenta buena adherencia pero el análisis por difracción de rayos X muestra que no presenta ninguna cristalinidad.

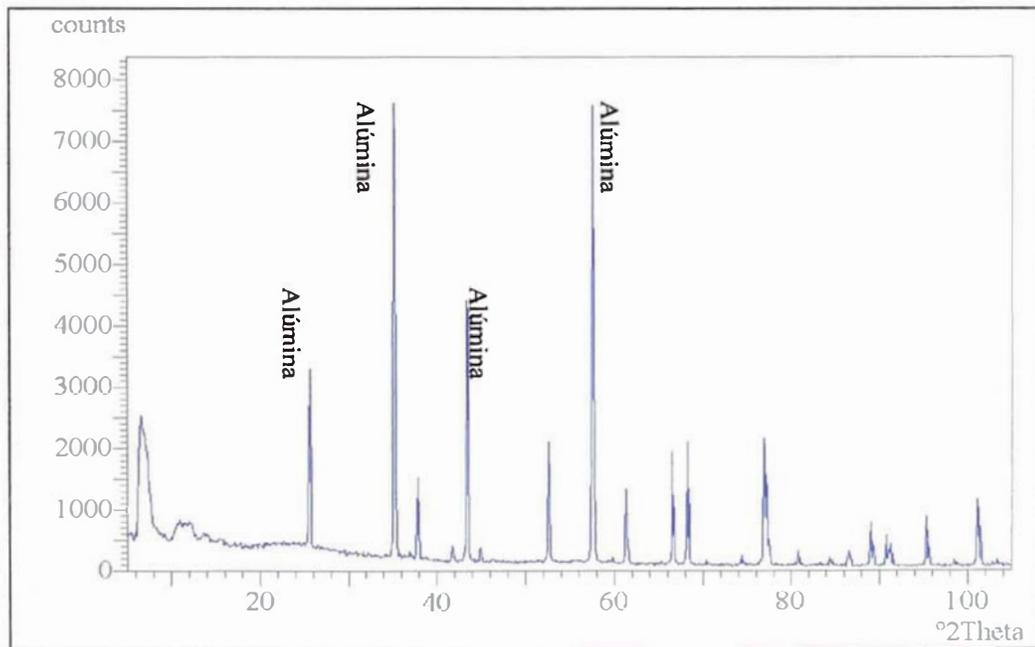
* Cristal por la forma geométrica alargada y ordenada de las partículas.



Micrografía N°3. Antes del tratamiento térmico. Los hilos del material se extienden en todas direcciones uniéndose sin formar ninguna forma definida. Temperatura de deposición 250°C.



Micrografía N°4. WO Antes del tratamiento térmico. Observe la superficie lisa del hilo que presenta material.



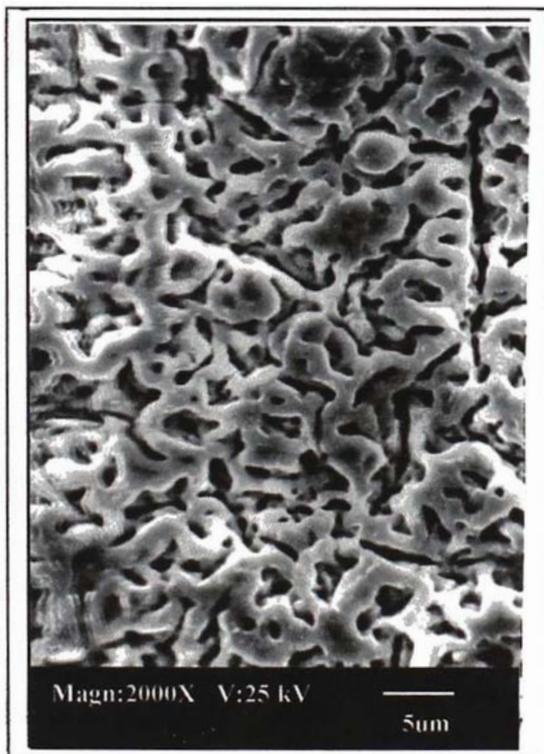
Difractograma N°1 Espectro de difracción del WO depositado 250°C sobre un sustrato de alúmina; los picos de difracción corresponden solo a la Alúmina; el WO no es cristalino.

El material depositado sobre alúmina es también poroso, pero no presenta los *cristales* como en el material depositado sobre vidrio. En ambos casos el ancho de las paredes de los *hilos* son aproximadamente iguales.

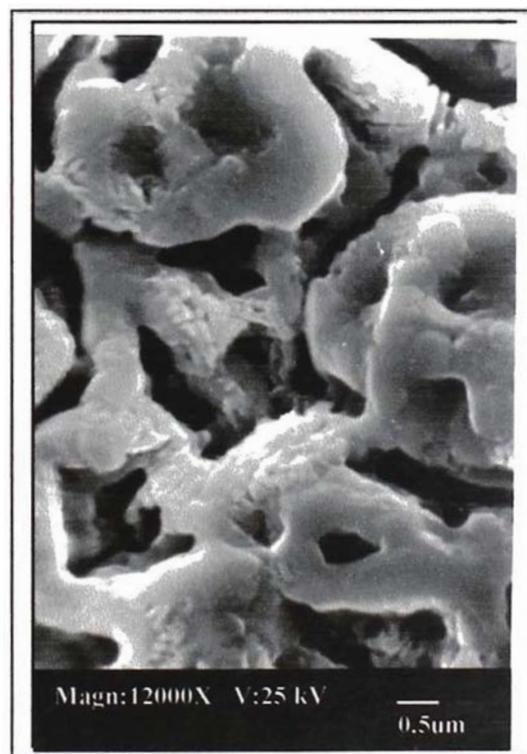
La morfología es diferente en cada caso, pero debe de tenerse en cuenta que las temperaturas de los procesos fueron distintas. En éste estudio solo se tuvo en cuenta la adherencia del material sobre los sustratos.

b) Influencia del tratamiento térmico (substrato de alúmina)

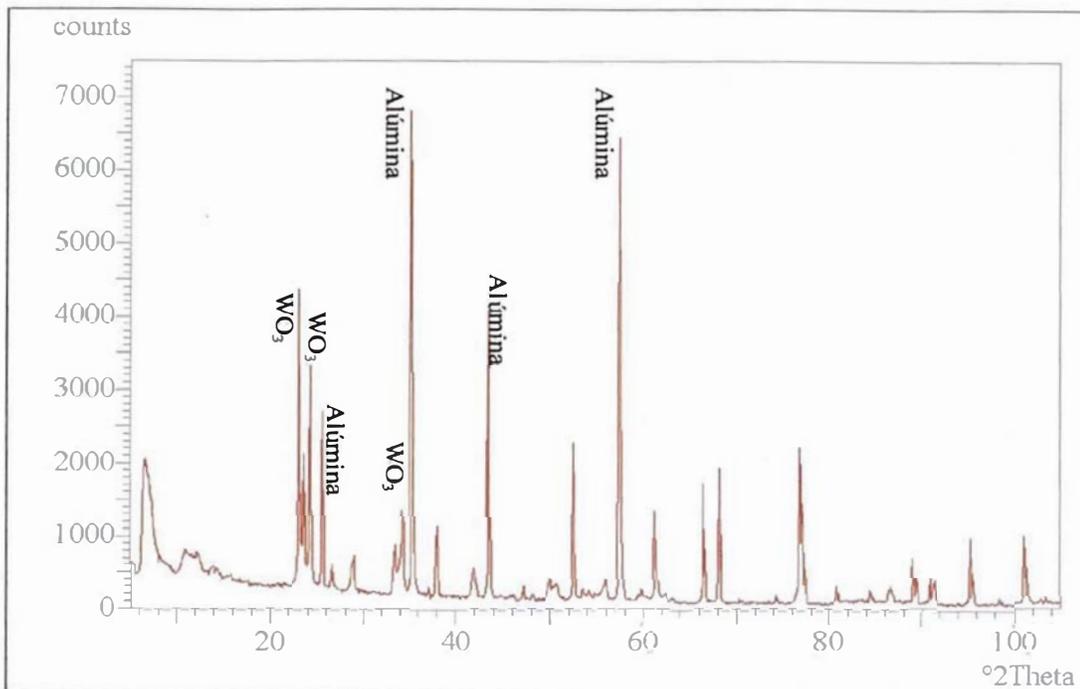
El material depositado sobre alúmina a una temperatura de 250°C, presenta buena adherencia. Pero como el sensor de gas opera en un rango de temperatura entre 400°C y 600°C el material fue llevado a una temperatura de 600°C (tratamiento térmico), De esta manera, el material encontrado es un WO_3 con estructura Monoclínica (Difracción de rayos X), tiene buena adherencia al substrato y presenta propiedades como detector de Ethanol gaseoso.



Micrografía N°5. Después del tratamiento térmico. El arreglo estructural a cambiado. el material tiende a desarrollar argollas semi-redondeadas. Tratamiento térmico llevado a 600°C.



Micrografía N°6. Después del tratamiento térmico. Observe como las paredes de las argollas se van descomponiendo. El ancho de las paredes es similar al ancho antes del tratamiento térmico.



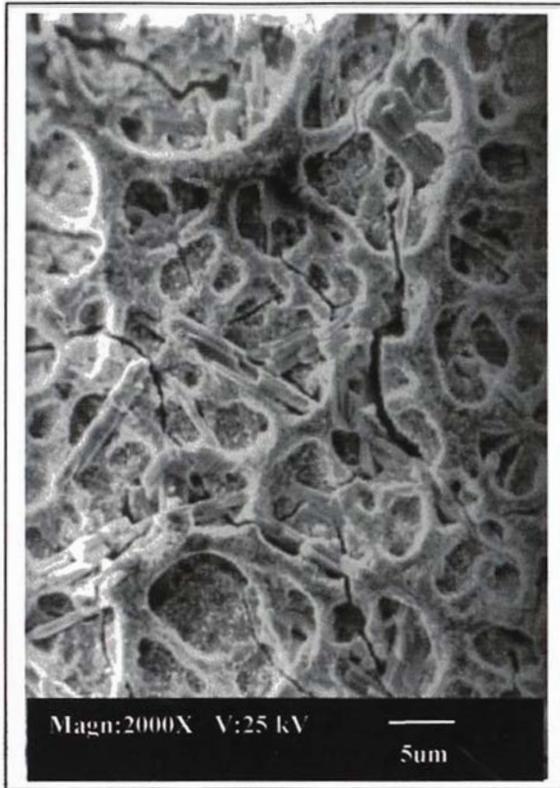
Difractograma N°2 Espectro de difracción del WO_3 superpuesto con el espectro de la Alúmina. El WO_3 se obtuvo mediante un Tratamiento térmico a $600^\circ C$ del material obtenido en el difractograma N°1.

El análisis anterior y de los resultados por Difracción de Rayos X se concluye que el tratamiento térmico implica dos cosas: un reacomodo microestructural, y un arreglo cristalino de los átomos que lo conforman. El material tiende a formar argollas semiredondeadas cuyas paredes empiezan a transformarse en pequeños *agregados* menores a 100 nm.

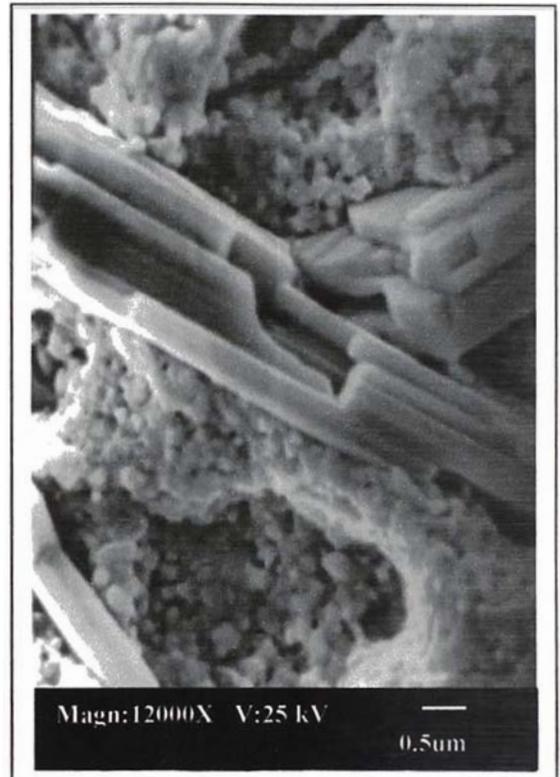
El estudio realizado en este trabajo solo muestra los cambios microestructurales del material. Estos cambios, sugieren que en el tratamiento térmico originan cambios de fases lo cual puede verse en las micrografías N°5 y N°6, la misma que fue corroborado por los análisis por Difracción de rayos X.

c) Influencia del dopaje con Cu (substrato de alúmina Tratamiento térmico a $600^\circ C$)

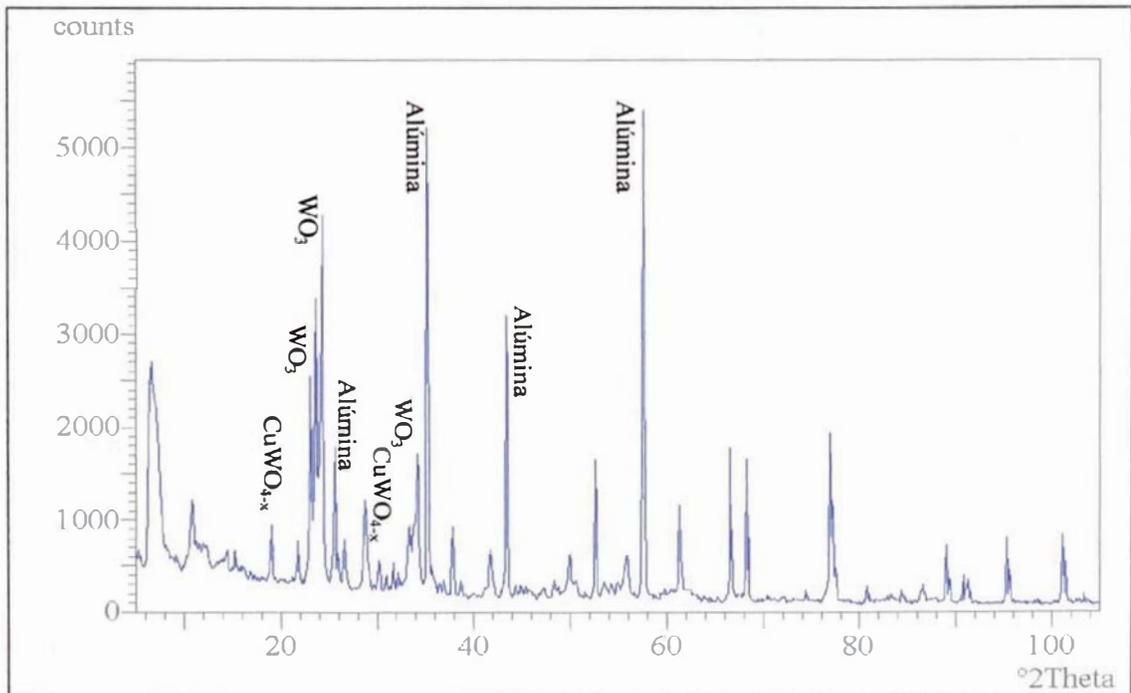
Se ha observado en el laboratorio que dopando el WO_3 con Cobre aumenta la sensibilidad del material como sensor de ethanol; el aumento de la sensibilidad depende la cantidad de cobre que se le añade al momento de la preparación. Sin embargo existe una concentración que mas allá del cual la sensibilidad del sensor no aumenta mas (saturación), justo a esa concentración se decidió observar la morfología que presentaba el material. La micrografía N°7 y N°8 muestra el WO_3 dopado con cobre al 12%.



Micrografia N°7 WO_3 dopado con cobre al y con tratamiento térmico ($600^\circ C$) .La morfología del material es porosa y tiene la forma de un agrupamiento de argollas; también se observa aisladas partículas alargadas.



Micrografia N°8 La mayor parte del material son pequeños grupos de 250 nm. También existen agrupaciones de partículas alargadas en forma de fibras.



Difractograma N°3 Las intensidades de los picos correspondiente al WO_3 han variado aunque ellos conservan su posición. También se encuentra a parte de la alúmina el óxido de tungsteno y cobre ($CuWO_{4-x}$)

Comparando la morfología del WO_3 obtenido en los casos anteriores podría deducirse que el WO_3 (dopado con cobre), en este último caso, son los pequeños grumos observados en la micrografía N°8. Así mismo, podría ser que el óxido de tungsteno y cobre (CuWO_{4-x}), encontradas por XRD, sean las partículas alargadas presentes en la micrografía N°10.

Cabe señalar que para asegurar nuestras afirmaciones es necesario realizar Microanálisis de rayos X (EDS o WDS) dirigiendo la sonda a las distintas partículas presentes en la muestra.

5.9 ANÁLISIS MORFOLÓGICO POR MEB DE LA SUPERFICIE DEL ZnO APLICADO COMO SENSOR DE GAS CUANDO SE CAMBIAN LAS CONCENTRACIONES DEL Sn COMO DOPANTE^[23].

Según las investigaciones realizadas, el sensor de gas; constituido por óxido de zinc dopado con estaño, presenta diferentes sensibilidades de acuerdo a la concentración de estaño.

El presente estudio tiene como objetivo observar las diferentes morfologías que presenta la superficie de éste sensor cuando se preparan con diferentes concentraciones de estaño.

El ZnO fue depositado sobre un dispositivo de alúmina con pistas impresas de oro (figura N°1) usando el método del spray-pyrólisis, preparando probetas con distintas concentraciones de Sn (0.2%, 6%, 10%, 14%, 16% y 17%), las mismas que fueron analizadas por MEB.

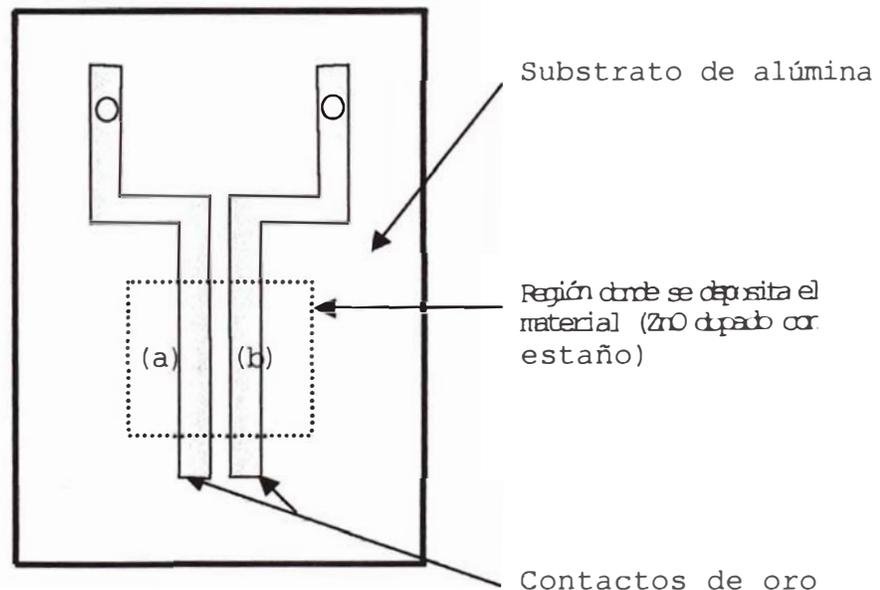
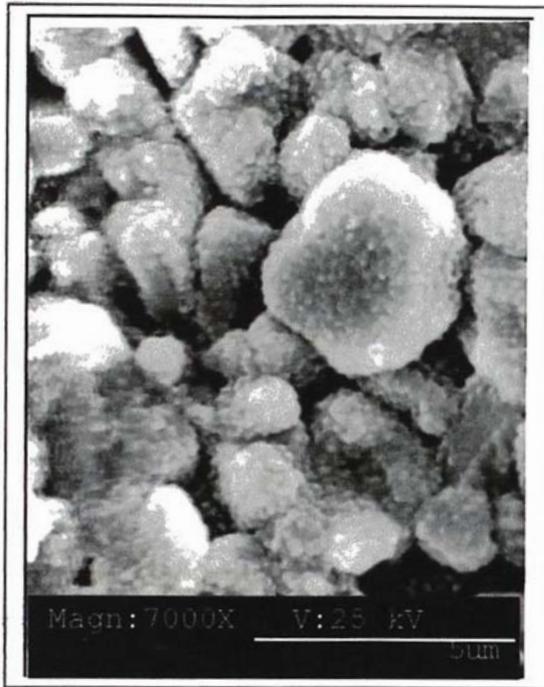


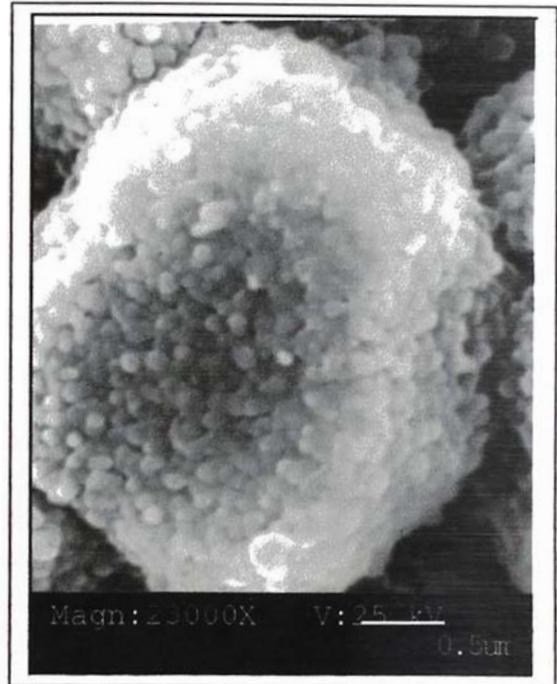
Figura N°1 vista frontal de una cápsula de prueba usada para sensar gas

Las observaciones, en cada muestra, se realizaron en dos zonas diferentes (figura N°1): la primera sobre la alúmina (a), y la segunda sobre los contactos de oro (b). A continuación se muestran las micrografías MEB de las películas de ZnO indicando su respectiva concentración de dopaje en las zonas mencionadas.

Sn: 0.2%
Sobre Alúmina

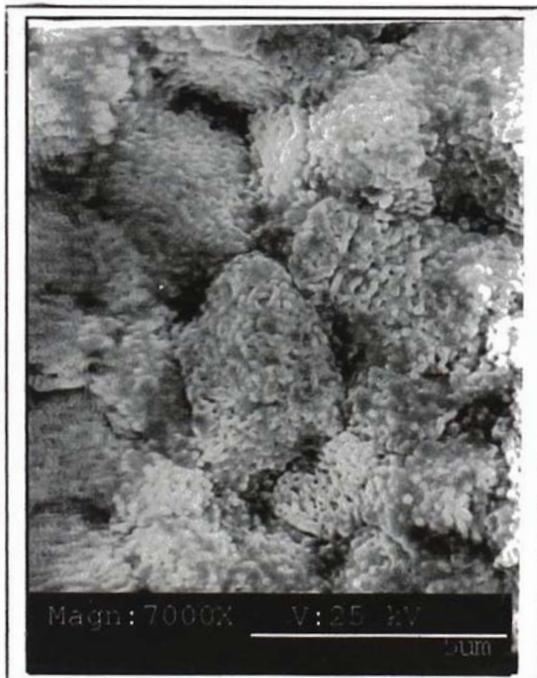


Micrografía N°1. El material se encuentra cubriendo uniformemente las partículas de alúmina.

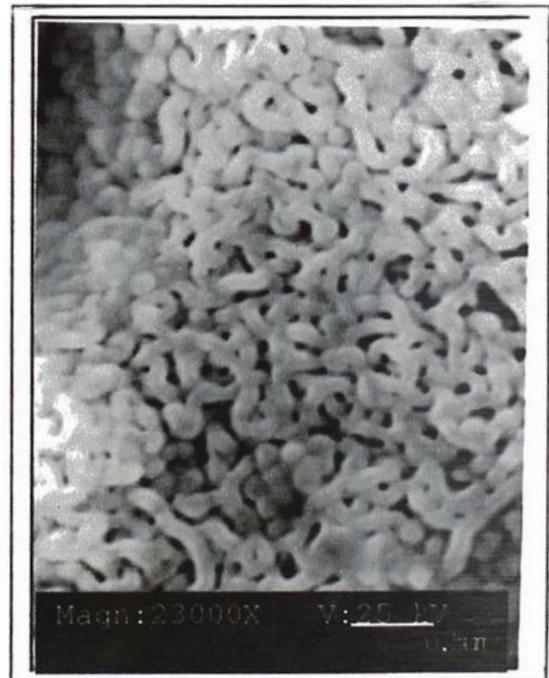


Micrografía N°2. La fase formada tiene una estructura granular. Las partículas del material son redondeadas y aproximadamente de 100 nm.

Sobre Oro



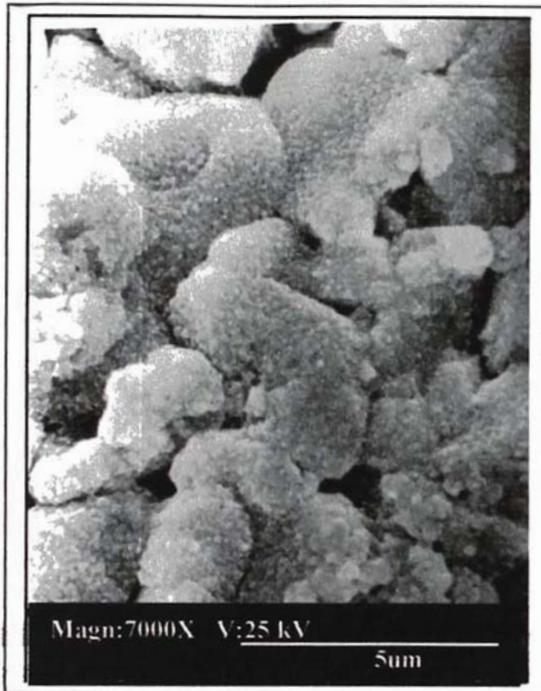
Micrografía N°3. El material se encuentra depositado uniformemente sobre la superficie de Oro.



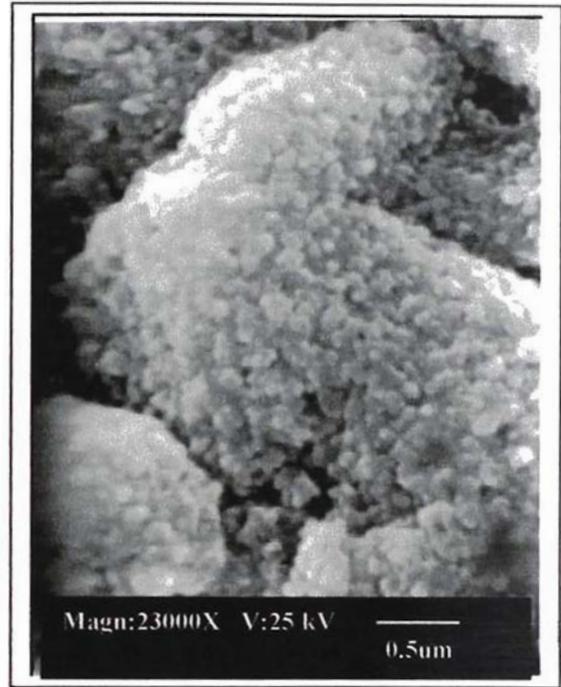
Micrografía N°4. La estructura del material tiene la forma de un "cerebro". Al parecer las partículas se han juntado y han formados partículas alargadas (de aproximadamente. 100 nm de ancho) que se entrecruzan entre si dando la apariencia de un "cerebro".

Sn: 6%

Sobre Alúmina

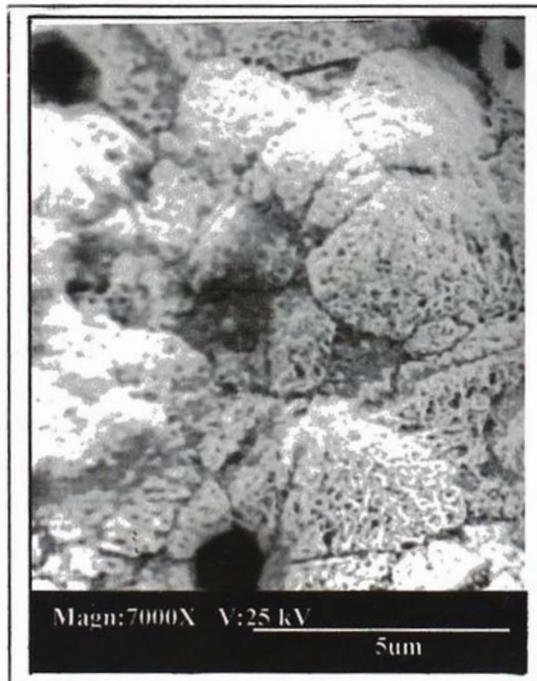


Micrografía N°5. El material se encuentra cubriendo uniformemente las partículas de alúmina.

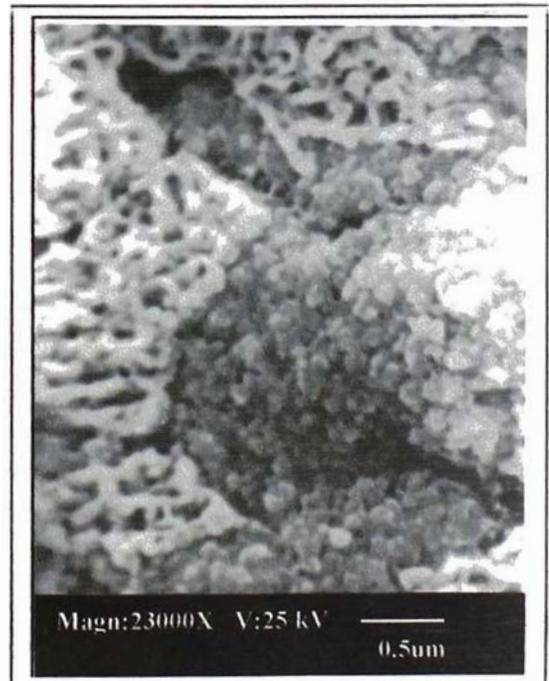


Micrografía N°6. La fase formada tiene una estructura granular. Las partículas del material son sub-redondeadas y su tamaño promedio es de 150 nm.

Sobre Oro

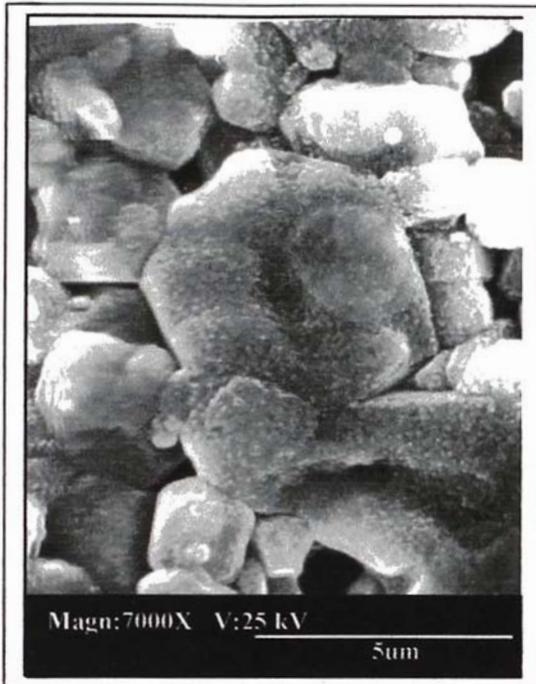


Micrografía N°7. Aparentemente existen dos fases diferentes, las claras y las grises; La estructura mas abundante es la clara (aproximadamente 90%).

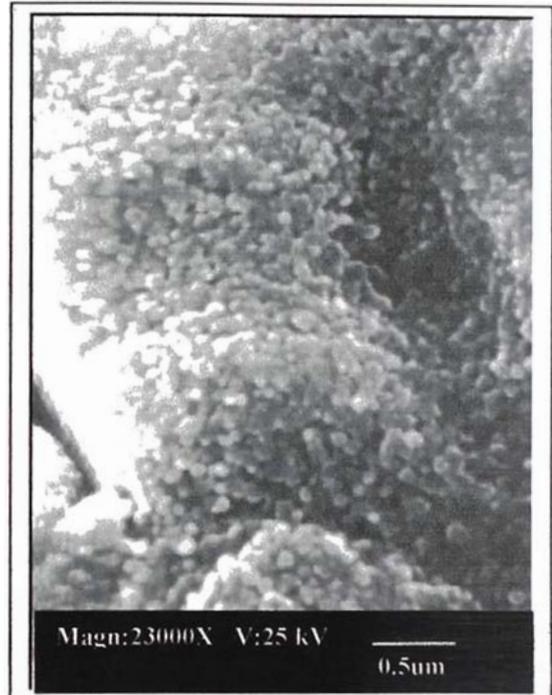


Micrografía N°8. La fase clara tiene estructura tipo "cerebro" cuyo diámetro transversal es de aproximadamente 80 nm; mientras que la fase gris es "granular" y son partículas sub-redondeadas de 100 nm de diámetro promedio.

Sn: 10%
Sobre Alúmina

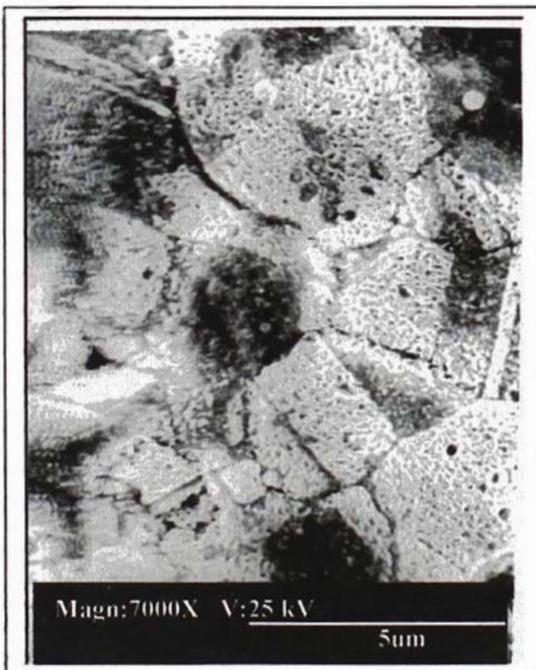


Micrografía N°9. El material se encuentra depositado uniformemente sobre las partículas de alúmina. También aparecen aquí escasas partículas redondeadas (brillosas) de aproximadamente 300 nm.

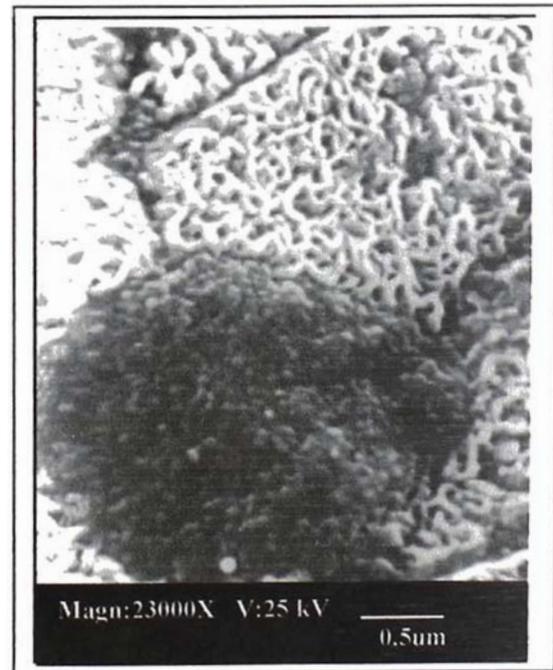


Micrografía N°10. La fase tiene una estructura granular; Las partículas del material son redondeadas, siendo su tamaño promedio 100 nm.

Sobre Oro

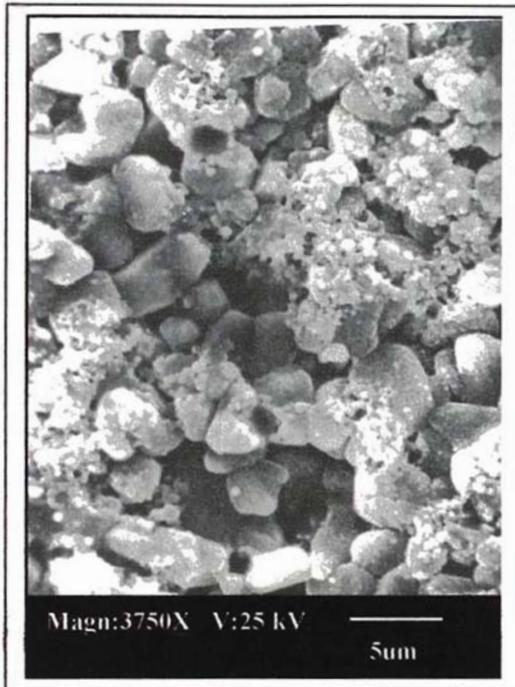


Micrografía N°11. Existen aparentemente dos fases diferentes, las claras y las grises; La fase mas abundante es la clara (aproximadamente 75%). También aparecen aquí escasas partículas (redondeadas) brillosas de aproximadamente 400 nm.

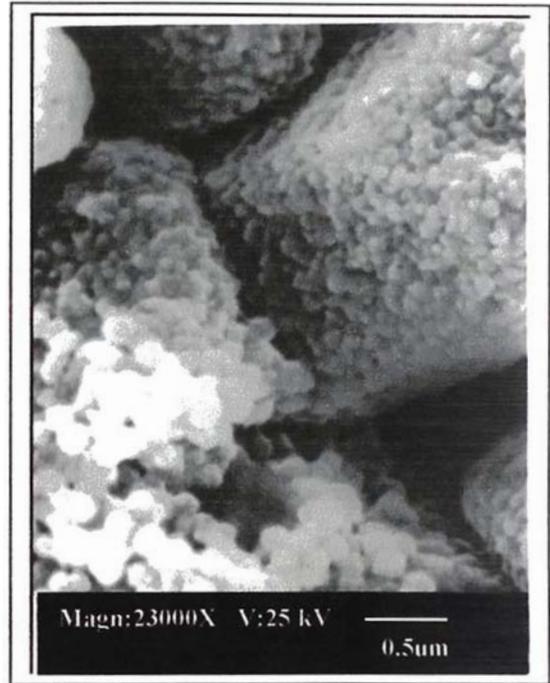


Micrografía N°12. La fase clara tiene estructura tipo "cerebro", El diámetro transversal de las partículas es de aproximadamente 50 nm. Mientras que en la fase granular, las partículas son redondeadas y de 80 nm de diámetro.

Sn: 14%
Sobre Alúmina

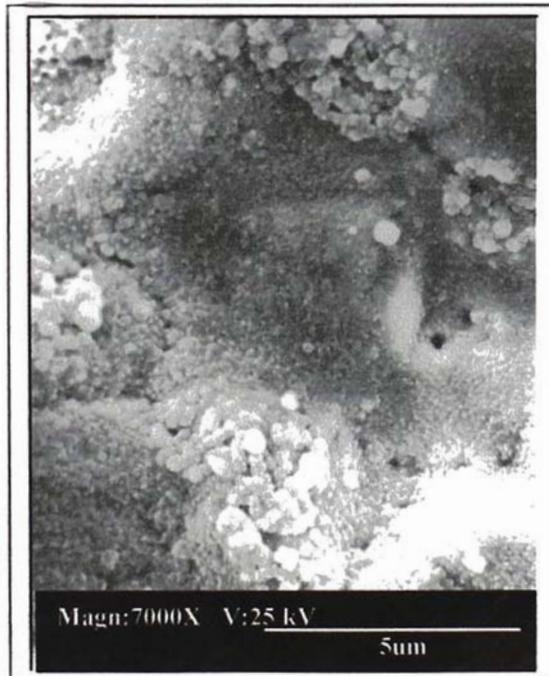


Micrografía N°13. Aparte de la fase granular, existen aglomeraciones de partículas redondas.

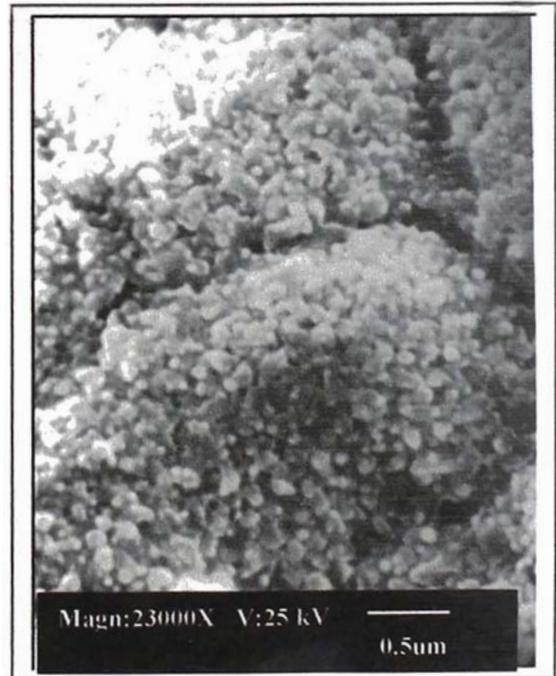


Micrografía N°14. El tamaño de las partículas en la fase granular es de 100 nm, mientras que las partículas aglomeradas son redondas y de 300 nm de diámetro.

Sobre Oro

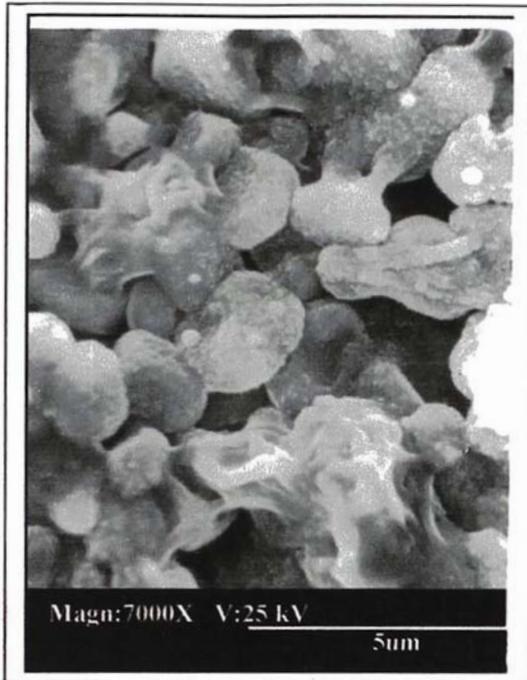


Micrografía N°15. Aquí también se observa las partículas redondeadas sobre la fase granular, tal como se encontraban sobre la alúmina, tienen aproximadamente 400 nm de diámetro.

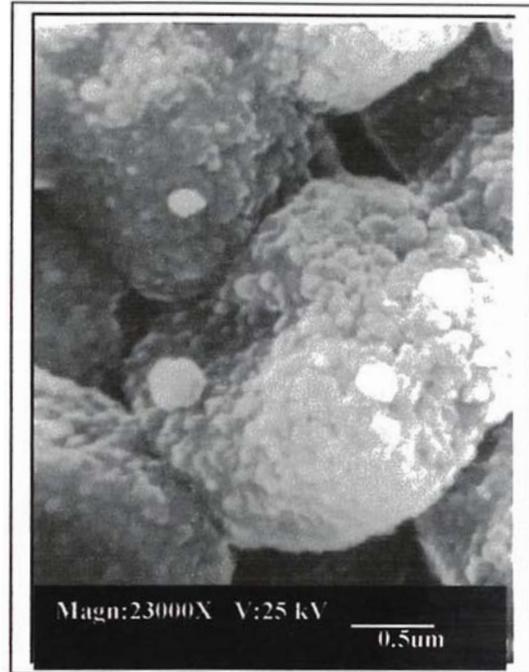


Micrografía N°16. El tamaño de las partículas en la fase granular es de 150 nm.

Sn: 16%
Sobre Alúmina

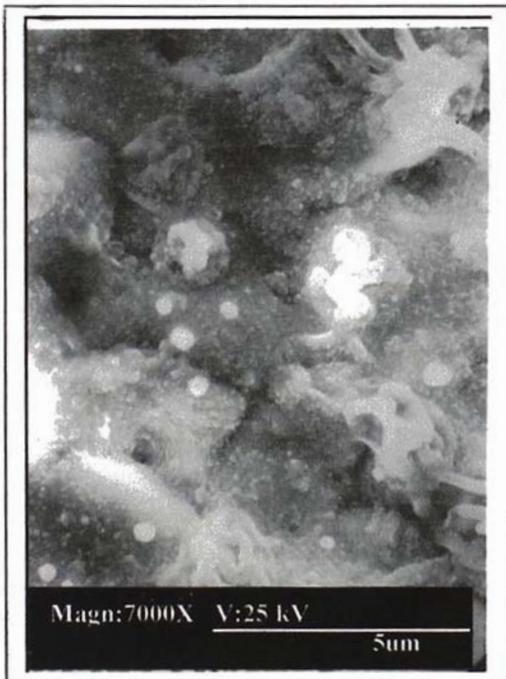


Micrografía N°17. Se observa la fase granular y una fase continua.

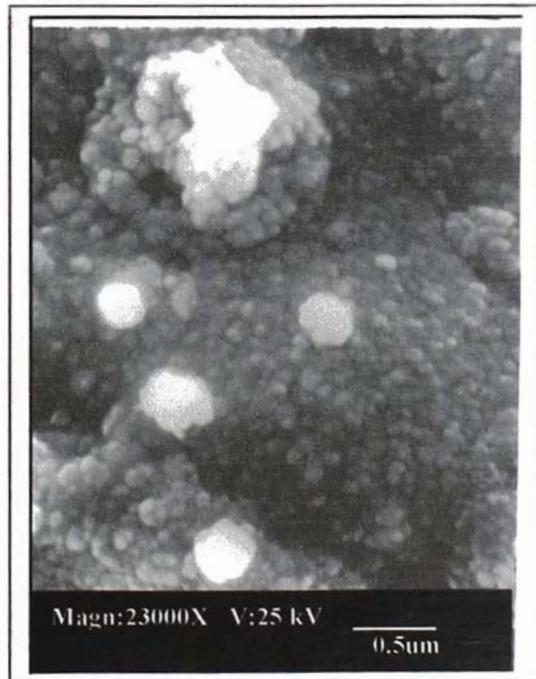


Micrografía N°18. El tamaño de las partículas de la fase granular es de aproximadamente 200 nm. También existen partículas claras (redondas) de aproximadamente 300 nm.

Sobre Oro

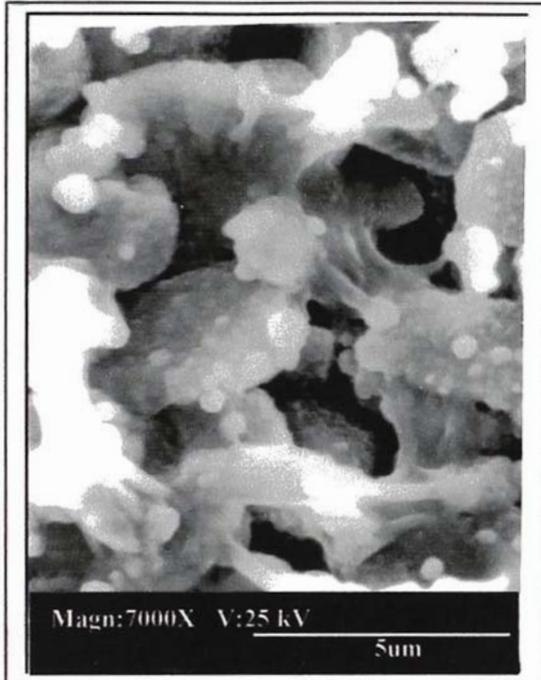


Micrografía N°19. Se observa la fase granular y la fase continua visto anteriormente, y las partículas claras (redondas) son de aproximadamente 400 nm.

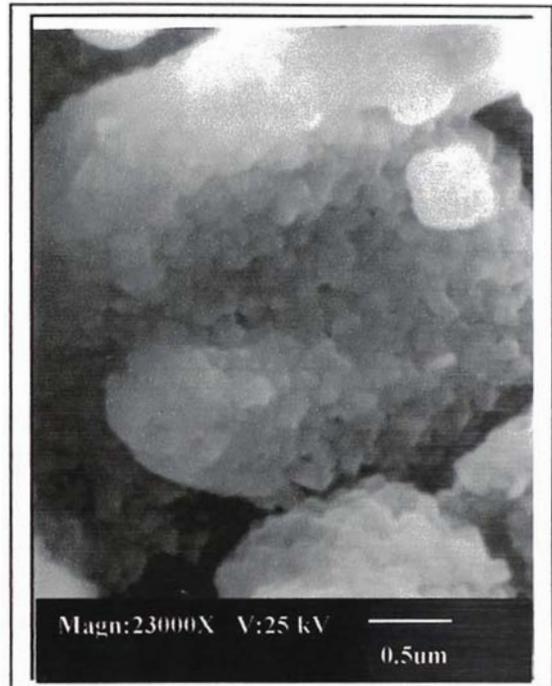


Micrografía N°20. El tamaño de las partículas en la fase granular es de aproximadamente 100 nm.

Sn: 17%
Sobre Alúmina

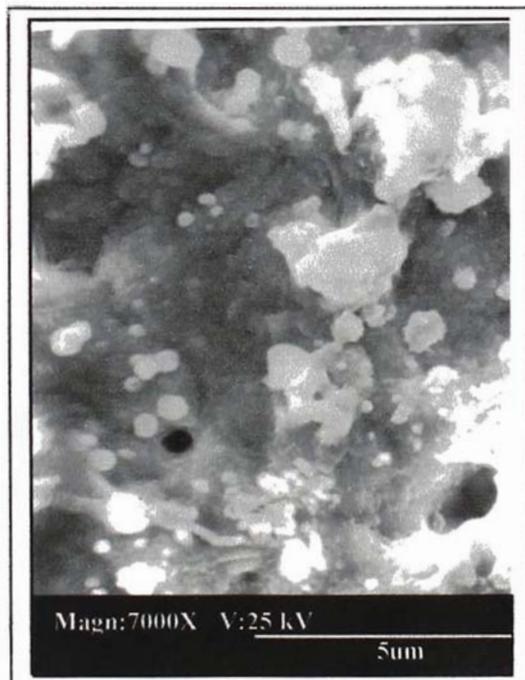


Micrografía N°21. Aparte de la fase granular Existe mayor cantidad de la fase continua y también de partículas redondas de aproximadamente 500 nm.

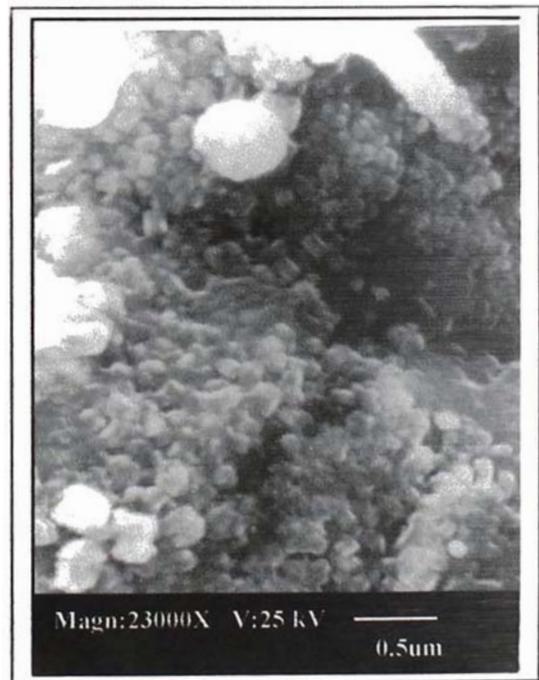


Micrografía N°22. En la fase granular las partículas son semi rectangulares de aproximadamente 200 nm de tamaño.

Sobre Oro



Micrografía N°23. Se encuentra mayor cantidad de sólido continuo y de partículas redondas (400 nm), sobre la fase granular.



Micrografía N°24. En la fase granular las partículas son rectangulares de aproximadamente 200 nm.

En el cuadro N°1 se indican los tamaños de partículas encontrados en la muestra para distintas concentraciones de dopaje; similarmente en el cuadro N°2 se muestran las concentraciones relativas de las fases encontradas en las muestras.

Concentración de Sn (%)	% de fases según su estructura							
	Sobre Alúmina				Sobre Oro			
	Estructura granular %	Estructura cerebro %	Partículas aisladas redondeadas %	Sólido continuo %	Estructura granular %	Estructura cerebro %	Partículas aisladas redondeadas %	Sólido continuo %
0.2	100	No existe	No existen	No existen	No existe	100	No existen	No existen
6	100	No existe	No existen	No existen	10	90	No existen	No existen
10	100	No existe	< 1	No existen	25	75	< 1	No existen
14	70	No existe	30	No existen	80	No existe	20	No existen
16	73	No existe	2	25	81	No existe	4	15
17	63	No existe	7	30	72	No existe	8	20

Tabla N°2: Concentración de estructuras presentes en el ZnO para distintas concentraciones de Dopaje de Sn.

Cabe señalar que hubiera sido posible identificar la composición de las partículas aisladas y del sólido continuo si es que el MEB estuviere equipado con un dispositivo para EDS o WDS, para realizar esto solo bastaba dirigir el Haz de electrones en un punto sobre la partícula que se desee analizar.

En general los crecimientos son diferentes en ambas zonas. En la alúmina el material está constituido generalmente por una fase cuya estructura es del tipo “granular”; el cual está conformado por partículas redondeadas (bajas concentraciones de estaño) o rectangulares (altas concentraciones de estaño), cuyos tamaños promedio varían para diferentes concentraciones del dopante, ver la tabla N°1. En la superficie de oro el material presenta dos fases diferentes cuyas estructuras son del tipo “granular” y tipo “cerebro”; la concentración relativa de estas fases varían, desde una fase cuya estructura es de tipo “cerebro” (para el 0.2% de dopaje) hasta completamente “granular” (para concentraciones de 14%, 16% y 17% de estaño), ver tabla N°2. Como en el caso anterior la fase granular está conformada por partículas redondeadas (bajas concentraciones de estaño) o rectangulares (altas concentraciones); en la estructura tipo “cerebro” al parecer las partículas se han fusionado y han formado partículas alargadas que se cruzan entre si.

En concentraciones altas (14%, 16%, 17%), la fase cuya estructura es del tipo “cerebro” ya no se presenta en el contacto de oro. Sin embargo, tanto en la alúmina como en el Oro se presentan aisladas partículas redondeadas (en mayor proporción en la muestra cuya concentración de estaño es 14%) que van desde 300 nm hasta 800 nm; en concentraciones del 16% y 17%, además de estas partículas, también se presentan fases continuas que no tienen una forma definida. Estas partículas son mas claras dando la apariencia que son más de mas alto número atómico (con respecto a la matriz).

Concentración de Sn (%)	Tamaño de partícula							
	Sobre Alúmina				Sobre Oro			
	Estructura granular (Diámetro o lado mayor)	Estructura cerebro	Partículas aisladas redondeadas (Diámetro)	Sólido continuo (Lado mayor)	Estructura granular (Diámetro o lado mayor)	Estructura tipo cerebro	Partículas aisladas redondeadas (Diámetro)	Sólido continuo (Lado mayor)
0.2	100 nm	No existe	No existen	No existen	No existen	100 nm	No existen	No existen
6	150 nm	No existe	No existen	No existen	100 nm	80 nm	No existen	No existen
10	100 nm	No existe	300 nm	No existen	80 nm	50 nm	400 nm	No existen
14	100 nm	No existe	300 nm	No existen	150 nm	No existe	400 nm	No existen
16	200 nm	No existe	300 nm	4um	100 nm	No existe	400 nm	2 um
17	200 nm	No existe	300 nm	7um	200 nm	No existe	400 nm	3 um

Tabla N°1: Tamaños de partículas para el ZnO para distintas concentraciones de Dopaje de Sn.

5.10 APLICACIONES A LA GEOLOGÍA

En la actualidad la identificación de minerales es muy importante en los estudios petrográficos^[25]. Así mismo ello y su respectiva interpretación geológica permite conocer y distinguir aquellos minerales que tienen valor alguno (mena), y aquellos que no la tienen (ganga).

En este contexto la microscopía óptica de luz permite la identificación rápida de los minerales; generalmente para los metales (opacos) se utiliza la microscopía por reflexión de la luz mientras que para los no metálicos (transparentes) se utiliza la microscopía de luz transmitida. Sin embargo existen algunas dificultades cuando el mineral es muy complejo (disoluciones sólidas en su composición, minerales que presenten similares colores, e impurezas en su composición química).

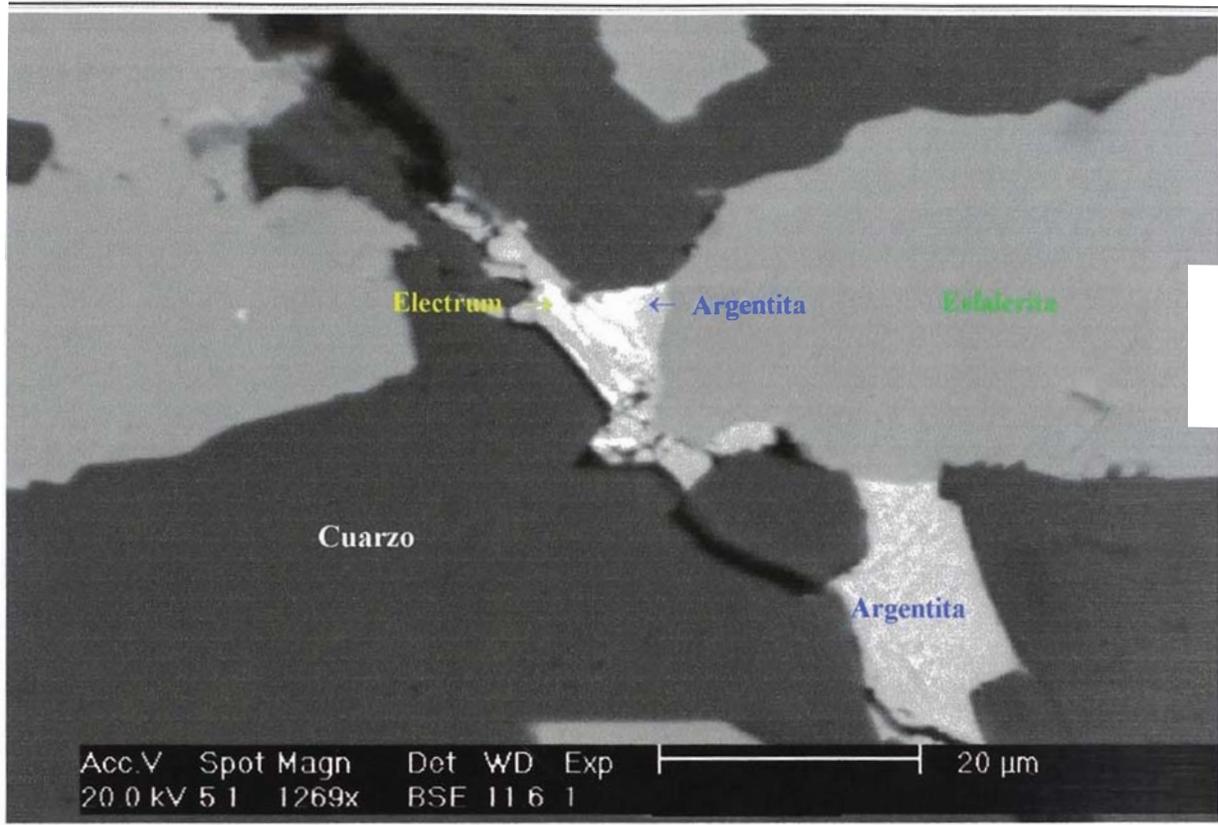
La Microscopía Electrónica de Barrido junto a sus detectores de ES, ER y RX pueden complementar los estudios realizados por microscopía óptica de luz. La técnica consiste en obtener las imágenes de los minerales y realizar un análisis químico *puntual* de dicho mineral (microanálisis); de esta manera, usando métodos estequiométricos, identificar al mineral.

Usando imágenes construidos con ER se pueden diferenciar los minerales mas pesados (generalmente metálicos) con los menos pesados (mayormente no metálicos). Las partículas mas pesadas (número atómico promedio alto) se verán mas claras mientras que las oscuras son las mas livianas. Para identificar al mineral se debe de realizar un análisis por RX en cada uno de las partículas y así sacar la composición química de cada uno de ellas.

Además, existen minerales que presentan formas características los cuales son redundantes para la identificación de ellos; tanto los ES como los ER pueden utilizarse para construir imágenes morfológicas en escalas convenientes (desde algunos milímetros hasta los nanómetros).

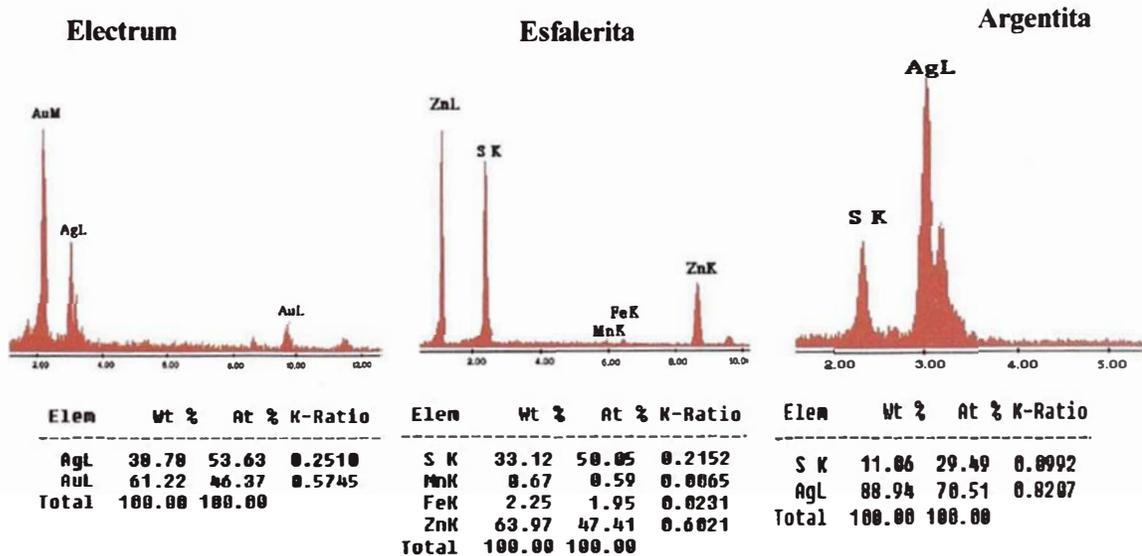
En la primera muestra, se identificó con microscopía óptica los minerales mayoritarios; sin embargo por esta técnica no se pudo ver la presencia del mineral de oro; para esto la briqueta (similar a la de microscopía de luz reflejada), fue fijada en el soporte correspondiente y recubierta con una fina película de carbón para asegurar su estabilidad durante el bombardeo electrónico.

(Identificación de Minerales)



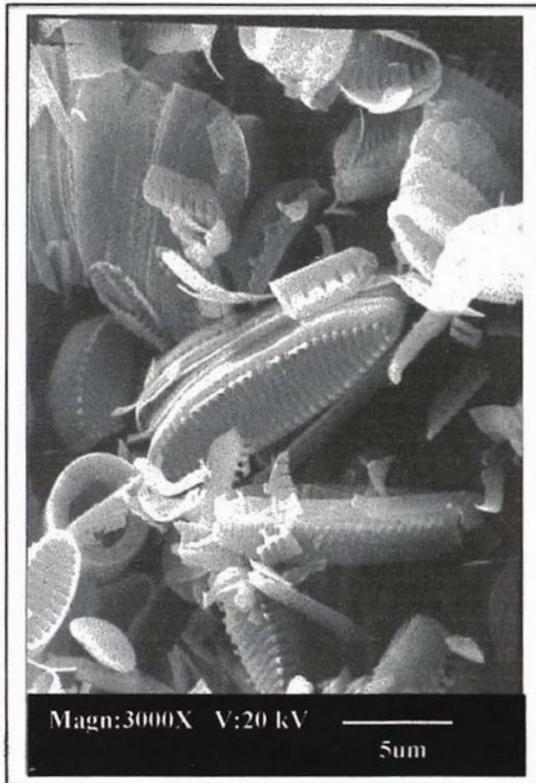
Micrografía N°1 Venilla de Argentita dentro del ensamble de Esfalerita-Cuarzo.

ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS)

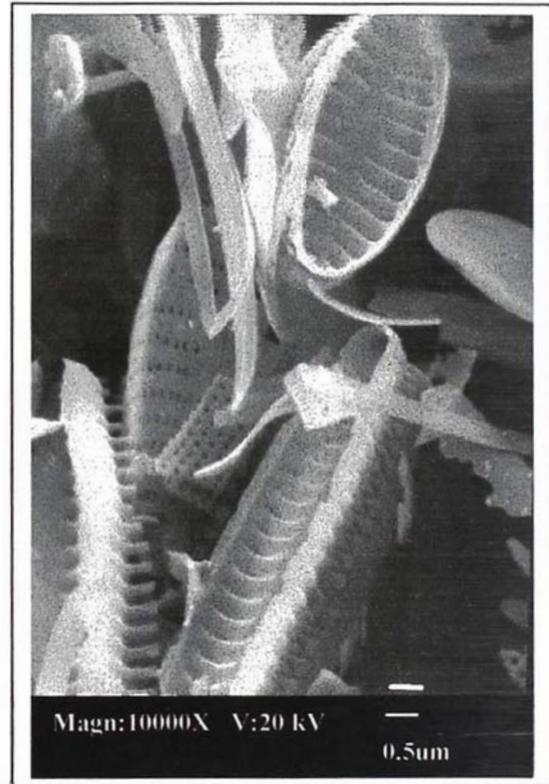


De la micrografía anterior se puede observar que el Electrum (solución sólida de Au,Ag) tiene un número atómico promedio mayor a la Argentita (Ag_2S), y este mayor a la esfalerita (ZnS) y este a la vez mayor a la del cuarzo (SiO_2). Nótese además que la esfalerita presenta impurezas de Hierro y Manganeseo.

En el segundo caso, se trata de una muestra no metálica de color blanco. según el análisis químico el principal constituyente es el silicio. Para la observación en el MEB la muestra solo fue fijado al portamuestras y luego fue recubierta con Oro.



Micrografía N°2 Pequeñas partículas que presentan formas definidas.



Micrografía N°3 Formas característicos de esqueletos marítimos.

Las partículas constituyentes de la muestra tienen la forma de esqueletos de especies marinas, los cuales poseen composición sílica; y son las principales constituyentes de las tierras Diatomeas^[25]. El nombre del mineral asociado a éste es el Ópalo cuya composición química es $SiO_2 \cdot nH_2O$, la misma que fue verificada por Difracción de rayos X.

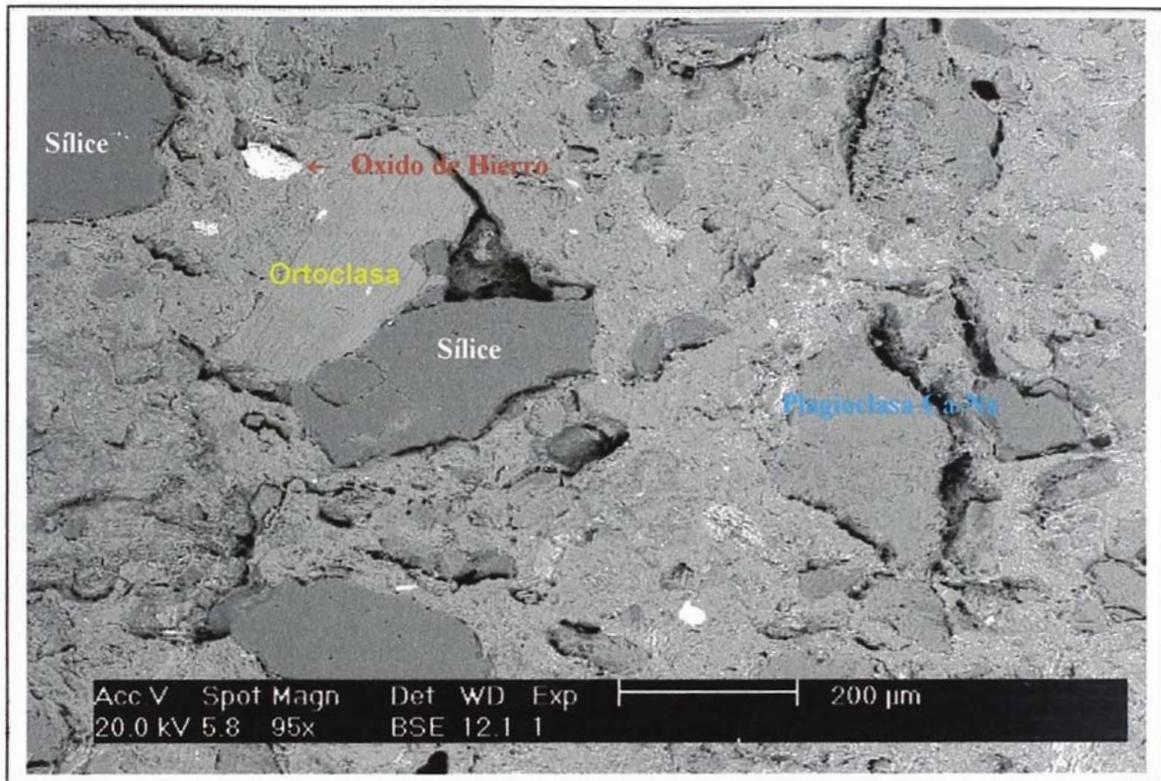
5.11 RECONOCIMIENTO DE MINERALES UTILIZADOS EN LA CONSTRUCCIÓN DE CERÁMICAS ARQUEOLÓGICAS (ARQUEOLOGÍA)

Las cerámicas antiguas se caracterizan por estar construidas de minerales que generalmente provienen de una cantera, los cuales se encuentran en lugares particulares (relativamente cerca de la comunidad antigua), y están compuestos de ciertos minerales característicos de ellas. En el proceso de fabricación de los cerámicos, los minerales son puestos en los moldes respectivos y son llevados a grandes temperaturas (las cuales en la mayoría de los casos son de hasta 800°C); en este proceso solo los bordes de la mayoría de los minerales sufren cambios químicos y logran adherirse entre ellas (sinterización)^[27] formando el cerámico. Sin embargo, si las partículas son relativamente grandes, el interior de ellas conservan su composición química original; y por lo tanto se puede reconocer al mineral.

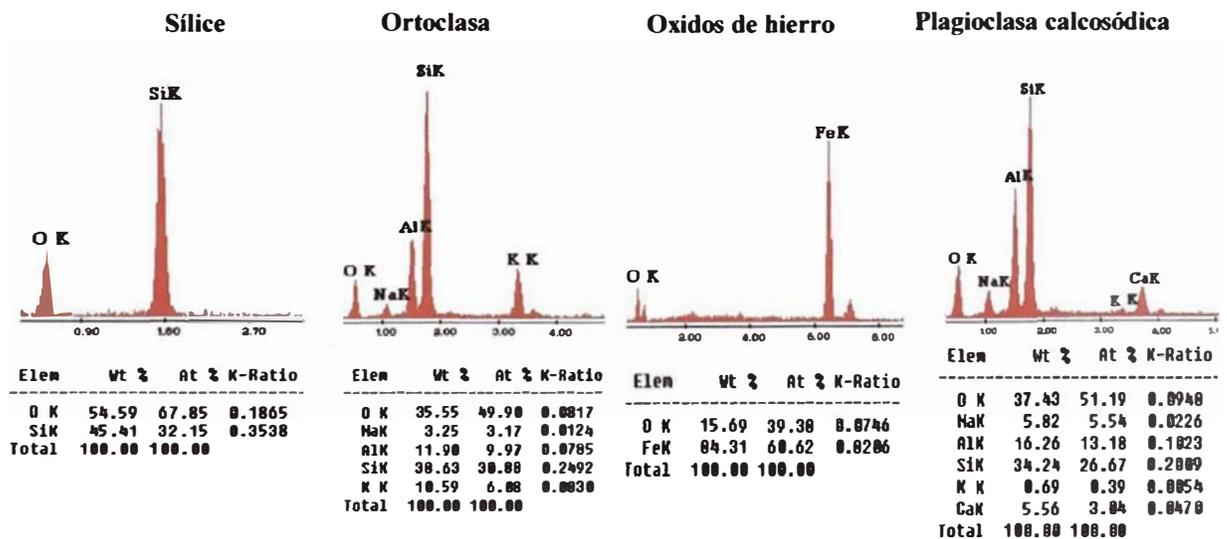
El objetivo del siguiente estudio es determinar los tamaños de las partículas (minerales) presentes en dicha cerámica y a partir de ellos reconocer los minerales usados en la fabricación de dicha cerámica (solo aquellas que no cambian su composición química en el proceso de fabricación de dicha cerámica).

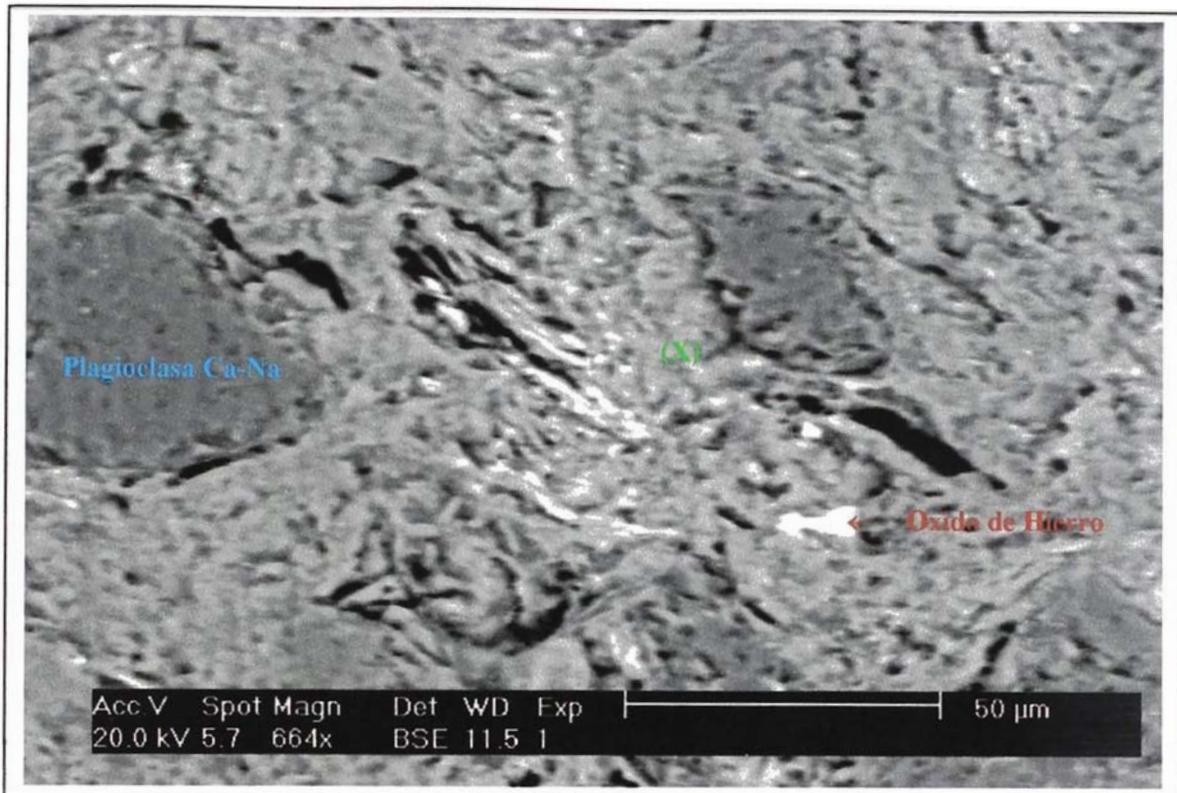
La muestra era un pequeño bloque de cerámica de color rojizo el cual había sido extraído de una cerámica antigua.

La muestra debe ser pulida usando los mismos devastadores utilizados para la preparación de muestras para observar minerales (ver Capítulo N°4.2). Es recomendable que la superficie que va a estar en contacto con el portamuestras también deba ser plana (si es necesario debe ser devastada). La muestra debe ser secada completamente en un horno cuya temperaturas se encuentre entre 50 °C y 70 °C. Una vez seca la muestra, ésta debe ser fijada al portamuestras respectivo para luego recubrirla con carbón.

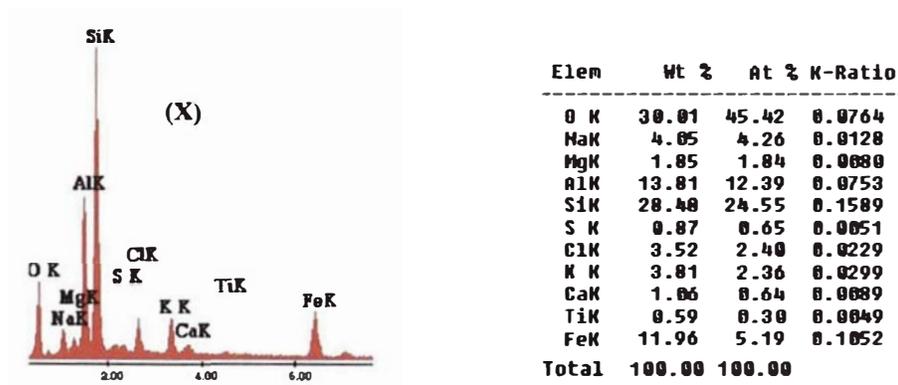


Micrografía Nº1: Sección pulida de una cerámica Arqueológica.





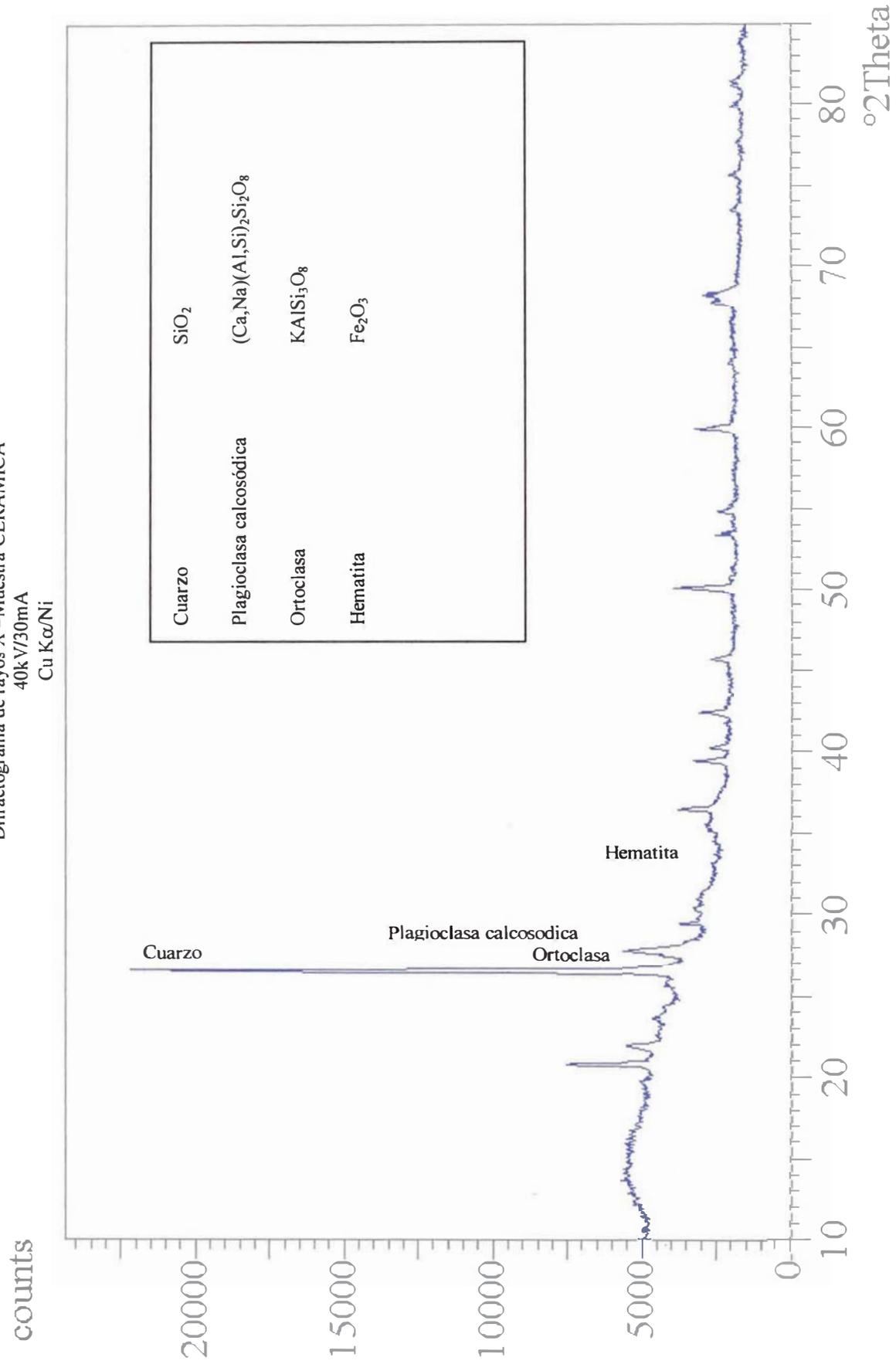
Micrografía N°2. Matriz arcillosas conteniendo Fe, Ti, Ca; en contacto con la Plagioclasa.



La micrografía N°1 y los análisis por EDS muestran que ciertos minerales como las Ortoclasas y las Plagioclasas, conservan su composición química. El análisis por DRX confirman la presencia de estos minerales y además del cuarzo (sílice) y la Hematita (óxido de Hierro). Todos estos minerales se encuentran dentro de una matriz fibrosa (micrografía N°2) cuya composición química es muy compleja.

El tamaño de las partículas de roca (Cuarzo, Ortoclasa y Plagioclasas) es bastante uniforme y varía entre 200 µm y 300 µm, mientras que las partículas de oxido de hierro son menores a 50 µm. La matriz es muy fina y tiene la forma de pequeñas fibras compactadas.

Difractograma de rayos X - Muestra CERAMICA
40kV/30mA
Cu K α /Ni



5.12 EL MEB EN LA RECUPERACIÓN DE ORO

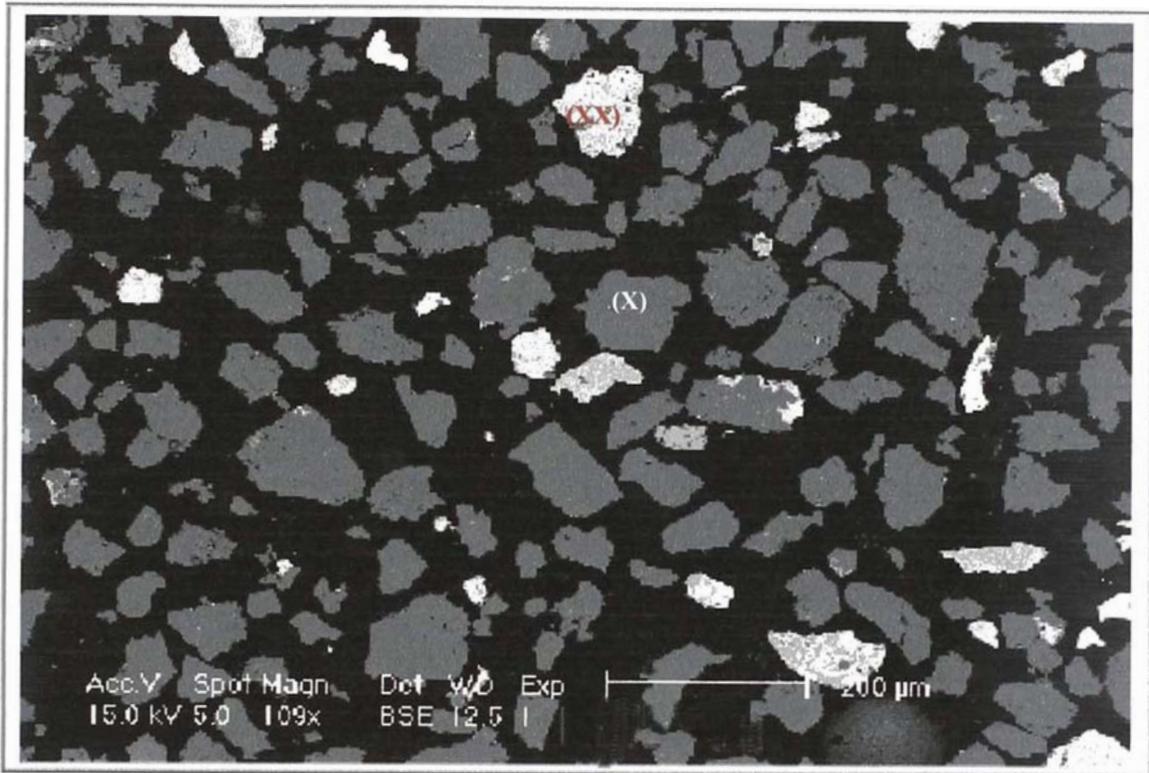
El problema que se presenta frecuentemente en el proceso de recuperación de oro, es muchas veces debido a la mala información que se tiene de este. Para su mejor recuperación es necesario saber como se encuentra el oro; es decir, como que mineral éste se encuentra, con que minerales está acompañado, que tamaño tiene, si está como inclusión dentro de otro mineral o se encuentra en el borde, etc.

La recuperación por cianuración es utilizada actualmente^[32]; este consiste en disolver el oro en el cianuro para luego ser recuperado mediante precipitación de este. Sin embargo, para que este proceso tenga éxito, el oro debe entrar en contacto con el Cianuro de lo contrario la disolución nunca ocurriría.

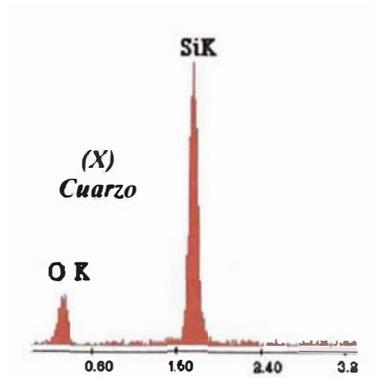
El siguiente problema se presento en una empresa minera dedicada a la recuperación de Oro: Se pensaba que el mineral de Oro venia asociado con el Cuarzo ya que por análisis químico se determino que el porcentaje de Oro y Sílice guardaban cierta relación; es debido a esto que los metalurgistas concentraban el Cuarzo los cuales venían con impurezas de oxido de hierro. Sin embargo ellos no podían recuperar eficientemente el oro, y es por esto que ellos pensaron que el mineral de Oro estaba dentro del cuarzo y empezaron a triturarlo. La recuperación tubo alguna mejora pero la eficiencia seguía siendo baja; y como el Cuarzo es muy duro se perdía mucha energía al triturarlo. Es debido a esto que no resultaba económico la recuperación de dicho Oro.

De esta manera era necesario conocer el estado del oro; y como con Microscopía de Luz no se alcanzaba a resolverlo se decidió usar el MEB. Para el análisis en el MEB la muestra fue triturada, pasada a malla -100, fue puesta en una briqueta de resina epóxica, debastada, pulida y recubierta con Carbón para luego ser puesta en el MEB.

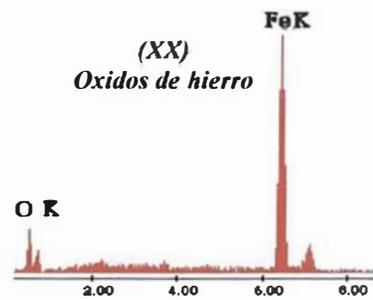
Recuperación de Oro en concentrados



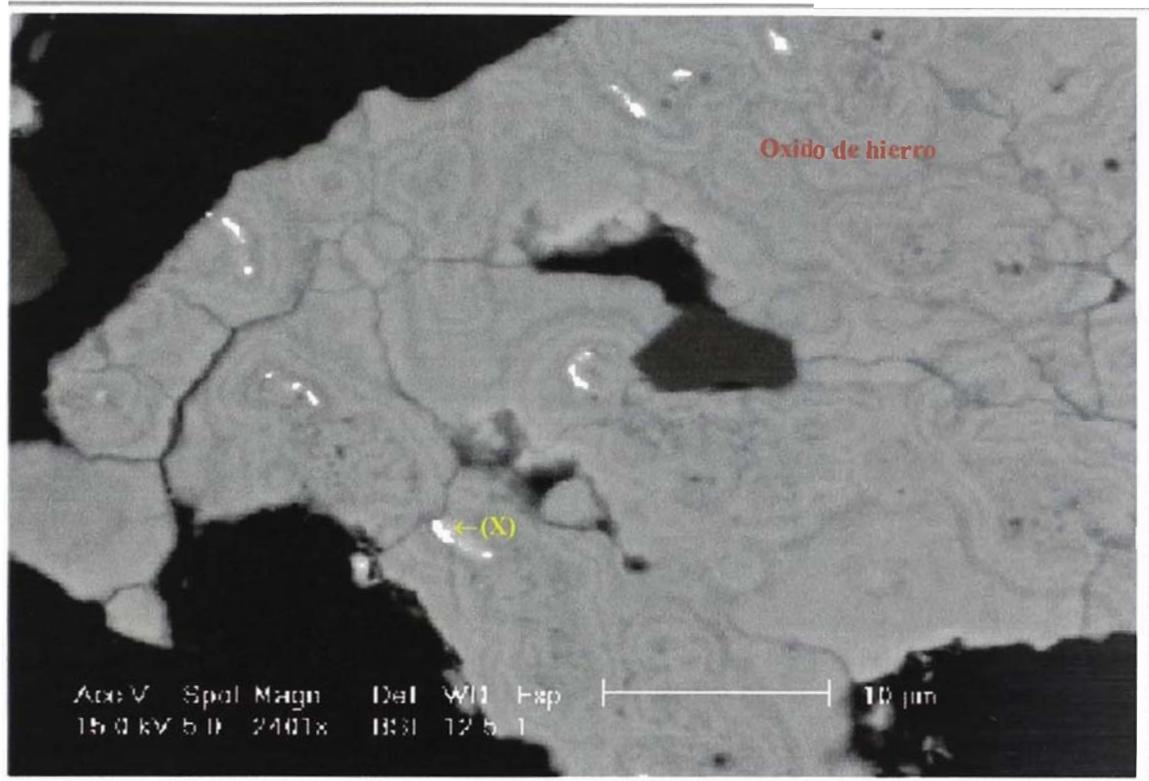
Micrografía N°1. Concentrado de Cuarzo pasada por malla -100; Las partículas claras son óxidos de Hierro y las oscuras son Cuarzo; obsérvese que estas generalmente están libres.



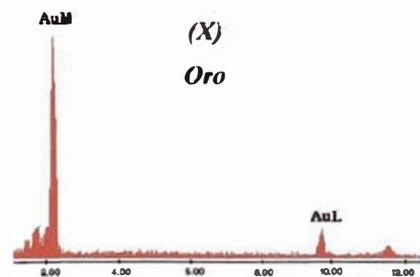
Elem	Wt %	At %	K-Ratio
O K	48.68	62.41	0.1528
Si K	51.40	37.59	0.4188
Total	100.00	100.00	



Elem	Wt %	At %	K-Ratio
O K	15.69	39.38	0.0746
Fe K	84.31	60.62	0.8286
Total	100.00	100.00	



Micrografía N°2: Partículas de Oro dentro de un óxido de Hierro



Elem	Wt %	At %	K-Ratio
AuL	100.00	100.00	1.0000
Total	100.00	100.00	

Como se puede observar en la Micrografía N°2 el mineral de Oro presente en la muestra es Oro nativo cuyo tamaño es menor a 1 µm; y no se encuentra en el Cuarzo como se creía al principio si no dentro del óxido de hierro, el cual es mucho menos duro que el cuarzo y se encuentra en menor proporción que el cuarzo (aproximadamente 10%, ver Micrografía N°1); además a esta malla el cuarzo y el óxido de hierro están completamente libres. De esta manera, sería mas conveniente separar primero el Cuarzo con el oxido de Hierro y luego moler solo a ellos (para el ahorro de energía) para luego proceder a la cianuración.

6 CONCLUSIONES Y SUGERENCIAS PARA TRABAJOS FUTUROS

En este capítulo se darán a conocer las conclusiones obtenidas tanto en la parte instrumental como aplicada; aunque, en esta última, en la mayoría de los casos ya ha sido oportunamente comentado. También se darán algunas sugerencias para la continuación en la investigación de esta interesante técnica.

Parte instrumental:

Se ha logrado poner en funcionamiento el MEB HITACHI S-500, e instalar adecuadamente el ambiente donde este opera. Esto es importante cuando se requieren altas resoluciones, lo cual implica altos potenciales de aceleración y las lentes electromagnéticas (lente objetivo y condensadora) excitadas al máximo.

Se ha conseguido poner a punto el MEB, operarlo y darle el mantenimiento respectivo. En el primer caso, para comprender el proceso de formación de la sonda electrónica, tanto teóricamente como experimentalmente, ha sido necesario tener en cuenta la óptica geométrica así como la ubicación y funcionamiento de cada uno de los dispositivos ópticos electrónicos del MEB. En el segundo caso ha sido necesario conocer cada uno de los controles tanto en el panel del MEB como en la columna; y relacionar cada uno de ellos con los distintos componentes ópticos-electrónicos del MEB. En el último caso se ha tenido que comprender e interactuar con la parte mecánica y electrónica del sistema de vacío, óptica electrónica y procesamiento de señal.

El procedimiento de encendido, conseguir la iluminación, y obtención de buenas imágenes han requerido el uso de la óptica electrónica y el conocimiento del comportamiento de las lentes. Por ejemplo, para alcanzar altas resoluciones es necesario eliminar la aberración cromática, esférica y el astigmatismo; la cromática se puede eliminar empleando altas energías (altas tensiones de aceleración) la esférica utilizando un adecuado potencial de grilla del cañón electrónico y aberturas relativamente pequeños; mientras que el astigmatismo puede corregirse fácilmente por medio de las bobinas astigmadoras. Además, la distancia de trabajo juega un papel importante en la calidad de la imagen final, la resolución y también la profundidad de campo que se desea obtener.

Se ha comparado y relacionado el MEB HITACHI S-500 con distintos modelos de otros fabricantes llegando a la conclusión que la variación entre éstos es mínima; ellos tienen los mismos componentes (cañón de electrones, lentes electromagnéticas, detectores); la diferencia mas marcada está en la denominación que posee cada uno de los controles y los accesorios que ofrecen para mejorar la presentación de la imagen.

Parte aplicativa

Las distintas aplicaciones mostradas en este trabajo muestran que el MEB es una herramienta muy versátil y sencilla de comprender e interpretar y que puede ser usada en distintos áreas de investigación (Física, Química, Geología, Metalurgia, medio ambiente, Biología, etc.) y a la solución de problemas que se presentan en distintas áreas de producción en las industrias.

Se ha conseguido interpretar apropiadamente las imágenes obtenidas; para esto se ha requerido conocer las distintas interacciones de los electrones con la materia, y las distintas señales que se generan en el momento del impacto. A la vez es imprescindible conocer las características de estas señales y como ellas son recolectadas y procesadas por el detector.

Se ha analizado distintos tipos de muestras, los cuales ha requerido conocer y operar las distintas herramientas de preparación de muestras para MEB, como son: el cobertor por Oro, usando la técnica de Sputtering (sputter coater), y el recubrimiento con carbón, por evaporamiento del mismo. Se ha visto además que la selección de cualquiera de las dos técnicas depende fuertemente del tipo de muestra y del análisis que se va a realizar.

De toda la información obtenida en los distintos análisis, (estudios metalográficos, fractográficos, mediciones, estudios morfológicos de nuevos materiales, formas de partículas y otros), se observa que el MEB deja de ser solo una herramienta de investigación para científicos de distintas áreas, si no que contribuye notablemente en la solución de problemas de producción e investigación que presentan actualmente las industrias nacionales; especialmente la industria minera tanto en la exploración como recuperación de minerales.

El MEB permite realizar distintos análisis a nivel superficial como son: control de calidad del acabado morfológico de distintos materiales; usando calibres estandarizados es posible realizar mediciones a nivel microscópica y sub-microscópica; realizar análisis fractográficos y metalográficos de distintos materiales metálicos, entre otros.

De lo expuesto anteriormente podemos afirmar que el Microscopio Electrónico de Barrido de la facultad de ciencias de la UNI se encuentra en suficientes condiciones de:

- Prestar entrenamiento a distintos científicos interesados en usar esta técnica así como difundir a los futuros estudiantes tanto de post-grado y ante-grado en el conocimiento de esta herramienta.
- Usar el MEB para asistir en el análisis microscópico a los distintos materiales obtenidos por los científicos que trabajan en nuestra facultad y en los distintos laboratorios de la universidad.
- Prestar servicios de análisis por Microscopía Electrónica de Barrido a las distintas industrias.
- Alquilar el Microscopio Electrónico de Barrido a científicos que se dedican al área de investigación en física, ciencias de los materiales o salud.
- Formar parte de los equipos especiales que conforman el área analítica de nuestra facultad y de la universidad.

SUGERENCIAS

Para sacar mayor provecho de todas las bondades que se pueda obtener del MEB es necesario complementar el equipo con los siguientes accesorios:

Un sistema para el análisis de rayos X por Energía Dispersiva (detector, analizador multicanal y computadora para la adquisición procesamiento y presentación de datos), ya que actualmente el MEB HITACHI S-500 cuenta con el espacio y la electrónica básica necesaria para poder admitir a dicho sistema.

Un sistema para la detección de Electrones Retrodispersados (sistema detector y pre-amplificador), cuya adaptación al MEB, sería sencilla y sin problemas.

La continua interacción con la electrónica durante la reparación del MEB, se ha visto que es posible digitalizar la señales concernientes al procesamiento de la señal de vídeo, control de lentes y generación de señal de barrido; en este sentido se sugiere, después de digitalizar cada una de estas etapas, crear una interface y por medio de un programa, también construido, controlar al microscopio a través de una computadora. Esto tiene la ventaja de que la imagen obtenida pueda ser leída por un programa de procesamiento de imágenes y así sacarle la mayor información posible a la imagen obtenida.

Contar con un personal de mantenimiento altamente calificado.

En las condiciones actuales que se encuentra el MEB HITACHI S-500, es posible desarrollar tesis de investigación que incluyan investigación microelectrónica, investigación instrumental, técnicas especiales para la preparación de muestras.

Tener un curso sobre Microscopía Electrónica y caracterización de materiales por esta técnica para las carreras de Física, química e Ingeniería Física (a nivel de antegrado); y ciencias de los materiales (a nivel de Post-Grado).

Crear y difundir un centro de investigación por microscopía electrónica que brinde servicios de análisis tanto al área de la investigación como a nivel industrial.

Por otro lado se sugiere, ya que se cuenta con los conocimientos necesarios, la instalación del recientemente obtenido Microscopio Electrónico de Transmisión PHILIPS 300, y de esta manera fortalecer la investigación realizada en nuestra universidad.

7 BIBLIOGRAFIA

1. Joseph I. Goldstein, Dale E. Newbury, Patrick Echlin, David C. Joy, A. D. Romig Jr., Charles E. Lyman, Charles Fiori, Eric Lifshin. **Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis**. Plenum Press, New York and London, 1992.
2. Cecil E. Hall. **Introduction to Electron Microscopy**. Second Edition, McGRAW-HILL Book Company, 1963.
3. Ludwig Reimer. **Scanning Electron Microscopy, Physics of Image Formation and Microanalysis**. Editorial Board, 1985.
4. Ludwig Reimer. **Transmission Electron Microscopy, Physics of Image Formation and Microanalysis**. Editorial Board, 1984.
5. Miguel José Yacamán y José Reyes. **Microscopía Electrónica, Una visión del microcosmos**. Consejo nacional de ciencia y tecnología, Fondo de cultura económica. Primera edición, 1995, México
6. Alan W. Agar, Ronald H. Alderson y Dawn Chescoe. **Principles and practice of Electron Microscope operation**. North Holland Publishing Company. 1974.
7. Michael T. Postek, Karen S. Howard, Arthur H. Johnson and Kathlyn L. McMichael. **Scanning Electron microscopy a student's handbook**. Copyright ©1980
8. Nordén Hans and Tholén Anders. **Electron Microscopy and microanalysis**. Fysiska Institutionen Chalmers Tekniska Högskola Göteborg Sweden. Laboratoriet for Teknisk Fysik Danmarke Tekniske Højskole Lyngby Denmark, 1990.
9. Alan W. Agar, Ronald H. Alderson and Dawn Chescoe. **Principles and Practice of Electron Microscope Operation**. North-Holland Publishing Company, 1974.
10. Eugene Hecht / Alfred Zajac. **ÓPTICA**. Addison-Wesley Iberoamericana, 1986.

11. Jerry B. Marion. **Dinámica Clásica de las Partículas y Sistemas**. Segunda edición, Editorial Reverté S. A., 1975.
12. Roald K. Wagnsness. **Campos electromagnéticos**. Editorial Limusa S.A, 1993
13. **Curso Completo de Electrónica**. Volumen 1. Séptima Edición. Editorial GLEM S. A., 1980.
14. Albert Paul Malvino. **Principios de electrónica**. Cuarta edición. McGRAW-HILL Book Company, 1990.
15. Michael T. Postek, Karen Howard, Arthur Johnson y Kathlyn M^cmichael. **Scanning Electron Microscopy**. Ladd Research Industries, 1980.
16. **Instruction Manual for the Model S-500 Scanning Electron Micoscope**. September 1976.
17. **Service Manual for the Model S-500 Scanning Electron Micoscope**. 1976
18. **Pre-instalation, information and installation instrutions for SEM515 PHILIPS**. Third Edition. 1986
19. **Operating Instrutions SEM515 PHILIPS**. Third Edition. 1986
20. Philips Service Manual PW 6001 **Pumping system and control unit EM 300**. Netherlands-1972.
21. Alcides A. López Milla. **Tesis: Principios Fisicos y Aplicaciones de la Microscopia Eletrónica de Transmisión**. Universidad Nacional de Ingeniería, Facultad de Ciencias, Lima-Perú, 1995.
22. Raúl A. More. **Tesis de pre-grado: Adaptación de las resinas compuestas fluidas y condensables con una técnica mixta**. Universidad Nacional Federico Villarreal, Facultad de odontología, Lima-Perú. 2000.

23. Julio S. Morales C. **Tesis Estudio de las películas de ZnO:X** como detector de vapor de Etanol. Universidad Nacional de Ingeniería, Facultad de Ciencias, Lima-Perú. 1999.
24. Angélica Damián. **Tesis: Películas de óxidos mixtos de cobre y tungsteno obtenidos por Sol-Gel: caracterización estructural y evaluadas como sensor de vapor.** Universidad Nacional de Ingeniería, Facultad de Ciencias, Lima-Perú. 2002.
25. Edward S. Dana. **Tratado de mineralogía.** Cia. Editorial Continental. S.A. de C. V., México. Marzo de 1986.
26. James F. Shackelford. **Ciencia de materiales para ingenieros.** Tercera edición, editorial Prentice Hall Hispanoamericana, S.A. 1992
27. William D. Callister, Jr. **Ciencia e ingeniería de materiales.** Editorial Reverté, S.A. 1995.
28. American society for metals: **Fractography.** Metals Handbook Ninth Edition volumen 12. 1987.
29. B. D. Cullity. **Elements of X-Ray Diffraction.** Second Edition. Addison-Wesley Publishing Company, INC. 1978.
30. **Normas ISO/TR 11405: "Dental materiales – guidance on testing of adhesión to tooth structure"**, normas que permite estandarizar varios procedimientos en investigaciones relacionadas con la adhesión de los materiales a las estructuras dentales.
31. Nobuo Nakabayashi, David H. Pashley. **HIBRIDIZATION OF DENTAL HARD TISSUES.** Quintessence Publishing Co, Ltd. 1998
32. Juan Vargas Gallardo. **METALURGIA DEL ORO Y LA PLATA.** Segunda edición, Editorial San Marcos, Lima-Perú. 1995

33. William Blum y George B. Hogaboom **GALVANOTECNIA Y GALVANOPLASTIA**.
Tercera edición. Cia. Editorial Continental, S.A. de C.V., México. 1964.
34. Noticias de seguridad **Exposición a sustancias Particuladas**. Consejo
Interamericano de seguridad. Mayo de 1985.
35. www.red-dental.com