



Izasa Scientific

A Werfen Company

I Seminario Teórico-Práctico de Microscopía Electrónica de Barrido Aplicada a la Caracterización de Materiales: **FUNDAMENTOS DE LA MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO**

Kanazawa Toshiyuki,

JEOL SEM application engineer

Alfonso Cárdenas,

Responsable de Microscopía Electrónica

Juan G. Rodríguez Madrid, PhD

Sales Specialist Microscopía Electrónica

Conocimiento Compartido



PROGRAMA DEL SEMINARIO

Lunes 14 de enero de 2019

9:00-11:00 Parte teórica: Fundamentos de la Microscopía Electrónica de Barrido. Potencial y posibilidades del equipo JEOL JSM 7800F del SCAI.
Profesorado: Personal de Izasa/Jeol.

11:30-13:30 Parte práctica (Grupo 1): Manejo básico del microscopio electrónico de barrido JEOL JSM 7800F.

15:30-17:30 Parte práctica (Grupo 2): Manejo básico del microscopio electrónico de barrido JEOL JSM 7800F.

17:30-19:30 Parte práctica (Grupo 3): Manejo básico del microscopio electrónico de barrido JEOL JSM 7800F.

Profesorado: Personal de Izasa/Jeol y D. Francisco Gracia Alfonso (responsable de la técnica en el SCAI).

INDICE

SEM: Conceptos básicos

Historia de la Microscopía Electrónica

Teoría de la microscopía electrónica de barrido

Obtención de imágenes en un SEM

Aplicaciones

INDICE

SEM: Conceptos básicos

Historia de la Microscopía Electrónica

Teoría de la microscopía electrónica de barrido

Obtención de imágenes en un SEM

Aplicaciones

SEM: Microscopio Electrónico de Barrido

- El **microscopio SEM** es un tipo de microscopio electrónico que se utiliza para observar muestras en volumen (“bulk”) con un **haz de electrones** focalizado y muy estrecho en un área rectangular de dicha muestra
- Los electrones incidentes interaccionan con los átomos de la muestra produciendo señales que contienen **información topográfica, de composición** y de otros tipos de propiedades de la superficie de la muestra
- Incorporando detectores (EDS, WDS, etc) el equipo puede pasar a ser también **analítico**

EDS: Energy dispersive X-ray spectrometer

WDS: Wave-length dispersive X-ray spectrometer

SEM: Componentes principales

- **CAÑÓN DE ELECTRONES**

- Emisión de campo
- Termo-iónico

Wolframio / LaB₆

- **COLUMNA**

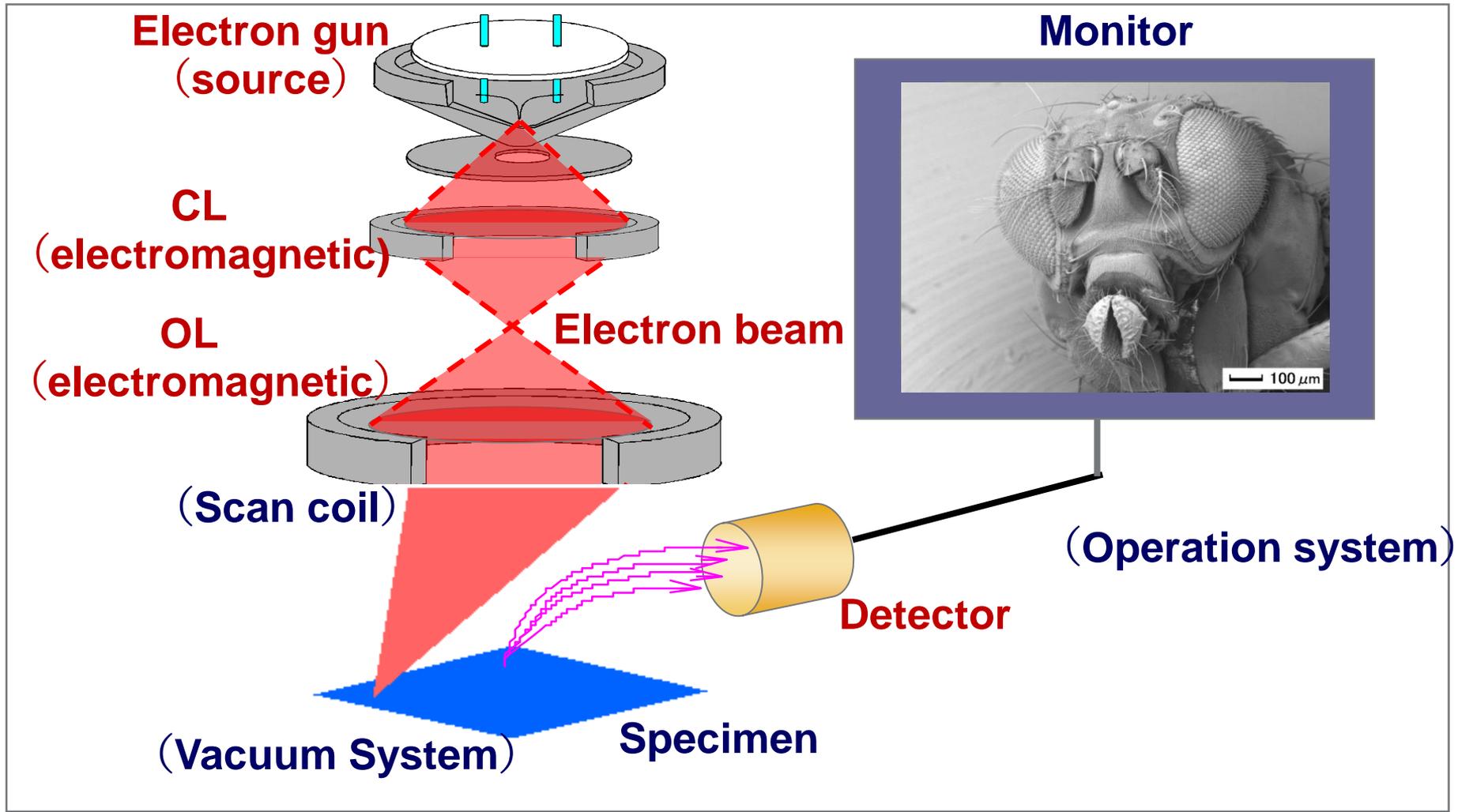
- Lente Condensadora
- Bobinas de barrido
- Lente Objetivo

- **CÁMARA DE MUESTRAS**

- Detectores de Electrones
- Platina portamuestras
- Puertos de entrada de accesorios
- Motorización

- **Sistema de vacío**

SEM: Componentes principales



SEM: M. Óptica vs M. Electrónica

ÓPTICA

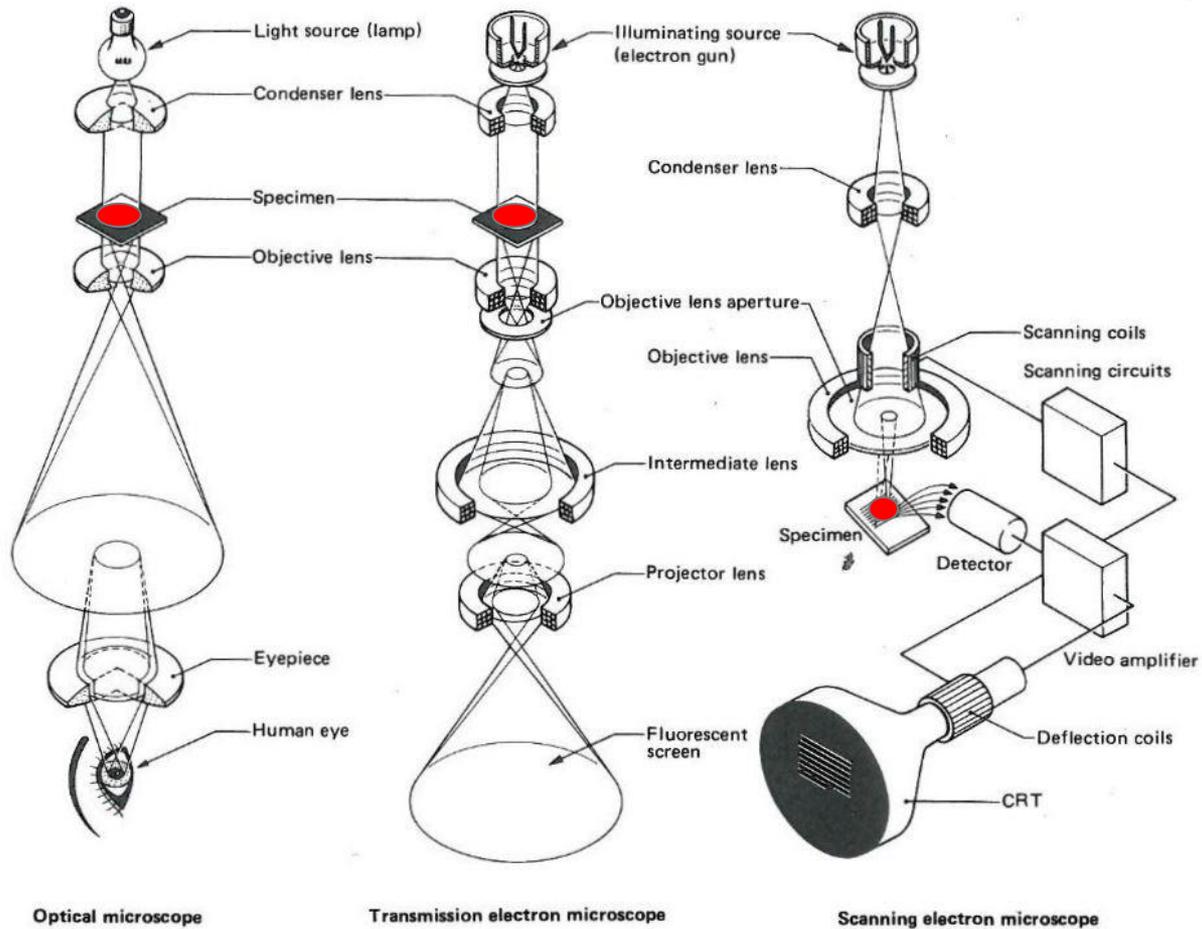
- Sistema de iluminación
- Lente condensadora
- Lente objetivo
- Ocular/Cámara
- Platina Manual/Motor

ELECTRÓNICA

- Cañón de Electrones
- Lente condensadora
- Lente objetivo
- Monitor
- Cámara de muestras
- Platina Manual/Motor

SEM: M. Óptica vs M. Electrónica

1-3



SEM: M. Óptica vs M. Electrónica

Profundidad de foco

Mag	Depth of Field	
	Optical Microscopy	SEM
10X	~250 μm	~1000 μm
1200X	~0.08 μm	
10,000X		~10 μm



Imagen con MO

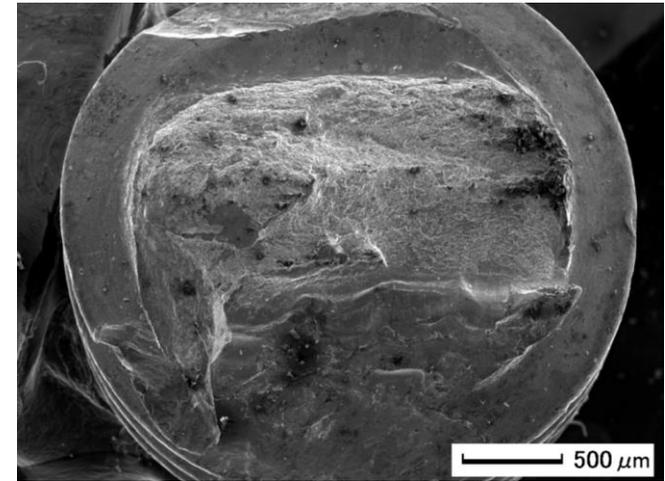
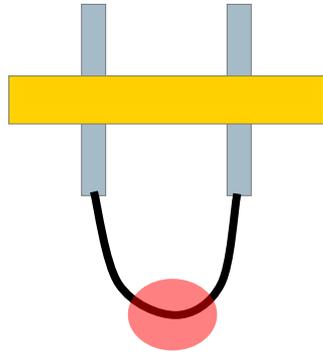


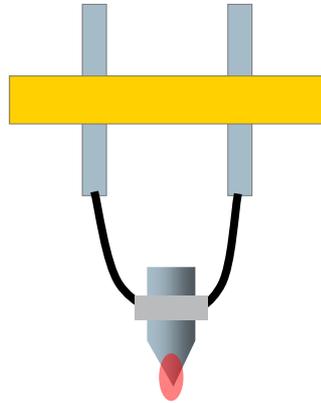
Imagen SEM

Muestra: Superficie rotura de tornillo

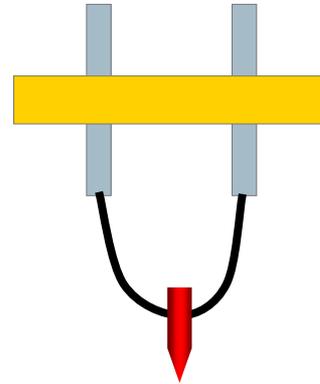
SEM: Fuente de electrones



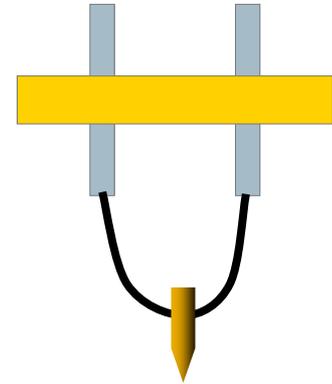
W- hairpin filament



LaB6



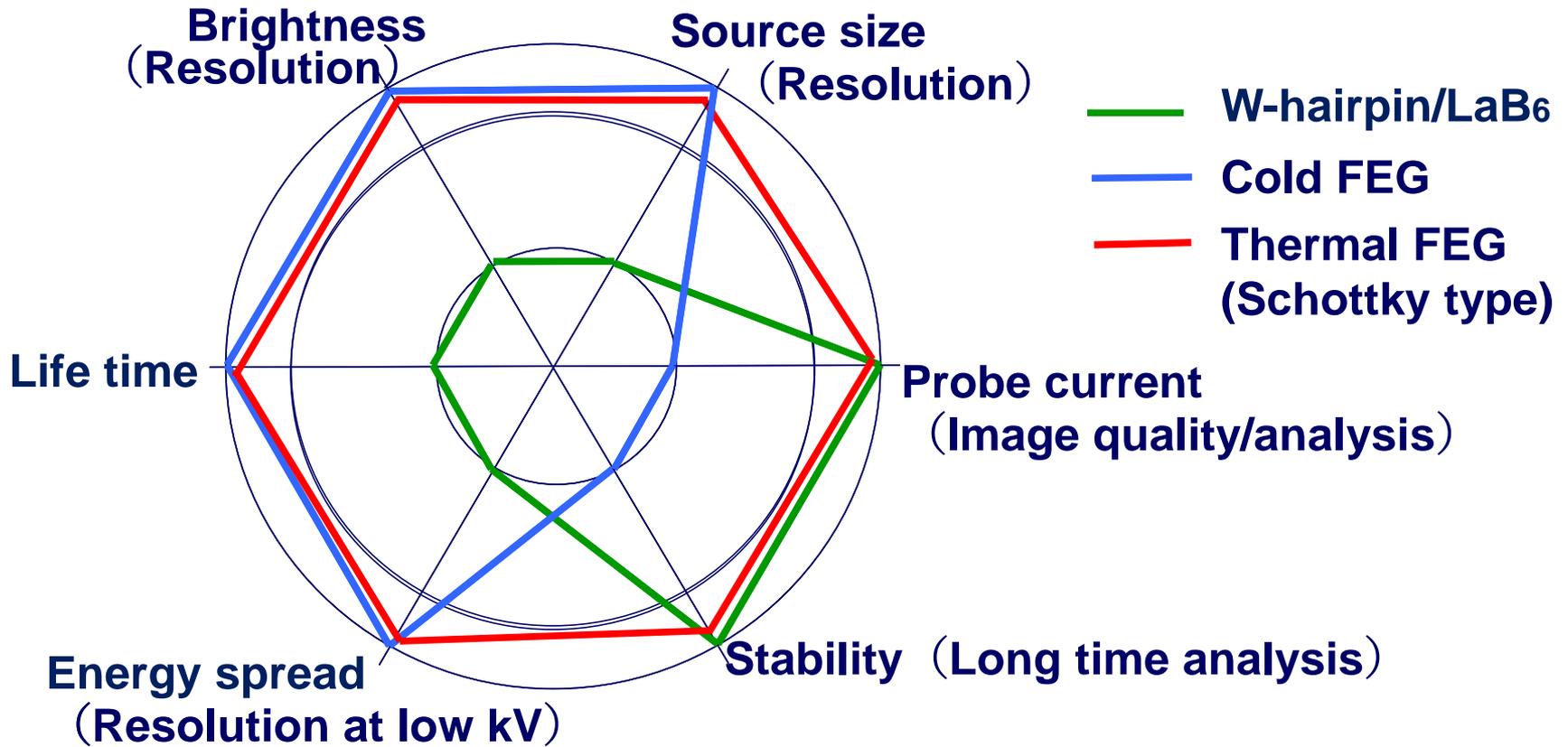
Thermal FEG



Cold FEG

Type	Source size	Brightness	Energy spread	Temperature	Life time	Vacuum
W-hairpin filament	15~20 μm	10^5	3~4eV	2800K	50h	10^{-3}Pa
LaB6	10 μm	10^6	2~3	1900K	500h	10^{-5}Pa
Thermal FEG	15~20nm	10^8	0.7~1	1800K	Few years	10^{-7}Pa
Cold FEG	5~10nm	10^8	0.3	300K (Room)	Few years	10^{-8}Pa

SEM: Fuente de electrones



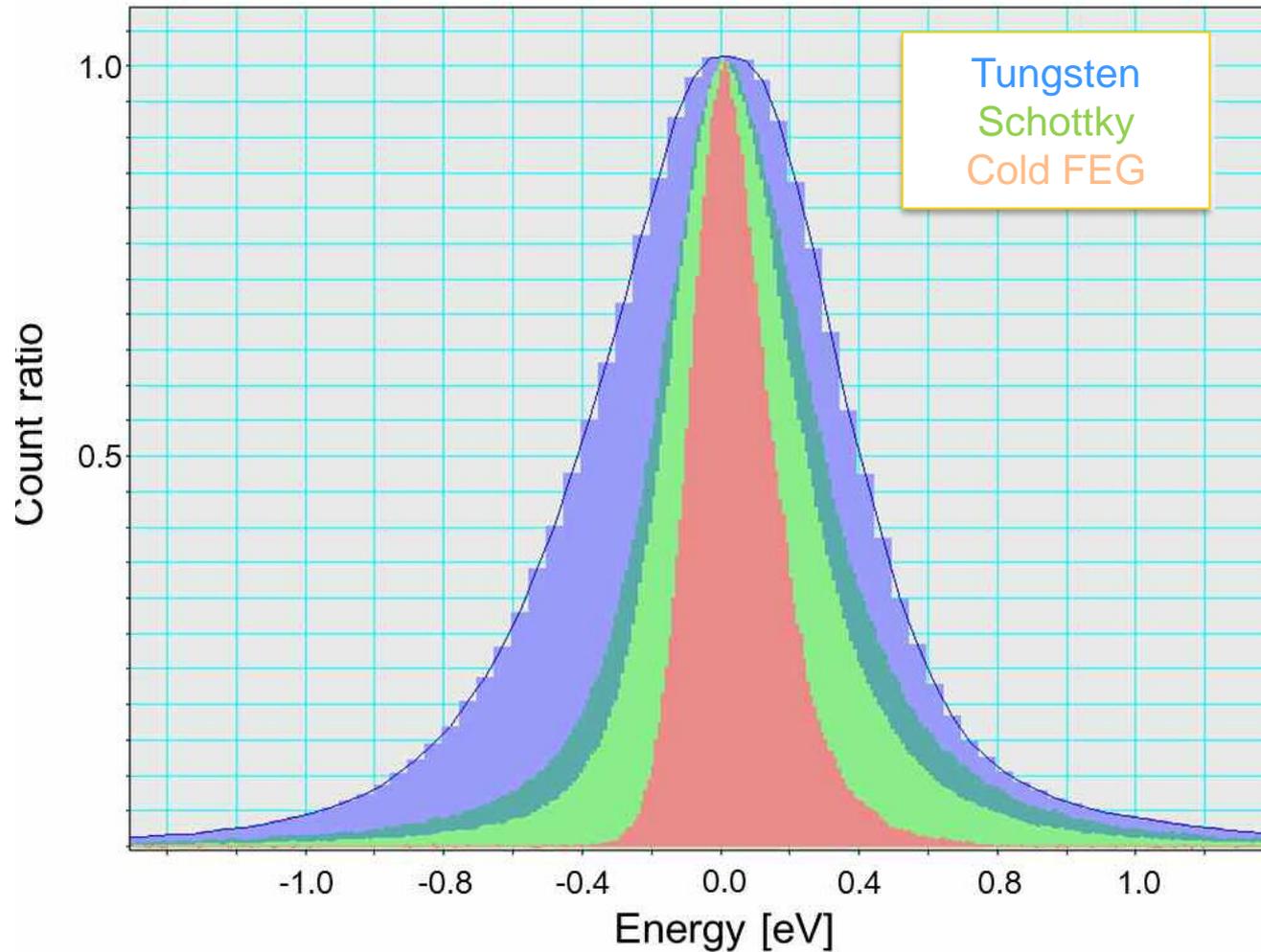
W-hairpin/LaB₆ : Multi purpose

Cold FEG : High-resolution imaging + EDS

Thermal FEG : High-resolution imaging + Multipurpose

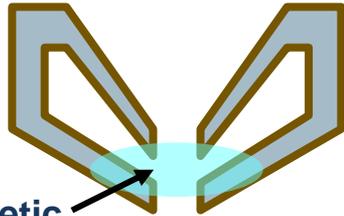
SEM: Fuente de electrones

Patrón de emisión de electrones:

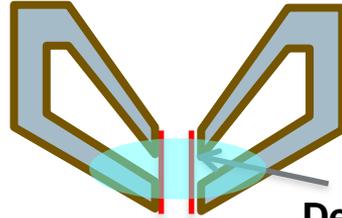


SEM: Lente objetivo

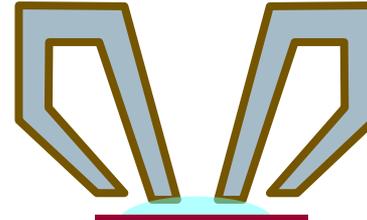
Out lens



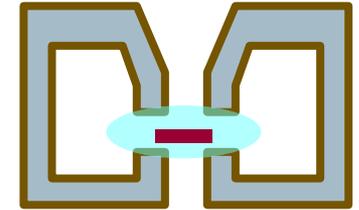
Electro static



Semi in-lens



In-lens



Magnetic field

specimen

Decelerating electrode

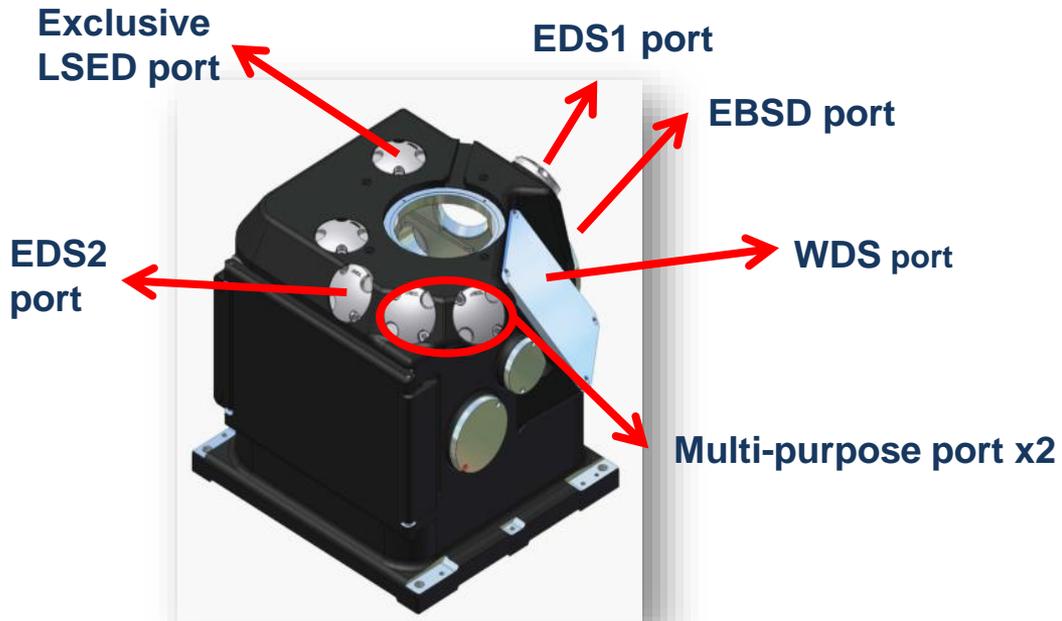
- Conventional OL for SEM
- No magnetic flux on specimen
- No problem with magnetic specimens
- Good for multi purpose

- Short focal length
- **Small Cs and Cc**
- High resolution at low kV
- **No Problem with magnetic specimens**

- Short focal length
- Specimen is in a strong magnetic flux
- **Small Cs and Cc**
- High resolution at low kV
- Problem with magnetic specimens

- Short focal length
- Specimen is in a strong magnetic flux
- **Small Cs and Cc**
- High resolution at low and high kVs
- Problem with magnetic specimens
- Limited specimen size

SEM: Cámara de muestras



SEM: Sistemas de vacío

- Sistemas emisión termo iónica
 - Bomba rotativa/scroll para vacío previo
 - Bomba difusora/turbo para cañón, columna y cámara de muestras
 - Si se usa LaB₆, el cañón tiene que estar bombeado por bomba iónica
- Sistemas emisión por efecto campo
 - Bomba rotativa/scroll para vacío previo.
 - Bombas iónicas en el cañón
 - Bombas difusoras/ turbo en columna y cámara de muestras

INDICE

SEM: Conceptos básicos

Historia de la Microscopía Electrónica

Teoría de la microscopía electrónica de barrido

Obtención de imágenes en un SEM

Aplicaciones

Historia de la Microscopía Electrónica

1931 : Development of TEM

M. Knoll and E. Ruska (Germany)

1935 : The first SEM (Origin of SEM)

M. Knoll (Germany)

1938 : The first SEM with electromagnetic lenses (STEM)

M. vonArdenne (Germany)

1942 : The first SEM for bulk specimen observation

V.K. Zworykin (USA)

1948~59 : Basic researches of SEM

C.W. Oatley Lab. of Cambridge Univ. (UK)

1965 : The first commercialized SEM

Cambridge Scientific Instrument (UK)

JEOL (Japan)



Historia de la Microscopía Electrónica

Origen del SEM por M. Knoll (1935)

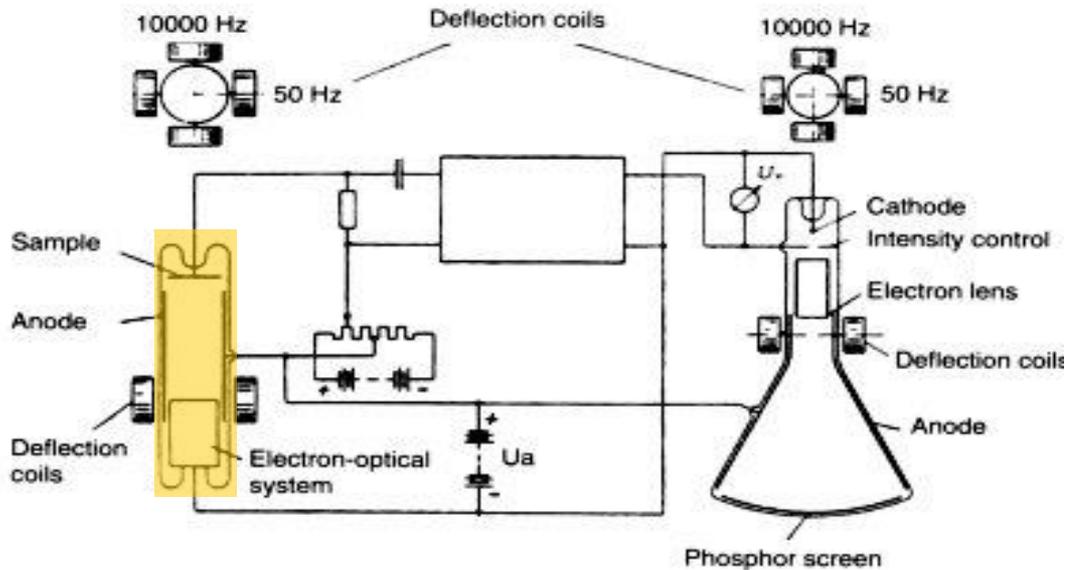


FIG. 2 Schematic diagram of Knoll's (1935) electron-beam scanner.

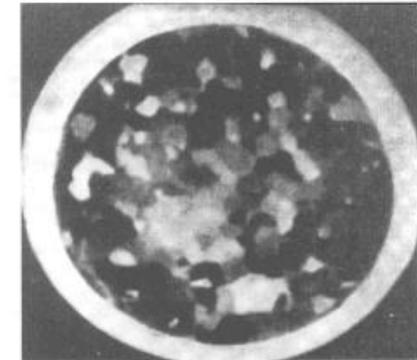


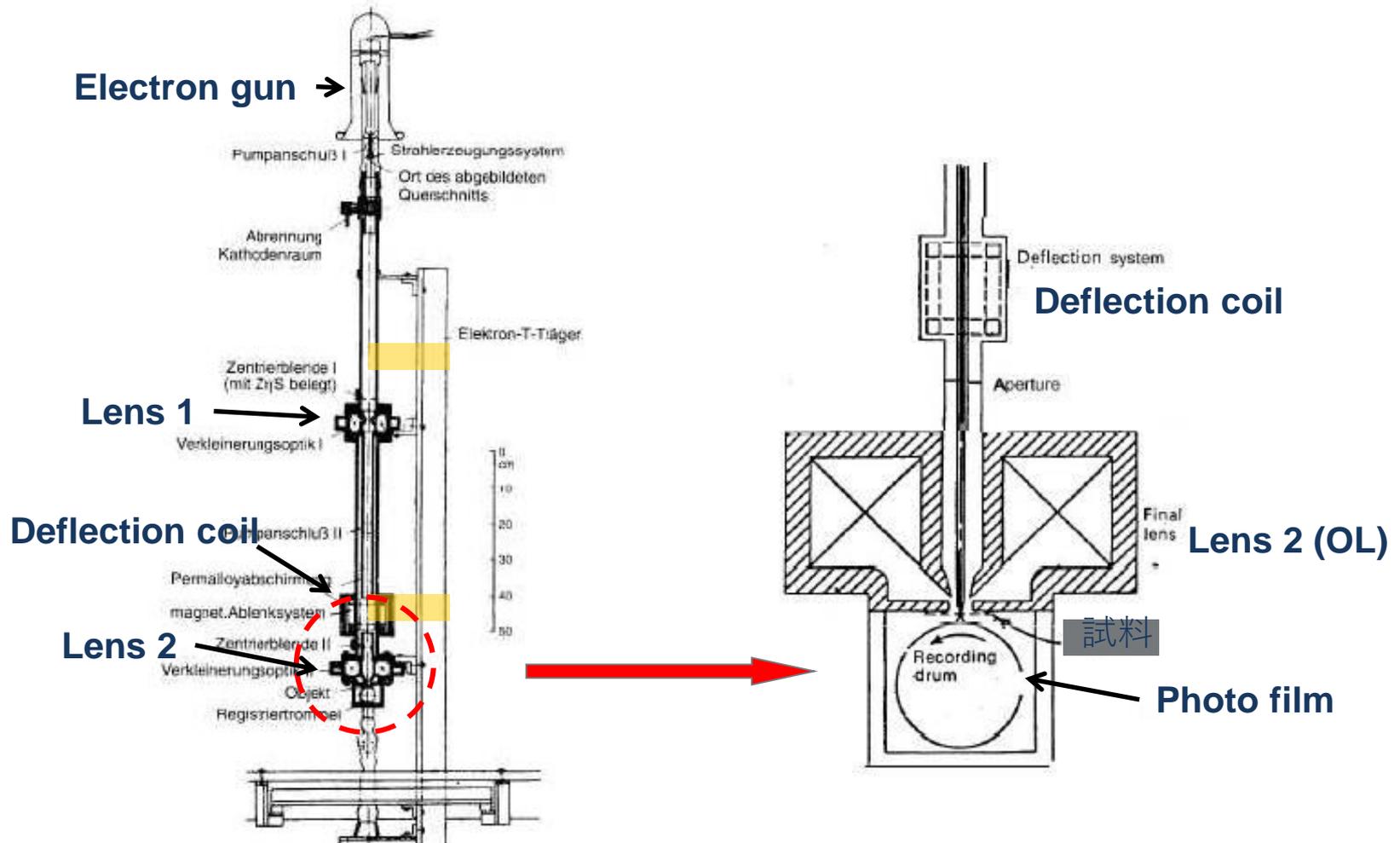
FIG. 3 Electron-beam scanner image of silicon iron showing electron channeling contrast; horizontal field width = 50 mm. (Knoll 1935).

Imagen de una aleación de silicio-hierro
Resolución: $\sim 100\mu\text{m}$

- Equipo desarrollado para investigar el material utilizado en los tubos de las Televisiones
- Voltaje de aceleración: 500 ~ 4000V.
- Detectaba la corriente de electrones absorbidos para realizar la imagen
- Diámetro del haz: $100\mu\text{m}$ aprox.

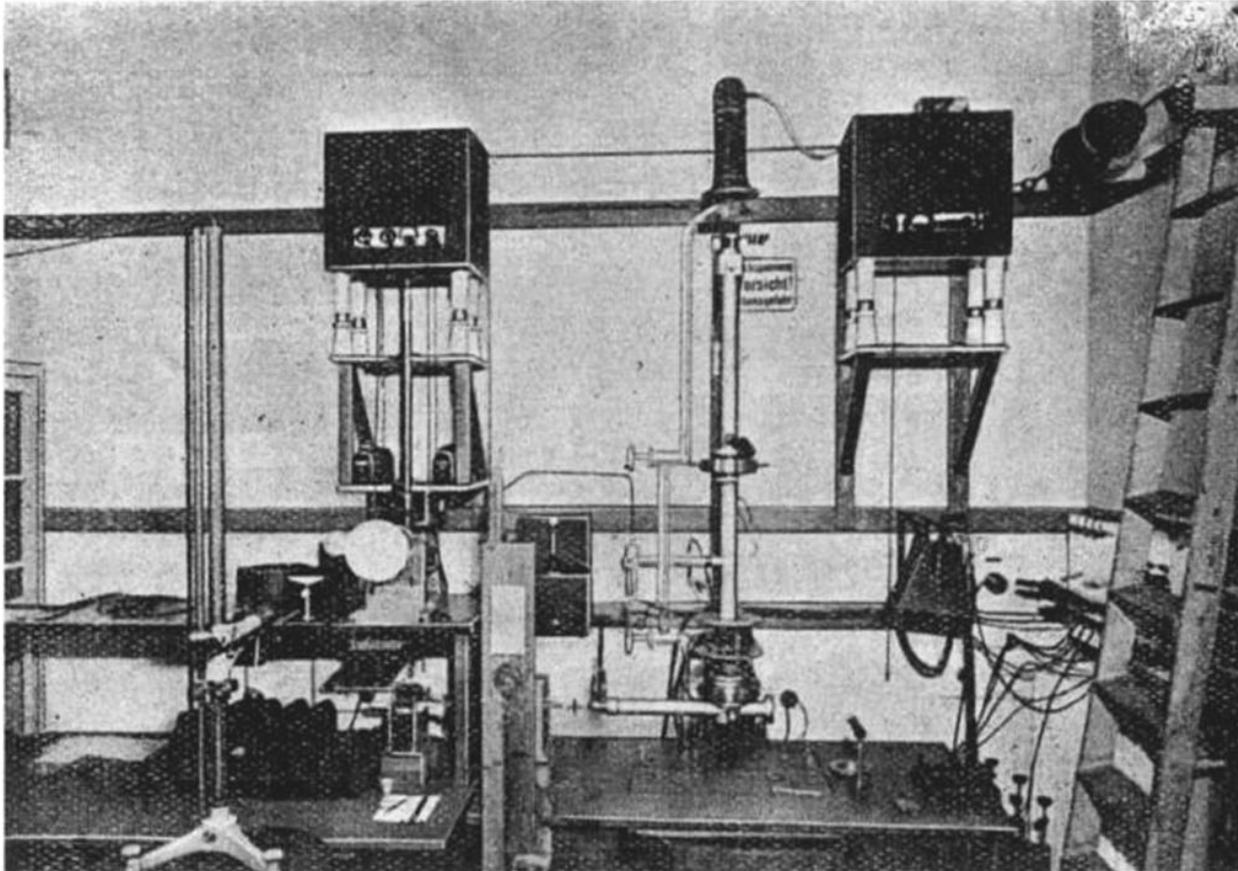
Historia de la Microscopía Electrónica

Primer STEM por V. Ardenne (1938)



Historia de la Microscopía Electrónica

Primer STEM por V. Ardenne (1938)



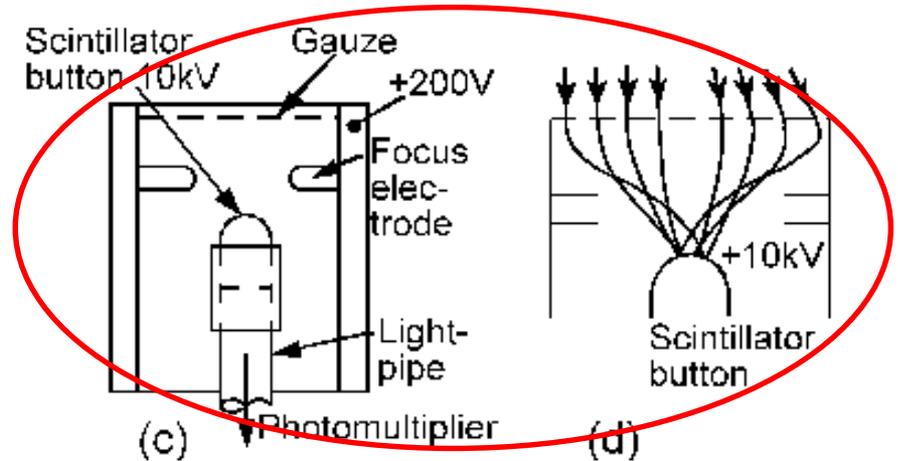
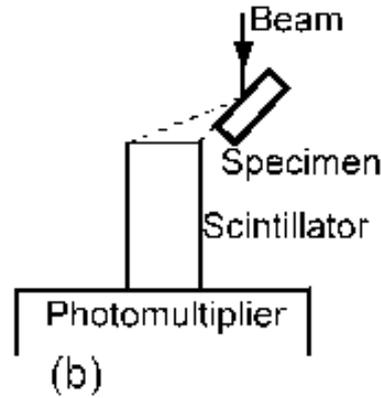
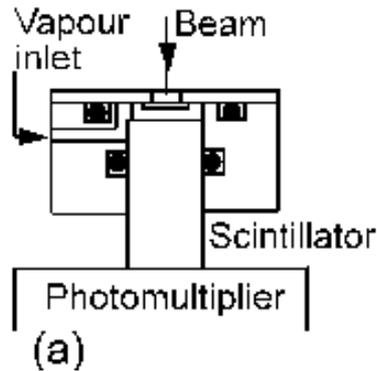
Historia de la Microscopía Electrónica



Sir. C. Oatley junto con sus estudiantes (90 cumpleaños)

Historia de la Microscopía Electrónica

Detector Everhart-Thornley (1960)



Evolución de los detectores:

- (a) Arreglo de Oatley para detectar electrones transmitidos a través de una célula ambiental
- (b) Detector BSE desarrollado por Wells
- (c) **Detector SE desarrollado por Everhart**
- (d) **Trayectorias de los electrones, desarrolladas por Thornley**

Historia de la Microscopía Electrónica

Primeros SEM comerciales

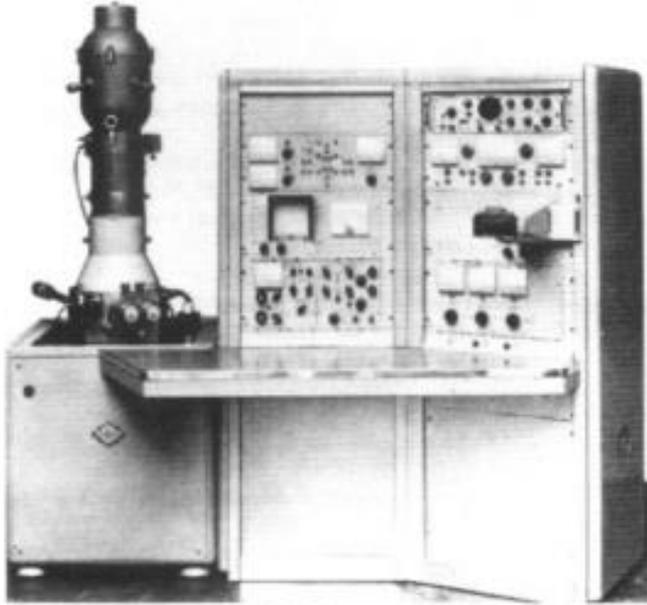


FIG. 14 The prototype of the first Stereoscan SEM, supplied by the Cambridge Instrument Company to the duPont Company, U.S.A. (Stewart and Snelling 1965). Courtesy of Leica Ltd.

Cambridge Stereoscan (1965)



Historia de la Microscopía Electrónica



JSM-U3 (1969)



JSM-50A (1972)



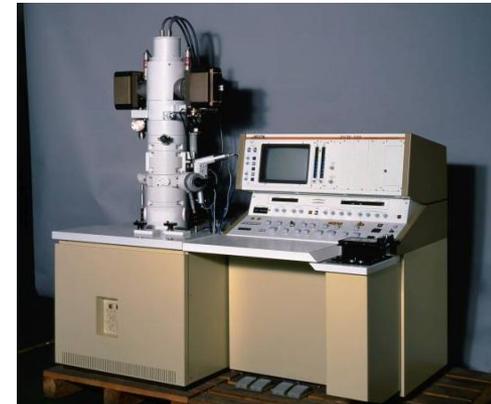
JFSM-30 (1974) – First FEG



JSM-35 (1974)



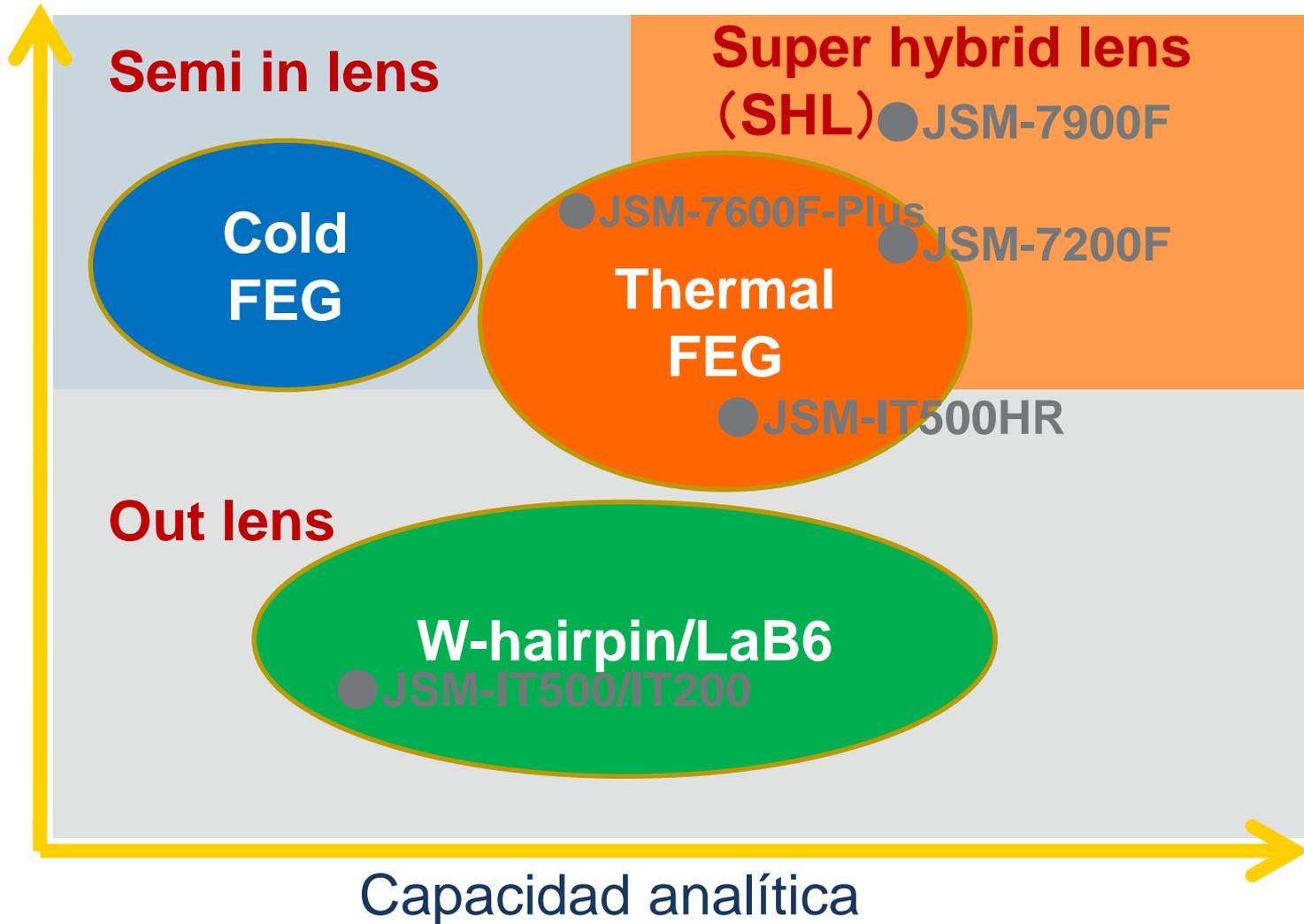
JSM-840 (1982)



JSM-890 (1987)

Historia de la Microscopía Electrónica

Resolución



INDICE

SEM: Conceptos básicos

Historia de la Microscopía Electrónica

Teoría de la microscopía electrónica de barrido

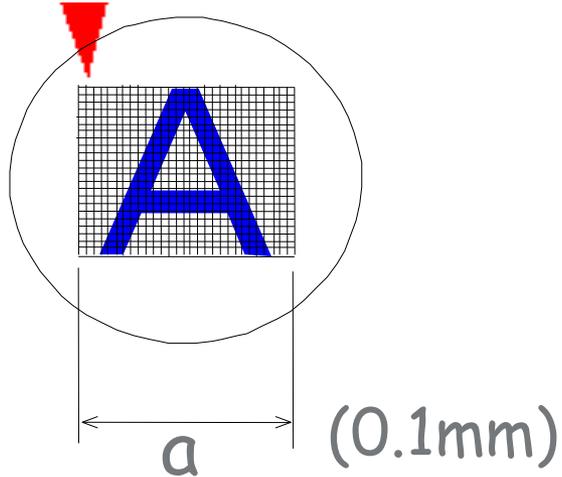
Obtención de imágenes en un SEM

Aplicaciones

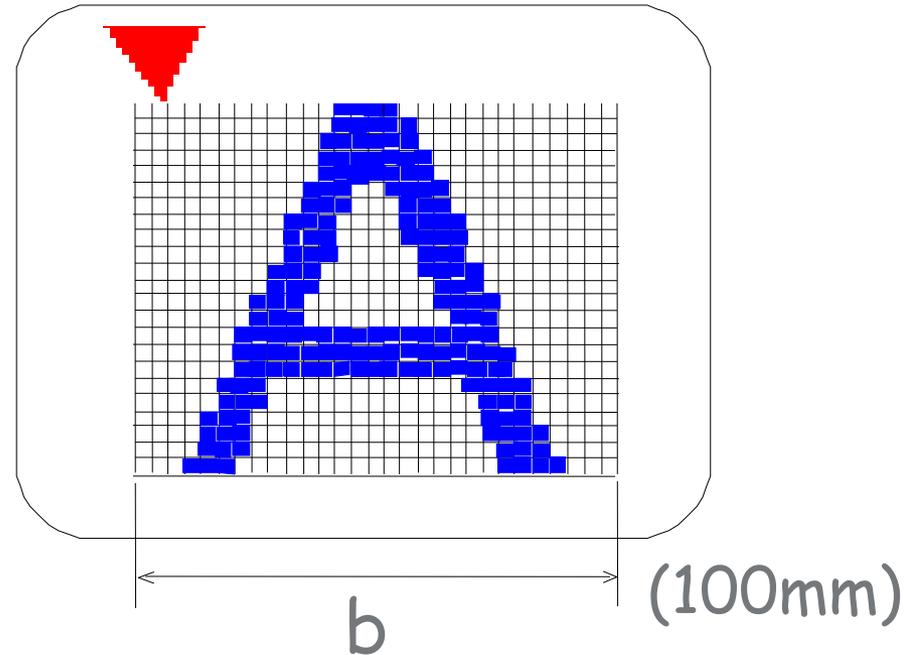
Teoría de la Microscopía Electrónica:

Magnificación

Muestra



Imagen

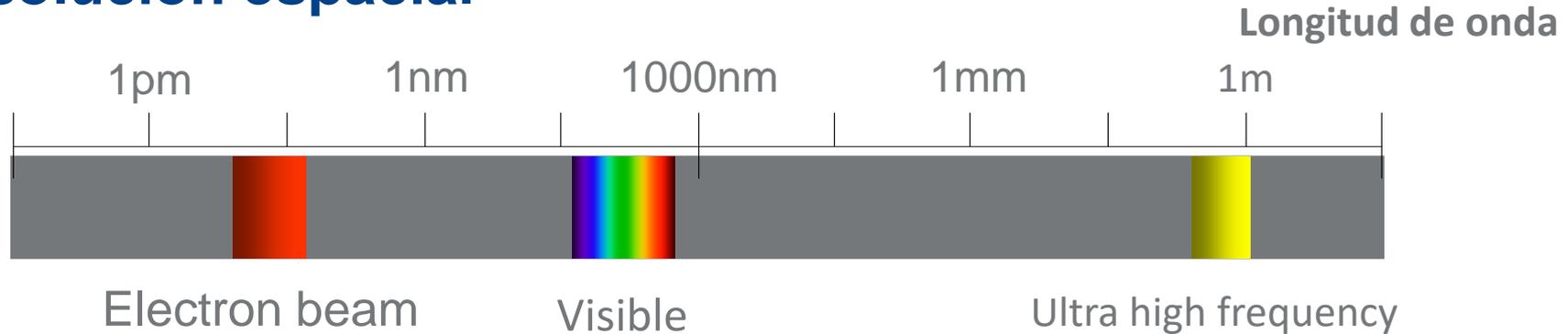


Magnificación
: $M = b/a$

$$= \frac{100}{0.1} = 1000$$

Teoría de la Microscopía Electrónica:

Resolución espacial



$$\delta = \frac{\lambda}{2 AN}$$

$$P_{lim} = C_s^{1/4} \lambda^{3/4}$$

Diámetro del punto de iluminación:

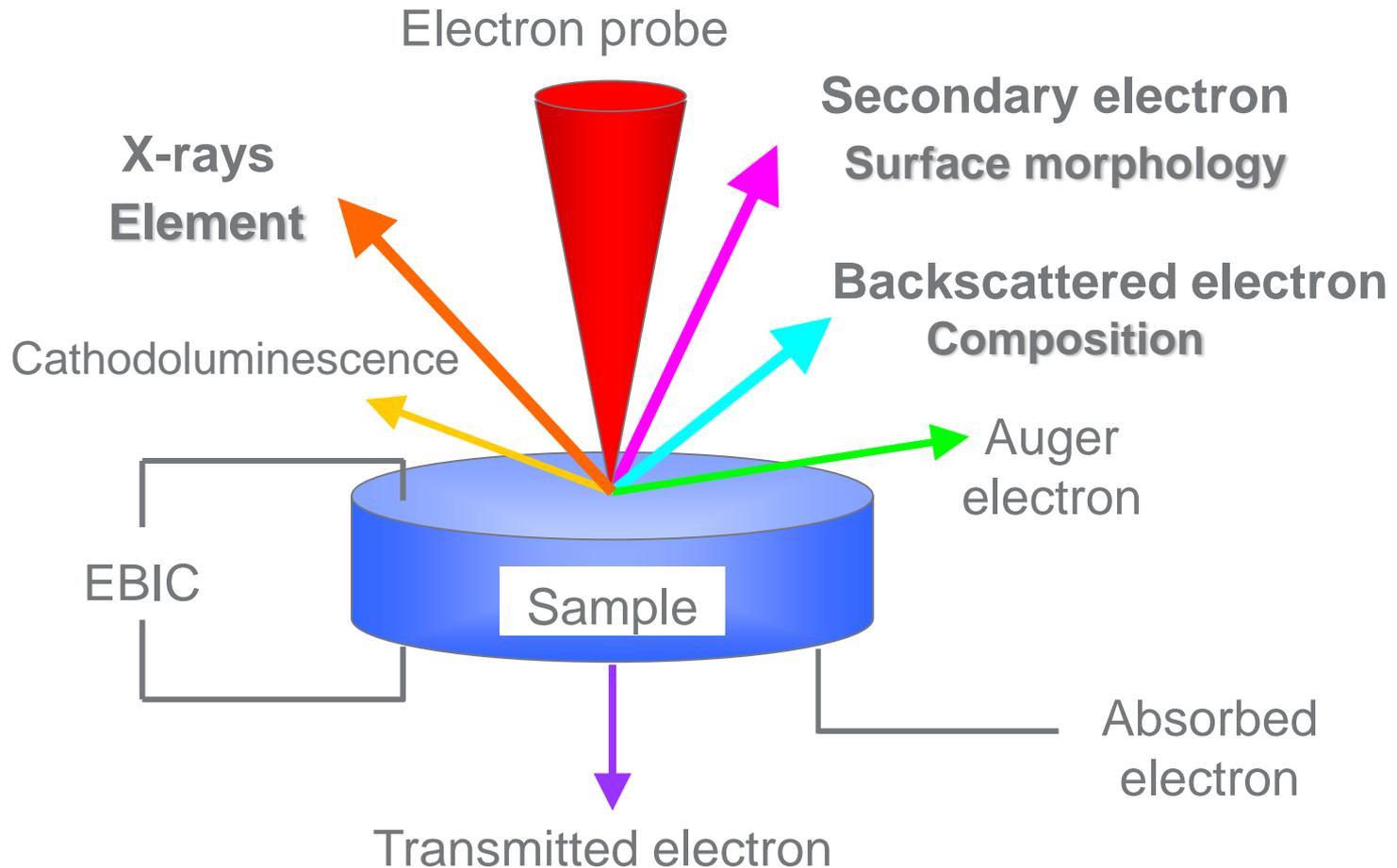
$$d_p = (d_G^2 + d_d^2 + d_c^2 + d_c^2 + d_a^2)^{1/2}$$

Luz Visibe: 400 nm a 760 nm
UHF TV: 100 mm a 1 m
e⁻ a 30kV: 0.00701 nm
e⁻ voltaje at 1kV: 0.037 nm

Aberraciones lentes:
Astigmática
Esférica
Cromática

Teoría de la Microscopía Electrónica

Respuesta de la muestra al haz de electrones



Teoría de la Microscopía Electrónica

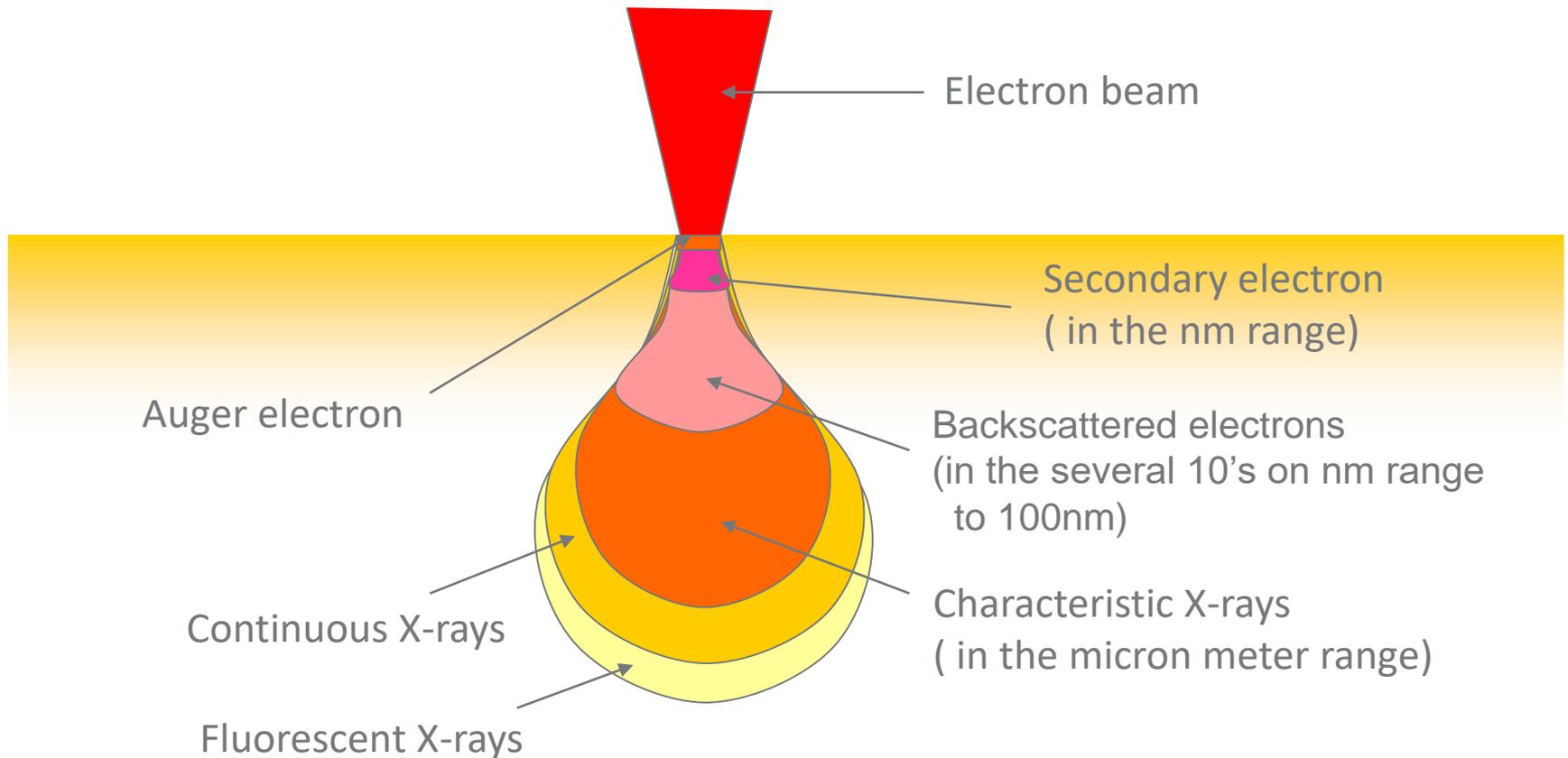
Respuesta de la muestra al haz de electrones

Dispersión elástica: se modifican las trayectorias del haz de electrones dentro del espécimen sin alterar la energía cinética de los electrones (electrones retrodispersos)

Dispersión inelástica: existe una transferencia de energía al espécimen que conducen a la generación de electrones secundarios, electrones Auger, radiación EM, fonones, plasmones, etc.

Teoría de la Microscopía Electrónica

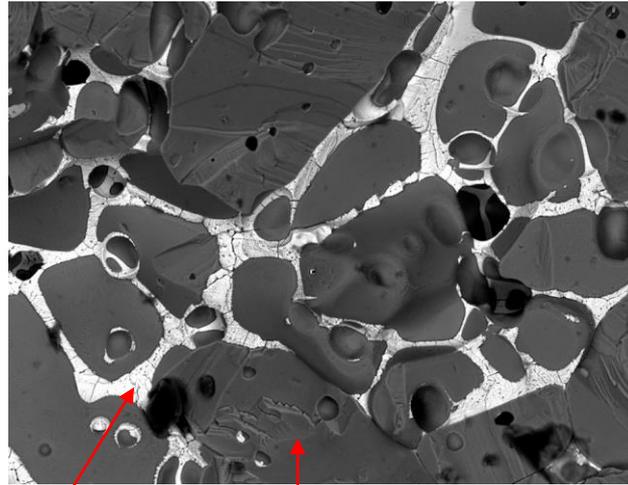
Volumen de interacción



By Goldstein

Teoría de la Microscopía Electrónica

Imágenes SEM:

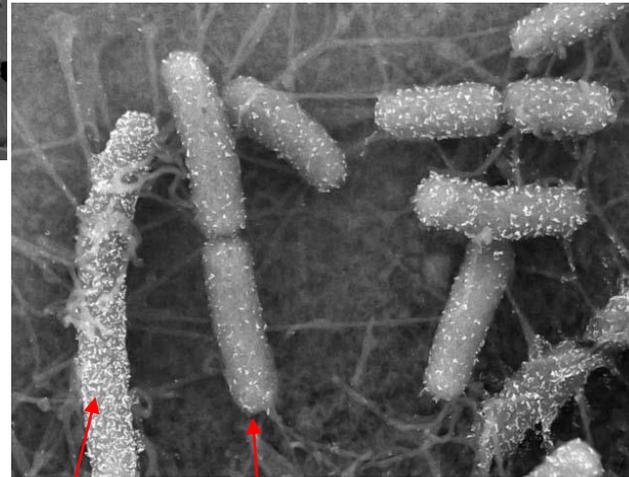


BaO

TiO₂

Imagen de electrones retrodispersados: Cerámica

Imagen de electrones secundarios: Bacteria

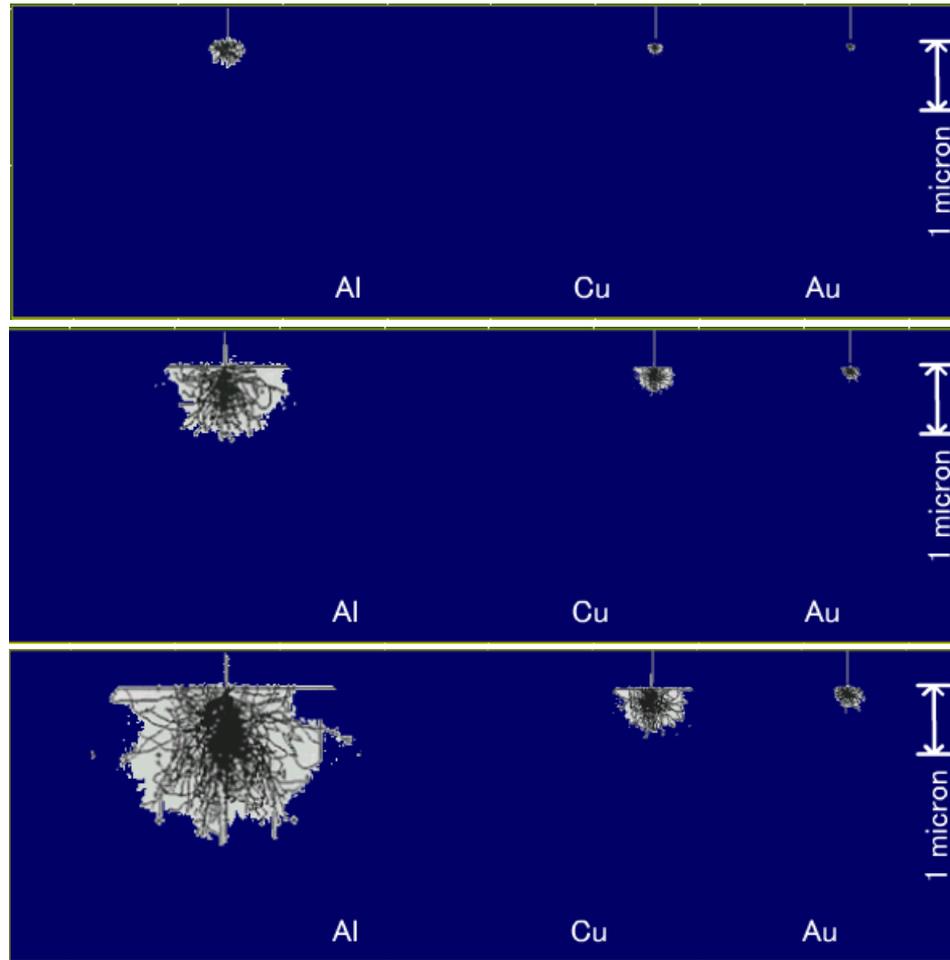


Colloidal Gold
(white particles)

Bacteria

Teoría de la Microscopía Electrónica

Volumen de interacción:



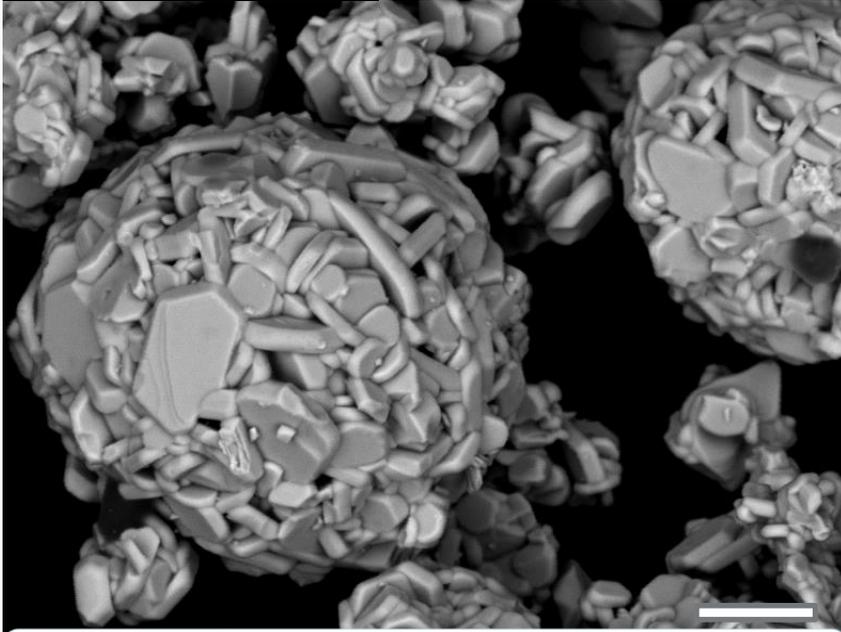
5 kV

10 kV

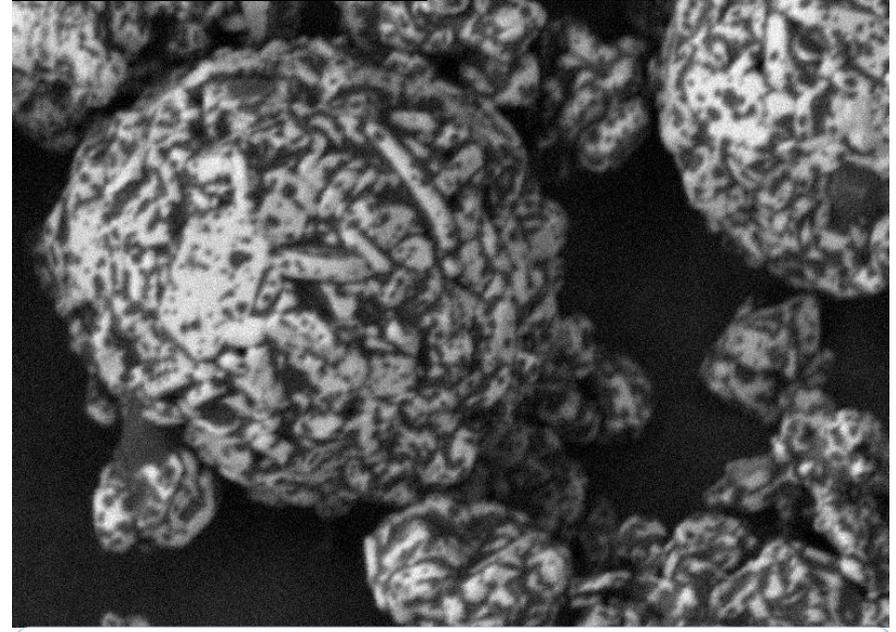
15 kV

Teoría de la Microscopía Electrónica

Volumen de interacción:



At 15kV thin organic film is not visible.
(BSE composition image)

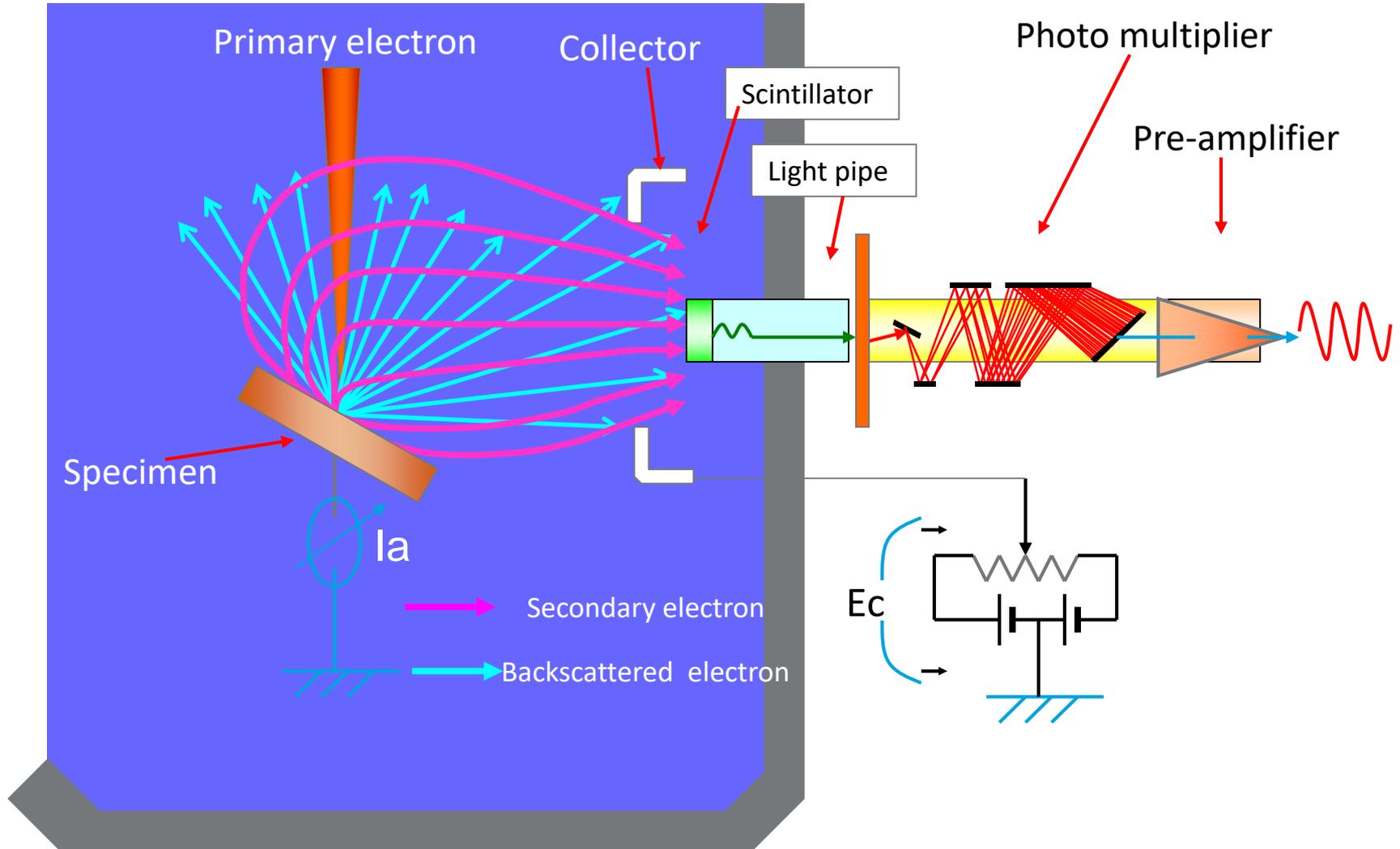


A thin organic layer covering the surface of ferrite is more clearly observed at 5kV. (BSE composition image)

La información superficial se recoge mejor a bajo kilovoltaje.

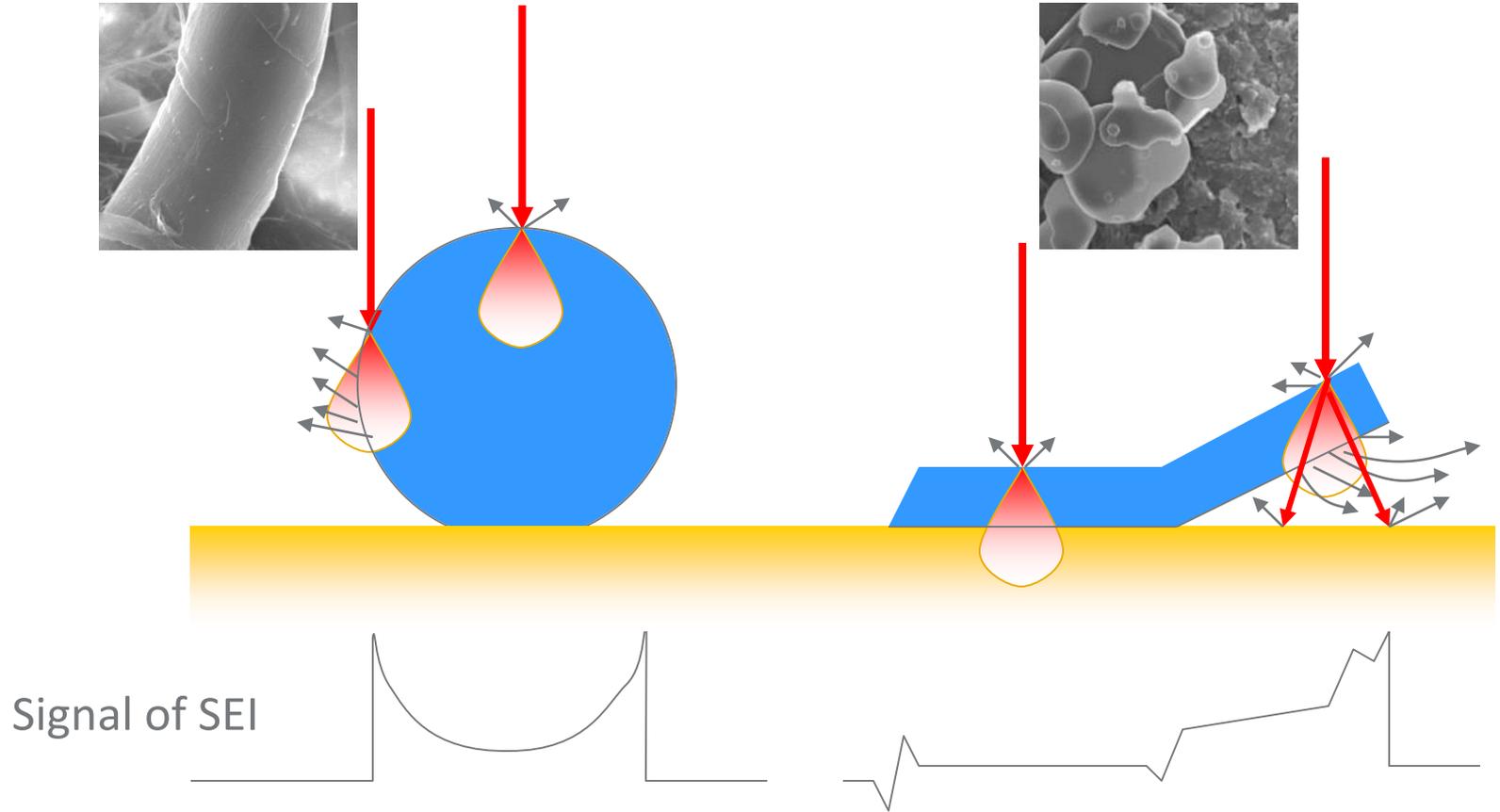
Teoría de la Microscopía Electrónica

Imágenes SEM: Detector SE



Teoría de la Microscopía Electrónica

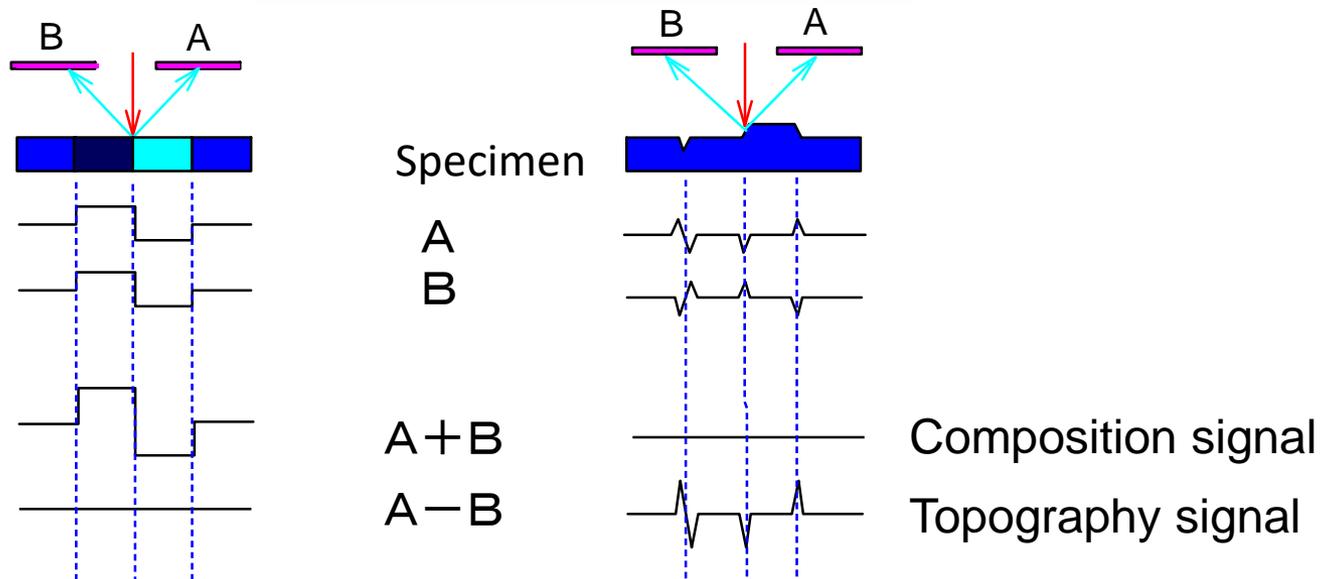
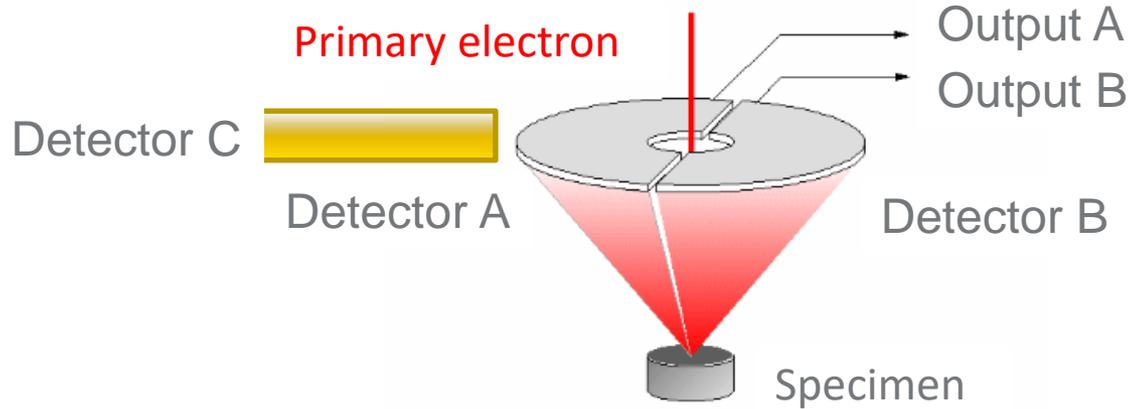
Imágenes SEM: Contraste Imagen SE



La emisión de electrones secundarios por la muestra depende enormemente del ángulo de incidencia de haz en la superficie de la muestra

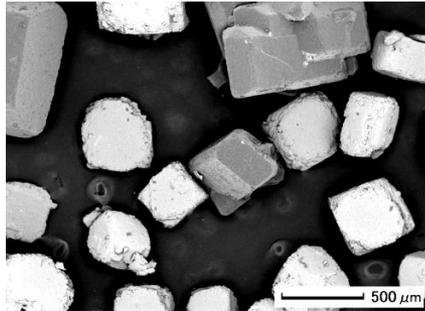
Teoría de la Microscopía Electrónica

Imágenes SEM: Detector BSE

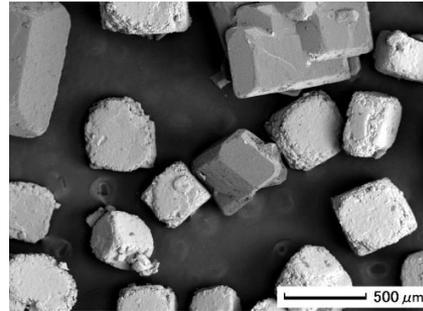


Teoría de la Microscopía Electrónica

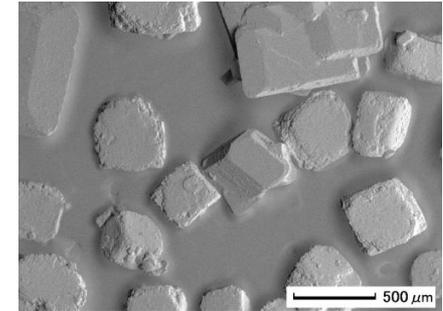
Imágenes SEM: Contraste imagen BSE



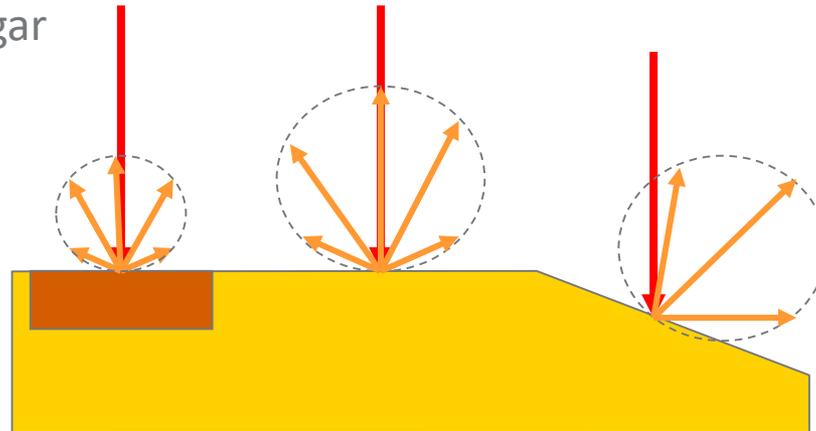
Composition image
Salt and sugar



Shadow image



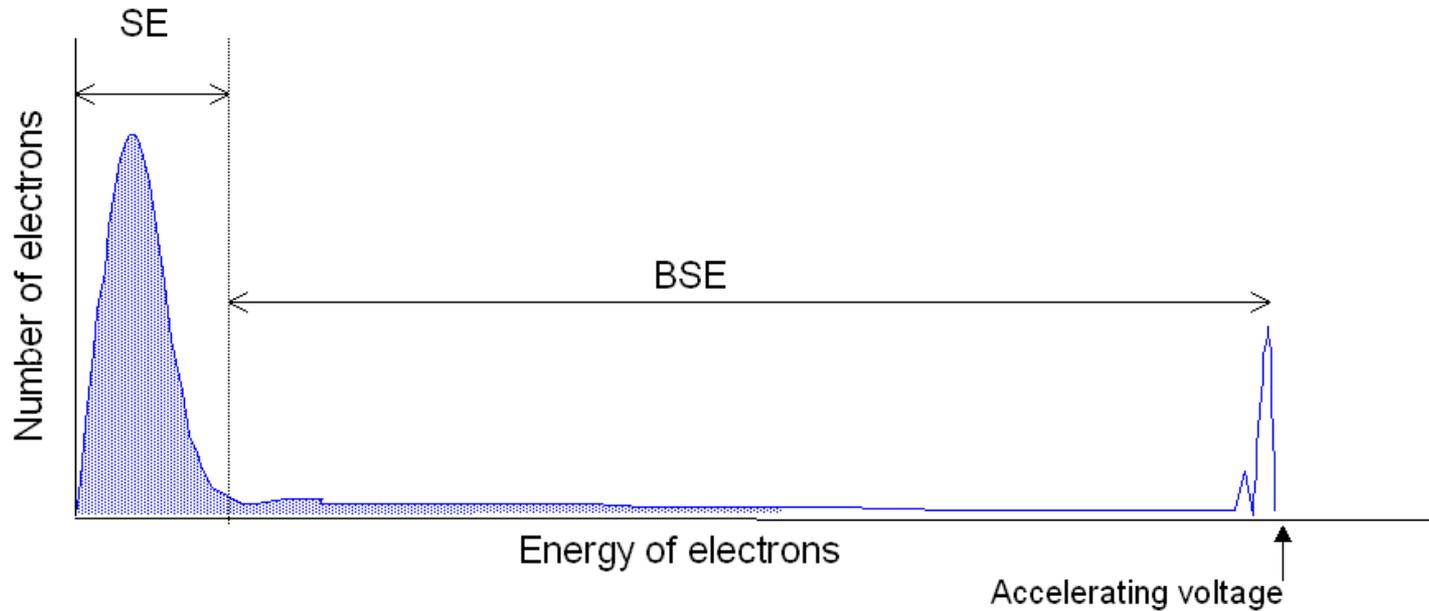
Topography image



La imagen de electrones retrodispersados depende de la media del número atómico y la densidad de los elementos que componen la muestra

Teoría de la Microscopía Electrónica

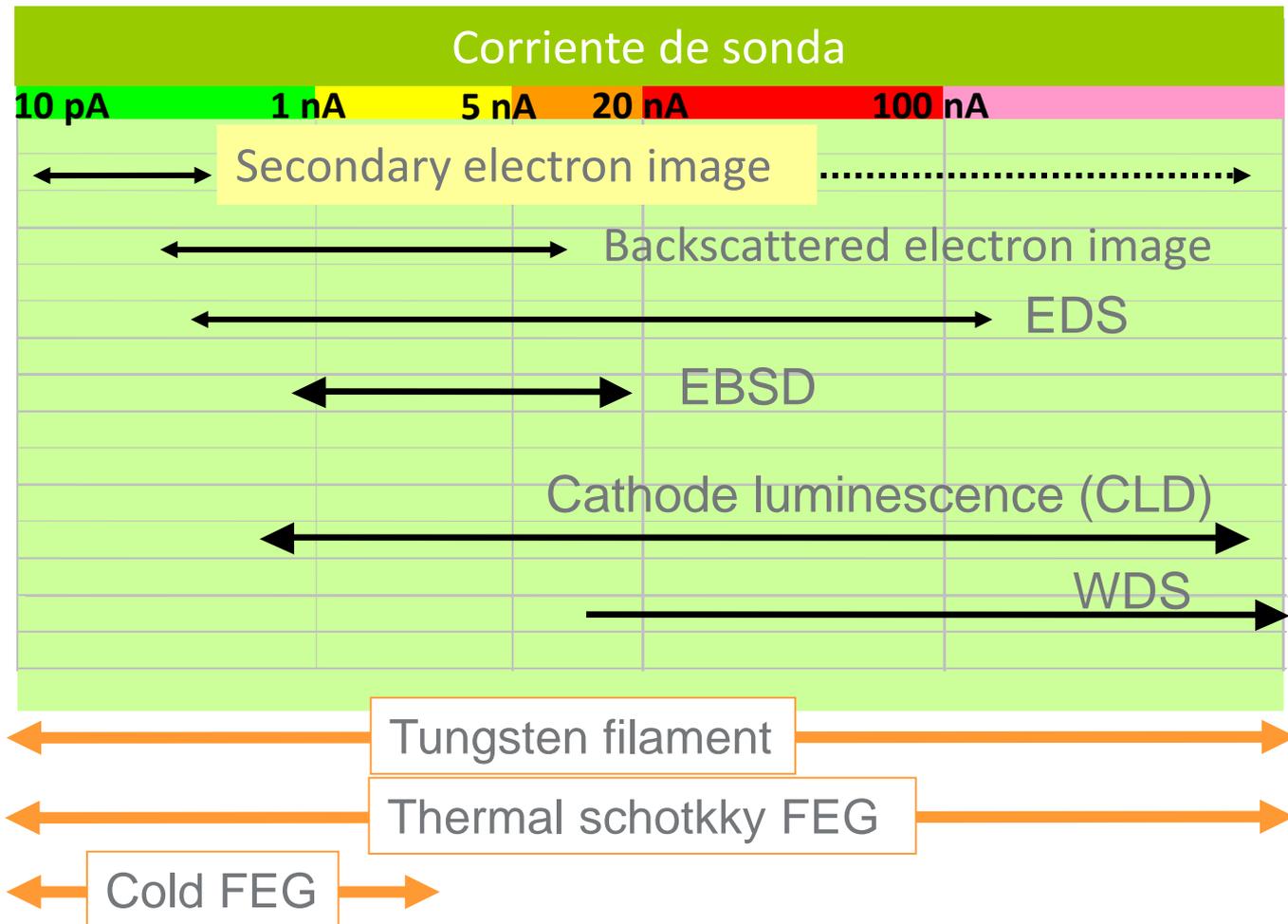
Espectro de Energía de señales SEM:



La Señal SE es la más intensa (colisiones inelásticas)
La señal BE es la más energética (colisiones elásticas)

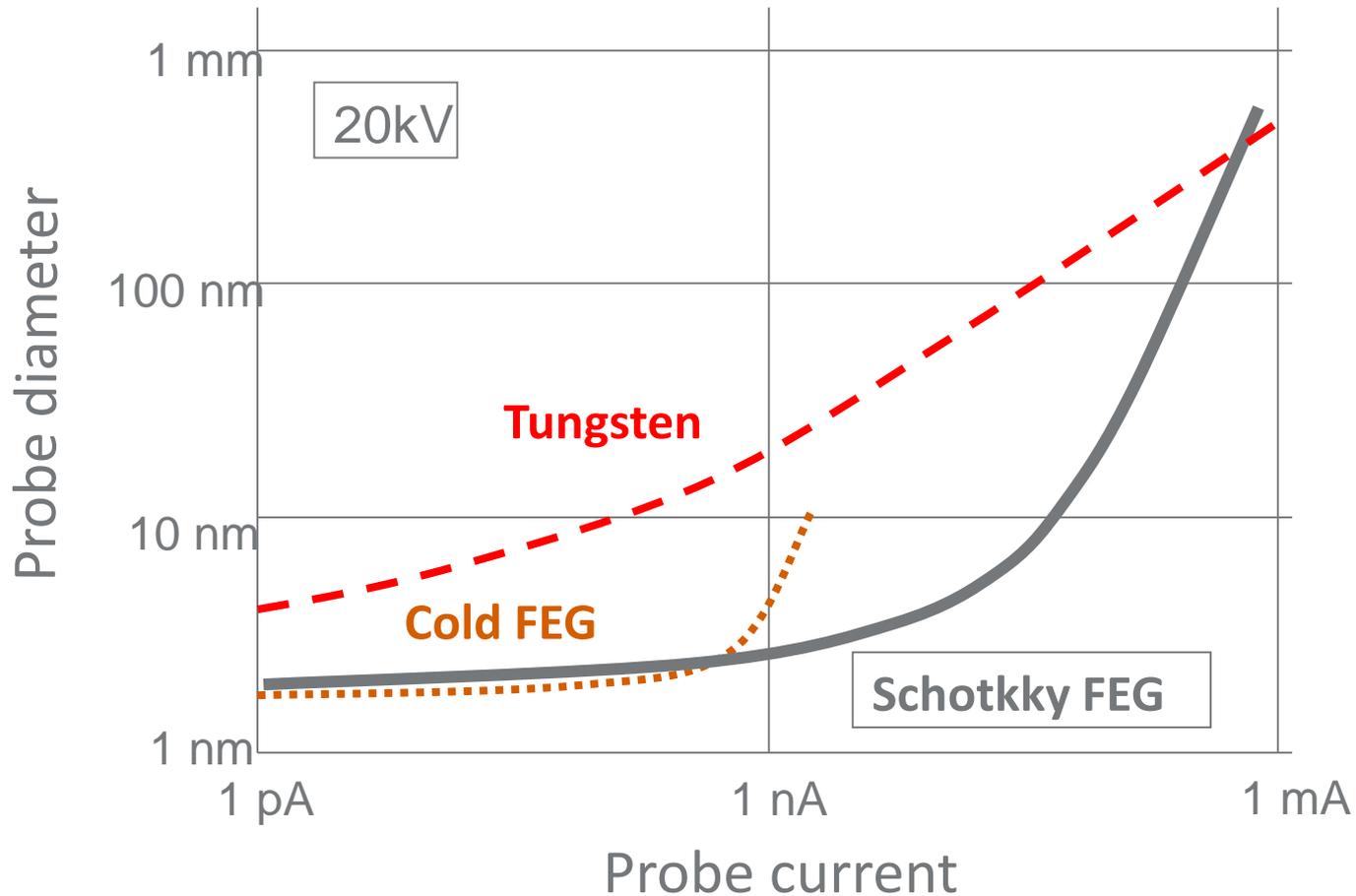
Teoría de la Microscopía Electrónica

Aplicaciones según corriente de sonda



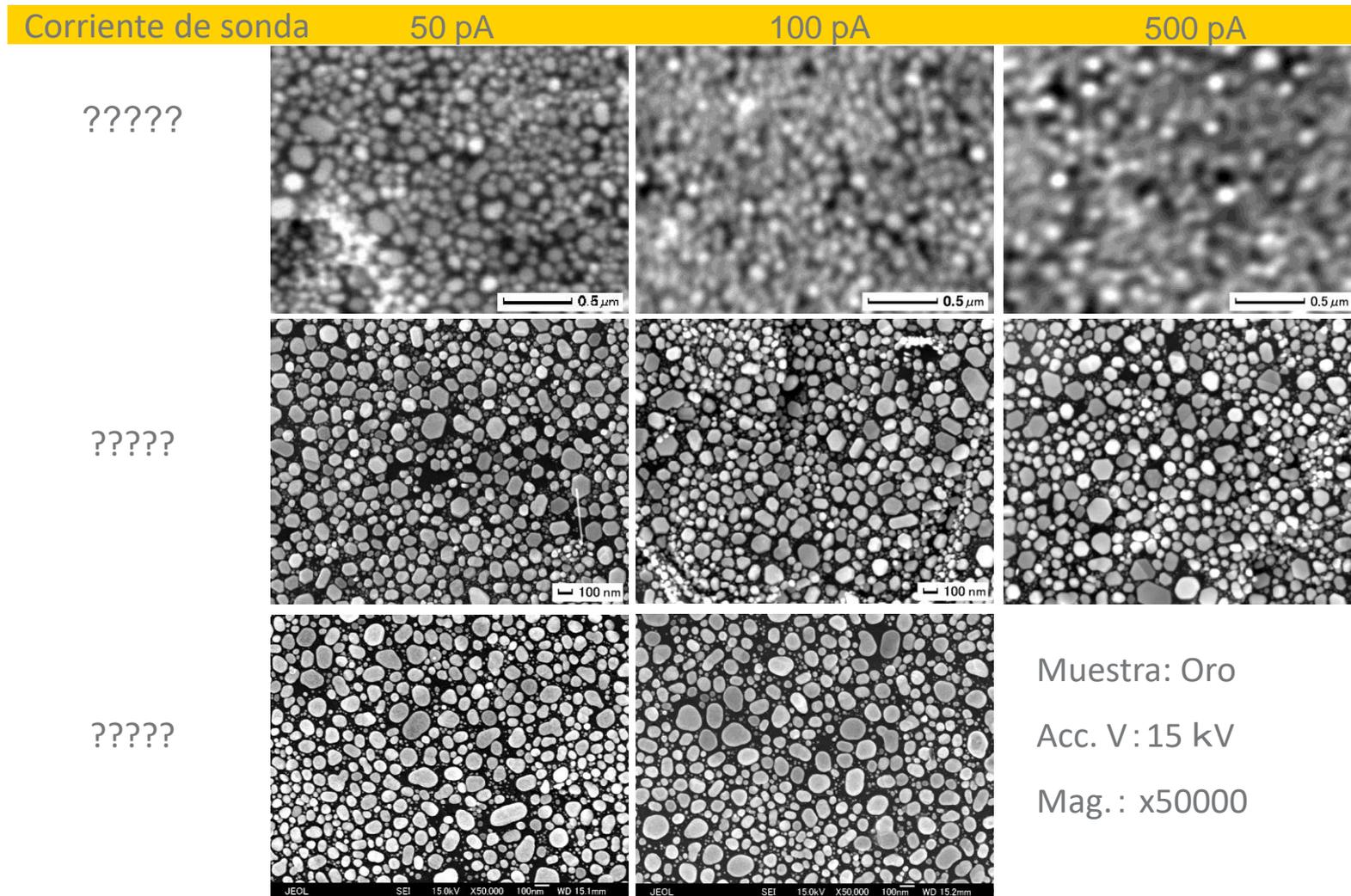
Teoría de la Microscopía Electrónica

Relación corriente de sonda – diámetro del haz



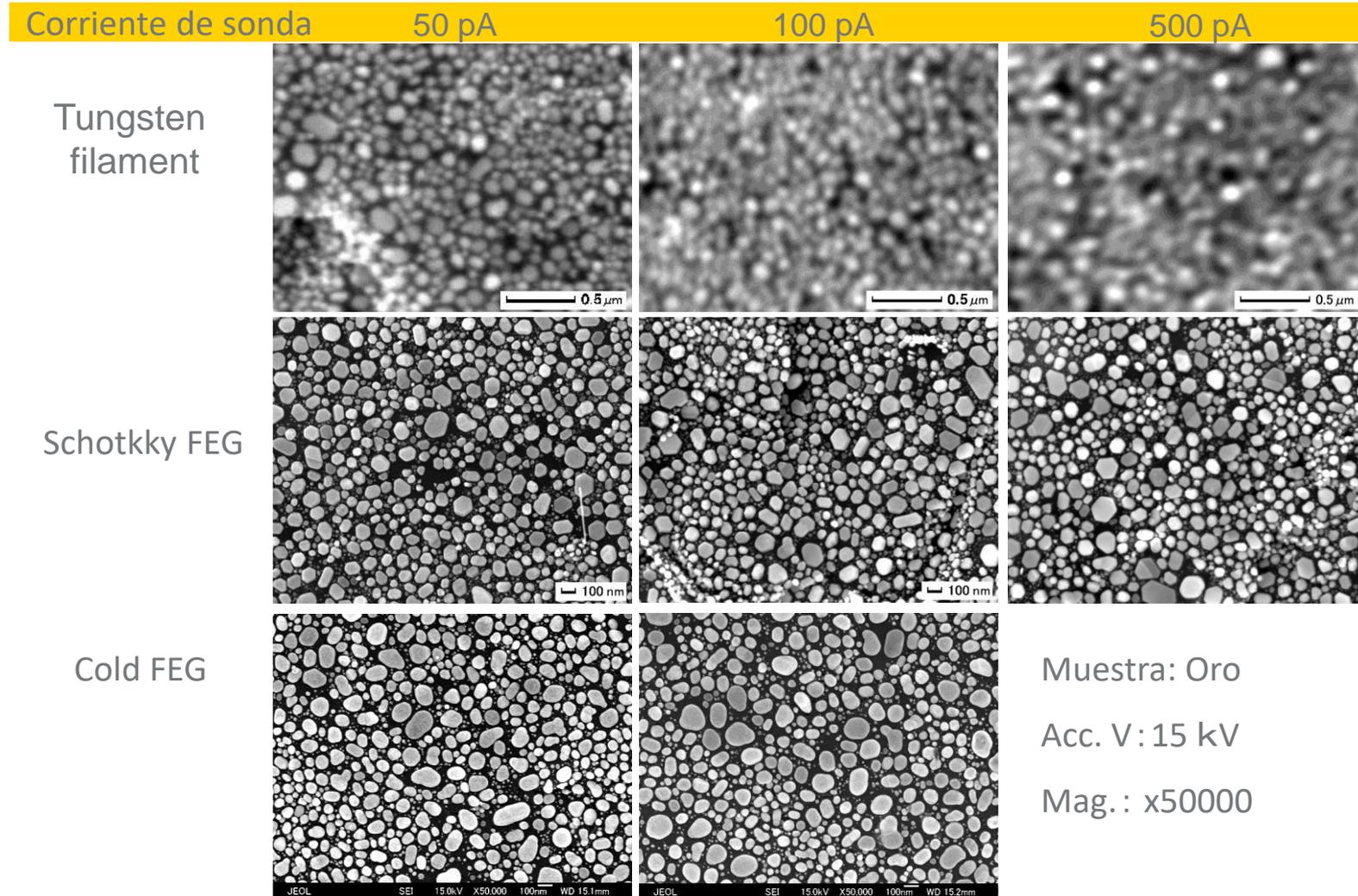
EJEMPLO PRÁCTICO

Relación corriente de sonda – diámetro del haz



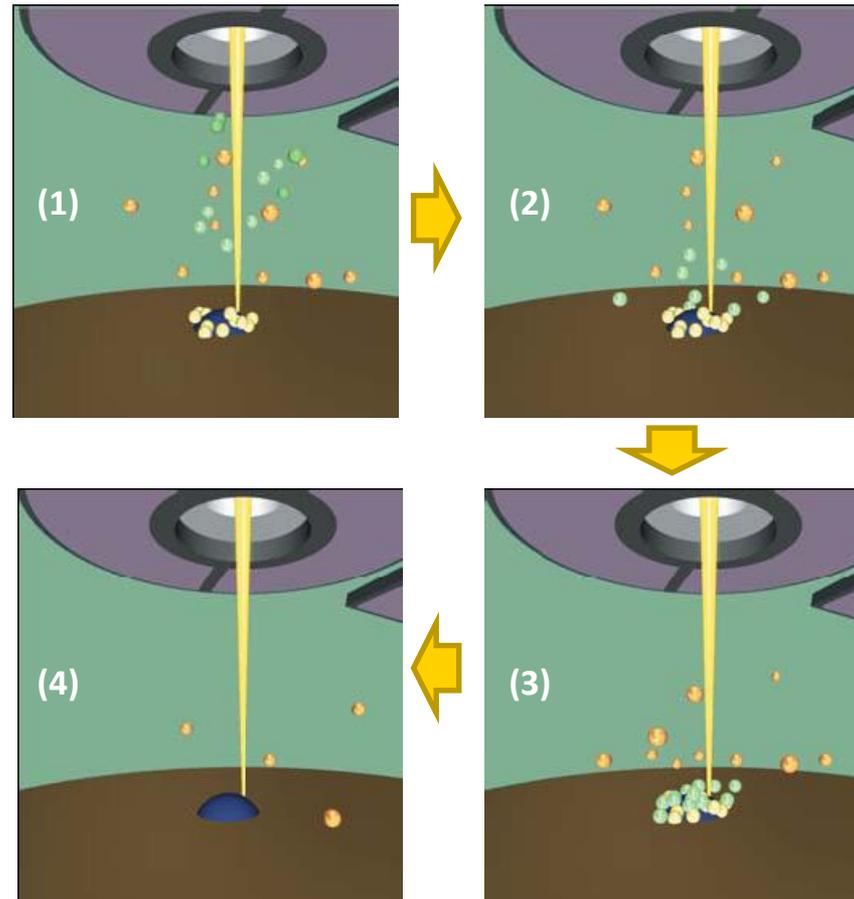
Teoría de la Microscopía Electrónica

Relación corriente de sonda – diámetro del haz



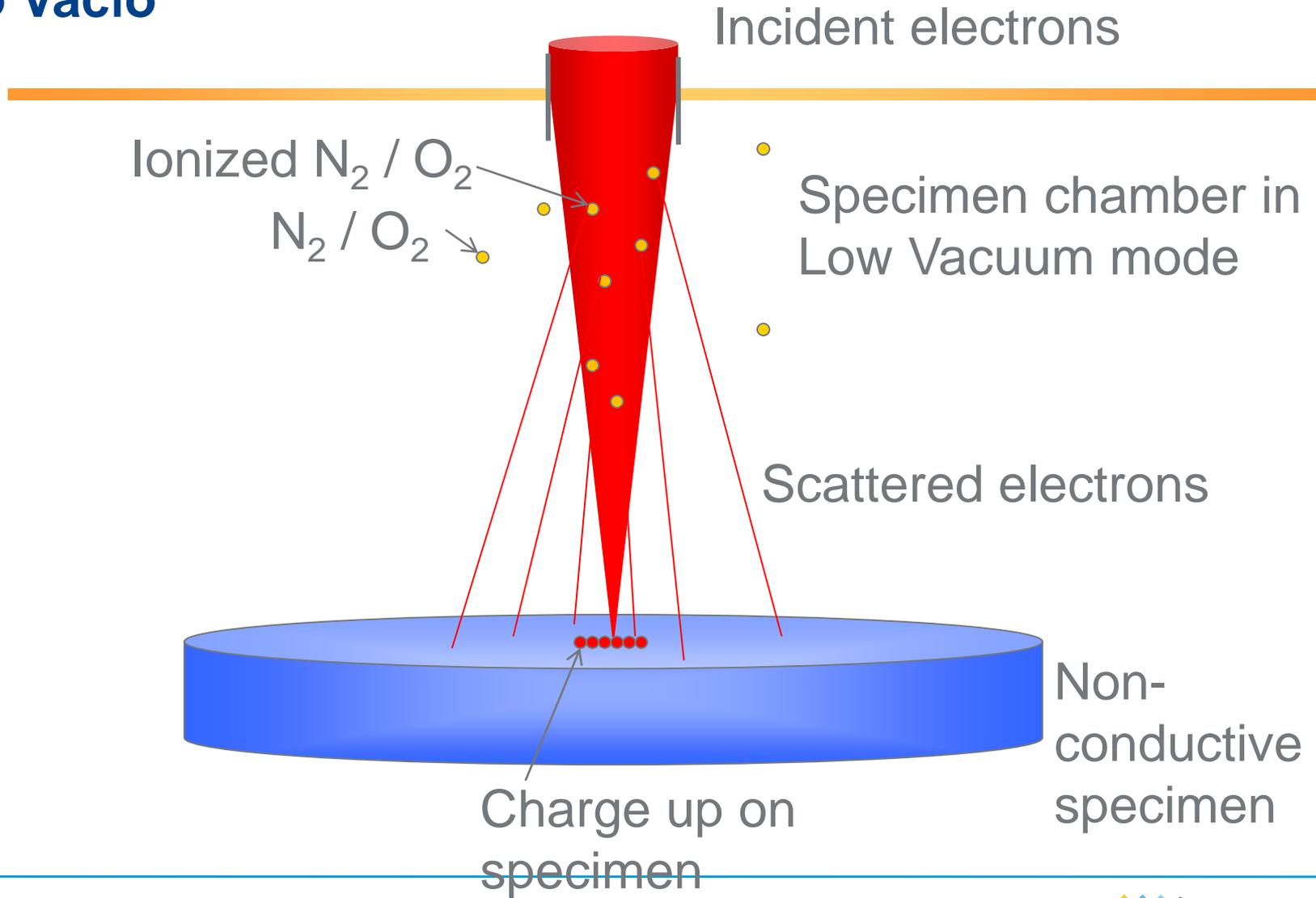
Teoría de la Microscopía Electrónica

Bajo Vacío



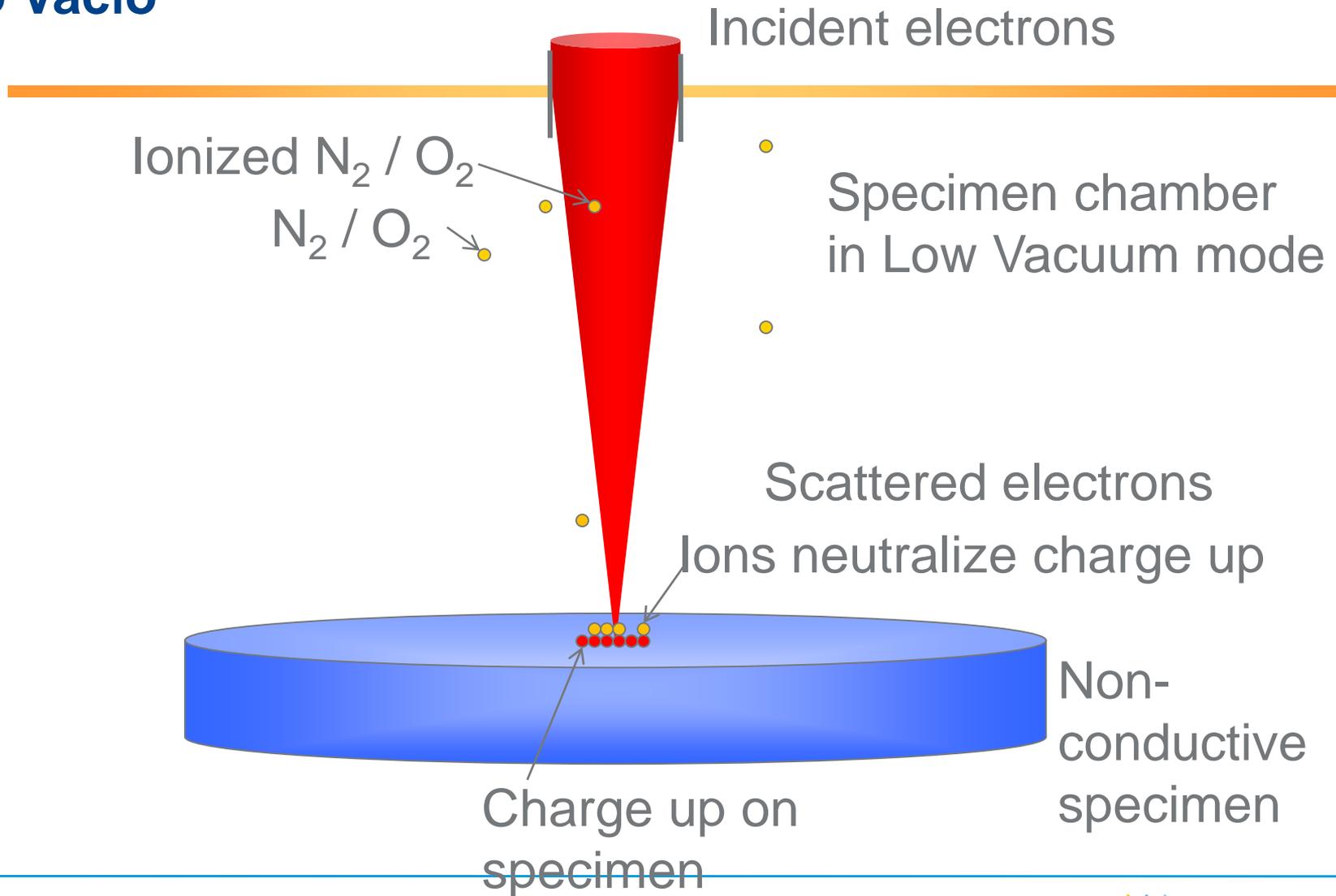
Teoría de la Microscopía Electrónica

Bajo Vacío



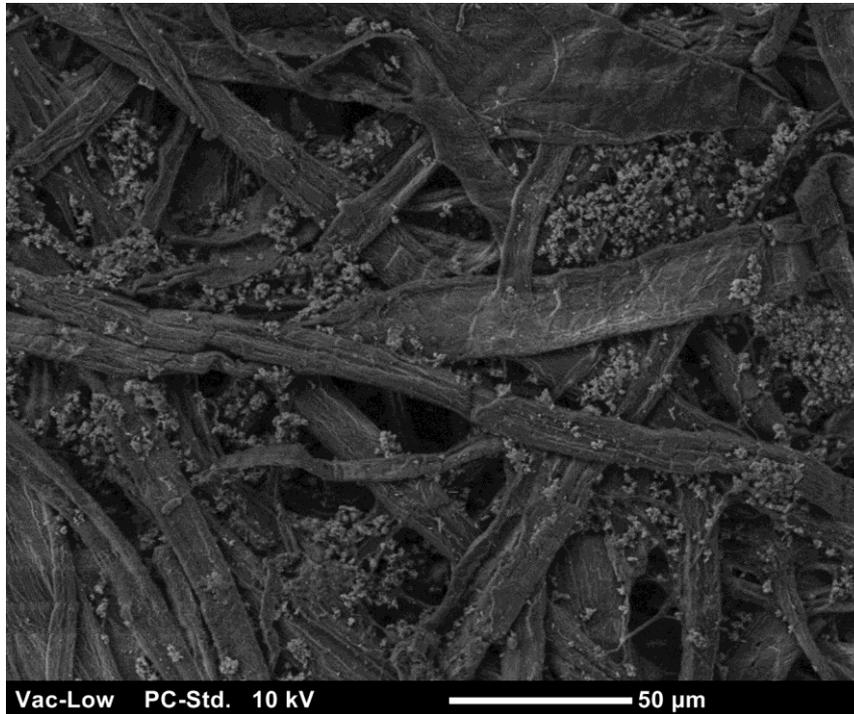
Teoría de la Microscopía Electrónica

Bajo Vacío

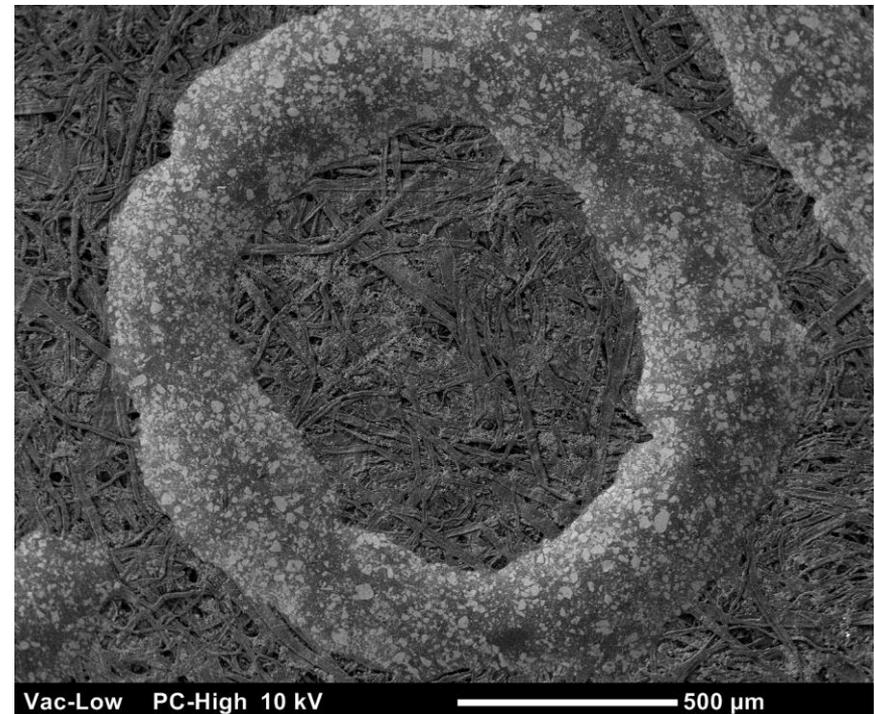


Teoría de la Microscopía Electrónica

Bajo Vacío: Ejemplos



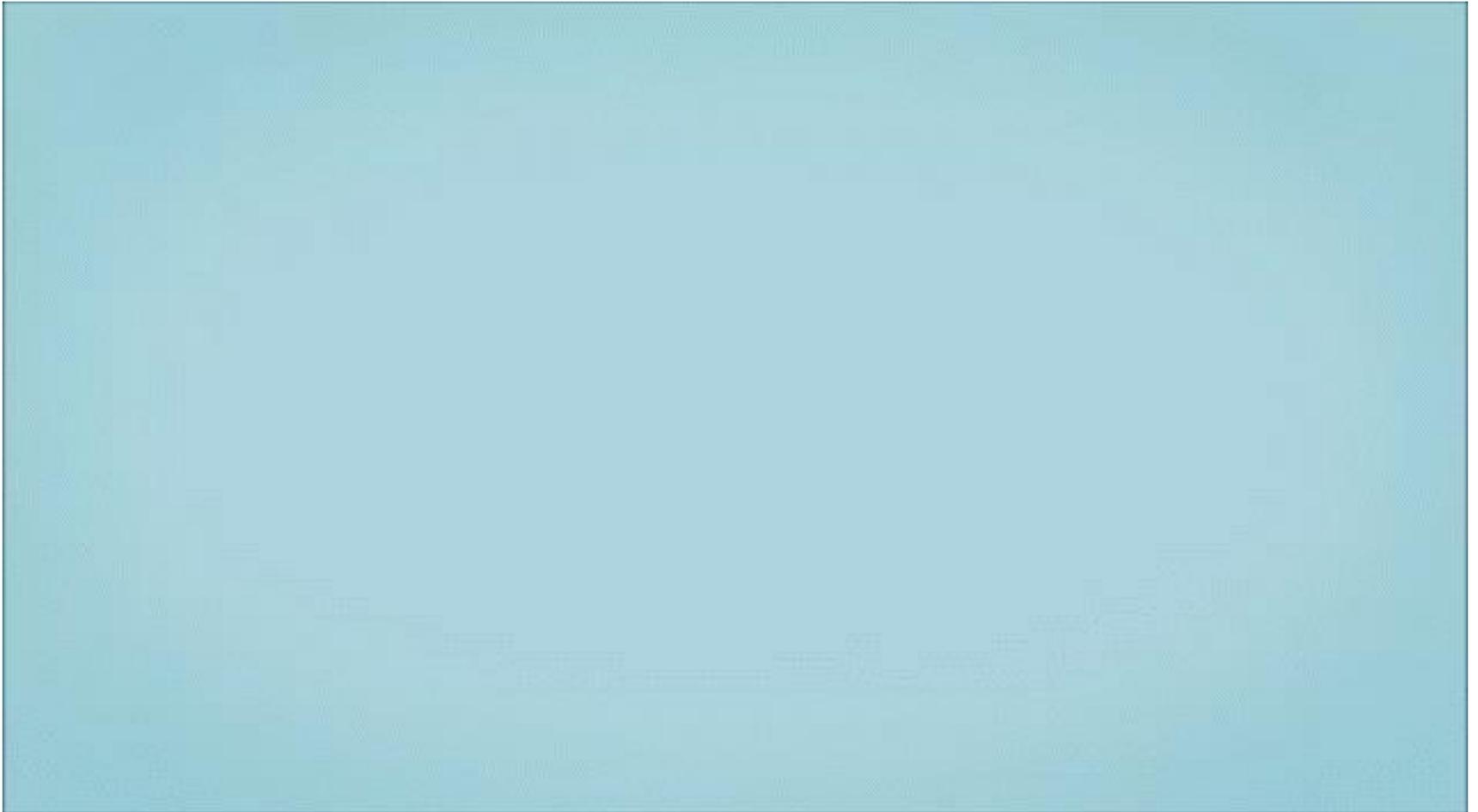
Fibras de papel con CaCO₃



Tinta sobre papel

Teoría de la Microscopía Electrónica

Vídeo Resumen



INDICE

SEM: Conceptos básicos

Historia de la Microscopía Electrónica

Teoría de la microscopía electrónica de barrido

Obtención de imágenes en un SEM

Aplicaciones

Obtención de imágenes en un SEM

Preparación de la muestra:

Observación SEM:

1. La muestra va a estar en condiciones de vacío. Puede contraerse, deformarse o evaporarse.
2. Para una observación estable, es necesario que la muestra sea mínimamente conductora.
3. La fijación de la muestra es necesaria especialmente cuando se observan muestras a altas magnificaciones.

Análisis EDS:

1. Cuando se prepara la muestra se puede contaminar con otros elementos.
2. Si se requiere de un análisis cuantitativo preciso, la muestra tiene que estar pulida.

Obtención de imágenes en un SEM

Preparación de la muestra SEM:

Observación

Morfología
Contraste de canales
Patrones
Dominios magnéticos
Contraste de voltaje
EBIC:
Electron-beam induced current
Catodoluminiscencia

Preparación

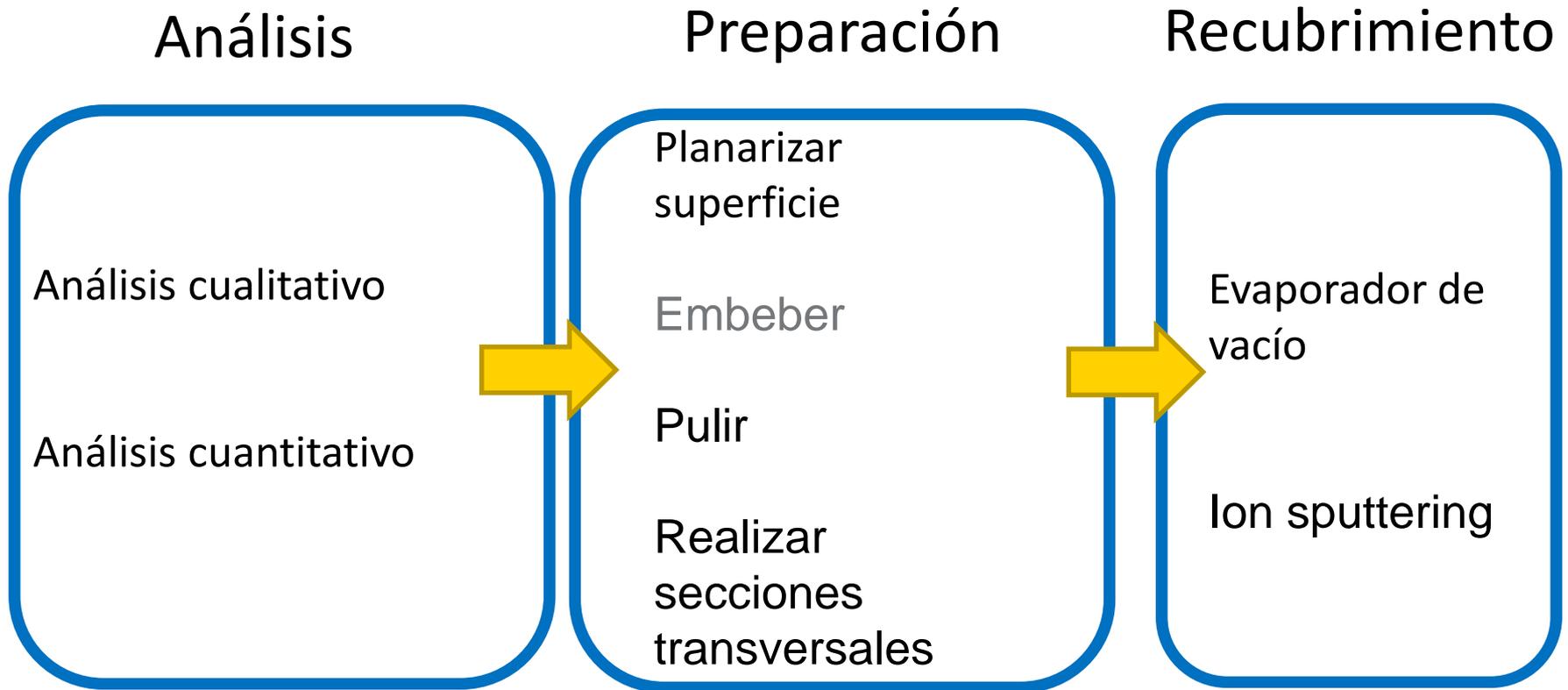
Fijación química
Fijación
Punto crítico
Crio-método
Tratamiento superficial
Cutting
Grabado químico
Grabado por haz de iones

Recubrimiento

Evaporador en vacío
Sputtering de iones
Tinción

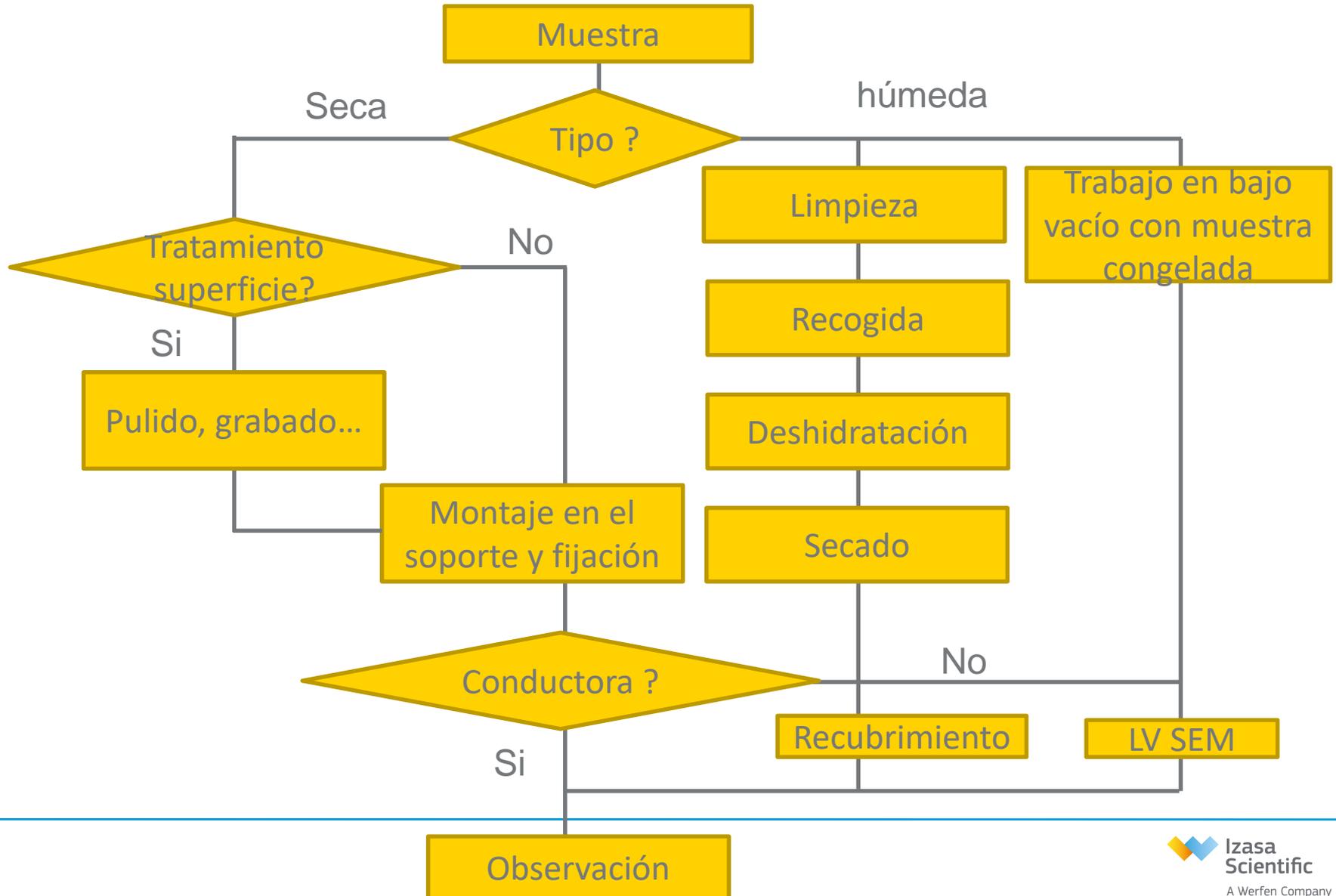
Obtención de imágenes en un SEM

Preparación de la muestra EDS:



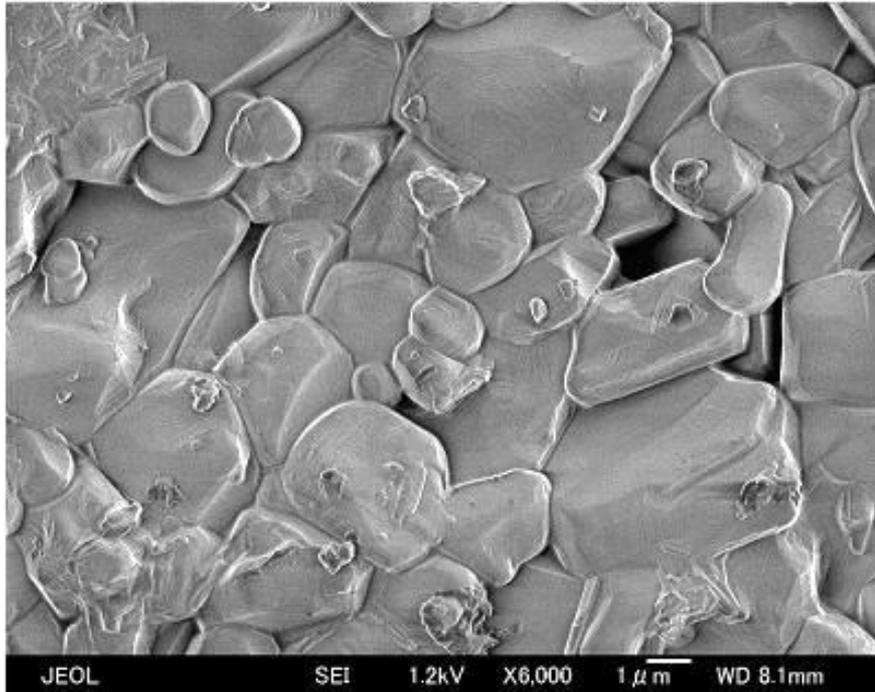
Obtención de imágenes en un SEM

Preparación de la muestra EDS:

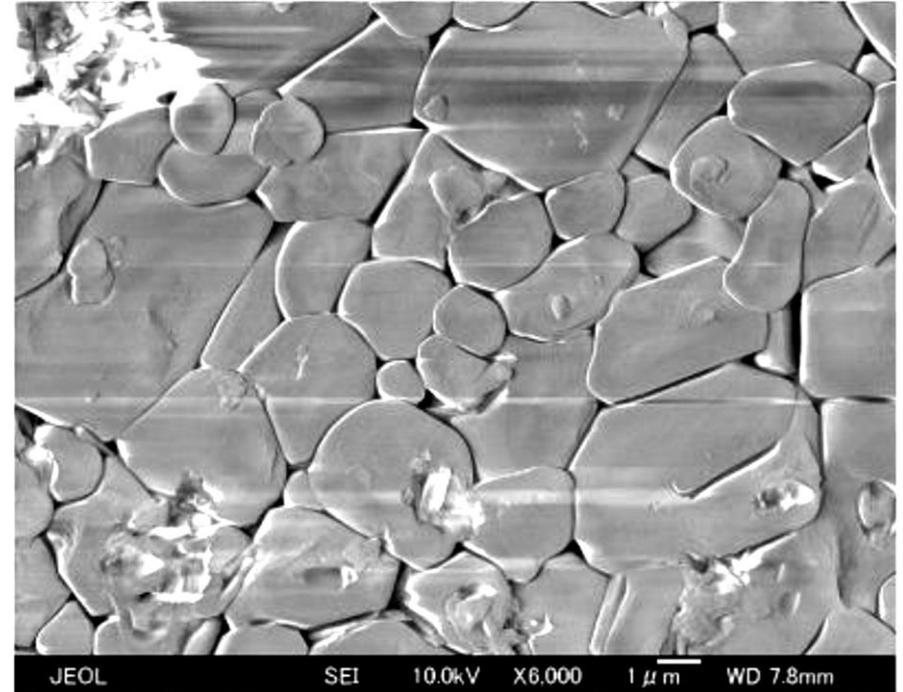


Obtención de imágenes en un SEM

Ejemplos de imágenes cargadas:



1.2 kV

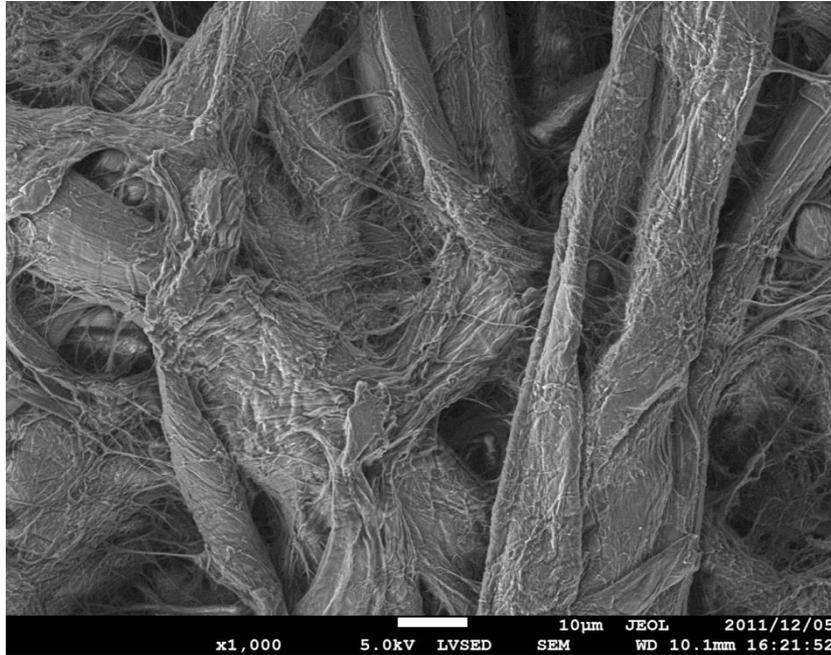


10 kV

Muestra: Ceramica (Un-coated)

Obtención de imágenes en un SEM

Ejemplos de imágenes cargadas:

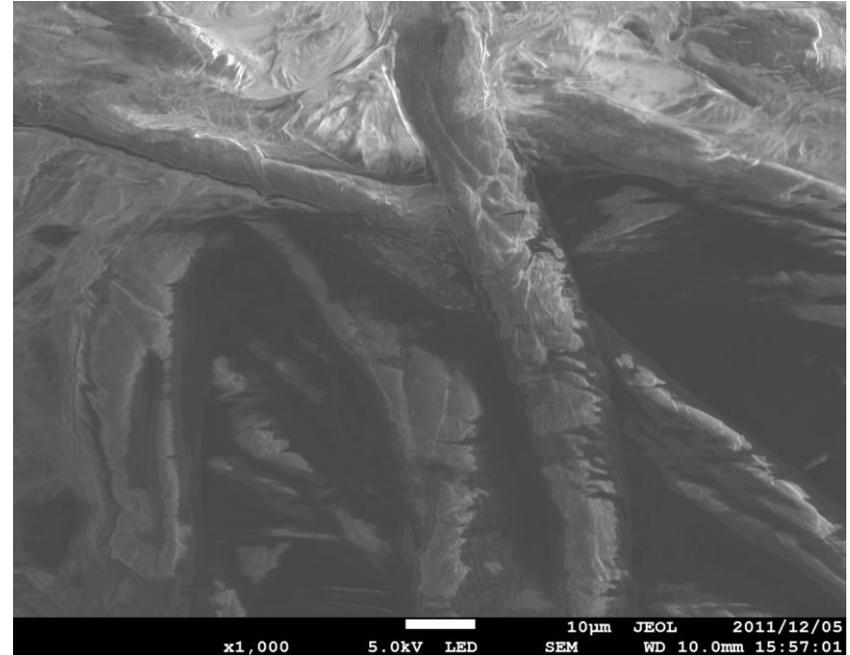


Low Vacuum mode

LVSED (60Pa)

5kV, WD10mm

MAG: x1,000



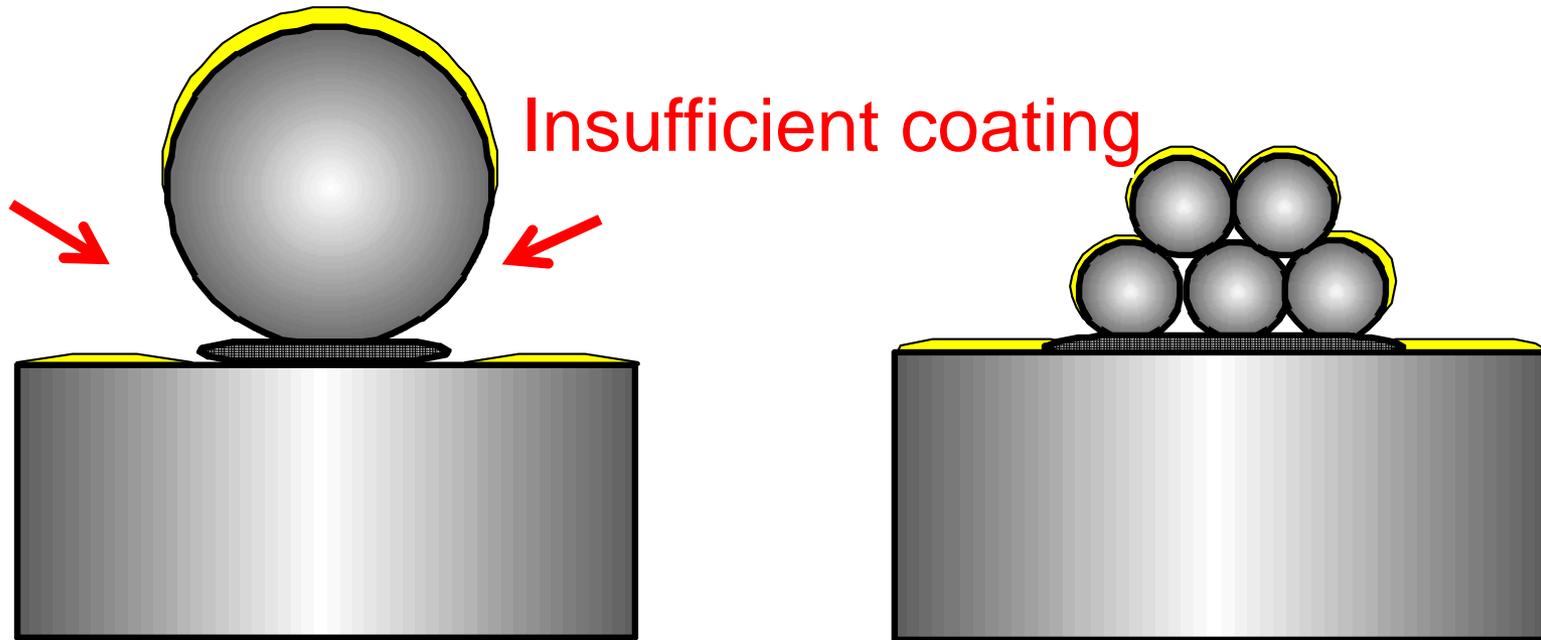
High Vacuum mode

5kV, WD10mm

MAG: x1,000

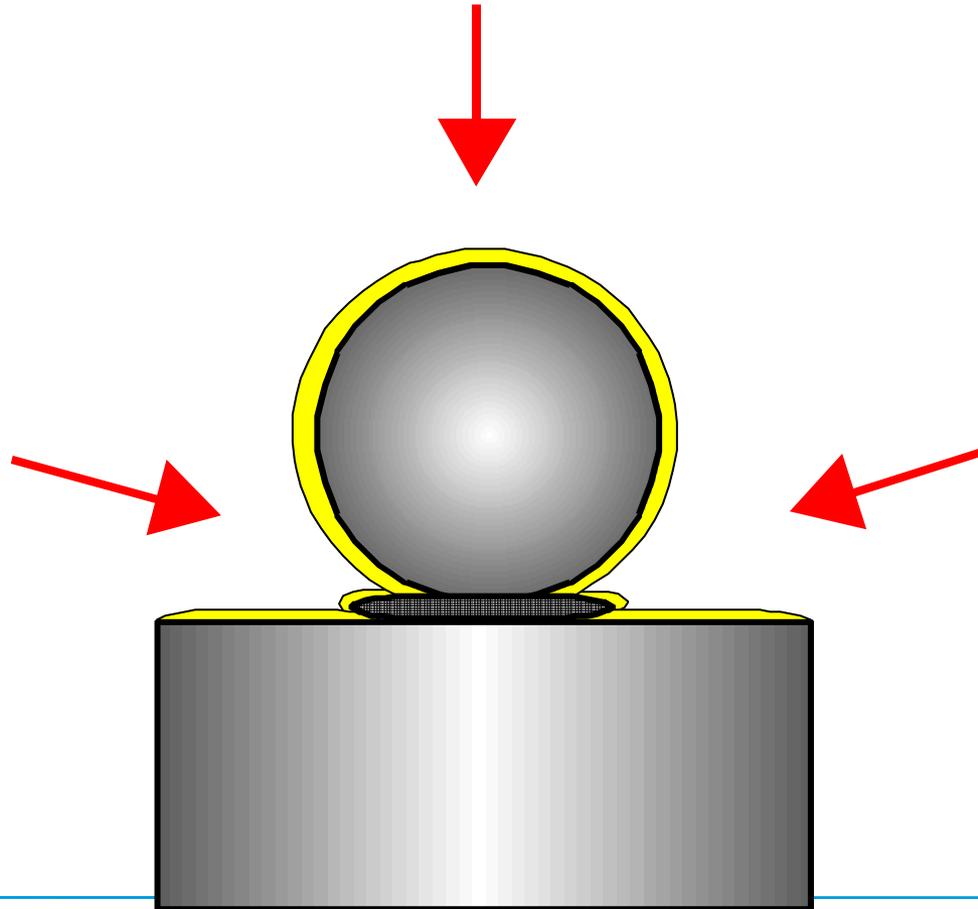
Obtención de imágenes en un SEM

Ejemplos de fijación de la muestra: Carga

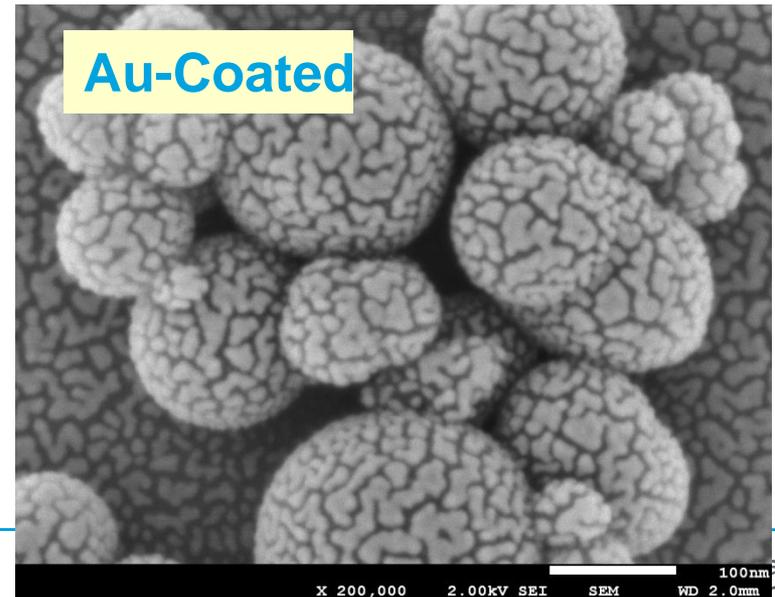
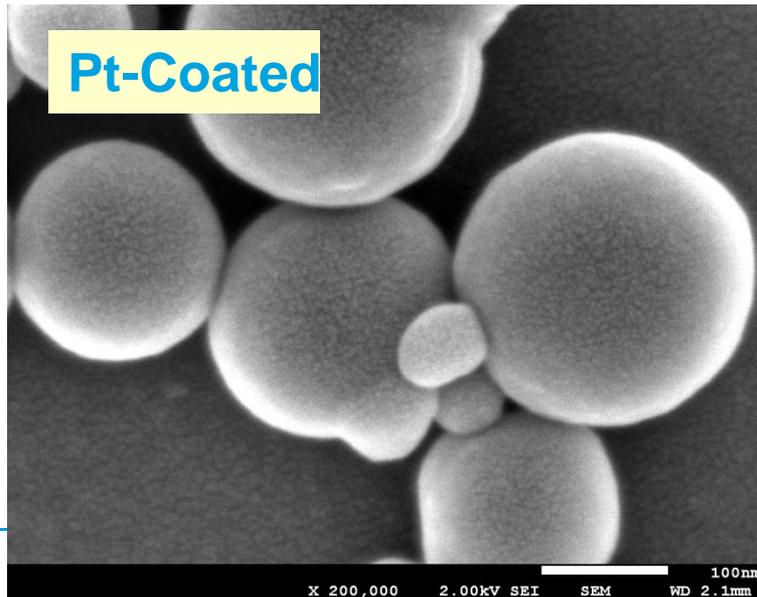
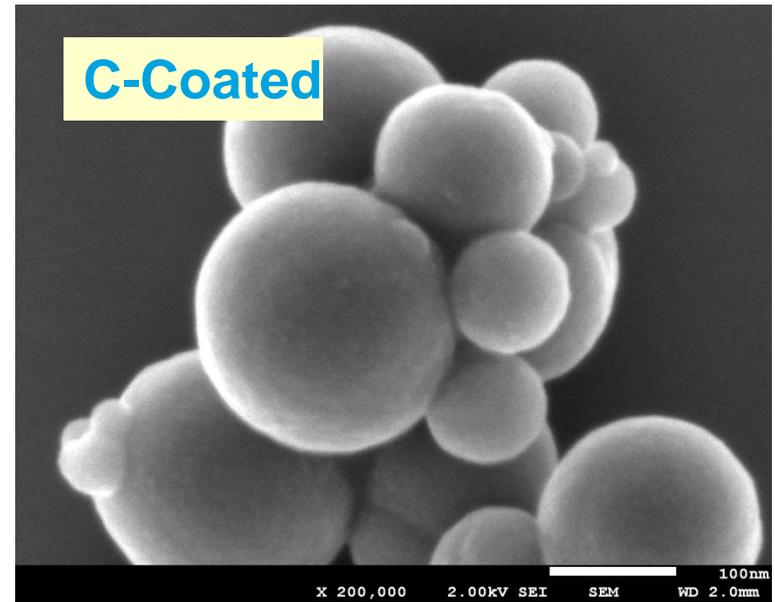
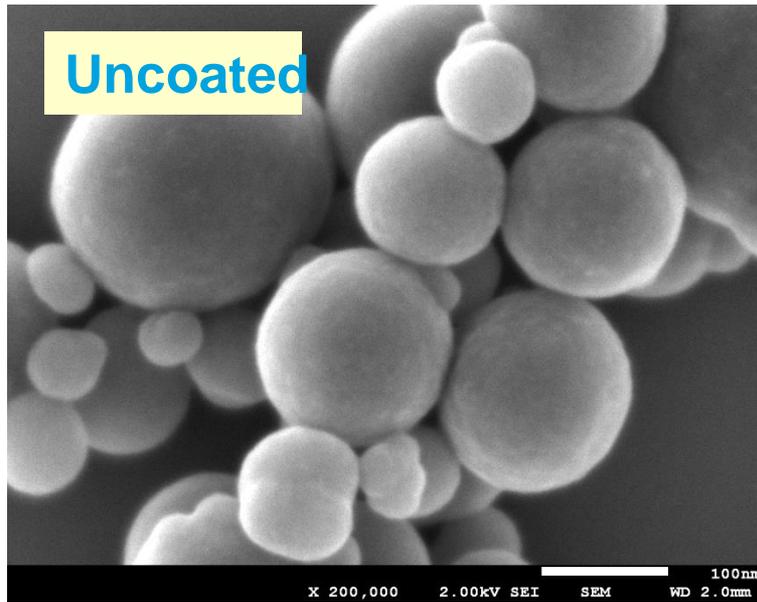


Obtención de imágenes en un SEM

Ejemplos de fijación de la muestra: Carga



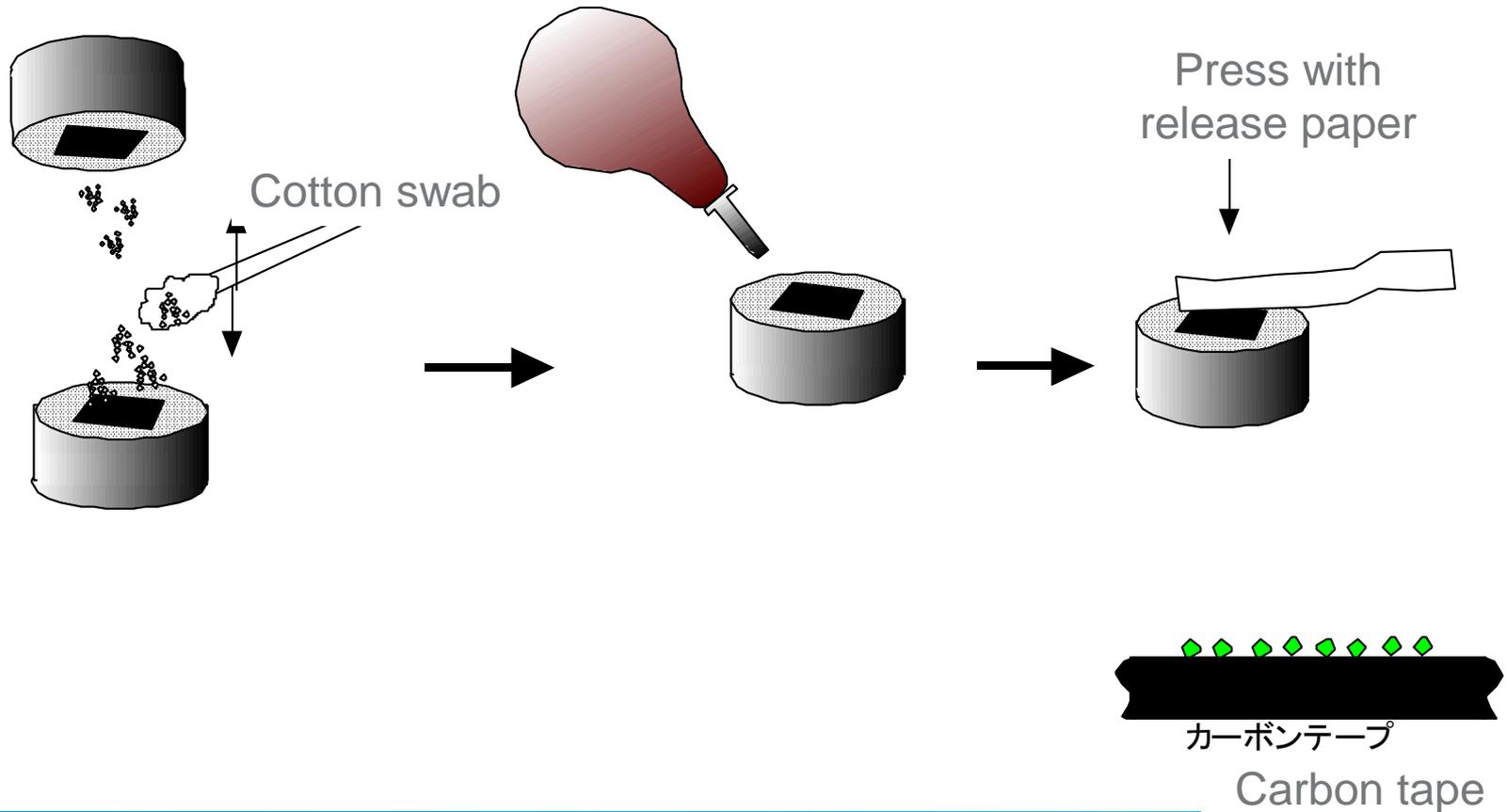
Obtención de imágenes en un SEM



Obtención de imágenes en un SEM

Ejemplos de fijación de la muestra polvo:

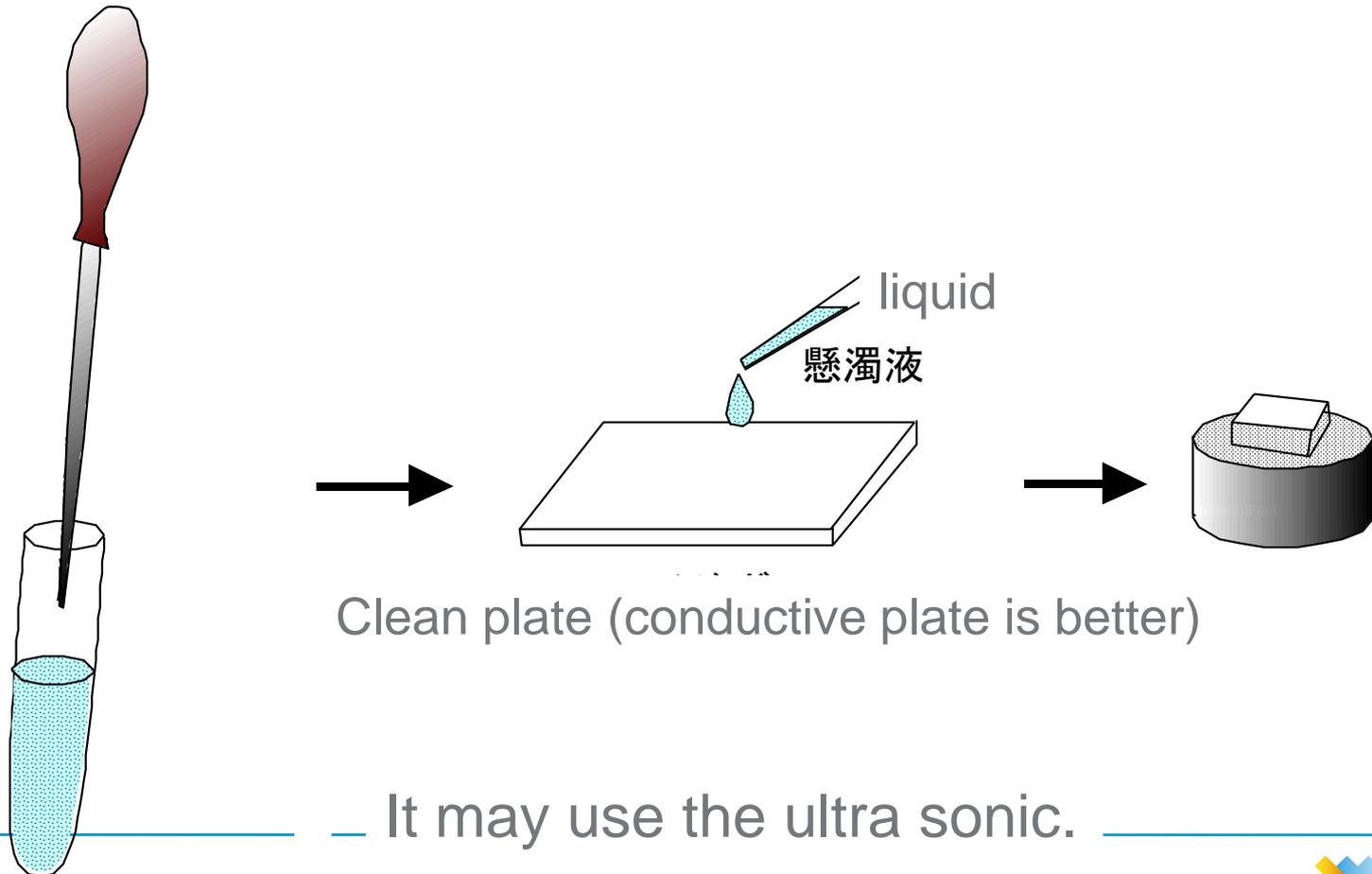
Fixing the powder specimen for powder diameter down to 100 micro meter



Obtención de imágenes en un SEM

Ejemplos de fijación de la muestra polvo en disolvente:

Powder specimen preparation with solvent



Obtención de imágenes en un SEM

Establecimiento de las condiciones de observación:

1. Voltaje de aceleración
2. Corriente de sonda
3. Distancia de trabajo
4. Análisis elemental

Obtención de imágenes en un SEM

Alineamientos:

1. Alineamiento del haz
2. Alineamiento de aperture OL
3. Ajuste Foco
4. Ajuste Astigmatismo
5. Ajuste Contraste y brillo

Obtención de imágenes en un SEM

Selección de la aceleración del voltaje de aceleración:

Ventajas

- Baja aberración
- Alta resolución espacial

- Buena para clara morfología de la superficie
- Disminuye efecto de borde
- Disminuye el efecto de la carga
- Disminuyen los daños en la muestra

Alta



Voltaje de aceleración



Baja

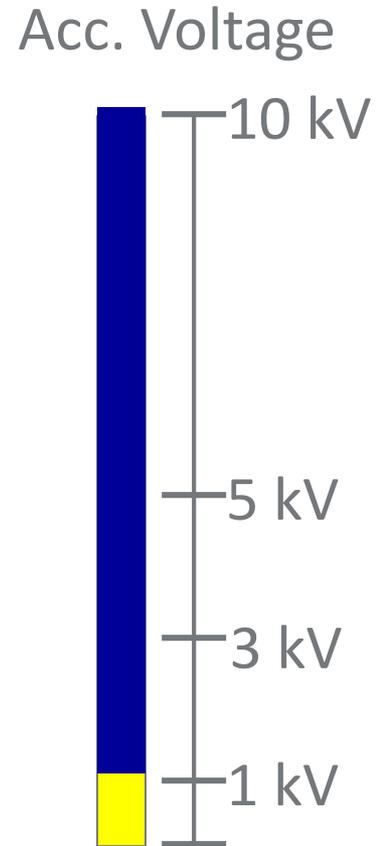
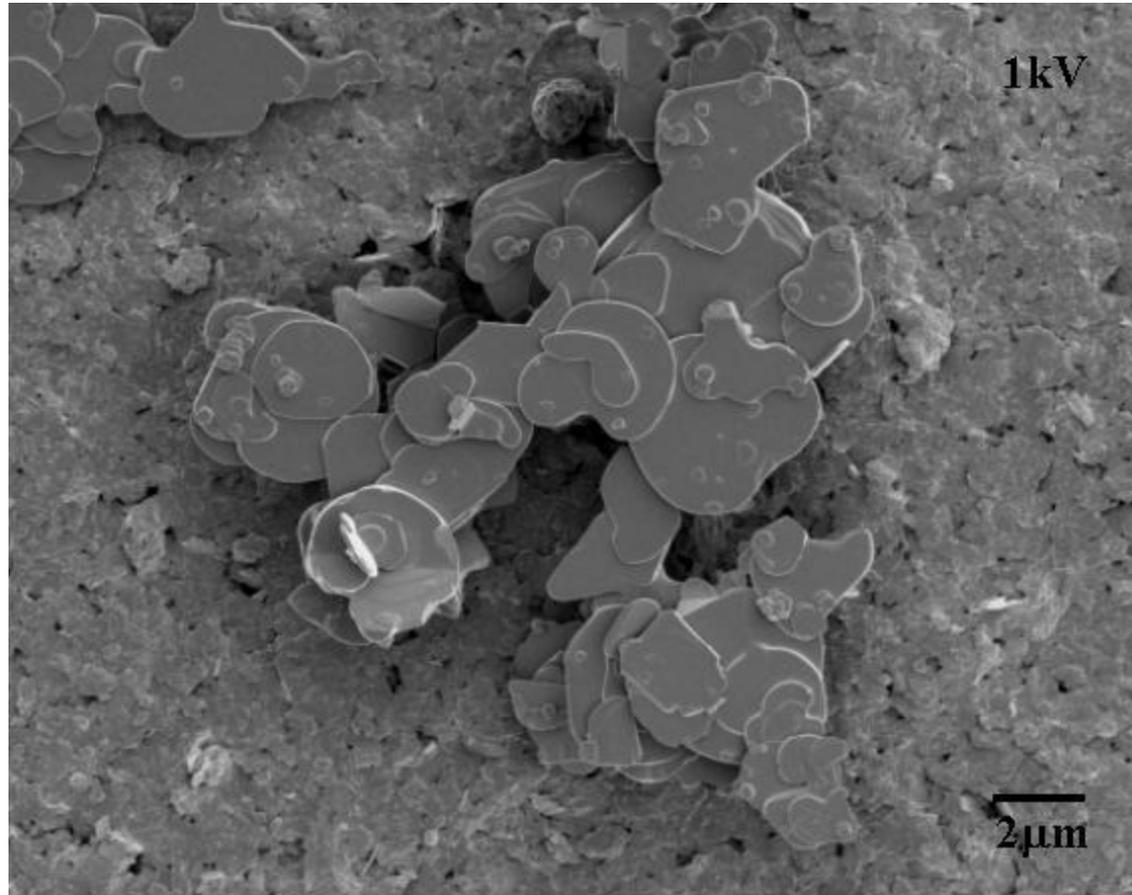
Desventajas

- Morfología de la superficie no clara
- Mayor efecto de borde
- Más carga
- Mayores daños en la muestra

- Baja resolución espacial

Obtención de imágenes en un SEM

Efecto del voltaje de aceleración:



Specimen: Boron nitride crystal

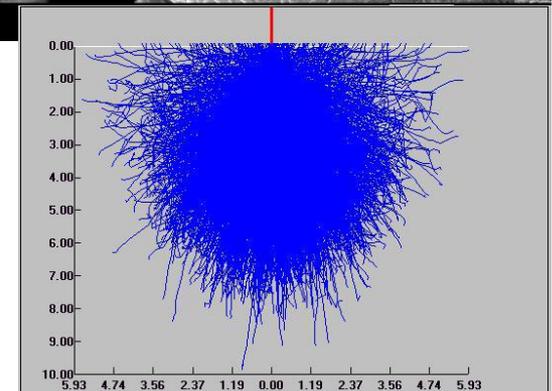
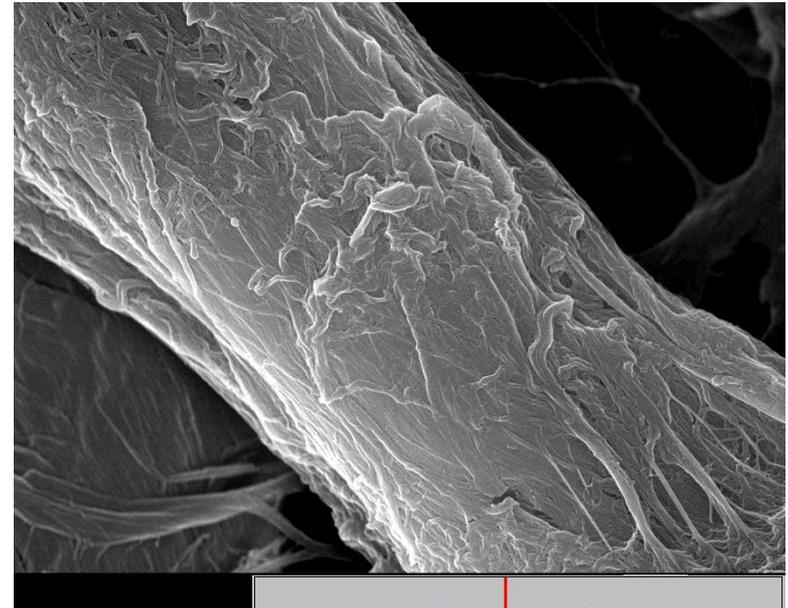
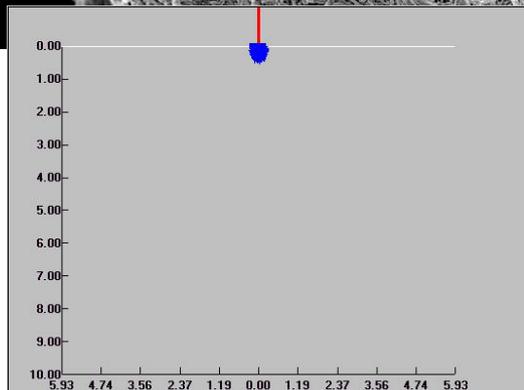
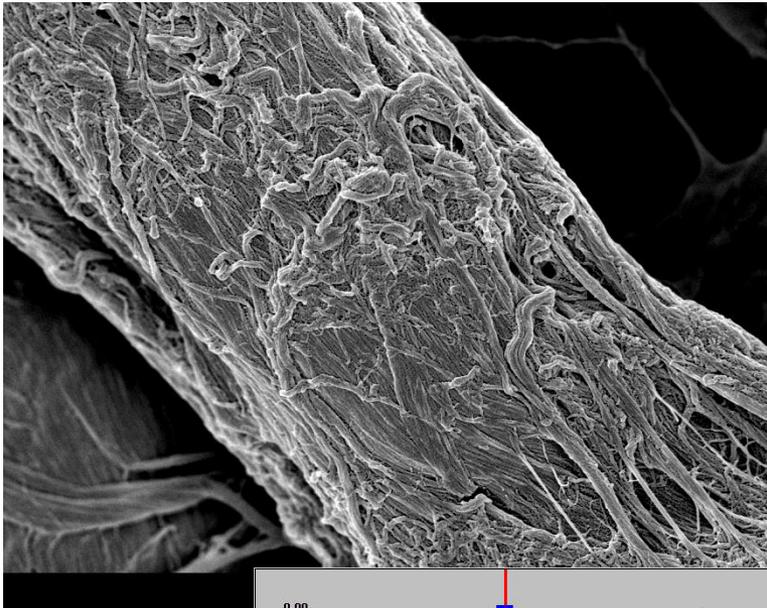
Ejemplo práctico

Efecto del voltaje de aceleración:

Acc. Voltage: ??? kV

?? kV

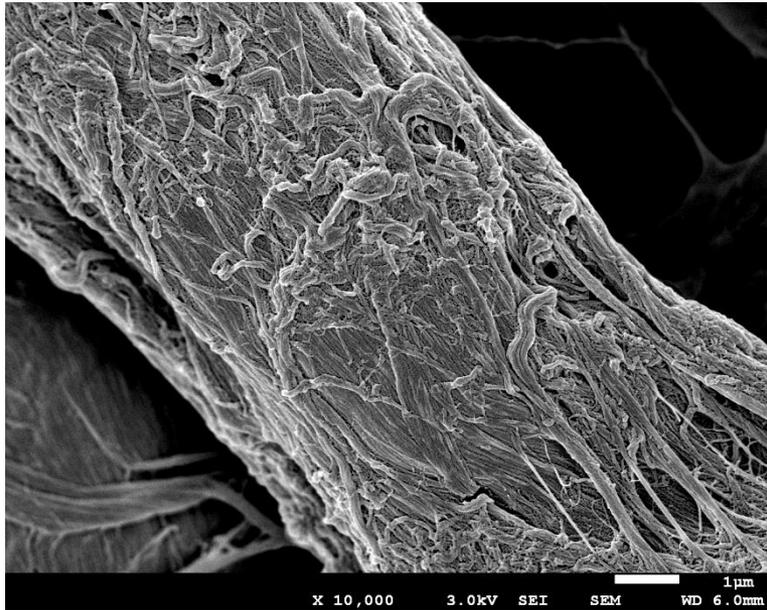
Specimen: filter paper



Obtención de imágenes en un SEM

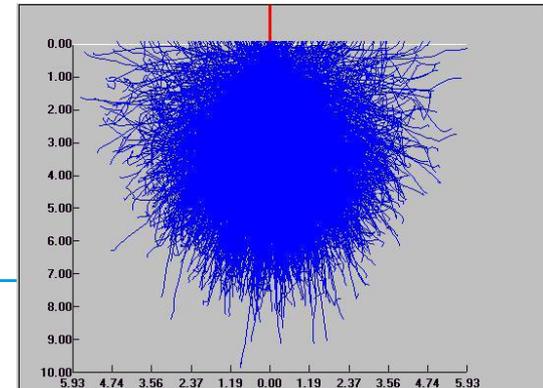
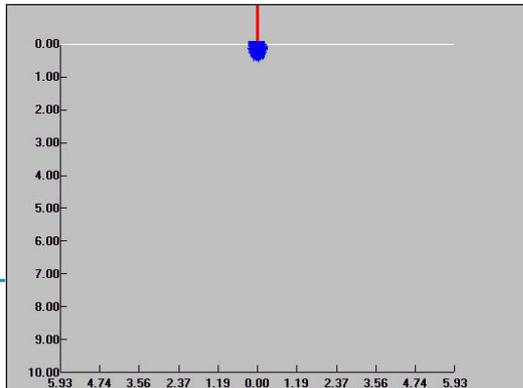
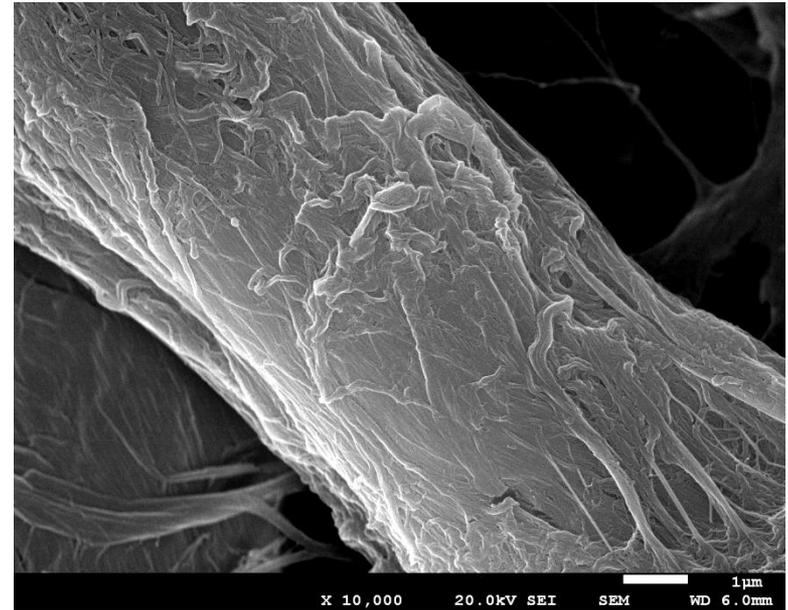
Efecto del voltaje de aceleración:

Acc. Voltage: 3 kV



20 kV

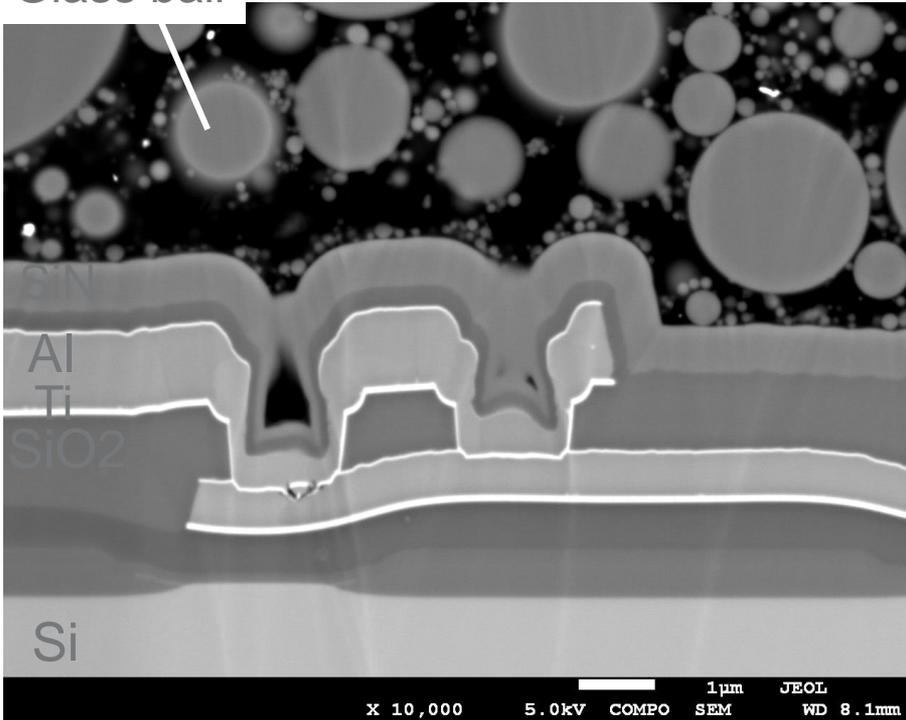
Specimen: filter paper



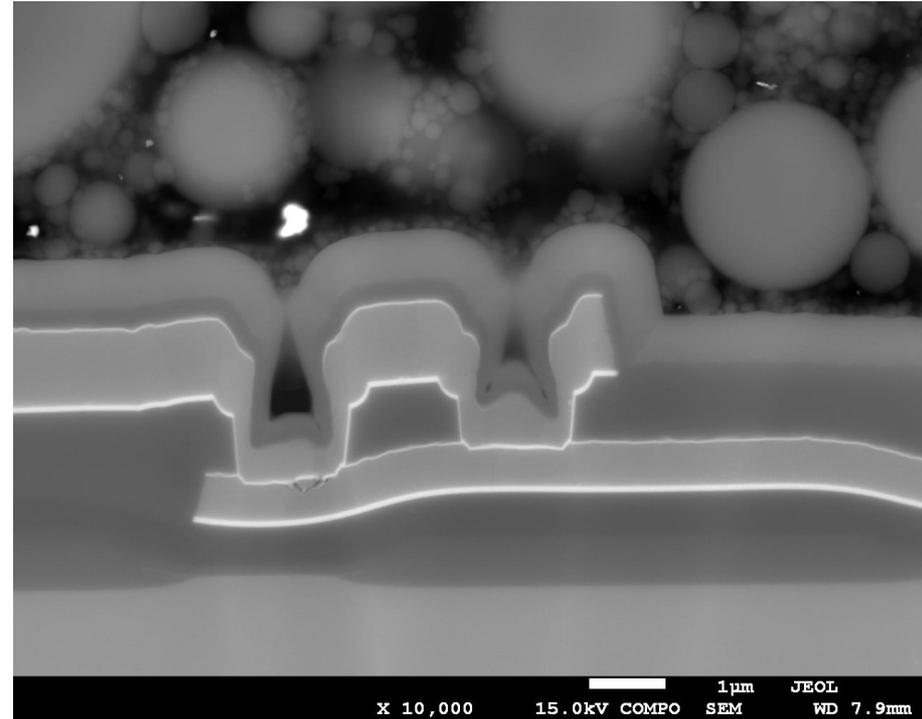
Obtención de imágenes en un SEM

Efecto del voltaje de aceleración:

Glass ball



Acc. voltage: 5 kV



Acc. voltage: 15 kV

Muestra: Sección transversal de un circuito electrónico

Obtención de imágenes en un SEM

Selección de la corriente de sonda:

Ventajas

- Buena S/N

- Mejora la resolución espacial
- Menos daño en la muestra

Alta



Corriente de sonda



Baja

Desventajas

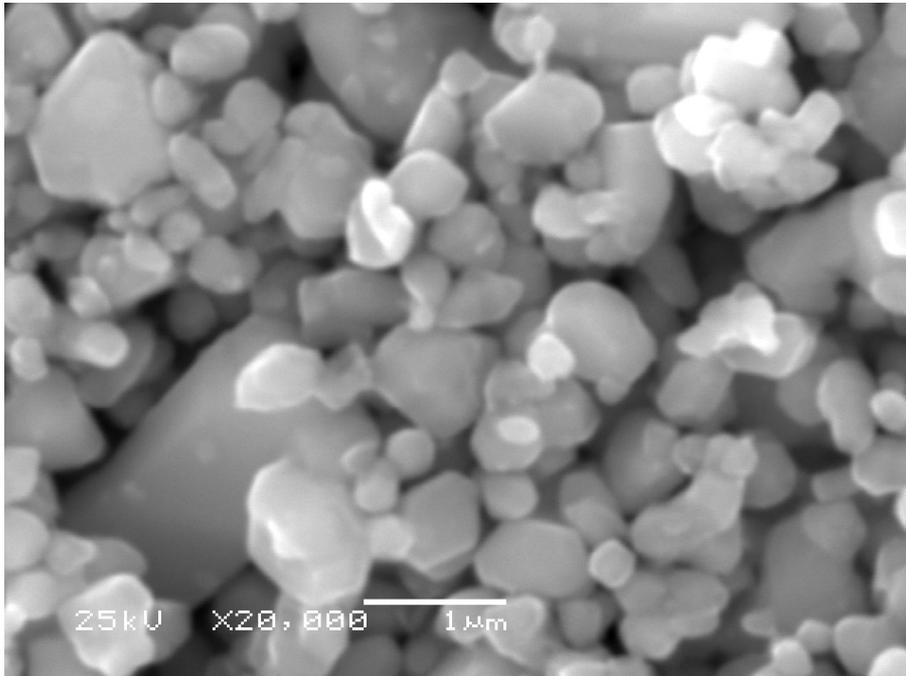
- Empeora la resolución espacial
- Más daño en la muestra

- Baja S/N

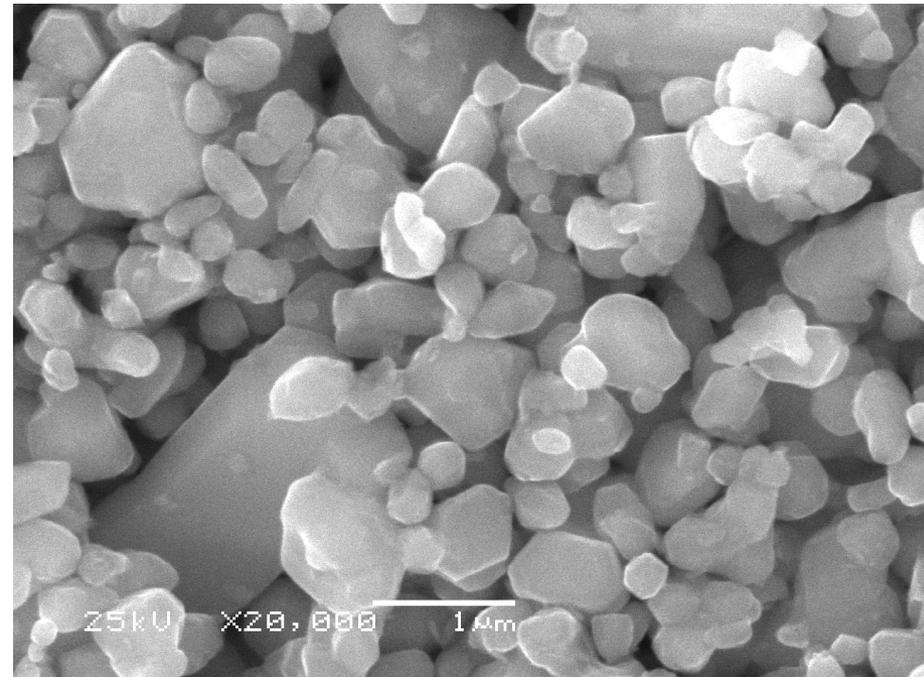
Ejemplo práctico

Efecto de la corriente de sonda:

Specimen: ZnO Mag.: x20k



??????

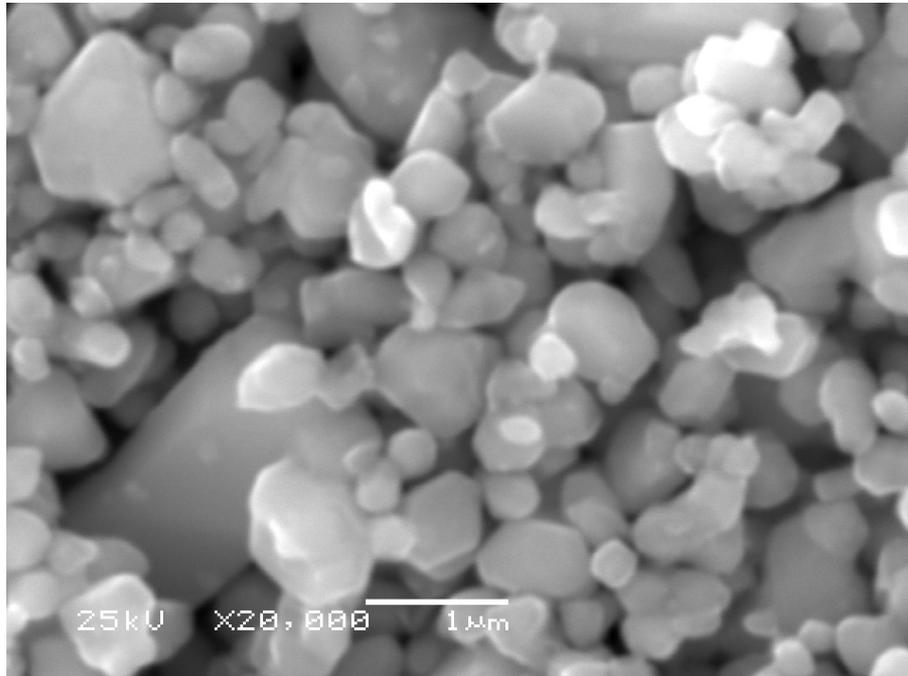


????

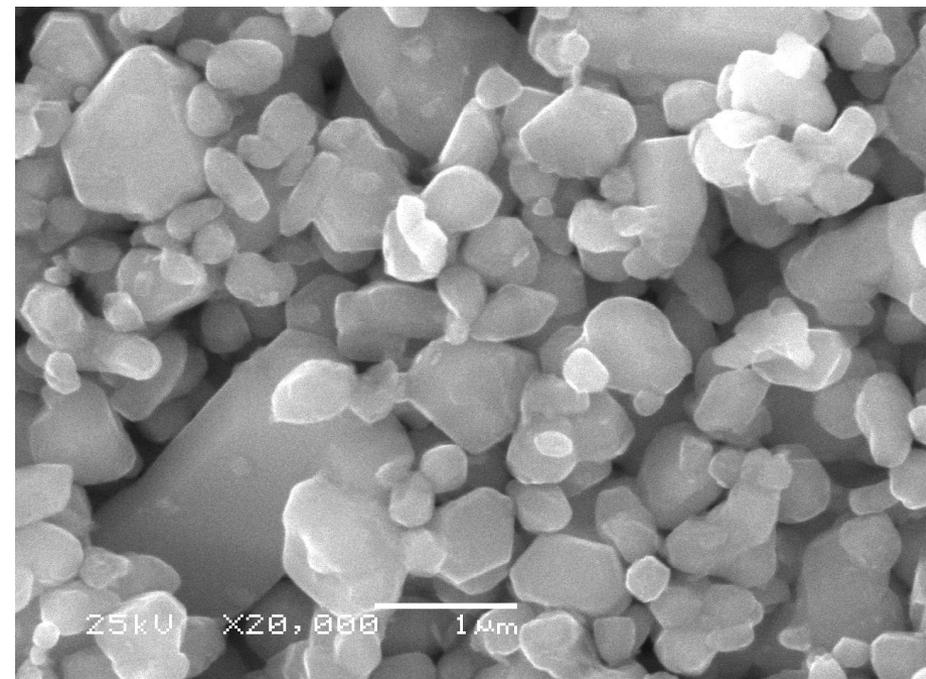
Obtención de imágenes en un SEM

Efecto de la corriente de sonda:

Specimen: ZnO Mag.: x20k



Corriente de sonda alta



Corriente de sonda baja

Obtención de imágenes en un SEM

Selección de la distancia de trabajo:

Ventajas

- Alta resolución espacial

- Sin limitación en el tilt
- Alta profundidad de foco

Baja



Distancia de trabajo



Alta

Desventajas

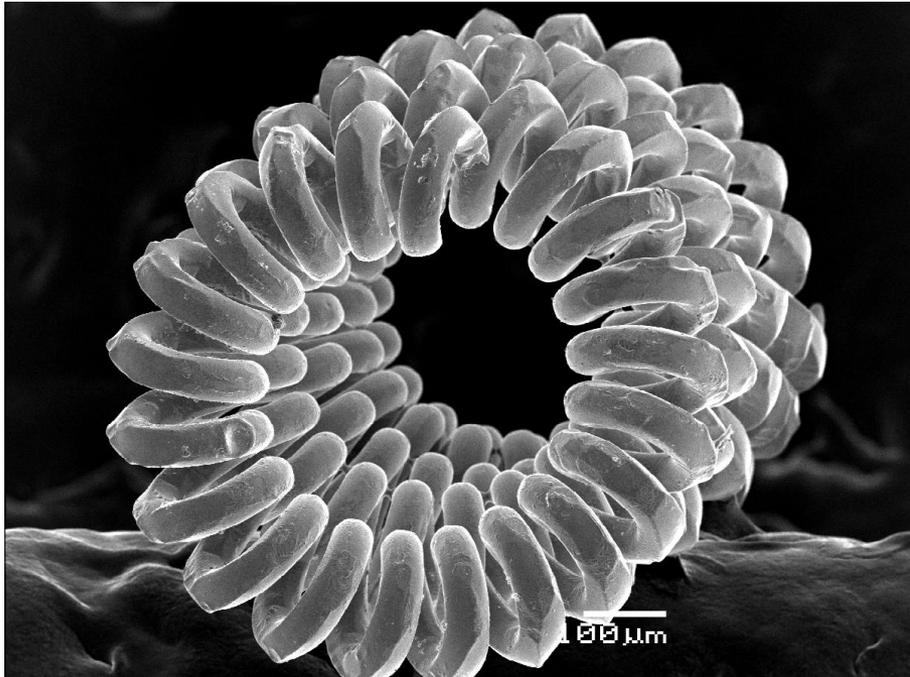
- Baja profundidad de foco
- Limitación del tilt

- Baja resolución espacial

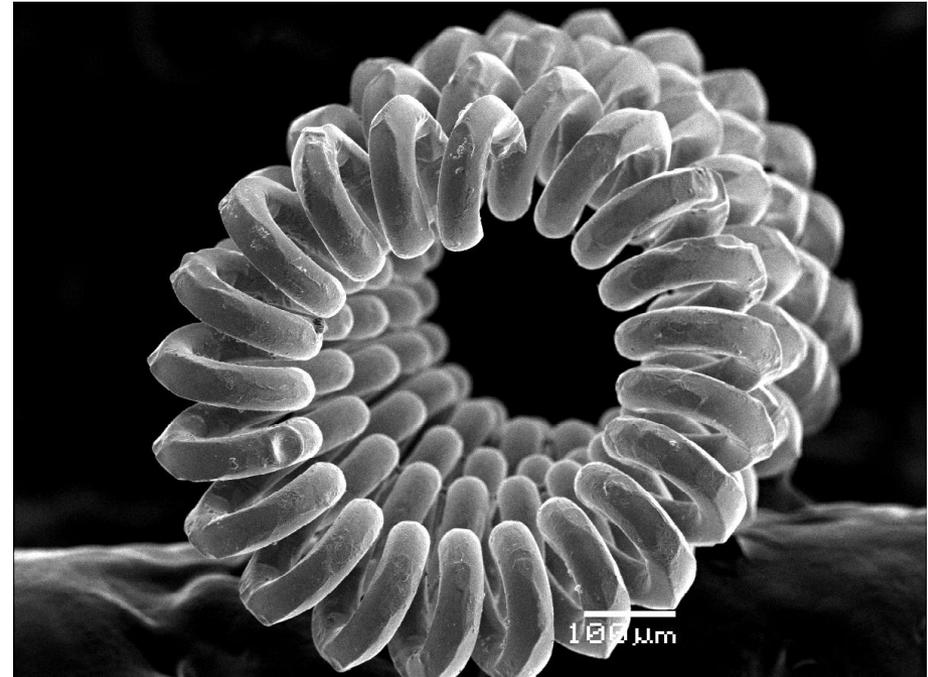
Ejemplo práctico

Efecto de la distancia de trabajo:

Specimen: Tungsten filament, Mag. x100



??????

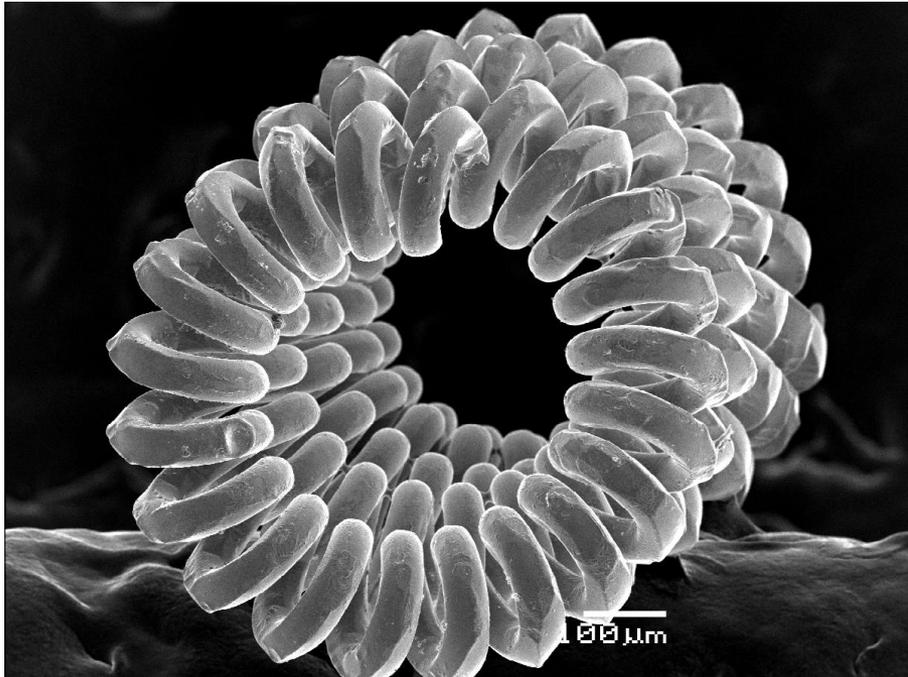


??????

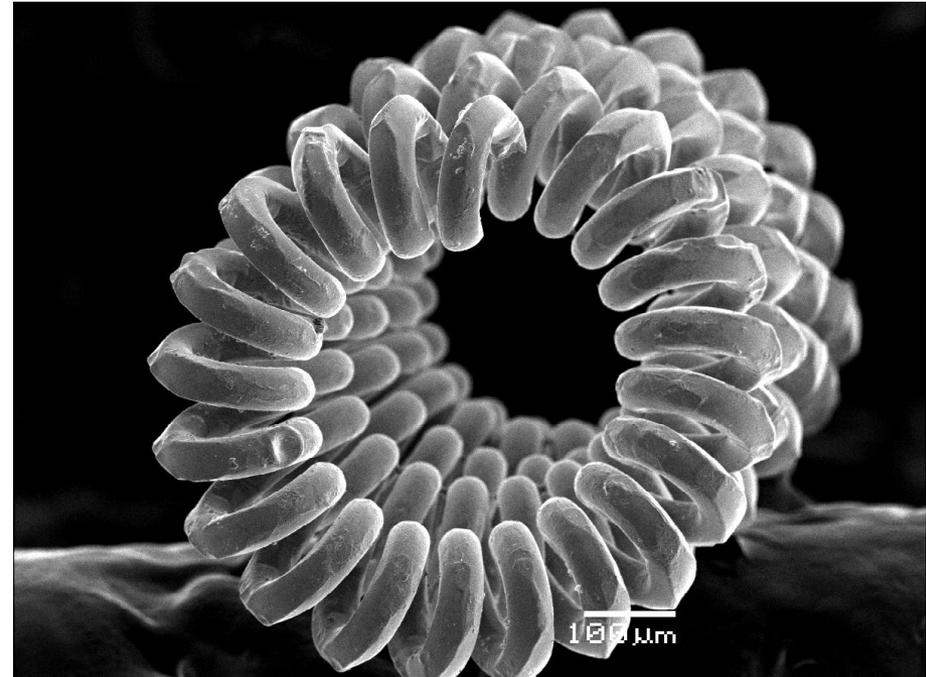
Obtención de imágenes en un SEM

Efecto de la distancia de trabajo:

Specimen: Tungsten filament, Mag. x100



Long working distance

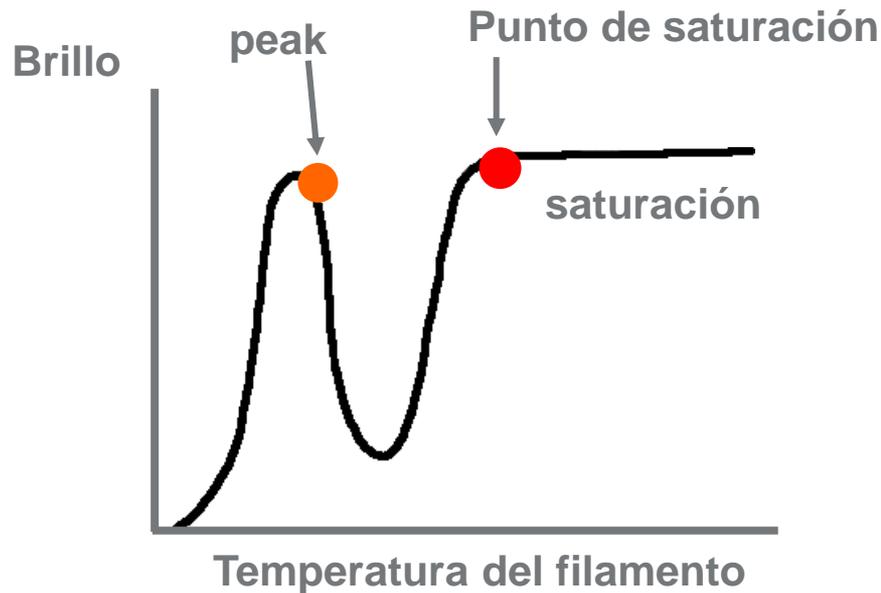


Short working distance

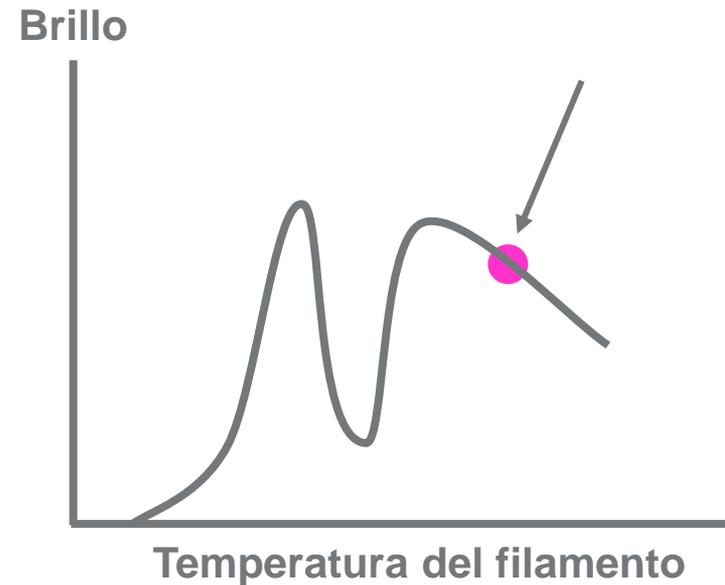
Obtención de imágenes en un SEM

Alineamiento del haz:

Correct beam axis

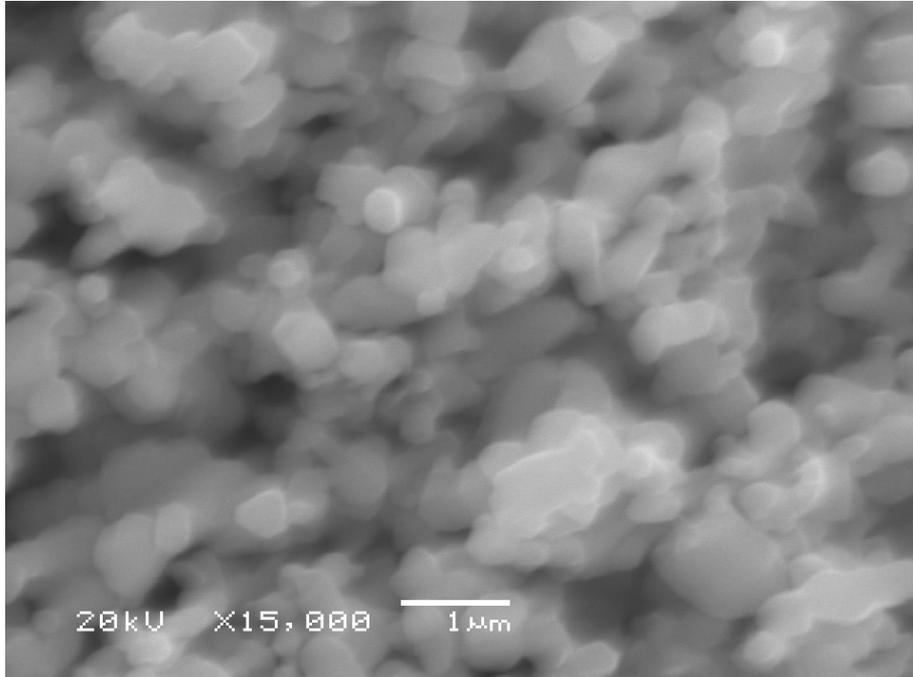


Incorrect beam axis

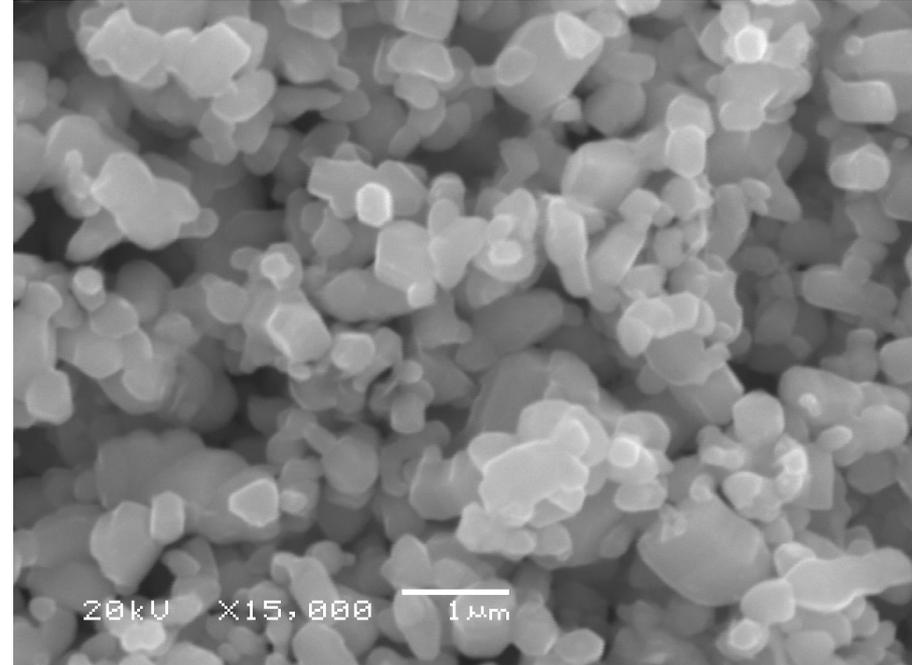


Obtención de imágenes en un SEM

Alineamiento apertura OL:



Posición incorrecta de aperture OL



Posición correcta de aperture OL

Obtención de imágenes en un SEM

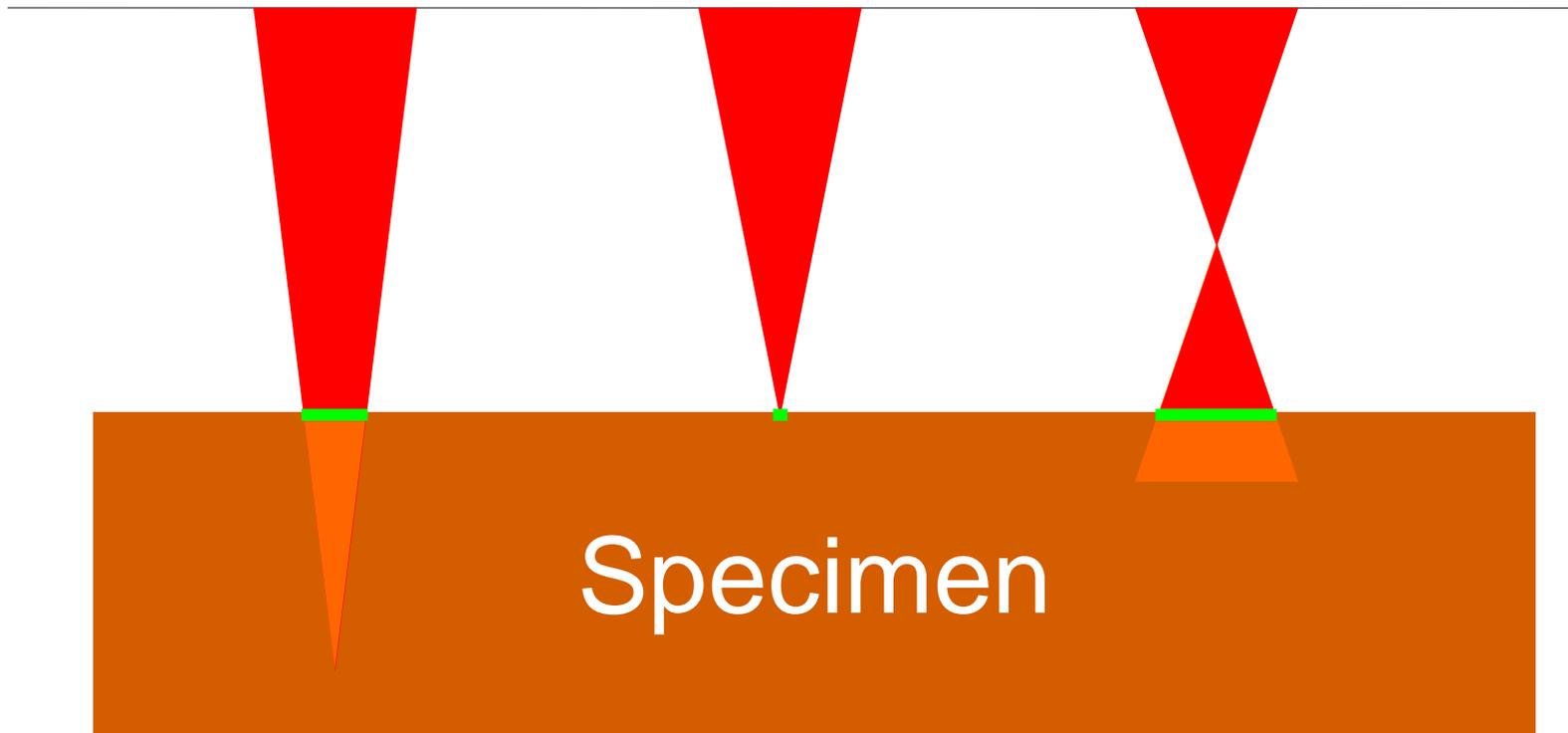
Ajuste foco:

Under focus

Just focus

Over focus

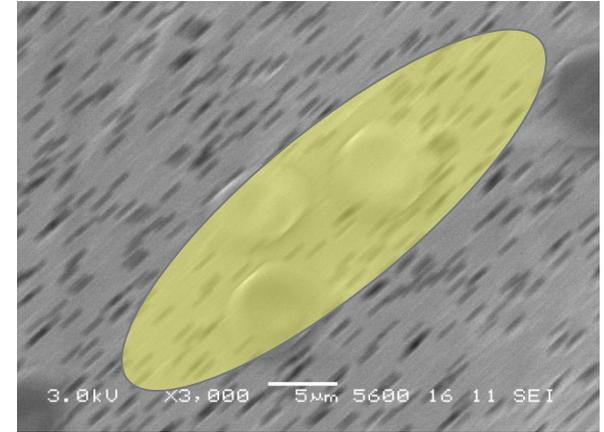
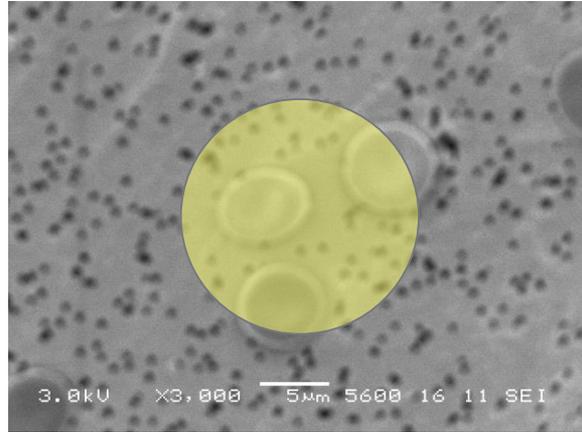
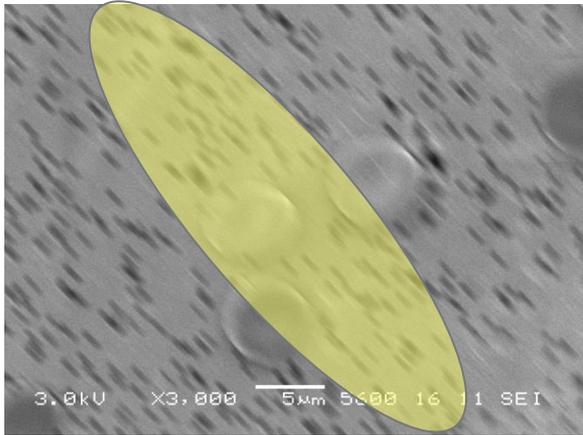
Haz de electrones



Obtención de imágenes en un SEM

Ajuste astigmatismo:

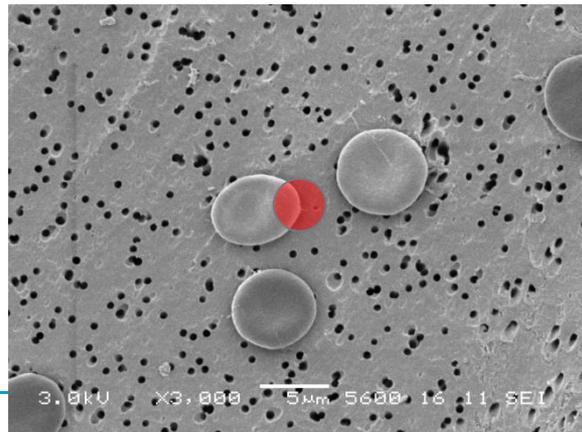
Muestra: red blood, mag.: x3000



Under focus

Just focus

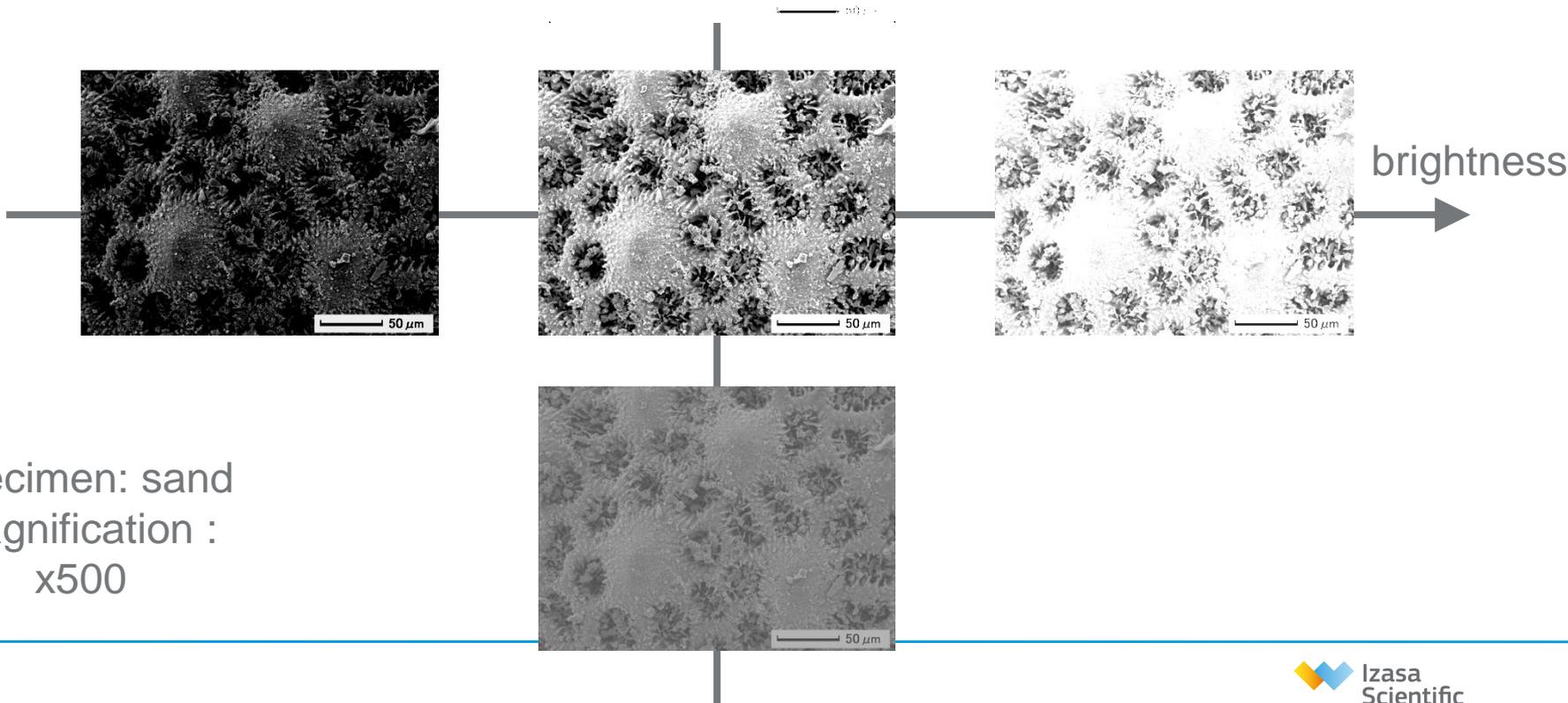
Over focus



Obtención de imágenes en un SEM

Ajuste contraste y brillo:

↑ contrast



INDICE

SEM: Conceptos básicos

Historia de la Microscopía Electrónica

Teoría de la microscopía electrónica de barrido

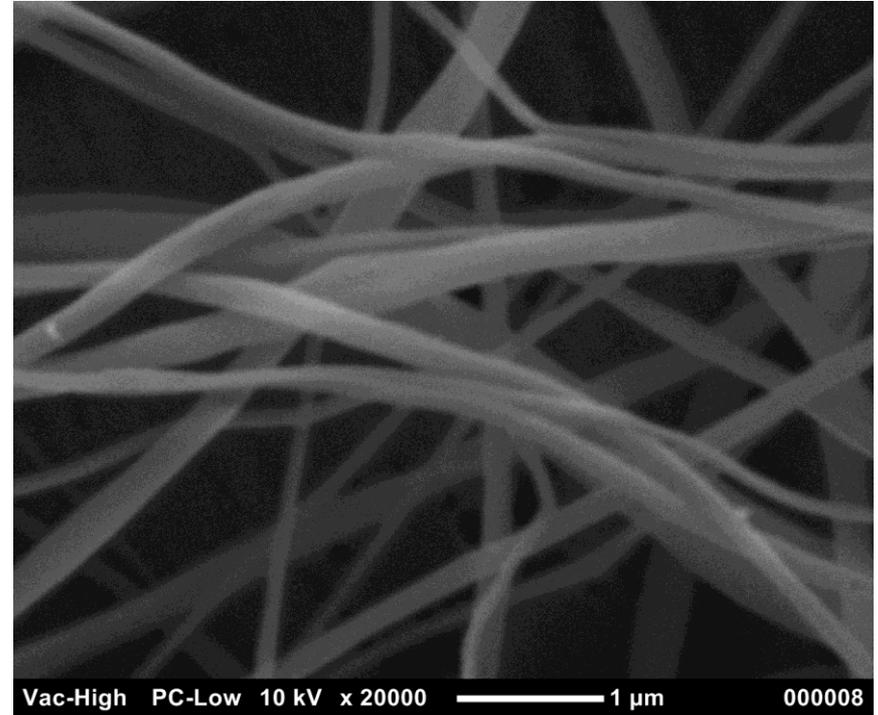
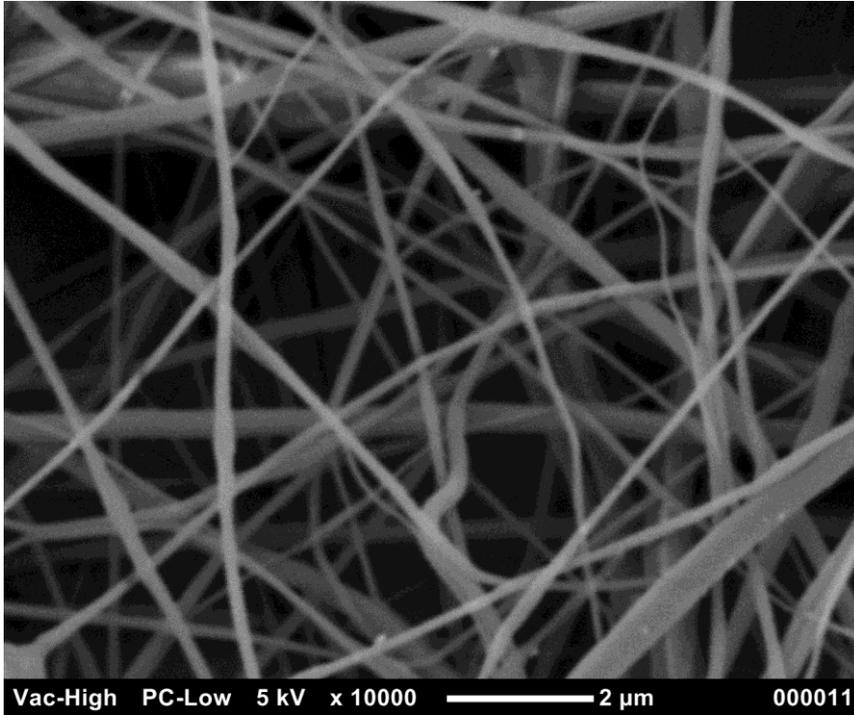
Obtención de imágenes en un SEM

Aplicaciones

Aplicaciones: Polímeros

- Análisis de nanopartículas
- Análisis de papel
- Caracterización bio funcional de superficies
- Caracterización de defectos en capas
- Análisis de fibras
- Imagen de muestras húmedas
- Caracterización de superficies de materiales funcionales
- Análisis de calidad de recubrimientos

Aplicaciones: Nanofibras poliméricas



Nanofibras poliméricas

Sample courtesy of Scott Forbey, Virginia Tech

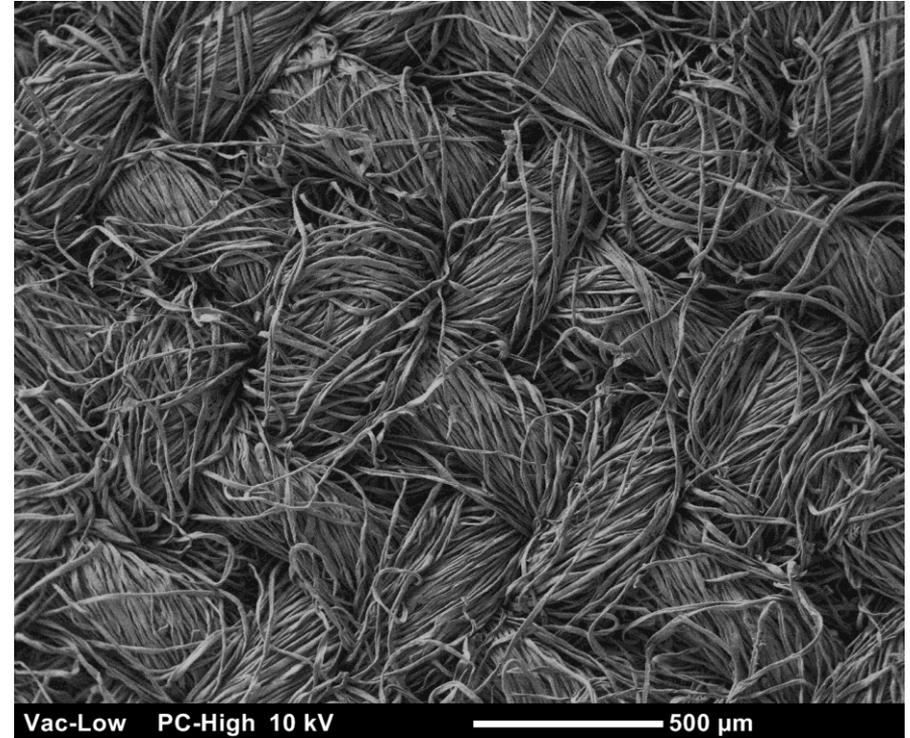
Aplicaciones: Materiales y semiconductores

- Análisis de materiales abrasivos
- Análisis de nanopartículas
- Caracterización bio funcional de superficies
- Caracterización de precipitados
- Análisis de grafeno
- 3D reconstrucción en alta resolución
- Análisis de la estructura y estados de unión de átomos
- Análisis In-situ de cambios microestructurales
- Análisis de elementos ligeros
- Análisis de trazas de elementos en micro escala
- Microestructura mineral
- Análisis estructural de sistemas multicapa
- Estructura / cross-section componentes electrónicos
- Caracterización de superficies de materiales funcionales
- Análisis de textura y mapeado elemental de materiales metálicos
- Análisis de papel
- Análisis de asbestos
- Caracterización de polvos
- Análisis de fibras
- Análisis de calidad de recubrimientos

Aplicaciones: Fibras y ropa

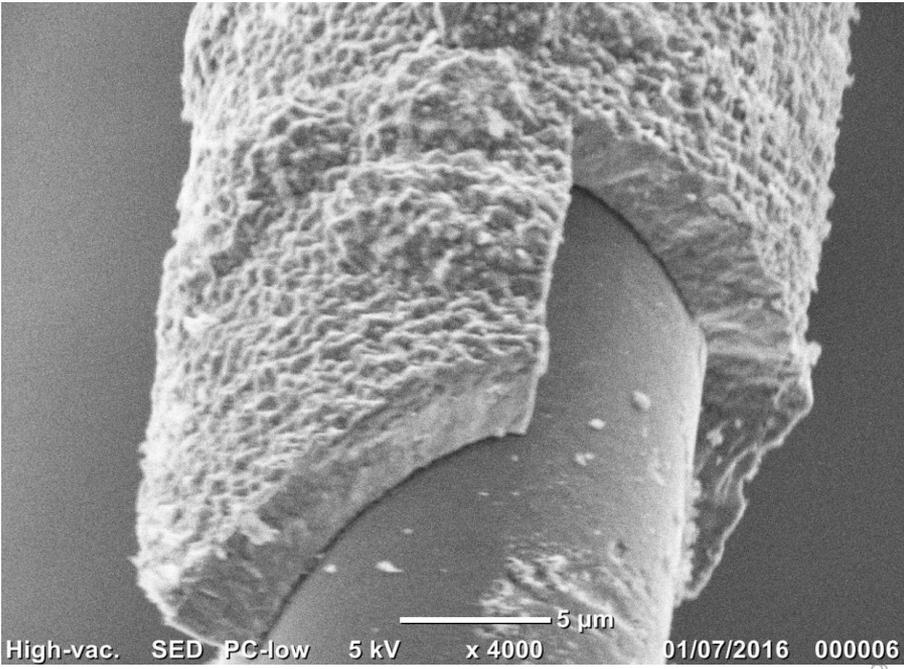
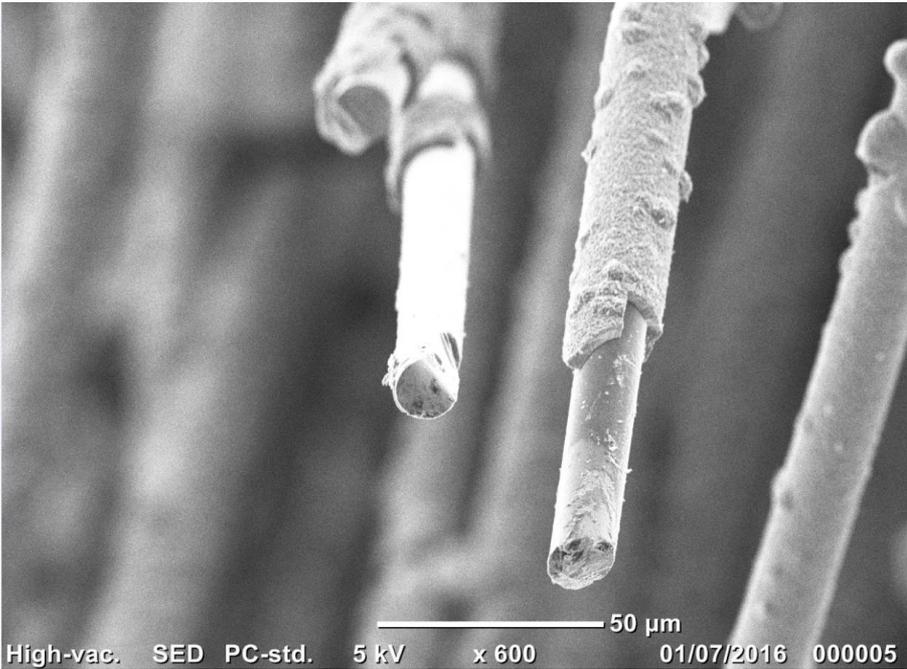


Mineral Filled Neoprene

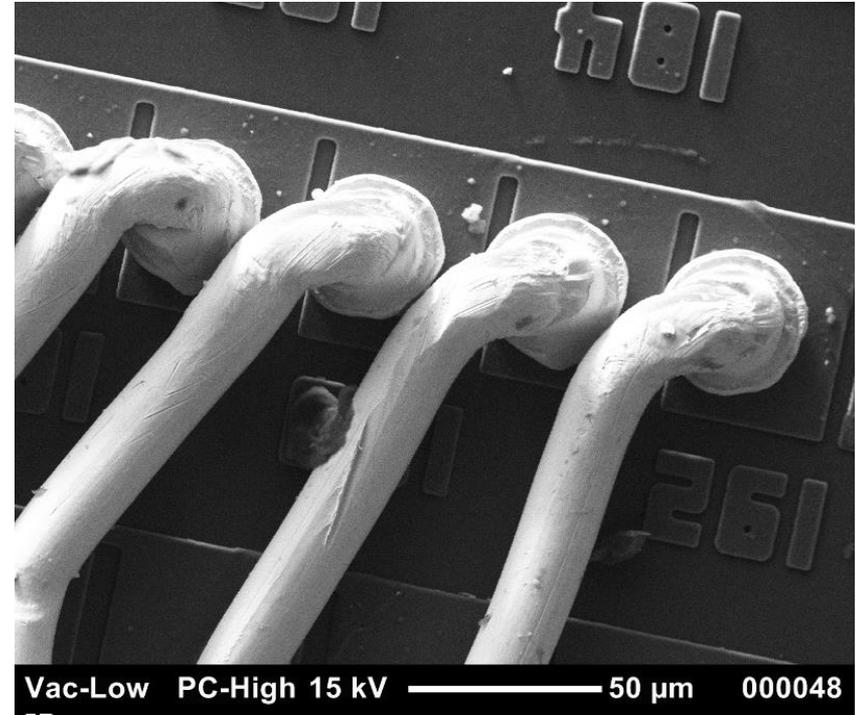
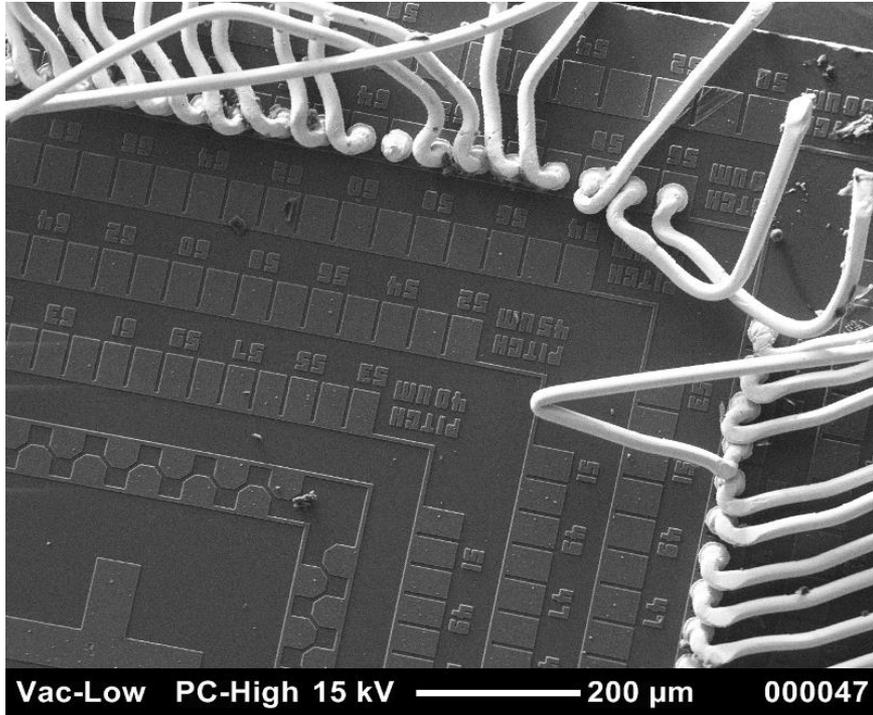


Cloth

Aplicaciones: fibras conductoras industria del mueble

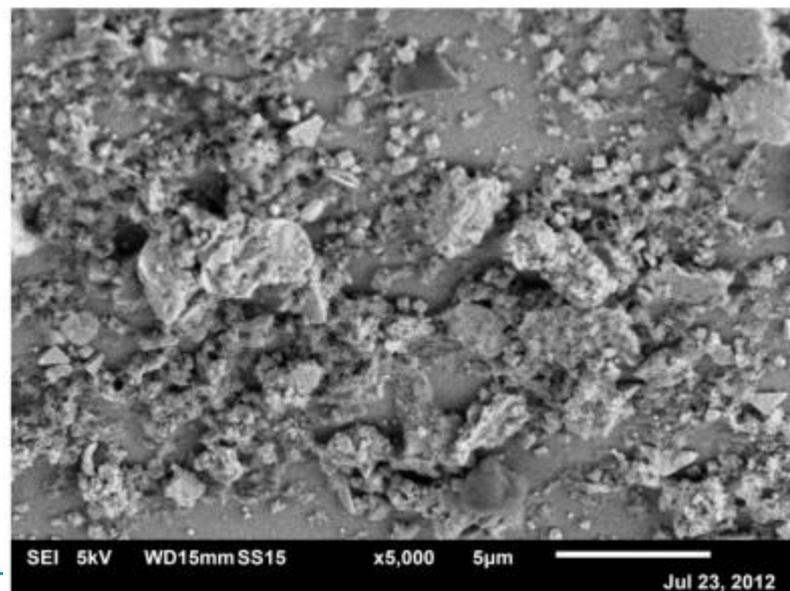
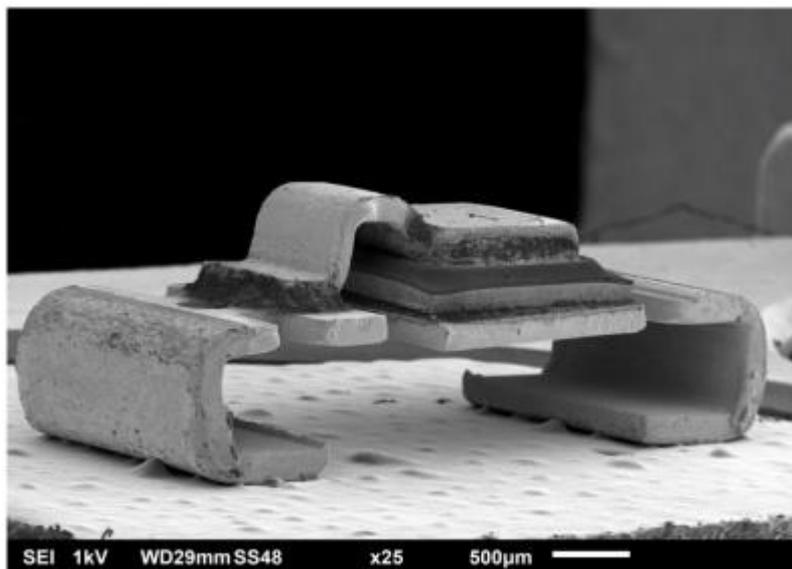
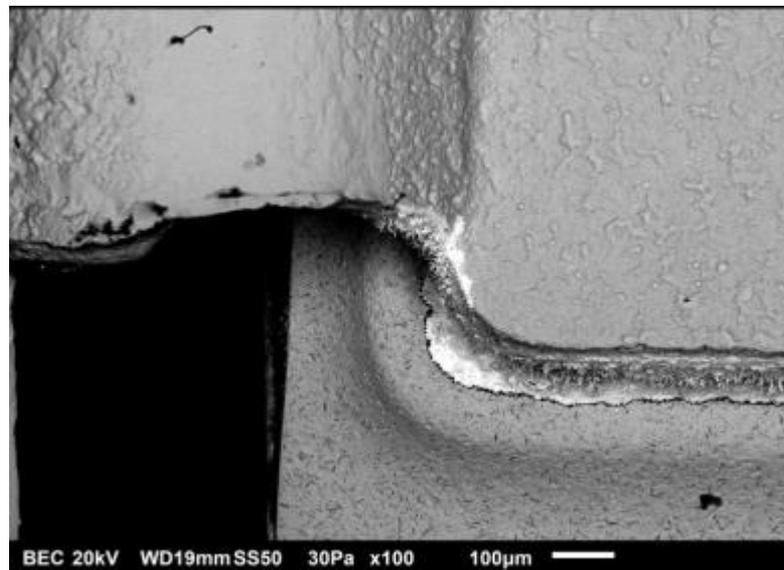
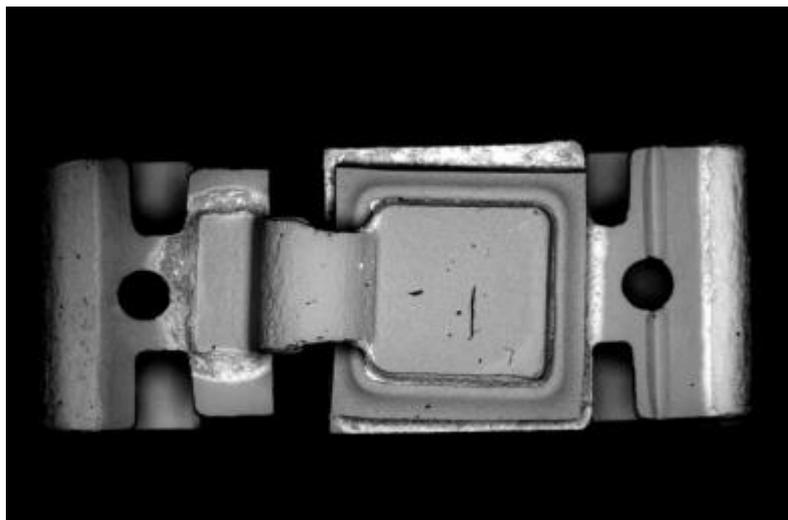


Aplicaciones - Electrónica

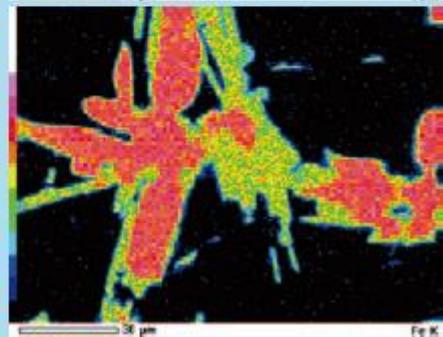
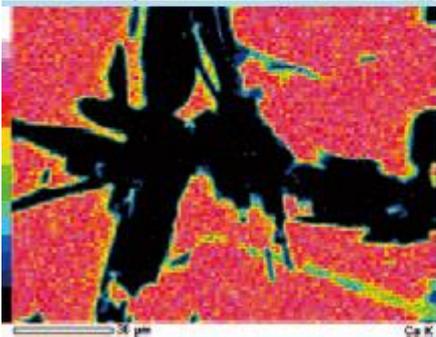
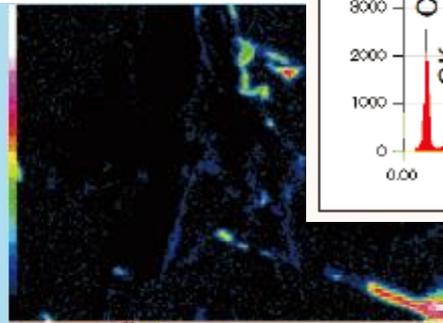
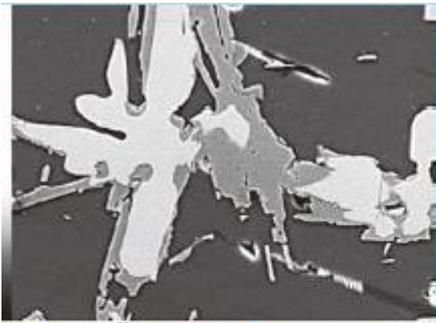
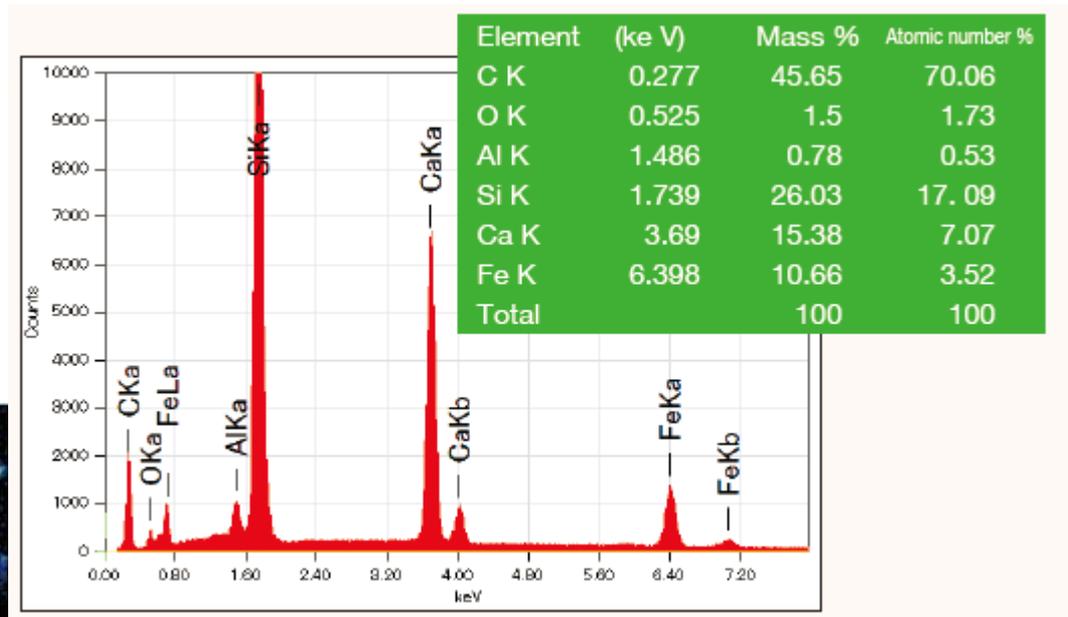
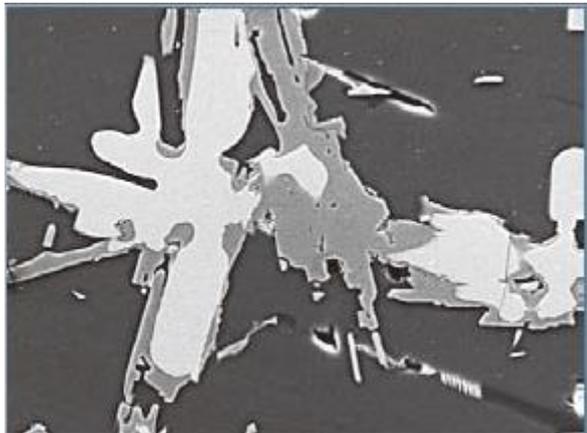


Semiconductor

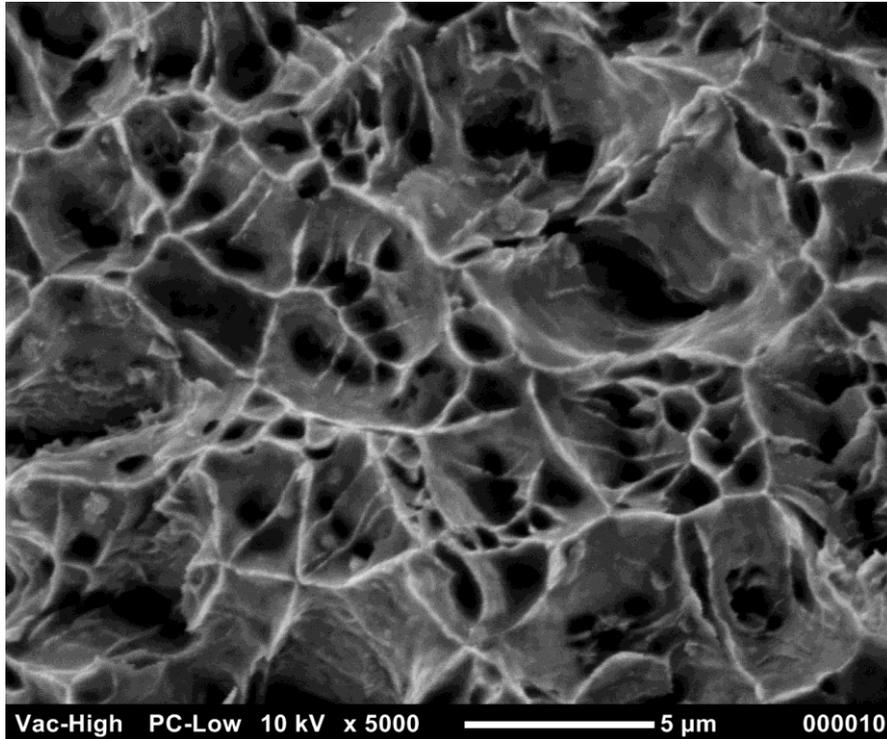
Aplicaciones: Componentes electrónicos



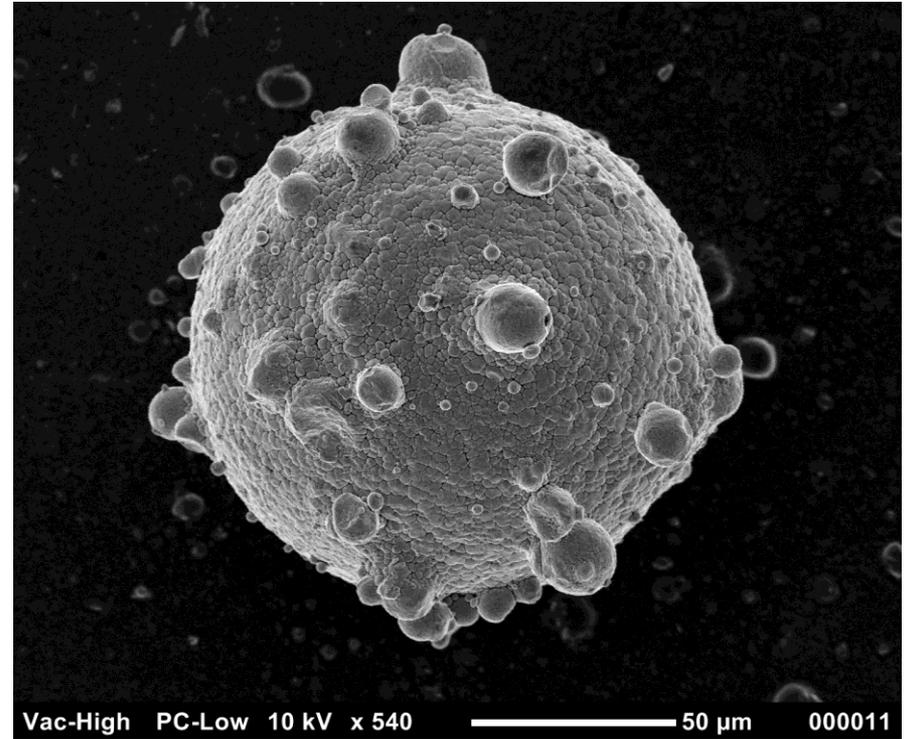
Aplicaciones: Aleaciones Fe-Al



Aplicaciones: Metales

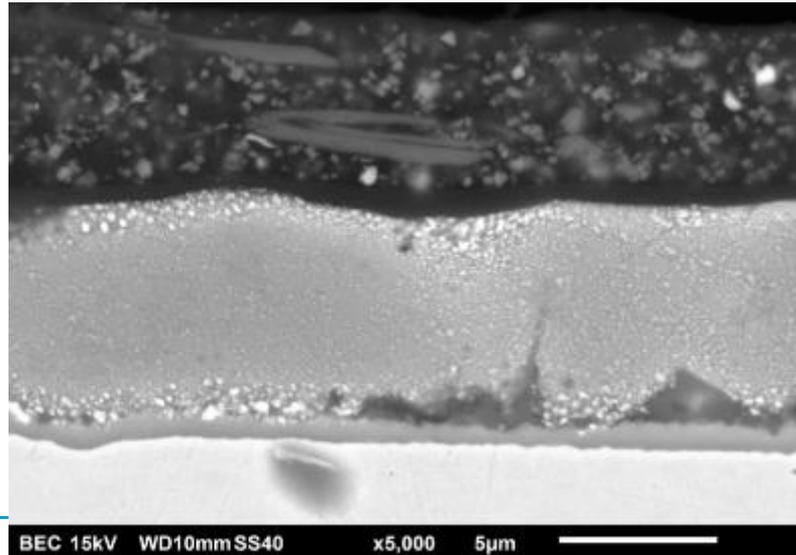
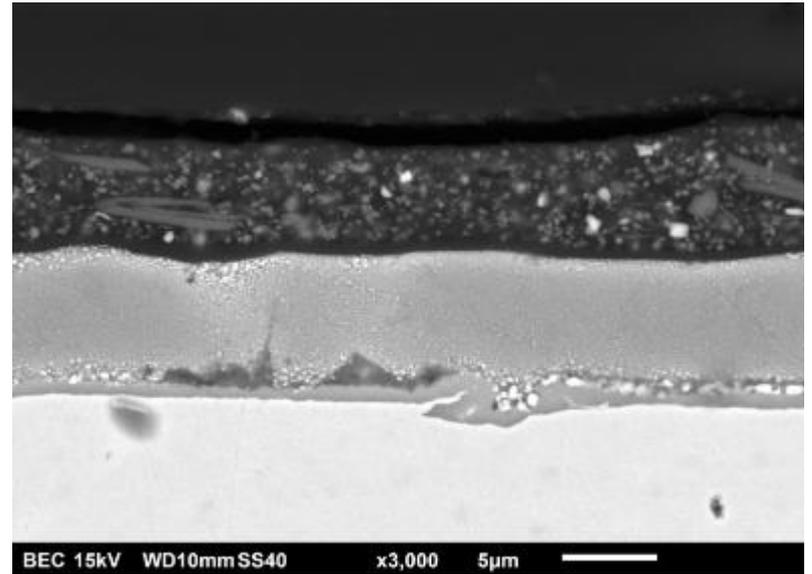
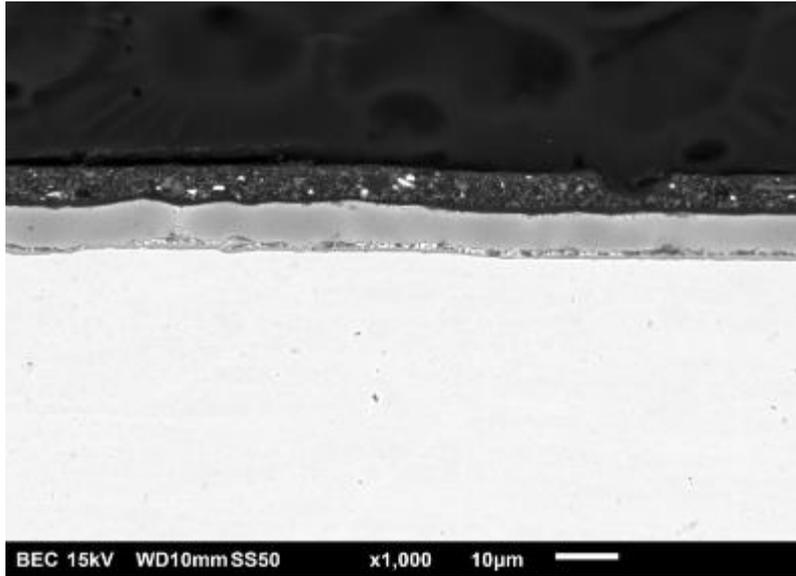


Fractura dúctil

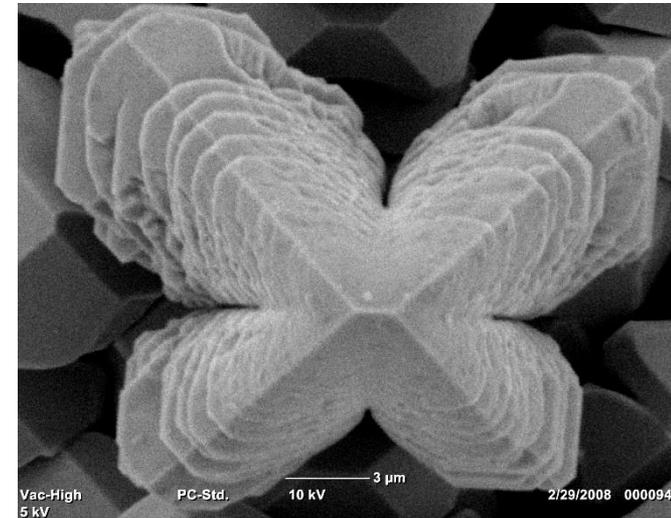
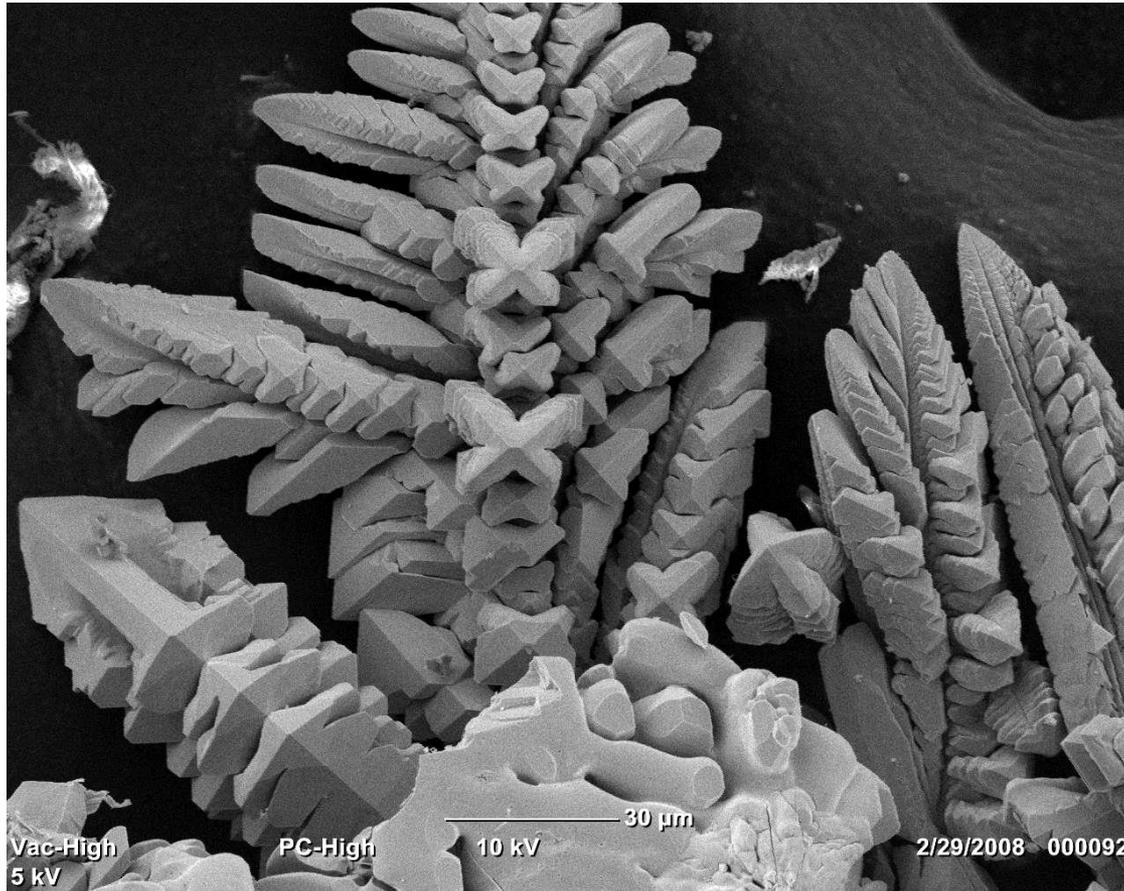


Partículas metálicas

Aplicaciones: Recubrimientos



Aplicación: Dendritas de oxido de wolframio



Aplicaciones: Accesorios

- CÁMARA DE MUESTRAS
 - Detector Cátodo Luminiscencia
 - Imagen
 - Espectrómetro
 - Máquinas ensayos mecánicos
 - Tracción
 - Comprensión
 - Pandeo
 - Platinas Temperatura Controlada
 - Calentamiento
 - Enfriamiento (-25° C, -50° C)
 - *Crio Transferencia* (-180° C)
 - Micromanipuladores
 - Medidas eléctricas



Thanks for your attention