

NEWSLETTER

Abril / 2019

Aplicaciones de la Microscopia Electrónica de Barrido y Análisis Elemental de componentes electrónicos y apoyo a la investigación científica en El Salvador

Angel Hernández, Jonathan Ventura, Rainer Christoph

Introducción

La microscopia permite la visualización de información que no es perceptible al ojo humano, es un área de trabajo multidisciplinar y por tanto aplicable a tipos de muestras y procesos como la botánica donde se estudiaron los órganos de reproducción de las plantas, en la anatomía con el estudio de los órganos de los animales y la estructura de vasos sanguíneos y arterias además la observación de fibras musculares, tipos de bacterias y glóbulos rojos en la sangre. En ingeniería electrónica la microscopia es comúnmente utilizada en inspección de celdas solares (Osayemwenre & Meyer, 2013), inspección microelectrónica (Stanley & Gauthier, 1977), nanolitografía (Wei, Dai, & Zhang, 2014), entre otros.

Su desarrollo principal fue motivado por la aplicación en la biología,(Lafalconi, 2001), pero también es aplicable al estudio de materiales y componentes electrónicos.

La información obtenida del análisis microscópico de una muestra es variada desde obtener la topología de la superficie para control de calidad hasta la composición elemental de la misma.

La estructura y composición química son reflejadas únicamente en la morfología del material. El objetivo final de un análisis microscópico es obtener precisión en esas observaciones, por lo que es necesario estudiar imágenes de muestras con una resolución espacial mayor que la captada por nuestros ojos.

Con nuestra vista es posible ver objetos separados hasta unas 50 μ m, pero la información estructural que se desea visualizar se encuentra menor, a esta escala por lo que se vuelve necesaria la utilización de equipos que apoyen el análisis como es el caso del microscopio cuyo funcionamiento consiste en asociar una longitud de onda específica a un haz de electrones acelerados que al ser pequeñas permiten la observación de los objetos.

Microscopía de componentes electrónicos

Desde sus inicios, el campo de la electrónica ha desarrollado equipos que facilitan la vida del ser humano, en la actualidad contamos con circuitos muy pequeños que son capaces de realizar múltiples cálculos por segundo como es el caso de los procesadores con transistores de hasta 10 nanómetros (Sicard, 2017) y aún se sigue investigando para llegar a los 5 nanómetros (Desai et al., 2009). Los circuitos electrónicos contienen diferentes

componentes y tamaños dependiendo del propósito para el cual se crean, algunos de ellos son tan pequeños que cuando ocurre un fallo es necesario el uso de un MEB con un EDS para conocer la causa de la falla.

Es ahí donde participa la microscopía, la cual es utilizada para control de calidad e identificación de fallos, existen dos tipos de microscopía: óptica y electrónica; en la microscopía óptica se utiliza el espectro de luz visible para resolver objetos en el orden de los micrones.

En el caso de la microscopía electrónica es posible resolver imágenes en el orden de los nanómetros (10^9 m) por medio de electrones disparados a alta velocidad que inciden sobre una muestra conductora y refleja electrones denominados “secundarios”, la señal de estos electrones es captada por un sensor que recopila la información topológica de una superficie.

Funcionamiento de un Microscopio Electrónico de Barrido

La microscopía electrónica de barrido (MEB o SEM por sus siglas en inglés) permite producir imágenes de alta resolución sobre muestras conductoras mediante un haz de electrones, los electrones emitidos son acelerados por una rejilla polarizada positivamente.

En su camino hacia la muestra, el haz es enviado hacia un punto mediante bobinas electromagnéticas, de manera que estas permiten realizar un barrido de la superficie a estudiar posteriormente utilizando un detector de electrones que analiza los electrones secundarios que luego, una computadora se encarga de presentar la lectura de los electrones para mostrar una imagen clara de la superficie de una muestra, alcanzando niveles de detalle muy altos (hasta 3 nm a 30kV), es decir 1,000,000 X de aumento (ver Fig. 1).

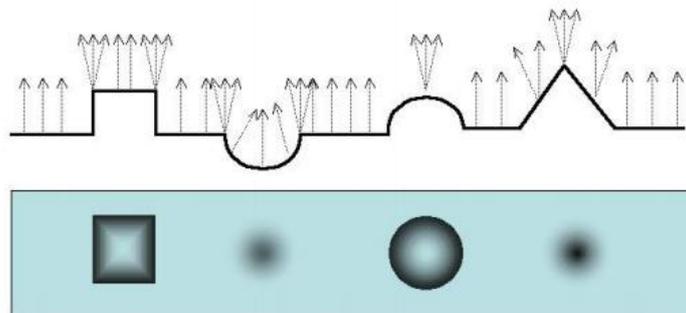


Figura 1. Esquema de un perfil de una muestra con diferentes objetos geométricos (arriba) y como se verían estos en un microscopio electrónico de barrido(abajo), las tonalidades de gris se refieren a la concentración de electrones en respuesta de la muestra (Gago, n.d.).

La imagen obtenida en el MEB se forma por barrido. El haz incide sobre un punto y produce un número de electrones secundarios. El número de electrones producidos en el proceso de interacción depende tanto del material (cuanto mayor es el número atómico mayor es la emisión: contraste por diferente elemento químico) como de su forma (la emisión sobre una zona rugosa, borde o arista es mayor debido entre otras cosas a la mayor concentración de carga en esos puntos: contraste topográfico). Si ahora desplazamos el haz a través la

muestra, mediante las lentes deflectoras, podemos generar una línea y, superponiendo líneas, formar una imagen.

Entre las ventajas de la utilización de los equipos MEB cabe mencionar su fácil manejo y buena resolución en el análisis de las muestras, además posee amplia profundidad de campo y es posible combinar el equipo con otros componentes. Y entre las limitaciones se encuentran el alto costo de los equipos y la necesidad de que las muestras deben ser conductoras, de no ser así las muestras deben ser recubiertas con Oro/Paladio que son realizados por otro equipo.

Es necesario trabajar bajo vacío, debido a que el aire contiene muchas moléculas que interferirían con los electrones emitidos por el MEB, y no se obtendría una lectura fiable.

Realización técnica de un SEM del sistema emisor de electrones acelerados

Pistola de electrones. Es la fuente de los electrones acelerados, consiste en un cátodo, un cilindro Wehnelt y un ánodo, los últimos son conectados a un potencial eléctrico negativo; el ánodo y las partes restantes de la columna son conectados a polo tierra. El cátodo es un filamento de Tungsteno calentado a alta temperatura que causa la emisión de electrones libres. El voltaje entre el cilindro Wehnelt y en ánodo determina el voltaje de aceleración de los electrones que puede ir hasta los 30kV.

El centrado de pistola. Está formado por un sistema de bobinas de desviación electromagnética bajo la pistola, el cual está diseñado para permitir la inclinación del haz de electrones emitido por la pistola para que entre en el eje del sistema óptico de la columna. Se controla mediante la función de alineación de la pistola. La pistola está correctamente centrada si se selecciona la parte más intensa del haz de electrones y el brillo de la imagen es el más alto (ver Fig. 2).

La abertura de pulverizado. Se coloca debajo de las bobinas de centrado de la pistola. Está destinado a retener las partes marginales del haz de electrones emitido por el cañón.

Los condensadores C1 y C2. Son fuertes lentes magnéticos para la magnificación de la fuente virtual. Cuanto mayor sea la excitación del condensador, menor será su longitud focal y mayor su desimantación.

La abertura de salida. Corta el tamaño de la viga incidente final. Se coloca en el soporte en el extremo del tubo central de vacío de la columna, a unos 60 mm por debajo del condensador C2. El tamaño óptimo del agujero de apertura es de 50 μm .

El objetivo auxiliar LCI. (Lente de centrado intermedio) es un objeto magnético utilizado para el cambio de apertura del haz que entra en el objetivo o para mostrar si está apagado. El cambio de la excitación del LCI provoca el desplazamiento del haz de electrones a través del eje óptico y por lo tanto es necesario compensar este desplazamiento mediante el centrado del LCI de las bobinas de centrado.

El estigmatizador es un polo electromagnético. Su objetivo es compensar el astigmatismo en todos los modos de visualización.

Las bobinas de exploración. Están formadas por dos etapas de las bobinas de desviación. Una rampa de exploración está conectada a las bobinas. La frecuencia de la rampa

determina la velocidad de barrido del haz de electrones; la amplitud determina el campo de visión del microscopio y el aumento.

El objetivo. Es la última lente magnética de la columna que forma el haz de electrones resultante. En los modos habituales, la excitación del objetivo está determinada por la distancia de trabajo (la distancia entre la pieza del polo inferior del objetivo y la superficie de la muestra enfocada).

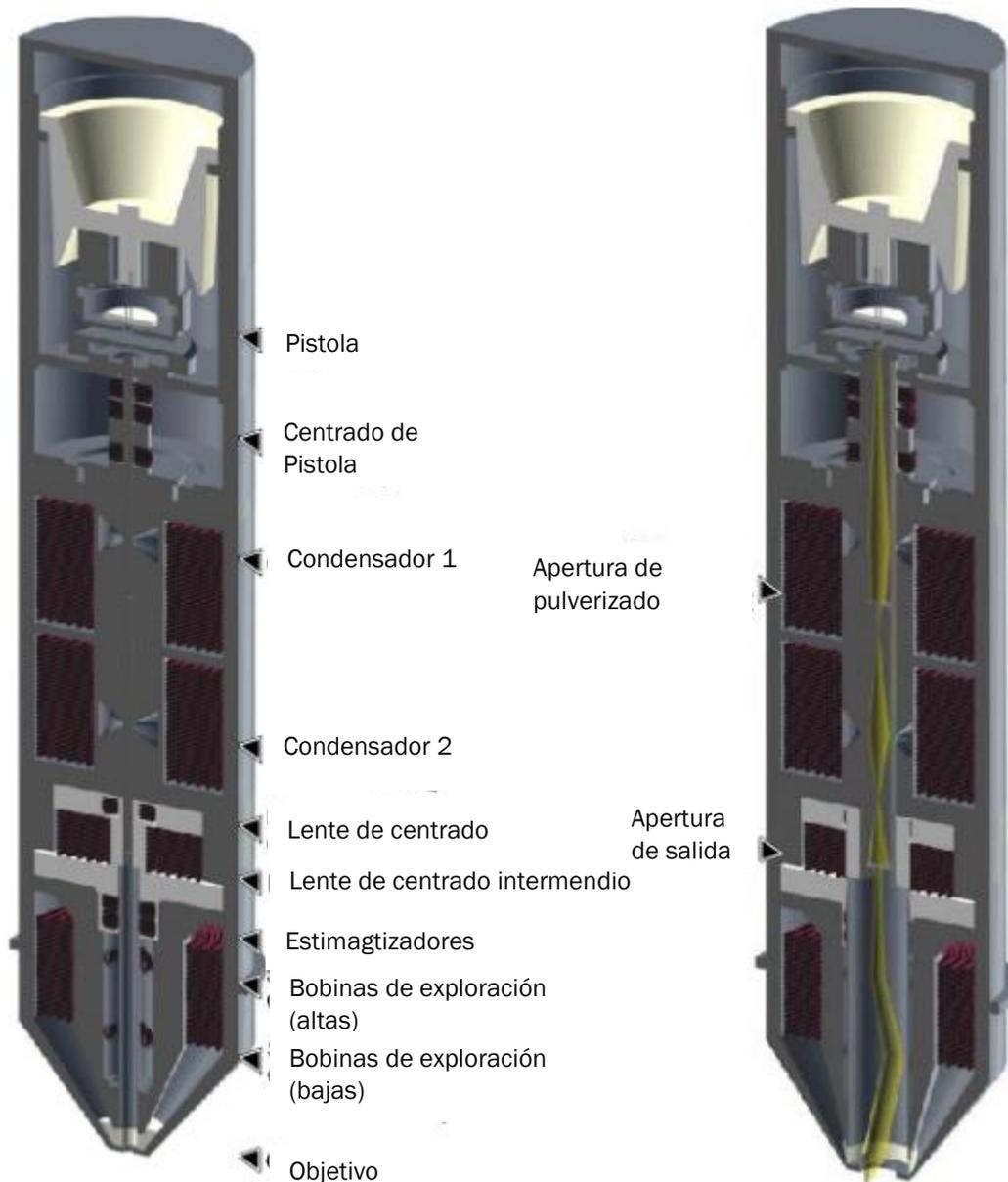


Figura 2. Vista de sección del cañón de electrones del microscopio electrónico de barrido (TESCAN, 2019).

Espectroscopio de Energía Dispersiva de Rayos X

Otro elemento muy importante en la microscopía electrónica es la lectura de los rayos X característicos de cada elemento en una muestra, esto se logra usando un Espectroscopio

de energía dispersiva de rayos x, abreviado como EDS, EDX (Scimeca, Bischetti, Lamsira, Bonfiglio, & Bonanno, 2018).

Esta tecnología provee un análisis de los elementos químicos que componen una muestra, cuando un electrón acelerado por el rayo del SEM colisiona con los electrones de la muestra, provoca un desprendimiento de este, los electrones se reacomodan para mantener el átomo estable, cuando un electrón de un nivel de energía exterior se desplaza a uno inferior libera un fotón en forma de rayos X (ver Fig. 3), la energía resultante de la colisión dependerá del átomo, una computadora hace los cálculos correspondientes y muestra en pantalla el elemento químico perteneciente a la zona analizada (ver Fig. 4).

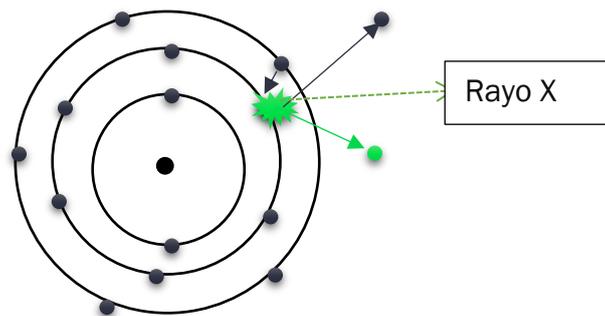


Figura 3. Esquema sobre el principio del EDS o EDX. Los electrones acelerados poseen una radiación ionizante, son capaces de arrancar electrones de las capas mas internas de los atomos con los que reaccionan, dejando al atomo en un estado ionizado al perder energía, en ese momento un electron de una capa mas externa pasa a ocupar el hueco dejado para volver a su estado fundamental, liberando un fotón en forma de rayos X con una energía característica al atomo perteneciente.

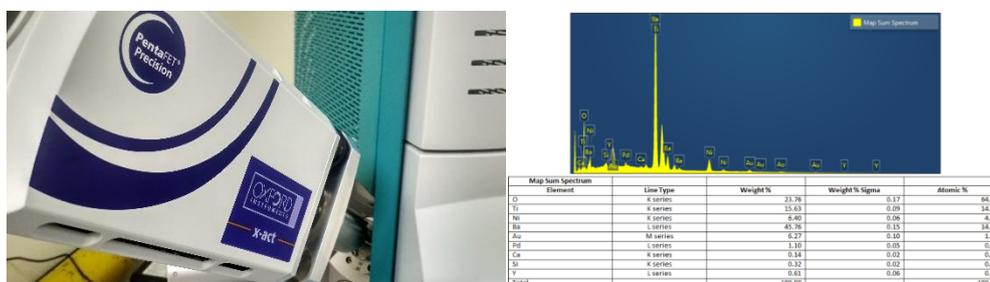


Figura 4. EDX Oxford, permite obtener la lectura de los rayos X característicos de un elemento sobre una muestra.

Entre las aplicaciones del análisis EDS se encuentran:

- Formación de imágenes espectrales.
- Mapeo de pequeñas superficies a alta resolución.
- Análisis de partículas y películas finas.

Aplicaciones en El Salvador

Aplicación en la industria

En el área de la electrónica, el microscopio SEM se utiliza para control de calidad de microcapacitores, desde fallas estéticas (ver Fig. 5), que suelen ser manchas de contaminantes externos hasta cortocircuitos, dónde por malos procesos en el tratamiento del capacitor se unen accidentalmente el ánodo y el cátodo.

Estas conexiones accidentales son difíciles de ver con un microscopio convencional, incluso imperceptible bajo una imagen SEM, es ahí donde entra el uso de un detector EDX, el cual permite conocer los rayos X característicos de las muestras.

El equipo es capaz de mostrar un mapa de energía dónde colorea la respuesta de los elementos químicos encontrados (ver Fig. 6) a su vez se aplica un escaneo específico en un área determinada para conocer cuantitativamente su composición (ver Fig. 7).

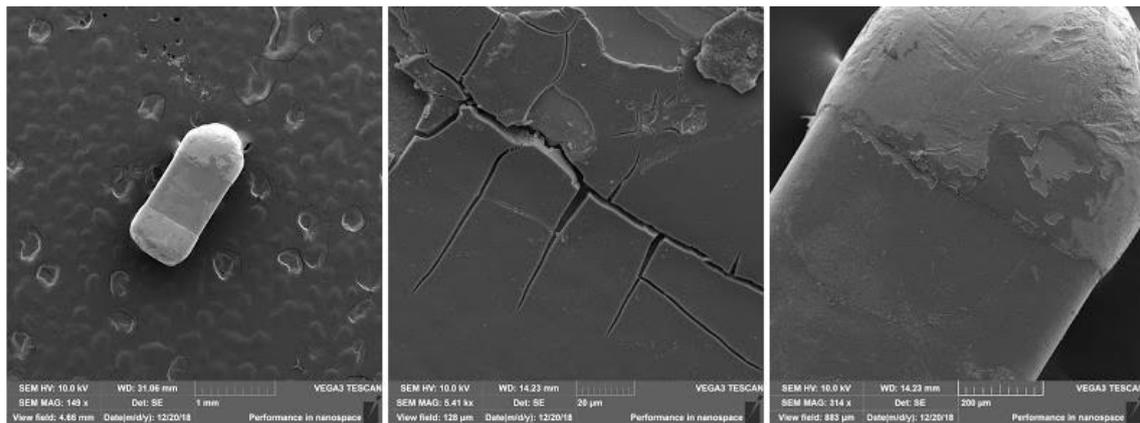


Figura 5. Fotografía SEM de un capacitor de cerámica con fracturas, las cuales fueron ocasionadas por un cortocircuito debido a malos procedimientos realizados por el cliente de la empresa fabricante de microcapacitores.

Para que una muestra pueda ser vista bajo el microscopio electrónico debe ser conductora de electricidad, de lo contrario es necesario un recubrimiento de un material conductor, en nuestro caso una mezcla de oro (Au) y Paladio (Pd), una capa de 10nm es depositada sobre una muestra para aumentar su conductividad eléctrica y pueda ser analizada bajo el microscopio electrónico.

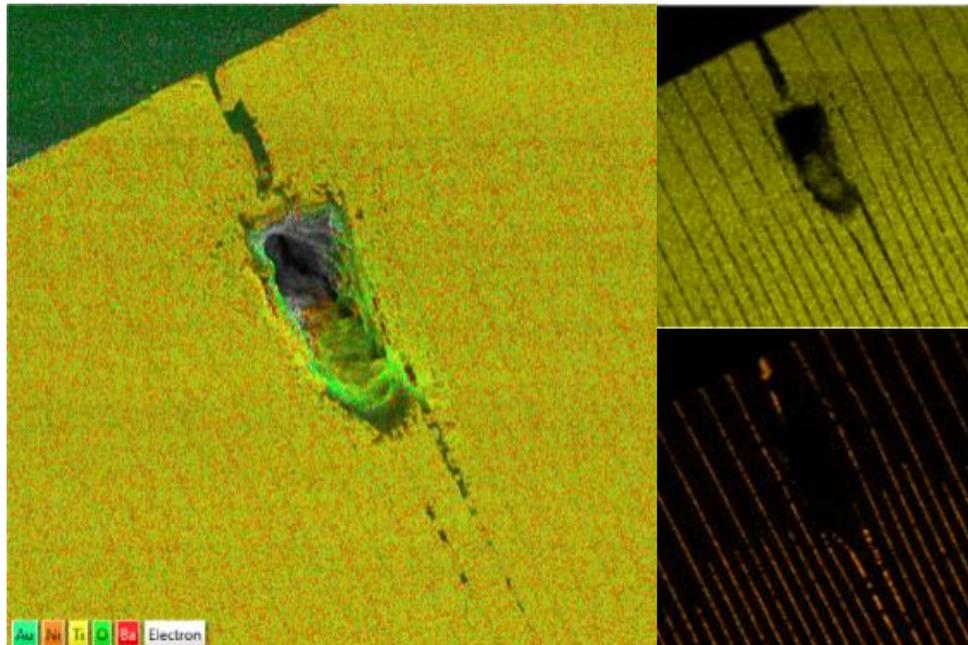


Figura 6. Mapa de energía del corte transversal de un capacitor, una computadora resuelve la lectura de los rayos X característicos de los elementos de u muestra, y asigna un color a cada elemento encontrado.



Figura 7. Lectura cuantitativa de los elementos encontrados por la lectura del EDX. En la tabla se muestra cada elemento químico detectado, el porcentaje peso que representa cada uno y de que nivel de energía fue obtenido. Además de porcentaje atómico y su respectivo margen de error (sigma).

Aplicación en la investigación de muestras biológicas

En el campo de la biología, es posible caracterizar especies en el orden de los micrones, como el caso de las diatomeas (fitoplancton) los cuales poseen formas definidas y de acuerdo con su estructura se puede hacer una clasificación de la diversidad existente en nuestro país, para observarlas fue necesario secarlas por el método de punto crítico y luego recubiertas con una capa de oro/paladio para volverlas conductoras (ver Fig. 8).

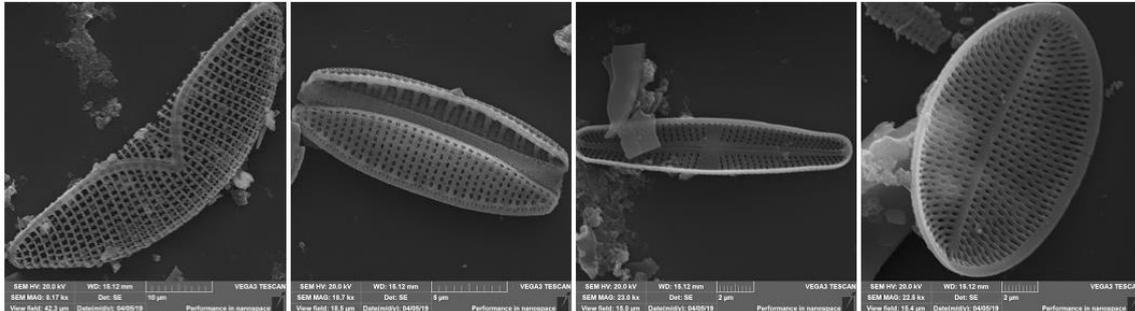


Figura 8. Diatomeas pertenecientes al Lago de Coatepeque, Santa Ana, vistas bajo microscopía electrónica de barrido, tamaños aprox. 15 – 50 µm, las diatomeas son microalgas, que constituyen el tipo más común de fitoplancton.

Aplicación en análisis de materiales

Algunas playas de El Salvador tienen un color negro característico, esto debido a su origen volcánico, se tomaron algunas muestras, para determinar la composición elemental de la arena negra recolectada de las costas de Xanadú en el departamento de La Libertad, bajo el SEM los granos de arena tienen diferentes formas, algunas con incrustaciones de carbonatos (ver Fig. 9).

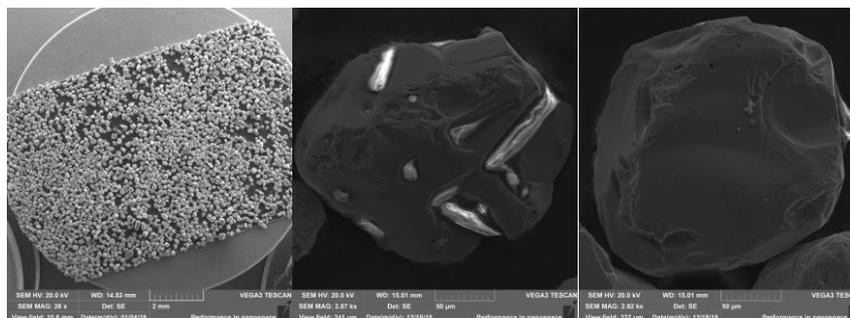


Figura 9. Fotografías SEM de arena negra de las costas de Xanadú, La Libertad

Al analizarlas con el EDX se observó la presencia de un alto contenido de Hierro, esto a su vez explica que este tipo de arena reacciona ante la presencia de un campo magnético (ver Fig. 10)

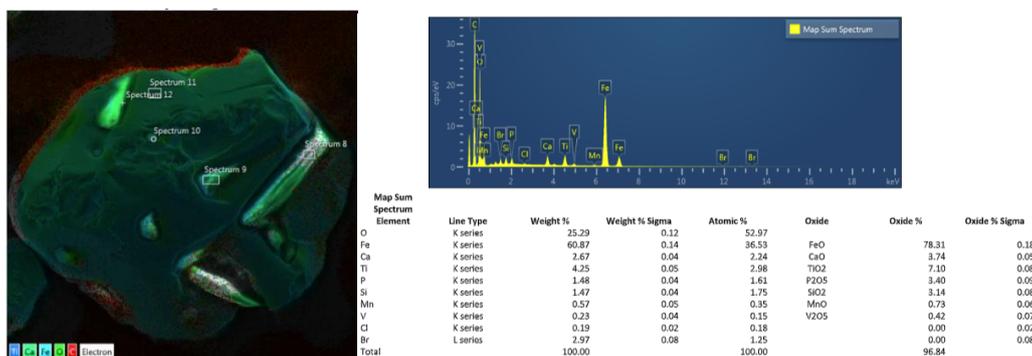


Figura 10. Análisis EDX aplicado a un grando de arena negra de las costas de Xanadú, La Libertad, Izquierda: Mapa de energía del grano de arena. Derecha: Análisis cuantitativo de los elementos encontrados, puede apreciarse que en su mayoría contiene Hierro (Fe), además de otros elementos como Calcio (Ca), Titanio (Ti), Fósforo (P), Silicio (Si) entre otros.

Conclusiones

En El Salvador, la microscopía electrónica de barrido contribuye al desarrollo de nuevos campos de investigación, al ser capaz de ver estructuras invisibles al ojo humano, y la identificación de elementos por medio de espectrometría de dispersión de rayos X.

La microscopía electrónica es aplicable en la industria para detección de fallos, control de calidad en los procesos de fabricación y manipulación de componentes electrónicos.

Es aplicable en diversas áreas de investigación para nuestro país, como geología, estudio de materiales, metalurgia, odontología, paleontología y arqueología, control de calidad, fibras textiles, medicina forense, botánica, entre otros.

Agradecimientos

Se agradece al Instituto de Ciencia, Tecnología e Innovación de la Universidad Francisco Gavidia y a la Agencia de los Estados Unidos para el Desarrollo Internacional (USAID) por el apoyo recibido en este trabajo.

Referencias

- Desai, S. B., Surabhi R, M., Sachid, A. B., Llinas, J. P., Wang, Q., Ahn, G. H., ... Hu, C. (2009). MoS2 transistors with 1-nanometer gate lengths. *22. J. Loschmidt, Sitzungsber. Akad. Wissenschaften Wien, 102(11), 99.* <https://doi.org/10.1126/science.aaf5134>
- Gago, J. A. M. (n.d.). *LA MICROSCOPIA PARA EL ESTUDIO DE MATERIALES Y LÁMINAS DELGADAS.*
- Lafalconi, M. (2001). Historia de la microscopia. *Introducción a La Biología. Fac. de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad Nacional de Mar de Plata., 49–57.* Retrieved from http://s3.amazonaws.com/academia.edu.documents/38662359/Historia_de_la_Microscopia.pdf?AWSAccessKeyId=AKIAJ56TQJRTWSMTNPEA&Expires=1471879349&Signature=tibBHRYvAHqbErlSKmG7niLe9Po=&response-content-disposition=inline;filename=HISTORIA_DE_LA_MICROSCOPIA.p
- Osayemwenre, G., & Meyer, E. L. (2013). SEM analysis as a diagnostic tool for photovoltaic

- cell degradation. *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, 10, 15006-.
- Scimeca, M., Bischetti, S., Lamsira, H. K., Bonfiglio, R., & Bonanno, E. (2018). Energy Dispersive X-ray (EDX) microanalysis: A powerful tool in biomedical research and diagnosis. *European Journal of Histochemistry: EJH*, 62(1), 2841. <https://doi.org/10.4081/ejh.2018.2841>
- Sicard, E. (2017). *Introducing 10-nm FinFET technology in Microwind*. Retrieved from www.microwind.org
- Stanley, A. G., & Gauthier, M. K. (1977). SEM Analysis of Ionizing Radiation Effects in Linear Integrated Circuits. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 24(6), 2060–2065. <https://doi.org/10.1109/TNS.1977.4329165>
- TESCAN. (2019). *User's manual Scanning Electron Microscopy, model Tescan Vega 3LMU*.
- Wei, S., Dai, L., & Zhang, J. (2014). Flexible Nanofabrication Equipment: E-beam Lithography System Based on SEM. *TELKOMNIKA Indonesian Journal of Electrical Engineering*, 12. <https://doi.org/10.11591/telkomnika.v12i5.4473>