

Electrones retrodispersados y absorbidos

J. M. Badía y J. Ibáñez

4.1. Definición de los electrones retrodispersados

Cuando los electrones del haz incidente con el que excitamos la muestra penetran en su interior, sufren diversas interacciones con los átomos de la misma, que se van a traducir en su progresivo frenado así como en una dispersión en distintas direcciones.

Las interacciones que los electrones incidentes tienen con los núcleos atómicos de la muestra son de tipo elástico, sufriendo el electrón una notable desviación respecto de su dirección primitiva, pero sin pérdida significativa de su energía. Por el contrario, las interacciones de los electrones incidentes con los de la muestra son de tipo inelástico, con transferencia de parte de su energía pero generalmente con escasa desviación de su dirección.

Podemos en consecuencia imaginar de modo intuitivo y simplificado el «viaje» de un electrón incidente por el interior de una muestra como una sucesión de interacciones con los núcleos y electrones, que progresivamente le van frenando y además le obligan a llevar una trayectoria zigzagueante. Las interacciones con núcleos le modifican su dirección y las interacciones con electrones le restan energía.

Existen otras interacciones inelásticas, tales como la generación de plasmones y fonones, no directamente relacionadas con las interacciones de electrones individuales, que también implican una disminución de la energía cinética del electrón. Para un estudio más amplio de las interacciones electrón-muestra se remite al lector al capítulo anterior de la presente obra.

Dentro de esa compleja sucesión de interacciones que los electrones incidentes tienen en el interior de la muestra, existe una razonable posibilidad de que algunos de ellos, mediante sucesivas interacciones elásticas, sufran una desviación grande respecto de la dirección incidente y sean por tanto «reflejados» hacia atrás. Parte de estos electrones serán capaces de alcanzar nuevamente la superficie de la muestra antes de haber perdido totalmente su energía y podrán en consecuencia salir al exterior.

Estos electrones del haz incidente que han sido desviados hacia atrás dentro de la muestra y que emergen nuevamente son los que estrictamente responden al nombre de «electrones retrodispersados».

Desde el punto de vista de la mecánica cuántica, la identificación del electrón retrodispersado como un electrón del haz incidente resulta inadecuada, ya que una vez que se ha producido una interacción entre un electrón incidente y otro de la muestra, no resulta posible la identificación posterior de los mismos. No obstante, y dado que en la mayor parte de las interacciones electrón-electrón la transferencia de energía es pequeña, puede identificarse por convenio como electrón del haz aquel que, tras la interacción, queda con mayor cantidad de energía.

Dada la simplicidad física de la interpretación, y su interés práctico de cara a explicar el comportamiento de estos electrones, suele admitirse, a pesar de la limitación indicada en el párrafo anterior, que los electrones retrodispersados son, o se comportan como si fueran, electrones del haz incidente que vuelven a salir de la muestra. Estos electrones pueden emerger con cualquier energía entre cero y la energía inicial E_0 .

Frente a este concepto intuitivo de electrón retrodispersado, surge el de electrón secundario como aquel electrón de la muestra que, excitado por un electrón del haz incidente, adquiere una energía que le hace capaz de alcanzar la superficie y salir al exterior.

Por supuesto, resulta totalmente imposible averiguar si un electrón que emerge de la muestra corresponde a un retrodispersado o secundario, tal y como los hemos físicamente descrito, por lo que la definición original de electrón retrodispersado nos incapacita para obtener una señal específica, al no poderse separar del conjunto de electrones que emite la muestra aquellos que se ajustan a dicha definición.

La figura 4.1 nos muestra un espectro típico de emisión de electrones por parte de una muestra que es excitada con un haz incidente de energía E_0 . En principio, cualquier electrón emergente puede ser, con independencia de su energía, secundario o retrodispersado.

Se define no obstante por convención como electrón secundario aquel cuya energía resulta inferior a 50 eV, de manera que todos los electrones cuya energía esté por encima de ese límite serán considerados en la práctica como retrodispersados, con la única excepción de los correspondientes a unos pequeños

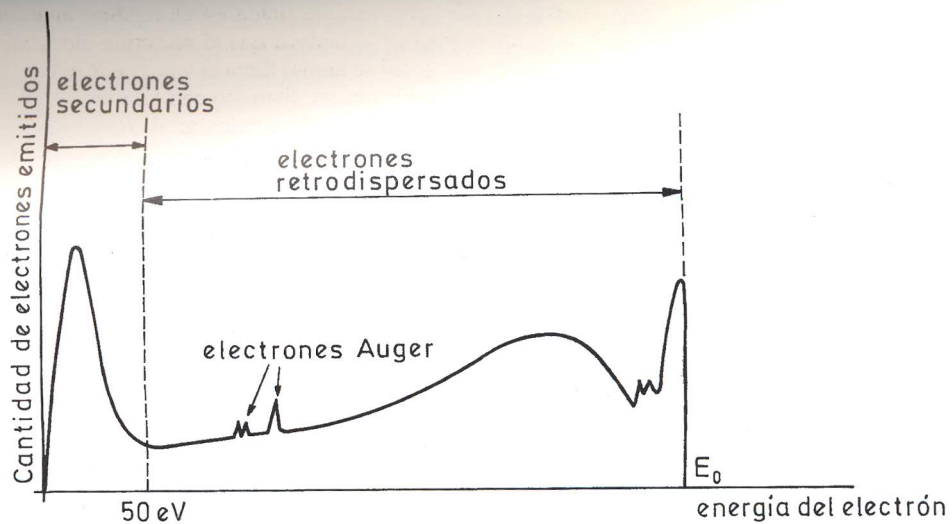


Fig. 4.1. Espectro de energía de los electrones emitidos por una muestra.

picos de emisión, que aparecen a energías relativamente bajas, y que reciben el nombre de electrones Auger. Será por tanto en la práctica un criterio de energía del electrón el que se usará para definir la señal de retrodispersados.

La cantidad de electrones retrodispersados es proporcional al número de electrones incidentes, y definimos como «coeficiente de emisión de electrones retrodispersados» η a la relación:

$$\eta = \frac{\text{n.º electrones retrodisp.}}{\text{n.º electrones incidentes}} = \frac{\text{intensidad señal retrodisp.}}{\text{intensidad del haz incidente}}$$

La emisión de electrones retrodispersados, y en consecuencia el valor de η , viene afectada por numerosos parámetros, tanto de la muestra como del haz, cuyo estudio vamos a abordar en los próximos apartados.

Se considerará en todos los casos que el haz incidente interactúa con muestras de espesor mucho mayor que la profundidad de penetración del haz en el material examinado. Para conocer el comportamiento de los electrones retrodispersados sobre capas delgadas (de espesor inferior a la profundidad de penetración), aisladas o depositadas sobre otra muestra soporte, pueden consultarse las referencias 4.6 y 4.33.

4.2. Modelos teóricos simplificados

De cara a la estimación del coeficiente de emisión de electrones retrodispersados, se han desarrollado diversos modelos simplificados, de los cuales consideramos a continuación los más representativos.

4.2.1. Modelo de interacción elástica única de Everhart

Este modelo parte de la hipótesis de que los electrones incidentes sufren, a lo largo de su trayectoria hacia el interior de la muestra, una única dispersión elástica de gran ángulo, por interacción del electrón con un núcleo de la muestra, y supone además que en esa interacción el electrón va a experimentar una desviación respecto de la dirección de incidencia (que supone normal a la superficie de la muestra) igual o superior a 90° . Aquellos electrones desviados hacia atrás cuyo recorrido total por el interior de la muestra hasta alcanzar la superficie sea igual o inferior al recorrido medio R de los electrones en la muestra, emergerán realmente de la misma y contribuirán a la señal de retrodispersados.

Para estimar el valor de R , Everhart (4.1) admite que, a lo largo de su camino, el electrón va perdiendo continuamente energía siguiendo la ley de Thomson-Whiddington, que indica que la velocidad V del electrón tras recorrer una distancia x por la muestra viene dada por la expresión:

$$V^4 = V_0^4 - c \rho x \quad [4.1]$$

siendo V_0 la velocidad inicial del electrón, c una constante y ρ la densidad de la muestra. Esta ley se consi-

dera que es una peor aproximación que la expresión de Bethe (comentada en el capítulo anterior), pero resulta mucho más sencilla de utilizar. De la fórmula anterior se deduce que el recorrido electrónico R (o sea, la distancia recorrida por el electrón hasta que su velocidad se anula) toma el valor de $R = V_0^4 / c \cdot \rho$.

Al ir penetrando en la muestra, el haz electrónico incidente va disminuyendo de intensidad, ya que cierto número de electrones es sucesivamente reflejado hacia atrás. Para calcular el número de electrones del haz que resulta reflejado a una profundidad entre x y $x+dx$ utiliza el modelo clásico de Rutherford para la interacción electrón-núcleo, que nos indica que la sección eficaz para que se produzca una dispersión con ángulo de desviación entre θ y $\theta+d\theta$ y con cualquier azimut vale

$$d\sigma = \frac{Z^2 \cdot e^4}{4m^2 \cdot V^4} \cdot \frac{2\pi \operatorname{sen}\theta \, d\theta}{\operatorname{sen}^4(\theta/2)} \quad [4.2]$$

Si en vez de imaginar un electrón y un núcleo aislados consideramos un número de electrones $I(x)$ por unidad de tiempo, actuando sobre la muestra a una profundidad x (de manera que I es la intensidad del haz a esa profundidad), el número de electrones del haz reflejados entre x y $x+dx$ dentro del ángulo sólido contenido entre θ y $\theta+d\theta$ vendrá dado por

$$dI(x, \theta) = \frac{Z^2 \cdot e^4 \cdot \rho \cdot N_A \cdot I(x)}{4m^2 \cdot V^4 \cdot A} \cdot \frac{2\pi \operatorname{sen}\theta \, d\theta}{\operatorname{sen}^4(\theta/2)} \quad [4.3]$$

donde A es el peso atómico de la muestra y N_A el número de Avogadro.

Sustituyendo en esta expresión el valor de V^4 según la expresión 4.1, adimensionalizando x con el valor de R ($x' = x/R$) y haciendo $\gamma = \pi - \theta$ nos queda

$$dI(x', \gamma) = \frac{Z^2 \cdot e^4 \cdot N_A}{4m^2 \cdot c \cdot A} \cdot \frac{I(x') \, dx'}{1 - x'} \cdot \frac{2\pi \cdot \operatorname{sen}\gamma \cdot d\gamma}{\cos^4(\gamma/2)} \quad [4.4]$$

La intensidad del haz a una profundidad x' vendrá dada por la expresión

$$I(x') = I_0 - \int_0^{x'} \int_0^{\pi} I(x', \gamma) \, d\gamma \, dx' = I_0 (1 - x')^a \quad [4.5]$$

siendo I_0 la intensidad inicial del haz y « a » un parámetro de valor $\pi Z^2 e^4 N_A / m^2 c A$.

Para estimar el valor η , debemos tener en cuenta que, para que un electrón reflejado a una profundidad x salga al exterior y contribuya a la señal de retrodispersados, debe cumplirse que su recorrido total hasta la superficie de la muestra sea menor que el recorrido medio R , o sea que $x + x \cdot \sec \gamma$ debe ser menor o igual a R , o lo que es igual $x'(1 + \sec \gamma) \leq 1$.

Todos los electrones reflejados entre x y $x + dx$ (siendo $x \leq 0,5R$) con un ángulo γ menor que $\gamma_0 = \arccos \{(1-x')/x'\}$ emergerán de la superficie.

En consecuencia, el valor de η vendrá dado por:

$$\eta = \frac{1}{I_0} \int_0^{0,5} \int_0^{\gamma_0} dI(x', \gamma) = \frac{a - 1 + 0,5^a}{a + 1} \quad [4.6]$$

Según esta expresión, el valor de η es función de Z a través del parámetro a y resulta independiente de la energía del haz incidente, lo que se cumple con bastante aproximación para ciertos intervalos del potencial acelerador, tal y como se verá más adelante. El hecho de que, según este modelo, η no dependa de E_0 se debe a que tanto en la expresión de Rutherford como en la de Thomson-Whiddington la velocidad del electrón aparece elevada al mismo exponente, lo que anula la influencia de la energía a lo largo del desarrollo del modelo.

Desgraciadamente, los valores de η obtenidos con la fórmula de Everhart quedan muy por debajo de los valores experimentales, de manera que dicha expresión no resulta válida para estimar η . Para evitar esta discrepancia, el propio Everhart propuso modificar el valor asignado a la constante c de la ley de Thomson-Whiddington, de manera que la expresión por él obtenida se ajustase más a los valores experimentales.

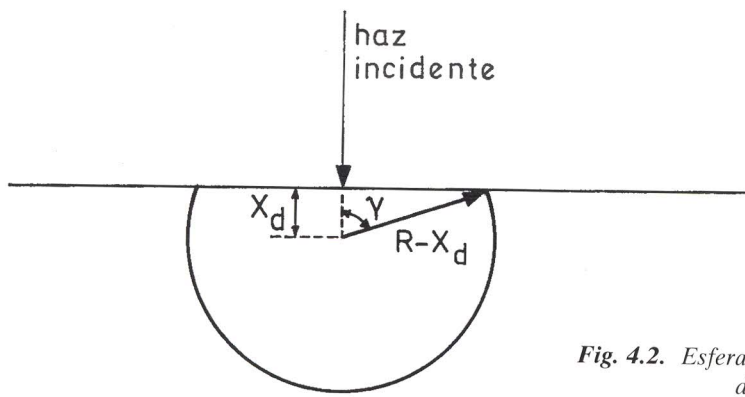


Fig. 4.2. Esfera representativa del modelo de Archard.

4.2.2. Modelo de difusión de Archard

La teoría de difusión de Archard (4.2) parte del concepto, introducido por Bethe, de la «profundidad de difusión completa», definida como la profundidad x_d en la muestra a la que el coseno medio de los ángulos de desviación de los electrones respecto de la dirección incidente vale $1/e$. A partir de la expresión de Bethe para el poder de frenado (ver al respecto el capítulo anterior) y mediante diversas simplificaciones, obtiene que, para elementos con $Z > 10$, se cumple que $x_d/R_b \approx 40/7Z$, siendo R_b el recorrido medio de los electrones en la muestra según Bethe.

Supone a continuación Archard que el haz electrónico se comporta en el interior de la muestra como si todo él penetrase en ella sin sufrir dispersión alguna hasta una distancia correspondiente a la profundidad de difusión completa, y una vez alcanzada esa profundidad los electrones del haz sufren una difusión isotrópica en todas las direcciones. Los electrones que a esa profundidad x_d sean desviados un ángulo mayor de 90° podrán alcanzar la superficie y salir de la muestra, siempre y cuando su recorrido total en el interior de la misma sea inferior a R_b . Esta condición puede representarse por una esfera con centro a x_d de la superficie y radio $R_b - x_d$ (fig. 4.2). Aquellos electrones que sean desviados dentro del ángulo sólido 2γ serán los capaces de emerger de la muestra.

Dado que los electrones retrodispersados son electrones incidentes que han sido desviados hacia atrás, el coeficiente η de emisión de retrodispersados vendrá expresado por la relación entre el área del ángulo sólido 2γ y la superficie completa de la esfera. De esta relación se obtiene que:

$$\eta = \frac{1}{2} \cdot \frac{1 - 2x_d/R_b}{1 - x_d/R_b} \quad [4.7]$$

y teniendo en cuenta la estimación de x_d/R_b indicada con anterioridad, se llega finalmente a la expresión:

$$\eta = (7Z - 80) / (14Z - 80) \quad [4.8]$$

que nos proporciona una relación entre η y Z de la que se obtienen valores mucho más aproximados a la realidad que con la fórmula de Everhart (sobre todo para elementos pesados), y resulta, al igual que aquella, independiente de la energía del haz incidente.

4.2.3. Otros modelos teóricos

Tanto el modelo de Everhart como el de Archard parten de concepciones radicalmente distintas y ambos admiten fuertes simplificaciones, lo que limita la validez de los mismos. Un planteamiento más riguroso del fenómeno nos llevaría sin duda a mejores resultados finales, aunque con una mayor complicación en el desarrollo del modelo teórico. El propio Archard (4.2) modifica el modelo de Everhart considerando el caso de los posibles electrones que son dispersados hacia atrás mediante dos interacciones elásticas.

Otros investigadores, como Kanaya (4.3) y Thümmel (4.4), proponen modificaciones del modelo de Archard, que mejoran los resultados de éste en cuanto a la estimación del coeficiente de emisión de retrodispersados.

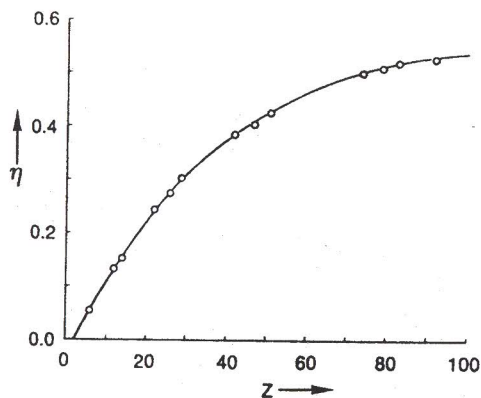


Fig. 4.3. Variación de η con Z , según Heinrich (4.5). Los círculos corresponden a valores experimentales obtenidos.

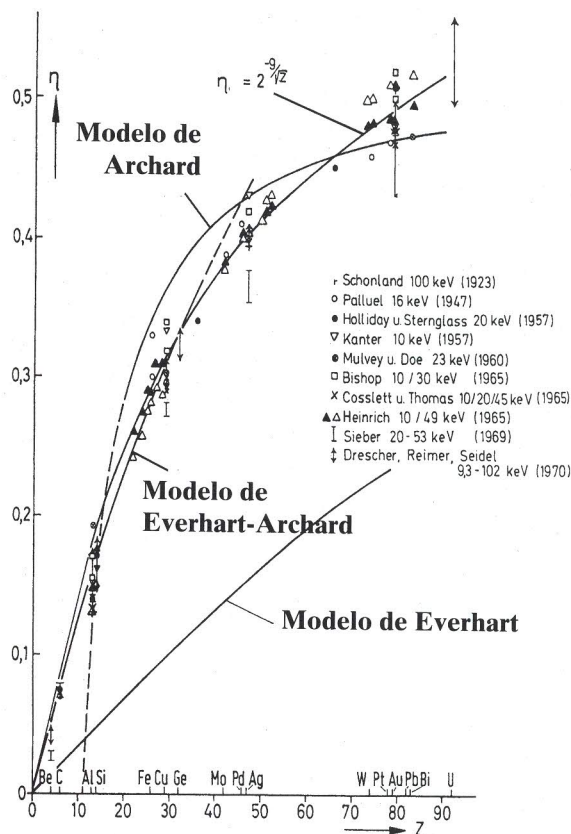


Fig. 4.4. Variación de η con Z según los modelos teóricos y los datos experimentales de diversos autores (4.33).

4.3. Influencia de la composición de la muestra sobre la emisión

4.3.1. Elementos puros

Ya hemos observado anteriormente que los modelos teóricos de Everhart y Archard predicen un incremento de η con el número atómico Z de la muestra, lo que se corresponde con la realidad experimental para valores de energía del haz incidente superiores a 5 keV.

Esta mayor emisión de retrodispersados al aumentar Z resulta coherente con el hecho de que la probabilidad de interacción elástica (responsable de la desviación de los electrones incidentes) es proporcional a Z^2 , por lo que la probabilidad de que un electrón del haz sea desviado hacia atrás mediante una o varias interacciones elásticas es mayor para los átomos más pesados.

Heinrich (4.5) discute la posibilidad de existencia de excepciones a esta ley general de crecimiento de η con Z , que serían por otro lado difíciles de detectar en la práctica, ya que la diferencia entre valores de η correspondientes a elementos consecutivos es pequeña y las medidas pueden estar afectadas por variables extrañas tales como el relieve superficial de las muestras o la existencia de fenómenos de canalización, que se comentarán más adelante.

La figura 4.3 recoge valores experimentales de Heinrich (4.5) obtenidos sobre distintos elementos con incidencia normal del haz sobre la muestra y para una E_0 de 40 keV. La curva de ajuste de esos valores experimentales tiene una pendiente decreciente, lo que nos indica que las diferencias en emisión de electrones retrodispersados entre dos elementos próximos en el sistema periódico va disminuyendo al aumentar su Z .

Otros autores, como Wittry (4.7), Bishop (4.8) y Drescher (4.9) han obtenido también curvas experimentales de variación de η con Z , con resultados en general similares a los de Heinrich. La figura 4.4, debida a Niedrig (4.33) recoge los datos de diversos investigadores, así como las curvas correspondientes a los modelos teóricos de Everhart, Archard y la modificación de Archard del modelo de Everhart.

A partir de medidas experimentales propias o de otros autores, diversos investigadores han propuesto

TABLA 4.1

Estimación de η para diversos elementos, según las fórmulas empíricas de distintos investigadores

	Arnald	Reuter	Heinrich	Herrmann
Al	0,18	0,15	0,14	0,15
Cu	0,31	0,31	0,31	0,30
Ag	0,41	0,41	0,43	0,42
Au	0,50	0,49	0,50	0,51

fórmulas empíricas para estimar el valor de η de los distintos elementos del sistema periódico, con incidencia normal del haz sobre la muestra. Arnald (4.10) propone la expresión:

$$\eta = 2^{-9/\sqrt{Z}} \quad [4.9]$$

Reuter (4.11), a partir de datos experimentales de Heinrich (4.12), obtiene otra expresión diferente:

$$\eta = -0,0254 + 0,016Z - 1,86 \cdot 10^{-4} Z^2 + 8,3 \cdot 10^{-7} Z^3 \quad [4.10]$$

Por otro lado, el propio Heinrich (4.5) propone la expresión:

$$\eta = 0,5 - 2,28 \cdot 10^{-5} (80 - Z) |80 - Z|^{1,3} \quad [4.11]$$

Citemos por último la debida a Herrmann (4.13) a partir de los mismos valores utilizados por Heinrich:

$$\eta = 1 - e^{(3 \cdot 10^{-2} - 1,55 \cdot 10^{-2} Z + 7,6 \cdot 10^{-5} Z^2)} \quad [4.12]$$

Todas estas expresiones dan valores de η similares, como puede apreciarse en la tabla 4.1.

4.3.2. Muestras multicomponentes

En el apartado anterior hemos visto la variación de η con Z en los elementos puros. Una muestra compuesta por varios elementos tendrá una emisión de retrodispersados que será función de su composición.

Resulta interesante el tratar de estimar el valor de η en una muestra a partir de su composición y de los valores conocidos o estimados de η para los elementos presentes en ella. En general, dos son los caminos preferentemente utilizados para ello (4.13):

a) Estimar un valor de \bar{Z} medio de la muestra y deducir el valor de η que correspondería a un elemento puro con ese mismo número atómico.

Según este método, Müller (4.14) propone estimar el \bar{Z} de la muestra como $\bar{Z} = \sum c_i Z_i$, siendo c_i y Z_i las concentraciones en peso y los números atómicos de los elementos que componen la muestra. Por su parte, Saldick (4.15) sugiere la expresión:

$$\bar{Z} = \frac{\sum a_i \cdot Z_i^2}{\sum a_i \cdot Z_i} \quad [4.13]$$

siendo a_i las concentraciones atómicas de los elementos presentes. Finalmente, Büchner (4.16) considera la fórmula siguiente:

$$\bar{Z} = (\sum a_i \cdot Z_i^2)^{0.5} \quad [4.14]$$

b) Obtener el valor de η_M de la muestra a partir del valor correspondiente a los elementos puros y la concentración de éstos. En esa línea se sitúa el modelo de Wittry, según el cual:

$$\eta_M = 1 - \frac{1}{\sum c_i / (1 - \eta_i)} \quad [4.15]$$

así como el propuesto por Castaing (4.17), para el que la emisión de la muestra viene dada por:

$$\eta_M = \sum c_i \cdot \eta_i \quad [4.16]$$

De cara a comprobar cuál de las expresiones anteriores proporciona valores más ajustados a la realidad, Herrmann y Reimer (4.13) midieron experimentalmente los coeficientes de emisión de 24 minerales y cristales sintéticos (óxidos, cloruros, sulfuros y otros) y compararon esos valores con las estimaciones obtenidas a partir de las fórmulas de los diversos autores, utilizando para estimar los valores de los elementos puros la curva de la fig. 4.3. Los citados investigadores obtuvieron como conclusión que el método más idóneo para estimar los valores de η_M en muestras compuestas es el propuesto por Castaing, que proporciona valores muy próximos a los experimentales.

Todo lo explicado más arriba resulta aplicable al caso de muestras de composición homogénea o con una distribución uniforme de precipitados o fases de tamaño mucho menor que la profundidad de penetración del haz electrónico en la muestra.

En el caso de tener una muestra constituida por distintas fases, el coeficiente de emisión global de la muestra, cuando se barre un área de la misma suficientemente grande, será proporcional al porcentaje de áreas de cada una de las fases en la superficie examinada, y puede estimarse, según Herrmann y Reimer, mediante la expresión:

$$\bar{\eta} = \frac{\sum c_i \bar{\eta}_i / \rho_i}{\sum c_i / \rho_i} \quad [4.17]$$

siendo ρ_i y η_i la densidad y coeficiente de emisión de cada fase y c_i el porcentaje en peso de cada una de ellas en la muestra.

4.4. Variación de la emisión con la energía de excitación

Ya se ha comentado con anterioridad que tanto el modelo de Everhart como el de Archard predicen una independencia entre el valor de η y la energía E_0 del haz incidente. En la práctica, esto se cumple muy aproximadamente para los voltajes de excitación que habitualmente utilizamos en microscopía electrónica de barrido.

La figura 4.5 recoge los valores experimentales de η medidos por Reimer y Tollkamp (4.18) sobre

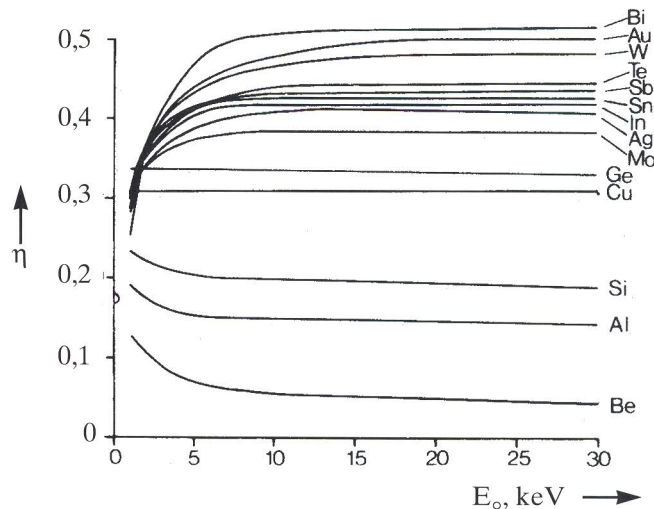


Fig. 4.5. Variación de η con E_0 para diferentes elementos (4.18).

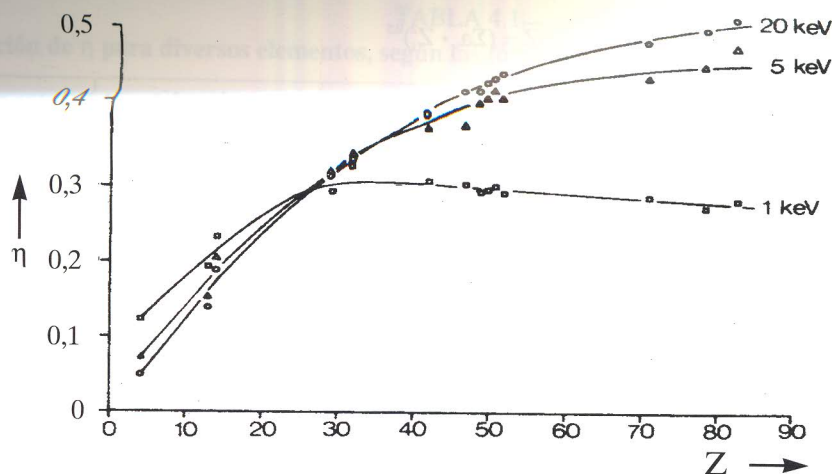


Fig. 4.6. Variación de η con Z para diferentes energías de excitación E_0 (4.18).

distintos elementos en función de E_0 con incidencia normal del haz sobre la muestra. Puede verse en esa figura que, por encima de 10-15 keV, los valores de η son prácticamente independientes de E_0 .

Resultados análogos han sido obtenidos por otros investigadores (4.9, 4.12). Según Goldstein (4.19), esta insensibilidad de η con E_0 para energías medias o elevadas se debe a que, si bien al aumentar la energía del electrón su probabilidad de interacción elástica disminuye (de acuerdo con el modelo de Rutherford), y en consecuencia aumenta la penetración en la muestra, la velocidad de pérdida de energía disminuye también (según la expresión de Bethe), por lo que a una misma profundidad los electrones retienen mayor cantidad de energía para E_0 más elevadas, lo que les permite tener una mayor probabilidad de salir a la superficie. Ello significa que el hecho de que los electrones penetren más para mayor E_0 (lo que conllevaría en principio una menor probabilidad de regresar a la superficie) se compensa en la práctica con la menor pérdida de energía de los mismos a lo largo de su camino, lo que les permite emerger desde mayores profundidades.

Por el contrario, aparece una clara influencia de E_0 sobre la emisión para energías de excitación inferiores a 10 keV, que resulta contrapuesta para los elementos ligeros y pesados, como se aprecia en la figura 4.5. Para los elementos con $Z < 20$ hay un incremento en la emisión al bajar E_0 , y el fenómeno contrario ocurre para valores de $Z > 35$. Ello implica por tanto que, al ir bajando la energía de excitación, van disminuyendo las diferencias de emisión entre los elementos ligeros y pesados, lo que afectará negativamente al contraste generado por diferencias de composición.

En la figura 4.6, debida a los mismos autores citados, queda de manifiesto cómo la curva de variación de η con Z para 5 keV se encuentra por debajo de la de 20 keV para $Z > 40$. Este fenómeno se ve aún más agravado para energías inferiores, de manera que para 1 keV la curva $\eta(Z)$ presenta un máximo para $Z = 30$ por encima del cual hay un ligero descenso de η al aumentar Z . Ello significa que a esas bajas energías de excitación desaparece prácticamente el contraste entre elementos de número atómico medio o elevado.

Según Reimer (4.20) y Darlington y Cosslett (4.21), el comportamiento de los elementos pesados para bajas E_0 está probablemente relacionado con el fuerte incremento de la probabilidad de interacción elástica con gran ángulo de desviación ($> 120^\circ$) que ocurre en esas condiciones, de acuerdo con los valores de las secciones eficaces de interacción electrón-núcleo deducidas por Mott.

En cuanto al comportamiento de los elementos ligeros, Darlington y Cosslett han comprobado que, si en el modelo clásico de Everhart se sustituye la ley de Thomson-Whiddington (que es especialmente errónea para energías bajas) por otra expresión en que x es función de $V^{2.7}$, se pone de manifiesto para el aluminio un incremento en la emisión al disminuir E_0 que se corresponde bastante con los datos experimentales.

4.5. Relación entre η y el ángulo de incidencia del haz

Los valores de η comentados en los apartados anteriores corresponden a mediciones o estimaciones para el caso en que el haz electrónico incide perpendicularmente sobre la superficie de la muestra.

Ahora bien, el ángulo α de incidencia del haz, definido como el formado entre la dirección del chorro electrónico y la normal a la superficie, influye muy notablemente sobre el valor de η , de manera que al aumentar α crece la emisión de electrones retrodispersados por parte de la muestra. Este proceso se debe

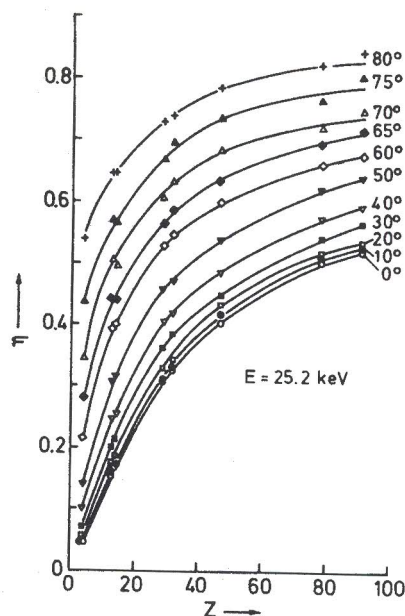


Fig. 4.7. Variación de η con el ángulo de incidencia ($\alpha = 0$ para incidencia normal) (4.9).

probablemente a que, para incidencia oblicua del haz, los electrones de éste tienen un mayor recorrido a través de la zona más superficial de la muestra, lo que favorecerá la salida de los mismos e incrementará por tanto la señal.

La figura 4.7 (4.9) nos muestra la variación de η en el Be, Al, Si, Cu, Ge, Ag, Au y U para una energía de excitación de 25 keV, en función del ángulo de incidencia, observándose un ritmo creciente de aumento con dicho ángulo para todos los elementos. El incremento de η con α es mayor para los elementos más ligeros, lo que significa que para ángulos de incidencia elevados, las diferencias de emisión entre elementos ligeros y pesados van disminuyendo, y por tanto también lo hará el contraste debido a diferencias de composición.

De cara a estimar la emisión de retrodispersados en función del ángulo de incidencia, Arnald y col. (4.10) proponen la expresión:

$$\eta_{\alpha} = (1 + \cos \alpha)^{-\eta_0/\sqrt{Z}} \quad [4.18]$$

que se ajusta bien a los resultados experimentales. Esta expresión, particularizada para el caso de incidencia normal ($\alpha = 0$), es la que se ha comentado con anterioridad al estudiar la variación de η con Z.

Otra fórmula para estimar el coeficiente de emisión es la obtenida por Darlington (4.22), según el cual:

$$\eta_{\alpha} = 0,891 (\eta_0/0,891)^{\cos \alpha} \quad [4.19]$$

siendo η_0 el valor correspondiente a la misma muestra para incidencia normal. Esta expresión proporciona valores similares a los obtenidos aplicando la fórmula de Arnald.

4.6. Distribución angular de la emisión

En los apartados anteriores hemos estado considerando la emisión de electrones retrodispersados por parte de la muestra desde un punto de vista global, con independencia de la energía y dirección de cada uno de los mismos. Ahora bien, la emisión de los electrones emergentes no se realiza de manera uniforme en cualquier dirección, sino que la muestra emite un número variable de electrones que es función de la dirección considerada y del ángulo de incidencia del haz.

Para incidencia normal, la distribución angular de la emisión sigue aproximadamente una ley de tipo coseno:

$$\frac{d\eta}{d\Omega} = \frac{\eta}{\pi} \cos \psi \quad [4.20]$$

siendo Ψ el ángulo formado por la dirección considerada y la normal a la superficie y η el coeficiente total de emisión de retrodispersados. Dicha ley origina un diagrama polar de forma esférica, con un máximo

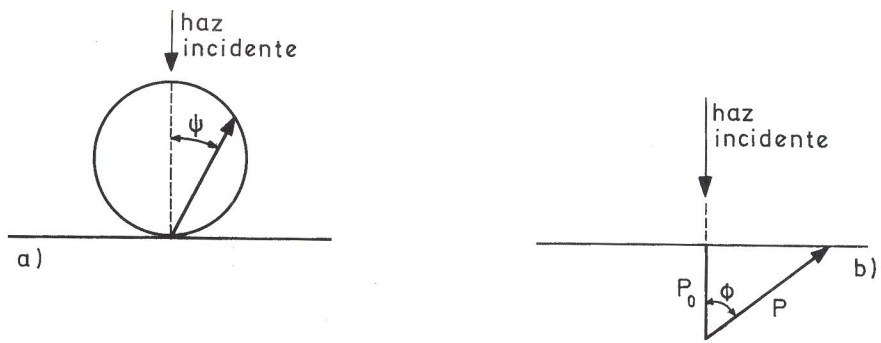


Fig. 4.8. a) Distribución angular de la emisión para incidencia normal del haz. b) Esquema de la reflexión de un electrón incidente a una profundidad P_0 .

de emisión para $\Psi = 0$, o sea en dirección perpendicular a la superficie, tal y como puede verse en la figura 4.8a. Para elementos ligeros, la distribución angular resulta en realidad algo más achatada, y ligeramente alargada en dirección normal para elementos con Z elevados (4.20) respecto de la forma esférica.

Goldstein (4.19) proporciona una forma sencilla de intuir una distribución de este tipo. Consideremos un electrón incidente que penetra en la muestra sin desviación hasta una profundidad P_0 (fig. 4.8b), sufriendo entonces una o varias interacciones elásticas que le hacen retroceder hacia la superficie. Para llegar a la misma, le es preciso recorrer una distancia $P = P_0/\cos \phi$ a lo largo de la cual va perdiendo energía por interacciones inelásticas, pudiendo llegar a ceder toda ella y por tanto ser incapaz de emerger. La probabilidad de que esto ocurra será función de la distancia a recorrer y por tanto de $\cos \phi$, de manera que, para electrones retrodispersados a una misma profundidad en la muestra, la probabilidad de salida será proporcional a $\cos \phi$.

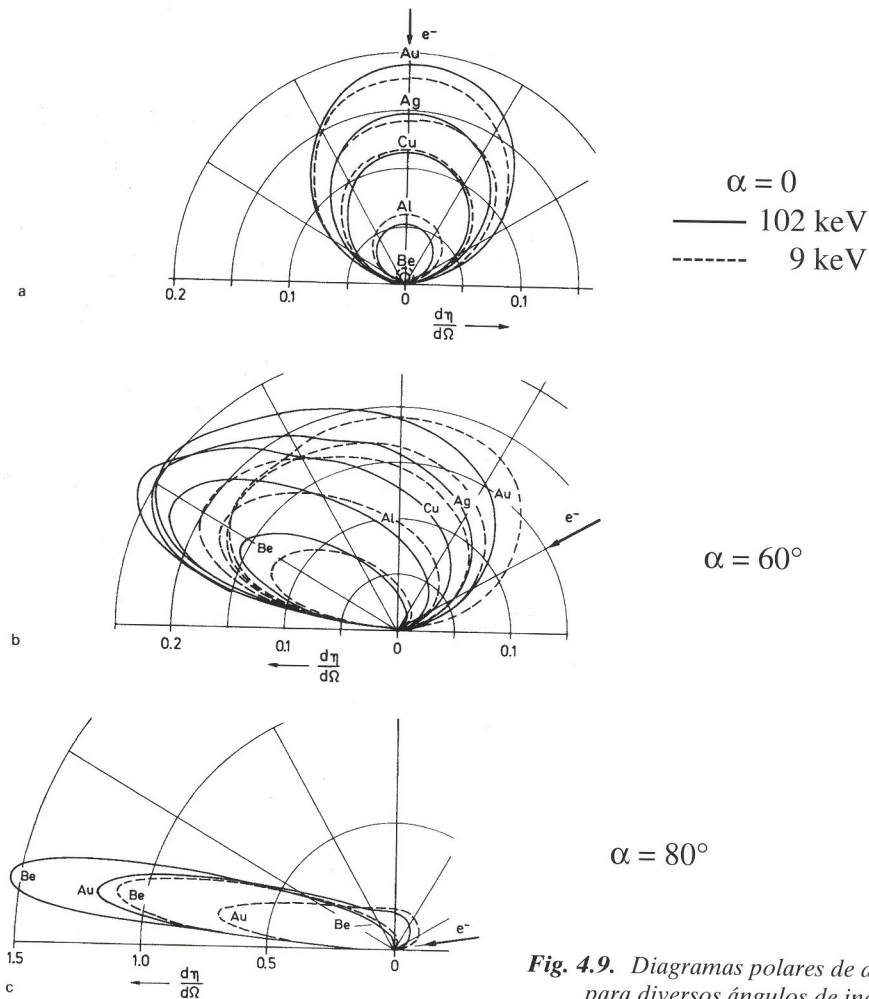


Fig. 4.9. Diagramas polares de diferentes elementos para diversos ángulos de incidencia (4.9).

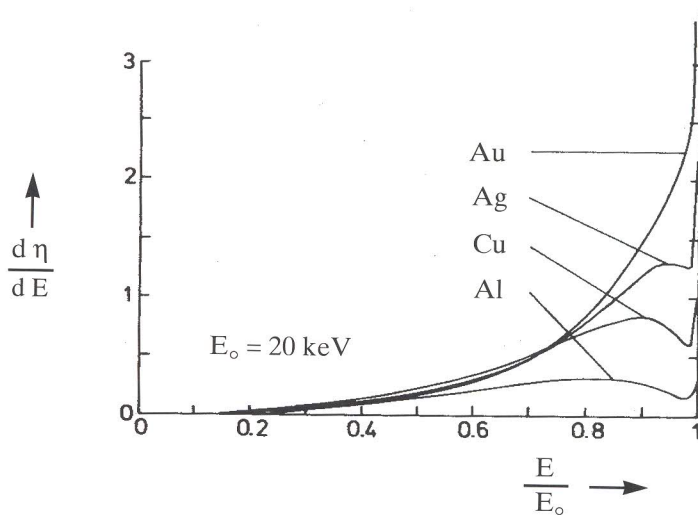


Fig. 4.10. Espectro de energía de los electrones retrodispersados para diversos elementos, calculado mediante modelos teóricos de la ecuación de transporte (4.23).

La energía del haz incidente no tiene una influencia significativa en la forma de la distribución angular de emisión para incidencia normal, como se pone de manifiesto en la figura 4.9a (4.9), en la que se recogen los diagramas polares de emisión de varios elementos para 9 y 102 keV.

Un comportamiento bastante distinto aparece cuando el chorro electrónico incide oblicuamente sobre la muestra. La emisión de electrones deja de tener simetría esférica, alargándose el diagrama polar hacia delante y presentando un máximo de emisión para un ángulo de salida aproximadamente igual al ángulo de incidencia del haz. La fig. 4.9b nos muestra la distribución angular de emisión en el plano formado por la dirección del haz y la normal a la superficie, para un ángulo de incidencia de 60° .

De dicha figura pueden extraerse varias conclusiones interesantes. Una de ellas se refiere al hecho de que, en incidencia oblicua, aparece una notable influencia de la energía del haz incidente sobre la distribución angular de la emisión, haciéndose ésta más direccional para electrones incidentes con mayor energía. Otro dato interesante es que, en la dirección de máxima emisión, disminuyen las diferencias entre los distintos elementos debido a que, si bien los elementos ligeros emiten globalmente una menor cantidad de electrones retrodispersados, su emisión resulta mucho más direccional. Si el detector de estos electrones tiene una sección de captación pequeña y está situado precisamente frente a la dirección de máxima emisión, ello se va a traducir en una disminución del contraste debido a diferencias de composición.

Para ángulos de incidencia muy elevados, puede incluso invertirse el contraste en la dirección de máxima emisión, tal y como se aprecia en la figura 4.9c. En ella se puede observar que, si bien la emisión total de retrodispersados en el oro es mayor que en el berilio, es este elemento el que emite más en la dirección preferencial.

4.7. Espectro de energía de los electrones retrodispersados

En la figura 4.1, ya comentada con anterioridad, se representaba esquemáticamente la distribución de energía de los electrones que salen de la muestra. La zona del espectro correspondiente a los electrones retrodispersados viene caracterizada en general, para elementos de número atómico bajo y medio, por un ancho pico que ocupa la mayor parte del espectro, y un pico muy agudo en las proximidades de la energía del haz incidente E_0 . La detección de este pico de alta energía resulta en general bastante difícil, si no se toman las precauciones adecuadas (4.20), por lo que no figura en los espectros de energía publicados por ciertos investigadores.

La energía correspondiente al máximo del pico ancho de la distribución se va desplazando hacia valores mayores al aumentar el Z de la muestra (fig. 4.10). Para elementos pesados llega a desaparecer dicho pico, al confundirse con el máximo agudo existente en las proximidades de E_0 . En este caso, la distribución de energía va creciendo suavemente hasta las proximidades de E_0 , en que aparece un gran pico de emisión (fig. 4.10).

El pico de emisión que, en mayor o menor medida, aparece para valores muy cercanos a la energía del haz incidente, está originado por electrones que, cuando apenas han penetrado en la muestra, sufren

fuertes interacciones elásticas que les dispersan hacia atrás antes de haber perdido una cantidad apreciable de energía. Se les conoce bajo la denominación de «electrones de baja pérdida» y presentan una serie de particularidades muy interesantes que serán abordadas en un apartado posterior.

El espectro de energía de los electrones emitidos es función de la dirección de emergencia de los mismos, tal y como se puede apreciar en la figura 4.11, en la que se recogen, para incidencia normal del haz, los espectros correspondientes a distintos ángulos Ψ de salida.

Debe resaltarse finalmente que la energía media de los electrones retrodispersados crece con el número atómico del elemento, con el ángulo de incidencia del haz sobre la muestra y con la energía de éste, tomando en general valores entre 0,5 y $0,8E_0$. Sternglass (4.24) propuso para estimar la energía media la expresión:

$$\bar{E} = (0,45 + 2 \cdot 10^{-3} Z) E_0 \quad [4.21]$$

que sin embargo no se ajusta a los resultados experimentales de algunos investigadores, que obtienen valores más elevados respecto de los que se deducen de esta fórmula (4.6).

4.8. Distribución espacial de la emisión

Al ir penetrando el haz en la muestra, las sucesivas colisiones elásticas que los electrones van sufriendo originan la dispersión de los mismos en direcciones progresivamente divergentes, como resultado de lo cual los electrones retrodispersados que emergen de la muestra no lo harán a través de una sección del orden del diámetro del haz sino en un área mucho mayor, lo que va lógicamente en detrimento de la resolución alcanzable con este tipo de señal.

La distribución de emisión a lo largo de la sección a través de la cual emerge la señal queda muy bien de manifiesto en las curvas obtenidas por Murata (4.25) mediante el método de simulación de Monte Carlo (fig. 4.12), correspondiente al oro y aluminio para una energía de excitación de 20 keV. Las figs. 4.12a y 4.12c se refieren al caso de incidencia normal del haz, apreciándose que la forma de la distribución es aproximadamente gaussiana, con un máximo muy pronunciado en el centro, punto en el que suponemos que incide el haz. Para incidencia oblicua (figs. 4.12b y 4.12d), la distribución deja de ser simétrica respecto de la normal a la superficie, apreciándose una mayor emisión de electrones a través del área situada delante del punto de incidencia del haz, así como un crecimiento del máximo de la distribución. Comparando las curvas correspondientes al Al y Au, se pone de manifiesto que al aumentar el número atómico disminuye el diámetro de la zona de emisión.

Según estimaciones de Joy (4.26), el 90% de los electrones retrodispersados emergen de un área cuyo diámetro es del orden de 0,3 veces la profundidad de penetración del haz en la muestra. Dado que ésta, como se ha visto en el capítulo anterior, aumenta con la energía de excitación y disminuye al crecer la densidad de la muestra, se tendrá en principio una mejor resolución espacial para bajos kilovoltajes y en muestras con densidad elevada.

4.9. Profundidad de emisión de los electrones

Siguiendo con la hipótesis simplificadora (comentada en el primer apartado del presente capítulo) de considerar que los electrones retrodispersados son electrones incidentes que vuelven a emerger de la muestra, para que ello pueda ocurrir deben de sufrir una o varias interacciones elásticas de gran ángulo, que les hagan dirigirse nuevamente hacia la superficie.

Cuanto mayor sea la profundidad a la que el electrón resulta desviado hacia atrás, menor probabilidad tendrá de emerger, ya que le quedará menos energía (al haberla ido perdiendo en sucesivas interacciones inelásticas) y además deberá recorrer una distancia mayor. Recuérdese al respecto que, según la expresión de Bethe, la pérdida de energía dE/dx a lo largo de la trayectoria del electrón es tanto mayor cuanto menor sea E , por lo que un electrón con poca energía puede únicamente recorrer una distancia pequeña.

En consecuencia, sólo aquellos electrones que sean reflejados hacia atrás antes de perder mucha energía serán capaces de contribuir a la señal de electrones retrodispersados.

Se considera en general que la zona de emisión efectiva de estos electrones es del orden de la mitad de la profundidad de penetración R_x del haz en la muestra. Dado que el valor de R_x crece con la energía de los electrones incidentes (tal y como se ha indicado en el capítulo anterior), también aumentará la profundidad de emisión de electrones retrodispersados al aumentar E_0 . Ello se va a traducir en que, a bajos kilovoltajes, la imagen va a ser muy representativa de la topografía y composición superficial de la muestra, mientras que, para valores de E_0 elevados, un significativo porcentaje del contraste e información de la imagen obtenida puede corresponder en la práctica a la presencia de diversas fases con composiciones distintas, situadas debajo de la superficie.

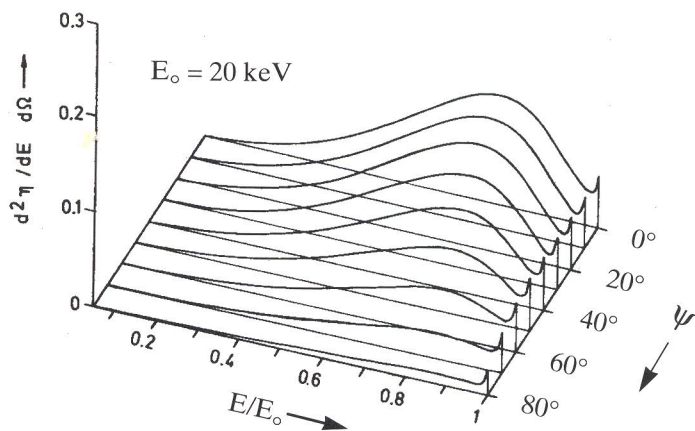


Fig. 4.11. Variación del espectro de energía de los electrones emitidos, en función de la dirección de emisión ψ , estimado en el aluminio mediante la ecuación de transporte (4.23).

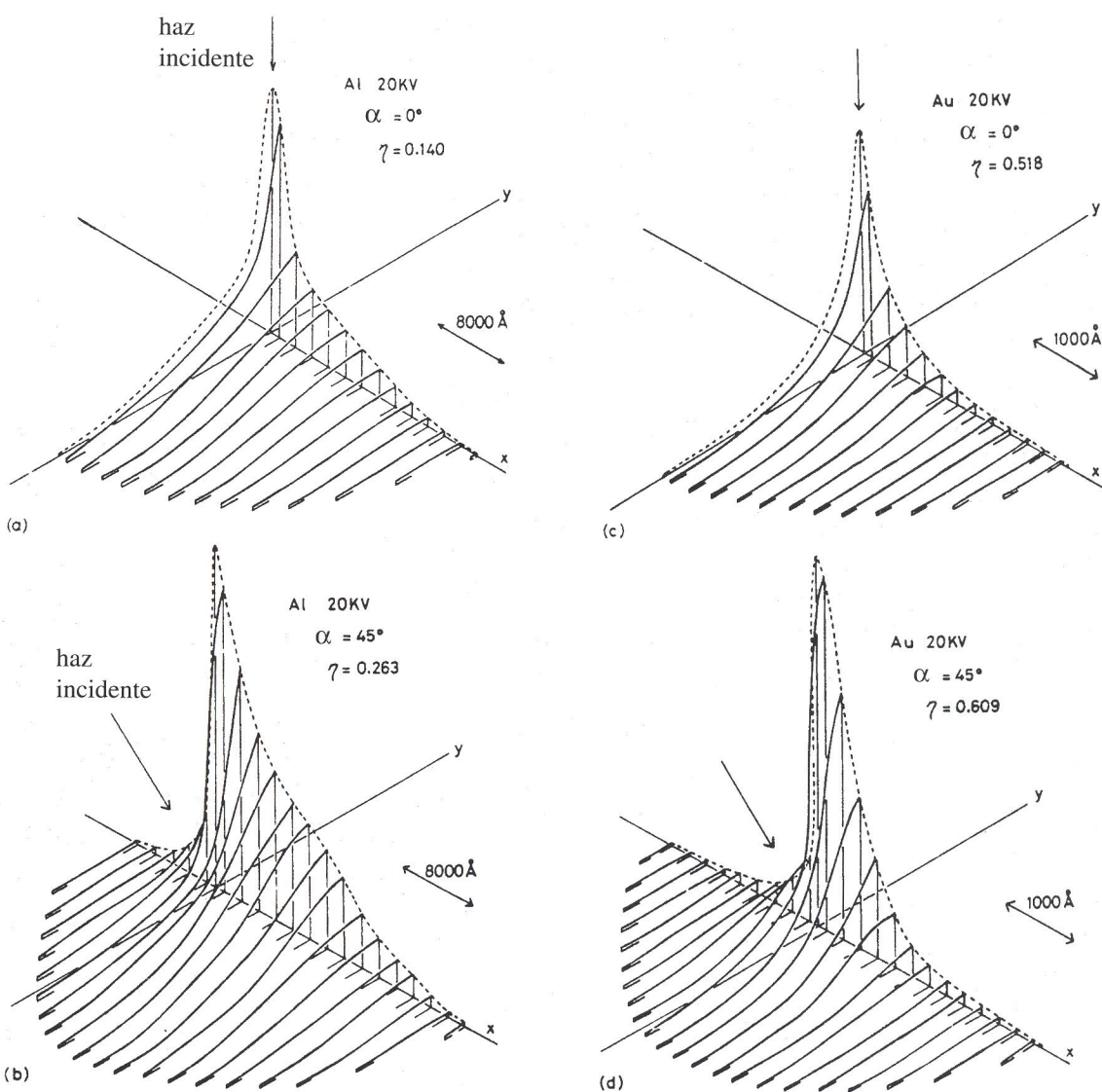


Fig. 4.12. Distribución espacial de la emisión de electrones retrodispersados en el Al y Au, estimada mediante el método de Monte-Carlo. La escala vertical para el Au se encuentra reducida respecto de la del Al (4.25).

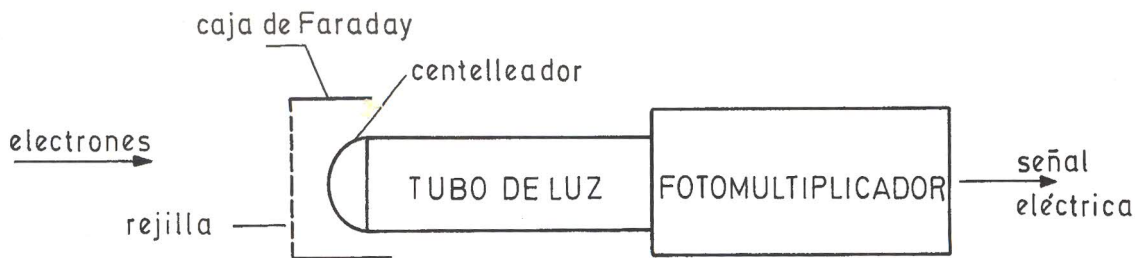


Fig. 4.13. Esquema simple de un detector del tipo centelleador-fotomultiplicador.

Por otro lado, y al igual que ocurre con R_s , la profundidad de emisión de electrones retrodispersados varía inversamente con la densidad de la muestra, de manera que en muestras pesadas la información contenida en la señal resulta mucho más superficial que cuando examinamos muestras ligeras.

4.10. Detectores de la señal de electrones retrodispersados

Para la captación y amplificación de la señal de los electrones retrodispersados emitidos por la muestra se han utilizado diversos tipos de detectores, basados en diferentes procesos físicos. Indicaremos a continuación los modelos más importantes, describiendo de forma esquemática su fundamento, así como las propiedades y características esenciales.

4.10.1. Detectores de tipo centelleador-fotomultiplicador

Este tipo de detectores es el generalmente utilizado en el microscopio para la captación de los electrones secundarios, por lo que se abordará con mayor detalle en el capítulo siguiente. La configuración convencional de este modelo se debe a T. Everhart y R. Thornley (4.27) y consta esquemáticamente de los siguientes elementos (fig. 4.13):

- *Centelleador*, construido de un material capaz de generar fotones cuando es excitado por un electrón de alta energía. Se encuentra recubierto de una delgada capa de aluminio y está exteriormente rodeado por una caja de Faraday con una abertura con rejilla por delante, para permitir la entrada de los electrones.

- *Tubo de luz*, cuya misión es conducir los fotones generados en el centelleador hasta la entrada del fotomultiplicador.

- *Fotomultiplicador*, en el que la señal fotónica recibida es transformada en una señal eléctrica amplificada.

Los detectores de tipo Everhart-Thornley habitualmente instalados en los microscopios electrónicos de barrido tienen como misión fundamental, tal y como ya se ha dicho, el captar la señal de electrones secundarios. Dado que estos electrones poseen muy baja energía, deben ser acelerados para que sean capaces de generar fotones en el centelleador, razón por la que se aplica una alta tensión positiva a la capa de aluminio que lo recubre. De cara a mejorar la eficacia captadora del detector, se comunica un pequeño voltaje positivo a la caja de Faraday, lo que atrae hacia ella a los electrones de baja energía emitidos por la muestra.

El detector E-T convencional puede ser utilizado (y de hecho lo ha sido con frecuencia) para obtener una señal de electrones retrodispersados. En este caso, y dado que la mayor parte de estos electrones tienen una energía suficiente para producir un número significativo de cuantos de luz en el centelleador, no resulta necesario aplicar tensión alguna a su capa exterior de aluminio. Por otro lado, con objeto de repeler a los electrones secundarios que pretendiesen alcanzar el detector, se puede aplicar una ligera tensión negativa a la caja de Faraday, aunque esta precaución resulta innecesaria si se ha eliminado la alta tensión al recubrimiento del centelleador, dado que la baja energía del electrón secundario que pudiese llegar a éste le impediría generar una señal de fotones.

En resumen, para obtener una imagen retrodispersada con este tipo de detector basta con eliminar la alta tensión aplicada al centelleador o aplicar un voltaje negativo (~ -100 V) a la caja de Faraday. Esta última solución debe proporcionar en principio una mayor señal eléctrica a la salida del fotomultiplicador, ya que los electrones retrodispersados que penetren en el detector a través de la rejilla de la caja de Faraday se verán acelerados por la alta tensión del centelleador, y generarán por tanto un mayor número de fotones.

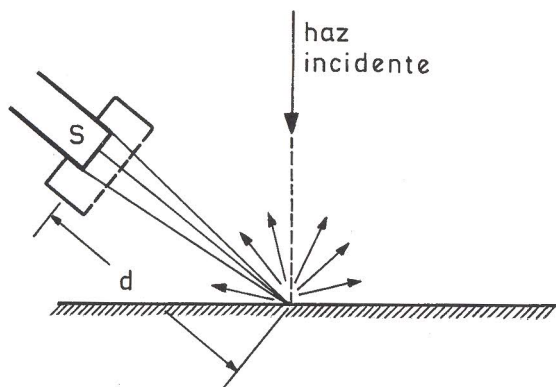


Fig. 4.14. Ángulo sólido sustentado por el detector.

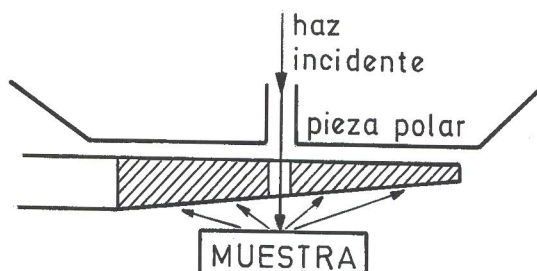


Fig. 4.15. Esquema del modelo de Robinson.

Para que un electrón que llega al centelleador genere en él algunos cuantos de luz, debe tener una energía suficiente para atravesar la película metálica que le recubre, por lo que aquellos electrones cuya energía sea inferior a un valor umbral E_{\min} no colaborarán a la señal. En general, este umbral del detector se sitúa en torno de 1 a 4 keV.

Si estamos captando los electrones retrodispersados con un detector de tipo E-T en el que no se aplica tensión al centelleador, la existencia de esa energía umbral va a traducirse en la práctica en que únicamente los electrones con energía por encima de E_{\min} contribuirán eficazmente a la formación de la imagen. En el caso de que estemos utilizando para la obtención de la señal el método de cargar negativamente la caja de Faraday, pero manteniendo la alta tensión positiva en el centelleador, todos los electrones que sean recibidos por el detector contribuirán a la señal, ya que los valores típicos de alta tensión utilizados en el centelleador (del orden de 10 kV) son muy superiores a la energía umbral.

Por otro lado, no todos los electrones retrodispersados que excitan el centelleador generan en él un mismo número de cuantos de luz, sino que la señal luminosa producida es proporcional a $E - E_{\min}$, siendo E la energía del electrón al llegar al centelleador, de manera que los electrones más energéticos producen una señal mayor.

El hecho de que los electrones retrodispersados de menor energía no colaboren de forma significativa en la formación de la señal resulta ser positivo, ya que, como se ha dicho en apartados anteriores, los electrones retrodispersados proceden en general de profundidades tanto mayores cuanto menor es su energía, por lo que la potenciación práctica que los electrones más energéticos reciben de cara a la generación de la señal se traduce en una menor influencia del sustrato de la muestra sobre la imagen obtenida.

Dado que los electrones retrodispersados siguen trayectorias rectas una vez emergidos de la muestra, la cantidad de electrones captados por el detector serán función del ángulo sólido Ω sustentado por el centelleador, que depende de su sección S y su distancia d a la muestra (fig. 4.14), de acuerdo con la expresión $\Omega = S/d^2$.

En los detectores convencionales utilizados para la captación de secundarios, el centelleador tiene una pequeña sección y se encuentran relativamente alejado de la muestra, por lo que Ω es pequeño ($\approx 0,01$ sr). Además, el detector se encuentra en general en posición bastante inclinada respecto de la muestra, lo que influye negativamente en la eficacia captadora ya que, para incidencia normal del haz sobre la muestra, la máxima emisión se realiza en dirección perpendicular a la superficie, disminuyendo según una ley coseno al ir considerando direcciones más inclinadas.

De todo ello se deduce que el número de electrones retrodispersados captados por el detector va a ser pequeño, y en consecuencia tendremos una relación señal/ruido deficiente que originará una imagen de baja calidad.

Para mejorar sensiblemente la imagen de retrodispersados, se han diseñado nuevos detectores de tipo centelleador-fotomultiplicador con una mayor eficacia captadora, aumentando el ángulo sólido mediante centelleadores de mayor superficie y situados más cerca de la muestra (4.28). El modelo actualmente más utilizado se debe a V. Robinson (4.29), representado en la figura 4.15, que es generalmente retráctil y presenta un centelleador de gran superficie que se introduce entre la muestra y la pieza polar de la lente objetivo. Con esta geometría, el ángulo sólido de captación resulta muy grande y por tanto se tiene una señal mucho mayor, lo que permite mejorar de forma notable la resolución de la imagen.

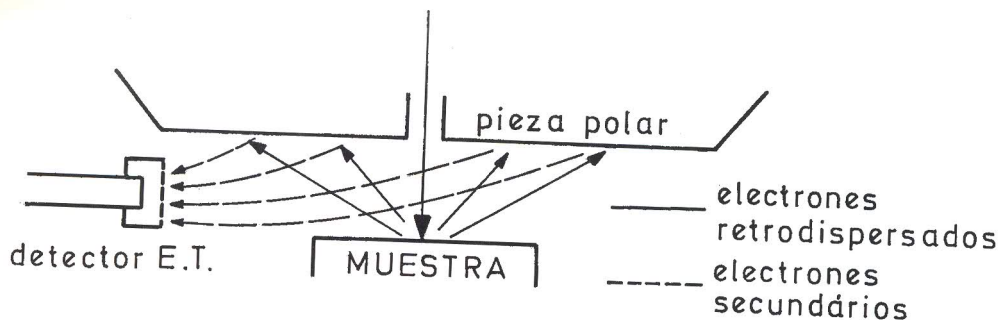


Fig. 4.16. Esquema de funcionamiento de un detector de conversión.

4.10.2. Detectores de conversión

Si los electrones retrodispersados que emergen de la muestra chocan contra una superficie, generan en ella la emisión de secundarios, cuya intensidad será función de los electrones que bombardeen dicha superficie. Detectando los secundarios emitidos por ella, se tendrá en consecuencia una señal modulada por la emisión de retrodispersados por parte de la muestra. En definitiva, lo que hemos hecho es «convertir» una señal retrodispersada en otra de secundarios que equivale en cierta forma a la primera.

El método más sencillo de efectuar esta conversión es la de considerar como superficie «emisora» la cara inferior de la pieza polar. Cuando la muestra se encuentra situada cerca de esta superficie, una notable proporción de los retrodispersados emitidos chocará contra ella, originando una significativa emisión de electrones secundarios que es captada por un detector convencional de Everhart-Thornley. Para evitar que este detector recoga también los secundarios emitidos por la muestra, se rodea a ésta con una rejilla cargada negativamente con un potencial de -50 V (fig. 4.16).

Como se comentará en el próximo capítulo, la emisión de electrones secundarios (salvo para energías de excitación muy bajas) es tanto menor cuanto mayor es la energía del electrón incidente, lo que significa que los electrones retrodispersados de menor energía son los que generan en la pieza polar un mayor número de secundarios, y en consecuencia son los que contribuyen en mayor medida a la señal. Nos encontramos por tanto en una situación opuesta a la correspondiente a los detectores de tipo centelleador-fotomultiplicador.

La emisión de secundarios generados por los retrodispersados puede mejorarse grandemente si situamos entre la muestra y la pieza polar, o adherimos a ésta, una lámina recubierta de algún material, como el MgO, que tenga un alto coeficiente de emisión de electrones secundarios, de manera que será en este material sobre el que incidan los retrodispersados emitidos por la muestra. Debido a fenómenos de carga superficial en los cristales de MgO, el número de secundarios generados por un electrón retrodispersado que incide en esa lámina resulta independiente de su energía, de manera que la señal de secundarios captada por el detector es proporcional al número de aquellos que impactan sobre el «convertidor», y por tanto también lo será a la emisión de retrodispersados por parte de la muestra (4.30).

Dado que los electrones retrodispersados de baja energía producen una emisión de secundarios igual o superior a la generada por los más energéticos, este tipo de detector-convertidor puede utilizarse sin problemas para obtener imágenes con buena resolución para bajos voltajes de aceleración ($1 - 5$ kV).

4.10.3. Detectores de estado sólido

Se fundamentan en la generación de pares electrón-hueco en un semiconductor, cuando éste es bombardeado con electrones energéticos. En general tienen forma plana, anular o semianular, y se sitúan adheridos a la cara inferior de la pieza polar, ocupando muy poco espacio.

Cuando un electrón retrodispersado emitido por la muestra penetra en este detector, va generando a lo largo de su trayectoria sucesivos pares electrón-hueco por interacciones inelásticas con los electrones de la banda de valencia, que saltan a la de conducción. La energía requerida para crear un par electrón-hueco es pequeña en el silicio (del orden de 3.6 eV), por lo que un electrón de alta energía puede generar un gran número de ellos en el interior del semiconductor. Estos electrones y huecos pueden ser separados bajo la acción de una diferencia de potencial, originando una señal eléctrica.

Al igual que ocurría en los detectores de tipo centelleador-fotomultiplicador, existe una energía umbral de detección E_{\min} , del orden de 2 a 5 keV, debida al recubrimiento superficial de oro y la zona

muerta del semiconductor, lo cual significa que ni los electrones secundarios ni los retrodispersados de baja energía originarán señal alguna en el detector. Los electrones con energía E mayor que E_{\min} generarán pares electrón-hueco en una cantidad proporcional a $E - E_{\min}$, de manera que serán los más energéticos los que en mayor medida contribuyan a la formación de la señal eléctrica. Los rayos X emitidos por la muestra pueden generar asimismo pares electrón-hueco, aunque su contribución a la señal resulta pequeña.

La eficacia captadora del detector será lógicamente tanto mayor cuanto más próxima a él se encuentre la muestra. Su ganancia resulta muy inferior a la obtenible con el modelo de centelleador-fotomultiplicador, siendo asimismo muy difícil el obtener imágenes aceptables con velocidades rápidas de barrido.

4.11. El contraste en la imagen de retrodispersados

El hecho de que mediante la señal de electrones retrodispersados se pueda obtener una imagen representativa de la muestra examinada se debe lógicamente a que el detector recibe una cantidad de electrones que varía de unos puntos a otros de la zona barrida por el haz. Esta variación de la señal captada en función del punto en que está situado el chorro electrónico es lo que origina el contraste capaz de darnos una imagen con información sobre la muestra.

El brillo de los distintos puntos de la pantalla del microscopio será modulado por la señal que reciba el detector en las sucesivas posiciones del haz. Recordemos al respecto que existe un sincronismo entre el barrido del haz sobre la muestra y el barrido en el tubo de rayos catódicos sobre el que aparece la imagen.

Debe recalarse que el contraste se debe a variaciones de la señal captada por el detector, lo que no implica necesariamente variación de la señal emitida por la muestra, de manera que las zonas más brillantes de la imagen no tienen que corresponder obligatoriamente a puntos de mayor emisión de señal.

El contraste que aparece en la imagen puede deberse a diversos procesos, de los que consideraremos a continuación algunos de los más interesantes, quedando otros para su estudio en posteriores capítulos.

4.11.1. *Contraste composicional*

Ya hemos comentado con anterioridad que la emisión de electrones retrodispersados aumenta al crecer el Z de la muestra. Por tanto, si tenemos una muestra de composición variable de unos puntos a otros, resulta evidente que las fases con diferente número atómico emitirán intensidades de señal diferentes, lo que va a crear un contraste en la imagen obtenida que se debe a diferencias de composición.

La figura 4.3 nos pone de manifiesto cómo la pendiente de la curva $\eta(Z)$ va disminuyendo al aumentar Z . Ello nos indica que el contraste entre elementos con Z parecido va disminuyendo al aumentar su número atómico, lo que se va a traducir en la práctica en una mejor diferenciación entre fases ligeras que entre otras pesadas, cuando su Z sea similar.

En muestras planas, no existe interferencia de este tipo de contraste con el debido al relieve de la muestra, por lo que es en ellas donde mejor se pone de manifiesto. Las zonas de mayor Z aparecerán más brillantes en la pantalla.

El contraste composicional más acusado se obtiene mediante incidencia normal del haz sobre la muestra, colocando el detector de manera que capte preferentemente los electrones que emergen con ángulos grandes respecto de la superficie. Desde este punto de vista, resultan interesantes los detectores de tipo semiconductor situados bajo la pieza polar, así como el modelo de Robinson del tipo centelleador-fotomultiplicador.

La intensidad de electrones retrodispersados que emergen de la muestra con energía menor que $0,5E_0$ no varía mucho con el número atómico, siendo por tanto los electrones más energéticos los que contribuyen preferentemente al contraste composicional. Desde este punto de vista, si eliminásemos de la señal que llega al detector los electrones menos energéticos, se obtendría un incremento en el contraste. En esa misma línea, aquellos tipos de detectores en los que los electrones con mayor energía generan una mayor señal (como ocurre en los de tipo centelleador-fotomultiplicador y semiconductor), originan en la imagen un contraste mayor del que correspondería simplemente a la variación de η entre los distintos puntos de la muestra.

En el caso de muestras con relieve, el contraste composicional puede verse sustancialmente modificado, de manera que, en principio, no puede afirmarse que la zona más brillante tenga un Z mayor, ya que ello puede deberse a que se encuentra más favorablemente orientada hacia el detector, de manera que éste capta una mayor proporción de la señal emitida. Además, debe recordarse que η aumenta cuando la incidencia del haz es oblicua, lo que también puede contribuir a simular falsas diferencias de composición.

Para tratar de separar el contraste composicional del topográfico se han ideado diferentes métodos, preferentemente basados en la utilización simultánea de varios detectores. Un ejemplo típico de ello consiste en el empleo de dos detectores semiconductores semianulares, colocados bajo la pieza polar, o bien

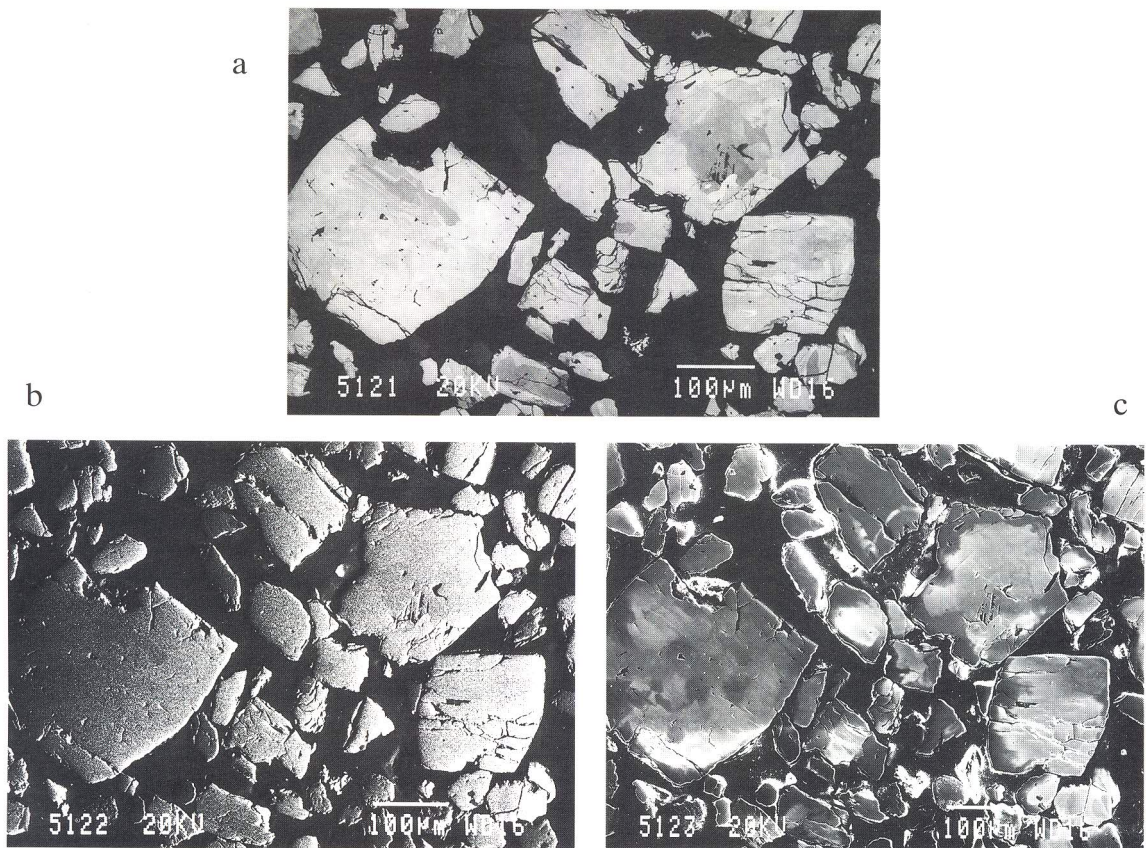


Fig. 4.17. Imágenes obtenidas sobre una muestra de mineral con un doble detector semiconductor. *a:* Electrones retrodispersados en modo A+B. *b:* Electrones retrodispersados en modo A-B. *c:* Imagen de electrones secundarios, obtenida con un detector centelleador-fotomultiplicador.

del tipo centelleador-fotomultiplicador en posiciones opuestas respecto de la muestra. Cuando se utiliza para la formación de la imagen la suma de las señales producidas en los dos detectores, se minimiza la influencia del relieve (sin que pueda no obstante eliminarse totalmente en muchos casos), y por tanto queda resaltada la información correspondiente a diferencias de composición.

La figura 4.17a nos muestra la imagen de electrones retrodispersados obtenida, mediante la suma de las señales de dos detectores semianulares de tipo semiconductor, sobre una muestra mineral formada por pequeños cristales aglomerados con una matriz. En ella queda claramente de manifiesto la existencia de partículas con número atómico medio muy diferente, apreciándose incluso zonas con distinta composición en el interior de algunos cristales. Esta información desaparece en la imagen obtenida por diferencia de señales (fig. 4.17b), quedando todas las partículas con tonalidad similar con independencia de su composición.

La utilización de un único detector anular de tipo semiconductor también permite atenuar el efecto debido al relieve, y resulta en consecuencia interesante para poner de manifiesto el contraste composicional.

4.11.2. Contraste topográfico

La señal que el detector recibe de un punto de la muestra está constituida por los electrones retrodispersados que emite dicho punto en la dirección del detector dentro del ángulo sólido sustentado por éste.

En muestra con relieve, la variación de señal procedente de los distintos puntos de la muestra se debe a dos factores fundamentales:

- La inclinación del haz respecto de la superficie local de la muestra, lo que va a originar una emisión de electrones variable con ese ángulo, así como una modificación de la distribución angular de dicha emisión.

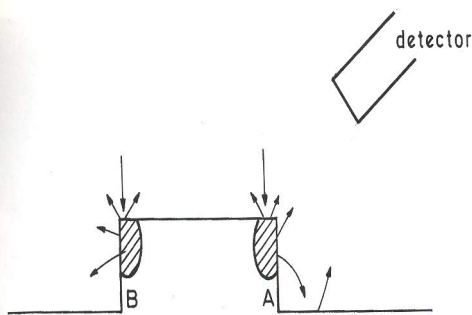


Fig. 4.18. Esquema representativo del efecto de borde.

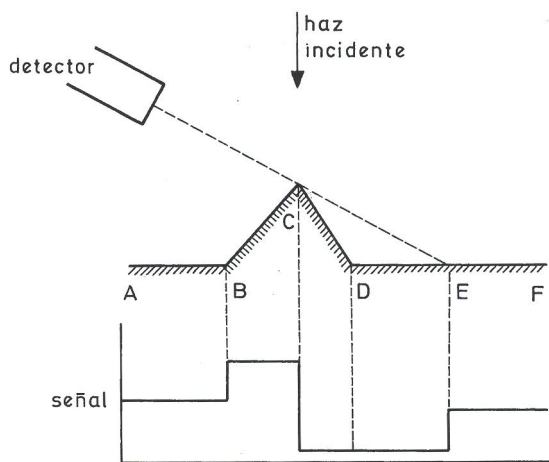


Fig. 4.19. Variación de la señal captada por el detector a lo largo de un perfil esquemático.

— La orientación relativa entre la superficie local y el detector, de manera que si la zona iluminada en un determinado instante por el haz no tiene una orientación favorable hacia el detector, no habrá emisión de electrones en dirección a éste y por tanto no se recibirá señal alguna de esa zona.

Ninguno de estos dos mecanismos responsables del contraste topográfico actúan lógicamente cuando se examinan muestras planas.

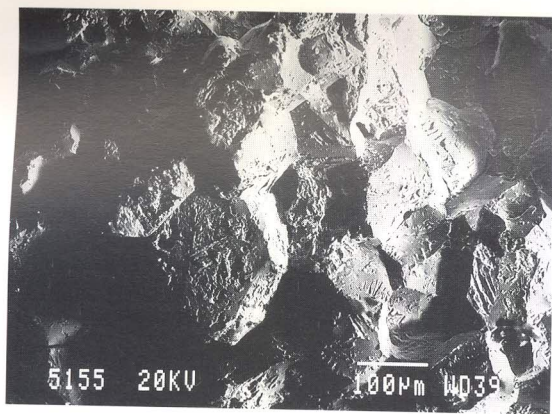
En imágenes obtenidas con detectores de gran ángulo sólido de captación, casi todo el contraste topográfico generado proviene de las diferencias de emisión de electrones de unos puntos a otros, mientras que en los detectores de ángulo pequeño (y por tanto muy direccionales) el factor predominante en la formación del contraste es la diferencia de captación de la señal en función de la orientación relativa entre el detector y la superficie local de la muestra (4.28).

Un fenómeno adicional que contribuye a resaltar el relieve de la muestra es el denominado «efecto de borde». Cuando el haz incide en las proximidades de un borde o escalón (fig. 4.18), el volumen de interacción de los electrones dentro de la muestra queda truncado lateralmente, de manera que por esa superficie lateral pueden escapar numerosos electrones retrodispersados. Si el escalón se encuentra favorablemente orientado hacia el detector (posición A de la figura 4.18), los electrones emitidos lateralmente en dirección al detector colaborarán a la formación de la señal. Incluso podrá existir una contribución adicional debida a los electrones muy energéticos que, emitidos lateralmente hacia abajo, penetren nuevamente en la muestra y vuelvan a ser reflejados por ella.

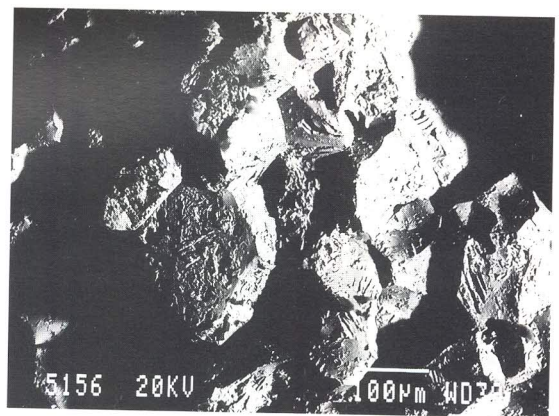
Todo esto va a traducirse en definitiva en que los bordes de escalones y otras variaciones bruscas de relieve local aparecerán más brillantes en la imagen, siempre que estén favorablemente orientados hacia el detector. En caso contrario (posición B de la fig. 4.18), no aparecerá el fenómeno. Este efecto de borde puede apreciarse en la fig. 4.17b, traduciéndose en la aparición de un borde brillante en la parte derecha del contorno de muchos de los cristales, debido a que éstos han quedado en relieve, respecto de la matriz en que se encuentran embebidos, durante el proceso de preparación de la probeta.

Cuando para la formación de la señal se utiliza un único detector con ángulo de captación pequeño (por ejemplo del tipo Everhart-Thornley), la mayor sensación de relieve topográfico se consigue colocando el detector en una posición lateral y formando un ángulo relativamente grande con el haz incidente, ya que así se potencia el efecto de sombra en la imagen obtenida. Cuanto más cerca de la pieza polar situemos la muestra, tanto más lateral será su posición respecto del detector, y en consecuencia mayor efecto de sombra aparecerá en la imagen. Dicha imagen resulta mentalmente similar a la que se obtendría si iluminásemos la muestra con un foco muy direccional de luz situado en la dirección del detector y pudiésemos observarla mirándola desde arriba (posición del filamento).

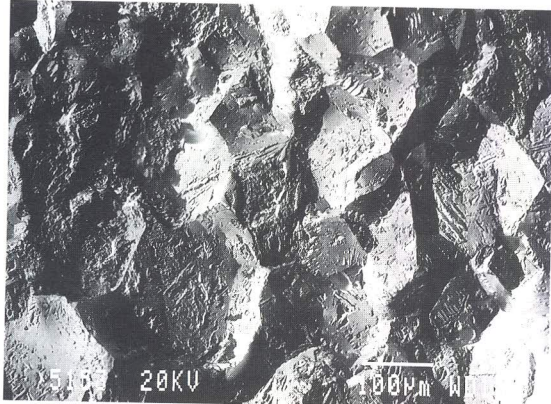
La figura 4.19 representa de forma esquemática la variación de señal a lo largo de un perfil de la muestra cuando se trabaja en las condiciones comentadas en el párrafo anterior. A la zona BC le corresponde una señal mayor que a AB debido a estar más favorablemente orientada hacia el detector, de manera que éste recibe más señal. Muy al contrario, no se captará señal del área CD, al estar orientada en dirección opuesta al detector y no haber en consecuencia emisión de electrones hacia el mismo. Tampoco llegará señal del tramo DE, ya que los electrones que se emiten en dirección al detector chocan con el



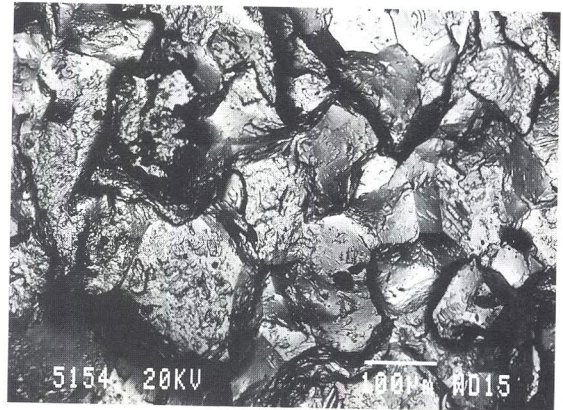
a



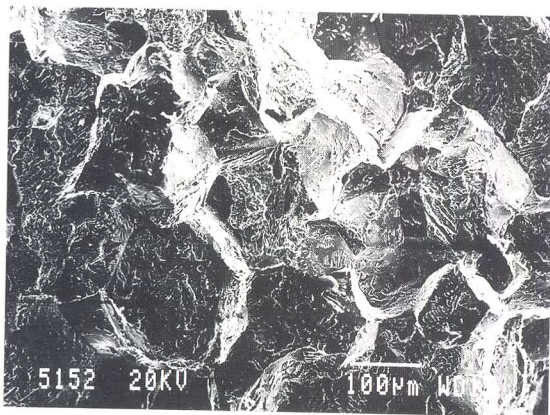
b



c



d



e

Fig. 4.20. Imágenes obtenidas sobre una rotura intercrystalina de un acero. a: Detector E-T con polarización negativa de rejilla. b: Mismo detector sin tensión en el centelleador. c: Doble detector semiconductor en modo A-B. d: Mismo detector en modo A+B. e: Imagen de electrones secundarios con el detector E-T.

saliente de la superficie y no pueden en consecuencia proseguir su camino. Si el tamaño de la irregularidad superficial fuese menor que la profundidad de penetración del haz en la muestra, podría llegar algo de señal al detector procedente de CD y DE, correspondiente a los electrones que consigan atravesar la discontinuidad y emerger por BC. Finalmente, la zona EF volverá a formar una señal de intensidad similar a la de AB.

Un ejemplo práctico de la imagen topográfica de una superficie con relieve puede verse en la figura 4.20a, correspondiente a una rotura intercrystalina de una pieza de acero, obtenida mediante un detector E-T cargando negativamente su caja de Faraday, de manera que únicamente los electrones retrodispersados penetran en el detector. Puede apreciarse en dicha figura cómo queda destacado el relieve de la rotura, así como el efecto de sombra y la sensación de ver la superficie como si estuviese «iluminada» desde su derecha. La fig. 4.20b corresponde al mismo campo y detector, pero está obtenida en esta ocasión eliminando la alta tensión aplicada al centelleador. La imagen resulta lógicamente muy similar a la 4.20a.

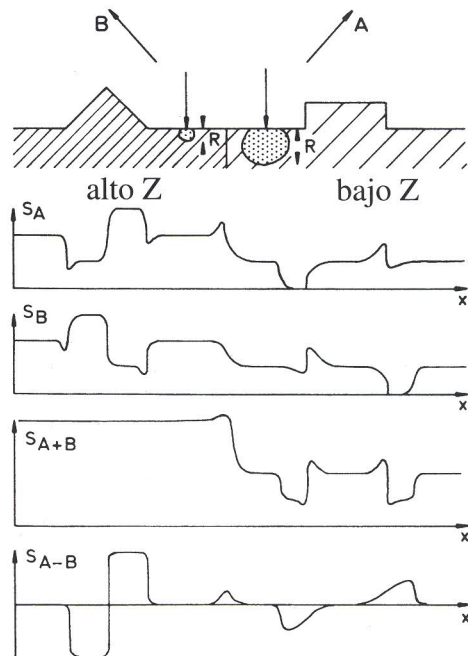


Fig. 4.21. Variaciones de señal a lo largo de un perfil utilizando un doble detector (4.20).

Otra forma de obtener una imagen con buen relieve topográfico consiste en utilizar dos detectores y emplear la diferencia de señales para generar la imagen (4.31). Dichos detectores pueden ser por ejemplo del tipo E-T o bien semianulares semiconductores montados bajo al pieza polar.

La fig. 4.21 recoge, de manera esquemática análoga a la utilizada anteriormente, las variaciones de señal a lo largo de un perfil en una muestra con dos fases de muy distinto Z. En dicha figura se representa la señal recibida por los dos detectores A y B, así como la señal suma $S_a + S_b$ y diferencia $S_a - S_b$. La interpretación de estos gráficos es similar a la realizada para la figura 4.19. En el perfil correspondiente a S_a se encuentra representado el efecto de borde que aparece en la esquina de la meseta favorablemente orientada hacia ese detector. También aparece en dicho perfil un pequeño pico de señal, asociado a la entrecara de separación entre las dos fases, y que se debe a que cuando el haz se encuentra en la fase pesada pero muy próximo a la entrecara, parte de los electrones pasan internamente al constituyente ligero y escapan fácilmente por su superficie (4.20).

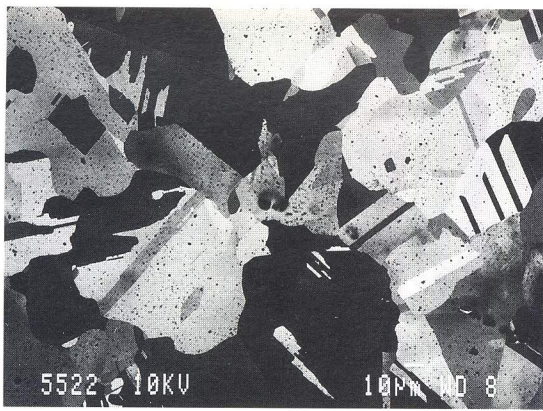
En el modo $S_a + S_b$ que, como se ha comentado con anterioridad, es el más adecuado para detectar el contraste composicional, no se ha eliminado totalmente la influencia del relieve, como queda de manifiesto en el perfil esquemático correspondiente de la figura 4.19. Por último, puede verse que la señal $S_a - S_b$ produce un perfil con notable componente de sombras, resultando idónea para resaltar el relieve topográfico.

Si utilizamos un doble detector semiconductor para captar la imagen de la misma superficie de rotura ya utilizada anteriormente, se obtienen las imágenes de las figuras 4.20c y 4.20d según trabajemos en modo A-B o A+B. La imagen correspondiente al modo diferencia pone claramente de manifiesto la morfología del relieve de la muestra, con menor efecto de sombra que el que aparece cuando se utiliza un detector E-T (fig. 4.20a). Por el contrario, la imagen obtenida con el modo suma (fig. 4.20d) no nos permite hacernos una idea clara del relieve de la superficie examinada.

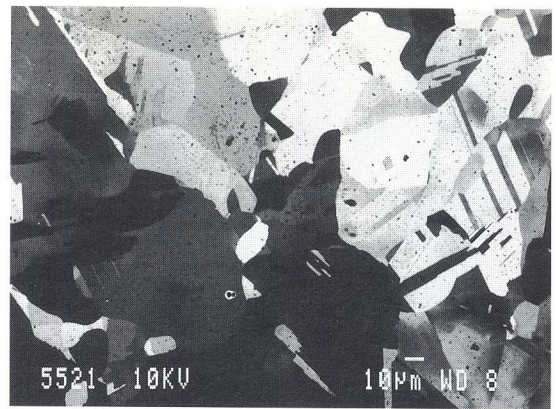
4.11.3. Contraste cristalográfico

Cuando el haz electrónico incide sobre una estructura cristalina, aparecen fenómenos de interacción entre la onda asociada a los electrones y la red del cristal, que van a traer como consecuencia el que un cierto porcentaje de esos electrones incidentes sean retrodispersados a muy poca profundidad y retornen nuevamente al exterior con escasa pérdida de energía. Los mecanismos que dan origen a este comportamiento serán analizados en profundidad en un capítulo posterior.

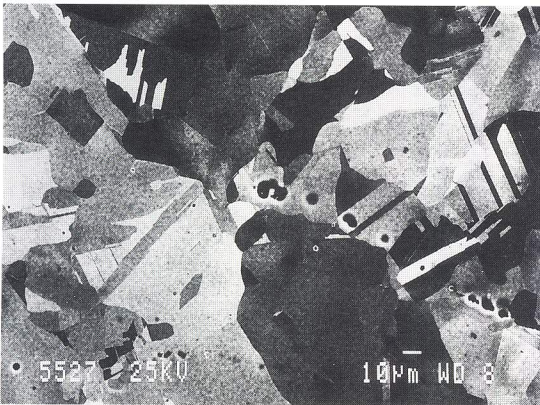
Estos fenómenos de canalización modulan en consecuencia el valor del coeficiente de emisión η por lo que, en una muestra policristalina homogénea, no todos los cristales presentarán un mismo valor de η sino que la emisión de electrones variará de unos cristales a otros en función de la orientación relativa entre el haz incidente y la red del cristal.



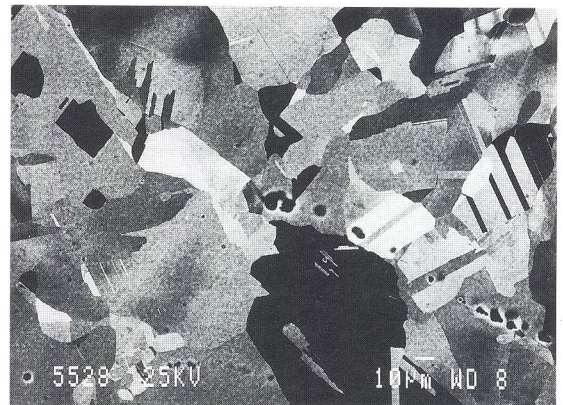
a) $E_0 = 10 \text{ keV}$, $\alpha = 0^\circ$



b) $E_0 = 10 \text{ keV}$, $\alpha = 5^\circ$



c) $E_0 = 25 \text{ keV}$, $\alpha = 0^\circ$



d) $E_0 = 25 \text{ keV}$, $\alpha = 5^\circ$

Fig. 4.22. *Contraste cristalográfico generado en una muestra de cobre para distintas energías del haz e inclinaciones de la probeta.*

Esta variación de η en los diferentes cristales resulta en la mayoría de los casos pequeña o moderada, disminuyendo al aumentar la energía de excitación. Para poner adecuadamente de manifiesto esas diferencias de emisión se preferirá en la mayoría de los casos la utilización de intensidades de haz relativamente bajas.

Dado que la zona en que se origina el contraste cristalográfico es muy superficial (del orden de unos pocos nm), el estado de la superficie de la muestra influirá decisivamente en la aparición de este contraste. Por ello, la presencia de una capa superficial de distorsión (generada por ejemplo por la utilización del pulido mecánico en la preparación de la muestra) o de una película de óxido o contaminación puede impedir en la práctica la visualización del fenómeno. Deben usarse en consecuencia para la preparación de la probeta aquellas técnicas que, como el pulido electrolítico, no distorsionan superficialmente la estructura. El aumentar la energía E_0 del haz incrementa el espesor de la zona generadora del contraste, y por tanto aminora la importancia del estado superficial, pero no resulta una alternativa muy interesante porque conlleva una disminución del contraste generado.

Dado que los responsables de estas variaciones de emisión son electrones con energías cercanas a E_0 , aquellos sistemas de detección, tales como los de tipo semiconductor o centelleador -fotomultiplicador, que primen en cuanto a su contribución a la señal a los electrones con mayor energía, serán los más idóneos para resaltar este tipo de contraste. Mejor aún sería en principio el filtrar la señal de electrones recibida, de manera que únicamente los de energía más elevada contribuyesen a la formación de la imagen.

La figura 4.22 recoge el contraste cristalográfico obtenido al examinar una muestra de cobre pulida

electrolíticamente, utilizando un detector de tipo semiconductor. Quedan en ella claramente resaltados los diferentes granos de la muestra, así como sus maclas internas. Comparando la imagen obtenida a distintos voltajes de excitación (figs. 4.22 a y c) se comprueba que el contraste generado varía con la energía del haz incidente, lo que resulta lógico ya que al cambiar la energía de los electrones se modifica su longitud de onda asociada, y en consecuencia puede resultar diferente su interacción con la red cristalográfica de los distintos granos de la muestra.

En muestras policristalinas con varias fases, podría plantearse la duda de si el contraste existente en la imagen entre los distintos cristales se debe a diferencias de composición o de orientación cristalográfica. Para poder aclarar este punto, basta con inclinar ligeramente la muestra. Si el contraste relativo entre los distintos cristales ha variado notablemente, ello significa que el contraste existente es de tipo cristalográfico; en caso contrario, lo será de tipo composicional.

Puede verse de manifiesto este fenómeno en la figura 4.22, en la que se recogen dos fotomicrografías (a y c) obtenidas con incidencia normal del haz, y otras dos (b y d) realizadas tras inclinar la muestra un ángulo de 5°. Queda en evidencia que la pequeña inclinación dada modificada significativamente el contraste entre los diferentes cristales.

4.12. Calidad y resolución de la imagen retrodispersada

La resolución máxima alcanzable en la imagen de electrones retrodispersados se encuentra limitada lógicamente por el tamaño del diámetro de la zona de emisión cuando el haz incide en un punto de la muestra, aunque pueden en ocasiones apreciarse ciertos detalles de tamaño inferior (4.20).

Dado que el área de emisión de electrones es tanto más pequeña cuanto mayor es el Z de la muestra, la resolución última obtenible en el microscopio va a depender en definitiva de la composición del material examinado. Otro factor que influye en el tamaño de la zona de emisión, y por tanto en la resolución alcanzable, es la energía del haz incidente. A mayor E_0 mayor área de emisión por lo que, desde este punto de vista, parecería interesante la utilización de bajos kilovoltajes de excitación.

Por otro lado, existe una limitación adicional que depende de la relación señal/ruido de la información captada por el detector y utilizada para la generación de la imagen, de modo que, en función de diversos factores, hay una diferencia mínima de contraste visualizable en la pantalla. Si en la muestra existen dos puntos próximos con diferencias de señal captada por el detector menores que ese valor umbral, aparecerán en la pantalla con igual brillo, y ello significa en consecuencia una pérdida de información en la imagen respecto de la existente en la muestra.

El ruido asociado a la señal de electrones retrodispersados emitida se debe en primera instancia a que el número de electrones que inciden sobre la muestra en el tiempo τ correspondiente a un pixel (punto de la pantalla del tubo de rayos catódicos en que se forma la imagen) no es constante, sino que presenta una distribución estadística que se puede considerar como de tipo Poisson.

Adicionalmente, la emisión de retrodispersados conlleva a su vez un cierto ruido, debido a que la cantidad de electrones generados por un mismo número de incidentes presenta a su vez una distribución estadística binomial.

La relación señal/ruido de la señal de electrones retrodispersados emitida por la muestra toma, según Reimer (4.20), el valor:

$$\frac{S}{R} = \left(\frac{I_0 \cdot \eta}{2e \cdot \Delta f} \right)^{1/2} \quad [4.22]$$

siendo I_0 la intensidad del haz incidente, e la carga eléctrica del electrón y Δf la anchura de banda del sistema de detección. Puede observarse en dicha expresión que la relación S/R mejora al aumentar I_0 y con el Z de la muestra (que hace elevar el valor de η).

Procedamos ahora a estimar el mínimo contraste apreciable en la imagen obtenida en una muestra con coeficiente medio de emisión η y por tanto con una intensidad de señal de retrodispersados I_{rd} igual a $I_0 \cdot \eta$. La menor diferencia de emisión ΔI_{rd} detectable debe tener un valor suficientemente superior al ruido de la señal para que pueda ser apreciada en la pantalla.

Según el criterio de Rose, para que en una pantalla de un tubo de rayos catódicos puedan apreciarse diferencias de señal de unos puntos a otros, el contraste de la misma debe ser al menos cinco veces superior al nivel de ruido, lo que se va a traducir en nuestro caso en la condición $\Delta I_{rd} \geq 5I_R$, siendo I_R la intensidad del ruido. Admitiendo que toda la señal de electrones retrodispersados es captada por el detector y que éste no introduce un ruido adicional (ambas hipótesis muy lejos de la realidad práctica), la intensidad del nivel de ruido puede estimarse (4.20) como:

$$I_R = \left(\frac{e \cdot I_o \cdot \eta}{\tau} \right)^{1/2} \quad [4.23]$$

En consecuencia, la diferencia mínima detectable de señal en las óptimas condiciones consideradas será:

$$\Delta I_{rd} = 5I_R = 5 \left(\frac{e \cdot I_o \cdot \eta}{\tau} \right)^{1/2} \quad [4.24]$$

Si referimos este valor a la señal media generada en la muestra I_{rd} , tendremos el contraste mínimo observable:

$$\frac{\Delta I_{rd}}{I_{rd}} = 5 \left(\frac{e}{\tau \cdot I_o \cdot \eta} \right)^{1/2} \quad [4.25]$$

que, como puede verse, disminuye al aumentar la intensidad del haz, el número atómico de la muestra (a través de η) y el tiempo de barrido de la pantalla (a través de τ).

La intensidad mínima del haz precisa para poder detectar en pantalla una determinada diferencia de contraste $\Delta I_{rd}/I_{rd}$ será

$$I_{o,min} = \frac{25 e}{\tau \cdot \eta} \left(\frac{\Delta I_{rd}}{I_{rd}} \right)^{-2} \quad [4.26]$$

A título de ejemplo, si pretendemos detectar variaciones de contraste del 5% en una muestra con η de 0,4 en una pantalla de 1000 x 1000 píxeles con un tiempo de barrido de 100 segundos ($\tau = 10^{-4}$ seg.), I_o debería ser igual o mayor que $4 \cdot 10^{-11}$ A.

En la práctica, el detector capta únicamente una pequeña porción de la señal emitida por la muestra, y además el sistema detector-amplificador introduce ruido adicional en la señal, por lo que la intensidad mínima precisa para discriminar un determinado nivel de contraste será muy superior a la estimada mediante la expresión anterior.

Comparando la imagen de una muestra obtenida mediante la señal de electrones retrodispersados con la correspondiente a los secundarios (que es la más habitualmente utilizada en el microscopio de barrido), queda claramente de manifiesto que, en general, la señal de retrodispersados tiene una peor resolución. No obstante, esta señal presenta, respecto de la de secundarios, un mayor contraste tanto topográfico como composicional por lo que, dentro del margen de aumentos en que es posible obtener una imagen con suficiente definición, se tendrá en muchas ocasiones una mayor cantidad de información sobre la muestra utilizando la imagen de retrodispersados. Queda ello puesto de manifiesto si comparamos las figuras 4.20c y 4.20e, correspondientes a señales de retrodispersados y secundarios respectivamente. La imagen de retrodispersados proporciona una idea mucho más clara del relieve de la rotura examinada. Asimismo, la imagen retrodispersada de la fig. 4.17a ofrece una cantidad de información mucho mayor que la de secundarios obtenida sobre el mismo campo (fig. 4.17c).

Otras posibles ventajas adicionales de este modo de señal respecto de la de secundarios se refieren al menor efecto de borde que aparece en muestras con relieve, así como la menor probabilidad de aparición de anomalías en la imagen por fenómenos de carga superficial de la muestra (4.28). Ello queda claramente de manifiesto al comparar la imagen de retrodispersados de la fig. 4.17b con la de secundarios obtenida sobre el mismo campo (fig. 4.17c). En esta última imagen aparecen, tanto sobre los cristales como en sus alrededores, fenómenos de carga superficial que están totalmente ausentes en la imagen retrodispersada.

4.13. La imagen de electrones de baja pérdida

La señal de electrones de baja pérdida está constituida por aquellos electrones que emergen de la muestra con una energía muy próxima a la del haz incidente. Esta señal se obtiene lógicamente por un filtrado adecuado del conjunto de electrones emitidos, de manera que únicamente aquellos con energía igual o mayor a $E_o - \Delta E$ contribuyan a la señal. El valor de ΔE es el de la máxima pérdida de energía admisible en un electrón para que sea considerado como de baja pérdida, soliendo tomarse valores del orden de 500 - 1000 eV.

La cesión de energía del electrón incidente a lo largo de su trayectoria es función del número de interacciones inelásticas que sufre, lo que depende a su vez de la distancia recorrida en el interior de la muestra. Por tanto, los electrones de baja pérdida son aquellos que, apenas penetrados en la misma, sufren una colisión elástica de gran ángulo que les desvía nuevamente hacia el exterior, emergiendo tras haber recorrido una distancia muy pequeña, y por tanto con muy escasa pérdida de energía.

En consecuencia, la profundidad de emisión de este tipo de señal es mucho menor que la del conjunto de electrones retrodispersados, siendo del orden de la correspondiente a los electrones secundarios, típicamente entre 5 y 15 nm, lo que se va a traducir en una influencia más pequeña del estado subsuperficial de la muestra sobre la imagen obtenida. También presentará ventajas en este aspecto frente a la señal de secundarios (4.32) ya que, si bien la profundidad de emisión es similar en ambos casos, parte de los secundarios emitidos son generados por los retrodispersados que emergen de profundidades mayores, por lo que la emisión de secundarios se ve modulada en cierta forma por la situación existente a distancias bastante mayores que la zona de emisión de la señal.

Por otro lado, los electrones de baja pérdida presentan una distribución espacial mucho más concentrada, de manera que la mayoría de ellos emerge dentro de un diámetro (en torno a la posición del haz incidente) bastante menor que el correspondiente al conjunto de la señal de retrodispersados.

La mejor resolución que se puede alcanzar en la imagen de electrones de baja pérdida respecto de la de retrodispersados se debe en consecuencia tanto al menor diámetro de la zona de emisión como a la menor profundidad de escape de los mismos.

La emisión de este tipo de electrones depende de la composición de la muestra y las condiciones de trabajo. Según Reimer (4.20), $\eta_{bp}/\eta \propto Z/E_0$ siendo η_{bp} el coeficiente de emisión de electrones de baja pérdida. De acuerdo con esta expresión, la señal aumenta de forma muy importante con el número atómico y disminuye al elevar el voltaje de aceleración de los electrones incidentes, de manera que la señal será mayor en muestras con Z elevado trabajando con E_0 relativamente pequeñas.

La señal de baja pérdida resulta muy influida por la posición relativa entre el haz y la superficie de la muestra, de manera que una incidencia muy oblicua genera una mayor emisión de este tipo de electrones. Debido a ello, esa será en principio la forma más idónea de trabajar, colocando el detector en la posición en la que se maximice la recepción de la señal.

4.14. Electrones absorbidos

En un MEB, la muestra sometida a la radiación del haz electrónico incidente juega el mismo papel que el de un nudo en un circuito eléctrico, debiendo cumplirse la ecuación de continuidad, que establece que la suma algebraica de todas las corrientes que confluyen en un nudo debe ser cero. En nuestro caso la corriente de electrones absorbidos, I_a , equilibra el resto de las corrientes involucradas: corriente del haz incidente, I_o , corriente del haz transmitido, I_t , y la corriente debida a los electrones que abandonan la muestra en modo emisivo. Esta última se suele desdoblar en dos partes, correspondientes a los electrones secundarios I_s , y retrodispersados I_{rd} . La corriente de electrones absorbidos o corriente de muestra será por tanto:

$$I_a = I_o - I_s - I_{rd} - I_t \quad [4.27]$$

Esta ecuación no tiene en cuenta los electrones secundarios que, generados en las paredes del recinto por choques de los electrones retrodispersados, llegan a la muestra. En las medidas cuantitativas, y con el fin de evitar el acceso de estos electrones espúreos a la muestra, se rodea a esta última con una rejilla polarizada negativamente ($\approx -100V$). En muchos casos resulta interesante medir la parte de la corriente absorbida sensible sólo a los electrones retrodispersados, obteniendo una señal inversa a la de estos últimos. Para ello, basta polarizar la muestra a un potencial positivo ($\approx +100V$), que impida el escape de los electrones secundarios al vacío. En este caso, y suponiendo que la muestra tiene suficiente espesor como para que $I_t = 0$, la corriente absorbida será:

$$I_a = I_o - I_{rd} \quad [4.28]$$

La señal de corriente de muestra puede utilizarse para generar imágenes en la pantalla una vez ampliada. Cuando se satisface la ecuación [4.28], la señal debida a I_a , será la inversa de la señal I_{rd} , y la información obtenida sería, en principio, parecida en ambos casos. Por lo tanto, la señal de corriente de muestra puede ser utilizada como alternativa a la señal de electrones retrodispersados. Los amplificadores de corriente, usados para amplificar I_a , poseen una anchura de banda (intervalo de frecuencias en el que la amplificación es lineal) relativamente pequeña, que se traduce en que para poder seguir cambios bruscos de señal, la velocidad de barrido debe ser necesariamente lenta. Este mismo efecto se presenta en la amplificación de la señal de los electrones retrodispersados, cuando el detector es de estado sólido (no así

con el detector tipo Robinson, que utiliza un centelleador). No obstante, la calidad de la señal obtenida a partir de I_{rd} , con detector de estado sólido, y de I_a no es la misma. En el caso de la corriente absorbida, cada electrón contribuye con una carga elemental a dicha señal, independientemente de su energía. Por el contrario en la señal de I_{rd} , y debido a la naturaleza del detector, cada electrón contribuye a la señal en una magnitud que crece conforme lo hace su energía, por lo que los electrones muy energéticos ven aumentada su influencia en la señal de salida del detector. Este efecto tiende a acentuar el contraste, por ser estos electrones los portadores mayoritarios de la información, y compensa ampliamente el mayor ángulo sólido efectivo subtendido por los electrones absorbidos. No obstante, puede haber casos en los que la única manera de obtener información acerca de los electrones retrodispersados sea a través de la corriente de muestra. Por ejemplo, y puesto que el detector de corriente absorbida no está colocado entre las lentes y la muestra, es posible obtener esta señal incluso en posición de máxima resolución, como es el caso de aquellos equipos en los que la muestra se puede introducir en el interior de la pieza polar.

A efectos prácticos, en el modo de corriente absorbida se precisa trabajar con una alta corriente de haz incidente para obtener una aceptable relación señal-ruido. Por último cabe destacar que, además de la canalización de electrones, el contraste de la imagen que se obtiene es sensible también al número atómico y al contraste magnético de tipo 2.

Referencias

- (4.1) T. E. EVERHART: Simple theory concerning the reflection of electrons from solids, *J. Appl. Phys.*, vol. 31, n.º 8 (1960), 1483-1490.
- (4.2) G. D. ARCHARD: Back scattering of electrons, *J. Appl. Phys.*, vol. 32, n.º 8 (1961), 1505-1509.
- (4.3) K. KANAYA, S. OKAYAMA: Penetration and energy-loss theory of electrons in solid targets, *Journal of Physics, D: Applied Physics*, vol. 5 (1972), 43-58.
- (4.4) H. W. THÜMMEL: *Durchgang von Elektronen und Betastrahlung durch Materieschichten, Streuabsorptionmodelle*, Akademie Verlag, Berlín (1974).
- (4.5) K. F. J. HEINRICH: *Electron beam x-ray microanalysis*, Van Nostrand Reinhold, Nueva York (1981).
- (4.6) H. NIEDRIG: Physical background of electron backscattering, *Scanning*, vol. 1 (1978), 17-34.
- (4.7) D. B. WITTRY: X-ray optics and microanalysis, 4.º *Int. Congr. on x-ray optics and microanalysis*, ed. R. Castaing, P. Deschamps y J. Philibert, Hermann, París (1966), 168.
- (4.8) H. E. BISHOP: X-ray optics and microanalysis, 4.º *Int. Congr. on x-ray optics and microanalysis*, ed. R. Castaing, P. Deschamps y J. Philibert, Hermann, París (1966), 153-158.
- (4.9) H. DRESCHER, L. REIMER, H. SEIDEL: Rückstreuoeffizient und Sekundärelektronen-Ausbeute von 10-100 keV-Elektronen und Beziehungen zur Raster-Elektronenmikroskopie, *Z. angew. Phys.*, vol. 29 (1970), 331-336.
- (4.10) F. ARNALD, P. VERDIER, P. D. VINCENSINI: Coefficient de rétrodiffusion dans le cas d'électrons monocinétiques arrivant sur la cible sous une incidence oblique, *Compt. rend. Acad. Sci. París*, B 268 (1969) 1526-1529.
- (4.11) W. REUTER: *Proc. 6.ª Int. Conf. X-ray optics and microanalysis*, ed. G. Shinoda, K. Kohra y T. Ichinokawa, Univ. Tokyo Press, Tokyo (1972), 121.
- (4.12) K. F. J. HEINRICH: X-ray optics and microanalysis, 4.ª *Int. Congr. on X-ray optics and microanalysis*, ed. R. Castaing, P. Deschamps y J. Philibert, Hermann, París (1966), 1509.
- (4.13) R. HERRMANN, R. REIMER: Backscattering coefficient of multicomponent specimens, *Scanning*, vol. 6, (1984) 20-29.
- (4.14) R. H. MÜLLER: Interactions of beta particles with matter, *Phys. Rev.*, vol. 93 (1954), 891-892.
- (4.15) J. SALDICK, A. O. ALLEN: The yield of oxidation of ferrous sulfate in acid solution by high-energy cathode rays, *J. Chem. Phys.*, vol. 22 (1954), 438-442.
- (4.16) A. R. BÜCHNER: Bestimmung der mittleren Ordnungszahl von Legierungen bei der quantitativen Mikrosondenanalyse, *Arch Eisenhüttenwesen*, vol. 44 (1973), 143-147.

- (4.17) R. CASTAING: Electron probe microanalysis, *Adv. Electr. Electron Phys.*, vol. 13 (1960), 317-386.
- (4.18) L. REIMER, C. TOLLKAMP: Measuring the backscattering coefficient and secondary electron yield inside a scanning electron microscope, *Scanning*, vol. 3 (1980), 35-39.
- (4.19) J. GOLDSTEIN: *Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis*, Plenum Press, Nueva York (1981).
- (4.20) L. REIMER: *Scanning electron microscopy*, Springer-Verlag, Berlín (1985).
- (4.21) E. H. DARLINGTON, V. E. COSSLETT: Backscattering of 0,5-10 keV electrons from solid targets, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, vol. 5 (1972), 1969-1981.
- (4.22) E. H. DARLINGTON: Backscattering of 10-100 keV electrons from thick targets, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, vol. 8 (1975), 85-93.
- (4.23) K. E. HOFFMANN, H. SCHMORANZER: Inelastic and elastic multiple scattering of fast electrons described by the transport equation, *Electron beam interactions with solids*, ed. D. Kyser, SEM Inc, AMF O'Hare (1982), 209.
- (4.24) E. J. STERNGLASS: Backscattering of kilovolt electrons from solids, *Phys. Rev.*, vol. 95 (1954), 345-358.
- (4.25) K. MURATA: Spatial distribution of backscattered electrons in the scanning electron microscope and electron microprobe, *J. Appl. Phys.*, vol. 45, n.º 9 (1974), 4110-4117.
- (4.26) D. C. JOY: Beam interactions, contrast and resolution in the SEM, *Journal of Microscopy*, vol. 136, n.º 2 (1984), 241-258.
- (4.27) T. E. EVERHART, R. M. F. THORNLEY: Wide-band detector for micromicroampere low-energy electron currents, *J. Sci. Instrum.*, vol. 37 (1960), 246-248.
- (4.28) V. N. E. ROBINSON: Imaging with backscattered electrons in a scanning electron microscope, *Scanning*, vol. 3 (1980), 15-26.
- (4.29) V. N. E. ROBINSON: The construction and uses of an efficient backscattered electron detector for scanning electron microscopy, *J. Phys. E*, vol. 7 (1974), 650-652.
- (4.30) L. REIMER, B. VOLBERT: Detector system for backscattered electrons by conversion to secondary electrons, *Scanning*, vol. 2 (1979), 238-248.
- (4.31) L. REIMER, M. RIEPENHAUSEN: Detector strategy for secondary and backscattered electrons using multiple detector systems, *Scanning*, vol. 7 (1985), 221-238.
- (4.32) D. C. WELLS: Low-loss image for surface scanning electron microscope, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 19, n.º 7 (1971), 232-235.
- (4.33) H. NIEDRIG: Electron backscattering from thin films, *J. Appl. Phys.*, vol. 53, n.º 4 (1982), R15-R43.