



## Unidad de Microscopía Electrónica de Barrido

### Responsable Técnico

Dr. Gilberto Rosario Hernández

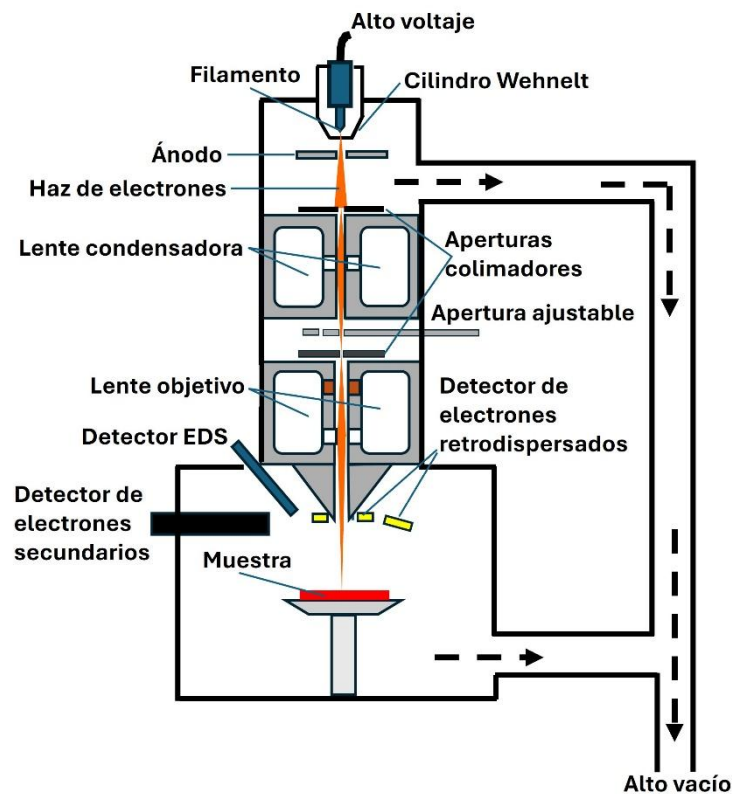
[gilberto.delrosario@urjc.es](mailto:gilberto.delrosario@urjc.es) Tlf: 914 887 191

Email [cat.sem@urjc.es](mailto:cat.sem@urjc.es)

### Descripción del Servicio/Ensayos

El microscopio electrónico de barrido está constituido de dos partes fundamentales, la primera es conocida como columna, en ella se crea y reduce a un pequeño spot el haz de electrones controlando su movimiento, mientras la otra contiene el sistema gestión informática que permite la captura de imagen y ajustes electrónicos. Las áreas barridas por el haz de electrones en la superficie de la muestra generan emisiones que son registradas por los detectores, en nuestro caso se utiliza un filamento de wolframio de 0,5 mm de diámetro como cañón. Un esquema general del equipo se puede observar en la siguiente figura:

El modo de trabajo en régimen ambiental o bajo presión controlada surge para resolver las limitaciones encontradas en el sistema convencional de microscopía electrónica de barrido en régimen de alto vacío. Esta opción está orientada principalmente a muestras no conductoras que requieren ser observadas y analizadas en estado natural libres de modificaciones o preparaciones previas, ejemplos: insectos, plantas, tejidos, polímeros, superficies de elevada textura, etc.).



*Esquema general de un microscopio de barrido*

Gracias a la amplia gama de microscopios electrónicos de barrido disponibles en la unidad, se pueden realizar muy diversos estudios en muestras: - Estudio composicional y morfológico de las muestras. - Realización de ensayos en alto vacío y también en atmósfera ambiente (ESEM, 2000Pa).

Mediante espectrómetro (EDS) marca EDAX, es posible realizar análisis de composición química local cualitativo, semicuantitativo y cuantitativo de las muestras, haciendo uso de SEC (Standard Element Compous)

Disponemos de detectores de electrones retrodispersados (ABS, autoconfigurable por sectores) Detector STEM I, STEM 3 (Bright field, Dark field, HAADF, autoconfigurable). Adicionalmente disponemos de WetSTEM capacitado para realizar la observación de muestras en equilibrio termodinámico a 90 – 100 % humedad.

Disponemos de detectores de electrones secundarios y retrodispersados en cada microscopio, con la posibilidad de trabajar en alto vacío, bajo vacío y atmósfera. Realizando análisis de superficies, tamaño de grano, mapas de distribución composicional. Contamos con la nueva técnica, ColorSEM de Thermo Fisher para realizar mapas composicionales en directo y comprobar la distribución de los elementos en la superficie de la muestra.

**Los ensayos** que se pueden realizar en la unidad son los habituales en el microscopio electrónico de barrido para el análisis de todo tipo de muestras (excepto radiológicas e inflamables), además de la disponibilidad de la realización de ensayos in-situ dentro de los microscopios. La unidad de Microscopía Electrónica de Barrido dispone de una cámara EBSD (Electron Backscatter Difracción), así como detectores de electrones retro dispersados (ABS, auto configurable por sectores), Detector STEM I y STEM 3 (Bright field, Dark field, HAADF, auto configurable). Adicionalmente dispone de varios accesorios como WetSTEM, Cooling stage y Heating stage (1000°C). Todo este equipamiento permite realizar la observación de las muestras manteniendo

cualquier estado de hidratación variando la temperatura (de -25 °C a +55 °C), la presión y la humedad (0 - 100 % de Humedad Rrelativa) en modo ESEM. En modo de bajo vacío el calentamiento alcanza hasta 1000 °C y es posible realizar análisis composición química hasta 350 °C. La Unidad dispone de diversos equipos para preparación de las muestras tanto inorgánicas como orgánicas (diferentes pulidoras, fresado por iones de alta energía (Adelgazar Iónico), y para muestras biológicas un secador de punto crítico (Leica CPD 300), también dispone de metalizador de bajo vacío marca Leica EM ACE200 que permite realizar los recubrimientos metálicos de muestras con Oro, Platino y Carbón, controlando su espesor. Además, es posible realizar análisis digital de imagen con software libre o con licencia, como también informes con los resultados obtenidos.

**Naturaleza de muestras ofertadas** La unidad es capaz de analizar todo tipo de muestras, que se reciben en el laboratorio de Móstoles para ser estudiadas. Se analizan indistintamente solicitudes cursadas por investigadores propios y externos a la Universidad, así como a empresas externas. Estas muestras pueden ser orgánicas (polímeros), inorgánicas (metales, cerámicas, materiales compuestos, cristales) o muestras biológicas. Se dispone de una gran variedad de equipos para la preparación de muestras, de tal manera que se puede realizar toda aquella modificación que necesite el cliente para mejorar la observación y análisis de su muestra

### Personal

#### Responsable Técnico

Dr. Gilberto Rosario Hernández

gilberto.delrosario@urjc.es Tlf: 914 887 191

#### Técnicos de Apoyo

Dra. Sofiia Kobylanska

sofiia.kobylanska@urjc.es

Email [cat.sem@urjc.es](mailto:cat.sem@urjc.es)

### Equipos Disponibles.

#### MICROSCOPIOS ELECTRONICOS

- Microscopio electrónico de barrido de alta resolución: Apreo ChemiSEM S LoVac (FEG-SEM).
- Microscopio electrónico de barrido Thermo Scientific Prisma E (SEM).

#### PREPARACION DE MUESTRAS

- Secador por Punto Crítico Leica EM CPD300.
- Ultramicrotomo LEICA EM UC6 con el sistema de corte a baja temperatura LEICA EM FC6.
- Evaporador Baltec MED 020.
- Las pulidoras automáticas.
- Pulverización catódica (sputtering) Leica EM ACE200.
- La pulidora vibratoria “Vibromet2 Buehler”.
- Limpiador de plasma automático de sobremesa Tergeo.

## **MICROSCOPIOS ELECTRONICOS.**

- **Microscopio electrónico de barrido de alta resolución: Apreo ChemiSEM S LoVac (FEG-SEM).**

**Apreo ChemiSEM S LoVac** es el microscopio electrónico de barrido de emisión de campo de tipo Schottky (FESEM) que combina capacidades de resolución ultra alta tanto en alto voltaje como en bajo con una lente electrostática y un modo de trabajo en bajo vacío con compensación de carga en material no conductor. El instrumento presenta desaceleración del haz y detección única en la lente que ofrece un contraste y una versatilidad sin precedentes a los investigadores que trabajan con una variedad de materiales y dispositivos. Para facilitar la obtención de imágenes y el análisis de materiales no conductores, **Apreo ChemiSEM S LoVac** puede operar en condiciones de bajo vacío. En el modo de bajo vacío, se introduce una pequeña cantidad de gas ionizable en la cámara para neutralizar el haz de electrones al interactuar con la superficie de la muestra. El gas utilizado suele ser agua, que puede ajustarse a una presión máxima de 500 Pa. Este método permite obtener imágenes de las superficies nativas de los materiales sin necesidad de recubrirlos con carbono o metal. Los recubrimientos metálicos a menudo pueden ocultar características a pequeña escala o sutiles variaciones en la composición del material, por lo que evitarlos puede revelar información que de otro modo se pasaría por alto.

### **Características:**

El equipo dispone de columna óptica de electrones prealineados, optimizada para alta resolución y estabilidad del haz y que mantiene la columna alineada sin intervención manual.

Sistema de Transferencia de Muestras **CleanConnect**. Solución de transferencia de muestras mediante gas inerte o vacío. Compatible con la mayoría de los sistemas de caja de guantes y disponible con conexión directa opcional a la caja de guantes.



**Apreo ChemiSEM S LoVac** detecta hasta cuatro señales simultáneamente de cualquier combinación de los detectores o segmentos de detector disponibles:

The Thermo Scientific™ **Trinity™ Detection System**. Consta de tres detectores: dos en lente (T1, T2) y uno en columna (T3). Este sistema único ofrece un contraste SE y BSE inigualable, así como información detallada sobre la composición, morfología, características superficiales y más de la muestra.

**Detector Everhart-Thornley (ETD)** tradicionales para imágenes de superficie y topográficas utilizando electrones secundarios;

**Detector de retrodispersión direccional (DBS)** retráctil con segmentación opcional de **señales anulares (ABS)** para imágenes de retrodispersión topográfica o señales concéntricas (**CBS**) para un mejor contraste de composición y/o orientación del grano;

Sistema **EDS/SEM** integrado para identificación cualitativa y cuantitativa de elementos químicos, aplicando métodos de corrección cuantitativa para condiciones de bajo vacío;

**Detector de difracción de electrones retrodispersados (EBSD)**. Mediante el sistema Pegasus se permite la recopilación simultánea de datos EDS y EBSD para un mapeo de fase avanzado. La combinación de EDS y EBSD ofrece una potente y completa capacidad analítica, muy valorada en la industria. La integración de estas dos técnicas proporciona un enfoque único para la caracterización de materiales, combinando la información cristalográfica con el análisis de la composición química. Este método integrado ofrece numerosas ventajas, siendo la principal la posibilidad de realizar un análisis completo en la misma área de interés. Al correlacionar las características microestructurales con sus composiciones químicas, los investigadores pueden comprender cómo la composición afecta las propiedades y el comportamiento del material.

**Detector STEM** retráctil para el análisis de muestras TEM en el SEM.

**Detector de catodoluminiscencia (CL)** retráctil para obtener imágenes directas de la luz roja, azul y verde generada por ciertos materiales al exponerse a electrones de alta energía, como semiconductores y muestras geológicas;

Cámara óptica NavCam montada en la cámara.

**Desaceleración del haz:** se puede activar para obtener mayor sensibilidad y contraste en la superficie utilizando energías de descenso bajas y muy bajas. La desaceleración del haz se implementa como un grado adicional de libertad para optimizar el contraste y la sensibilidad de la superficie al tiempo que mejora el rendimiento óptico de la columna de electrones.

**Voltaje:** de 200 eV a 30 keV (20 eV con Desaceleración del Haz)

**Corriente del haz:** 1 pA a 50 nA

**Resolución** (distancia de trabajo óptima):

- Modo de alto vacío, sin campo, 0,7 nm a 30 kV (STEM)

0,9 nm a 15 kV (con desaceleración del haz)

1,2 nm a 1 kV

1,0 nm a 1 kV (con desaceleración del haz)

1,2 nm a 500 V (con desaceleración del haz)

- Alto vacío, modo de inmersión

0,9 nm a 1 kV

- Alto vacío, modo de inmersión con desaceleración del haz.

0,5 nm a 15 kV

0,8 nm a 1 kV

1,0 nm a 1 kV, 10 mm WD

0,8 nm a 500 V

1,2 nm a 200 V

- Modo de vacío bajo y sin campo

1,2 nm a 15 kV

1,8 nm a 3 kV

- **Microscopio electrónico de barrido Thermo Scientific Prisma E (SEM)**

El microscopio electrónico de barrido (SEM) Thermo Scientific Prisma E con sus modos de alto vacío, bajo vacío y SEM ambiental (ESEM), está completamente equipado para analizar muestras cargadas, desgasificadas o difíciles de analizar. Con el modo SEM ambiental (ESEM) del Prisma E SEM, se pueden obtener imágenes de

muestras incluso si están calientes, sucias, desgasificadas o húmedas. El modo de bajo vacío y ESEM permite la obtención de imágenes y el análisis sin carga de muestras no conductoras y/o hidratadas.

### Características:

- Navegación de muestras simplificada con la cámara Nav-Cam
- Excelente calidad de imagen con modos de escaneo avanzados y desaceleración del haz
- Imágenes simultáneas de electrones secundarios (SE) y electrones retrodispersados (BSE) en todos los modos de operación
- Análisis elemental con la tecnología Thermo Scientific™ ColorSEM™
- Compatible con una amplia gama de muestras gracias a diversos modos de vacío
- Capacidad de obtener imágenes de materiales en su estado natural (*in-situ*) con el modo ambiental
- Experimentos dinámicos de fácil control con etapas de calentamiento/enfriamiento integradas
- Amplia selección de detectores y accesorios que incluyen microscopía electrónica de transmisión por escaneo (STEM).



Prisma E SEM detecta hasta cuatro señales simultáneamente de cualquier combinación de los detectores o segmentos de detector disponibles:

- ETD: detector de SE Everhart-Thornley
- Detector de SE de bajo vacío (LVD)
- SED gaseoso (GSED) (usado en modo ESEM)
- Cámara IR para ver la muestra en la cámara

- Cámara Thermo Scientific™ Nav-Cam™: cámara óptica en color para navegación de muestras
- DBS: detector de retrodispersión direccional; segmentado BSED retráctil
- DBS-GAD: BSED analítico gaseoso montado en lente
- ESEM-GAD para detección simultánea de SE y BSE en modo ESEM a alta presión
- STEM 3+: detector segmentado retráctil (BF, DF, HADF, HAADF)
- Detector Thermo Scientific™ WetSTEM™: STEM integrado con etapa de enfriamiento para la observación de muestras húmedas delgadas
- \*Detectores ETD, Bajo vacío SED, LFD (secundarios en modo ambiental, IR cámara, STEM 3+, ESEMGAD).

#### Parámetros del haz de electrones:

- Rango de corriente del haz: hasta 2  $\mu$ A, ajustable de forma continua
- Rango de voltaje de aceleración: 200 V – 30 kV
- Aumento: 5 a 1 000 000 $\times$

#### Resolución del haz de electrones

##### Modo de alto vacío

- 3,0 nm a 30 kV (SE)
- 4,0 nm a 30 kV (BSE)
- 8,0 nm a 3 kV (SE)

##### Modo de alto vacío con desaceleración del haz

- 7,0 nm a 3 kV (modo BD + DBS)

##### Modo de bajo vacío

- 3,0 nm a 30 kV (SE)
- 4,0 nm a 30 kV (BSE)
- 10 nm a 3 kV (SE)

##### Modo ESEM

- 3,0 nm a 30 kV (SE)

##### • Accesorios *in situ*

- Dispositivo Peltier de -20 °C a +55 °C controlado por software
- Horno para el modo ESEM (hasta 1000 °C) controlada por software

## **Preparacion de Muestras**

### **Secador por Punto Crítico Leica EM CPD300**



El secador de punto crítico Leica EM CPD300 permite realizar el secado de muestras biológicas (polen, tejido, plantas, insectos, etc.) y de muestras industriales (por ejemplo, de sistemas microelectromecánicos) para análisis por SEM de manera totalmente automática y controlada lo que permite obtener los resultados perfectos y reproducibles y garantiza la misma calidad de muestra en cada análisis

### **Ultramicrotomo LEICA EM UC6 con el sistema de corte a baja temperatura LEICA EM FC6**



Se utiliza principalmente para muestras biológicas, pero también se pueden preparar secciones de polímeros y metales blandos. Presentación de las muestras Se estudian muestras biológicas (previamente fijadas y deshidratadas) y muestras industriales en estado sólido. Equipos Disponibles La unidad cuenta con un Ultramicrotomo (LEICA EM UC6; LEICA EM FC6) y piramidotomo (LEICA TRIM.).

### **Evaporador Baltec MED 020**



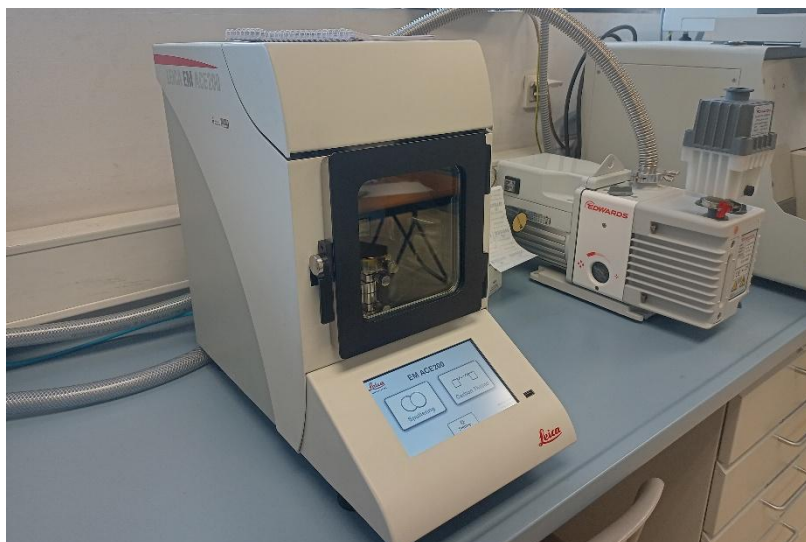
El recubrimiento de muestras es necesario en el campo de la microscopía electrónica para permitir o mejorar la obtención de imágenes de las muestras. La creación de una capa conductora de metal sobre la muestra inhibe la carga, reduce el daño térmico y mejora la señal de electrones secundarios necesaria para el examen topográfico en el SEM. Se necesitan finas capas de carbono, transparentes al haz de electrones pero conductoras, para el microanálisis de rayos X, para soportar películas en rejillas y respaldar réplicas que se visualizarán en el TEM.

### Las pulidoras automáticas



El pulido metalográfico es un paso en la preparación mecánica de la muestra para el posterior examen microscópico.

### Pulverización catódica (sputtering) Leica EM ACE200



El recubrimiento de muestras es necesario en el campo de la microscopía electrónica para permitir o mejorar la obtención de imágenes de las muestras. La creación de una capa conductora de metal sobre la muestra inhibe la carga, reduce el daño térmico y mejora la señal de electrones secundarios necesaria para el examen topográfico en el SEM. Se necesitan finas capas de carbono, transparentes al haz de electrones, pero conductoras, para el microanálisis de rayos X, para soportar películas en rejillas y respaldar réplicas que se visualizarán en el TEM.

### La pulidora vibratoria “Vibromet2 Buehler”



El pulido por vibración es un proceso utilizado para preparar superficies pulidas planas de alta calidad. El proceso es crítico para aplicaciones como la difracción de electrones retrodispersados (EBSD), la microscopía de fuerza atómica (AFM) y la microscopía electrónica de barrido (SEM).

## Limpiador de plasma automático de sobremesa Tergeo



- Eliminación de la contaminación de hidrocarburos en muestras TEM y SEM antes de la obtención de imágenes.
- Eliminación de la deposición de carbono después de la obtención de imágenes STEM.
- La rejilla TEM se vuelve hidrófila para aplicaciones crioelectrónicas. El exclusivo modo de bajada suave y el plasma pulsado pueden manipular rejillas ultradelgadas de carbono y grafeno sin dañar las frágiles rejillas
- Eliminación de contaminación orgánica y activación in situ de superficies de chips para TEM y SEM. Conversión de superficies celulares líquidas en hidrófilas.
- Limpieza de muestras EBSD para un reconocimiento de patrones más preciso
- Limpieza de sistemas ópticos de sincrotrón
- Litografía por haz de electrones
- Limpieza de muestras para SEM, TEM, FIB-SEM
- Eliminación de contaminación en XPS, Auger y SIMS
- Inspección y revisión de semiconductores
- Esterilización a baja temperatura de dispositivos médicos
- Mejora de la adhesión del revestimiento para dispositivos médicos.