



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO

FACULTAD DE INGENIERÍA

ANÁLISIS DE LOS FACTORES QUE
DETERMINAN LA VIDA ÚTIL DE UN
FILAMENTO DE TUNGSTENO EN
MICROSCOPIOS ELECTRÓNICOS DE
BARRIDO

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE
INGENIERO MECÁNICO

P R E S E N T A:

DAVID ALEJANDRO MERINO RUBIO



DIRECTOR DE TESIS
M. en I. ARMANDO ORTIZ PRADO

CD. Universitaria

Junio, 2002

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

PAGINACIÓN

DISCONTINUA

AGRADECIMIENTOS

A Dios, por haberme regalado la vida y la salud para realizar no solamente mis estudios, sino todos mis sueños. No se me olvida que la mejor forma de agradecerle es cumpliéndolos.

A mis padres Esther y Alfonso, que aunque a veces agradecer por todo suena a poco, lo significa en cada una de sus letras. Y quiero aprovechar esta oportunidad en un momento tan importante en mi vida para mostrar mi admiración para una pareja que ha sabido crear, formar y desarrollar una familia como la que todo mundo desea tener y me enorgullece ser parte de ella.

A mis tíos, o mejor dicho, segundos padres Migue (qepd) y Carito, quienes me brindaron su presencia, sabiduría y generosidad, formando parte irremplazable en mi educación a todos los niveles.

A mi hermano Mauricio, que siempre ha ido abriendo camino (a querer o no) por las distintas etapas de la vida y también por tener en cuenta que juntos somos mucho más fuertes.

A Sandy, que me hace superarme cada día con su madurez, apoyo y amor.

A todos en FEI, quienes han hecho esta transición del mundo de estudiante al mundo real de una manera tan divertida. Edgar, un poco tarde, pero aquí está.

A mi director de tesis, MI Armando Ortiz quien siempre ha tenido confianza en mí, desde tiempos en la rama estudiantil SAE, es el principal responsable de estar en este negocio y, por si fuera poco, también me ha brindado su amistad y cuasi-infinita paciencia.

A todos mis amigos, que aún sin dedicarles tanta atención como debiera, siempre demuestran apoyo e interés en que todo marche bien. Saben que cuentan conmigo también.

CONTENIDO

PRÓLOGO.....	I
CAPÍTULO 1 CONCEPTOS BÁSICOS DE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA.....	1
1.1 ANTECEDENTES GENERALES	1
1.2 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA	3
1.3 EL ELECTRÓN	6
1.4 DESARROLLO DE LA MICROSCOPIA ELECTRÓNICA.....	7
1.5 TECNOLOGÍAS UTILIZADAS	10
1.6 TENDENCIAS	19
CAPÍTULO 2 EL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO	23
2.1 INTRODUCCIÓN	23
2.2 PRINCIPIO DE FUNCIONAMIENTO	23
2.3 CÁLCULO DE LA MAGNIFICACIÓN EN UN MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO.....	25
2.4 VOLTAJE MÁXIMO OPERATIVO DE UN MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO	26
2.5 EQUIPOS UTILIZADOS PARA EL ESTUDIO	28
CAPÍTULO 3 ILUMINACIÓN EN MICROSCOPIA ELECTRÓNICA.....	30
3.1 INTRODUCCIÓN	30
3.2 ILUMINACIÓN CON ELECTRONES	34
3.3 CAJÓN DE ELECTRONES	36
3.4 MECANISMOS DE OBTENCIÓN DE ELECTRONES	38
CAPÍTULO 4 FACTORES QUE INFLUYEN EN LA VIDA ÚTIL DE LOS FILAMENTOS DE TUNGSTENO	41
4.1 CONCEPTOS GENERALES.....	41
4.2 EMISIÓN TERMIÓNICA	41
4.3 CONDICIONES ORIGINALES DEL FILAMENTO DE TUNGSTENO.....	47
4.4 VACÍO	49
4.5 ESTABILIDAD TÉRMICA Y ELÉCTRICA	50
4.6 ESFUERZO MECÁNICO SOBRE EL FILAMENTO.....	50
4.7 CONTAMINACIÓN	51
4.8 ADELGAZAMIENTO	54
4.9 CORRIENTE Y SU RELACIÓN CON LA TEMPERATURA EN EL FILAMENTO DE TUNGSTENO.....	55
4.10 SOBRECALENTAMIENTO O SOBRESATURACIÓN.....	57
4.11 DISTANCIA DEL FILAMENTO A LA TAPA DEL CILINDRO <i>WEHNELT</i>	61
4.12 DENSIDAD DE CORRIENTE EXTRAÍDA Y RELACIONES ENTRE FACTORES.....	62
CAPÍTULO 5 OPTIMIZACIÓN DE EQUIPOS SELECCIONADOS, TEORÍA Y PRUEBAS.....	64
5.1 INTRODUCCIÓN	64
5.2 PRIMER METODOLOGÍA PROPUESTA	64
5.3 SEGUNDA METODOLOGÍA PROPUESTA:	66
5.4 CAMBIO DE FILAMENTO Y LIMPIEZA:.....	70
5.5 RESULTADOS : ANÁLISIS Y DISCUSIÓN	72
CAPÍTULO 6 CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES:.....	83
6.1 RECOMENDACIÓN I A LA SOLUCIÓN DEL PROBLEMA:.....	85
6.2 RECOMENDACIÓN II A LA SOLUCIÓN DEL PROBLEMA:	86
6.3 RECOMENDACIÓN III A LA SOLUCIÓN DEL PROBLEMA:	88
GLOSARIO.....	90
BIBLIOGRAFÍA.....	95

PRÓLOGO

Los microscopios electrónicos, en general, se han convertido en una herramienta de suma importancia en diversos campos de la vida moderna, desde el estudio de la superficie de un material hasta estructuras en las que haya separaciones tan pequeñas como la millonésima parte de un milímetro. La hazaña de observar dos partículas que se encuentran a tan corta distancia (se puede distinguir hasta la separación entre átomos) es el resultado de muchos años de trabajo, tanto tecnológica como científicamente hablando, al perfeccionar los componentes existentes en los microscopios y las nuevas técnicas para obtener las imágenes y extraer más información de ellas.

Existen distintos tipos de fuentes de iluminación en un microscopio electrónico, tanto por la manera de obtener electrones de ellas, como por el material al que se recurre para conseguir electrones. Las tres que se manejan con mayor frecuencia son: emisión de electrones por campo (FEG) en sus variantes caliente y fría; por medio de filamentos de hexaboruro de lantano (LaB_6), hexaboruro de cerio (CeB_6) y también de tungsteno.

De los tipos de iluminación mencionadas, la de tungsteno es la que se presenta con mayor frecuencia en los equipos de países como el nuestro, razón suficiente para realizar un análisis de aquellos factores de mayor influencia en la vida útil del filamento. Al concluir el estudio se obtendrán resultados que permitan a cada usuario, en la medida de lo posible, tener bajo control dichos parámetros para optimar el funcionamiento del microscopio, disminuir el tiempo muerto requerido en reemplazar el filamento, así como detectar una situación anormal en el equipo y, de paso, ahorrar recursos económicos por los beneficios obtenidos de aplicar los resultados.

Posterior a la lectura de los primeros 3 capítulos de este trabajo, se tendrá claro el principio de funcionamiento de un microscopio electrónico de barrido (MEB), revisando cada uno de los componentes que forman al equipo, explicando la función de éstos y las diferentes soluciones que han sido encontradas con el tiempo para obtener mejores y más rápidos resultados, así como los diferentes tipos de microscopios, características, necesidades que satisfacen y tendencias de esta tecnología en desarrollo continuo. Además, dará una idea de todas las posibilidades de resultados que se pueden obtener de trabajar con esta técnica, como microanálisis químico, análisis digital de imágenes y ensayos dinámicos, entre otros.

Con todo lo anterior se pretende introducir a todas aquellas personas interesadas en la microscopía electrónica de barrido, técnica de escaso conocimiento práctico por gran parte de los estudiantes y profesionistas de nuestro país, aunque con un gran

potencial. Esto con la finalidad de encaminar a más estudiantes, futuros investigadores, a utilizar una herramienta que proporcione resultados más rápidamente, con mayor calidad y en algunos casos alcanzables solamente mediante esta técnica.

Posteriormente se presenta el caso de estudio de esta tesis, la vida útil del filamento de tungsteno, el consumible principal de los microscopios electrónicos estudiados, microscopios de barrido de la serie XL de Philips. Cabe aclarar que los resultados pueden aplicarse a todo microscopio de barrido con este tipo de iluminación, pero para fines prácticos y de coherencia de este estudio se redujo a esta serie.

En el estudio varias técnicas fueron utilizadas, las cuales se encuentran explicadas en el capítulo 4 y los resultados obtenidos sirven para obtener conclusiones en el capítulo 5. Estas conclusiones, aunadas a la serie de conceptos y principios de funcionamiento explicado en los tres primeros capítulos proveen la información necesaria para entender la microscopía electrónica y percibir la ayuda que podría aportar el uso de esta técnica en el trabajo o estudio que estuviera realizando.

Como es de suponerse, existe una infinidad de fuentes de información acerca del tema e inclusive libros completos que tratan una sola aplicación, preparación de muestras, etc. que el lector es invitado a consultar en caso de existir la inquietud. Las referencias bibliográficas pueden ser un buen lugar para comenzar y adentrarse más en el fascinante mundo de la microscopía electrónica.

David Alejandro Merino Rubio
Octubre de 2002

Capítulo 1 Conceptos básicos de microscopía electrónica

1.1 Antecedentes Generales

Los microscopios electrónicos son instrumentos de alta tecnología con un principio de funcionamiento simple. Nacen por la necesidad de observar estructuras más pequeñas que las que se pudieran observar hasta ese momento de la historia (1931) con microscopios ópticos convencionales.

Existen dos tipos principales de microscopios electrónicos: de transmisión y de barrido, cada uno de ellos proporciona información específica, por lo que el proceso de selección del tipo de microscopio deberá estar basado en la información requerida y no en el área de estudio.

Microscopía electrónica vs. microscopía óptica, sus similitudes y diferencias.

Aparentemente tan diferentes, la microscopía electrónica y la óptica trabajan exactamente con los mismos principios, es decir, son análogas. Cabe aclarar que esta analogía es solamente en concepto, pues de ninguna manera se pueden hacer comparaciones directas. Es más, se podría afirmar que ninguna pieza que sea parte de un microscopio óptico podría utilizarse en su contraparte electrónica y viceversa.

Aún y cuando los microscopios electrónicos son instrumentos enormes de aproximadamente una tonelada de peso, entre 15 y 20 veces más costosos que los ópticos, con decenas de tarjetas electrónicas para controlarlo, cuatro o cinco bombas de vacío, interenfriadores de agua, compresor de aire y otros elementos que no se encuentran en el caso de microscopios ópticos, las diferencias principales radican en las condiciones que necesitan cada uno de los componentes de las dos técnicas análogas para poder operar. Estas diferencias son intrínsecas a los distintos componentes, tanto ventajas como desventajas de cada uno que, como se verá más adelante, no son las mismas y nos hacen pensar en un microscopio perfecto y también utópico.

Para ser muy claro, el microscopio óptico utiliza luz en el rango de lo visible para la formación de imagen y esta luz es manipulada dentro del microscopio con lentes que puedan manipular este tipo de luz. En el caso del microscopio electrónico se utilizan electrones para formar la imagen, estos electrones invisibles para el ojo humano tienen que ser decodificados para que éste pueda observar la imagen generada por los primeros. Todos los demás accesorios encontrados en el microscopio tienen la función de generar las condiciones necesarias para que el haz electrónico pueda viajar por la columna, pueda ser manipulado y decodificado para el ojo humano.

Las condiciones necesarias en el microscopio electrónico para operar son:

- Alto vacío
- Oscuridad
- Espesor de paredes de columna y cámara de observación (transmisión) o cámara de muestras (barrido)
- Lugar de instalación con un mínimo de perturbaciones externas
- Alta tensión

Alto vacío:

Necesario para no generar una dispersión del haz electrónico. Es decir, que los electrones del haz no impacten con moléculas de gas (aire) en su camino, cambiando su trayectoria. A su vez, el alto vacío va a requerir de distintos tipos de bombas, un sistema neumático que controle válvulas y también interenfriadores (recirculadores) de agua para enfriar algunas de las bombas.

Oscuridad:

Necesaria mas no indispensable en el microscopio de transmisión para poder observar la imagen generada en la pantalla fluorescente. Indispensable en el microscopio de barrido por el principio de funcionamiento del detector de electrones secundarios.

Espesor de paredes:

Independientemente de la necesidad de una resistencia mecánica que pueda soportar los altos niveles de vacío, el espesor de las paredes del microscopio juega un papel primordial a la hora de diseñarlo debido a la generación de rayos X por la interacción del haz electrónico con la muestra y/o demás elementos con los que el haz tiene interacción.

Instalación :

Los microscopios electrónicos requieren que el lugar elegido para ser instalados sea los más aislado posible de perturbaciones externas que puedan afectar su funcionamiento y con esto alterar los resultados esperados del análisis de una muestra dada. Los principales factores que afectan la operación de estos aparatos son las vibraciones acústicas y mecánicas, así como campos magnéticos.

Alta tensión :

Se utiliza para expulsar los electrones del filamento con una fuerza determinada, así como definir el poder de resolución del instrumento al disminuir o aumentar la longitud de onda de los electrones emitidos.

Ninguno de estos requerimientos aplican para el microscopio óptico. Esta es una de las muchas razones por la cual éste último tiene un precio significativamente menor, así como un tamaño mucho más reducido que su contraparte electrónica.

Otra de las cuestiones interesantes acerca de los microscopios (ópticos y electrónicos) es que aún y cuando manejan los mismos principios, no se puede pensar en complementar una tecnología con la otra, sino un perfeccionamiento de los componentes de cada una de las técnicas de microscopía. En el caso que llegara a surgir un nuevo concepto óptico, se aplicaría a ambas, pero cada una a su manera. Con lo anterior se podría decir que la teoría ya está dada y los esfuerzos se enfocan a diseñar y desarrollar nuevos conceptos que permitan un funcionamiento de los componentes más cercano a la teoría.

1.2 Microscopía Electrónica

Hoy en día hay varios tipos de microscopios, entre otros se encuentran los de fuerza atómica, tunelamiento, electrónicos y ópticos. Sin embargo, todo empezó con el microscopio óptico.

En la ciudad holandesa de Delft, un hombre multifacético llamado Antoni van Leeuwenhoek (1632-1723), quien tenía una tienda de cortinas, era asistente del jefe de la policía y algunas otras labores, entre ellas construir microscopios caseros por los cuales adquirió gran fama, es el primer nombre que la historia nos brinda al hablar de lentes de vidrio en dichos instrumentos. Estos instrumentos, de los cuales construyó aproximadamente 400, constaban de una placa con un orificio a través del cual la lente estaba montada. En un lado de la placa estaba el ojo del observador y del otro se encontraba la muestra clavada en una punta afilada. Las lentes hechas por Van Leeuwenhoek eran sumamente pequeñas (alrededor de 1 mm. de diámetro) y de gran calidad. Alguno de sus microscopios tenía un poder de magnificación de 300x, lo que demuestra que, además de ser pionero, tenía una gran habilidad para construir lentes.

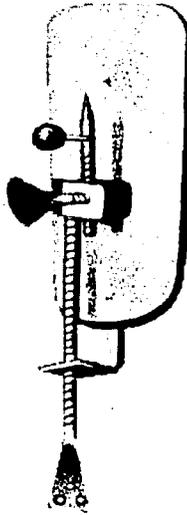


Fig 1.1 Microscopio de Van Leeuwenhoek

En la figura 1.1 se identifica a la lente como el punto negro pequeño, la punta afilada en la cual la muestra iba clavada, y tres perillas, de las cuales las grandes sirven para posicionar la muestra en los ejes x,z, mientras que la pequeña se encarga de mover el eje y, que acerca o aleja a la muestra con la finalidad de enfocarla.

Con sus microscopios, Van Leeuwenhoek estudió muchas criaturas pequeñas y descubrió otras tantas como las bacterias y los espermatozoides. También observó el apareamiento entre dos moscas, desmintiendo la creencia que éstas y algunos otros insectos pequeños brotaban espontáneamente del polvo. Aunque este personaje no era el único investigador que trabajaba en ese tiempo con microscopios, y quizá ni siquiera el primero, sí fue el más prominente y por eso la historia lo señala como tal.

Con el paso del tiempo, los microscopios ópticos se han vuelto más y más complicados, así como de una mayor calidad. Sin embargo, hay una limitante que no se puede evadir en un microscopio óptico, la misma luz con la que podemos ver la muestra tiene una longitud de onda por debajo de la cual no es posible distinguir dos objetos que se encuentren esa distancia (o menor) separados entre sí.

Se fue creando desde esos tiempos una necesidad en la que los científicos debieran observar, analizar y explicar correctamente los fenómenos ocurridos en una escala micrométrica y, en nuestros días, nanométrica. Sin embargo, no fue sino hasta 1931

que un científico alemán, Ernst Ruska, se las arregló para construir un microscopio que no utilizara luz sino electrones para obtener una imagen: el **microscopio electrónico**.

Este primer microscopio electrónico no es del tipo que interesan a este trabajo, pues es el microscopio electrónico de transmisión, cuyo funcionamiento se explicará más adelante. Por el hecho que los electrones tienen una longitud de onda mucho más pequeña que la luz visible, estos “nuevos” microscopios ofrecían, y ofrecen, un enorme potencial para la microscopía. Los primeros microscopios electrónicos fueron (como los ópticos de Antoni Van Leeuwenhoek) de construcción extremadamente simple. Tenían solamente dos, algunos tres, pares de lentes. Sin embargo tenían una resolución de 100 nanómetros, unas 10 veces mejor que los 1000 nanómetros que tenían de resolución los mejores microscopios ópticos de la época. Los microscopios electrónicos actuales son capaces de tener una resolución de hasta 0.8 Angstrom para un microscopio de transmisión y 1.5 nm. para un microscopio electrónico de barrido.

El concepto de longitud de onda, explicado con mayor detalle en el glosario de este trabajo, a grandes rasgos sirve para determinar la distancia mínima que dos puntos, en un material o una estructura, deben tener para poder ser diferenciados como tales, de otra manera, éstos se confundirían como un solo punto.

Como ejemplo se tiene la figura 1.2:

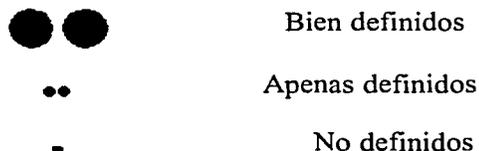


Figura 1.2 Concepto de definición.

En el primer caso, la longitud de onda es más pequeña que la separación entre los puntos por lo que se puede ver el espacio entre ellos. En el segundo caso es la situación límite en la que el espacio entre los puntos es del tamaño de la longitud de onda de la fuente de iluminación, alcanzándose a ver apenas una separación entre los puntos. El tercer caso indica una separación menor al tamaño de la longitud de onda.

1.3 El Electrón

Los electrones son partículas extremadamente pequeñas (mucho más pequeñas que la millonésima parte de un micrómetro). Generalmente forman parte de los átomos, pero en algunos materiales una poca cantidad de éstos pueden moverse libremente y algunas veces abandonan el material abruptamente. Por lo anterior se puede afirmar que es posible separar electrones de los átomos.

Los electrones son utilizados en múltiples aplicaciones. Son los encargados de formar la corriente que fluye a través de los cables eléctricos que alimentan los dispositivos usados por el ser humano como una computadora y monitor utilizados para escribir este trabajo. También son capaces de crear campos magnéticos dentro del mencionado monitor moviendo el haz, también formado por electrones que golpean el fósforo (el material que cubre la parte interna del cinescopio y despiden luz cuando es golpeado por electrones) y producen la imagen.

De hecho, el principio de funcionamiento de un televisor, o un monitor en este caso, es similar al del microscopio electrónico de barrido, el tipo de instrumento objeto de este trabajo.

Un par de cosas importantes se deben recordar de los electrones:

- Pueden ser desprendidos del material en el cual se encuentran. Esto hace posible crear un haz de electrones.
- Tienen una carga eléctrica negativa y son atraídas a las cargas positivas. Esto nos permite acelerar a los electrones a una gran velocidad atrayéndolos con un ánodo con una gran carga positiva.
- Los electrones son sensibles a los campos magnéticos. Esta característica permite mover el haz de electrones y utilizar campos magnéticos como lentes electrónicas (o mejor dicho, lentes para electrones).

Hasta mediados del siglo XVI, era creencia general que la luz consistía en una corriente de alguna especie de partículas o corpúsculos que emanaban de fuentes luminosas. Newton y muchos otros científicos de la época apoyaban la teoría corpuscular de la luz. Por esa época, Huygens y otros propusieron que la luz podía ser un fenómeno ondulatorio. El siguiente gran avance en la teoría de la luz fue el trabajo de Maxwell, quien demostró que un circuito eléctrico oscilante debía radiar ondas electromagnéticas. La velocidad de propagación de las ondas podía calcularse a partir de mediciones puramente eléctricas y magnéticas. Parecía evidente que la

luz consistía en ondas electromagnéticas de longitud de onda extremadamente corta. Sin embargo, la teoría electromagnética clásica no podía explicar algunos fenómenos asociados con la emisión y absorción de la luz. Un ejemplo es el fenómeno de la emisión fotoeléctrica, es decir, la expulsión de electrones de un conductor por la luz incidente sobre su superficie. En 1905, Einstein amplió una idea propuesta cinco años antes por Planck y postuló que la energía de un haz luminoso se hallaba concentrada en paquetes o *fotones*. La definición ondulatoria se conservaba porque se consideraba que el fotón tenía una frecuencia y que su energía era proporcional a ella. Los experimentos de Millikan demostraron las predicciones de Einstein. Otra confirmación sorprendente de la naturaleza fotónica de la luz es el efecto Compton. En 1921, Compton logró determinar el movimiento de un fotón y un solo electrón antes y después de una colisión entre ellos y descubrió que se comportaban como cuerpos materiales con energía cinética y cantidad de movimiento conservándose ambos en el choque. Tanto el efecto fotoeléctrico parecen, pues, pedir una vuelta a la teoría corpuscular de la luz.

La reconciliación de estos experimentos aparentemente contradictorios no se produjo hasta 1930 con el desarrollo de la electrodinámica cuántica, una amplia teoría que incluye tanto las propiedades de las ondas como las de las partículas. Los fenómenos de la propagación de la luz pueden explicarse mejor mediante la teoría de la onda electromagnética, mientras que la interacción de la luz con la materia en los procesos de emisión y absorción es un fenómeno corpuscular.

1.4 Desarrollo de la Microscopía Electrónica

El primer microscopio de Ruska y Knoll, de tipo transmisión o TEM, era utilizado principalmente para observar partículas pequeñas e imágenes de sombras, teniendo un uso limitado para la ciencia de los materiales, con la excepción de la observación de algunas superficies de fractura.

A.C. van Dorsten inició en 1932 un estudio de lentes electromagnéticas y en 1939 diseñó una fuente de alto voltaje para un microscopio experimental de 400 kV construido por J.B. Le Poole de la Universidad Tecnológica de Delft. Este microscopio tenía la finalidad de alcanzar una gran resolución, pues entre más energía tengan los electrones tendrán una menor longitud de onda y así conseguir la resolución buscada. Con este experimento se consiguió una resolución de 50 Å.

El desarrollo comercial vino en 1936 pero fue desacelerado por la Segunda Guerra Mundial. Sin embargo, poco después de la guerra el TEM se volvió una herramienta muy preciada para el metalurgista debido al desarrollo de las técnicas de muestras de metal delgadas y transparencia a los electrones desarrolladas por Heidenreich. A

pesar de estos grandes avances para la época, tomó una década más antes de que Bollman observara e interpretara correctamente las primeras imágenes de dislocaciones y fallas por apilamiento. A la fecha, se puede afirmar que la microscopía electrónica de transmisión prevalece como la única técnica que permite discernir sin ser ambigua cualquier tipo de defecto lineal y/o defecto planar en cristales.

Los microscopios electrónicos dejaron de ser vistos como simples experimentos y, con la experiencia adquirida de los experimentos, se construyó entre 1942 y 1943 el primer prototipo de un microscopio electrónico comercial. Estos primeros equipos alcanzaban una resolución de 50Å, que para cuando se dejó de construir casi 20 años después mejoró hasta 15Å.

Para 1954, la microscopía electrónica había dejado de ser una técnica sofisticada para unos cuantos especialistas y se convirtió en una técnica disponible para los investigadores de todas las disciplinas. Gracias a esto, se desarrolló el concepto de microscopía electrónica. Sin embargo, no siempre se ha considerado al microscopio como una herramienta de gran utilidad, en esta época, una de las razones por las que el microscopio electrónico (existía solamente el de transmisión) tardó un poco en que se le encontrara aplicaciones reales era la falsa creencia que los físicos solamente se interesaban en materia viva. Cuando se aclaró que esto no era estrictamente necesario, ya tenían otra queja lista: la materia orgánica se convertiría en ceniza al pasar un haz electrónico por ella.

Debido a la necesidad de especímenes extremadamente delgados para esta microscopía, se desarrolló paralelamente la técnica de corte ultrafino, conocidos comúnmente como ultramicrotomos.

Para 1966 los microscopios electrónicos contaban con una resolución de 5Å, era el primer instrumento en tener un rango de magnificación de 200 – 500,000x. También por estas fechas se empezó a hacer clara la necesidad de manipular el espécimen y sobre todo girarlo. Esto también llevó al desarrollo de las platinas portamuestras que posteriormente serían equipo de serie.

El TEM, en su forma STEM (una combinación de barrido y transmisión) con detectores de rayos X y espectrómetros electrónicos acoplados se ha desarrollado durante los últimos 25 años como una herramienta analítica y no sólo de observación. Los instrumentos de hoy en día son capaces de analizar casi todos los elementos de la tabla periódica (con excepción de hidrógeno y helio). A través de técnicas de imagen electrónica por medio de filtración de energía y mapeo de rayos X, la información analítica puede ser obtenida como un mapa composicional. Como consecuencia del punto anterior, aunado a los 50 años de experiencia en planos de difracción observados por los operadores de TEM en todo el mundo, es posible crear imágenes con todas las señales que pueden ser detectadas en un TEM moderno de

manera digital. Esto significa que todas estas imágenes pueden ser adquiridas y guardadas simultáneamente por medio de la técnica de imágenes de espectro. Estos mapas pueden ser de composición elemental, enlace atómico local, constante dieléctrica y espesor de muestra, entre otros. Esto explica el porqué el TEM es la herramienta analítica más completa a disposición del investigador de materiales y su presencia en la mayoría de los trabajos de ciencia de los materiales.

Como fue mencionado en párrafos anteriores, el invento del microscopio electrónico se le atribuye al físico alemán llamado Ernst Ruska (1907-1988). Se le atribuye el invento porque él fue el primero en obtener una micrografía con una magnificación de 17x. Dicho esfuerzo fue reconocido 55 años después, cuando en 1986 fue galardonado con el premio Nobel de Física.

Knoll, siguiendo el éxito del TEM, desarrolló los principios de operación del microscopio de barrido a principios de los años 40 y en la década de los 50 el primer prototipo funcional descrito por Zworykin se utilizó para observar las mismas muestras que se habían utilizado en el TEM, pero con una resolución inferior. Desafortunadamente, el prototipo no se utilizó con muestras gruesas, lo que hubiera revelado la gran profundidad de foco del concepto y así ser reconocido de inmediato como una técnica complementaria al TEM, lo cual vino posteriormente.

Para el año de 1965 se introdujo el primer microscopio electrónico de barrido (SEM por sus siglas en inglés) comercial, de la mano de Cambridge Instruments, trayendo con esto una nueva tecnología cuyas aplicaciones aún no se descubren por completo, abriendo un mundo nuevo de oportunidades para el análisis, e inclusive, la creación de arte con fotografías y hasta películas. Desde su lanzamiento los investigadores se percataron de la facilidad con la que se podían llevar al cabo experimentos dinámicos debido al gran tamaño de la cámara del instrumento que permitía colocar muestras mucho más grandes comparadas con el TEM, así como la mayor distancia de trabajo entre la lente objetiva y el plano focal (con rangos de 1 a 6 cm.). Además, la habilidad del SEM para cambiar fácilmente la magnificación y el movimiento de la platina portamuestras son de gran valor cuando el área de interés tiende a moverse fuera del campo de visión, como lo puede ser cuando se aplica carga en la muestra o hay variaciones en la temperatura. En 1977 empezó la tendencia a construir microscopios de barrido que satisficieran necesidades específicas, como el caso de la industria de los semiconductores

En esta época los microscopistas notaron que sus muestras tenían depósitos de contaminación que podían verse reducidos si el vacío generado en el microscopio fuera más limpio, con esta necesidad se impulsó fuertemente un rediseño completo de las columnas de los microscopios, cambiando sellos de goma por sellos metálicos, se introdujo la bomba iónica (libre de aceite) y también se logró separar

de una manera eficiente la zona de la cámara fotográfica que generalmente era una fuente de contaminación.

A pesar de la brecha de 25 años entre el lanzamiento comercial del TEM y del SEM, éste último gozó de una gran popularidad en diversos campos científicos y tecnológicos, a tal grado que para 1985, el número de SEM ya era mayor que el de TEM. Y la disparidad sigue creciendo a favor del primero. Esto se debe a que los usuarios de SEM pueden obtener información útil de una muestra con una inversión mucho menor en entrenamiento y experiencia comparada con la necesaria para el TEM porque en la microscopía de barrido se observan superficies, algo que el ojo humano está entrenado a analizar de manera innata, no así en el caso de la microscopía de transmisión, en la que se debe tener un conocimiento previo o una teoría de lo que se va a observar previo a la observación de la muestra. También es de importancia el hecho de poder observar muestras grandes (del orden de centímetros) con poca o ninguna preparación, situación impensable en el TEM.

A partir de aquí, las bases para construir microscopios electrónicos, tanto de barrido como de transmisión ya estaban dadas, ahora la meta era realizar mejor las funciones, de una manera más efectiva y, por supuesto, más barata. Debido a esto era lógica la introducción de microcontroladores en estos equipos y posteriormente computadoras personales fueron introducidas para controlar a los microscopios.

En estos momentos las compañías fabricantes se encuentran trabajando en la completa integración de los equipos y sus periféricos, empleando alta tecnología de comunicaciones dentro de los microscopios como el uso de fibra óptica y plataformas operacionales que permitan la interacción del equipo con el resto del mundo y probablemente en el futuro se pueda hablar de "Microscopía electrónica remota".

1.5 Tecnologías Utilizadas

Los microscopios electrónicos, equipos analíticos de gran tecnología, son el resultado de la investigación y desarrollo de diversas tecnologías, siendo las primeras cuatro de la siguiente lista las principales:

1. Alta Tensión.
2. Alto y Ultra alto vacío.
3. Lentes electromagnéticas y electrostáticas.
4. Platinas portamuestras.
5. Microelectrónica
6. Cómputo

Se hablará solamente de las primeras cuatro porque ha sido la microscopía electrónica la técnica que ha empujado fuertemente el desarrollo de estas tecnologías, mientras que de las dos últimas solamente aprovecha los avances disponibles en el mercado.

1. **Alta tensión:** Estos equipos necesitan trabajar con altos voltajes, que pueden ser de hasta 30 kV para microscopios electrónicos de barrido y de hasta 300 kV para los microscopios electrónicos de transmisión (comercialmente, pues existen de éstos últimos de hasta 3 Megavolt). Esta tecnología tiene que abarcar tanto la generación de los altos voltajes como la estabilidad de éstos, pues debe de existir una estabilidad de 99.9% para poder tener un haz de electrones homogéneo y por tanto útil para generar imágenes en el microscopio.

2. **Alto vacío:** Existen varias razones para tener un buen vacío en un microscopio electrónico:

La operación del microscopio está determinada por electrones que viajan por una trayectoria predecible desde el cañón hacia la muestra y posteriormente a los detectores. Para que el haz de electrones pueda ser dirigido y enfocado hacia la muestra a analizar, el camino que el haz debe de seguir a través de la columna y en la cámara de la muestra debe estar libre de moléculas con las que el haz pudiera impactarse y dejar de serlo. Así también, los iones gaseosos pueden ser acelerados y provocar daño a la muestra al impactarse sobre ésta partículas iónicas (con una mayor masa que los electrones). En otras palabras, si se pudiera generar un haz de electrones en el medio ambiente, este se iría degradando paulatinamente y a 70 cm. de la fuente generadora del haz, éste ya no existiría.

Otra función importante del vacío es el mantener libre de suciedad (entendiendo como suciedad cualquier partícula de aire, moléculas, polvo) a la fuente emisora del haz electrónico, pues se disminuye la cantidad de luz electrónica emitida y también tiene como consecuencia inestabilidad en el haz, propiciando un cambio prematuro (y muy costoso) de la fuente de iluminación

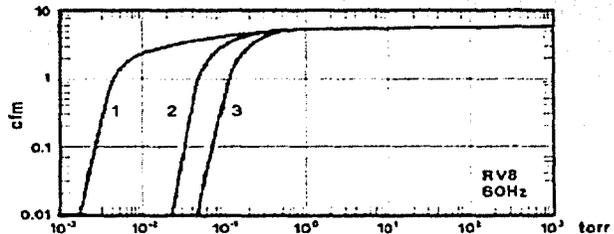
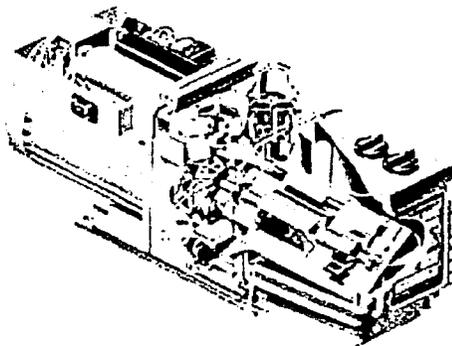
En este sistema de vacío van incluidos los diferentes tipos de bombas disponibles para generar los niveles necesarios de vacío, las válvulas necesarias para aislar al microscopio del medio ambiente y también las necesarias dentro del microscopio para que cada zona cuente con un nivel de vacío adecuados. Cada tipo de fuente de iluminación tiene necesidades específicas de vacío en la zona del cañón, de la columna y actualmente en la cámara.

Para conseguir distintos niveles de vacío dentro del instrumento se utilizan distintos tipos de bombas con características intrínsecas. Contrario a lo que se pueda pensar

en primera instancia, no hay un tipo de bomba que cumpla con las características necesarias para desarrollar todo el trabajo de crear vacío en el instrumento. Los tipos principales de bombas son:

- Bombas rotatorias (RP)
- Bombas de difusión de aceite (ODP)
- Bombas turbomoleculares (TMP)
- Bombas iónicas (IGP)

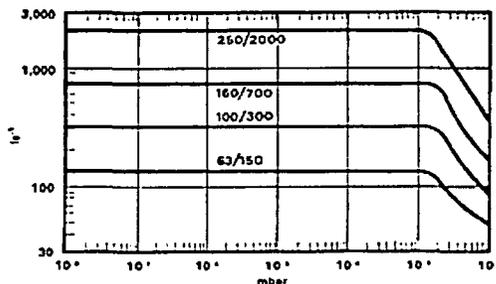
Bombas rotatorias: Utilizadas en todos los microscopios electrónicos. Conocidas también como bombas mecánicas. Su principio de funcionamiento es hacer girar lóbulo(s) (en una o más etapas) para extraer el aire en la cámara del microscopio (ver fig. 1.3). Manejan un gran volumen con un vacío final entre 10^{-2} y 10^{-4} mbar, que es relativamente pobre. Su función es generar el vacío preliminar como apoyo a una bomba que sea capaz de alcanzar un mayor vacío final.



Figuras 1.3 y 1.4 Esquema y gráfico típicos de una bomba rotatoria

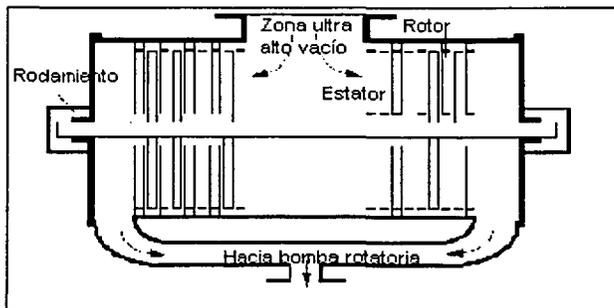
Bombas de difusión de aceite: Bombas que pueden alcanzar presiones hasta 10^{-7} mbar. Su principio de funcionamiento es transferir energía cinética a las moléculas de gas existentes en la cámara por medio de una brisa de aceite a alta velocidad. Esta velocidad se consigue por medio de calentamiento del aceite en la bomba. Las moléculas empujadas por la brisa son sacadas del sistema por medio de la bomba

rotatoria. Requiere de una bomba de apoyo conectada a la salida para extraer las moléculas aceleradas por la brisa de aceite caliente. No son capaces de operar a presión atmosférica, se requiere de un vacío previo para mantener el aceite dentro de la bomba y evitar una contaminación masiva de la columna y cámara de muestras del microscopio (ver fig.1.5).



Figuras 1.5 y 1.6 Fotografía y gráfico típicos de una bomba de difusión de aceite.

Bombas turbomoleculares: Bombas capaces de generar vacío hasta 10^{-6} mbar. Funcionan como un ventilador a gran velocidad (60,000 1/min) que succionan las moléculas de aire dentro de la cámara y las expulsan a la entrada de una bomba de apoyo, la bomba rotatoria (ver fig. 1.8). Las bombas turbomoleculares pueden operar desde condiciones de presión ambiental, por lo que su funcionamiento siempre es en conjunto con la bomba rotatoria. Esto es, cuando se encuentra operando la bomba rotatoria también lo hace la turbomolecular. Este tipo de bombas es utilizado principalmente en la industria de semiconductores, donde la limpieza dentro de la cámara es vital para evitar la contaminación de muestras.



Figuras 1.7 y 1.8 Fotografía y sección transversal de una bomba turbomolecular.

Bombas iónicas: Son capaces de alcanzar presiones menores de 10^{-10} mbar. Se justifican para microscopios con necesidades de vacío de $10^{-6} - 10^{-9}$ mbar (ver fig.1.9). Las bombas iónicas (IGP's por sus siglas en inglés) son cajas metálicas con placas de platino en su interior aisladas de la caja, a las cuales se aplica un voltaje de 5 kV. Los campos magnéticos generados por unos imanes permanentes ejercen una fuerza en cualquier molécula de gas presente y la(s) hacen mover en una dirección predecible (ver fig. 1.10). Las moléculas "arrastran" partículas con ellas, golpean la placa de titanio y se ionizan. Los iones golpean la superficie de la bomba y permanecen ahí. Las IGP's se encuentran montadas en la parte alta de la columna y se pueden aislar del resto del microscopio.

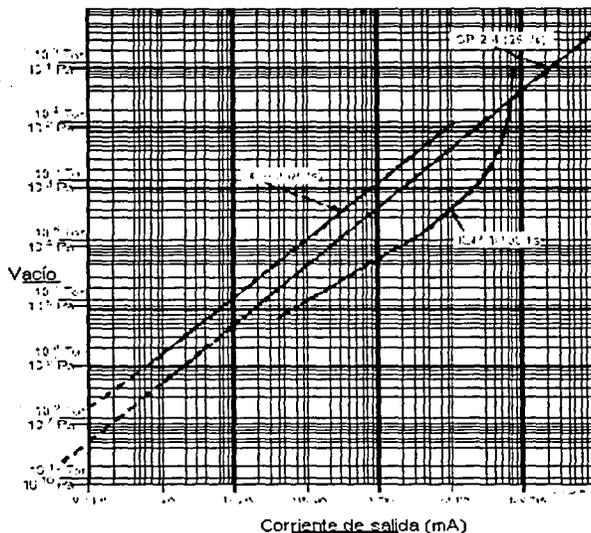


Figura 1.9 Gráfica típica de bombas iónicas.

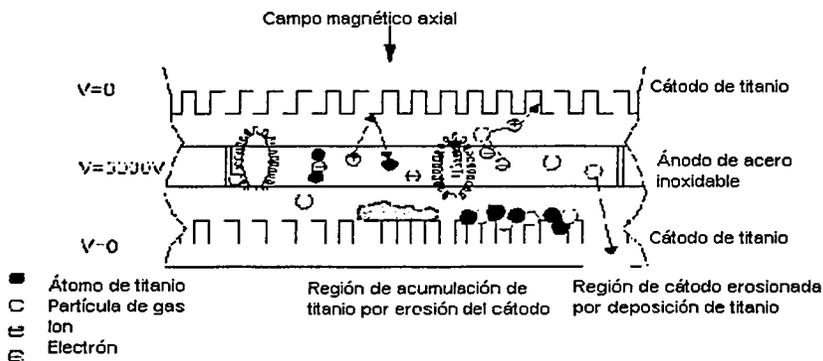


Figura 1.10 Sección transversal de una bomba iónica.

El número y el tipo de bombas presentes en un microscopio electrónico de barrido de la serie estudiada en este trabajo va a depender del tipo de emisor de electrones seleccionado y la capacidad de modificar la presión dentro de la cámara de muestras, como se puede observar en la tabla 1.1:

Emisor	Tungsteno (W)	LaB ₆	FEG	ESEM W	ESEM LaB ₆	ESEM FEG
Rotatoria	1	1	1	2	2	2
Difusión de aceite*	1	1	1	1	1	1
Turbomolecular*	1	1	1	1	1	1
Iónica	---	1	2	---	1	2

*En todos los casos, se puede utilizar cualquiera de las dos opciones.

Tabla 1.1 Número de bombas en el microscopio electrónico de barrido.

Todas las bombas en el microscopio electrónico, trabajando en conjunto, satisfacen las necesidades de vacío para distintas zonas del microscopio. Los valores típicos para cada una de las fuentes de iluminación puede verse en la tabla 1.2:

Tipo de Iluminación / Zona del Microscopio	Tungsteno	Hexaboruro de lantano (LaB ₆)	Emisión por campo (FEG)
Cañón	10 ⁻⁶ mbar	10 ⁻⁷ mbar	5*10 ⁻⁹ mbar
Columna	10 ⁻⁶ mbar	10 ⁻⁶ mbar	10 ⁻⁷ mbar
Intersticio entre aperturas limitantes de presión	10 ⁻¹ mbar	10 ⁻¹ mbar	10 ⁻¹ mbar
Cámara*	10 mbar	10 mbar	10 mbar

*Estos valores son iguales que en la columna para microscopios de alto vacío.

Tabla 1.2 Presión en distintas zonas del microscopio electrónico de barrido.

Las zonas del microscopio también son conocidas como áreas de presión y se encuentran mecánicamente aisladas una de otra por medio de válvulas neumáticas, electromagnéticas e inclusive manuales. Otra manera de aislar dos zonas de presión es por medio de aperturas limitantes de presión (PLA). Estas aperturas no son mas que discos metálicos (la mayoría están hechas de platino) con un pequeño orificio en el centro. El diámetro del orificio puede variar desde 30 μm hasta 1250 μm.

1. Lentes electromagnéticas y electrostáticas: Hay dos tipos de fuerzas que tienen efecto sobre los electrones, las fuerzas eléctrica y magnética. El efecto de las fuerzas eléctricas se puede apreciar en la parte del cañón de electrones, pues es la alta tensión la que hace que los electrones “brinquen” del material en el que están contenidos.

Las fuerzas magnéticas tienen la propiedad de cambiar la trayectoria de los electrones. Esta propiedad se utiliza para enfocar el haz de electrones sobre la muestra y para amplificar la imagen. Un imán común y corriente posee fuerzas magnéticas que cambian la trayectoria de los electrones, sin embargo, la fuerza magnética tiene un valor constante, por lo que la utilidad en un microscopio electrónico se vería seriamente limitada a una magnificación para cada lente. Aparte, se tendría que recurrir a un complejo sistema mecánico para que el enfoque de la muestra fuera posible en el caso de que las lentes fueran hechas de imanes comunes.

Por lo anterior, se utilizan lentes electromagnéticas y electrostáticas en los microscopios electrónicos.

Lentes electrostáticas: Se caracterizan por utilizar un campo eléctrico para modificar la trayectoria de los electrones. Este campo se genera al proveer a la lente de un voltaje, el cual puede ser positivo o negativo. A diferencia de las lentes electromagnéticas, las lentes electrostáticas pueden hacer converger y divergir al haz

electrónico, mientras que las electromagnéticas solamente pueden hacerlo converger. Un ejemplo de este tipo de lente dentro del microscopio de barrido es el *Wehnelt*, que con el voltaje superior al de aceleración “empuja” a los electrones para que pasen por el centro del orificio de la tapa de éste.

Lentes electromagnéticas: Su principio de funcionamiento consiste en hacer circular una corriente eléctrica a través de la periferia de la lente, que es de forma circular, generando un campo magnético hacia el centro de ésta. Los electrones que pasan por el centro de la lente son influenciados por el campo magnético presente. Este tipo de lentes solamente pueden hacer converger al haz.

Vale la pena mencionar que la relación entre los electrones y los campos magnéticos es biunívoca, esto es, que no sólo los imanes tienen influencia sobre los electrones, hay que recordar que los electrones en movimiento (o sea, una corriente eléctrica) generan campos magnéticos. Variando la corriente que fluye por las lentes se puede cambiar el campo y por tanto la fuerza de la lente, lo que proporciona un sinnúmero de combinaciones de lentes. Esta es la ventaja principal sobre las lentes utilizadas en los microscopios ópticos, donde la única manera de cambiar la fuerza (o poder de magnificación) es cambiando las lentes.

Hay muchas ventajas que las lentes electromagnéticas ofrecen, sin embargo, también presentan desventajas con respecto a las lentes convencionales de luz visible.

Cuando la luz incide sobre una lente con una superficie esférica perfecta, todos los rayos se concentran en un solo punto detrás de la lente, a este punto se le llama punto focal, como se puede observar en la figura 1.11.

En la figura 1.12 se observa el caso para cuando la lente no es perfecta. Aquí los rayos de luz son deflectados con mayor fuerza entre más alejados se encuentran del centro. Solamente los rayos ilustrados en color púrpura pasan por el punto focal, a este defecto se le llama aberración esférica.

Para ilustrar el párrafo anterior para el caso de lentes ópticas y electromagnéticas, no se presenta el caso de las electrostáticas.

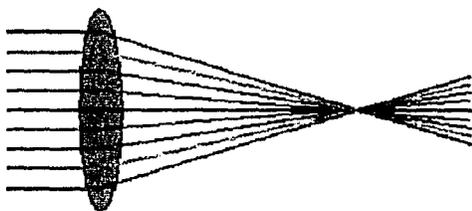


Figura 1.11 Lente con forma esférica.

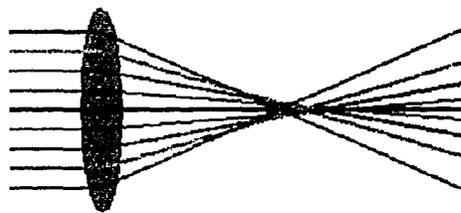


Figura 1.12. Lente no esférica.

Este efecto se presenta también en las lentes electromagnéticas, representado en la figura 1.13:

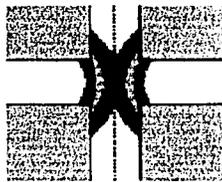


Figura 1.13 Esquema de una lente electromagnética.

Para este tipo de lentes y atendiendo a los fenómenos de los campos magnéticos, las líneas de mayor fuerza son las que están ilustradas en rojo y la fuerza decrece hasta las líneas en este caso púrpura, esto hace el mismo efecto sobre el haz que una forma no esférica en las lentes ópticas, por lo que inclusive se le llama de la misma manera.

Para el caso de las lentes ópticas es posible corregir este defecto en su totalidad, en el caso de las electromagnéticas esto no es posible, siendo ésta la principal limitante en la resolución de los microscopios electrónicos.

Es importante aclarar que las lentes electromagnéticas y las lentes ópticas no compiten entre sí. No se pueden enfocar electrones con lentes ópticas y viceversa. Si se comparan ambos tipos de lentes es simplemente por la analogía en su principio de funcionamiento y los fenómenos presentes en ambos tipos.

2. Platinas portamuestras: Son dos las necesidades principales en este punto: la sujeción de la muestra y los mecanismos de posicionamiento para observación.

En el primer punto se debe tener en cuenta que la muestra debe estar sujeta firmemente y que no debe haber vibraciones que produzcan una imagen borrosa o de baja calidad. Dentro de este diseño también se debe tener en cuenta la eucentricidad, pues el inclinar la muestra es una acción muy común en este tipo de equipos para poder extraer mayor información del análisis realizado.

En cuanto al movimiento de la muestra se debe tener en cuenta la reproducibilidad, esto es, que el diseño de la platina sea de tal precisión que se pueda acceder a un punto de interés determinado en la muestra después de que ésta se haya removido del equipo. Esta reproducibilidad debe ser del orden de micrómetros. Otra parte inherente al movimiento de la platina es realizar éste de forma automática, es decir, la motorización de la platina. Tener una platina motorizada no sólo significa comodidad para el usuario, es una herramienta importante para encontrar puntos de

interés en la muestra de una manera rápida y confiable, así también, es posible, mediante el software adecuado, realizar fotomontajes de una región de interés de la muestra cuando se desea una resolución mayor en la imagen que irá al archivo.

3. Microelectrónica: Tanto este como el siguiente campo son utilizados para la construcción y el desarrollo de la microscopía electrónica. Sin embargo, a diferencia de los cuatro anteriores, la microscopía no impulsa el desarrollo del campo de la microelectrónica o cómputo. En el caso de la microelectrónica se aprovechan los avances en los sistemas de control lógico (PLC), circuitos integrados y microprocesadores que, cada vez en menos espacio pueden realizar las funciones de control y procesamiento de imagen requeridas. A tal grado se han utilizado estas ventajas de la microelectrónica, que ya se habla de microscopios electrónicos de barrido sin una mesa extra que aloje toda la electrónica del instrumento y solamente exista la mesa en la que se encuentra alojada la columna

4. Cómputo: Esta es un área en la que casi todo instrumento de laboratorio ha de apoyarse si se pretende que la información generada por éste pueda ser fácilmente manipulable y almacenable para futuras referencias. La microscopía electrónica no es la excepción. En las primeras generaciones de microscopios electrónicos de barrido la computadora se utilizaba exclusivamente como interfaz entre el operador y el microscopio, dejando todas las tareas a la electrónica que se encontraba en el microscopio y la computadora leyendo esa información. Ahora, con los avances en este campo algunas de las funciones, principalmente las relacionadas con el procesamiento de imagen del microscopio, son realizadas de manera directa por la computadora, lo que conlleva a ventajas intrínsecas. Aunque aún se requieren tarjetas electrónicas extra dentro de la computadora, lo realmente importante se encuentra en el software, que resulta menos costosa su producción y se puede actualizar conforme las necesidades del usuario se incrementen o bien, mantener al día una inversión elevada como lo es uno de los instrumentos en cuestión.

1.6 Tendencias

Super alta resolución en microscopía electrónica de barrido.

Para poder obtener imágenes de alta resolución en microscopía electrónica de barrido, se deben de satisfacer las siguientes condiciones:

1. El conjunto electron-óptico del microscopio (lentes, fuente de iluminación, vacío, etc.) debe proveer un desempeño óptimo para ser capaz de generar un haz de

electrones enfocado de diámetro muy pequeño, cuando menos del tamaño de la partícula más pequeña a examinar.

2. La señal de la imagen debe generarse en la región inmediata

La clave para obtener alta resolución en el microscopio electrónico de barrido consiste en el diseño de las lentes objetivos.

En los microscopios de barrido convencionales, la muestra está en una región libre de campos magnéticos fuera de la lente objetiva donde las aberraciones de las lentes y algunos otros factores limitan la resolución máxima del equipo a algunas decenas de Angstroms. Si se coloca la muestra donde las aberraciones en las lentes sean mínimas, se crean limitantes en el tamaño de la muestra, el cual debe ser sumamente pequeño, lo cual también conlleva a una mayor dificultad para obtener los electrones secundarios y retrodispersos por la misma cercanía que tiene con las lentes que no permite que los electrones generados de la interacción del haz con la muestra lleguen a los detectores correspondientes y formen una buena imagen. Sumado a lo anterior, existe una creciente necesidad de trabajar a bajos voltajes de aceleración con alta resolución. A altos voltajes, la penetración electrónica y la carga superficial significa que las estructuras son prácticamente invisibles. La aplicación en la que este fenómeno ha tenido una repercusión importante fue la investigación y los procesos en el área de los semiconductores, pero también estas necesidades aplican para el campo de los cerámicos, los polímeros y las ciencias de la vida.

El último avance dado en este campo llegó en 1997 con la introducción de un sistema que consiste en un nuevo cañón de electrones de emisión por campo que trabaja a un alto voltaje constante para generar el haz de electrones, que posteriormente es desacelerado para reducir su energía. Aunado a todo esto, este nuevo microscopio cuenta con lentes objetivas con detectores de electrones secundarios y retrodispersos incluidos, todo esto para alcanzar una resolución de 15 Angstrom para voltajes de aceleración superiores a los 10kV y de 25 Angstrom a 1 kV.

Microscopía electrónica de barrido ambiental:

Los microscopios electrónicos de barrido convencionales ofrecen un desempeño superior comparado con los microscopios ópticos, particularmente en resolución, profundidad de campo y microanálisis. Un microscopio electrónico de barrido puede formar una imagen a partir de varias señales resultado de la interacción de un haz electrónico con la muestra. De las más frecuentemente utilizadas se encuentran:

- Electrones secundarios: ofrecen la mejor resolución y contienen información valiosa de la superficie de la muestra.
- Electrones retrodispersos: ofrecen una mediana resolución con información significativa acerca de la composición de la muestra, mas no específica.

- Rayos X: Ofrecen una pobre resolución espacial, pero ofrece la mejor información acerca de la composición elemental de la muestra.

Aunque los microscopios electrónicos de barrido ofrecen un mejor desempeño que sus contrapartes ópticas, éstos tienen sus limitaciones: deben trabajar con muestras tolerantes al vacío impuestas por el equipo, conductivas eléctricamente y deben ser amigables con el vacío. Todas estas limitaciones han conducido a una técnica que bien ha generado volúmenes completos: la preparación de muestras. Aún y cuando estas técnicas son exitosas en un gran número de casos, resultan caras, se pierde tiempo y sobre todo, dejan una gran pregunta en el aire: ¿Cómo se habría visto en su estado natural? Esta pregunta fue la que comenzó todo el desarrollo del microscopio ambiental.

Investigadores en Australia querían ver lana en su estado natural: húmeda, impregnada de aceite y sucia. Justa e irónicamente, las tres limitaciones que se comentan en el párrafo anterior. Se percataron que había que deshacerse de las limitaciones del vacío a como diera lugar. Como las limitaciones son intrínsecas al vacío, la solución, de alguna u otra manera, era deshacerse del vacío en la cámara. Posteriormente se tendría que buscar la manera de hacer funcionar al detector dentro de estas nuevas condiciones, o bien, inventar otro.

Gerri Danilatos, un australiano involucrado en el problema de la lana tuvo algunas ideas que posteriormente serían la solución para que el microscopio ambiental fuera una realidad. Se necesitaba construir un nuevo tipo de detector para electrones secundarios, bajo el mismo principio de funcionamiento del Everhardt-Thornley, pero sin la necesidad de tener un alto voltaje en el detector que impidiera su funcionamiento en una atmósfera gaseosa (el detector Everhardt-Thornley provocaría arcos eléctricos dentro de la cámara, sin producir imagen alguna y dañando al detector).

Para hacer posible la necesidad de tener dos distintas presiones en la cámara y en la columna del microscopio, otra gran idea surgió a partir del hecho que las aperturas de un microscopio electrónico no se pueden considerar en la realidad como válvulas cuando estas están presentes. Es decir, el hecho de que una apertura comunique a dos regiones del microscopio (por ejemplo, cañón y columna) no significa que necesariamente estarán a la misma presión en todo momento, pues son extremadamente pequeñas (desde 50 y hasta 1000 μm). La idea, a grandes rasgos, es utilizar esa característica de las aperturas para conseguir el objetivo. Sin embargo, una apertura dejaba en las mismas condiciones a los investigadores, pues había degradaciones de vacío, por lo que se pusieron dos aperturas, muy cerca una de la otra, con un sistema de extracción de gases entre ellas. Con esto, no hay degradación en el vacío pues la segunda bomba rotatoria que extrae los gases entre las dos aperturas compensa la "fuga intencional".

Habiendo solucionado el problema de las distintas regiones de vacío necesarias dentro de un mismo equipo, se dirigió la atención a la manera de recolectar los electrones procedentes de la interacción haz-muestra.

La solución en el detector nuevo fue utilizar un voltaje de unos cuantos cientos de volts (en lugar de 10 kV) para atraer a los electrones secundarios provenientes de la muestra. Debido a esta atracción hacia el detector, los electrones secundarios se aceleran, chocando a su paso con moléculas de gas (pues es una atmósfera de vapor de agua). Los procesos de ionización que se llevan al cabo crean a su vez más electrones y iones positivos. A este tipo de electrones se les llama electrones secundarios ambientales. Este proceso de ionización y aceleración se lleva al cabo tantas veces, que la señal original es amplificada considerablemente. El detector recibe esta señal y la envía directamente hacia un amplificador de señales electrónicas.

Todo el resto de la generación de la imagen se hace de la misma manera que utilizando cualquier otro tipo de detector.

Uno de los grandes beneficios obtenidos con esta tecnología es la ausencia de los molestos artefactos de carga. Estos se producen de la siguiente forma: Cuando una muestra se carga eléctricamente, es decir, que se acumulen electrones en la superficie de la muestra (no conductiva), estos electrones influyen en la emisión de electrones secundarios y también son capaces de desviar el haz, ambos interfiriendo con la calidad de la imagen. En el caso de la tecnología ambiental, los iones positivos que se generan en el proceso de amplificación son atraídos hacia la superficie de la muestra donde se esté acumulando la carga, cancelando los efectos indeseables de una manera efectiva e ingeniosa.

A últimas fechas y con la difusión de la tecnología ESEM se ha llamado a esta última generación de instrumentos como "universales". Esto se debe a que su campo de aplicación es tan amplio que resulta difícil pensar de alguna situación en la que esta tecnología no pudiera ser utilizada. Lo mejor de todo este avance tecnológico es que no sacrifica ninguna de las funciones que un microscopio convencional ya es capaz de realizar. Esto quiere decir que aunque un laboratorio, centro de investigación o empresa no requiera de la tecnología ESEM al momento de adquirir un microscopio electrónico, puede comprar un instrumento con dicha tecnología y satisfacer sus necesidades básicas y, si posteriormente se necesitara ocupar para otras aplicaciones que no se pudiera resolver con tecnología convencional, ya estarían preparados. Con los cambios que se dan en este mundo en proceso de globalización, esta flexibilidad constituye una ventaja importante para el instituto o empresa.

Capítulo 2 El microscopio electrónico de barrido

2.1 Introducción

En el capítulo anterior se menciona que los instrumentos objetos de este trabajo funcionan de la misma manera que lo hace una televisión común y corriente, con ciertas diferencias, por supuesto. Sin embargo, no basta con saber que un haz electrónico, al interactuar con un material, va a generar una imagen. Existe una gran variedad de señales que se generan producto de esta interacción, las cuales serán revisadas.

Los microscopios electrónicos de barrido, por su gran versatilidad, pueden ser utilizados para estudiar desde minerales encontrados en estado natural (rocas), fósiles de diversos tipos, hasta metales y aleaciones, pasando por polímeros y un sinnúmero de materiales que pueden ser estudiados con este tipo de instrumentos.

Resulta lógico pensar que, teniendo materiales tan diferentes en composición, estructura y concentración, se tengan que analizar de maneras distintas, no sólo en el proceso de observación con el microscopio, sino desde la preparación de la muestra y las técnicas que hay que utilizar para este fin. Es lo anterior la razón de este trabajo, no sólo conocer las razones por las cuales los filamentos de tungsteno pueden llegar a tener una vida útil reducida, sino las condiciones adecuadas para obtener la mejor relación posible entre rendimiento/costo de operación, para así optimizar los costos de operación del instrumento.

Para este trabajo se utilizaron 6 instrumentos. Por lo descrito en el párrafo anterior, ninguno de estos instrumentos tiene la misma configuración, a pesar de ser todos instrumentos Philips de la serie XL (eXtended Logic).

Actualmente, los instrumentos operan bajo un mismo patrón de trabajo, siempre la misma distancia de filamento con respecto al *Wehnelt*, los mismos parámetros para la saturación del filamento y corriente en el haz, la misma alta tensión, así como otros factores que pueden afectar en la vida útil. Se pretende conocer el grado de influencia de estos factores para tener un mejor control en la duración del filamento.

2.2 Principio de Funcionamiento

A grandes rasgos, el microscopio funciona de la siguiente manera: un haz electrónico es generado en el cañón y enviado hacia la columna del microscopio donde diversos tipos de lentes manipulan el haz y lo enfocan hacia la muestra. Al

chocar el haz con la muestra se generan señales que los detectores decodifican y convierten esa señal en un punto visible en la pantalla.

En la figura 2.1 se puede observar lo descrito en el párrafo anterior:

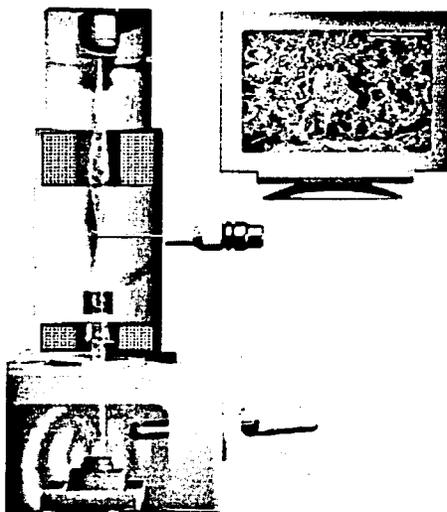


Figura 2.1 Principio de funcionamiento.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Si bien en el primer párrafo se describió el principio de funcionamiento del microscopio electrónico de barrido, estos pasos no son tan sencillos y existen algunas otras partes que, aunque no de la misma importancia, si tienen un papel determinante en el proceso de obtener una imagen. Por esto se considera necesario explicar paso por paso la trayectoria del haz electrónico a través de la columna y en la muestra, antes y después de chocar con esta última. La generación del haz electrónico se puede ver explicada en detalle en el capítulo 3.

Una vez que se tiene un haz electrónico coherente y de diámetro pequeño (aprox. 500 μm en este caso) proporcionado por el cañón de electrones, este viaja con la dirección de la fuerza de gravedad a través de la columna. Sin embargo, para que se obtenga la mayor cantidad de brillo en la imagen el haz debe pasar exactamente por el centro de la columna. Esta función la llevan a cabo un par de lentes ubicadas en la parte superior de la columna. Son las llamadas lentes principales.

Mientras el haz avanza, éste se va dispersando natural e irremediablemente, por lo que se necesita "condensar" para poder utilizarlo en la formación de imagen. Hay dos maneras de volver a tener un haz delgado:

1. Forzando a los electrones que se están dispersando a retornar al centro por medio de fuerza electromagnética, esta es la función de las lentes condensadoras.
2. Limitando el paso de aquellos electrones que están en el diámetro exterior del haz. Esto es, poner una placa con un orificio del tamaño del que se necesite el haz. A estos dispositivos se les conoce con el nombre de aperturas. Algunas de estas aperturas pueden ser escogidas por el usuario dependiendo del tipo de trabajo a realizar y existen de diámetros que van desde 50 y hasta 1000 micrómetros. Pero hay que tener en cuenta que serán de mayor diámetro en la parte superior de la columna y menor en la parte inferior.

Este trabajo es muy importante, pues dependiendo del diámetro que se pueda conseguir en el haz, se alcanzará una mejor resolución, siendo la mejor cuando el diámetro es menor.

Más abajo en la columna se encuentran las bobinas deflectoras del haz, encargadas de generar el barrido en la muestra, la corriente y la frecuencia con las que son alimentadas estas bobinas tienen que ver directamente con la magnificación a la que se esté utilizando el instrumento.

Posteriormente se puede ver la lente objetiva o lente final, cuya función principal es el enfoque de la imagen, esto es, que el *cross over* del haz quede exactamente sobre la muestra.

Existen otras lentes que influyen en el haz llamadas las lentes astigmadoras. Aunque en realidad se deberían llamar "anti-astigmatismo". Su función es convertir un haz no simétrico en uno simétrico, esto es, perfectamente redondo. Se manifiesta claramente su función en la calidad de la imagen.

2.3 Cálculo de la Magnificación en un Microscopio Electrónico de Barrido.

Como ya se mencionó, el aumento o magnificación, a diferencia del microscopio óptico convencional e inclusive del microscopio electrónico de transmisión, no tiene nada que ver con las distintas lentes del equipo. La magnificación en estos equipos se define como el cociente del área vista sobre el área barrida, esto es:

$$\text{Magnificación} = \frac{\text{Área vista por el usuario}}{\text{Área de barrido}}$$

En el caso de los microscopios estudiados, esta relación cambia automáticamente dependiendo del dispositivo utilizado, ya sea la pantalla del monitor, la fotografía instantánea, las distintas impresoras, etc.

Se puede ver claramente lo explicado en la figura 2.2:

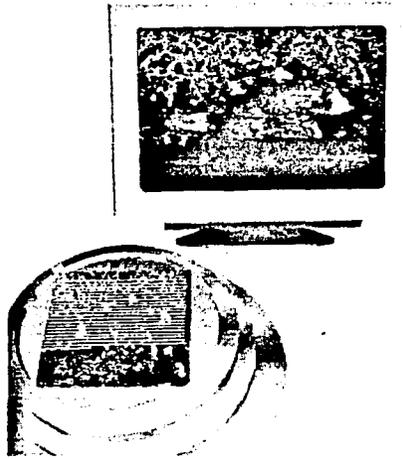


Figura 2.2. Generación del barrido en un microscopio electrónico.

El tamaño del área de barrido en la muestra se modifica conforme se selecciona una magnificación en el microscopio. Esto es, si se desea una mayor magnificación el área de barrido disminuirá y viceversa. Pero también, dependiendo del dispositivo que se utilice para ver la imagen tendrá influencia en el dato de magnificación. Es este el momento adecuado para explicar porqué un microscopio (en general) no debería evaluarse por el número de magnificaciones que sea capaz de generar.

Al momento de generar el área de barrido hay una interacción del haz con la muestra y todas las señales son generadas simultáneamente. Dependerá del operador el tipo de señal que se quiera "decodificar" para ver en la pantalla. Estas señales, para efectos de imagen, principalmente, son: electrones secundarios, electrones retrodispersos, corriente en la muestra y rayos X.

2.4 Voltaje Máximo Operativo de un Microscopio Electrónico de Barrido

Como ya se ha mencionado con anterioridad, la mayor resolución obtenida en un microscopio electrónico se debe a la menor longitud de onda que un haz electrónico posee y por consiguiente se ilumina la muestra con éste para generar una imagen.

También se ha mencionado que esta longitud de onda característica del haz electrónico es inversamente proporcional a la fuerza con la que se excita la fuente de emisión, esto es, entre mayor sea la energía de excitación (kV), menor longitud de onda y por consiguiente una mayor resolución, esto dice la teoría y la lógica. Es por lo anterior que se han llegado a construir equipos especiales de hasta 3 Megavolt encomendados a realizar tareas muy específicas. Estos prototipos son del tipo de transmisión.

Los microscopios electrónicos de transmisión comerciales pueden llegar a tener un voltaje de aceleración de hasta 300 kV, con este voltaje se ha llegado a obtener una resolución de 1 Angstrom (0.1nm).

Los microscopios electrónicos de barrido comerciales tienen un voltaje de aceleración máximo de 40 kV en algunos modelos (30 kV para la serie XL de Philips) y se ha llegado a obtener una resolución máxima de 1.5 nm. La pregunta obligada sería porqué no fabricar un microscopio de barrido con mayor aceleración de voltaje y así mejorar esta resolución.

En el párrafo anterior se propuso fabricar un microscopio con mayor voltaje de aceleración para tener un haz electrónico con una longitud de onda más pequeña y así mejorar la resolución. Esto no aplica del todo a la microscopía electrónica de barrido. Efectivamente, se tendrá menor longitud de onda en el haz, pero esa mayor energía repercutirá en una mayor penetración en la muestra a la hora de hacer el barrido y por consiguiente un mayor volumen de interacción. No hay que olvidar que el tamaño de este volumen de interacción depende básicamente de tres factores:

1. Peso atómico de la muestra: entre más peso, menor penetración.
2. Energía de excitación: entre mayor energía, mayor penetración.
3. Topografía de la muestra.

Conforme hay más penetración en el material, el volumen de interacción crece irremediablemente (fig.G1). Con esto queda claro que la condición ideal está en tener la mínima penetración con la menor longitud de onda en el haz. Esto conlleva a encontrar un compromiso entre los kilovolts de excitación y el material analizado para generar el menor volumen de interacción y así obtener la máxima resolución posible.

Con relación a la resolución, es muy importante tener en cuenta que la señal que proporciona una mayor resolución es aquella de electrones secundarios que, a diferencia de la señal de electrones retrodispersos, proviene de una capa más cercana

a la superficie de la muestra y su diámetro es significativamente menor, razón por la cual tiene una resolución mayor, como se puede apreciar en las figuras 2.3 y 2.4:



Figura 2.3 Electrones secundarios

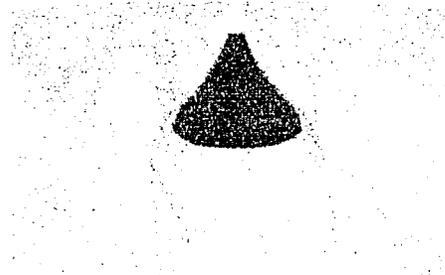


Figura 2.4 Electrones retrodispersados

2.5 Equipos Utilizados para el Estudio

Para el desarrollo del presente trabajo se consideró que el análisis se podría estructurar con base en los datos recolectados de los equipos Philips instalados en México y de uno del extranjero, estos fueron:

- Universidad Nacional Autónoma de México, UNAM.
Se utiliza el microscopio para muestras metálicas con distintos recubrimientos, estudios de corrosión y en materiales ferrosos. Rango de magnificaciones menor a 30,000x. Cuenta con sistema EDX para rayos X.
- Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares, ININ.
En este instituto se analiza una gran variedad de muestras, desde polímeros, arcillas, pergaminos, aceros aleaciones de aluminio, etc. Rangos de magnificación de trabajo de 2,000x hasta más de 50,000x. Cuenta con analizador EDX de rayos X
- Centro de Ingeniería y Desarrollo Industrial, CIDESI.
Instrumento utilizado para análisis de piezas metálicas exclusivamente, se realizan estudios de corrosión y recubrimientos, así como diversas aleaciones de acero y aluminio. Cuentan con analizador EDX de rayos X.
- Universidad Autónoma de San Luis Potosí, UASLP.
En la UASLP se realizan estudios de una gran variedad de materiales, aunque con una tendencia a las muestras metálicas como aceros y aleaciones. Cuentan con dos

sistemas de detección de rayos X, el EDX y el WDX. Rango de magnificación menor a 40,000x.

- **McNeese State University,**

En esta universidad norteamericana se utiliza el microscopio principalmente para el análisis de rocas y restos fósiles. Se trabaja en un rango de aumentos menor a 20,000x. No cuenta con detector EDX de rayos X.

- **Tubos de Acero de México, S.A., TAMSA.**

Esta empresa privada utiliza un microscopio de tecnología ambiental para el análisis de sus productos de acero en condiciones diferentes a los demás, pues en este instrumento es posible realizar análisis con piezas sucias, inclusive de aceite o petróleo. Se cuenta con detector EDX.

Capítulo 3 Iluminación en microscopía electrónica

3.1 Introducción

Existen distintos tipos de fuentes de iluminación en un microscopio electrónico, tanto por la manera de obtener electrones de ellas, como por el material al que se recurre para conseguir electrones. Las tres que se manejan con mayor frecuencia son: emisión de electrones por campo (FEG), por medio de filamentos de LaB6 y también de tungsteno (W).

Por la manera en que se obtienen electrones, se tienen dos métodos principales: la emisión termiónica o termoeléctrica y la emisión por campo.

La emisión termiónica es la obtención de electrones por medio del calentamiento del emisor de tal manera que los electrones “escapen” del material emisor cuando se excede la función de trabajo de éste. Los electrones son acelerados en el vacío contra un ánodo con una apertura a través de la cual pasan los electrones, formando el haz en sí. Este haz de electrones es grueso y tiene que ser demagnificado por medio de las lentes condensadoras.

La función de trabajo (E_w) es una propiedad de todos los materiales y se define como la energía necesaria para que electrones “escapen” del material en cuestión. O sea, que emita electrones. En la tabla 3.1 se presentan valores experimentales para algunos materiales.

Metal/Estructura	Planos {hkl}	Experimento* (eV)	Modelo (PTS)	Modelo (SR)	Modelo (MHS)+ otros*
Li b.c.c	111	2.9 (poly)	2.90	3.15 3.33	3.03 ^b 3.27 ^b
	100		2.92		
	110		3.09		
Na b.c.c	111	2.75 (poly)	2.54	2.76 2.94	2.66 ^b 2.88 ^b
	100		2.58		
	110		2.75		
K b.c.c	111	2.30 (poly)	2.17	2.34 2.38	2.27 ^b 2.44 ^b
	100		2.21		
	110		2.37		
Cs b.c.c	111	2.14 (poly)	1.97	2.03 2.09	2.04 ^b 2.19 ^b
	100		2.01		
	110		2.17		
Al f.c.c	110	4.06	3.81	4.54	4.50 ^a 4.09 ^b
	100	4.41±0.03 ^a	3.62		
	111	4.24	3.72		
Cu f.c.c	110	4.48		4.48	
	100	4.59		5.26	
	111	4.98		5.30	
Ag f.c.c	110	4.52		4.40	4.23
	100	4.64		5.02	4.43
	111	4.74		5.01	4.67
Au f.c.c	110	5.37		5.40	
	100	5.47		6.16	
	111	5.31		6.01	
Nb b.c.c	111	4.36			3.68 4.66
	100	4.02			
	110	4.87		4.80	
Mo b.c.c	111	4.55			4.49 4.98
	100	4.53			
	110	4.95		5.34	
W b.c.c	111	4.47			
	100	4.63			
	110	5.25		5.62	

Tabla 3.1 Funciones de trabajo experimentales para metales hecha por Michaelson (1977), comparada con cálculos hechos por Perdew, Tran & Smith (1990-PTS), Skriver & Rosengaard (1992-SR) y Methfessel, Hennig & Scheffler (1992-MHS), y otros como se indican en la última columna. *Barras de error y otros cálculos por: a) Inglesfield & Benesh (1988); b) Perdew (1995).

Utilizando la ecuación de Richardson para expresar la densidad de corriente de un emisor de los materiales expresados en la tabla 3.1

$$J_c = A_c T^2 \exp(-E_w / k T) \dots \dots \dots (3.1)$$

donde A_c es una constante para todos los emisores termiónicos ($A_c = 120 \text{A/cm}^2 \text{K}^2$) (Heinrich, 1981) y k es la constante de Boltzmann ($8.6 \cdot 10^{-5} \text{eV/K}$).

En el caso del tungsteno el valor de temperatura de emisión es conocido (2700K), pudiéndose observar que se encuentra muy por debajo de su punto de fusión (3680 K). Para los demás materiales se ha considerado su temperatura de fusión para así comprobar que ni concediendo esta ventaja pueden igualar las propiedades del tungsteno para su utilización en filamentos de tipo termiónico.

Material	Jc	Ac	Tfus	Ew	k
W	3.35	120	2700	4.63	8.60E-05
Li	1.92E-43	120	453.5	2.9	8.60E-05
Na	8.55E-55	120	370.8	2.75	8.60E-05
K	4.18E-61	120	336.6	2.3	8.60E-05
Cs	4.63E-69	120	301.5	2.14	8.60E-05
Al	4.68E-17	120	933.3	4.41	8.60E-05
Cu	3.85E-09	120	1356	4.59	8.60E-05
Ag	7.28E-11	120	1235	4.64	8.60E-05
Au	2.16E-09	120	1337	5.47	8.60E-05
Nb	4.62	120	2741	4.02	8.60E-05
Mo	13.7	120	2890	4.55	8.60E-05
¹ Wimag	1090	120	3680	4.63	8.60E-05

Tabla 3.2 Sustitución de valores en la Ecuación de Richardson.

Este tipo de emisión es la tradicionalmente usada y en la práctica se puede encontrar con emisores de tungsteno y cristales de hexaboruro de lantano (LaB6).

La emisión por campo (*Schottky*) consiste en extraer (y no expulsar) los electrones de una punta muy afilada por medio de un gran campo eléctrico. Esta punta afilada recibe comúnmente el nombre de "tip". El tamaño de este *tip*, comparado con el de la nube de electrones generada en las fuentes termiónicas es muchas veces más pequeño (alrededor de 100), por esta razón, la demagnificación del haz dentro de la columna del microscopio es menor en este tipo de iluminación. Además, el brillo generado por este sistema de emisión por campo es mucho mayor (alrededor de 100

¹ Para Wimag se considera la temperatura de fusión del tungsteno.

veces) que en las fuentes termiónicas, trayendo como consecuencia que los electrones tengan más corriente a tamaños de *spot* más pequeños. Esto permite realizar trabajos de microscopía electrónica de barrido con *spots* más pequeños, con menor aceleración de voltaje o una combinación de ambas.

Las fuentes de electrones que funcionan bajo el principio de la emisión por campo, como ya se dijo, proveen altas corrientes en pequeños *spots*, esto se debe al tamaño tan pequeño de la fuente (*tip*) que proporciona un haz muy fino que requiere poca demagnificación.

A cualquier persona se le puede venir a la mente la pregunta de por qué se utilizan distintos tipos de iluminación, pues cualquier fuente generadora de electrones sería suficiente para iluminar la muestra a analizar.

Sí, todas las fuentes de iluminación de los microscopios electrónicos desprenden electrones que se dirigen por medio de campos electromagnéticos para impactarse contra la muestra y formar una imagen. La diferencia está, sin embargo, en el diámetro del haz y su coherencia que se pueden generar con las distintas fuentes, siendo este diámetro del haz el que al final va a determinar la resolución de nuestro microscopio electrónico.

Cambiando la apertura final a una de un diámetro menor se puede aumentar la resolución del microscopio, esto se da porque entre más pequeño sea el diámetro de la apertura, menor cantidad de electrones podrán pasar por la misma, consiguiendo que el diámetro del haz de electrones sea menor y, por lo explicado en el capítulo 1, se podrán observar partículas que se encuentren más cerca una de otra. Habiendo explicado lo anterior surge una aparente solución al uso de distintas fuentes de electrones; Sería más económico y sencillo colocar una apertura sumamente pequeña para obtener la resolución deseada. Esto no es apropiado del todo, pues existen otros factores que intervienen en la resolución de un equipo como el brillo que el filamento sea capaz de generar. No hay que olvidar que el brillo es la corriente que se puede enfocar en un punto.

La corriente se vuelve un factor importante por la cantidad de electrones que se puedan impactar contra la muestra. Si ésta es muy baja, el número de electrones que se impactarán en la muestra para obtener una imagen será más reducido y al tener que formar una imagen con esos pocos electrones, las distintas señales que se encuentran dentro de la cámara influirán en la formación de la imagen, provocando el fenómeno que se conoce como "imagen ruidosa". Este método para obtener una mayor resolución del microscopio no solo afecta a la imagen, sino también a la otra parte importante del microscopio que es la sección del microanálisis.

Para el caso del microanálisis químico por medio de rayos X, el mismo efecto de falta de señal se presenta (muy pocos electrones por sección) y no se obtienen rayos X suficientes para tener un microanálisis confiable. Además, la estabilidad del haz electrónico juega un papel importante en este rubro, sobre todo cuando se habla de mapeos elementales, que pueden llevar varias horas para procesarse y la calidad se vería mermada sin una estabilidad del haz adecuada. Por todas las razones anteriores, se explica el porqué de las distintas fuentes de electrones para los microscopios electrónicos.

De hecho, la característica más importante de orden técnico que se encuentra en los microscopios electrónicos de barrido es la cantidad de corriente que se pueda colocar en un pequeño diámetro de la muestra y de este pequeño punto ser capaces de extraer información composicional de la misma.

Existe un cuarto tipo de emisión electrónica, llamada emisión por campo fría (*Cold Emission FEG*). Este tipo tiende a desaparecer en la microscopía de barrido ya que, aún y cuando se puede extraer un haz más fino (y por tanto una mayor resolución teórica), tiene inconvenientes fundamentales que la pone en desventaja con la emisión de campo tipo *Schottky*.

El funcionamiento del *Cold emission* es, una vez más, extrayendo los electrones de una punta muy fina (alrededor de 10 veces más fina que del tipo *Schottky*). Esta es su ventaja y a su vez su debilidad. Debido a que la punta es tan fina, cualquier partícula que se genera en el área del cañón (aún y cuando se está hablando de niveles de vacío de 10^{-10} mbar) se depositan en la diminuta punta del emisor, causando inestabilidad. Para obtener una operación adecuada del instrumento hay que calentar súbita y temporalmente la punta del emisor por medio de corriente eléctrica (*flashing*) para deshacerse de los residuos no deseados. Esta es una operación que hay que realizar diariamente, lo cual no solamente reduce tiempo de operación, sino que pone en evidencia que no se pueden realizar trabajos prolongados de manera continua, condición requerida en algunos casos para el microanálisis con rayos X.

3.2 Iluminación con Electrones.

Ha sido objeto de discusión llamar iluminación al hecho de hacer incidir un haz electrónico sobre una muestra, pues los electrones son partículas de masa desprendidas de un átomo, mientras que la luz es radiación electromagnética que choca contra los objetos y pueden ser “decodificadas” por el ojo humano.

Si se observa el fenómeno desde el punto de vista de la naturaleza de ambos tipos de partículas se podría afirmar que no es correcto llamar iluminación el hacer incidir un haz electrónico, pues el resultado que los electrones se impacten en la muestra es un sinnúmero de señales generadas, ninguna de estas señales puede ser "descifrada" por el ojo humano.

Sin embargo, en el diccionario de la Real Academia se encuentra la siguiente definición:

Iluminación: Acción de iluminar, alumbrar. *Alumbrar:* Dar luz, claridad. Disipar la oscuridad.

Luz: lo que ilumina los objetos y los hace visibles. La luz está constituida por ondas electromagnéticas y su velocidad de propagación en el vacío es de unos 300 000 km. por segundo; se le puede considerar también como un flujo de partículas energéticas desprovistas de masa, los fotones. *Luz negra:* la producida por rayos ultravioleta que provoca la fluorescencia de ciertos cuerpos.

En estas dos definiciones no se indica nunca que el término luz es exclusivamente utilizado para el espectro visible humano, se le llama a aquellas partículas que los hace visibles, pudiendo ser luego transformadas o "descifradas" para poder ser percibido por el ojo humano, no hay que olvidar la luz infrarroja y la ultravioleta, comúnmente llamada radiación, en la cual, la luz en sí no es percibida por el ojo humano, pero se hace presente al colocar un objeto que contenga el "decodificador" o sustancia fluorescente. Esto tiene múltiples aplicaciones, por mencionar algunas: el papel moneda, pruebas mecánicas no destructivas, estudio del movimiento de los fluidos y hasta para fines de entretenimiento en discotecas.

Ahora, la manera en que funciona el detector de electrones secundarios involucra la conversión de los electrones en energía luminosa al chocar contra la pantalla fluorescente. Esta manera de conversión de electrones a luz no es la única ocasión en que se utiliza el concepto. A diario se encuentran las lámparas fluorescentes en las que, aplicando una diferencia de potencial a un tubo con gas neón en su interior que tiene su pared interna recubierta con flúor. El proceso se lleva al cabo mas o menos de la siguiente manera: La diferencia de potencial se aplica directamente al interior del tubo donde se encuentra el gas cuyos electrones son excitados y empiezan a chocar con otros electrones del gas, propagándose a todo lo largo del tubo. Algunos de estos electrones no llegan a chocar con otros electrones, sino que chocan en la pared del tubo en la que se encuentran confinados y, como el recubrimiento interno tiene la propiedad de transformar esa energía en luz, se produce ésta y se convierte en algo útil para el ser humano.

Otro factor que hay que tomar en cuenta son las propiedades tanto de los electrones como de los fotones: Los electrones son partículas contenidas en un átomo con una supuesta masa. R. Thomson, recibió el premio Nobel de física al demostrar que el electrón es una onda. Sin embargo, su padre había recibido el mismo premio al comprobar que era una partícula con masa.

Los científicos modernos han tomado una solución más sencilla y cómoda a este fenómeno y se ha llegado a la conclusión que los electrones presentan un comportamiento dual, esto es, que en algunos de los casos los electrones se comportan como una onda y en otros casos como partículas de masa.

Para tener una discusión aun más interesante y controvertida, los fotones pareciera que se pusieron de acuerdo y presentan también, al igual que los electrones, un comportamiento dual.

3.3 Cañón de Electrones

Es el dispositivo encargado de proveer los electrones para formar la imagen. Es un nombre acertado, pues este cañón “dispara” electrones a gran velocidad hacia la columna a razón de miles de millones de éstos por segundo.

Consta de dos elementos principales, el ánodo y el filamento (cátodo). Estos son los electrodos. Se dice que la corriente eléctrica fluye del ánodo al cátodo. En la realidad, los electrones fluyen del cátodo al ánodo (la definición de la dirección de la corriente eléctrica se hizo antes del descubrimiento de los electrones). Normalmente los dos electrodos están conectados por medio de un conductor eléctrico, generalmente un alambre común y corriente por el que pasa la corriente. Pero en los microscopios electrónicos esto no sucede así. Los dos electrodos están cargados pero no hay corriente que pase directamente entre ellos. Los electrones que escapan del cátodo son resultado de la fuerte repulsión generada en este último con valores del orden de -0.5 a -30 kilovolt. Es de importancia el hacer notar el valor negativo de esta carga, esto obedece a la sencilla ley de la física que dice que dos cargas del mismo signo se repelen y de signo opuesto se atraen. Al ser los electrones partículas negativas, resulta fácil comprender porqué se aplica una carga negativa en el cátodo. El ánodo (con potencial 0) tiene una forma de anillo por el cual los electrones pasan, alcanzando una velocidad cercana a la de la luz (300,000 km./s) y bajan por la columna del microscopio.

Existe un tercer electrodo intermedio entre el cátodo y el ánodo, el *Wehnelt*. Este electrodo se caracteriza por tener un potencial aún más negativo que el cátodo. La función del *Wehnelt* es generar un campo sobre los electrones desprendidos del filamento y aproximarlos al eje de la columna, para formar un punto común de paso de los electrones, también conocido como *cross over*. Es de suma importancia

comprender la función de este electrodo, pues de no existir no se podría generar un haz como tal, pues los electrones desprendidos del cátodo lo hacen en todas direcciones y el campo del *Wehnelt* los alinea. Por consiguiente, este voltaje deberá ser el adecuado en todo momento para obtener lo mejor del equipo. Para conseguir esto, el software de los equipos a estudiar cuenta con una rutina encargada de generar un voltaje dependiendo de la emisión, sin embargo, el software no es infalible debido a otras variables que dependen directamente del usuario. No está de más decir que en múltiples ocasiones, el usuario puede realizar un mejor y más rápido trabajo que el software en este sentido.

Sin embargo, antes de que se puedan acelerar los electrones contra el ánodo, se deben primero extraer del cátodo. Esto suena sencillo, pero no es así. Aunque los electrones se mueven libremente en materiales metálicos, éstos no abandonan por sí mismos al material, hay que ayudarlos, o mejor dicho, excitarlos.

A temperatura ambiente los electrones no son capaces de escapar del ánodo por no tener una energía mayor que la fuerza de atracción que el núcleo del átomo ejerce sobre ellos, para conseguir esto hay que superar el trabajo de salida o función de trabajo del material del cual se quieren obtener electrones. En el caso de la emisión termoeléctrica esto se consigue calentando el material del filamento (tungsteno) a una temperatura de 2700 K por medio del paso de corriente eléctrica por dicho filamento.

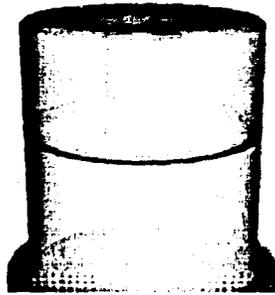


Figura 3.1 Generación del haz electrónico.

El haz desprendido por el cañón tiene cuatro características principales:

1. **Energía:** de los electrones proporcionada por la tensión de aceleración, o sea, por su velocidad y por su longitud de onda de Broglie. Es un parámetro que puede ser manejado por el usuario.
2. **Dimensión:** o diámetro del haz y la posición geométrica de la fuente de electrones o *cross over*. Parámetro dependiente del usuario
3. **Ángulo de apertura.** Independiente del usuario
4. **Densidad de corriente emitida:** Parámetro por el cual se consigue el mayor o menor brillo en la imagen. En el caso de los instrumentos objeto de esta tesis el parámetro se puede manejar de manera manual o permitir al instrumento realizarlo de forma automática.

No obstante el cañón de electrones es la parte principal de un microscopio electrónico, éstos han sido propulsores de nuevas tecnologías en distintos rubros: alto vacío, lentes electromagnéticas, alta tensión y sistemas procesadores de imagen, entre otros, que se describirán más adelante.

3.4 Mecanismos de obtención de electrones

Existe actualmente una gran variedad de opciones con las que se puede adquirir un microscopio electrónico de barrido, tanto en términos de fuentes de iluminación como en términos del rango de presiones en la cámara que se pueden obtener.

En la mayoría de los casos, se piensa que será mejor un equipo por tener una mayor resolución en la imagen, por ser un equipo más costoso o por la tecnología implícita en el instrumento. En la realidad, se debe tener una idea muy clara de lo que se necesita a la hora de adquirir un equipo de microscopía electrónica, aún en el caso de contar con un gran presupuesto que permitiera comprar el más costoso, como se puede observar en la tabla 3.3:

Característica	Tungsteno	LaB6	FEG	Cold Emmission
Diámetro del haz				
Corriente	+	+	+++	+++
Estabilidad	+++	++	+++	+
Microanálisis	+++	+++	+++ *	+
Costo inicial (USD)	150,000	250,000	400,000	400,000
Costo operativo (USD)	20	700	10,000	10,000

Tabla 3.3 Comparativa de fuentes de emisión electrónica.

+ Regular
 ++ Bueno
 +++ Excelente

*Hay algunas condiciones de operación en las que el cañón de tungsteno tiene un desempeño superior al FEG y viceversa, pero ambos pueden producir resultados aceptables en todas las condiciones de operación.

El tipo de iluminación objeto de esta tesis es la de tungsteno, que, no necesariamente por ser la más barata, es la de más bajo desempeño en términos generales. El desempeño de cada tipo de iluminación depende directamente de la aplicación principal del equipo, como ya se explicó con anterioridad.

Ahora, aún dentro de una opción de tipo de iluminación para un microscopio electrónico, existen ciertos parámetros que nos permiten obtener un máximo rendimiento del equipo al mismo tiempo de aprovechar al máximo los recursos en lo que a mantenimiento se refiere.

Estos parámetros son la distancia del filamento con respecto a la tapa del *Wehnelt*, esto con la finalidad de obtener una vida mayor del filamento dependiendo de la resolución necesaria en el trabajo diario.

En los equipos analizados en esta tesis se utilizó una filosofía de diseño para trabajar todo el tiempo con la mayor resolución posible, esto es, con una corriente en el filamento de aproximadamente 70 microamperes, esto se logra con el *gun bias*, o sea, el voltaje de extracción, que a grandes rasgos, funciona de la siguiente manera: entre mayor sea la tensión aplicada al filamento, menor será este voltaje de extracción, pues los electrones necesitan menos "ayuda" para escapar del filamento y sólo se necesita este voltaje para darle dirección al haz de electrones. En cambio, conforme se reduce la tensión en el filamento, los electrones necesitan más ayuda

para escapar del filamento y también una mayor fuerza para concentrarlos en un haz más consistente.

Como efecto de lo explicado en el párrafo anterior, si se utiliza una gran fuerza de expulsión cuando la tensión en el filamento es elevada, se extraerá una cantidad mucho mayor de electrones. Dicho efecto es provocado por la corriente elevada en el filamento, que no contribuye a una mejor iluminación de la muestra pero sí disminuye dramáticamente la vida del filamento, en este caso de tungsteno, aunque el comportamiento es similar para todas las fuentes de electrones.

Capítulo 4 Factores que influyen en la vida útil de los filamentos de tungsteno

4.1 Conceptos Generales

Como ya se ha comentado en la sección 3.3, el propósito principal del cañón es generar un haz de electrones con las siguientes características:

1. Estabilidad en la corriente
2. Corriente de elevada magnitud
3. De diámetro reducido

Estos parámetros definen la resolución y la relación señal/ruido en las imágenes generadas en un microscopio electrónico de barrido. Existen cañones de varios tipos, que se diferencian por:

- La corriente producida
- El tamaño de la fuente de electrones
- La estabilidad de la fuente
- El tiempo de vida de la fuente
- La facilidad de operación
- Costo

4.2 Emisión Termiónica.

Como ya se discutió, la emisión termiónica ocurre cuando un material es calentado lo suficiente para que los electrones sobrepasen la barrera E_w del material y escapen de éste. La corriente emitida resultante es función de la temperatura (T) y la función de trabajo (E_w) del material emisor, o sea, el filamento.

El material emisor, por tanto, deberá tener una función de trabajo pequeña y emitirá electrones a temperaturas homólogas (T/T_{fus}) lo más bajas posibles con la finalidad de evitar la evaporación del material, así como producir la mayor densidad de corriente.

En la práctica resulta imposible evitar pequeñas variaciones en la temperatura del emisor y como consecuencia habrá cambios en la corriente emitida. Esto representa un gran problema, pues la información colectada en un microscopio electrónico de barrido no es instantánea, siendo indispensable una fuente de electrones estable.

Los efectos de pequeñas variaciones de temperatura pueden reducirse si el filamento trabaja en su punto de saturación. Este proceso de saturación juega un papel importante en la vida útil del filamento. Conforme la corriente en el filamento se incrementa, la corriente emitida aumenta hasta que alcanza un punto límite a partir del cual ésta última no aumentará a pesar de incrementar la primera. Este es el punto de saturación del filamento (fig 4.1). Sin embargo, hay que tener en cuenta que conforme se satura el filamento se alcanza un “pico falso” que aparenta ser un valor estable pero que cae un poco antes de alcanzar el verdadero punto de saturación. Cuando la corriente en el filamento se encuentra cerca o por encima de la necesaria para alcanzar la saturación, las pequeñas variaciones en la temperatura del filamento no tendrán un efecto sensible en la corriente de emisión. Sin embargo, entre mayor sea la corriente en el filamento, menor será el tiempo de vida de éste debido a la mayor cercanía del punto de fusión del tungsteno al haber más corriente y también porque hay más electrones escapando del filamento, por lo que la corriente deseada en el filamento será la menor posible, pero que aún se encuentre dentro de la región de saturación del filamento. Esta corriente del filamento, para el caso de la serie estudiada de microscopios puede ser controlada automática o manualmente, siendo este último procedimiento mucho más confiable.

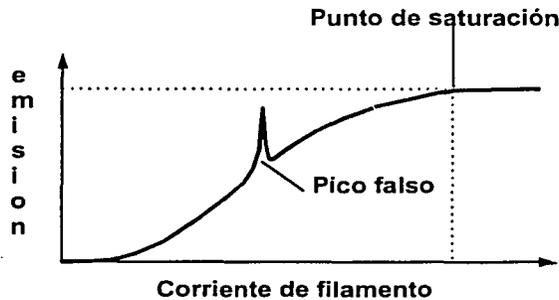


Figura 4.1 Saturación del filamento emisor de electrones.

Una explicación del fenómeno de saturación se encuentra en el glosario de este trabajo.

Como ya también se había mencionado, el cañón tiene 3 partes principales:

- El filamento o cátodo
- *Wehnelt*
- Ánodo

Durante la operación, el filamento se somete a altas temperaturas y a un gran potencial eléctrico negativo. Los electrones desprendidos del filamento viajan en todas direcciones. El ánodo se mantiene con un potencial cero (tierra), provocando un campo eléctrico que acelera a los electrones al voltaje de aceleración deseado. Se puede deducir que el voltaje seleccionado será una diferencia de potencial eléctrico entre el filamento y el ánodo.

El *bias* en el cilindro *Wehnelt* necesita ser ajustado dependiendo de la corriente de emisión con la finalidad de enfocar los electrones emitidos en el *cross over* más pequeño posible. En la práctica, el *bias* necesita ser ajustado cuando el voltaje de aceleración es cambiado. Para el caso de los equipos estudiados, esta tarea puede ser encomendada a la computadora del instrumento, ciertamente con algunas ventajas y desventajas.

El término *bias* se refiere al voltaje presente en el *Wehnelt* y es controlado por un conjunto de resistores colocados en área del cañón. Dependiendo del resistor seleccionado, se pueden dar tres situaciones:

- *Bias* muy bajo.
- *Bias* correcto.
- *Bias* elevado.

Atendiendo a la ley de Ohm:

$$V= R I.....(4.1)$$

se puede deducir que entre más pequeño sea el resistor y manteniendo la corriente constante el voltaje incrementará. En los equipos estudiados se cuenta con un juego de seis resistores y se pueden seleccionar en la página "*Beam*" botón "*Set gun*"(fig.4.2). En esta página sólo es posible ver el número de los resistores, mas no sus valores.

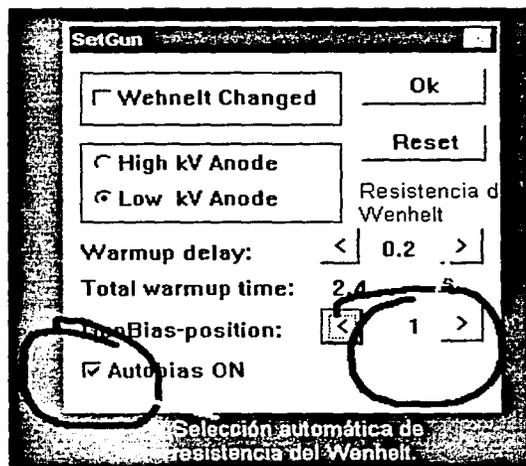


Fig. 4.2 Panel de control del cañón de electrones del XL - W.

Los valores de los resistores se pueden observar en la tabla 4.1:

Resistor	Resistencia (Ω)
1	5,000,000
2	2,500,000
3	1,200,000
4	600,000
5	300,000
6	150,000

Tabla 4.1 Valores resistivos en el cañón electrónico del XL.

Los efectos de estas tres circunstancias se pueden observar en la figura 4.3:

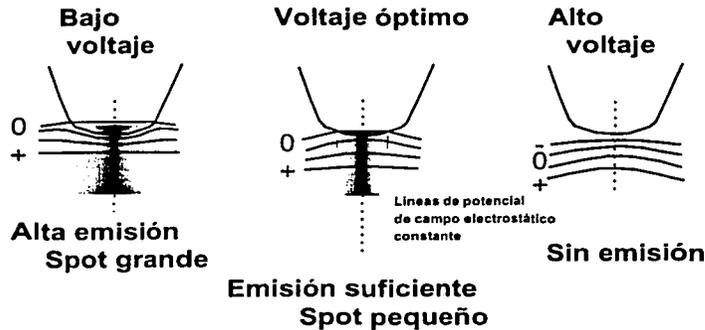


Figura 4.3 Características de la emisión electrónica según el voltaje en el *Wehnelt (bias)*.

1. Voltaje bajo: Debido a que no se crea un campo suficiente, la superficie de emisión en el filamento es grande, generando un *spot* también grande que influirá tanto en la resolución del instrumento como en la vida del filamento, pues se extraen más electrones de los necesarios y no sólo en la punta de éste, que sería el caso ideal.
2. Voltaje adecuado: Se puede apreciar que el campo electromagnético es tal que los electrones son forzados a ser emitidos en un pequeño punto o *spot* situado en la punta del filamento, esto también contribuye a que menos electrones se desprendan de la fuente de electrones, con lo que la vida de éste último es mayor que para el primer caso.
3. Voltaje elevado: con esta condición se provoca un punto de emisión más pequeño pero con una disminución considerable de emisión de electrones, por lo que la relación señal/ruido se ve afectada de una manera importante e inclusive se puede llegar a eliminar por completo la emisión y por consiguiente la posibilidad de generar una imagen.

El brillo se define como la densidad de corriente por ángulo sólido y está dada por:

$$\beta = \text{corriente} / (\text{área})(\text{ángulo sólido}) = 4i_b / (\pi^2 d^2 \alpha^2) \dots \dots \dots (4.2)$$

las unidades de β son $A/cm^2 sr$ donde i_b es la corriente del haz en el *cross over*, d es el diámetro del *cross over* y α es la convergencia del haz en el *cross over*.

El brillo de una fuente de electrones está determinada por la forma en que los electrones se encuentran enfocados y distribuidos en el *cross over*.

La mayor parte de los electrones que pasan a través del *cross over* son capturados en el ánodo cuando viajan por la columna del microscopio. Estos electrones fluyen de regreso a la fuente generadora de alta tensión y se pueden medir como la corriente de emisión. Este valor está indicado en el programa MCTRL, en el menú Settings, junto al botón encargado de encender la alta tensión. Los electrones que pasan a través del ánodo forman la corriente del haz que se ve reducida en la columna del microscopio en cada lente y apertura, llegando a la muestra solamente una fracción muy pequeña de la corriente original, conocida como la corriente de la muestra. Valores típicos de emisión para un cañón electrónico del tipo tungsteno es de 70-100 μA (fig 4.4), mientras que la máxima corriente en la muestra puede llegar hasta $1\mu\text{A}$. De esto se concluye que sólo un pequeño porcentaje de electrones pueden ser utilizados para fines analíticos y/o para crear una imagen.

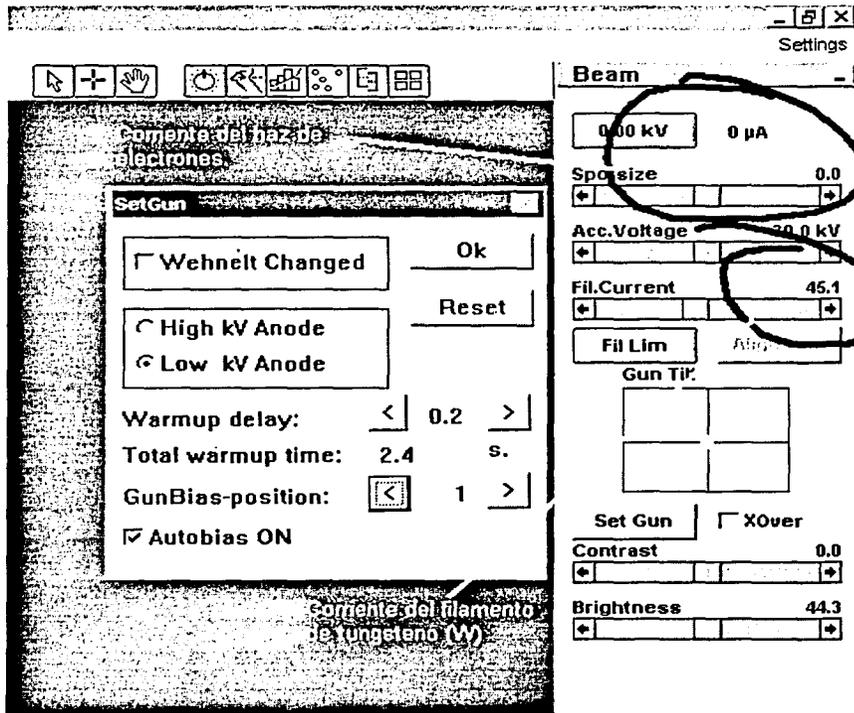


Figura 4.4 Panel de control del haz de electrones del XL - W.

4.3 Condiciones originales del filamento de tungsteno

Las siguientes micrografías muestran un filamento nuevo, en distintas condiciones de observación.

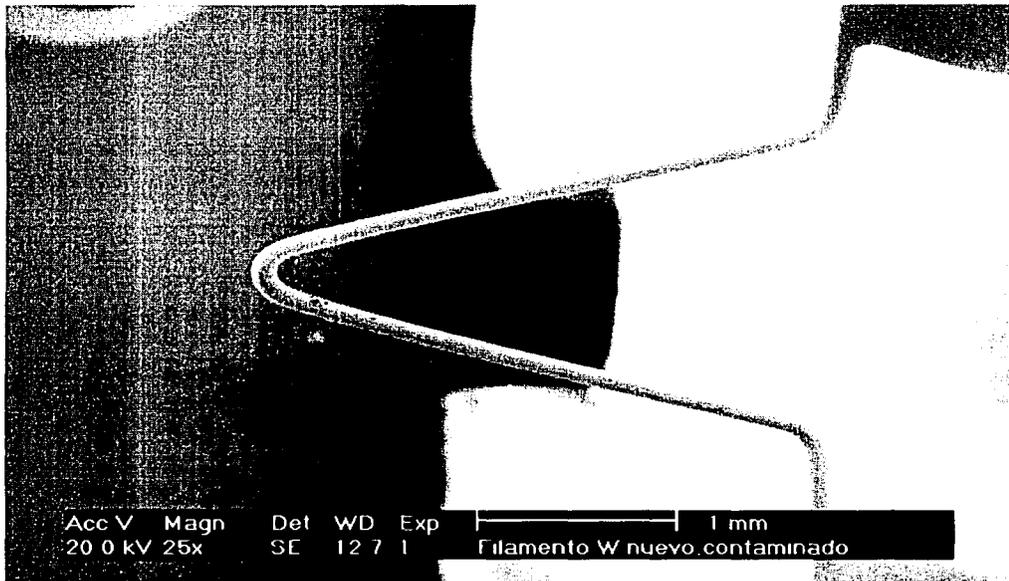


Figura 4.5 Vista completa de un filamento de tungsteno nuevo a alto voltaje.

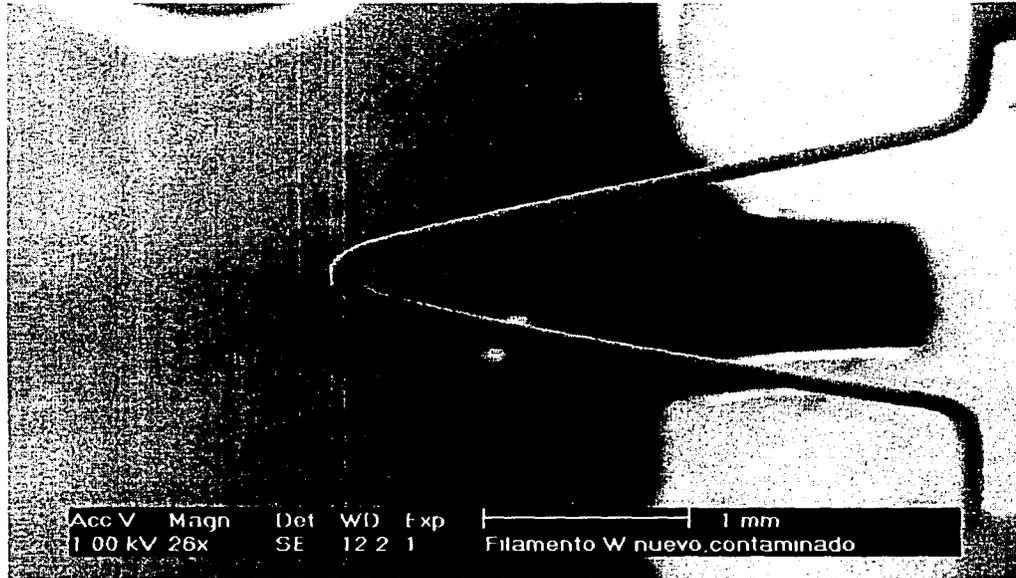


Figura 4.6 Vista completa de un filamento de tungsteno nuevo a bajo voltaje.

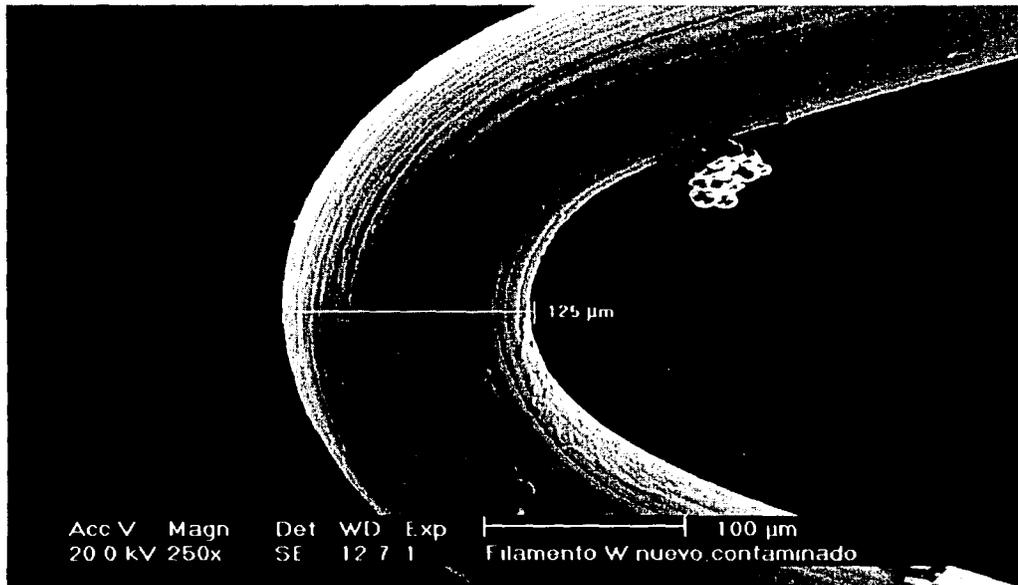


Figura 4.7 Vista completa de un filamento de tungsteno nuevo, contaminado.

Estas tres micrografías reflejan las condiciones iniciales de trabajo de todo filamento de tungsteno. La forma característica de esta marca en particular, en la cual el alambre tiene tres dobleces y es soldado a los dos postes metálicos que a su vez están insertos en el dieléctrico del filamento. La función de este dieléctrico se puede observar claramente en la figura 4.5 que, a alto voltaje, se "carga" electrostáticamente. Este efecto sólo se observa en filamentos nuevos, pues cuando ya han sido utilizados, el mismo tungsteno llega a depositarse en este dieléctrico, permitiendo una mejor observación en condiciones de alto voltaje. Para corregir este problema, en la figura 4.6 se utilizó un voltaje mucho menor para evitar que se cargara la muestra o que la carga fuera mínima.

En la figura 4.7 se puede apreciar la punta del filamento y con ésta el diámetro inicial del que se comenzará a desgastar la fuente de electrones. También es posible apreciar contaminación en forma de partículas ajenas al filamento, que también reducirán la vida del filamento como se ha explicará en el punto 4.7.

A continuación se describen las causas que producen la falla de los filamentos de tungsteno. Para los primeros dos factores (4.4 y 4.5) el usuario no interviene de manera directa, pues ninguna de estas variables son controladas por éste durante la operación normal del instrumento, aunque sí afectarían en caso de los dispositivos encargados de proveer de dichas condiciones. En el caso de los demás factores, el usuario va asumiendo una responsabilidad mayor para evitar que condiciones adversas se presenten (puntos 4.6 a 4.12 de este capítulo), aunque no en todos estos factores el usuario es completamente responsable de que las condiciones sean favorables para el filamento.

4.4 Vacío

El vacío es un factor importante para evitar la oxidación del filamento y su falla prematura. Entre mayor sea el vacío el filamento tendrá menos moléculas con las cuales interactuar mientras se encuentra encendido. De lo anterior se concluye que la vida útil máxima de un filamento se conseguiría en un vacío perfecto, disminuyendo conforme exista una mayor cantidad de moléculas en la cámara de emisión electrónica. La experiencia ha determinado que el filamento de tungsteno puede operar de manera adecuada en niveles de vacío iguales o mejores a $3 \cdot 10^{-4}$ mbar. siendo la presión final (presión que alcanza el instrumento después de bombear por un largo período, también llamada presión base) de este tipo de instrumentos del orden de 10^{-6} mbar. Esta presión es un compromiso entre la duración del filamento de tungsteno y el costo del sistema de vacío. No hay que olvidar que los instrumentos que operan exclusivamente con este tipo de emisor son del menor costo entre todos y que el sistema de vacío es el más costoso de todos los sistemas presentes en un microscopio electrónico en general.

El efecto de las moléculas sobre un filamento encendido es un sobrecalentamiento localizado en la superficie del filamento en que las moléculas se encuentran interactuando con él. Esto provoca no sólo puntos en los que se trabaja por encima del punto de saturación, también produce inestabilidad en el haz electrónico en casos extremos, con la consiguiente reducción de vida útil.

4.5 Estabilidad Térmica y Eléctrica

Este es un factor que depende de la calidad del sistema de alta tensión del instrumento y de su estado. En ocasiones la edad del instrumento tiene influencia sobre la estabilidad de la alta tensión

Otra causa de inestabilidad de la alta tensión es el mismo voltaje de alimentación del microscopio, o sea, la calidad de la energía proveniente del suministro de electricidad. Esta situación se puede remediar por medio de reguladores de corriente que pueden o no contar con un sistema de respaldo de energía para soportar interrupciones de energía cortas llamados UPS (Uninterruptible Power Supply por sus siglas en inglés) o No Break. Para el caso de los instrumentos objeto de estudio se necesitan UPS con una capacidad de 6 kVA.

La estabilidad térmica del filamento estará directamente relacionada con la eléctrica en el caso que el filamento esté en funcionamiento, pues el filamento es calentado por medio de una corriente eléctrica.

El otro caso en el que la estabilidad térmica influye es en el caso de encendido y apagado normales de la fuente de electrones (el filamento). Esto es algo que indudablemente se tiene que realizar pero debe hacerse notar que si va a ser corto el período que el instrumento no se utilizará y no hay necesidad de romper el vacío, conviene dejar encendido el filamento para evitar estos esfuerzos térmicos en el filamento. Como período corto se podría considerar hasta 10 minutos.

4.6 Esfuerzo mecánico sobre el filamento

Aunque esta falla no tiene que ver directamente con lo que sucede dentro del microscopio durante su operación, si es un factor presente día a día que conviene tomar en cuenta debido a la facilidad con que esta situación se puede presentar. La forma más común de dañar mecánicamente el filamento se presenta al colocarlo en la base del cilindro *Wehnelt* y también al colocar la tapa del mismo cilindro y centrar el filamento en el orificio de la misma tapa. El filamento es muy sensible a cualquier contacto físico y el doblar el filamento no requiere mas que un descuido, dejándolo inservible. Otro factor que puede influir en una falla por esfuerzo mecánico se

presenta cuando el filamento ha estado operando y se encuentra caliente. En algunas ocasiones se requiere extraer el cilindro *Wehnelt* del cañón electrónico y si el filamento se encuentra caliente, será mucho más sensible a cualquier golpe, inclusive sin hacer contacto físico con el filamento.

4.7 Contaminación

La contaminación se refiere a partículas ajenas a los componentes del microscopio que salen de fábrica "libres" de partículas.

La contaminación puede introducirse al microscopio de distintas maneras:

Contaminación introducida por manipulación incorrecta del operador:

El operador del microscopio electrónico debe tener una estricta disciplina para mantener la cámara del instrumento limpia en todo momento. Esto se consigue en buena parte manipulando con guantes todo aquello que vaya a introducirse al microscopio. Los guantes previenen el contacto directo de la(s) mano(s) con la muestra, que de otra manera la grasa que el cuerpo humano genera de una manera natural se va introduciendo poco a poco al microscopio, provocando problemas en el corto y mediano plazo.

A su vez, los guantes deberán estar limpios y libres de partículas (sin talco), asimismo ser reemplazados frecuentemente. Para este fin los guantes de látex y/o de nitrilo son adecuados. Una recomendación bienvenida por aquellos usuarios que constantemente utilizan este tipo de guantes, es colocar un guante de tela libre de partículas por debajo del guante de látex o nitrilo, que prolonga la vida de éste último, además de disminuir en gran parte la molestia del sudor que se genera en la mano al utilizar guantes de polímero.

Contaminación generada por una muestra incorrectamente preparada:

Una muestra incorrectamente preparada puede dejar partículas de la misma aún después de haber hecho el análisis dentro del microscopio electrónico. El caso más común es cuando el operador introduce polvos de diversos tipos al instrumento y éstos se dispersan dentro de la cámara al generar/romper el vacío y/o contacto físico con el interior de la cámara.

Contaminación generada por la degasificación de la muestra al contacto con el haz electrónico.

La naturaleza de algunos tipos de muestras, sobre todo aquellas de tipo biológico es desprender moléculas en forma de gas aún en condiciones ambientales (el aroma de una flor, por ejemplo). Cuando cualesquiera muestra es golpeada por un haz electrónico, electrones de la superficie de la muestra se desprenden, este desprendimiento de moléculas se acelera y éstas serán desalojadas por medio del sistema de vacío. El problema se presenta cuando estas moléculas viajan a través de la columna electrón óptica para salir del instrumento, ya que algunas quedarán incrustadas en las aperturas y, en el peor de los casos, en la superficie del filamento emisor de electrones.

Contaminación generada por el tipo de sistema de vacío y/o sistema de vacío defectuoso:.

Hay una premisa que vale la pena mencionar: Todos los sistemas de vacío generan contaminación. Esto, claro está, en mayor o menor medida, dependiendo del tipo de solución que se utiliza en cada caso. En el capítulo 1 se mencionaron los distintos tipos de bombas y sus posibles combinaciones, dependiendo principalmente del tipo de emisor. En el caso del emisor de tungsteno se encuentran dos posibilidades:

1. Sistema de bomba rotatoria (PVP) y bomba de difusión (ODP)
2. Sistema de bomba rotatoria y bomba turbomolecular (TMP)

Por su principio de funcionamiento, las bombas rotatorias requieren de aceite tanto para lubricar como para remover partículas. Algunas partículas (la gran minoría) de aceite viajan en contra del flujo de bombeo.

A su vez, las bombas de difusión de aceite utilizan el mismo para mover las partículas hacia la bomba rotatoria (no olvidar que se encuentran conectadas en serie, la de difusión más próxima a la cámara). A su favor está que no cuentan con partes mecánicas que se desgasten, generando partículas que podrían viajar hacia la cámara.

Con la combinación PVP-ODP un sistema de válvulas (neumático en el caso del XL) se encarga de mantener la zona de alto vacío lo más limpio posible. Sin embargo, en la eventualidad que alguna válvula fallara, la contaminación con aceite dentro de la cámara y columna electrón-óptica sería inevitable.

Con la combinación PVP-TMP no hay válvulas entre las bombas y la cámara de muestras ya que, a diferencia de la combinación PVP-ODP las bombas se encienden al generar vacío y se apagan al romperlo. Otra razón es que la bomba turbomolecular no utiliza aceite para generar el vacío, razón por la cual genera un vacío más "limpio" que su contraparte, aún y cuando hay contacto físico entre partes

mecánicas que giran hasta a 60,000 revoluciones por minuto que generan diminutas partículas que podrían llegar hasta la cámara de muestras, pero que por su cantidad tan pequeña no se puede comparar a ninguna otra causa de contaminación.

El peor de los casos se presenta cuando hay una falla en el sistema de vacío, ya sea por parte de las válvulas o bien porque las partes encargadas de sellar las compuertas (*o-rings*) se encuentren deteriorados por el tiempo, químicos o bien defectuosos. Al haber problemas con el sistema de vacío que no se aprecian en la operación del instrumento, no se alcanzará el mejor vacío posible y esto puede tener consecuencias en la vida del filamento.

Contaminación introducida por medio de la válvula de ventilación de la cámara del microscopio

La válvula de ventilación del microscopio forma parte del sistema de vacío y su función consiste en permitir la entrada de un gas limpio (nitrógeno de ultra alta pureza) y así aumentar la presión dentro del microscopio hasta una presión igual a la atmosférica y puedan intercambiarse muestras. Resulta evidente pensar que si el gas utilizado para romper el vacío contiene partículas contaminantes, el microscopio será contaminado. Este tipo de contaminación es de las más comunes y se manifiesta de manera paulatina, por lo que al usuario le resulta difícil determinar que algo anda mal con el instrumento y el esfuerzo para obtener buenas imágenes se incrementa poco a poco, lo mismo se puede decir de la calidad del vacío y por ende de la vida del filamento, que debido a los múltiples factores que influyen en ésta, no se ha podido cuantificar esta disminución en la vida útil del filamento.

Contaminación del filamento de tungsteno:

Este tipo de contaminación se puede presentar directamente en el filamento de tungsteno, siendo la causa más común un manejo inapropiado de éste. El filamento de tungsteno debe ser manipulado como cualquier otra pieza que se encuentra en vacío y aún con más cuidado puesto que es la pieza más sensible a este tipo de contaminación por su temperatura de operación. Lo anterior quiere decir que el filamento se debe manipular con guantes y siempre tomándolo de su base, que está hecha de un material aislante. Se puede, inclusive, tomarlo con unas pinzas pequeñas de los contactos del filamento con el cañón electrónico. Nunca manipularlo del lado de la "V" del filamento, por dos razones: la primera es que las pinzas pueden no estar libres de partículas contaminantes que puedan adherirse a la superficie del filamento. La segunda es que se corre un riesgo innecesario de dañar el filamento mecánicamente.

La razón principal de evitar el contacto directo de fuentes de contaminación con el filamento es, como ya se ha mencionado, la temperatura de operación. En una condición ideal, esta temperatura será homogénea sobre toda la superficie del filamento. En el caso que partículas ajenas se encuentren sobre esta superficie, generarán una mayor temperatura, creando puntos de sobrecalentamiento en distintas zonas del filamento, propiciando fallas localizadas en estos puntos de mayor temperatura, que reducirán hasta en un 90% la vida del filamento, además de deficiencias durante la operación debido a una emisión no homogénea de electrones con todas las consecuencias que esto conlleva.

4.8 Adelgazamiento

Este es el proceso natural de desgaste de un filamento, el cual va disminuyendo su diámetro en la zona de emisión electrónica, que es el vértice donde el alambre de tungsteno se dobla para formar la "V" del filamento. En condiciones ideales de operación, el desgaste se realizará de una manera paulatina y constante, sin grandes cambios en los esfuerzos térmicos y eléctricos aplicados al filamento.

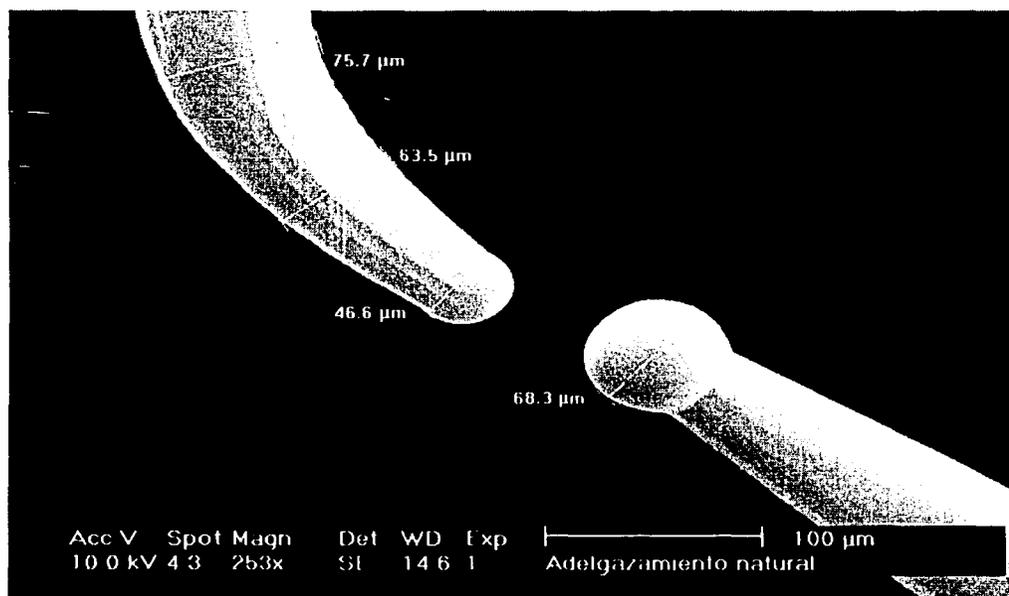


Figura 4.8 Vista de un filamento de tungsteno adelgazado naturalmente.

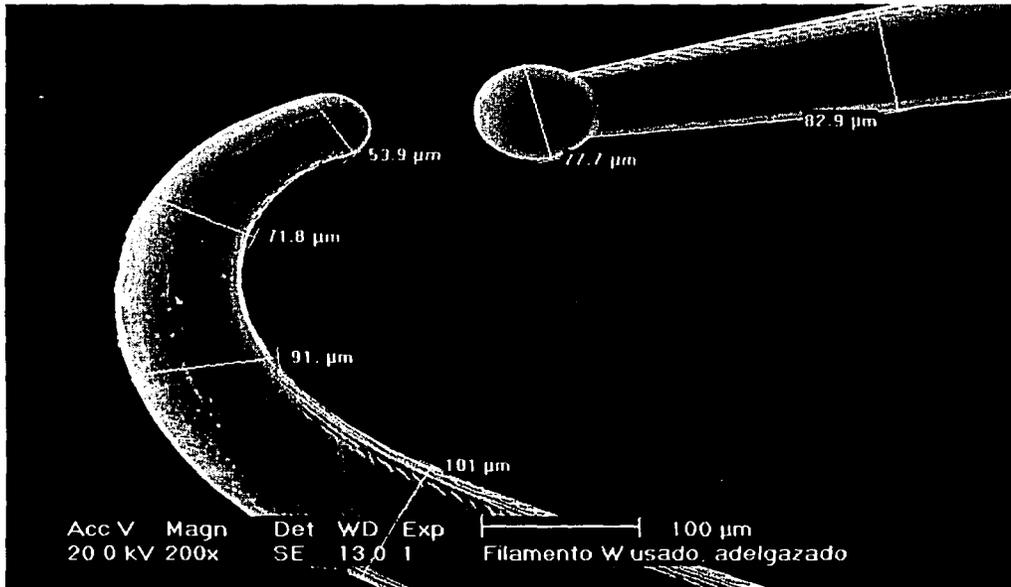


Figura 4.9 Vista de un filamento de tungsteno (falla por adelgazamiento).

4.9 Corriente y su relación con la temperatura en el filamento de tungsteno.

El diseño de la serie de microscopios estudiados es tal que el usuario controla la cantidad de corriente eléctrica a través del filamento para saturarlo y obtener una imagen. Sin embargo, el espíritu de tal práctica no está enfocada a hacer pasar una corriente predeterminada por el filamento, sino hacer pasar una corriente que caliente el filamento y por efecto de este calentamiento el filamento despidiera una cantidad predeterminada de electrones, dicha condición es función de la temperatura del filamento. No es posible establecer una relación directa entre la corriente y la temperatura porque el filamento está cambiando constantemente durante su operación. Así pues, aunque se hable de la corriente aplicada en el filamento, no hay que olvidar que el factor de mayor importancia es la temperatura producto del calentamiento del mismo.

El filamento es siempre de sección circular:

Tungsten		
W	PHILIPS 	Crystal Structure 
Tungsten	Trans. Met.	Cubic body centered
Atomic number: 74	Atomic weight: 183.85	
Shells: 2,8,18,32,12,2	Filling orbital: 5d ⁴	
Melt: 3410°C ±20°C	Boil: 5660°C	
Covalent radius: 1.30 Å	Atomic volume: 9.53 cm ³ /mol	
Atomic radius: 2.02 Å	Electronegativity: 2.36	
First ionization potential: 7.98 V	Oxidation states: 6,5,4,3,2	
2nd ionization potential: ?	3rd ionization potential: ?	
Density @ 293 K: 19.3 g/cm ³	Specific heat: 0.13 J/gK	
Heat of vaporization: 824.0 kJ/mol	Heat of fusion: 35.40 kJ/mol	
Electrical conductivity: 0.189 10 ⁶ /cmΩ	Thermal conductivity: 1.74 W/cmK	

Figura 4.10 Propiedades físicas del tungsteno.

Con estos datos y la fórmula de transferencia de calor por medio de conducción pura (condiciones de alto vacío):

$$q = \frac{k \cdot A}{L} \cdot \Delta T \dots\dots\dots(4.3)$$

donde q es la transferencia de calor en W, k es la conductividad térmica para el tungsteno, A es el área de la sección circular del filamento, L su longitud y ΔT es la diferencia de temperaturas.

para un alambre circular de 125 μm. de diámetro y 7 mm. de longitud, utilizando una temperatura de operación de 2700K y considerando una temperatura ambiental de 20°C la corriente al inicio de la vida del filamento, después de sustituir en la ecuación 4.3 es de **0.7321 W**.

Si en esta misma fórmula 4.3 se utiliza la temperatura de fusión del tungsteno, se obtiene la mayor cantidad de corriente teórica que un filamento ideal y nuevo puede llegar a resistir antes de fundirse. Para este caso la corriente es de 1.12 W.

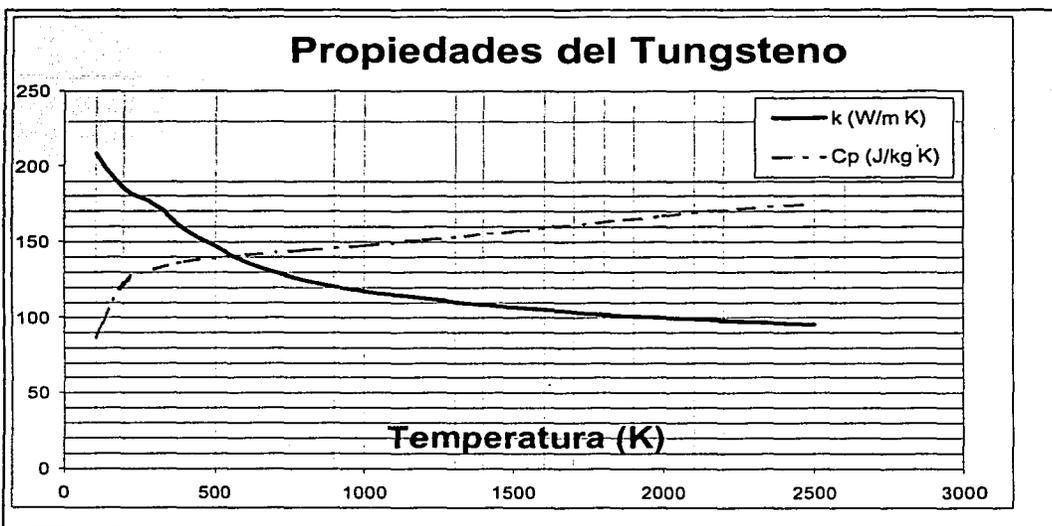


Figura 4.11 Conductividad térmica y calor específico a distintas temperaturas.

Sin embargo, no es de mucho interés el fundir el filamento, sino la cantidad de corriente necesaria para alcanzar la temperatura de operación óptima, que es de 2700K ($T/T_{fus}=0.74$)*

4.10 Sobrecalentamiento o Sobresaturación

Esta es uno de los principales factores dependientes del usuario que influyen en la vida útil del filamento.

Para obtener un máximo brillo de la fuente de electrones (el filamento) deberá estar operando en el punto de saturación, de lo contrario pueden ocurrir dos sucesos:

- 1) Que el microscopio no pueda alcanzar la resolución para la que fue diseñado.
- 2) Que se esté exigiendo innecesariamente al filamento, impactando su vida útil.

El mayor problema con respecto al punto de saturación del filamento es su constante cambio por otros factores:

- Envejecimiento por el uso o adelgazamiento.
- Variación de temperatura, provocada por el cambio del voltaje de aceleración, que implica el uso de otro resistor en el cañón electrónico.

De este último punto se ha mencionado con anterioridad la importancia de esta serie de resistores desde el punto de vista de la cantidad de corriente de emisión, quedando claro que con un valor más grande se obtiene el doble de dicha corriente por cada paso (ej. Para $20 \mu\text{A}$ *bias* 1, $40 \mu\text{A}$ *bias* 2, $80 \mu\text{A}$ *bias* 3, etc.) Sin embargo, desde el punto de vista de saturación del filamento se debe tener en cuenta que el punto de saturación va a ser diferente para cada uno de los valores del *gun bias*. Esto se puede ver en la ley de Ohm, (4.1): Donde V es el voltaje de compensación aplicado al cilindro *Wehnelt*, R es el valor del resistor asociado a la posición del *gun bias* e I es la corriente que pasa por el mencionado cilindro, en otras palabras, la corriente de emisión. El voltaje V es variable (de hecho, los tres parámetros son variables por estar dentro del circuito de compensación de alta tensión) y por esta razón el punto de saturación cambiará continuamente. Algunos de los factores que provocan este cambio son:

1. Cambio en la alta tensión (no olvidar el rango continuo de operación 0.5-30kV)
2. Cambio del resistor del *gun bias*.
3. Cambio en la corriente de emisión (desgaste del filamento, cambio de *gun bias*).
4. Cambio en la corriente del filamento.

Una solución lógica pero poco probable sería mantener constante el voltaje en el cilindro *Wehnelt* por medio de un valor predeterminado para determinadas condiciones. Esto teóricamente funciona, pero en ese caso habría que obtener el valor para cada una de las condiciones, haciendo interminable el proceso de alineación del instrumento después de un cambio de filamento, de hecho, con el desgaste sufrido por el filamento debido a la operación del microscopio el valor de este voltaje se debería modificar frecuentemente. Por esta razón este voltaje tiene que ser ajustado constantemente y se encuentra dentro del circuito de compensación de alta tensión.

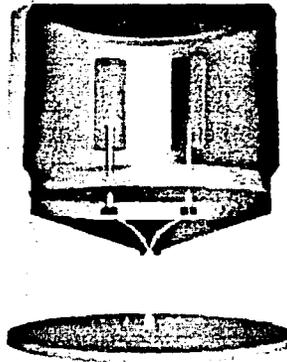


Figura 4.12 Cañón electrónico en funcionamiento.

Hasta ahora solamente se ha indicado la existencia de un voltaje de compensación pero no se ha explicado su función principal y tampoco se ha explicado porqué influye en el punto de saturación del filamento. La función es empujar a los electrones emitidos por el filamento al centro del orificio del *Wehnelt* para tener un haz coherente y con la mayor cantidad de electrones posibles por el centro del orificio, de tal manera que la diferencia entre la corriente de emisión y la corriente del haz que baja por la columna sea mínima.

El siguiente elemento en la fórmula de la ley de Ohm es la resistencia R , que como ya se comentó se refiere al resistor en el cañón electrónico. Es claro visualizar que a mayor resistencia habrá un mayor voltaje en el *Wehnelt* y por tanto habrá una mayor fuerza que afecte al haz, por esta razón el filamento cambiará su punto de saturación al cambiar dicho resistor.

Por último se tiene la corriente de emisión que al igual que la resistencia, su influencia es directamente proporcional al voltaje en el cilindro *Wehnelt*. Esta corriente puede ser modificada **indirectamente** por el usuario y también se modificará como un fenómeno natural de desgaste del filamento en su vida útil. Se modifica de manera indirecta cuando el usuario está definiendo la distancia del filamento con respecto al *Wehnelt*, habiendo más emisión cuanto más cercano se encuentre el filamento de éste. Sin embargo, aunque existen valores predeterminados de distancia, estos son solamente guías, pues los valores cambiarán de un filamento a otro.

Las micrografías de las figuras 4.13 y 4.14 muestran un filamento que ha fallado por sobresaturación.

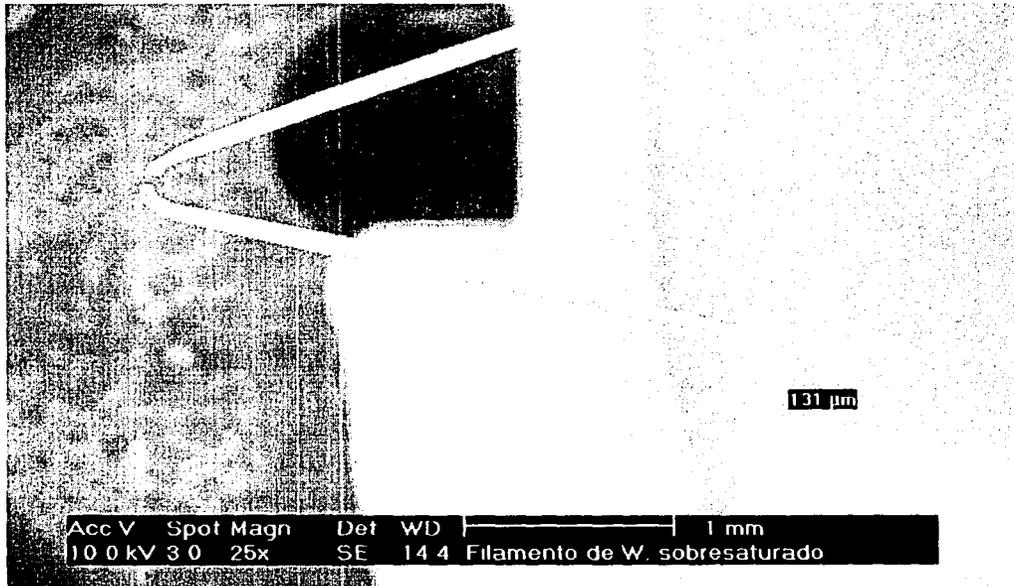


Figura 4.13 Vista completa de un filamento de tungsteno (falla por sobresaturación).

En la figura 4.13 se muestra una vista a baja magnificación del filamento con el propósito de mostrar el lugar de falla más común, asimismo se puede notar el diámetro inicial a todo lo largo del filamento, aproximadamente de 130 μm. Este diámetro irá decreciendo conforme la medida se realice más cerca de la zona de emisión del filamento (vértice de la "V").

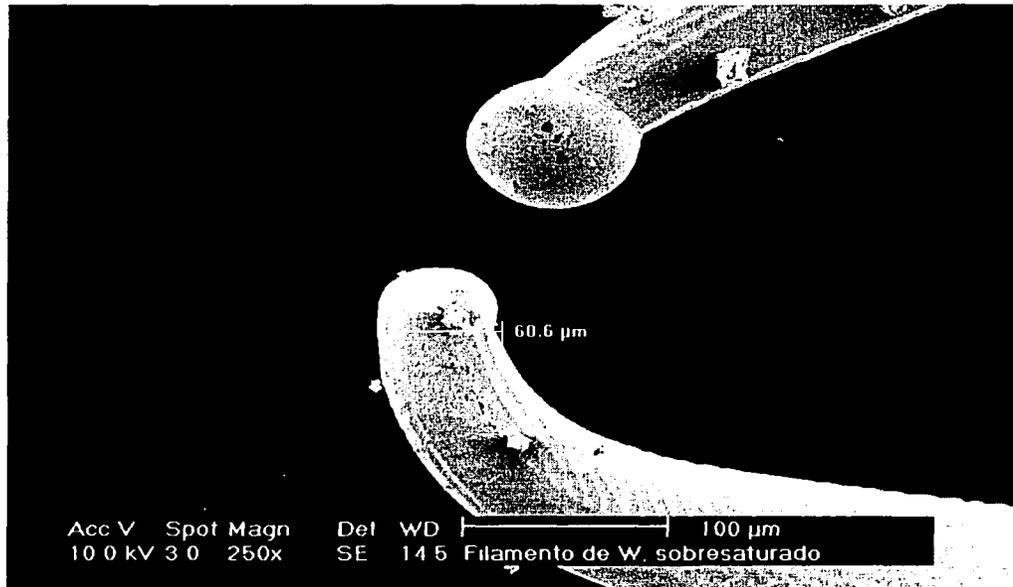


Figura 4.14 Vista completa de un filamento de tungsteno (falla por sobrecarga).

En la figura 4.14 se puede apreciar un acercamiento en la zona de falla del filamento, en ésta se observa el efecto de sobrecarga en la parte superior de la imagen, que muestra una pequeña esfera al final del alambre de tungsteno. Es importante notar que dependiendo del tamaño de esta esfera se puede determinar si el filamento que estaba operando lo hacía en la región de sobrecarga. Para este trabajo se consideró una sobrecarga si el diámetro final del extremo delgado en la zona de falla era mayor al 45%. Este valor se eligió por las condiciones en que fueron tomadas las micrografías de los filamentos analizados, los cuales fueron operados en las condiciones descritas.

4.11 Distancia del filamento a la tapa del cilindro *Wehnelt*

Este parámetro es probablemente en el cual el usuario tiene mayor influencia en la vida del filamento. Una distancia adecuada para una relación brillo/durabilidad de un filamento de tungsteno es de 0.2 mm. Esta distancia es medida desde la punta del filamento, donde se genera la "V" hasta la tapa del cilindro *Wehnelt* y se consigue por medio del giro de ésta última con respecto a su base.

El procedimiento para colocar el filamento a la distancia ideal de trabajo es sencillo: La base del *Wehnelt* cuenta con marcas en su circunferencia, las cuales cada una definen un movimiento de la tapa de 0.05mm.

La distancia ideal se logra entonces llevando la punta del filamento al nivel de la tapa del cilindro *Wehnelt* y posteriormente girar ésta una distancia de 4 marcas en contra de las manecillas del reloj. La precisión de este ajuste consiste en llevar cuidadosamente la punta del filamento "al ras" de la tapa y poner especial atención en no tocar físicamente el filamento con ésta. Este trabajo se realizará de una manera fácil y segura si se emplea un estereoscopio durante el centrado y ajuste de altura del filamento de tungsteno.

Con respecto al fenómeno que a esta tesis importa, se puede afirmar que la duración del filamento será mayor entre mayor sea la distancia entre la punta del filamento y la tapa del *Wehnelt* y viceversa. Esto sucede por el hecho que entre mayor sea la distancia menor será la resistencia necesaria en el cilindro *Wehnelt* para formar el *crossover* y menor el voltaje (*bias*) en el mismo, repercutiendo en una menor corriente (esfuerzo eléctrico) para el filamento y por lo tanto una mayor duración. Una menor corriente significa que menos electrones están siendo extraídos del filamento y como finalmente este fenómeno se traduce en migración del tungsteno del filamento, se comprende la parte del desgaste del mismo. Lo anterior aunado a que una mayor corriente significa una mayor temperatura en la zona de emisión, forman los argumentos necesarios para mantener en el menor valor esta corriente, si el único requerimiento fuera durabilidad, pero no hay que olvidar que entre menos corriente también menos brillo. Más adelante se explicará que un balance entre estos dos fenómenos opuestos se encuentra en el punto de saturación.

4.12 Densidad de corriente extraída y relaciones entre factores.

La densidad de corriente es la cantidad de electrones que se están extrayendo del filamento. Resulta lógico pensar que entre más electrones se extraen, menos será la duración del filamento. Al mismo tiempo, si son pocos los electrones que se tienen para interactuar con la muestra, el brillo en la imagen será pobre y la calidad de la misma dejará que desear.

De los factores que se han mencionado hasta ahora, hay algunos que influyen en la cantidad de electrones que se extraigan.

Temperatura: Entre **más** se caliente el filamento, **mayor** será la cantidad de electrones que se desprendan.

Resistencia del cañón: Entre **mayor** sea la resistencia del cañón electrónico, **menor** será la emisión electrónica.

Distancia a la tapa del Wehnelt: Entre **mayor** sea la distancia de la punta del filamento a la tapa del *Wehnelt*, **menor** será la emisión.

Adelgazamiento: Entre **menor** sea el diámetro del filamento, **mayor** será la cantidad de electrones emitidos.

Con estas relaciones se tienen variables interesantes que muestran lo difícil que puede llegar a ser hallar un compromiso de funcionamiento para obtener la mayor vida útil del consumible, el filamento de tungsteno.

Capítulo 5 Optimización de equipos seleccionados, teoría y pruebas

5.1 Introducción

Para este trabajo se pretende, al final, obtener un método que, aplicado a cualquier equipo de características similares pueda operar de manera óptima sin necesidad de elaborar repetidamente las pruebas que este proyecto propone.

5.2 Primer Metodología Propuesta

Con la finalidad de obtener una información día a día de la operación de cada uno de los instrumentos se elaboró una encuesta que cumplía las siguientes condiciones:

- a) Lo suficientemente pequeña y fácil de contestar, para que el usuario no tuviera que dedicar mucho tiempo a recabar esta información no relacionada directamente con su trabajo.
- b) Las preguntas deben ser muy concretas y de datos que, teóricamente tendrían una relación directa con el tiempo de vida útil del filamento.

Para tener un control adecuado de esta encuesta, del tamaño de media página, se elaboraron cuadernos para cada uno de los instrumentos con dos encuestas por página.

5.3 Segunda Metodología Propuesta:

Colección de datos por medio del programa *System Event Logging* incluido en la serie de microscopios XL.

El programa *System Event Logging* es una herramienta de servicio incluida en todos los microscopios de la serie XL de Philips. Esta herramienta permite monitorear uno o varios parámetros de operación del microscopio con la finalidad de rastrear señales incorrectas y determinar su procedencia.

Para los fines de este estudio se utilizó el programa mencionado con el propósito de tener una fuente fidedigna de información en cuanto a los parámetros utilizados por los operadores del instrumento.

A continuación se puede apreciar la pantalla principal de control del mencionado software:

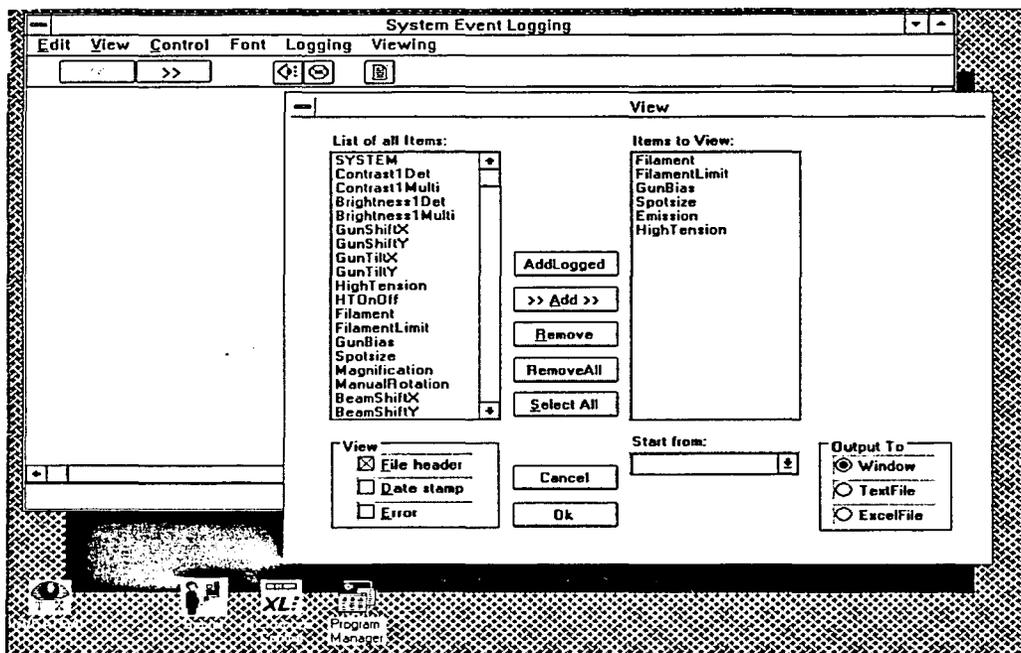


Figura 5.2 Pantalla de control del Software System Event Logging

Los datos que se recolectaron por medio de este software fueron:

1. Alta tensión
2. *Spotsize* (diámetro del haz electrónico)
3. Límite de la corriente del filamento
4. Resistor del *bias* del cañón (gun *bias*)
5. Corriente de emisión

En el software se pueden recolectar datos de dos diferentes maneras:

1. Cuando cambia el parámetro establecido
2. Cada determinado tiempo (definido por el usuario)

Esto se puede hacer para cada uno de los parámetros a analizar.

Ventajas de utilizar el software *System Event Logging*:

- Confiabilidad absoluta de los parámetros del instrumento en un punto en el tiempo.
- Cantidad ilimitada de datos a analizar
- No requiere de la intervención del operador o usuario
- Facilidad de obtener los datos vía remota.
- Transferir datos directamente a hoja de cálculo para graficar.
- Posibilidad de adquirir cada uno de los parámetros de dos formas: cada que haya un cambio en éstos o cada determinado período.

Inconvenientes del uso del software *System Event Logging*

- Cada parámetro lo mide en un momento diferente, cuando se solicita que se obtenga el dato cuando haya un cambio
- En el caso de utilizar colección de parámetros cada determinado tiempo para todos los parámetros, se generan archivos enormes que en algunos casos llegan a saturar la memoria al tratar de visualizar los datos y también requiere de más tiempo de procesamiento por parte de la computadora del instrumento.
- El software está utilizando recursos de la computadora frecuentemente, tanto tiempo de procesador como espacio en el disco duro. Esto puede acarrear problemas inaceptables para las instituciones y/o empresas en que los instrumentos se encuentran instalados.
- Elevada cantidad de datos a procesar.

En uno de los programas de diagnóstico de la serie XL es posible conocer el voltaje aplicado al filamento en condiciones establecidas, así como la corriente a través del filamento y la resistencia eléctrica de éste con los dos valores anteriores. Con esto es posible comprobar que entre más temperatura (corriente a través del filamento) el material presenta una menor resistencia eléctrica.

Otro dato proporcionado por el software que resulta de gran interés para el propósito de esta tesis es la manera en que se consigue la autosaturación del filamento. Esta se logra de la siguiente manera:

1. La corriente en el filamento se incrementa gradualmente y después de cada ajuste se revisa la emisión.
2. El valor de corriente de emisión se compara con el obtenido en la medición anterior.
3. Si el valor es mayor que el anterior, se eleva la corriente en el filamento.
4. Los pasos 2 y 3 continúan hasta que la emisión sea la misma para dos valores distintos de corriente en el filamento.

En este punto es inútil elevar más la corriente en el filamento, pues sólo estaría acortando la vida del filamento sin justificación.

Se trata de un método de saturación del filamento utilizando a la emisión como un indicador. Esto resulta diferente, aunque no contradictorio, con lo hasta ahora enseñado a los usuarios que operan los instrumentos quienes han sido entrenados para saturar el filamento utilizando un método difícil y subjetivo para aquellos principiantes en microscopía electrónica. Este consiste en evaluar una imagen del filamento en el modo de *cross over* (este modo en el microscopio desactiva las bobinas de barrido del haz, con lo que se puede ver una imagen del filamento. Esta imagen del filamento se tiene que ajustar de tal forma que dicha imagen sea homogénea, esto es, que aumentando la corriente en el filamento, al mismo tiempo que se modifican el contraste y el brillo para asegurar que la forma y homogeneidad son reales y no una ilusión por un ajuste inadecuado de estos parámetros.

Resultados obtenidos por medio de *System Event Logging*.

Descrito con mayor profundidad en páginas anteriores, éste es un programa que registra en un archivo los valores de parámetros de funcionamiento del microscopio. Dicho archivo solamente contiene números, por lo que es preciso utilizar un programa externo para generar gráficos con estos números y poder interpretarlos.

En este caso específico se utilizó Microsoft Excel por la capacidad de generar gráficos de todos los instrumentos al mismo tiempo, así como su facilidad de uso.

Se ha dicho que existen dos maneras de obtener datos por medio del programa, una de ellas cuando hay un cambio en cualquiera de los parámetros a analizar y otra cada determinado periodo. Se optó por la segunda opción por ser más fácil la interpretación de datos y su manejo, así como una homogeneidad en las condiciones de medición para todos los equipos analizados en este trabajo.

Un problema que se presentó a la hora de la manipulación de los datos para obtener resultados útiles, consistió en la eliminación de muchos de éstos para evaluar solamente el tiempo en que el filamento estuvo emitiendo electrones. Lo anterior supuso un análisis cuidadoso de cada uno de los archivos generados, pues algunos de los valores no necesariamente son cero cuando el filamento no está encendido, como es el caso del *spotsize* o el *gun bias*.

Otro problema que se presentó fue debido a la gran cantidad de información generada por cada uno de los equipos. La finalidad de obtener una gran cantidad de datos era el poder observar cada uno de los movimientos del operador y las condiciones a las que el filamento fuera sometido. Sin embargo, en el momento de generar un gráfico se observó que las líneas se “perdían” por la gran cantidad de datos inmersos en él. Debido a lo anterior, se acortó el “tiempo de análisis” a solamente los primeros 2560 minutos de operación del filamento, equivalentes a las primeras cuarenta y dos horas, con un intervalo de cuatro minutos entre lecturas.

Debido a que el programa *System Event Logging* se dejó corriendo por varias semanas (y en algunos casos meses) en los instrumentos, varios filamentos fueron intercambiados en cada uno de los microscopios. Los resultados mostrados en esta tesis suponen las primeras cuarenta y dos horas de un filamento cualquiera que se hubiera colocado. Se supuso un tiempo para todos los equipos de 42 horas debido a que en este periodo todos los filamentos se encontraban en funcionamiento (fig 5.11). Esto se determinó en los archivos generados cuando se presentaba una corriente de emisión igual a cero cuando la alta tensión era diferente a ésta, seguidos por un cambio a la alza significativo en el parámetro de filament limit, indicativo inequívoco que se trata de otro filamento que se ha saturado.

Aunque se tomaron las primeras cuarenta y dos horas de operación del filamento para el análisis de condiciones “normales” a las que se encuentra expuesto éste en cada uno de los instrumentos, se presenta otra gráfica en la que se muestra el tiempo total que ese filamento trabajó (fig 5.11).

5.4 Cambio de Filamento y Limpieza:

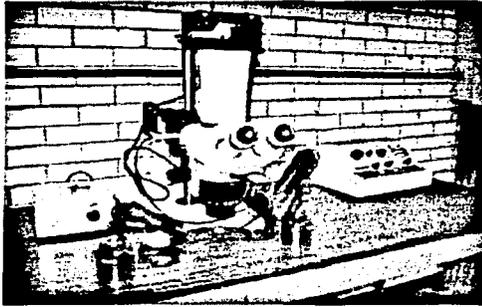
No importa la solución o técnica seleccionada para trabajar, siempre habrá de seguirse un procedimiento de cambio de filamento y limpieza adecuados para asegurar la estabilidad del haz, el tiempo de vacío dentro de especificaciones y sobre todo un microscopio libre de partículas dañinas que provocan contaminación de toda la columna. A continuación se presenta un procedimiento de limpieza que garantiza las condiciones necesarias ya mencionadas. Este método está diseñado para que el cliente pueda realizarlo sin mayores complicaciones.

El operador del microscopio se percata inmediatamente de que el filamento se ha roto, no sólo porque no hay imagen, tampoco hay una medición en la corriente de emisión (0 μ A) situada al lado del botón de alta tensión en el software. Para reemplazar el filamento hay que ventilar la cámara del microscopio y levantar la tapa de la parte superior de la columna por medio de la manija y, después que se ha levantado, girarla en contra de las manecillas del reloj. Aquí habrá de ser cuidadosos y asegurarse que el pin de alineación de la tapa con el resto de la columna está libre antes de girar la tapa en contra de las manecillas.

Sujetar el *Wehnelt* y jalarlo firmemente hacia abajo. De nuevo, hay que tener precaución de no sufrir una quemadura, pues el *Wehnelt* puede estar extremadamente caliente después de haber estado en operación, por lo que es recomendable esperar un tiempo razonable (10 minutos serían suficientes) antes de desmontar el *Wehnelt*. Esta operación se debe realizar siempre **con guantes limpios** (sin talco).

El equipo y herramientas que se requieren para desmontar y limpiar el cilindro *Wehnelt* son (fig 5.3- 5.5):

- ◆ Microscopio estereoscópico
- ◆ Guantes de látex (sin talco) y papel o tela libre de pelusa
- ◆ Pinzas (finas)
- ◆ Lámpara infrarroja y/o lata de aire comprimido
- ◆ Limpiador abrasivo (*Sofscrub*, pasta de diamante)
- ◆ Palillos de madera
- ◆ Hisopos (cotonetes)
- ◆ Agua destilada y etanol
- ◆ Limpiador ultrasónico
- ◆ Kit de herramientas que acompaña al microscopio



Figuras 5.3 y 4 Utensillos necesarios para el cambio del filamento.

1. Soporte del *Wehnelt*
2. Desarmador torque (estrella)
3. Herramienta para desmontar anillo del filamento
4. Filamento
5. Anillo del filamento
6. Tapa del *Wehnelt*
7. Cilindro *Wehnelt*

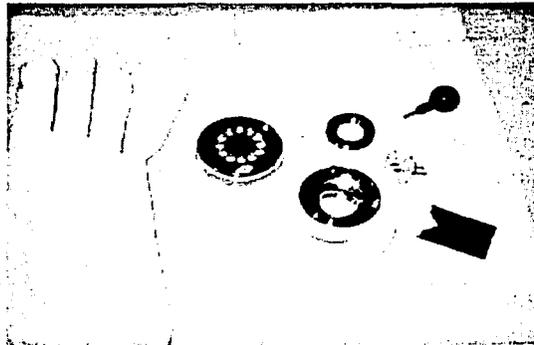


Figura 5.5 Herramientas necesarias para el cambio de filamento.

Desensamblar el cilindro *Wehnelt*: colocarlo en la base especial (de color blanco en la fig.5.5). Tomar firmemente tanto el *Wehnelt* como la base y girar la tapa 2 divisiones en contra de las manecillas del reloj, esto es con la finalidad de alejar el filamento del *Wehnelt* y disminuir así el riesgo de dañar el nuevo filamento que se vaya a colocar. Aflojar los tres tornillos torque (con forma de estrella) y girar la tapa en contra de las manecillas del reloj para desmontarla del resto del cilindro. Desmontar el anillo que detiene el filamento con la herramienta número 3 y sacar el filamento usado. Esto se podría hacer sin guantes puesto que el filamento no se utilizará más y tanto el anillo como la tapa del *Wehnelt* necesitan limpiarse de todas

maneras, sólo habría que tener cuidado de no tocar la base del *Wehnelt*, pues esta no es necesario limpiarse.

Inspeccionar el interior de la tapa del *Wehnelt* y el anillo que sostiene al filamento. Se notará una capa oscura depositada en la parte interior de la tapa y en el anillo. Esta capa es tungsteno evaporado del filamento, esto puede llegar a ser causa de inestabilidad en el haz electrónico, por lo que su limpieza es muy importante.

Limpiar tanto la tapa del *Wehnelt* como el anillo utilizando los hisopos de algodón y el abrasivo seleccionado. Las manchas difíciles de remover con los hisopos o los orificios pequeños pueden ser removidas utilizando los palillos de madera. A la hora de limpiar con los hisopos de algodón no olvidar hacerlo con movimientos circulares para evitar rayones en y alrededor del orificio de la tapa del *Wehnelt* en el proceso de pulido.

Colocar el anillo y la tapa del *Wehnelt* en un vaso de precipitados con agua destilada, colocando el anillo dentro de la tapa para evitar daños a ésta durante la limpieza ultrasónica, que durará de 5 a 10 minutos.

5.5 Resultados : Análisis y discusión

De acuerdo con los datos arrojados por la metodología explicada en el punto 5.3, por medio de una hoja de cálculo capaz de graficar los datos obtenidos por medio del software, se obtuvieron los gráficos correspondientes a las primeras 42 horas de operación de solamente un filamento cuyo comportamiento haya sido representativo en cada uno de los instrumentos en lo que el programa estuvo activado. Se eligió hacer el análisis de 42 horas debido a que en todos los casos, los filamentos "representativos" tuvieron una duración mayor, una vez más, para analizar a todos los instrumentos bajo los mismos parámetros.

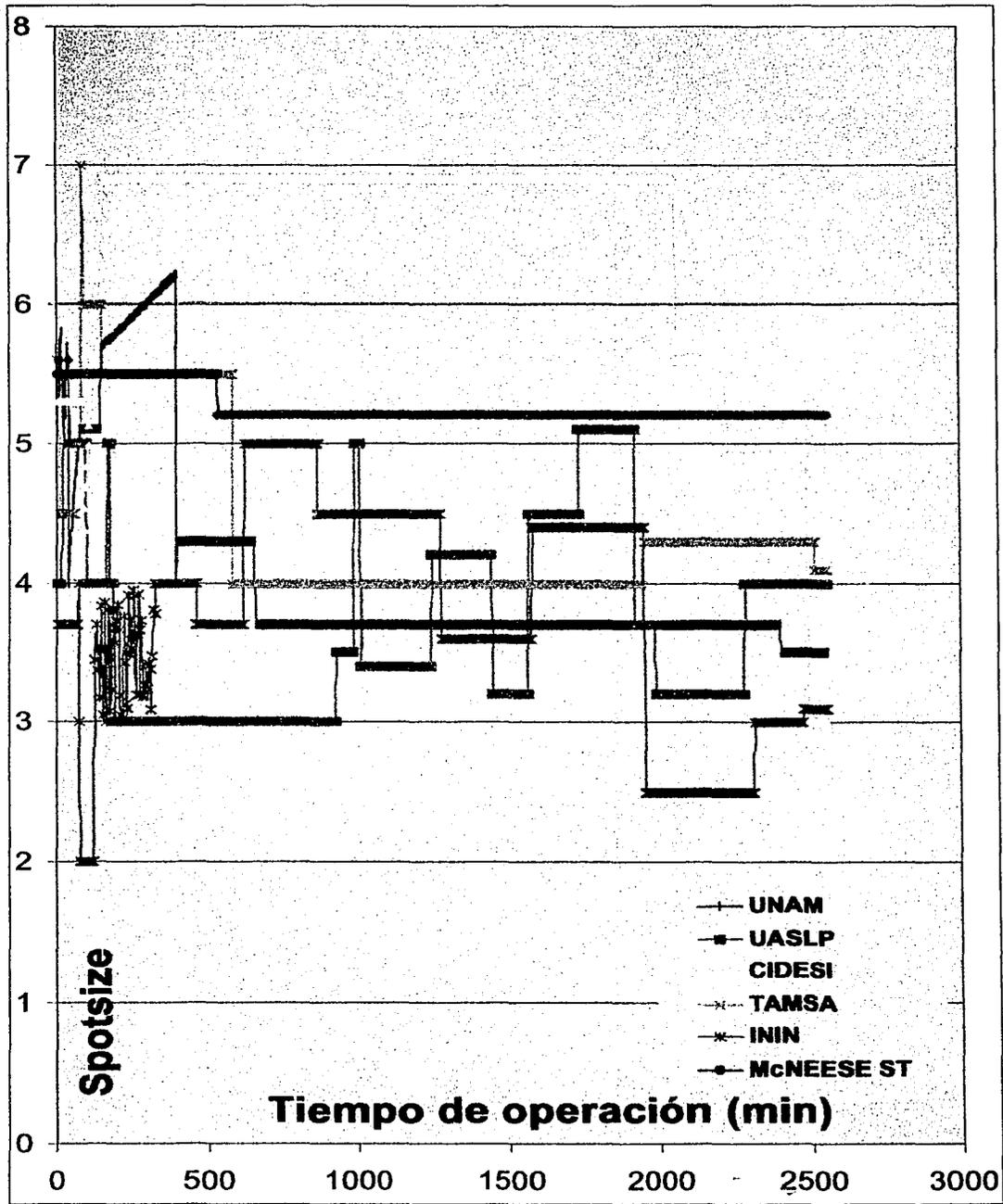


Figura 5.6 Tamaño de spot durante operación en equipos de estudio.

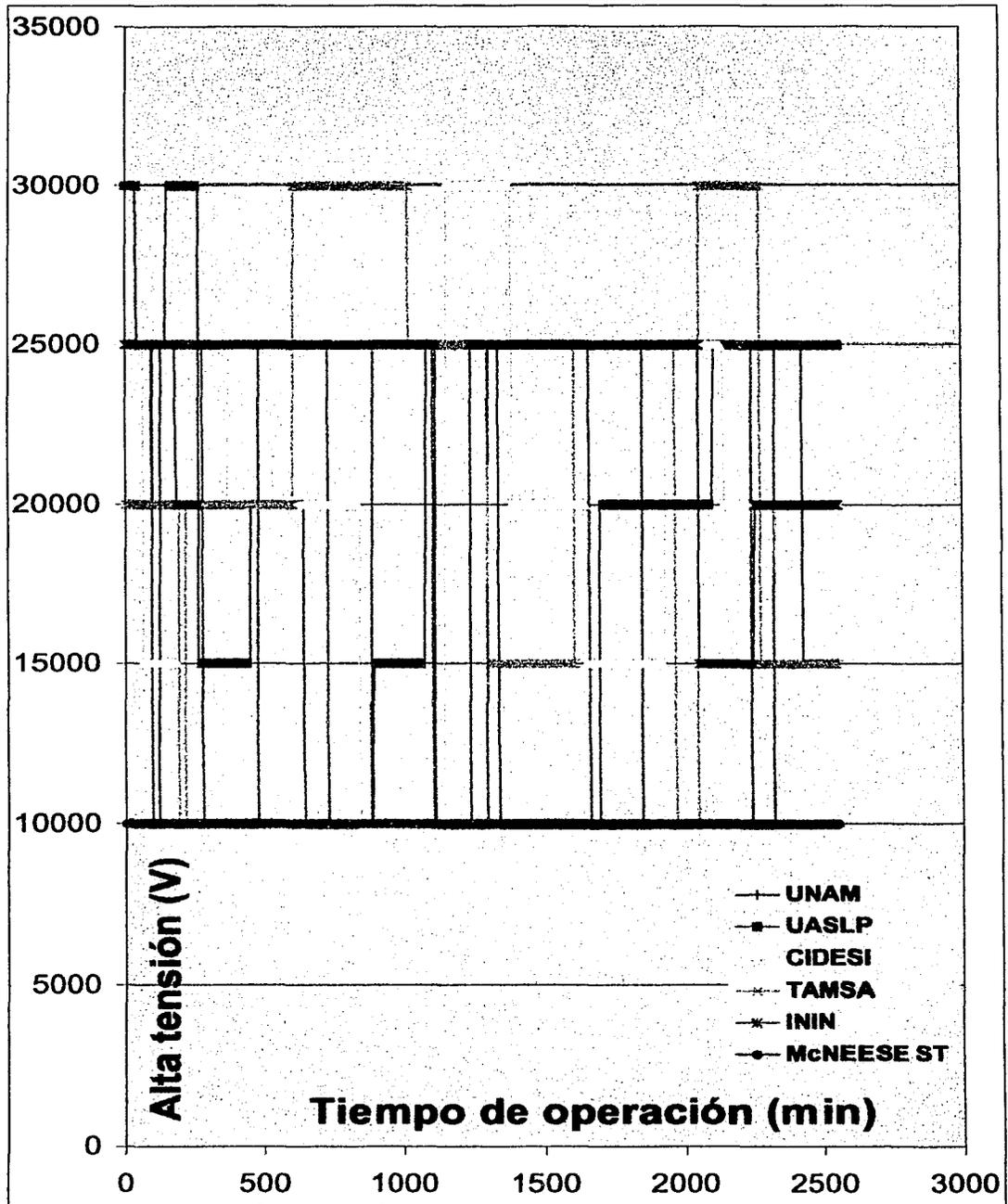


Figura 5.7 Alta tensión durante operación en equipos de estudio.

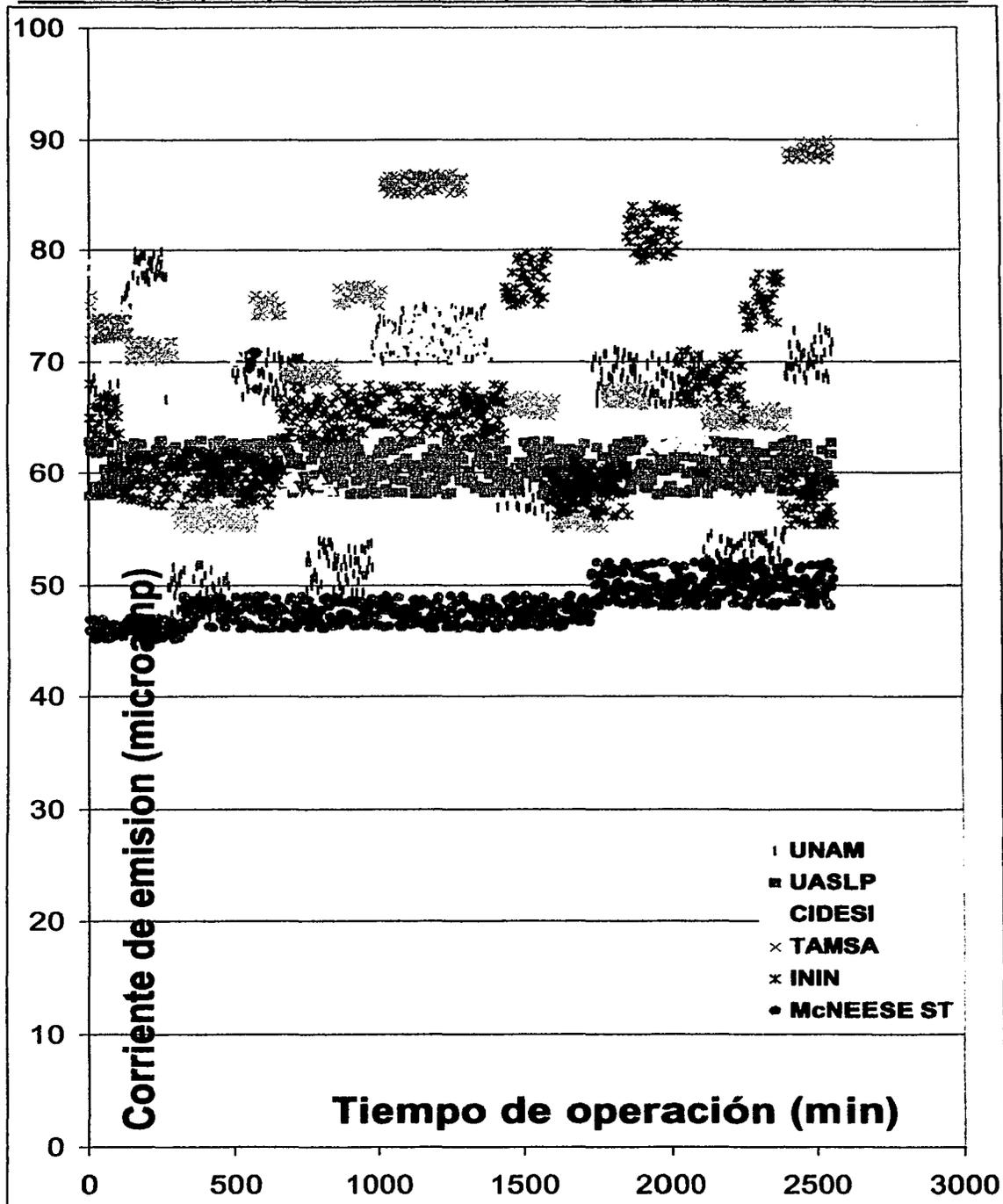


Figura 5.8 Corriente de emisión en equipos de estudio.

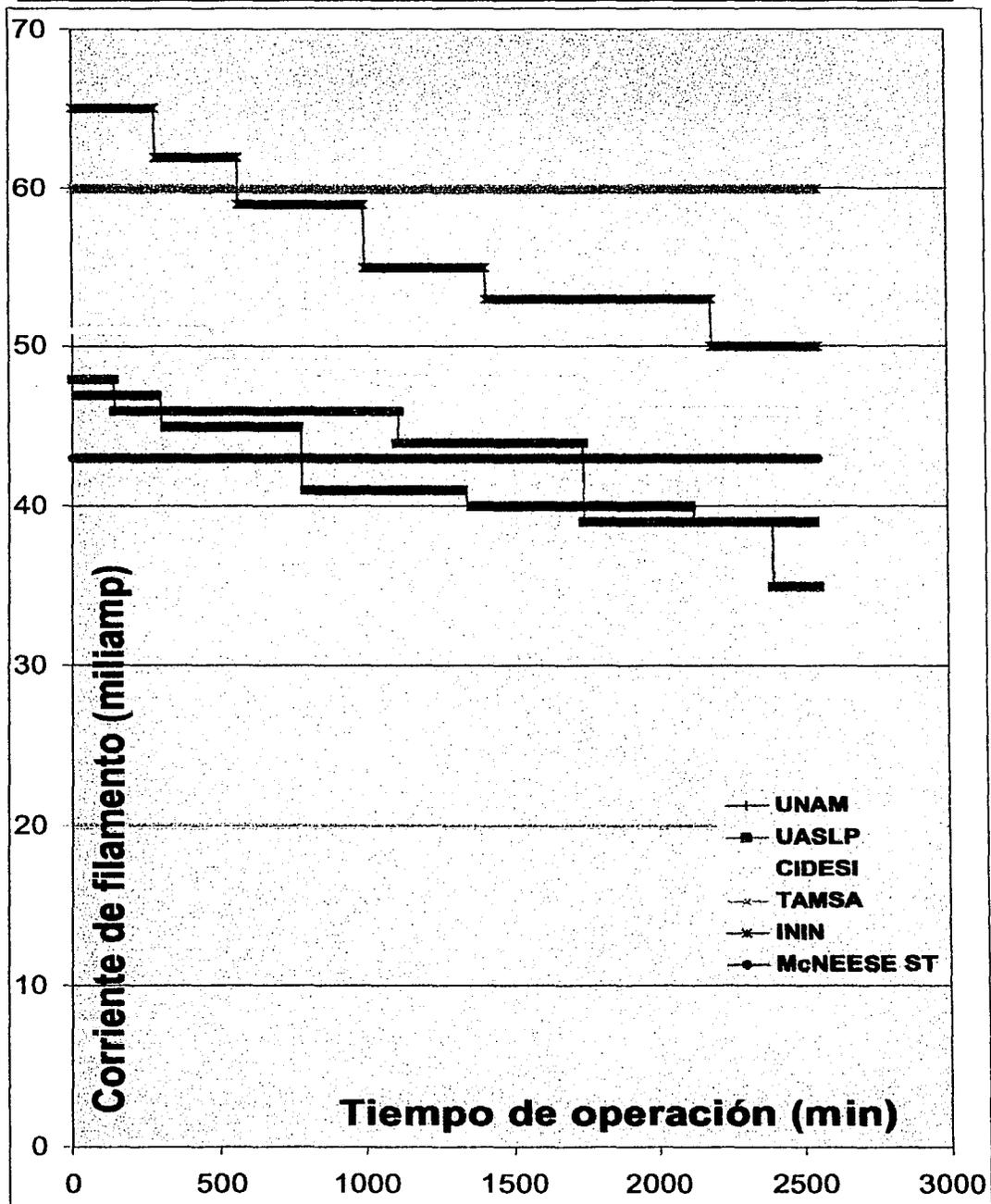


Figura 5.9 Corriente de filamento en equipos de estudio.

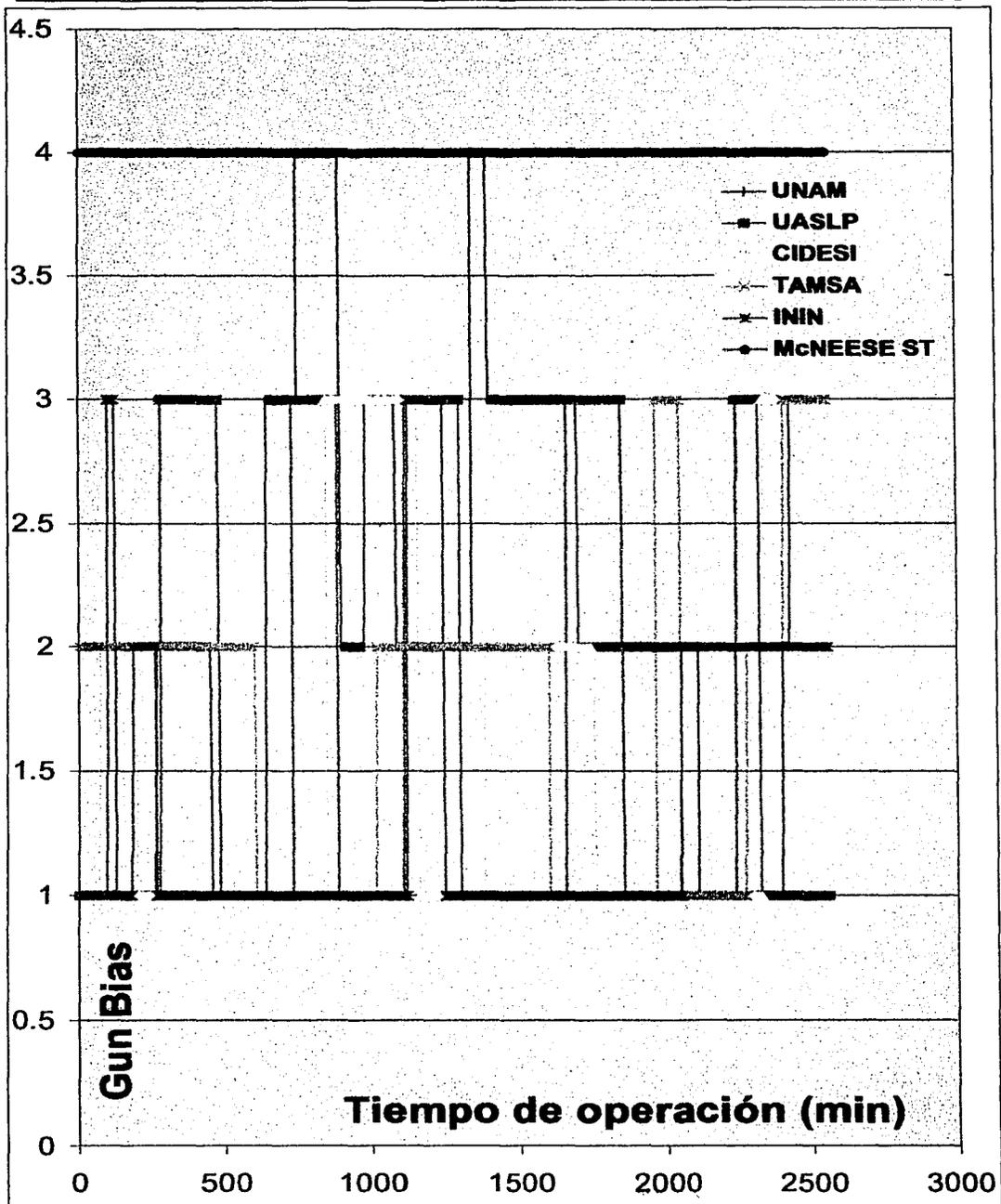


Figura 5.10 Resistor Bias en equipos de estudio.

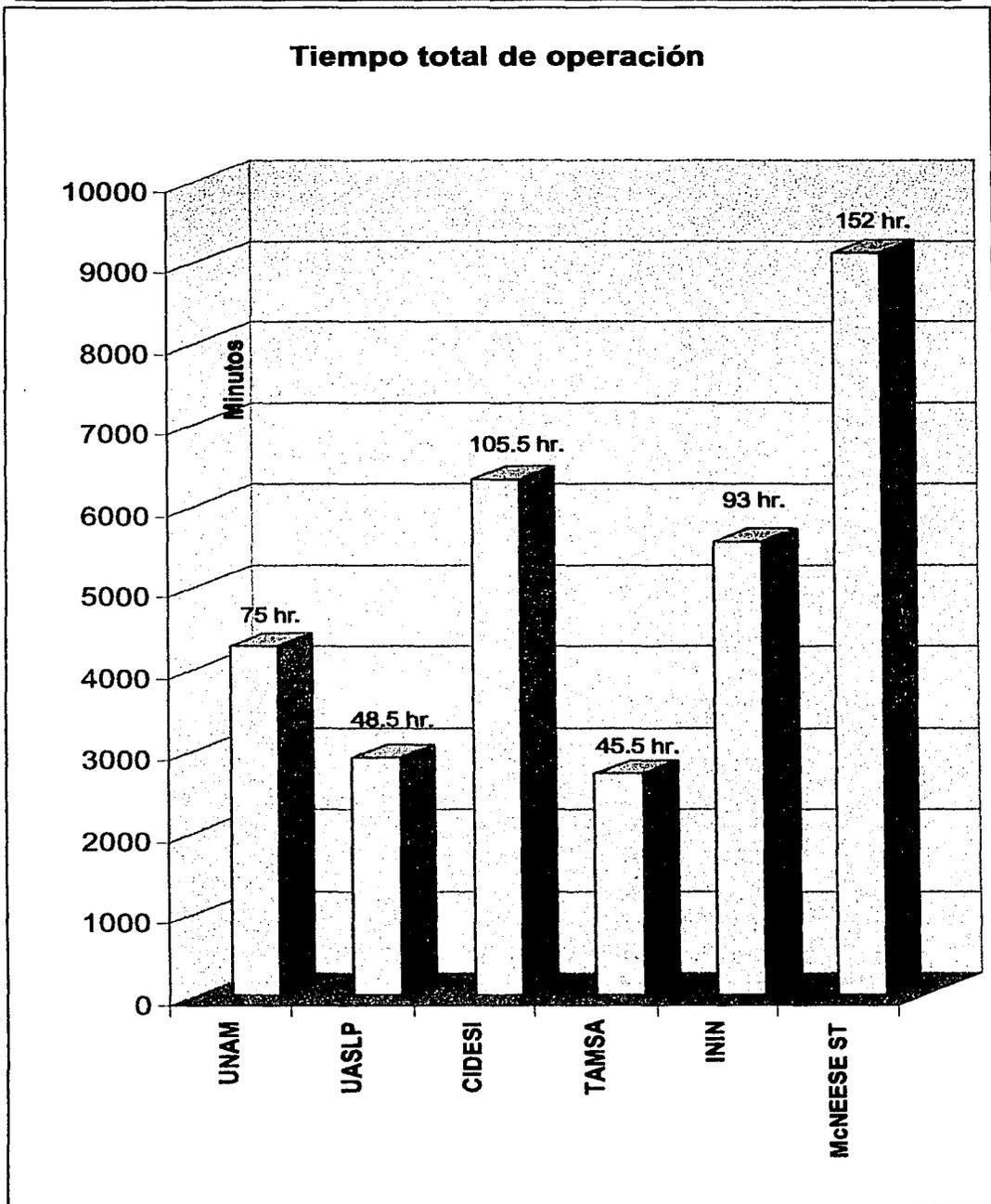


Figura 5.11 Tiempo total de operación en equipos de estudio.

Interpretación de gráficas

Para la interpretación de las gráficas 5.6 a 5.10 se utilizó el criterio mostrado en la tabla 5.1:

Factor	Resolución y EDX	Distancia de filamento	Saturación
<i>Spotsize</i>	Alto (4 a 8) = Baja resolución y/o análisis de EDX Bajo (1 a 3) = Alta resolución	Alto en mediana resolución (4 o más) = filamento alejado.	Alto en mediana resolución (4 o más) = filamento bajo en saturación.
Corriente en el filamento (I_{fi})			Alto = filamento nuevo Bajo = filamento usado Estable = Sin corrección de saturación. *No hay valores predeterminados para alto y bajo pues cada filamento es diferente
Alta Tensión (HT)	Alto ($kV \geq 15$) = Muestras metálicas o recubiertas Bajo ($kV < 15$) = muestras no conductivas Variable = análisis EDX		Cambia a distintos valores de HT
Corriente de emisión (I_{em})		Alta ($I_{em} \geq 85 \mu A$) = filamento muy cerca o <i>bias</i> alto Baja ($I_{em} < 40 \mu A$) = filamento alejado o <i>bias</i> bajo, NO análisis EDX. Variable = cambio de HT y/o I_{fi} , <i>Autobias</i> desactivado	
Resistor del cañón electrónico (<i>bias</i>)	Alto (3 a 6) = baja HT Bajo (1 a 3) = alto HT	Referirse a tabla 5.2	Cambia a distintos valores de <i>bias</i>

Tabla 5.1 Guía para la interpretación de gráficas.

Análisis de la distancia del filamento:

Según datos proporcionados por el fabricante, las condiciones que se deben alcanzar después de colocar un filamento nuevo en el cilindro *Wehnelt*, teóricamente colocado a 0.2 mm de la tapa de éste último se encuentran en la tabla 5.2:

KV	Bias 1	Bias 2	Bias 3	Bias 4	Bias 5	Bias 6
30	70	140	Xxxxxx	xxxxxx	xxxxxx	xxxxx
15	35	70	140	xxxxxx	xxxxxx	xxxxx
10	18	35	70	140	xxxxxx	xxxxx
5	9	18	35	70	140	xxxxx
2	Xxxxxx	9	18	35	70	140
1	Xxxxxx	xxxxxx	9	18	35	70

Tabla 5.2 Valores de emisión en distancia ideal.

De existir diferencias en la corriente de emisión, significa que el filamento no ha sido colocado a la distancia adecuada. En caso de ser mayor la corriente a la recomendada, significa que el filamento está más cerca de lo debido y viceversa.

Del análisis de las gráficas se concluye que TAMSA y McNeese State fueron colocados a más de 0.2 mm, que UNAM y CIDESI fueron colocados a menos de 0.2mm, en tanto que el ININ y UASLP fueron el único en estar colocado a la altura recomendada.

Resulta inesperado el hecho de observar que en algunos casos, como TAMSA y CIDESI contradigan la afirmación de que, a más distancia, mayor duración del filamento, o inclusive a la UASLP que fue colocado a una distancia adecuada, indicando que este factor tiene peso, pero no es definitivo para la vida útil, como se pensaba en un inicio.

Análisis de la corriente a través del filamento:

Este es un análisis sencillo que indica la frecuencia con la que el usuario revisa la corriente de saturación del filamento posterior al cambio del mismo. Llama la atención que en dos de los instrumentos no se haya corregido nunca dicha corriente, TAMSA y McNeese State, lo que indica una posible sobresaturación en la vida del filamento (suponiendo que el filamento trabajó saturado desde un principio). En todos los demás casos se nota una atención a la saturación del filamento posterior a su colocación, siendo más notorio el caso del ININ que necesitó de aproximadamente 65 mA para saturarse desde nuevo y de aproximadamente 50 mA después de 30 horas de uso. Este análisis también arroja un rango de corriente dentro del cual un filamento de tungsteno nuevo puede quedar saturado, aunque no es tan estrecho como se quisiera (entre poco más de 40 mA y 65 mA), aún tratándose del mismo tipo de filamentos y del mismo tipo de equipos, aunque

también hay que hacer mención que los valores alta tensión a los cuales se satura el filamento puede influir en este valor.

Análisis de la posición del resistor del cañón electrónico:

Este valor debe estar íntimamente relacionado con la alta tensión y el valor de la corriente de emisión. De hecho, este valor debe de ajustarse para conseguir la emisión deseada para una relación señal/ruido adecuada en la imagen. Aunque existe una función dentro del software del microscopio que permite que la computadora "decida" el valor adecuado, no siempre se comportará de una manera perfecta e inclusive puede ser desconectado de manera voluntaria o involuntaria. Esto se define principalmente por la corriente de emisión que será controlada en el menor rango posible. Con esto se puede afirmar que en el caso de **UASLP** y **McNeese State**, la corriente, al mantenerse en un rango pequeño, tenga una mayor probabilidad de incrementar la vida útil del filamento. Caso contrario de **TAMSA**, que muestra un rango muy amplio de corriente de emisión, indicativo que no se puso mucha atención a este valor. En los demás casos se presentan comportamientos similares al instrumento de **TAMSA**, aunque sin ser tan amplios los rangos de corriente de emisión.

Análisis de la estabilidad eléctrica sobre el filamento:

La estabilidad eléctrica no solamente se refiere a la alimentación general del equipo que, definitivamente tendría repercusiones sobre la vida del filamento. Sin embargo, no es del interés de este trabajo este tipo de variaciones que no solamente podrían acortar la vida del filamento sino del instrumento en general al afectar las fuentes de voltaje y los motores eléctricos como lo pueden ser las bombas de vacío.

El análisis de la estabilidad se refiere a la alta tensión a la que el filamento está expuesto durante la operación. Con esto se pretende encontrar una relación entre los cambios de voltaje y la vida útil del filamento.

Instrumento	Rango kV	Valor kV más común	% tiempo en Valor más utilizado
CIDESI:	10-30	20	55%
ININ:	10-30	25	85%
TAMSA:	15-30	15, 20, 30	N/A
UNAM:	10-30	25	30%
McNeese State:	10	10	100%
UASLP:	10-25	25	80%

Tabla 5.3 Alta tensión en los equipos de estudio.

Análisis de las necesidades de corriente sobre la muestra durante la operación:

Este es principalmente un análisis del factor *spotsize* que, aunque este parámetro es controlado por el usuario y es independiente a todo lo relacionado con la generación

del haz electrónico y la alta tensión, es importante pues es un claro indicador de la función del instrumento. Esto es, si se está realizando una función de imagen, qué tipo de imagen, o bien, un estudio de microanálisis por medio de rayos X y con qué frecuencia se realiza cada uno de estos análisis.

En el caso de observar frecuentemente valores del *spotsize* en los extremos de su rango (1,2,5,6) significa que la aplicación requiere de una gran corriente de emisión, aunque para diferentes propósitos. En el caso de estar en el rango inferior, esto es los valores 1 y 2, esto quiere decir que se está requiriendo una imagen de medianos a altos aumentos o de alta resolución. Por el contrario, si se encuentra en los valores 5 o mayor es muy probable que se trate de un análisis químico por medio del detector de energía dispersiva (EDX).

En el caso de encontrarse en los valores cercanos a 3 y 4 indica que no se le está solicitando mucho al instrumento y que aumentando la distancia del filamento con respecto a la tapa del cilindro *Wehnelt* para incrementar la vida útil del filamento es una técnica válida.

Instrumento	Rango <i>spotsize</i>	% tiempo en Valor más utilizado	Posibilidad de alejar el filamento
CIDESI:	3.0 - 7.0	80 (7.0)	No
ININ:	2.5 - 5.0	95%	Si
TAMSA:	4.0 - 6.0	80% (4.0)	Si*
UNAM:	3.7 - 6.2	80% (3.7)	Si
McNeese State:	5.0 - 5.5	95%	Si*
UASLP:	3.0 - 5.0	95%	Si

*El filamento se encontraba alejado, como se encontró en el análisis correspondiente
 Tabla 5.4 *Spotsize* en equipos de estudio.

Con base en lo anterior se concluye que, aunque se conoce que en ININ, Tamsa, UNAM y UASLP se cuenta con un detector EDX y se utiliza de manera cotidiana, si así se desea se puede intentar el colocar el filamento un poco más alejado de lo normal y aún así poder trabajar de manera adecuada, aunque esto signifique trabajar un poco más con los parámetros del instrumento para obtener los mismos resultados. Esto se puede observar en el caso de McNeese State, que aunque se sabe que no cuenta con el sistema EDX, sus imágenes se obtienen a un tamaño de *spot* ligeramente mayor al que podría esperarse si se colocara el filamento a 0.2mm.

Capítulo 6 Conclusiones y recomendaciones:

Posterior al análisis de los tipos de muestra y los voltajes con los que se opera el microscopio electrónico de barrido, se muestra la siguiente tabla como una guía general para aquellas personas con limitada experiencia que incursionen en la técnica de microscopía de barrido:

Tipos de muestra/Voltaje de operación.	200	1	2	3	4	5	10	15	20	25	30	
	Volt	kiloVolt										
	← Bajo Voltaje →			← No conductiva →				← Conductivas →				
							← Recubrimiento Au →					
											← Análisis EDX →	
Metálicas												✓
No metálicas												
Madera												✓
Papel	← ✓ →											
Pintura	← ✓ →											
Cerámicos												✓
Rocas												✓
Óxidos metálicos												✓
Silicio												✓
Vidrio												✓
Semiconductores	← ✓ →											
Plásticos												✓
Hules												✓
Fibras												✓
Textiles												✓
Resinas												✓
Biomédicas												✓
Deshidratadas (ambiente)												✓
Fijas												✓
Deshidratadas @ punto crítico (CPD)												✓
Deshidratadas por congelamiento												✓
Tejidos	← ✓ →											
Plantas	← ✓ →											
Insectos	← ✓ →											
Polvos	← ✓ →											
Químicos												✓
Rocas												✓
Plásticos												✓

Tabla 5.5 Rangos de voltaje para distintos tipos de muestra.

Después de haber analizado los resultados correspondientes a cada uno de los instrumentos y su relación con el tema de este trabajo, la vida útil del filamento, así como las necesidades de operación por parte de los usuarios, se presenta la tabla 5.6 con necesidades y acciones a tomar para cada uno de los casos:

Cliente/Muestras	Alta resolución	Mediana o Baja resolución		Con análisis de rayos X	Sin análisis de rayos X
Con tiempo	0	3		2	3
Sin tiempo	0	2		1	2
Interesado en vida de filamento	2	3		3	3
No interesado en filamento	0	1		0	1
Un usuario	1	2	2	3	3
Múltiples usuarios	0	0	1	1	1
Un solo tipo de muestras	1	3		2	3
Varios tipos de muestras	0	1		0	1

Tabla 5.6 Peso de factores dependiendo uso del equipo.

La idea de dar valores a cada una de las situaciones de análisis es el hacer una evaluación objetiva por medio de la suma de puntos de todas las características de un determinado cliente, para que se tomen las medidas pertinentes dependiendo del rango de puntos en el que se encuentren.

La forma de sumar los puntos es eligiendo una de las cuatro opciones para cada caso hasta completar la suma de las 12 subcategorías de las que se compone la tabla 5.6.

El máximo puntaje es 36 y el mínimo es 5.

Número de puntos	Recomendación(es) a aplicar
5-15	III
16-25	II,III
26-36	I,II,III

Tabla 5.7 Recomendaciones dependiendo el uso.

6.1 Recomendación I a la solución del problema:

Se ha observado a lo largo de este estudio que una de las causas principales del problema de una corta vida útil del filamento de tungsteno se debe al “desplazamiento” del punto de saturación de éste a niveles de corriente eléctrica cada vez más bajos. Esto trae como consecuencia que el filamento trabaje un gran porcentaje de su vida en niveles de sobresaturación que, como ya se ha discutido, no produce mas que inconvenientes.

En la instalación de cada uno de los instrumentos se enseñó a los usuarios a saturar el filamento después de realizar el cambio de éste, alinear el equipo y revisar de nuevo la imagen de saturación. Generalmente, después de la alineación del equipo (proceso que normalmente tarda entre 20 y 30 minutos) los usuarios encuentran que su punto de saturación ahora se encuentra por debajo del que se había establecido. Después de ajustar por segunda ocasión la corriente del filamento, se debería activar un botón en el menú del haz electrónico titulado *Fil lim.*, cuya función es doble:

- 1) No permitir al usuario sobrepasar ese valor de corriente en el filamento mientras esté activado y
- 2) Utilizar ese mismo valor de corriente en el filamento al reencender el haz electrónico después de haberlo apagado o desactivado (ventilación de la cámara, final del análisis, final del día, etc.)

Lo anterior no significa que se haya saturado el filamento de una manera incorrecta la primera vez, sino que el filamento se ha desgastado por ese período y al ser más delgado después de este periodo, necesita de menos corriente para alcanzar la saturación.

Este es un fenómeno del cual se ha estado consciente desde el inicio del estudio, de ahí la razón de indicarle al usuario la activación del *Filament. Limit.* posterior a la alineación del instrumento. Lo anterior se debe a que el filamento sufre de un desgaste más severo durante las primeras horas de uso y la acción de activar el

Filament. Limit. después de la alineación y hasta el fin de la vida del filamento es un compromiso razonable entre la vida útil y el tiempo ahorrado.

En términos de la vida del filamento, lo ideal sería saturar el filamento cada vez que el microscopio se ha de utilizar, esto es, saturar el filamento cada ciclo. Esto resulta ineficiente por lo que se propone la saturación cada 10 ciclos de bombeo para el caso de filamentos nuevos y diariamente para filamentos desgastados. El usuario se irá percatando del momento en que un filamento no necesita saturarse cada 10 ciclos de bombeo, por el hecho que la corriente de saturación no cambiará después de éstos, en este momento se puede cambiar a cada 5 ciclos, situación que con el tiempo y la práctica podrá determinar con mayor facilidad (revisar puntos 4.9 y 4.10 de este trabajo).

Esta técnica tiene sus ventajas:

- El filamento tendrá la mayor vida útil posible.
- Se puede aplicar independientemente del uso del equipo (alta o baja resolución).
- Sin costo económico alguno.
- Mayor conocimiento del equipo por parte del usuario.

Este último punto resulta de importancia por el hecho que, con el paso del tiempo, el usuario podrá tener mayor confianza con el instrumento, así como la posibilidad de determinar algún posible daño en el equipo o percatarse de un error humano. En cualquiera de los dos casos se gana. Por un lado, la información proporcionada por el usuario aceleraría una reparación; por el otro, darse cuenta del error y no volver a cometerlo y comentarlo con los demás usuarios, si fuera el caso.

Existen inconvenientes de aplicar la técnica discutida en párrafos anteriores: el consumo de tiempo para saturar el filamento. Un usuario experimentado puede saturar un filamento en dos minutos, mientras que un usuario promedio lo hará en 5 minutos aproximadamente. Esto puede resultar tedioso y aparentemente inútil, situación que conllevaría a la no aplicación de la técnica.

6.2 Recomendación II a la solución del problema:

Esta propuesta va más encaminada a cada instrumento y va a depender de la magnificación de trabajo, así como de la frecuencia y la importancia del análisis de rayos X por medio del EDS.

La idea es colocar el filamento a una distancia lo más alejada posible de la tapa del *Wehnelt* para no crear tensión excesiva en el filamento y obtener imágenes aceptables. Este término no debe entenderse como un sacrificio de la calidad en las

imágenes a obtener por el hecho de tener un haz menos capaz en términos generales, simplemente no se necesita la máxima capacidad del filamento y el instrumento. El propósito se consigue pero a un precio elevado y precisamente es lo que se pretende evitar.

La distancia que se recomienda para esta técnica es de 5 marcas o más del cilindro *Wehnelt* al alinear mecánicamente el filamento con éste. Esta distancia se entiende como el número de marcas que la tapa del cilindro *Wehnelt* se encuentra alejada del filamento, pues éstas se empiezan a contar desde que se encuentran el filamento y la tapa al mismo nivel. Hay que tener en cuenta que cada una de las marcas en el cilindro *Wehnelt* acercarán o alejarán el filamento 0.05mm.

Entre más alejado se encuentre el filamento, menos electrones bajarán hacia la columna del microscopio (menor corriente de emisión), situación que permitirá trabajar hasta 15,000 aumentos aproximadamente de una manera aceptable y fácil. Es posible conseguir buenos resultados a mayores ampliificaciones, pero el tiempo que hay que invertir es mayor que en las condiciones de máxima resolución del equipo. La corriente de emisión rondará entre 45-50 μA . La opción de *Autobias* deberá permanecer desactivada.

Ejemplo:

En el microscopio XL20 de la Universidad de McNeese State se observan muestras biológicas exclusivamente y no cuentan con un sistema EDX. Este es un caso extremo en el que se puede aplicar esta solución el 100% del tiempo dadas las condiciones requeridas para la observación de sus muestras que son bajo voltaje (para evitar la carga electrostática) y las bajas magnificaciones requeridas para las estructuras que en esta institución se estudian, que siempre se encuentran por debajo inclusive de 10 kX.

Un trabajo de alta resolución utilizará más electrones para crear su imagen (mayor corriente de emisión), pero sobre todo que esos electrones se encuentren muy cerca uno del otro, en lo que se denomina un haz coherente.

Se necesitará colocar el filamento en el cilindro *Wehnelt* aproximadamente entre 3 y 4 marcas de distancia.

La corriente obtenida con estas condiciones rondará los 90 - 100 μA .

Esta técnica se deberá combinar con el uso de la función de *Autobias* para ser capaces de controlar la emisión sin necesidad de extraer el *Wehnelt* del cañón.

6.3 Recomendación III a la solución del problema:

No hay que perder de vista el propósito de este trabajo. El principal problema por el cual se requiere tener más control sobre la vida útil del filamento es por costo: una parte del costo dada por el filamento en sí y la otra por el tiempo que se consume al realizar el cambio del filamento. Para la primera parte es que se ha desarrollado todo un estudio de factores que ayuden a mejorar la vida de dicho filamento. Sin embargo no existe aún el filamento que no se rompa y cuando llega el tiempo del reemplazo la detención de productividad del instrumento resulta inevitable. Se pensó en cómo poder reducir el tiempo muerto del cambio de filamento y se llegó a la conclusión que el cambio de filamento tendría que realizarse de una manera expedita y por una sola persona que tuviera mucha experiencia en realizar el trabajo, tener todos los materiales de reemplazo y limpieza preparados para que, en un período de 30 minutos el instrumento volviera a ser productivo. Otra posibilidad consiste en la adquisición de un segundo cilindro *Wehnelt*. Con esto, el tiempo de cambio de filamento se reduce de 30 minutos a un ciclo de intercambio de muestra que es de aproximadamente 5 minutos. Además de la clara ventaja en cuanto a tiempo se tiene la ventaja que, sin tener prisa por limpiar y volver a trabajar, el cambio de filamento se realiza con mayor cuidado y meticulosidad, situación que acarrea aún más ventajas para fines de contaminación, daño mecánico, etc. Ciertamente, el cambio de filamento es inevitable pero se puede realizar en una ocasión más pertinente para el operador y no distrayendo su atención de los análisis por tener que limpiar las piezas del *Wehnelt*.

Hay otra razón válida para pensar en la adquisición de un segundo cilindro *Wehnelt*: el tipo de aplicación a trabajar. Esto es, en el caso de un instrumento que su trabajo cotidiano consista en obtener imágenes a bajos y medianos aumentos y en ocasiones realizar un trabajo de microanálisis (donde es necesaria una cantidad mayor de corriente sobre la muestra), uno de los dos cilindros *Wehnelt* puede quedar preparado a una distancia tal que permita obtener imágenes aceptables y el otro para una emisión electrónica óptima con fines analíticos.

Los USD \$4,000 del costo de un cilindro *Wehnelt* pueden parecer excesivos a primera vista pero haciendo un simple cálculo económico se puede comprobar que no es así:

Una hora de uso de microscopía está valuada en USD \$250 aproximadamente. (Se está hablando de uso del instrumento exclusivamente, no de honorarios por concepto de análisis de imagen y/o microanálisis, lo cual eleva el costo considerablemente)

Si se toma en cuenta el promedio de vida del filamento el promedio de todos los instrumentos analizados se tiene que cada filamento tendría una vida de 86.5 horas.

Suponiendo que el equipo trabaja 8 horas diarias, el filamento se reemplazaría cada 2 semanas y media (2.5). Cada cambio de filamento "normal" tendría un costo de USD \$125 al no utilizar media hora para análisis sino para limpiar y reemplazar el filamento. Por tanto, para cubrir el costo del filamento se tiene:

$$\frac{4000 \text{ USD} * 2.5 \text{ semanas}}{125 \text{ USD}} = 80 \text{ semanas}$$

Alrededor de año y medio de operación del instrumento se necesita para justificar esta inversión, considerando que es lo único que se puede cuantificar directamente, pues de manera indirecta también se mejora la vida del filamento por los mejores cuidados al reemplazarlo.

Glosario

Aberración: La desviación en un sistema óptico que impide que la imagen sea perfecta debido a imperfecciones en las lentes y/o por la no uniformidad del haz electrónico.

Aberración esférica: aquel tipo de aberración en la cual la magnificación en el centro de la lente difiere de la magnificación en los extremos.

Apertura: es un disco de metal con un orificio pequeño en el centro cuya función es detener aquellos electrones que no sean requeridos para la formación de imagen.

EDX: *Energy dispersive X-ray spectrometry*, también conocido como EDS, consiste en medir la energía de los rayos X provenientes de la interacción del haz de electrones con la muestra, siendo estos rayos X característicos de cada elemento. Es un método rápido para determinar a grandes rasgos la composición de la muestra analizada. Tiene la ventaja de poder realizar análisis cuantitativos de cada uno de los elementos presentes en la muestra.

WDX: *Wavelength dispersive X-ray spectrometry*, también conocido como WDS. A diferencia del EDX, el WDX es capaz de medir la longitud de onda de los rayos X, siendo un método mucho más efectivo para determinar la composición de la muestra. La ventaja del WDX frente al EDX es su mayor resolución, permitiendo distinguir claramente un elemento de otro. La desventaja de este método es que solamente se puede analizar un elemento a la vez, por lo que se debe de tener una idea de lo que se encuentra en la muestra.

Tabla comparativa entre el EDX y el WDX

Característica	EDX	WDX
Resolución	140 eV	5 eV
Tiempo de colección	Minutos	Decenas de minutos
Artefactos espectrales.	Picos de escape, sobreposición de picos, interferencia de electrones, absorción de la ventana	Despreciables.
Tamaño de muestra mínimo	Aprox. 2000 Å	Aprox. 50 Å
Rango de colección	Elemental	Todo el espectro
Costo aproximado	60,000 USD	1 10,000 USD

Tabla G1 Comparativa EDX vs. WDX.

Onda: Es un proceso que implica la propagación o transferencia de energía debido a una perturbación física sin que haya transferencia de materia.

Corpúsculo: cuerpo extremadamente pequeño.

Fotón: Partícula luminosa.

Longitud de onda: es un término utilizado para describir a las ondas y es la distancia entre partículas adyacentes que estén en fase o, dicho de una manera más sencilla, es la distancia entre dos valles o dos crestas de una onda.

Uno puede preguntarse que podría significar la longitud de onda en la luz, si ésta está formada por partículas llamadas fotones. Es posible que partículas separadas, fotones en el caso de la luz visible y electrones en nuestro caso, tengan longitud de onda, esto es debido a que ambos tipos de partículas presentan un "comportamiento dual". Se pueden considerar como partículas pero también como ondas. (fig. G1)

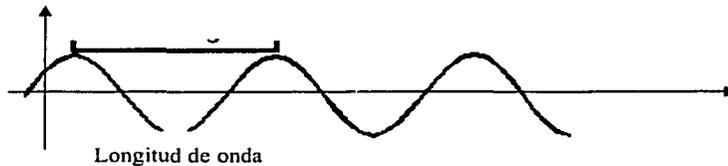


Figura G1 Concepto de longitud de onda.

Eucentricidad: Este término denomina a la distancia entre la apertura final del microscopio y un punto en la superficie de la muestra en la cual al girar la muestra (tilt), dicho punto sigue en la posición original. Resulta de gran importancia esta distancia, pues en los microscopios electrónicos de barrido se generan muchas señales (electrones secundarios, retrodispersos, rayos X) y en algunas ocasiones es necesario el girar la muestra para obtener la mayor cantidad de señal y obtener mejores resultados del análisis realizado. También es importante este punto para poder realizar imágenes "stereo", Geométricamente, es el punto óptimo para la óptica del microscopio, definido por el diseño de cada microscopio.

Gas: Cuerpo aeriforme a la temperatura y presión ordinarias. Sumamente compresibles.

Vapor: Gas resultado de la transformación de un sólido o un líquido por cambios en su presión y/o temperatura.

Resolución espacial: es el diámetro que presenta el volumen de interacción para cada uno de los tipos de señales con los que se puede generar una imagen. Esta resolución va a depender tanto del material, como del voltaje de aceleración y también de la señal utilizada para obtener la imagen.

Este concepto se puede ver claramente en la figura G2:

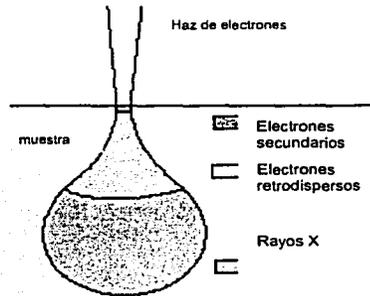


Figura G2 Volumen de interacción.

Tolerante al vacío: Esto significa que la muestra no sufrirá mayores cambios por el hecho de estar presente en un ambiente de vacío. Un pedazo de metal generalmente puede resistir dichas condiciones, un recubrimiento volátil puesto sobre dicho material y muy probablemente no lo sea. Una estructura biológica, en la que quizá algunas fuerzas internas hidrostáticas, seguramente se dañará en el momento de evacuar la cámara, inclusive antes de poder encender la alta tensión.

Conductividad eléctrica: La relación entre la conductividad eléctrica y el vacío en la cámara no es tan obvia. El haz de electrones deposita una considerable carga sobre la muestra. En materiales conductivos, la carga fluye a través del portamuestra a tierra. En materiales aislantes la carga se acumula, provocando variaciones en la emisión de electrones secundarios y, en casos extremos, deflectando al mismo haz electrónico. A este tipo de fenómenos se les llama "artefactos de carga"

Varias técnicas se han desarrollado para deshacerse de estos fenómenos en muestras no conductivas. Se dividen en dos categorías principales:

1. Recubrimientos conductivos:

Aplicando una delgada capa de recubrimiento conductivo provee de un camino fácil a los electrones de la muestra a tierra, disipando los campos eléctricos locales provocados por cargas (electrones) acumulados. Un recubrimiento pesado, como lo puede ser una capa de oro, puede mejorar notablemente la relación señal/ruido y también se puede notar una aparente mejora en la resolución. Sin embargo, en la

mente de un investigador queda la duda si ese recubrimiento de su muestra la habrá alterado de alguna manera o, siendo más estricto, lo que se llega a ver es un recubrimiento de la muestra y no la muestra en sí, por lo que no se puede afirmar en todos los casos que sea de utilidad y que provee siempre información correcta el método.

2. Balance de la carga reduciendo el voltaje.

El segundo método consiste en conseguir un balance entre la carga depositada en la muestra por el haz electrónico y la carga emitida por la muestra como varias señales. El balance es una función del voltaje de aceleración, la composición de la muestra y la topografía local. Este método requiere generalmente voltajes de aceleración entre unos cuantos cientos de volts y hasta 2kV. Además, como el balance es función de la composición local de la muestra y de su topografía, es difícil alcanzar una buena imagen en todo el campo de visión. Por si esto fuera poco, el microanálisis de la muestra se complica, pues a bajos voltajes de aceleración se tiene que recurrir a medir señales de rayos X con líneas L y M muy complejas.

Amigables con el vacío: Esto también tiene que ver con la degradación de la muestra, pero visto desde otro punto de vista. Al ser tolerante con el vacío, significa que la muestra no se degradará de tal manera que puedan ser observadas sus características bajo un haz electrónico. Al ser amigables con el vacío significa que la degradación que pueda sufrir la muestra por la interacción haz-muestra no desprenda gases (outgassing) que provoque:

1. Deterioro del vacío: las fuentes de iluminación necesitan de un vacío para poder operar adecuadamente y sin que se dañen. Al desprenderse moléculas de la muestra, estas moléculas tienen que ser removidas de la cámara por medio de las distintas bombas con las que está equipado el microscopio, elevando la presión en la cámara y/o columna momentáneamente. Puede darse el caso que esta presión se eleve tanto que se exceda el límite de operación del filamento, provocando una falla que puede ir desde el depósito de moléculas extrañas en el filamento (con la consecuente pérdida de brillo e inestabilidad), hasta la ruptura repentina de éste.
2. Contaminación de la columna: de las partículas que se desprenden de la muestra, algunas pueden llegar a ser removidas por las bombas, otras se quedan adheridas a las paredes tanto de la cámara como de la columna del microscopio, siendo en esta situación donde se provocan problemas de astigmatismo en la imagen.

Astigmatismo: Es la pérdida de simetría del haz en los planos sagital y meridional, provocando imperfección en la imagen al enfocarse el haz en planos diferentes. Se puede identificar este efecto si debajo del punto de foco se alarga la imagen en una dirección perpendicular a aquella generada por encima del punto de foco. Esto se puede corregir con unas lentes diseñadas para este fin, asociadas a la lente objetiva en el caso del microscopio electrónico de barrido.

Saturación: Para explicar este fenómeno se puede tomar el ejemplo de un vaso con agua al que se le va agregando azúcar, ésta se disolverá en el agua y la hará más dulce, pero sólo hasta cierto punto, después de éste por más que se agregue azúcar ésta conservará su forma original, no podrá disolverse y no podrá endulzar más el agua. A este fenómeno se le llama precisamente saturación del agua y se enseña a nivel secundaria. Este fenómeno de saturación se encuentra en muchos lados de la vida diaria (baterías recargables, relojes de cuerda, etc.). Si se analizan cada uno de estos ejemplos se llegará a la conclusión que después del punto de saturación no sólo no se mejoran las propiedades, sino que en muchos de los casos hasta resultan contraproducentes y/o dañino el sobrepasar el punto de saturación, no siendo los filamentos de los microscopios electrónicos la excepción. Quizá el fenómeno de la saturación es el mejor ejemplo tangible de que todo con exceso es malo.

Bibliografía

Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry
5a. edición, Vol. B6.
Editorial VCH, Weinheim, Alemania, 1994

All you wanted to know about electron microscopy... but didn't dare to ask
Eindhoven, Holanda, 1999.

Otten, Max

What is a TEM?

Publicación electrónica, Eindhoven Holanda
<http://www.feicompany.com/support/tem/index.htm>
Agosto, 1998.

Chomel, Philippe.

El Microscopio Electrónico de Barrido. El Instrumento y sus funciones.
1990.

Goldstein.

Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis, A text for Biologist, Materials Scientists, and Geologists
Ed. Plenum, New York 1990

Watt, Ian M.

The principles and practice of electron microscopy
Cambridge University Press, 1997.

The Philips XL-SEM Basic Course
Eindhoven, Holanda, 1993

K. Sujata, Hamlin M. Jennings

Advances in Scanning Electron Microscopy
MRS Bulletin, March 1991

K.-R. Peters, L.A. Firstein, A. Noz,

Environmental SEM and Conventional SEM Imaging of Electron-Sensitive Resist: Contrast Quality and Metrological Applications
Microelectronic Engineering 17 (1992), pp. 455-458

K.-R. Peters,

Principles of Low Vacuum Scanning Electron Microscopy,

Molecular Imaging Laboratory,

Biomolecular Structure Analysis Center, University of Connecticut, Farmington, CT

Danilatos, G.D. , and Robinson, V.N.E.

Principles of scanning electron microscopy at high pressures.

Scanning 2:72-82.

Danilatos, G.D. (1981b)

Design and construction of an atmospheric or environmental SEM (part 1).

Scanning 4:9-20.

Danilatos. G.D. (1983b)

A gaseous detector device for an environmental SEM.

Micron and Microscopica Acta 14:307-319.

Klaus-Ruediger Peters,

Introduction to the Technique of Environmental Scanning Electron Microscopy,

Molecular Imaging Laboratory, Dept. of Radiology Biomolecular Structure Analysis

Center, University of Connecticut Health Center, Farmington, CT

Danilatos, G.D. (1992c)

Secondary-electron imaging by scintillating gaseous detection device.

Proc. 50th Annual Meeting EMSA (Ed G.W. Bailey, J Bentley and JA Small), San Francisco Press, San Francisco:1302-1303.

P.J.R Uwins

ESEM: Environmental Scanning Electron Microscopy

(1994) Materials Forum v18 p51-75

V. N. E. Robinson,

The SEM Examination of Wet Specimens,

SCANNING Vol. 1, 149-156 (1978).

Witzstrock Publishing House Inc., Received: July 24, 1978, Faculty of Applied Science, The University of New South Wales, P. O. Box 1, Kensington, N.S.W., 2033, Australia.

Farley, A.N., Shah, J.S., D 1990,

Primary considerations for image enhancement in high-pressure scanning electron microscopy.

Electron beam scattering and contrast, Journal of Microscopy, V 3, P 379-88

Sayer, M., Nolan, P., Hansson, C.M., D 1993,

Scanning Electron Microscopy Without Pain – the Environmental SEM,

Canadian Ceramics Quarterly-Journal of the Canadian Ceramic Society, V 62, N 2,
P

104-105 Reprint: QUEENS UNIV, DEPT MAT & MET ENGN KINGSTON K7L
3N6, ONTARIO CANADA

Saubi, B., Venables, J.

Metal surfaces, jellium and the work function

CPES, University of Sussex, Brighton, UK. 1998-1999

<http://www.hpc.susx.ac.uk/~venables/proj/metal1a.html#sect4>

Newbury y Williams.

The electron microscope: The materials characterization tool of the millennium

Acta Materialia, Julio 1999. EEUU.

Videos incrustados en este documento:

The Oxford guide to x-ray microanalysis

2nd Edition.

Gran Bretaña 1997.