

El ININ hoy

El desarrollo de la microscopía electrónica en el ININ

Por Manuel Espinosa Pesqueira

Desde sus inicios en 1932 hasta nuestros días, el desarrollo y las aplicaciones de la microscopía electrónica han estado en constante proceso de innovación. El primer microscopio electrónico fue construido en 1939 por los investigadores Knoll y Ruska, quienes llevaron a efectos prácticos la idea de construir lentes electromagnéticas capaces de adquirir imágenes en el instrumento.

De manera general el sistema óptico de un microscopio electrónico es similar al de uno óptico. Para comenzar, ambos tienen como finalidad amplificar una región específica del espécimen para observar su morfología y topología. A grandes rasgos, para analizar muestras en ambos instrumentos se requiere de una fuente de iluminación, una lente objetiva, un porta-espécimen y una apertura condensadora. La diferencia principal radica en que el microscopio electrónico posee un sistema de iluminación formado por un haz de electrones, y para su manejo y control se requieren lentes electromagnéticas y electrostáticas, que dirigen y controlan el haz a través de la fuerza de Lorentz⁽ⁱ⁾.

Una de las ventajas de la microscopía electrónica sobre la microscopía óptica es que se pueden examinar muestras en ampliaciones, de hasta 2.5 millones de aumentos, observando no solo la morfología⁽ⁱⁱ⁾ y topología⁽ⁱⁱⁱ⁾ en superficie, sino

también revelando la estructura atómica interna de los materiales en estudio. Aunado a esto se puede realizar análisis químico elemental *in situ* a través del uso de microsondas EDX^(iv) acopladas a estos instrumentos. Sin embargo, únicamente se pueden examinar muestras sólidas o con cierto contenido de humedad, estas últimas solamente en ciertos tipos de instrumentos, debido a que los microscopios electrónicos trabajan con sistemas mecánicos que producen vacío, para que el haz de electrones tenga una trayectoria libre de moléculas de aire desde el filamento hasta su interacción con la muestra sólida.

La microscopía electrónica ha desarrollado distintas variantes e instrumentos para poder analizar diferentes tipos de muestras y así cubrir las necesidades requeridas para cada estudio. En la actualidad existen microscopios electrónicos de barrido (MEB) en sus modalidades de alto y bajo vacío. Por otro lado existen microscopios electrónicos analíticos de transmisión convencional, de ultra alta resolución^(v) y de emisión de campo^(vi). Estos últimos, con y sin correctores de aberración esférica, permiten en la actualidad obtener imágenes con resolución subatómica por debajo de 1.0 angstrom (Å), o sea, 0.000000001 metros.

En la medición de propiedades de muestras de tipo orgánico, inorgánico, convencionales y nuevos materiales se requieren muchas técnicas de análisis. Una de ellas es la microscopía electrónica

de barrido que, a través de las señales características de electrones secundarios ^(vii), retrodispersados ^(viii) y rayos-X característicos ^(ix), permite obtener información morfológica, topológica y de análisis químico elemental, por mencionar algunas.

El Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ) cuenta con laboratorios de microscopía electrónica en sus modalidades de alto y bajo vacío, transmisión y recientemente de ultra alta resolución. Por sus trabajos en ciencia básica y aplicada, así como por su capacidad para resolver problemas industriales, los laboratorios de microscopía electrónica del ININ están consideradas como una de las áreas dedicadas al análisis de materiales más importantes de México. Esta instrumentación ha contribuido al desarrollo de varias líneas de investigación que abarcan nanotecnología, análisis de patrimonio cultural, análisis de materiales no radiactivos de uso en la industria nuclear, generación de hidrógeno, sensores de radiación ionizante, análisis y determinación de la estructura de asfaltenos y maltenos en crudos mexicanos, coloides cuánticos, análisis de partículas ambientales, análisis de materiales sometidos en sistemas de corrosión bajo esfuerzo, entre muchas otras.

Los microscopios electrónicos de que dispone el ININ y las capacidades tecnológicas desarrolladas por su personal han permitido apoyar investigaciones en las que se requiere la caracterización de muestras sólidas, así como la determinación de propiedades fisicoquímicas de los materiales. A continuación se presentan algunos ejemplos.

Notas *

⁽ⁱ⁾ Fuerza de Lorentz. Es la fuerza ejercida por el campo electromagnético que recibe una partícula cargada o una corriente eléctrica.

⁽ⁱⁱ⁾ Morfología. Estudio de la forma de un organismo o sistema.

⁽ⁱⁱⁱ⁾ Topología. Estudio de aquellas propiedades de los cuerpos geométricos que permanecen inalteradas por transformaciones continuas.

^(iv) EDX. (Energy Dispersive X-ray Analysis) Técnica analítica que permite reconocer elementos químicos por medio de los rayos X generados por los propios elementos.

^(v) Microscopía de ultra-alta resolución: Varios haces difractados atraviesan la apertura de la lente objetivo.

^(vi) Emisión de campo. Son componentes electrónicos capaces de arrancar electrones de un sólido por la acción exclusiva de un campo eléctrico fuerte.

^(vii, viii y ix) Electrones secundarios, retrodispersados, rayos-X característicos. En el microscopio electrónico de barrido se hace incidir un delgado haz de electrones acelerados, con energías desde unos cientos de eV hasta unas decenas de keV, sobre una muestra gruesa, opaca a los electrones. Este haz se focaliza sobre la superficie de la muestra de forma que realiza un barrido de la misma siguiendo una trayectoria de líneas paralelas. De la interacción del haz incidente y la muestra fundamentalmente se producen *electrones secundarios* y *electrones retrodispersados*. Los primeros son electrones de baja energía (decenas de eV) que resultan de la emisión por parte de los átomos constituyentes de la muestra (los más cercanos a la superficie) debido a la colisión con el haz incidente. Los electrones retrodispersados sin embargo, son electrones del haz incidente que han interactuado (colisionado) con los átomos de la muestra y han sido reflejados. Además, los electrones incidentes excitan los átomos de la muestra y provocan la emisión de rayos X cuya longitud de onda es característica de los elementos presentes en la muestra.

* N. del E.

1. Análisis científico de patrimonio cultural

En la actualidad, el estudio científico a través del uso de técnicas analíticas de caracterización aplicadas al análisis de patrimonio cultural permite descubrir, conocer y confirmar la clase de materiales que constituyen una obra de arte, sin importar el origen y temporalidad de las mismas: pintura mural, caballete, retablos, obra prehispánica y moderna, por citar algunos ejemplos. Es importante agregar que se requiere de un grupo interdisciplinario de académicos de distintas áreas que contribuyan con sus conocimientos a la conservación y restauración de monumentos históricos u obras de arte específicas: científicos, restauradores, historiadores del arte, arqueólogos, antropólogos y curadores de arte, entre otros muchos especialistas. El objetivo principal de esta nueva manera de estudiar el patrimonio cultural es conocer su historia, tecnología y las implicaciones simbólicas del uso de los materiales por parte de los artistas, así como determinar el estado de preservación o deterioro que tiene una obra. El conocimiento generado permite a restauradores y conservadores preservar las obras por mucho más tiempo para que los visitantes puedan seguirlas apreciando, al tiempo que permite construir nuevas lecturas de las obras de arte.

Un ejemplo de este tipo de trabajos es el estudio y análisis de la obra conocida como *Virgen del Perdón*, pintura sobre tabla creada por Simón Pereyng (s. XVI). Esta obra novohispana se encontraba en el Altar del Perdón, ubicado a espaldas del coro dentro de la Catedral de la Ciudad de México. En 1967 un corto circuito provocó un incendio que acabó con el Altar del Perdón y con la sillería del coro, permaneciendo solo un 20% de la obra original. La microscopía electrónica, una de las muchas técnicas analíticas aplicadas en este estudio, reveló la técnica de manufactura de la *Virgen del Perdón* y fue

fundamental para la interpretación fisicoquímica de las alteraciones observadas por el incremento en la temperatura que sufrió la obra a causa del incendio.



Foto 1. La *Virgen del Perdón* de Simón Pereyng, pintura sobre tabla, 274.5 x 220 cm, Col. INBA, México. Foto 2. La *Virgen del Perdón* en su más reciente exhibición en abril de 2009. Museo Mural Diego Rivera, Ciudad de México.

En las fotografías 3 y 4 se presentan dos imágenes comparativas del rostro de la Virgen antes y después del incendio. En la fotografía a la derecha, se ve que sólo se conservó una zona de la frente y el ojo de la Virgen. El punto blanco indica el lugar del que se tomó una muestra de pintura para ser estudiada mediante microscopía electrónica.



Foto 3. Detalle del rostro de la Virgen del Perdón antes del incendio. Foto 4. La obra después del incendio.

Las fotografías 5 y 6 corresponden a la muestra proveniente del manto de la Virgen en sección transversal, una de ellas adquirida por microscopía óptica y otra mediante microscopía electrónica de barrido. En la imagen de microscopía electrónica se aprecian en distintos tonos de gris los estratos pictóricos constitutivos, uno de ellos formado por partículas de yeso grueso y fino (gesso grosso e sottile) que sirven de base de preparación y que fueron aplicadas sobre un panel conformado por tablas de pino de excelente calidad. Una segunda capa, llamada 'imprimatura' (blanco brillante), revela que está hecha de partículas de óxido de plomo que dan el color blanco y que es la superficie donde el artista desarrolló su pintura. La siguiente capa está conformada de rojo óxido de hierro mezclado con bermellón, pigmento de sulfuro de mercurio que confiere a la pintura un color rojo brillante. El último estrato corresponde al manto de la

Virgen y está compuesta básicamente de un pigmento azul de cobre denominado azurita y que fue muy usado por los artistas novohispanos. Por último, se aprecian claramente en la micrografía de MEB grandes cavidades consecuencia de las altas temperaturas alcanzadas durante el incendio, que a su vez provocan la generación de gases de combustión y la deformación mecánica en toda la composición estructural de la obra.

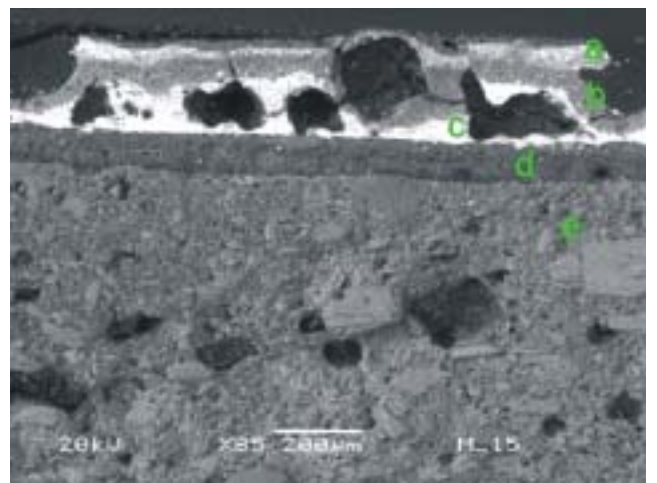
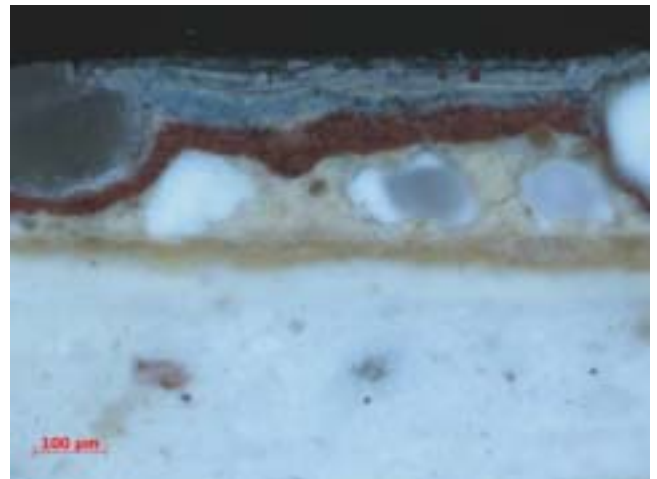


Foto 5. Micrografía de microscopía óptica de la región del manto de la Virgen, donde se aprecian los estratos pictóricos y la base de preparación.

Foto 6. Imagen de microscopía electrónica de barrido de la misma muestra en modalidad de electrones retrodispersados. Se aprecian las distintas morfologías, densidad y composición química que conforman cada estrato de la pintura: a. Capa azul de azurita, b. Capa de rojo óxido y bermellón, c. Imprimatura, d. Yeso fino, e. Yeso grueso.

2. Generación de estructuras unidimensionales

La necesidad de desarrollar nuevos materiales en la escala nanométrica para ser aplicados en sistemas electrónicos, ha llevado a investigadores del ININ a crear estructuras unidimensionales (1D). Tal es el caso de los alambres de plata (Ag) que se encuentran

recubiertos por materiales cerámicos como el óxido de silicio (SiO_2), formando cables de plata-sílice (Ag:SiO_2). Este desarrollo se ha logrado a través del uso de síntesis química por el método sol-gel. Se optó por utilizar plata como material constitutivo por su excelente conductividad eléctrica y por ser un material de bajo costo y fácil acceso que se produce en el país.

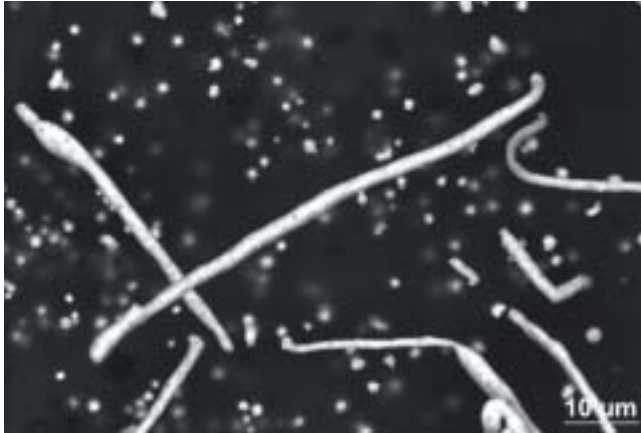
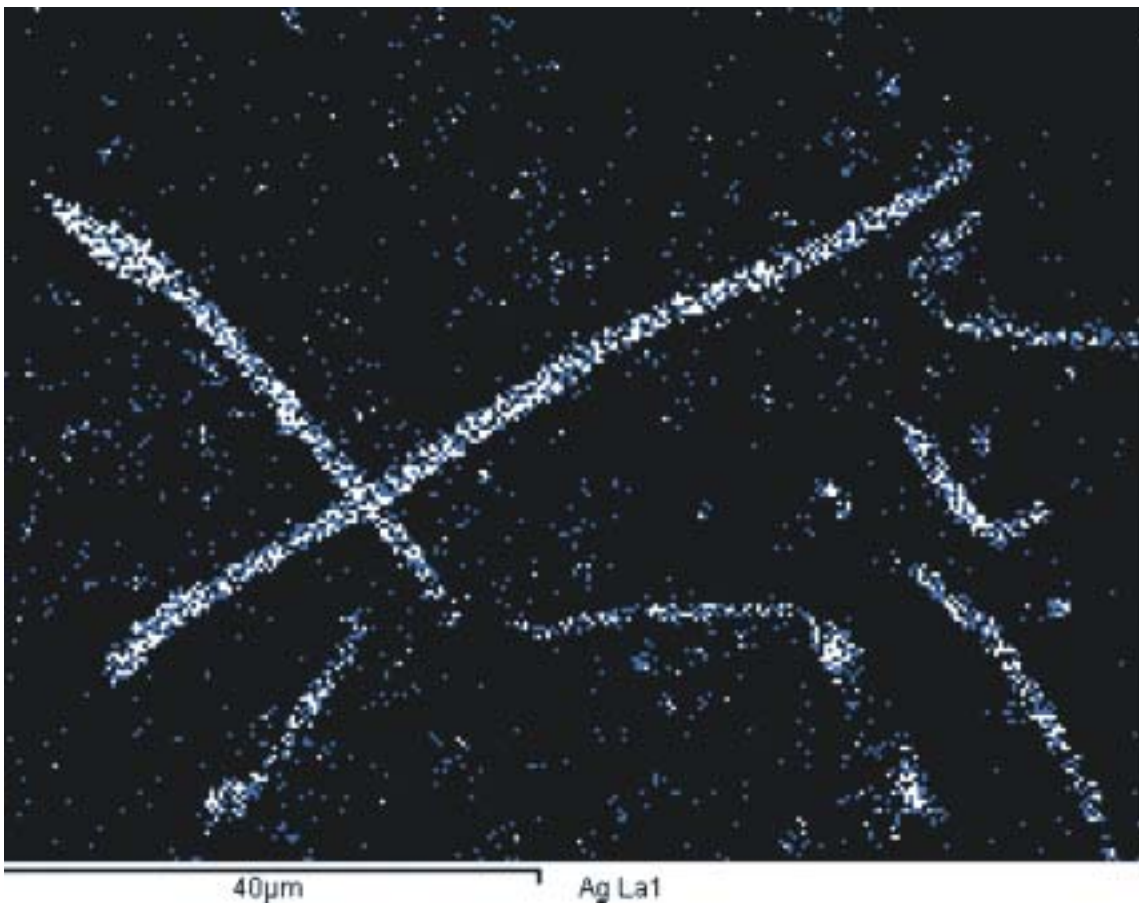
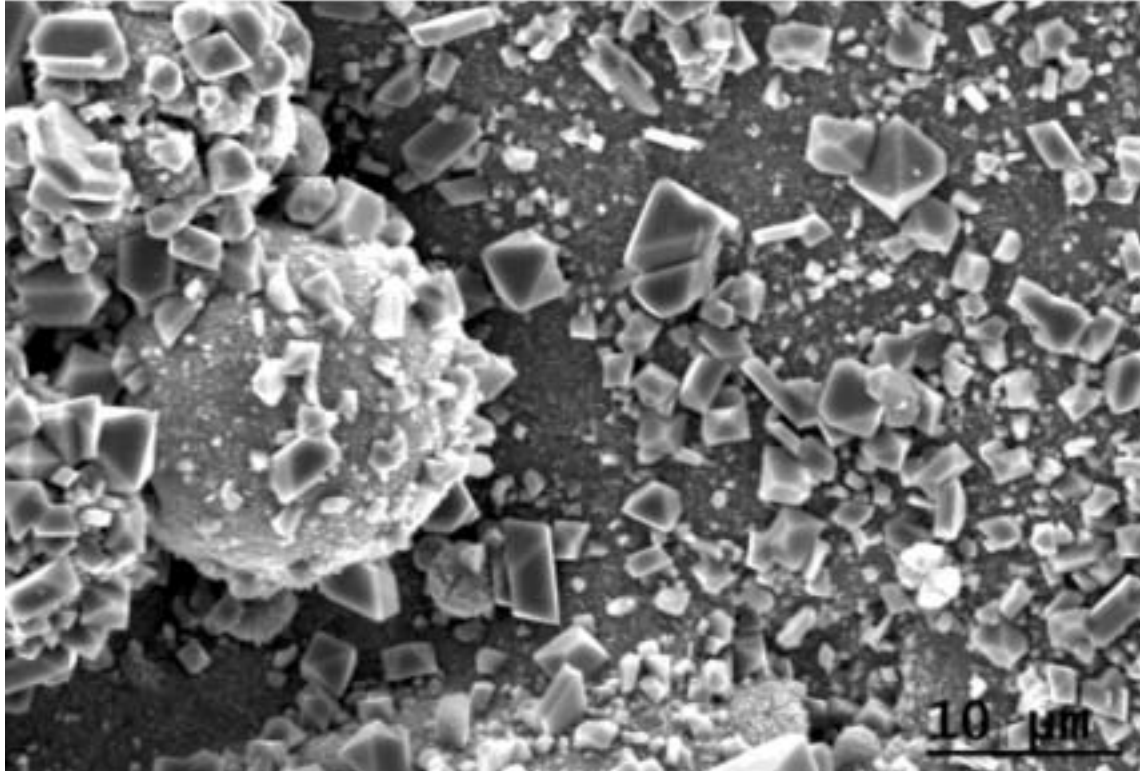


Foto 7. Imagen de MEB de cables unidimensionales de plata con una longitud mayor a 50 micrómetros (Imagen conrtesía del doctor Demetrio Menodoza Anaya).
Foto 8. Distribución química elemental de los mismos cables. Se aprecia en tono más claro que los cables contienen plata, mientras que las zonas en tonos negros indican ausencia de elementos químicos.

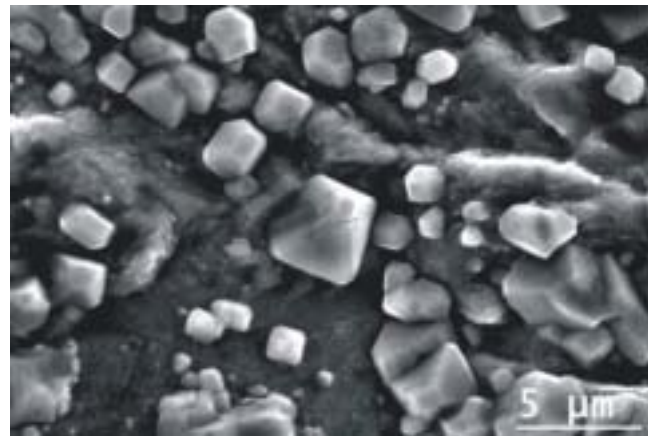




Fotos 9 y 10. Imágenes que muestran cristales octaédricos correspondientes a la fase magnetita (Fe_3O_4), sintetizados a través de un proceso hidrotermal sobre la superficie de muestras patrón de acero. Agradecemos haber proporcionado esta muestra al maestro Miguel Ernesto Gachúz Méndez (Q.E.P.D.)

3. Análisis de materiales en ambientes de corrosión bajo esfuerzo

En el ININ se desarrollan estudios de corrosión de materiales metálicos sometidos a corrosión bajo esfuerzo. Este tipo de corrosión requiere de factores específicos como son un ambiente corrosivo, esfuerzos de tensión y susceptibilidad del material. Los especialistas en esta área simulan condiciones de corrosión bajo esfuerzo a través de procesos donde se involucran y controlan factores como la temperatura, alta presión y químicos de aguas típicas de ambientes industriales y de servicio. Las probetas metálicas sometidas a este proceso de corrosión son analizadas por diversas técnicas y una de ellas es la microscopía electrónica de barrido, a través de la cual se consigue identificar la morfología



característica de los productos de corrosión formados en las superficies de fractura de la probeta metálica. En las fotos 9 y 10 se pueden apreciar dos zonas distintas de una probeta de acero que en su superficie tiene cristales octaédricos de tamaño no mayor a los 10 micrómetros y que son distintivas del óxido de hierro en su fase conocida como magnetita (Fe_3O_4).