

Efecto del limpiador de plasma en la obtención de resultados por microscopía electrónica de transmisión de emisión de campo

*C. Ornelas–Gutierrez¹, C. Leyva–Porras¹, F. Espinosa–Magaña¹, F. Paraguay Delgado¹ y R. Ochoa–Gamboa¹.

¹ Centro de Investigación en Materiales Avanzados (CIMAV), Laboratorio Nacional de Nanotecnología, Miguel de Cervantes No.120, C.P. 31109, Chihuahua, Chih., México.

[*carlos.ornelas@cimav.edu.mx](mailto:carlos.ornelas@cimav.edu.mx)

La microscopía electrónica es una técnica muy útil en la caracterización de materiales, y particularmente los microscopios electrónicos de transmisión tienen gran importancia debido a su capacidad para resolver detalles cada vez más finos, contribuyendo al avance de la ciencia y la tecnología a nivel mundial. En las últimas décadas los microscopios electrónicos de transmisión con emisión de campo (FETEM) han cobrado gran interés debido a que mediante ellos es posible obtener un haz de electrones con características muy superiores a las de un microscopio electrónico de transmisión con filamento termoiónico (TEM), así los FETEM proporcionan una densidad de corriente del orden de 10^{10} A/Cm² la cual puede llegar a ser hasta 10, 000 veces mayor a la de un microscopio convencional con filamento de LaB₆. Para dosificar alta densidad de corriente es necesario mejorar el sistema de vacío, incluso en la misma proporción que la densidad de corriente se incrementa, en el FETEM el vacío es del orden de 10^{-8} Pa. Estas dos condiciones principalmente son responsables de que la generación de contaminantes en la rejilla, muestra o en el microscopio, pueda llegar a depositarse y interferir el estudio en la muestra de interés, formando un recubrimiento (generalmente de carbón) que incluso imposibilite la observación de la muestra e introduce errores en los análisis espectroscópicos como EDS e EELS [1-3].

En las muestras preparadas por los métodos conocidos como son dispersión, electropulido y FIB, para eliminar posibles contaminantes orgánicos se sigue el método convencional, donde la muestra es puesta en una luz infrarroja por aproximadamente 50 minutos. La figura 1 muestra una imagen de una partícula de interés en una rejilla de cobre con membrana continua de carbón. Al exponer la muestra al haz de electrones a diferentes tiempos, se observa la aparición de la contaminación en unos cuantos segundos. Después de 5 minutos la cantidad de carbón depositado es tan grande que imposibilita el poder observar la muestra, figura 1 b y 2, en estas condiciones se estima que el depósito de carbón para esta muestra pasa los 100nm de espesor. Si a la misma muestra se le da un tratamiento previo con un limpiador de plasma (Plasma Cleaner Fischione modelo 1020) por aproximadamente 10 segundos, la membrana permanece sin daño por la acción del plasma y la contaminación debido a la interacción del haz de electrones con la muestra desaparece, incluso a un tiempo de exposición del orden de 20 minutos esta contaminación es nula.

En conclusión la muestra está libre de contaminación y puede ser analizada, obteniendo información de alta calidad; la figura 3 muestra una imagen de ultra alta resolución (UHRTEM) donde se ven claramente columnas atómicas, Este tipo de imágenes es posible lograr cuando se evita la contaminación.

Referencias:

- [1] .Dong-Su Ko, Young Min Park, Sung-Dae Kim y Young-Woon Kim, Ultramicroscopy, Volume 107, Issues 4–5, April–May 2007, Pages 368-373.
- [2] .Fischione PE, Rignalda J, Feng Y, Krekels T, Hayles M, Colin JO, Mills MJ y Wiezorek JM, Mater Res Soc Symp Proc 480:225-234, 1997.
- [3] .Isabell TC, Fischione PE, O'Keefe C, Guruz MU y David VP, Microsc Microanal, 5:126-135, 1999.

- [4] Este trabajo fue realizado gracias al proyecto FOMIX CHIH-2010-C01-148046.
 [5] Se agradece el apoyo de M.C. Oscar Solís Canto en preparación de muestras por FIB.

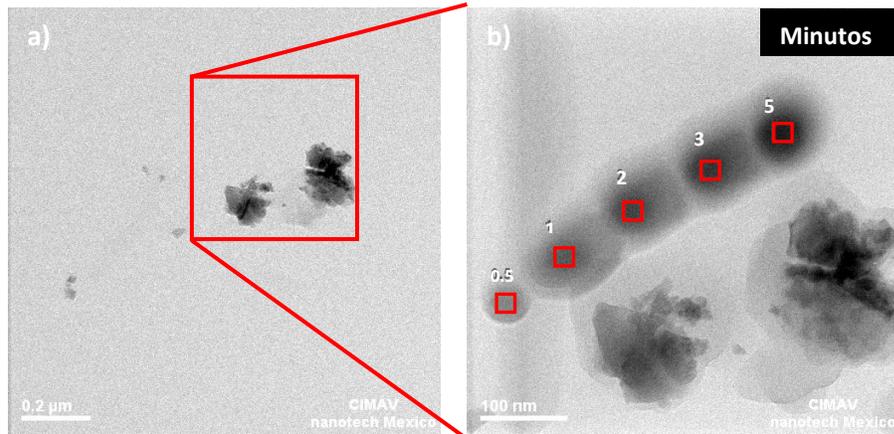


Figura 1.- Micrografías por FETEM de una zona de la muestra

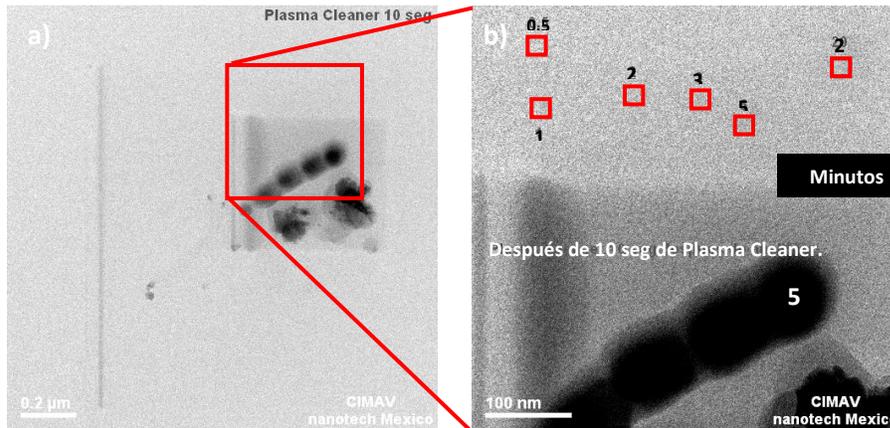


Figura 2. Micrografías por FETEM de la zona de la muestra analizada en la figura 1 después de 10 segundos de tratamiento con Plasma.

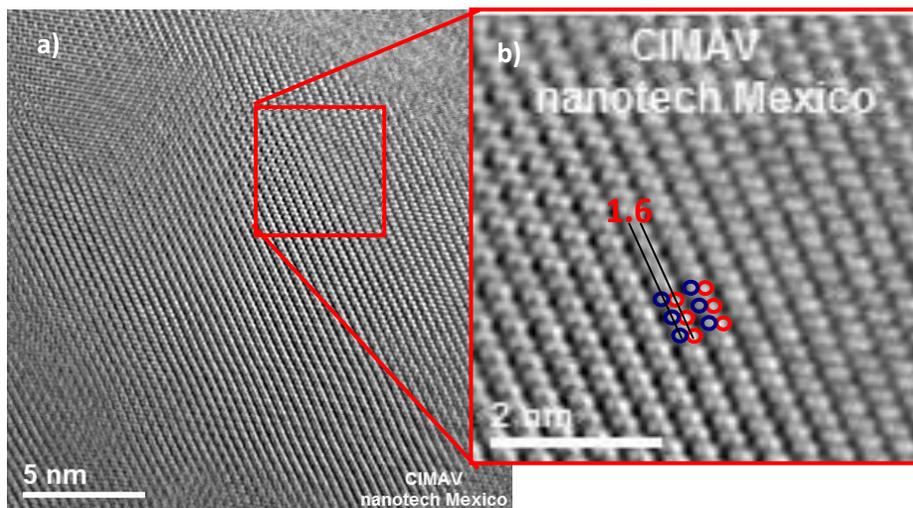


Figura 3. Micrografías por UHRTEM de la muestra después de 10 segundos de limpieza por plasma.