ISSN: En trámite

MICRO-X

Volumen 1, numero 1, junio-septiembre 2026

Revista Interdisciplinaria en Microscopía y Microanálisis

REVISTA CUATRIMESTRAL DE LA AMMM

JUNIO

Asociación Mexicana de Microscopía y Microanálisis, A.C. (AMMM)

© Copyright 2026

Micro-X

REVISTA

MICRO-X es un medio electrónico de comunicación de la AMMM, que permite difundir en lenguaje sencillo, conocimiento técnico, aspectos históricos, semblanzas de reconocidos académicos, “tips” sobre técnicas de microscopía y de preparación de muestras, así como noticias de ámbito académico y comercial del campo de la Microscopía en las áreas de Ciencias de Materiales y Ciencias Biológicas.

Revista Micro-X

Universidad Nacional Autónoma de México
Ciudad Universitaria Coyoacán, CDMX
asociacion.mexicana.microscopia@gmail.com
www.ammmicro.mx

Micro-X, año 1, volumen 1, número 1, jun.-sep. de 2026. Publicación científica cuatrimestral, de acceso abierto y edición electrónica, publicada por la Asociación Mexicana de Microscopía y Microanálisis, A. C. (AMMM), con domicilio editorial en Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad Universitaria, Alcaldía Coyoacán, C.P. 04510, Ciudad de México. Apartado Postal 70-348.Sitio web: www.ammmicro.mx. Correo electrónico: revistamicrox@gmail.com. Editor en jefe: Dr. Daniel Bahena Uribe. Reserva de Derechos al Uso Exclusivo: 04-2026-031012270300-102, otorgada por el Instituto Nacional del Derecho de Autor (INDAUTOR). ISSN electrónico (e-ISSN): Pendiente de asignación por el Instituto Nacional del Derecho de Autor. Responsable de la última actualización de este número: Consejo Editorial de la revista Micro-X, Asociación Mexicana de Microscopía y Microanálisis, A. C., Ciudad Universitaria, Alcaldía Coyoacán, C. P. 04510, Ciudad de México. Fecha de última actualización: 1 de junio de 2026.

Los artículos, opiniones, resultados y conclusiones publicados en la revista Micro-X son responsabilidad exclusiva de sus respectivos autores y no reflejan necesariamente la postura institucional del Consejo Editorial ni de la Asociación Mexicana de Microscopía y Microanálisis, A. C. Los derechos de autor de cada contribución corresponden a sus respectivos titulares.

La reproducción, distribución y reutilización de los contenidos se sujetarán a las condiciones de la licencia de publicación aplicable a cada artículo, debiendo reconocerse en todos los casos la autoría y citarse adecuadamente la fuente original.

Micro-X es una revista científica de acceso abierto que no cobra tarifas por el envío, evaluación editorial, procesamiento ni publicación de artículos.

Editor

Dr. Daniel Bahena Uribe

DIRECTORIO

Editores en Jefe

- Daniel Bahena Uribe. Cinvestav.
- Arturo Ponce Pedraza. UTSA

Consejo Editorial

- Roberto Israel Hernández Lima. Cinvestav.
- Cecilia Mercado Zuñiga. COLPOS.
- Amelia López Herrera. COLPOS.
- Gerardo Cabañas Moreno. Cinvestav.

Mensaje editorial de la Presidenta de la Asociación Mexicana de Microscopia y Microanálisis

Dra. H. Araceli Zavaleta Mancera

Es un honor presentar la edición de junio de 2026 de nuestra revista. El Comité Editorial y el Consejo Directivo de la AMMM extienden un cordial saludo a nuestra comunidad y asociados.

Me permito comentar a ustedes que el Consejo Directivo de 2025-2027 quedó conformado, tras votación de la Asamblea, por: la Dra. H. Araceli Zavaleta Mancera (presidenta), Dr. Vicente Garibay Febles (vicepresidente), Alfredo R. Vilchis Nestor (secretario), Dr. Daniel Bahena Uribe (tesorero), vocales Biológicas (Dr. Carlos Villegas Mercado, Dra. Amelia López Herrera, Dra. Mónica Ramírez Velázquez), vocales Materiales (Dr. Rubén Mendoza Cruz, Dr. Leonardo González Reyes, Dra. Cecilia Mercado Zúñiga) y nuestro Consejo de Asesores de Gobierno formado por los expresidentes de la AMMM, entre ellos el Dr. David Ríos Jara y el Dr. Luis Felipe Jiménez.

Nos complace invitarlos al XIV Congreso Nacional de Microscopía 2026, que se llevará a cabo del 19 al 23 de octubre en la Unidad de Congresos del Colegio de Postgraduados-(COLPOS), Campus Montecillo, en Texcoco, Estado de México. Los comités organizadores de la AMMM y local han diseñado un programa de excelencia con el objetivo de compartir los avances más recientes en microscopía, especialmente en las áreas de ciencias biológicas, ingeniería de materiales y nanotecnología, fomentando el intercambio de conocimientos de vanguardia en la disciplina.

Extendemos una invitación para formar parte activa de nuestra comunidad. Al tramitar su membresía en el sitio oficial de la AMMM, accederán a beneficios preferenciales durante el evento y otras actividades académicas. Así mismo los invitamos a colaborar en MICRO-X. Pueden enviar sus contribuciones a correo a los correos: revistamicrox@gmail.com y contacto@ammmicro.mx. Además de artículos de divulgación científica, nuestro medio es un espacio para compartir noticias, eventos y vacantes laborales especializadas en microscopía y microanálisis.

CONGRESO AMMM 2026

Unidad de Congresos, Colegio de Postgraduados

Del 19 al 23 de octubre en el Colegio de Postgraduados, Texcoco, Estado de México

La ***Asociación Mexicana de Microscopía y Microanálisis*** tiene el placer de invitarte a su próximo Congreso 2026, que se llevará a cabo en el prestigioso Colegio de Postgraduados, Campus Montecillo, en Texcoco, Estado de México.

El congreso reunirá a investigadores, estudiantes, técnicos y profesionales de todo el país y contará con una amplia variedad de actividades académicas y formativas, entre las que destacan:

- ***Presentaciones orales y exhibición de carteles*** científicos en simposios de Ciencias Biológicas y Ciencias de Materiales, donde se mostrarán los avances más recientes en microscopía y microanálisis.
- ***Cursos precongreso*** especializados, diseñados para fortalecer habilidades teóricas y técnicas en diversas metodologías de análisis microscópico.

Diseño e imagen: Ricardo Castro-Torres

Festival de Globos en Teotihuacán, Estado de México

- ***Conferencias plenarias*** impartidas por reconocidos expertos nacionales e internacionales, quienes compartirán su experiencia y visión sobre las tendencias actuales y futuras del campo.
- ***Concurso de fotografía científica*** donde podrás compartir tu visión artística de los resultados obtenidos mediante técnicas de microscopía.
- ***Exhibición comercial*** de equipos, tecnologías y consumibles, donde las principales empresas del sector presentarán innovaciones de vanguardia.

A tan solo 6 km de Texcoco y 24 km de la Ciudad de México, el Colegio de Postgraduados se encuentra en una región bien comunicada y rica en historia, cultura y gastronomía.

Entre los atractivos cercanos destacan la majestuosa zona arqueológica de **Teotihuacán**, el **Parque Nacional Molino de Flores**, así como los emblemáticos sitios del Centro Histórico de la Ciudad de México, como la **Catedral Metropolitana** y el **Templo Mayor**. La zona también cuenta con una amplia oferta de hoteles para mayor comodidad de los asistentes.

El XIV Congreso Nacional de Microscopía 2026 será una gran oportunidad para aprender, compartir y establecer redes de colaboración.

Mayores informes:

https://ammmicro.mx/

contacto@ammmicro.mx

CONTENIDO

Mensaje del comite editorial

03 Mensaje del comité editorial

Tips de Microscopia

05 La danza de los electrones: la técnica difracción de electrones por precesión explicada de forma sencilla.
Autores: C. J. Bahena-Martínez, D. I. García-Gutiérrez y A. R. Vilchis-Néstor

10 Difracción de electrones retrodispersado en el microscopio electrónico de barrido.
Autores: Gerardo Cabañas, Moreno Armando Salinas

15 Desarrollo de un detector EDS sin ventana y de gran angulo solido 'Gather-X' para su uso con Microscopio Electrónico de Barrido de Emidion de Campo (FE-SEM).
Autores: Ktoa Yanagihara. EX Business Unite, JEOL Ltd

Reseñas

16 Dr. Francisco Cruz Gandarilla

Dr. Horacio Merchant Larios

18 Microscopía electrónica e inteligencia artificial: cuando ver ya no es suficiente y analizar lo es todo
Autores: Roberto I. Lima Hernández

21 Noticias
Calendario de eventos

Empresas Afiliadas

LA DANZA DE LOS ELECTRONES: LA TÉCNICA DIFRACCIÓN DE ELECTRONES POR PRECESIÓN EXPLICADA DE FORMA SENCILLA

En esta sección se expone mes con mes un tema fundamental de microscopia electrónica. Se harán algunas recomendaciones basadas en la teoría y la experiencia de expertos, para facilitar el manejo, control y maximizar el aprovechamiento de equipos, aditamentos y accesorios. Así mismo se presentarán algunas sugerencias para el tratamiento de datos e imágenes.

Autores: C. J. Bahena-Martínez [a], D. I. García-Gutiérrez [b] A. R. Vilchis-Néstor *[c]

Introducción

La microscopía electrónica de transmisión (TEM) se ha posicionado como una de las técnicas más importantes para el análisis de materiales, en ella se aprovechan los diferentes tipos de interacción que los electrones pueden tener con la muestra para obtener información cristalográfica, elemental, morfológica, entre otros. Sin embargo, una de las grandes limitantes para el análisis profundo y fino de los datos obtenidos por TEM, es que los resultados contienen información no solo de la propiedad que se desea analizar, sino que poseen fuertes contribuciones de otras interacciones.

El proceso para obtener información a través de esta técnica consiste en identificar los cambios que ocurren en el haz incidente con respecto al que sale después de atravesar la muestra, de esta manera dichos cambios como la intensidad, fase, posición o energía se pueden atribuir al resultado de los diferentes tipos de interacción como difracción, dispersión o absorción. En este sentido, los resultados observados son una combinación de diferentes interacciones, lo que hace prácticamente imposible atribuir la información a una característica específica del material. Por lo tanto, el objetivo es obtener resultados cuya información pueda atribuirse a una sola interacción.

A la condición donde las interacciones se restringen al punto de asumir una sola dispersión se le conoce como condiciones cinemáticas, mientras que cuando existe una gran cantidad de interacciones se denomina condiciones dinámicas. En TEM, una solución para reducir los efectos dinámicos y aproximarse a una condición cinemática consiste en realizar el análisis con la muestra ligeramente inclinada respecto al eje del haz. Esto puede lograrse inclinando directamente la muestra o manteniéndola estática e inclinando el haz. El primer enfoque estaría limitado por las tolerancias mecánicas del instrumento, por lo que la inclinación del haz es más viable en la mayoría de los sistemas. [1-3]

Precesión de electrones por difracción

La técnica de difracción de electrones por precesión (PED) cumple con este último enfoque, ya que analiza la muestra mediante la incidencia de un haz de electrones ligeramente inclinado que gira respecto al eje normal, describiendo un movimiento de precesión. La necesidad de que el haz realice este movimiento (pre–cesión) se debe a que, si bien la inclinación del haz es suficiente para reducir los efectos dinámicos, las señales obtenidas son tan escasas que no es posible analizarlas, por lo tanto, el movimiento de rotación del haz con la misma inclinación sobre el mismo eje permite obtener más señales, ya que las reflexiones son escaneadas por la esfera de Ewald, con solo unas pocas en condición Bragg, lo que produce un patrón cercano a una condición cuasi-cinemática del área analizada. Por esta razón, el patrón de difracción obtenido de cada punto analizado en la muestra no es un patrón individual, sino que corresponde a la integración de todas las señales obtenidas al tener el haz incidiendo con la misma inclinación sobre la misma área, pero desde diferentes direcciones. Así, en los últimos años, esta técnica ha cobrado gran relevancia gracias a la naturaleza cuasi-cinemática de los resultados que produce, lo que permite obtener información fiel e inherente sobre la configuración del material (estructura, composición, defectos, morfología, entre otros). [2-4]

El origen de la PED se remonta a Paul Midgley y Roger Vincent, quienes propusieron un sistema en el que el haz se balanceaba dos veces y los puntos de difracción se estudiaban como un único patrón, la implementación de este sistema les permitió obtener resultados en condiciones cuasicinemáticas. Desde entonces, se han realizado esfuerzos para mejorar esta técnica. [2, 5-7] Como se mencionó, a diferencia de la TEM, donde el haz de electrones es normal a la superficie de la muestra, en la PED el haz está ligeramente inclinado (0.5°-3°) (ángulo de precesión) y gira alrededor de un eje externo ubicado justo en el punto de contacto con la muestra.
Este movimiento describe la formación de un cono hueco, cuyo vértice barre la superficie, como se observa en la figura 1. Normalmente, se utilizan bobinas de deflexión para producir este movimiento de precesión del haz de electrones y, posteriormente, bobinas de deflexión por desplazamiento de imagen para desescanear el haz y obtener un patrón de difracción estático en el plano de difracción. Durante el escaneo, se genera un patrón de difracción en cada punto donde la muestra interactúa con el haz de electrones, el cual se compara posteriormente (indexa) con plantillas de patrones de difracción simuladas en condiciones cinemáticas. [3,4] Esta comparación se realiza considerando el ángulo de difracción y la intensidad relativa de cada punto del patrón. Cabe destacar que cada plantilla está asociada a una orientación específica del cristal, por lo que el patrón obtenido se asociará con la orientación de la plantilla que mejor se ajuste.

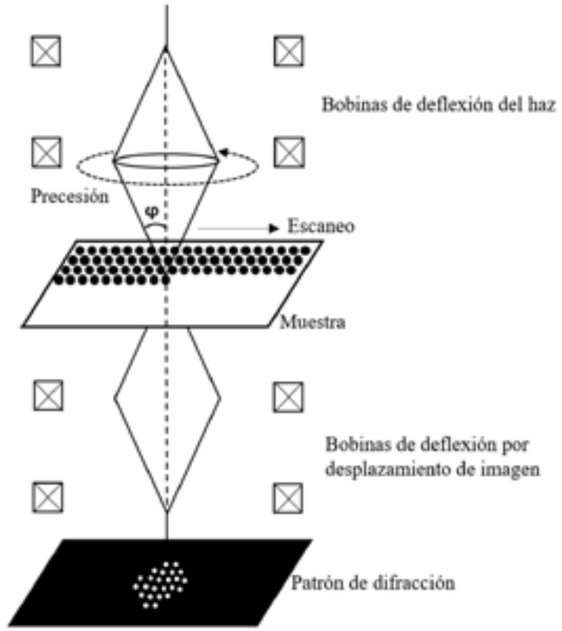


Figura 1. Diagrama representativo del escaneo punto a punto a través de un material para generar patrones de difracción utilizando la técnica PED.

Con esta información, se pueden generar mapas de orientación 2D del área de muestra analizada, donde la orientación se identifica mediante un código de color. Estos mapas se utilizan principalmente para resaltar detalles estructurales, como cristales con diferentes orientaciones. Otro factor importante es el grado de coincidencia entre el patrón real y cada plantilla, que se describe mediante el índice de correlación (Qi). Este valor aumenta a medida que aumenta la similitud entre los patrones real y simulado, y se puede calcular con base en la ecuación 1 [8]:

$$Qi = \frac{\sum_{j=1}^{m} P(x_j, y_j) T_i(x_j, y_j)}{\sqrt{\sum_{j=1}^{m} P^2(x_j, y_j)} \sqrt{\sum_{j=1}^{m} T_i^2(x_j, y_j)}} \quad (1):$$

En esta ecuación, P(xj, yj) representa la función de intensidad del patrón adquirido experimentalmente, mientras que Ti(xj, yj) representa la función de cada plantilla i.

Dado que se obtendrán diferentes valores del índice de correlación, se pueden generar los llamados “mapas del índice de correlación” o “mapas Q”, que consisten en mostrar la parte de la proyección estereográfica que cubre todas las posibles orientaciones de la simetría del cristal en una escala de grises basada en el índice de correlación. En estos mapas, las áreas más claras se atribuyen a un menor grado de coincidencia en la orientación, mientras que las áreas más oscuras corresponden a un mayor grado de coincidencia. Por lo tanto, la orientación con el mayor índice de correlación se verá como un punto negro en el mapa. También se pueden obtener mapas de coincidencia, que se generan a partir del Qi de la indexación para cada punto analizado. [2, 4, 9]

Ahora bien, los mapas de fiabilidad también se pueden obtener cuantificando la fiabilidad de cada indexación. Esta fiabilidad corresponde a la relación entre el Qi de las dos orientaciones que mejor se ajustan a cada patrón. De esta manera, si los valores de Qi son muy similares, significa que la probabilidad de que el patrón corresponda a ambas orientaciones es muy cercana, por lo que aumenta el riesgo de indexación incorrecta y, con ello, disminuye la fiabilidad de elegir la orientación correcta.

Esto suele ocurrir cuando hay granos superpuestos o en los límites de grano. Por el contrario, si la relación entre los Qi es grande (los Qi son significativamente diferentes entre sí), la fiabilidad aumenta, ya que la diferencia de probabilidad entre las orientaciones es significativa. Los mapas de fiabilidad se presentan como imágenes 2D de la muestra en escala de grises, donde el brillo es función de la fiabilidad, por lo que los granos pueden visualizarse como áreas brillantes definidas por los límites oscuros de grano. [2, 3, 8 y 9] También se pueden obtener mapas virtuales de campo claro, útiles para el reconocimiento del área escaneada. Estos mapas se obtienen trazando las variaciones de intensidad del haz transmitido en función del área de escaneo. [2, 4 y 9]

En la Figura 2, se muestran los resultados obtenidos por Ruiz et al. (2015) al analizar una película de GaN crecida sobre un sustrato de GaAs, se incluye la imagen virtual de campo claro (Figura 2a), el mapa de índice (Figura 2b), el mapa de fiabilidad (Figura 2c), el mapa de fases (Figura 2d) y el mapa de fases combinado con el mapa de fiabilidad (Figura 2e). [10] La imagen virtual de campo claro permite el reconocimiento del área escaneada de la muestra, mientras que el mapa de índice permite una fácil identificación de regiones cristalográficamente diferentes (orientación o estructura) a través de contrastes distintivos en escala de grises. Después de la indexación, en el mapa de fases la diferenciación se vuelve aún más clara a través de la asignación de color. Por otro lado, los mapas de fiabilidad facilitan la distinción de defectos y límites de grano. Al combinar estos resultados en un solo mapa (Figura 2e), las diferencias cristalográficas en el material se vuelven mucho más evidentes. En este ejemplo, la PED permite observar las diferencias entre dos compuestos que cristalizan en la misma fase, GaAs (rojo) y GaN (cian), ambos en la fase cúbica (grupo espacial F-43m), así como las diferencias dentro del mismo compuesto en dos fases cristalinas distintas. Específicamente, también se pueden observar las fases hexagonal (azul) y cúbica (cian) de GaN (grupos espaciales P63mc y F-43m, respectivamente), revelando simultáneamente los límites de grano y las regiones con alta densidad de defectos o apilamiento cristalino.

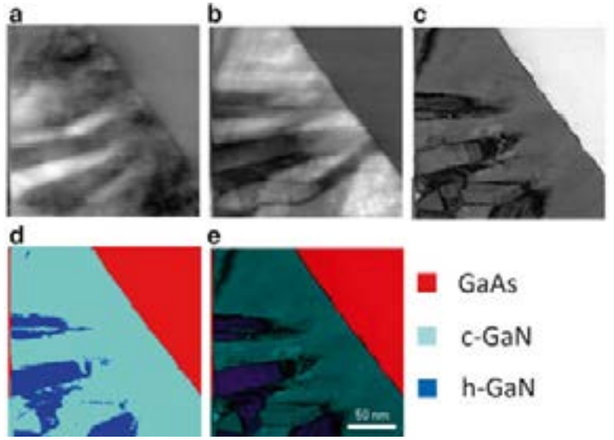


Figura 2. Película de GaN cultivada sobre sustrato de GaAs. (a) Imagen de campo claro virtual, (b) mapa de índices, (c) mapa de fiabilidad, (d) mapa de fases y (e) mapa de fases combinado con el mapa de fiabilidad. (Imagen obtenida de Ruiz et al., 2015). [10]

De esta manera, la PED es una técnica apropiada para obtener identificación y distribución de fases, mapas de orientación, identificación y distribución del tamaño de grano, textura cristalográfica, mapeo de dislocaciones, entre otros.

Dependiendo de la información a priorizar, se ajustan los parámetros para llevar a cabo el análisis, uno de los más importantes es el ángulo de precesión ( ), es decir, el ángulo de inclinación del haz con respecto a la normal de la muestra. Este ángulo suele variar entre 0.5 - 3° la razón de esto es que a partir de 0.5°, las líneas de Kikuchi desaparecen, lo que permite obtener patrones de difracción más nítidos, sin embargo, a medida que aumenta este grado de inclinación, el haz se vuelve más ancho y deformado, por lo que aumentar el ángulo de inclinación mejorará la calidad de los patrones de difracción, pero disminuirá significativamente la resolución espacial. [3, 4, 11] Así, para esta técnica, la resolución espacial dependerá principalmente de dos parámetros: el tamaño efectivo del haz y el paso de escaneo elegido para realizar el escaneo. Se ha establecido generalmente que esta resolución corresponderá aproximadamente a la mitad del tamaño del haz. [3, 4, 9]

En cuanto a la resolución angular, para PED, se ha establecido en 1°, debido a que las plantillas utilizadas para la comparación se obtienen a partir de patrones de difracción simulados de cristales cuya orientación cambia a una velocidad de 1° entre cada plantilla. [3] Otro punto importante a destacar es que se trata de un método relativamente rápido, ya que la adquisición de información se realiza en minutos (25 minutos para el escaneo de la muestra y ~20 minutos para la indexación). Esto se aplica a materiales cúbicos altamente simétricos, por lo que este tiempo puede extenderse dependiendo de la simetría del cristal. [4, 9]

Ventajas

- Patrones de difracción: La principal ventaja de la PED es su capacidad para adquirir patrones de difracción muy similares a los que se obtendrían en condiciones cinemáticas, de modo que cada punto estaría directamente relacionado con el factor de estructura cristalina. [4, 5]
- La PED permite la excitación de más zonas en la red (zonas de Laue de orden superior), que proporciona información más fiable sobre el cristal. [12]
- La velocidad y fiabilidad con la que se pueden obtener los patrones de difracción mediante PED permite trabajar durante períodos más largos con materiales sensibles al haz de electrones. [3, 4, 6, 13]
- Las imágenes virtuales de campo claro obtenidas con PED son más fieles a la estructura del material. [4]
- Análisis elemental: Se han observado mejoras en las señales obtenidas mediante EDS y EELS; en ambos casos, la mejora se ha atribuido a la disminución de los efectos de canalización de electrones. [14, 15]

Limitaciones

- Deformación y ensanchamiento del haz: El ancho del haz aumenta por lo menos 3 veces cuando el ángulo de precesión alcanza el 60 % del máximo disponible en cada instrumento, mientras que en ángulos > 2° la forma del punto deja de ser circular y se vuelve muy deformada. [4]
- La técnica no discrimina los patrones de difracción puntuales superpuestos que se originan en cristales apilados a lo largo de la dirección del haz. En estos casos, la orientación se indexa como aquella que contribuye de forma dominante al patrón de difracción superpuesto, es decir, la contribución del grano más grande. [3, 16-18]
- La resolución angular está limitada a 1° debido al paso angular con el que se obtienen las plantillas. [3, 8,16]

Aplicaciones

Gracias a la extensa información que proporciona la PED, su gama de aplicaciones es muy amplia; algunas de ellas se mencionan a continuación como ejemplo.

- Análisis de micro y nanoestructuras: La PED se utilizó para estudiar la estructura de diferentes aleaciones de aluminio endurecidas por envejecimiento con el objetivo de contribuir a la compresión y evaluar la evolución de la estructura a lo largo del tiempo. [19]
- Análisis de texturas: En la industria microelectrónica, la PED se ha utilizado para analizar la textura local de las líneas de interconexión, ya que los límites de grano y la naturaleza de la desorientación afectan críticamente la movilidad electrónica. [3, 19]
- Análisis de materiales severamente deformados: Nzogang et al. (2018), calcularon las desorientaciones locales y los gradientes de desorientación de la deformación plástica de cristales encontrados en la interfaz entre el manto terrestre superior e inferior, donde persisten condiciones de alta presión y temperatura. [8]
- Análisis de dislocaciones: Zhao y Xie (2020) [20] compararon los resultados obtenidos para el análisis de dislocaciones de una aleación de magnesio en un TEM con y sin precesión, concluyeron que los mapas virtuales de campo claro obtenidos por PED proporcionaron mejores resultados para el estudio de las dislocaciones.
- Análisis de tensiones: Johnstone et al. (2017) [21] estudiaron la distribución de tensiones de la red de nanocables de GaAs enriquecidos con Sb mediante reconstrucciones topográficas con PED. Su objetivo fue controlar las tensiones internas para modificar la brecha de banda local.

Conclusiones

La difracción de electrones por precesión se ha consolidado como una de las técnicas de caracterización más importantes para el análisis de materiales, gracias a la excelente calidad de la información que proporciona, lo que permite analizar la estructura cristalina de los materiales no solo en profundidad, sino también con detalle y precisión. El impacto de esta técnica se debe principalmente a tres ventajas: la naturaleza cuasicinemática de los resultados; su resolución espacial; y la información de las zonas de Laue de orden superior. Si bien su gama de aplicaciones es extensa, es fundamental comprender la técnica, así como sus ventajas y limitaciones, para aprovechar al máximo su potencial. Comprender el funcionamiento de la PED permitirá a quienes la utilizan no solo optimizar los parámetros de análisis en función de las propiedades a estudiar, sino también interpretar adecuadamente la información obtenida al comparar los resultados con los de otras técnicas.

Agradecimientos

Al CONAHCYT por financiamiento con beca número CVU 1005844

Referencias

[1] Amelinckx y Van Landuy, Encyclopedia of Physical Science and Technology, 2003, 53–87
[2] Darbal et al., Microscopy Today, 2012, 20, 38–42
[3] Viiladot et al., Journal of Microscopy, 2013, 252, 23–34
[4] Portillo et al., Materials Science Forum, 2010, 644, 1–7
[5] Brons y Thompson, JOM, 2013, 66, 165-170
[6] Hoque et al., J. Phys. Chem., 2019, 123, 19894–19902
[7] Rebled et al., Ultramicroscopy, 2011, 111, 1504–1511
[8] Nzogang et al., Minerals, 2018, 8, 153
[9] Rauch et al., Z. Kristallogr, 2010, 225, 103–109
[10] Ruiz-Zepeda, et al. Advanced Transmission Electron Microscopy, 2015, pp 31-58
[11] Barnard et al., Ultramicroscopy, 2017, 174, 79–88
[12] Schürmann et al., Cryst. Res. Technol., 2011, 46, 561 – 568
[13] Hadermann et al., Chem. Mater. 2012, 24, 3401–3405
[14] Estradé et al., Ultramicroscopy, 2012, 116, 135–137
[15] Liao y Laurence, Ultramicroscopy, 2013, 126, 19–22
[16] Jeong et al., Microscopy and Microanalysis, 2021, 27, 237–249
[17] Valery, Microsc. Microanal., 2015, Vol. 21, 1243-1244
[18] Jeong et al., Microscopy and Microanalysis, 2021, 27, 1102–1112
[19] Sunde et al., Microsc. Microanal., 2019, 25, 1920
[20] Zhao y Xie, Microsc. Microanal., 2020, 26, 226
[21] Johnstone et al., Microsc. Microanal., 2017, 23, 1710

Autores:

a Posgrado en Ciencia de Materiales, Facultad de Química, Universidad Autónoma del Estado de México, P. Colón S/N, Residencial Colón y Col Ciprés, 50120, México. cbahenamo02@alumno.uaemex.mx
b Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, Universidad Autónoma de Nuevo León, Pedro de Alba SN, Niños Héroes, Ciudad Universitaria, 66455, México. domingo.garciagt@uanl.edu.mx
c* Centro Conjunto de Investigación en Química Sustentable, CCIQS UAEM-UNAM, Carretera Km. 14.5, Unidad San Cayetano, 50200, México; arvilchisn@uaemex.mx

DIFRACCION DE ELECTRONES RETRODISPERSADOS EN EL MICROSCOPIO ELECTRONICO DE BARRIDO

En esta sección se expone un tema fundamental de microscopia electrónica. Se harán algunas recomendaciones basadas en la teoría y la experiencia de expertos, para facilitar el manejo, control y maximizar el aprovechamiento de equipos, aditamentos y accesorios. Así mismo se presentarán algunas sugerencias para el tratamiento de datos e imágenes.

Autores: José Gerardo Cabañas Moreno y Armando Salinas Rodríguez
Cinvestav

Introducción

La difracción de electrones retrodispersados - abreviada en inglés como EBSD (Electron Backscattered Diffraction) - se popularizó rápidamente a partir de la década de 1990 como una herramienta para determinar la orientación de una región microscópica en un material cristalino. A partir de esta información es posible derivar una gran variedad de parámetros microestructurales como, por ejemplo, las orientaciones relativas entre granos, microdeformaciones, densidades de dislocaciones, texturas cristalográficas (distribuciones de orientaciones), entre otras [1,2]. La generación de patrones difracción de electrones retrodispersados en un microscopio electrónico de barrido permite obtener este tipo de información en cada punto del material donde el haz electrónico incide. En esta contribución se presentan los principios de la técnica de ESBD. En una segunda parte se tratarán ejemplos específicos de aplicación. Queremos ofrecer la presente contribución como homenaje a nuestro amigo y colega, Dr. Francisco Cruz Gandarilla (q.e.p.d.), ESFM-IPN, un pionero de la aplicación de EBSD en México.

Fundamentos Físicos de la Difracción de Electrones Retrodispersados

Los electrones de un haz de energía Eo (o, equivalentemente, de longitud de onda o) que inciden sobre un material son dispersados elásticamente dentro de él en todas direcciones (Fig. 1a). Algunas trayectorias de los electrones dispersados satisfarán las condiciones de la ley de Bragg para difracción por planos cristalinos hkl, donde d_{hkl} es el espaciamiento interplanar correspondiente a los planos (hkl) y es el ángulo (de Bragg) entre la trayectoria de los electrones dispersados y los planos (hkl) (Fig. 1b).

$$\lambda 0 = 2 d_{hkl} \operatorname{sen} \theta$$

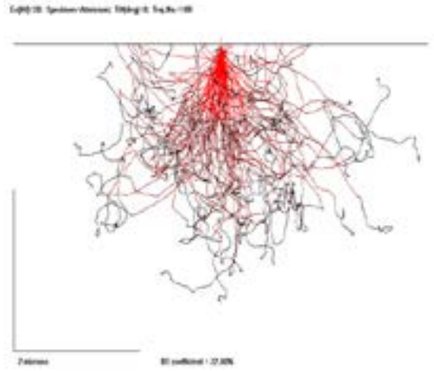


Fig. 1: (a) Simulación de 100 trayectorias de electrones acelerados con potencial de 20 kV dentro de Al puro.

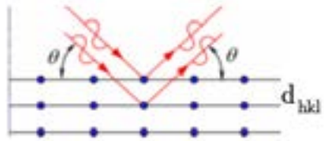


Fig. 1: (b) Esquema de la difracción de electrones de acuerdo con la ecuación de Bragg.

Los diferentes haces difractados originados de esta manera forman un patrón de difracción cuya imagen bidimensional se conoce como "patrón de Kikuchi" o "patrón de difracción de electrones retrodispersados" (EBSP). La Fig. 2a muestra un ejemplo de este tipo de patrones.

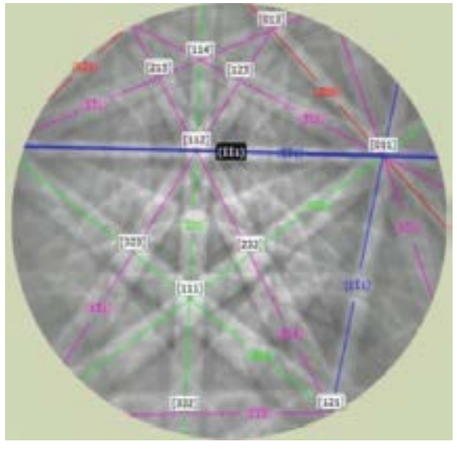


Fig. 2: (a) Ejemplo de un patrón de Kikuchi obtenido por ESBD. Se muestran los índices (hkl) de las bandas más importantes.

Los patrones de Kikuchi contienen la información de la orientación de la red cristalina del sitio de donde provienen. En la Fig. 2b se ilustra cómo los patrones obtenidos de un mismo cristal cambian en función de la orientación relativa entre el cristal y el haz de electrones incidente. El patrón de Kikuchi mostrado se mueve como si estuviera fijamente acoplado a la muestra; los giros de la muestra se reflejan exactamente en giros similares del patrón. Por lo tanto, conociendo la orientación relativa de dos o más cristales con respecto al mismo haz incidente es posible también conocer las orientaciones relativas entre los propios cristales.

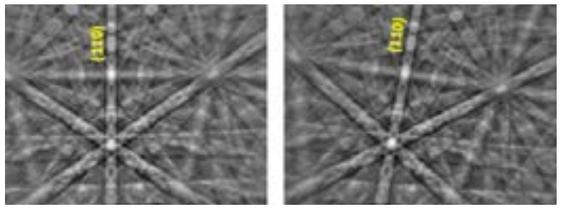


Fig. 2: (b) El efecto de un giro de la muestra se refleja exactamente en la rotación del patrón de Kikuchi.

La Fig. 2a muestra que un patrón de difracción de electrones retrodispersados está constituido por diversas bandas y líneas paralelas, generadas por la difracción de diferentes familias de planos (hkl). Para su análisis, es necesario identificar ("indexar") los planos que corresponden a cada banda o par de líneas paralelas. La Fig. 2c ilustra la geometría de difracción en estas condiciones, así como la relación del ancho de las bandas (o la separación entre líneas paralelas) en el patrón de Kikuchi con el valor correspondiente de (y, por ende, de d_{hkl}).

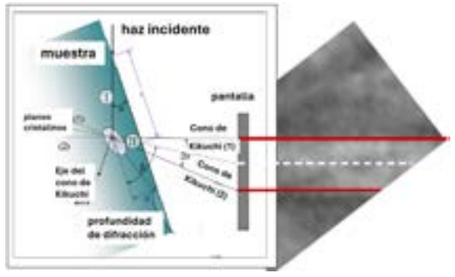


Fig. 2: (c) La relación geométrica entre la difracción de electrones por planos (hkl) y la imagen de la banda respectiva en el patrón de Kikuchi.

Para una estructura cristalina conocida, los valores de dhkl se pueden calcular o encontrar en tabulaciones, por lo que los índices hkl de cada banda de Kikuchi se asignan por comparación con los valores dhkl de referencia. Así, las bandas de Kikuchi quedan identificadas en cada patrón (Fig. 2a).

Es importante señalar que los electrones que forman el patrón de Kikuchi son aquéllos que han conservado prácticamente toda la energía cinética que les imparte originalmente el voltaje de aceleración aplicado. Estos electrones provienen de una región del material muy cercana al punto de impacto del haz incidente.

La Fig. 1c muestra una simulación de las trayectorias de los electrones del haz (acelerados con un voltaje de 25 kV) en el interior de una muestra de Níquel. Notar que en este caso la superficie de la muestra está inclinada 70° con respecto a la trayectoria del haz incidente. Los diferentes colores a lo largo de las trayectorias indican diferentes valores de energía cinética residual en los electrones. Únicamente en la región de color blanco existen electrones que han perdido menos de 2.4 keV de energía. Obviamente, la región correspondiente a cero pérdidas de energía debe ser aún más pequeña. De acuerdo con la escala de la figura, la región que produce el patrón de Kikuchi debe tener dimensiones del orden de 0.10 – 0.15 m; ésta es aproximadamente la resolución espacial (lateral y en profundidad) de la determinación, que depende del material examinado y del voltaje de aceleración usado, como se describirá más adelante.

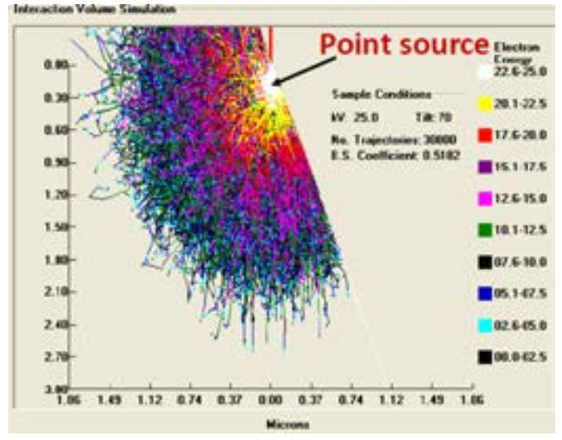


Fig. 1: (c) Simulación de trayectorias de electrones dentro de Ni puro con ángulo de incidencia de 70° y 25 kV de aceleración. Los colores representan diferentes niveles de energía residual en los electrones.

Descripcion de la Orientacion Cristalina

En este punto surge la cuestión: ¿cómo se describe la orientación de un cristal? En principio, se requiere definir primero un sistema de referencia. En el microscopio electrónico de barrido es común tomar como referencia un sistema de ejes ortogonales, con dos de ellos sobre la superficie de la muestra (que debe ser plana para formar patrones de Kikuchi) y el tercero perpendicular a esta superficie (Fig. 3a).

Fig.3: (a) Orientación de los cristales en la muestra en relación con el sistema de referencia macroscópico.

Adicionalmente, para describir la orientación de los ejes de la celda cristalina con respecto al sistema de referencia, se hace uso de los llamados "ángulos de Euler" (Fig. 3b). En la gran mayoría de los casos - especialmente para estructuras de alta simetría -, estos ángulos definen completamente la orientación del cristal con respecto al sistema de referencia macroscópico (asociado a la muestra en el microscopio).

La forma específica para describir las orientaciones de los cristales en un material policristalino dependerá del objetivo que se persiga. Por ejemplo, puede ser de interés describir las orientaciones cristalográficas preferentes ("texturas") en una lámina metálica (Fig. 3a). En ese caso, es común determinar las direcciones cristalográficas perpendiculares al plano de la lámina, así como los planos cristalográficos paralelos a este mismo plano (todo esto con cierta tolerancia).

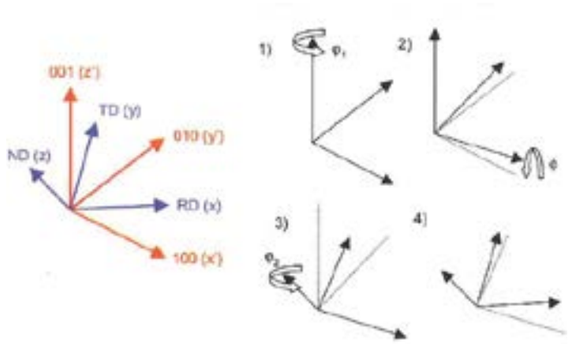


Fig.3: (b) Definición de los ángulos de Euler (ϕ_1 , ϕ_2 , ϕ).ND, RD, TD corresponden a los ejes de referencia macroscópicos.

Por supuesto, existen otras formas para describir las orientaciones de los cristales en un material dado: por ejemplo, la orientación cristalográfica alineada con la longitud de un alambre, los planos cristalinos de una película delgada alineados con la superficie de un substrato, etc.

Otra cuestión atañe a la forma en que se puede representar fácilmente la información de las orientaciones de los diferentes cristales o granos en un material. De nueva cuenta, esto puede hacerse de diferentes maneras, dependiendo del fin que se persiga. Por ejemplo, la Fig. 4a muestra una micrografía de un acero Cr-Mo formada con la señal de electrones secundarios. En la zona mostrada es posible apreciar las fronteras de grano que separan cristales (granos) de diferentes orientaciones con respecto al haz de electrones, pero no se tiene otra información que permita definir explícitamente las orientaciones de cada grano.

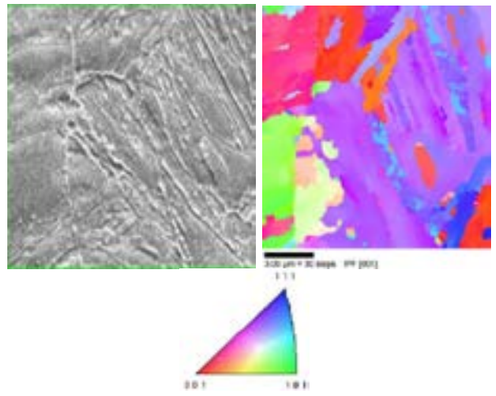


Fig. 4: (a) Imagen de electrones secundarios de la microestructura de un acero. (b) Mapa de orientaciones de la misma región usando la figura inversa de polos (001). (c) Código de colores correspondiente de la figura inversa de polos (001).

Ahora bien, si de cada punto del barrido se obtiene un patrón indexado de Kikuchi y se define como "orientación" a la dirección cristalográfica <uvw> que es perpendicular a la superficie de la muestra, se puede usar este parámetro para mostrar las orientaciones de los diferentes cristales o granos, en lo que se denomina un "mapa de orientaciones" (Fig. 4b).

En este caso particular, esto es lo que se conoce como una "figura de polos inversa" y la información completa debe incluir el "código" con el que se escogen los colores en el mapa de orientaciones, tal como se muestra en la Fig. 4c. En cualquier cristal en la región bajo estudio, el área que ocupa está definida por una misma orientación (el mismo color) y la ubicación de una frontera de grano se distingue por los sitios donde ocurre el cambio de una orientación en otra. Este proceso de formación de imágenes es comúnmente conocido como "mapeo" y las imágenes mismas como "mapas o imágenes de orientación" (orientation maps).

Debe ser claro que la forma de indicar las orientaciones en la Fig. 4b es simplemente una de muchas variaciones posibles. La información que se puede desprender de los datos básicos obtenidos con los patrones EBSD (es decir, las orientaciones cristalinas en cada punto del barrido) es muy variada y extensa. Por ejemplo, en el caso de la microestructura mostrada en las Figs. 4(a,b), es posible calcular las diferencias de orientación ("misorientations") entre puntos vecinos del barrido y clasificarlas según la "magnitud" de la "desorientación". Una forma de describir la diferencia de orientación entre cristales de la misma fase es calculando la rotación que pondría en coincidencia las celdas cristalinas de ambos granos y la dirección cristalográfica del eje sobre el cual se haría la rotación. Esto es, un par "rotación - eje" como, por ejemplo, 20° <111> , que indicaría que las redes de dos granos coinciden mediante una rotación de 20° sobre un eje en una dirección cristalográfica <111> común a ambos cristales. En función de la simetría de las estructuras cristalinas puede existir un conjunto de pares rotación – eje equivalentes para una diferencia de orientación dada. En ese caso, se debe tomar alguna convención para escoger uno de esos pares como descriptor de la diferencia de orientaciones. Una posible elección es la del menor valor posible del ángulo de rotación.

Como se mencionó anteriormente, la información de las orientaciones de los granos en una región dada de la muestra puede expresarse de diferentes formas. En una segunda parte sobre este tema se mostrarán diversas formas en que la orientación determinada mediante patrones de Kikuchi se usa en diferentes materiales y aplicaciones.

Variables mas Importantes

El voltaje de aceleración usado en el SEM – el cual determina la energía cinética y la longitud de onda de los electrones del haz – y la composición química elemental de la muestra tienen un efecto importante en la obtención de los patrones de Kikuchi, así como en la resolución espacial de la técnica de EBSD.

Es bien conocido que la proporción de electrones del haz incidente que se convierten en electrones retrodispersados (denominada "coeficiente de producción de electrones retrodispersados") al interactuar con un material aumenta con el número atómico. Esto es, considerando superficies planas, materiales de número atómico alto producen más electrones retrodispersados que materiales de número atómico bajo. Puesto que los patrones de Kikuchi son formados por la difracción de electrones retrodispersados, se sigue que los materiales de mayor número atómico generan patrones de difracción más intensos. Esto se ilustra claramente con los patrones de Kikuchi mostrados en las Figs. 5(a,b), correspondientes a muestras de aluminio y de tantalio, respectivamente (obtenidos en el mismo instrumento operado al mismo voltaje de aceleración).

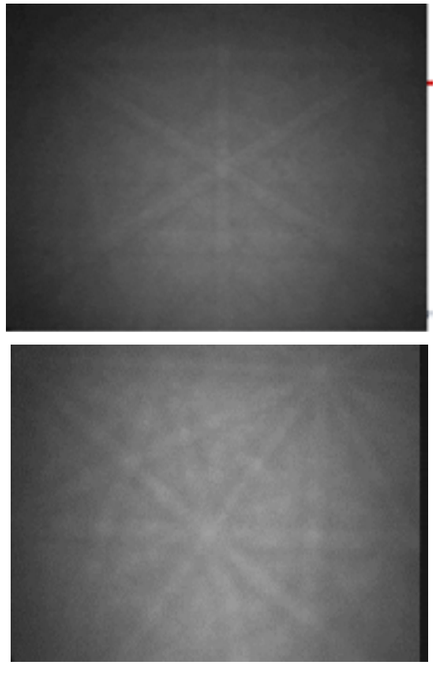


Fig. 5: Patrón de Kikuchi obtenido con voltaje de aceleración de 20 kV para (a) Al puro, (b) Ta puro. (c) Efecto del voltaje de aceleración en la geometría del patrón de Kikuchi; 15 kV, izquierda; 25 kV, derecha.

Por otra parte, el voltaje de aceleración usado influye en la "escala" de los patrones de Kikuchi obtenidos, como se ilustra en las Figs. 5c. Esto se deriva del efecto de la longitud de onda de los electrones del haz incidente, que determina, a través de la ecuación de Bragg, la geometría del patrón de Kikuchi. En años recientes se ha generalizado el uso de simulaciones de los patrones de Kikuchi para facilitar y mejorar su indexación. Esto es especialmente importante en casos de estructuras cristalinas complejas, en el análisis de muestras con múltiples fases, así como cuando las características del material o las condiciones de operación del SEM resulten en patrones de baja intensidad.

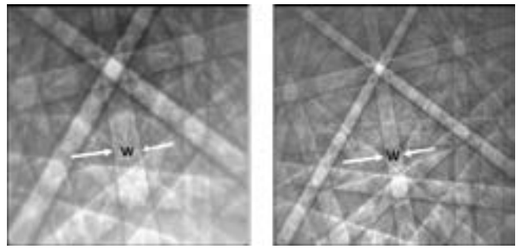


Fig. 5: (c) Efecto del voltaje de aceleración en la geometría del patrón de Kikuchi; 15 kV, izquierda; 25 kV, derecha.

1.- Cruz Gandarilla, F. & Cabañas Moreno, J. G. (2007). Microscopía de Imagen Orientacional, Soc. Mex. de Cristalografía (disponible en https://www.researchgate.net/publication/273723686_Microscopia_de_Imagen_Oreintacional_Parte_-1#fullTextFileContent)
2.- Adam J. Schwartz, Mukul Kumar, Brent L. Adams, David P. Field, editors (2009), Electron Backscatter Diffraction in Materials Science, Springer

Comentarios Finales

Los sistemas modernos de análisis de EBSD han evolucionado de una rapidez de análisis de unos pocos patrones de Kikuchi por segundo al análisis de varios miles por segundo (y con mayor confiabilidad y exactitud); de ser usados para determinar la orientación de algunos cientos de cristales o granos en una muestra a determinar orientaciones de decenas de miles de granos en el mismo tiempo. El uso de ESBD ha hecho casi rutinario el determinar, en escala submicrométrica, las texturas cristalográficas, orientaciones entre granos e intragranulares, tamaños de grano, porcentajes de fases e incluso densidades promedio de dislocaciones. En una próxima contribución se darán ejemplos específicos de este tipo de aplicaciones.

DESARROLLO DE UN DETECTOR EDS SIN VENTANA Y DE GRAN ANGULO SOLIDO GATHER-X PARA SU USO CON UN MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO DE EMISION DE CAMPO (FE-SEM)

Autores: Ktoa Yanagihara. EX Business Unite, JEOL Ltd

El Gather-X (serie JED DrySD™ Gather-X), un detector EDS sin ventana, es el modelo insignia de la serie de detectores EDS de JEOL. Este innovador Gather-X permite la detección de rayos X característicos provenientes del litio, lo cual era difícil de lograr con los detectores EDS estándar actualmente utilizados. Además, con el Gather-X se consigue un mapeo EDS de alta velocidad y alta resolución espacial al acercar el sensor de rayos X a la muestra. Este artículo presenta el estado de desarrollo, las características y ejemplos de aplicación del Gather-X.

Introducción

La Espectroscopía de Rayos X por Dispersión de Energía (EDS o EDX), que se incorpora en diversos instrumentos de análisis (TEM, SEM, EPMA, Auger, XRF, etc.), es un método analítico que detecta rayos X característicos generados a partir de una muestra mediante la irradiación de un haz de electrones o rayos X sobre la misma, adquiriendo espectros característicos de rayos X. Las energías e intensidades de estos espectros se analizan para realizar estudios cualitativos y cuantitativos de las áreas de observación de la muestra.

La Espectroscopía de Rayos X por Dispersión de Longitud de Onda (WDS o WDX) es otro método analítico que utiliza rayos X característicos y se encuentra instalado en el Microanalizador de Sonda Electrónica (EPMA). El WDS ofrece alta resolución energética y una alta relación pico-fondo (P/B); por lo tanto, el límite inferior de detección y la precisión en la cuantificación son superiores a las del EDS. El EPMA permite realizar análisis cuantitativos de alta precisión de elementos traza en la muestra. Por otro lado, el EDS ofrece una mayor eficiencia de detección que el WDS gracias a su configuración de hardware y, además, con el EDS se pueden analizar múltiples elementos de manera simultánea. Por ello, el EDS se instala en diversos modelos de microscopios electrónicos y se utiliza como una herramienta útil que permite obtener rápida y fácilmente resultados de análisis cualitativos y cuantitativos de sitios con distribución elemental mediante mapeo elemental y análisis lineal de un área local de la muestra.

Analizador EDS para uso con SEM-EDS

Detector EDS Estandar

La cámara de muestras del SEM no siempre se mantiene en alto vacío, ya que al observar y analizar materiales aislantes, la cámara opera en condiciones de bajo vacío (LV). y cuando se intercambia una muestra, se utiliza una esclusa de aire y la cámara se ventila (sistema de extracción). Por tanto, un detector EDS acoplado a la cámara está expuesto a diversas condiciones. Un elemento Peltier, generalmente utilizado como sensor de rayos X (detector semiconductor) para el detector EDS, se enfría a temperaturas entre −30 °C y −40 °C para reducir el ruido. Esta temperatura de enfriamiento debe mantenerse bajo los entornos mencionados anteriormente, ya que la reproducibilidad de los resultados de análisis debe conservarse sin fluctuaciones de ruido. Otro aspecto importante es que, si existe un volumen mínimo de agua o hidrógeno en la cámara y el sensor de rayos X está expuesto a ellos, la absorción de estos materiales por el sensor puede dañarlo. Para evitar tales problemas, los detectores EDS actuales cuentan con un sistema de protección que sella al vacío el sensor de rayos X. Esta capacidad aísla las muestras en vacío de los entornos externos de la cámara. Para detectar rayos X característicos en condiciones selladas al vacío, también se incorpora una ventana de transmisión de rayos X en la parte frontal del sensor.

Sin embargo, los rayos X característicos con energías inferiores a 1 keV se absorben parcialmente a través de la ventana. Estos rayos X por debajo de 1 keV corresponden a las líneas K del primer período de elementos ligeros (de Li a F), las líneas L del segundo período de elementos (de Na a Cl) y de los primeros metales de transición (de Sc a Cu), y las líneas M de los segundos metales de transición (de Y a Ag). La proporción de absorción de rayos X característicos por la ventana varía según el tipo de ventana (composición y espesor) y la energía de los rayos X característicos.

Analizador EDS para uso con SEM-EDS

Detector EDS sin ventana

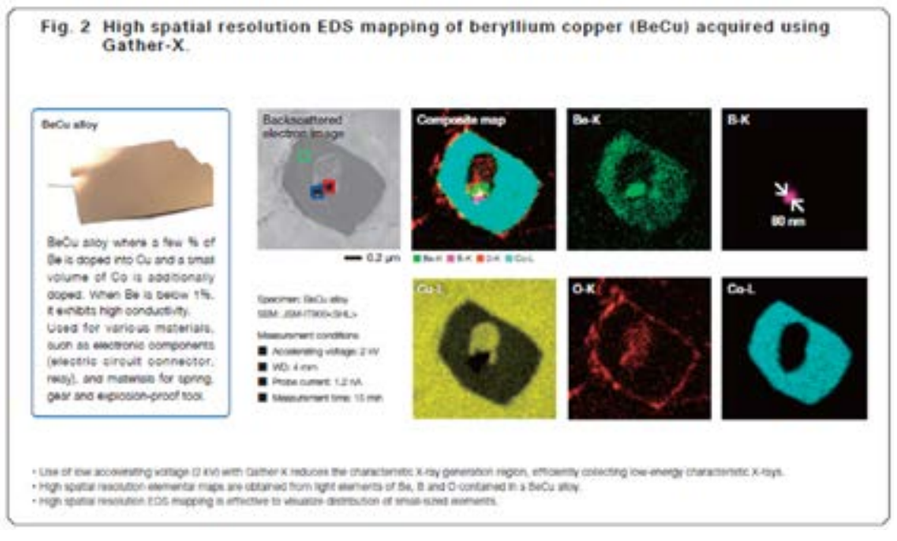
La Figura 2 muestra un ejemplo de análisis SEM-EDS de cobre berilio (BeCu), donde se adiciona un pequeño porcentaje de Be al Cu para incrementar la dureza del material de cobre. Dado que el Be se encuentra localizado en este material, el mapeo EDS con alta magnificación y alta resolución espacial son necesarias. Para lograr esto, se requiere suprimir la difusión del haz de electrones incidente en la dirección de profundidad y en la dirección lateral dentro de la muestra, ajustando un voltaje de aceleración bajo. Sin embargo, la línea Be-K tiene baja energía y se absorbe a través de la ventana, lo que disminuye la eficiencia de detección. Pero, al intentar aumentar la corriente de la sonda para obtener la línea Be-K con una tasa de conteo suficientemente alta, el tamaño de la sonda se incrementa y esto afecta la mejora de la resolución espacial.

El detector EDS sin ventana es una solución para suprimir la absorción de rayos X de baja energía a través de una ventana. Además, al posicionar el sensor de rayos X más cerca de la muestra para aumentar el ángulo sólido de detección, se mejora significativamente la eficiencia de recolección de rayos X característicos. Como se muestra en la Figura 2, es posible obtener mapeo EDS de alta resolución espacial incluso con bajo voltaje de aceleración y baja corriente de sonda. Con un detector EDS sin ventana, se hace posible recolectar la línea Li-K (54 eV), la cual era difícil de detectar con los detectores EDS estándar. Este beneficio permite satisfacer las necesidades analíticas de compuestos de litio, cuyas aplicaciones abarcan una amplia variedad de campos, incluyendo materiales para baterías, materiales aeroespaciales, materiales semiconductores, vidrios y catalizadores.

Caracteristicas y Tecnologias del EDS sin ventana “Gather-X”

El Gather-X, un detector EDS sin ventana, mejora no solo la eficiencia de detección de rayos X característicos de baja energía (por debajo de 1 keV), sino también la eficiencia de recolección para todas las regiones de energía (por debajo de 30 keV), gracias a los grandes ángulos sólidos logrados mediante una geometría única del detector. Con estos beneficios, el Gather-X es el modelo insignia de los EDS de JEOL, especialmente diseñado para el SEM de Emisión de Campo JEOL JSM-IT810 (versión avanzada del modelo JSM-IT800). El Gather-X cuenta con tres características principales, que se describirán en detalle.

Fig. 2 High spatial resolution EDS mapping of beryllium copper (BeCu) acquired using Gather-X.



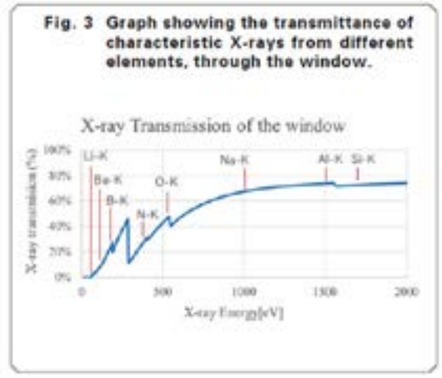
1. Análisis de alta sensibilidad para todas las regiones de energía
2. Mapeo EDS de alta resolución espacial
3. Alta facilidad de uso y operación segura

1.-Análisis de alta sensibilidad para todas las regiones de energía ”

Absorción de rayos X a través de una ventana

Los detectores EDS estándar de JEOL tienen ventanas delgadas de polímero (espesor: unos 100 nanómetros), y estas ventanas absorben señales de rayos X característicos de baja energía, especialmente a energías inferiores a 1 keV (ver Fig. 3). Entre estos rayos X característicos, aquellos con energías menores a 100 eV presentan casi 0 % de transmitancia, principalmente debido al espesor de la ventana de polímero. Estos rayos X incluyen: Mg-L (49 eV), Li-K (54 eV), Al-L (70 eV) y Si-L (90 eV). Esto genera una dificultad significativa para detectar dichos rayos X. Para rayos X característicos con energías superiores a 100 eV, por ejemplo, la transmitancia es la siguiente: Be-K (110 eV): 8 %, B-K (183 eV): 26 % y N-K (392 eV): 25 %. Estos resultados indican que la proporción de absorción (transmitancia) varía según las energías características de los rayos X, afectadas indirectamente por el borde de absorción de los elementos constituyentes de la ventana. Aunque para rayos X característicos con energías superiores a 1 keV, los rayos X se absorben parcialmente a través de la ventana. Por ejemplo: Al-K (1.486 keV): 74 % de transmitancia en la ventana

Fig. 3 Graph showing the transmittance of characteristic X-rays from different elements, through the window.



El Gather-X no tiene ventana en el detector, lo que permite recolectar rayos X característicos con energías inferiores a 100 eV, algo difícil de lograr con detectores EDS convencionales. Este detector EDS sin ventana mejora la eficiencia de detección de rayos X característicos con energías mayores a 100 eV, logrando alta productividad en análisis elemental y permitiendo adquirir señales de rayos X con corrientes de sonda bajas, lo que es ideal para muestras susceptibles a daños por el haz de electrones.

Tecnologías del EDS sin ventana

El Gather-X es un detector EDS sin ventana, pero el operador no tiene que preocuparse por daños en el detector. El Gather-X ofrece una operación segura gracias a las siguientes tres razones:

- El JSM-IT810, modelo insignia de los SEM de emisión de campo (FE-SEM) de JEOL, está equipado con una cámara de muestras de alto vacío.
- El JSM-IT810 utiliza gas nitrógeno seco como gas de circulación en bajo vacío (LV). Por lo tanto, el volumen de gases de impureza introducidos en la cámara de muestras es extremadamente pequeño, manteniendo un alto vacío en la cámara (como se mencionó anteriormente).
- El Gather-X cuenta con un sistema de seguridad vinculado al JSM-IT810, lo que permite enfriar el sensor de rayos X únicamente cuando se opera en alto vacío con el JSM-IT810. No existe posibilidad de exposición del sensor de rayos X cuando esté frio con el aire durante la ventilación de la cámara.

Gran Ángulo Sólido

El ángulo sólido (Ω), que es un indicador de la eficiencia de detección, se aproxima mediante la siguiente ecuación (Ecuación 1), utilizando el tamaño del sensor de rayos X (S) y la distancia entre el sensor de rayos X y la muestra (L):

$$\Omega = \frac{S}{L^2} \text{(Ecuación 1)}$$

Es decir, los requisitos para un ángulo sólido grande son que el tamaño del sensor de rayos X sea grande y que el sensor esté cercano a la muestra. El Gather-X tiene un sensor de rayos X de gran tamaño: 100 mm^2. Además, a diferencia de la forma circular del sensor de rayos X estándar, el Gather-X adopta un sensor de rayos X con forma de pista de carreras (racetrack). Por lo tanto, el sensor de rayos X del Gather-X puede acercarse más a la muestra sin interferir con la lente objetiva del JSM-IT810 (ver Fig. 4).

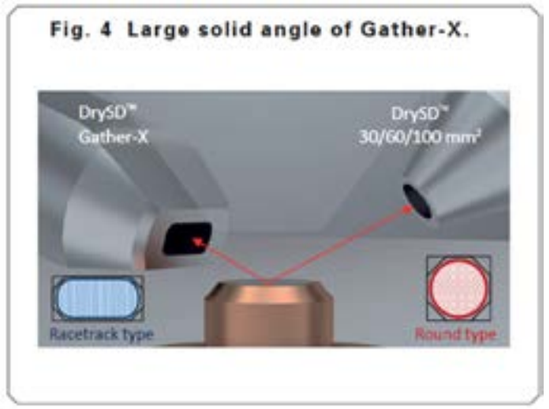


Fig. 4 Large solid angle of Gather-X.

El sensor de rayos X no solo cuenta rayos X característicos, sino también las energías continuas de los electrones que inciden sobre el sensor. Estas energías electrónicas generan un fondo en los espectros EDS y deterioran el límite inferior de detección de los rayos X característicos. Además, los electrones incidentes pueden causar daños directos al sensor de rayos X, afectando la medición adecuada de las energías de rayos X por el sensor. Por ello, se requiere la trampa de electrones para evitar que los electrones ingresen al sensor de rayos X. Cabe señalar que el detector EDS estándar también está equipado con un sistema de trampa de electrones, que desvía la trayectoria del haz de electrones incidente mediante un campo magnético, evitando así que los electrones ingresen al sensor de rayos X.

El sistema de trampa de electrones del Gather-X (ver Fig. 5) permite no solo desviar los electrones incidentes con energías de hasta 30 keV, sino también acercar el sistema a la muestra al minimizar su tamaño, contribuyendo así a mejorar la eficiencia de recolección de rayos X. Además, este sistema de trampa para el Gather-X fue diseñado específicamente para suprimir cualquier fuga de campo magnético proveniente del sistema. Este diseño permite que el JSM-IT810 equipado con el Gather-X mantenga una alta calidad de imagen SEM al reducir cualquier efecto adverso del haz primario incidente sobre la muestra durante la inserción del detector, como se muestra en la Figura 5. Como se describió anteriormente, las tres tecnologías combinadas de "EDS sin ventana", "Ángulo sólido grande" y "Sistema de trampa de electrones (por debajo de 30 keV)" han mejorado la sensibilidad de detección de rayos X.

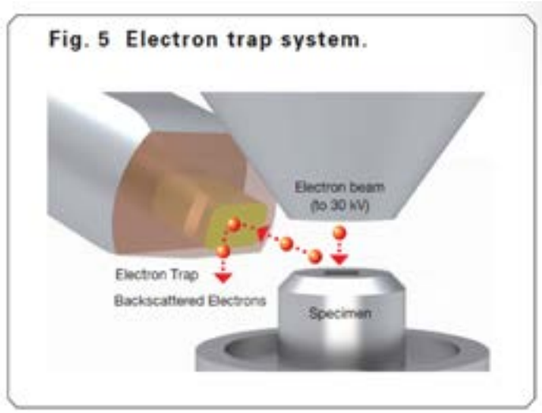


Fig. 5 Electron trap system.

En comparación con un detector EDS estándar (modelo: EX-74710U1LAQ, tamaño del sensor de rayos X: 60 mm²) instalado en un JEOL JSM-IT810(SHL) FE-SEM, la eficiencia de detección del Gather-X ha mejorado. Por ejemplo: B-K (183 eV): 12.5 veces, N-K (392 eV): 13.9 veces, Al-K (1.486 keV): 7.5 veces, Ti-K (4.509 keV): 7.1 veces. El Gather-X ofrece análisis de alta sensibilidad para todas las regiones de energía (ver Fig. 6).

2. Mapeo EDS de alta resolución espacial

Adaptación al análisis con corta distancia de trabajo (WD)

El mapeo EDS de alta resolución espacial requiere diversas condiciones analíticas, como una corta distancia de trabajo (WD), bajo voltaje de aceleración y bajas corrientes de sonda. Sin embargo, al realizar análisis cuantitativo con el detector EDS estándar, se requiere una WD de 10 mm. Aunque para obtener imágenes SEM de alta resolución, normalmente se utiliza una WD menor a 10 mm. Además, no se logra un ángulo sólido grande con una WD de 10 mm. Estas desventajas pueden generar problemas, ya que las condiciones óptimas de medición se vuelven inevitablemente diferentes entre la observación SEM y el análisis EDS de la misma muestra. La razón de esta diferencia es que las señales de rayos X adquiridas de la muestra deben incrementarse para un análisis EDS adecuado; por lo tanto, típicamente el EDS requiere corrientes de sonda más altas que el SEM.

El Gather-X incorpora varios diseños innovadores para superar este problema. La distancia de trabajo (WD) durante el análisis cuantitativo se ha logrado reducir a 7 mm, lo que representa 3 mm menos que el estándar del sistema EDS (cuando se instala en el puerto WDS del JSM-IT810). El colimador del detector de rayos X ha sido diseñado de manera innovadora para disminuir la distancia de trabajo hasta tan corto como 1 mm. Estas capacidades permiten el análisis a distancias de trabajo (WD) muy cortas [1].

Adaptable al modo BD

El modo BD (Desaceleración del haz), que es estándar en el JSM-IT810 FE-SEM, desacelera el haz de electrones incidente antes de que ingrese a la muestra aplicando un voltaje de polarización en la platina de la muestra. Esta función mejora especialmente la resolución espacial y la relación señal/ruido (S/N) a bajo voltaje de aceleración. Por lo tanto, con el análisis utilizando el modo BD, se puede lograr un mapeo EDS con mayor resolución espacial. Sin embargo, en este caso, si se aplica el voltaje de polarización bajo una condición en la que la cabeza eléctricamente conductora del detector Gather-X se acerca a la muestra, puede ocurrir una descarga.

Para evitar esta posibilidad, se ha desarrollado un sistema de seguridad (que limita el movimiento de la platina) utilizando análisis de campo magnético para obtener las condiciones adecuadas que no provoquen descarga. Como resultado, el Gather-X incluye un sistema de seguridad que proporciona la separación adecuada entre el Gather-X y la muestra.

Este logro permite el análisis en modo BD (Fig. 7). Las funciones "Adaptable al análisis con WD corto" y "Adaptable al modo BD" descritas en este capítulo, así como la mejora en la eficiencia de detección y la recolección de rayos X a bajo voltaje de aceleración y baja corriente de sonda explicadas anteriormente, han contribuido significativamente a la obtención de mapeo elemental de alta resolución espacial utilizando el Gather-X.

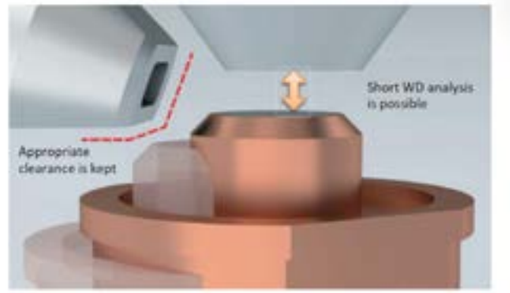


Fig. 7 Adaptable to short WD and BD mode.

In BD mode, appropriate clearance is kept to suppress discharge.

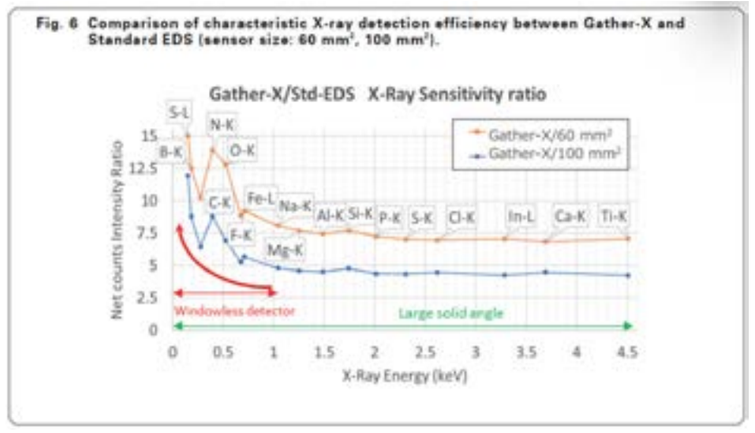


Fig. 6 Comparison of characteristic X-ray detection efficiency between Gather-X and Standard EDS (sensor size: 60 mm², 100 mm²).

3. Alta usabilidad y operación segura

Integración EDS

Los sistemas EDS de JEOL, incluido el Gather-X, están completamente integrados en el software de control del SEM de JEOL. Esta integración permite operaciones continuas y adquisición de datos desde la observación SEM hasta el análisis EDS dentro de la misma interfaz de usuario. No se requiere la readquisición de una imagen SEM para el análisis EDS, logrando así mediciones SEM-EDS rápidas y fluidas.

La función de Análisis en Vivo de JEOL hace posible mostrar un espectro EDS o mapas EDS en tiempo real durante la observación de la imagen. Esta visualización en tiempo real mejora el rendimiento de la medición, ya que el análisis EDS comienza inmediatamente después de hacer clic en la posición objetivo en la imagen en vivo en la pantalla del monitor. Luego, los resultados del análisis elemental pueden obtenerse de manera fluida. El SMILE VIEW™ Lab, un sistema dedicado de gestión de datos de JEOL, vincula la imagen óptica, las imágenes SEM y los resultados del análisis EDS. Los datos de observación adquiridos y los datos de análisis se almacenan y se vinculan entre sí, lo que permite una gestión de datos fluida. Dado que el SMILE VIEW™ Lab cuenta con una función de generación de informes, se puede personalizar un informe y, con un solo clic, exportarlo y enviarlo a Microsoft® Word® y Microsoft® PowerPoint® [2].

La interfaz gráfica de operación (GUI) del Gather-X también está integrada en el software de control del SEM. Simplemente haciendo clic en la pantalla se permite la refrigeración y el movimiento del sensor de rayos X. El sistema de accionamiento por motor del Gather-X hace posible insertar (o retraer) rápidamente el sensor de rayos X en las posiciones de alto especificadas, sin ruido y con alta precisión en la posición de alto. (Nota: Microsoft® Word® y Microsoft® PowerPoint® son nombres de productos de Microsoft Corp. en EE. UU.)”**

Sistemas de interbloqueo vinculados al instrumento principal del SEM

El Gather-X está equipado con sistemas de interbloqueo diseñados específicamente para su uso con el JSM-IT810. Estos incluyen un sistema de protección del sensor de rayos X para evitar daños al sensor de rayos X refrigerado durante la exposición del sensor al aire, así como un sistema de prevención de colisiones que evita el choque del detector con diversos portamuestras dejando una separación entre el detector y los portamuestras. Además, está disponible otro sistema de prevención de colisiones para varios accesorios opcionales (detector de electrones retrodispersados, sistema LV, STEM, EBSD, varilla de intercambio de muestras, etc.).

Todos estos sistemas de interbloqueo permiten operaciones seguras incluso para principiantes en SEM-EDS.

Ejemplos de aplicación

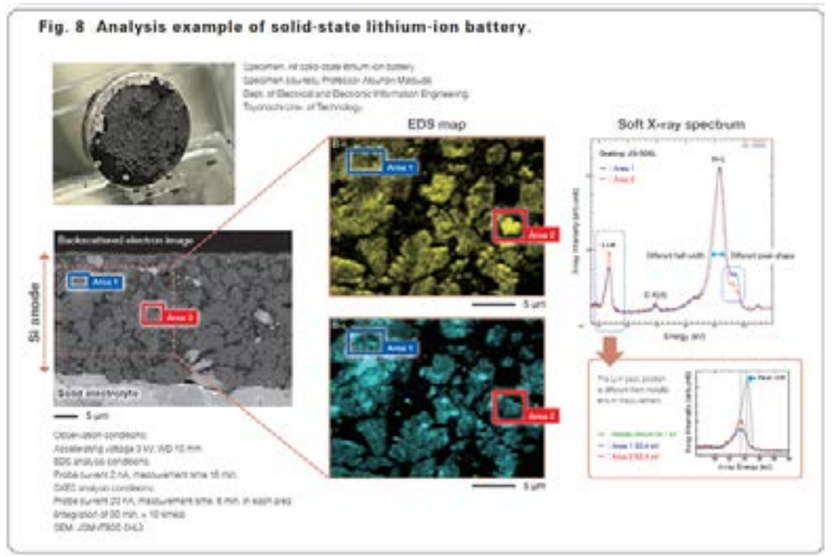
1. Análisis del estado químico en regiones de rayos X blandos con SEM / Gather-X / SXES**

El JSM-IT810 permite la instalación simultánea de un Gather-X y un espectrómetro de emisión de rayos X “suaves” (SXES), el cual proporciona análisis del estado químico en la región de energía de rayos X “suaves” por debajo de 1 keV. Dado que el Gather-X puede realizar análisis elemental rápido, incluyendo la región de rayos X “suave”, el uso del Gather-X como sistema de preselección de rayos X para el SXES hace posible mejorar el rendimiento del análisis del estado químico mediante SXES y el daño por haz de electrones a la muestra se reduce significativamente gracias a un tiempo de adquisición corto.

Análisis de batería de ion-litio en estado

La Figura 8 presenta un ejemplo de análisis de un ánodo de silicio de una batería de ion-litio en estado sólido cargada al 84%, utilizando Gather-X y SXES. Se preparó una muestra en sección transversal del ánodo de silicio utilizando un JEOL CROSS SECTION POLISHER™ (CP) en un entorno aislado del aire. A partir de una imagen de electrones retrodispersados del ánodo de silicio cargado, se identificó la diferencia de contraste en las partículas del ánodo. Los mapas EDS creados por el Gather-X revelaron la distribución de Li-K (54 eV) y Si-L (90 eV). La diferencia entre los picos superiores de Li-K y Si-L es muy pequeña (40 eV); por lo tanto, se aplicó la deconvolución de picos a los picos superpuestos utilizando la función de mapa neto, y posteriormente se realizó el mapeo elemental.

Los mapas EDS obtenidos muestran baja intensidad de Li-K, mientras que la intensidad de Si-L en la parte superior del material del ánodo es alta, lo que indica que el litio no está suficientemente absorbido en algunas áreas de la parte superior del ánodo. Los resultados del análisis SXES para el Área 1 (marcada con un marco azul) y el Área 2 (marcada con un marco rojo) muestran la diferencia en la posición del pico Li-K entre el litio en el ánodo (53.4 eV) y el litio metálico (54.3 eV). Los resultados sugieren que



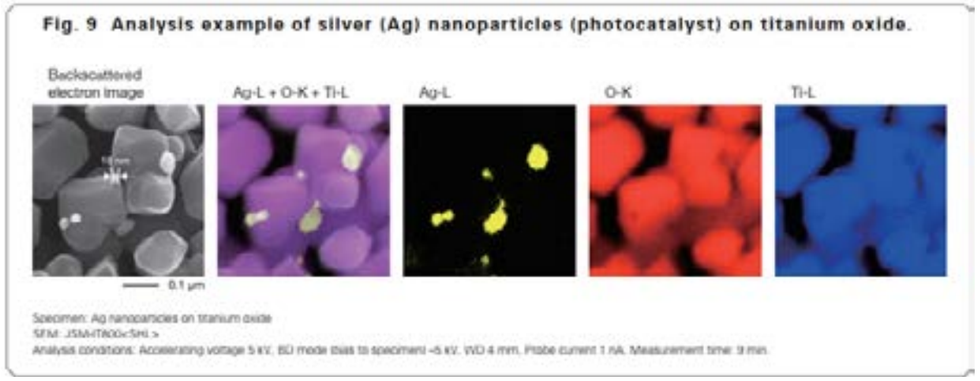
los espectros SXES obtenidos de ambas áreas reflejan el estado químico de una aleación Li-Si. Además, la diferencia en el ancho medio y la forma del pico de la emisión Si-L sugiere que la estructura cristalina de la aleación Li-Si es diferente entre el Área 1 y el Área 2.

2. Análisis de mapas de alta resolución espacial mediante WD corto y modo BD

El Gather-X permite la adquisición de mapas EDS de alta resolución espacial a bajo voltaje de aceleración. Esto se logra mediante el uso combinado de una WD más corta (7 mm) que la WD estándar para análisis cualitativo y el modo BD, que aplica un voltaje de polarización sobre la platina de la muestra.

Análisis de nanopartículas de plata (fotocatalizador) sobre óxido de titanio sólido

La Figura 9 muestra mapas EDS de nanopartículas de plata (Ag) sobre óxido de titanio (tamaño: aproximadamente 18 nm), obtenidos con una WD de 4 mm y una magnificación de ×200,000. Los mapas EDS de alta resolución espacial son efectivos para el análisis de partículas finas, como las partículas catalizadoras.



3. Análisis utilizando múltiples detectores

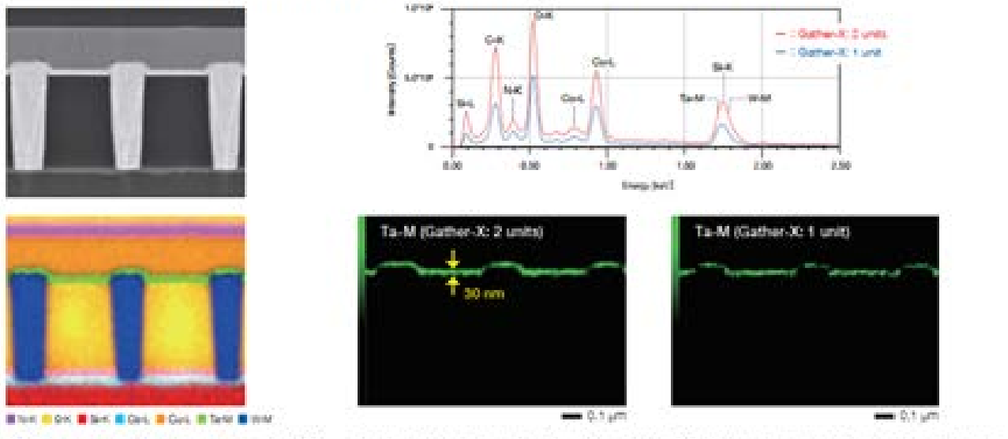
Se pueden instalar múltiples detectores Gather-X, hasta 3 unidades, en el JSM-IT810. Esta configuración permite un análisis más rápido y es adecuada para muestras sensibles al daño por haz de electrones. El análisis utilizando múltiples unidades detectoras permitereducirlosefectosdelatopografíadelamuestra.

Análisis de múltiples capas en una sección

El uso de múltiples detectores Gather-X es eficaz para un análisis aún más rápido en el campo de los semiconductores, para control de calidad e inspección de productos. Incluso cuando se configuran múltiples detectores Gather-X, las dimensiones de cada detector (distancia de inserción, ángulo de salida y WD estándar) son las mismas y, por lo tanto, la eficiencia de detección de los respectivos detectores es igual. Además, se puede realizar un análisis cuantitativo sumando las intensidades de rayos X (concentraciones

La Figura 10 muestra un mapa EDS de cada capa en una sección transversal de un chip IC. Cuando se utilizan dos detectores Gather-X, la sensibilidad a los rayos X se duplica. Esta ventaja permite realizar el mapeo de una capa de tántalo (Ta) de 30 nm en solo unos minutos. Los detectores Gather-X múltiples ofrecen otro beneficio. Cuando se utiliza un solo detector EDS, los mapas de rayos X pueden mostrar artefactos de sombra debido a la topografía de la muestra. Estos artefactos de sombra se minimizan utilizando dos detectores EDS Gather-X posicionados en ángulos opuestos.

Analysis example of multi-layers on an IC chip cross section.

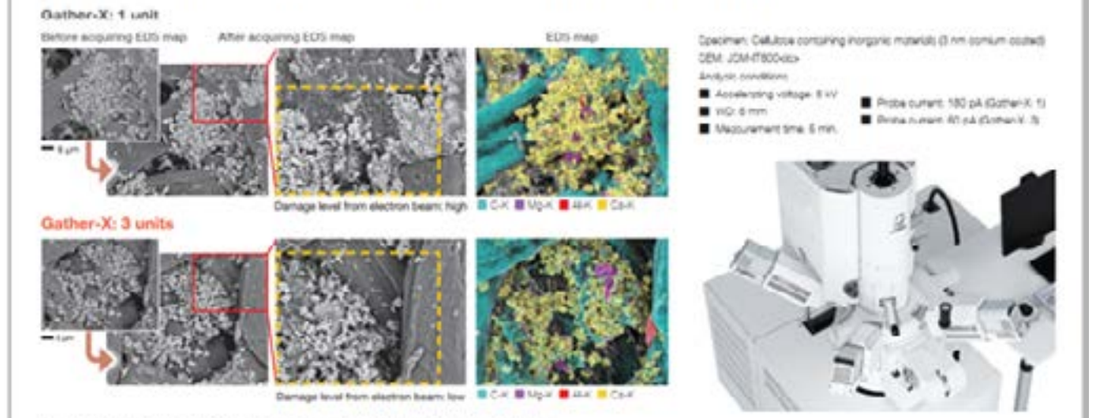


Specimen: IC chip cross section (prepared using CP)
SEM: JSM-IT800<is>
Analysis conditions: Accelerating voltage 3.5 kV (maximum specimen bias voltage: –
WD 8 mm, probe current 0.9 nA, measurement time 8 min.

Análisis de celulosa que contiene materiales

El uso de múltiples detectores Gather-X mejora la eficiencia de detección, permitiendo un análisis EDS rápido con bajas corrientes de sonda. De este modo, se reduce el daño por haz de electrones en muestras sensibles al haz (material orgánico, etc.). La Figura 11 muestra mapas EDS de celulosa que contiene materiales inorgánicos obtenidos utilizando un detector y tres detectores. En el análisis EDS con un solo detector, se confirmó que la superficie de la muestra fue dañada por la irradiación del haz de electrones después del análisis. Pero con tres detectores Gather-X, la corriente de sonda se redujo en un tercio manteniendo la misma tasa de conteo que con un detector, demostrando una reducción del daño por haz

Fig. 11 Analysis example of cellulose containing inorganic materials.



BSE images showing an alteration phase in a Haversian canal (a) and in bone cavities (b).

Conclusión

Este artículo ha presentado el estado de desarrollo, las características y ejemplos de análisis del Gather-X. Este Gather-X es un instrumento EDS innovador, que ofrece mayores capacidades y no es simplemente un modelo de gama alta de los EDS de JEOL. Con su capacidad para realizar análisis de alta sensibilidad en todas las regiones de energía de rayos X característicos, mapeo elemental de alta resolución espacial y operación con alta usabilidad y seguridad, se espera que el Gather-X se utilice en aplicaciones aún más amplias, incluyendo la detección de rayos X característicos del litio, lo cual no es posible analizar con la mayoría de los detectores EDS. Además, como herramienta de análisis preliminar para otros accesorios analíticos, como WDS, SXES, CL (catodoluminiscencia) y EBSD, el Gather-X servirá como parte de una herramienta técnica esencial para realizar análisis más sofisticados."

Agradecimientos

Agradecemos los esfuerzos de los miembros del proyecto para desarrollar el Gather-X y de todas las demás personas involucradas. Queremos expresar nuestro sincero agradecimiento al Profesor Atsunori Matsuda y a la Dra. Reiko Matsuda de la Universidad de Tecnología de Toyohashi por proporcionar generosamente las muestras de batería de ion-litio en estado sólido.

Referencias

[1] N. Inoue, Microscopy TODAY 32 (2024) https://doi.org/10.1093/mictod/qaae026
[2] Yoshikazu Nemoto, Yohei Kojima, "Nuevos modelos de SEM de propósito general de JEOL –Avance en la experiencia del usuario proporcionada por alta operabilidad–", Nihondenshi News (2024) 56(1) 39-46 (en japonés).

Reseñas

DR. FRANCISCO CRUZ GANDARILLA (1951 - 2023)

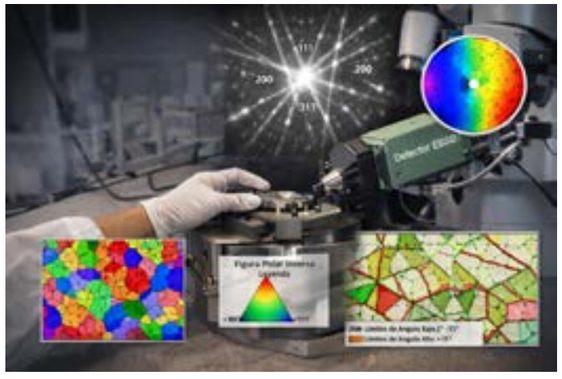
Autor: Gerardo Cabañas Moreno

Originario de Cuba, donde se graduó como doctor en Física en la Universidad de la Habana, el. Dr. Cruz Gandarilla inició su labor profesional y académica en México en 1997. Para 1999 se había establecido como Profesor Titular en la Escuela de Física y Matemáticas del Instituto Politécnico Nacional, donde permaneció hasta su fallecimiento en 2023.

Desde sus días de estudiante universitario desarrolló un interés por la cristalografía y la ciencia de materiales, y trabajó activamente en temas de caracterización por difracción de rayos X y texturas cristalográficas en metales. Durante muchos años mantuvo una colaboración cercana con el Dr. Richard Penelle (univ. De París-Sur y CNRS), quien fue de los primeros usuarios de un equipo comercial para el análisis de patrones de difracción de electrones retrodispersados y que introdujo al Dr. Cruz Gandarilla a esa técnica.

De esta manera, al emigrar a México, el Dr. Cruz Gandarilla continuó trabajando con la técnica de ESBD (tenía todavía en Cuba un alumno de posgrado dedicado al estudio de texturas en aceros al silicio y era asiduo asistente a los congresos internacionales sobre texturas cristalográficas). Durante ese tiempo, también estableció una relación de colaboración y amistad con el Dr. Stuart Wright, quien ha sido uno de los más importantes desarrolladores de la misma técnica.

Durante la década de 2000-2010, el Dr. Cruz Gandarilla impartió los primeros cursos en México para difundir los usos de ESBD, habiendo también conseguido el equipamiento necesario que se instaló en un microscopio electrónico de barrido de la ESFM-IPN. Adicionalmente, como fue su norma, fue autor de dos libros sobre el tema, editados por la Sociedad Mexicana de Cristalografía, los cuales se pueden obtener en el portal de ResearchGate.



Reseñas

DR. HORACIO MERCHANT LARIOS

Autor: Daniel Bahena Uribe

Pionero en la integración de la microscopía electrónica a la biología del desarrollo en México

La consolidación de la microscopía electrónica en el estudio de sistemas biológicos en México no puede entenderse sin reconocer la trayectoria del Dr. Horacio Merchant Larios, investigador emérito de la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM) y del Sistema Nacional de Investigadores y una de las figuras más influyentes en la biología del desarrollo en el país.

Desde las primeras décadas de la adopción de la microscopía electrónica en México, el Dr. Merchant Larios comprendió que esta técnica no era únicamente una herramienta de observación, sino un instrumento transformador para entender la organización íntima de la célula y los tejidos, lo que permitio conectar estructura y función a escalas antes inaccesibles. Su formación y especialización en el extranjero, en una época en la que el acceso a esta tecnología era limitado, contribuyeron decisivamente a introducir y consolidar el uso de la microscopía electrónica en estudios biológicos nacionales.

Su trabajo científico se centró en la biología y la diferenciacion celular, campos en los cuales la observación ultraestructural fue clave para explicar procesos de determinación sexual, organización tisular y diferenciación gonadal en vertebrados. Sus investigaciones ayudaron a formar una generación de científicos que comprendieron que el microscopio electrónico no era un lujo tecnológico, sino una herramienta indispensable para resolver preguntas biológicas fundamentales.

Sin embargo, su legado va más allá de sus contribuciones científicas directas. El Dr. Merchant Larios fue también constructor de comunidad académica, formador de estudiantes, impulsor de programas de investigación y referente institucional dentro de la UNAM. Decenas de investigadores formados directa o indirectamente bajo su influencia continúan hoy empleando técnicas de microscopía avanzada en áreas que abarcan desde la biología celular hasta la biomedicina y la biotecnología.

Su trayectoria representa una etapa crucial en la historia científica del país: el paso de la biología descriptiva hacia una biología apoyada en herramientas de alta resolución capaces de explicar procesos celulares con rigor estructural. En este sentido, puede considerarse como uno de los grandes impulsores de la cultura de microscopía electrónica aplicada a la biología en México.

Reconocer su trabajo en las páginas de la Revista de la Asociación Mexicana de Microscopía y Microanálisis no solo honra a un científico destacado, sino que también recuerda a la comunidad que el progreso tecnológico y científico depende de quienes supieron ver, en nuevas herramientas, nuevas formas de comprender la vida.

El legado del Dr. Horacio Merchant Larios permanece vivo en cada laboratorio, en cada investigador formado y en cada estudio que continúa revelando, a escala nanométrica, la complejidad de los sistemas biológicos.

Referencia:
Int. J. Dev. Biol. 65: 59-70 (2021)
https://doi.org/10.1387/ijdb.200133hm

Microscopía electrónica e inteligencia artificial: cuando ver ya no es suficiente y analizar lo es todo

Autor: Roberto I. Hernandez Lima-Cinvestav

Durante décadas, la microscopía electrónica fue casi un sinónimo de resolución, asumiendo que a mayor resolución se obtendría un mejor entendimiento. En el laboratorio actual, esa lógica se queda corta. La microscopía electrónica TEM, SEM , STEM, FIB-SEM, y sus variantes, no sólo producen imágenes. adicionalmente producen flujos completos de datos. Y ese cambio, aunque parezca trivial, es más complejo. Hoy el cuello de botella ya no es adquirir información, sino convertirla en conocimiento con rigor, reproducibilidad y estadística defendible.

En ese contexto, la inteligencia artificial (IA) aparece menos como tendencia tecnológica y más como respuesta práctica a los problemas que cualquier experto haya experimentado frente a un microscopio: Hoy en día se generan más datos de los que un humano puede procesar con consistencia. Para no confundir términos, conviene mantener la jerarquía clara: aprendizaje profundo (DL, deep learning) es un subconjunto de aprendizaje automático (ML, machine learning), y ML suele ubicarse dentro del concepto más amplio de la IA. Muto & Shiga (2020) lo plantean con una idea útil: la IA es el concepto general, ML es el conjunto de métodos que aprenden de datos, y DL es una familia de ML basada en redes neuronales con muchas capas.[1]

Esa distinción importa porque evita generar confusión. En microscopía, ML/DL no significa "que la máquina entienda por sí sola", sino que automatiza tareas específicas: separar señal de ruido, segmentar estructuras, detectar objetos, cuantificar distribuciones y, en el mejor de los casos, integrar esas mediciones en pipelines reproducibles. Muto & Shiga (2020) además ponen el problema en un marco que encaja perfecto con la naturaleza del dato experimental: lo que se detecta casi nunca es "señal pura", sino una mezcla de contribuciones físicas más una respuesta instrumental y ruido.[1] En su revisión, representan los datos como una matriz de señales mezcladas y ruido, y desde ahí conectan con herramientas clásicas de análisis multivariable como PCA (principal component analysis, análisis de componentes principales) y SVD (singular value decomposition, descomposición en valores singulares), además de enfoques de BSS (blind source separation, separación ciega de fuentes). [1] En lenguaje de laboratorio: métodos para "resumir lo esencial" y aislar componentes sin depender de ajustes improvisados. Ese marco se vuelve especialmente convincente

cuando se baja a un ejemplo donde el análisis manual se rompe por pura escala. Lee et al. (2020) parten de un problema que suena simple pero no lo es: caracterizar morfología de nanopartículas con estadística real. Las propiedades ópticas, electrónicas o catalíticas dependen de forma y tamaño, pero durante años el análisis por TEM se quedó atrapado entre dos extremos: o era cualitativo, o era cuantitativo con N pequeño. Lee et al. no lo resuelven con un "modelo mágico", sino con un pipeline específico: combinan análisis de imagen con un algoritmo genético (GA, genetic algorithm) para optimizar combinaciones de pasos (preprocesamiento, detección de bordes, separación de partículas adyacentes, etc.) y así poder analizar imágenes con partículas densamente empaquetadas, superpuestas o con contraste irregular. [2] Lo importante no es solo "automatizar", sino que reportan desempeño y tratan el error como parte del método: su discusión insiste en que en análisis masivo un falso positivo no es un detalle; es una distribución estadística deformada. [2]

La consecuencia metodológica de ese trabajo es difícil de ignorar: si el objetivo es representar la población completa con un intervalo de confianza razonable, se necesita del orden de ~1,000–1,500 partículas; no "unas cuantas decenas por costumbre". [2] Lee et al. justifican ese tamaño de muestra con análisis probabilísticos (incluyendo modelos de mezcla y aproximaciones tipo MCMC, Markov chain Monte Carlo). [2] Dicho sin adornos: ese número cambia cómo planeas el experimento. Si el laboratorio pretende correlacionar morfología con desempeño óptico o catalítico, entonces "cuántas partículas mediste" deja de ser un dato cosmético del suplemento y se convierte en condición de validez.

En otro frente, donde el procesamiento clásico se vuelve frágil, DL ha ganado terreno en segmentación. Aquí conviene definir el término porque se usa como si fuera obvio: segmentación es etiquetar píxeles o regiones para separar "objeto" y "fondo" (o múltiples clases) y poder medir tamaños, áreas, bordes o evolución temporal. Horwath et al. (2020) discuten segmentación en imágenes TEM de alta resolución, y el valor divulgativo de este artículo está en que no vende DL como "solución universal". Al contrario: se muestra que la precisión de segmentación depende de factores muy concretos como resolución, preprocesamiento y regularización, y alertan sobre el riesgo de sobreajuste (overfitting), donde el modelo memoriza ejemplos en lugar de aprender patrones generalizables. [3] Ese punto es crucial para divulgación seria: el peligro no es que DL falle; es que funcione "demasiado bien" en el conjunto equivocado y dé confianza excesiva sin generalización. [3]

A escala atómica, el uso de DL no desaparece, pero se vuelve todavía más delicado. Ziatdinov et al. (2017) muestran un caso específico con imágenes STEM con resolución atómica: DL puede ayudar en identificación y seguimiento de transformaciones locales, es decir, extraer patrones y cambios en imágenes donde el detalle ya no es "morfología bonita", sino variaciones que se interpretan en términos de estructura local. [4] Lo importante aqui, no es afirmar que DL "descubre química" por sí solo, sino mostrar que puede acelerar y sistematizar tareas que, por volumen o finura del detalle, serían prohibitivas manualmente. [4] Y justo por eso se vuelve obligatorio mencionar: mientras más potente el modelo, más crítica es la validación para no confundir una inferencia estadística con un hecho físico no sustentado. Hay otra clase de uso de DL: la tensión entre calidad de imagen y daño por el haz, sobre todo en SEM.

En SEM, bajar el tiempo de permanencia (dwell time) reduce exposición, pero también degrada señal y resolución. De Haan et al. (2019) proponen un enfoque directo: entrenar una CNN (convolutional neural network, red neuronal convolucional) con pares de imágenes SEM co-registradas de alta y baja resolución para inferir una versión mejorada a partir de una sola imagen de entrada. [5] Su argumento práctico es operativo: si se puede recuperar el detalle con menos exposición, se aumenta throughput y se reduce el daño o carga, sin exigir cambios de hardware. [5]

Este mismo principio —aprender una transformación estadística entre dominios de imagen— aparece en otro campo de la microscopía: Rivenson et al. (2017) muestran "deep learning microscopy" en microscopía óptica, donde una red aprende a mapear imágenes de menor calidad a imágenes mejoradas sin cambiar el sistema óptico. [6] No es lo mismo que SEM, pero sirve como ejemplo de que el esquema "datos pareados red que aprende transformación" es una estrategia real, publicada y medible.[6]

Y si se habla de problemas que realmente te arruinan el día, el desenfoque en SEM es uno de ellos. Na et al. (2021) atacan ese problema con DL pensando en escenarios prácticos: no siempre conoces el desenfoque (escenario "ciego"), y además no quieres aplicar una corrección global que degrade regiones ya enfocadas.[7] Por eso proponen refocalización discriminativa: aprender no solo "cómo refocalizar", sino "dónde" hacerlo, restaurando parches desenfocados mientras mantiene intactas zonas ya buenas. [7] El valor de esto en un laboratorio multiusuario es evidente: estabilizar calidad sin depender de que cada operador sea experto. [7]

La IA también entra por otra vertiente: el archivo y la búsqueda. En la práctica, muchos laboratorios acumulan imágenes SEM etiquetadas con criterios personales, y a los pocos años son casi irrecuperables como recurso científico. Modarres et al. (2017) muestran un ejemplo concreto: entrenar redes para reconocimiento/clasificación de imágenes SEM en un conjunto grande, apoyándose en transferencia de aprendizaje. [8] La lectura de laboratorio es simple: sin clasificación automatizada, el repositorio es un cajón lleno de archivos; con clasificación, empieza a parecerse a una base de datos reutilizable. [8]

Si uno se sale de la microscopía electrónica "clásica" y se mira hacia la microscopía de sonda de barrido, SPM (scanning probe microscopy), aparece otro tipo de cuello de botella: no solo analizas datos, también estás constantemente decidiendo qué región medir y cómo mantener la punta en condiciones. Krull et al. (2020) describen un sistema que combina CNNs para evaluar el estado/calidad y aprendizaje por refuerzo (RL, reinforcement learning) para elegir acciones correctivas con retroalimentación aprendida. [9] Aquí el ejemplo importa porque muestra algo diferente: no es solo "clasificar" o "segmentar", es cerrar el ciclo evaluación - decisión - acción de manera autónoma en un contexto experimental real. [9]

Finalmente, está el tema de acceso. Mucha gente quiere usar DL en análisis de imágenes, pero no tiene GPUs, servidores o tiempo para construir pipelines. Von Chamier et al. (2021) proponen ZeroCostDL4Mic como una forma de bajar esa barrera usando cómputo en la nube y notebooks listos para tareas concretas [10] y el propio artículo pone una advertencia que vale oro, los modelos preentrenados son útiles, pero pueden fallar o producir artefactos cuando se aplican a datos demasiado distintos a los de entrenamiento; por lo tanto el entrenamiento específico y validación siguen siendo parte de la ciencia, no un "detalle técnico". [10]

En este caso, ZeroCostDL4Mic convierte el entrenamiento y uso de redes de deep learning para microscopía en un flujo accesible desde un navegador que se apoya en Google Colab para evitar GPUs locales y configuraciones complejas. El usuario sube datos a Google Drive, ejecuta notebooks guiados, entrena el modelo y valida su desempeño con un bloque de control de calidad integrado. Con eso, puede generar predicciones sobre nuevos datos y descargar tanto los resultados como el modelo entrenado. La figura 1 muestra como es operar un pipeline estandarizado por pasos. En esencia, baja la barrera de entrada sin renunciar a evaluación cuantitativa y trazabilidad del proceso. [10]

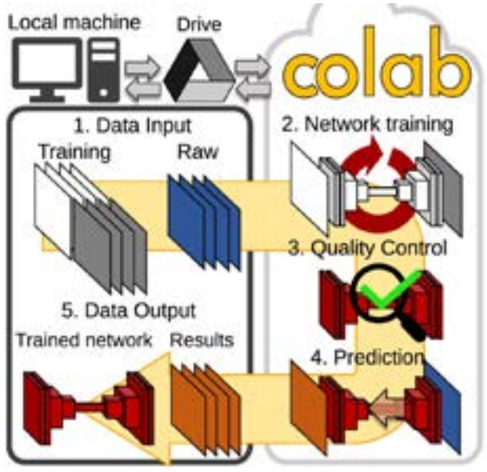


Figura 1: Esquema del flujo de trabajo de ZeroCostDL4Mic: transferencia de datos mediante Google Drive, ejecución en Google Colab para entrenamiento, sección de quality control para evaluar el modelo y etapa de predicción/inferencia; al final, el usuario descarga a su computadora modelos entrenados, métricas/figuras de QC y resultados de predicción. Fuente: Adaptado de von Chamier et al., Nature Communications 12, 2276 (2021). Licencia: Creative Commons Attribution 4.0 International (CC BY 4.0), https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/. La figura ha sido modificada para fines de síntesis y claridad visual.

En conclusión, la IA en microscopía no está cambiando la física del instrumento; está cambiando la forma de hacer análisis defendible a escala. En trabajos como Muto & Shiga (2020) se ve el marco matemático que conecta con la naturaleza mezclada del dato; [1] en Lee et al. (2020) se ve cómo ML permite pasar de "medir unas cuantas partículas" a estadística poblacional con control explícito del error; [2] en Horwath et al. (2020) se ve por qué DL exige disciplina para no caer en resultados bonitos pero frágiles; [3] y en aplicaciones como de Haan et al.(2019) o Na et al. (2021) se ve el impacto operativo directo sobre calidad, daño, enfoque y throughput. [5-7] Ver sigue siendo importante. Pero hoy, entender depende tanto del microscopio como del flujo analítico que convierte datos crudos en evidencia reproducible.

Referencias

1.Muto, S., & Shiga, M. (2020). Application of machine learning techniques to electron microscopic/spectroscopic image data analysis. Microscopy, 69(2), 110–122. https://doi.org/10.1093/jmicro/dfz036

2.Lee, B., Yoon, S., Lee, J. W., Kim, Y., Chang, J., Yun, J., Ro, J. C., Lee, J.-S., & Lee, J. H. (2020). Statistical characterization of the morphologies of nanoparticles through machine learning based electron microscopy image data analysis. ACS Nano, 14(12), 17125–17133. https://doi.org/10.1021/acsnano.0c06809

3.Horwath, J. P., Zakharov, D. N., Mégret, R., & Stach, E. A. (2020). Understanding important features of deep learning models for segmentation of high-resolution transmission electron microscopy images. npj Computational Materials, 6, 108. https://doi.org/10.1038/s41524-020-00363-x

4.Ziatdinov, M., Dyck, O., Maksov, A., Li, X., Sang, X., Xiao, K., Unocic, R. R., Vasudevan, R., Jesse, S., & Kalinin, S. V. (2017). Deep learning of atomically resolved scanning transmission electron microscopy images: Chemical identification and tracking local transformations. ACS Nano, 11(12), 12742–12752. https://doi.org/10.1021/acsnano.7b07504

5.de Haan, K., Ballard, Z. S., Rivenson, Y., Wu, Y., & Ozcan, A. (2019). Resolution enhancement in scanning electron microscopy using deep learning. Scientific Reports, 9, 12050. https://doi.org/10.1038/s41598-019-48527-6

6.Rivenson, Y., Göröcs, Z., Günaydin, H., Zhang, Y., Wang, H., & Ozcan, A. (2017). Deep learning microscopy. Optica, 4(11), 1437–1443. https://doi.org/10.1364/OPTICA.4.001437

7.Na, J., Kim, G., Kang, S.-H., Kim, S.-J., & Lee, S. (2021). Deep learning-based discriminative refocusing of scanning electron microscopy images for materials science. Acta Materialia, 210, 116987. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2021.116987

8.Modarres, M. H., Aversa, R., Cozzini, S., Ciancio, R., Leto, A., & Brandino, G. P. (2017). Neural network for nanoscience scanning electron microscope image recognition. Scientific Reports, 7, 13282. https://doi.org/10.1038/s41598-017-13561-0

9.Krull, A., Hirsch, P., Rother, C., Schiffrin, A., & Krull, C. (2020). Artificial-intelligence-driven scanning probe microscopy. Communications Physics, 3, 54. https://doi.org/10.1038/s42005-020-0347-9

10. Von Chamier, L., Laine, R. F., Jukkala, J., Spahn, C., Krentzel, D., Nehme, E., Lerche, M., Hernández-Pérez, S., Mattila, P. K., Karinou, E., Holden, S., Solak, A. C., Krull, A., Buchholz, T.-O., Jones, M. L., Royer, L. A., Leterrier, C., Shechtman, Y., Jug, F., Heilemann, M., Jacquemet, G., & Henriques, R. (2021). Democratising deep learning for microscopy with ZeroCostDL4Mic. Nature Communications, 12, 2276. https://doi.org/10.1038/s41467-021-22518-0

Noticias

El año 2025 representó un punto de consolidación para varias tecnologías emergentes en microscopía. Más que avances aislados, se observa una transición hacia microscopios más rápidos, cuantitativos, automatizados y capaces de estudiar sistemas dinámicos con menor daño a la muestra.

A continuación se presentan notas editoriales independientes donde cada sección describe el desarrollo, quién lo realizó y por qué representa un avance importante para la comunidad científica.
Detectores de conteo de eventos: nueva generación para STEM y experimentos dinámicos
Uno de los avances académicos más relevantes de 2025 provino del desarrollo y aplicación de detectores electrónicos con lectura basada en eventos individuales, en lugar de integrar señal acumulada como ocurre en detectores convencionales.

Equipos de investigación europeos y norteamericanos implementaron detectores de la familia Timepix3, capaces de registrar la posición y el instante exacto en que cada electrón impacta el detector, permitiendo reconstrucciones con resolución temporal extremadamente alta.

La importancia de este desarrollo radica en que permite experimentos sincronizados con pulsos láser, observación de fenómenos ultrarrápidos y estudios dinámicos en materiales con mayor eficiencia a bajas dosis. El microscopio se transforma así en una herramienta para estudiar procesos en tiempo real.
Microscopía electrónica con menor daño a la muestra: técnicas híbridas emergentes
Durante 2025 se reportaron avances en métodos que combinan iluminación óptica y emisión electrónica inducida, permitiendo observar estructuras nanométricas reduciendo la exposición directa de la muestra al haz electrónico.

Este enfoque, conocido como Optical Near-field Electron Microscopy (ONEM), utiliza patrones ópticos de campo cercano para inducir emisión electrónica localizada, obteniendo resolución nanométrica con menor daño radiativo.

El impacto potencial es significativo para sistemas biológicos, polímeros y materiales sensibles, abriendo camino a una microscopía menos invasiva.
Super-resolución óptica en tiempo real: observar procesos vivos con mayor velocidad
La microscopía óptica de super-resolución mostró en 2025 mejoras que permiten reconstrucciones prácticamente en tiempo real mediante variantes avanzadas de Structured Illumination Microscopy (SIM).

Esto permite observación dinámica de células vivas con menor fototoxicidad y experimentos de alto rendimiento, transformando la microscopía de una herramienta estática a una plataforma de monitoreo de procesos biológicos.
Light-sheet accesible: microscopía volumétrica para más laboratorios
En el ámbito empresarial, 2025 destacó por la llegada de sistemas comerciales de microscopía light-sheet más accesibles, permitiendo adquisición rápida de volúmenes tridimensionales con bajo daño óptico.

La disponibilidad comercial de estas plataformas marca la madurez tecnológica y permite su adopción por un mayor número de laboratorios en estudios tridimensionales de tejidos y organismos vivos.
Microscopios con inteligencia artificial integrada
Otro desarrollo empresarial notable fue la incorporación de inteligencia artificial para controlar parámetros del microscopio como enfoque y adquisición automática.

Estas plataformas pueden identificar regiones de interés y optimizar mediciones sin intervención constante, reduciendo la dependencia de operadores expertos y anticipando una generación de microscopios parcialmente autónomos.

CALENDARIO DE EVENTOS

Recopilacion por: Cecilia Mercado Zúñiga

La siguiente es una lista de eventos relacionadas con la microscopía y cursos. Los editores agradecerán la retroalimentación a esta lista a través de la notificación por correo electrónico a eventos@ammicro.mx, pedimos que proporcione la siguiente información:

- Nombre del evento/curso
- Fechas
- Breve descripción
- Sociedad/organización/universidad patrocinadora
- Persona de contacto
- Número de teléfono
- Dirección de correo electrónico
- URL del sitio web

Microscopy & Microanalysis 2026 (M&M 2026)
Fecha: Verano 2026 (registro abre en marzo de 2026)
Lugar: Estados Unidos
Tipo: Congreso internacional
Descripción: Principal congreso anual de microscopía en América, abarcando microscopía electrónica, óptica, microanálisis y técnicas emergentes.
Sitio web: https://www.microscopy.org

Focus on Microscopy 2026 (FOM2026)
Fecha: 29 de marzo – 1 de abril de 2026
Lugar: Estocolmo, Suecia
Tipo: Congreso internacional
Descripción: Evento de referencia en microscopía óptica avanzada e imagen biomédica aplicada a ciencias de la vida y materiales.
Sitio web: https://www.focusonmicroscopy.org

SPIE Photonics Europe 2026
Fecha: 12–16 de abril de 2026
Lugar: Estrasburgo, Francia
Tipo: Congreso y exposición internacional
Descripción: Evento líder en fotónica y óptica aplicada, incluyendo desarrollos relevantes para microscopía avanzada e imagen científica.
Sitio web: https://spie.org

Image Science 2026
Fecha: 26 de abril – 1 de mayo de 2026
Lugar: Países Bajos
Tipo: Curso avanzado
Descripción: Curso intensivo en procesamiento y análisis de imágenes científicas aplicadas a microscopía.
Sitio web: https://www.imagescience.org

Light Microscopy Summer School (7ª edición)
Fecha: 19–20 de mayo de 2026
Lugar: Bélgica
Tipo: Escuela de verano
Descripción: Entrenamiento especializado en microscopía confocal y fluorescencia para investigación en ciencias biológicas y materiales.
Sitio web: https://www.lmsummerschool.org

XXII Escuela de Ciencia e Ingeniería de Materiales
Fecha: 15–20 de febrero de 2026
Lugar: Instituto de Investigación en Materiales UNAM.
Tipo: Fundamentos de SEM y EDS
Descripción: Escuela anual que aborda diferentes temas en el área de Ciencia e Ingeniería de Materiales.
Sitio web: https://www.iim.unam.mx

Three-Dimensional Electron Microscopy Course
Fecha: 13–19 de junio de 2026
Lugar: Bethlehem, Pennsylvania, EE.UU.
Tipo: Curso especializado
Descripción: Curso dedicado a técnicas de reconstrucción tridimensional en microscopía electrónica y tomografía electrónica.
Sitio web: https://www.lehigh.edu/microscopy

AFM & SPM 2026 Conference
Fecha: 23–25 de junio de 2026
Lugar: New Hampshire, EE.UU.
Tipo: Conferencia internacional
Descripción: Evento enfocado en microscopía de fuerza atómica y técnicas de sonda de barrido para caracterización de superficies y nanomateriales.
Sitio web: https://www.afmspmconference.com

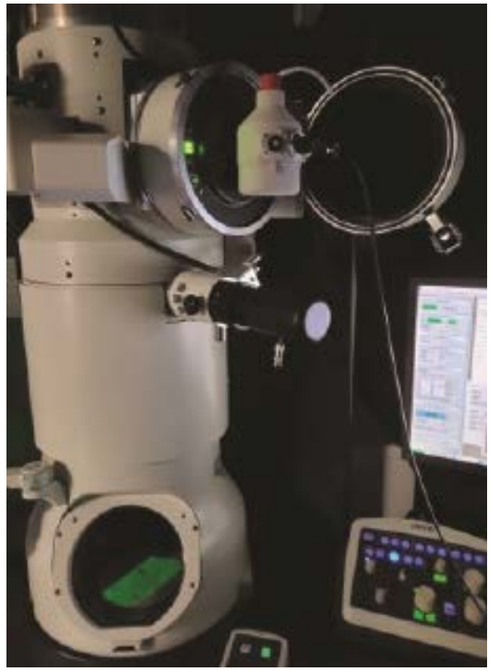
21st International Microscopy Congress (IMC21)
Fecha: 30 de agosto – 4 de septiembre de 2026
Lugar: Liverpool, Reino Unido
Tipo: Congreso mundial
Descripción: El evento global más importante en microscopía, con énfasis en la aplicación responsable de la inteligencia artificial en análisis científico.
Sitio web: https://www.imc21.com

XRM 2026 Conference
Fecha: 31 de agosto – 4 de septiembre de 2026
Lugar: Sede por confirmar
Tipo: Conferencia internacional
Descripción: Conferencia especializada en microscopía y tomografía de rayos X aplicada a materiales, biología e ingeniería.
Sitio web: https://www.xrm2026.com

EMPRESAS AFILIADAS

Beneficios de afiliar tu compañía a la AMMM

- El logo de la compañía aparecerá en la página WEB, en el boletín, en las redes sociales, en los carteles de los cursos que organice la AMMM y en toda la publicidad de la Asociación.
- Participación con notas novedosas de la compañía en el boletín de la AMMM.
- Una liga de la página WEB de la Asociación al sitio Web de la compañía.
- Derecho a un curso al año en el tema que propongan, previa autorización de la mesa directiva de la AMMM.
- Descuento del 20% en el precio del stand y lugar preferencial en el congreso que organice la AMMM en pronto pago y 10% en fechas cercanas al evento.



- Con el pago del stand tendrán derecho a asistir a todas las pláticas del evento (valido para 2 personas).
- Acceso a la base de datos de estudiantes de la Asociación, para encontrar futuros clientes y colaboradores de las compañías.
- Elegir una vez al año la fecha y lugar de algún evento de difusión de equipos y nuevas tecnologías, patrocinado por ellos y auspiciado por la asociación (previa planeación).
- Voz en las asambleas de la Asociación para temas como la elección de la sede del Congreso Nacional o CIASEM internacional y otros temas generales.

Email: contacto@ammmicro.mx
https://www.ammmicro.mx/afiliaciones/

EMPRESAS AFILIADAS

JEOL

JEOL de Mexico
eleyva@jeol.com.mx
https://www.jeolusa.com

OXFORD INSTRUMENTS

Oxford Instruments
daniela.barbosa@thermofisher.com.mx
https://www.thermofisher.com

ThermoFisher SCIENTIFIC

Oxford Instruments
daniela.barbosa@thermofisher.com.mx
https://www.thermofisher.com

ZEISS

ZEISS
Marisol Padrón Vázquez
marisol.padron@zeiss.com

Consejo directivo de la AMMM

Araceli Zavaleta Mancera
Presidente

Vicente Garibay Febles
Vicepresidente

Alfredo R. Vilchis Néstor
Secretario

Daniel Bahena Uribe
Tesorero

David Ríos Jara
Luis Felipe Jiménez
Consejo de Asesores

Vocales del área de Materiales

Cecilia Mercado Zúñiga
Rubén Mendoza Cruz
Leonardo González Reyes

Vocales del área de Biología

Mónica Ramírez Velázquez
Amelia López Herrera
Carlos Villegas Mercado

Asociación Mexicana de Microscopía y Microanálisis

contacto@ammmicro.mx

https://www.ammmicro.mx/