



**UNIVERSIDAD MICHOACANA  
DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO**

**INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN METALURGÍA Y  
MATERIALES**

**PROGRAMA DE MAESTRÍA EN  
METALURGIA Y CIENCIA DE LOS MATERIALES**

**EL EFECTO ESPEJO EN EL MEB Y SU USO PRÁCTICO EN EL  
ESTUDIO DE PROPIEDADES DIELECTRICAS DE  
MATERIALES: EL DIENTE HUMANO**

Tesis que para obtener el grado de  
Maestro en Metalurgia y Ciencia de los Materiales presenta:

**Ing. José Antonio Rodríguez Torres**

Director de Tesis **Dr.  
José Reyes Gasga**

**Morelia, Michoacán; Marzo del 2017**

## **Dedicatorias:**

Le agradezco a Dios por haberme acompañado y guiado a lo largo de mi vida, por ser mi fortaleza en los momentos de debilidad y por brindarme una vida llena de aprendizajes, experiencias y sobre todo felicidad.

Con dedicatoria para mis padres M. Elena y Macedonio, por apoyarme en todo momento. Por los valores que me han inculcado. Sobre todo por ser un excelente ejemplo de vida a seguir.

Muy agradecido con mi esposa Karen, que siempre me impulso a seguir adelante, por los días y horas que hizo el papel de padre y madre. A mis hijos Axel y Danna, por acompañarme hasta en los momentos de trabajo y por todas las veces que no pudieron tener a un papa de tiempo completo.

## **Agradecimientos**

El presente trabajo de Tesis se realizó en el IIMM de la UMSNH, que participa del financiamiento institucional de recursos PFCE 2016.

Quiero agradecer sinceramente a aquellos que brindaron su apoyo y compartieron sus conocimientos conmigo para hacer posible la conclusión de esta tesis:

### **IIMM-UMSNH**

- ✓ Dr. Alberto Ruíz Marines.
- ✓ Dr. Arnoldo Bedolla Jacuinde
- ✓ Dr. Victor Hugo López Morelos
- ✓ Dr. Carlos Alberto León Patiño
- ✓ Dr. Jorge Alejandro Verduzco Martínez
- ✓ Ing. Victor Sayil López
- ✓ Ing. Francisco Solorio González

### **Sinodales**

- Dr. Alberto Ruíz Marines.
- Dr. Egberto Bedolla Becerril.
- Dr. Juan Serrato Rodríguez.
- Dra. Ena Aguilar Athenea
- Dr. Ariosto Medina Flores.

### **IF-UNAM**

- ✓ Dr. José Reyes Gasga
- ✓ Dr. Ramiro García García.
- ✓ Dr. Arturo Rodríguez Gómez.
- ✓ Ing. Samuel Tehuacanero Nuñez.
- ✓ Dra. Nancy Vargas Becerril.
- ✓ Dra. Marisa Moreno Ríos.

### **Proyecto DGAPA-UNAM PAPIIT IN-109516**

## RESUMEN

El efecto espejo es producido con electrones en el microscopio electrónico de barrido (MEB) y su origen está en la acumulación de carga electrostática en las muestras no conductoras. Esta acumulación de carga en el área donde incide el haz electrónico, convierte la superficie de una muestra aislante en reflectora de electrones y da lugar a una imagen espejo tipo convexa en donde se observan los componentes del MEB localizados en el interior de la cámara del microscopio. La muestra aislante, al ser irradiada con el haz de electrones a voltajes de aceleración mayores a 15 kV, atrapa electrones, y hace que la superficie se cargue eléctricamente con signo negativo. Entonces, al realizar una subsecuente incidencia de electrones a bajo voltaje (menores de 5 kV), la superficie cargada repele (“refleja”) los electrones incidentes y éstos forman la imagen espejo de los componentes de la cámara. Esta imagen se obtiene tanto en el modo de electrones secundarios como de electrones retrodispersados, y puede ser amplificada. Después de un tiempo (el tiempo de descarga), la imagen regresa a la observación “normal”. El efecto se repite al retomar las condiciones iniciales a 15 o 20 kV.

Desde su descubrimiento, el efecto espejo no ha pasado de ser una simple curiosidad científica, y varias personas (los técnicos de las compañías fabricantes de microscopios electrónicos), lo usan para reparaciones técnicas de los componentes de la cámara del MEB. No se dice nada de las características de la muestra que lo producen salvo que ésta debe ser no conductora. En este trabajo de tesis se realizó el proceso que permite encontrar parámetros eléctricos de las muestras, como lo son la permisividad eléctrica  $\epsilon$  y la conductividad eléctrica  $\sigma$  del material. Todo este proceso se realiza en un material que se encuentra en boca de todos: el diente humano.

**Palabras Claves:** MEB, FEG, Efecto de carga, Material dieléctrico, Diente humano.

## **Abstract**

The mirror effect is produced with electrons in the Scanning Electron Microscope (SEM) and its origin is in the accumulation of electrostatic charge in non-conducting samples. The accumulation of charge on the area where the electron beam strikes the surface of an insulating sample, converts it into an electron reflector which results in a convex mirror image where the SEM components located inside the microscope chamber are observed. When irradiated with the electron beam at acceleration voltages greater than 15 kV, the non-conducting sample traps electrons, and its surface is electrically charged with negative sign. Then, by performing a subsequent incidence of low voltage electron beam (less than 5 kV), the charged surface repels ("reflects") the incident electrons and they give place to the mirror image of the components of the chamber. The convex mirror image is obtained both in the mode of secondary and backscattered electrons. After a time (the discharge time), the image returns to the "normal" observation. The effect is repeated when the initial conditions return to 15 or 20 kV.

Since its discovery, the mirror effect has gone as a simple scientific curiosity, and people (the manufacturing-electronic-microscopes-company's technicians), use it as visual tool for technical repair and maintenance of the components in the SEM chamber. Nothing is said about the characteristics of the sample that produce it except that it must be non-conductive. In this work, we carried out the process that allows to know the electrical parameters of the samples, such as their electrical permittivity  $\epsilon$  and the electrical conductivity  $\sigma$ . All this process is also done in the material that is in our mouth: the human tooth.

**Key words:** SEM, FEG, Charge effect, Dielectric material, Human teeth.

# ÍNDICE

|  |     |
|--|-----|
| RESUMEN.....   | i   |
| Abstract.....  | ii  |
| ÍNDICE.....  | iii |
| ÍNDICE DE FIGURAS .....  | v   |
| ÍNDICE DE TABLAS.....  | vii |
| CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN.....  | 1   |
| 1.1 Justificación.....   | 2   |
| 1.2 Objetivos .....  | 3   |
| 1.2.1 <i>Objetivo general</i> .....  | 3   |
| 1.2.2 <i>Objetivos particulares</i> .....  | 3   |
| 1.3 Hipótesis.....   | 3   |
| CAPÍTULO II. MARCO TEÓRICO.....  | 4   |
| 2.1 Materiales dieléctricos.....   | 4   |
| 2.1.1 <i>La constante dieléctrica</i> .....  | 5   |
| 2.1.2 <i>El fenómeno de polarización de acuerdo a su carácter iónico.</i> .....        | 6   |
| 2.1.3 <i>Propiedades físicas de los materiales dieléctricos</i> .....                  | 7   |
| 2.2. El diente humano.....   | 10  |
| 2.2.1. <i>Estructura y características físicas del diente dental humano.</i> .....     | 10  |
| 2.2.2. <i>Comportamiento del diente humano en función de la temperatura</i> .....      | 12  |
| 2.3 EL EFECTO ESPEJO, REVISIÓN DEL ESTADO DEL ARTE.....                                | 14  |
| 2.3.1 <i>Espejos.</i> .....  | 14  |
| 2.3.2 <i>El efecto de la carga.</i> .....  | 16  |
| 2.3.3. <i>Espejos electrónicos.</i> .....  | 17  |
| 2.3.4 <i>Ecuaciones que describen el efecto espejo.</i> .....                          | 19  |
| CAPÍTULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL. ....  | 24  |
| 3.1. Obtención del efecto espejo. ....   | 25  |
| 3.1.1 <i>El MEB</i> .....  | 25  |
| 3.1.2. <i>Clasificación de materiales para la observación del efecto espejo.</i> ..... | 27  |

|   |    |
|---|----|
| 3.2. Estudio de los parámetros del EF en materiales con cte. dieléctrica conocida. .... | 33 |
| 3.3 Estudio del efecto espejo en el diente humano .....                                 | 34 |
| 3.4 Patrón de referencia del comportamiento de diversos materiales. ....                | 35 |
| CAPÍTULO IV. RESULTADOS .....   | 36 |
| 4.1 Circuito RC: proceso de carga/descarga .....  | 37 |
| 4.2. Análisis de los parámetros del MEB en el efecto espejo. ....                       | 40 |
| 4.2.1 Voltaje de aceleración.....   | 40 |
| 4.2.2 Resolución .....  | 41 |
| 4.2.3 Amplificación y distancia de trabajo.....   | 41 |
| 4.3 Uso del efecto espejo en la clasificación de los materiales dieléctricos. ....      | 44 |
| 4.4 El efecto espejo en el diente humano e hidroxiapatita. ....                         | 59 |
| 4.4.1 Comportamiento del EF en dentina dental humana a 25°C. ....                       | 59 |
| 4.4.2 Comportamiento del EF en esmalte dental humano a 25°C. ....                       | 63 |
| 4.4.3 Comportamiento del EF hidroxiapatita sintética a 25°C.....                        | 64 |
| 4.5 Implementación del método de factor de ampliación. ....                             | 64 |
| 4.6 El efecto espejo y la temperatura en el diente humano e hidroxiapatita.....         | 69 |
| 4.6.1 El efecto espejo en dentina y esmalte humano a 700°C.....                         | 69 |
| 4.6.2 El efecto espejo en dentina y esmalte humano a 1200°C.....                        | 70 |
| 4.6.3 El efecto espejo en HPA a 700°C y 1200°C.....                                     | 73 |
| 4.7 Carga almacenada .....  | 78 |
| 4.8. Constante dieléctrica .....  | 79 |
| 4.9. Alcance del efecto espejo.....   | 79 |
| CAPITULO V. DISCUSIÓN .....   | 80 |
| 5.1. El espejo convexo.....   | 80 |
| 5.2. La constante dieléctrica.....  | 80 |
| 5.3. La $Q_{libre}$ y la $Q_{polarización}$ .....                                       | 81 |
| 5.4. El efecto de borde y el efecto del pseudo-espejo .....                             | 83 |
| CONCLUSIONES.....   | 85 |
| REFERENCIAS .....   | 93 |

## ÍNDICE DE FIGURAS

|   |    |
|---|----|
| Figura 2.1. Mecanismo de bandas para explicar el comportamiento de conducción o no conducción en los materiales [1].                    | 4  |
| Figura 2.2. Grados de polarización del anión por la presencia del catión, [1].  | 5  |
| Figura 2.3. El origen de la polarización [1].   | 6  |
| Figura 2.4. Capacitor de placas paralelas, el capacitor con dieléctrico y el campo eléctrico generado entre placas, [1].                | 7  |
| Figura 2.5. Estructura del diente humano [7].   | 10 |
| Figura 2.6. Estructura del esmalte dental humano [5].   | 11 |
| Figura 2.7. Estructura de dentina dental humano, [7].   | 12 |
| Figura 2.8. Representación de la formación de imagen en espejo convexo [9].   | 14 |
| Figura 2.9. Representación del Espejo convexo debido a una carga $-Q$ en MEB.   | 15 |
| Figura 2.10. Imagen espejo formado usando una esfera de teflón, [11].   | 16 |
| Figura 2.11. Imagen espejo del interior de la cámara de un FEI PHILIPS XL-30, [13].   | 17 |
| Figura 2.12. Imagen espejo formada usando un monocristal de óxido de magnesio [14].   | 18 |
| Figura 2.13. Imagen espejo obtenida en la superficie inhomogénea de $(Al_2O_3)$ , [15].   | 19 |
| Figura 2.14. A) Esquema de los componentes que se encuentran dentro de la cámara del FIB-MEB, B) imagen de la cámara del FIB-MEB, [17]. | 22 |
| Figura 2.15. Diseño geométrico de la derivación de la trayectoria del haz electrónico en función de la carga almacenada, [18].          | 23 |
| Figura 3.1. Diagrama general del proceso.   | 24 |
| Figura 3.2. Características físicas de los filamentos usados en el MEB para generación del haz de electrones [13].                      | 26 |
| Figura 3.3. Volumen de interacción y el factor de frenado RE, [13].   | 27 |
| Figura 3.4. Microscopio de barrido FEG JEOL JSM-7600F.  | 28 |
| Figura 3.5. Imagen de cereal froot loops.   | 29 |
| Figura 3.6. Montaje PET para observarse en MEB.   | 30 |
| Figura 3.7. Montaje hoja de acetato para observarse en MEB.   | 30 |
| Figura 3.8. Montaje encapsulado circuito integrado NE555 en MEB.  | 31 |
| Figura 3.9. Diente humano. Montaje a $25^{\circ}C$ en MEB.  | 32 |

|  |    |
|--|----|
| Figura 4.1. Análisis del diagrama de un circuito RC que indica el método para cargar y descargar un capacitor, [13].   | 37 |
| Figura 4.2. Superficie potencial $-V$ (comportamiento de carga), [13].   | 38 |
| Figura 4.3. Imágenes del efecto espejo con electrones secundarios y retrodispersados con 2 kV y 0.5 kV.  | 41 |
| Figura 4.4. Resolución del efecto espejo con el circuito NE555.  | 41 |
| Figura 4.5. Efecto de la magnificación y la distancia de trabajo en la imagen del efecto espejo. Las imágenes corresponden al PET indirecto y al circuito NE555. | 43 |
| Figura 4.6. Proceso de carga en un froot loop.   | 45 |
| Figura 4.7. Proceso de descarga en froot loop.   | 46 |
| Figura 4.8. Proceso de carga/descarga directa en PET.  | 46 |
| Figura 4.9. Residuos de cargas electroestáticas en PET.  | 48 |
| Figura 4.10. Proceso de carga indirecta en PET.  | 49 |
| Figura 4.11. Proceso de descarga indirecta en PET.   | 49 |
| Figura 4.12. Proceso de carga/descarga en la hoja de acetato a 5 kV.   | 50 |
| Figura 4.13. Proceso de carga/descarga en la hoja de acetato a 1 kV.   | 51 |
| Figura 4.14. Influencia de la rigidez dieléctrica (proceso de carga).  | 52 |
| Figura 4.15. Superficie zona exterior NE555.   | 53 |
| Figura 4.16. Efecto de amplificación en superficie exterior NE555.   | 54 |
| Figura 4.17. Espectros de EDS obtenidos con el EF en circuito integrado NE555.   | 55 |
| Figura 4.18. Mapeos químicos de la técnica de EDS obtenidos con el efecto espejo en el circuito integrado NE555.   | 55 |
| Figura 4.19. Comparación de las imágenes con/sin el EF en el circuito integrado NE555.   | 57 |
| Figura 4.20. Efecto espejo en NE555, zona de fractura.   | 58 |
| Figura 4.21. Efecto espejo en NE555, zona de fractura, proceso de carga/descarga.  | 58 |
| Figura 4.22. Dentina dental humana. Los dibujos indican la orientación de los túbulos dentinarios.   | 59 |
| Figura 4.23. Imagen del efecto espejo en la dentina dental humana.   | 61 |
| Figura 4.24. Muestra del esmalte dental humano 230x vertical.  | 63 |
| Figura 4.25. Uso del método del factor de ampliación del EF en dentina humana en posición v. a 25°C.   | 65 |

|   |    |
|---|----|
| Figura 4.26. Comportamiento de Carga en función del tamaño de la pieza polar de la lente objetiva observado a medida que el voltaje de observación del efecto espejo disminuye en la dentina dental humana en posición v a 25°C. .... | 68 |
| Figura 4.27. La carga atrapada VS el diámetro de la columna en el PET, [28]. ....   | 68 |
| Figura 4.28. Comportamiento entre 2 cargas puntuales en dentina 1200°C. ....  | 73 |
| Figura 4.29. Comportamiento de cargas irregular en HPA 1200°C. ....   | 77 |
| Figura 4.30. Comportamiento de Carga vs volumen de interacción en esmalte 700°C. ....   | 79 |
| Figura 5.1. Efecto de puntas. Comportamiento de la carga en puntas, escalones y esferas... ..   | 83 |

## ÍNDICE DE TABLAS

|   |    |
|---|----|
| Tabla 2.1 Constante y rigidez dieléctrica aproximada de algunos materiales conocidos. A menor valor de la constante dieléctrica, mejor aislante. .... | 8  |
| Tabla 2.2. Propiedades del esmalte y la dentina. ....   | 13 |
| Tabla 4.1. Comportamiento de carga y descarga en dentina vertical a 25°C. ....  | 60 |
| Tabla 4.2. Comparativa de carga/descarga en dentina en posición h y posición v a 25°C. ...  | 62 |
| Tabla 4.3. Efecto del tamaño de la imagen durante la descarga en la dentina dental humana en posición v a 25°C. ....                                  | 67 |
| Tabla 4.4. Comportamiento del efecto espejo en función del tiempo de carga/descarga en la dentina humana en posición v. a 700°C. ....                 | 70 |
| Tabla 4.5. Comportamiento del efecto espejo en función del tiempo de carga/descarga en el esmalte dental en posición v. a 700°C. ....                 | 71 |
| Tabla 4.6. Comportamiento del efecto espejo en función del tiempo de carga/descarga en la dentina humana en posición v. a 1200°C. ....                | 72 |
| Tabla 4.7. Comportamiento del efecto espejo en función del tiempo de carga/descarga en el esmalte dental humano en posición v. a 1200°C. ....         | 74 |
| Tabla 4.8. Comportamiento del efecto espejo en función del tiempo de carga/descarga en la HAP a 700°C. ....   | 75 |
| Tabla 4.9. Comportamiento del efecto espejo en función del tiempo de carga/descarga en la HAP a 1200°C. ....  | 76 |

## Capítulo I. INTRODUCCIÓN

Los materiales dieléctricos, han sido estudiados mediante diferentes mecanismos que determinan sus propiedades dieléctricas. Existen muchas propiedades de los materiales que son estudiados mediante una perspectiva de la mecánica clásica. Otros mecanismos, se basan en el estudio del comportamiento de un capacitor de placas paralelas, para determinar sus propiedades dieléctricas [1]. Los materiales aislantes con alta complejidad en su estructura interna, difícilmente se logra conocer sus propiedades dieléctricas. El diente humano (esmalte y dentina dental), es un ejemplo de material, que presenta distinta porosidad y una diferente microestructura entre el esmalte y la dentina humana [7]. En este trabajo de tesis, se utilizó una técnica de MEB, que permitió estudiar el comportamiento dieléctrico de una muestra aislante, aún cuando es porosa. Sin embargo, para conocer la técnica, se estudió el comportamiento de una muestra aislante en el MEB.

El microscopio FEG-MEB es uno de los equipos ampliamente usados para analizar estructural y químicamente los materiales de interés. La única condición para la observación de imágenes es que la muestra sea preparada de tal forma que conduzca a tierra los electrones que son atrapados en su superficie durante la observación. En el caso de muestras metálicas, esta condición se satisface plenamente. En el caso de muestras no conductoras es necesario cubrir la superficie de interés con una capa delgada de un material conductor, y evitar así el bien conocido efecto de carga [13].

El efecto espejo electrónico fue observado por primera vez en 1970 [14, 20], y ha recobrado enorme interés recientemente por sus potenciales aplicaciones en el área del microscopio MEB. Croccolo y Riccardi [17, 21] han dado una descripción detallada de este efecto. Ellos, inclusive, han reportado este efecto espejo para el caso de usar iones en lugar de electrones ya que lo observaron en un MEB equipado con un *Focus Ion Beam* (FIB). En el año 2000 se reportó además un efecto llamado “pseudo espejo” [15].

El efecto de espejo electrónico en MEB se produce fácilmente en muestras no conductoras y sin recubrimiento de película delgada de material conductor. Para esto se irradia primeramente la muestra con electrones a alto voltaje de aceleración, y los electrones secundarios producidos por el haz incidente y los electrones incidentes mismos quedan atrapados en la muestra, por lo que la superficie de la muestra presenta una carga neta negativa [15]. Inmediatamente después se genera una imagen usando electrones a bajo voltaje, y ya que la superficie de la muestra presenta carga

negativa, al interactuar ésta con los electrones del haz incidente con energía cinética suficientemente pequeña (con el voltaje de aceleración menor) son repelidos ("reflejados") en diferentes direcciones. Así, los electrones interactúan con la superficie de los diferentes componentes que se encuentren dentro de la cámara del MEB, produciendo electrones secundarios que son registrados por el detector de electrones secundarios del MEB, y se produce, al final, la imagen especular de los componentes dentro de la cámara.

La calidad de la imagen producida en un espejo electrónico depende de varios factores, entre los que se encuentran, por ejemplo, la distancia de trabajo y las imperfecciones en la superficie de la muestra aislante [11].

En este trabajo de tesis se analiza el efecto espejo y se presenta el proceso que permite encontrar parámetros dieléctricos de las muestras, como lo son la permisividad dieléctrica  $\epsilon$  y la conductividad eléctrica  $\sigma$  del material a partir de este fenómeno. También se detallan las características de las imágenes espejo observadas en función de los parámetros del microscopio.

## **1.1 Justificación**

En la actualidad el espejo electrónico ha despertado un gran interés en el ámbito de la Microscopía Electrónica de Barrido de Emisión de Campo (FE-MEB) y en el estudio de materiales. Una amplia gama de aplicaciones se pueden conseguir usando a la técnica desarrollada. Actualmente en el microscopio FE-MEB es muy común el uso de bajos voltajes para obtener imágenes de alta resolución en la superficie de las muestras no conductoras. El efecto de carga en la superficie de las muestras hace que la óptica electrónica esté expuesta a efectos ópticos. Los materiales dieléctricos son altamente susceptibles a presentar el efecto de carga al irradiar su superficie con electrones producidos a altos voltajes, por lo que se recomienda su observación con voltajes bajos. Tres aspectos son considerados en este trabajo:

- El efecto espejo aprovecha que una superficie de la muestra cargada negativamente con electrones generados a alto voltaje sea capaz de reflejar los electrones del haz incidente generados a bajo voltaje.
- Las muestras que presentan el efecto espejo son no conductoras.
- Actualmente se utiliza el efecto espejo para observar si algún dispositivo dentro de la cámara del microscopio MEB se encuentra dañado o contaminado.

Por lo tanto, en este trabajo de tesis se considera que el efecto espejo se puede usar en el estudio de las propiedades dieléctricas de los materiales como lo son la permisividad eléctrica  $\epsilon$  y la conductividad eléctrica  $\sigma$  del material, lo cual permitirá realizar su caracterización eléctrica.

El efecto espejo puede ser estudiado mediante el comportamiento de un capacitor por que....

Únicamente ha sido utilizado como una herramienta de trabajo para los de mantenimiento.

Con los resultados obtenidos se tiene un sustento en el que el efecto espejo se esta utilizando como una tecnica de caracterización que necesita seguir siendo estudiada para determinar mas propiedades dieléctricas en los materiales.

## **1.2 Objetivos**

### ***1.2.1 Objetivo general***

Estudiar el comportamiento del efecto espejo en materiales no conductores (diente humano) en función de los diferentes parámetros experimentales del microscopio electrónico de barrido y de las propiedades eléctricas de la muestra misma para obtener información que permitan dilucidar sus características dieléctricas.

### ***1.2.2 Objetivos particulares***

- Identificar las características experimentales mínimas necesarias para la producción del efecto espejo.
- Estudiar el comportamiento del efecto espejo en materiales dieléctricos conocidos y relacionarlo con sus propiedades eléctricas.
- Estudiar el comportamiento del efecto espejo en el diente humano y relacionarlo con sus propiedades eléctricas.
- Obtener a partir de las características experimentales del efecto espejo las propiedades dieléctricas de los materiales dieléctricos no conocidos.

## **1.3 Hipótesis**

Las características experimentales del efecto espejo permite el conocer las características dieléctricas de los materiales no conductores. Debido al comportamiento que tiene la constante dieléctrica, con la carga libre y la carga de polarización, que determinan las propiedades dieléctricas de los materiales mediante el efecto espejo.

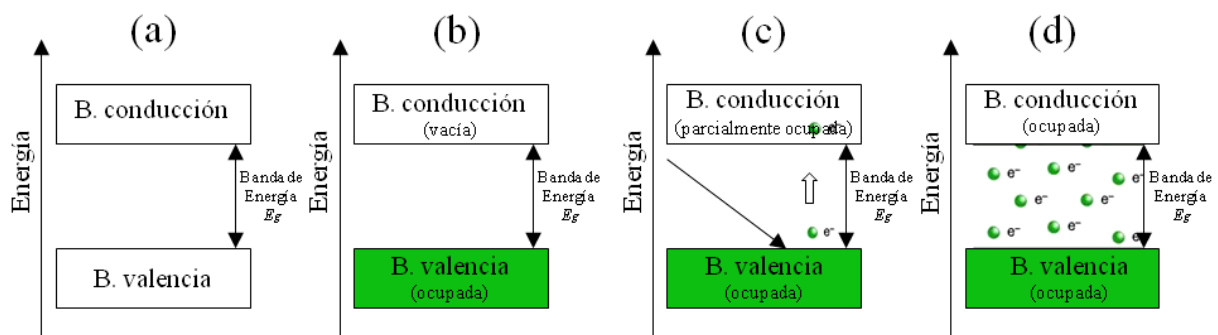
## Capítulo II. MARCO TEÓRICO

### 2.1 Materiales dieléctricos

Un material **dieléctrico** es un material aislante con una baja conductividad eléctrica ( $\sigma \ll 1 \text{ S/m}$ ) pero que tiene la propiedad de formar dipolos bajo la acción de un campo eléctrico. Es decir, los materiales dieléctricos son aislantes, pero no todos los materiales aislantes son dieléctricos. Ejemplos de materiales dieléctricos son el vidrio, la cerámica, la mica, el papel, la porcelana y la baquelita, así como el aire y el nitrógeno.

Las propiedades eléctricas y electrónicas de los materiales, se explican de forma gráfica por medio de las bandas de conducción y de valencia separadas por una brecha de energía  $E_g$  correspondiente a las energías prohibidas para los electrones, Figura 2.1 (a). Los electrones de la banda de conducción actúan como un transporte de cargas. Así, los materiales con electrones en la banda de conducción (electrones libres) son conductores. Los materiales sin electrones libres en la banda de conducción son aislantes. En los materiales dieléctricos los electrones ocuparán preferentemente los espacios de la banda de valencia y la banda de conducción estará vacía, Figura 2.1 (b).

Si un electrón en la banda de valencia es suplido por uno de igual o mayor energía que  $E_g$ , el electrón podrá pasar a la banda de conducción, Figura 2.1 (c). Un campo eléctrico fuerte se puede suministrar la energía necesaria a un electrón para ascender a la banda de conducción. Así, el material conduce carga en lugar de almacenarla, Figura 2.1 (d).



**Figura 2.1.** Mecanismo de bandas para explicar el comportamiento de conducción o no conducción en los materiales [1].

El vacío es, por tanto, aislante. Los cuerpos que mantengan todos los electrones ligados a sus átomos son aislantes. Sin embargo, a temperatura mayor al cero absoluto siempre existen electrones libres en todos los cuerpos. Cuanto menor sea su concentración de electrones libres, el

material es más aislante eléctricamente hablando. Por eso, se tienen buenos o malos materiales conductores y buenos o malos materiales aislantes. Los metales son buenos conductores, pues tienen muchos electrones libres. El cobre y el aluminio son buenos conductores. El vidrio, la mica y ciertos plásticos se encuentran entre los mejores aislantes.

### 2.1.1 La constante dieléctrica

La diferencia entre un material aislante y un material dieléctrico, es su capacidad para formar dipolos y almacenar carga (*polarización*) (Figura 2.2). La constante dieléctrica  $K$  o permitividad relativa  $\epsilon_r$ , se manifiesta en la capacidad total de un condensador eléctrico: cuando se inserta un material dieléctrico entre las placas del condensador, la capacidad de almacenamiento de carga del condensador aumenta. La relación entre la capacidad en el vacío  $C_0$  y la capacidad con el dieléctrico  $C$  (el incremento de la capacitancia o bien por la carga almacenada en virtud del medio dieléctrico) es indicada por la constante dieléctrica:

$$K = \epsilon_r = \frac{Q}{Q_0} = \frac{C}{C_0} = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} = 1 + \chi \quad (2.1)$$

Donde,  $\epsilon_0$  es la permitividad del vacío  $8.85 \times 10^{-12} \text{ C}^2 / \text{Nm}^2$  y  $\epsilon$  es la permitividad absoluta del dieléctrico y  $\chi$  es la susceptibilidad eléctrica. Ya que el incremento de la carga almacenada es debido a la polarización del medio dieléctrico por el campo aplicado, la *permitividad relativa* es, entonces, la capacidad que tiene el medio dieléctrico para formar dipolos. Esta separación entre las cargas negativa y positiva resulta del momento dipolar inducido llamado polarización [1], tal y como se presenta en la Figura 2.2.

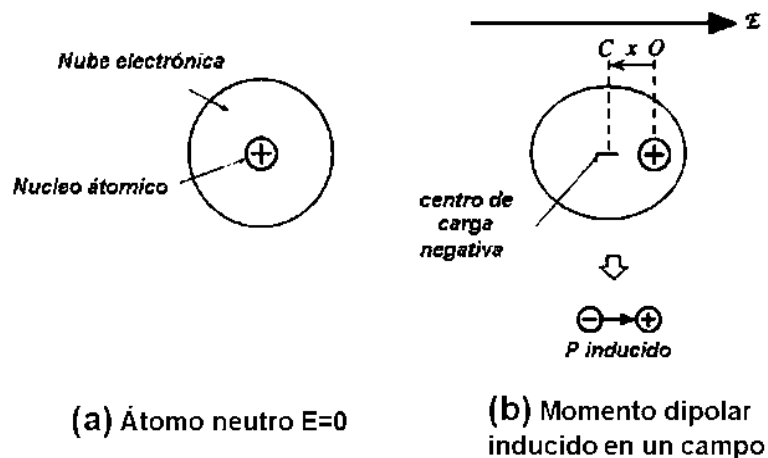


Figura 2.2. Grados de polarización del anión por la presencia del catión, [1].

La rigidez dieléctrica es el límite de la intensidad del campo eléctrico en el cual el material pierde su propiedad aislante y se convierte en conductor. Por lo tanto, la cantidad de carga que puede colocarse en un conductor depende de la rigidez dieléctrica. Los materiales dieléctricos suelen ser utilizados como un medio de aislamiento entre conductores a diferentes voltajes para prevenir la ionización del aire y por lo tanto descargas disruptivas entre conductores [1]. La ruptura o ruptura dieléctrica se presenta cuando el campo eléctrico en un dieléctrico es suficientemente grande, entonces comienza a arrebatar electrones a las moléculas y el dieléctrico se convierte en conductor. La rigidez dieléctrica del aire a 1 atm es aproximadamente  $3 \times 10^6 \text{ N/C}$ .

Por ejemplo, la máxima carga que puede soportar un conductor esférico de radio 1 mm es:

$$Q = \frac{Er^2}{K} = \frac{(3 \times 10^6 \text{ N/C})(10^{-3} \text{ m})^2}{9 \times 10^9 \text{ Nm}^2 / \text{C}^2} = 3.3 \times 10^{-10} \text{ C} = 333 \text{ pC} \quad (2.2)$$

### 2.1.2 El fenómeno de polarización de acuerdo a su carácter iónico.

La constante dieléctrica también es afectada por el peso molecular, la forma de la molécula y la dirección de sus enlaces. Si se considera que los electrones forman una nube alrededor del núcleo, la nube electrónica de un anión es más susceptible de ser deformada (polarizada) ante la presencia de una carga (Figura 2.3). En los cationes hay menos electrones en la nube que protones en el núcleo. Por esta razón, los electrones están más atraídos hacia el núcleo y la nube es más difícil de deformar. Cualquier especie cargada (catión-anión) puede, en un principio, provocar polarización en una especie vecina. Como los cationes son más pequeños, su densidad de carga es mayor y la polarización es mayor. Así un catión puede polarizar a otra especie más fácilmente que un anión, pero un anión se puede polarizar más fácilmente que un catión. Por lo tanto, el catión se considera como la especie polarizante y el anión es la especie polarizable.

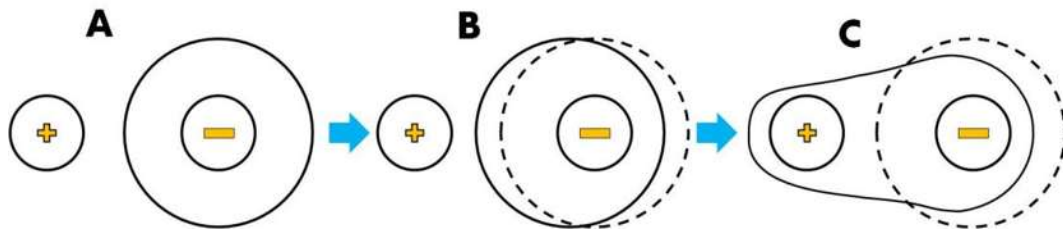


Figura 2.3. El origen de la polarización [1].

La Figura 2.3(A), presenta el enlace iónico sin polarización. En la Figura 2.3 (B) se indica el enlace iónico parcial (con polarización), mientras que la Figura 2.3 (C) indica el enlace covalente

polar. Cuando un catión polariza considerablemente la nube electrónica de un anión el carácter electrostático del enlace disminuye, aumentando el grado de covalencia.

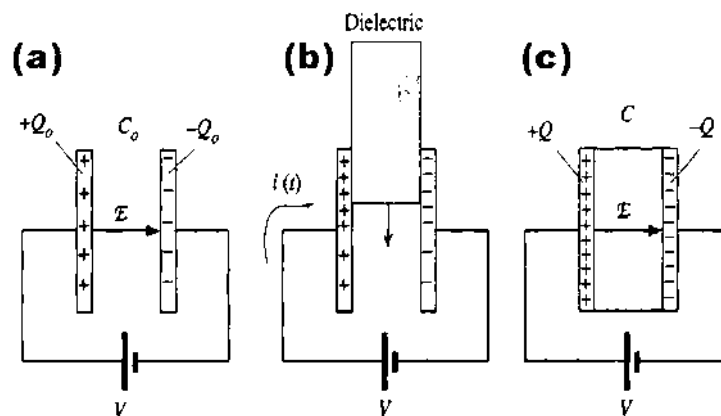
### 2.1.3 Propiedades físicas de los materiales dieléctricos

El comportamiento dieléctrico de un material no conductor ha sido estudiado mediante la ecuación de un capacitor de placas paralelas:

$$C = \frac{\epsilon_0 A}{d} = \frac{\epsilon_0 (1 + \chi) A}{d} = \frac{\epsilon K A}{d} \quad (2.3)$$

Se sabe que,  $\epsilon$  es la permitividad absoluta y que,  $\epsilon_0$  es la permitividad en el vacío,  $K$  es permitividad relativa del material,  $\chi$  es la susceptibilidad del material,  $A$  es el área de la placa y  $d$  es la distancia de separación entre placas. Por lo tanto, cuando existe un material entre las placas, la capacitancia hace que la carga almacenada se incremente por un factor  $K$ , la constante dieléctrica del material. La constante dieléctrica  $K = 1 + \chi = \epsilon / \epsilon_0$  siempre es un valor mayor o igual que 1 (ya que  $\chi \geq 0$ ), tiene su valor es independiente de la forma y tamaño del capacitor, y su valor es diferente para diferentes materiales. Por lo tanto,  $K, \chi$  y  $\epsilon$  son los parámetros necesarios para describir el comportamiento dieléctrico de un material.

La Figura 2.4 (a) muestra el capacitor de placas paralelas con espacio libre entre ellas y la Figura 2.4 (b) presenta la inserción del material dieléctrico entre las placas. La Figura 2.4 (c) presenta la polarización del material dieléctrico entre las placas paralelas.



**Figura 2.4.** Capacitor de placas paralelas, el capacitor con dieléctrico y el campo eléctrico generado entre placas, [1].

El incremento de la capacitancia es debido a la polarización del medio en el cual las cargas positivas y negativas son desplazadas con respecto a sus posiciones de equilibrio. Las distintas

superficies del medio dieléctrico adquieren diferentes densidades de carga que se relacionan con la capacidad de polarización en el material. Un concepto importante en el estudio de los materiales dieléctricos es el momento dipolar  $p$ , el cual es una medida de los efectos electrostáticos de un par de cargas opuestas  $+Q$  y  $-Q$  separadas por una distancia finita  $d$ , y definida por:

$$p = Qd \quad (2.4)$$

Sin embargo, la carga neta es *zero*. Esto implica que el material dieléctrico entre las placas del capacitor también interacciona con el campo eléctrico generado. De hecho, la polarización es proporcional al campo aplicado:

$$p = \epsilon_0 \chi E \quad (2.5)$$

De aquí, la susceptibilidad eléctrica  $\chi$  es la constante de proporcionalidad entre el campo eléctrico aplicado y la polarización eléctrica inducida: cuanto mayor sea  $\chi$  mayor polarización se consigue con el mismo campo eléctrico. Para el vacío  $\chi = 0$ .

La Tabla 2.1, muestra distintos materiales propuestos a diferente constante y rigidez dieléctrica.

**Tabla 2.1** Constante y rigidez dieléctrica aproximada de algunos materiales conocidos. A menor valor de la constante dieléctrica, mejor aislante.

| Material dieléctrico  | Constante dieléctrica | Rigidez dieléctrica kV/mm |
|---|-----------------------|---------------------------|
| Vacío   | 1                     | 20-40                     |
| Aire  | 1.00051               | 3                         |
| Cereal (Froot Loops)  | 1.2                   | ----                      |
| PET ((C <sub>10</sub> H <sub>8</sub> O <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> ) <sub>n</sub> | 3.4                   | 17-300                    |
| Vidrio (SiO <sub>2</sub> )  | 7.5                   | 118                       |
| Hoja de acetato (celulosa)  | 5.0                   | 200                       |
| Resina epoxi (circuitos electrónicos)   | 4.7- 5.7              | 1000-2000                 |
| Esmalte dental humana   | ****                  | ----                      |
| Dentina dental humana   | 8.6                   | ----                      |
| Hidroxiapatita  | 7.4-11.4              | 100                       |
| Alúmina Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>  | 5.9                   | 13.4-16.7                 |
| Zirconia ZrO <sub>2</sub>   | 26                    | 9.0                       |
| TiO <sub>2</sub>  | 80-100                | 4                         |

Usando el teorema de Gauss, la expresión general que relaciona el campo eléctrico constante (el campo eléctrico promedio) con la carga libre,  $Q_e$  y la carga de polarización  $Q_p$  es:

$$\int \mathbf{E} \cdot d\mathbf{S} = E = \frac{1}{\epsilon_0} (Q_e + Q_p) = \frac{1}{\epsilon_0} Q_{total} \quad (2.6)$$

El vector de desplazamiento eléctrico  $D$  se define como:

$$D = \epsilon_0 \chi E + P \quad (2.7)$$

Fuera del material dieléctrico,  $D$  y  $E$  tienen la misma dirección y su magnitud difiere por el factor  $\epsilon_0$ , es decir:

$$D = \epsilon_0 E \quad (2.8)$$

Dentro del material dieléctrico, se tiene:

$$\epsilon_0 \int \mathbf{E} \cdot d\mathbf{S} = \int \mathbf{D} \cdot d\mathbf{S} - \int \mathbf{P} \cdot d\mathbf{S} = Q_{Total} \quad (2.9)$$

Pero,

$$\int \mathbf{P} \cdot d\mathbf{S} = -Q_p \quad (2.10)$$

Entonces,

$$\int \mathbf{D} \cdot d\mathbf{S} = Q_{Total} - Q_p = Q_e \quad (2.11)$$

A mayor carga de polarización, menor carga libre. Por lo tanto, si conocemos la densidad de cargas libres entre las placas de área  $A$  del condensador y el valor de  $\epsilon$  del material dieléctrico, se obtiene el valor de  $E$ .

$$E = \frac{1}{A\epsilon} Q_e = \frac{1}{AK\epsilon_0} Q_e \quad (2.12)$$

Lo que indica que el campo eléctrico es directamente proporcional a la carga libre e inversamente proporcional a la constante dieléctrica. Algunos capacitores son diseñados para trabajar a bajas frecuencias, y otros tienen un rango de frecuencia de trabajo. Todos los capacitores exhiben pérdidas cuando son usados en algún circuito eléctrico. Una propiedad definida de un medio dieléctrico no es únicamente su habilidad de incrementar la capacitancia, sino su comportamiento como aislante o baja conductividad que hace las cargas no se desplacen de una placa a otra [1].

## 2.2. El diente humano

Dentro del conjunto de materiales aislantes eléctricamente hablando, se encuentra el diente humano. Se ha observado experimentalmente que el esmalte dental humano no es conductor pero se vuelve conductor a una temperatura de 300 °C [3]. No se sabe aún si la dentina dental humana presenta el mismo comportamiento. Por otro lado, ¿es el diente humano un material dieléctrico?, ¿lo es el esmalte, lo es la dentina, o son ambos?. Estas son preguntas que se pretende responder en el presente trabajo de tesis.

El diente está formado por tres tejidos mineralizados: el esmalte, la dentina y el cemento (Figura 2.5). La mineralización biológica es el proceso en el que ciertos tejidos acumulan grandes cantidades de minerales y forman cristales, esto otorga rigidez en huesos y dientes [7]. El componente mineral o inorgánica del diente es el fosfato cálcico llamado hidroxiapatita (HA,  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ).

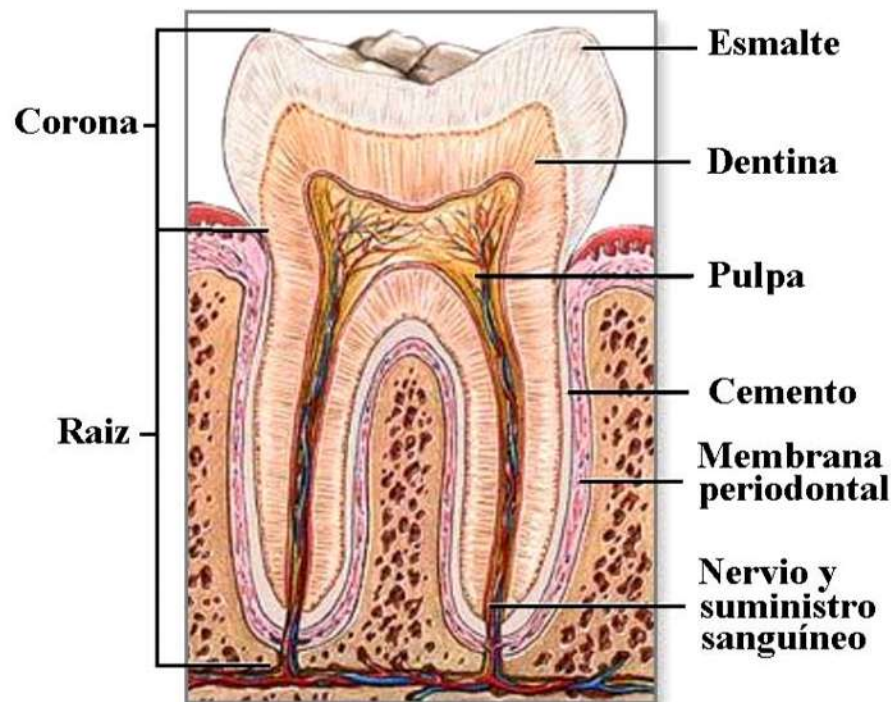


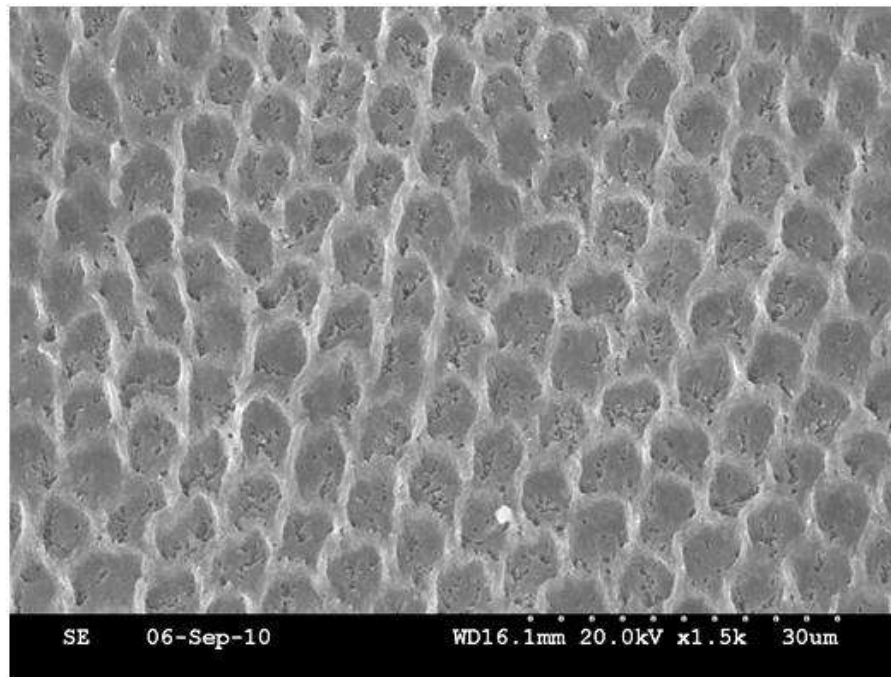
Figura 2.5. Estructura del diente humano [7].

### 2.2.1. Estructura y características físicas del diente dental humano.

El esmalte dental humano es transparente y es el único tejido del cuerpo humano altamente calcificado con menor contenido de material orgánico. El esmalte lo producen células llamadas ameloblastos. El esmalte está constituido por una matriz orgánica en 1% (lípidos y proteínas),

agua en 3%, y matriz inorgánica, la hidroxiapatita, en 96% [6]. También presenta pequeñas concentraciones de potasio, magnesio, hierro y flúor. La estructura básica del esmalte está representada principalmente por cristales de HA.

Los cristales forman los prismas del esmalte (Figura 2.6), los cuales presentan 6µm de espesor y se dirigen desde la conexión amelodentinaria hasta la superficie del esmalte. Los prismas están recubiertos con una capa delgada de lípidos y/o proteína que juega un papel importante en mineralización.

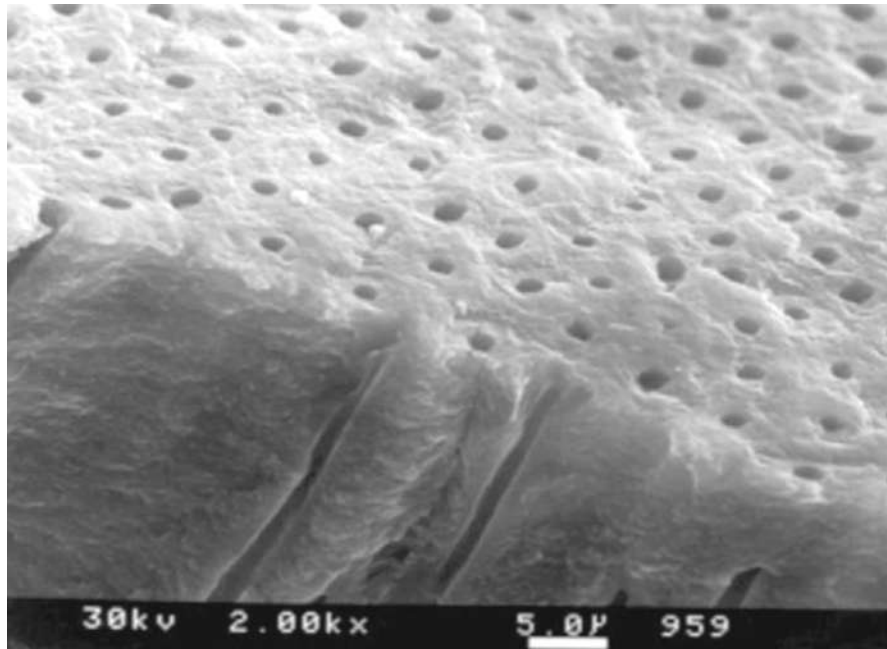


**Figura 2.6.** Estructura del esmalte dental humano [5].

La dentina dental humana compone la mayor parte del diente y es el segundo tejido más duro del cuerpo. Es amarillenta y se compone de 65% de su volumen de cristales de hidroxiapatita [6]. Las células que producen dentina se llaman odontoblastos. Estas células se localizan en la periferia de la pulpa y sus extensiones citoplasmáticas, procesos odontoblásticos, ocupan espacios parecidos a un túnel dentro de la dentina, que se conocen como túbulos dentinarios (Figura 2.7). Los túbulos dentinarios se extienden de la pulpa a las uniones de la dentina con el esmalte (en la corona) o en el cemento (en la raíz) [7]. A diferencia de los ameloblastos, los odontoblastos conservan su nexo con la dentina durante toda la vida del diente.

En peso, la dentina se compone en 65% de hidroxiapatita (aunque el tamaño de cristal es menor que en el esmalte). El colágeno representa un 20% de la dentina. El citrato, el condroitín sulfato,

las proteínas no colágenas, el lactato y los lípidos representan un 2 %. El 13% restante lo ocupa el agua. La tabla 2.2 muestra algunas propiedades de la dentina humana.



**Figura 2.7.** Estructura de dentina dental humano, [7].

### ***2.2.2. Comportamiento del diente humano en función de la temperatura***

Cuando se somete un diente a diferentes temperaturas se presentan cambios estructurales. Su estructura permanece intacta hasta 200°C. Después de los 300°C comienza a presentar cambios de color, fisuras y grietas (alrededor de 400°C). En los 600°C el diente se puede carbonizar (reducido en carbón vegetal). Alrededor de los 1200 °C la hidroxiapatita es transformada en fosfato tricálcico [8].

En 1999 Reyes-Gasga y col. [3], reportaron que el esmalte dental humano presenta cambios drásticos en susceptibilidad eléctrica, en conductividad y en sus propiedades estructurales cuando se calienta en vacío o aire. En el aire, alrededor de los 300°C, el esmalte dental humano presentó la transición aislante-conductor y se demostró que su conductividad cambia drásticamente y su resistencia eléctrica disminuye de  $10^{15}$  a  $10^5 \Omega$ . Es decir, el esmalte pasa de un estado aislante a un comportamiento de cerámico super-iónico.

Esta transición, primero evidenciada en el vacío por observaciones in situ de microscopía electrónica, fue completamente determinada por la técnica de espectroscopia de impedancia. Los

experimentos de difracción rayos X realizados durante el calentamiento in situ indicaron que no existe cambio de fase durante la transición aislante-conductor.

**Tabla 2.2.** Propiedades del esmalte y la dentina.

| <b>Propiedades</b>              | <b>Esmalte</b>         | <b>Dentina</b>        |
|---------------------------------|------------------------|-----------------------|
| Densidad                        | 2.96 g/cm <sup>3</sup> | 2.1 g/cm <sup>3</sup> |
| <i>* Compresión *</i>           |                        |                       |
| Módulo de elasticidad           | 60-120 GPa             | 18-24 GPa             |
| Límite proporcional             | 70-353 MPa             | 100-190 MPa           |
| Resistencia                     | 94-450 MPa             | 230-370 MPa           |
| <i>* Tensión *</i>              |                        |                       |
| Módulo de elasticidad           |                        | 11-19 GPa             |
| Resistencia                     | 8-35 MPa               | 30-65 MPa             |
| Resistencia a la<br>cizalladura | 90 MPa                 | 138 MPa               |
| Resistencia flexible            | 60-90 MPa              | 245-280 MPa           |
| Dureza                          | 3-6 GPa                | 0.13-.51 GPa          |

El efecto espejo puede ser utilizado para conocer las constantes dieléctricas del esmalte y dentina dental humanos y conocer si el diente humano es un material dieléctrico o solo aislante a temperatura ambiente.

## 2.3 EL EFECTO ESPEJO, REVISIÓN DEL ESTADO DEL ARTE

### 2.3.1 Espejos.

Un espejo plano forma la imagen virtual del objeto que se encuentra frente a él. Esta imagen da la impresión de encontrarse detrás del espejo. El espejo curvo, por otra parte, puede formar la imagen virtual o real del objeto dependiendo de la distancia a la que se encuentre el objeto del espejo. El espejo esférico que presenta una curvatura respecto a la ubicación del objeto, se le conoce como convexo [9].

La Figura 2.8 presenta el esquema de un espejo convexo donde la imagen real  $d_0$  reduce su tamaño a  $d_i$ , dando un campo de visión más amplio. El rayo que pasa por el centro de la esfera  $c$ , se refleja sobre su mismo eje. El rayo que pasa por otro punto del plano espejo, se refleja en la dirección del foco  $f$ . La imagen virtual de tamaño  $d_i$  se forma, donde los rayos se cruzan y el tamaño es menor que la imagen real.

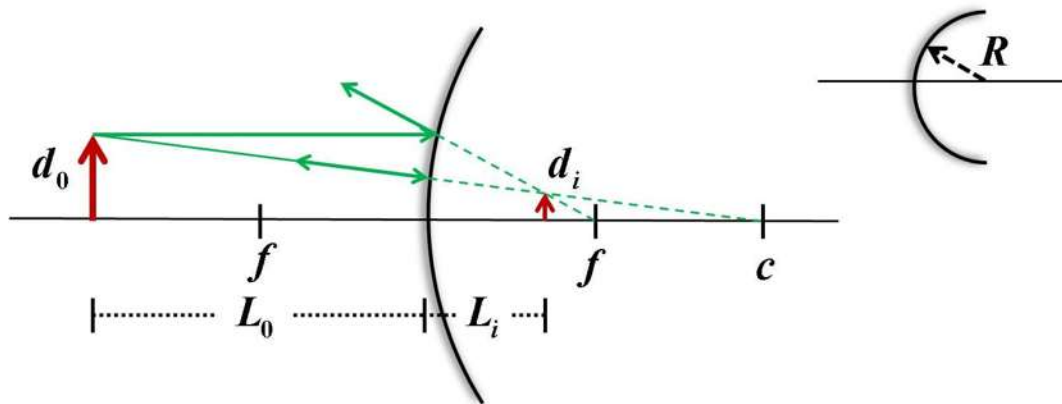


Figura 2.8. Representación de la formación de imagen en espejo convexo [9].

En la literatura los autores coinciden en que el espejo electrónico formado por el efecto espejo en la superficie de la muestra no conductora es del tipo convexo, por lo tanto, se describirá con mayor detalle.

La ecuación de los espejos convexos de radio  $R$  es:

$$\frac{1}{L_0} + \frac{1}{L_i} = \frac{2}{R} = -\frac{1}{f} \quad (2.13)$$

Donde,  $L_0$  es la distancia del objeto a la superficie del espejo,  $L_i$  es la distancia de la superficie del espejo a la imagen,  $f$  es el foco del espejo. Además la amplificación es dada por:

$$M_x = \left| \frac{d_i}{d_0} \right| = \left| \frac{L_i}{L_0} \right| \quad (2.14)$$

Donde,  $d_0$  es el tamaño real del objeto,  $d_i$  es el tamaño del objeto en la imagen. Por lo tanto, el espejo convexo siempre formara imágenes virtuales y más pequeñas que el objeto (Figura 2.8).

Cuando el haz de electrones interactúa con la superficie de la muestra, ésta queda cargada negativamente. Por lo tanto, al disminuir la energía del haz incidente, se produce un "reflejo" de electrones con dirección a los vectores de la superficie gaussiana (Figura 2.9). De esta forma se estipula que el reflejo de electrones sea de manera radial y el tipo de espejo que se manifiesta sea convexo [10].

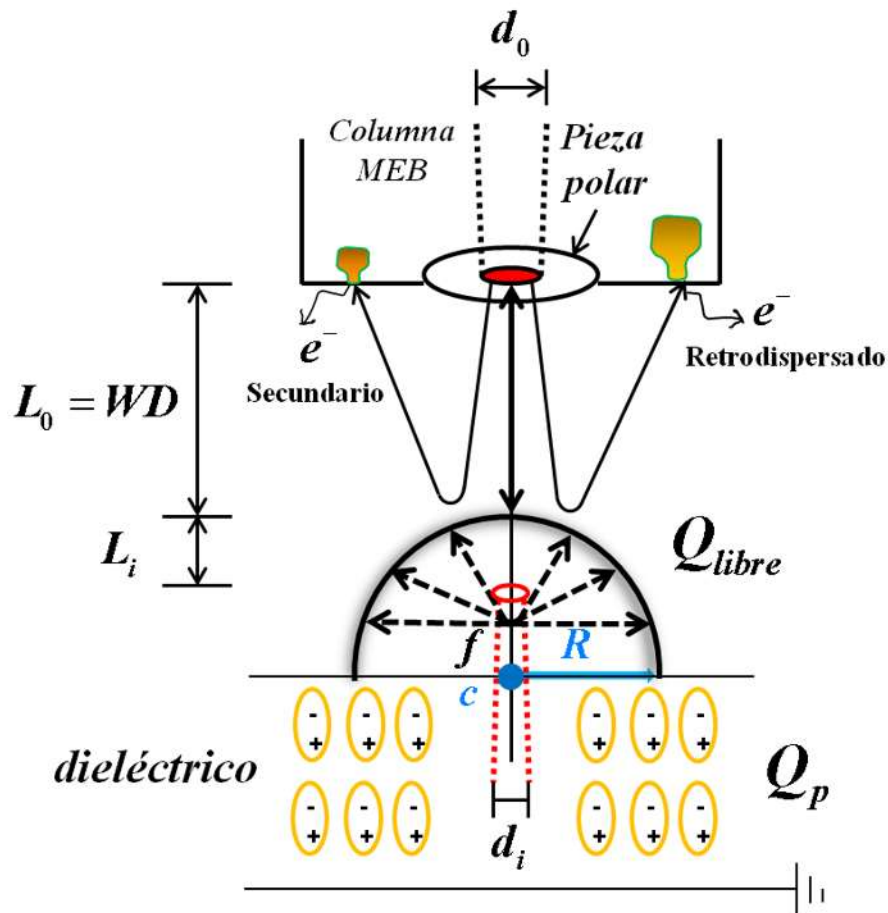
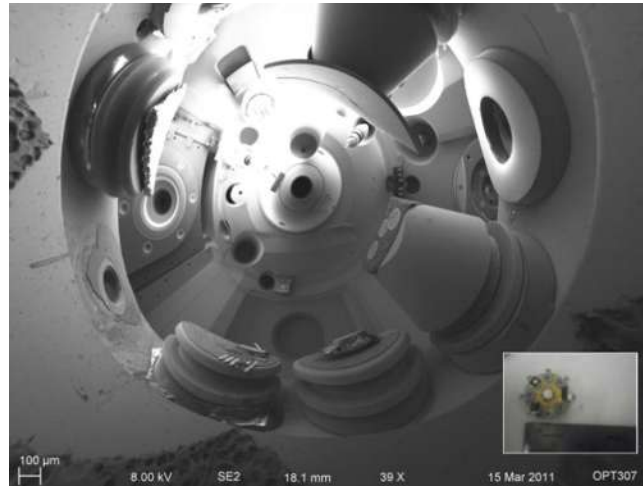


Figura 2.9. Representación del Espejo convexo debido a una carga  $-Q$  en MEB.

### 2.3.2 El efecto de la carga.

La Figura 2.10 presenta una muestra no conductora que es "cargada" con electrones de alta energía. Una vez cargada, indica que, al irradiar la muestra con electrones de baja energía, éstos son reflejados por la carga almacenada en la superficie de la muestra.

La carga producida en el espejo electrónico puede ser suficientemente estable como para durar largos periodos de tiempo [11], y la durabilidad dependerá de la cantidad de cargas acumulada en la superficie de la muestra.



**Figura 2.10.** Imagen espejo formado usando una esfera de teflón, [11].

La Figura 2.10, es la imagen adquirida a través del efecto espejo donde se observa el interior de la cámara de un MEB, dando un amplio campo de imagen [11]. El orificio que se observa en la parte central de la imagen corresponde a la apertura de la pieza polar, por donde sale el haz electrónico. En este caso, para formar la imagen se usó una esfera de teflón como muestra.

La cantidad de carga almacenada en la superficie de la muestra se puede obtener mediante la medición de la corriente del haz electrónico  $I_i$  (la corriente de emisión del filamento) al irradiar la muestra y  $t_i$  el tiempo durante el cual se irradia la muestra, la carga total incidiendo sobre la muestra es:

$$Q_i = I_i t_i \quad (2.15)$$

Cuando una carga  $Q$  se almacena en la muestra, es necesaria una contra-carga positiva que se induce en el soporte de la muestra a tierra dada por:

$$Q_{in} = kQ \quad (2.16)$$

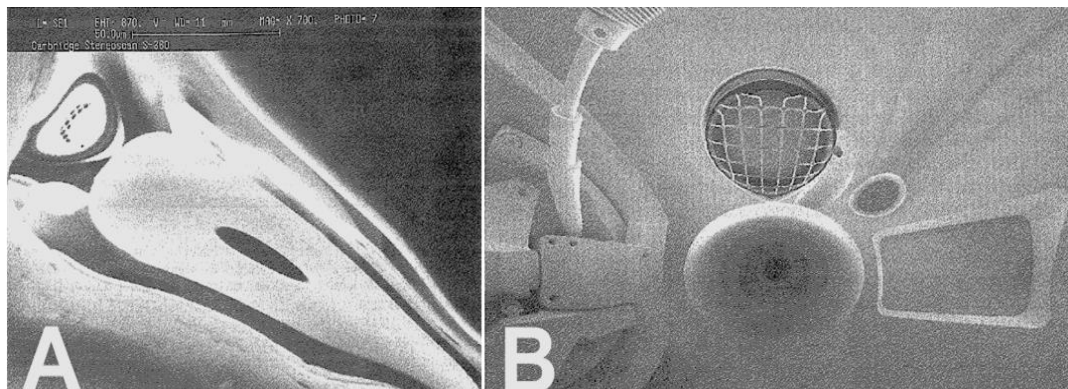
Donde,  $k$  es el factor de influencia electrostática la cual es dependiente del espesor, la permitividad dieléctrica y las características eléctricas de la muestra [12].

### 2.3.3. Espejos electrónicos.

➤ Espejo formado con microscopia convencional (MEB).

Los electrones inyectados y atrapados en la superficie de la muestra presentan, por lo tanto, carga eléctrica negativa con respecto a tierra. Es tal la carga acumulada que llega a igualar la del haz incidente (alrededor de 20 kV). Como resultado, el haz será "reflejado" antes de alcanzar la superficie, escaneando el interior de la cámara del microscopio [13].

La Figura 2.11 presenta el efecto de la cantidad de carga en la imagen de la pieza polar. Aquí se usó una esfera de vidrio sin recubrir [13]. Aunque es interesante que, en ciertas condiciones el instrumento sea capaz de formar una imagen por sí mismo, en algunos casos el mayor interés es el tipo de deformación que presenta la imagen. La imagen anómala es asimétrica y puede tomar diversas formas y tamaños, y puede conducir a una mala interpretación de la imagen [14].

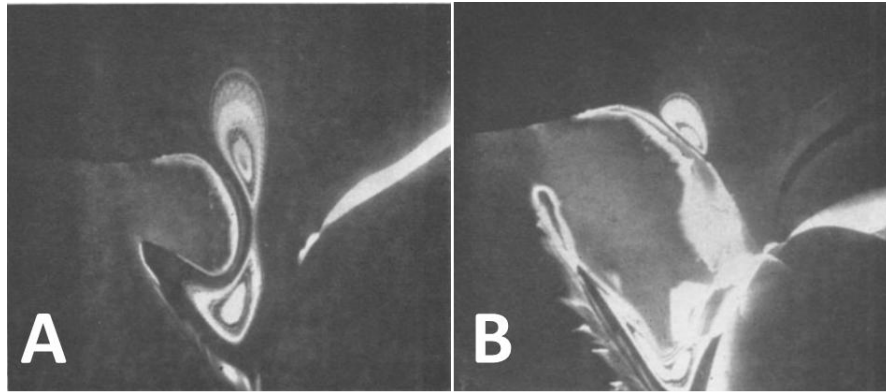


**Figura 2.11.** Imagen espejo del interior de la cámara de un FEI PHILIPS XL-30 MEB, [13].

Cuando se usa un rubí sintético, por ejemplo, el efecto es observado en un plano de crecimiento. Es hasta el momento de alcanzar la reducción del voltaje de aceleración para alcanzar la tensión fundamental en la superficie de la muestra cuando la imagen se comienza a distorsionar. Si el voltaje se reduce aún más (típicamente a 5 o 6 kV para óxido de magnesio), fuera de la imagen distorsionada se forma la imagen de electrones reflejados Figura 2.5 (A), que a veces crece en tamaño con la disminución del voltaje y también se vuelve menos distorsionado.

La Figura 2.12 (A), presenta una micrografía de magnificación 12 x con voltaje de aceleración de 2 kV, mientras que la Figura 2.12 (B) presenta la magnificación 17 x con voltaje de aceleración

de 3 kV. Obsérvese el cambio que se genera en la imagen. La imagen espejo puede llegar a ser muy distorsionada y tomar formas muy retorcidas.



**Figura 2.12.** Imagen espejo formada usando un monocristal de óxido de magnesio [14].

Por lo tanto, es necesario realizar una evaluación sistemática de los aspectos geométricos de la imagen espejo en función de los parámetros operacionales del microscopio y características de la muestra para el análisis de la dependencia de la imagen con los electrones primarios que interactúan con la superficie cargada de la muestra, el análisis de la trayectoria resultante de los electrones reflejados en y hacia la cámara del microscopio [10].

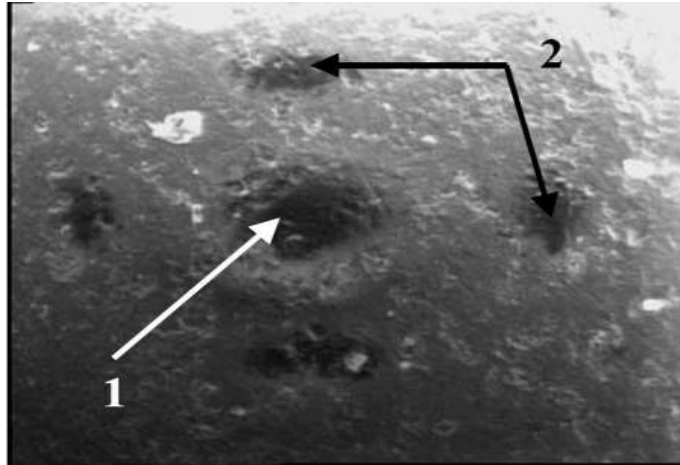
#### ➔ Formación de imagen pseudo espejo

Un pseudo espejo se forma con muestras dieléctricas en forma de partículas o aglomerados o granos que se encuentran depositados y dispersos sobre la superficie del porta muestras. Así, la imagen espejo es formada por separado en cada una de las partículas (granos), dando la apariencia de tener muchos espejos. Dependiendo del tamaño de partícula, el efecto espejo puede ser observado como una mancha oscura.

El pseudo espejo es producido a partir de diferentes factores [15]:

- 1) La energía de los electrones incidentes no es adecuadamente aterrizada y reduce la probabilidad de que el detector colecte información.
- 2) El campo eléctrico interfiere con el detector durante la colección de electrones.

En la Figura 2.13, la mancha oscura en el centro corresponde a la distorsión comentada. Los números 1 y 2 indican las manchas provocadas imagen de la apertura de la lente objetiva.



**Figura 2.13.** Imagen espejo obtenida en la superficie inhomogénea de alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), [15].

### 2.3.4 Ecuaciones que describen el efecto espejo.

#### ➤ Polarización lineal

La fuerza de repulsión o atracción entre cargas, la **fuerza electrostática**, es dada por la ley de Coulomb. Sea la partícula 1 con carga  $q_1$  y la partícula 2 con carga  $q_2$  entonces la fuerza sobre la partícula 1 es:

$$F = k \frac{q_1 q_2}{r^2} \hat{r} \quad (\text{Ley de Coulomb}) \quad (2.17)$$

Donde,  $\hat{r}$  es el vector unitario a lo largo de un eje que se extiende entre las dos partículas,  $r$  la distancia entre ellas y  $k$  es la constante de coulomb [9]. Aunque las cargas en un dieléctrico no pueden moverse libremente, se presenta un desplazamiento de éstas cuando se aplica un campo eléctrico externo (la polarización del material dieléctrico) [2].

El vector de polarización  $\vec{P}$  generado por el desplazamiento de las cargas  $\vec{D}$  con el campo eléctrico  $\vec{E}$  en un material dieléctrico es [1, 16]:

$$\vec{D} = \epsilon_0 \vec{E} + \vec{P} \quad (2.18)$$

El momento dipolar inducido  $p_{in}$  en el dieléctrico depende directamente del material dieléctrico en el campo eléctrico  $E$ :

$$p_{in} = \alpha E \quad (2.19)$$

Donde,  $\alpha E$  es la polarización dependiente del campo eléctrico inducido. El momento dipolar por molécula en un material dieléctrico está relacionado con la susceptibilidad  $\chi_e$ . La polarización queda definida como:

$$p = \epsilon_0 \chi_e E \quad (2.20)$$

Sustituyendo la ecuación (2.20) en la ecuación (2.18) podremos referirnos a un medio isotrópico, homogéneo y lineal en:

$$D = \epsilon_0 \epsilon_r E \quad (2.21)$$

Donde,  $\epsilon_r = (1 + \chi_e)$  sabiendo que  $\epsilon_r$  es la permitividad relativa, sustituimos términos:

Por definición, la permitividad del material  $\epsilon$ , es definida en función de la permitividad del espacio libre  $\epsilon_0$  y la susceptibilidad  $\chi_e$ , nos queda que  $\epsilon = \epsilon_0 \epsilon_r$ .

Por lo tanto, 
$$\vec{D} = \epsilon \vec{E} \quad (2.22)$$

El potencial electrostático en el punto  $r$  formado por un campo externo inducido en un punto  $r$  debido a una carga  $Q_e$  atrapada en la superficie del material dieléctrico con una permitividad  $\epsilon$  es dada por [4]:

$$V_{sc} = \frac{K Q_e}{4\pi \epsilon_0 r} \quad (2.23)$$

Donde,  $K$  es la constante dieléctrica (equivalente a  $\epsilon_r$ ).

La condición esencial que indica la ecuación (2.22) se deriva de las paredes puestas a tierra de la cámara de vacío del microscopio que se supone sea el momento suficiente de la muestra para ser considerado en el infinito. Con esto, el centro de la carga almacenada genera superficies equipotenciales y esféricas de tal manera que se considera el tiempo de descarga por medio de un factor de magnificación y por la variación del plano focal al momento de iniciar la descarga. Se puede determinar la carga almacenada si se consideran estos términos en la ecuación (2.22)

$$Q_e = 16\pi \epsilon_0 \frac{L}{K} \frac{d}{d'} V_{sc} \quad (2.24)$$

Donde,  $d/d'$ , es un factor de amplificación (del diámetro del orificio de la pieza polar real  $d$ , con la imagen virtual del efecto espejo  $d'$ , y  $L$  es la distancia de trabajo a la cual se obtiene la imagen.

De la ecuación (2.20), aplicando la ley de Gauss se obtiene que las expresiones para 2.25 (a) el vector del flujo que pasa a través de una superficie gaussiana esférica de radio  $r$ , 2.25 (b) el vector del campo eléctrico, y 2.25 (c) el vector de polarización [4] sean:

$$\text{a) } \vec{D} = \frac{KQ_e}{4\pi\epsilon_0 r} \hat{r}, \quad \text{b) } \vec{E} = \frac{KQ_e}{4\pi\epsilon_0\epsilon_r r^2} \hat{r}, \quad \text{c) } \vec{P} = \left(1 - \frac{1}{\epsilon_r}\right) \frac{KQ_e}{4\pi r^2} \hat{r} \quad (2.25)$$

Otra definición para la carga total almacenada es:

$$Q_T = Q_e + Q_p \quad (2.26)$$

Solo falta determinar  $Q_T$ . Se tiene que  $Q_p = Q_T - Q_e$ , pero como se desconoce la carga total almacenada  $Q_T$ , así que se usa la definición de polarización donde  $P = \frac{-Q_p}{A}$  para la carga de polarización  $Q_p$  (es negativa debido a que se considera una carga que se acumula para producir un campo electrostático negativo y  $r$  es igual a 1). Así que:

$$\text{a) } Q_p = -\left(1 - \frac{1}{\epsilon_r}\right) \frac{KQ_e}{4\pi r^2} 4\pi r^2 \quad \longrightarrow \quad \text{b) } Q_p = -\left(1 - \frac{1}{\epsilon_r}\right) KQ_e \quad (2.27)$$

La sumatoria de las cargas totales  $Q_T$  queda expresada como:

$$Q_T = Q_e + \left(-\left(1 - \frac{1}{\epsilon_r}\right) KQ_e\right) \quad (2.28)$$

Simplificando  $Q_e$  se obtiene:

$$Q_T = Q_e \left[ 1 - \left(\epsilon_r - \frac{1}{\epsilon_r}\right) K \right] \quad (2.29)$$

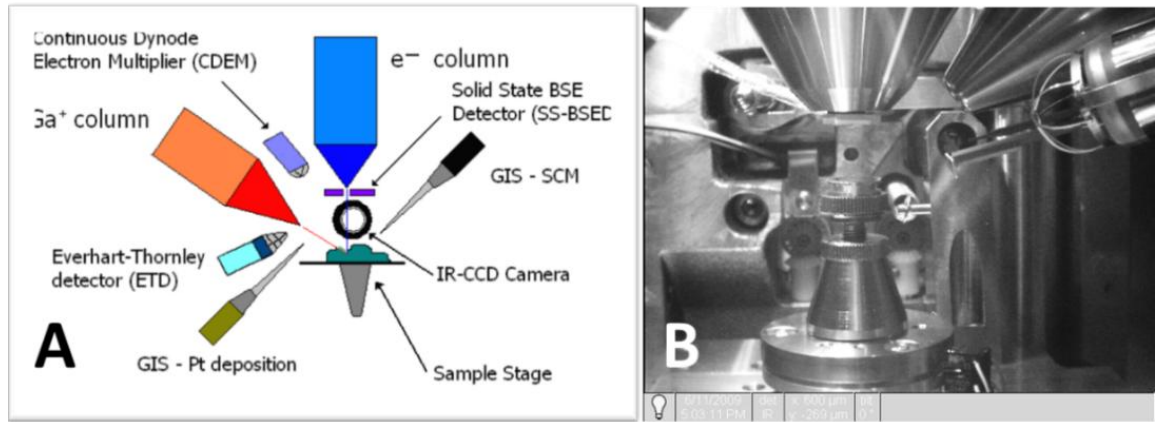
Ahora, sustituyendo el valor de  $Q_e$ , de la ecuación (2.24) en la ecuación (2.29)

$$Q_T = 16\pi\epsilon_0 \frac{L}{K} \frac{d}{d'} V_{SC} \left[ 1 - \left(\epsilon_r - \frac{1}{\epsilon_r}\right) K \right] \quad (2.30)$$

De acuerdo a como se manifiestan estas ecuaciones se observó que la carga total acumulada depende directamente de los parámetros del microscopio y de las propiedades de los materiales. Las expresiones también indican que la carga libre es una variable que participa mucho para la formación del efecto espejo, mientras que la carga de polarización sirve para conocer las propiedades de los materiales.

➔ Trayectoria del haz electrónico y carga atrapada

F. Croccolo y C. Riccardi [17] usaron un haz de iones focalizado (FIB) (como el que se observa en la Figura. 2.14) para deducir el efecto espejo producido por una carga positiva con iones de alta energía (30 kV) seguido de iones con menor energía (5 kV). Aquí la carga atrapada en la superficie de la muestra no conductora es positiva.



**Figura 2.14.** A) Esquema de los componentes que se encuentran dentro de la cámara del FIB-MEB, B) imagen de la cámara del FIB-MEB, [17].

En el equipo FIB, cuando se irradia una muestra no conductora con iones de energía cinética  $E_s$ , la interacción genera electrones, algunos de los cuales son detectados por el detector de electrones secundarios y se formarán así las imágenes. Los iones que se quedaron estáticos en la superficie, están neutralizados por electrones, donde la suma de estos dos sucesos genera una carga neta positiva cuya cantidad depende del rendimiento de electrones por el ion incidente, la intensidad del haz de iones y el tiempo de irradiación de acuerdo a la siguiente relación [17].

$$Q_i(t) = Q_i^\infty \left[ 1 - e^{-\frac{t}{\tau}} \right] \quad (2.31)$$

Donde  $Q_i^\infty(t)$ , es el límite de saturación de la carga de positiva para un largo periodo de irradiación, mientras  $t_i$  es el tiempo constante de la carga positiva el cual está dado por la relación:

$$t_i = \frac{Q_i^\infty}{1 + \sigma(\Delta V_s) \cdot I_i} \quad (2.32)$$

Donde,  $I_i$  es la corriente del ion y  $\sigma(\Delta V_s)$  es la densidad de carga la cual depende del (alto) voltaje de aceleración del haz incidente. Nótese que de este modo se pueden calcular mediciones de carga mediante la técnica del efecto espejo.

En la Figura 2.15, considera una carga puntual estacionaria en el punto C y un haz de electrones a lo largo de una línea entre A y B. Dado que una carga puntual estática para una muestra dieléctrica con una permitividad relativa  $\epsilon_r$  es el mismo para 2 cargas en el espacio libre:

$$\frac{2Q_T}{(\epsilon_r + 1)} \quad (2.33)$$

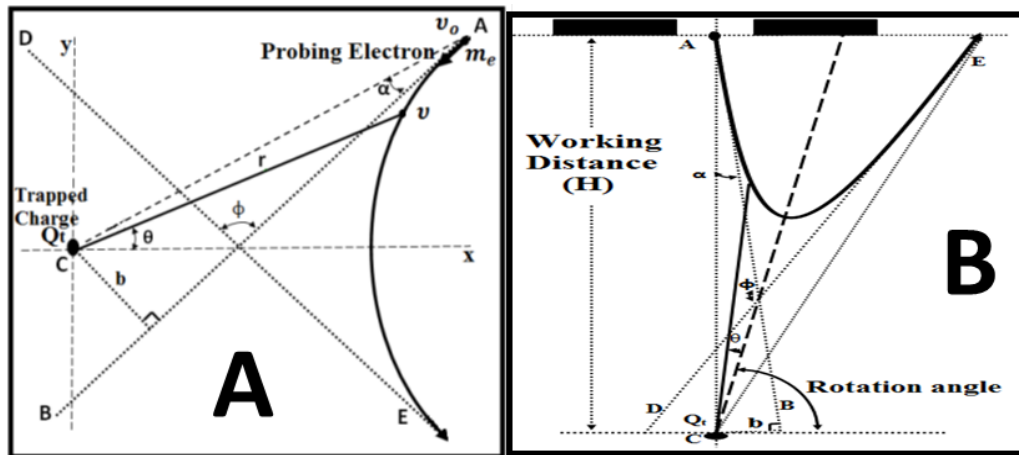
Por lo tanto, la fuerza de repulsión de Coulomb entre el haz electrónico y la carga atrapada toman la forma:

$$F = \frac{\lambda_e Q_T}{r^2} \quad (2.34)$$

Donde,  $r$  es la distancia entre la carga almacenada y haz de electrones,  $\lambda_e$  es una constante definida por:

$$\lambda_e = \frac{1}{2\pi\epsilon_0(\epsilon_r + 1)} \quad (2.35)$$

Hassan N. y colaboradores [18], propusieron un modelo que permite conocer la trayectoria del haz electrónico incidente mediante derivadas de los parámetros presentados en la Figura. 2.15 (A). La trayectoria resultante es hiperbólica, tal como se indica en la Figura. 2.15 (B).



**Figura 2.15.** Diseño geométrico de la derivación de la trayectoria del haz electrónico en función de la carga almacenada, [18].

### Capítulo III. DESARROLLO EXPERIMENTAL.

El procedimiento experimental a realizar en este trabajo de tesis consistió de tres etapas principales y 5 actividades básicas, tal y como se presenta en la Figura. 3.1.

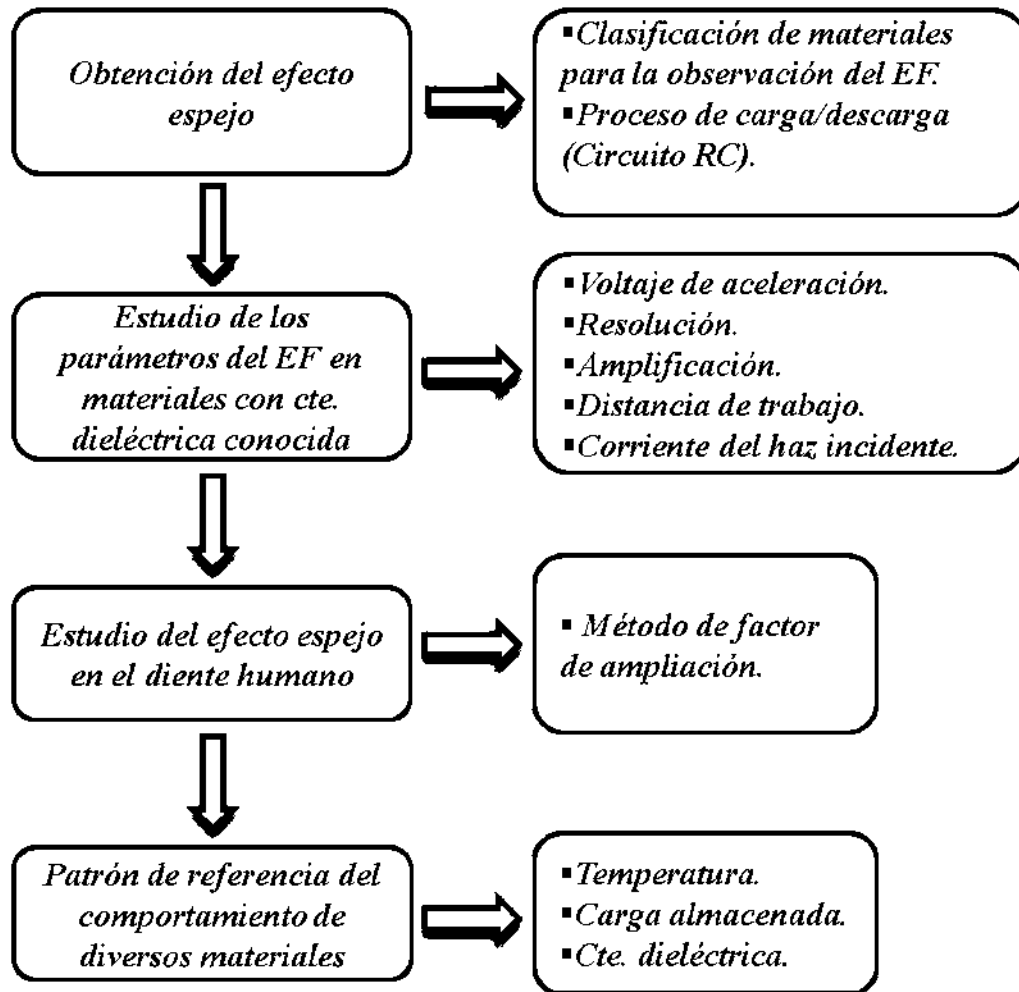


Figura 3.1. Diagrama general del proceso

### 3.1. Obtención del efecto espejo.

En la obtención del efecto espejo es necesario determinar qué tipo de material lo permite observar, y bajo qué criterios debe de prepararse la muestra, así como el tipo de microscopio a usar.

Como se comentó en la sección 2, la observación del efecto espejo requiere de un proceso de carga con un haz electrónico generado con un voltaje superior a 15 kV seguido de la observación del material con un haz de electrones generado con un voltaje menor a 5 kV.

Considerando que el efecto espejo depende de los parámetros electrónicos del microscopio durante el proceso de carga con alta energía y que la retención de la carga depende de las propiedades de los materiales, estos últimos requieren del análisis para ser clasificados como "buenos", "regulares" o "no adecuados" en la observación del efecto espejo.

#### 3.1.1 El MEB

La cantidad de carga electrónica que se suministre a la muestra dependerá del tipo de filamento, del voltaje de aceleración de los electrones (la energía de los electrones), así como del tamaño de la sección transversal del haz electrónico.

En la actualidad existen tres tipos de filamentos para el MEB: de tungsteno (W), de hexaboruro de lantano (LaB<sub>6</sub>) y de emisión de campo (FEG). El tipo de filamento que use el MEB determina su nombre. El microscopio que usa el filamento W, solo se conoce como MEB, el que usa LaB<sub>6</sub>, se indica como LaB<sub>6</sub>-MEB, y el FEG se indica como FEG-MEB. La Figura 3.2 indica las características principales de estos filamentos [13].

De las características indicadas, aquellas que son de interés para conocer la cantidad de carga electrónica suministrada a la muestra es la densidad de corriente  $J_c$  (número de electrones por área) y el tamaño de la sección transversal del haz electrónico generado  $d_o$ . Esto implica que en un MEB con filamento de W genera un haz con  $J_c = 1.75 \text{ A/cm}^2$ , corriente emitida total de 100  $\mu\text{A}$  y con sección transversal de  $d_o \approx 100 \mu\text{m}$ ; un MEB con filamento LaB<sub>6</sub> genera un haz con  $J_c = 25 \text{ A/cm}^2$ , corriente emitida total de 10  $\mu\text{A}$  y con sección transversal de  $d_o \approx 10 \mu\text{m}$ ; y un MEB con filamento FEG genera un haz con  $\approx J_c = 10^5 \text{ A/cm}^2$ , corriente emitida total de 1  $\mu\text{A}$  con sección transversal de  $d_o \approx 10 \text{ nm}$ . Cabe comentar que en el caso del filamento FEG y

dependiendo de los valores de las aberraciones cromática y esférica, la corriente emitida total por el filamento disminuye hasta aproximadamente 4 pA al llegar a la muestra.

El haz electrónico, al interactuar con la muestra, producirá un conjunto de señales que serán usadas para generar las imágenes del MEB. Entre ellas se encuentra la generación de electrones secundarios, electrones retrodispersados, rayos X, etc. El parámetro que interesa para conocer la cantidad de carga electrostática suministrada a la muestra es el tamaño del volumen de interacción.

#### Filamento de tungsteno

|   |  |
|---|--|
| $T_c = 2700^\circ \text{ K}$                                      | <b>Área de emisión:</b> $100 \times 150 \mu\text{m}^2$ |
| $J_c = 1.75 \text{ A/cm}^2$                                       | $\beta = 5 \times 10^4 \text{ A/cm}^2\text{Sr}$        |
| $I_T = 100 \mu\text{A}$   |  |
| $A_c = 60 \text{ A/cm}^2 \text{ K}$                               | $\alpha = 0.42\text{-}0.08 \text{ rad}$                |
| $E_w = 4.5 \text{ eV}$  | $d_0 = 25\text{-}100 \mu\text{m}$                      |
| Vida: $\sim 50\text{h}$ en un vacío de $10^{-5}$ a $10^{-6}$ Torr |  |

#### Filamento $L_a B_6, <110>$

|  |  |
|--|--|
| $T_c \sim 1800\text{-}1900^\circ \text{ K}$                  | <b>Área de emisión:</b> unos átomo                       |
| $J_c = 25 \text{ A/cm}^2$                                    | $\beta = 2\text{-}3 \times 10^5 \text{ A/cm}^2\text{Sr}$ |
| $I_T = 10 \mu\text{A}$                                       |  |
| $A_c = 40 \text{ A/cm}^2 \text{ K}$                          | $\alpha = 0.015 \text{ rad}$                             |
| $E_w = 2.4 \text{ eV}$                                       | $d_0 = 10\text{-}20 \mu\text{m}$                         |
| Vida: $200\text{-}500\text{h}$ en un vacío de $10^{-7}$ Torr |  |

#### Filamento de emisión de campo, $W<111>$

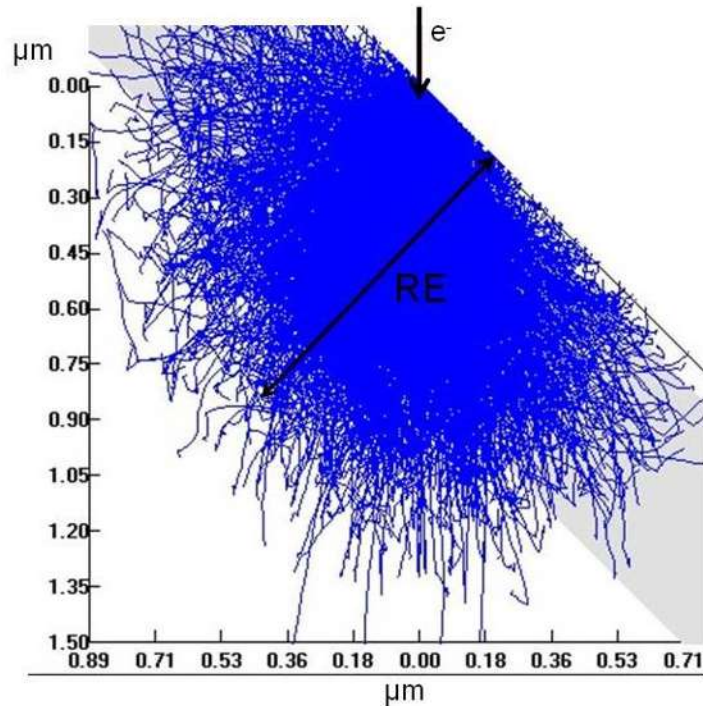
|  |   |
|--|---|
| $T_c \sim$ Temperatura ambiente                  | <b>Área de emisión:</b> un átomo                |
| $J_c = 10^4\text{-}10^8 \text{ A/cm}^2$          | $\beta = 5 \times 10^7 \text{ A/cm}^2\text{Sr}$ |
| $I_T = 1 \mu\text{A}$                            |   |
| $A_c =$  | $\alpha = 0.1 \text{ rad}$                      |
| $E_w = 4.3 \text{ eV}$                           | $d_0 = 5\text{-}10 \text{ nm}$                  |
| Vida: varios años en un vacío de $10^{-12}$ Torr |   |

**Figura 3.2.** Características físicas de los filamentos usados en el MEB para generación del haz de electrones [13].

La Figura 3.3 presenta el volumen de interacción simulado para una muestra de cobre con inclinación de  $45^\circ$ . El tamaño del volumen de interacción es determinado por el factor de frenado  $RE$  que se define como la distancia  $z$ , a la cual el haz electrónico penetra en la muestra. El factor de frenado se define como:

$$RE \equiv \int_{E_c}^{E_c=0} - \left( \frac{dE}{dz} \right)^{-1} dE \quad (3.1)$$

Que depende de la densidad de corriente y la sección transversal del haz electrónico incidente y de las propiedades de la muestra como son su número atómico y propiedades electro-magnéticas. En materiales conductores. Los electrones que interactúan con la muestra, se distribuyen en toda la superficie con dirección a tierra. En materiales no conductores, el volumen de interacción queda atrapado en la superficie de la muestra.



**Figura 3.3.** Volumen de interacción y el factor de frenado RE, [13].

El microscopio de barrido FEG JEOL JSM-7600F se usó para la obtención del efecto espejo (Figura 3.4).

### ***3.1.2. Clasificación de materiales para la observación del efecto espejo.***

En este trabajo se consideran sólo materiales aislantes sólidos enlistados en la Tabla 2.1. El estudio del efecto espejo con relación a los parámetros del microscopio son clasificados para poder definir bajo qué condiciones los materiales pueden producir la imagen espejo. La preparación de las muestras se describe a continuación.



**Figura 3.4.** Microscopio de barrido FEG JEOL JSM-7600F.

➤ *Cereal Froot Loops.*

Esta muestra es frágil, porosa y en forma de anillo. Está compuesta de un 46% de azúcar cuya constante dieléctrica es 3. La constante dieléctrica del froot loop es modificada por el azúcar, colorante y otros componentes que reducen su valor señalado en la Tabla 2.1. La constante dieléctrica del cereal es de las más bajas, se estudia mediante el efecto espejo en MEB para comparar la relación de conductividad eléctrica y su comportamiento dieléctrico.

El azúcar y colorante se encuentra mayormente en la superficie (Figura 3.5). Un fragmento de la zona de fractura de la parte interna del anillo es preparado para observar su comportamiento con el efecto espejo.

El fragmento de anillo de froot loop de aproximadamente 5 mm, fue colocado en un porta objetos cilíndrico de latón, y así poder observar el comportamiento del efecto espejo en las zonas de color blanco (azúcar) que se observan en la Figura 3.5.



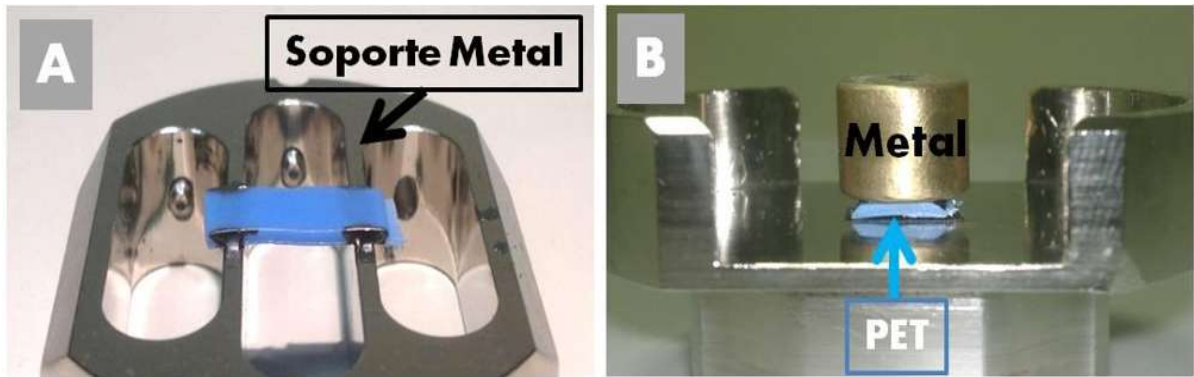
**Figura 3.5.** Imagen de cereal froot loops.

➤ *PET.*

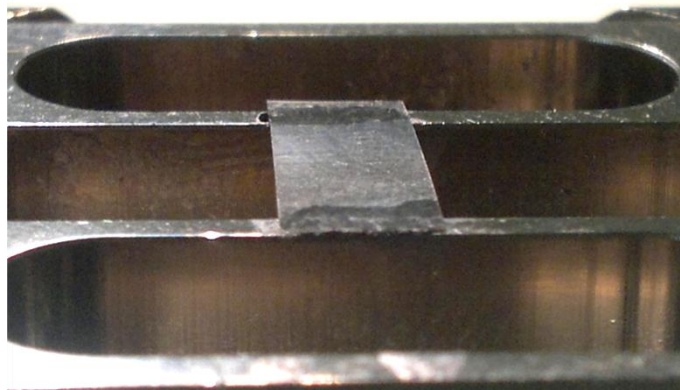
El PET usado fue un fragmento de una tapa de garrafón de agua (una lámina con dimensiones de 17x6x1 mm); el valor de constante dieléctrica es un poco mayor que la del Froot Loop. El PET es considerado una muestra ideal para ver el efecto espejo de forma inmediata debido a que no presenta porosidad. La muestra se colocó en 2 posiciones diferentes Figura 3.6 (A) directa al haz de electrones y B) debajo de un metal, posición indirecta donde no está expuesta al haz de electrones.

➤ *Hoja de acetato de celulosa.*

La hoja de acetato es similar al caso del PET pero la hoja de acetato muy delgada. Para evitar hacer contacto con el metal (porta muestras), un fragmento de hoja de acetato es montado sobre una superficie flotante (Figura 3.7), y evitar que se afecte el proceso de carga y/o descarga electroestática.



**Figura 3.6.** Montaje PET para observarse en MEB.



**Figura 3.7.** Montaje hoja de acetato para observarse en MEB.

La hoja de acetato de celulosa tiene una rigidez dieléctrica muy baja. Durante el proceso de carga con electrones de alta energía, el material adquiere un potencial elevado y se convierte en conductor. Con dicha técnica se comprueba que se produce una descarga eléctrica, que modifica los parámetros como magnificación, resolución y el tiempo de visibilidad de la técnica del efecto espejo.

➤ *Resina Epoxi (circuitos electrónicos).*

El encapsulado de un circuito electrónico está formado por distintos materiales como son el cuarzo y una fina capa de resina epóxica que sirve de forro para proteger al chip electrónico de la temperatura, humedad, etc. Además tiene una rigidez dieléctrica elevada que impide que se formen arcos eléctricos durante su funcionamiento. El circuito electrónico a observar con el efecto electrónico es un temporizador monolítico con nomenclatura NE555. Las superficies que se observaron son la zona de fractura y la superficie del encapsulado (Figura 3.8). Además de que es pequeño y fue apto para montar en los porta muestras de microscopia electrónica de barrido.



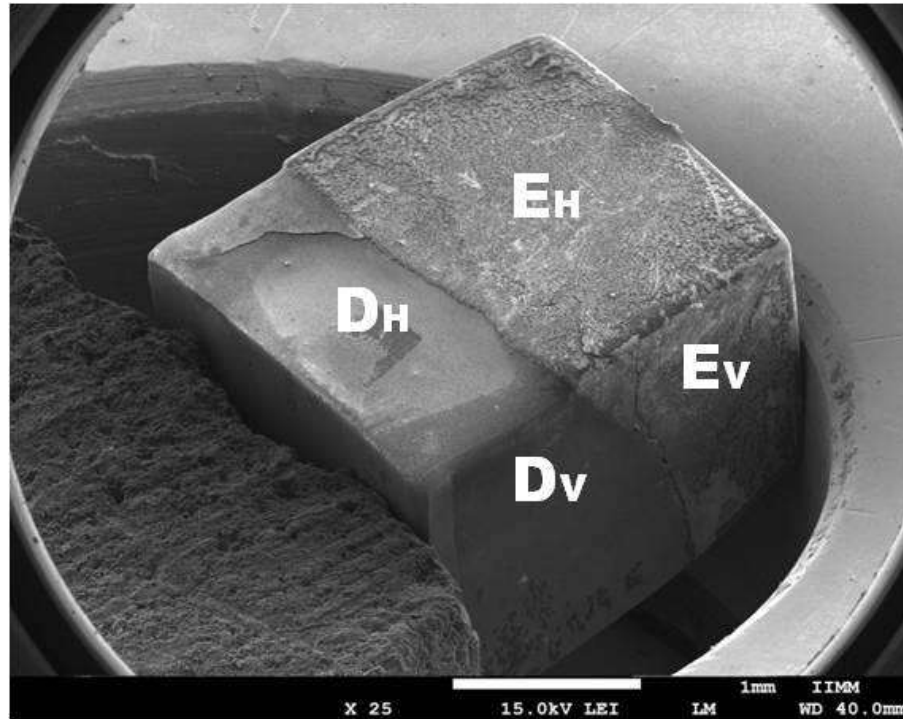
**Figura 3.8.** Montaje encapsulado circuito integrado NE555 en MEB.

➤ *Diente humano.*

Una pieza molar dental humana fue seleccionada, ya que la capa del esmalte es más gruesa que otras piezas dentales. Esto permite la preparación del esmalte y dentina dental humana (Figura 3.9). En el caso del esmalte, los prismas del esmalte se pueden observar orientados de manera transversal y longitudinalmente. En el caso de la dentina, la muestra fue vista en relación con los túbulos dentinarios. La muestra fue colocada de tal manera que los túbulos dentinarios se observen ven en posición transversal o longitudinalmente. Esto permite analizar el comportamiento del efecto espejo en las dos diferentes posiciones. Ya que se ha reportado que el esmalte presenta cambios en función de la temperatura, se buscó ver el efecto espejo a diferentes temperaturas de calcinación: 25°C, 700°C y 1200°C.

➤ *Hidroxiapatita, alúmina, zirconia y titania.*

La hidroxiapatita es sintética en forma de polvo y la cual se preparó en forma de pastilla para que la superficie quedara lisa y además poder controlar el espesor adecuado para la observación del efecto espejo. Al igual que el diente humano, la hidroxiapatita también se sometió a un proceso de calcinación de 25°C, 700°C y 1200°C. La formación del efecto espejo ayudó a interpretar si hubo un cambio en sus propiedades dieléctricas.



**Figura 3.9.** Diente humano. Montaje a 25°C en MEB.

Los polvos de la alúmina, la zirconia y la titania fueron preparados de la misma manera que la hidroxiapatita, en forma de pastilla y con las mismas condiciones de espesor. Sin embargo, la alúmina, la zirconia y la titania solo fueron analizadas a 25°C con la finalidad de obtener un resultado de estas diferencias de constante dieléctrica. De estos materiales, la titania es un material que tiene un valor alto de la constante dieléctrica.

➤ *Mecánica del comportamiento de tiempo de carga/descarga*

Ya que el efecto capacitivo es considerado el más adecuado para la clasificación de los materiales del efecto espejo, el tiempo de carga/descarga es un factor muy importante. Entonces, el tiempo de carga/descarga dependerá de la capacidad que tiene el material para poder polarizarse y retener cargas electroestáticas bajo los siguientes puntos:

- Durante este procedimiento se comparó el tiempo de carga/descarga en muestras con diferente constante dieléctrica de la Tabla 2.1. Se analizaron además el comportamiento de la imagen espejo durante el tiempo de descarga en estos materiales.
- El tiempo cero de descarga (el tiempo de descarga inicial) se considera el momento en que la imagen del efecto espejo se formó, mientras que el tiempo final de descarga se

considera el momento en que la imagen del efecto espejo desaparece y se recupera la imagen normal de la superficie de la muestra.

- En la dentina y esmalte dental humano, se implementó un procedimiento de carga/descarga a diferentes tiempos para observar su comportamiento dieléctrico en condiciones iniciales a temperatura ambiente donde no existe ningún tratamiento de la muestra.
- Se relacionó el comportamiento del efecto espejo con el modelo de un capacitor (circuito RC), donde se determinaron las variables que se presentaron durante los procesos de carga y descarga. Considerando la relación del tiempo efectivo que dura en cargarse el capacitor mediante una fuente externa, con el tiempo que dura en cargarse la muestra dieléctrica después de ser irradiada por un haz de electrones de alta energía. Este tiempo dependerá de la forma y propiedades electrónicas de las muestras.

### **3.2. Estudio de los parámetros del EF en materiales con cte. dieléctrica conocida.**

En este trabajo se pretende que el efecto espejo pueda ser utilizado como una técnica de caracterización de materiales dieléctricos. Sin embargo, se tiene que considerar varios aspectos de comportamiento tanto en el microscopio como en los materiales con un valor de constante dieléctrica conocida, para establecer los factores que influyen la formación del efecto. Durante esta actividad se usaron las diferentes técnicas de colección de electrones del MEB. Así que se tomaron imágenes de electrones secundarios, retrodispersados y rayos X característicos, para mejorar el estudio de la técnica con respecto a los parámetros operativos.

#### **➤ *Voltaje de aceleración.***

El voltaje de aceleración es un parámetro importante en la formación del espejo electrónico. La superficie de las muestras se irradia en alta o baja energía. Se observó que a alta energía (20 kV), la superficie de la muestra almacena la mayor carga electrostática. Se tomaron imágenes a distintos voltajes de aceleración para analizar el comportamiento del efecto espejo y ver el momento en que se hace presente el efecto.

#### ➤ *Amplificación*

Parámetros como el voltaje de aceleración se alteraron para observar la amplificación que presenta la medida real. Este parámetro permitió relacionar la imagen real formada por la dispersión de electrones (donde la cota de referencia es calibrada en el equipo) y la imagen espejo producto del reflejo de electrones (donde la cota de referencia se tiene que calibrar).

#### ➤ *Distancia de trabajo*

La distancia de trabajo es un parámetro importante que permite relacionar el radio del campo electrostático que se formó. Mientras más grande sea la distancia de trabajo mayor área de visibilidad con el espejo electrónico.

#### ➤ *Corriente del haz incidente*

La densidad de corriente determina la resolución de las imágenes. Esta corriente se toma en cuenta con relación a la corriente de emisión del filamento FEG. La corriente de emisión cambia con respecto al voltaje de aceleración.

#### ➤ *Resolución*

La resolución del microscopio FEG usado fue de 1 nm. En esta actividad se obtuvo una imagen donde se pudieron medir la resolución que se puede llegar con el espejo electrónico tomando en cuenta las mejores condiciones de los parámetros electrónicos. En esta actividad también se observó que la resolución de la imagen espejo está ligada a la capacidad que tiene el material para retener las cargas electrostáticas.

### **3.3 Estudio del efecto espejo en el diente humano**

#### ➤ *Método de factor de amplificación.*

El objetivo es asociar el plano focal imagen con el tiempo de descarga. La imagen espejo que muestra el orificio del diámetro de la pieza polar al momento de iniciar la descarga, tiene un plano focal diferente a cuando la descarga termina. Como ya se comentó anteriormente, el efecto espejo desaparece cuando deja de haber carga electrostática en la superficie que fue irradiada con el haz de alta energía. Entonces se considera el tamaño de los dispositivos de la imagen virtual (pieza polar) con el tiempo de descarga para analizar su comportamiento.

### 3.4 Patrón de referencia del comportamiento de diversos materiales.

En esta actividad, se analizó el comportamiento del efecto espejo y los factores que influyen para su formación. Los resultados que se presentan son de acuerdo a los siguientes criterios:

#### ➤ *Temperatura.*

4 experimentos con diferentes voltajes de carga fueron implementados. Cada experimento tuvo las mismas condiciones de distancia de trabajo, diámetro del haz y tiempo de exposición. El tiempo de exposición al haz electrónico de alto voltaje fue de 10 minutos, 4 veces. Cuando terminaron los 10 minutos de exposición se tomó el tiempo de descarga medido. Una vez terminada la descarga, se repitió 4 veces sumando 40 min de carga por cada uno de los experimentos. Esto también se realizó en el caso de cada una de las temperaturas de calcinación de 25°C, 700°C y 1200°C.

#### ➤ *Carga almacenada.*

Con este factor se considera que la cantidad de carga electrostática almacenada depende directamente de la energía del haz incidente y la capacidad que tiene el material dieléctrico para poder conservar dicha carga. Se implementaron tiempos de irradiación con alta energía, hasta que la imagen espejo apareció, para cada material propuesto de la tabla 2.1.

#### ➤ *Constante dieléctrica.*

La constante dieléctrica es un factor muy importante debido a que se pudo observar que tan rápido es el material para poder formar dipolos eléctricos (polarizarse). Con el efecto espejo se pretendió obtener una relación de la capacidad de almacenamiento y la velocidad que tiene los materiales propuestos en la Tabla 2.1 para poder polarizarse y así formar la imagen espejo.

En el esmalte y la dentina se obtuvieron imágenes a diferentes temperaturas de tal manera que se discutieron los resultados para comprobar cualquier cambio en la constante dieléctrica.

## Capítulo IV. RESULTADOS

El efecto espejo dependió de varios parámetros los cuales se lograron clasificar entre los que corresponden directamente de microscopio y los que corresponden directamente de la muestra. En esta sección se comentarán los parámetros del MEB directamente involucrados en la obtención y calidad de la imagen obtenida por el efecto espejo.

Se recordará que la calidad de la imagen del efecto espejo se reduce a la forma y calidad de la imagen de la pieza polar de la lente objetiva. Los parámetros del MEB de los cuales depende la calidad de las imágenes obtenidas son el voltaje de aceleración de los electrones que conforman el haz electrónico, la corriente del haz y el tipo de detector usado (electrones secundarios o electrones retrodispersados).

El procedimiento experimental para obtención del efecto espejo se llevó a cabo con 2 procesos importantes con muestras dieléctricas:

1. Proceso de carga electrostática (haz electrónico de alto voltaje).

El proceso de carga electrostática en la superficie de la muestra se obtuvo con el haz electrónico generado por un alto voltaje de aceleración ( $\geq 15$  kV). Este proceso de carga se implementó modificando diferentes variables que fueron el tiempo de irradiación, la corriente del haz incidente, tomando en cuenta que el volumen de interacción depende de los parámetros operativos del microscopio y de la conductividad eléctrica de la muestra.

2. Proceso de descarga electrostática (haz electrónico de bajo voltaje).

El proceso de descarga electrostática se produce cuando la muestra es observada con el haz electrónico generado con bajo voltaje de aceleración ( $\leq 5$  kV). Este voltaje se seleccionó tomando en cuenta la capacidad que tiene la muestra aislante para retener el flujo de cargas electrostáticas.

Se observó que cuando el flujo de carga es bajo, y si la muestra es aislante, el voltaje de aceleración para observar el efecto espejo puede ser más elevado (arriba de 5 kV), dando como resultado periodos prolongados de duración del efecto espejo. En cambio cuando el material tiene un valor de constante dieléctrica alto (más conductor), el efecto espejo se observa durante un corto periodo de tiempo y con voltajes de aceleración menores a 1 kV.

#### 4.1 Circuito RC: proceso de carga/descarga

El comportamiento de carga/descarga de un material está directamente relacionado con el funcionamiento de un capacitor. Por lo tanto, es de gran utilidad describir el crecimiento y decaimiento de la carga en un capacitor. El comportamiento del voltaje en función del tiempo está relacionado con el comportamiento de carga/descarga del circuito RC [13].

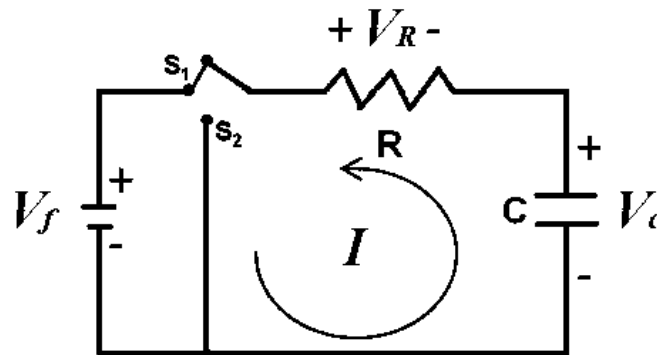
En el circuito RC de la Figura 4.1, cuando el interruptor se encuentra en  $S_1$ , el capacitor se carga.

A medida que aumenta la diferencia de potencial  $\frac{Q}{C}$  entre las placas del capacitor, la rapidez de flujo de carga en el capacitor disminuye.  $Q$ , es la carga en el capacitor. Por lo tanto:

$$V - \frac{Q}{C} = IR \quad (4.1)$$

Inicialmente, la carga  $Q$  es cero y la corriente  $I$  es máxima. Entonces, en  $t = 0$ ,  $Q = 0$  e  $I = \frac{V}{R}$ .

A medida que aumenta la carga en el capacitor, se produce una fuerza contra-electromotriz  $\frac{Q}{C}$  que se opone al flujo adicional de carga y la corriente  $I$  disminuye. Tanto el incremento de la carga como la disminución de la corriente son funciones exponenciales, por lo que la carga instantánea es:



**Figura 4.1.** Análisis del diagrama de un circuito RC que indica el método para cargar y descargar un capacitor, [13].

$$Q = CV(1 - e^{-\frac{t}{RC}}) \quad \text{ó bien: } Q = CV_c \quad (4.2)$$

mientras que para la corriente es:

$$I = \frac{V}{R} (e^{-\frac{t}{RC}}) \quad (4.3)$$

Por lo tanto, la carga  $Q$  se eleva en  $(1 - \frac{1}{e}) = 0.637$  veces su valor en una constante de tiempo  $\tau = RC$ . Así, la carga de un capacitor aumenta y se aproxima a su valor máximo  $Q_{\max} = CV$ , pero nunca lo alcanza. Al mismo tiempo, la corriente disminuye  $I = \frac{V}{R} 0.37$ , aproximándose a cero. Por razones prácticas, se considera que un capacitor está totalmente cargado en 5 veces la constante de tiempo ( $5RC$ ).

Para la descarga del capacitor, el interruptor se coloca en  $S_2$ . En este caso  $-\frac{Q}{C} = IR$ . La carga decae cómo:

$$Q = CV(e^{-\frac{t}{RC}}) \quad (4.4)$$

Mientras que para la corriente decae cómo:

$$I = -\frac{V}{R}(e^{-\frac{t}{RC}}) \quad (4.5)$$

Por lo tanto, en un circuito RC, el proceso de carga/descarga presenta una función diente de sierra, como la mostrada en la Figura 4.2., y por lo tanto, con la capacidad de retener la carga durante un determinado tiempo. Este circuito RC está relacionado con el fenómeno del efecto espejo ya que su comportamiento es muy semejante.

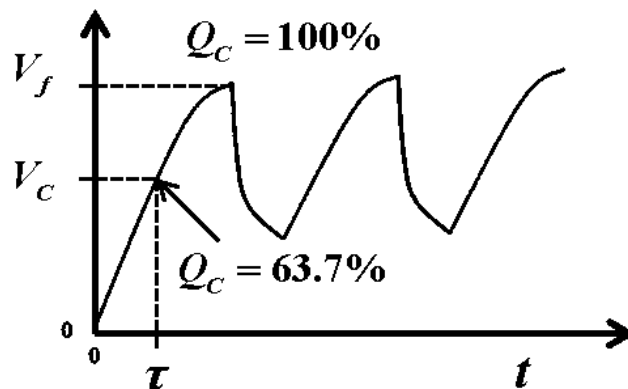


Figura 4.2. Superficie potencial  $-V$  (comportamiento de carga), [13].

De acuerdo a los resultados obtenidos del comportamiento en el efecto espejo durante el proceso de carga/descarga. Se observa que existe una relación entre el comportamiento del circuito RC de la Figura 4.2 con el procedimiento para obtener efecto espejo.

Sin embargo, se considera un análisis electrónico del circuito RC, para poder determinar los valores de los componentes.

La Figura 4.1 muestra un análisis por ley de kirchhoff durante el proceso de carga/descarga, donde la suma de todos los voltajes de cada componente eléctrico es igual al del voltaje de la fuente.

$$\mathbf{a)} \quad V_f = V_R + V_C \quad \text{Donde:} \quad \mathbf{b)} \quad V_R = IR \quad \text{y} \quad \mathbf{c)} \quad V_C = \frac{Q}{C} \quad (4.6)$$

Sabemos que:

$$C = KC_0, \quad (4.7)$$

Considerando que:

$$C_0 = \frac{\epsilon_0 A}{d} \quad (4.8)$$

Podremos determinar la capacitancia de acuerdo a las dimensiones del dieléctrico que se está irradiando en el microscopio.

Existen dos consideraciones para relacionar el voltaje de aceleración con el voltaje de la fuente del circuito RC:

- 1) Al cerrar el interruptor  $S_1$ , inicia el procedimiento de carga. Se consideró que el voltaje de la fuente es el voltaje de aceleración de alta energía del microscopio electrónico de barrido.
- 2) Al cambiar al interruptor  $S_2$ , inicia la secuencia de descarga. Se considera que la resistencia que descarga al capacitor en el circuito RC, es la condición que se tiene para observar el efecto espejo en el microscopio electrónico.

Por lo tanto decimos que:  $\tau = RC$  y de acuerdo a la Figura 4.2,  $RC = 0.637V_f$

Por lo tanto:

$$R = \frac{0.637V_f}{C} \quad (4.9)$$

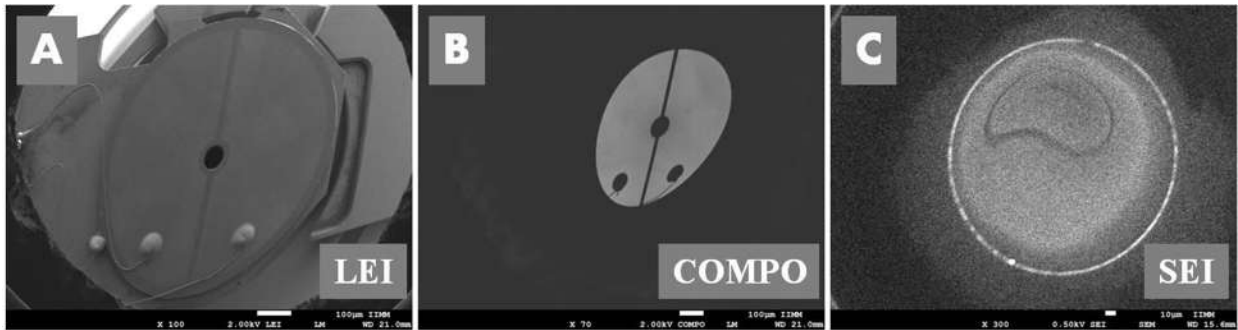
## **4.2. Análisis de los parámetros del MEB en el efecto espejo.**

Los resultados que se obtuvieron en el estudio de los parámetros que influyen en la obtención del efecto espejo por parte del MEB ayudaron a comprender el comportamiento del efecto espejo y el efecto de la carga sobre la superficie de los materiales aislantes.

### ***4.2.1 Voltaje de aceleración***

En microscopía electrónica, el volumen de interacción producido por el haz incidente en una muestra depende directamente del voltaje de aceleración. Sin embargo, cuando se hace referencia a la interacción de una muestra aislante con el haz de electrones, a menudo se presenta una gran distorsión en la superficie irradiada conforme se incrementa el voltaje de aceleración. Los resultados obtenidos en referencia de este parámetro sobre la observación del efecto espejo indican los siguientes puntos:

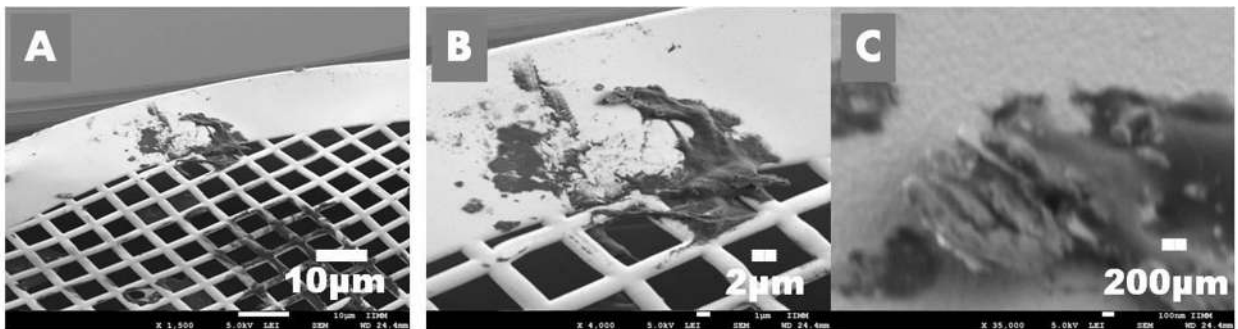
- A. La distorsión genera un exceso de electrones que se acumulan a medida que el voltaje de aceleración aumenta.
- B. El radio del campo electrostático que se genera debido a la acumulación de carga negativa sobre la superficie de una muestra aislante es directamente proporcional al voltaje de aceleración y al tiempo de exposición.
- C. El voltaje de aceleración que se requiere para obtener la imagen espejo es de aproximadamente el 25% del voltaje de alta energía con que se irradia la muestra aislante (para materiales de constante dieléctrica menor a 8).
- D. Una vez que haya suficiente carga electrostática acumulada en una muestra dieléctrica, el tamaño de la imagen espejo depende directamente del voltaje de aceleración.
- E. Las imágenes del efecto espejo pueden ser producidas usando tanto electrones secundario como electrones retrodispersados usando sus respectivos detectores (Figura 4.3).



**Figura 4.3.** Imágenes del efecto espejo con electrones secundarios y retrodispersados con 2 kV y 0.5 kV.

#### 4.2.2 Resolución

En microscopía electrónica se sabe que en una muestra conductora la resolución depende directamente del voltaje de aceleración (aparte del tipo de filamento y la óptica asociada). En el caso del efecto espejo, la resolución también depende de la cantidad de carga electrostática acumulada. La resina del circuito NE555, como se verá más adelante, es un gran ejemplo del material que acumula carga superficial con facilidad y la retiene por tiempos muy prolongados. En la Figura 4.4 se puede observar el límite de resolución de la imagen formada con el efecto espejo. En la Figura 4.4 (C), la resolución es de alrededor de 200 micras.



**Figura 4.4.** Resolución del efecto espejo con el circuito NE555.

#### 4.2.3 Amplificación y distancia de trabajo

Se ha visto anteriormente que el efecto espejo es de tipo convexo. En la figura 4.5 se observa que el valor medido de la barra no corresponde con el tamaño de la imagen real. Es decir, la amplificación de la imagen del efecto espejo no corresponde a la indicada por el software del MEB. Por tal motivo se necesita una re- calibración para que la barra corresponda a la imagen de electrones secundarios real.

Los espejos de tipo convexo forman una imagen virtual que reduce su tamaño considerablemente. El electrón primario de baja energía que va en dirección del centro del área de barrido, será reflejado sobre su mismo eje. El electrón que lleva una dirección alejada del centro del área de barrido será reflejado a un ángulo diferente de su eje debido al radio de la curva provocada por el campo electroestático.

En Figura 4.5 (A y B), se observa el incremento de tamaño de la pieza polar; a medida que el voltaje de aceleración disminuye, el tamaño de la imagen incrementa. Por otro lado, en la Figura 4.5 (C y D), se observa que a medida que la distancia de trabajo aumenta, el tamaño de la imagen disminuye. En la Figura 4.5 (A y C) se tienen las mismas condiciones de parámetros operativos pero el material y tiempo de exposición fueron diferentes de tal manera que en la imagen presenta una gran diferencia de tamaños.

En ambos casos los rayos o electrones deben cumplir con la ecuación de newton para un espejo convexo [9]:

$$\frac{1}{L_0} + \frac{1}{L_i} = \frac{2}{R} = -\frac{1}{f} \quad (4.10)$$

Donde,  $L_0$  y  $L_i$  es la distancia del objeto y de la imagen a la superficie del espejo. La ecuación que nos indica los aumentos que se tienen en la imagen espejo está dada por:

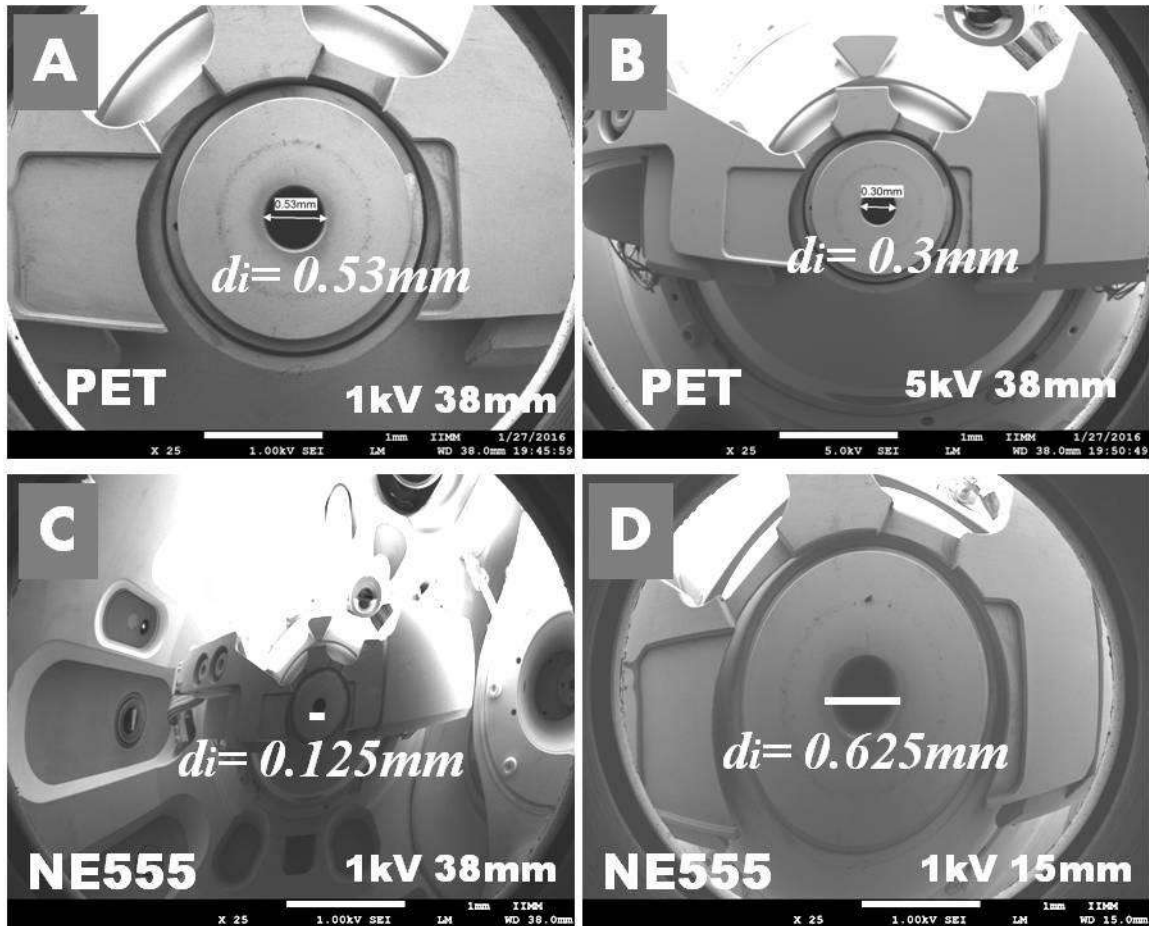
$$M_x = \left| \frac{d_i}{d_0} \right| = \left| \frac{L_i}{L_0} \right| \quad (4.11)$$

Considerando que  $d_0$  y  $d_i$  es el tamaño objeto y de la imagen.

En el sistema del MEB  $L_0 = WD$  donde, WD es la distancia de trabajo. Además, es posible conocer R, el radio del espejo convexo que encierra la carga  $Q$ :

$$R = \frac{2L_0 M_x}{(1 + M_x)} \quad (4.12)$$

Sabiendo que  $K_{PET} = 3.4$  y  $K_{NE555} = 4.7 - 5.7$ , se logró ver una diferencia de tamaño de la imagen virtual que forma el espejo convexo con electrones como el de la Figura 4.5.



**Figura 4.5.** Efecto de la magnificación y la distancia de trabajo en la imagen del efecto espejo. Las imágenes corresponden al PET indirecto y al circuito NE555.

En la Figura 4.5 (A) se tiene una medida del orificio de la pieza polar (imagen virtual)  $d_i = 0.53mm$ , sabiendo que dicho orificio (imagen real) mide  $d_o = 3.5mm$ . En este caso se tiene una relación de  $M_x = -6.6x$ . Por lo tanto, aunque la Figura 4.5 (A) fue tomada a 25 x, el espejo convexo redujo su tamaño 6.6 veces. Por otro lado, la Figura 4.5 (C), fue tomada también a 25 x y se redujo a 28 veces su tamaño real. La Figura 4.5 también indica que estas diferencias se deben a las propiedades dieléctricas de cada muestra.

También es necesario comentar aquí que el radio del espejo convexo  $R$  que encierra la carga  $Q$  aumentará al disminuir el voltaje de aceleración de los electrones de baja energía (los correspondientes a  $\leq 5$  kV) debido a que al tener los electrones menor energía, la carga encerrada los "reflejará" a distancias mayores entre ellos y la carga.

### **4.3 Uso del efecto espejo en la clasificación de los materiales dieléctricos.**

Como se comentó en la sección anterior, el efecto espejo depende de varios parámetros los cuales se pueden clasificar entre los que corresponden directamente de microscopio y los que corresponden directamente de la muestra.

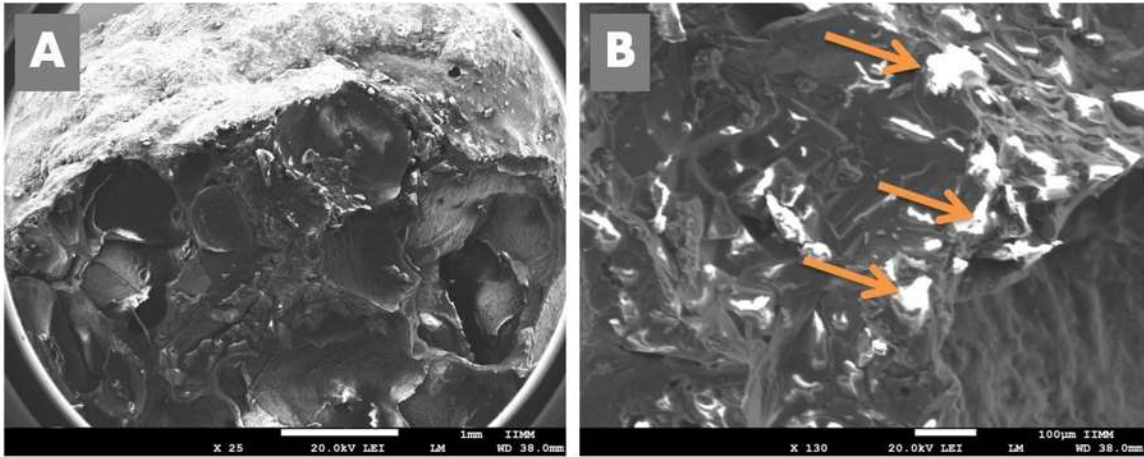
En la literatura [13-15, 17, 20] se comenta que en el caso de la muestra, el efecto espejo depende de la geometría [18,21, 24] y de la constante dieléctrica [16, 23,26] de la muestra. Sin embargo, no se ha reportado el rango de valores de la constante dieléctrica de la muestra capaz de formar el efecto espejo. Otros parámetros importantes son: la rotación e inclinación de la muestra, así como su preparación.

Los resultados obtenidos en la obtención del efecto espejo han servido para clasificar los materiales que son propuestos en la Tabla 2.1. El procedimiento seguido para obtención del efecto espejo se llevó a cabo en dos etapas con muestras dieléctricas: el proceso de carga electrostática (haz electrónico de alto voltaje, arriba de 15 kV) y el proceso de descarga electrostática (haz electrónico de bajo voltaje, abajo de 5 kV). Un parámetro importante es el tiempo de observación del efecto espejo (tiempo de descarga).

En la literatura se mencionan de manera general que las muestras que pueden producir el efecto espejo son los polímeros [22]. Con el comportamiento de la técnica del efecto espejo se logró la clasificación de los materiales dieléctricos que ayudan a obtener la constante dieléctrica y se presentan a continuación.

#### ***4.3.1 Proceso de carga/descarga del cereal Froot Loop.***

La superficie del fragmento de anillo de froot loop de aproximadamente 5mm, Figura 4.6 (A). Se irradió con alta energía (20 kV) es muy porosa y, por lo tanto, la irradiación no es distribuida uniformemente sobre su superficie. En la Figura 4.6 (B), se señalan algunas zonas blancas, que indican una mayor concentración de electrones atrapados en estas zonas por el llamado efecto de borde. Estas zonas son las que dieron origen al efecto espejo.



**Figura 4.6.** Proceso de carga en un froot loop.

La muestra del froot loop se irradió durante 2 minutos con el haz incidente a 20 kV, se observó con amplificación de 25 x y corriente de emisión de  $90.4 \mu A$ . Entonces la carga suministrada a la muestra por el haz incidente fue:

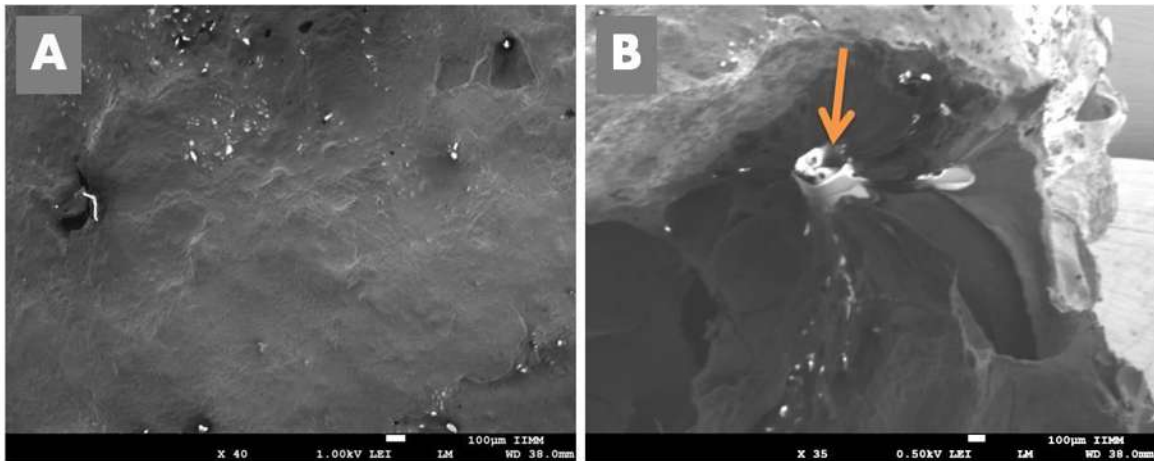
$$Q = (90.4 \mu A)(120 s) = 10,848 \mu C \approx 11 mC \quad (4.13)$$

La imagen del efecto espejo fue tomada con la señal de electrones secundarios.

El efecto espejo se intentó observar por primera vez con un voltaje de 1 kV y una corriente de emisión de  $105.8 \mu A$ , sin embargo, la imagen espejo no se formó, Figura 4.7 (A). Se repitió el proceso pero con un periodo de irradiación de 10 minutos a mayor amplificación para mejor enfocamiento del haz de electrones en la zona de interés.

El resultado fue una imagen espejo con electrones secundarios de la pieza polar muy difusa y deformada, únicamente en la zona irradiada (indicada por la flecha), pero con un voltaje de aceleración de 0.5 kV a 25 x y a 38 mm de distancia de trabajo

El tiempo de descarga que duró la pequeña imagen espejo señalada en la Figura 4.7 (B), fue de 20 minutos, el tiempo de carga/descarga (se considera que el final de la descarga es cuando desaparece por completo la imagen espejo).



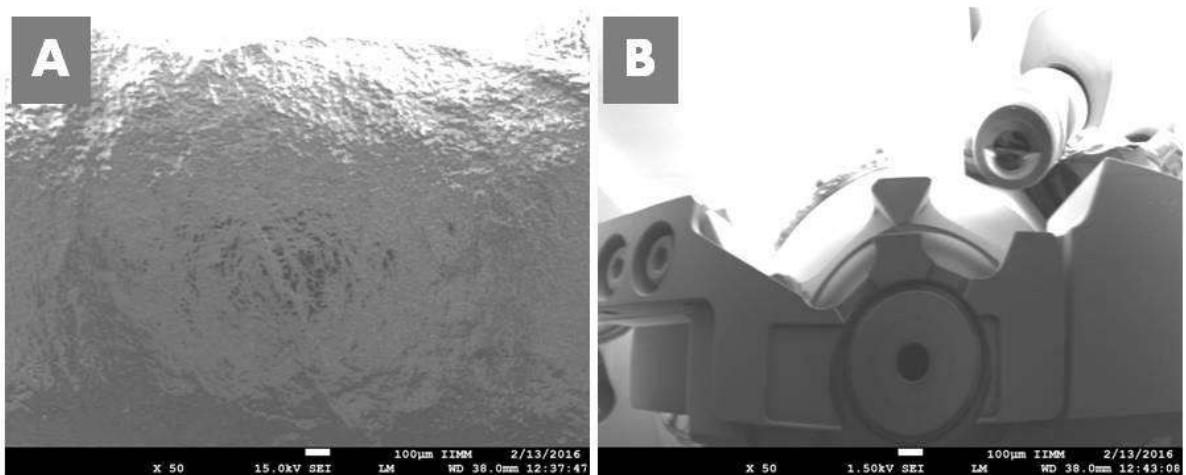
**Figura 4.7.** Proceso de descarga en froot loop.

#### **4.3.2** *Proceso de carga/descarga del PET.*

La observación de la lámina de PET con dimensiones de 17x6x1 mm consistió en dos experimentos donde la superficie del PET se irradió primero de manera *directa* y un segundo experimento donde la muestra de PET se "irradió" de forma *indirecta*, tomando en cuenta que la muestra se colocó en diferente posición.

##### *1. Irradiación directa a la superficie de la muestra.*

En el primer experimento la superficie del PET está expuesta *directamente* al haz de electrones Figura 4.8 (A). Se colocó mediante un soporte de metal con una altura de 9 mm.



**Figura 4.8.** Proceso de carga/descarga directa en PET.

La Figura 4.8 (A) muestra la superficie del PET a 50 x, con una corriente de emisión de 84.0  $\mu\text{A}$ , tiempo de carga de 10 min, voltaje de aceleración de 15 kV. Entonces, la carga suministrada a la muestra por el haz incidente fue:

$$Q = (84\mu\text{A})(600\text{s}) = 54,400\mu\text{C} \approx 50\text{mC} \quad (4.14)$$

La Figura 4.8 (B) presenta el momento inicial del efecto espejo a 1.5 kV, 50 x, corriente de emisión de 95  $\mu\text{A}$ . La imagen fue captada inmediatamente después de cumplir los 10 min de carga con 15 kV.

El proceso de descarga duró 90 min., 9 veces más el tiempo de descarga que se obtuvo en el froot loop.

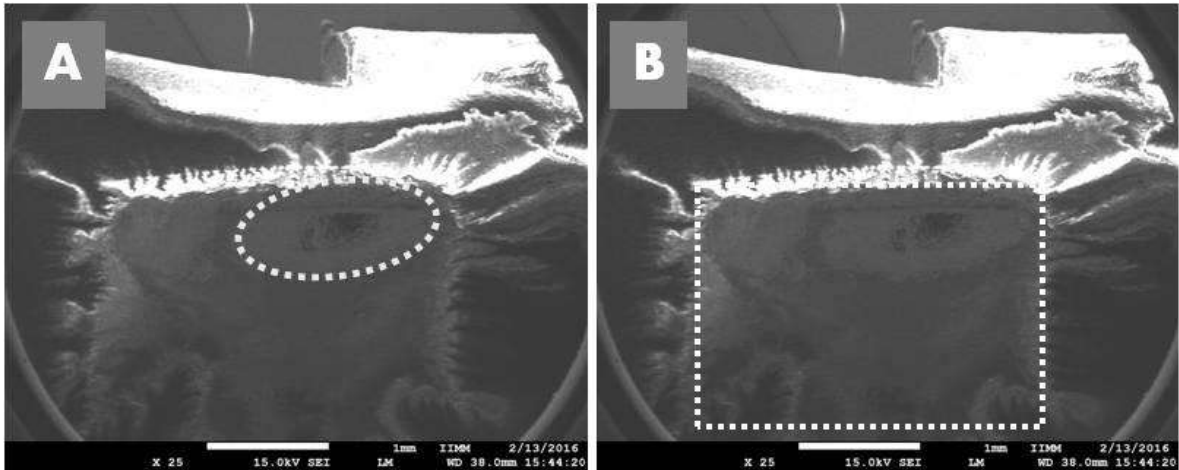
Es importante comentar aquí que la superficie de la muestra de PET es muy lisa, lo que implicó que la imagen espejo se observara con buena resolución, Figura 4.8 (B). No se presentó la formación de arcos eléctricos durante el proceso de carga o descarga; se considera que es la rigidez dieléctrica elevada un factor importante que impide que se genere un corto circuito.

La máxima carga que puede soportar una esfera de PET de radio 1 mm es:

$$Q = \frac{Er^2}{k} \frac{(300 \times 10^6 \text{ N/C})(10^{-3} \text{ m})^2}{2.7 \times 10^9 \text{ Nm/C}^2} = 100\text{nC} \quad (4.15)$$

Después de realizar el experimento de la Figura 4.8 en 50 x, se disminuyó la amplificación y se observó un recuadro muy parecido al que se forma en muestras que presentan depósito de hidrocarburos dejando un cuadro oscuro. La Figura 4.9 (B), presenta la zona producida por la carga electroestática residual.

La Figura 4.9 (A), señala la pequeña porción donde se formó la imagen espejo, y donde se puede apreciar que el círculo esta deformado. El centro del círculo tiene un contraste más oscuro y representa el centro del orificio de la pieza polar de la columna del microscopio.



**Figura 4.9.** Residuos de cargas electroestáticas en PET.

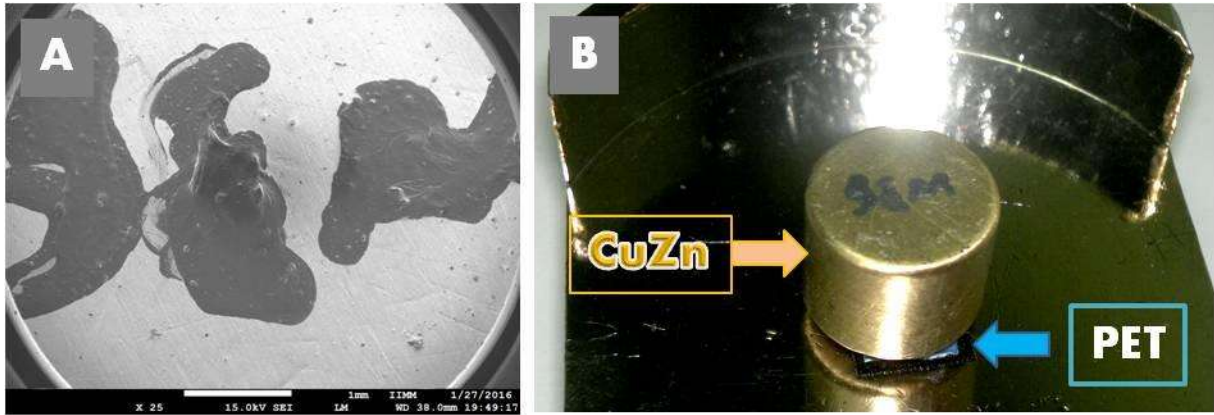
Nótese que en la Figura 4.9, la distorsión que forma la pieza polar y el cuadro indicado es con alta energía 15 kV, donde la imagen fue tomada inmediatamente después de que se disminuyó la magnificación de 50 x a 25 x.

## 2. Irradiación indirecta a la superficie de la muestra

En este experimento se irradió una superficie conductora, con fines de estudiar el efecto que tiene la trayectoria de los electrones incidentes sobre la muestra cuando no son aterrizados (puestos a tierra). Para este experimento, un cilindro de latón (que tiene buena conductividad eléctrica) es aislado del porta-muestras con la muestra del PET (ver Figura 4.10). En la superficie del cilindro de latón se puso un indicador con tintura de grafito “MEB”. Por debajo del cilindro está el aislante de PET, sujetado con cinta de grafito doble cara al porta-muestras JEOL, como se observa en la Figura 4.10 (B).

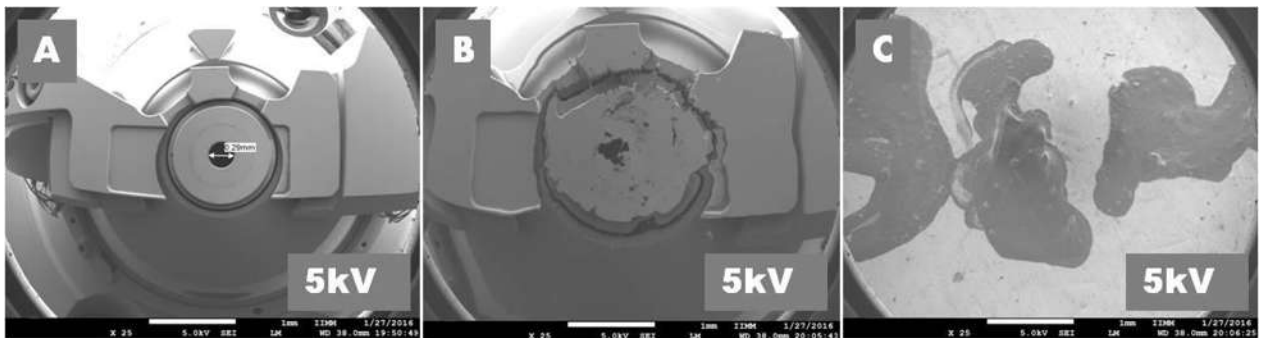
En la Figura 4.10 (A), presenta el momento en que se está irradiando la superficie del material conductor con 15 kV; se observa una imagen nítida a 25 x de las iniciales “MEB”, sin ningún tipo de distorsión. El tiempo de irradiación con 15 kV fue de 5 min, con una distancia de trabajo  $WD=38$  mm. Posteriormente se redujo la energía del haz primario a 5kV.

En la Figura 4.11 (A), se observa que el indicador “MEB” desaparece y la pieza polar en la imagen del efecto espejo.



**Figura 4.10.** Proceso de carga indirecta en PET.

El tiempo que dura en ser visible el efecto espejo fue de aproximadamente 16 min. Durante la descarga, en el minuto 15, Figura 4.11 (B), se observa cómo la pieza polar va desapareciendo. Se presenta, además, un incremento muy considerable del tamaño de la pieza polar, a pesar de que en las tres imágenes fueron adquiridas con la magnificación de 25 x. La Figura 4.11 (C), indica el momento en que la imagen espejo desaparece y los indicadores “MEB” se hacen visibles de nuevo, formando una imagen de electrones secundarios con 5 kV.



**Figura 4.11.** Proceso de descarga indirecta en PET.

El almacenamiento de carga está directamente relacionado con el dispositivo electrostático llamado capacitor. Por lo tanto, es de gran utilidad describir el crecimiento y decaimiento de carga en un capacitor (diente de sierra), [13]. Este comportamiento del voltaje en función del tiempo, Goldstein lo relaciona como un comportamiento local del circuito RC.

Los resultados que se obtuvieron en el PET de forma indirecta, se puede asemejar con un capacitor con dieléctrico (PET) donde las dos placas lo conforman el porta-muestras y el cilindro, que son paralelos entre sí. De la misma manera que funciona un capacitor de placas paralelas, se

ha visto que la polarización electrónica se lleva a cabo por medio de esa diferencia de potencial que existe entre los dos metales y el dieléctrico. El porta-muestras está conectado a tierra positivamente. Y el cilindro de latón en conjunto con el haz de electrones primario forma la parte negativa del capacitor, que polariza al material dieléctrico PET, debido a esa diferencia de potencial.

#### 4.3.3 Proceso de carga/descarga de hoja de acetato de celulosa.

La hoja de acetato tiene una constante dieléctrica casi igual a la del PET, pero con una rigidez dieléctrica menor que la del PET. Los resultados que se obtuvieron durante el proceso de carga/descarga en el acetato fueron vistos mediante la Figura 4.12. La superficie de la hoja de acetato se irradió a 15 kV durante 5 minutos a una amplificación de 50 x, distancia de trabajo de 38mm y corriente de misión de 80.8μA. Entonces, la carga suministrada a la muestra por el haz incidente fue:

$$Q = (80.8\mu A)(300s) = 24,240\mu C \approx 24mC \quad (4.16)$$

Nótese en la Figura 4.12 (A), La pieza polar se hizo visible sin necesidad de disminuir el voltaje de aceleración el cual se obtiene una imagen de tipo pseudo-espejo. Sin embargo, existió una mezcla de imágenes donde la superficie del acetato de manera difusa también es observada en conjunto con la sombra de la pieza polar.

La explicación a este fenómeno es que el campo electroestático negativo que se forma refleja una pequeña porción de electrones antes de generarse una descarga eléctrica y otra porción genera dispersión electrónica en la superficie del acetato. Como resultado de esto, una mezcla de señales vistas por el detector de electrones secundarios LEI.

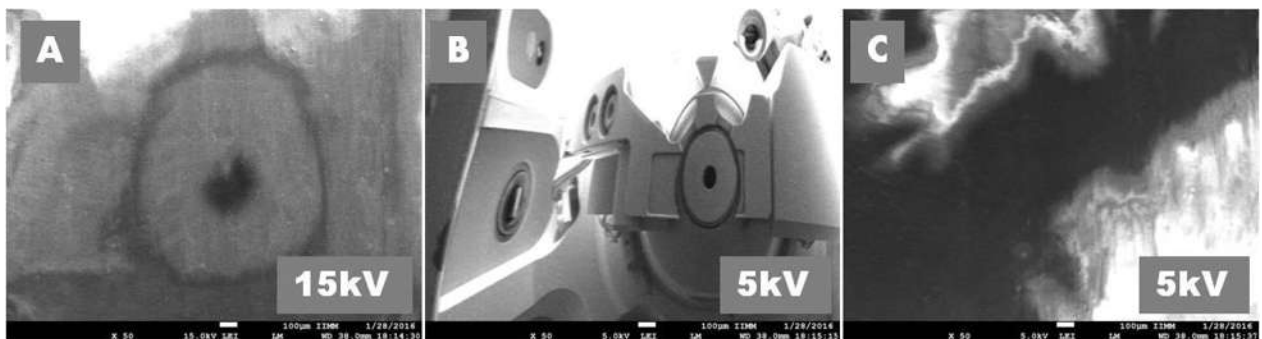
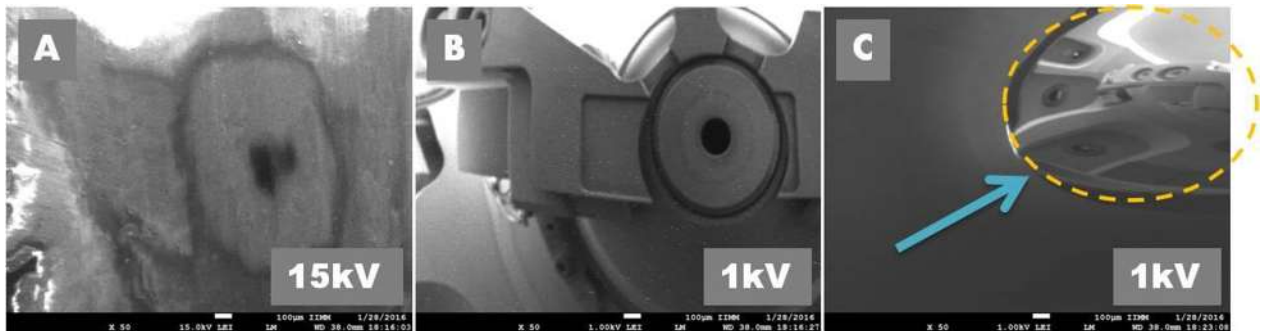


Figura 4.12. Proceso de carga/descarga en la hoja de acetato a 5 kV.

Una vez que se irradió la superficie de la hoja de acetato con electrones de 15 kV, se disminuye el voltaje de aceleración a 5 kV como se ve en las Figuras 4.12 (B-C), aunque se obtuvo un tiempo relativamente corto de descarga (cuando la imagen espejo desaparece) de 17 segundos. Un segundo experimento fue realizado pero ahora se irradió 1min con 15 kV. Después se obtuvo la imagen espejo con 1 kV como lo muestra la Figura 4.13.

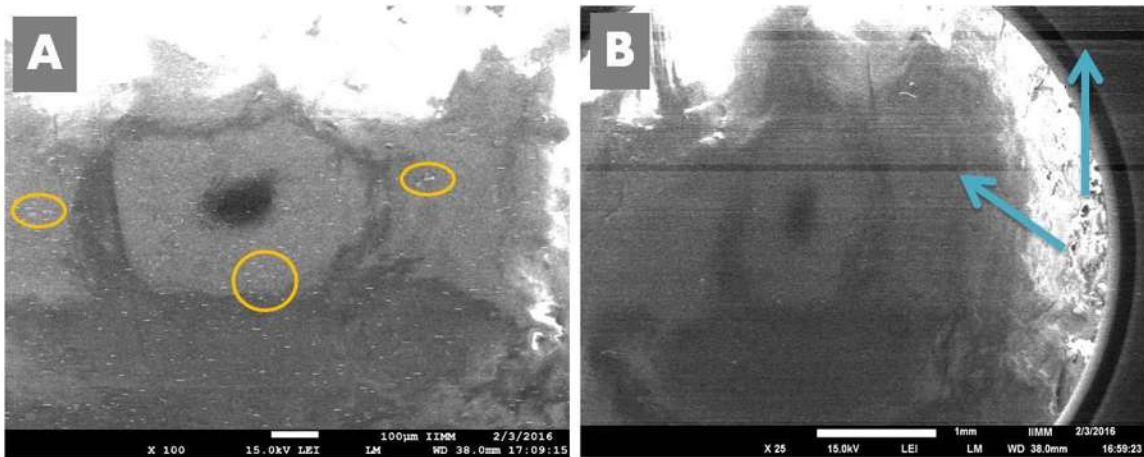


**Figura 4.13.** Proceso de carga/descarga en la hoja de acetato a 1 kV.

En la Figura 4.13 (A), durante el periodo de carga con 15 kV, se observó nuevamente la sombra de la pieza polar pero ahora con mayor distorsión. El espejo se hace visible a 1 kV, Figura 4.13 (B); nótese que esta imagen presentó puntos blancos pequeños producidos por la gran distorsión que genera el propio campo electrostático. La Figura 4.13 (C) presenta el radio del campo electrostático al momento en que la imagen espejo va desapareciendo. También se observó un desplazamiento de la imagen señalado por el sentido de la flecha. El tiempo que tardó en desaparecer la imagen espejo a 1 kV fue de 8 minutos con 30 segundos. Esto permitió que se pudiera tomar el detalle del desplazamiento mostrado en la Figura 4.13 (C), que involucró a un flujo de cargas electrostáticas que fueron atraídas por la parte positiva (tierra física del microscopio).

El proceso de carga con alta energía 15 kV tuvo un resultado de comportamiento diferente al del PET. En la literatura no se tiene reportado el comportamiento presentado en la Figura 4.14.

Cuando se irradió con alta energía de forma parcial la hoja de acetato, se observaron destellos, los cuales produjeron sombras en la imagen de la pieza polar y un cambio de tamaño y forma. En la Figura 4.14 (A) se señaló con círculos los puntos blancos que indican los destellos por la gran distorsión electrostática. En la Figura 4.14 (B), se indicó con flechas las líneas oscuras que se capturaron inmediatamente después de que se produjo el arco eléctrico.



**Figura 4.14.** Influencia de la rigidez dieléctrica (proceso de carga).

Como bien se sabe, la rigidez dieléctrica del acetato es 11 kV/mm, y se estimó que con 15 kV, el haz de electrones sobrepasó la resistencia dieléctrica del material y se formó un arco eléctrico. Un proceso cíclico durante el tiempo de carga con alta energía se llevó a cabo debido a descargas eléctricas que ocasionaron que se rompiera la resistencia dieléctrica del medio. El campo electrostático antes de que se formara el arco eléctrico se estimó que es de un radio mayor al que se tiene después del arco eléctrico. Por lo tanto, la capacidad para retener las cargas electrostáticas fue limitada por el valor de la rigidez dieléctrica del material.

#### ***4.3.4 Proceso de carga/descarga de resina epoxi (circuitos electrónicos).***

El encapsulado de circuitos electrónicos utiliza una resina de tipo epóxica que tiene un valor de constante dieléctrica entre 4.7 y 5.7. De acuerdo a su valor de constante dieléctrica, los fabricantes de estos encapsulados los diseñan para trabajar con altas frecuencias en el rango de temperaturas entre -50°C y 150°C. La rigidez dieléctrica del encapsulado es alta. Este diseño fue elaborado para no interferir en la respuesta del circuito interno y tenga un funcionamiento óptimo [19]. Se implementó la técnica del efecto espejo en dos zonas del encapsulado para el circuito NE555E y se obtuvieron los siguientes resultados:

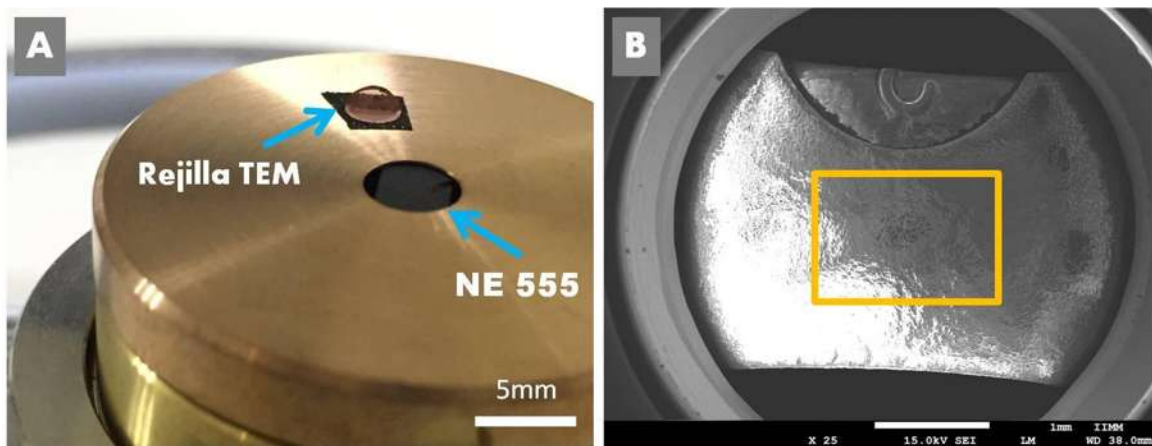
- Superficie zona exterior.

El circuito integrado fue colocado de tal manera que la superficie exterior fuese expuesta al haz de electrones (Figura 4.15). Se usó un porta-muestras JEOL que cuenta con una tapa de cobre donde se tiene un orificio central de 5mm que permite dejar expuesta la superficie exterior del

Integrado NE555. Sobre la tapa de cobre se colocó con cinta doble cara de carbón una rejilla también de cobre de uso en microscopía de transmisión (TEM). La rejilla fue doblada a 45 grados Figura 4.15 (A) con la intención de observar la superficie del enmallado durante el efecto espejo en la superficie del circuito integrado.

El proceso de carga se llevó a cabo con electrones de 15 kV a diferentes tiempos. La zona irradiada fue el centro del circuito integrado a 50 x señalada en la Figura 5.10 (B).

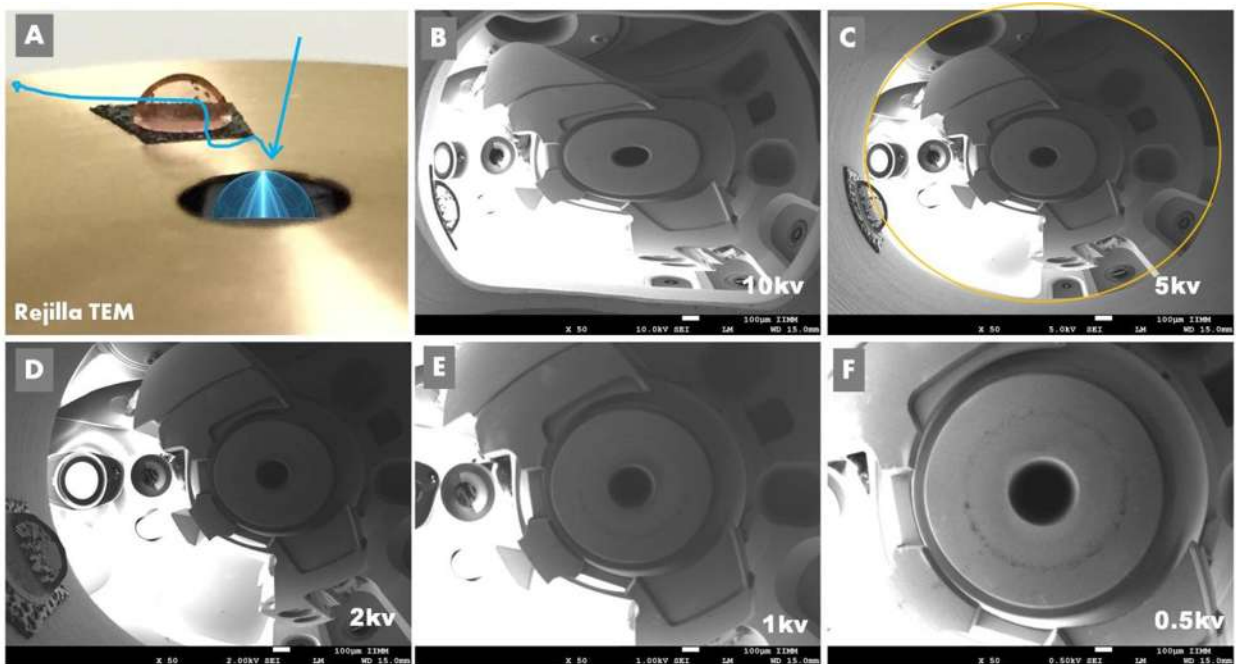
Nótese que la tapa del porta-muestras JEOL de la Figura 4.15 (A) tiene la función de aterrizar los electrones acumulados y mejorar la conductividad eléctrica sobre la superficie. Sin embargo, cuando se obtiene la imagen espejo, los electrones atrapados no se desplazan con facilidad a tierra a pesar de que la tapa de cobre tiene esa función.



**Figura 4.15.** Superficie zona exterior NE555.

Una serie de imágenes espejo con diferentes voltajes de aceleración fueron mostradas en la Figura 4.16.

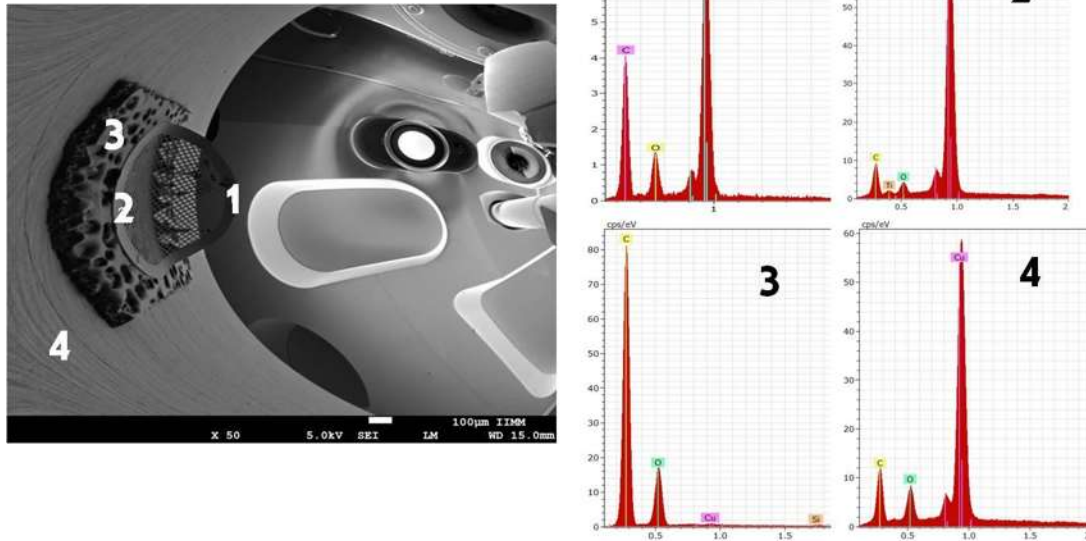
Durante la observación del efecto espejo, hay electrones que se reflejan en la dirección de la rejilla. En las Figuras 4.16 (B y D) se observa la pieza polar y los dispositivos dentro de la cámara del microscopio. En la Figura 4.16 (C) se observó la orilla del orificio de la tapa de cobre señalada y la rejilla de MET y la cual coincidió exactamente con el área donde se observó la imagen del efecto espejo. Los tiempos de descarga fueron siempre muy prolongados, a pesar de que se obtuvo imágenes espejo con 10 kV.



**Figura 4.16.** Efecto de ampliación en superficie exterior NE555.

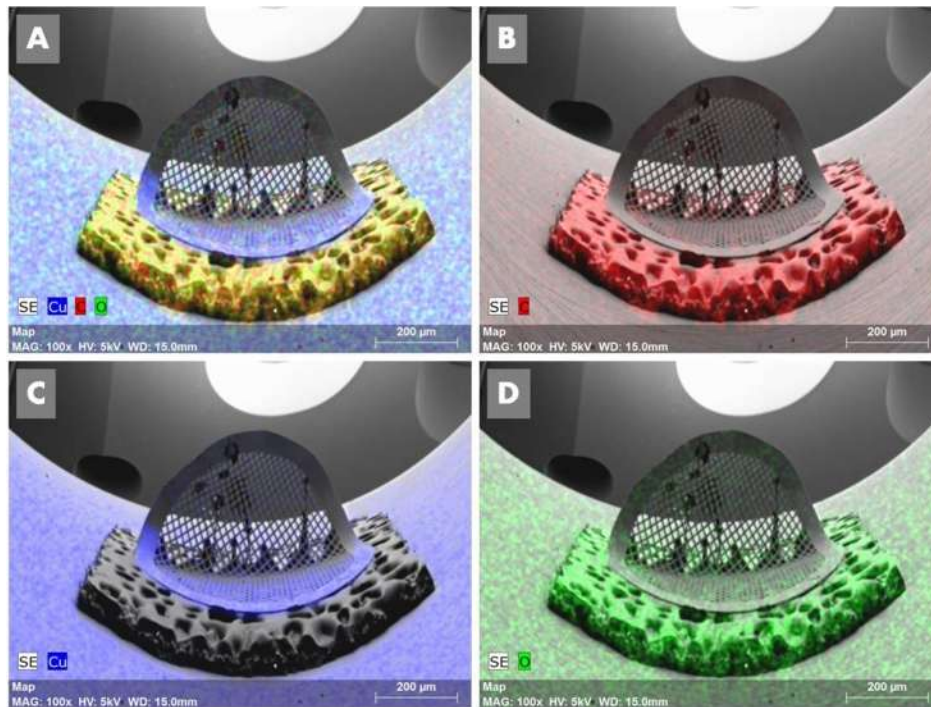
Obsérvese que con la disminución del voltaje de aceleración, Figura 5.11 (D - F) la ampliación de la pieza polar de la lente objetiva se incrementó en la imagen espejo. F. Crococo, C. Riccardi, llamaron a ese fenómeno “factor de ampliación” e intentaron relacionar la carga total almacenada  $Q_t$ , con la ampliación de la pieza polar.

Con el circuito integrado se obtuvieron tiempos muy largos de observación del efecto espejo, tal que fue posible usar la técnica de análisis del MEB, por ejemplo el análisis químico energía dispersiva de los rayos x (EDS): se obtuvieron los espectros de EDS puntuales en distintas zonas como se observa en la Figura 4.17. Los puntos marcados con número en la imagen espejo corresponden con el indicado en el espectro de EDS. El punto número 1 y 2 indican la composición de la rejilla de cobre. El punto número 3 corresponde a la cinta de carbono. El punto número 4 corresponde a la tapa de cobre del porta-muestras JEOL.



**Figura 4.17.** Espectros de EDS obtenidos con el efecto espejo en circuito integrado NE555.

Los tiempos prolongados de duración del efecto espejo en el encapsulado NE555 hicieron inclusive posible hacer uso de la técnica de mapeo elemental por EDS, los cuales son que son mostrados en la Figura 4.18.



**Figura 4.18.** Mapeos químicos de la técnica de EDS obtenidos con el efecto espejo en el circuito integrado NE555.

En este proceso se irradió el encapsulado únicamente por 10 minutos con 15 kV, y los mapeos elementales se obtuvieron con el efecto espejo a 5 kV durante 5 minutos. La Figura 4.18 (A) muestra en conjunto los tres elementos principales (Cu-C-O), y en la Figura 4.18 (B – D) se observa la imagen de electrones secundarios de fondo y la distribución de los elementos presentes. En la zona que esta por la parte de atrás de la rejilla se observó una circunferencia con una parte brillante en el centro correspondiente al detector de rayos x BRUKER. Sin el efecto espejo, esa zona estaría mostrando la superficie del encapsulado inclinado  $45^\circ$ .

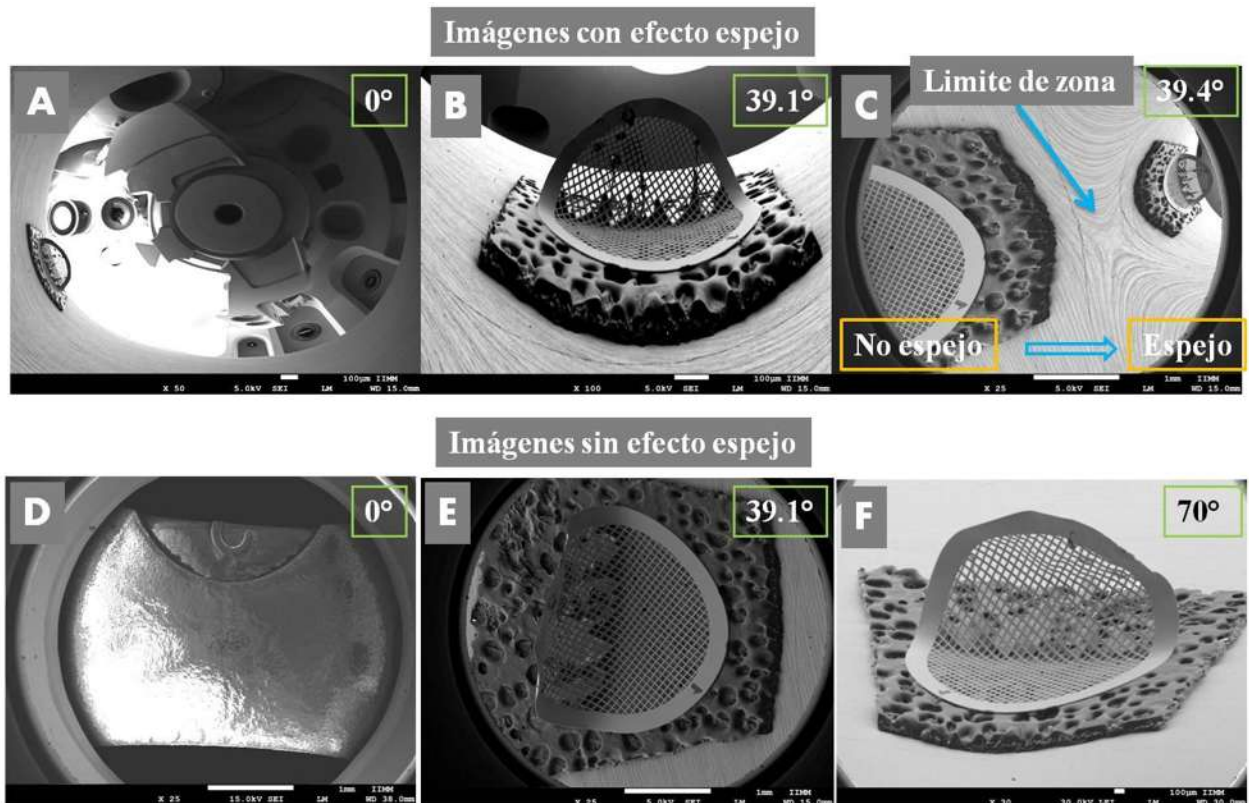
- Superficie zona interior (fractura).

Una ventaja del uso de la técnica del efecto espejo se presenta en la Figura 4.19. La Figura 4.19 (A), presenta el efecto espejo en pleno de los componentes de la cámara del microscopio y la rejilla de cobre a 50 x se observa en un extremo. La Figura 4.19 (D) presenta la superficie del circuito durante su irradiación con 15 kV, es decir, sin efecto espejo. La Figura 4.19 (B), presenta únicamente la rejilla con la imagen espejo a  $39.1^\circ$  de inclinación, mientras que la Figura 4.19 (E) presenta la imagen de rejilla en detalle pero sin efecto espejo. Una imagen de la rejilla a  $70^\circ$  de inclinación sin el efecto espejo se presenta en la Figura 4.19 (F), la cual se encontró en un ángulo semejante con la Figura 4.19 (B). Esto último indica una ventaja en el uso del efecto espejo: sin necesidad de inclinar mucho la platina se puede lograr obtener imágenes de muestras que estén en los alrededores.

Nótese además que, considerando que la rejilla mide 3 mm, en las Figuras 4.19 (B y F) la escala y amplificación son diferentes. Debe de existir un arreglo de calibración para que la magnificación y la barra de referencia correspondan para cada imagen espejo a una escala real. En la Figura 4.19 (C) se observa con mayor claridad el cambio de tamaño de rejilla que existe entre la imagen de electrones secundarios real y la imagen “espejo”. Existe un límite de zona a partir del cual los electrones ya no son reflejados. El reflejo que provoca el campo electroestático termina y da lugar a una dispersión de la superficie de la tapa de cobre que tiene una superficie rayada (grabada con líneas). Las líneas presentan ángulos de hasta  $90^\circ$ . Aquí se pueden apreciar también el momento en que la imagen espejo se va haciendo visible al inclinar a  $39.4^\circ$ .

La resina del circuito integrado NE555 fue partida por mitad y se extrajo el circuito para dejar el espacio libre y analizar únicamente el comportamiento del efecto espejo en la zona de fractura de la resina, y así poder comparar el comportamiento del efecto espejo con la superficie exterior. La Figura 4.20, presenta la comparación de la zona de fractura con el recubrimiento de cobre sin distorsión (A) y la zona sin el recubrimiento de cobre (B), donde en la muestra se observaron zonas blancas y deformaciones de la pieza en los costados con una gran distorsión.

La muestra se irradió sin metalizar a 20 kV, 38mm de distancia de trabajo a 25 x durante 2min. El proceso de descarga (observación del efecto espejo) se implementó para diferentes valores de voltaje. En la Figura 4.21 (B-E), se observó el comportamiento del proceso de descarga. Los voltajes que se utilizaron para observar el efecto espejo fueron de 3 – 9 kV.



**Figura 4.19.** Comparación de las imágenes con/sin el efecto espejo en el circuito integrado NE555.

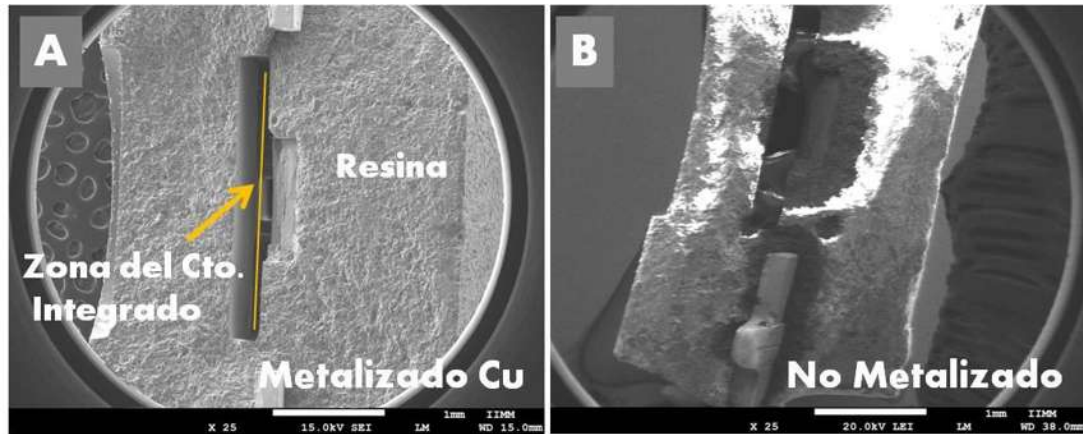


Figura 4.20. Efecto espejo en NE555, zona de fractura.

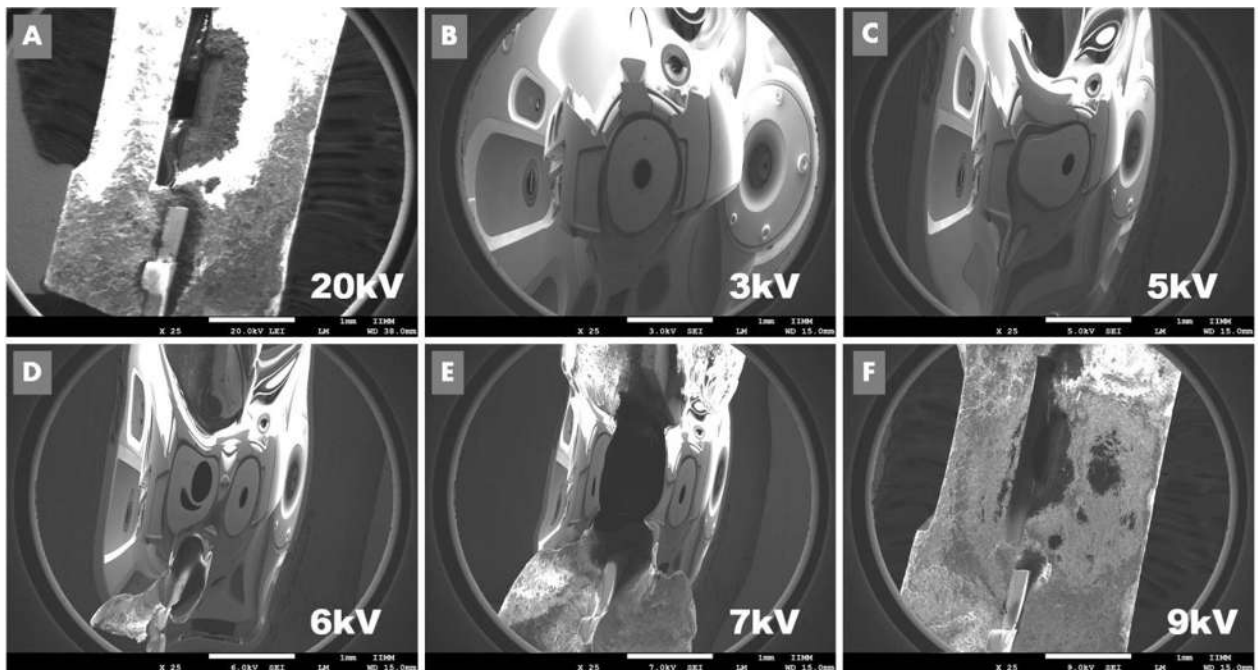


Figura 4.21. Efecto espejo en NE555, zona de fractura, proceso de carga/descarga.

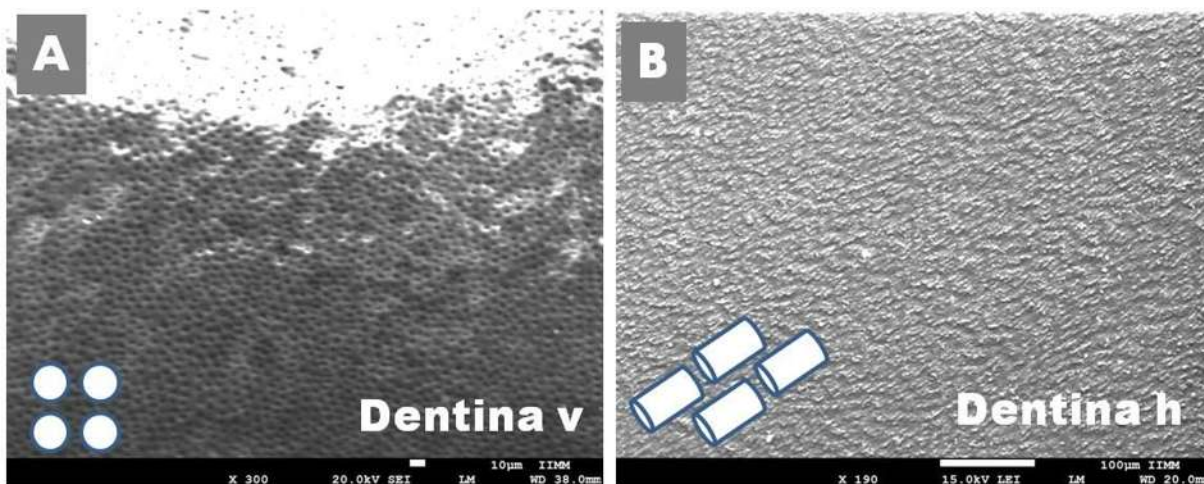
El tiempo que tardó la imagen espejo en desaparecer (tiempo de descarga) fue de 9 min. En la Figura 4.21 (B), se observa que la pieza polar está ligeramente distorsionada. En cambio, en las imágenes a mayor voltaje de observación del efecto espejo (B – F), la parte central de la imagen empieza a dividirse en 2 partes. Dos imágenes espejo se hacen visibles, conforme la carga va disminuyendo. Este efecto es producido por espacio libre (hueco) que existe. Por lo tanto, esta ranura afecta el flujo de descarga de tal manera que la descarga eléctrica se produce del centro del hueco hacia afuera del NE555 en dos sentidos distintos, produciendo la división de la imagen como formada por dos espejos.

#### 4.4 El efecto espejo en el diente humano e hidroxiapatita.

Como ejemplo de la aplicación del efecto espejo para la obtención de datos experimentales de la muestra que lo produce, se analizó por esta técnica al diente humano y a la hidroxiapatita. El diente humano se compone de la dentina y el esmalte, y la componente inorgánica del esmalte y la dentina es la hidroxiapatita [7].

##### 4.4.1 Comportamiento del EF en dentina dental humana a 25°C.

La dentina dental humana tiene una estructura porosa. La estructura de poros (los túbulos) están orientados de la pulpa a la unión con el esmalte (unión amelodentinaria, Figura 4.22). En este apartado se presentó el comportamiento del efecto espejo considerando la orientación de los túbulos dentinarios. Cuando el túbulo dentinario está observándose paralelo al haz de electrones (vista frontal diámetro del tubo), entonces se dice que se encuentran en posición vertical Figura 4.22 (A). Cuando el túbulo se observa en la dirección perpendicular al haz de electrones, se dice que el conjunto de túbulos dentinarios se observan en posición horizontal Figura 4.22 (B).



**Figura 4.22.** Dentina dental humana. Los dibujos indican la orientación de los túbulos dentinarios.

El experimento del efecto espejo se dividió en dos tipos de observaciones de acuerdo a la superficie de análisis. El área que se irradió durante el procedimiento de carga y descarga fue a una magnificación de 230 x en ambos casos:

1). *Comportamiento del efecto espejo con túbulos dentinarios en posición vertical.*

La dentina dental humana tiene un valor de constante dieléctrica de 8.6. Diez experimentos fueron realizados para observar cuanto tiempo tardó en hacerse presente el efecto espejo y cómo se comporta la carga electrostática.

**Tabla 4.1.** Comportamiento de carga y descarga en dentina vertical a 25°C.

| <b>Dentina vertical</b>          |             |             |             |             |             |             |             |             |             |             |
|----------------------------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| ↓ Parámetros                     | Exp 1       | Exp 2       | Exp 3       | Exp 4       | Exp 5       | Exp 6       | Exp 7       | Exp 8       | Exp 9       | Exp 10      |
| Magnificación (X)                | 230         | 230         | 230         | 230         | 230         | 230         | 230         | 230         | 230         | 230         |
| WD (mm)                          | 38          | 8           | 38          | 8           | 38          | 8           | 38          | 38          | 38          | 38          |
| Voltaje carga (kV)               | 20          | 20          | 20          | 20          | 20          | 20          | 20          | 20          | 20          | 20          |
| Voltaje descarga (kV)            | 1           | 1           | 1           | 1           | 1           | 1           | 1           | 1           | 1           | 1           |
| Tiempo carga (minutos)           | 10          | 10          | 20          | 20          | 30          | 30          | 60          | 10          | 10          | 10          |
| Tiempo descarga (segundos)       | 0           | 0           | 5           | 12          | 20          | 32          | <b>430</b>  | <b>435</b>  | <b>450</b>  | <b>560</b>  |
| Modo de Operación                | LM          | LM          | LM          | LM          | LM          | LM          | LM          | LM          | LM          | LM          |
| Detector                         | e-Sec       | e-Sec       | e-Sec       | e-Sec       | e-Sec       | e-Sec       | e-Sec       | e-Sec       | e-Sec       | e-Sec       |
| Tamaño del haz de e <sup>-</sup> | 9           | 9           | 9           | 9           | 9           | 9           | 9           | 9           | 9           | 9           |
| i de emisión carga (μA)          | <b>81.6</b> | <b>81.6</b> | <b>82.4</b> | <b>82.4</b> | <b>84.0</b> | <b>83.2</b> | <b>83.2</b> | <b>84.0</b> | <b>84.0</b> | <b>82.2</b> |
| i de emisión descarga (μA)       | <b>97.0</b> | <b>97.0</b> | <b>96.8</b> | <b>96.8</b> | <b>97.6</b> | <b>96.8</b> | <b>96.8</b> | <b>97.6</b> | <b>97.6</b> | <b>95.6</b> |
| Carga suministrada (nC)          | <b>49</b>   | <b>49</b>   | <b>99</b>   | <b>99</b>   | <b>151</b>  | <b>150</b>  | <b>300</b>  | <b>50</b>   | <b>50</b>   | <b>50</b>   |

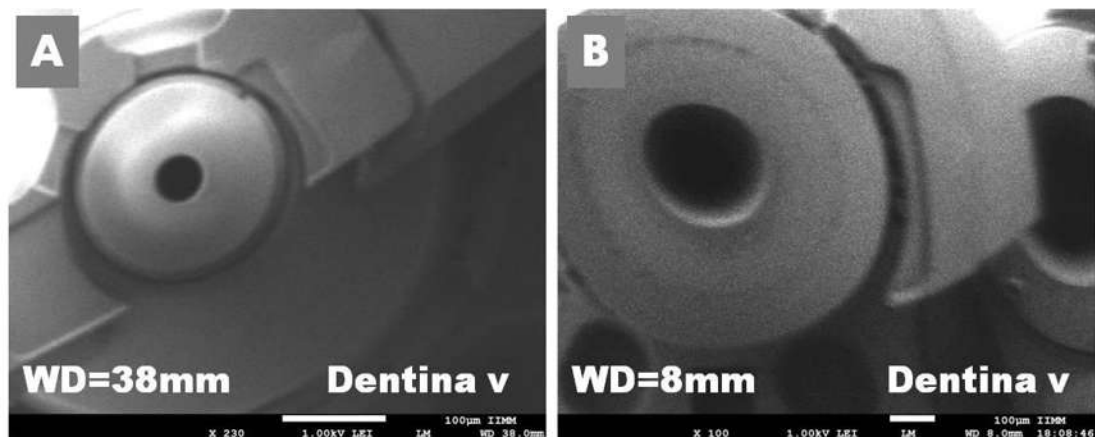
En el primer y segundo experimento, bajo las condiciones indicadas en la Tabla 4.1, se observó que a 10 y 20 min de carga con 20 kV, el efecto espejo a 1 kV no se observó en ninguna de las dos distancias de trabajo (WD de 38 y 8 mm) usadas.

Un tercer experimento donde se tuvo un total de 40 min de carga con 20 kV, indicó que el efecto espejo si se formó. La imagen de la pieza polar se hizo visible solo por 5 segundos y después desapareció. Cabe comentar aquí que la imagen de la pieza polar durante el efecto espejo, en todos los casos que se observó, se presentó siempre distorsionada en cierta medida (Figura 4.23).

En el experimento 4, nuevamente se a cargó 20 min, dando un total de 60 minutos de carga con 20 kV, alternando nuevamente la distancia de trabajo. Como resultado de esta carga electrostática si se formó el efecto espejo con 1 kV, pero ahora con una duración de 12 segundos.

En el experimento 5 y 6, se tiene un total de 120 minutos de carga con 20 kv en la misma área de la dentina a 230 x con 38 y 8 mm de distancia de trabajo. El efecto espejo se mantuvo visible por un periodo de 32 segundos hasta desaparecer.

En el experimento 7 se incrementó el tiempo de carga a 180 minutos con 20 kV a una distancia de trabajo de 38mm. El efecto espejo se hizo presente con un tiempo de 430 segundos (7 minutos y 10 segundos). Esto se debió a que hubo un incremento considerable del proceso de carga, lo que dio tiempo de visibilidad del efecto espejo mucho más prolongado que al inicio de los experimentos.



**Figura 4.23.** Imagen del efecto espejo en la dentina dental humana.

Del experimento 8 al experimento 10 de la tabla 4.1, se hizo una nueva secuencia con tiempos de 10 minutos de carga. En este momento se consideró que existe una carga remanente acumulada que provocó un incremento de tiempo en la descarga. El efecto espejo se observó durante 7 minutos 15 segundos, 7 minutos 30 segundos, y 9 minutos 20 segundos, respectivamente. Por lo

tanto, la carga electrostática se fue sumando con la inyección de la nueva carga que dependerá del tiempo como se observa en los experimentos 8, 9 y 10 de la Tabla 4.1.

La Figura 4.23 indica cómo el tamaño de la pieza polar disminuye con la distancia de trabajo, a pesar de que la magnificación se redujo de 230x en la Figura 4.23 (A) hasta 100x en la Figura 4.23 (B). El efecto espejo se formó con 1 kV y las imágenes mostradas corresponden a los experimentos 5 y 6. La pieza polar aumentó su tamaño con la distancia de trabajo, por el efecto del cambio de plano focal, característico en el espejo de tipo convexo.

2) *Comportamiento del efecto espejo con túbulos dentinarios en posición horizontal.*

En este punto se realizaron 4 experimentos para obtener la imagen espejo a una misma distancia de trabajo, de 38mm, y un mismo voltaje de aceleración, de 1 kV, y así poder comparar el comportamiento de la dentina colocada en posición vertical y en posición horizontal (Tabla 4.2).

**Tabla 4.2.** Comparativa de carga/descarga en dentina en posición h y posición v a 25°C.

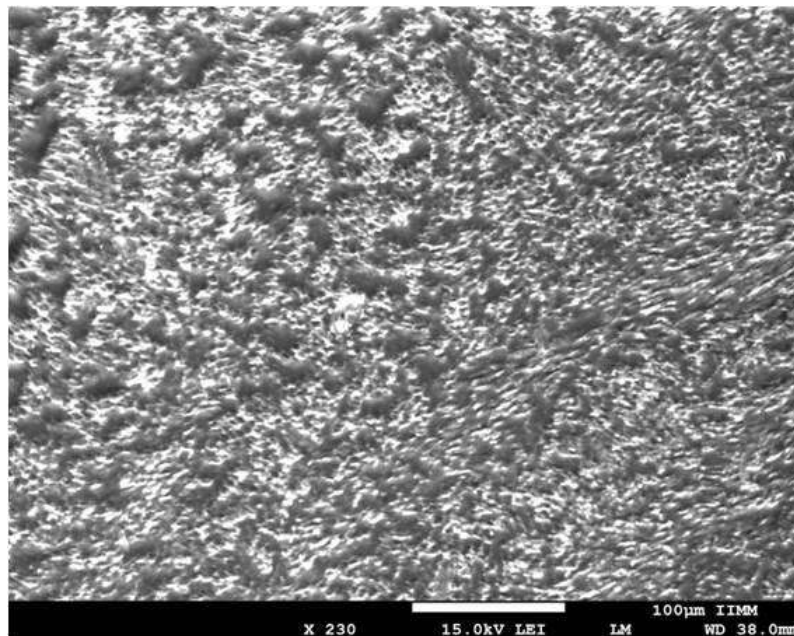
| ↓ Parámetros                     | <b>Dentina vertical</b> |              |              |              | <b>Dentina horizontal</b> |              |              |              |
|----------------------------------|-------------------------|--------------|--------------|--------------|---------------------------|--------------|--------------|--------------|
|                                  | <b>Exp 1</b>            | <b>Exp 2</b> | <b>Exp 3</b> | <b>Exp 4</b> | <b>Exp 1</b>              | <b>Exp 2</b> | <b>Exp 3</b> | <b>Exp 4</b> |
| Magnificación (X)                | 230                     | 230          | 230          | 230          | 230                       | 230          | 230          | 230          |
| WD (mm)                          | 38                      | 38           | 38           | 38           | 38                        | 38           | 38           | 38           |
| Voltaje carga (kV)               | 20                      | 20           | 20           | 20           | 20                        | 20           | 20           | 20           |
| Voltaje descarga (kV)            | 1                       | 1            | 1            | 1            | 1                         | 1            | 1            | 1            |
| Tiempo carga (minutos)           | <b>10</b>               | <b>10</b>    | <b>10</b>    | <b>10</b>    | <b>10</b>                 | <b>10</b>    | <b>10</b>    | <b>10</b>    |
| Tiempo descarga (segundos)       | <b>6</b>                | <b>8</b>     | <b>12</b>    | <b>17</b>    | <b>4</b>                  | <b>5</b>     | <b>7</b>     | <b>8</b>     |
| Modo de Operación                | LM                      | LM           | LM           | LM           | LM                        | LM           | LM           | LM           |
| Detector                         | e-<br>Sec               | e-<br>Sec    | e-<br>Sec    | e-<br>Sec    | e-<br>Sec                 | e-<br>Sec    | e-<br>Sec    | e-<br>Sec    |
| Tamaño del haz de e <sup>-</sup> | 9                       | 9            | 9            | 9            | 9                         | 9            | 9            | 9            |

La orientación relativa de los túbulos dentinarios, produjo un efecto de carga electrostática con un comportamiento del proceso de descarga no muy diferente. Sin embargo, hay que considerar que los parámetros operativos como es la corriente de emisión y la posición de la muestra no son

exactamente los mismos. Esto quiere decir que puede existir una pequeña variación que puede modificar los resultados. Cuando el haz de electrones incide directamente sobre la dirección del hueco del túbulo dentinario (vertical), es muy probable que dicho haz penetre una mayor distancia. Esto provocó que los tiempos en la posición vertical sean ligeramente más prolongados.

#### ***4.4.2 Comportamiento del EF en esmalte dental humano a 25°C.***

Para este material se desconoce en la literatura los valores la constante y rigidez dieléctrica. Con la técnica del efecto espejo se pretendió ver que tan vulnerable al efecto de carga es el esmalte dental.



**Figura 4.24.** Muestra del esmalte dental humano 230x vertical.

La superficie señalada en la Figura 4.24, indica el momento en que se está irradiando con 15 kV a una distancia de trabajo de 38mm WD, durante un periodo de 1 hora. Después de esta irradiación, se procedió a disminuir el voltaje de aceleración a 1 kV. Sin embargo, a pesar de este periodo de radiación, no se produjo la imagen espejo.

En un segundo experimento con 15 kV sumando una hora más de carga (es decir, 2 horas de irradiación) tampoco se logró obtener la imagen espejo.

Se incrementó el voltaje de aceleración a 30 kV durante 1 hora (sumando 3 hrs de irradiación en la misma área). Se disminuyó el voltaje de aceleración a 1 kV y la imagen espejo tampoco se formó.

De acuerdo al comportamiento que hubo durante el procedimiento para obtener la imagen espejo, posiblemente no se formó el efecto espejo, debido a que el material tiene la capacidad de polarizarse con mayor facilidad mejorando su conductividad eléctrica. Si el material se polariza con mayor facilidad quiere decir que la constante dieléctrica es elevada.

#### ***4.4.3 Comportamiento del EF hidroxiapatita sintética a 25°C***

La hidroxiapatita sintética que se utilizó fue elaborada por el método de precipitación. A partir del polvo se obtuvo una pastilla con una presión de 14 toneladas quedando un espesor de aproximadamente 1mm.

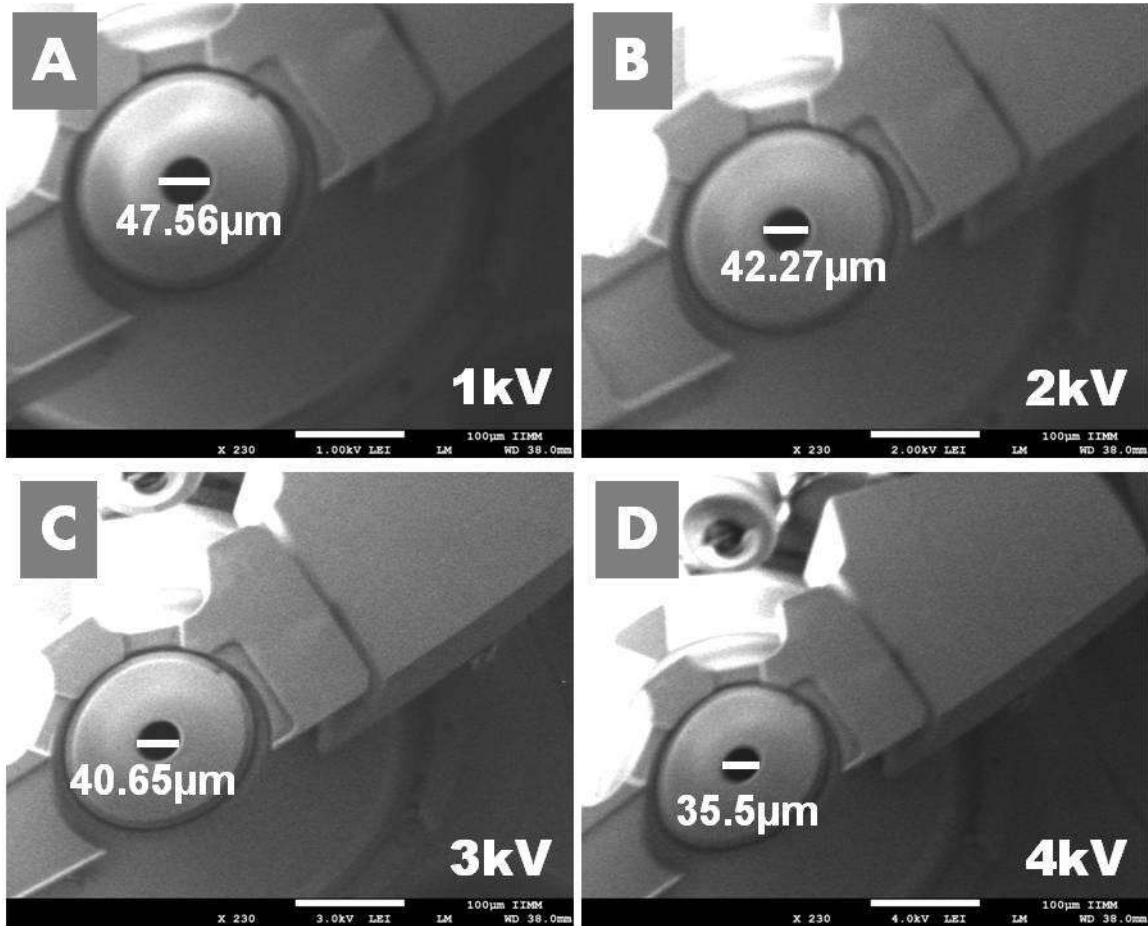
La constante dieléctrica de la hidroxiapatita está un poco por encima del valor de la constante dieléctrica de la dentina dental.

Se inició la secuencia de carga con 20 kv por 1 hora, la imagen espejo no se formó a pesar de haber utilizado un voltaje de muy baja energía de 0.5 kV. Se repitió el procedimiento ahora con 30kv durante 3 horas, se disminuyó el voltaje a 1 kV y la imagen espejo no se formó.

#### **4.5 Implementación del método de factor de ampliación.**

Hassan N. Al-Obaidi y colaboradores observaron que el tamaño del orificio de la pieza polar es importante para calcular la cantidad de carga eléctrica almacenada. Así que implementaron la técnica del “Método de factor de amplificación”, para determinar la cantidad de electrones acumulados en una muestra de PET.

Se ha visto que una de las diferencias entre el PET y la dentina del diente humano es la porosidad. Por lo tanto, los resultados que se presentan a continuación fueron implementados en la dentina dental humana a 25°C usando el proceso indicado en el método de factor de ampliación. Uno de los puntos es que se ha variado el voltaje de la imagen espejo en vez del tiempo de exposición.



**Figura 4.25.** Uso del método del factor de ampliación del EF en dentina humana en posición v. a 25°C.

Se ha visto que los parámetros operativos del microscopio influyen en la cantidad de carga que puede almacenar un material dieléctrico. La ecuación (4.17) relaciona los parámetros operativos, con la carga total almacenada está dada por [28]:

$$Q_t = \frac{d_i}{d_0} \frac{4L_0}{A_\infty} V_{SC} \quad (4.17)$$

Donde,  $d_0$  es el diámetro real de la pieza polar (3.5mm) y  $d_i$  es el diámetro virtual que se observa en la imagen espejo,  $L_0$  es la distancia de trabajo,  $V_{SC}$  es el voltaje de aceleración usado para observar el efecto espejo y  $A_\infty$  es la constante que relaciona la permitividad del vacío con la constante dieléctrica del medio donde:

$$A_\infty = 2\pi\epsilon_0(\epsilon_r + 1)^{-1} \quad (4.18)$$

Los experimentos consistieron en irradiar la superficie de la dentina dental humana en posición vertical con una alta energía de 20 kV y bajo las siguientes consideraciones:

- ✓ Se inició con un tiempo de carga con 20 kV durante 1h.
- ✓ Después se realizaron 4 periodos de carga de 10 minutos, cada 10 minutos se disminuía el voltaje para capturar la imagen espejo a (1 kV, 2 Kv, 3 Kv y 4 kV) dando un total de tiempo de carga por 1 h y 40 min.
- ✓ La captura de las imágenes espejo fueron tomadas rápidamente antes de que la imagen desapareciera.

En la Figura 4.25 se puede apreciar que los diámetros del orificio de la pieza polar variaron en función del voltaje de aceleración usado para obtener la imagen espejo. Inmediatamente se observa que existe una relación constante para cada voltaje  $V_{SC}$ .

A continuación se muestra esa relación, sabiendo que  $\epsilon_0 = 8.85 \times 10^{-12} \text{ C}^2 / \text{Nm}^2$ , que  $\epsilon_r = 8.6$  en la dentina dental humana, y que el diámetro real del orificio de la pieza polar es  $d_0 = 3.5 \text{ mm}$  para el JSM-7600F para cada uno de los experimentos que conformaron la Tabla 4.3 se tiene:

$$\text{EXP 1 Figura (A):} \quad \implies \quad Q_t = 1.1 \text{ nC}$$

$$\text{EXP 2 Figura (B):} \quad \implies \quad Q_t = 1.96 \text{ nC}$$

$$\text{EXP 3 Figura (C):} \quad \implies \quad Q_t = 2.83 \text{ nC}$$

$$\text{EXP 4 Figura (D):} \quad \implies \quad Q_t = 3.29 \text{ nC}$$

**Tabla 4.3.** Efecto del tamaño de la imagen durante la descarga en la dentina dental humana en posición v a 25°C.

**Dentina vertical**

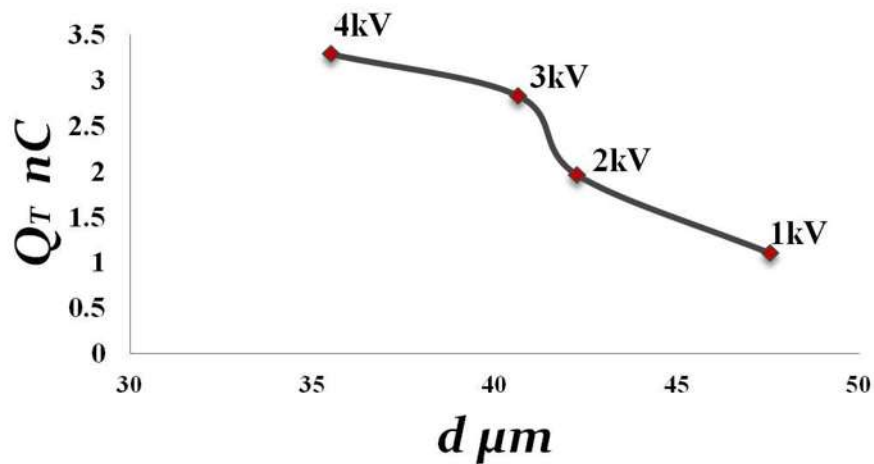
| ↓ Parámetros                                 | Exp 1        | Exp 2        | Exp 3        | Exp 4       |
|--|--------------|--------------|--------------|-------------|
| Magnificación (X)                            | 230          | 230          | 230          | 230         |
| WD (mm)                                      | 38           | 38           | 38           | 38          |
| Voltaje carga (kV)                           | 20           | 20           | 20           | 20          |
| Voltaje descarga (kV)                        | 1            | 2            | 3            | 4           |
| Tiempo carga (minutos)                       | <b>70</b>    | 10           | 10           | 10          |
| Modo de Operación                            | LM           | LM           | LM           | LM          |
| Detector                                     | e- Sec       | e- Sec       | e- Sec       | e- Sec      |
| Tamaño del haz de e <sup>-</sup> (JSM-7600F) | 9            | 9            | 9            | 9           |
| <b>Q<sub>t</sub> (nC)</b>                    | <b>1.10</b>  | <b>1.96</b>  | <b>2.83</b>  | <b>3.29</b> |
| <b>d<sub>i</sub> (μm)</b>                    | <b>47.56</b> | <b>42.27</b> | <b>40.65</b> | <b>35.5</b> |

Los experimentos arrojaron valores de carga electrostática cuando el voltaje es variable. Nótese que en el experimento 4 de la Tabla 4.3. Se observó un incremento de la carga electrostática que es directamente proporcional al tamaño de la pieza polar, mientras que en la Figura 4.25 (D) se observa que la pieza polar es más pequeña que la Figura 4.25 (A).

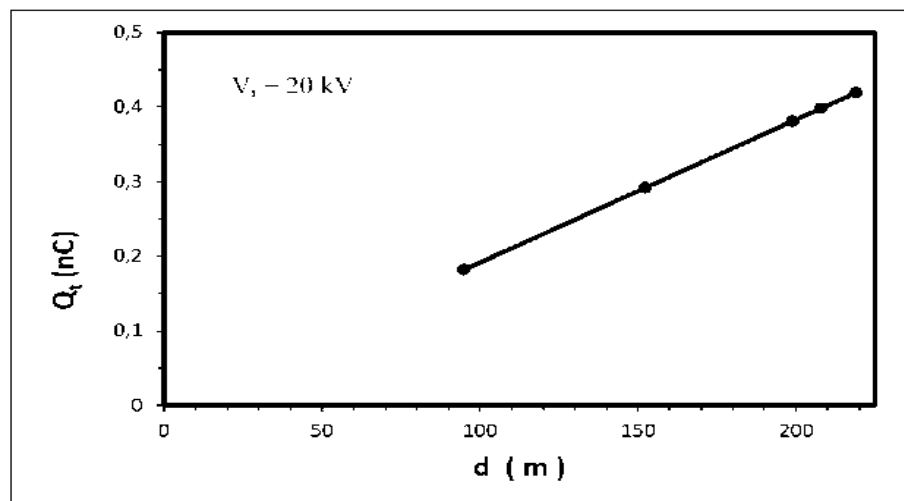
El incremento de carga se debe a que en la imagen espejo se sigue observando aun cuando la energía del haz reflejado es mayor. Con un mayor tiempo de exposición con 20 kV hubo suficiente carga electrostática, como para formar una imagen espejo con un haz de electrones de un nivel de energía más alto.

A medida que aumenta la distancia virtual  $d_i$  observada en la imagen del efecto espejo, la carga libre (electrostática) disminuye.

Tareq H. y colaboradores, muestran la máxima concentración acumulada de electrones en la superficie del PET (Figura. 4.27), los resultados indican que el número de electrones incrementa con el potencial [28]. Los resultados de los autores relacionan la carga total almacenada con el diámetro de la columna del microscopio. Esto permitió comparar con los resultados obtenidos en la Figura 4.26 en la dentina y además comparar los diámetros obtenidos del PET de la Figura 4.27.



**Figura 4.26.** Comportamiento de Carga en función del tamaño de la pieza polar de la lente objetiva observado a medida que el voltaje de observación del efecto espejo disminuye en la dentina dental humana en posición v a 25°C.



**Figura 4.27.** La carga atrapada VS el diámetro de la columna en el PET, [28].

## 4.6 El efecto espejo y la temperatura en el diente humano e hidroxiapatita

Reyes-Gasga y colaboradores observaron que cerca de los 300°C el diente humano mejoraba su conductividad eléctrica [3]. Por lo tanto, en esta sección se consideraron dos temperaturas adicionales para observar el efecto espejo: 700°C y 1200°C. Esto permitió ver la influencia que tiene *la temperatura en la carga almacenada y la constante dieléctrica* de los materiales del diente humano.

### 4.6.1 El efecto espejo en dentina y esmalte humano a 700°C.

En esmalte y dentina a 700 °C, se observó que al incrementar del tiempo de carga con 20 kV, aparecen destellos (descargas eléctricas) en la imagen con mayor frecuencia.

Los arcos eléctricos se generan cuando se sobrepasa el voltaje de ruptura del dieléctrico. Esto provoca una variación de los tiempos de descarga con cierta incongruencia. Si en cada destello se genera una o varias descargas eléctricas, se altera la cantidad de carga almacenada y, desde luego, el tiempo de descarga se ve también afectado.


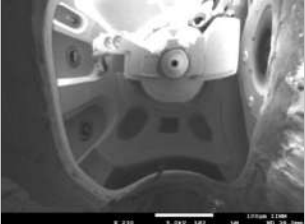

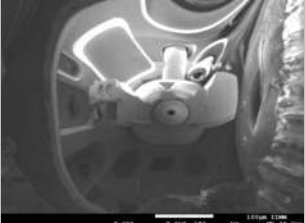
La descarga electrostática se manifestó en conjunto con la rigidez dieléctrica del medio [1]. Los resultados indicaron que a medida que la temperatura incrementa la resistencia dieléctrica disminuye debido a la presencia de las descargas.

En la Tabla 4.5 se presentan los resultados que se obtuvieron en el esmalte dental humano después de someterlo a un tratamiento térmico a 700°C. Estos difieren de los reportados el diente a 25 °C. El esmalte dental humano a 25°C, no formó la imagen espejo. Sin embargo, a 700°C la imagen del efecto espejo se hizo presente, aunque la imagen de ésta fue de forma irregular. Los tiempos de descarga en esmalte y dentina también fueron irregulares.

Los datos presentados en la Tabla 4.4 y 4.5 indican que los 4 experimentos hacen un total de 40 minutos. Después de los 40 min el efecto espejo se comportó de manera no lineal con respecto al tiempo de descarga. Todo esto se atribuye de cierta manera a que tanto la superficie del esmalte como la de la dentina sufrieron daños, provocando grietas y porosidades después del tratamiento a 700 °C

**Tabla 4.4.** Comportamiento del efecto espejo en función del tiempo de carga/descarga en la dentina humana en posición v. a 700°C.

**Dentina vertical T=700°C**

| ↓ Observación       | t carga<br>(min) | t descarga<br>(min) | Imagen (MEB)  |
|---------------------|------------------|---------------------|---|
| <b>Exp 1 (4 kV)</b> | 10:00            | 17:30               |    |
|                     | 10:00            | 8:20                |   |
|                     | 10:00            | 11:10               |   |
|                     | 10:00            | 1:30                |   |
| <b>Exp 2 (5 kV)</b> | 10:00            | 0:08                |    |
|                     | 10:00            | 0:10                |   |
|                     | 10:00            | 0:14                |   |
|                     | 10:00            | 1:17                |   |
| <b>Exp 3 (6 kV)</b> | 10:00            | 2:54                |   |
|                     | 10:00            | 2:23                |   |
|                     | 10:00            | 0:20                |   |
|                     | 10:00            | 0:36                |   |
| <b>Exp 4 (7kV)</b>  | 10:00            | 0:05                |  |
|                     | 10:00            | 0:08                |   |
|                     | 10:00            | 0:26                |   |
|                     | 10:00            | 0:30                |   |

**4.6.2 El efecto espejo en dentina y esmalte humano a 1200°C**

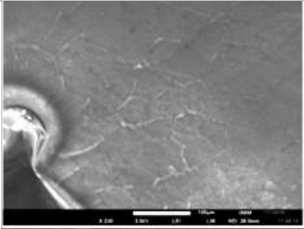
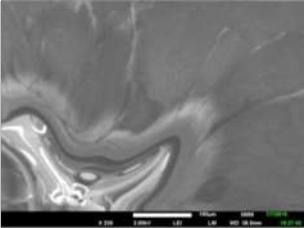
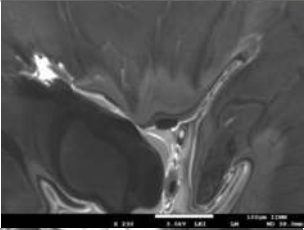
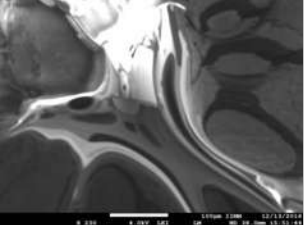
El comportamiento de la imagen del efecto espejo y del tiempo de carga y descarga para las muestras del esmalte y la dentina a 1200°C son presentados en las Tablas 4.6 y 4.7., respectivamente.

En el experimento 2 se aprecia que el efecto espejo no se formó, en el caso de la dentina 1200°C (Tabla 4.6) a pesar de llevar más tiempo de carga que el experimento 1. Sin embargo, el efecto espejo se observa con mayor calidad en la dentina a 1200°C, y con tiempos promedio más prolongados que en la dentina a 700°C.

Los resultados presentados en la Tabla 4.7 indicaron que el esmalte a 25°C tiene mayor conductividad eléctrica que la dentina a 1200°C. A temperatura ambiente el material tiende a formar dipolos con mayor facilidad. Esto facilita el flujo de cargas haciéndolo más dieléctrico mientras que el efecto espejo es más difícil de que se forme. Conforme la temperatura incrementa los defectos en el material incrementan tales como grietas y porosidades, de tal manera que el flujo de cargas disminuye, reteniendo una gran cantidad de electrones que producen un radio electroestático característico como para formar la imagen espejo.

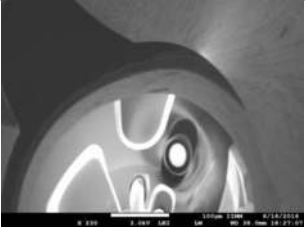

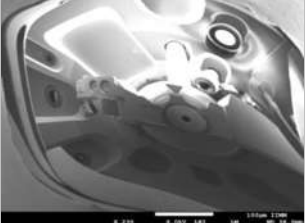
**Tabla 4.5.** Comportamiento del efecto espejo en función del tiempo de carga/descarga en el esmalte dental en posición v. a 700°C.

**Esmalte vertical T=700°C.**

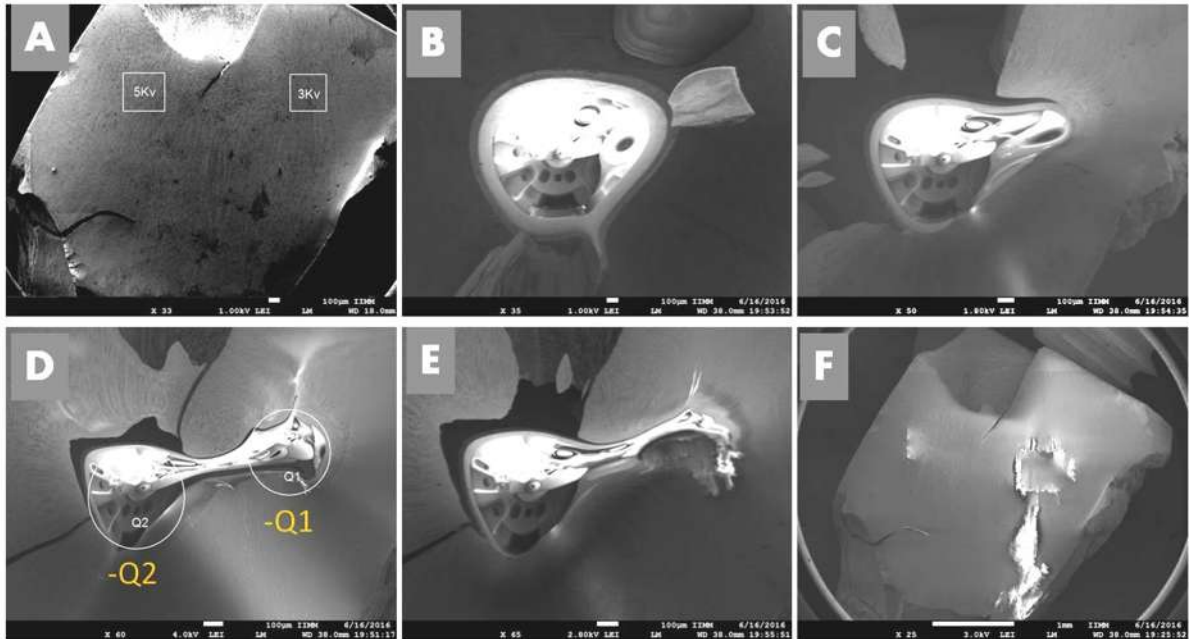
| ↓ Observación       | t carga<br>(min) | t descarga<br>(min) | Imagen (MEB)  |
|---------------------|------------------|---------------------|---|
| <b>Exp 1 (3 kV)</b> | 10:00            | 0:01                |   |
|                     | 10:00            | 0:00                |   |
|                     | 10:00            | 0:01                |   |
|                     | 10:00            | 0:00                |   |
| <b>Exp 2 (2 kV)</b> | 10:00            | 6:00                |  |
|                     | 10:00            | 14:00               |   |
|                     | 10:00            | 18:00               |   |
|                     | 10:00            | 23:00               |   |
| <b>Exp 3 (3 kV)</b> | 10:00            | 0:38                |  |
|                     | 10:00            | 2:30                |   |
|                     | 10:00            | 2:30                |   |
|                     | 10:00            | 5:20                |   |
| <b>Exp 4 (4 kV)</b> | 10:00            | 0:10                |  |
|                     | 10:00            | 0:14                |   |
|                     | 10:00            | 0:15                |   |
|                     | 10:00            | 0:17                |   |

**Tabla 4.6.** Comportamiento del efecto espejo en función del tiempo de carga/descarga en la dentina humana en posición v. a 1200°C.

**Dentina vertical T=1200°C.**

| ↓ Observación       | t carga<br>(min) | t descarga<br>(min) | Imagen (MEB)  |
|---------------------|------------------|---------------------|---|
| <b>Exp 1 (3 kV)</b> | 10:00            | 7:12                |    |
|                     | 10:00            | 11:37               |   |
|                     | 10:00            | 37:94               |   |
|                     | 10:00            | 60:10               |   |
| <b>Exp 2 (4 kV)</b> | 10:00            | 0:00                | No se formó   |
|                     | 10:00            | 0:00                |   |
|                     | 10:00            | 0:00                |   |
|                     | 10:00            | 0:00                |   |
| <b>Exp 3 (5 kV)</b> | 10:00            | 2:36                |   |
|                     | 10:00            | 5:11                |   |
|                     | 10:00            | 10:32               |   |
|                     | 10:00            | 15:11               |   |
| <b>Exp 4 (6 kV)</b> | 10:00            | 8:12                |  |
|                     | 10:00            | 16:32               |   |
|                     | 10:00            | 23:28               |   |
|                     | 10:00            | 30:13               |   |

La carga electrostática depende directamente del tiempo y del voltaje de irradiación. En la Figura 4.28 (A), muestra dos áreas de la dentina a 1200°C que fueron irradiadas con distintos voltajes de aceleración. El final de la descarga se observó con 3 kV en la Figura 4.28 (D). Al inicio de la descarga se observó una sola imagen espejo Figura 4.28 (B), a medida que el tiempo pasa las cargas se empiezan a separar. Dos imágenes espejo mostraron los componentes del interior de la cámara del microscopio. La carga  $-Q_2$  Figura 4.28 (D) fue irradiada con alta energía por 10 minutos, mientras que la carga  $-Q_1$  fue irradiada por 5 min. En la Figura 4.28 (F) indica cuanto se desplazó la carga marcada como zona blanca que fue al rededor de los 2 mm.



**Figura 4.28.** Comportamiento entre 2 cargas puntuales en dentina 1200°C.

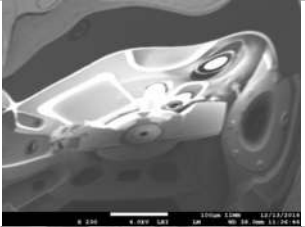
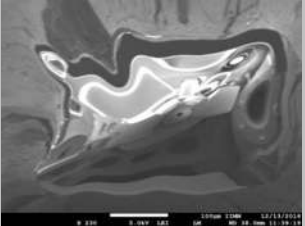
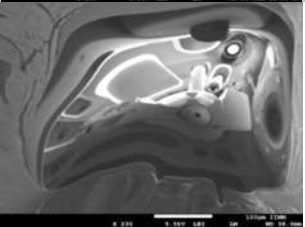
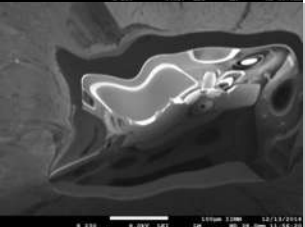
#### **4.6.3 El efecto espejo en HPA a 700°C y 1200°C.**

Se ha visto que la HPA a 25°C, aun con periodos de tiempo de carga prolongados no fue posible obtener el efecto espejo. Sin embargo, un proceso de calcinación a 700°C hizo que el fenómeno del efecto espejo se hiciera presente. Esto se presenta en las Tablas 4.8 y 4.9.

La Tabla 4.8 indica el tiempo que dura el efecto espejo en desaparecer. Una imagen representativa por cada experimento es capturada cuando se tiene el mayor tiempo de exposición con alta energía. La secuencia del primer experimento de la Tabla 4.8 indica del momento en que la imagen espejo se hace presente. Para este caso fue de 40 min de carga con 20 kV. Al término de los experimentos se tuvo un total de 190 min de carga. Esto ayuda a que la imagen espejo se observe en mayores voltajes.

**Tabla 4.7.** Comportamiento del efecto espejo en función del tiempo de carga/descarga en el esmalte dental humano en posición v. a 1200°C.

**Esmalte vertical T=1200°C.**

| ↓ Observación         | t carga<br>(min) | t descarga<br>(min) | Imagen (MEB)  |
|-----------------------|------------------|---------------------|---|
| <b>Exp 1 (4 kV)</b>   | 10:00            | <b>4:35</b>         |    |
|                       | 10:00            | <b>11:20</b>        |   |
|                       | 10:00            | <b>17:35</b>        |   |
|                       | 10:00            | <b>17:55</b>        |   |
| <b>Exp 2 (5 kV)</b>   | 10:00            | 1:00                |    |
|                       | 10:00            | 0:46                |   |
|                       | 10:00            | 0:12                |   |
|                       | 10:00            | 1:00                |   |
| <b>Exp 3 (5.5 kV)</b> | 10:00            | 2:00                |   |
|                       | 10:00            | 5:00                |   |
|                       | 10:00            | 4:00                |   |
|                       | 10:00            | 3:48                |   |
| <b>Exp 4 (6 kV)</b>   | 10:00            | 0:00                |  |
|                       | 10:00            | 0:12                |   |
|                       | 10:00            | 0:32                |   |
|                       | 10:00            | 1:09                |   |

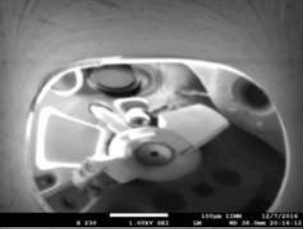
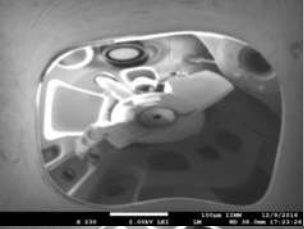
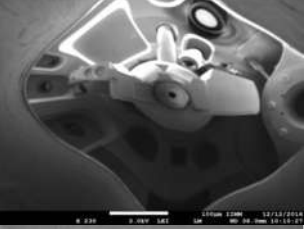
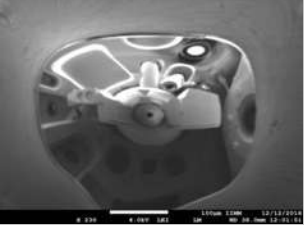
En la Tabla 4.9 para la HPA a 1200°C se presentó un comportamiento muy parecido al de la dentina. En el experimento el tiempo inicial para obtener el efecto espejo fue al minuto 30. Una vez que la imagen espejo se hizo presente inició la secuencia de irradiación en una misma área a 230 x por periodos de 10 min con una imagen espejo en 5 kV, 5.5 kV, 6 kV y 7 kV.

La HAP presentó un incremento de tamaño de grano en su estructura al calentarla a 1200 °C. En principio se observó una estructura porosa, donde los poros están interconectados. Cuando el haz de electrones incidió sobre un poro, la trayectoria de los electrones cambió y la carga electrostática aumentó por leyes de gauss para una superficie cerrada que involucra las paredes

internas y externas de un hueco debido a la porosidad y su interconexión. Nótese que en la Tabla 4.9, la imagen espejo esta deformada debido a las grietas que modifican la superficie.

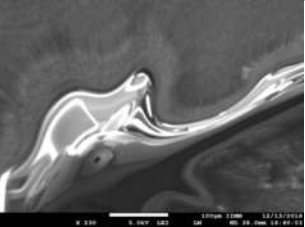
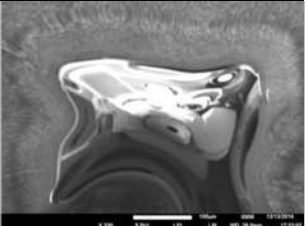
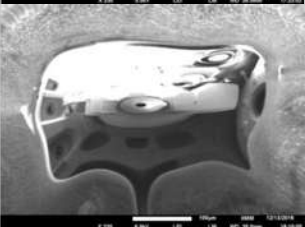

**Tabla 4.8.** Comportamiento del efecto espejo en función del tiempo de carga/descarga en la HAP a 700°C.

**HPA T=700°C.**

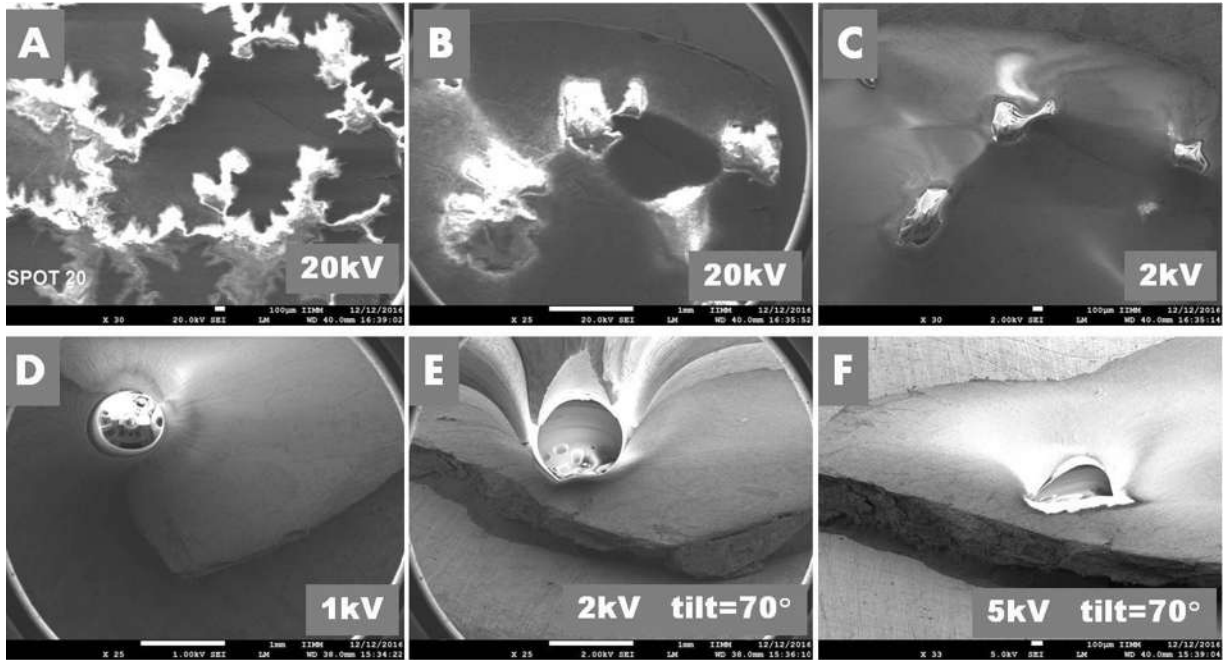
| ↓ Observación       | t carga<br>(min) | t descarga<br>(min) | Imagen (MEB)  |
|---------------------|------------------|---------------------|---|
| <b>Exp 1 (1 kV)</b> | 40:00            | 0:01                |    |
|                     | 10:00            | 6:10                |   |
|                     | 10:00            | 12:39               |   |
|                     | 10:00            | 21:6                |   |
| <b>Exp 2 (2 kV)</b> | 10:00            | 1:35                |   |
|                     | 10:00            | 6:30                |   |
|                     | 10:00            | 12:53               |   |
|                     | 10:00            | 8:13                |   |
| <b>Exp 3 (3 kV)</b> | 10:00            | 4:15                |  |
|                     | 10:00            | 5:34                |   |
|                     | 10:00            | 7:28                |   |
|                     | 10:00            | 9:20                |   |
| <b>Exp 4 (4 kV)</b> | 10:00            | 4:29                |  |
|                     | 10:00            | 3:40                |   |
|                     | 10:00            | 4:25                |   |
|                     | 10:00            | 6:00                |   |

**Tabla 4.9.** Comportamiento del efecto espejo en función del tiempo de carga/descarga en la HAP a 1200°C.

**HPA T=1200°C.**

| ↓ Observación         | t carga<br>(min) | t descarga<br>(min) | Imagen (MEB)  |
|-----------------------|------------------|---------------------|---|
| <b>Exp 1 (5 kV)</b>   | 30:00            | 0:10                |    |
|                       | 10:00            | 0:15                |   |
|                       | 10:00            | 0:14                |   |
|                       | 10:00            | 1:45                |   |
| <b>Exp 2 (5.5 kV)</b> | 10:00            | 0:37                |    |
|                       | 10:00            | 1:22                |   |
|                       | 10:00            | 1:41                |   |
|                       | 10:00            | 2:25                |   |
| <b>Exp 3 (6 kV)</b>   | 10:00            | 1:50                |   |
|                       | 10:00            | 2:10                |   |
|                       | 10:00            | 2:48                |   |
|                       | 10:00            | 2:40                |   |
| <b>Exp 4 (7 kV)</b>   | 10:00            | 1:07                |  |
|                       | 10:00            | 1:57                |   |
|                       | 10:00            | 2:18                |   |
|                       | 10:00            | 2:20                |   |

En la HPA a 1200°C, al inicio del proceso de carga se observaron un conjunto de irregularidades. Una de ellas fue que la acumulación de cargas electroestáticas, se presentaron en la superficie de la pastilla. En la Figura 4.29 se observa una serie de imágenes con ángulos diferentes durante el proceso de carga y descarga.



**Figura 4.29.** Comportamiento de cargas irregular en HPA 1200°C.

La Figura 4.29, muestra una perspectiva diferente de la superficie de la muestra, que se manifestó con zonas blancas donde se llevó a cabo la experimentación de los resultados de la Tabla 4.9. El proceso de irradiación fue realizado con un diámetro de haz de 20, en el microscopio JEOL JSM 7600F. Las zonas blancas aparecieron a diferentes energías del haz incidente. En la Figura 4.29 (C), se observaron varias imágenes espejo de manera puntual con 2 kV. En la Figura 4.29 (D, E y F) con 1 kV, 2 kV y 5 kV, a un ángulo de 0° y 70° de inclinación, se observó el radio  $R$  del espejo producido por el exceso de la acumulación de la carga libre en la superficie.

#### **4.7 Carga almacenada**

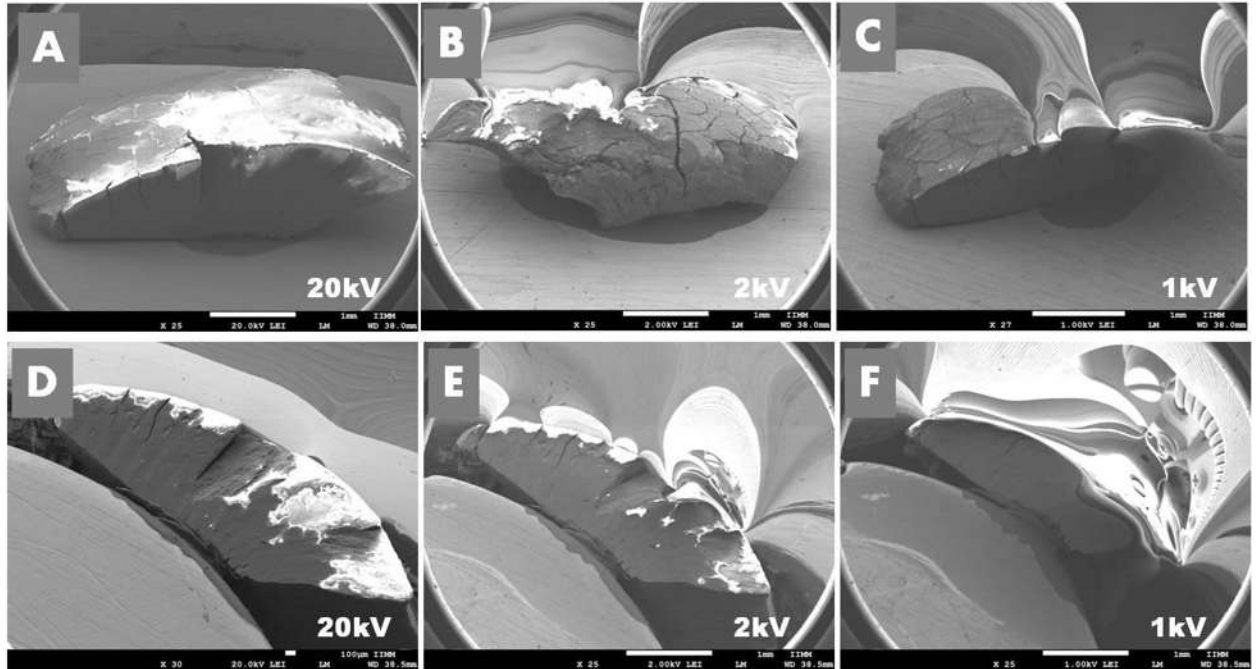
Los resultados que se obtuvieron en el esmalte y la dentina a 25°C, 700°C y 1200°C, indicaron que a medida que incrementó la temperatura, la imagen espejo será visible y aparentemente el material será capaz de retener más las cargas electroestáticas. Sin embargo, la pieza polar en la imagen espejo es mucho más pequeño que el diámetro de la pieza polar observada en la muestra a temperatura ambiente. Se ha reportado que la carga almacenada es directamente proporcional al tamaño de la imagen espejo [14, 16, 18, 20, 23 y 28].

A medida que incrementa el tiempo de exposición con el voltaje de carga (el haz de alta energía), los efectos de carga electroestática también incrementa.

En la Figura 4.30 se observó una capa de carbono sobre la superficie externa del esmalte 700°C que se manifestó con un color violeta. En la Figura 4.30 (D), se observan zonas blancas que indica el volumen de interacción del haz de electrones de alta energía (20 kV) producto de la carga electroestática. Las zonas blancas, son la superficie de carbono que se formó a esta temperatura. Esa capa de carbono es un residuo de la parte orgánica que contenía el esmalte.

En la Figura 4.30 se observa que solo una cara del esmalte a 700°C contiene una gran cantidad de carga electroestática retenida con la que se forma la imagen espejo al voltaje de observación indicado en las Figuras 4.30 (B, C, E y F). La misma muestra fue colocada de manera distinta en la Figura 4.30 (D), la superficie aterrizada con tintura de carbono es la cara opuesta a la que se irradió con alta energía, derecha de la Figura 4.30 (D-F). Los resultados también indican que las zonas blancas, donde se presentó la carga almacenada se formaron después de 160 min de irradiación con 20 kV.

Los defectos provocaron que los electrones de alta energía no puedan moverse fácilmente. Las grietas que se presentaron en la superficie del esmalte, fueron debido a las altas temperaturas y son el primer lugar donde el efecto espejo se empieza a formar de manera parcial. Un conjunto de bordes provoca una acumulación de cargas, debido al fenómeno que se le denomina efecto de punta.



**Figura 4.30.** Comportamiento de Carga vs volumen de interacción en esmalte 700°C.

#### 4.8. Constante dieléctrica

A partir de los resultados obtenidos, se observó que a medida que el valor de la constante dieléctrica incrementa, la capacitancia aumenta, por tanto, la formación de dipolos será mayor. Si la formación de dipolos es mayor el material será más conductor de electricidad. Mientras más grande sea la constante dieléctrica, se requerirá de un haz de alta energía más grande y un tiempo de exposición mayor, para poder generar una carga libre con un radio característico como para formar la imagen espejo.

#### 4.9. Alcance del efecto espejo

- ✓ El tamaño de la imagen de la pieza polar es característico de cada constante dieléctrica, sin embargo, la imagen del efecto espejo se formó con mucha dificultad a una constante dieléctrica  $K > 8$ .
- ✓ En un rango de  $K < 8$ , la técnica se utilizó para determinar parámetros eléctricos de los materiales.
- ✓ En base a los resultados, el efecto espejo se puede utilizar como una herramienta de trabajo donde se requiera ver si algún dispositivo está dañado, cuando  $K \approx 4$ .

## Capítulo V. DISCUSIÓN

Por los resultados obtenidos es obvio que el efecto espejo depende de parámetros que podemos clasificar en aquellos inherentes al MEB y aquellos que pertenecen a la muestra misma. Queda claro que la muestra debe de ser lo más aislante posible para obtener el efecto espejo.

### 5.1. El espejo convexo

Debido que el espejo electrónico que se formó es del tipo convexo, en la imagen espejo la escala y ampliación fueron diferentes con respecto a la escala real en el MEB. Lo cual es de esperarse en un espejo convexo ya que la amplificación  $M_x$  es siempre  $\leq 1$ , siendo igual a 1 sólo en  $S_0 = 0$ . Además, el tamaño del orificio de la pieza polar en la imagen espejo se incrementa a medida que el voltaje de aceleración disminuye, y ésta disminuye a medida que la distancia de trabajo aumenta. Esto se explica por el hecho de que la distancia de trabajo  $L_0$  es el valor de  $S_0$  en la ecuación del espejo convexo: al disminuir el voltaje de aceleración, los electrones del haz electrónico tienen menor energía cinética y son "repelidos" por la carga eléctrica contenida en la esfera de radio  $R$ , por lo que  $R$  aumenta y  $L_0$  disminuye.

### 5.2. La constante dieléctrica

Se observó que si la muestra es aislante, aún cuando el flujo de carga sea bajo, el voltaje de aceleración para observar el efecto espejo puede ser más elevado (arriba de 5 kV), dando como resultado periodos largos durante el cual se observe la imagen del efecto espejo. En cambio, cuando el material es un dieléctrico con valor alto de la constante dieléctrica, el efecto espejo se observa durante un corto periodo de tiempo y con voltajes de aceleración menores a 1 kV.

La constante dieléctrica permite hacer una diferenciación clara entre un material aislante y un material dieléctrico. La constante dieléctrica se define cómo:

$$K = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} \quad (2.1)$$

Donde,  $\epsilon_0$  es la permitividad del vacío y  $\epsilon$  es la permitividad del material dieléctrico. Un material es aislante si  $K > 1$ , mientras que será más dieléctrico cuando  $K \rightarrow \infty$ .

El efecto espejo se observó excelentemente en las muestras de la Resina Epoxi que se utiliza en la fabricación de circuitos electrónicos, en las cuales  $K= 4.7-5.7$  con rigidez dieléctrica, RD, entre 1000 y 2000 kV/mm y el PET ( $K=3.4$ ,  $RD=17-300$  kV/mm).

La superficie de la muestra de PET es muy lisa, como resultado la imagen espejo se observó mejor e implica que cuando la muestra es plana, mejor fue la calidad en la imagen espejo. Además, no se presentó la formación de arcos eléctricos durante el proceso de carga o descarga, una indicación de que no se alcanzó la rigidez eléctrica. El tiempo de carga con 15 kV fue de 10 minutos de carga y el tiempo de descarga fue de hora con 30 minutos.

Aun si se usa una capa de PET como material aislante para aislar muestras conductoras (tal y como se usó en el presente trabajo), se producen excelentes imágenes del efecto espejo. El tiempo de irradiación del conductor con 15 kV fue de 5 min, y el tiempo de descarga fue de 16 minutos.

En la muestra de la Resina Epoxi, el efecto espejo presentó una serie de imágenes muy nítidas del espejo con diferentes voltajes de aceleración. El proceso de carga se llevó a cabo con electrones de 15 kV. Los tiempos de descarga fueron siempre muy largos, a pesar de que se obtuvo imágenes espejo con 10 kV, tal que fue posible usar la técnica de análisis del MEB; por ejemplo, el análisis químico energía dispersiva de los rayos x (EDS): se obtuvieron los espectros de EDS puntuales en distintas zonas

La hoja de acetato ( $K=5.0$ ,  $RD=200$  kV/mm) fue otra de las muestras que presentan excelentes propiedades para la observación del efecto espejo. La superficie de la hoja de acetato se irradió a 15 kV durante 5 minutos y la imagen de la pieza polar se hace visible sin necesidad de variar el voltaje de aceleración para obtener reflejo de electrones con baja energía. Cabe hacer mención aquí que, se produce una mezcla de imágenes donde también es observada en conjunto con la sombra de la pieza polar. Una vez que se irradió la superficie de la hoja de acetato con electrones de 15 kV, se disminuye el voltaje de aceleración a 5 kV y se obtuvo el tiempo de descarga de 8 minutos con 30 segundos.

Los tres materiales anteriores, el PET, la resina epoxi y la hoja de acetato, permiten concluir que materiales con constante dieléctrica  $K < 8$  son excelentes para trabajar el efecto espejo.

### **5.3. La $Q_{\text{libre}}$ y la $Q_{\text{polarización}}$**

Un parámetro importante en la observación del efecto espejo es la cantidad de carga almacenada en la muestra aislante para la formación del espejo convexo. Aquí hay un punto importante de

discusión. Es natural pensar que mientras más carga libre se almacene mejor imagen del efecto espejo se observará. Solo materiales con  $K < 8$  producen excelentes imágenes espejos. Por otro lado, mientras más grande sea el valor de  $K$ , mayor cantidad de carga almacenada. Es decir:

$$Q = CV = KC_0V \quad (4.2)$$

Así, mientras mayor sea el valor de la constante dieléctrica, mayor carga almacenada se tendrá. Sin embargo, recordemos que la carga total generada tiene la forma:

$$Q_{Total} = Q_{libre} + Q_{Polarización} \quad (2.26)$$

La  $Q_{libre}$  es la parte de la  $Q_{Total}$  responsable de la formación del efecto espejo. La  $Q_{Polarización}$  es la parte de la  $Q_{Total}$  que polarizará el material, y mientras más grande sea  $K$ , más fácil se polariza el material y aumentará el valor de  $Q_{Polarización}$ . Por lo tanto, mientras más dieléctrico sea el material, menor el valor de  $Q_{libre}$ .

Esto explica los resultados obtenidos con la dentina dental humana ( $K=8.6$ ), el esmalte dental humano ( $K=?, RD=?$ ) y la Hidroxiapatita Sintética a ( $K=7.4-11.4, RD=100 \text{ kV/mm}$ ) a  $25^\circ\text{C}$ .

En la dentina, en el primer y segundo experimentos, con 10 y 20 minutos de carga con 20 kV, el efecto espejo a 1 kV no se observó. Al irradiar una vez más, con 40 minutos de carga con 20 kV, el efecto espejo si se observó, aunque la imagen de la pieza polar se hizo visible por solo 5 segundos. Cabe comentar aquí que la imagen de la pieza polar en el efecto espejo siempre se observó distorsionada en cierta medida; y la orientación relativa de los túbulos dentinarios con respecto a la dirección del haz electrónico no produce con un comportamiento diferente en el proceso de descarga.

Al cargar nuevamente la dentina durante 20 minutos adicionales, dando un total de 60 minutos de carga con 20 kV, la imagen del efecto espejo con 1 kV dura 12 segundos. Por lo tanto, existe una carga remanente acumulada que provoca un incremento del tiempo de descarga.

Al acumular 120 minutos de carga con 20 kV, el efecto espejo se mantiene visible por 32 segundos. A 180 minutos de carga con 20 kV, la imagen del efecto espejo se observó durante 7 minutos y 10 segundos!!. Seguidamente el efecto espejo se observó con un tiempo de descarga de 7 minutos 15 segundos, 7 minutos 30 segundos, y 9 minutos 20 segundos, respectivamente.

En el esmalte, por el contrario, aunque su superficie se irradió con 15 kV y 30 kV durante más de 2 horas, no se produjo la imagen espejo. Lo mismo sucedió en el caso de la hidroxiapatita. A

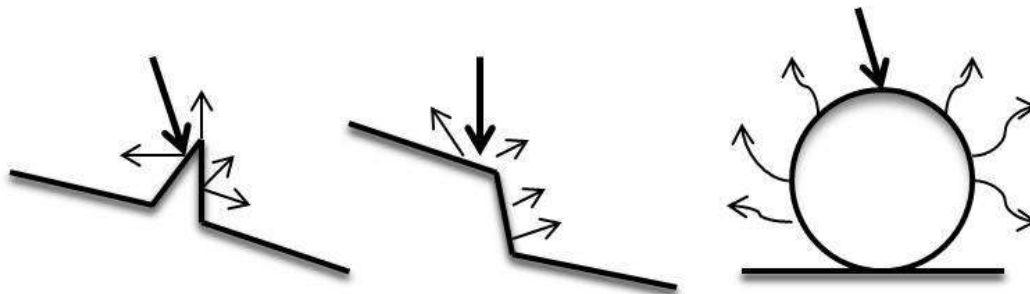
pesar de irradiar la hidroxiapatita con 20 kV por 1 hora, la imagen espejo no se formó. Se repitió el procedimiento con 30 kV durante 3 horas, se disminuyó el voltaje a 1 kV y la imagen espejo no se formó.

Estos resultados en el esmalte y la dentina dental humana, y la hidroxiapatita a 25 °C indican que, la dentina es la más aislante de los tres. Comparando el esmalte con la dentina, el esmalte forma más dipolos y, por lo tanto, su constante dieléctrica debe ser mucho más grande.

Actualmente, el valor de la constante dieléctrica del esmalte no ha sido reportado. Pero un experimento sencillo con un condensador de placas paralelas con y sin esmalte funcionaría muy bien para medirla. Ésta muy bien podría estar en el rango del valor de K para la hidroxiapatita ( $K=7.4-11.4$ ,  $RD=100$  kV/mm), ya que el esmalte es cerca de 96% de hidroxiapatita.

#### 5.4. El efecto de borde y el efecto del pseudo-espejo

El hecho que el esmalte y la hidroxiapatita presentaran el efecto espejo después del tratamiento térmico a 700 y 1200 °C, se debió a la presencia del efecto de carga. En microscopia electrónica es bien conocido que, en los bordes de las muestras en forma de puntas, en forma de escalones y en formas esféricas, se presenta la acumulación de carga, Figura 5.1. Cuando un material tiene puntas, en ellas se acumula la mayor cantidad de cargas eléctricas. En un material conductor, las cargas se distribuyen fácilmente en su superficie ya que, siendo cargas del mismo signo, al repelerse tratan de alejarse entre sí. En un material aislante o dieléctrico, al vencer la permitividad que les rodea, pueden escaparse produciendo descargas eléctricas.



**Figura 5.1.** Efecto de puntas. Comportamiento de la carga en puntas, escalones y esferas.

El efecto de la acumulación de carga en puntas o bordes explica el porqué en el esmalte y dentina a 700°C y 1200°C. Se observan destellos (descargas eléctricas) en la imagen con mucha frecuencia. Todo esto se atribuye a que tanto la superficie del esmalte como la de la dentina después del tratamiento a 700 °C sufrieron daños, provocando grietas y porosidades. La imagen

del efecto espejo se hizo presente aunque ésta fue de forma irregular; estas imágenes fueron un ejemplo claro del efecto llamado pseudo-espejo, donde la imagen espejo se forma en forma las partículas, aglomerados o granos que se encuentran en la superficie de las muestras, dando el efecto de que las imágenes son formadas por muchos espejos. Los tiempos de descarga en esmalte y dentina también fueron irregulares. El efecto espejo se observa con mayor calidad en la dentina a 1200 °C y con tiempos promedio de descarga más prolongados que en la dentina a 700°C.

El efecto de borde explica también el porqué cuando dos áreas de la dentina a 1200°C fueron irradiadas, y al inicio de la descarga se observa una sola imagen espejo, pero a medida que el tiempo pasa las cargas se empiezan a separar, y se presentan dos imágenes espejo.

El efecto de borde también explica el comportamiento de la hidroxiapatita cuando la imagen espejo se hace presente a 700 y 1200 °C. La imagen espejo esta deformada debido a las grietas que modifican la superficie. Al inicio del proceso de carga se observó un conjunto cargas electroestáticas que se presentan en la superficie de la pastilla.

El efecto de borde también explica los resultados observados en el Cereal Froot Loops (Kellogs)( $K=1.2$ ,  $RD=?$ ). La superficie del fragmento de anillo de froot loop es muy porosa y, por lo tanto, la irradiación no es distribuida uniformemente sobre su superficie. Existen zonas blancas, que indican una mayor concentración de electrones atrapados en estas zonas por el efecto de borde. Estas zonas son las que dieron origen al efecto espejo, igual que en el caso del esmalte, la dentina y la hidroxiapatita. Aquí también el resultado fue una imagen espejo difusa y deformada en la zona irradiada.

El efecto de borde también explica las características de la imagen espejo observado en la resina del circuito integrado NE555 cuando fue partida por mitad. En las imágenes del efecto espejo, la parte central de la imagen empieza a dividirse en 2 partes. Y se obtuvieron imágenes claras del espejo pero deformadas. El efecto de borde dio origen a las zonas blancas, distorsiones y deformaciones de la pieza en los costados de la ranura que contenía la muestra del circuito.

El efecto de borde nos indica otra característica que debe de cumplir la muestra aislante cuando vaya a ser usada para producir la imagen espejo dentro de la técnica del efecto espejo: la muestra debe ser completamente plana y sin grietas o defectos.

## CONCLUSIONES

### La constante dieléctrica

- Los materiales con constante dieléctrica baja son excelentes para observar el efecto espejo.

### La $Q_{libre}$ y la $Q_{polarización}$

- Mientras más dieléctrico sea el material, menor el valor de  $Q_{libre}$ .
- En la dentina dental humana existe una carga remanente acumulada que provoca un incremento en el tiempo de descarga.
- Entre el esmalte y la dentina dental humana, y la hidroxiapatita a 25 °C, la dentina es la más aislante de los tres.
- Es altamente probable que el valor de la constante dieléctrica del esmalte sea cercano a la constante dieléctrica de la hidroxiapatita ( $K=7.4-11.4$ ,  $RD=100$  kV/mm).

### El efecto de borde

- El efecto de la acumulación de carga en puntas o bordes explica las observaciones del efecto espejo en el Cereal Froot Loops, el esmalte, la dentina, la hidroxiapatita a 700°C y 1200°C, y en la resina del circuito integrado NE555 cuando fue partida por mitad.
- La muestra que vaya a ser usada para producir la imagen espejo dentro de la técnica del efecto espejo debe ser completamente plana y sin grietas o defectos.

El estudio del comportamiento del efecto espejo, despertó un gran interés para la ciencia de los materiales. Además, el presente trabajo de Tesis permitió, implementar una nueva herramienta de caracterización, que nos permita conocer las propiedades dieléctricas en los materiales. Un estudio más detallado de la técnica puede llegar a desarrollar un gran número de aplicaciones.

Por lo tanto, la HIPÓTESIS GENERAL:

"Las características experimentales del efecto espejo permite el conocer las características dieléctricas de los materiales no conductores",

es VERDADERA.

## REFERENCIAS

- [1] S.O. Kasap, Principles of Electronic Materials and Devices Third Edition, University of Saskatchewan Canada, 2006.
- [2] Sadiku, M. N. O. (2000), Element of Electromagnetics, 3rd edition, Oxford University Press, USA.
- [3] J. Reyes-Gasga, R. García, O. Álvarez-Fregoso, J. Chávez-Carvayar and L. Vargas-Ulloa, “Conductivity in human tooth enamel”, Journal of Materials Science 34, 2183 (1999).
- [4] Gong, H.; Le Gressus, C.; Oh K. H.; Ding, X. Z.; Ong, C. K., and Tan B. T. G. (1993), Charging trapping on different cuts of a single-crystalline  $\alpha$ -SiO<sub>2</sub>, J. Appl. Phys. 74, (3), 1944.
- [5] R S Austin, F Mullen and D W Bartlett, Surface texture measurement for dental wears applications, Department of Prosthodontics, King’s college London Dental Institute, UK, 2015.
- [6] Mahdi Shahmoradi, Luiz Eduardo Bertassoni, M. Elfallah and Michael V Swain, Fundamental Structure and Properties of Enamel, Dentin and Cementum, Chapter 17, DOI: 10.1007/978-3-642-53980-0\_17, January 2014.
- [7] Ronald L. Sakaguchi, John M. Powers, craig’s restorative dental materials 13<sup>th</sup> ed., Mosby,inc., Elsevier Philadelphia ISBN 978-0-323-08108-5, 2012.
- [8] Sebastian medina, Lillian Salazar Carlos Mejia and Freddy Moreno, in vitro behavior of the dentin and enamel calcium hydroxyapatite in human premolars subjected to high temperatures, Universidad nacional de Colombia sede medellín facultad de minas, December 2015.
- [9] David Halliday, Robert Resnick, Kenneth s. Krane, Fisica vol. 2. Sexta reimpression, México, 1999.
- [10] M. Milani, H. N. Abdul-Wahab, T. H. Abbood, C. Savoia, F. Tatti. “Rear window”: looking at charged particles hitting a charged target in a FIB/MEB. Microscopy: Science, Technology, Applications and Education (A. Mendez-Vilas and J. Diaz (Eds)) 3, 1741-1754 (2010).
- [11] G. Pilgrim, Electron mirrors. University of Rochester Department of Chemistry <http://www.optics.rochester.edu/workgroups/cml/opt307/spr11/greg/>

- [12] Omar Jbara, Slim Fakhfakh, Mohamed Belhaj, and Sebastien Rondot, Charge Implantation Measurement on Electron-Irradiated Insulating Materials by Means of a MEB Technique. BP 1039, 51687 Reims Cedex 2, France.
- [13] J. I. Goldstein, D. E. Newbury, P. Echlin, D. C. Joy, C. Fiori, E. Lifshin, Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis, chapter 15. Plenum Press, New York and London (1984).
- [14] D. R. Clarke, P. R. Stuart, An anomalous contrast effect in the scanning electron microscope. *J. Phys. E: Sci. Instrum.* 3, 705-707 (1970).
- [15] M. Belhaj, O. Jbara, S. Odof, K. Msellak, E. I. Rau, M. V. Andrianov, An anomalous contrast in scanning electron microscopy of insulators: the pseudo mirror effect. *Scanning* 22, 352-356 (2000).
- [16] Hassan N. Al-Obaidi, Ali S. Mahdi, Imad H. Khaleel, Investigation of Linear Polarization for a Specimen Insulator of Scanning Electron Microscope in Sense of Mirror Electronic Phenomenon. *Ibn Al-Haitham J. for Pure & Appl. Sci.*, 2015 Vol.28 (2).
- [17] F. Croccolo, C. Riccardi, Observation of the ion-mirror effect during microscopy of insulating materials. *J. Microscopy* 229, 39-43 (2008).
- [18] Hassan N. Al-Obaidi, Imad H. Khaleel, Modelling of electron trajectories inside MEB chamber concerning mirror effect phenomenon. *Iraqi Journal of Physics*, 2013 Vol.11, No.21, PP. 12-19.
- [19] Electrolube the solution people, Encapsulation Resins.  
<http://www.electrolube.com/pdf/encapsulation-resins-brochure-electrolube.pdf>.
- [20] T. J. Shaffner, R. D. Van Veld, "Charging" effect in the scanning electron microscope. *J. Phys. E: Sci. Instrum.* 4, 633-637 (1970).
- [21] F. Croccolo, C. Riccardi, Passive Mirror Imaging through a Solid-State Back-Scattered Electron Detector. *Microscopy Today* 17, 40-42 (2008).
- [22] Gregory R. Savich, Demonstration and Analysis of Electron Mirror Effects in the Scanning Electron Microscope. University of Rochester Institute of Optics, OPT407: Practical Electron Microscopy Spring 2008, Final Project.
- [23] Hassan N. Al-Obaidi, Beam analysis of scanning electron microscope according to the mirror effect phenomenon. Department of Physics, College of Education, Al-Mustansiriah University, Baghdad, Iraq. *Journal of Electrostatics* 74 (2015) 102-107.

- [24] Hassan N. Al-Obaidi, Imad H. Khaleel, Computational investigation of electron path inside MEB chamber in mirror effect phenomenon. Department of Physics, College of Education Al-Mustansiriyah University, Baghdad, Iraq. *Micron* 51 (2013) 13–20.
- [25] J. Bigarre, C. Attard, P. Hourquebie and J. Matallana, MEB-mirror Methods and Application to Insulator Characterization. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, Vol. 8 No.6, December 2001.
- [26] W.K. Wong, J.C.H. Phang, J.T.L. Thong, A Novel Method for the Discharge of Electrostatic Mirror Formations in the Scanning Electron Microscope. Centre for IC Failure Analysis and Reliability, Faculty of Engineering, National University of Singapore, Singapore., *SCANNING* Vol. 19, 498–504 (1997).
- [27] Marziale Milani, Davide Bigoni, Claudio Savoia, Electron mirroring: control of electron transport and understanding of physical processes from MEB images. *Proceedings of itp2009*, october 4-9, 2009, volterra, Italy.
- [28] Tareq H. Abood, Hasan A. Hadi, Mahmood S. Karim and Ali T. Mohi, Determination of Accumulated Electrons at PET Surface Using Mirror Effect Phenomena in MEB, physics department, college of education, Al-Mustansiriyah University, Iraq, *WSN* 55 (2016) 27-37, *EISS* 2392-2192.