

Laboratorio Nacional de Nanotecnología-CIMAV*

Francisco Espinosa Magaña**

RESUMEN: El Laboratorio Nacional de Nanotecnología (nanotech) inicia sus actividades a partir de 2006, gracias a un financiamiento por 20 millones de pesos del CONACYT. El interés principal de este laboratorio es ampliar las capacidades de síntesis, evaluación y caracterización de nanomateriales (tanto metálicos como orgánicos), la infraestructura generada desde su creación le ha permitido llegar a este nivel. El equipamiento incluye desde microscopios de alta resolución, microscopios para las ciencias de la vida y otros que los complementan. Dado que la nanotecnología es ahora una prioridad en investigación para nuestro país, un laboratorio de estas características se vuelve de suma importancia a nivel nacional, al formar parte de una red de IES y Centros Públicos capaces de atender y ayudar a las diferentes áreas del conocimiento y al sector industrial y gubernamental.

PALABRAS CLAVE: Nanotecnología, nanotech, microscopía electrónica, alta resolución.

ABSTRACT: The National Nanotechnology Laboratory (nanotech) started its activities since 2006, thanks to funding by 20 million pesos from CONACYT. The main interest of this laboratory is to extend the capabilities of synthesis, evaluation and characterization of nanomaterials (both metallic and organic), infrastructure generated since its creation has allowed him to reach this level. The equipment includes everything from high-resolution microscopes, microscopes for life sciences and others that complement them. Since nanotechnology is now a research priority for our country, a laboratory of these characteristics becomes important at the national level, as part of a network of higher education institutions and public centers able to serve and help the different areas of knowledge and industrial and government sector.

KEYWORDS: Nanotechnology, nanotech, electron microscopy, high resolution.

Antecedentes

En 1994 se crea el Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S.C. (CIMAV). Dentro de los diversos departamentos que lo conformaban inicialmente se incluía el de Microscopía Electrónica, el cual contaba con dos microscopios electrónicos, uno de transmisión y otro de barrido (imágenes 1, 2 y 3).

Recibido: 30 de marzo de 2016. Aceptado: 7 de abril de 2016.

* Agradecemos la participación en la elaboración de este artículo al doctor Erasmo Orrantía y a los maestros Wilber Antúnez, Carlos Ornelas, Karla Campos, Ernesto Guerrero, Oscar Solís, Raúl Ochoa y Pedro Piza.

** Realizó estudios de licenciatura, maestría y doctorado en física, en la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional Autónoma de México. Actualmente, es Investigador Titular C en el Centro de Investigación en Materiales Avanzados (CIMAV), teniendo a su cargo la Coordinación del Laboratorio Nacional de Nanotecnología, desde su creación en el año 2006.

IMAGEN 1. Microscopio electrónico de barrido JEOL, JSM 5800-LV.



Especificaciones:

- Filamento de tungsteno.
- Modo de alto y bajo vacío.
- Resolución: 3.5 nm (alto vacío).
- 5 nm (bajo vacío).
- Voltaje acelerador: 0.3 a 30 Kv.
- Detectores de electrones secundarios y retrodispersados.
- Sistema de microanálisis EDS (espectroscopía por dispersión de energía).

IMAGEN 2. Microscopio electrónico de transmisión PHILIPS, CM-200.



Especificaciones:

- Filamento de hexaboruro de lantano.
- Voltaje máximo de aceleración: 200 kV.
- Máxima resolución punto a punto: 0.27 nm.
- Modos TEM/STEM.
- Sistema de adquisición de imágenes CCD.
- Portamuestras de calentamiento.
- Análisis de imágenes con resolución de 0.25 nm (2.5×10^{-10} m).
- Análisis de imágenes en el modo STEM (microscopía electrónica de transmisión modo barrido).
- Análisis elemental por espectroscopía por dispersión de energía de rayos X (EDS).
- Espectroscopía de pérdida de energía de electrones, EELS (composición, estados de oxidación y propiedades ópticas).
- Difracción de electrones por área selecta, haz convergente y micro-difracción.

IMAGEN 3. Microscopio de fuerza atómica VEECO, SPM MultiMode.



Especificaciones:

- Microscopio con Cabezal MultiMode SPM (Tapping, Contacto, STM).
- Controlador NanoScope versión IVa.
- Ruido > 0.3 Å RMS en eje Z, con aislamiento de vibraciones.
- Tamaño de muestra ≤ 15 mm en diámetro, ≤ 5 mm en espesor.
- Aislamiento de vibraciones: cubierta acústica, mesa de aislamiento de vibración integrada (> 1 Hz)
- Sistema de visión óptico.

En 2004, el CIMAV creó el “Programa Académico Institucional de Nanotecnología 2004-2012”, cuyo objetivo primordial fue: Asumir el liderazgo nacional y contar con reconocimiento internacional en el campo de la nanociencia y la nanotecnología. Una de las acciones fundamentales para alcanzar dicho objetivo ha sido, desde entonces, contar con la infraestructura experimental e instalaciones de soporte adecuadas para el desarrollo de este campo del conocimiento.

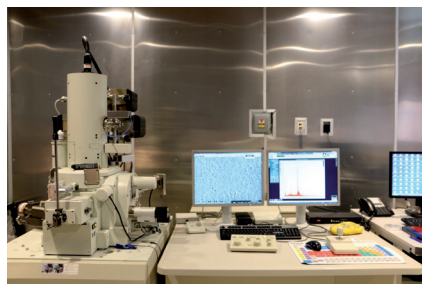
En 2006, el CONACYT generó una convocatoria para el “Establecimiento de Laboratorios Nacionales de Infraestructura Científica y Desarrollo Tecnológico (Biotecnología, Nanotecnología, Cómputo Avanzado, Energías Alternas)” con el objetivo de equipar con infraestructura especializada a las instituciones de ciencia, tecnología e innovación para expandir sus capacidades de servicio técnico, académico y de investigación con estándares de calidad internacional.

Un laboratorio nacional es una unidad especializada para reforzar la infraestructura y equipamiento para el desarrollo científico y la innovación en temas fundamentales, con el fin de optimizar recursos, generar sinergias y ofrecer servicios constantes y de calidad. A través de convocatorias, el CONACYT apoya la formación de estas unidades para incidir en la formación de recursos humanos de calidad y que sean capaces de ser autofinanciables.

Los resultados de la convocatoria para la creación de Laboratorios Nacionales se dieron a conocer a finales de 2006, siendo el CIMAV la primera opción de la propuesta sobre Nanotecnología, creándose así el Laboratorio Nacional de Nanotecnología *nanotech*, con un monto total aprobado de \$ 20'000,000.00

Con el presupuesto aportado se inicia la adquisición de 4 microscopios electrónicos y un difractor de rayos X, incrementando la infraestructura del nanotech (imágenes 4, 5, 6, 7, 8).

IMAGEN 4. Microscopio electrónico de barrido de emisión de campo de ultra alta resolución JEOL, JSM-7401F.



Especificaciones:

- Cañón de emisión de campo cátodo frío (cold FE).
- Resolución:
- 1.0nm (15kV).
- 1.5nm (1.0kV).
- Voltaje acelerador: 0.1 a 30 kV.
- Detectores de electrones secundarios y retractable de retrodispersados.
- Detectores de electrones secundarios y retrodispersados *in-lens* con filtro “r”.
- Modo haz atenuado (*gentle beam*).
- Detector de modo STEM.
- Sistema de microanálisis EDS (espectroscopía por dispersión de energía).

IMAGEN 5. Microscopio electrónico de barrido de emisión de campo FEI, Nova 200 NanoSEM.



Especificaciones:

- Cañón de emisión de campo de 30 kV.
- Modo alto y bajo vacío.
- Resolución: 1.5 nm a 30 kV (alto vacío). 1.8 nm a 10 kV (bajo vacío).
- Voltaje acelerador: 200 V a 30 kV.
- Detectores: Detector de electrones secundarios.
- Detector de electrones retrodispersados.
- Detector modo STEM.
- Sistema de microanálisis EDS.

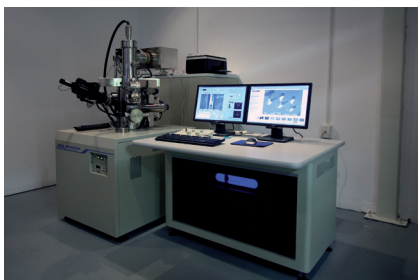
IMAGEN 6. Microscopio electrónico de transmisión de emisión de campo de ultra alta resolución JEOL, JEM-2200FS+Cs.



Especificaciones:

- Cañón de emisión de campo de 200 kV.
- Resolución punto a punto: 0.187 nm en modo TEM.
- Resolución punto a punto: 0.096 nm en modo STEM.
- Corrector de aberración esférica en STEM.
- Filtro de energía tipo omega.
- Sistema EDS Inca.
- Sistema EELS GAT-777 STEMPACK.
- Detector HAADF para imágenes de contraste Z.
- Cámara UltraScan 2k x 2k.
- Portamuestras: calentamiento, enfriamiento, doble inclinación.

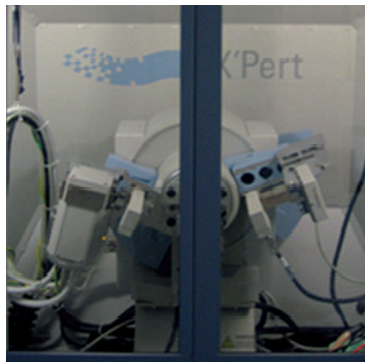
IMAGEN 7. Haz de iones enfocados JEOL, JEM-9320FIB.



Especificaciones:

- Fuente de iones de galio líquido.
- Voltaje de aceleración: 5 a 30 kV (en pasos de 5 kV).
- Resolución de imagen: 6 nm (30 kV).
- Corriente máxima de haz: 30 nA.
- Nanomanipulador Omniprobe 200.

IMAGEN 8. Difractómetro de rayos X Panalytical, XpertPRO.



Especificaciones:

- Con este difractómetro de rayos X es posible trabajar muestras en forma de polvo, láminas y películas delgadas.
- Cámara de calentamiento en la cual se puede alcanzar una temperatura de 2,000° C.
- Alto vacío (bombas rotatoria y turbomolecular).
- El detector X'Celerator es muy rápido (multicanal con 100 detectores).
- Atmósfera controlada.
- Software con una amplia base de datos: ICDD con 186,000 compuestos inorgánicos y orgánicos.
- La indización se realiza mediante *highscore*, basado en el método de Rietveld.

En 2010 se adquieren equipos de espectroscopía óptica ampliando las capacidades de caracterización de materiales del nanotech (imágenes 9, 10).

IMAGEN 9. Espectrofotómetro UV-Vis-NIR Varian/Agilent, Cary 5000.



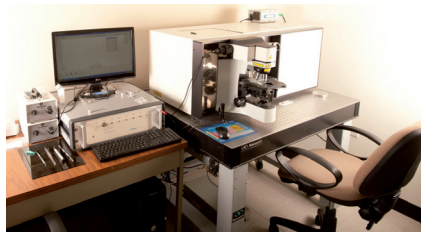
Especificaciones:

- Rango espectral 185-3300 nm.
- Esfera integradora externa DRA2500.
- Absorción de líquidos.
- Transmitancia con servo lineal de 160mm.
- Reflexión absoluta.
- Reflexión variable 20-70°.

El espectrofotómetro permite analizar las propiedades ópticas de los materiales, como son reflexión, transmisión y absorción. Es una técnica no destructiva, pero requiere muestras con superficies promedio de 2 x 2 pulgadas, aunque algunos de los accesorios permiten muestras de menor área.

Algunos análisis incluyen determinación de concentraciones, bandas de absorción, banda prohibida, % de reflexión o % de transmisión (ventanas reflejantes de IR), colorimetría, % de luz difusa, y % de luz especular.

IMAGEN 10. Micro Raman Horiba, LabRam HR VIS-633.



Especificaciones:

- LabRam HR VIS-633.
- Objetivos de 10X, 50X, 100X.
- Y rejillas de 600 y 1800 groves/mm.

La espectroscopía vibracional Raman es una técnica complementaria a absorción infrarroja, permite realizar identificación química y en algunos materiales permite obtener información adicional como es análisis de estrés o compresión mecánica, cristalinidad, temperatura.

En 2014 continúa el crecimiento del laboratorio con la adquisición de dos microscopios más (electrónico de barrido, y, fuerza atómica) (imágenes 11, 12, 13).

IMAGEN 11. Microscopio electrónico de barrido de presión variable HITACHI, SU3500.



Especificaciones:

- Cañón de emisión termoiónica, de 30 kV.
- Modo alto vacío.
- Modo bajo vacío, de 6 a 650 Pa.
- Resolución:
- 2.0 nm a 30 kV, en alto vacío.
- 3.0 nm a 30 kV, en bajo vacío.
- Detectores de electrones secundarios y electrones retrodispersados para alto y bajo vacío.
- Modo 3D en vivo.
- Sistema de microanálisis por EDS (espectroscopía por dispersión de energía).

IMAGEN 12. Microscopio de fuerza atómica Oxford Instruments, MFP-3D Infinity Asylum Research.



Especificaciones:

- <150 pm X-Y; <35 pm Z.
- Tamaño de muestra.
- Hasta 80 mm de diámetro y 10 mm de altura.
- Porta sondas/puntas.
- Modo AC/contacto en aire.
- Modo AC en alto voltaje.
- Convertidor STM.
- Modo de alta frecuencia.
- Módulo de aplicación.
- Accesorio de alto voltaje ($\pm 150V$) para microscopía de piezorrespuesta.
- Escáner.
- Rango lateral (X-Y) 90 μm .
- Rango vertical (Z) 15 μm .
- Técnicas de medición posibles:
- Microscopía de fuerza atómica modo contacto.
- Microscopía de fuerza atómica modo AC (*Tapping*).
- Microscopía de barrido túnel (STM).
- Mapeo de fase.
- Microscopía de piezorrespuesta de alto voltaje.
- Mapeo de fuerza.
- Mapeo de viscoelasticidad AM-FM.
- Microscopía de fuerzas eléctricas.
- Microscopía de fuerzas magnéticas.
- Microscopía de fuerza lateral.
- Microscopía de potencial de superficie (Kelvin Probe Microscopy).
- Nanoindentación y nanolitografía.

IMAGEN 13. Ultracriomicrotomo RMC, PowerTome PC.



Especificaciones:

- Para preparación de muestras para microscopía electrónica.
- Corte automático fino, hasta 5 nanómetros.
- Corte automático grueso, hasta 15 micrómetros.
- Rango de velocidad de corte, desde 0.1 hasta 100 mm / seg.
- Sistema Criogénico (CRX Cryosystem).
- Con un rango de temperatura de 35°C hasta -180°C con estabilidad $\pm 0.1^\circ\text{C}$.

Finalmente, en 2015 se adquiere un microscopio electrónico de transmisión, ampliando el alcance a materiales biológicos (imagen 14).

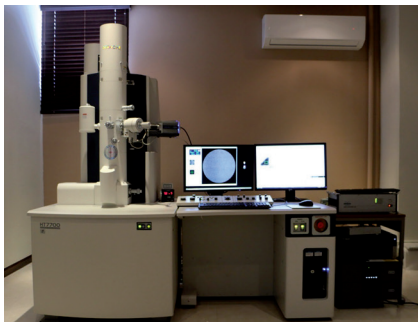
Misión

Propiciar la formación de recursos humanos, la investigación científica y el desarrollo de aplicaciones específicas en actividades de síntesis, caracterización y aplicaciones de sistemas nanotecnológicos, brindando un espacio de colaboración y apoyo a las instituciones y empresas nacionales e internacionales.

Visión

Ser un punto de referencia regional, nacional e internacional en cuanto a la generación de conocimiento enfocado en el entendimiento de los procesos fundamentales de naturaleza física, química y biológica a escala nanométrica y su aplicación a problemas importantes para el desarrollo de los sectores académico, productivo y social en el ámbito nacional, con recursos humanos altamente calificados y un espacio físico, instalaciones y equipamiento de

IMAGEN 14. Microscopio electrónico de transmisión Hitachi, HT7700.



Especificaciones:

Este microscopio electrónico de transmisión tiene la característica de alto contraste y alta resolución con capacidad analítica para muestras biológicas, biomédicas, farmacéuticas, poliméricas y materiales avanzados; además de aplicaciones a la industria.

- Filamento de hexaboruro de lantano.
- Voltaje máximo de aceleración: 120 kV.
- Máxima resolución 0.144 nm.
- Alto contraste y alta resolución.
- Modos TEM/STEM.
- Sistema EDS.
- Sistema de adquisición de imágenes CCD.

vanguardia, que provoquen sinergias a través de la interacción multidisciplinaria.

Objetivo general

Contribuir a la formación de recursos humanos, la investigación científica y el desarrollo de aplicaciones específicas en actividades de caracterización y aplicaciones de sistemas nanotecnológicos, brindando un espacio de colaboración y apoyo a las instituciones y empresas nacionales, mediante la infraestructura humana, de equipamiento y espacio adecuados, en complemento a las existentes en el mismo Centro y en el país.

Objetivos específicos

- Mejorar la calidad y competitividad institucional en la investigación científica, mediante el desarrollo de proyectos de investigación en temas de frontera como son la NyN.
- Generar entre las instituciones académicas y privadas, mecanismos de colaboración orientados al desarrollo y uso de conocimientos, metodologías y técnicas específicas de interés común en NyN.
- Establecer alianzas estratégicas con industrias de alta tecnología, para colaborar en investigación y en la elaboración de productos o servicios especializados.
- Apoyar las redes de investigación, tecnología e innovación que en materia de nanociencia y nanotecnología trabajen en el país, para el desarrollo y cumplimiento de sus objetivos específicos.

Líneas de investigación

- Nanotoxicología
- Nanoestructuras y nanomateriales.
- Caracterización y evaluación de nanomateriales.
- Funcionalización de nanomateriales para medicina y aplicaciones industriales.

Infraestructura

El laboratorio está equipado de tal manera que es posible llevar a cabo el análisis de cualquier tipo de material a muy altas magnificaciones (hasta resolución atómica), para obtener información de morfología, composición elemental, estructura cristalina (SEM y TEM), así como información a nivel atómico de topografía, propiedades magnéticas, eléctricas y mecánicas (AFM).

Es posible identificar fases, cambios en temperaturas de las muestras,

orientación cristalina, compresión y estrés de muestras (Raman), además de propiedades ópticas como reflexión, transmisión y absorción en el rango UV-Vis-NIR (Cary).

Para alcanzar sus objetivos, el Laboratorio Nacional de Nanotecnología cuenta con la infraestructura mostrada previamente en las imágenes 1 a 14.

Capital humano

Capital humano que conforma el Laboratorio Nacional de Nanotecnología:

Investigadores

- Dr. Francisco Espinosa Magaña
- Dr. Mario Miki Yoshida
- Dr. Francisco Paraguay Delgado
- Dr. Sión Federico Olive Méndez

Técnicos académicos

- M.C. Wilber Antúnez Flores
- M.C. Carlos Ornelas Gutiérrez
- M.C. Karla Campos Venegas
- M.C. Ernesto Guerrero Lestarjette
- M.C. Raúl Armando Ochoa Gamboa
- M.C. Oscar Omar Solís Canto
- M.C. Pedro Piza Ruiz

El modelo de operación del Laboratorio se basa esencialmente en la idea de proporcionar una plataforma de trabajo en el área de la nanotecnología, para académicos e industriales del país y del extranjero.

Los usuarios potenciales interesados en la oferta tecnológica y analítica del nanotech pueden obtener la información necesaria en la página web <<http://ntch.cimav.edu.mx/>>, así como solicitar la caracterización de sus muestras o bien en el correo electrónico: (francisco.espinosa@cimav.edu.mx).

Cursos, talleres y asesorías

En 2015 se inicia el proyecto “Escuela de Microscopía” con el objetivo primordial de ofertar, año con año, cursos de capacitación básica y avanzada (teórico-práctico) para la formación de microscopistas y especialistas en nanomateriales. Además de ofrecer capacitación especializada para el sector industrial para la interpretación de resultados de las diferentes técnicas que pueden ser aplicadas en la resolución de problemas y/o mejora de los procesos.

Página web de la Escuela de Microscopía
 <<http://cimav.edu.mx/microscopia/2016/>>.

Cursos

- Microscopía electrónica de barrido.
- Microscopía electrónica de transmisión.
- Microscopía de fuerza atómica.
- Haz de iones enfocados.
- Espectroscopía Raman.
- Difracción de rayos X.

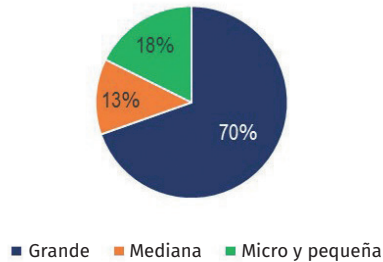
En cumplimiento al objetivo específico “Generar entre las instituciones académicas y privadas, mecanismos de colaboración orientados al desarrollo y uso de conocimientos, metodologías y técnicas específicas de interés común en nanociencia y nanotecnología”, el Laboratorio Nacional de Nanotecnología ha brindado apoyo a distintos grupos académicos de diversas instituciones de educación superior y centros de investigación de todo el país. Entre estas instituciones se encuentran el Instituto Politécnico Nacional, el Centro de Investigación y de Estudios Avanzados, el Centro de Investigación en Química Aplicada, el Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica, el Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, la Universidad Autónoma de Zacatecas, la Universidad Autónoma de Chihuahua, la Universidad Autónoma de Cd. Juárez, la Universidad Autónoma de Nuevo León, la Universidad Nacional Autónoma de México, la Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa, la Universidad Autónoma de San Luis Potosí, la Universidad Autónoma de Sinaloa, Universidad Autónoma del Estado de Morelos, la Universidad Autónoma de Baja California, la Universidad de Ciencias y Artes de Chiapas, la Universidad del Istmo, la Universidad Veracruzana, la Universidad de Guadalajara, la Universidad Tecnológica de

CUADRO 1. Productos académicos generados por el CIMAV con aplicaciones en nanotecnología (periodo 2007- 2015).

PRODUCTOS ACADÉMICOS CIMAV	Total	CON APLICACIONES EN NANOTECNOLOGÍA	%
Artículos publicados en revistas con factor de impacto	1056	477	45%
Proyectos de investigación	466	133	29%
Graduados de doctorado	210	76	36%
Graduados de maestría	264	55	21%
Solicitudes de patente	90	34	38%

Fuente: Elaboración propia.

GRÁFICA 1. Porcentaje de empresas atendidas por tamaño.



Fuente: Elaboración propia.

Chihuahua, la Universidad de los Mochis, el Instituto Tecnológico de Chihuahua y el Instituto Tecnológico de Cancún.

Análisis de servicios especializados a la industria 2007-2015

En este periodo el nanotech ha dado soporte a más de 100 empresas de distintos sectores industriales y regiones del país, a través de su amplia oferta de análisis de laboratorio y servicios para la resolución de problemáticas y mejora de los procesos de este importante sector.

De las empresas que se atendieron, cabe destacar que la mitad son grandes corporativos internacionales (Honeywell, Arrow, Bloom Energy, Bosch, Cav Aerospace, Cessna, Cummins, Delphi, Ford, Henkel, entre otras) que conocen las capacidades del nanotech para atender necesidades específicas en el área de microscopía y quienes además nos comparan con los mejores laboratorios en otros países, con la ventaja adicional de que tienen a mano a quien les puede responder dudas específicas sobre el reporte y valoración que se les entrega al final de cada análisis de muestra.

En varias ocasiones han comparado nuestros análisis con otros laboratorios, resultado de enviar muestras idénticas, con ello podemos constatar que el conocimiento, la alta especialización de nuestro personal aunado a la infraestructura de frontera que forma parte del nanotech, son el mejor activo del CIMAV.