

## MICROANÁLISIS CON SONDA DE ELECTRONES

CURSO DE POSTGRADO NO ESTRUCTURADO

PROFESORES RESPONSABLES:

COLABORADORES: Jorge Trincavelli, Alberto Riveros, Gustavo Castellano

CREDITO HORARIO: 80 hs

FECHA: 2do cuatrimestre del año 2008

### PROGRAMA

Microscopio electrónico de barrido. Introducción a la microscopía electrónica de barrido. Instrumentos y diferentes técnicas: SEM, STEM y TEM. Microscopio electrónico de barrido de alto vacío (SEM), de bajo vacío (LV-SEM) y ambiental (ESEM). Características. Óptica electrónica: Fuente de electrones (filamento de W, de B6La y de emisión de campo (FEG: cañón Schottky y cátodo frío). Lentes electromagnéticas: propiedades, aberraciones. Resolución y profundidad de campo. Magnificación.

Interacción de fotones con la materia, dispersión elástica, Compton y efecto fotoeléctrico. Producción de fluorescencia y producción Auger.

Interacción de electrones con la materia. Dispersiones elásticas e inelásticas. Simulación Monte Carlo. Rango de penetración y distribución espacial de los electrones del haz primario. Relación entre el volumen de interacción y los parámetros energía incidente, número atómico de la muestra y geometría. Electrones secundarios, retrodifundidos y Auger. Rayos X característicos y del continuo. Rango y resolución espacial de las diferentes señales emergentes.

Sistemas de detección. Detectores de electrones. Detector de electrones secundarios: Detector Everhart-Thornley (ET). Detector de electrones retrodispersados: Detector de estado sólido de Si dopado con Litio -Si(Li). Espectrómetros EDS y WDS. Detectores de Si(Li) y Contadores Proporcionales. Resolución. Tiempo muerto. Eficiencia.

Análisis cualitativo. Sustracción de fondo. Intensidad de la línea característica. Análisis semicuantitativo. Análisis cuantitativo. Efectos de matriz. Corrección **ZAF**. Función distribución de ionizaciones  $\phi(\rho z)$ . Análisis de muestras extensas (pulidas y rugosas), delgadas y partículas o inclusiones. Análisis sin estándares

Generalidades sobre preparación de muestras. Preparación de muestras conductoras, no conductoras, biológicas, poliméricas, hidratadas. Métodos de deshidratación, fijación y cubiertas conductoras. Daño de las muestras durante la preparación, observación o análisis. Estrategias de medición. Errores (estadísticos, instrumentales, preparación de muestras, etc). Mínimo límite de detección. Elección de condiciones de excitación, parámetros instrumentales y patrones. Homogeneidad de la muestra. Contaminación por carbono. Daños por radiación. Metalizado.

Posibles líneas de investigación. Determinación de estados de oxidación. Caracterización de líneas satélites. Imágenes cuantitativas, Caracterización de procesos de difusión en bordes de grano, etc

### TRABAJOS PRÁCTICOS

Clases prácticas: Uso de PC con software específico, donde los participantes adquirirán una formación mínima en el procesamiento de espectros, cálculo de efectos de matriz, mínimo límite de detección y elección de las mejores condiciones experimentales para un buen análisis cuantitativo. Utilización de espectros medidos en sistemas dispersivos en energías (EDS) y longitudes de onda (WDS).

## BIBLIOGRAFIA

- \* The Atomic Nucleus, R. Evans, Mc Graw-Hill Book Company, Inc. 1955.
- \* An Introduction To X-Ray Spectrometry, R. Jenkins, Plenum Press, 1972.
- \* X Ray, Electron, And Analytical Chemistry. Spectrochemical Analysis With X Ray. H. Liebhafsky, H Pfeiffer and H Winslow., Wiley Interscience, 1972.
- \* Worked Examples In X Ray Analysis, R. Jenkins and J. de Vries, Phillips Technical Library, 1978.
- \* Handbook of X-Ray Spectrometry, Practical Spectroscopy Series, Van Grieken, R. E. Y Markowicz, A.A., Vol. 14, Dekker. 1993.
- \* Jenkins, R. Y De Vries, J. L., 1975. Practical X-Ray Spectrometry. Philips Technical Library. Second edition . fourth impression, 190 pág.