

Microanálisis con Sonda de Electrones (EPMA)

CURSO DE POSTGRADO NO ESTRUCTURADO

PROFESOR RESPONSABLES: Dr Alberto Riveros

COLABORADORES: Dr Gustavo Castellano, Lic Victor Galván Jose, Dra Alina Guereschi Dr Marcos Oliva

CREDITO HORARIO: 80 MODALIDAD: Curso intensivo

FECHA: del 23 de noviembre al 3 de diciembre del año 2010

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 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.

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

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). Detectores de rayos x. Espectrómetros EDS y WDS. Detectores de Si(Li) y contadores proporcionales. Resolución. Tiempo muerto. Eficiencia. Picos de escape. Picos suma. Asimetría de los picos detectados.

Análisis de elementos: 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: Uso de PC con software específico, donde los participantes adquirirán una formación mínima en simulación Monte Carlo, uso de un microscopio de barrido, procesamiento de espectros, cálculo de efectos de matriz, límite de detección mínima y elección de las mejores condiciones experimentales para un buen análisis cuantitativo **(1ª Semana)**. Caracterización de una muestra mediante la utilización de espectros medidos en la microsonda con espectrómetros dispersivos en energías (EDS) y longitudes de onda (WDS)- **(2ª Semana)**.

Bibliografía

- * The Atomic Nucleus, R. Evans, Mc Graw-Hill Book Company, Inc. 1955.
- * Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis. D. Newbury, D. Joy, P. Echlin, C. Flori, J. Glodstein. 3ª Edición. Springer, 2003.
- * Electron Microscopy, J. Bazzola, L. Russell, Jones & Bartlett Publishers; 2 Sub edition, 1998.
- * Physical Principles of Electron Microscopy: An Introduction to TEM, SEM, and AEM, R. Egerton, Springer, 2005.

- * Handbook of X-Ray Spectrometry, Practical Spectroscopy Series, Van Grieken, R. E. Y Markowicz, A.A., Vol. 14, Dekker. 1993.
- * Electron probe microanalysis and scanning electron microscopy in geology. S. Reed. Cambridge University Press, 1996.
- * Principles of Analytical Electron Microscopy. D. C Joy, Jr. A. D. Romig. and J. I. Goldstein, Plenum Press. New York and London. 1989.
- * Scanning Electron Microscopy - Physics and Image formation and microanalysis, Reimer L. Springer Series in Optical Sciences. Springer-Verlag Berlin Heidelber. 1985.
- * Measuring surface topography with scanning electron microscopy. II. Analysis of three estimators of surface roughness in second-dimension and third-dimension. Bonetto RD Ladaga JL, and Ponz E. Microscopy and Microanalysis, [12, Issue 02](#), pp 178-186, 2006.
- * Characterisation of Texture in Scanning Electron Microscope Images. J. Ladaga, and R. Bonetto. Advances in Imaging and Electron Physics. Academic Press. Edited by Peter W. Hawkes, **120**, pp 136-189, 2002.

- * Lane, G.S. (1972). Dimensional Measurements. In The use of the Scanning Electron Microscope, Hearle, J.W.S., Sparrow, J.T. & Cross, P.M (Eds.), pp. 219-238. Pergamon Press.
- * Fractal surfaces. Russ J.C. Plenum Press, New York and London, 1994.
- *Surface topography as a nonstationary random process. R. S. Sayles, and T. R. Thomas. Nature, **271**, 431-434, 1978.