



**INSTITUTO DE
TECNOLOGIA**

UNIVERSIDAD NACIONAL
DE GENERAL SAN MARTIN

COMISION NACIONAL
DE ENERGIA ATOMICA

**MAESTRIA EN
CIENCIA Y
TECNOLOGIA
DE MATERIALES**

**MICROANÁLISIS
DISPERSIVO EN
ENERGÍA EN EL
MICROSCOPIO
ELECTRÓNICO
DE BARRIDO**

**M. IPOHORSKI
N. J. MARCONE**

**"MICROANÁLISIS DISPERSIVO EN ENERGÍA EN EL
MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO"**

Miguel Ipohorski

Egresado del Instituto de Física "José A. Balseiro".

Desde Marzo de 1964 pertenece al grupo de Investigadores de la Comisión Nacional de Energía Atómica, Gerencia de Desarrollo, Departamento de Materiales.

Miembro del Editorial Board de la Revista "Biocell", y del Advisory Editorial Board de la Revista "Ultramicroscopy".

Actividades: Microscopía Electrónica de Transmisión y Barrido, Microanálisis Dispersivo en Energía, Fractografía, Materiales Compuestos de Matriz Metálica, Recubrimientos, Análisis de Fallas.

Néstor J. Marcone

Responsable del Laboratorio de Microscopía Electrónica del Departamento Materiales de la Gerencia de Desarrollo de la C.N.E.A.

Realizó estadías de entrenamiento en Técnicas de Microscopía Electrónica en el Mellon Institute, University of Pittsburg, cursos sobre el Microscopio Electrónico Phillips EM 300 en Norelco Products Mount Vernon N.Y., y estadías de Perfeccionamiento sobre Microscopía Electrónica de Barrido y Microanálisis Dispersivo en Energía en los Laboratorios de Phillips Eindhoven.

Este curso forma parte de los requerimientos para obtener el grado académico de "Magister en Ciencia Y Tecnología de Materiales" aprobado con nivel nacional por el Ministerio de Cultura y Educación de la Nación en su Resolución N° 3314 del 16 de Diciembre de 1994.

Está organizado en el Instituto de Tecnología, creado el 16 de Noviembre de 1993 a través de un convenio entre la Comisión Nacional de Energía Atómica y la Universidad Nacional de General San Martín.

COPYRIGHT 1984 PMTM/A - 50/83

COPYRIGHT 1994 PMM/A - 140/94 IT/A - 4/94

COPYRIGHT 1995 PMM - 166/95 IT/A - 43/95

AGRADECIMIENTOS

Se desea expresar el reconocimiento a las siguientes personas e instituciones por la colaboración prestada :

- Al Programa Multinacional de Materiales OEA-CNEA, Proyecto Regional de Desarrollo Científico y Tecnológico OEA, por su apoyo y la financiación del presente trabajo.
- Al Dr.J.R.Galvele, Director del Instituto de Tecnología UNGSM-CNEA.
- A la Dra.Alicia Sarce, Directora de la Maestría en Ciencia y Tecnología de Materiales del Instituto de Tecnología UNGSM-CNEA.
- Al Lic.Luis A.Quesada, Secretario Académico del Instituto de Tecnología UNGSM-CNEA.
- A las Sras.Lidia Montes de Novoa y Elida Rodríguez, a la Srta.Edith R.Laiker, y al Sr.Julio Paz, de la Secretaría del Instituto de Tecnología UNGSM-CNEA.
- Al Dr.Raúl A.Versaci y a la Lic.Patricia B.Bozzano por los espectros aportados para el presente trabajo.
- Al Dr.Gustavo L.Vigna por su asesoramiento sobre Microanálisis Dispersivo en Longitud de Onda.
- A las Sras.I.Susana Losada y Fabiana E.Bottini por la obtención de micrografías y espectros, y por la operación del microscopio electrónico.
- A la Srta.Mónica N.Barrientos.
- Al Sr.P.N.Nieto por el trabajo fotográfico.

INDICE

I - MICROANALISIS DISPERSIVO EN ENERGIA

I.1 - Principios del Microanálisis Dispersivo en Energía

I.2 - El Detector de Si (Li)

I.3 - Resolución del Detector

I.4 - Identificación de Elementos

I.5 - Mapas de Distribución de Elementos

I - MICROANÁLISIS DISPERSIVO EN ENERGÍA

I.1 - Principios del Microanálisis Dispersivo en Energía

Cuando un haz de electrones de alta energía (10 a 50 keV) incide sobre la superficie de una muestra, da origen a una serie de señales, ver Fig.I.1. En el presente trabajo se analizará en particular el proceso de emisión de radiación X característica, y la información que se puede obtener a partir de su análisis, sobre la microestructura de la muestra.

Son dos los procesos de interacción entre una muestra y el haz de electrones que dan origen a la emisión de rayos X. Por un lado, los electrones del haz son frenados al aproximarse a la nube electrónica negativa de los átomos de la muestra. Parte de su energía es emitida como radiación electromagnética de longitud de onda muy corta (0.1 a 20 Å) en el rango correspondiente a los rayos X. La cantidad de energía perdida por frenado, que determina la energía de los fotones X emitidos, no es siempre la misma y depende de una serie de parámetros. El espectro total de las energías de los rayos X originados de esta manera se denomina **espectro continuo**, radiación blanca, o *bremstrahlung*. La energía máxima de este espectro corresponde al caso de frenado total, y es por lo tanto igual a E_0 la energía del haz de electrones incidente, ver Fig.I.2.

Por otro lado la energía de los electrones del haz puede ser transferida parcialmente a los átomos de la muestra arrancando los electrones de las distintas órbitas. Las vacancia electrónicas así creadas son inmediatamente llenadas (en menos de 10^{-15} seg) por algún electrón de las órbitas superiores, y la diferencia de energías es radiada en forma de fotones X. La energía de esta radiación es igual a la diferencia entre las energías de ambos niveles, y es por lo tanto característica del átomo considerado. Entonces mediante el análisis de la energía de esta radiación, denominada **radiación característica**, es posible identificar los elementos presentes en la muestra analizada. En la Fig.I.3 se muestra en forma esquemática las principales transiciones posibles, o líneas características que puede emitir un átomo, y la nomenclatura corriente para identificarlas.

Por ejemplo, si un electrón del haz incidente arranca un electrón de la órbita atómica K, un electrón de la órbita siguiente L puede ocupar su lugar, radiando la diferencia de energías entre ambas órbitas como un fotón X denominado **K α** . De la misma manera, aunque con una probabilidad menor, un electrón de la órbita M puede saltar al lugar vacío de la capa K y dar origen a la emisión de un fotón X de energía mayor, denominado **K β** . La energía de cada una de estas radiaciones X es característica de cada elemento de la tabla periódica. En la Tabla I.1 se da un listado de las líneas características de los elementos más livianos de la tabla periódica.

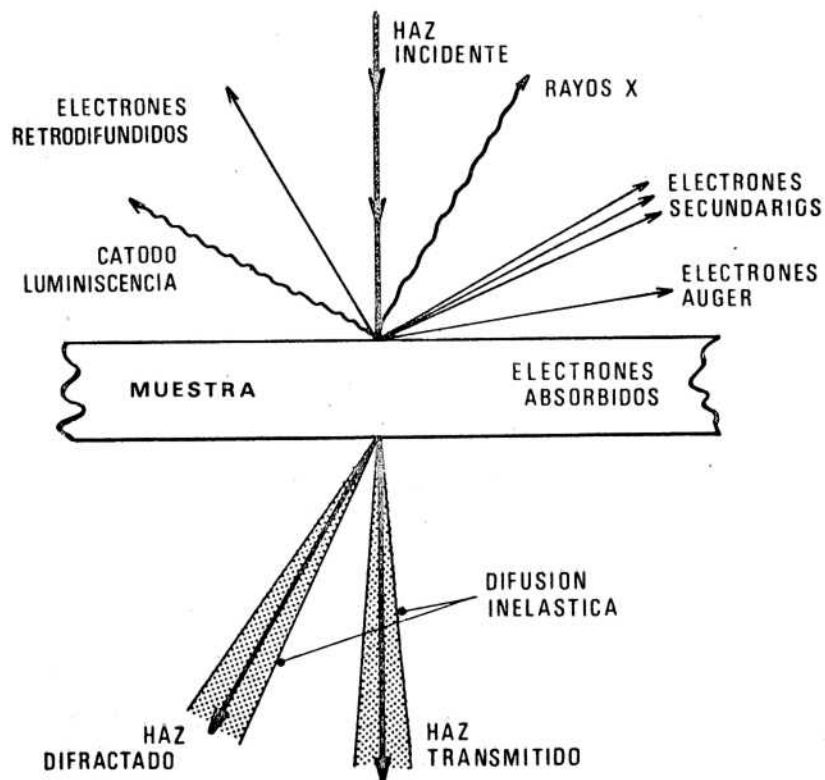


Fig.I.1 - Señales que se originan en la superficie de una muestra como resultado de la interacción con un haz de electrones de alta energía ($\approx 25 \text{ Kv}$). Las técnicas de microanálisis analizan la radiación X característica para identificar los elementos presentes en la muestra.

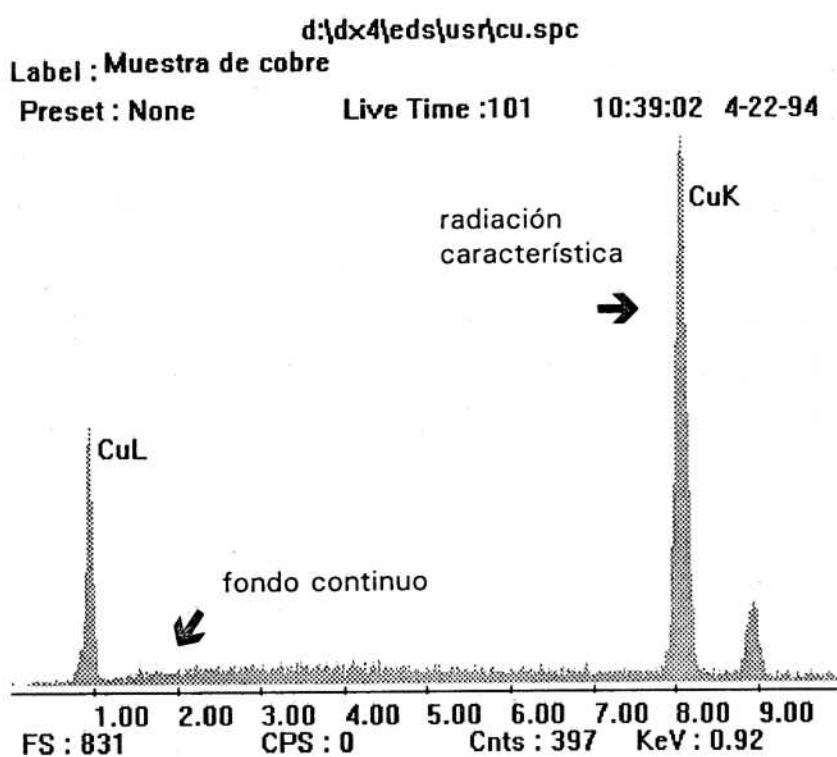


Fig.1.2 - Espectro de Energías de los rayos X emitidos cuando un haz de electrones de 30 keV incide sobre una muestra de Cu. Se ha marcado el espectro continuo (bremstrahlung) y el espectro característico.

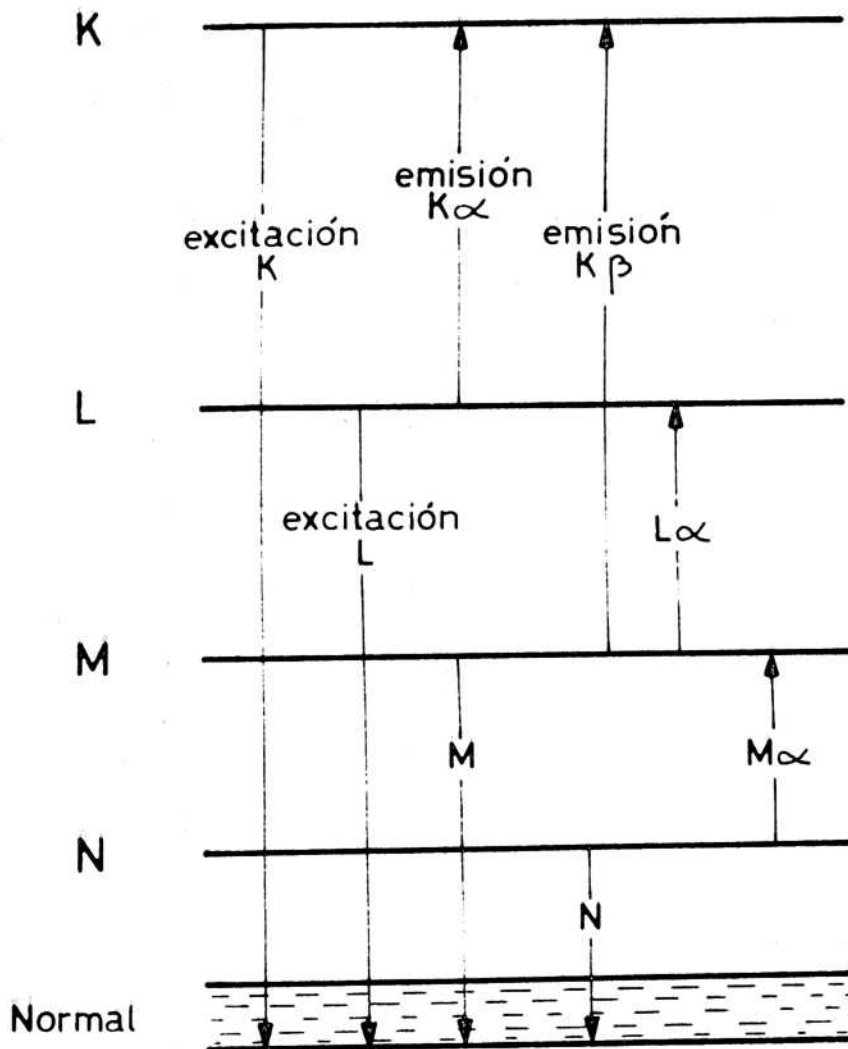


Fig.1.3 - Esquema de las transiciones atómicas que dan origen a la radiación X característica de un elemento químico dado. Por ejemplo, si el haz incidente arranca un electrón de la órbita atómica K, un electrón de la capa siguiente L puede ocupar su lugar y emitir la diferencia de energías como un fotón X, denominado en este caso $K\alpha$.

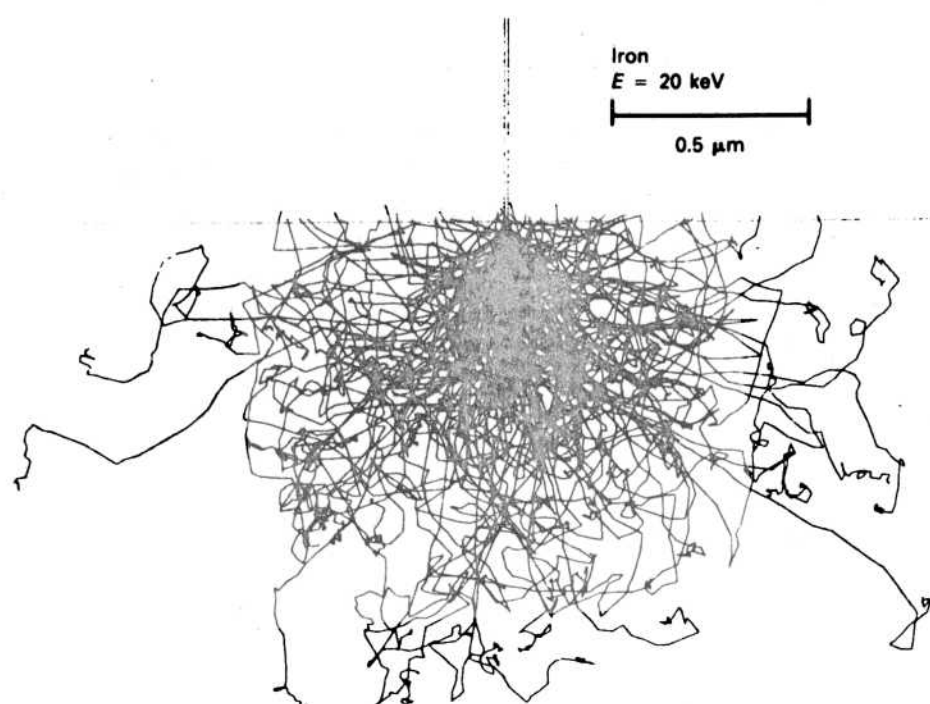


Fig.I.4 - Volumen de interacción de electrones de 20 keV con una muestra de Fe. Cálculo efectuado por el método de Montecarlo, Referencia [6].

La identificación de los elementos presentes en una muestra se centra entonces en la determinación de las energías de los fotones X característicos emitidos. Son dos las técnicas experimentales que se han desarrollado para ello. En el sistema de la Microsonda Electrónica de Castaing, desarrollada hace unas cuatro décadas, se determina la longitud de onda de los fotones X haciendo incidir la radiación sobre un cristal de espaciado conocido d bajo un cierto ángulo θ de tal manera que si se verifica la ley de Bragg

$$2 d \sin \theta = \lambda$$

existe un fuerte haz difractado para la radiación de longitud de onda λ cuya intensidad se puede determinar mediante un detector adecuado, generalmente un contador proporcional. La longitud de onda λ está relacionada con la energía E del fotón X por la relación

$$E (\text{KeV}) = \frac{12.398}{\lambda (\text{\AA})}$$

(1.1)

Puesto que el análisis del fotón X emitido se basa en la determinación de su longitud de onda por técnicas de difracción, este sistema se conoce como **Microanálisis Dispersivo en Longitud de Onda**, o EPS (Electron Probe Spectroscopy). Las características particulares de estas técnicas pueden consultarse en una publicación reciente del laboratorio [1].

En el capítulo presente se describen los principios básicos de una técnica desarrollada en los últimos años, en la cual se mide directamente la energía de los rayos X característicos, y que se denomina por ello **Microanálisis Dispersivo en Energía**, también conocida por sus siglas **EDS** (Energy Dispersive Spectroscopy). Siempre hay que tener en cuenta que longitud de onda y energía están relacionados por la expresión (1.1) y que cualquiera de ellas caracteriza unívocamente la radiación que se analiza.

1.2 - El Detector de Si (Li)

En el sistema dispersivo en energía los rayos X característicos son analizados por un detector de estado sólido. Este consta de una lámina de Si monocristalino dopado con impurezas de Li, Fig.1.5. Cada fotón X que incide y penetra en el detector pierde su energía E por ionización sucesiva de los átomos de Si. Como cada proceso de ionización necesita **3.8 eV** de energía, el resultado final de la interacción es un número N de átomos ionizados, y por lo tanto N electrones libres, igual a

$$N = \frac{E(\text{eV})}{3.8}$$

TABLA I.1

El	Z	K α	K β	L α
Na	11	1.041		
Mg	12	1.253		
Al	13	1.486		
Si	14	1.739		
P	15	2.013	2.137	
S	16	2.307	2.465	
Cl	17	2.621	2.815	
Ar	18	2.957	3.190	
K	19	3.312	3.589	
Ca	20	3.698	4.012	0.341
Sc	21	4.088	4.460	0.395
Ti	22	4.508	4.931	0.452
V	23	4.949	5.426	0.511
Cr	24	5.411	5.946	0.573
Mn	25	5.894	6.489	0.637
Fe	26	6.398	7.057	0.705
Co	27	6.924	7.648	0.776
Ni	28	7.471	8.263	0.851
Cu	29	8.040	8.904	0.930
Zn	30	8.630	9.570	1.012
Zr	40	15.74	17.63	2.042
Nb	41	16.58	18.70	2.166
Mo	42	17.44	19.59	2.293
Au	79			9.712

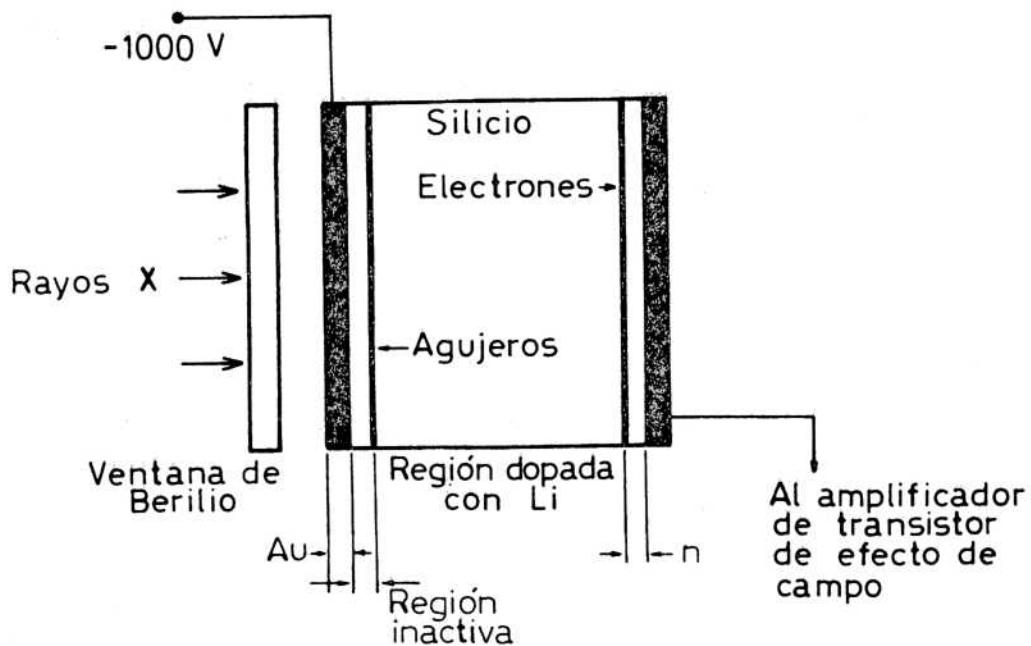


Fig.1.5 - Esquema de un detector de Si(Li) utilizado para la detección de rayos X característicos. Cada fotón X que incide sobre el detector libera su energía E por ionización de los átomos de Si. Las cargas eléctricas así producidas dan origen a un pulso de tensión cuya altura es proporcional a la energía E de la radiación incidente.

Por ejemplo, para la radiación **K α** ($E = 8040$ eV) emitida por un átomo de Cu, cada fotón produce

$$\frac{8040}{3.8} \approx 2100 \text{ electrones}$$

La carga total inducida en el cristal de **Si** es por lo tanto proporcional a la energía de los rayos X característicos de cada elemento. Todos los electrones producidos se colectan en un tiempo del orden del microsegundo por una tensión aplicada al detector. La altura del pulso de tensión resultante es directamente proporcional a **N**, y por lo tanto proporcional a la energía **E** de la radiación X incidente. Un analizador mide la altura de cada uno de estos pulsos y acumula en un sistema multicanal la cantidad de pulsos correspondientes a cada energía medida.

No es necesaria ninguna corrección por tiempo muerto, puesto que el sistema electrónico la tiene en cuenta. El período de conteo es controlado por un reloj electrónico que produce pulsos de frecuencia conocida que son registrados por un escalímetro. La corrección electrónica por tiempo muerto opera interrumpiendo los pulsos del reloj cuando es procesada una señal dada por el detector. Durante este tiempo el analizador no recibe nuevos pulsos y se detiene el conteo del tiempo. El resultado final del conteo durante un cierto tiempo es precisamente el espectro de energías de la radiación incidente que tiene la forma general de la Fig.1.2. Otro ejemplo típico se muestra en la Fig.1.6. El sistema permite también visualizar simultáneamente dos espectros en la pantalla, facilidad muy útil para la comparación directa de los elementos presentes en dos muestras o en dos fases presentes en una misma muestra.

1.3 - Resolución del Detector

La resolución del detector y del sistema de amplificación se mide por el ensanchamiento del pico correspondiente a una energía dada. Se toma generalmente como referencia la línea **K α** del **Mn** correspondiente a 5894 eV. El ancho a la altura mitad del pico (FWHM, Full Width at Half Maximum) se toma como resolución del sistema. En la Fig.1.7 se muestra el pico **Mn K α** obtenido en el laboratorio, siendo la resolución del orden de los 160 eV. Es claro que cuanto menor es este valor, tanto mejor es la resolución y la capacidad del sistema para discriminar entre fotones X de energías próximas. El detector del sistema EDAX 4 instalado en el laboratorio puede detectar las radiaciones características de todos los elementos de la tabla periódica desde el elemento $Z = 11$ (Na) hasta $Z = 92$ (U). Removiendo la ventana protectora de Be es posible extender este rango espectral hasta radiaciones de menor energía, como las del **C**, **N**, **O**, teniendo ciertas precauciones experimentales.

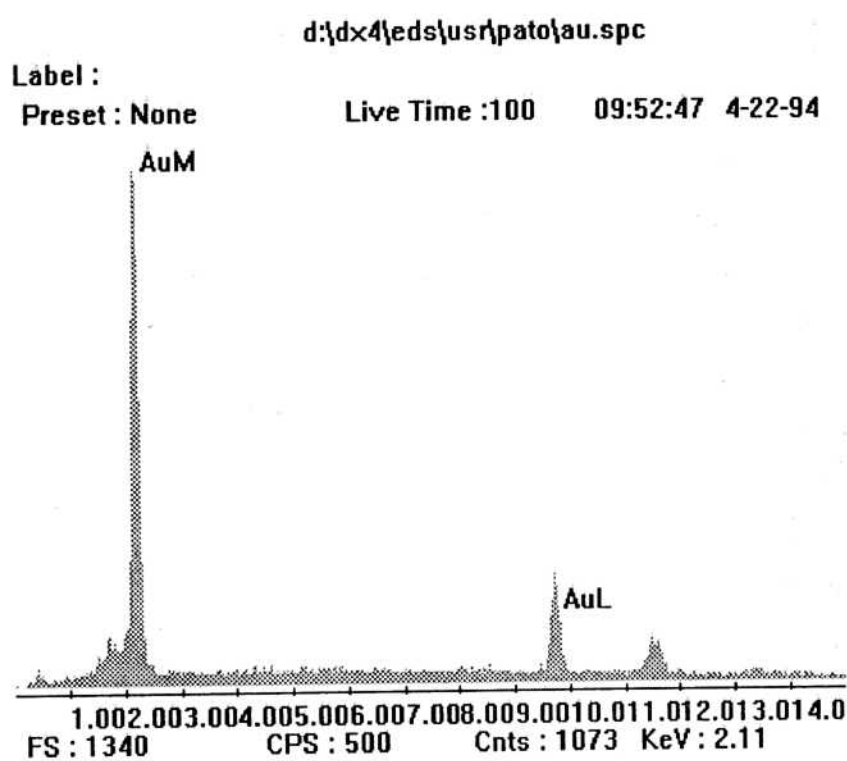


Fig.1.6 - Espectro EDAX correspondiente a una muestra de Au puro. Se nota el pico denominado L, y el pico M de menor intensidad. Escala horizontal : Energía (keV). Escala vertical : Número de Pulsos.

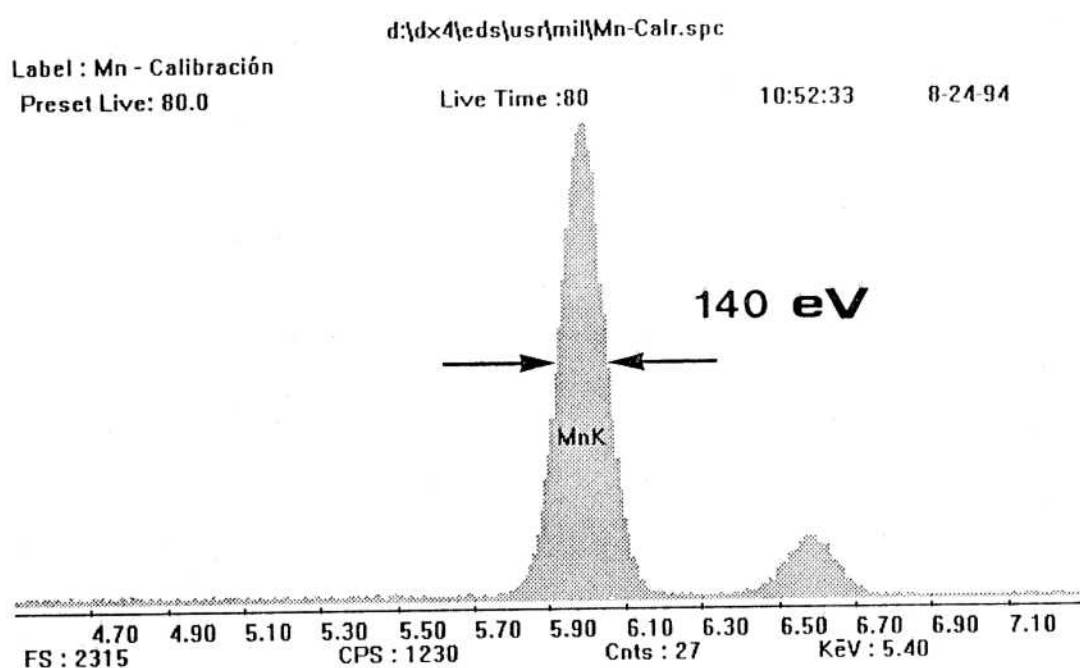


Fig.l.7 - Línea $K\alpha$ del Mn correspondiente a 5894 eV. El ancho a la altura mitad del pico (FWHM, Full Width at Half Maximum) se toma como resolución del sistema. En este caso es igual a 140 eV.

Ambos sistemas tienen sus ventajas y sus limitaciones. El sistema dispersivo en longitud de onda tienen mejor sensibilidad en el rango de las energías bajas, y es por lo tanto más eficiente para detectar elementos livianos. Además, como todo el sistema se ajusta para una longitud de onda dada, se pueden detectar elementos en muy bajas concentraciones.

En cambio, el sistema dispersivo en energía con detector de Si(Li) es ideal para un análisis cualitativo rápido, y registra simultáneamente todos los elementos presentes en la muestra. Esta es una gran ventaja para el análisis de muestras complejas. Asimismo es posible trabajar con un haz de electrones incidentes del orden de 1 nA de intensidad, en vez de los 20nA que se necesitan para un espectrómetro de cristal. Esta ventaja permite analizar una mayor variedad de muestras, incluyendo aquellas fácilmente dañables por el haz electrónico. La sensibilidad del sistema sin embargo no es tan buena como en el espectrómetro dispersivo en longitud de onda, siendo difícil la detección de elementos en concentraciones menores que $\approx 1\%$.

1.4 - Identificación de Elementos

La identificación de los elementos presentes en una muestra mediante la interpretación del espectro es prácticamente inmediata. El sistema guarda en su memoria las energías de las líneas **K**, **L**, **M**, de los elementos comprendidos entre

$$Z = 11 (\text{Na}) \quad \rightarrow \quad Z = 92 (\text{U})$$

El programa permite identificar entonces inmediatamente en la pantalla los picos correspondientes a cada elemento. Además, se visualiza la energía de las líneas en **eV**, el número atómico **Z**, el símbolo químico del elemento, así como la identificación de las líneas del **K**, **L**, o **M**. En el caso de las líneas **K** y **L** aparecen las líneas **K α** , **K β** , **L α** , **L β_1** , **L β_2** , **L γ** . También aparece indicada la escala vertical (VS) y la escala horizontal (VS).

Normalmente no existe indeterminación para la identificación del elemento. En la Fig.1.2 se ve claramente que los centros de los picos del espectro de una muestra de Cu coinciden con la posición de las líneas correspondientes. La de mayor intensidad es la denominada **K α** , y la menor es la línea **K β** . También se observa la línea **L**. Alguna indeterminación puede surgir en caso de superposición de energías. Por ejemplo, un pico ubicado en 5400 eV puede corresponder a la línea **K α** del Cr o a la línea **K β** del V. Pero analizando la posición de las líneas **L** y **m** normalmente se puede resolver esta indeterminación. Así, en este ejemplo, si el elemento analizado es realmente Cr, deberá existir simultáneamente un pico correspondiente a la línea **K β** en 5950 eV de intensidad 6 veces menor. De la misma manera, si el elemento analizado fuera el V, debería aparecer una línea **K α** más intensa en 4950 eV. En las Tablas de Identificación de Elementos (EPIC) aparecen las energías de todas las líneas **K**, **L**, **M**, de los elementos de $Z = 11$ a $Z = 92$, juntamente con la relación de intensidades entre ellas, y la posición de los cantos de absorción correspondientes.

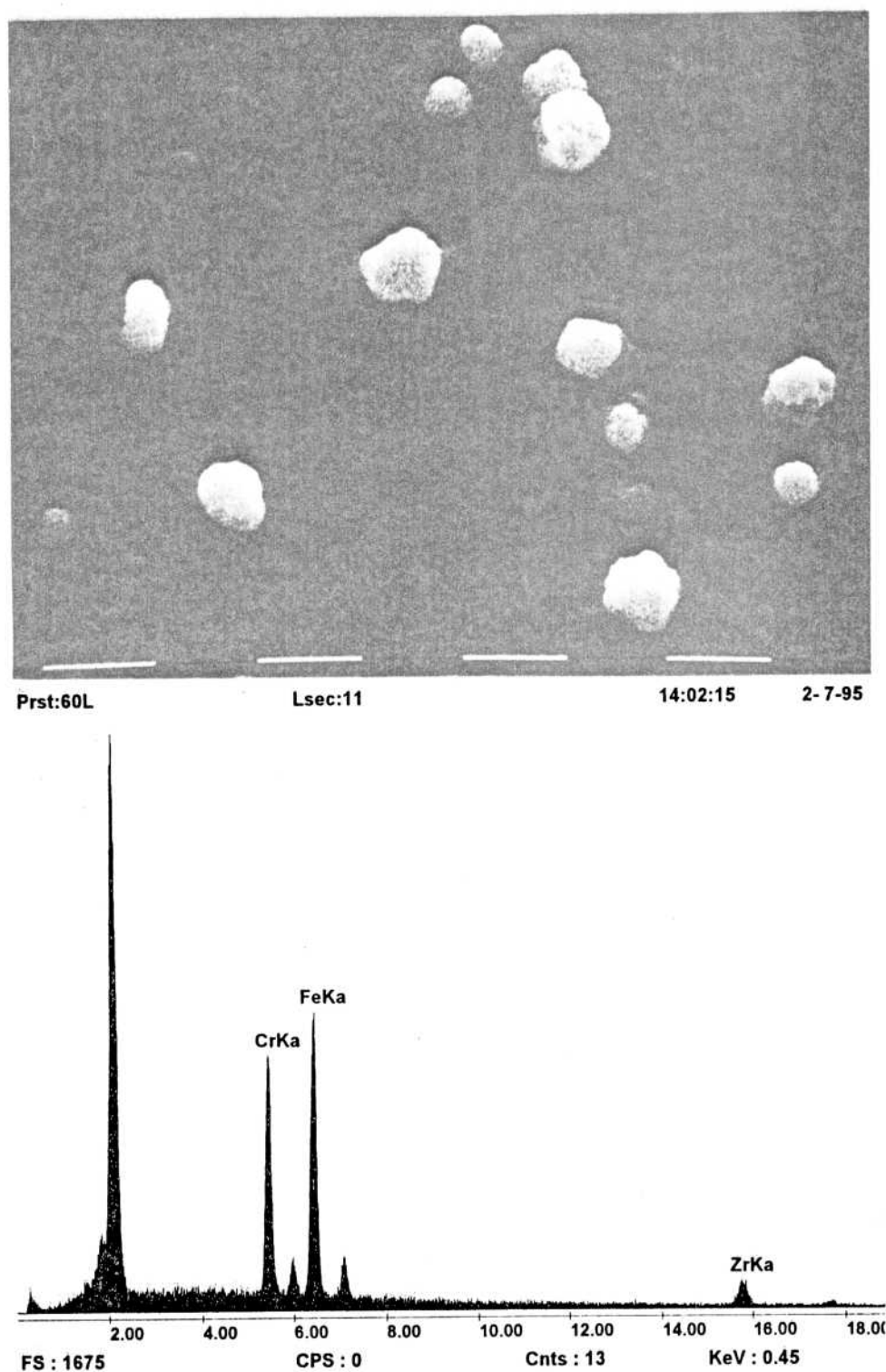


Fig.I.8 - Análisis de la composición de un precipitado en la aleación Zry-4. a) Imagen de Electrones Secundarios. b) Espectro correspondiente al precipitado. Se nota la presencia de Cr y Fe.

Si aún subsiste alguna indeterminación en la identificación de un espectro más complejo, siempre se pueden eliminar los picos de mayor energía disminuyendo la tensión de aceleración del haz electrónico. La identificación de los elementos presentes se puede realizar normalmente sin mayores dificultades, así como tener idea de la concentración por la altura relativa de los picos.

La mayor ventaja del sistema dispersivo en energía es sin duda la posibilidad de obtener en forma rápida el análisis de los elementos presentes en una zona de la muestra de dimensiones del orden de $1\ \mu\text{m}$ previamente seleccionada mediante la observación de la imagen de electrones secundarios. Así por ejemplo en la imagen electrónica de la aleación zircaloy de la Fig.1.8 se nota claramente la presencia de pequeños precipitados de dimensiones próximas a $2\ \mu\text{m}$. Mediante los sistemas de deflexión es posible fijar el haz de electrones sobre una de estas partículas y realizar el análisis de la radiación característica emitida por la misma. El espectro obtenido indica los elementos presentes solamente en la zona analizada (partícula). Solamente es necesario tener en cuenta que en el caso de partículas de dimensiones inferiores al micrón, como los electrones del haz se dispersan en un volumen del orden de $\approx 1\ \mu\text{m}$, en el espectro puede haber contribución de los elementos presentes en las zonas adyacentes (matriz).

Con la información que tiene la memoria del analizador sobre las líneas **K**, **L**, y **M**, no existe normalmente dificultad para la identificación de las líneas de un espectro. En el caso de no poder identificar claramente alguno de los picos, hay que considerar entonces tres otras posibilidades, que dan cuenta de la aparición de picos de menor intensidad en un espectro.

Picos de Escape - Un fotón X incidente sobre el detector de Si(Li) puede excitar uno de los átomos de Si del mismo, utilizando en este proceso una energía igual a **1740 eV** de su energía original E_0 . La diferencia de energías luego produce pares electrones-iones en el detector. Entonces la carga colectada por el detector, y la altura del pulso de tensión, será la correspondiente a una energía

$$E_{\text{es}} = E_0 - 1740\ \text{eV}$$

que se denomina **Pico de Escape**. En el registro del espectro este pico se ubica a 1740 eV por debajo del pico correspondiente al fotón original E_0 . Por ejemplo para una muestra de **Fe** es

$$E_{\text{es}} = 6400 - 1740 = 4660\ \text{eV}$$

La intensidad de los picos de escape puede llegar a ser una fracción apreciable del pico original, particularmente en el rango de las energías bajas.

Picos Suma - Si dos fotones X correspondientes a un mismo elemento (igual energía E_0) inciden simultáneamente sobre el detector de Si, la carga colectada y por lo tanto el pulso de tensión serán los correspondientes a una energía $2E_0$. En el espectro aparecerá entonces una línea adicional ubicada en el canal

correspondiente a $2E_0$. Los picos suma aparecen para grandes intensidades de conteo, puesto que en este caso es cuando aumenta la probabilidad de incidencia de dos fotones al mismo tiempo. Una verificación de que un pico dado corresponde a un pico doble se puede realizar disminuyendo la intensidad de conteo, p.ej. disminuyendo la intensidad del haz incidente de electrones. Otra manera de identificar un pico doble es disminuyendo la tensión de aceleración del haz primario. Por ejemplo, en el caso del $\text{FeK}\alpha$ (6400 eV) el pico doble (12800 eV) aparecerá aún cuando la tensión de aceleración del microscopio sea inferior a este último valor.

Líneas L y M menores - El analizador guarda en su memoria la información sobre las líneas K, L, M, de los elementos comprendidos entre $Z = 11$ (Na) y $Z = 92$ (U). De esta manera es posible identificar fácilmente las líneas $L\alpha$, $L\beta_1$, $L\beta_2$, $L\gamma$, y la más intensa de las líneas M. Sin embargo, existen otras transiciones atómicas, de menor probabilidad, que dan origen a líneas L y M de intensidad mucho menor, del orden del 1 % de las líneas principales. Estas líneas pueden dar lugar a confusión en la identificación de los elementos presentes en una muestra. En estos casos es necesario consultar Tablas de Líneas completas, como p.ej. la denominada ASTM Data DS 46. En el caso del **Au** además de las líneas L y M principales, existen líneas mucho más débiles en 1660 y 8490 eV.

1.5 - Mapas de Distribución de Elementos

El sistema electrónico de todo dispositivo de microanálisis, tanto dispersivo en energía como en longitud de onda, permite la obtención de la distribución de un elemento dado en la zona observada de la muestra. También se suele denominar Mapas de Rayos X (X-Ray Mapping). Mediante el sistema analizador es posible seleccionar un conjunto de canales, denominado genéricamente **ventana**. Se puede variar tanto la posición en energía como el ancho de estas ventanas de manera de hacer coincidir la ventana seleccionada con el pico correspondiente a un elemento presente en la muestra. Entonces, mientras se realiza el barrido de una zona de la muestra, el sistema electrónico permite modular la intensidad de la pantalla de observación con las señales provenientes solamente de la ventana seleccionada. Cada vez que el haz de electrones del microscopio incide sobre una zona de la muestra que contiene el elemento seleccionado, aparecerá en la pantalla un punto brillante. El resultado final de un barrido completo será una distribución de puntos brillantes en las zonas de mayor abundancia de ese elemento. Las zonas de mayor densidad de puntos corresponden a una mayor concentración del elemento.

En la Fig.1.9 se muestra el espectro EDAX correspondiente a una superficie de fractura de un acero con inclusiones de forma más bien alargada, claramente visibles en la micrografía de electrones secundarios de la Fig.1.10 (a). En la Fig.1.10 (b) se muestra el mapa de distribución del elemento **Mn**, que es uno de los elementos presentes en el espectro. En la Fig.1.10 (c) se muestra la distribución del elemento **S**.

Label:

Prst:60L

Lsec:60

15:44:02

2-9-95

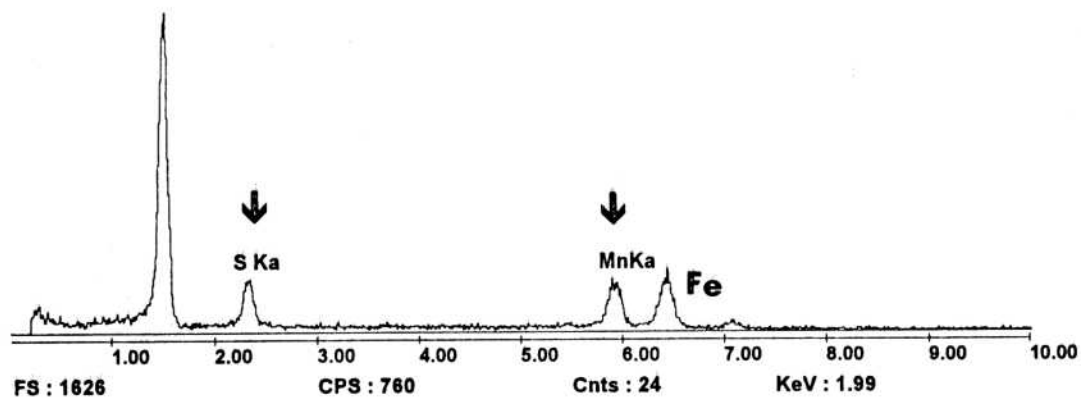


Fig.1.9 - Espectro EDAX correspondiente a la superficie de fractura de un acero que contiene inclusiones alargadas. Se notan las líneas **K α** de los elementos **Fe**, **Mn**, **S**, presentes en la muestra.

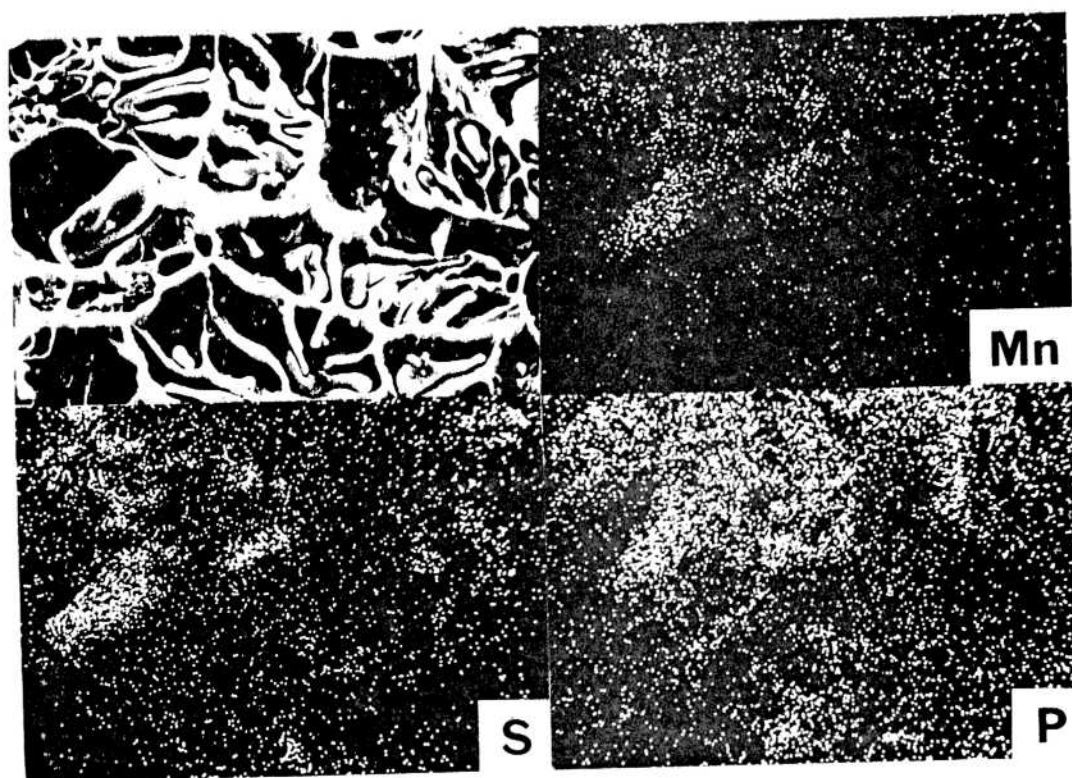


Fig.I.10 - Mapas de distribución de elementos.

a) - Imagen de electrones secundarios b) - Mapa de distribución de **Mn**
c) - Mapa de **S** d) - Mapa de **P**

Se nota fácilmente, comparando la imagen electrónica con los dos mapas de distribución, que las inclusiones son de **MnS**. También se obtuvo el mapa de distribución del elemento **P**, Fig.I.10 (d), sobre la superficie de fractura analizada.

También es posible obtener una representación cualitativa de la concentración de un elemento dado sobre una de las líneas de barrido (Line Scan). El sistema electrónico permite también comparar dos espectros superponiéndolos en un mismo diagrama. En la Fig.I.11 se muestra el caso del análisis de partículas depositadas sobre un sustrato. La observación de los dos espectros muestra claramente que las partículas estaban compuestas por Ca y algo de Si, y que el sustrato era de Ag y Ni.

Con el uso de patrones adecuados y programas de computación es posible realizar determinaciones cuantitativas de elementos. Un primer valor **C'** de la concentración (no corregida) de un elemento dado en la muestra se calcula mediante

$$C' = C_o \frac{I}{I_o}$$

donde

- I** : Intensidad de la radiación característica emitida por el elemento en la muestra analizada
- I_o** : Intensidad de la radiación característica emitida por el elemento en la muestra patrón
- C_o** : Concentración del elemento en la muestra patrón

La relación entre la concentración real **C** y el valor **C'** depende de la composición de la muestra y el patrón, y el valor de **C'** debe ser corregido para tener en cuenta los siguientes efectos

- Absorción de los rayos X analizados
- Efectos de fluorescencia
- Electrones retrodifundidos

Estas correcciones se pueden expresar de la forma

$$C = \frac{F}{F_o}$$

donde **F** y **F_o** son los factores de corrección correspondientes a la muestra y al patrón. Como estos factores son dependientes de la composición

$$F_o = F_o (C_o)$$

$$F = F (C)$$

y la composición no es conocida, son necesarios métodos iterativos y de sistemas de computación adecuados. Asimismo debe tenerse en cuenta el efecto del fondo, que no siempre puede considerarse lineal para un pico dado. Por ejemplo, puede haber discontinuidades apreciables debidas a un canto de absorción en un mismo pico, dado el ensanchamiento propio del detector de Si(Li). Los detalles de los métodos de análisis cuantitativo pueden consultarse en publicaciones del laboratorio [1][4] y también en la literatura [7][8].

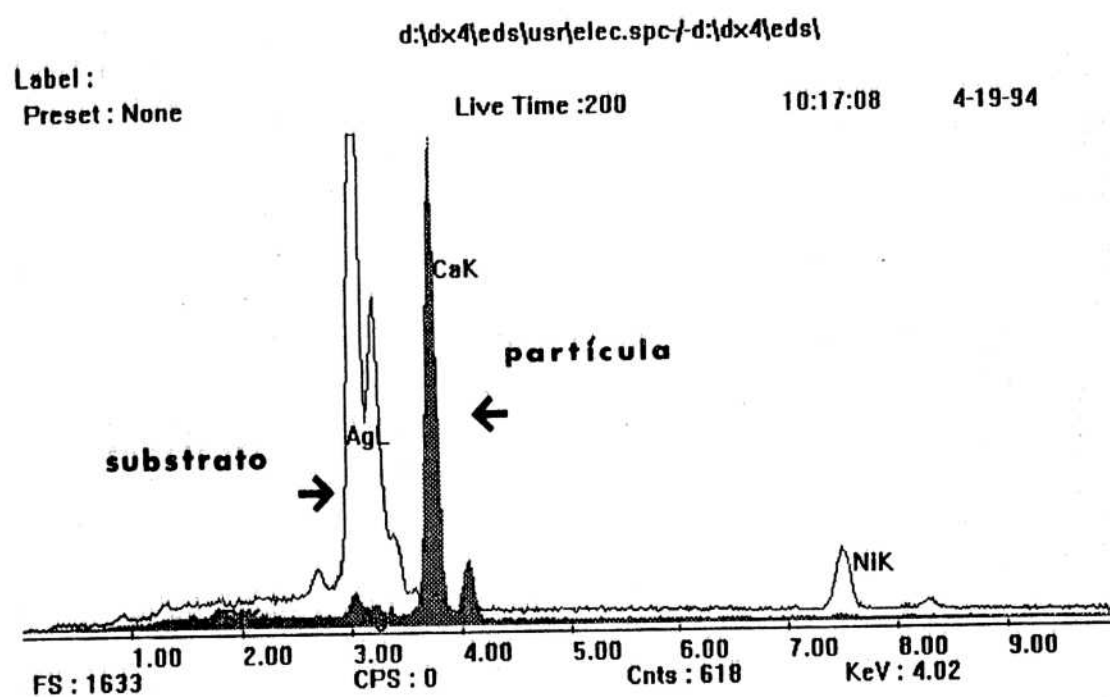


Fig.I.11 - Observación de dos espectros en un mismo diagrama. Las partículas están compuestas por Ca y algo de Si, y el sustrato es de Ag y Ni.

REFERENCIAS

- 1 - Caracterización Puntual de los Materiales por Microsonda Electrónica, G.L.Vigna, PMM/A 128-93, OEA CNEA 1993.
- 2 - D.B.Williams, Practical Analytical Electron Microscopy in Materials Science, Philips Electronic Instruments Inc., Mahwah, N.J., 1984.
- 3 - Metals Handbook, 9th.Edition, Volume 10, Materials Characterization, ASM, 1986, pág.518.
- 4 - Microscopía Electrónica Analítica, R.A.Versaci, PMTM/A-24, Buenos Aires 1987.
- 5 - Técnicas Avanzadas de Microscopía Electrónica, M.Ipohorski y R.A.Versaci, PMTM-A/104, Buenos Aires 1990.
- 6 - Análisis de Superficies, E.A.García y C.Oviedo, OEA-CNEA, PMM/A-136
- 7 - Analysis Using the EDAX 9100 System, EDAX International, 9100 School, Arthur B.Merkle.
- 8 - Electron Beam X-Ray Microanalysis, K.F.J. Heinrich, Van Nostrand, Reinhold Co., New York 1981.