

MICROSONDA ANALÍTICA DE ELECTRONES Y TÉCNICAS AFINES

Víctor Miguel Aramburu - Guillermo Leguizamón - Teresita del Valle Roldán - Elda Marina Zotto - Horacio Brizuela - Silvia Pérez de Heluani - Estela Gomez Pasqualini - Conrado Hoffmann.

Unidad Ejecutora: Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, Universidad Nacional de Catamarca. Facultad de Ciencias Exactas y Tecnología. Universidad Nacional de Tucumán. Facultad de Ciencias Exactas y Tecnologías, Universidad Nacional de Santiago del Estero.

RESUMEN

En estas notas se describe brevemente algunas de las técnicas analíticas basadas en la espectrometría de rayos x (y de otras partículas), que se considera tienen gran importancia por su aplicabilidad en problemas regionales del Noroeste argentino (minería, edafología, problemas ambientales, biología, medicina, tecnología de materiales, etc.).

Se propone la coordinación de los esfuerzos de los centros de investigación de la región Noroeste para desarrollar los grupos de trabajo en la temática en consideración.

Al final presentaremos una breve descripción de los modelos propuestos por el grupo de trabajo para el cálculo de la denominada densidad de generación de radiación X en función de la profundidad en la muestra.

1.- INTRODUCCION

Desde comienzos de siglo se vienen desarrollando métodos analíticos para materiales que se basan en observar el espectro de partículas (generalmente fotones o electrones) que son emitidos cuando la muestra es bombardeada con partículas apropiadas. El ejemplo más antiguo es seguramente la fluorescencia de rayos X. En esta técnica la muestra considerada es irradiada con rayos X, los que producen ionizaciones en los átomos que la componen. Al llenarse los niveles electrónicos que quedaron desocupados se emiten rayos X o electrones. Si se registra el espectro resultante, su estudio permite establecer la naturaleza y proporción de los diversos elementos presentes en la muestra. En el párrafo siguiente daremos una breve descripción de otras técnicas más recientes, en especial de la microsonda analítica de electrones(1).

2- Microsonda analítica de electrones y otras técnicas.

En este instrumento la muestra es bombardeada con un haz de electrones con energía cinética E_0 (usualmente entre los 2 KeV y los 50 KeV). Los electrones producen ionización de capas electrónicas de los átomos que componen la muestra. Cuando los niveles vacíos resultantes son llenados de nuevo por electrones, el balance de energía se produce por: a) emisión de un fotón de rayos X, ó b) emisión de un electrón de Auger. Consideremos primero los fotones emitidos. Si se determina el espectro de rayos X emitido, la presencia de las líneas características de cada elemento nos proporciona ya un análisis cualitativo de la muestra. Si se miden las intensidades de las líneas, y se aplican algunas "correcciones", se tiene un análisis cuantitativo de la muestra. Lo interesante de esta técnica reside en que el haz de electrones tiene una sección del orden de un micrón cuadrado y la profundidad de penetración de los electrones es también del orden de un micrón; se tiene entonces un análisis cuantitativo no destructivo de una porción con un

volumen del orden de un micrón cúbico.

Cuando el haz barre la muestra se tiene entonces un mapa de la composición de la muestra, que exhibe sus variaciones en distancias del orden de un micrón. Ello lleva a la microsonda de electrones a ser un instrumento fundamental en la tecnología de materiales [(2), cap. 9 y 13], ciencias del ambiente, biología [(2), cap. 12 y 13]

3- Otras técnicas afines.

Si en lugar de determinar el espectro de fotones X emitidos se determina el espectro de electrones Auger(3), debemos considerar que, debido a la más fuerte interacción de dichos electrones con la materia de la muestra hace que dicho espectro esté dominado por los electrones que se han originado en las últimas capas atómicas próximas a la superficie. Se tiene así una técnica analítica concentrada en unas pocas capas atómicas superficiales, lo que la convierte en una herramienta fundamental para el estudio de superficies de materiales.

Otra técnica apropiada para el estudio de superficies es la espectrometría de fotoelectrones producidos por rayos X (X-ray photoelectron spectrometry, que en la literatura se abrevia como XPS) (4). En esta técnica la muestra es irradiada por rayos X, que producen fotoelectrones, cuyo espectro nos proporciona información sobre las capas atómicas cercanas a la superficie.

Para finalizar, mencionaremos que en lugar de bombardear la muestra con electrones, podemos hacerlo con otras partículas: protones, partículas α ó iones más pesados. Si estudiamos el espectro de rayos X emitidos en estos casos tenemos las denominadas técnicas analíticas PIXE (particle induced X-ray emission) (5).

4- Modelos para el análisis Microsonda Analítica de electrones y otras técnicas.

La realización de análisis cuantitativo con la microsonda analítica de electrones re-

quiere la aplicación de las denominadas "correcciones de matriz" (6). Para ello es necesario disponer de una estimación de la denominada "distribución de generación de radiación de interés en función de la profundidad en la muestra", $F(rz)$.

La propuesta inicial de este grupo de trabajo consistió en un modelo que utiliza la ecuación de difusión para describir la caminata aleatoria que realizan los electrones inyectados en la muestra (7). La finalidad de este modelo es corregir fallas en la formulación de otros más simples que utilizan una Gaussiana para describir la distribución de los electrones que difunden en la muestra (8). En esos modelos simples, el centro de la Gaussiana se ubica sobre la superficie de la muestra, en contradicción con la condición de contorno en una

superficie que se considera absorbente (los electrones que salen no regresan a la muestra). Este modelo ha sido perfeccionado mediante la formulación de condiciones de contorno para la ecuación de difusión que tienen en cuenta la longitud de saltos de los electrones, (9). Se ha aplicado el método de Pontriaguin para calcular momentos de variables aleatorias asociadas a la caminata aleatoria de los electrones. Este modelo de difusión puede perfeccionarse utilizando una escalera de estados para describir la evolución de la energía del electrón (10).

Un avance importante en la actividad del grupo lo constituyó la utilización del principio de inmersión invariante en la descripción de la caminata aleatoria realizada por los electrones inyectados en la muestra, (11).

REFERENCIAS

- 1) - CASTING R., (1951) Tesis, Universidad de París, Francia.
 - CASTING R. y DESCAMPS J., C. R. Acad. Sci. (1953) 237, 120.
 - CASTING R. y DESCAMPS J., J. Phys. et le Radium (1955) 16, 304.
 - GOLDSTEIN J. Y. et al., "Scanning Electron Microscopy and X - Ray Microanalysis", Plenum Press, Nueva York y Londres (1981).
 - REED J. B., "Electron Microprobe Analysis", Cambridge University Press (1993).
 - RIVEROS J. A., "Microanálisis Cuantitativo, Principios Básicos y Situaciones Experimentales", Serveis Científico-Tècnics. Universitat de Barcelona (1994).
- 2) - MORDECHAI, Ceta et al., Plant Physiol. (1988) 88, 30-36.
 - ANDRZEJ KUCZUMOW et al., X-Ray Spectrometry (1995) 24, 19-26.
- 3) - BRIGGS D. y SEAH M. P. editores., "Practical Surface Analysis" (segunda edición), John Wiley & Sons, Nueva York (1990).
- 4) - Ver ref. 3.
- 5) - KOLTAY E., "Particle-Induced X-Ray Emission: Basic Principles, Instrumentation and Interdisciplinary Applications" en "X-Ray Spectrometry in Atomic and Solid State Physics" J. Gomes Ferreira y M. Teresa Ramos editores, Plenum Press, Nueva York y Londres, (1988), p. 301.
- 6) - SCOTT V. D. and Love G., "Quantitative Electron-Probe Microanalysis", Ellis Horwood Ltd. (J. Wiley & Sons), Nueva York (1983).
- 7) - HOFFMANN C., Anales de la 17^{ma} Reunión de la Sociedad Argentina de Materiales (1993) 241.
- 8) - PACKWOOD R. H. y BROWN J. D., X-Ray Spectrometry (1981) 10, 138.
- 9) - HOFFMANN C., Anales de la 2^{as} Jornadas Argentinas en Ciencias de los Materiales (1993) 259.
- 10) - FANELLI V., PÉREZ S. y HOFFMANN C., Anales del V^o Seminario Latinoamericano de Técnicas de Rayos X. (1997, Córdoba, Argentina).
- 11) - PÉREZ S. y HOFFMANN C., An. de la Sociedad Argentina de Materiales (1993) 41.
 - Pérez S., Tesis Doctoral (en preparación), cap. V.
- 12) - PÉREZ S., Tesis Doctoral (en preparación), cap. VII.