

MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO EN LA CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES

Palabras clave: Poder de resolución, magnificación, haz electrónico, imágenes electrónicas, microanálisis.
Key words: Resolving power, magnification, electron beam, electron images, microanalysis.

Después de una breve introducción sobre el desarrollo de la microscopía óptica se describen los conceptos básicos de poder de resolución, longitud de onda, resolución y magnificación de imágenes. Se detallan luego las características principales y ventajas de un Microscopio Electrónico de Barrido (SEM), de un Microscopio Electrónico de Barrido Ambiental (ESEM) y de un sistema de Microanálisis Dispersivo en Energía (EDS). Se muestran finalmente algunas micrografías típicas SEM y ESEM como ejemplos de que el uso de esas técnicas es actualmente indispensable para la investigación científica y aplicada en las Ciencias de Materiales y de la Vida.

After a short introduction about the development of optical microscopy, basic concepts such as resolving power, beam wavelength, image resolution and magnification are reviewed. The main characteristics and advantages of a Scanning Electron Microscope (SEM), an Environmental Scanning Electron Microscope (ESEM) and an Energy Dispersive Spectrometer (EDS) are later described. Some typical micrographs are finally shown as an example of how SEM and ESEM techniques have become at present an indispensable tool in both advanced research and routine analysis for Materials and Life Sciences.

■ INTRODUCCIÓN

Con buena iluminación y a 30 cm de distancia, el ojo humano puede distinguir dos puntos separados 0,1 mm. Este es llamado *poder de resolución del ojo humano*. Si los dos puntos estuviesen más cerca, nuestro ojo vería una única imagen borrosa. Instrumentos como la lupa o los microscopios ópticos pueden ser utilizados para *magnificar* esta distancia y permitir distinguir detalles separados por distancias mucho menores que el valor mencionado de 0,1 mm.

Con el microscopio óptico se puede *magnificar hasta 2000 veces* (2000x) el tamaño de un objeto y resolver detalles de hasta $0,2 \mu\text{m}$.

Este límite está dado por la naturaleza ondulatoria de la luz visible, ya que la física nos dice que en ningún instrumento se pueden resolver detalles más pequeños que la longitud de onda de la radiación con la que se está observando. En el caso de la *luz visible*, la longitud de onda más pequeña que puede detectar el ojo es precisamente, de $0,2 \mu\text{m}$.

■ Miguel Ipohorski¹ y Patricia B. Bozzano²

¹ Doctor en Física, Universidad Nacional de Cuyo.

Investigador Consulto de la Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA).

Profesor Titular de Caracterización de Materiales, Instituto Sabato CNEA- Universidad Nacional de San Martín (UNSAM).

ipohorsk@cnea.gov.ar

² Doctora en Ciencia y Tecnología, Mención Materiales, Instituto Sabato, Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA) – Universidad Nacional de San Martín (UNSAM).

Investigadora de CNEA, Jefe de la División Microscopía Electrónica, Gerencia Materiales.

Docente del Instituto Sabato CNEA-UNSAM

pbozzano@cnea.gov.ar

■ MICROSCOPIA ELECTRÓNICA

Para poder sobrepasar el límite de resolución de un microscopio óptico es necesario diseñar instrumentos que utilicen otras radiaciones diferentes a la luz visible para formar la imagen. En la década de 1920 diversos descubrimientos comprobaron que un haz de electrones acelerados en el vacío, además de recorrer trayectorias rectas, se comportaba también como una onda similar a la luz visible caracterizada por una longitud de onda 100.000 veces más pequeña.

Cuando las distancias se acortan, las cifras decimales después de la coma aumentan y por eso los microscopistas utilizamos el *micrón* (que abreviamos "µm") y el *nanómetro* (nm) como medidas de longitud. Un micrón es la milésima parte de un milímetro (10^{-6} metros) y un nanómetro (nm) es la millonésima parte de un milímetro (10^{-9} metros).

Más aún, se encontró que el comportamiento de los electrones frente a campos eléctricos y magnéticos era similar al de la luz visible en espejos y lentes. Precisamente, un haz de electrones acelerados por un alto potencial eléctrico (25.000 Voltios) constituye la fuente de radiación de un microscopio electrónico de barrido (SEM por Scanning Electron Microscope).

Un haz de electrones acelerados a 100 000 V, posee una longitud de onda de $\lambda = 0.0037 \text{ nm}$

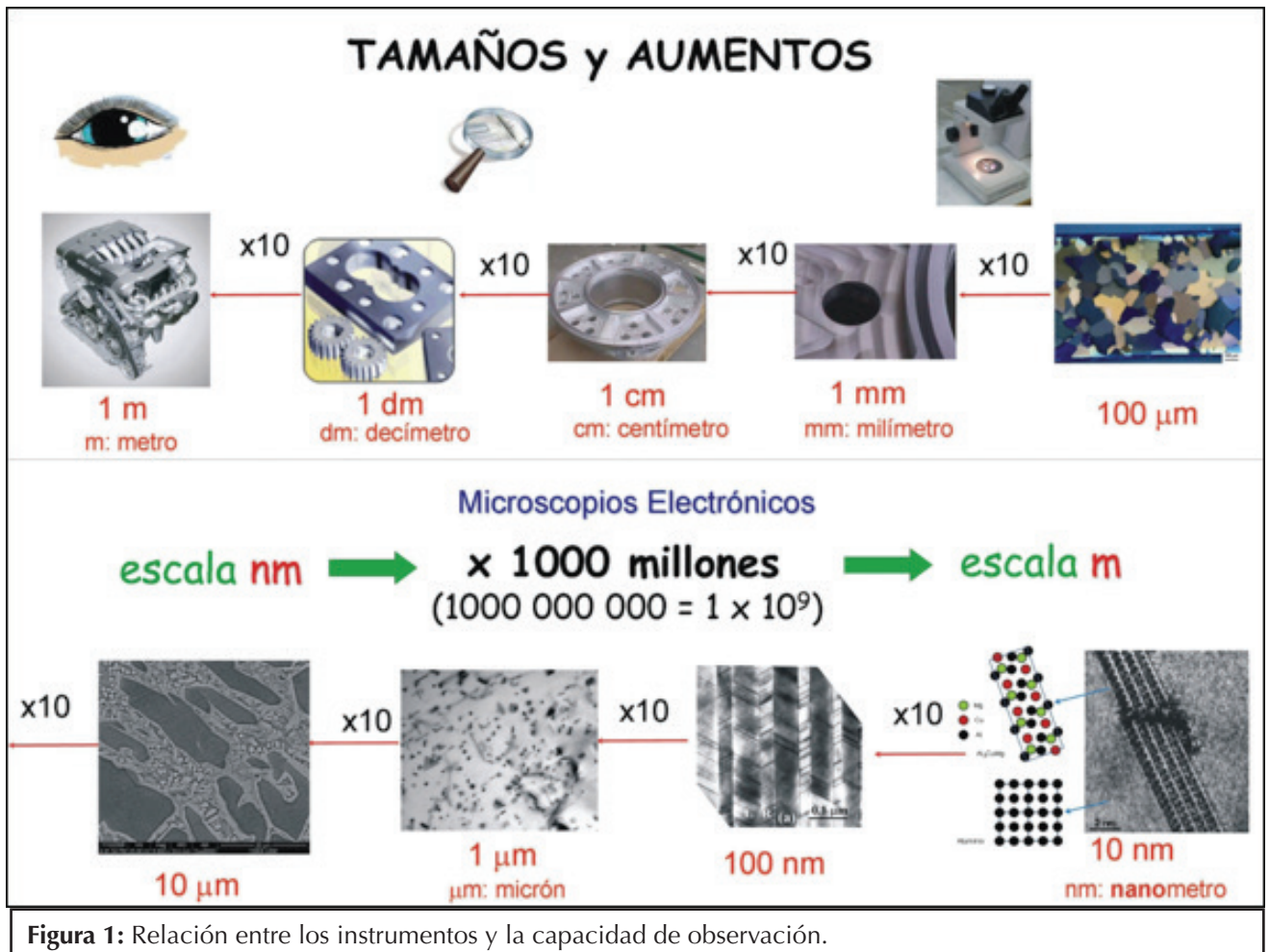


Figura 1: Relación entre los instrumentos y la capacidad de observación.

Si bien estos microscopios comenzaron a desarrollarse comercialmente alrededor de 1960, su performance y facilidad de operación fue mejorando continuamente. Un instrumento moderno permite observar muestras con una resolución de unos 4 nanómetros con magnificaciones de hasta 300.000x. Se pueden obtener así imágenes de todo tipo de materiales estructurales o de material biológico con un mínimo de preparación previa y observar directamente todo tipo de superficies con una gran *profundidad de foco*. Ésta es una característica privativa de los instrumentos electrónicos que permite la obtención de micrográficas en foco de superficies irregulares como una superficie de fractura.

Para esto solamente es necesario asegurar que las muestras sean limpias, secas, resistentes al alto vacío del instrumento y buenas conductoras eléctricas. Si se trata de observar un material no conductor, normalmente se recubren las muestras con una delgada capa metálica, p.ej. oro, o desecando previamente las muestras que tuviesen altos contenidos de vapor de agua.

Las continuas mejoras condujeron al desarrollo en la década de 1980 del denominado Microscopio Electrónico Ambiental (ESEM por Environmental Scanning Electron Microscope). En estos instrumentos avanzados se puede alterar el alto vacío alrededor de la muestra con una pequeña sobre-presión pudiéndose obtener imágenes electrónicas de resolución similar a la de un microscopio electrónico de barrido convencional. Este nuevo tipo de instrumentos permite entonces la observación de toda clase de muestras no conductoras, así como muestras biológicas hidratadas o contaminadas, superando las restricciones originales debidas al alto vacío exigido de la columna del microscopio.

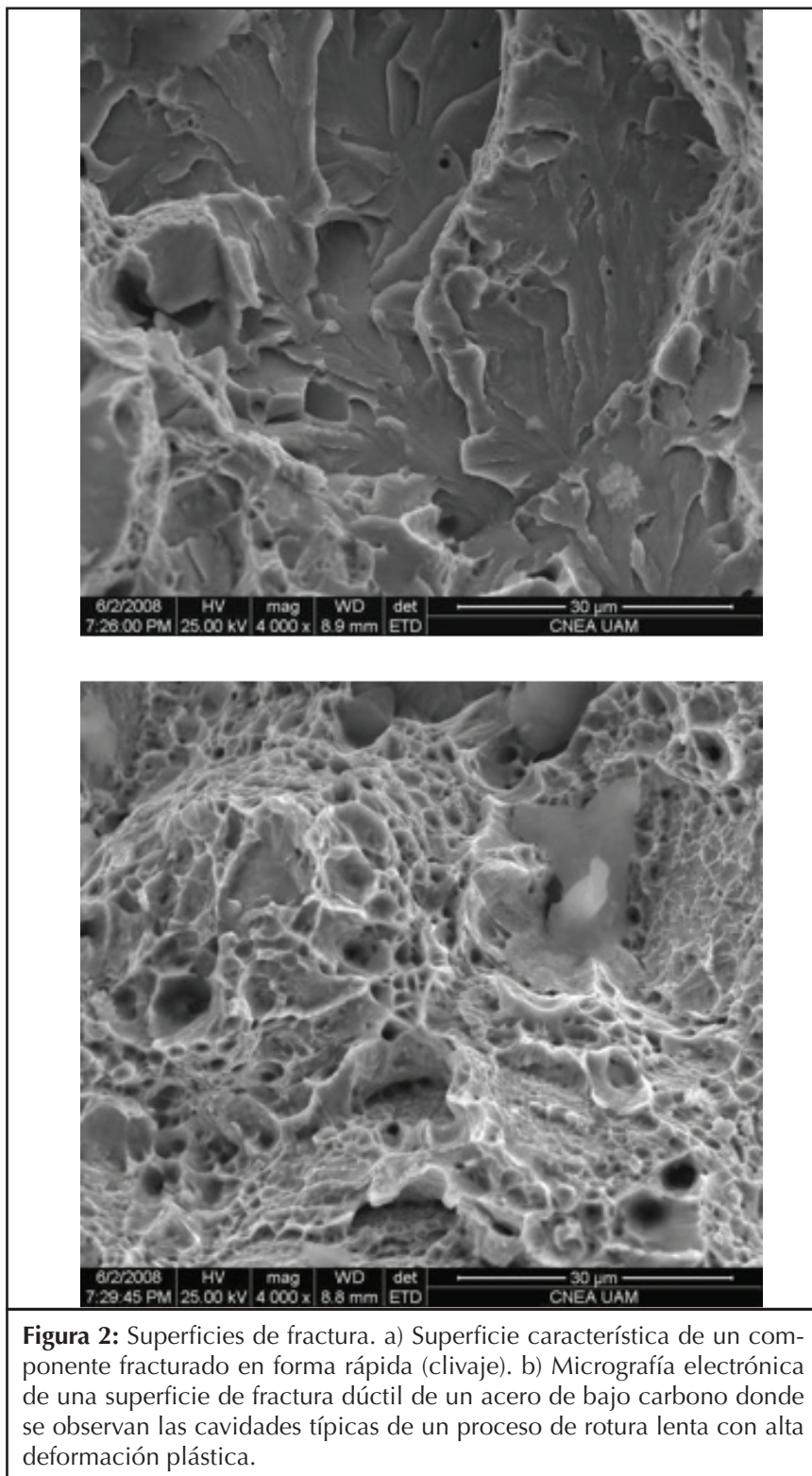


Figura 2: Superficies de fractura. a) Superficie característica de un componente fracturado en forma rápida (clivaje). b) Micrografía electrónica de una superficie de fractura dúctil de un acero de bajo carbono donde se observan las cavidades típicas de un proceso de rotura lenta con alta deformación plástica.

■ EL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO CONVENCIONAL

Las imágenes de un microscopio electrónico se obtienen mediante la detección, procesamiento y visualización

de las señales resultantes de las interacciones entre un haz de electrones de alta energía con la materia. Estas interacciones pueden proporcionar información sobre topografía, composición y estructura

La presión atmosférica normal es de 760 mm de Hg. Actualmente, se utiliza el Pascal (Pa) y la presión atmosférica expresada en esa unidad es igual a 100 000 Pa. La presión en la columna de un microscopio electrónico es aproximadamente $2.5 \cdot 10^{-5}$ Pa (0,000025 Pa). Luego, la cantidad de moléculas de aire es realmente pequeña y la probabilidad de que un electrón se encuentre con una de ellas prácticamente nula, permitiendo así obtener imágenes electrónicas con la máxima resolución.

cristalográfica. En esta sección se describirá el mecanismo de formación de las imágenes electrónicas y los principios que determinan su alto poder de resolución.

Todos los microscopios electrónicos de barrido constan de un cañón electrónico en una columna de alto vacío, del orden de 10^{-5} mm de Hg, en la cual se genera un haz de electrones de alta energía (5 - 30 kV). Este haz es colimado por una serie de lentes electrónicas y focalizado sobre la muestra analizada. Los detectores registran las señales originadas por la interacción entre el haz de electrones y la muestra, que son procesadas y visualizadas en el sistema final de observación (monitor o pantalla de computadora). El cañón electrónico es el primer componente de la columna del microscopio y es el que produce el haz de electrones. Consta de un filamento emisor de electrones que son luego acelerados por un ánodo polarizado positivamente a una tensión variable entre unos 5 y 30 kV. Actualmente existen diferentes tipos de cañones

electrónicos. El sistema original de filamento de tungsteno está siendo reemplazado por el cátodo de LaB_6 y el cátodo frío de emisión de campo (FEG). Los correspondientes diseños del cañón son ciertamente diferentes pero todos ellos constituyen la primera parte del sistema óptico electrónico que origina el haz de electrones. Este haz es luego colimado por una serie de lentes electrónicas y pequeñas aperturas hasta que es focalizado sobre la superficie de la muestra. Resulta intuitivo que el diámetro de este haz de electrones es uno de los factores que determina la resolución final de la imagen. Un sistema de bobinas desvía este haz de tal manera que una zona de la superficie de la muestra es continuamente explorada (scanning) y las señales resultantes son registradas por los detectores.

La parte final de la columna del microscopio electrónico es la cámara con cierre de vacío que contiene la platina donde se coloca la muestra. Un conjunto de controles externos permite desplazar esta platina

según los tres ejes **xyz** y variar su orientación según dos ejes de rotación. En esta cámara se colocan los detectores para registrar las distintas señales emitidas por la muestra.

■ FORMACIÓN DE IMÁGENES

En un microscopio electrónico de barrido la imagen se obtiene a partir de las señales emitidas por la muestra y se va formando a medida que el haz de electrones se desplaza sobre una porción de su superficie. Este barrido (*scanning*) se realiza línea por línea sobre una pequeña zona de forma rectangular (*raster*). Esta zona es la que se visualiza ampliada en la imagen final. A medida que el haz explora la muestra de esta manera la intensidad de la señal generada varía según el punto particular analizado en cada instante. La señal detectada puede ser entonces analizada y amplificada, tanto en su forma analógica como digital, y finalmente procesada convenientemente.

A diferencia de una imagen óptica, el microscopio electrónico de barrido no forma una imagen real del objeto sino que construye una imagen virtual a partir de alguna de las señales emitidas por la muestra. La imagen se visualiza en un tubo de rayos catódicos donde las bobinas de deflexión del haz están sincronizadas con el barrido del haz de electrones en el microscopio. Modulando la intensidad del haz del tubo de rayos catódicos se obtiene finalmente un registro punto a punto en la pantalla que es precisamente la imagen electrónica proporcionada por el microscopio. Actualmente la visualización se realiza en la pantalla de una computadora.

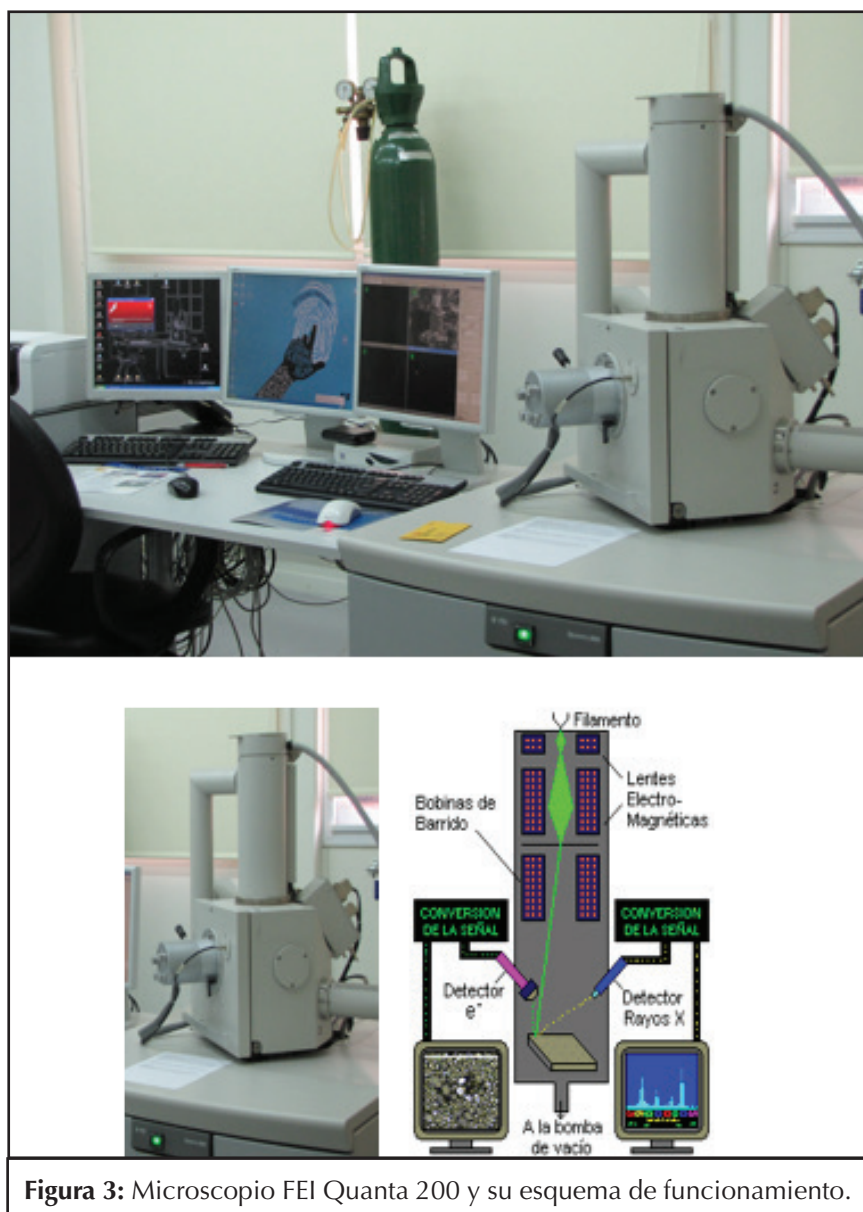


Figura 3: Microscopio FEI Quanta 200 y su esquema de funcionamiento.

■ LENTES ELECTRÓNICAS Y APERTURAS

Las lentes electrónicas (magnéticas) son las que desvían las trayectorias del haz de electrones de manera análoga a una lente óptica que desvía un haz de luz. Los electrones producidos por el filamento emisor son focalizados por el campo magnético de la lente electrónica. El objetivo del sistema óptico electrónico es proyectar sobre la muestra un haz de dimensiones mínimas.

Las lentes magnéticas, al igual que las lentes ópticas, presentan

aberraciones. La aberración esférica proviene del hecho que los rayos no paraxiales, los que forman ángulos mayores con el eje óptico del sistema, son más desviados que los rayos que forman pequeños ángulos con dicho eje. La aberración cromática proviene de los distintos ángulos de desviación de electrones que no tienen la misma energía. Debido a estas aberraciones no todos los electrones provenientes de la fuente convergen exactamente sobre el mismo punto de la muestra.

Las aperturas, que están centradas en el eje óptico del sistema,

limitan la divergencia angular y definen el diámetro final del haz de electrones sobre la muestra. También limitan los haces que forman altos ángulos con el eje óptico reduciendo de esta manera el efecto adverso de la aberración esférica. Para cada valor de la corriente del haz existe un diámetro óptimo de las aperturas para minimizar los efectos de las aberraciones sobre el diámetro final del haz.

A medida que el haz de electrones es focalizado por las distintas lentes, cada apertura elimina los electrones que se apartan del eje óptico mejorando el diámetro final del haz pero disminuyendo la intensidad del mismo. Es claro entonces que siempre existe un compromiso entre el tamaño final del haz sobre la muestra y la intensidad de la corriente electrónica. Aperturas más grandes y lentes menos potentes contribuyen a aumentar la intensidad de la corriente del haz pero a expensas de un aumento del diámetro final proyectado sobre la muestra. Para obtener imágenes de alta resolución se necesita un haz de sección mínima sobre la muestra.

Por otro lado, es necesario tener en cuenta que la información mediante la cual se forma la imagen en un microscopio electrónico de barrido proviene de variaciones de una dada señal. Para corrientes de haz bajas, las fluctuaciones estadísticas en su intensidad comienzan a influir en la calidad de la imagen y a cobrar importancia frente a las fluctuaciones de los detectores o amplificadores de la señal. Es decir que debajo de un cierto valor de la corriente o de la sección del haz, el ruido electrónico enmascara la mejora teórica de la resolución.

También es necesario aclarar que la corriente del haz electrónico, tal como se mediría después de la últi-

ma apertura del microscopio, es en realidad mayor que la corriente real que incide sobre la muestra. Esto es debido a la dispersión del haz por las moléculas de gas remanentes alrededor de la muestra. En el caso del microscopio SEM convencional, con una columna de alto vacío, el proceso de dispersión mencionado es mínimo pero no sucede lo mismo en un microscopio ambiental ESEM.

■ DIÁMETRO DEL HAZ - RESOLUCIÓN

La resolución es el parámetro que define la calidad de todo microscopio y se puede definir como la dimensión más pequeña que puede detectar o también como la mínima distancia entre dos puntos adyacentes a partir de la cual el instrumento proporciona una imagen definida de los dos puntos. La resolución se especifica en unidades de dimensión, nanómetros (nm) o unidades Angstrom (\AA) ($1 \text{\AA} = 0,1 \text{ nm}$). Una mejor (*más alta*) resolución corresponde a un valor menor de esa dimensión.

El diámetro del haz de electrones que incide sobre la muestra es uno de los factores que determinan la máxima resolución de un microscopio electrónico. Es claro que un SEM no puede resolver detalles más pequeños que este diámetro. Con una adecuada combinación de la tensión de aceleración, corriente del haz y distancia de trabajo lente-muestra se pueden minimizar entonces las dimensiones del haz incidente. Otros factores que determinan la resolución dependen de la naturaleza de la muestra y el tipo de señal utilizada para obtener la imagen.

■ VOLUMEN DE INTERACCIÓN

Las señales que se utilizan para la obtención de la imagen provienen de un cierto volumen debajo de la superficie de la muestra. El haz de

electrones penetra una cierta distancia debajo de la superficie e interactúa con los átomos de la muestra a lo largo de su trayectoria. Las señales que se originan por estas interacciones provienen entonces del llamado **volumen de interacción**. La forma y dimensiones de este volumen son otros factores que determinan la resolución del microscopio. En la figura 4 se esquematiza la forma característica de este volumen y los tipos de señales generadas por la interacción electrón-muestra. Se puede ver que siendo las dimensiones de este volumen mayores que el diámetro del haz incidente son las que, finalmente, limitan el poder de resolución de un SEM.

■ TENSIÓN DE ACELERACIÓN DEL HAZ

La tensión de aceleración del haz, del orden de los 30 kV, determina la energía con la cual inciden los electrones sobre la muestra y por lo tanto las dimensiones del volumen de interacción. Los electrones de mayor energía pueden penetrar más en la muestra y pueden generar señales originadas a mayores profundidades. También la energía del haz primario determina la probabilidad de un tipo de interacción particular. Por un lado, un mayor volumen de interacción significa una peor resolución pero también para una mayor energía del haz las aberraciones de las lentes magnéticas son menores.

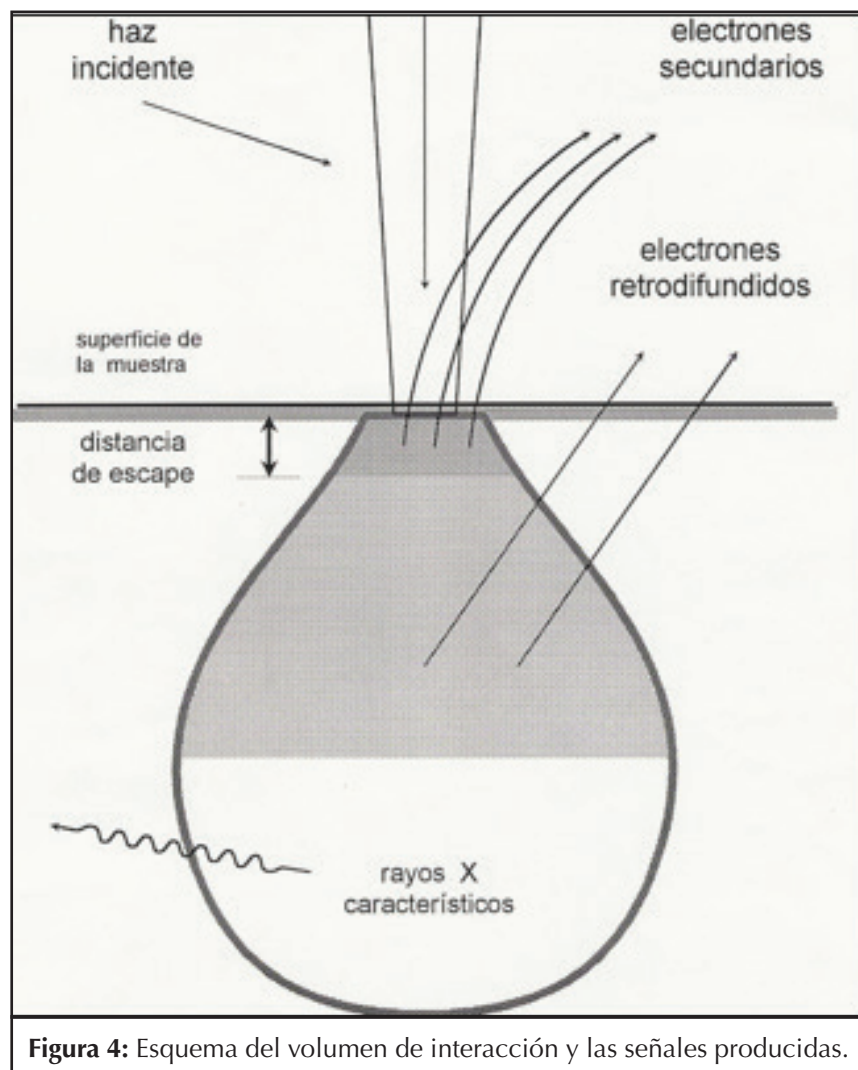


Figura 4: Esquema del volumen de interacción y las señales producidas.

Las condiciones particulares de la observación determinan cual de los dos efectos es el predominante.

■ COMPOSICIÓN DE LA MUESTRA

La composición de la muestra afecta tanto la profundidad como la forma del volumen de interacción. Muestras más densas o compuestas por elementos pesados tienden a reducir la penetración del haz y reducir además la distancia que pueden atravesar las señales generadas sin ser reabsorbidas por la muestra. El volumen de interacción tiende a ser más aplastado y de forma semejante a una semiesfera. Por el contrario, en muestras menos densas o compuestas por elementos livianos el volumen toma la forma característica de gota como se muestra en la figura 4.

■ SEÑALES

Como resultado de la interacción entre los electrones del haz incidente y los átomos de la muestra se originan electrones que salen de

la superficie y pueden ser detectados para formar una señal. Según su energía, se agrupan en retrodifundidos y secundarios.

■ ELECTRONES SECUNDARIOS Y RETRODIFUNDIDOS

Los electrones secundarios (Secondary Electrons) son electrones que han sido dispersados inelásticamente por la interacción de los electrones del haz incidente con la muestra. Están caracterizados por una energía baja del orden de los 20-50 eV. Dada esta baja energía, sólo pueden llegar a la superficie los originados en una pequeña zona contigua a la superficie de la muestra. Las pequeñas dimensiones de esta zona son las que permiten obtener las imágenes de máxima resolución.

Los electrones retrodifundidos (Backscattered Electrons) son los electrones del haz incidente que han sido dispersados en forma elástica por los átomos de la muestra. Su energía es próxima a la del haz incidente: 10-30 keV. Se originan en zo-

nas más profundas del volumen de interacción y la resolución espacial de las imágenes correspondientes es peor. Pero dada la fuerte dependencia de la emisión de electrones retrodifundidos con el número atómico Z , este modo de visualización permite detectar variaciones de la composición en distintos puntos de la muestra analizada. Zonas de mayor número atómico son más eficientes en la emisión de electrones retrodifundidos y aparecen por lo tanto más brillantes en la imagen.

■ OBTENCIÓN DE LAS IMÁGENES. INTERPRETACIÓN

El contraste de una micrografía en el modo de electrones secundarios (modo emisor) proviene de las variaciones en la topografía de la muestra. En efecto, la tensión aplicada entre la grilla del detector y la muestra favorece la recolección de electrones secundarios en bordes agudos puesto que el campo eléctrico es allí más intenso. Más electrones secundarios pueden ser colectados de una saliente o escalón de la muestra que de una depresión o

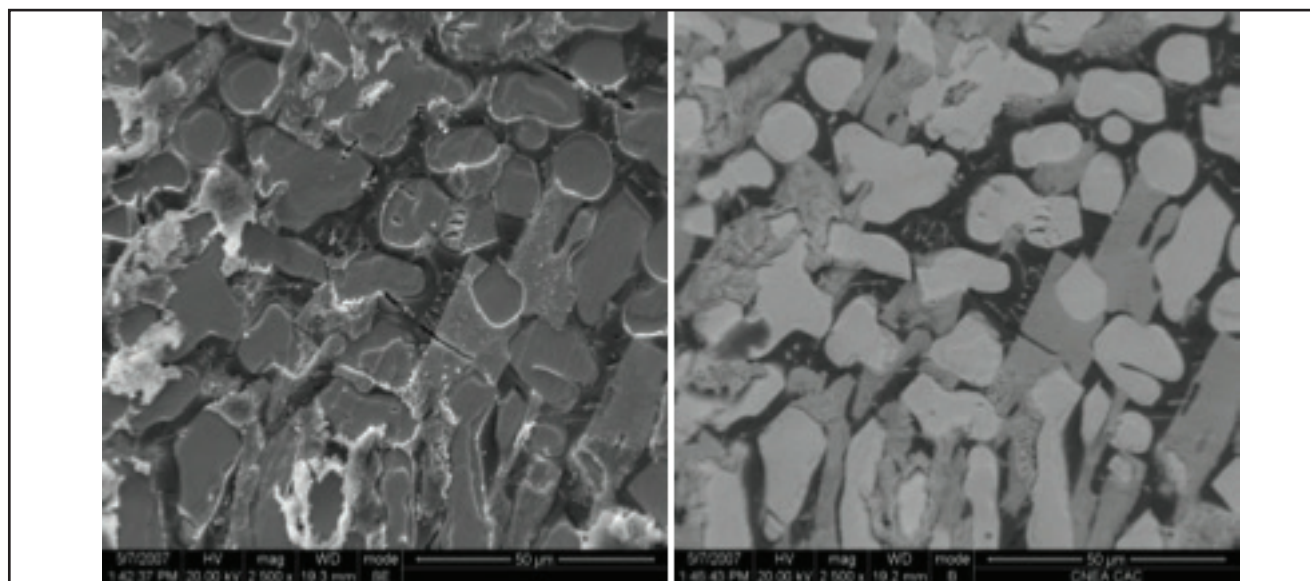


Figura 5: Sistema U – Mo - Al (Uranio, Molibdeno, Aluminio). La imagen de la izquierda corresponde a una micrografía de electrones secundarios donde la información sobre la topografía se aprecia con detalle. La micrografía de la derecha fue obtenida con el detector de electrones retrodifundidos donde la diferencia de contrastes está asociada a los diferentes pesos atómicos. Atención: Silvia N. Balart.

cavidad. Las salientes aparecen entonces más brillantes que las depresiones, hecho que hace que la interpretación de las micrografías sea inmediata. Las micrografías de SEM en el modo de electrones secundarios tienen entonces los mismos efectos de luz y sombra que una imagen óptica de la misma superficie (ver figura 5). En el modo emisivo los electrones secundarios emitidos por la muestra son acelerados hacia el detector por un potencial positivo de 250 volts aplicado entre la muestra y la grilla colocada frente al detector. El modo emisivo es el más utilizado puesto que en la mayoría de los casos interesa obtener imágenes definidas de detalles que no son visibles en un microscopio óptico.

En el modo de electrones retrodifundidos (modo reflectivo) el potencial de la grilla se lleva a cero y de esta manera sólo llegan al detector los electrones de alta energía retrodifundidos por la muestra. Las imágenes obtenidas con electrones retrodifundidos también aparecen como una micrografía óptica de la superficie pero son más contrastadas y presentan efectos de luz y sombra más definidos. Una superficie rugosa, p.ej. una superficie de fractura, aparece más contrastada con efectos más definidos de luz y sombra (figura 5). Este modo de observación se utiliza para detectar pequeños escalones o depresiones. Conviene aclarar finalmente que ambos modos son sensibles a las variaciones de la topografía de la superficie.

■ RESTRICCIONES DE LA MUESTRA

Para poder obtener imágenes electrónicas de una muestra en un microscopio electrónico de barrido convencional debe asegurarse que la muestra sea resistente y pueda conservarse en el entorno de alto vacío del microscopio y que tenga buena

conductividad eléctrica. Es claro que toda muestra metálica cumple con ambas condiciones. Este no es el caso de una muestra biológica o volátil. En estos casos se puede recurrir a un recubrimiento metálico o un proceso de deshidratación pero la observación de muestras de este tipo es generalmente un problema complejo. Además, la muestra no debe degradar el alto vacío de la columna ("vacuum friendly"). Cualquier alteración de la muestra que produzca vapores contaminantes puede dejar depósitos sobre los detectores o aperturas del sistema, degradando así la calidad de las imágenes.

Es también claro que siempre es necesario poder asegurar una buena conexión eléctrica entre la muestra y la platina del microscopio. En toda observación, el haz de electrones va cargando continuamente la muestra. Si la muestra es buena conductora, la carga eléctrica descarga a masa a través del portamuestras y la platina. Pero si la muestra es aislante o no existe una buena conexión eléctrica, las cargas se acumulan sobre la muestra y pueden llegar a desviar completamente el haz de electrones incidente. Para eliminar estos posibles efectos de carga, se recurre normalmente a un metalizado de la superficie de la muestra con una delgada capa de oro con lo que se asegura un continuo camino de descarga a tierra. Además, con un metalizado con elementos pesados se obtiene una mayor emisión de electrones secundarios y por lo tanto una mejor imagen. Este es un procedimiento normal en toda observación en un SEM. Solamente es necesario asegurar que la capa del recubrimiento metálico no afecte la estructura de la muestra observada, p.ej. que no cubra algún pequeño escalón o cavidad de la superficie. El efecto de carga eléctrica disminuye al bajar la tensión de aceleración del haz pero entonces empeora la

focalización del haz sobre la muestra disminuyendo por lo tanto la resolución de la imagen.

Varias de estas restricciones pueden ser sorteadas utilizando un microscopio electrónico de barrido ambiental, también llamado de presión variable.

■ EL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO AMBIENTAL

(Environmental Scanning Electron Microscope ESEM)

Las primeras investigaciones que condujeron al desarrollo de un microscopio ambiental (ESEM) comenzaron en Australia al tratar de observar lana en su estado natural: fibras húmedas, contaminadas, no compatibles con un alto vacío y ciertamente no conductoras. Era necesario superar las dos limitaciones de un microscopio SEM convencional:

- 1) disminuir, aunque fuese parcialmente, el alto vacío de la columna en el entorno (environment) de la cámara donde se coloca la muestra.
- 2) desarrollar paralelamente un nuevo tipo de detector de electrones secundarios que pudiese operar en bajo vacío o en un entorno gaseoso.

En particular, el desarrollo del ESEM se basa en la separación de esta zona de alto vacío y la cámara donde se coloca la muestra. Mediante el sistema de aperturas limitadoras de presión (Pressure Limiting Apertures, PLA) la columna del microscopio se mantiene en alto vacío mientras que la cámara puede operar con una sobre presión de hasta ~ 50 mm de Hg. Este sistema es dinámico, dado que siempre habrá un flujo de gas (p.ej. aire) desde la cámara hacia la columna a través de las aperturas mencionadas. Este flujo está determinado por el diámetro

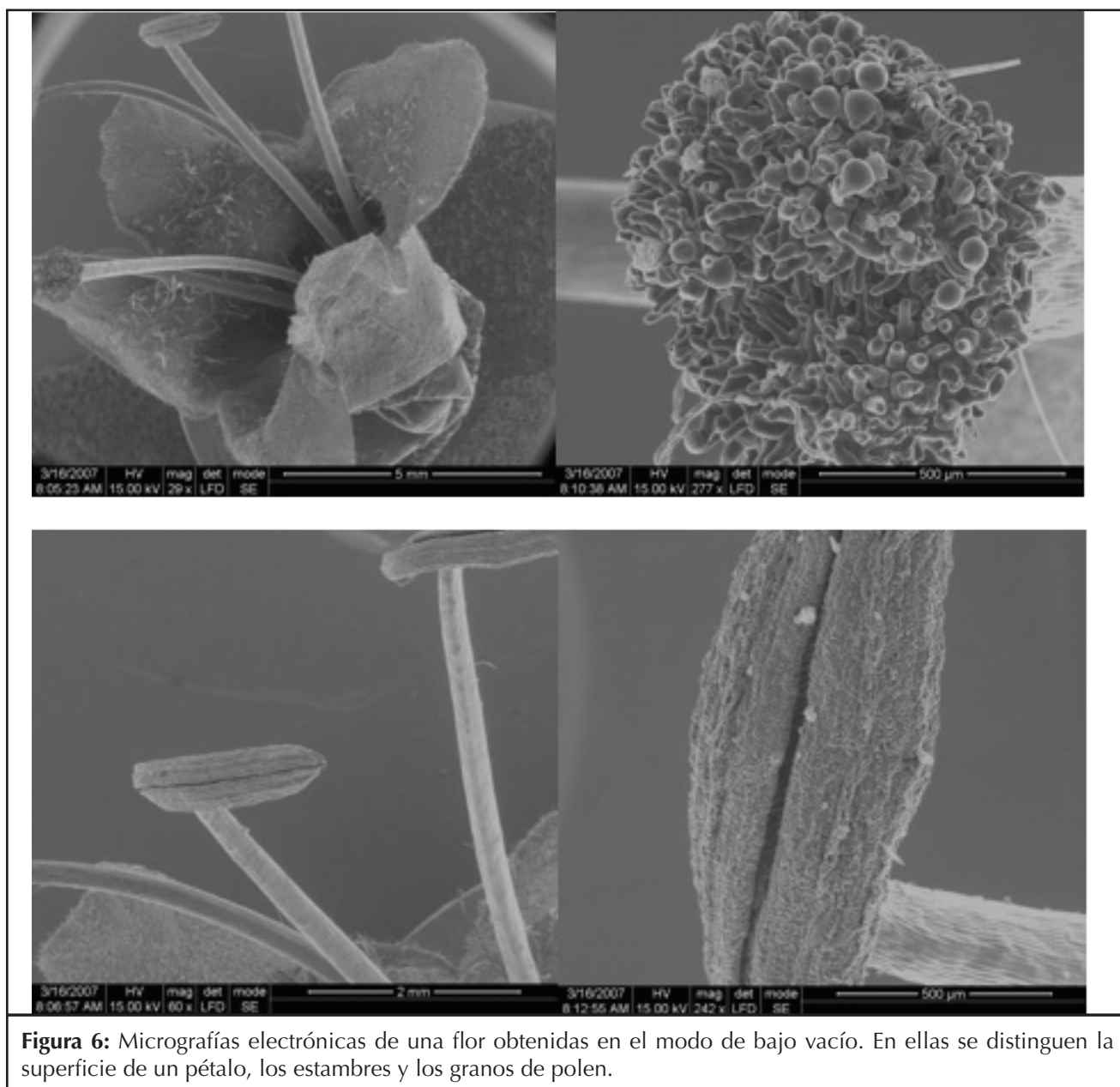


Figura 6: Micrografías electrónicas de una flor obtenidas en el modo de bajo vacío. En ellas se distinguen la superficie de un pétalo, los estambres y los granos de polen.

de las aperturas. La sobre presión de gas en la cámara se puede variar con una válvula controlada desde el exterior. Entonces, es posible observar todo tipo de muestras en una atmósfera controlada, inyectando un gas inerte, vapor de agua en el caso de muestras biológicas o cualquier gas compatible con las características propias y reactividad de la muestra.

■ MICROANÁLISIS DISPERSIVO EN ENERGÍAS DE RAYOS X

El análisis de los rayos X caracte-

rísticos emitidos por una muestra alcanzada por el haz de electrones de alta energía de un microscopio electrónico de barrido o una microsonda electrónica permite la identificación de los elementos que componen dicha muestra.

La identificación de estos elementos presentes se basa en la determinación de las energías E o de las longitudes de onda λ de los fotones X característicos emitidos. Ambas magnitudes caracterizan unívocamente la radiación emitida por los

elementos presentes en la muestra y están relacionadas por la expresión clásica:

$$E (keV) = \frac{12.398}{\lambda (\text{Å})}$$

Son dos las técnicas experimentales que se han desarrollado para ello. En el sistema de la Microsonda Electrónica de Castaing, desarrollada hace unas cinco décadas, se determina la longitud de onda de los fotones X haciendo incidir la ra-

diación sobre una familia de planos de un cristal de espaciado conocido d_{hkl} bajo un cierto ángulo de tal manera que si se verifica la ley de Bragg

$$2 d_{hkl} \sin\theta = \lambda$$

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. 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 (WDS Wavelength Dispersive Spectroscopy). Las características particulares de estas técnicas pueden consultarse en la bibliografía.

En el caso del Microanálisis Dispersivo en Energía (EDS Energy Dispersive Spectroscopy) los rayos X característicos emitidos por la muestra son detectados por un sistema que produce pulsos de altura proporcional a la energía de cada fotón incidente. Estos pulsos electrónicos son luego procesados por un analizador multicanal, y finalmente visualizados en un espectro que grafica la cantidad de pulsos en función de la energía característica de cada pulso. De esta manera, con el sistema dispersivo en energía, se pueden identificar rápidamente los elementos presentes en una muestra si su concentración es superior a $\approx 1\%$. El sistema EDS tiene una mejor eficiencia de colección de fotones X, permite la colección simultánea de todos los elementos presentes y es muy fácil de adosar a un microscopio electrónico de barrido.

Con la medición adicional de la intensidad de los rayos X característicos y procesos de cálculo adecuados también es posible analizar en

forma cuantitativa la composición de la zona analizada. La principal ventaja de las técnicas de microanálisis es el pequeño volumen de material que es analizado normalmente del orden del mm cúbico o 10^{-12} cm^3 . Suponiendo una densidad media de 7 g/cm^3 en el caso de un metal de transición, las técnicas mencionadas permiten analizar una cantidad de material igual a 7×10^{-12} gramos. Dado que las propiedades macroscópicas de los materiales dependen de su microestructura en

la escala del micrón es inmediato ver la importancia de poder analizar cantidades tan pequeñas. Otra de las ventajas de los dos sistemas es que el análisis es no destructivo y por lo tanto, utilizando la misma muestra, la información así obtenida puede luego ser complementada mediante otras técnicas.

■ MAPAS DE DISTRIBUCIÓN DE RAYOS X

Todo dispositivo de microanálisis

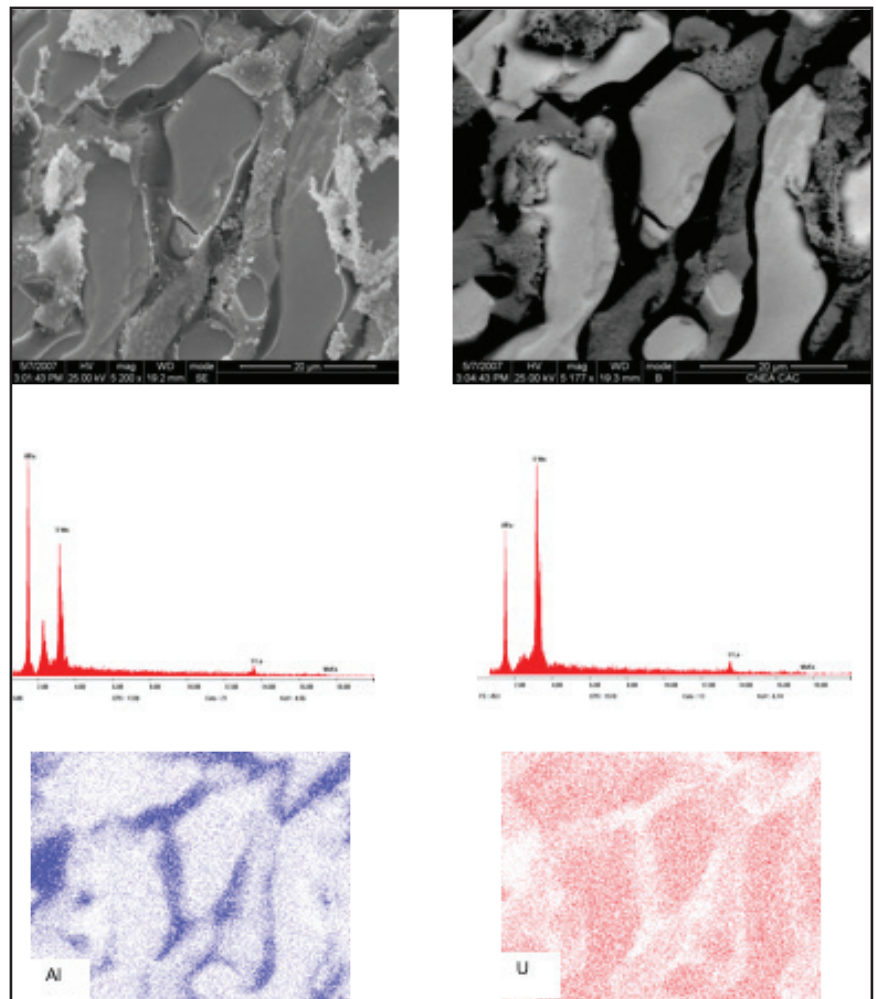


Figura 7: Micrográficas obtenidas con electrones secundarios, electrones retrodifundidos, espectros EDS de las diferentes zonas y mapeo de rayos X en una muestra de U- Mo - Al. Atención Lic. Silvia Balart

a) Micrografía obtenida con electrones secundarios. b) Micrografía obtenida con electrones retrodifundidos. Nótese la marcada diferencia de contraste. c) Espectro EDS obtenido de la zona rica en Al: zona oscura en la micrografía (b). d) Espectro EDS obtenido de la zona rica en U: zona brillante en la micrografía (b). e) Mapeo de Rayos X de Al. f) Mapeo de rayos X de U.

sis, tanto dispersivo en energía como en longitud de onda, permite la visualización de la distribución de un elemento dado en la zona observada de la muestra (Mapas de Rayos X o X-Ray Mappings). Mediante el sistema analizador es posible seleccionar un canal, denominado "ventana", coincidente con el pico de un elemento presente en la muestra. Durante el barrido de una zona de la muestra, el sistema electrónico modula 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 donde las zonas de mayor densidad de puntos corresponden a una mayor concentración del elemento. En la figura 7 se muestra un ejemplo donde se pueden observar las micrografías obtenidas con electrones secundarios, electrones retrodifundidos, los

espectros EDS de las diferentes zonas y el mapeo de rayos X en una muestra de uranio-molibdeno-aluminio (U - Mo - Al).

■ AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer especialmente a S. Adriana Dominguez y Gonzalo M. Zbihlej, técnicos del Laboratorio de Microscopia Electrónica de la Gerencia Materiales del Centro Atómico Constituyentes, CNEA, por toda su asistencia.

■ BIBLIOGRAFIA

Caneiro A., Serquis A., Montero R.J., Bozzano P.B. (2010) Del metro al nanómetro. ¿Qué tamaño tiene lo que vemos? ¿Y lo que no podemos ver?, http://www.cnea.gov.ar/pdfs/divulgacion/28_metro_nanometro.pdf

Echlin P. (2009) Handbook of Sample Preparation for Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis. Springer, New York.

Goldstein J.I., Newbury D.E., Joy D.C., Lyman C.E., Echlin P., E.Lifshin, Sawyer L., Michael J. (2007) Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis, Springer, New York, Third Edition.

Ipohorski M., Bozzano P.B., Versaci R.A. (2008) Microscopía Electrónica de Barrido. Instituto Sabato UNSAM-CNEA, IS/A - 78 / 08, Buenos Aires, Argentina.

Ipohorski M., Bozzano P.B., Versaci R.A. (1998) Microanálisis Dispersivo en Energía. Instituto Sabato UNSAM-CNEA, IT/A - 65 / 98, Buenos Aires, Argentina.

Stokes D. (2008) Principles and Practice of Variable Pressure / Environmental Scanning Electron Microscopy, Wiley.