

C.N.E.A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
Nº 2	AÑO 1974

01.74.11

CNEA/TE 30/123

*en esta misma sigla
hay otros trabajos ver:
4.73.10*

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
DEPENDIENTE DE LA PRESIDENCIA DE LA NACION

GERENCIA DE TECNOLOGIA

DETERMINACION DE LA NATURALEZA DE LAZOS DE DISLOCACIONES
UTILIZANDO TECNICAS DE MICROSCOPIA ELECTRONICA

A.A.Pochettino (*) y M. Jpohorski (**)

(*) CONICET
(**) CNEA

Buenos Aires

1974

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
DEPENDIENTE DE LA PRESIDENCIA DE LA NACION

GERENCIA DE TECNOLOGIA

DETERMINACION DE LA NATURALEZA DE LAZOS DE DISLOCACIONES
UTILIZANDO TECNICAS DE MICROSCOPIA ELECTRONICA

A.A.Pochettino (*) y M. Ipohorski (**)

(*) CONICET
(**) CNEA

Buenos Aires
1974

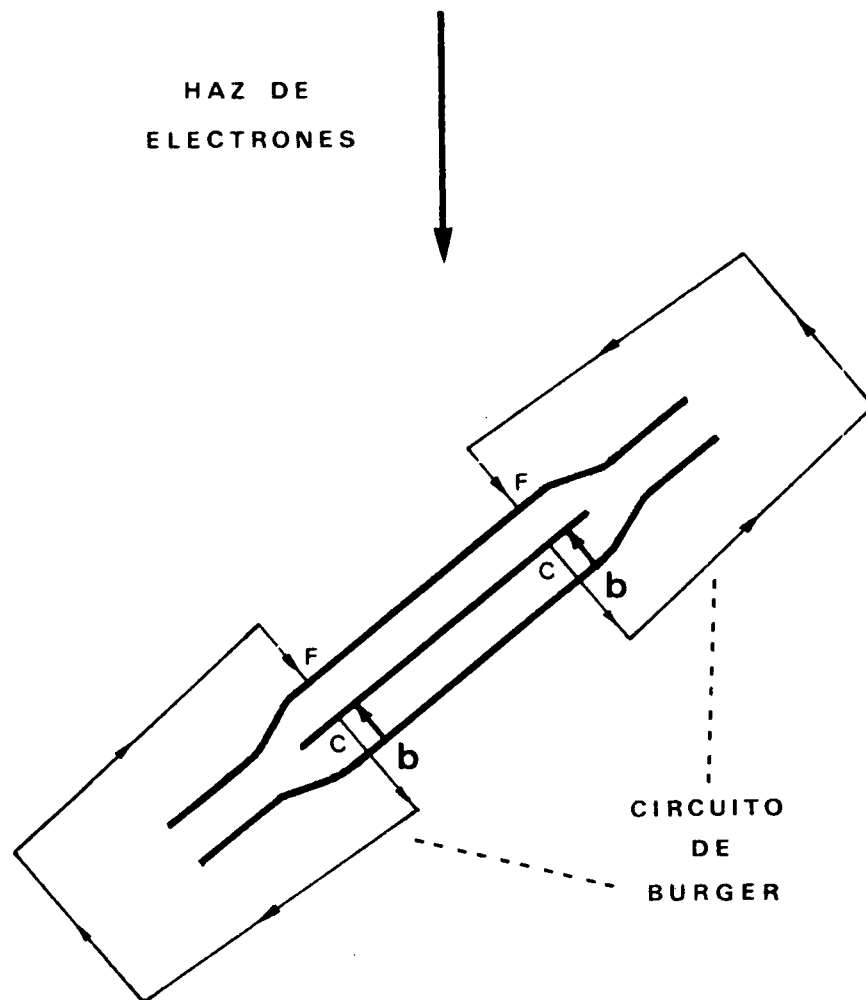


Fig. 1 - Definición del vector de Burger para lazos cerrados de dislocaciones. Si estos están formados por intersticiales, el vector de Burger forma un ángulo menor que $\pi/2$ con un vector de sentido opuesto al haz incidente.

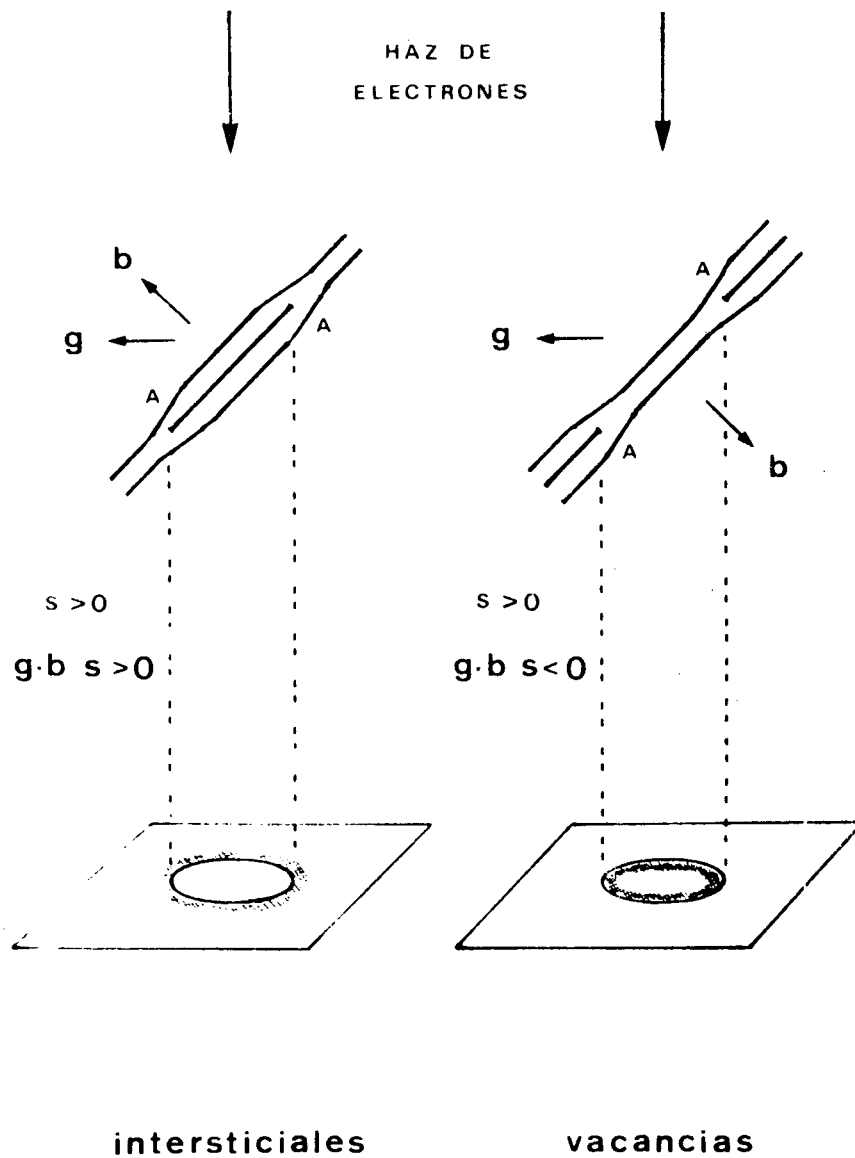


Fig. 2 - Estudio del producto $(\vec{g} \cdot \vec{b})\bar{s}$ para lazos de dislocaciones. Cuando $(\vec{g} \cdot \vec{b})\bar{s} > 0$, la imagen electrónica del lazo es mayor que su proyección geométrica. Las zonas de los lazos indicadas con A son las que difractan fuertemente dando lugar a la formación del contraste.

I. INTRODUCCION

En el presente trabajo se detalla la puesta a punto de una técnica que permite determinar la naturaleza intersticial o vacancia de los lazos cerrados de dislocaciones, como los que se observan en materiales irradiados, templados o de formados. El método es válido para el análisis de lazos resueltos como tales en las respectivas micrografías electrónicas, es decir aquellos cuyos diámetros sean superiores a unos 500 Å.

La técnica se basa en el estudio del contraste que presentan los lazos bajo distintas condiciones de observación en el microscopio electrónico. La variación de este contraste es apreciable en algunos casos, y la identificación de lazos de intersticiales o vacancias puede ser relativamente fácil. Pero en otras ocasiones, la diferencia entre ambos tipos de lazos reside solamente en el sensido de su vector de Burger, y son necesarias experiencias muy precisas para poder detectar las pequeñas variaciones de las imágenes electrónicas correspondientes. Tal es el caso de los lazos de dislocaciones que aparecen en monocristales de Al irradiados con neutrones rápidos en un reactor, sobre los cuales se han efectuado las observaciones detalladas en el presente trabajo.

II. PRINCIPIOS DEL METODO

II.1 Lazos de dislocaciones en una estructura F.C.C.

En un cristal de estructura F.C.C., como es el caso del Al, las vacancias libres pueden condensarse en los planos del tipo {111} y formar entonces lazos cerrados de dislocaciones de tipo "Frank" cuyo vector de Burger es

$$\vec{b} = \frac{1}{3} [111]$$

El pasaje de una dislocación parcial a través de este lazo puede transformar al mismo en una dislocación perfecta, de acuerdo a la bien conocida reacción ⁽¹⁾

$$\frac{1}{3} [111] + \frac{1}{6} [\bar{2}11] = \frac{1}{2} [011]$$

De la misma manera, los intersticiales libres pueden condensarse en la familia de planos {111} y formar un lazo de dislocaciones de tipo Frank caracterizado por un vector de Burger:

$$\vec{b} = \frac{1}{3} [\bar{\bar{1}}\bar{\bar{1}}\bar{\bar{1}}]$$

que puede transformarse en una dislocación perfecta interactuando con dos dislocaciones parciales de acuerdo a

$$\frac{1}{3} [\bar{1}\bar{1}\bar{1}] + \frac{1}{6} [11\bar{2}] + \frac{1}{6} [1\bar{2}1] = \frac{1}{2} [0\bar{1}\bar{1}]$$

En una estructura fcc los lazos de Frank que se han transformado en lazos perfectos según alguna de las reacciones mencionadas, mantienen su plano de hábito $\{111\}$ si su diámetro es menor que unos 125 Å. Pero si se supera este valor es más probable que los lazos sufran además una rotación hacia alguno de los planos de tipo $\{110\}$ (²).

Los lazos de tipo Frank, tanto de tipo vacancia como intersticial, presentan una imagen en el microscopio electrónico consistente en una serie de franjas claras o oscuras. Este contraste característico se debe a la existencia de una falla de apilamiento dentro del área limitada por los lazos. En particular, si éstos cortan a la superficie superior o inferior de la lámina delgada, el signo de la franja contigua a dicha intersección permite identificar la naturaleza vacancia o intersticial de los lazos mediante experiencias relativamente sencillas. Pero si los lazos son perfectos, la imagen electrónica consiste en lazos cerrados tanto para defectos tipo intersticial como vacancias. La única variación reside en que el contraste puede estar situado dentro de la proyección geométrica del lazo, o fuera de ella, Fig.(2), y solamente mediante el estudio sistemático de esta variación, es posible discriminar entre ambos tipos de lazos.

Para interpretar correctamente los resultados experimentales es fundamental atenerse a una definición del vector de Burger de los lazos. En el presente trabajo hemos seguido las convenciones utilizadas por Mazey, Barnes y Howie (³), Fig.(1).

El sentido positivo de circulación sobre el lazo se define de tal manera que coincide con el de las agujas del reloj, si el mismo es observado según la dirección y sentido del haz incidente.

El sentido positivo del circuito de Burger es entonces el que coincide con el de las agujas del reloj para un observador que se desplaza sobre el lazo según el sentido de circulación definido anteriormente. El vector de Burger es el segmento que une el punto de partida con el final de este último circuito.

De acuerdo a esta definición, el vector de Burger de un lazo formado por intersticiales, siempre forma un ángulo menor que $\pi/2$ con un vector de sentido opuesto al del haz incidente. La misma convención implica que para un lazo de vacancias, el mismo ángulo siempre está comprendido entre $\pi/2$ y π .

II.2 Contraste de lazos de dislocaciones

Los resultados que a continuación se detallan son aplicables a lazos de dislocaciones cuyo diámetro sea mayor que la distancia de extinción ξ_g del material que los contiene. El parámetro ξ_g es característico del material observado y depende además del vector $\vec{g}$ que representa en el espacio recíproco a los planos cristalinos que están en orientación cercana a la de Bragg.

Para el Al, la distancia de extinción correspondiente a la reflexión (002) es $\xi_{002} = 560 \text{ \AA}$. Lazos cuyos tamaños sea inferiores a este valor deben considerarse bajo la aproximación de pequeños defectos, utilizándose entonces técnicas distintas para su identificación ⁽⁴⁾.

Los cálculos de contraste se realizan descomponiendo el lazo cerrado en una sucesión de segmentos rectilíneos de dislocaciones, y suponiendo que el campo de deformaciones resultante es isotrópico. Las deformaciones traen como consecuencia que en ciertas regiones existan planos cristalinos en posición cercana a la de Bragg, que por lo tanto difractan intensamente los electrones del haz incidente y originan así el contraste del lazo. Además, al calcular, se utiliza la llamada aproximación de dos haces. Esto significa que la inclinación de la lámina respecto del haz incidente es tal que, en el correspondiente diagrama de difracción, se observa un haz transmitido y un solo haz fuertemente difractado.

Sin entrar en detalles de cálculo, mencionaremos las características principales que presentan las imágenes de lazos cerrados de dislocaciones, según los resultados de distintos autores ⁽⁵⁾ ⁽⁶⁾:

- a) La imagen de un lazo es una línea cerrada, negra sobre fondo blanco, de un ancho comprendido entre unos 100 y 400 $\text{\AA}$, si la orientación de la lámina delgada es tal que se verifica la condición $s > 0$ para alguna de las familias de planos cristalinos. Recordemos brevemente que el parámetro de desviación s de la posición de Bragg es positivo si el punto del espacio recíproco $\vec{g}$ asociado con una familia de planos está dentro de la esfera de Ewald, y es negativo, si se halla fuera de la misma (ver Apéndice).
- b) El contraste de un lazo de dislocaciones es oscilante si la lámina se halla orientada en la posición exacta de Bragg ($s = 0$).
- c) Un lazo caracterizado por su vector de Burger $\vec{b}$ es invisible para aquellas orientaciones de la lámina delgada que verifican

$$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$$

- d) Lazos prismáticos contenidos en un plano normal al haz incidente, para los cuales se verifica la condición $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ para todo valor de $\vec{g}$, presentan una imagen residual con una línea de contraste nulo normal a la dirección de $\vec{g}$.
- e) De acuerdo a la definición de vector de Burger adoptada, la imagen es mayor que la proyección geométrica del lazo si la cantidad $(\vec{g} \cdot \vec{b})s$ es positiva

y está dentro de la proyección si $(\vec{g} \cdot \vec{b})\vec{s} < 0$ (Fig.2). Por lo tanto, si en una observación se varía el signo de la cantidad $(\vec{g} \cdot \vec{b})\vec{s}$, manteniendo constante el resto de los parámetros, varía el tamaño de la imagen del lazo observada en la pantalla del microscopio electrónico.

Esto se puede realizar de dos maneras

- 1) Manteniendo constante del vector $\vec{g}$ y variando el signo de s . En general, dado que para valores negativos de s la visibilidad no es muy buena, este método no es el más usado.
- 2) Manteniendo positivo el valor de s y rotando la muestra de forma tal que el vector de reflexión $\vec{g}$ cambie a $-\vec{g}$. En láminas delgadas metálicas se prefiere este método, puesto que se mantienen así las condiciones óptimas de visibilidad de defectos. En ambos métodos la presencia de las líneas de Kikuchi permite efectuar las rotaciones con gran precisión (ver Apéndice).

III. EXPERIENCIAS

En las experiencias realizadas se utilizaron monocristales de Al, con una pureza inicial de 99,999%, de los cuales se obtuvieron discos de 3 mm. de diámetro y 0,5mm de espesor mediante cortes con electroerosión. Luego se recocieron durante 24 horas a 500°C en atmósfera inerte.

Las muestras se irradiaron en el Reactor RA3, que posee la C.N.E.A. en Ezeiza, siendo la dosis de irradiación de 10^{20} neutrones/cm². Para evitar que el calentamiento por radiación y produjera aumentos indeseados de temperatura las muestras se montaron de manera de asegurar un buen contacto térmico con el recipiente que las contenía.

Con posterioridad al decaimiento radioactivo de las muestras, estas fueron pulidas electrolíticamente y observadas en el Microscopio Electrónico Philips EM 300, operado a 100 kV. Se utilizó la platina goniométrica con el portamuestras de doble rotación, que permite una correcta orientación cristalográfica de las láminas delgadas a través de las líneas de Kikuchi.

Las experiencias en el microscopio electrónico se realizaron en condiciones tales que la visibilidad de defectos fuera óptima. Estas condiciones corresponden a una orientación de la lámina delgada tal que es $s > 0$ para reflexiones de bajos índices. Se eligió una orientación cristalográfica de las láminas tal que la normal a las mismas coincidiera con la dirección (101). De esta manera el haz electrónico incidía normal a los planos (101) de las muestras. El diagrama de difracción correspondiente, plano (101) de la red recíproca del Al (Fig.3) es el que contiene las reflexiones $(\bar{1}11)$, $(11\bar{1})$, (002) y (202), necesarias para poder determinar el vector de Burger de los distintos lazos y su naturaleza intersticial o vacancia.

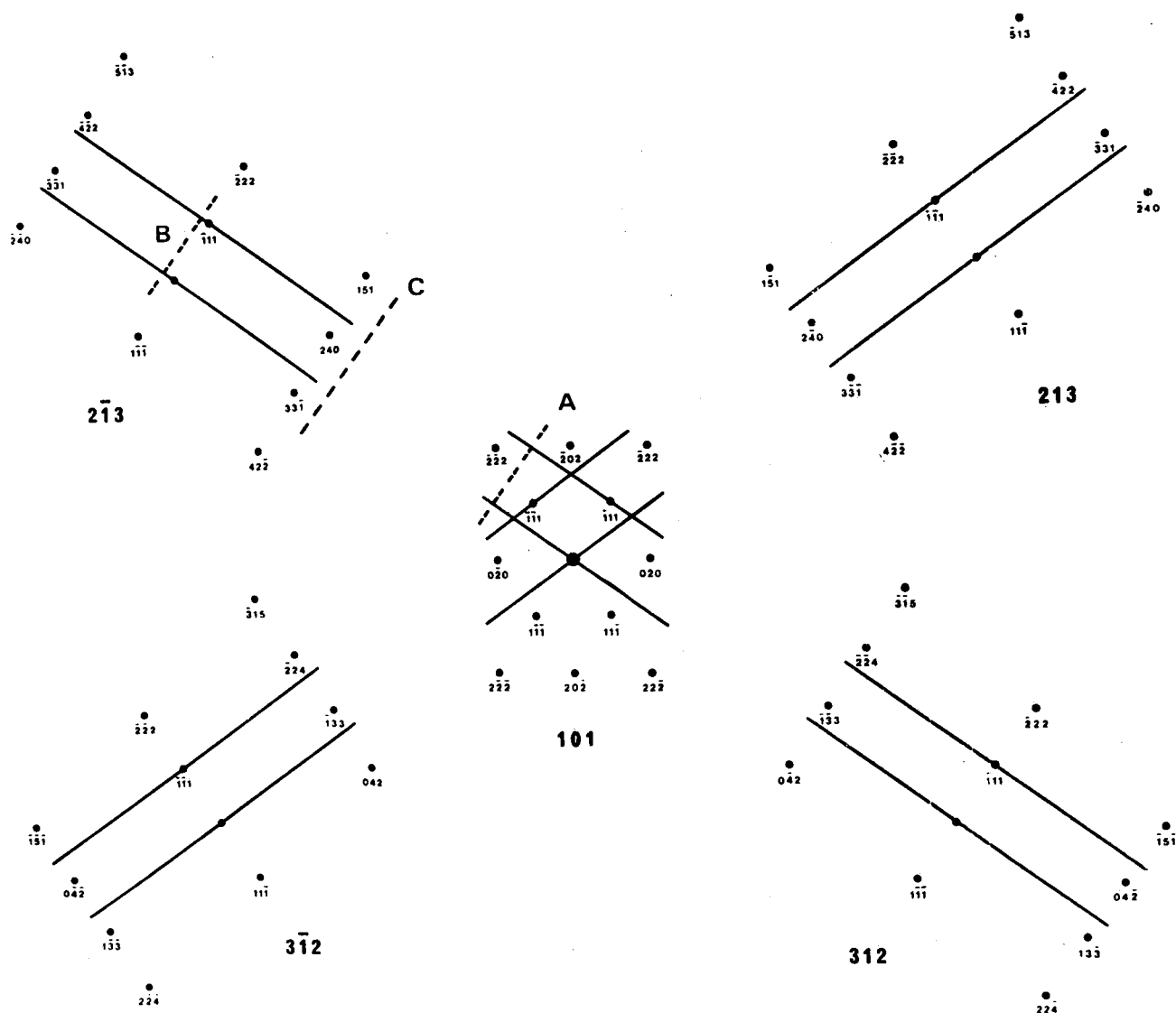


Fig. 3 - Diagramas de difracción de los polos de la familia $\langle 213 \rangle$ a los que se accede siguiendo las bandas de Kikuchi $(\bar{1}11)$ y $(11\bar{1})$ a partir del polo $[101]$. Con A y B se indican las posiciones donde se obtuvieron las estéreo-micrografías. La imagen tridimensional que se observa en el estereoscopio corresponde a una vista de la muestra según una dirección intermedia entre las posiciones de ambas micrografías(C).

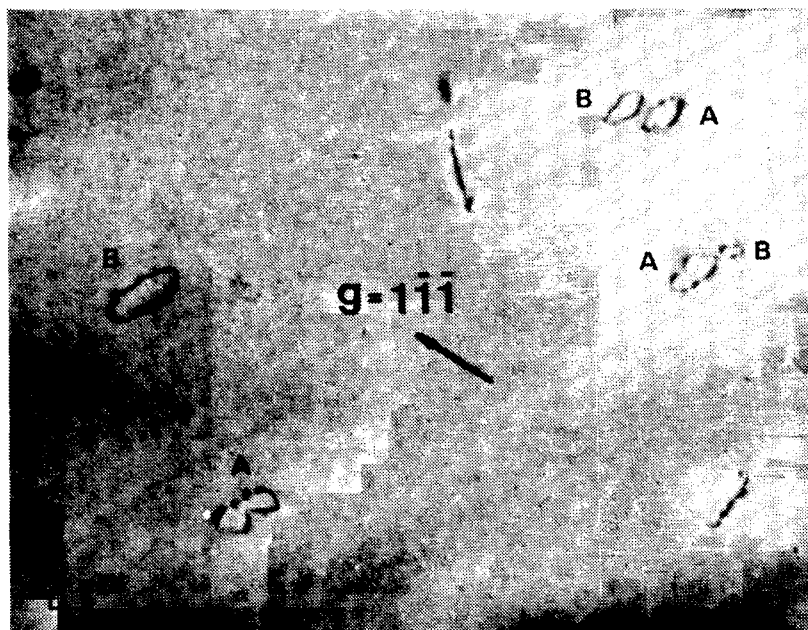
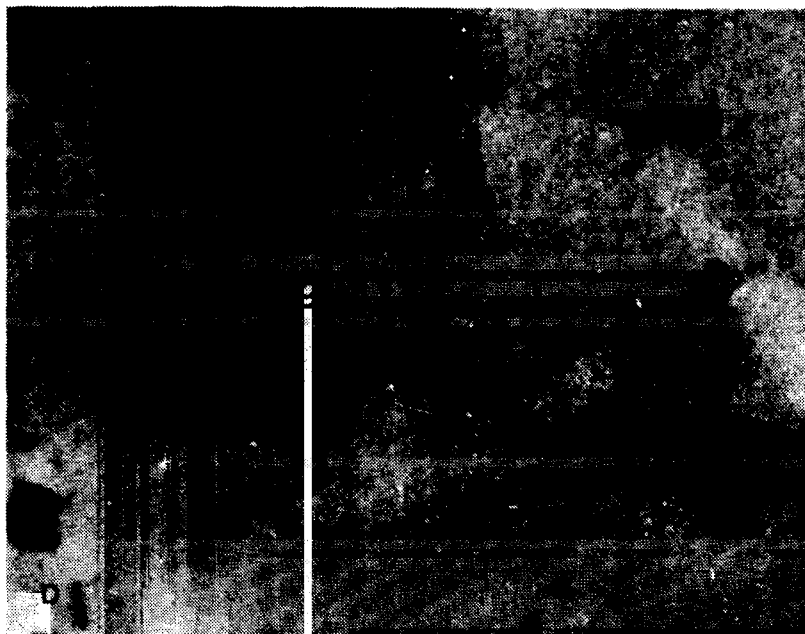


Fig. 4 - Micrografías de una misma zona de la lámina delgada obtenida en distintas reflexiones. En a) y b) con A y B se indican lazos visibles en las reflexiones $(\bar{1}11)$ y (020) e invisibles en $\bar{g} = 11\bar{1}$ que no cumplen de igual forma el criterio $(\bar{g}\cdot\bar{b})\bar{s}$.

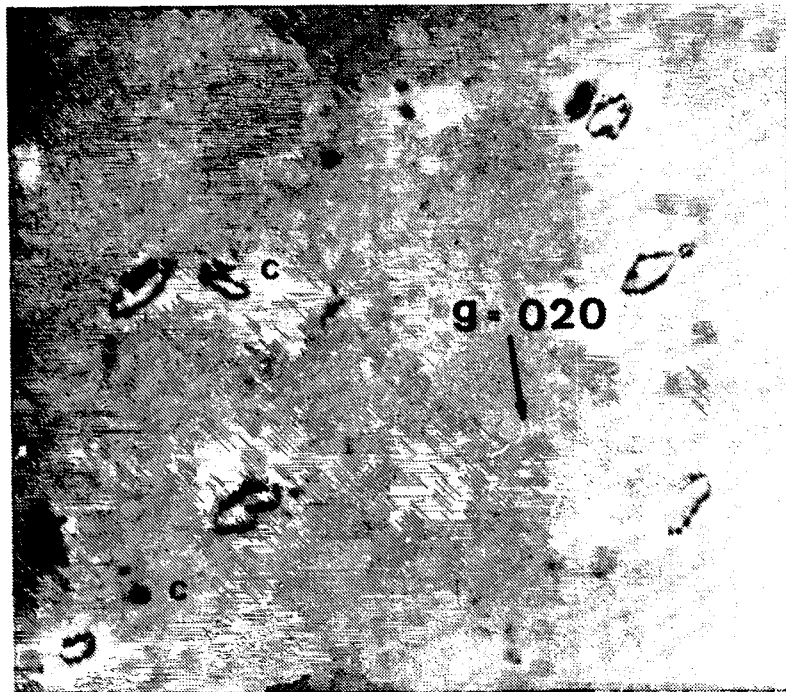
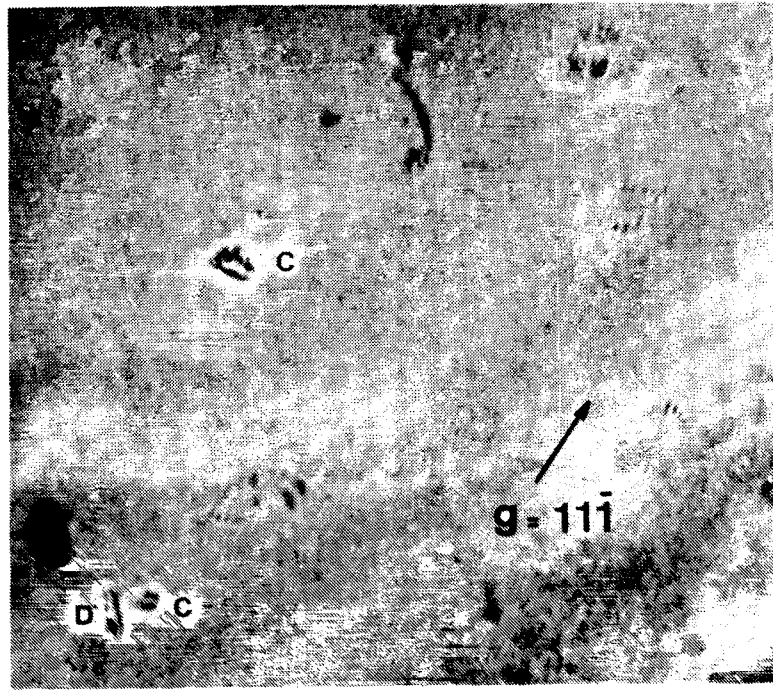


Fig. 5 - Micrografías electrónicas de la misma región de la Fig.4, obtenidas en las reflexiones $(11\bar{1})$ y (020) . Con C se indican lazos visibles en las reflexiones $(11\bar{1})$ y (020) e invisibles en la $(\bar{1}11)$. Con D se indican los visibles en $(\bar{1}11)$ y $(11\bar{1})$ e invisibles en la reflexión (020) .

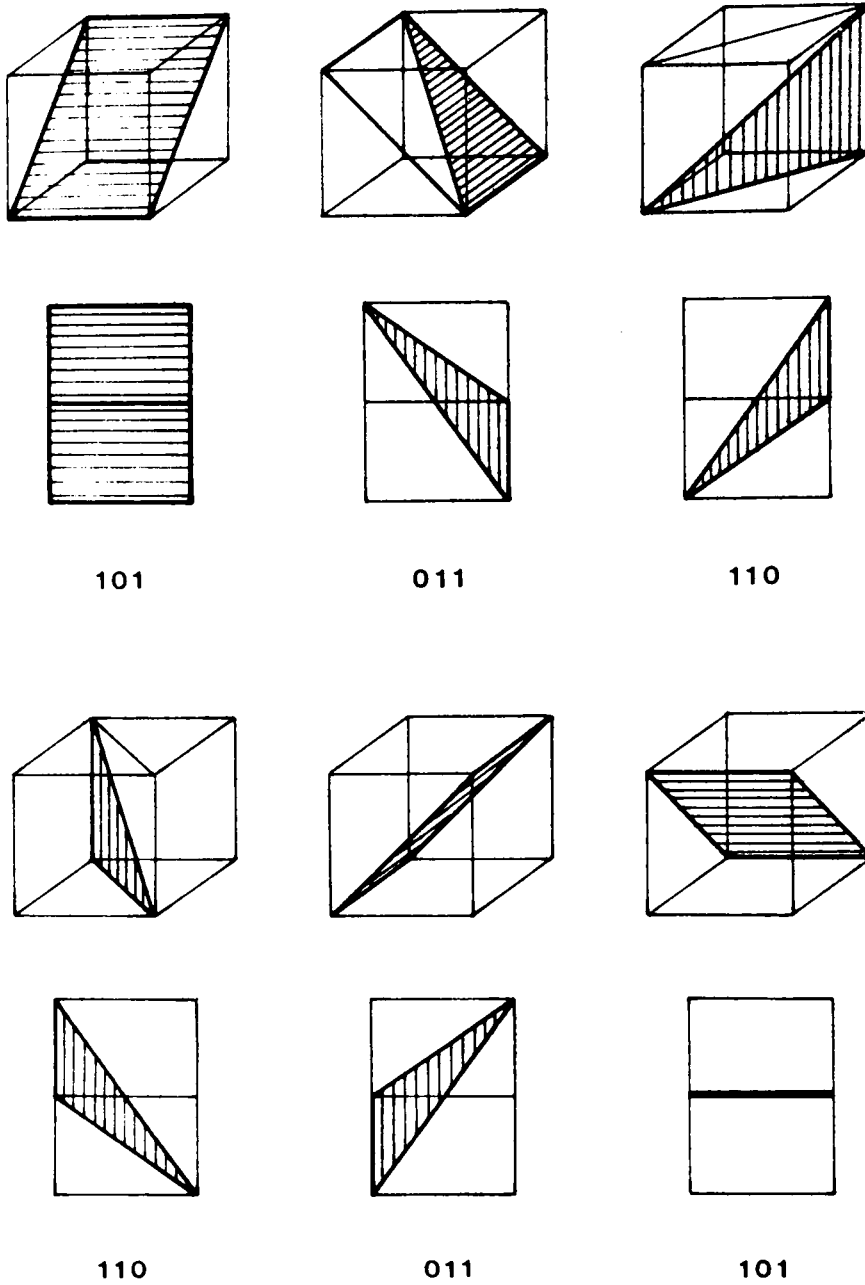


Fig. 6 - Distintos planos de la celda cúbica y sus proyecciones al ser observados en la dirección $(\bar{1}0\bar{1})$.

IV. RESULTADOS

Las primeras experiencias de visibilidad de contraste permiten clasificar a los lazos de dislocaciones observados en las muestras en cuatro grandes grupos:

- 1) Lazos visibles en las reflexiones $(\bar{1}11)$ y (020) , e invisibles en la reflexión $(1\bar{1}\bar{1})$.
- 2) Lazos visibles en las reflexiones $(1\bar{1}\bar{1})$ y (020) e invisibles en la reflexión $(\bar{1}11)$.
- 3) Lazos visibles en las reflexiones $(\bar{1}11)$ y $(1\bar{1}\bar{1})$ e invisibles en la reflexión (020) .
- 4) Lazos que presentan una imagen residual en las reflexiones $(\bar{1}11)$, $(1\bar{1}\bar{1})$ y (020) .

A continuación pasaremos a estudiar detalladamente cada caso.

- 1) Los únicos vectores de Burger compatibles con las condiciones de visibilidad para los lazos de este grupo son:

$$\vec{b} \begin{cases} \vec{b}_1 = \pm \frac{1}{2} [011] \\ \vec{b}_2 = \pm \frac{1}{2} [1\bar{1}0] \end{cases}$$

Efectivamente, para los vectores de reflexión $(\bar{1}11)$ y (020) en los cuales los lazos son visibles, se cumple que $\vec{g} \cdot \vec{b} = \pm 1$, y es $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ para la reflexión $(1\bar{1}\bar{1})$ en la cual los lazos no presentan contraste.

La primer experiencia de variación del signo de la cantidad $(\vec{g} \cdot \vec{b})s$ se realizó observando la imagen de los lazos en las reflexiones $\vec{g} = (\bar{1}11)$ y $\vec{g} = (1\bar{1}\bar{1})$ manteniendo $s > 0$. Se mostró que dentro de este grupo existían a su vez dos familias de lazos cuyo comportamiento era distinto. En efecto, los lazos como los marcados con A en las Fig.4a-4b presentan una imagen mayor en la reflexión $(\bar{1}11)$, mientras que para los marcados con B el contraste era mayor en la reflexión opuesta $(1\bar{1}\bar{1})$.

Luego, de acuerdo al criterio mencionado en la Sección II.2 e) caben 2 posibilidades:

- Los lazos de tipo A y B son de la misma naturaleza, pero sus planos de hábito son distintos.
- Ambos tipos de lazos ocupan los mismos planos cristalográficos, pero son de distinta naturaleza.

Para aclarar esta disyuntiva fue necesario determinar el plano de hábitos de los lazos observados. El hecho de trabajar con monocristales y la disponibili-

dad de una platina goniométrica en el microscopio permitió aplicar para ello técnicas de estereo-microscopía electrónica (7) con relativa facilidad.

Se tomaron pares de fotos estereoscópicas de las zonas en estudio, siguiendo la banda de Kikuchi ($\bar{1}11$), en condiciones de buena visibilidad de defectos $s > 0$. La primera fotografía del par se tomó a unos 4 o 5° del polo (101), posición A de la Fig.3, mientras que la segunda se tomó en el polo ($2\bar{1}3$), posición B en la misma figura. Como el ángulo comprendido entre las direcciones $[101]$ y $[2\bar{1}3]$ es de 19,1°, el ángulo total de giro entre las micrografías del par fue de aproximadamente 14 o 15°. La imagen tridimensional que se observó en el estereoscopio corresponde por lo tanto a una vista de la muestra según una dirección intermedia entre las posiciones de ambas micrografías, que en nuestro caso estaría ubicada a unos 11 o 12° respecto del polo (101) en la dirección del polo ($2\bar{1}3$), posición C, Fig.3.

Simultáneamente, si se observa una celda cúbica en la dirección $[\bar{1}0\bar{1}]$ correspondiente al haz incidente, Fig.(6), y se la rota luego unos 11 o 12° de tal manera que los planos cristalográficos ($\bar{1}11$) giren sobre su propio plano y en el mismo sentido que el de la rotación de la lámina delgada en el portamuestras del microscopio, es posible visualizar la inclinación que tendrían los distintos planos cristalográficos observados según una dirección como la indicada en C (Fig.3). Comparando este modelo con las inclinaciones de los planos de los lazos observados en el estereoscopio, se pudo determinar que los lazos indicados con A en la Fig.4a-b habitan un plano $\{110\}$ distinto al de los lazos indicados con B en la misma figura.

Finalmente, para conocer la naturaleza intersticial o vacancia de los lazos, es necesario eliminar la indeterminación en el signo de los respectivos vectores de Burger. Las experiencias de variación de contraste en función del signo de la cantidad $(\vec{g} \cdot \vec{b})_s$, que ya hemos mencionado, son suficientes para resolver esta incerteza. En efecto, como para los lazos de tipo A, la imagen es mayor en la reflexión $\vec{g} = (\bar{1}11)$, debe ser necesariamente:

$$\vec{g} \cdot \vec{b} > 0$$

y esta condición se satisface solamente para el valor positivo de b_1

$$b_1 = + \frac{1}{2} [011]$$

Este es un vector que está dirigido hacia "afuera" de la lámina delgada, cuya normal $\vec{n} = [101]$ (Fig.3), y el ángulo que forma con la misma es menor que $\pi/2$. Por lo tanto los lazos parecerían ser de tipo intersticial.

Pero es necesario eliminar posibles errores debido a que las observaciones se realizaron con la lámina rotada algunos grados fuera del polo $[101]$. Esto se puede hacer rotando la lámina a lo largo de la misma banda de Kikuchi ($\bar{1}11$) hasta algún polo fácilmente identificable, por ejemplo el ($2\bar{1}3$). ver Fig.3, y repitiendo en esa orientación las experiencias de cambio de signo de $(\vec{g} \cdot \vec{b})_s$. Las

variaciones de contraste observadas fueron las mismas, confirmando el sentido del vector de Burger encontrado anteriormente. Pero en este caso no caben dudas de que el vector $\vec{n}$, de sentido opuesto al haz incidente es $\{2\bar{1}3\}$, siendo el producto escalar

$$\vec{n} \cdot \vec{b}_1 > 0$$

y los lazos son efectivamente de tipo intersticial.

Para los lazos del tipo B el diámetro del contraste es mayor en la reflexión $\vec{g} = (1\bar{1}\bar{1})$, y para que sea $\vec{g} \cdot \vec{b} > 0$ debe ser

$$\vec{b}_2 = \frac{1}{2} [1\bar{1}0]$$

Las experiencias de cambio de signo de $(\vec{g} \cdot \vec{b})_s$ fueron repetidas en el polo $(2\bar{1}3)$, con los mismos resultados del caso anterior, confirmando así la naturaleza intersticial de los lazos de este grupo.

2) Los lazos visibles en las reflexiones $(\bar{1}11)$ y (020) e invisibles en la reflexión $(\bar{1}11)$ (indicados con C en la Fig.5b) fueron analizados de la misma manera que los anteriores. Las experiencias de variación de contraste se efectuaron sobre el polo $[3\bar{1}2]$, siguiendo la banda de Kikuchi $(11\bar{1})$ (Fig.3). Los resultados obtenidos para ambos grupos se resumen en la Tabla I. En total fueron analizadas las imágenes de unos 50 lazos, confirmandose la naturaleza intersticial de todos ellos sin excepción.

3) Los lazos visibles en las reflexiones $(11\bar{1})$ y $(\bar{1}11)$ e invisibles en la reflexión (020) , indicados con D en la Fig.5 requieren un análisis diferente de los dos casos anteriores. El único vector de Burger compatible con los criterios de visibilidad mencionados es:

$$\vec{b}_3 = \pm \frac{1}{2} [\bar{1}01]$$

siendo el plano de hábito de estos lazos $(\bar{1}01)$ normal a la superficie de las láminas delgadas y paralelo al haz incidente para orientaciones próximas al polo (101) . Para poder realizar las experiencias de contraste variando el signo de $(\vec{g} \cdot \vec{b})_s$, es necesario rotar la lámina hacia alguna otra orientación en la cual las imágenes de estos lazos tengan un diámetro apreciable.

TABLA I

Visible ($\vec{g} \cdot \vec{b} = \pm 1$)	Invisible $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$	Posible $\vec{b}$	plano de hábito	$(\vec{g} \cdot \vec{b})_{s>0}$	$\vec{b}$	$\vec{n}$	$\vec{n} \cdot \vec{b}$	
$\bar{1}11$	020	$1\bar{1}\bar{1}$	$\pm \frac{1}{2} [011]$	(011)	$\bar{1}11$ (A)	$\frac{1}{2} [011]$	$2\bar{1}3$	> 0
			$\pm \frac{1}{2} [1\bar{1}0]$	($1\bar{1}0$)	$1\bar{1}\bar{1}$ (B)	$\frac{1}{2} [110]$	$2\bar{1}3$	> 0
$11\bar{1}$	020	$\bar{1}\bar{1}1$	$\pm \frac{1}{2} [110]$	(110)	$11\bar{1}$	$\frac{1}{2} [110]$	$3\bar{1}2$	> 0
			$\pm \frac{1}{2} [0\bar{1}1]$	($0\bar{1}1$)	$\bar{1}\bar{1}1$	$\frac{1}{2} [0\bar{1}1]$	$3\bar{1}2$	> 0

En nuestro caso las observaciones se realizaron en los polos (213) y (312) siguiendo las bandas de Kikuchi ($11\bar{1}$) y ($\bar{1}\bar{1}1$) respectivamente (Fig.3) y los datos obtenidos se resumen en la Tabla II. Los lazos de este grupo también son de tipo intersticial.

TABLA II

Lazos Observados sobre banda	En Reflexiones	($\vec{g} \cdot \vec{b}$) s > 0	$\vec{b}$	$\vec{n}$	$\vec{n} \cdot \vec{b}$
(11 $\bar{1}$)	$\vec{g} = \bar{1}\bar{1}1$	$\vec{g} = \bar{1}\bar{1}1$	$\frac{1}{2} [\bar{1}01]$	213	> 0
	$\vec{g} = 11\bar{1}$				
($\bar{1}\bar{1}1$)	$\vec{g} = 1\bar{1}\bar{1}$	$\vec{g} = 1\bar{1}\bar{1}$	$\frac{1}{2} [10\bar{1}]$	312	> 0
	$\vec{g} = \bar{1}11$				

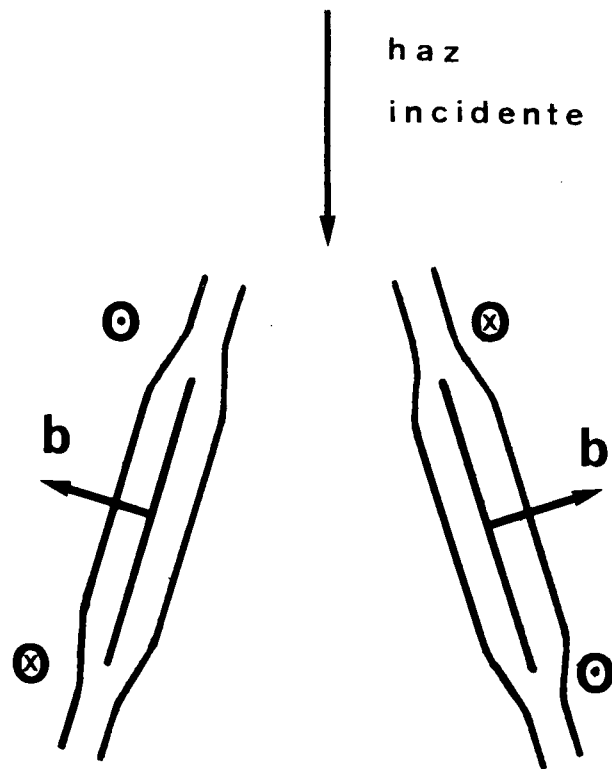


Fig. 7 - Aplicación de la definición del vector de Burger adoptada en el presente trabajo a un lazo cuyo plano de hábito es paralelo al haz incidente. Si se rota el cristal de forma tal que cambie la inclinación del plano de hábito, se puede observar que el vector de Burger no rota solidario al lazo, pero siempre indica su naturaleza.

Es necesario aclarar que, a diferencia de los dos grupos anteriores, no existen aquí dos familias distintas de lazos que presenten alguna diferencia en su contraste, sino que los lazos situados sobre los planos $(\bar{1}01)$ fueron observados en dos orientaciones distintas. El hecho de que los vectores de Burger difirieran en signo, según cual sea el sentido de rotación de la lámina, no implica indeterminación en los resultados. Este hecho es simple consecuencia de la convención adoptada para definir el vector de Burger de un lazo de dislocaciones. En efecto, al rotar la lámina hacia el polo (213) o el (312) siguiendo las bandas $(11\bar{1})$ y $(\bar{1}11)$ respectivamente, los lazos que originalmente eran paralelos al haz electrónico, se inclinan en sentidos opuestos. Si se aplica la convención mencionada en II.1, los vectores de Burger así obtenidos resultan de sentidos opuestos, pero en ambos casos el producto $\vec{n} \cdot \vec{b}$ es positivo (Fig.7). En consecuencia $\vec{b}$ no es un vector que rota solidariamente con el lazo, pero caracteriza sin lugar a dudas la naturaleza del mismo.

- 4) Lazos que presentan una imagen residual en las reflexiones $(\bar{1}11)$, $(11\bar{1})$ y (020)

Estos lazos están situados sobre los planos (101) , y en todos los casos es $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$. El análisis de contraste utilizado en los tres grupos anteriores no es aplicable a estos lazos, y no es posible obtener información directa acerca de la naturaleza de los mismos.

V. CONCLUSIONES

De acuerdo a los resultados obtenidos, los lazos situados sobre cinco tipos de planos de la familia $\{110\}$ son de naturaleza intersticial. Dado que la irradiación con neutrones en un reactor es isotrópica, existe la misma probabilidad de nucleación de intersticiales sobre los seis planos que componen dicha familia. Por lo tanto se puede afirmar que todos los lazos observados en monocristales irradiados con neutrones rápidos son de tipo intersticial.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al Sr. N.J. Marcone por su ayuda durante el desarrollo del trabajo, y a los Sres. P. Nieto y F. Segovia por el trabajo fotográfico realizado.

R E F E R E N C I A S

- (1) WEERTMAN, J. y WEERTMAN, J.R. - "Elementary Dislocation Theory", MacMillan, New York, 1967
- (2) KUHLMANN-WILSDORF, D. y WILSDORF, H.G.F., (1960), J.appl.Phys., 31, 516
- (3) MAZEY, D.J., BARNES, R.S. y HOWIE, A., (1962), Phil. Mag. 7, 1861
- (4) WILKENS, M. y RUHLE, M., Symposium on the Nature of Small Defect Clusters, A.E.R.E. Report R 5269 (1966)
- (5) HIRSCH, P.B., HOWIE, A., NICHOLSON, R.B., PASHLEY, D.W. y WHELAN, M.J. "Electro Microscopy of thin Crystals", London, Butterworths (1965)
- (6) HOWIE, A. y WHELAN, M.J., Proc. Roy Soc. A, 263, 217 (1961) - Ibid, 267, 206 (1962)
- (7) POCHETTINO, A.A., IPOHORSKI, M., "Determinación de profundidades y espesores en láminas delgadas mediante técnicas de Estéreo-microscopía electrónica", C.N.E.A. TE 12/74, 1972

A P E N D I C E - Orientación precisa de una lámina delgada cristalina por medio de las líneas de Kikuchi.

En el diagrama de difracción de una lámina delgada monocristalina aparecen ciertas distribuciones de líneas claras y oscuras, que pueden llegar a ser bastante complejas, llamadas líneas de Kikuchi. Un tratamiento riguroso acerca del origen y distribución de intensidades de las líneas de Kikuchi necesitaría de las conclusiones de la teoría dinámica de la difracción de electrones. Sin embargo, para la determinación de la orientación de una lámina cristalina, que es el caso que nos interesa aquí, no es necesario conocer la distribución precisa de las intensidades, sino solamente la configuración geométrica de las líneas. Esta se puede predecir a partir de un mecanismo basado solamente en la ley de Bragg, que fué propuesto originalmente por Kikuchi en 1928.

Los electrones monoenergéticos que inciden sobre una lámina delgada, además de dar origen a una serie de haces difractados de la misma energía (difusión elástica), pueden interaccionar con los átomos de la red cristalina dando origen a una radiación difusa cuya energía es ligeramente menor que la del haz incidente (difusión inelástica). La distribución angular de la radiación difusa es tal que

- es máxima en la dirección del haz transmitido
- decrece rápidamente con el ángulo 2θ de difusión.

Los procesos de difusión inelástica son los responsables del fondo difuso que aparece en todo diagrama de difracción de electrones y las líneas de Kikuchi son variaciones locales en la intensidad de este fondo.

Veremos en una construcción geométrica sencilla cómo se originan, Fig.8. Consideremos un haz de electrones que incide sobre una lámina delgada. Un punto como el P en la misma dará origen a un cono de radiación difusa. Algunos electrones difundidos dentro del cono podrán incidir sobre una familia dada de planos cristalinos (hkl) bajo el ángulo θ dado por la ley de Bragg, y serán entonces difractados en una dirección PQ. Por otro lado la radiación difundida según una dirección como la PQ también incidirá sobre la misma familia de planos (hkl) bajo el mismo ángulo θ de Bragg, y dará origen a un haz difractado según una dirección PR. Ahora bien, la cantidad de electrones difundidos inelásticamente por el punto P es mayor en la dirección PQ que en la dirección PR. Por lo tanto las reflexiones de Bragg mencionadas hacen que más electrones se pierdan de la dirección PQ hacia la PR, que los que vuelven a la dirección PQ a expensas de los perdidos en la dirección PR. El fondo continuo del diagrama se ve alterado de tal manera que existe un aumento de la intensidad según la dirección PR, y una disminución en la dirección PQ. El lugar geométrico de todas las direcciones posibles en las cuales puede producirse la difracción de la radiación difusa por una familia dada de planos cristalinos (hkl) son dos conos de semi-apertura igual a $90^\circ - \theta$. La intersección de estos conos con una pantalla suficientemente alejada de la muestra, perpendicular al haz incidente, es por lo tanto un par de hipérbolas. Dado que para electrones de 80 o 100 kV, los ángulos θ de Bragg son generalmente muy pequeños, del orden de 0.5° a 1° , las hipérbolas se pueden con-

siderar como un par de líneas paralelas entre sí. Estas constituyen precisamente un par de líneas (hkl) de Kikuchi. La línea de intensidad mayor que el fondo difuso se denomina "por exceso" mientras que la otra es la línea "por defecto". Pares de líneas similares pueden ser originados por las otras familias de planos del cristal. Así, por el mecanismo mencionado, se pueden producir simultáneamente varios conjuntos de pares de líneas, que pueden llegar a formar diagramas bastante complejos. En todos los casos la línea "por exceso" es la que está más alejada del haz directo. Se puede ver también que la separación angular entre cada par de líneas es 2θ , y que estas están situadas simétricamente respecto de la intersección imaginaria de la familia de planos cristalinos con la pantalla de observación, Fig.8.

Al variar la inclinación de la muestra respecto del haz incidente el comportamiento de las líneas de Kikuchi es diferente al de las manchas de difracción. En efecto, estas últimas no se mueven a medida que varía la orientación de la muestra, sino que disminuyen o aumentan su intensidad. Inclusive algunas pueden desaparecer, dando origen a la aparición de otras en diferentes posiciones angulares en el diagrama de difracción. En cambio las líneas de Kikuchi se mueven como si estuvieran rígidamente adheridas al cristal, y su posición respecto de las manchas de difracción es por lo tanto un índice muy preciso de la orientación de la lámina delgada respecto del haz incidente.

Veamos entonces cuál es la relación entre un par de líneas de Kikuchi originado por una familia de planos (hkl) y la mancha de difracción (hkl) cuando el cristal está orientado en la posición exacta de Bragg correspondiente a esa familia. En este caso existe un fuerte haz difractado en una dirección que forma un ángulo 2θ con el haz transmitido, Fig.9. En la misma figura se puede ver que en esta orientación particular del cristal, la línea por exceso pasa exactamente por la mancha de difracción (hkl) mientras que la línea por defecto es coincidente con el haz transmitido (000). Esta es la manera en la cual se orienta una lámina delgada en la posición exacta de Bragg en una experiencia de microscopía electrónica.

Un pequeño giro de la muestra fuera de esta posición traerá como consecuencia un pequeño apartamiento de las líneas de Kikuchi respecto de las dos manchas de difracción. En particular si el giro se realiza de tal manera que el ángulo de incidencia del haz respecto de los planos (hkl) sea mayor que el ángulo θ de Bragg, el par de líneas se desplazará ligeramente hacia la izquierda de la posición indicada en la Fig.9. En este caso el parámetro s de desviación de la posición de Bragg es positivo, y es en estas condiciones en las cuales se realizaron todas las experiencias de variación de contraste detalladas en el presente trabajo.

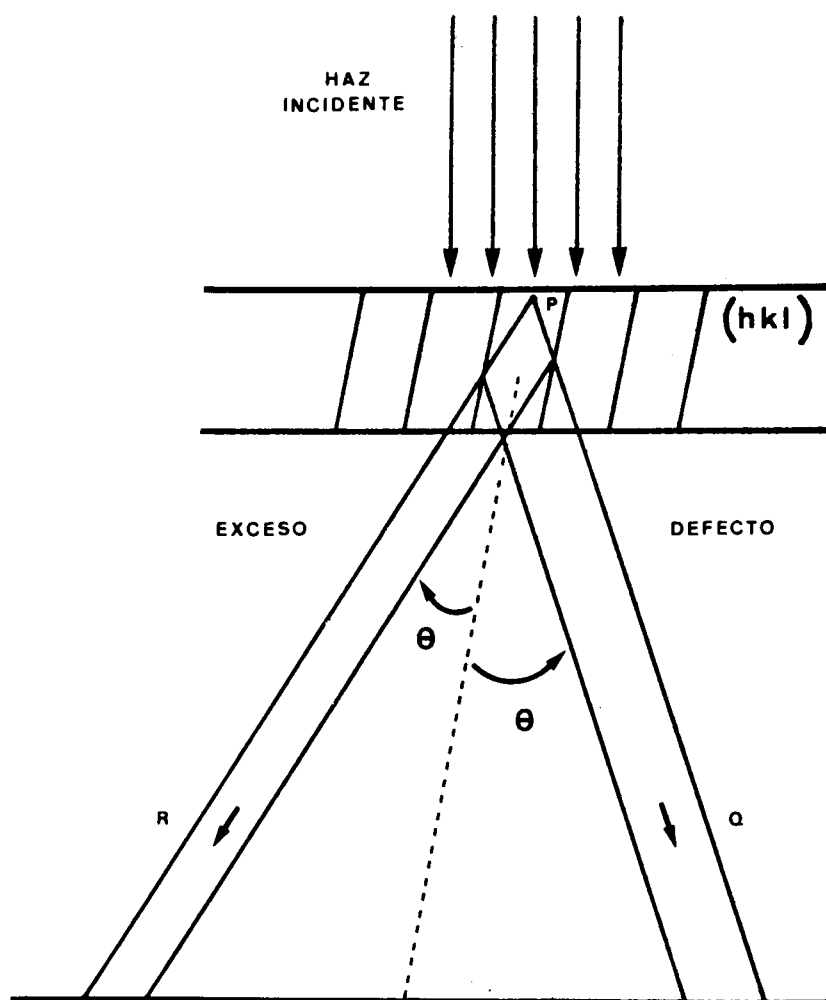


Fig. 8 - Formación de un par de líneas de Kikuchi. Un punto P de la muestra cristalina da origen a un cono de radiación difusa. Algunos electrones del cono inciden sobre la familia de planos (hkl) bajo el ángulo θ de Bragg y son difractados en las direcciones PQ y PR. Como la cantidad de electrones difundidos por el punto P es mayor en la dirección PQ que en la dirección PR, más electrones se pierden de la dirección PQ hacia la PR, que los que vuelven a la dirección PQ a expensas de los perdidos en la dirección PR. El fondo continuo del diagrama de difracción se ve alterado así de manera que existe un aumento de la intensidad según la dirección PR (línea por exceso) y una disminución en la dirección PQ (línea por defecto).

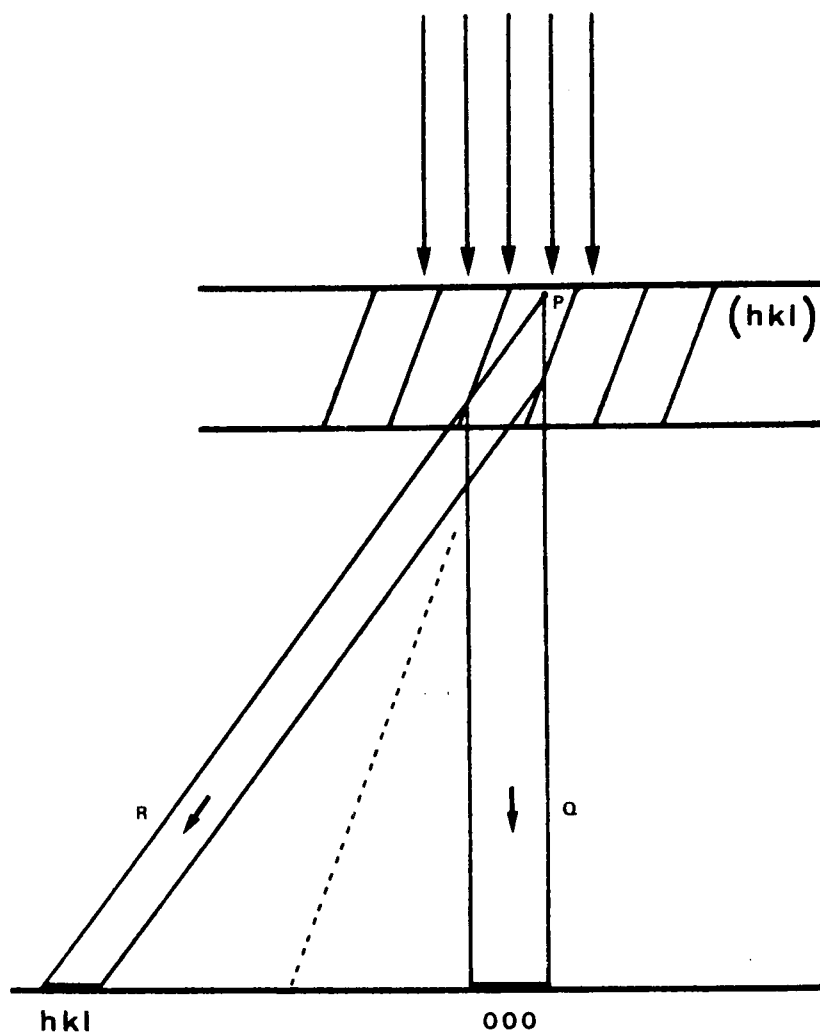


Fig. 9 - Orientación relativa entre un par de líneas de Kikuchi (hkl) y las manchas de difracción correspondientes, cuando el cristal está orientado en la posición exacta de Bragg. La línea por exceso pasa exactamente por la mancha de difracción (hkl) mientras que la línea por defecto es coincidente con el haz transmitido (000) .

