PROBLEMAS TIPICOS DE MICROSCOPIA ELECTRONICA

A.A. Pochettino* y M. Ipohorski*

1 El presente trabajo, complemento de los apuntes de Microscopía Electrónica, contiene una serie de problemas típicos que aparecen en un laboratorio de metalurgia. Incluye micrografías de defectos cristalinos, como dislocaciones, fallas de apilamiento, cavidades, los diagramas de difracción de las estructuras metálicas más comunes, criterios para su identificación y la información que de ellos puede obtenerse, y un ejemplo de réplica de la superficie de un acero.

Todas las micrografías y diagramas de difracción fueron obtenidas en el laboratorio de Microscopía Electrónica por personal del Departamento de Metalurgia, utilizando el microscopio Philips EM 300.

2 BIBLIOGRAFIA

El texto más completo publicado hasta ahora sobre microscopía electrónica de láminas delgadas es indudablemente

Electron Microscopy of Thin Crystals
Hirsch, Howie, Nicholson, Pashley, Whelan
Butterworths, 1965

En el Apéndice 5 se muestran los diagramas de difracción indexados, correspondientes a las orientaciones de más alta simetría, para las estructuras cúbicas de caras centradas, de cuerpo centrado, tipo NaCl, tipo CsCl, y hexagonal compacta. Además se esquematizan las líneas de Kikuchi asociadas a algunos diagramas de difracción. En el Apéndice 6 se plantean una serie de problemas típicos de microscopía electrónica, tales como indexado de diagramas de difracción complejos y determinación de vectores de Burger, y en el Apéndice 7 se resuelven detalladamente dichos problemas.

Una recopilación más actualizada de distintos tipos de problemas puede encontrarse en el capítulo

---

* Comisión Nacional de Energía Atómica, Argentina.

Typical Problems in Electron Microscopy
M.J. Goringe y C.R. Hall

que forma parte de la publicación

Electron Microscopy in Material Science
Academic Press, 1971

Además de distintos problemas sobre indexado de diagramas de difracción, se dan ejemplos de cálculos de contraste correspondientes a distintos defectos, como precipitados coherentes y dislocaciones. También se tratan en cierto detalle las imágenes que se observan mediante la técnica denominada de haz débil, así como problemas varios sobre efectos de absorción y cálculos de contraste por computación.

PROBLEMA 1:

Calcular los ángulos de difracción $2\theta_{hkl}$ para las familias de planos cristalinos del Cu caracterizados por sus índices de Miller

(hkl) = (111) (200) (220) (311)

para electrones de 100 y 80 kV.

Datos: Parámetro de red del cobre $a = 3.61$ Å

λ (100 kV) = 0.037 Å

λ (80 kV) = 0.041 Å

PROBLEMA 2:

Si el nodo (hkl) de la red recíproca, definido por el vector $\vec{r}^{*}_{hkl}$, con h,k,l, primos entre sí, representa una familia de planos cristalinos de espaciado d_{hkl}, cuál es el significado del nodo siguiente (2h, 2k, 2l) ?

<u>Resolución</u>: El nodo (2h, 2k, 2l) está definido por el extremo del vector recíproco:

$$\vec{r}^{\,*}_{2h,2k,2l} = 2\,\vec{r}^{\,*}_{hkl}$$

Su módulo es

$$\left|\vec{r}^{\,*}_{2h,2k,2l}\right| = 2\left|\vec{r}^{\,*}_{hkl}\right| = \frac{2}{d_{hkl}} = \frac{1}{\frac{d_{hkl}}{2}}$$

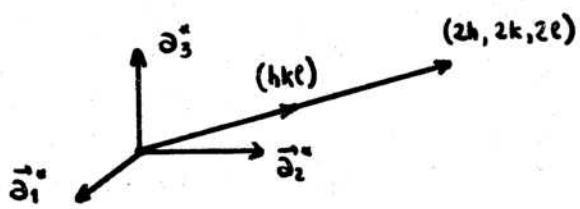


Figura 1

y puede considerarse por lo tanto como el vector que representa en el espacio recíproco a una familia de planos de espaciado $d_{hkl}/2$. Esta nueva familia de planos reticulares tiene características singulares puesto que solamente uno de cada dos planos de la misma tiene existencia real. De la misma manera un nodo de la red recíproca (nh, nk, nl) representa una familia de planos de índices (hkl) pero cuyo espaciado es d_{hkl}/n. Esta propiedad, que es una consecuencia de la definición de red recíproca, es sumamente útil para interpretar diagramas de difracción de electrones.

PROBLEMA 3

Demostrar que la red recíproca de una cúbica de caras centradas de parámetro a es una red cúbica de cuerpo centrado de parámetro 2/a.

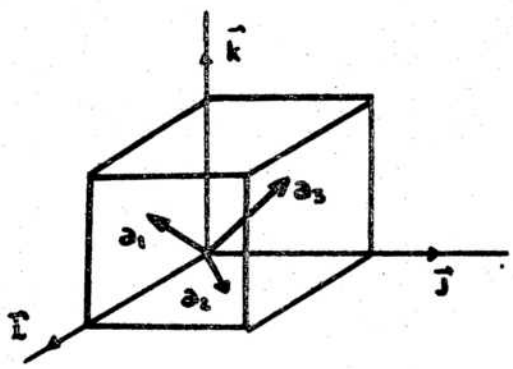


Figura 2

<u>Resolución</u>: Los vectores base de la red cúbica de caras centradas son

$$\vec{a}_1 = \frac{a}{2}\left[\vec{i} + \vec{k}\right]$$

$$\vec{a}_2 = \frac{a}{2}\left[\vec{i} + \vec{j}\right]$$

$$\vec{a}_3 = \frac{a}{2}\left[\vec{j} + \vec{k}\right]$$

de acuerdo a la definición de red recíproca

$$\vec{a}_1^{\,*} = \frac{1}{V_c}\,\vec{a}_2 \times \vec{a}_3 \qquad \vec{a}_2^{\,*} = \frac{1}{V_c}\,\vec{a}_3 \times \vec{a}_1 \qquad \vec{a}_3^{\,*} = \frac{1}{V_c}\,\vec{a}_1 \times \vec{a}_2$$

Es fácil demostrar que el volumen V_c de la celda primitiva definida por los vectores $\vec{a}_1$, $\vec{a}_2$ y $\vec{a}_3$ es

$$V_c = \frac{a^3}{4}$$

entonces

$$\vec{a}_1^{\,*} = \frac{4}{a^3}\begin{vmatrix} \vec{i} & \vec{j} & \vec{k} \\ \frac{a}{2} & \frac{a}{2} & 0 \\ 0 & \frac{a}{2} & \frac{a}{2} \end{vmatrix}$$

$$= \frac{4}{a^3}\left\{ \vec{i}\begin{vmatrix} \frac{a}{2} & 0 \\ \frac{a}{2} & \frac{a}{2} \end{vmatrix} - \vec{j}\begin{vmatrix} \frac{a}{2} & 0 \\ 0 & \frac{a}{2} \end{vmatrix} + \vec{k}\begin{vmatrix} \frac{a}{2} & \frac{a}{2} \\ 0 & \frac{a}{2} \end{vmatrix} \right\}$$

$$= \frac{1}{a}\left[\vec{i} - \vec{j} + \vec{k}\right]$$

Análogamente se calculan

$$\vec{a}_2^{\,*} = \frac{1}{a}\left[\vec{i} + \vec{j} - \vec{k}\right]$$

$$\vec{a}_3 = \frac{1}{a}\left[-\vec{i} + \vec{j} + \vec{k}\right]$$

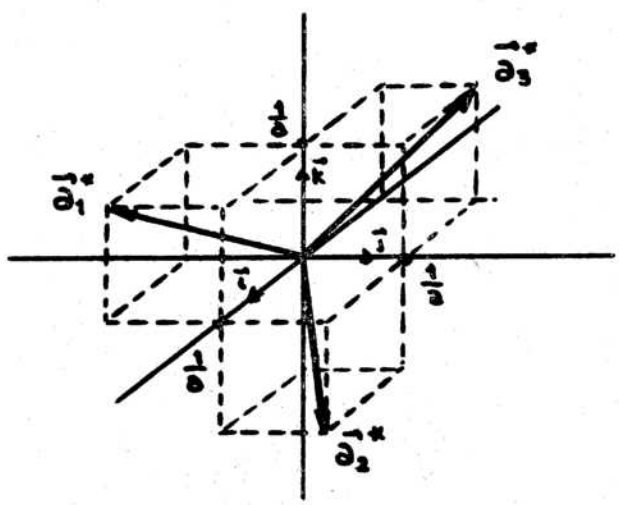


Figura 3

En la Fig. 3 se pueden ver que los vectores $\vec{a}_1^*$, $\vec{a}_2^*$, $\vec{a}_3^*$ definen una red cúbica de cuerpo centrado. Una observación cuidadosa de la red que ellas describen muestra que el parámetro de red de la celda cúbica resultante es 2 x 1/a = 2/a.

PROBLEMA 4

Verificar que, dada una red cúbica de cuerpo centrado, de parámetro de red a, definida por los vectores base

$$\vec{a}_1 = \frac{a}{2}\left[\vec{i} - \vec{j} + \vec{k}\right]$$

$$\vec{a}_2 = \frac{a}{2}\left[\vec{i} + \vec{j} - \vec{k}\right]$$

$$\vec{a}_3 = \frac{a}{2}\left[-\vec{i} + \vec{j} + \vec{k}\right]$$

Su red recíproca es cúbica de caras centradas de parámetro de red 2/a.

PROBLEMA 5

Calcular el factor de estructura

$$F_{hkl} = \sum_j f_j \, e^{2\pi i (h u_i + k v_i + l w_i)}$$

para la red cúbica de caras centradas, y la red cúbica de cuerpo centrado. Cuáles son las reflexiones que no aparecen. Comparar con los diagramas indexados de la Fig.

PROBLEMA 6

Hallar el factor de estructura para el sistema hexagonal compacto.

Solución:

$$|F|^2 = 4 f^2 \cos^2 \pi \left(\frac{h + 2k}{3} + \frac{l}{2} \right)$$

Las reflexiones del tipo (111), (113), (221), (223)... no aparecen.

PROBLEMA 7

El signo del vector $\vec{s}$, llamada error de interferencia, definido por

$$\vec{k} - \vec{k}' = \vec{g}_{hkl} + \vec{s}$$

se considera positivo si el mismo está situado dentro de la esfera de Ewald. Supongamos que la lámina delgada se inclina de tal manera que el ángulo 2θ que forma el haz incidente con la familia de planos (hkl) es mayor que el ángulo de Bragg correspondiente $2\theta_{hkl}$. Demostrar mediante un dibujo sencillo que en este caso $\underline{s}$ es positivo.

PROBLEMA 8

Las figuras 4(a) y (b) corresponden a diagramas de difracción electrónica de un material de estructura f.c.c. Indexar dichos diagramas y determinar aproximadamente la dirección del haz incidente.

<u>Resolución:</u> Este problema se puede resolver de dos maneras distintas:

1°. En la figura 5 se muestra esquemáticamente la geometría del diagrama de difracción de la figura 4(a). En ella se toman 3 puntos O, P1 y P2 y se miden las distancias OP1 = d_1 y OP2 = d_2. Se realiza luego el cociente de los cuadrados de ambas distancias, que corresponde al cociente de dos valores de la cantidad $h^2 + k^2 + l^2$. Los índices (hkl) son números enteros y se deben tomar los valores de (hkl) más pequeños que verifiquen el cociente.

Tomando el origen, por ejemplo en el punto O, se le asigna a P1 y P3 una terna de valores (hkl) a cada uno. Pero esa terna no es única dada la multiplicidad de cada conjunto de planos. Por ejemplo, la terna (100) bien puede tomar los valores (010) (001) ($\bar{1}00$) ($0\bar{1}0$) o ($00\bar{1}$). Una forma de eliminar esta indeterminación es por prueba y error, de

manera de encontrar ternas de índices que sean consistentes con la relación

$$(h_3 k_3 l_3) = (h_1 k_1 l_1) + (h_2 k_2 l_2)$$

Los otros puntos del diagrama se pueden obtener por simple adición vectorial.

2°. Una forma alternativa para indexar un diagrama de difracción es medir el ángulo comprendido entre OP_1 y OP_2 y por simple búsqueda en una tabla de ángulos interplanares obtener la terna de valores (hkl) asociados a P_1 y P_2. Conocidos estos valores se prosigue trabajando por prueba y error como en el caso anterior.

<u>Ejemplo</u>: Si dos puntos del diagrama de difracción pertenecen al plano (uvw) de la red recíproca, cumplen entonces la condición:

$$\begin{cases} h_1 u + k_1 v + l_1 w = 0 \\ h_2 u + k_2 v + l_2 w = 0 \end{cases}$$

de donde se obtiene la dirección

$$[uvw] = [k_1 l_2 - l_1 k_2 \,,\; l_1 h_2 - h_1 l_2 \,,\; h_1 k_2 - k_1 h_2]$$

normal al plano del diagrama y aproximadamente paralelo al haz incidente.

<u>Ejemplo</u>: Se indexa a continuación el diagrama de la figura 5 (a).

<u>Primer método</u>: La relación $\frac{d_1}{d_2}$ resulta

$$\frac{d_1}{d_2} = \frac{35 \text{ mm}}{30 \text{ mm}} \approx 1{,}16 \approx \frac{2}{\sqrt{3}}$$

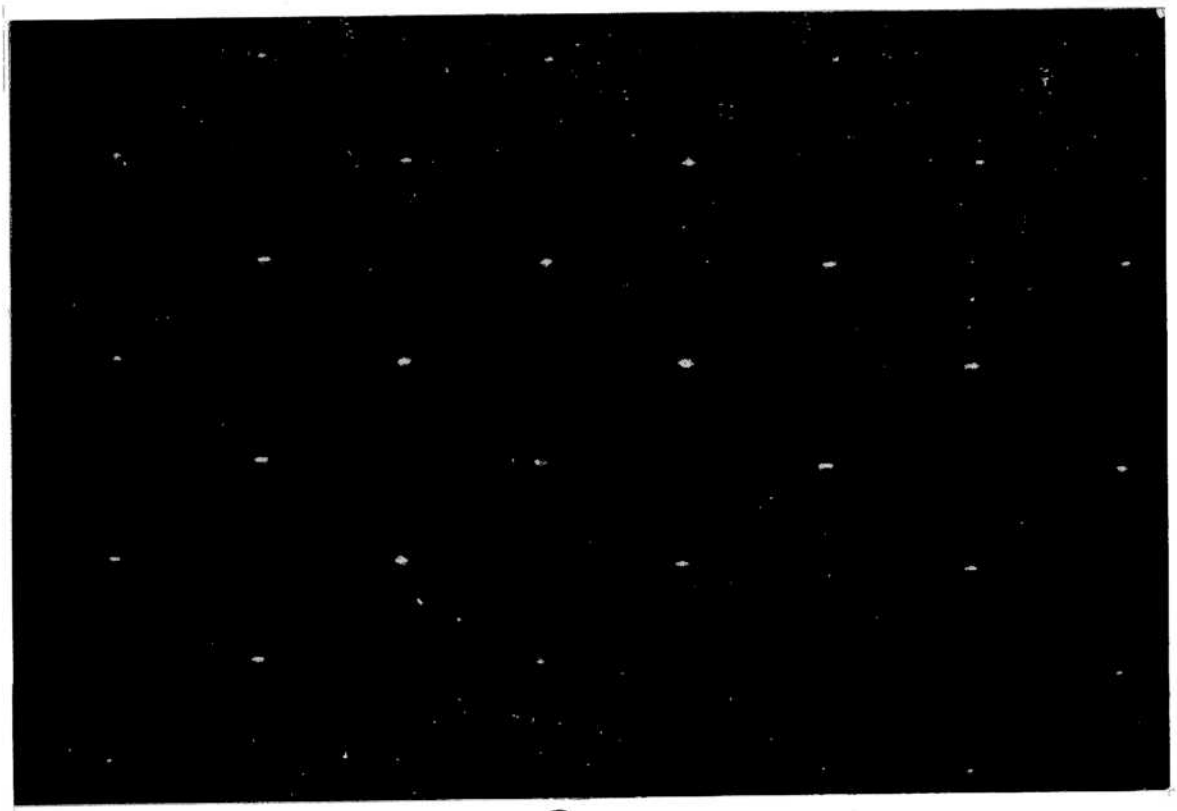
$$\left(\frac{d_1}{d_2}\right)^2 \approx \frac{4}{3} = \frac{2+0+0}{1+1+1}$$

Entonces, las posibles ternas son (2,0,0) y (1,1,1).

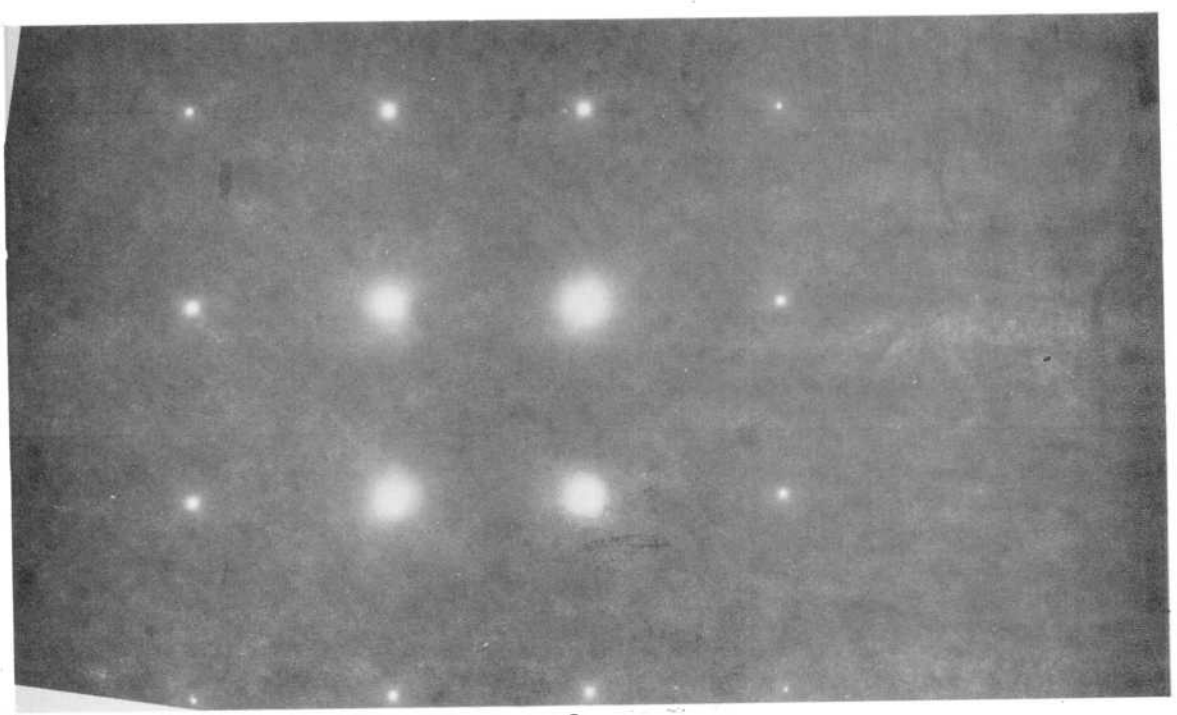
Como $d_3 = d_2$, las ternas asociadas a d_3 resulta ser del tipo (111).

Si

$$(h_3 k_3 l_3) = (h_1 k_1 l_1) + (h_2 k_2 l_2)$$



a



b

Fig. 4

debe ser

$$(111) = (200) + (\bar{1}11)$$

Por suma de vectores se completa el indexado.

<u>Segundo método</u>: Los valores aproximados de los ángulos P_1OP_3 y P_2OP_3 son 55° y 70° respectivamente. Luego, a P_1, P_2 y P_3 se le pueden asociar las ternas de índices (200) $(\bar{1}11)$ y (111). Se concluye el indexado como en el caso anterior.

De acuerdo a lo expresado anteriormente, la normal al plano es $[uvw] = [0\bar{1}1]$

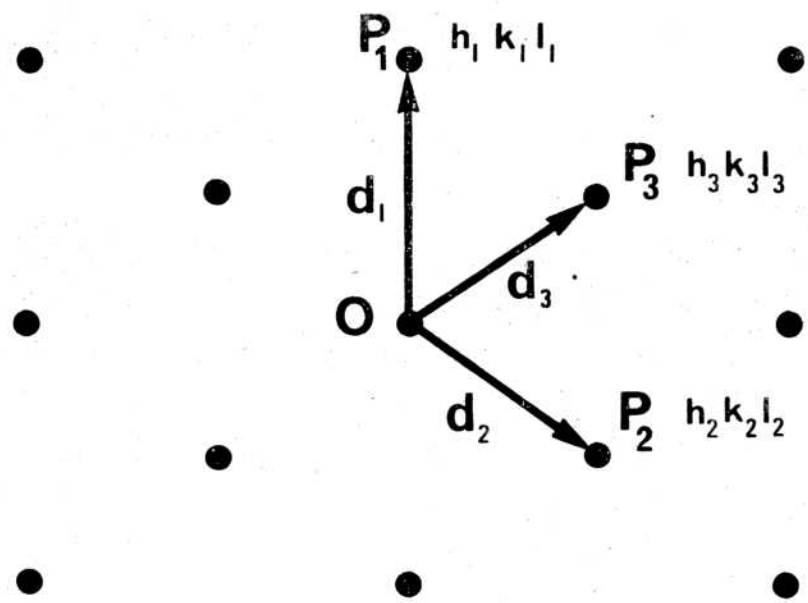


Figura 5

PROBLEMA 9

Dibujar e indexar el diagrama de difracción de un material de estructura f.c.c. para el caso en que el haz electrónico es aproximadamente paralelo a la dirección [111] .

PROBLEMA 10

Dibujar e indexar los diagramas de difracción de electrones correspondientes a los planos recíprocos (100), (110) y (111) para un material de estructura b.c.c.

PROBLEMA 11

Conociendo los diagramas de difracción (100) (110) y (111), de un material de estructura f.c.c., determinar los principales pares de líneas de Kikuchi.

Resolución: La construcción de las líneas de Kikuchi asociadas a un diagrama de difracción dado es muy sencilla si se considera que el cristal está orientado de tal manera que el haz electrónico es paralelo a la dirección cristalográfica normal al plano correspondiente. Para esta orientación, cada par de líneas de Kikuchi es simétrico respecto del haz incidente.

La construcción se realiza entonces de la siguiente manera: Se une el origen (000) con cada uno de los nodos recíprocos del diagrama, y a través del punto medio de estos segmentos se traza una línea perpendicular a los mismos. El conjunto de todas estas líneas corresponde a las líneas de Kikuchi asociadas al diagrama de difracción. Cualquier pequeña rotación de la lámina cristalina se acompaña por un desplazamiento de este conjunto de líneas respecto del diagrama de difracción. La relación de ambos permite determinar con gran precisión la orientación de la lámina respecto del haz electrónico incidente, problemas 12 al 14.

La distancia angular entre pares de líneas es 2θ donde θ es el ángulo de difracción de Bragg. Cada línea se indexa con los índices correspondientes al nodo recíproco a partir del cual fué obtenida.

Ejemplo: En un diagrama recíproco (110) de una estructura f.c.c. previamente indexado las principales líneas de Kikuchi se indican en la Fig. 6.

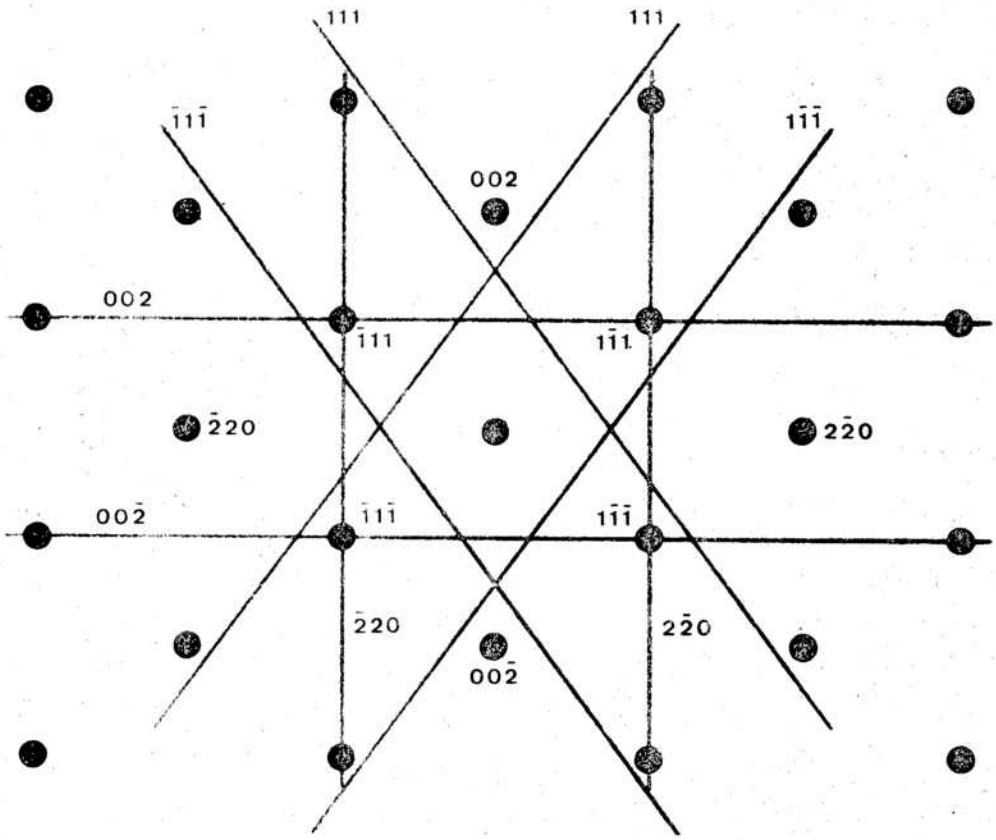

111
111
$\bar{1}1\bar{1}$
$1\bar{1}\bar{1}$
002
002
$\bar{1}11$
$1\bar{1}1$
$\bar{2}20$
$2\bar{2}0$
$00\bar{2}$
$\bar{1}1\bar{1}$
$1\bar{1}\bar{1}$
$\bar{2}20$
$2\bar{2}0$
$00\bar{2}$

Fig. 6

PROBLEMA 12

Calcular el error de interferencia $\vec{s}$ del siguiente diagrama de difracción de Cu, obtenido a 100 kV.

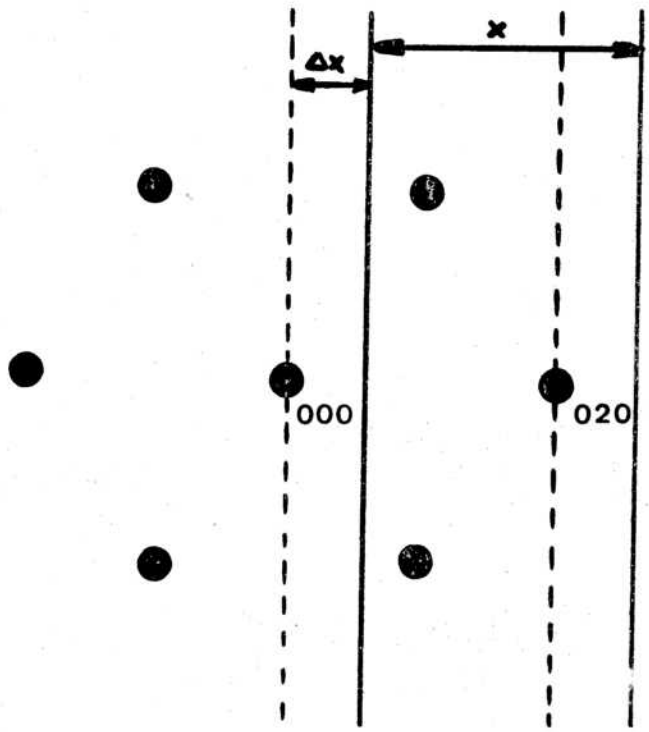


Fig. 7

<u>Resolución</u>: Se utiliza la expresión

$$s = \frac{\lambda}{d^2_{hkl}} \frac{\Delta x}{x}$$

donde $\lambda = 0.037$ Å para 100 kV

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}}$$ para una red cúbica

$$a(Cu) = 3.61 \text{ Å}$$

En la Fig. 7 se indican x y Δx.

Para la reflexión $g = (020)$ resulta $\frac{\Delta x}{x} = \frac{10\ mm}{35\ mm} = 0.286$

como

$$d_{020} = \frac{3.61}{\sqrt{4}}\ \text{Å}$$

el error de interferencia se calcula inmediatamente

$$s = \frac{0.037\ \text{Å}}{(3.61)^2\ \text{Å}^2} \times 4 \times 0.286$$

$$s = 0.32 \times 10^{-2}\ \text{Å}^{-1}$$

Además, como $\Delta x/x$ representa la fracción en que se ha incrementado el ángulo de Bragg 2θ, entonces

$$\Delta(2\theta) = \frac{\Delta x}{x} \cdot 2\theta$$

Para la reflexión (020) del Cu resulta

$$2\theta = 1.03°$$

$$\Delta(2\theta) = 0.286 \times 1.03° = 0.29°$$

Finalmente, a partir de la Fig. 7 se puede determinar el signo de s. De acuerdo a los resultados del problema 7 es $s > o$ cuando el desplazamiento del par de líneas de Kikuchi es tal que la línea que corresponde al haz difractado se aleja del haz transmitido. En este problema resulta así $s > o$.

PROBLEMA 13

Determinar el error por interferencia s del siguiente diagrama de difracción de Au (a = 4.08 Å), obtenido a 100 kV.

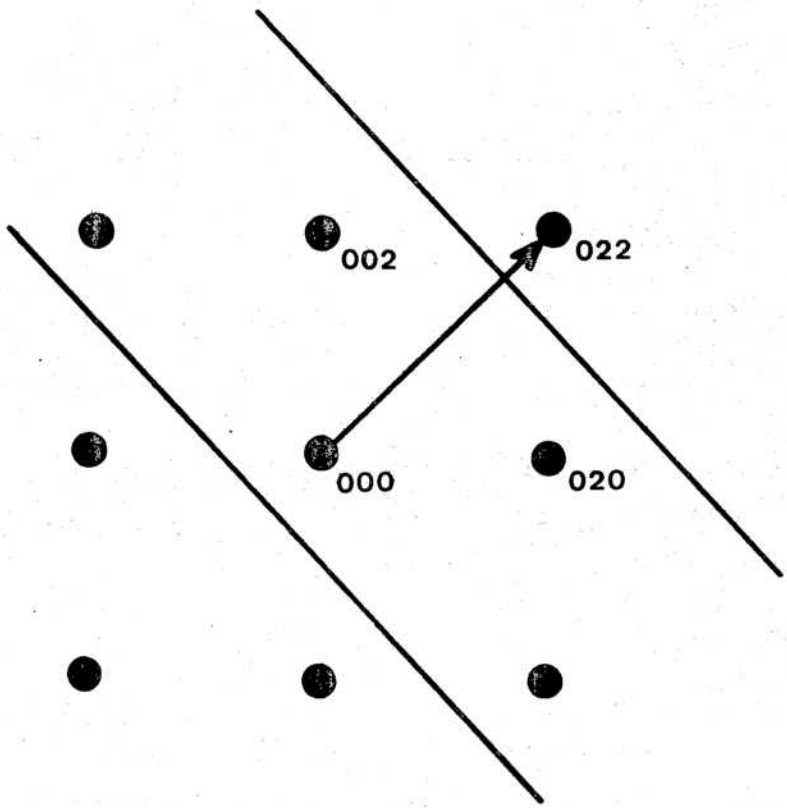


Fig. 8

PROBLEMA 14

Los diagramas de la Fig. 9 corresponden a orientaciones en las que el haz de electrones es aproximadamente paralelo a las direcciones [101] y [312] de un cristal de Al. La experiencia se realizó a 100 kV de potencial acelerador. Determinar la orientación de cada diagrama y hallar el ángulo de rotación entre ambos.

Resolución: En primer término se indexan las líneas de Kikuchi del diagrama en la forma descripta en el problema 11. Para la reflexión $\bar{1}11$, el ángulo θ de Bragg se calcula mediante la expresión

$$\theta \simeq \operatorname{sen}\theta = \frac{\lambda}{2 d_{hkl}}$$

Como, para una celda cúbica dhkl = $\dfrac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}}$

donde a = 4.05 Å es el parámetro de red del aluminio y para un potencial acelerador de 100 kV, λ = 0.037 Å

resulta

$$\theta \simeq \operatorname{sen}\theta = \frac{\lambda\sqrt{h^2+k^2+l^2}}{2a} = 0.0078 \text{ rad.}$$

siendo

$$1 \text{ radián} = 57.296^{\circ}$$

resulta finalmente

$$\theta = 0.44^{\circ}$$

Luego 2θ = 0.88°, es la separación entre las líneas de Kikuchi $\bar{1}11$ y $1\bar{1}\bar{1}$. En la Fig. 9 esa distancia angular corresponde a una distancia lineal de 32 mm.

Luego se determina la distancia lineal que separa 0 de la posición en la cual la dirección [101] es paralela al haz incidente. Esta última posición coincide con la bisectriz del vector $\vec{g}$, que une el haz transmitido con el difractado en la dirección recíproca [$\bar{1}11$] . Un sencillo cálculo de regla de tres permite obtener la distancia angular de la desviación. En este caso resulta:

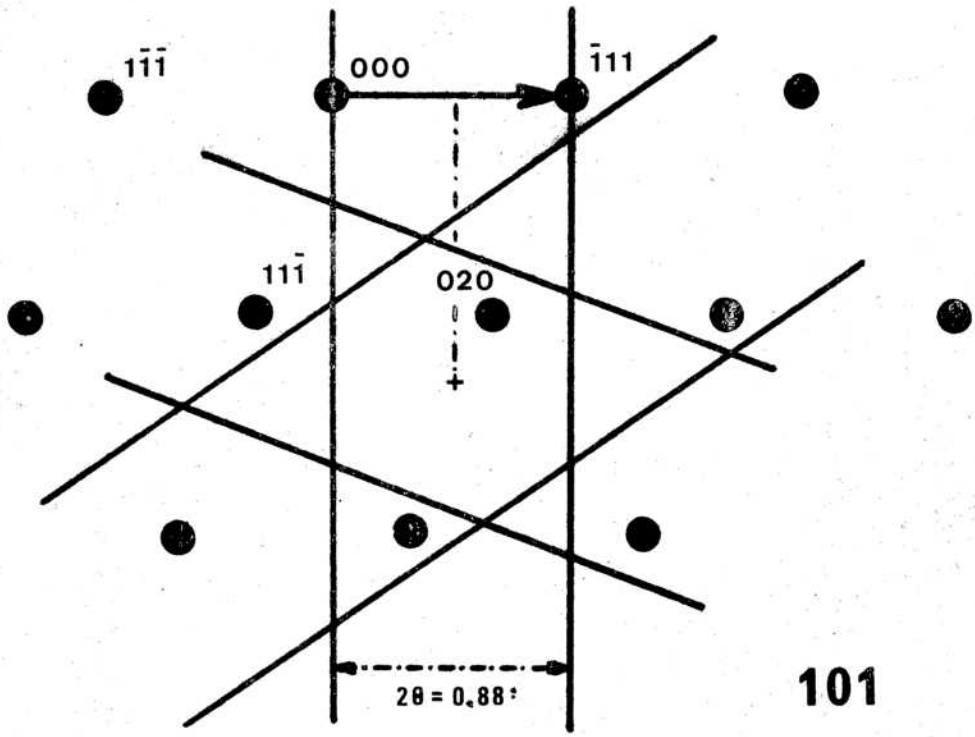
desviación lineal de 0 = 37.5 mm
desviación angular de 0 = 1.02°

De igual forma se calcula la desviación de 0' respecto de la posición en la cual la dirección [312] es paralela al haz incidente. Este valor resulta igual a 1.68°.

El ángulo formado por las direcciones [110] y [312] es 19.11°. Luego, el ángulo rotado entre las dos observaciones es

$$19.11° - 1.02° + 1.68° = 19.77°$$

Es interesante notar que si bien la relación entre el ángulo 2θ Bragg y la separación entre líneas de Kikuchi puede hacerse utilizando cualquier par de líneas del diagrama, es conveniente utilizar la zona central de la micrografía, pues allí son mínimas las distorsiones introducidas por la lente proyectora.


1$\bar{1}\bar{1}$
000
$\bar{1}$11
11$\bar{1}$
020
2θ = 0.88°
101

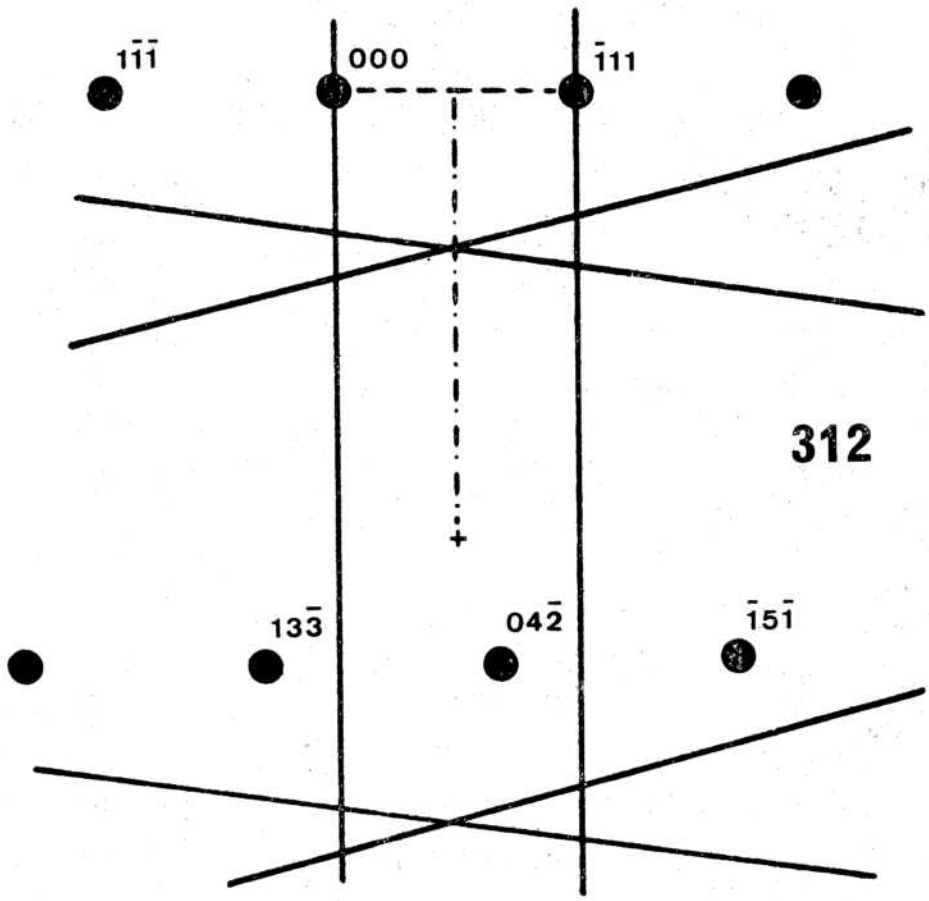

1$\bar{1}\bar{1}$
000
$\bar{1}$11
312
13$\bar{3}$
04$\bar{2}$
$\bar{1}$5$\bar{1}$

Fig. 9

SISTEMA HEXAGONAL

En el sistema hexagonal, la celda más simple es la definida por los tres vectores

$$\vec{a}_1 \qquad \vec{a}_2 \qquad \vec{c}$$

como se puede ver en la Fig. 10. Una dirección cualquiera de la red queda definida por el vector

$$\vec{r} = u\,\vec{a}_1 + v\,\vec{a}_2 + w\,\vec{c}$$

y una familia de planos cristalinos se representa por un vector de la red recíproca

$$\vec{r}^{\,*}_{hkl} = h\,\vec{a}_1^{\,*} + k\,\vec{a}_2^{\,*} + l\,\vec{c}^{\,*}$$

donde (hkl) son los índices de Miller, y los vectores base de la red recíproca son los definidos por las relaciones

$$\vec{a}_1^{\,*} = \frac{\vec{a}_2 \times \vec{c}}{V} \qquad \vec{a}_2^{\,*} = \frac{\vec{c} \times \vec{a}_1}{V} \qquad \vec{c}^{\,*} = \frac{\vec{a}_1 \times \vec{a}_2}{V}$$

donde V es el volumen de la celda $\vec{a}_1 \cdot (\vec{a}_2 \times \vec{c})$

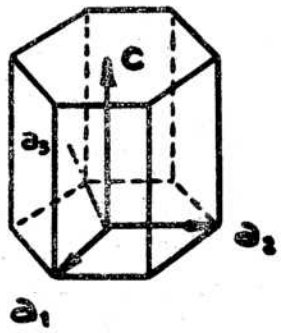


Fig. 10

PROBLEMA 15

Dada una red hexagonal, encontrar su red recíproca. Utilizar el sistema de tres ejes $\vec{a}_1$, $\vec{a}_2$ y $\vec{c}$.

<u>Resolución</u>: El volumen de la celda es

$$V = \vec{a}_1 \cdot (\vec{a}_2 \times \vec{c}) = a_1 \cos 30^\circ \cdot a_2 c$$

$$= a^2 c \frac{\sqrt{3}}{2} \qquad |\vec{a}_1| = |\vec{a}_2| = a$$

El vector $\vec{a}_1^*$ es normal a $\vec{a}_2$ y $\vec{c}$. Fig. 11, y su módulo es

$$|\vec{a}_1^*| = \frac{2}{\sqrt{3}\, a^2 c} ac = \frac{2}{\sqrt{3}} \frac{1}{a}$$

De la misma manera, $\vec{a}_2^*$ es normal a $\vec{a}_1$ y $\vec{c}$, y su módulo es igual a $|\vec{a}_1^*|$ -

El tercer vector $\vec{c}^*$ es paralelo a $\vec{c}$ y su módulo

$$|\vec{c}^*| = \frac{2}{\sqrt{3}\, a^2 c} a.a. \operatorname{sen} 120^\circ = \frac{1}{c}$$

Por lo tanto la red recíproca de una red hexagonal es otra red hexagonal pero rotada 30°. La relación

$$\frac{c^*}{a^*} = \frac{1/c}{2/\sqrt{3}\, a} = \frac{\sqrt{3}}{2} \frac{a}{c} .$$

para el sistema hexagonal compacto es

$$\frac{c^*}{a^*} = \frac{\sqrt{3}}{2} \frac{1}{1.633} = 0.53$$

y por lo tanto c* es aproximadamente igual a la mitad de a*.

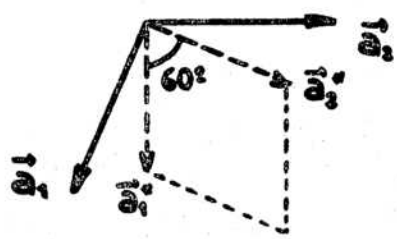


Fig. 11

PROBLEMA 16

Cual es el diagrama de difracción de electrones de un cristal hexagonal compacto, si la lámina delgada está orientada de manera que el haz de electrones es paralelo a la dirección [120] , Fig. 12 (a). Planos prismáticos ⊥ al haz de electrones).

Resolución: El diagrama de difracción de electrones corresponde al plano (120) de la red recíproca. En la Fig. 12 (b) se indica la traza de uno de los planos de esta familia sobre el plano basal. Es fácil entonces ver que los nodos de los planos (120) están situados sobre los vértices de rectángulos cuyo lado mayor es igual a 2a* cos 30°, y el lado menor igual a 2c* (recordar problema 6 sobre factor de estructura del sistema hexagonal). Comparar la fig. 13 con el diagrama de difracción de la fig. 16 (a).

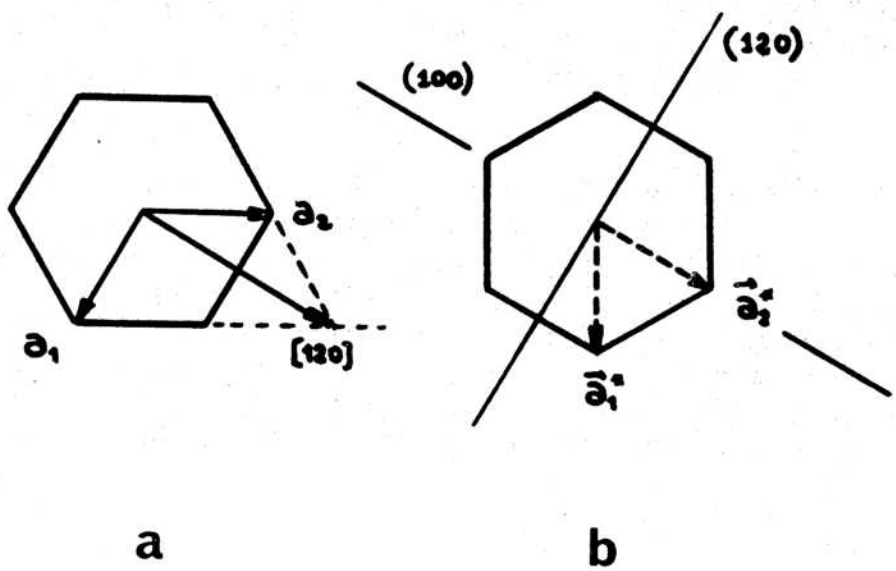


Fig. 12

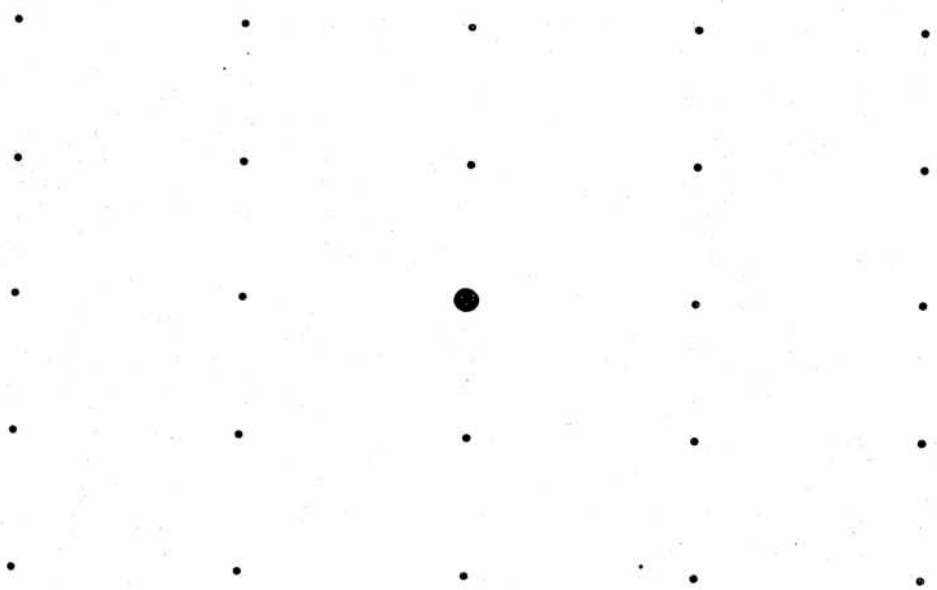


Fig. 13

PROBLEMA 17

A partir de las simetrías del diagrama de difracción esquematizado en la Fig. 14, determinar a que plano del espacio recíproco corresponde. Indexar dicho diagrama. Comparar con la Fig. 16 (b).

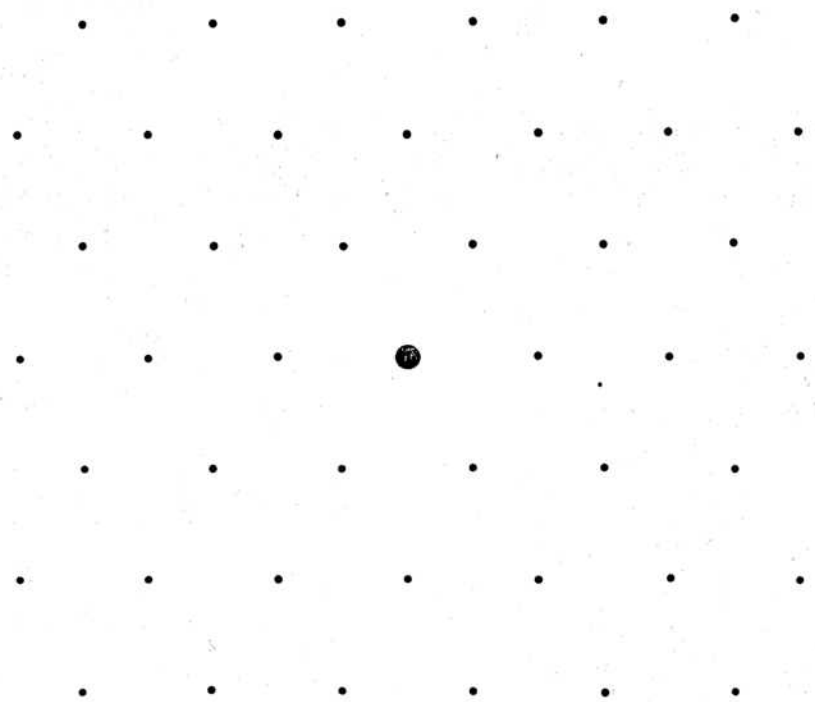


Fig. 14

PROBLEMA 18

El dibujo de la Fig. 15 corresponde al plano recíproco (100) del sistema hexagonal compacto. Indexar dicho diagrama, teniendo en cuenta los resultados del problema 6. Si una lámina delgada cristalina da origen a un diagrama de difracción de este tipo, cuál es la dirección aproximada del haz de electrones. Comparar con la Fig. 16 (c).

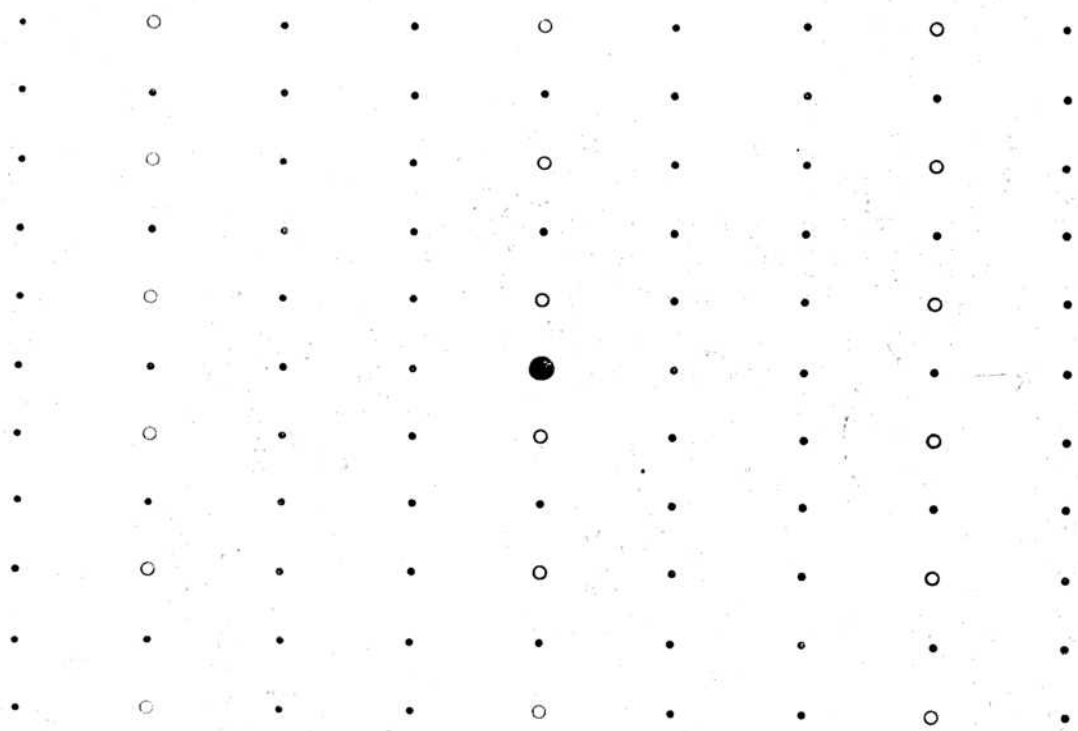
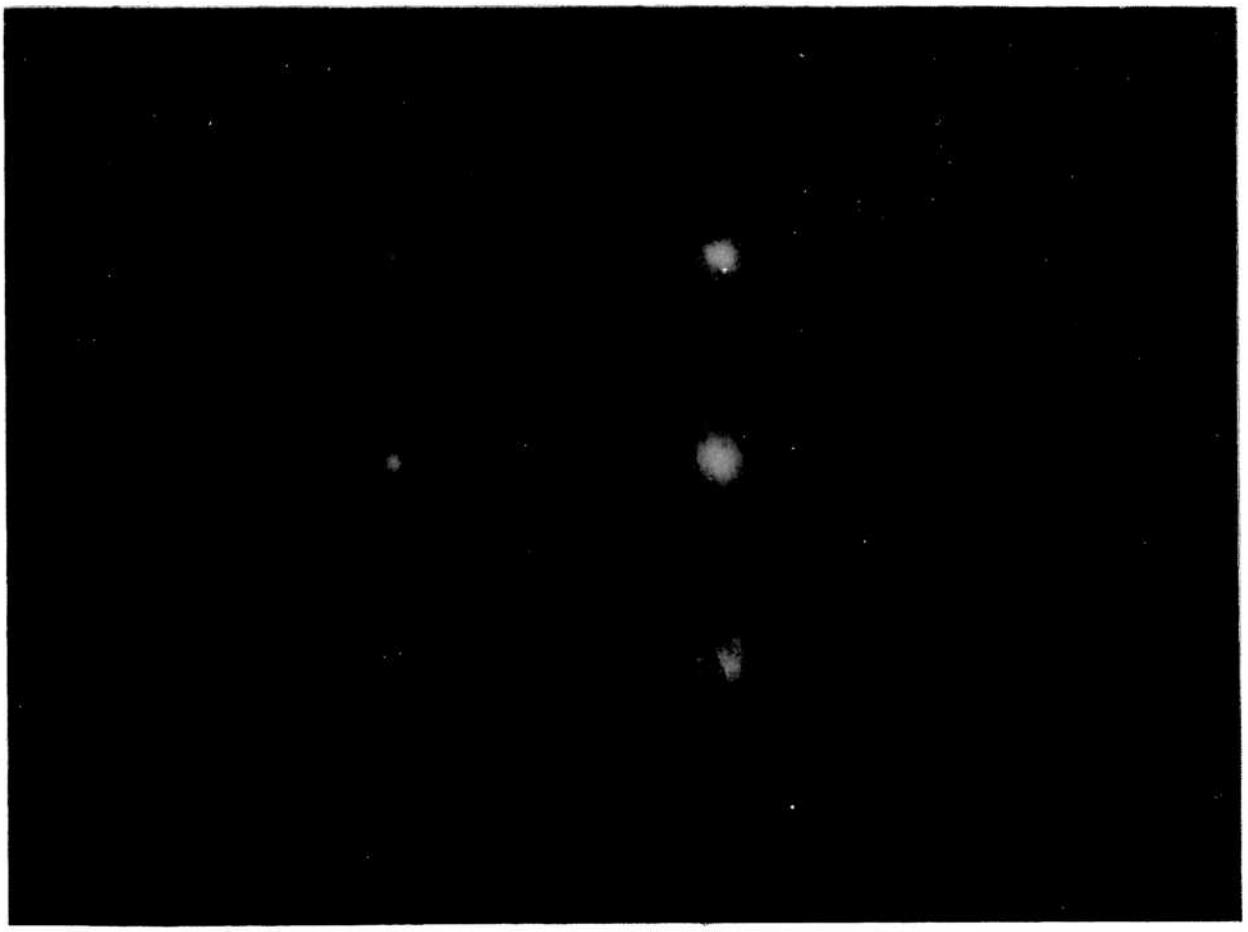
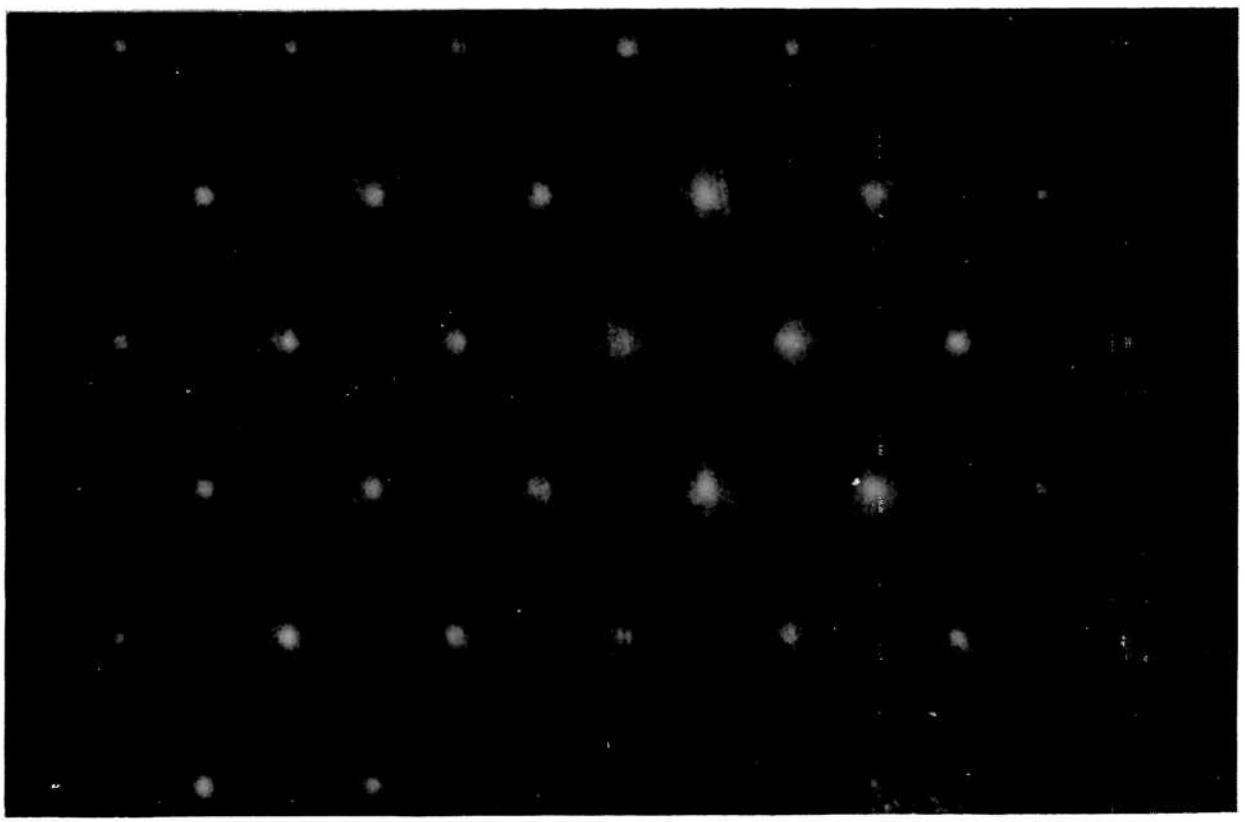


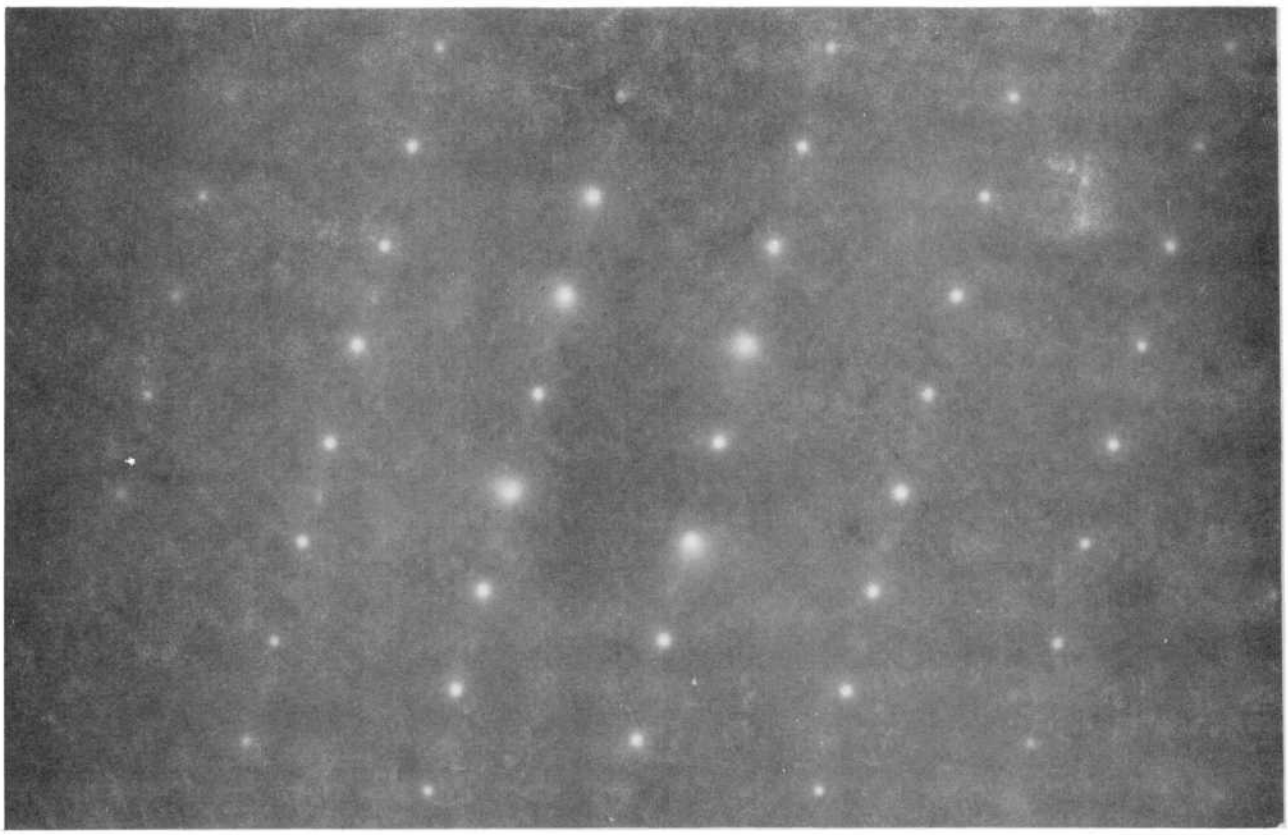
Fig. 15



a



b



c

Fig. 16 - Diagramas de difracción producidos por una lámina monocristalina de zirconio, en tres orientaciones de alta simetría. La geometría de los diagramas corresponde a planos del espacio recíproco del sistema hexagonal.

a) Plano (120)
b) Plano (001)
c) Plano (100)

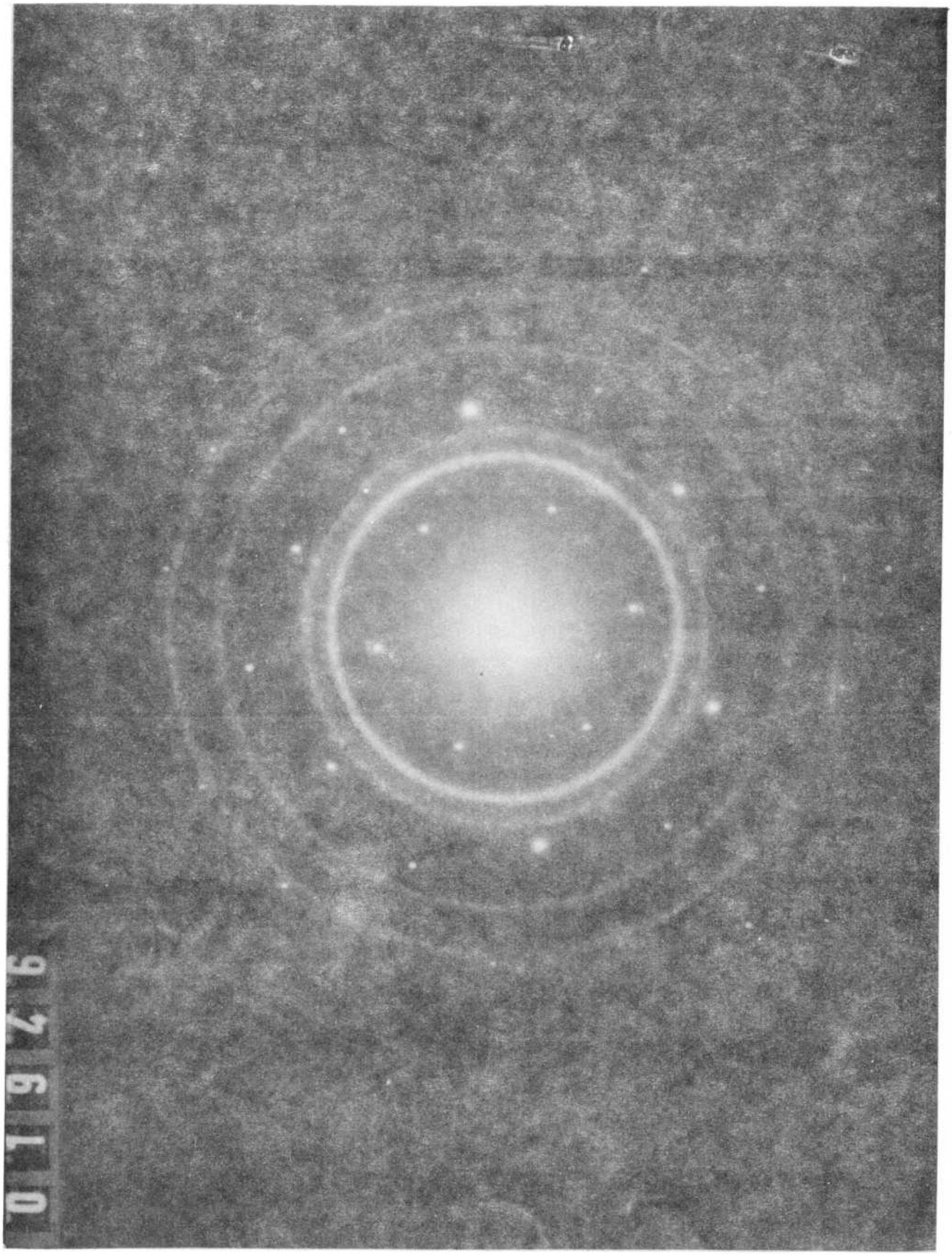


Fig. 17

PROBLEMA 19

Interpretar cualitativamente el diagrama de difracción de la F 17. Qué información se puede obtener acerca de la extructura de la muestra.

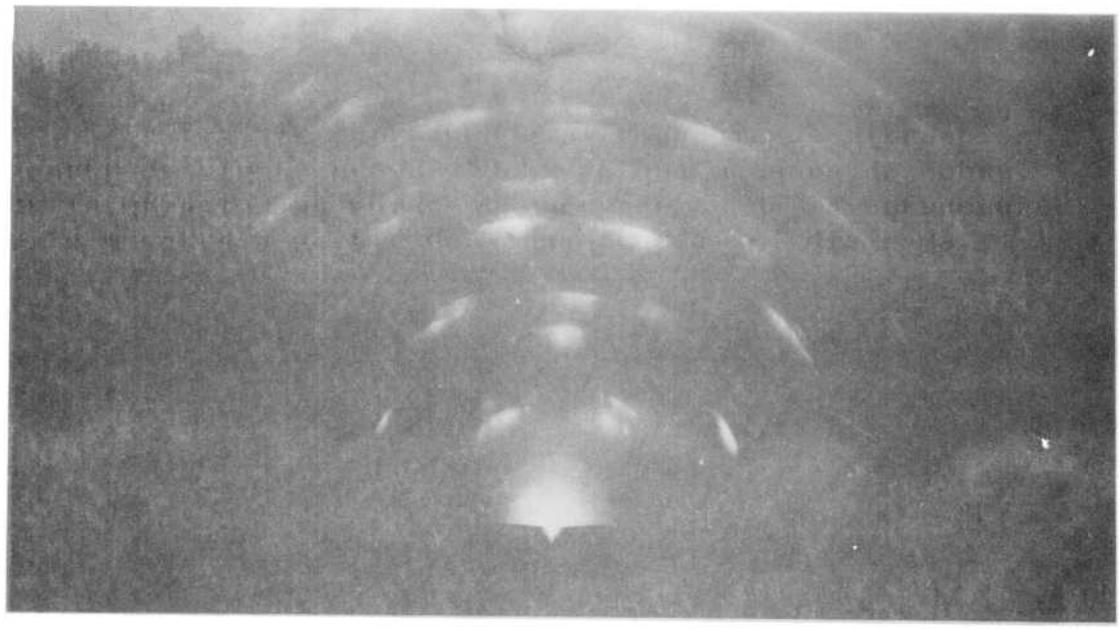


Fig. 18

PROBLEMA 20

La Fig. 18 corresponde al diagrama de difracción rasante de electrones de 80 kV de una muestra de cobre. Qué información se puede obtener acerca de la estructura de la muestra a partir de la geometría del diagrama.

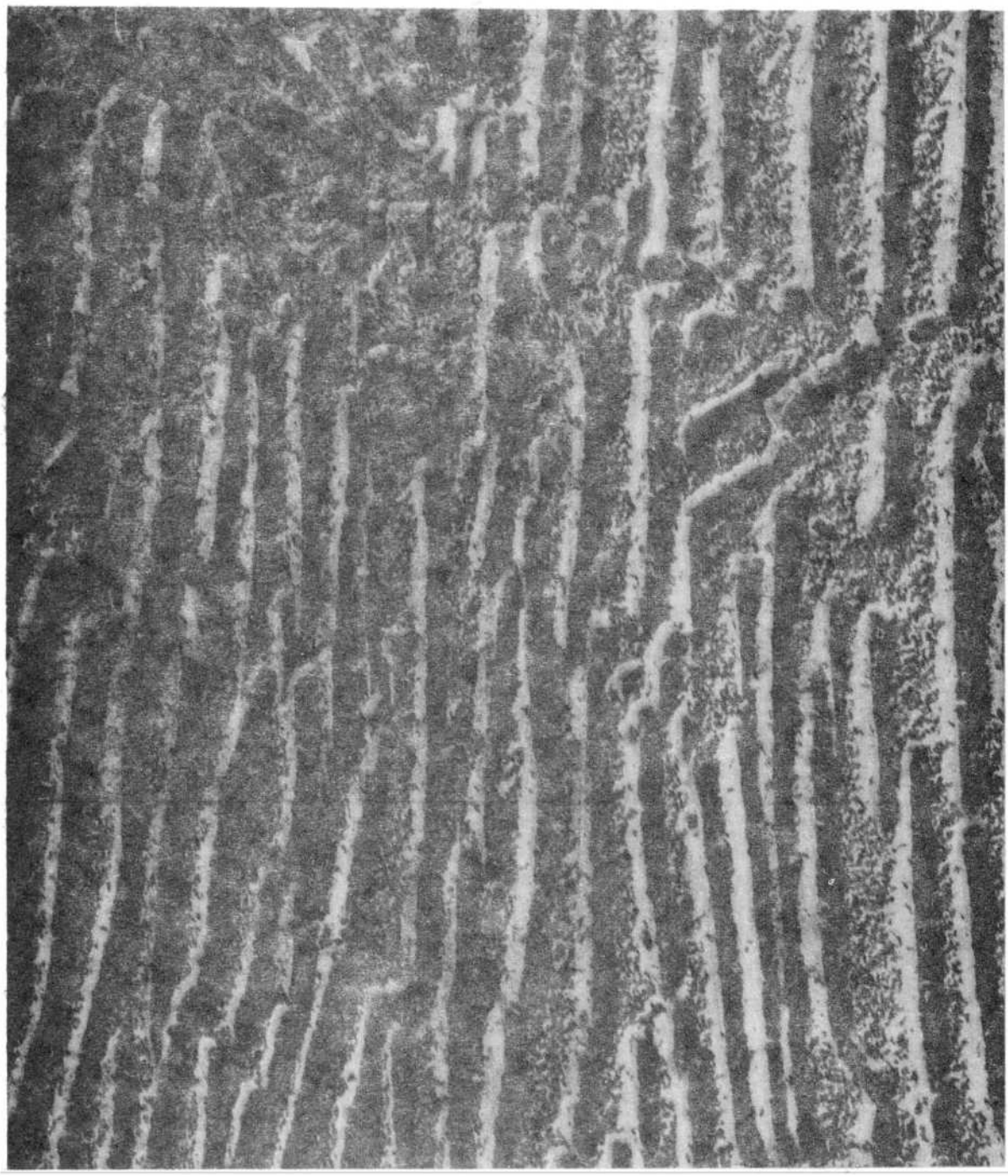


Fig. 19

PROBLEMA 21

La Fig. 19 corresponde a la réplica de la superficie de un acero que fue obtenida sombreando previamente la muestra con oro bajo un ángulo de 45° y depositando luego una película de carbono.

Determinar la altura de los escalones que dieron origen a la "sombra" (zonas claras) - M = 10.000 X -

PROBLEMA 22

En las imágenes electrónicas correspondientes a una lámina delgada monocristalina se observan frecuentemente franjas del tipo indicado en la Fig. 20 (a) y (b).

Preguntas:

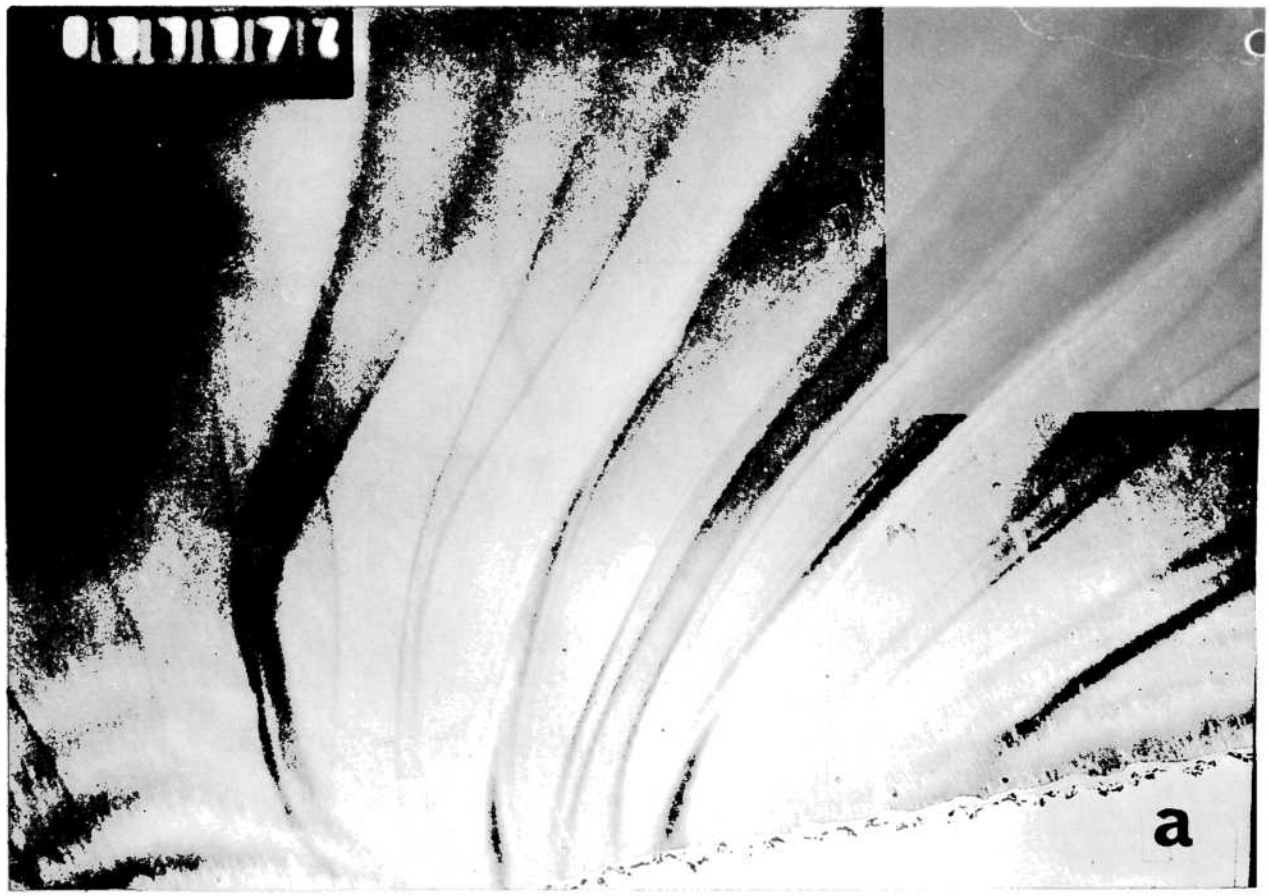
A qué tipos de franjas corresponden ambas imágenes. Cómo se distinguen generalmente unas de otras. Pueden aparecer ambos tipos de franjas simultáneamente. Es posible eliminar algunas de ellas mediante rotaciones de la lámina delgada.

PROBLEMA 23

La Fig. 20 (b) corresponde a una lámina delgada monocristalina de Cu observada en la reflexión g = 111. Por efecto del pulido electrolítico la lámina tiene forma de cuña.

a) Determinar aproximadamente el espesor de la lámina en los puntos A y B.

b) Analizando la imágen electrónica, qué puede decir sobre el efecto de pulido en el extremo de la cuña?



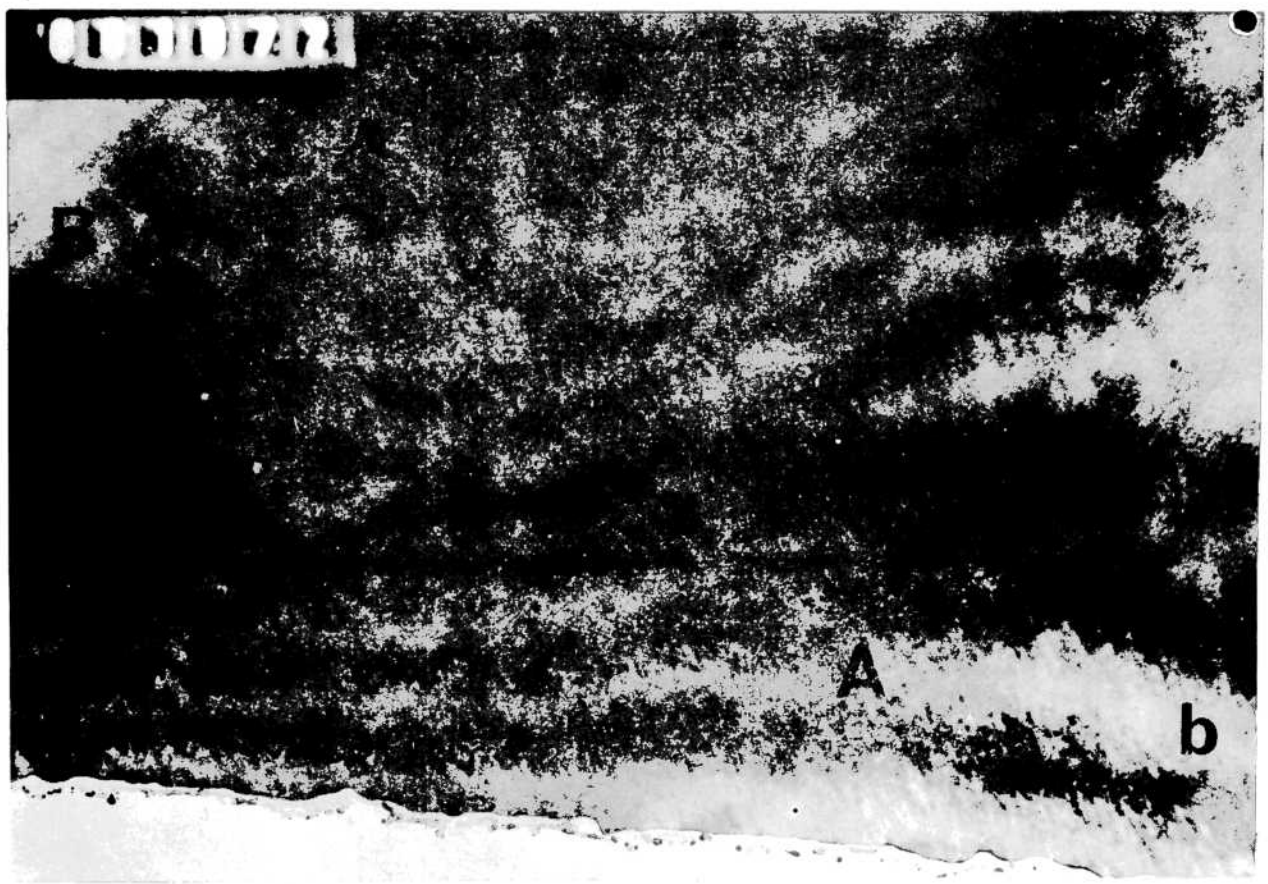
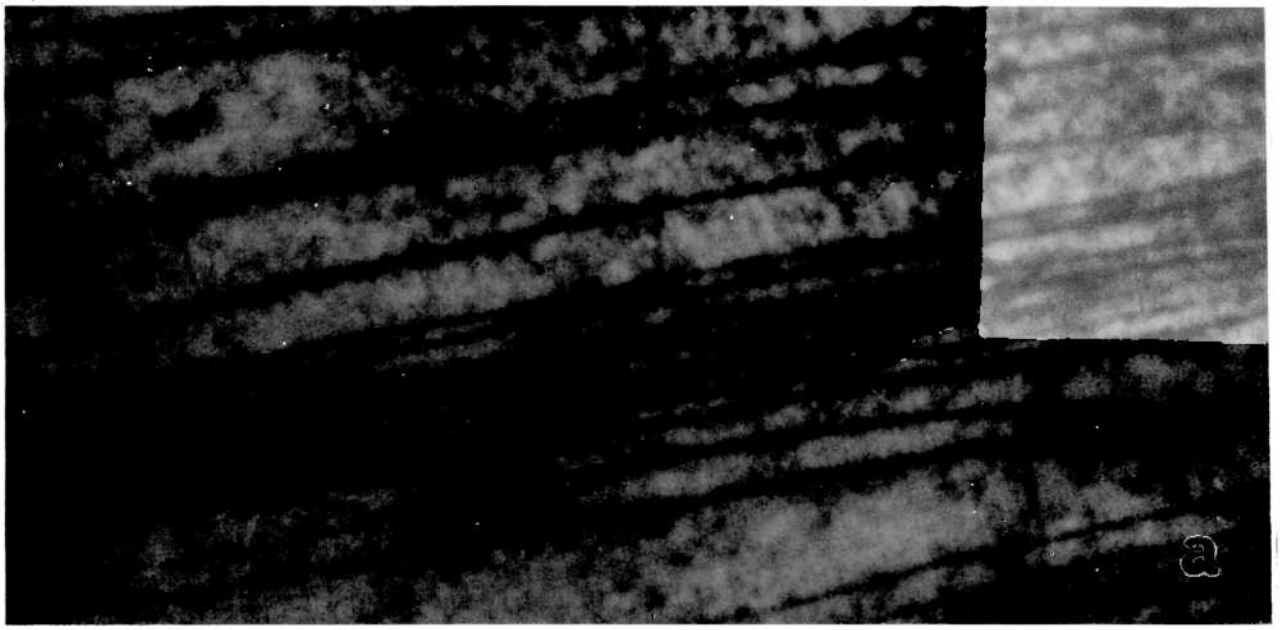


Fig. 20



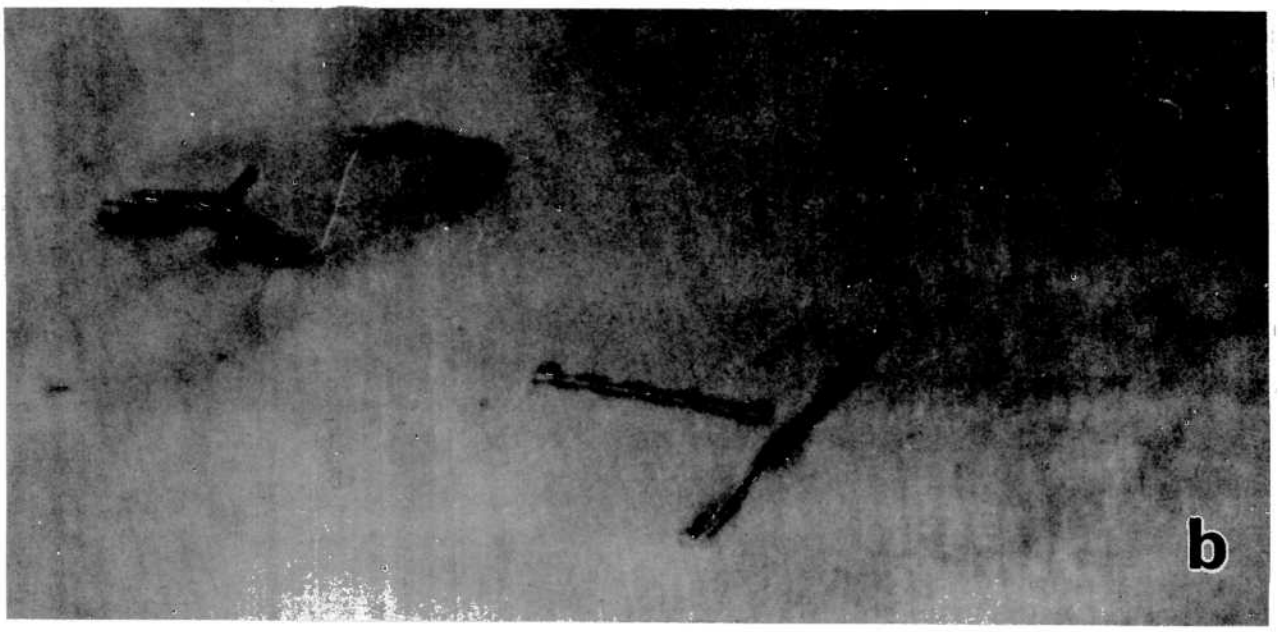


Fig. 21

PROBLEMA 24

Las micrografías de las Fig. 21 (a) y (b) corresponden a dislocaciones que aparecen en las imágenes de láminas delgadas monocristalinas. Cuáles son características del material observado, y cuáles aparecieron durante la preparación y montaje de las láminas delgadas. Dar las razones.

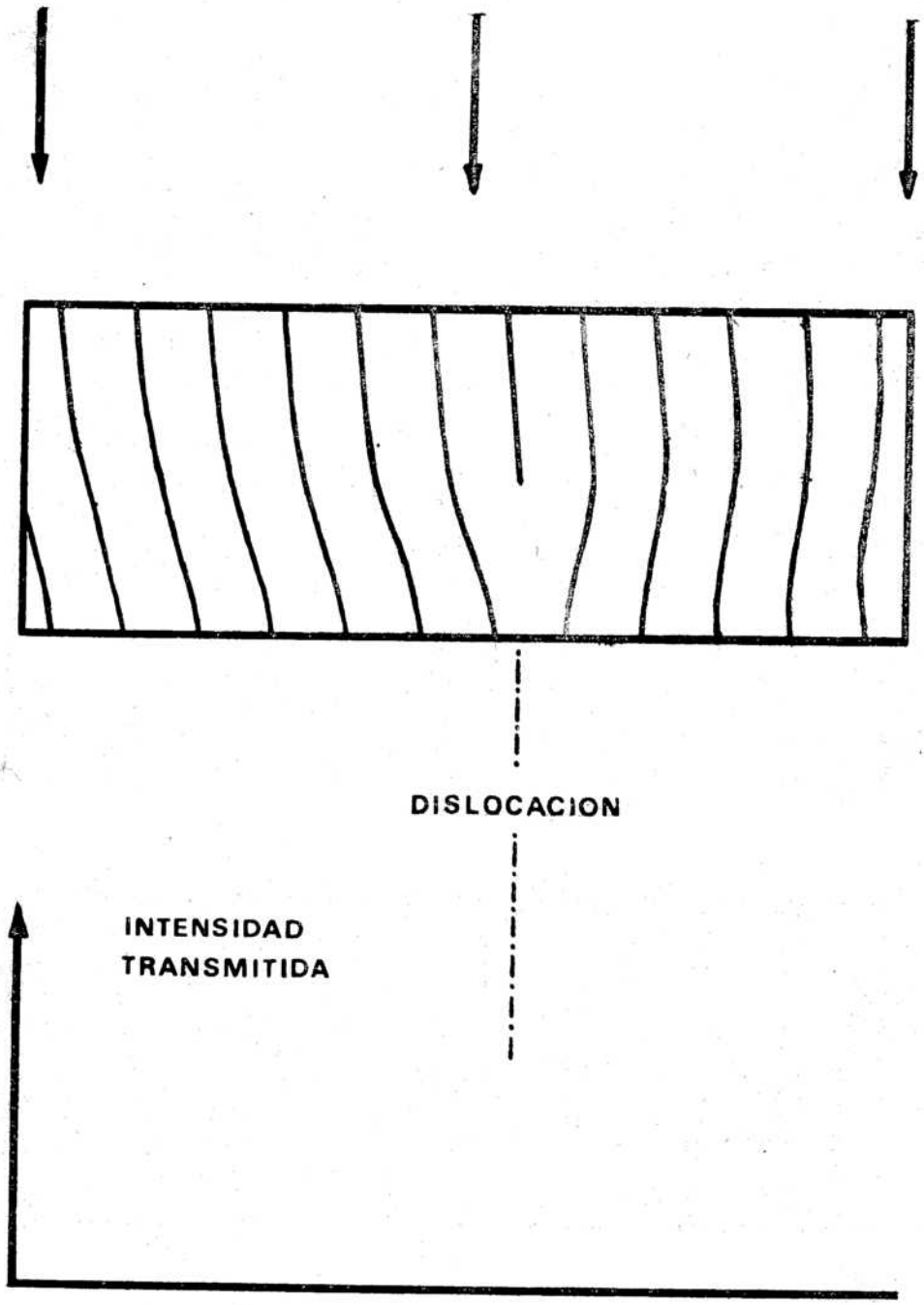


Fig. 22

PROBLEMA 25

La Fig. 22 muestra esquemáticamente una dislocación de borde, y la geometría de los planos cristalinos en las cercanías de la misma. Dibujar esquemáticamente la distribución de intensidades transmitidas cuando el cristal se orienta cerca de la posición de Bragg correspondiente a dichos planos.

Fig. 23

PROBLEMA 26

En la Fig. 23 se pueden observar las imágenes de dos fallas de apilamiento que cortan a las dos superficies de una lamina delgada de cobre. A partir de la observacion de las franjas contiguas a las superficies de la lámina, qué información se puede obtener acerca de la naturaleza de ambas fallas. Qué dados adicionales se necesitarían para determinar si las fallas son de tipo intrínseco o extrínseco.

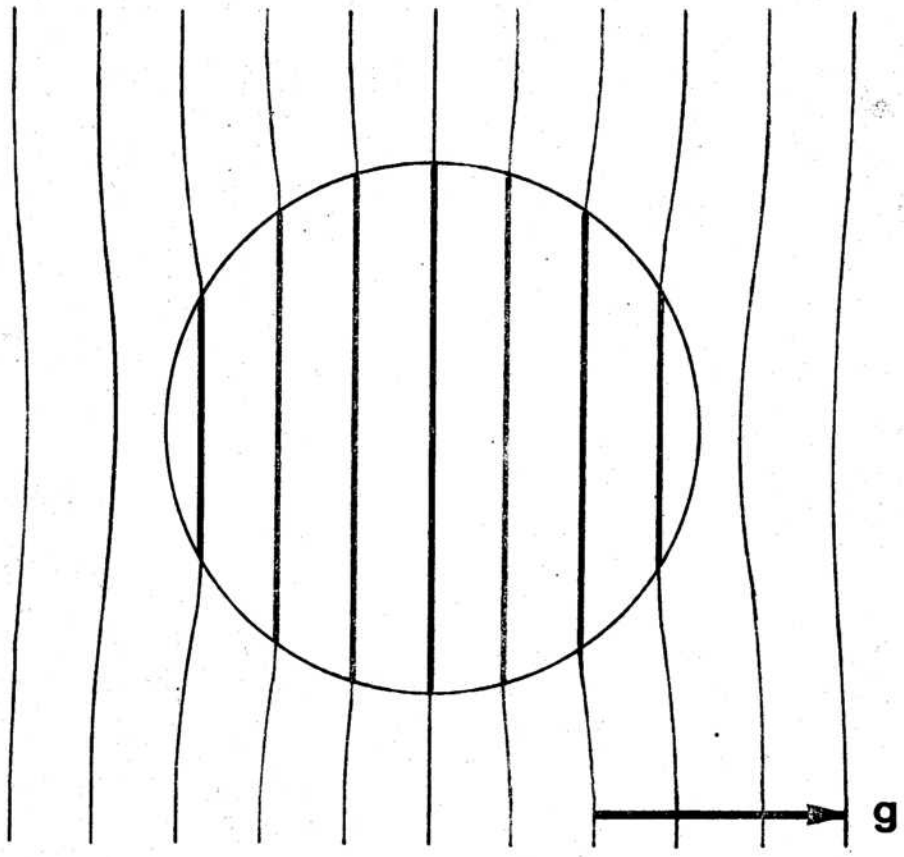


Fig. 24

PROBLEMA 27

La Fig. 24 muestra esquemáticamente un precipitado esférico coherente, como el caso del Co en una matriz de Cu. Cuál es el contraste de un precipitado de este tipo cuando la familia de planos caracterizada por su vector $\vec{g}$ se orienta cerca de la posición de Bragg. Dibujar en forma aproximada la imagen de uno de estos precipitados.

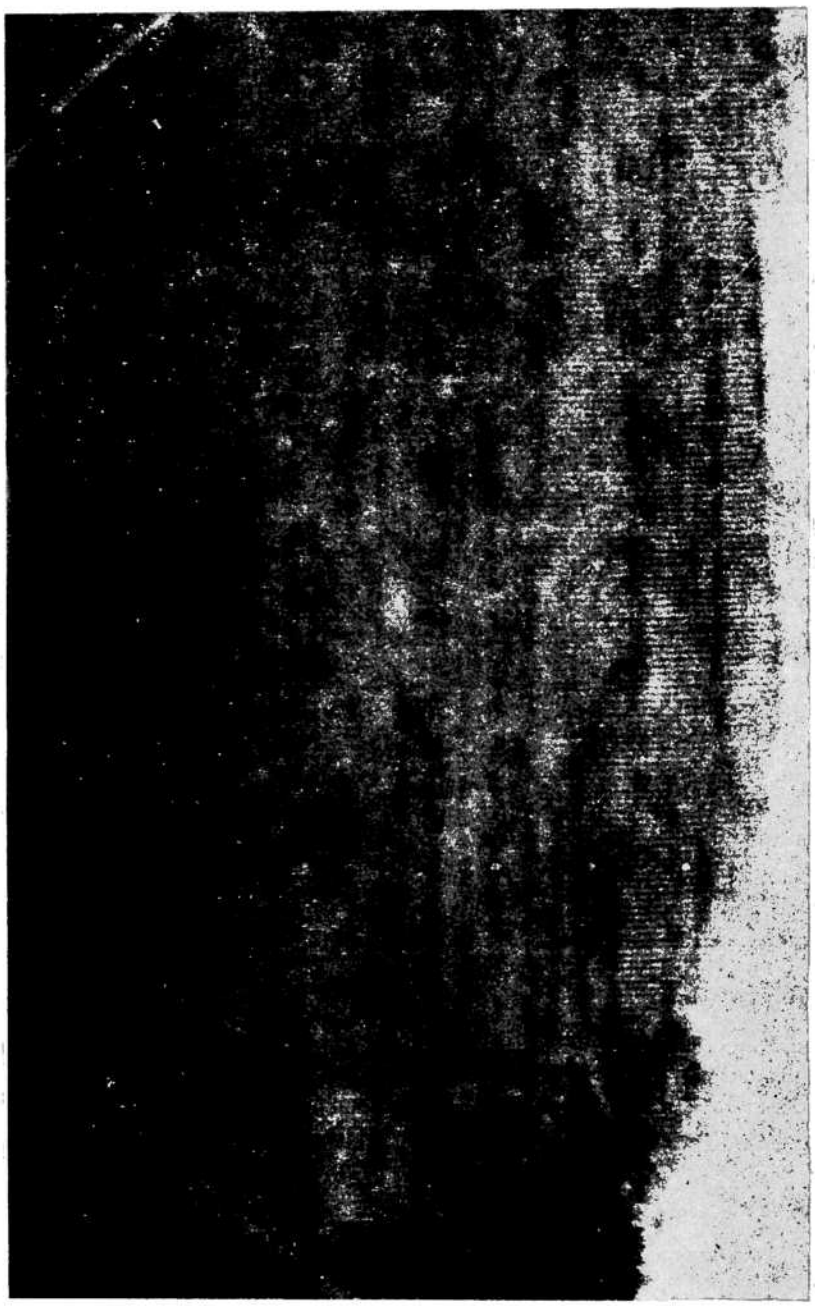


Fig. 25

PROBLEMA 28

La micrografía de la Fig. 25 corresponde a la resolución directa de una familia de planos cristalinos en la enzina denominada catalasa. Cuál es la posición relativa de la apertura de objetivo, el haz directo, y el haz difractado por dicha familia de planos.

PROBLEMA 29

Las figuras 26 (a) y (b) corresponden a micrografías electrónicas de Al puro, irradiado con neutrones rápidos, con dosis integrada de 10^{20} neutr/cm^2.

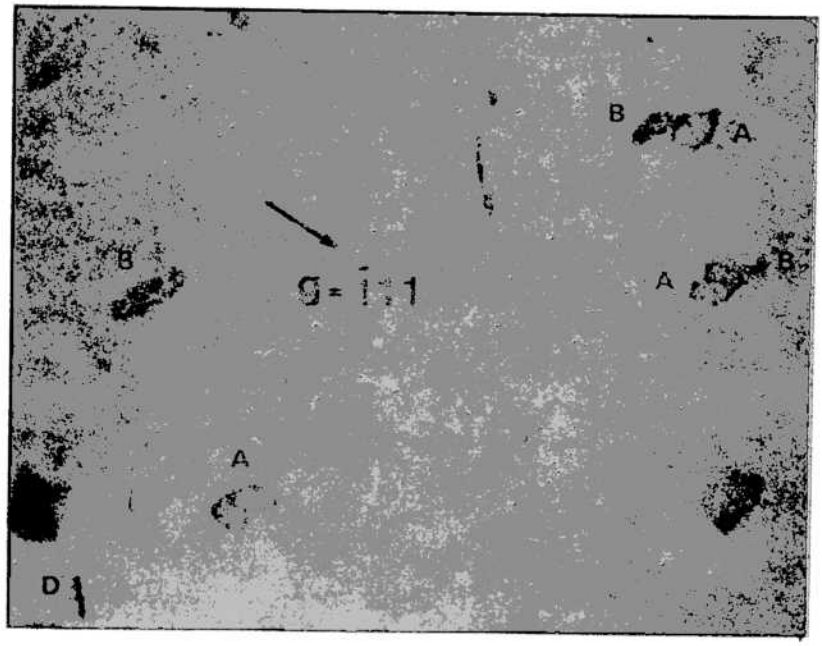
En las micrografías, que fueron obtenidas en las reflexiones $\vec{g} = \bar{1}11$ y $\vec{g} = 1\bar{1}\bar{1}$, con la condición $\vec{s} > 0$, se puede observar el contraste de lazos cerrados de dislocaciones producidos por la irradiación.

Los lazos indicados con A y B son visibles en las reflexiones $(\bar{1}11)$ y (020) e invisibles en la reflexión $(11\bar{1})$. Utilizando el criterio de invisibilidad se obtienen los posibles vectores de Burgers $(\vec{b})$:

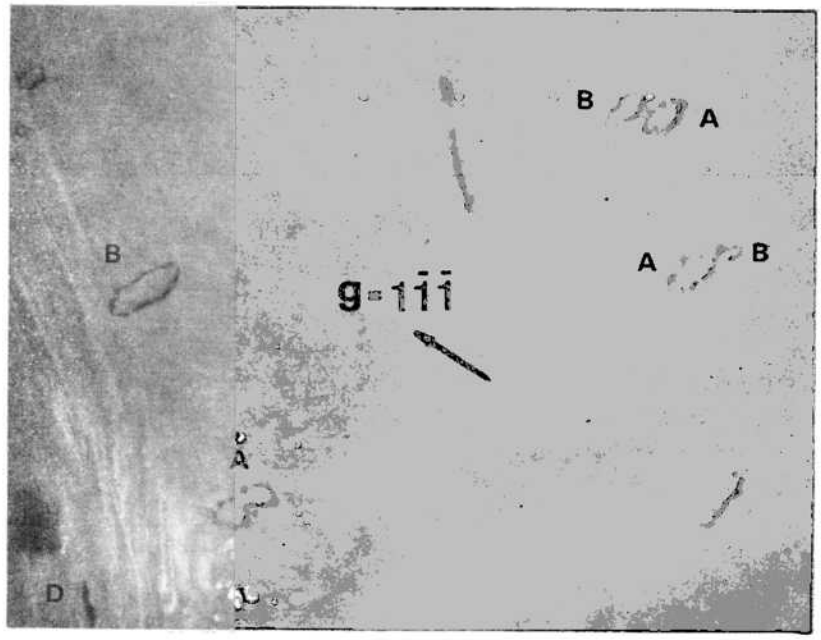
$$\pm \tfrac{1}{2}\left[011\right] \quad y \quad \pm \tfrac{1}{2}\left[1\bar{1}0\right]$$

Los distintos sentidos de los vectores de Burgers están asociados a la naturaleza de los lazos, pues si estos son formados por la nucleación de intersticiales resulta $\vec{n}\cdot\vec{b} > 0$ donde $\vec{n}$ es un vector paralelo al haz incidente pero de sentido opuesto. Si son formados por vacancias resulta $\vec{n}\cdot\vec{b} < o$. La indeterminación del signo de $\vec{b}$ se elimina utilizando el criterio de mayor tamaño de imagen, según el cual, en la reflexión donde la imagen es mayor se cumple que $(\vec{g}.\vec{b}).\, s > 0$. Observando dos micrografías obtenidas con $s > 0$ y en las reflexiones $\vec{g}$ y $-\vec{g}$ se puede entonces determinar el sentido de $\vec{b}$. Sin embargo, en las micrografías de la Fig. 26 (a) y (b) se observan que los lazos indicados con A cumplen con $(\vec{g}\,.\,\vec{b})\cdot s > o$ en $\vec{g} = \bar{1}11$, mientras que los indicados con B lo hacen en la reflexión $\vec{g} = 1\bar{1}\bar{1}$.

Del análisis de estos resultados, ¿qué información se puede brindar acerca de la naturaleza de los lazos?



a



b

Fig.26 - 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 ($\bar{g}.\bar{b}$)$\bar{s}$.

PROBLEMA 30

La Fig. 27 (a) corresponde a una imagen electrónica de una muestra de Al puro irradiado con neutrones rápidos hasta una dosis integrada de 10^{20} neutrones/cm^2. En la micrografía, obtenida en la reflexión ($\bar{1}11$), con s = o (orientación exacta de Bragg), se pueden observar, superpuestas a las franjas de igual espesor, imágenes circulares pequeñas cuyo contraste respecto de la posición de las franjas se detalla más claramente en la Fig. 27 (b) y (c). Determinar a que tipo de defectos pueden corresponder dichas imágenes.

Resolución: Uno de los mecanismos de contraste de un precipitado coherente se basa en las diferencias del factor de estructura entre el precipitado y la matriz. Esta diferencia se traduce a su vez en distintas distancias de extinción para ambos. Un precipitado de espesor Δt incrementa el espesor efectivo de la lámina t en las columnas del cristal que contienen al mismo, en una cantidad

$$\xi_g \Delta t \left(\frac{1}{\xi_g^p} - \frac{1}{\xi_g} \right)$$

si la lámina está orientada en la posición de Bragg (s = o) y $\Delta t < \xi_g$ – las distancias de extinción ξ_g^p y ξ_g corresponden al precipitado y a la matriz respectivamente.

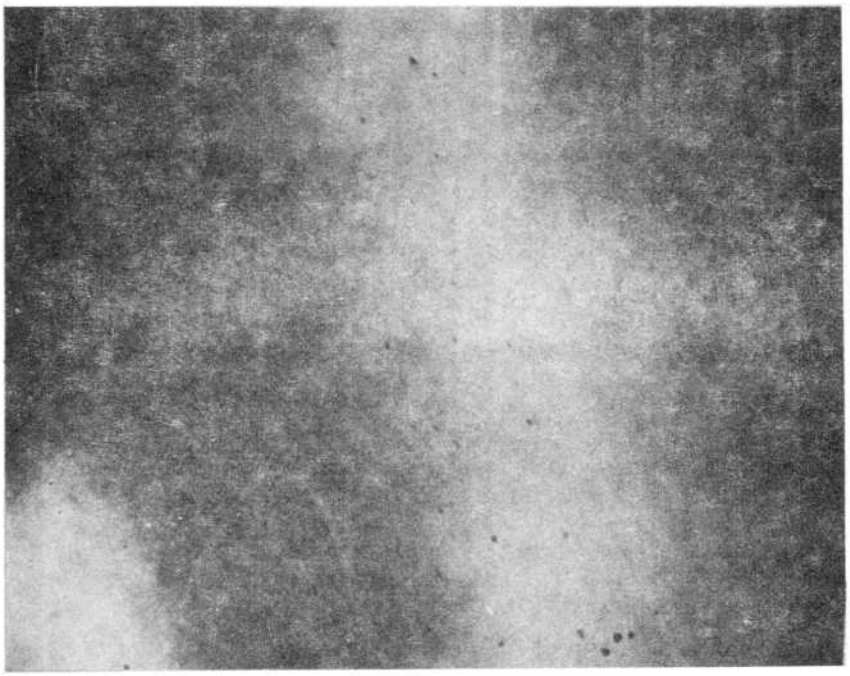
La máxima variación de intensidad viene dada por la expresión :

$$\Delta I = -\pi \Delta t \left(\frac{1}{\xi_g^p} - \frac{1}{\xi_g} \right) \operatorname{sen} \frac{2\pi t}{\xi_g}$$

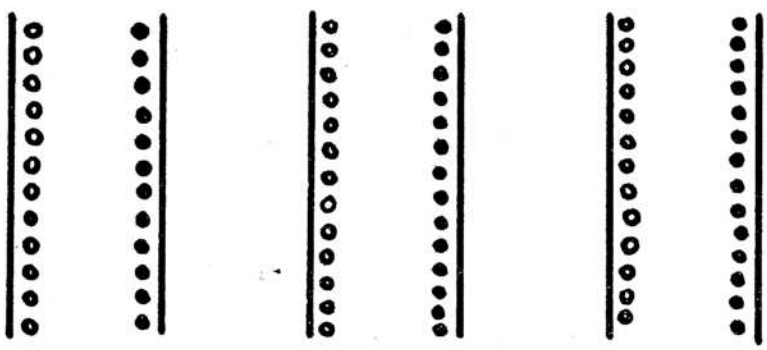
La distancia de extinción de la matriz, que en este problema en Al ($\vec{g} = \bar{1}11$) resulta ser $\xi_g = 560$ Å y para la cavidad corresponde una distancia de extinción $\xi_g^p = \infty$ Luego, el cristal en zonas donde existen cavidades se comporta como si el espesor efectivo para la difracción de electrones fuese menor. Esto da lugar a una variación de intensidad $\Delta I > 0$, lo que implica un comportamiento del contraste electrónico coincidente con el observado en la Fig. 27.

PROBLEMA 31

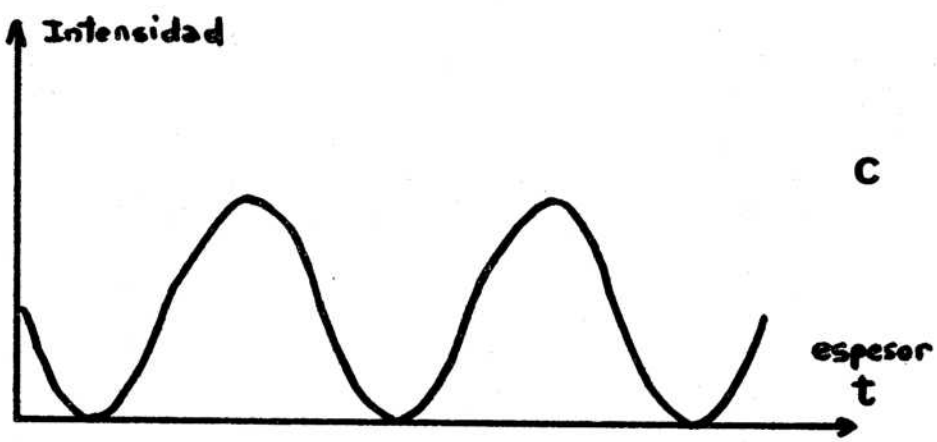
Graficar el contraste por diferencia de factor de estructura para un precipitado cuya distancia de extinción resulte menor que la distancia de extinción de la matriz.



a



b



c

Fig. 27

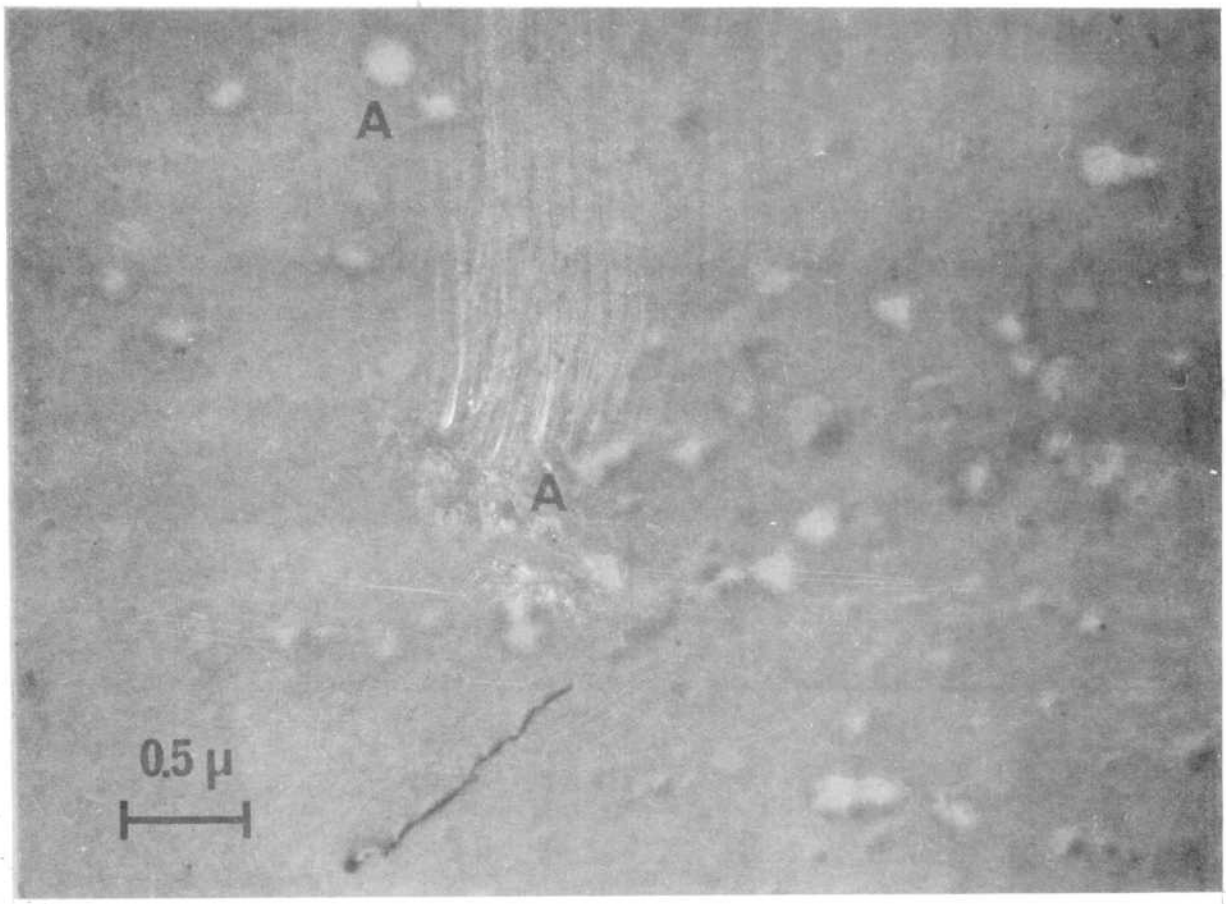


Fig. 28

PROBLEMA 32

La micrografía de la figura 28 corresponde a una muestra de Al, irradiada con neutrones rápidos a una dosis de 10^{20}neutr/cm^2, obtenida en la condición s > o.

a) Qué argumentos se deben utilizar para justificar que los contrastes similares a los indicados con la letra A corresponden a cavidades?

b) El contraste de las cavidades que aparecen en la figura 28 difiere del que se observa en la figura 27 (a). Justifique esta diferencia.

PROBLEMA 33 (Gentileza: A. Sarce)

Una muestra de una aleación de Ag - Cd 50% at. fué recocida a 290°C y templada a 0°C, reteniendo de esta forma la fase ζ , de estructura cristalográfica hexagonal.

Luego se obtuvieron láminas delgadas y se colocaron en el portamuestras de enfriamiento a temperatura de nitrógeno líquido de forma tal de no alterar la fase ζ por calentamiento por el haz electrónico. Posteriormente se calentó la muestra hasta 120°C y se observó una transformación de fase $\zeta \rightarrow \beta'$, donde a la fase β' le corresponde una estructura cristalina b.c.c. ordenada.

La micrografía de la Fig. 29 es una muestra significativa del proceso pues las zonas indicadas con A y B corresponden a las fases ζ y β' respectivamente. (M = 100.000 X). El diagrama de difracción de la figura 30 corresponde a la zona B.

1°) De no contar con los diagramas de difracción de las zonas A y B de la Fig. 29, ¿podría Ud. decir qué dichas zonas corresponden a granos con distinta estructura cristalográfica?

2°) De acuerdo al diagrama de difracción de la Fig. 30, ¿cuál es la orientación aproximada de la nueva fase?

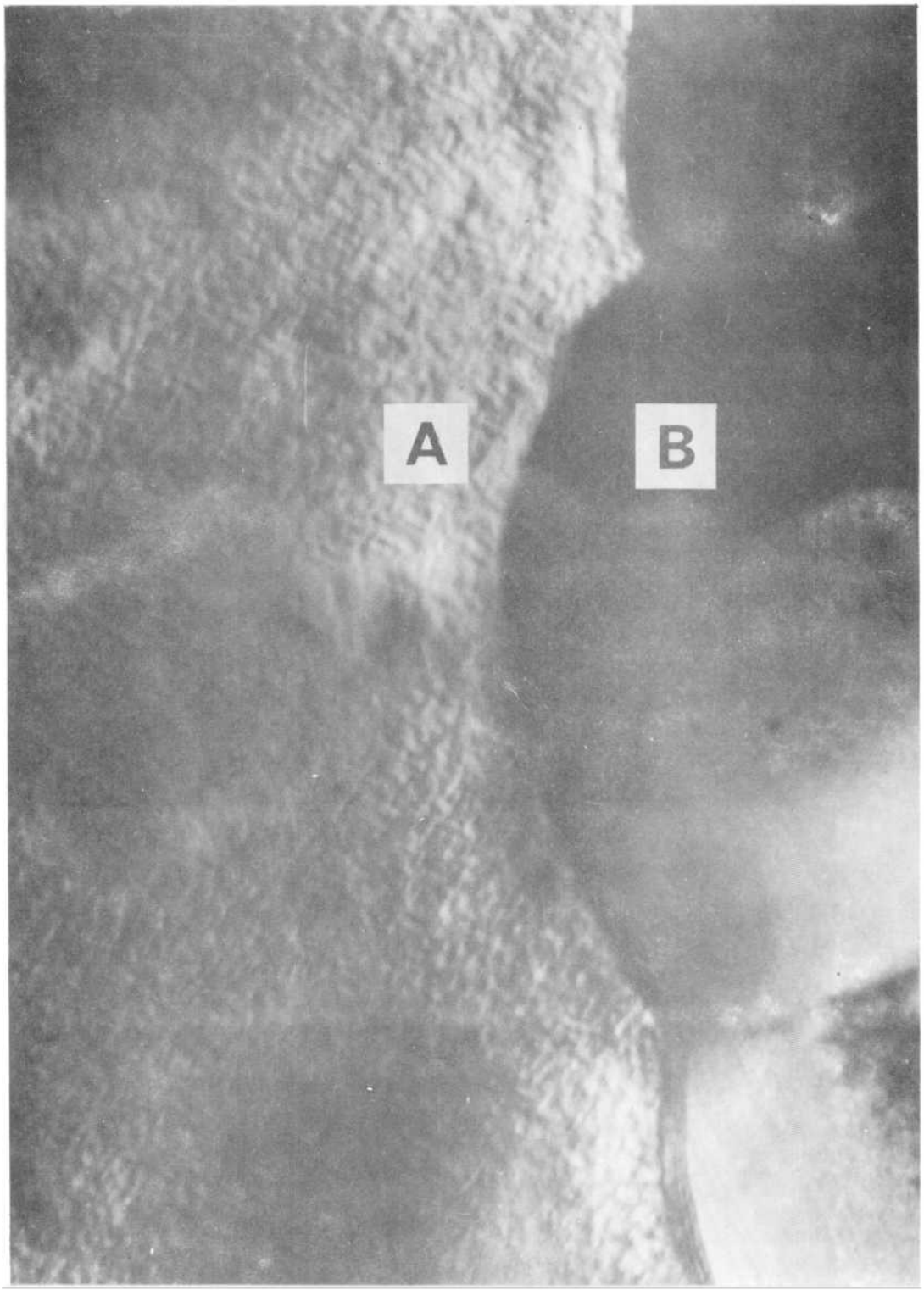


Fig. 29

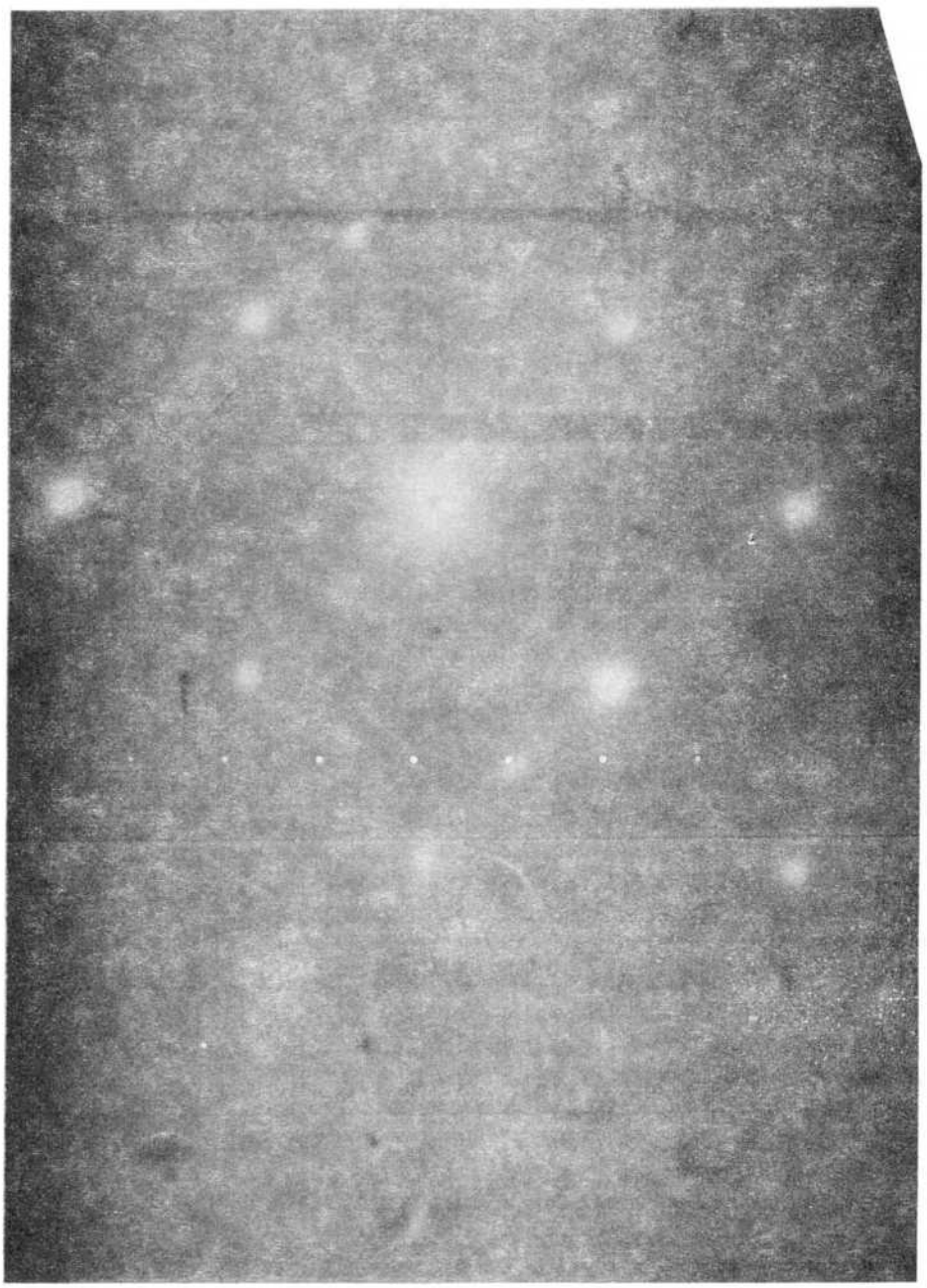


Fig. 30