

C. N. E. A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
NO 2	AÑO 1971

04.71.07

PMM/A-73

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

SEPTIMO CURSO PANAMERICANO DE METALURGIA

Dentro del Programa Multinacional de Metalurgia
(Programa Regional de Desarrollo Científico y Tecnológico - OEA)

MICROSCOPIA ELECTRONICA

TEORIA CINEMATICA DE LA DIFRACCION

Dr. M. Ipohorski

Departamento de Metalurgia
Buenos Aires - Argentina
1971

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

SEPTIMO CURSO PANAMERICANO DE METALURGIA

Dentro del Programa Multinacional de Metalurgia
(Programa Regional de Desarrollo Científico y Tecnológico - OEA)

MICROSCOPIA ELECTRONICA

TEORIA CINEMATICA DE LA DIFRACCION

Dr. M. Ipohorski

Departamento de Metalurgia
Buenos Aires - Argentina
1971

COMITÉ NACIONAL DE INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS
CONICET

INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS

Departamento de Física y Matemática
Instituto de Física y Matemática

INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS

INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS

INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS

Departamento de Matemática
Buenos Aires - Argentina
1971

MICROSCOPIA ELECTRONICA
TEORIA CINEMATICA DE LA DIFRACCION

M. Ipohorski*

I INTRODUCCION

- I.1. Bibliografía
- I.2. Antecedentes de la Microscopía Electrónica
- I.3. En que consiste una observación al microscopio electrónico
 - I.3.1. Contraste por Difusión
 - I.3.2. Contraste por Difracción

II FUNCIONAMIENTO DEL MICROSCOPIO ELECTRONICO

- II.1. Nociones elementales sobre formación de imágenes
- II.2. Lentes magnéticas
- II.3. Aberraciones
 - II.3.1. Aberración esférica
 - II.3.2. Astigmatismo
 - II.3.3. Aberración cromática
 - II.3.4. Aberración por difracción
- II.4. Poder de resolución de un microscopio electrónico moderno
- II.5. Profundidad de campo y profundidad de foco
- II.6. Cañón electrónico
 - II.6.1. Filamento emisor. Cilindro de Wehnelt
 - II.6.2. Potencial acelerador
 - II.6.3. Intensidad del haz
- II.7. Condensador
 - II.7.1. Ventajas de un sistema de doble condensador
- II.8. Lente objetivo
- II.9. Lente intermedia y lente proyectora
- II.10. Difracción por un área selecta
 - II.10.1. Precisión de los diagramas de difracción por un área selecta

.....

* Comisión Nacional de Energía Atómica

- II II.11. Calibración del microscopio electrónico
 - II.11.1. Calibración de la magnificación
 - II.11.2. Calibración de las rotaciones

III OBSERVACION DE REPLICAS

- III.1. Réplicas de carbono. Sombreado
- III.2. Réplicas por extracción
- III.3. Réplicas por transferencia

IV TEORIA CINEMATICA DE LA DIFRACCION DE ELECTRONES

- IV.1. Longitud de onda de los electrones
- IV.2. Propagación de ondas
- IV.3. Difusión de electrones por un átomo
- IV.4. Difusión por un conjunto de átomos libres
- IV.5. Difracción de electrones por un cristal
 - IV.5.1. Elementos de cristalografía. Red cristalina
 - IV.5.2. Red recíproca
 - IV.5.3. Difracción de un haz de electrones por dos átomos
 - IV.5.4. Difracción de un haz de electrones por un cristal
 - IV.5.5. Ley de Bragg
 - IV.5.6. Esfera de Ewald
 - IV.5.7. Muestras policristalinas
 - IV.5.8. Muestras con orientaciones preferenciales
 - IV.5.9. Muestras casi amorfas
 - IV.5.10. Intensidad difractada fuera de la posición de Bragg
 - IV.5.11. Distribución de intensidades en el espacio recíproco
 - IV.5.12. Líneas de Kikuchi
 - IV.5.13. Construcción de las líneas de Kikuchi asociadas a un diagrama de difracción. Medición de s
 - IV.5.14. Difracción por un cristal con varios átomos por celda. Factor de estructura
 - IV.5.15. Doble difracción de Bragg

V CONTRASTE DE DEFECTOS CRISTALINOS SEGUN LA TEORIA CINEMATICA

- V.1. Cálculo de la intensidad difractada por un cristal perfecto. Aproximación de la columna
- V.2. Aproximación de dos haces
- V.3. Construcción de Fresnel. Diagrama Fase - Amplitud .

- V.4. Cálculo de la intensidad difractada por un cristal que contiene defectos.
 - V.4.1. Origen del contraste
 - V.4.2. Contraste de fallas de apilamiento
 - V.4.2.1. Contraste de una falla paralela a las superficies de la lámina
 - V.4.2.2. Diagrama fase amplitud
 - V.4.2.3. Contraste de una falla inclinada
 - V.4.3. Contraste de dislocaciones
 - V.4.3.1. Contraste de una dislocación de hélice paralela a la lámina
 - V.4.3.2. Contraste de una dislocación de hélice inclinada
 - V.4.3.3. Contraste de una dislocación rectilínea cualquiera paralela a las superficies de la lámina
 - V.4.3.4. Contraste de lazos de dislocaciones

VI OTRAS APLICACIONES DE LAS TECNICAS DE MICROSCOPIA ELECTRONICA

- VI.1. Imágenes periódicas
 - VI.1.1. Resolución directa de planos cristalinos
 - VI.1.2. Resolución indirecta de planos cristalinos. Franjas de Moiré
 - VI.1.3. Efecto de las imperfecciones cristalinas sobre las imágenes periódicas
- VI.2. Campo oscuro
 - VI.2.1. Imágenes múltiples en campo oscuro
 - VI.2.2. Campo oscuro. Apertura desplazada
 - VI.2.3. Interpretación de diagramas de difracción de muestras compuestas por dos o más fases
 - VI.2.4. Interpretación del contraste en la imagen
 - VI.2.5. Mejoramiento del contraste

I INTRODUCCION

El objeto de estos apuntes es dar una breve idea acerca del funcionamiento de un microscopio electrónico, y de las posibilidades que ofrece esta técnica. Se pretende familiarizar al lector que no ha tenido experiencia previa en esta materia, primero, con el funcionamiento básico de un microscopio electrónico moderno, incluyendo una descripción de los distintos elementos que lo constituyen. En segundo lugar, y después de una descripción del fenómeno de difracción, se dan las bases para la interpretación de imágenes en la aproximación llamada cinemática. Finalmente se discute el contraste presentado por una serie de defectos que aparecen frecuentemente en muestras cristalinas.

I.1. BIBLIOGRAFIA

La bibliografía en la materia es actualmente muy amplia. El texto más completo, que puede considerarse como una enciclopedia en el tema, es "Electron Microscopy in Thin Crystals" Hirsch, Howie, Nicholson, Pashley y Whelan /Butterworths, 1965/. Un texto también completo, aunque más resumido que el anterior, es "Microscopie Electronique des Lames Minces Cristallines", G. Saada, /Masson, 1966/.

Para un buen entendimiento de la formación de imágenes en un microscopio electrónico, así como para el estudio del contraste en sustancias cristalinas y amorfas, se recomienda "Fundamentals of Transmission Electron Microscopy", Robert D. Heidenreich, /Interscience, John Wiley, 1964/.

Finalmente, las distintas técnicas de preparación de muestras cristalinas y réplicas de distinto tipo, así como una buena descripción del funcionamiento de un microscopio electrónico, se pueden ver en "Techniques for Electron Microscopy" /Editado por Desmond Kay, Blackwell, 1965/.

I.2. ANTECEDENTES DE LA MICROSCOPIA ELECTRONICA

La historia de la Microscopía Electrónica es muy reciente, está bastante bien definida, e incluye a un número considerable de investigadores de primera línea. El actual estado de desarrollo del microscopio electrónico es el resultado de una sucesión de descubrimientos experimentales y evolución de conceptos teóricos. Se puede decir que todo comenzó con las experiencias de J.J. Thomson, quien en 1897 determinó la relación entre la carga e y la masa m de los electrones. Posteriormente, en 1913, otro experimento fundamental permitió conocer la carga absoluta e del electrón, con lo cual la masa m quedaba también determinada. Esta fue la clásica experiencia de la gota de aceite de Millikan. El conocimiento de los va-

lores de e y m , de la fuerza magnética que actúa sobre un electrón en movimiento y de la aceleración electrostática en un campo eléctrico, fueron datos suficientes para encarar el diseño de lentes electrónicas. Así en 1926 Busch construyó la primer lente magnética.

En el período siguiente a los experimentos de Thomson, también hubo grandes progresos en el campo teórico. Lorentz predijo la dependencia de la masa de una partícula en su velocidad, y la misma relación fué obtenida por Einstein a partir de su teoría de la relatividad. Esta corrección de la masa es fundamental para el diseño de microscopios electrónicos que operan con potenciales de aceleración de más de 100 kV. Digamos a título de ejemplo que a 100 kV la corrección de la longitud de onda por efectos relativísticos es ya de un 5%.

Por otro lado ya se sabía que la radiación tenía propiedades de partículas o corpúsculos tal como lo evidenciaban los efectos Compton y fotoeléctrico, a la vez que exhibía propiedades ondulatorias reveladas por fenómenos de difracción e interferencia. En 1924 De Broglie propuso su teoría de que la materia poseía también naturaleza ondulatoria, y que la longitud de onda λ asociada a toda partícula de impulso p estaba dada por la relación

$$\lambda = \frac{h}{p}$$

donde h es la constante de Planck. Esta relación fué comprobada experimentalmente en 1927 por Davisson y Germer. Estos autores observaron que la incidencia de un haz de electrones sobre la superficie de un cristal de níquel daba origen a varios haces que se propagaban desde esa superficie. Esta fué la experiencia que puso en evidencia la difracción de los electrones por una sustancia cristalina. Es interesante señalar que en el mismo número de la revista Nature en el que Davisson y Germer publicaron sus resultados, también Thomson y Reid publicaron sus experiencias sobre la difracción de electrones a través de láminas delgadas cristalinas. Es así que posteriormente Davisson y Thomson compartieron el premio Nobel por sus descubrimientos.

En el año siguiente, 1928, Bethe publicó una teoría ondulatoria mediante la cual describía el movimiento de un electrón en un cristal, que constituyó la base de la teoría dinámica de la difracción de electrones.

En definitiva, se puede decir que el primer microscopio electrónico con lentes magnéticas fué el construído por Knoll y Ruska en 1932. Las leyes de la óptica geométrica que se habían establecido para la radiación visible, resultaron también aplicables al caso de los electrones y de esta manera la óptica electrónica avanzó rápidamente. Marton en 1934 construyó un microscopio con el cual obtuvo las primeras micrográficas electrónicas de sustancias biológicas. El primer instrumento que funcionó en América fué construído por Prebus y Hillier en la Universidad de Toronto. Posteriormente Hillier y Marton, en la Radio Corporation of America, produjeron el EMB, primer instrumento comercial que apareció en los Estados Uni-

dos. Al mismo tiempo von Borries y Ruska desarrollaron en Alemania un prototipo que fué manufacturado en escala comercial por Siemens-Halske. Es interesante notar que este instrumento, base del posterior Siemens Elmiskop I, poseía un poder de resolución de 20 Å ya antes de la segunda guerra mundial.

Actualmente un gran número de compañías fabrican microscopios electrónicos, entre las que se cuentan Hitachi, Philips, JEM, AEI, etc. Los potenciales aceleradores de que disponen estos instrumentos están generalmente comprendidos entre 100 y 200 kV. Para la observación de mayores espesores, como es común en el caso de los aceros y las muestras biológicas, se dispone ya en el comercio de microscopios de hasta 1000 kV, y existen prototipos de 2000 kV en funcionamiento.

I.3. EN QUE CONSISTE UNA OBSERVACION AL MICROSCOPIO ELECTRONICO

Una micrografía electrónica es sencillamente un registro de las intensidades (cantidad de electrones) transmitidas a través de la muestra observada. En la Figura I.1. se detallan esquemáticamente las bases del funcionamiento de un microscopio electrónico. Un haz de electrones monoenergéticos distribuidos uniformemente sobre una cierta sección, incide sobre la muestra. Estos electrones son absorbidos de manera diferente según la parte de la muestra que atraviesan, dando origen por lo tanto a una distribución de intensidades, o imagen electrónica, que depende directamente de la naturaleza de la muestra. La función del sistema de lentes magnéticas es reproducir en la pantalla final esta distribución de intensidades aumentada convenientemente. El objeto primordial de la microscopía electrónica es relacionar esta imagen electrónica, o contraste como se denomina generalmente, con la naturaleza y estructura de la muestra observada.

Respecto del mecanismo mediante el cual los electrones son removidos del haz central, es decir el mecanismo por el cual se produce el contraste, diremos que existen dos mecanismos fundamentales y que pasaremos a detallar.

I.3.1. Contraste por difusión

Para fijar ideas supongamos que la muestra de la Figura I.1. está compuesta por un material amorfo que contiene en su interior una partícula, también amorfa, compuesta por un material más "denso", es decir que puede difundir electrones más fácilmente. Es inmediato entonces que las zonas del haz electrónico que corresponden a esta partícula perderán más electrones que sus alrededores, y el contraste correspondiente será una zona oscura en medio de un fondo más claro. Es obvio también que la forma geométrica de la zona oscura es una imagen fiel de la sección de la partícula según un plano normal al haz incidente.

Ahora bien, es necesario aclarar que la relación entre contraste y estruc-

tura no es necesariamente único. El contraste que hemos puesto como ejemplo también podría interpretarse como proveniente de una muestra compuesta por un material amorfo único que tuviera una "protuberancia" de sección igual a la observada en una de sus superficies. Queremos señalar con esto que en cada caso habrá que interpretar convenientemente cada micrografía electrónica, y que en caso de ambigüedad o indeterminación, será necesario recurrir a técnicas complementarias. Lo que se suele hacer generalmente es obtener un diagrama de difracción de electrones junto con la imagen, ya que esto es inmediato en un microscopio electrónico moderno. Si la información así obtenida no es aún suficiente, habrá que emplear técnicas de difracción de rayos X, microsonda electrónica, etc.

En resumen, el mecanismo de contraste por difusión es el más obvio de todos, y fué en base a éste que se interpretaron todas las experiencias realizadas hasta más o menos el año 1940. Digamos también que éste es efectivamente el origen del contraste que se observa en cuerpos amorfos, toda clase de réplicas de superficies, y en la mayor parte de las sustancias biológicas.

I.3.2. Contraste por difracción

En 1940 von Borries y Ruska observaron que ciertas imágenes electrónicas del óxido crómico presentaban distribuciones de intensidad que no estaban de acuerdo con la interpretación basada en el contraste por difusión. Posteriormente numerosos autores informaron sobre imágenes anómalas similares. Un factor común caracterizaba estas experiencias: las sustancias observadas eran todas cristalinas en mayor o menor grado. Habíamos mencionado anteriormente que un haz de electrones incidente sobre una muestra cristalina daba origen a una serie de haces difractados. Para explicar más detalladamente los contrastes observados, será necesario tener en cuenta la influencia de estos haces en la formación de la imagen electrónica.

En la Figura I.2. se muestra esquemáticamente el origen del contraste por difracción. Supondremos, para simplificar, que la lámina cristalina está orientada de tal manera que existe un solo haz difractado. Si se inserta una apertura de manera que solamente el haz transmitido sea amplificado por el sistema de lentes subsiguiente, tendremos en la pantalla final una imagen que llamaremos de campo claro. El contraste aquí es producido por las diferencias en las intensidades difractadas por las distintas zonas de la lámina observada. La intensidad difractada localmente, es decir la cantidad de electrones que son removidos del haz incidente y pasan al haz difractado, es una función de la estructura de la muestra.

Para fijar ideas, vemos cual es el contraste producido por un defecto cristalino sencillo, como es el caso de una dislocación de borde. Podemos considerar una dislocación de este tipo como un plano extra (ver Figura I.3.) en una familia dada de planos del cristal. Supongamos además que los planos están orientados de

tal manera que el ángulo Θ que forman con la dirección de los electrones incidentes sea ligeramente menor que el ángulo Θ_B de Bragg. (Digamos aquí simplemente que una familia de planos cristalinos de espaciado d dá origen a un fuerte haz difractado si su orientación respecto del haz incidente, de longitud de onda λ , es tal que se cumple la ley de Bragg $2d \sin \Theta_B = \lambda$; ver más adelante sección IV. 5.5.).

La intensidad electrónica transmitida en regiones alejadas de la dislocación tendrá un cierto valor constante, que dependerá de las condiciones particulares de la observación. Ahora bien, las regiones más cercanas a la dislocación comienzan a sentir su influencia y los planos cristalinos comienzan a deformarse. En particular las distorsiones a la izquierda son tales que colocan a una parte de los planos en la posición de Bragg. Estas regiones por lo tanto darán origen a un fuerte haz difractado y la intensidad transmitida será así menor a la izquierda de las líneas de dislocación. En otras palabras, el contraste que presenta una dislocación de este tipo en las condiciones de difracción mencionadas, en campo claro, es una línea oscura desplazada a un lado de la misma. La dislocación se hace visible debido al hecho de que su presencia altera localmente las condiciones de difracción del cristal en el que se encuentra. Si se varían estas condiciones (por ejemplo rotando el cristal) se altera consecuentemente la imagen de la dislocación, e incluso ésta puede llegar a desaparecer completamente. Los criterios de visibilidad de dislocaciones se discuten más adelante en la sección V.4.3. Digamos finalmente aquí que imagen y difracción están de esta manera íntimamente relacionados, y que el conocimiento del diagrama de difracción es fundamental para la interpretación de toda imagen obtenida en un microscopio electrónico.

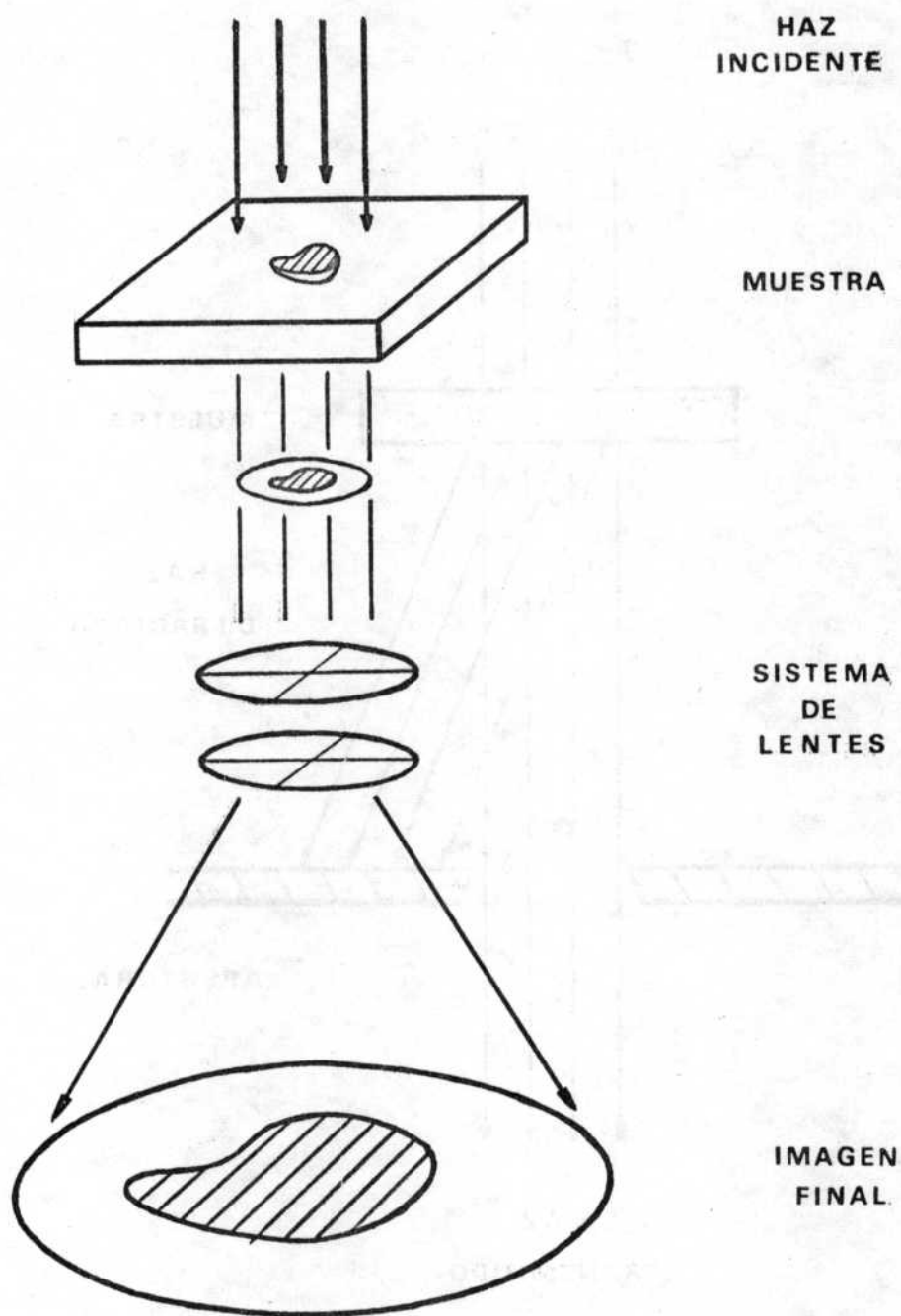


Fig. I.1. Esquema de la formación de una imagen electrónica. Un haz de electrones incide sobre la muestra. Los electrones son absorbidos de manera diferente según la parte de la muestra que atraviesan, dando origen a una distribución de intensidades, o imagen electrónica, o contraste. La función del sistema de lentes magnéticas es reproducir en la pantalla final esta distribución de intensidades aumentada convenientemente.

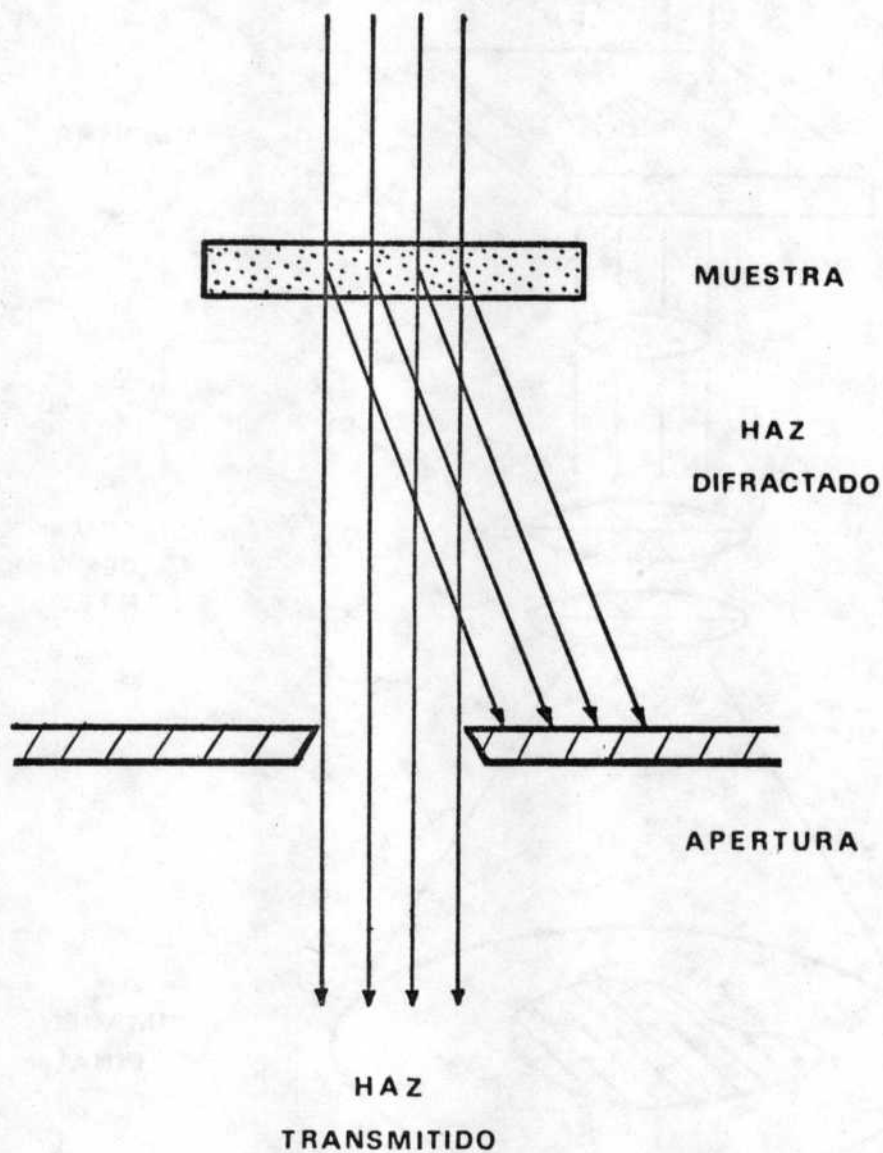


Fig. I.2. Contraste por difracción, campo claro. El contraste es producido aquí por las diferencias en las intensidades difractadas por las distintas zonas de la lámina cristalina observada.

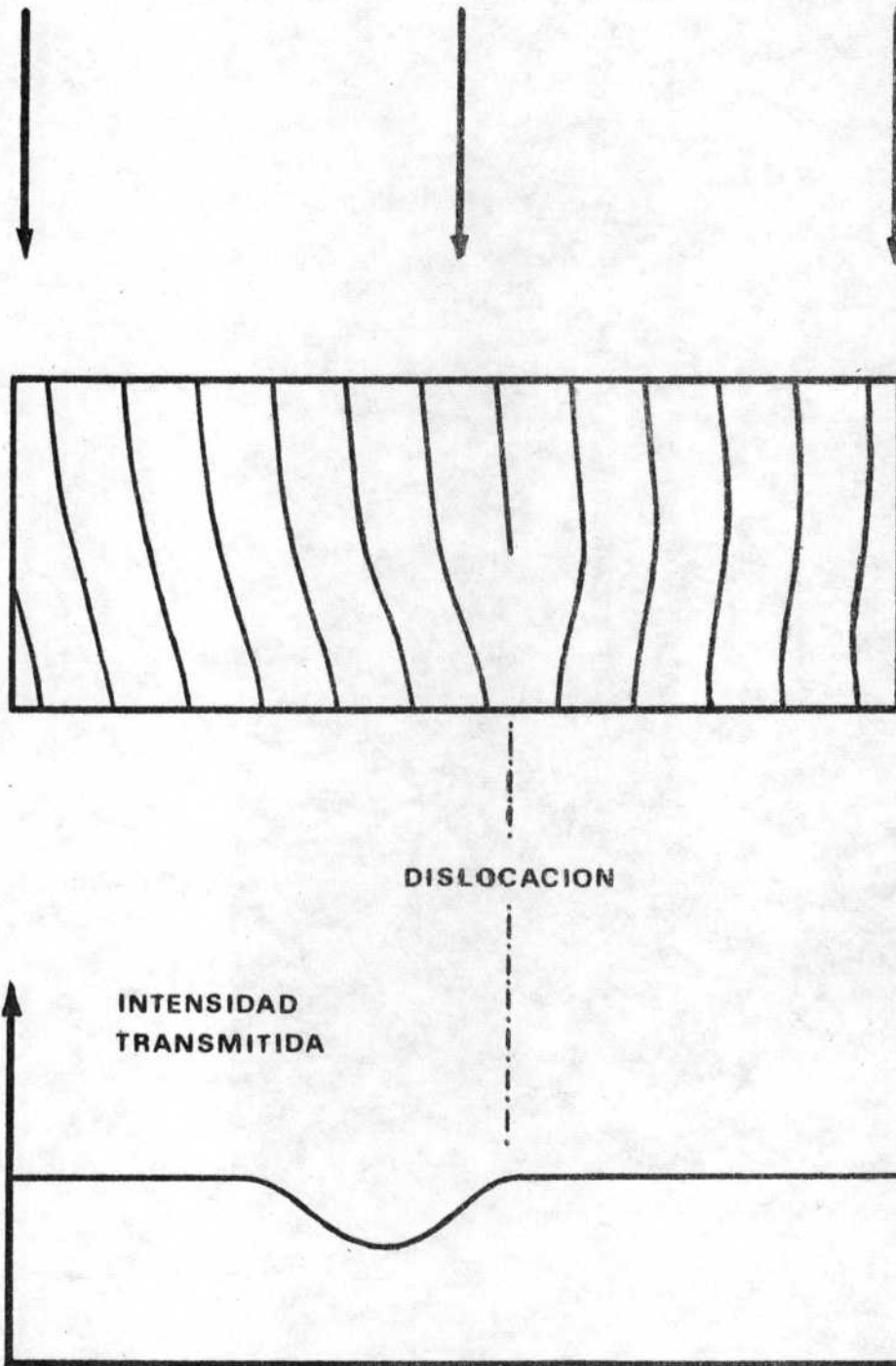
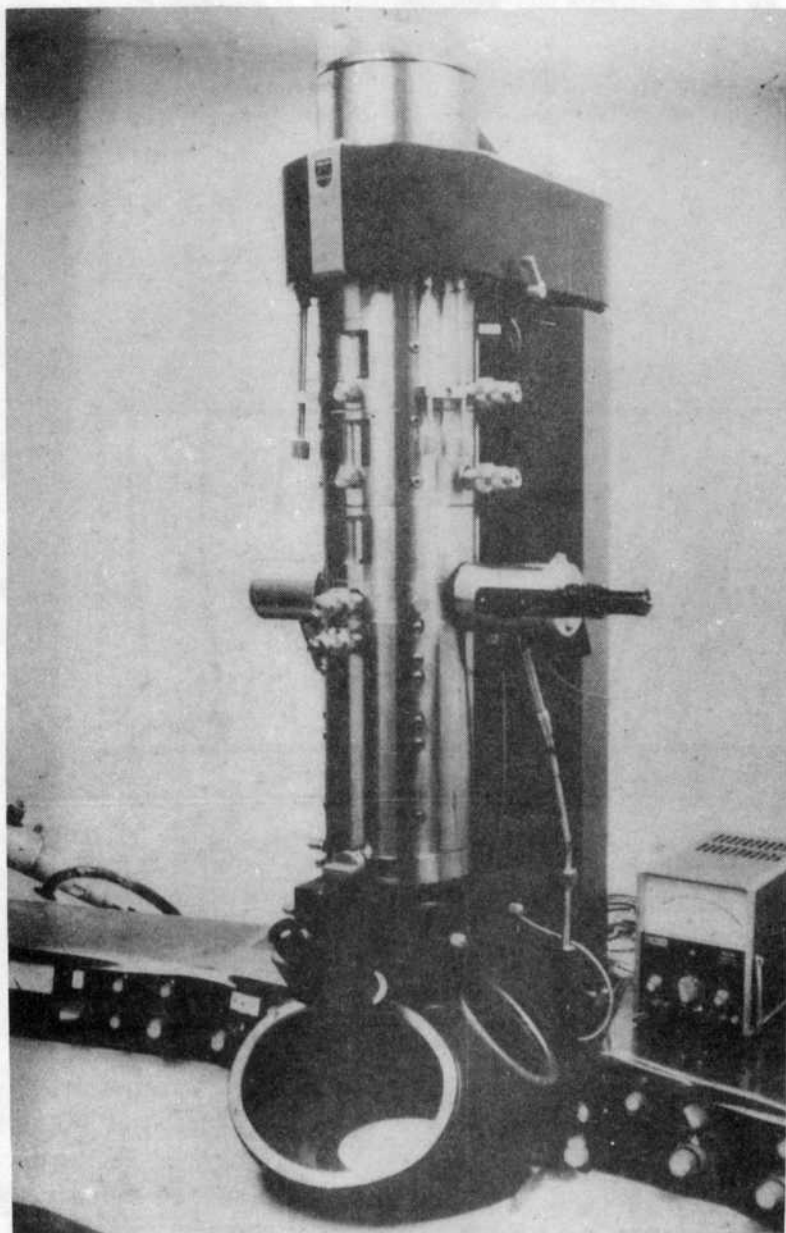


Fig. I.3. Contraste producido por una dislocación de borde. Las distorsiones a la izquierda de la misma son tales que colocan a los planos cristalinos en la posición de Bragg. Estas zonas darán origen a un fuerte haz difractado, y la intensidad transmitida será menor a la izquierda de la línea de dislocación.



Vista general del microscopio Philips EM300 instalado en el Departamento de Metalurgia de la CNEA. La resolución máxima del instrumento es de $3,5 \text{ \AA}$ - Foto: N.J. Marccone.

II OPTICA GEOMETRICA - LENTES

II.I. NOCIONES ELEMENTALES SOBRE FORMACION DE IMAGENES

La manera más directa para comenzar a estudiar los mecanismos de formación de imágenes, es considerar el caso ideal de una lente delgada, sin aberraciones sobre la cual incide un haz de radiación monoenergética (luz monocromática, en el caso óptico). Si el ángulo β comprendido entre el eje óptico y la dirección de los rayos que forman la imagen es suficientemente pequeño, de manera que valga la aproximación

$$\text{sen } \beta \cong \beta$$

se puede demostrar que se obtiene una imagen fiel del objeto, sin ningún tipo de distorsiones. A cada punto del plano objeto le corresponde un punto en el plano imagen de manera que la imagen está perfectamente definida. La imagen producida por estos rayos praxiales se llama Gaussiana, y es la imagen ideal a partir de la cual se miden las distintas aberraciones de las lentes reales.

Consideremos aquí solamente el caso de lentes delgadas convergentes. Una lente convergente se caracteriza definiendo la posición de dos puntos principales, que tienen las siguientes propiedades.

El punto focal imagen es el punto en el cual convergen todos los rayos de un haz que incide paralelo al eje óptico, Figura II.I (a).

Inversamente, todo rayo que pasa por el punto focal objeto, emerge paralelo al eje óptico, Figura II.I (b). La distancia desde un punto focal al centro de la lente se denomina distancia focal.

Se puede demostrar también que todo haz de rayos paralelos entre sí, focaliza en un punto de un mismo plano, llamado plano focal imagen, o plano principal imagen. Como caso particular, un haz de rayos paralelos al eje óptico, como ya hemos dicho, focaliza en el punto focal imagen. Por lo tanto el plano focal imagen contiene a dicho punto, ver Figura II.I. (c).

Con estos elementos es posible determinar la imagen de un objeto dado. En general es suficiente considerar sólo tres rayos principales, ver Figura II.I. (d) :

- 1) Rayos paralelos al eje óptico.
- 2) Rayos que pasan por el centro de la lente.
- 3) Rayos que pasan por el punto focal objeto.

Veamos dos ejemplos.

- a) Objeto situado a una distancia L de la lente, tal que $f < L < 2f$, Figura II.2. (a).

Determinando las trayectorias de los rayos principales se puede obtener la posición de la imagen. Esta es real, invertida, y aumentada. La fórmula de los focos conjugados relaciona las distancias objeto a imagen con la distancia focal de la lente

$$\frac{1}{L} + \frac{1}{L'} = \frac{1}{f}$$

El aumento M de la imagen está dado por

$$M = \frac{V}{U} = \frac{L'}{L}$$

Se puede también ver fácilmente que cuando más cerca está el objeto del punto focal objeto, tanto mayor es el aumento de la imagen.

- b) Objeto situado a una distancia $L < f$, Figura II.2. (b).

En este caso la imagen no está invertida, pero es virtual. En óptica éste es el clásico ejemplo de la lente de aumento, o lupa. Hemos mencionado este segundo ejemplo sólo para una mayor familiarización con los métodos de construcción de imágenes, pero este caso no se presenta en microscopía electrónica.

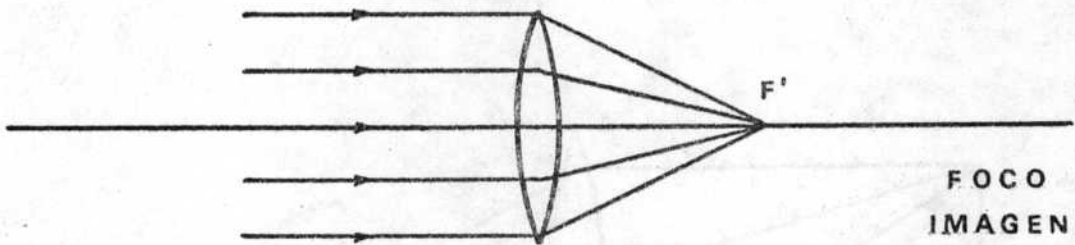
II.2. LENTES MAGNETICAS

Una lente magnética consiste esencialmente en una pieza polar situada dentro de un arrollamiento por el cual se hace circular una corriente I . La performance de la lente, depende de la homogeneidad del campo magnético H resultante, que a su vez está relacionado directamente con la geometría de las piezas polares, y la estabilidad de la corriente I .

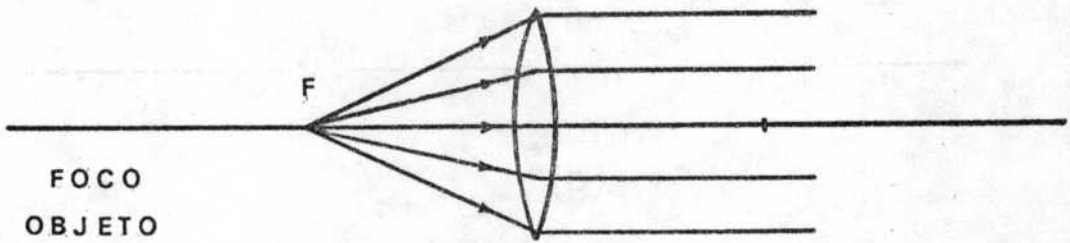
El movimiento de un electrón en un campo magnético H se describe mediante la mecánica clásica, teniendo en cuenta que la fuerza que es ejercida sobre un electrón de carga e y velocidad \vec{v} es

$$\vec{F} = e \vec{v} \times \vec{H}$$

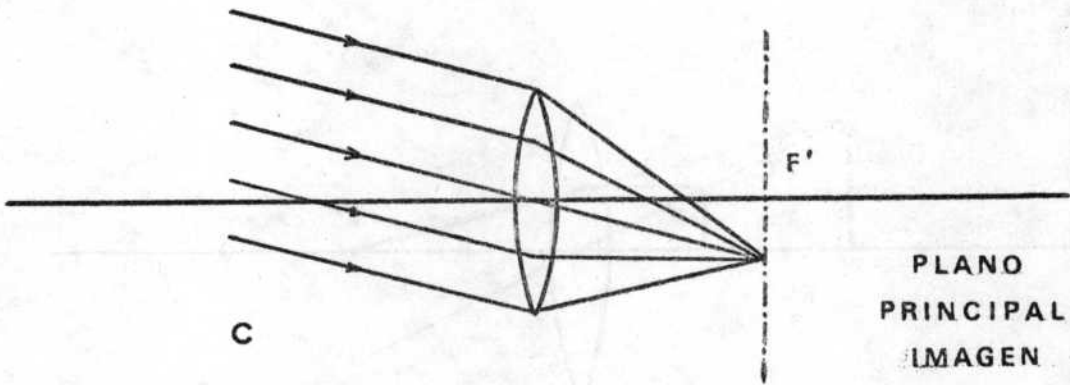
Esta fuerza es constantemente perpendicular a la dirección del movimiento y por lo tanto solamente la dirección de la velocidad es modificada, pero no su módulo. Esto es equivalente a decir que el campo magnético no efectúa trabajo sobre una carga móvil. Un electrón de 100 kV de energía que entra en el campo de una lente magnética, sale con la misma energía de 100 kV.



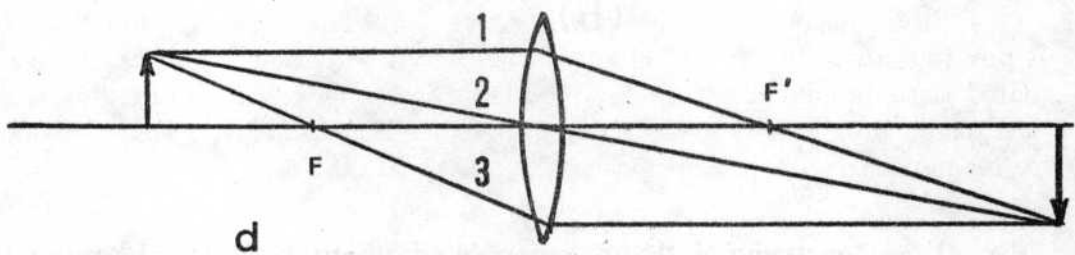
a



b

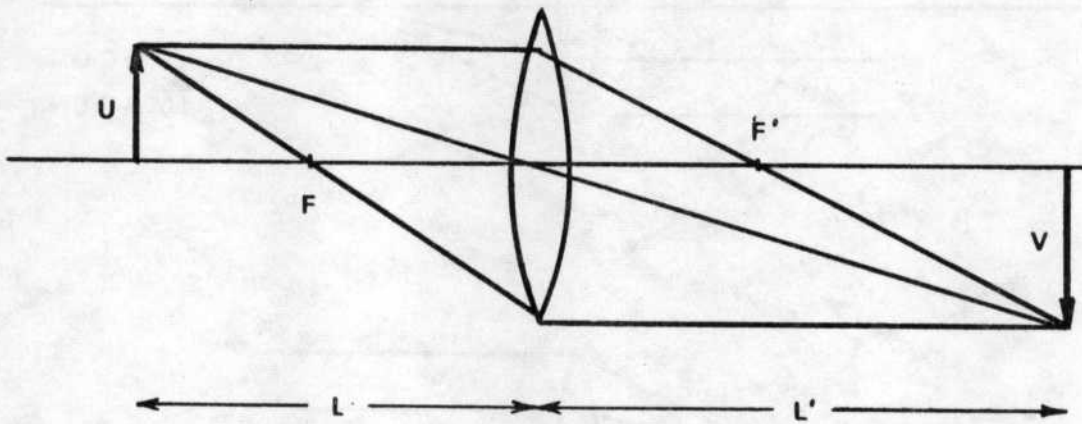


c

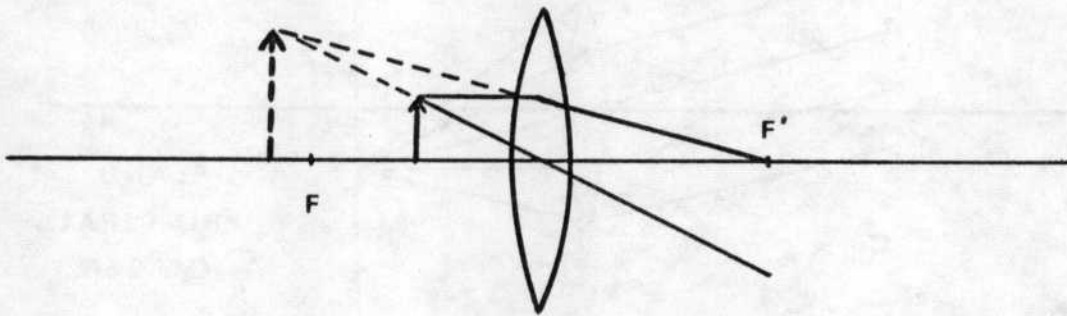


d

Fig. II.1. Formación de imágenes por Lentes Convergentes .



(a)



(b)

Fig. II.2. Construcción de imágenes de un objeto dado, considerando las trayectorias de los rayos principales.

No entraremos aquí en detalles respecto de las ecuaciones de movimiento, que pueden ser encontradas en los textos corrientes. Sólo mencionaremos que los electrones que entran en una lente formando un ángulo β pequeño con el eje óptico, son focalizados por el campo magnético \vec{H} existente dentro de la pieza polar, de manera análoga a lo que sucede en el caso óptico, Figura II.3. La distancia focal f (en cm) de una lente magnética está relacionada con la energía E (en electrón volts) y la componente H_z del campo magnético (en oersteds) según el eje z , mediante la fórmula

$$\frac{1}{f} = \frac{0.022}{E} \int H_z^2 dz$$

Si I es la corriente que circula por las bobinas de la lente, y V es el potencial mediante el cual son acelerados los electrones, entonces se puede ver fácilmente que

$$\frac{1}{f} \approx \frac{I^2}{V}$$

es decir que la lente se hace más poderosa (menor distancia focal) aumentando la corriente I .

Además, la componente radial de la velocidad del electrón hace que la trayectoria sea helicoidal, centrada en el eje óptico. La imagen producida por la lente, por lo tanto, además de invertida está rotada en un cierto ángulo θ respecto del objeto. Este ángulo depende de las condiciones en las cuales se opera el microscopio. En radianes, θ está dado por

$$\theta = \frac{0.148}{E} \int_{z \text{ objeto}}^{z \text{ imagen}} H_z dz$$

Si nos olvidamos de esta rotación, el comportamiento de una lente magnética es similar al de una lente óptica. La imagen es real e invertida, y son válidas todas las leyes, propiedades y métodos de construcción de imágenes que hemos mencionado anteriormente. Igualmente las desviaciones del comportamiento ideal, y las observaciones se estudian de la misma manera en ambos casos. En las siguientes secciones nos ocuparemos brevemente de las principales aberraciones que pueden afectar a las lentes reales, tanto ópticas como electrónicas, y sus efectos sobre las imágenes.

III.3. ABERRACIONES

Como en todo sistema óptico, la calidad de la imagen final está dada directamente por la calidad de la lente objetivo. Toda imperfección en la primera ima-

gen dada por esta lente será aumentada por el sistema de lentes subsiguiente, y por lo tanto la lente objetivo es la que deberá tener sus aberraciones corregidas al máximo posible. En cambio un defecto cualquiera de la lente proyectora no está sujeto a ningún aumento posterior y no repercute prácticamente en la calidad de la imagen.

II.3.1. Aberración esférica

La aberración esférica constituye la mayor imperfección de una lente magnética. Hasta el presente no existen maneras eficaces de corregirla. Aquí se presente una diferencia con la óptica común, dado que no existen lentes magnéticas divergentes. En el caso de la luz visible, una apropiada combinación de lentes convergentes y divergentes de distintas características, permite corregir apreciablemente las aberraciones esférica y cromática.

La aberración esférica proviene del hecho que no todos los rayos originados en un mismo punto objeto son desviados de la misma manera. En efecto, en una lente real los rayos que emergen formando ángulos mayores con el eje óptico, son más desviados que aquéllos más próximos a dicho eje. Esta situación está esquematizada en la Figura II.4. Los electrones que salen de un punto P del objeto formando un ángulo α con el eje óptico, interceptan el plano imagen gaussiano a una distancia

$$\Delta r_i = M C_s \alpha^3$$

del punto imagen gaussiano P', que sería la imagen de P si no existiera aberración alguna. M es el aumento de la lente objetivo. Es decir que por cada punto en el objeto, en el plano imagen tenemos un círculo de confusión de radio Δr_i . El parámetro C_s es la constante de aberración esférica, y sus dimensiones son de longitud. Para objetivos de alta resolución C_s es del orden de 2 mm. Un valor típico de α es 5×10^{-3} rad., y por lo tanto

$$\frac{\Delta r_i}{M} = 2 \times (5 \times 10^{-3})^3 = 2.5 \text{ \AA}$$

es decir que el círculo de confusión (en el plano objeto) tiene ya un diámetro de 5 \AA solamente debido a la aberración esférica de la lente objetivo. Notemos también que C_s es siempre positivo para una lente magnética. Los rayos que emergen formando ángulos mayores son focalizados antes del plano imagen gaussiano.

II.3.2. Astigmatismo

El astigmatismo tiene su origen en el apartamiento de la simetría de revolución de una lente. En el caso óptico, una variación en el radio de curvatura de la lente da origen a esta aberración. En el caso magnético, cualquier inhomogenei-

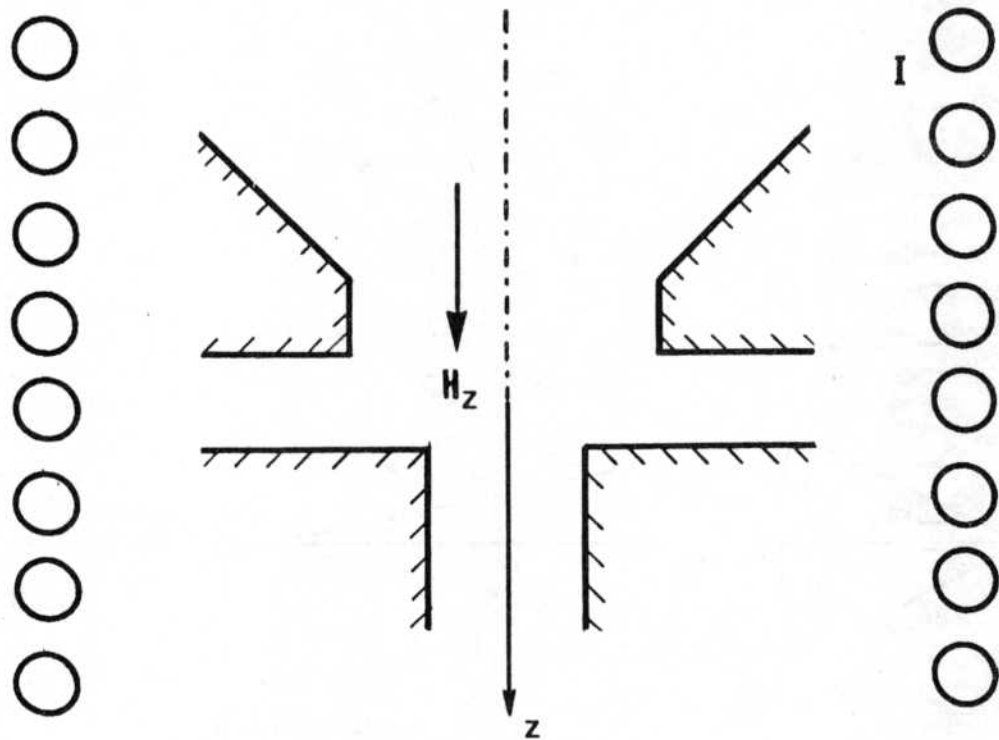


Fig. II.3. Esquema de una lente magnética. La pieza polar está situada dentro de un arrollamiento por el cual circula una corriente I . H_z es la componente según z del campo magnético resultante.

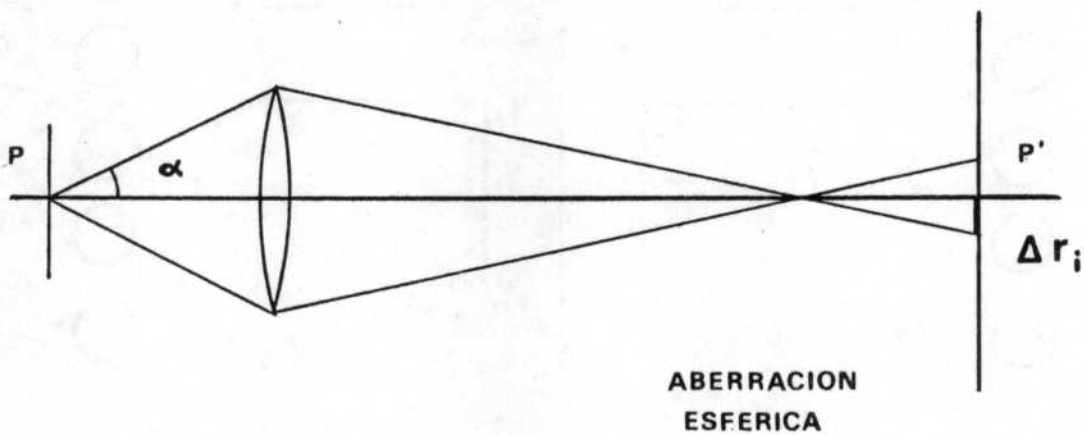


Fig. II.4. Aberración esférica. Los rayos que salen de un punto P del objeto formando un ángulo α con el eje óptico, interceptan el plano imagen gaussiano a una distancia Δr_i del punto imagen gaussiano P', que sería la imagen de P dada por una lente sin aberraciones. Por cada punto del objeto, en el plano imagen se tiene un círculo de confusión de radio Δr_i .

dad en la manufactura de las piezas polares, la contaminación introducida por el haz sobre los bordes de las aperturas, o cualquier partícula magnética extraña, dará origen a una distorsión de la simetría cilíndrica del campo magnético, y entonces tendremos la situación que se detalla esquemáticamente en la Figura II.5.

El astigmatismo hace que las distancias focales efectivas sean distintas según que los rayos estén situados en dos planos perpendiculares entre sí. Para tener una idea de los órdenes de magnitud, digamos que para obtener una resolución de alrededor de 5 \AA , y suponiendo que la única aberración existente es la de astigmatismo, las piezas polares que constituyen la lente magnética objetivo tendrían que estar trabajadas con una precisión de $1/20 \mu$. Dado que de ninguna manera es posible obtener esta precisión, lo que se hace es introducir un dispositivo llamado astigmador. Este consiste esquemáticamente en cuatro pequeñas bobinas que pueden producir un campo magnético variable, que se ajusta de manera tal de producir un campo magnético igual y de sentido opuesto al producido por las inhomogeneidades de construcción de las piezas polares. En los microscopios actuales la lente condensadora también tiene este dispositivo para corregir el astigmatismo en el sistema de iluminación.

II.3.3. Aberración cromática

Si los electrones incidentes sobre la muestra tienen un cierto rango de energías, tendremos aberración cromática. Los electrones que al atravesar la muestra han perdido parte de su energía, serán más desviados por el campo magnético de la lente, y como en los casos anteriores, por cada punto en el plano objeto tendremos un cierto círculo de confusión en el plano imagen. El caso es análogo al microscopio óptico con iluminación de luz blanca donde cada longitud de onda (color) es refractada de manera diferente por el material de la lente.

Se demuestra fácilmente que el radio del círculo de confusión está dado por:

$$\Delta r_c = M C_c \propto \frac{\Delta E}{E}$$

donde $\Delta E/E$ es la pérdida relativa de energía de los electrones transmitidos, α es el mismo ángulo definido en II.3.1, M el aumento de la lente, y C_c la llamada constante de aberración cromática. Sus unidades son de longitud, y el valor numérico muy próximo al valor f de la distancia focal de la lente considerada.

II.3.4. Aberración por difracción

Hemos ya mencionado que no existen maneras convenientes para reducir la aberración esférica de una lente magnética. La única manera de disminuirla es introduciendo aperturas que limiten el ángulo α , definido en la Figura II.4. Pero

entonces tenemos que considerar también una nueva aberración introducida por esta apertura, llamada aberración por difracción. Esta tiene en cuenta el hecho de que toda radiación se difracta al pasar por un obstáculo, en este caso la apertura, y da origen a un nuevo círculo de confusión de radio

$$\Delta r_d = \frac{0,61}{\alpha} \lambda$$

donde λ es la longitud de onda de De Broglie del haz electrónico incidente. Se ve inmediatamente que los efectos de difracción aumentan al disminuir el ángulo α mientras que la aberración esférica disminuye con la apertura del haz. Por lo tanto debe existir una semiapertura α óptima para la cual la aberración combinada Δr es mínima

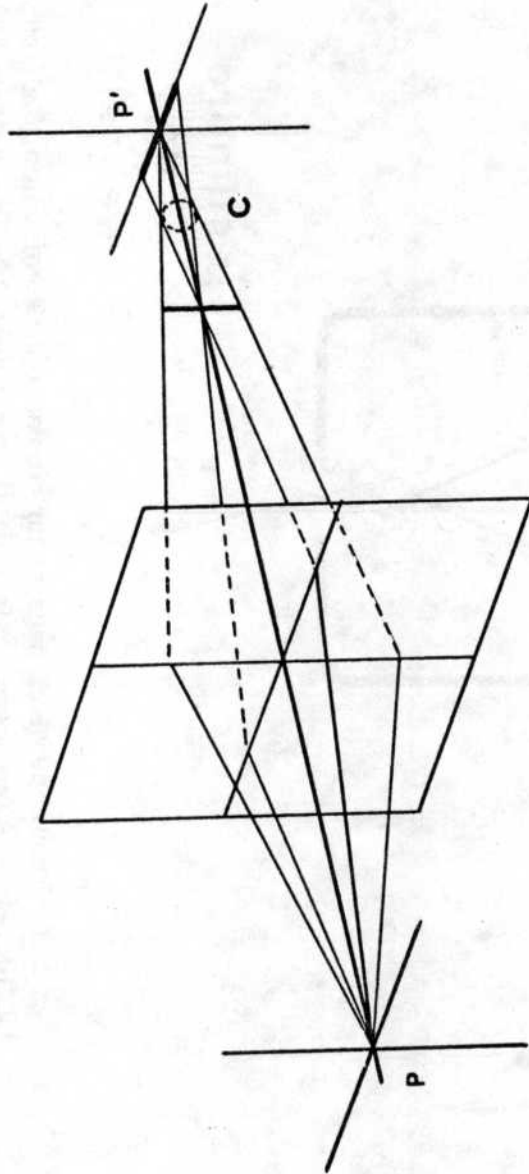
$$\alpha_{opt} = A \lambda^{1/4} C_s^{-1/4} \quad \Delta r_{min} = B \lambda^{3/4} C_s^{1/4}$$

Las constantes A y B son en general del orden de la unidad. Este es el criterio seguido en la elección de aperturas en un sistema óptico. Un valor común para el ángulo de semiapertura α , es alrededor de 5×10^{-3} rad (0,3°), que se obtiene con una apertura de objetivo de unos 40 μ de diámetro. El valor de Δr_{min} resulta entonces de orden de unos pocos Å.

II.4. PODER DE RESOLUCION DE UN MICROSCOPIO ELECTRONICO MODERNO

No hemos considerado en esta última discusión el astigmatismo remanente que puedan tener las piezas polares. Teniendo en cuenta este hecho, y con los mejores sistemas de corrección existentes hasta el presente, se puede obtener una resolución de unos 5 Å en los microscopios modernos. En particular el Philips EM 300 garantiza un poder separador de 10 Å en condiciones normales, y de 3,5 Å operando en máxima resolución.

En la práctica la aberración cromática que ya hemos mencionado puede llegar a ser el factor que limita el poder de resolución. Cuando un haz de electrones de alta energía incide sobre una muestra, puede tener lugar una serie de interacciones, como por ejemplo la entrega de una cierta energía para excitar niveles más altos de energía de los átomos de la muestra. El electrón incidente es por lo tanto desviado, y sufre una pérdida de energía que depende de la naturaleza específica del proceso de colisión. Existen evidencias experimentales de pérdidas de energía de unos 20 eV para una energía incidente de 100 kV. Esta pérdida se traduce en un círculo de confusión por aberración cromática de unos 25 Å. Se plantea inmediatamente una duda. Como es entonces posible obtener un poder de resolución de 5 Å? La respuesta es que en muestras amorfas, películas de carbón, muestras biológicas, etc., la resolución real nunca alcanza este valor, debido fundamentalmente a las pérdidas de energía por difusión inelástica. Este hecho deberá tenerse



astigmatismo

Fig. II.5. Astigmatismo. Las distancias focales son distintas para rayos situados en dos planos perpendiculares entre sí. C es el círculo de mínima confusión.

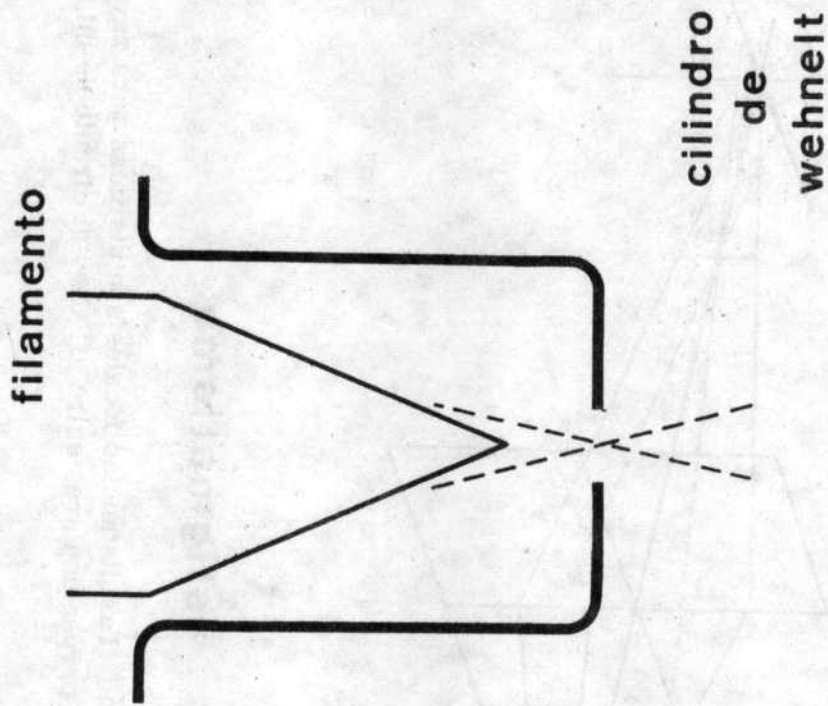


Fig. II. 6. Fuente de electrones de un microscopio electrónico. La punta del filamento de tungsteno, calentada al rojo blanco, emite electrones que son luego focalizados por el cilindro de Wehnelt ligeramente por debajo de la misma. Este punto de entrecruzamiento constituye la fuente efectiva de electrones para el microscopio.

muy en cuenta cuando se observan réplicas de carbono.

Sin embargo, en muestras cristalinas la propagación de electrones se realiza de manera diferente, y existen mecanismos de propagación mediante los cuales los electrones incidentes pueden ser transmitidos muy fácilmente a través de la lámina. De esta manera las pérdidas de energía son mucho menores, y es posible obtener una resolución del orden de unos pocos Angstrom.

II.5. PROFUNDIDAD DE CAMPO Y PROFUNDIDAD DE FOCO

La profundidad de campo D es la máxima distancia en profundidad con que pueden estar separados dos puntos, para que sus imágenes aparezcan simultáneamente en foco. Para todos los puntos del espécimen situados en un rango menor que D , el ensanchamiento de la imagen debido a la no-focalización es menor que la resolución del sistema, y por lo tanto se consideran que están en "foco". En condiciones normales de un microscopio electrónico, D es próximo a los 4000 \AA . Como generalmente se trabaja con láminas cuyo espesor no es superior a los 3000 \AA , se ve que si una parte de la muestra está en foco, también lo están las demás. Es decir que efectivamente lo que se tiene en la pantalla final de un microscopio electrónico es una proyección de los detalles de todo el espesor de la muestra observada. Esto no sucede en un microscopio óptico de gran aumento, donde se usan grandes aperturas, y por lo tanto la profundidad de campo es pequeña respecto al campo de observación. Es interesante comparar el hecho de que en microscopía óptica la profundidad de campo es del orden del poder de resolución, mientras que en el caso electrónico es 500 a 1000 veces mayor.

La profundidad de foco es la profundidad, en el espacio imagen, correspondiente a la profundidad de campo D en el espacio objeto. Dados los grandes aumentos totales de un microscopio electrónico, la profundidad de foco se puede considerar infinita. El resultado práctico es que la imagen puede ponerse en foco en la pantalla fluorescente, y resultará también en foco al registrarse en una placa fotográfica que puede estar situada varios centímetros por debajo de la pantalla. Lo mismo ocurre si se coloca una película fotográfica a una cierta distancia por encima de la misma. En particular el Philips EM 300 tiene una cámara de película de 35 mm situada por encima de la pantalla, cuyo aumento es 0,33 veces el aumento de la imagen en la pantalla, y un sistema de placas situadas por debajo, cuyo aumento es 1,14.

II.6. CAÑÓN ELECTRONICO

II.6.1. Filamento emisor - Cilindro de Wehnelt

El primer elemento del sistema óptico de un microscopio electrónico es la fuente emisora de electrones. Esta es un filamento de tungsteno, calentado al rojo blanco por medio de una corriente eléctrica. El filamento está rodeado por un

cilindro llamado de Wehnelt, que se mantiene a un potencial ligeramente negativo respecto de filamento, Figura II.6. Este potencial está regulado por un circuito automático controlado a su vez por la corriente electrónica emitida.

Para corrientes de calentamiento bajas, los electrones comienzan a emitirse desde ciertas regiones del alambre de tungsteno. En estas condiciones el potencial del cilindro de Wehnelt se mantiene muy bajo, y éste casi no tiene efecto alguno. Una región extensa del filamento contribuye a formar el haz electrónico, y la fuente dista mucho de ser una fuente puntual. Cuando se aumenta un poco más la temperatura del filamento, aumenta consecuentemente el área que emite electrones, y la situación es aparentemente peor. Pero es aquí que el Wehnelt comienza a funcionar realmente. El circuito automático aumenta el potencial negativo del cilindro respecto del filamento, y el campo eléctrico resultante tiene un doble efecto. En primer lugar reduce el área efectiva a partir de la cual los electrones serán posteriormente acelerados para formar el haz incidente. Por otro lado el campo eléctrico tiene una geometría tal que focaliza a los electrones provenientes de esta área reducida en un punto situado ligeramente por debajo de la punta del filamento. Este punto de entrecruzamiento constituye la fuente efectiva de electrones para el sistema óptico subsiguiente.

En estas condiciones de operación, un aumento adicional de la temperatura del filamento no tiene mayor efecto en la intensidad del haz. Por lo tanto, una vez obtenida esta especie de saturación, no debe incrementarse más la corriente calefactora del filamento. En caso contrario el único efecto será disminuir la vida útil del filamento, sin ninguna ventaja adicional. Digamos finalmente que el valor de la corriente de filamento necesario para alcanzar la saturación puede variar ligeramente con el tiempo de uso, y es por lo tanto conveniente verificar el punto de operación correcto de tiempo en tiempo.

II.6.2. Potencial acelerador

Los electrones emitidos por el filamento son posteriormente acelerados por un potencial constante, que en el caso del microscopio Philips EM 300 puede variar-se a intervalos de 20 kV, entre un valor mínimo de 20 kV y un máximo de 100 kV. Dentro de este rango la variación de la longitud de onda de los electrones no es tan grande como para afectar apreciablemente el poder de resolución del instrumento. Por lo tanto la selección del voltaje depende fundamentalmente de la muestra observada y del contraste que se desea obtener.

Un haz de mayor energía permitirá observar detalles del interior de una muestra de gran espesor, que podrían ser indetectables con un haz de baja energía. Pero por otro lado, la difusión de electrones por un objeto dado disminuye al aumentar el potencial acelerador. De esta manera en una muestra delgada el contraste entre sus distintas partes aumenta al disminuir el potencial acelerador. Por lo tanto la observación de muestras de espesor menor que unos 1000 Å, como es el caso de muestras

biológicas o réplicas de carbono, se realiza más eficientemente con voltajes de aceleración más bien bajos. Por el contrario, en muestras de mayores espesores, o sustancias cristalinas en general, es conveniente trabajar con un haz de mayor energía. Aunque esta elección significa una cierta disminución del contraste, se obtiene en cambio una mayor penetración y una mayor resolución.

Conviene mencionar también que al operar con potenciales más altos se aumenta considerablemente el brillo de la imagen en la pantalla final de observación.

II.6.3. Intensidad del haz

La intensidad final del haz electrónico puede variarse alternando el potencial de polarización del cilindro de Wehnelt. Aumentando la intensidad del haz emitido; aumenta la densidad de corriente sobre el espécimen y por lo tanto, la iluminación de la imagen final. Para operar con aumentos muy altos, o para observar muestras de gran espesor, es necesaria una mayor intensidad de haz. Pero en general, por problemas de irradiación de la muestra, el criterio que se sigue es el de mantener la intensidad más baja posible, compatible con un brillo adecuado en la imagen final. En los últimos años se han utilizado con resultados muy satisfactorios filamentos de puntas muy agudas, que permiten obtener un gran brillo de imagen, con una intensidad de haz muy pequeña.

II.7. CONDENSADOR

La función del sistema de lentes condensadores es "iluminar" una cierta región de la muestra. En otras palabras, producir un haz de electrones paralelo y concentrado que incida directamente sobre el espécimen.

El sistema de iluminación antiguo, con una sola lente condensadora, proyectaba sobre el espécimen una imagen del filamento reducida en un factor de alrededor de $2/3$. Es decir que para un filamento normal que emite electrones en una zona de unos 90μ de diámetro, la región del espécimen iluminada por este condensador era de unos 50 a 60μ . Notemos que normalmente la región observada de una muestra está comprendida entre unos 5 y 20μ . Con el sistema de condensador simple, además del bajo rendimiento desde el punto de vista óptico, se introducía una contaminación inútil en regiones de la muestra que no estaban siendo observadas. Además por problemas de calentamiento de la muestra, es también necesario reducir al mínimo el área iluminada por el haz.

La introducción del sistema de doble condensador fué así un gran adelanto para la microscopía electrónica, y actualmente es un elemento común de todo instrumento moderno.

II.7.1. Ventajas de un sistema de doble condensador

En la Figura II.7. se detalla esquemáticamente el funcionamiento de este sistema. El primer condensador, generalmente una lente de gran poder, proyecta una imagen del filamento demagnificada en un factor 100. El segundo condensador proyecta a su vez esta imagen sobre el espécimen aumentada aproximadamente dos veces, dando una demagnificación total de alrededor de 50. El tamaño resultante del haz es por lo tanto de alrededor de 2μ . Además variando la excitación del condensador 2 es posible variar el tamaño final de la zona iluminada, pudiéndose variar su diámetro entre el tamaño mínimo de 2μ continuamente hasta un valor máximo de 60μ .

En resumen, las ventajas introducidas por el sistema de doble condensador son:

- 1) Solamente el área observada es iluminada, por lo tanto las demás regiones adyacentes no son contaminadas por el haz.
- 2) Se disminuyen los efectos de carga eléctrica de la muestra, debido a la reducción de la corriente total que la atraviesa. Este efecto es muy importante cuando se observan muestras no conductoras.
- 3) Para iguales condiciones de focalización, la divergencia angular del haz es menor utilizando un sistema de doble condensador. Los diagramas de difracción son así más exactos.

Existe además otra razón, que pasaremos a detallar a continuación, por la cual es necesario disminuir el área iluminada de la muestra, para obtener la máxima resolución posible.

Veamos por ejemplo un punto tal como el marcado con 1 en la Figura II.8. Este difunde un cono de electrones con una cierta distribución angular, que en general decrece con el ángulo. Electrones difundidos en un ángulo superior a β_{obj} no llegan a la imagen, dando así origen a un contraste por deficiencia. Para un punto tal como el 2 este cono es bastante simétrico respecto del eje óptico. Pero para un punto más alejado del centro del objeto, como el 1 en la figura, el cono de electrones difundidos entra parcialmente en la apertura, y de una manera no simétrica. El punto 1' recibe electrones que han sido difundidos en ángulos mucho mayores que los correspondientes al punto 2'. Por un lado tenemos una cierta pérdida de contraste en el punto 1', y por otro una pérdida de resolución pues para trayectorias alejadas del eje óptico la lente deja de ser ideal. El resultado es que las imágenes correspondientes a puntos alejados del centro resultan astigmáticas.

Vemos que la calidad de la imagen, y por lo tanto la resolución, aumenta al iluminar una región más pequeña de la muestra, tal como se puede obtener, como hemos mencionado, con un sistema de doble condensador.

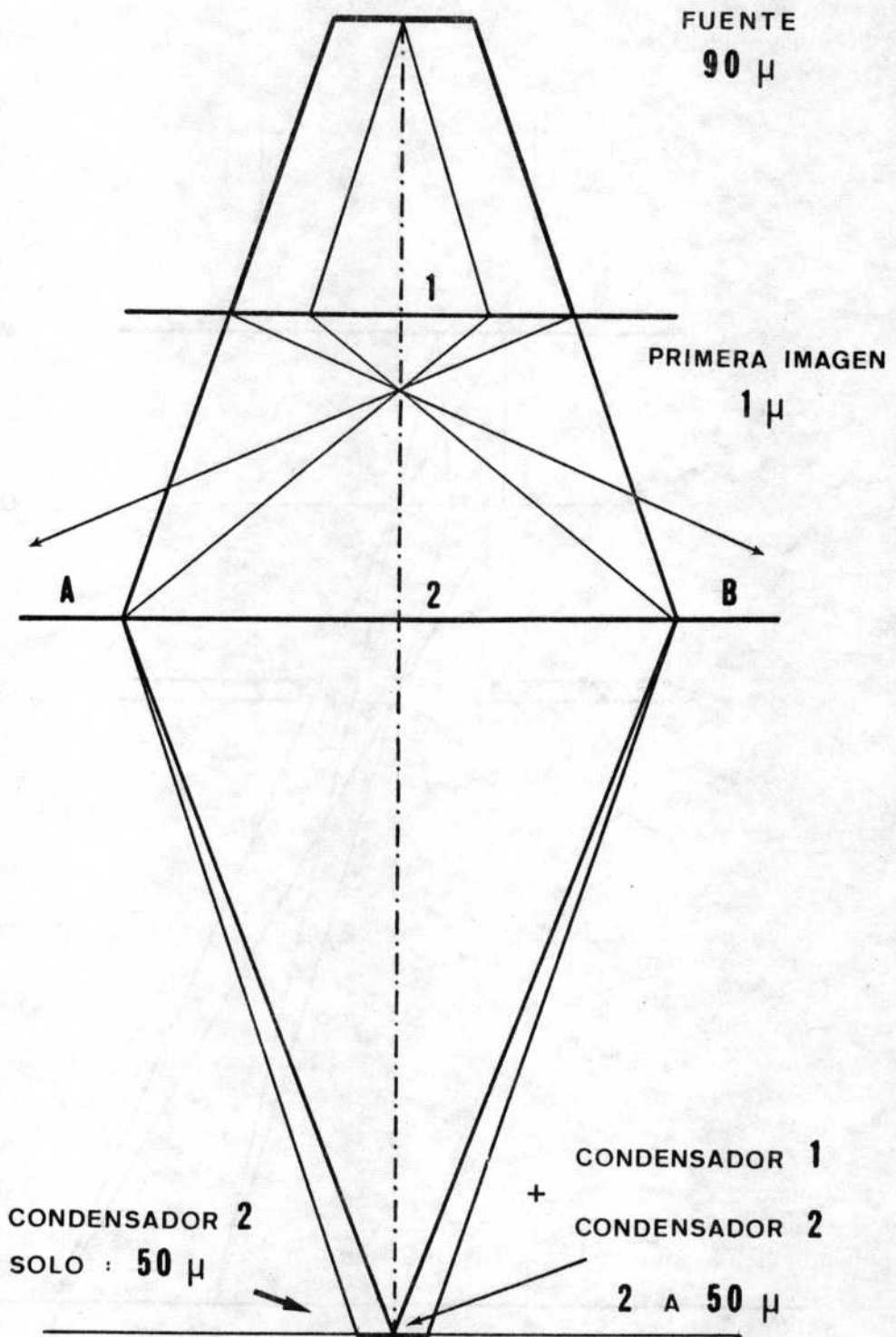


Fig. II.7. Sistema de doble condensador de un microscopio electrónico. El condensador 1 proyecta una imagen del filamento disminuída en un factor 100. Variando la excitación del condensador 2, es posible variar el tamaño del haz proyectado sobre la muestra entre un valor mínimo de 2 μ hasta un valor máximo de unos 50 μ .

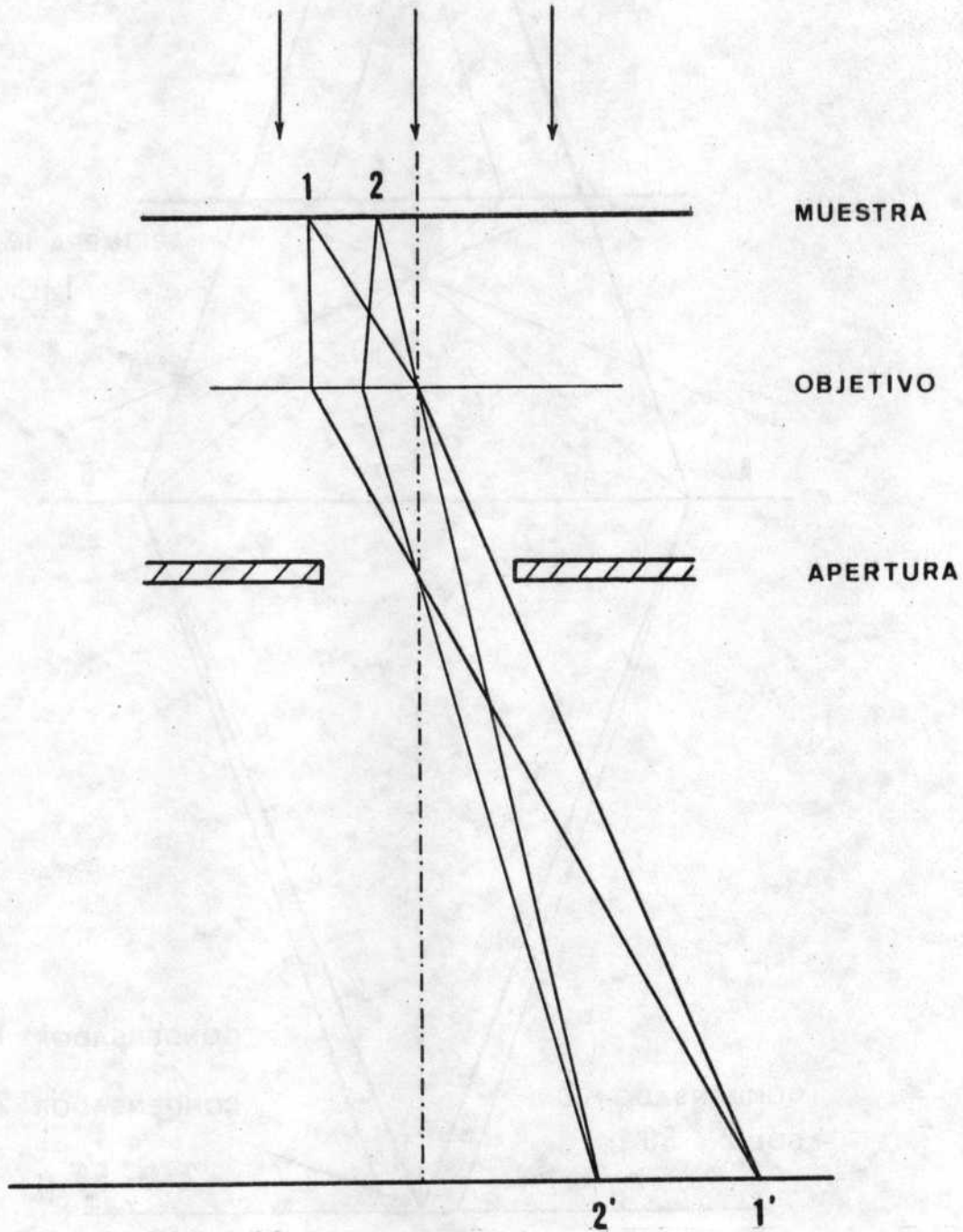


Fig. II.8. Ventajas de un sistema de doble condensador. Iluminando pequeñas zonas de la muestra, se eliminan los electrones que se difunden en ángulos alejados del eje óptico, como el 1-1'. De esta manera se mejora el contraste y la resolución.

Además el hecho de tener una menor intensidad electrónica sobre los bordes de la apertura de objetivo disminuye la contaminación de la misma, y por lo tanto los efectos de astigmatismo debidos a cargas electrostáticas.

II.8. LENTE OBJETIVO

Esta es la primera y más importante de todo el sistema óptico de un microscopio. La lente objetivo es la que debe tener sus aberraciones corregidas al máximo, dado que cualquier distorsión en la primer imagen producida por ésta, será amplificada por todo el sistema de lentes subsiguiente.

Teniendo en cuenta las propiedades de las lentes convergentes que ya hemos mencionado en el breve resumen de óptica geométrica, válido tanto para el caso óptico como el electrónico, es muy sencillo determinar las trayectorias de los rayos principales en la lente objetivo, tal como se detalla en la Figura II.9.

El haz de rayos esencialmente paralelos, proyectados por el sistema de condensadores incide sobre la muestra, y una primera imagen electrónica de ésta se forma a una cierta distancia L' de la lente, sobre el plano I_1 . Esta imagen, real e invertida (más una rotación adicional en el caso electrónico), es la que a su vez sirve de objeto para la lente siguiente, llamada lente intermedia. En condiciones normales de operación la lente intermedia está focalizada en el plano I_1 , y por lo tanto en la pantalla final se reproduce una imagen aumentada de este plano. Se suele decir también que en estas condiciones el microscopio está operando en iluminación normal, o imagen.

Notemos también que los distintos haces difractados, por el hecho de ser paralelos entre sí, siguen una trayectoria como la 1-1, o la 2-2, en la Figura II.9, y focalizan sobre el plano focal imagen de la lente objetivo. Es decir que en este plano se forma el diagrama de difracción de la muestra. Mediante una disminución de la excitación de la lente intermedia es posible ajustar todo el sistema óptico de manera que esté en foco sobre este plano. En la pantalla final aparecerá entonces el diagrama de difracción de la muestra. En un microscopio moderno, la operación de pasar de imagen a difracción se realiza mediante un solo movimiento de la perilla que controla la corriente de la lente intermedia.

Notemos que el diagrama de difracción formado sobre el plano focal imagen de la lente objetivo no está invertido, mientras que la imagen sí lo está. Este hecho deberá tenerse en cuenta siempre que se quiera relacionar la imagen observada con su correspondiente figura de difracción, ver sección II.11.2.

II.9. LENTE INTERMEDIA Y LENTE PROYECTORA

La lente intermedia, como ya lo hemos mencionado, es la segunda lente del sistema óptico de un microscopio electrónico. Tiene por objeto producir una segunda imagen, ya sea de la muestra o de su figura de difracción. La corriente que atra-

viesa las bobinas de esta lente puede variarse sobre un amplio rango, y ésta es la que controla la magnificación final en la pantalla. En la práctica, el pasaje de un aumento a otro se realiza directamente con la perilla de control de corriente. El microscopio Philips EM300 posee además una lente adicional, llamada lente de difracción, que es en realidad un refuerzo de la lente intermedia y entra a funcionar solamente en altas magnificaciones.

Finalmente la lente proyectora aumenta alrededor de 100 veces la segunda imagen producida por la lente intermedia, y la proyectada directamente sobre la pantalla fluorescente final, Figura II.10. En general la corriente de esta lente se ajusta a un valor conveniente para hacer mínimas las distorsiones, y se mantiene fija durante el curso de las observaciones.

II.10. DIFRACCION POR UN AREA SELECTA

Observemos que es lo que sucede si en el plano I_1 donde se forma la primer imagen dada por el objetivo, colocamos una apertura circular de diámetro D . Se puede ver en la Figura II.9 que, si el objetivo está libre de aberraciones, entonces solamente los electrones que han atravesado un área de diámetro D/M de la muestra, llegarán a la pantalla final. M es el aumento del objetivo. En otras palabras el hecho de introducir una apertura de un cierto diámetro en el plano I_1 equivale a introducir una apertura de diámetro M veces menor sobre el objeto.

Esta técnica, conocida como difracción por un área prefijada, o difracción por un área selecta, nos permite así obtener diagramas de difracción de áreas muy pequeñas de la muestra. Por lo tanto es posible establecer inmediatamente la correlación entre un detalle elegido de la muestra y su respectivo diagrama de difracción. Una aplicación inmediata es la identificación de fases en un sistema inhomogéneo. Con una apertura de 25μ , y para un aumento típico del objetivo $M = 25$, se puede observar el diagrama de difracción aislado de un precipitado de 1μ de diámetro. Si paralelamente se tiene la figura de difracción de la matriz en la zona inmediata al precipitado, es posible, al menos en principio, establecer la relación cristalográfica entre las dos fases. El problema a resolver es solamente el de indexar e interpretar correctamente los dos diagramas.

Por razones de construcción, en un microscopio electrónico el plano I_1 donde se forma la primer imagen intermedia se mantiene fijo. De esta manera la apertura de difracción se desliza solamente sobre un plano, sin movimientos adicionales que complicarían el diseño del instrumento.

El procedimiento que se sigue para obtener un diagrama de difracción por un área selecta es el siguiente. Con el microscopio operando en iluminación normal, se introduce la apertura de difracción. En la pantalla aparece la sombra de esta apertura superpuesta con la imagen. Se ajusta la posición de la apertura de manera que coincida con la zona de la imagen cuyo diagrama de difracción se desea obtener. Se ajusta la corriente de la lente intermedia hasta focalizar la sombra de la apertura. A continuación, mediante los controles de la lente objetivo se

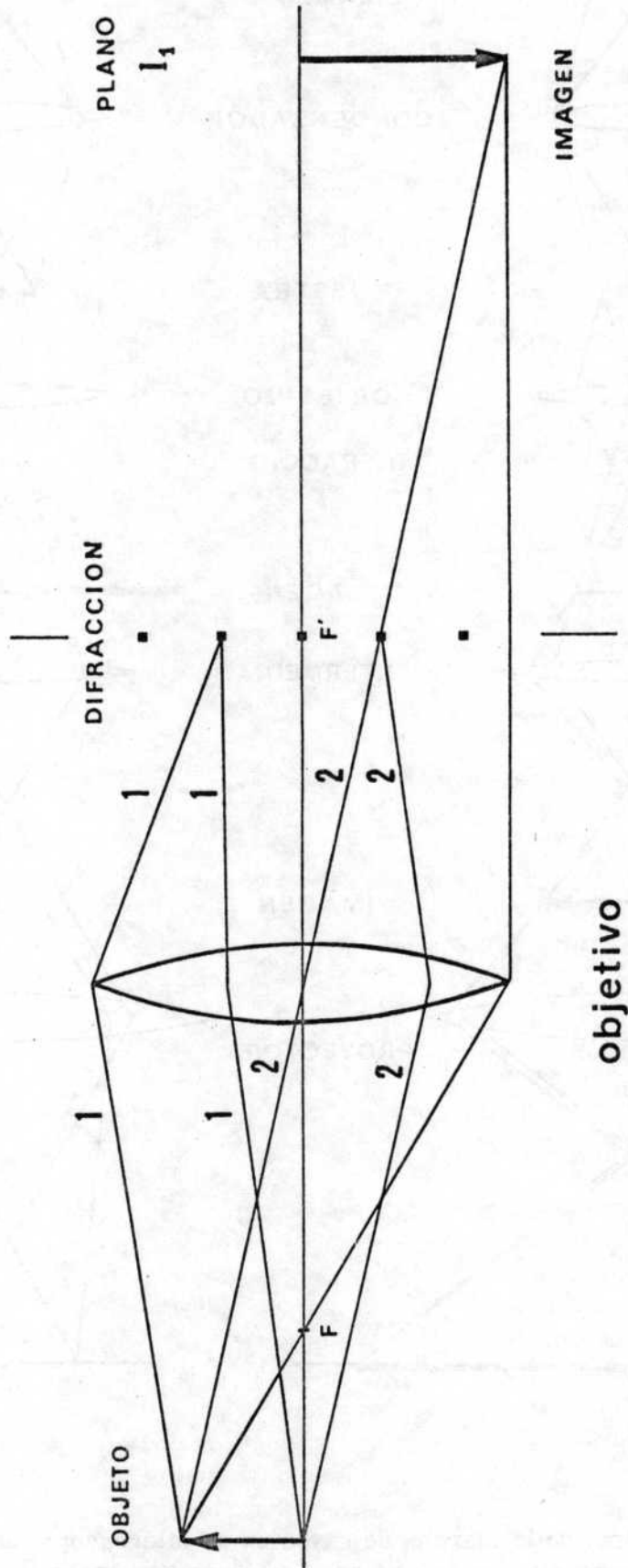


Fig. II.9.- Esquema de la formación de la primer imagen y del diagrama de difracción de un objeto dado, producidos por la lente objetivo de un microscopio electrónico. Nótese que focalizan sobre planos distintos y que están invertidos 180° uno respecto del otro.

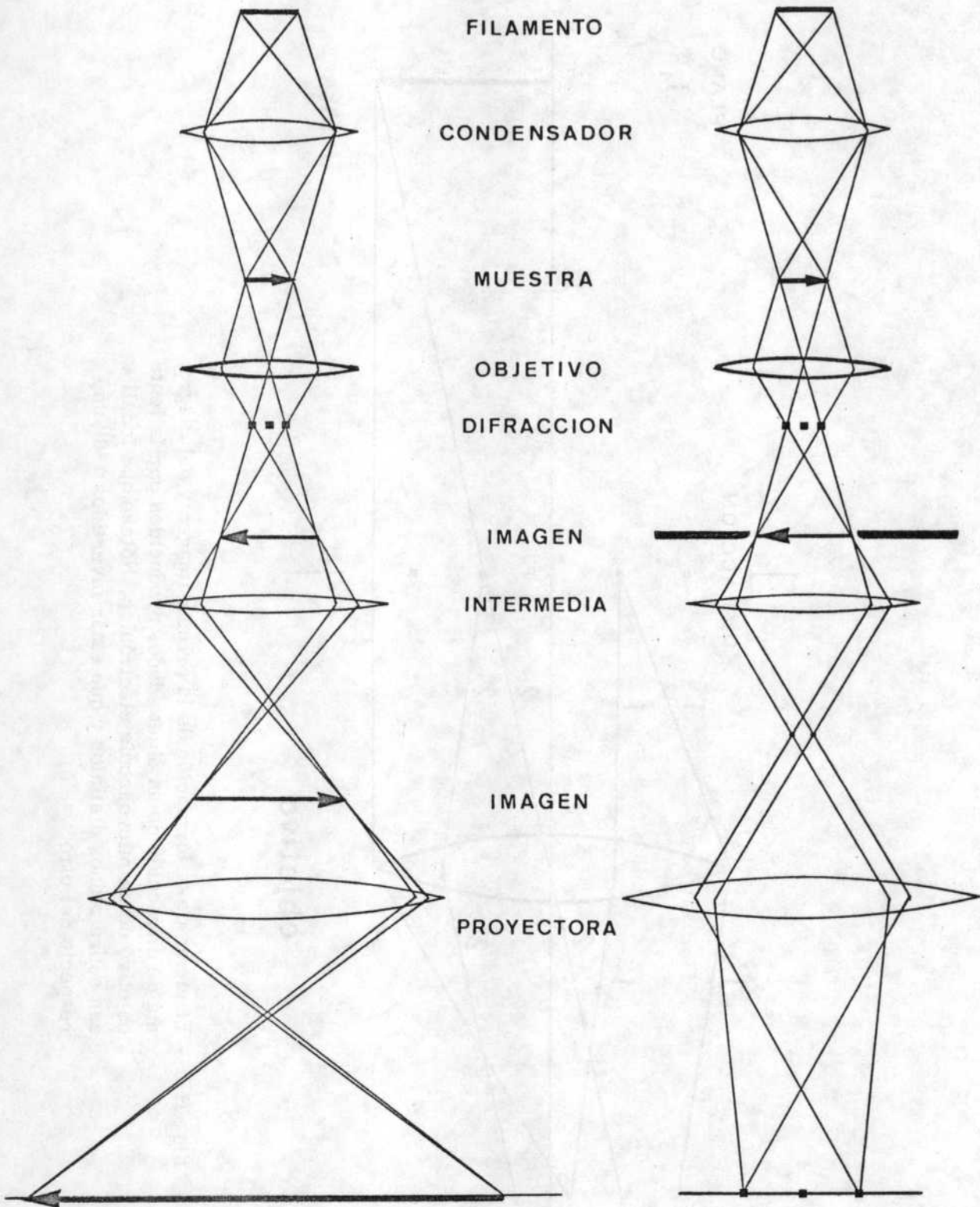


Fig. II.10. Esquema de la marcha de rayos en un microscopio electrónico, operando en imagen y difracción. Nótese que en ambos casos las trayectorias son idénticas hasta la lente intermedia. Según la excitación de esta última, en la pantalla final se observará la imagen o el diagrama de difracción correspondiente.

focaliza también la imagen. De esta manera se asegura que la apertura y la primera imagen intermedia están sobre el mismo plano I_1 . Finalmente, se disminuye la corriente en la lente intermedia con la perilla correspondiente, como ya hemos mencionado, y en la pantalla aparece inmediatamente el diagrama de difracción proveniente de la zona de la muestra que, en iluminación normal, aparecía dentro de la apertura de difracción.

II.10.1. Precisión de los diagramas de difracción por un área selecta

En la formación de diagramas de difracción por un área selecta interviene la lente objetivo con todas sus aberraciones. Queremos ver ahora como afectan estas aberraciones la exactitud de un diagrama de un área selecta, es decir hasta qué punto el diagrama corresponde a la imagen observada dentro de la apertura de difracción.

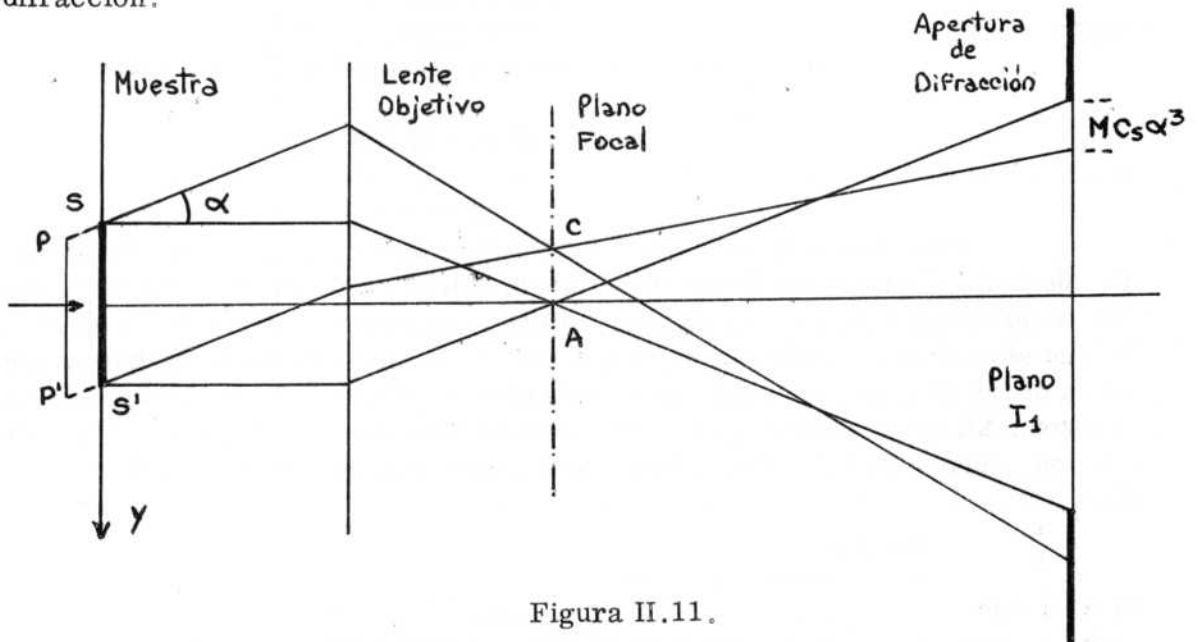


Figura II.11.

El principal error proviene de la aberración esférica de la lente objetivo. En la Figura II.11 se muestra una zona del espécimen, línea SS' , cuya primera imagen en el plano I_1 está comprendida dentro de la apertura de difracción. Supongamos que la lente objetivo se ha focalizado correctamente de manera que en la pantalla final aparecen en foco tanto la imagen como esta apertura. Consideremos el haz transmitido (000) y un de los haces (hkl) difractados en un cierto ángulo α . La imagen de la zona SS' formada por el haz transmitido, está comprendida exactamente dentro de la apertura de difracción. Lo mismo sucedería con la imagen formada por el haz (hkl) si la lente no tuviera aberración esférica. Pero debido a ello, la imagen resulta desplazada hacia abajo en una cantidad $M C_s \alpha^3$, según II.3.1. Es decir, que no existe correspondencia entre la apertura de difracción y la imagen formada por el haz difractado. La zona de la muestra que origina este haz no es SS' , sino que es una zona PP' desplazada hacia abajo en una distancia

$$y = C_s \alpha^3$$

Consideremos una pequeña protuberancia o rampa formando un ángulo α con la superficie promedio - El sombreado, generalmente de un metal pesado, se efectúa bajo un ángulo η_s respecto de la normal a la misma superficie. Supongamos que t_0 sea el espesor del depósito en un plano normal a la dirección del sombreado. La longitud de la "sombra" proyectada por el obstáculo es

$$x = h \operatorname{tg} \eta_s$$

es decir que midiendo x a partir de la micrografía, y conociendo η_s (generalmente del orden de $\sim 75^\circ$) la altura h que nos interesa puede ser medida. Conviene siempre tener presente que en estos casos lo que se llama "sombra" es en realidad una zona donde la intensidad transmitida es máxima.

Además el contraste mismo es aumentado apreciablemente por un sombreado previo. No entraremos aquí en los detalles del cálculo de intensidades, pero para fijar ideas mencionaremos un caso típico. En la Figura III.4. se representa la variación relativa de intensidades transmitidas a través de la rampa sombreada de la Figura III.3. y la zona de "sombra", en función del ángulo α que forma la protuberancia considerada respecto de la superficie.

La curva A corresponde a una réplica de carbono de 150 Å de espesor, sin sombreado alguno. La curva B, en cambio, corresponde al caso en el cual se ha efectuado un sombreado previo con paladio evaporado bajo un ángulo de 75° , hasta un espesor t_0 normal a la dirección de evaporación de 38 Å. Además se ha trazado la línea que corresponde en la escala de intensidades a una variación del 5%, que en general se toma como valor del mínimo contraste que puede ser detectable en una placa fotográfica. Vemos así en la curva A que el mínimo ángulo que puede poner en evidencia una réplica simple de carbono, es de unos 45° . Elevaciones o protuberancias que forman ángulos menores que este valor no serán visibles en la observación de esta réplica. En cambio la curva B muestra que el efecto del sombreado previo es muy grande, ya que elevaciones o protuberancias que forman un ángulo tan bajo como 4° ya son visibles en esta réplica compuesta. Este ejemplo típico demuestra como la técnica del sombreado previo ha significado realmente un avance en el estudio de superficies.

III.1. RÉPLICAS DE CARBONO - SOMBRADO

El contraste puede ser aumentado aún más variando otros dos parámetros :

a/ Aumentando el espesor t_0 del depósito de sombreado, aumenta en forma proporcional el contraste. Se puede decir que, siempre dentro de un cierto rango, duplicando el espesor t_0 se duplica también el contraste.

b/ El contraste aumenta al disminuir el voltaje acelerador en el micros-

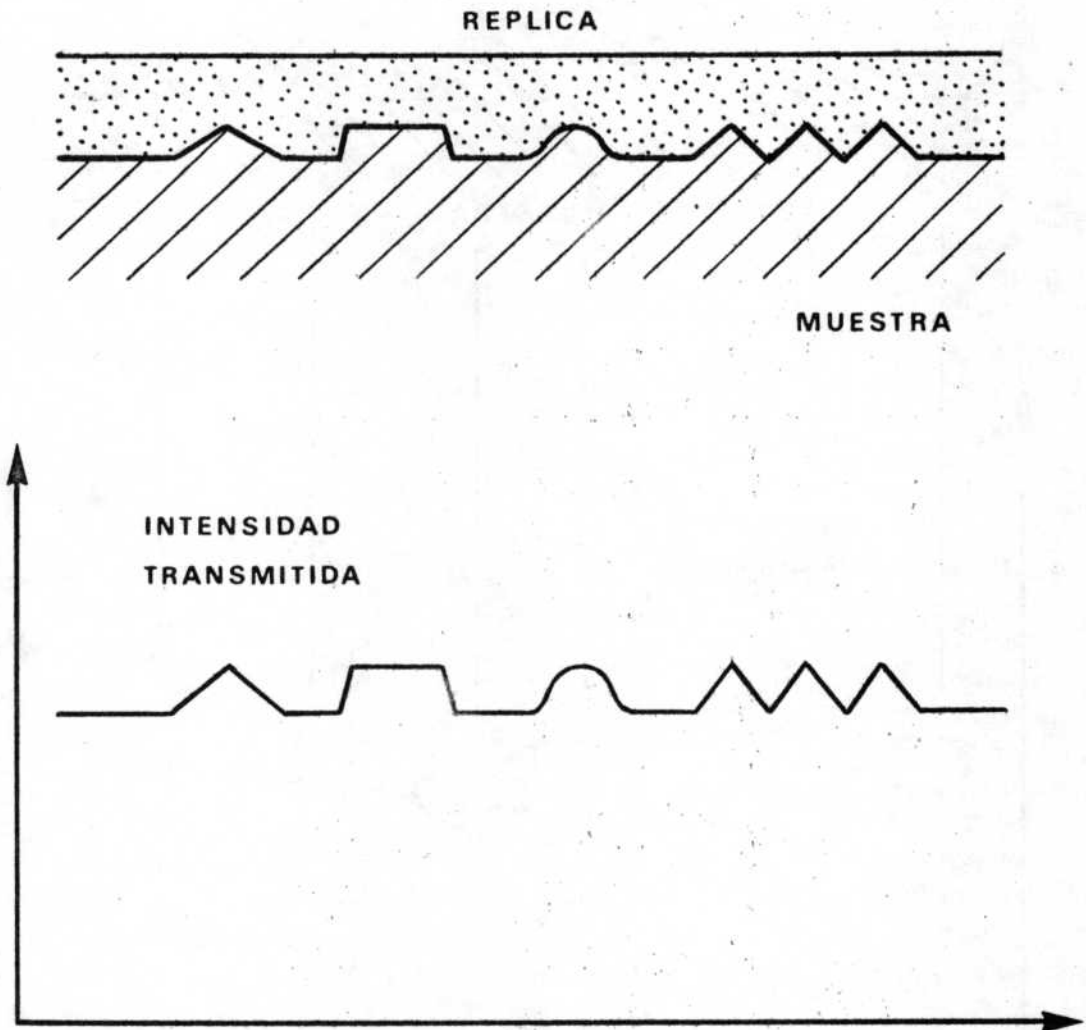


Fig. III.1. Variación de la intensidad transmitida a través de una réplica cuya superficie libre es estrictamente plana. El perfil de intensidades coincide con el perfil real de la superficie estudiada.

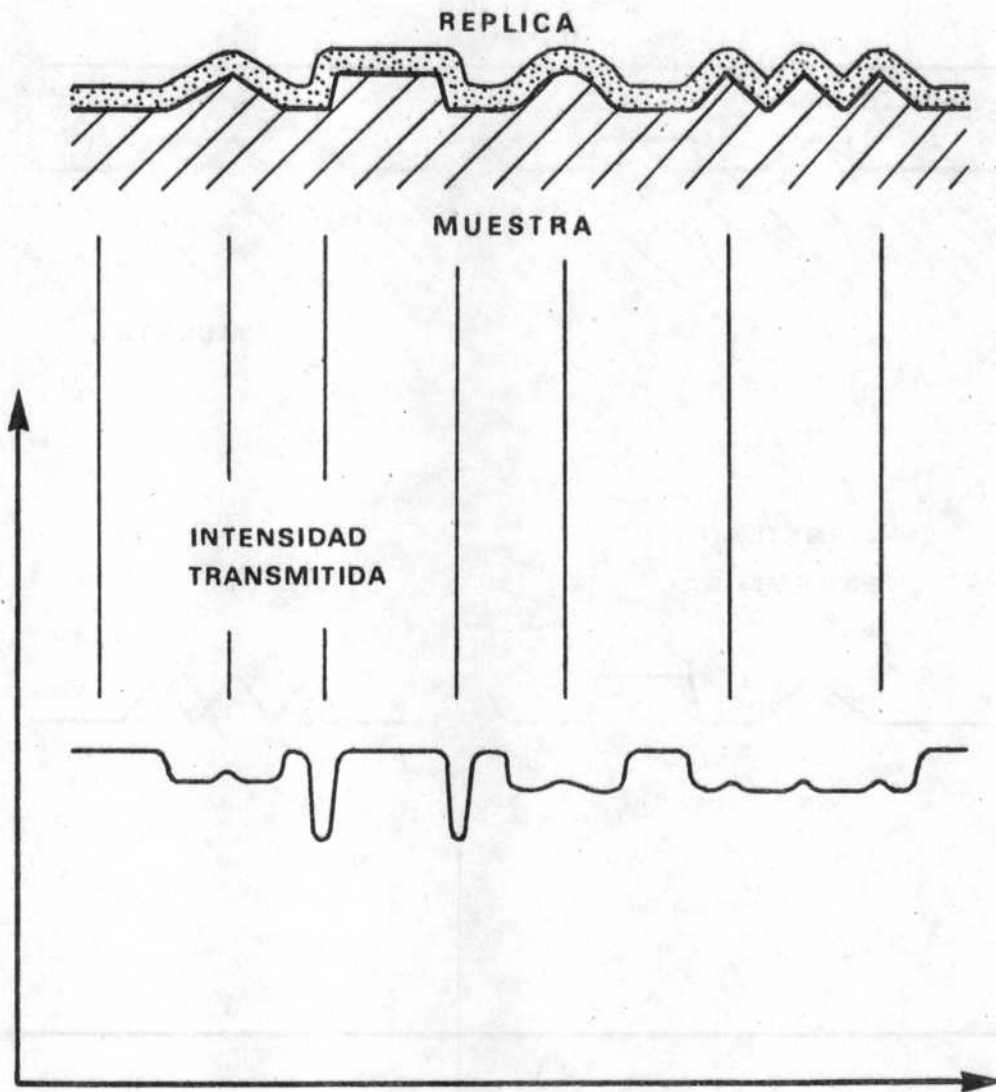


Fig. III.2. Variación de la intensidad transmitida a través de una réplica cuya superficie libre sigue los contornos de la superficie de la muestra. El perfil de intensidades no corresponde exactamente al perfil de la muestra.

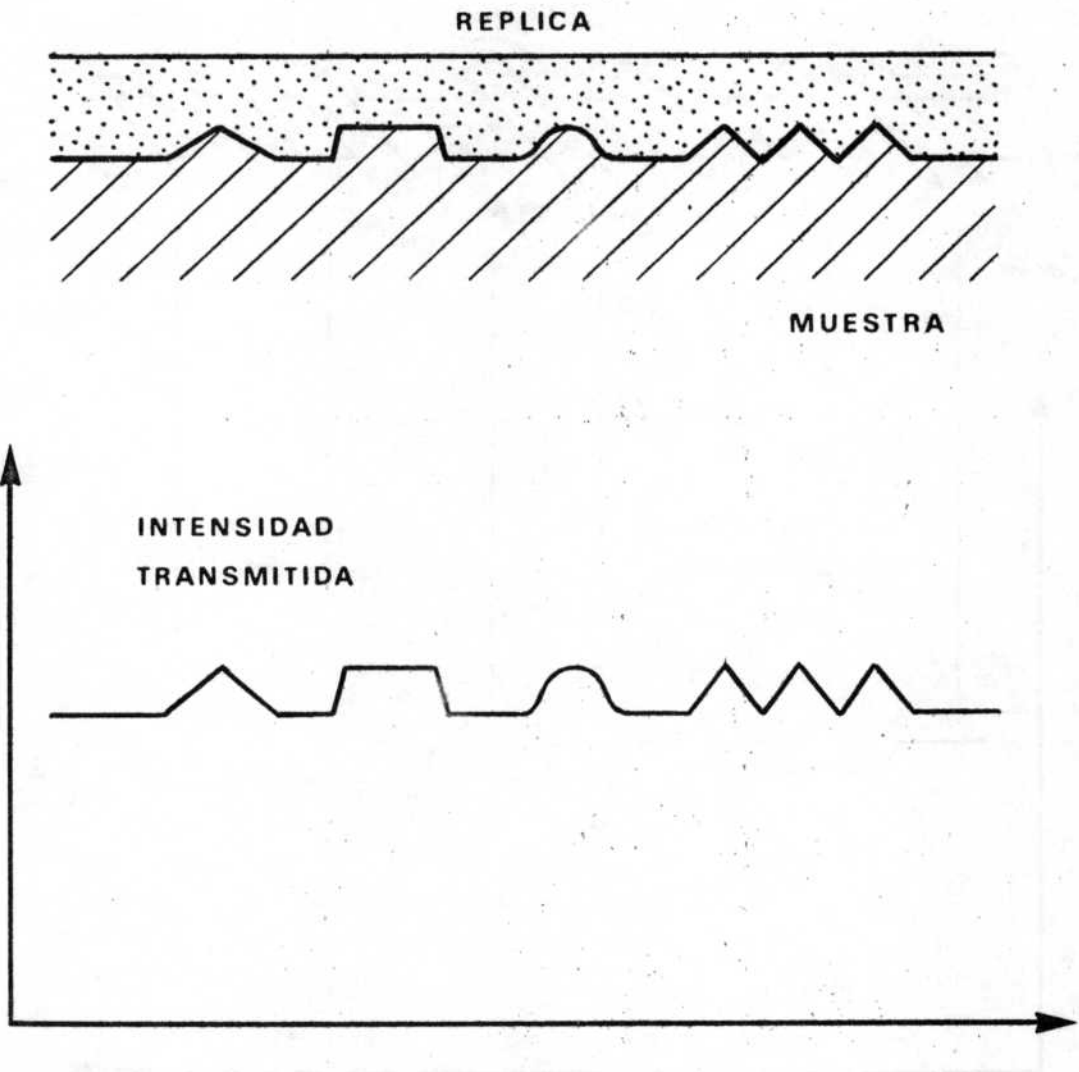


Fig. III.1. Variación de la intensidad transmitida a través de una réplica cuya superficie libre es estrictamente plana. El perfil de intensidades coincide con el perfil real de la superficie estudiada.

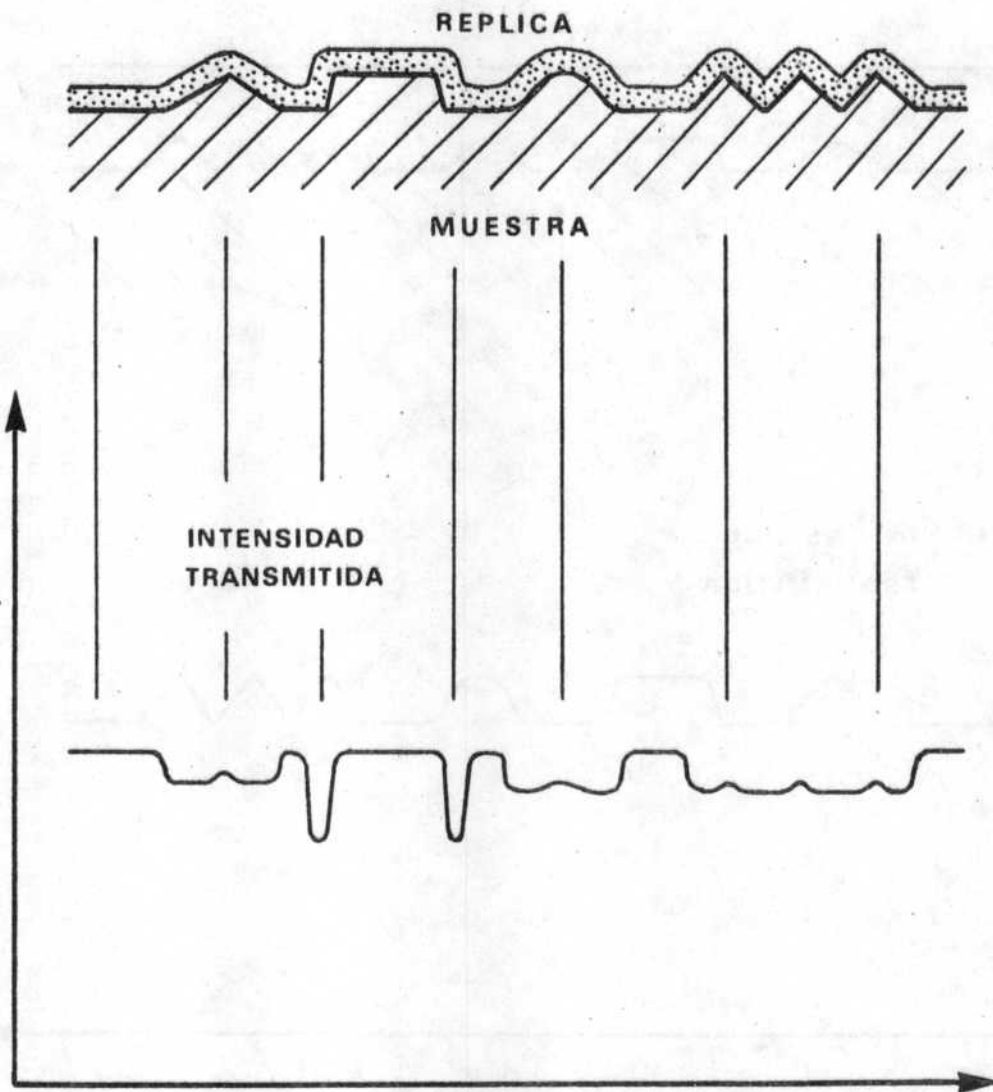


Fig. III.2. Variación de la intensidad transmitida a través de una réplica cuya superficie libre sigue los contornos de la superficie de la muestra. El perfil de intensidades no corresponde exactamente al perfil de la muestra.

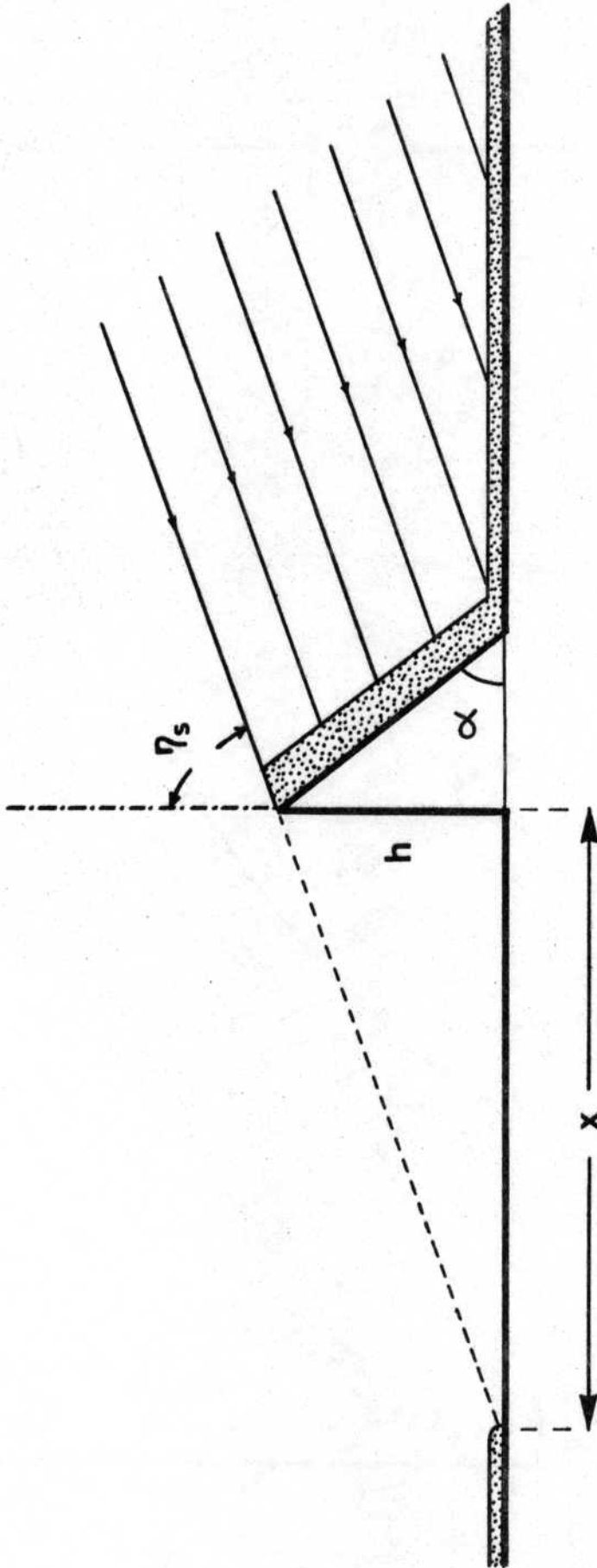
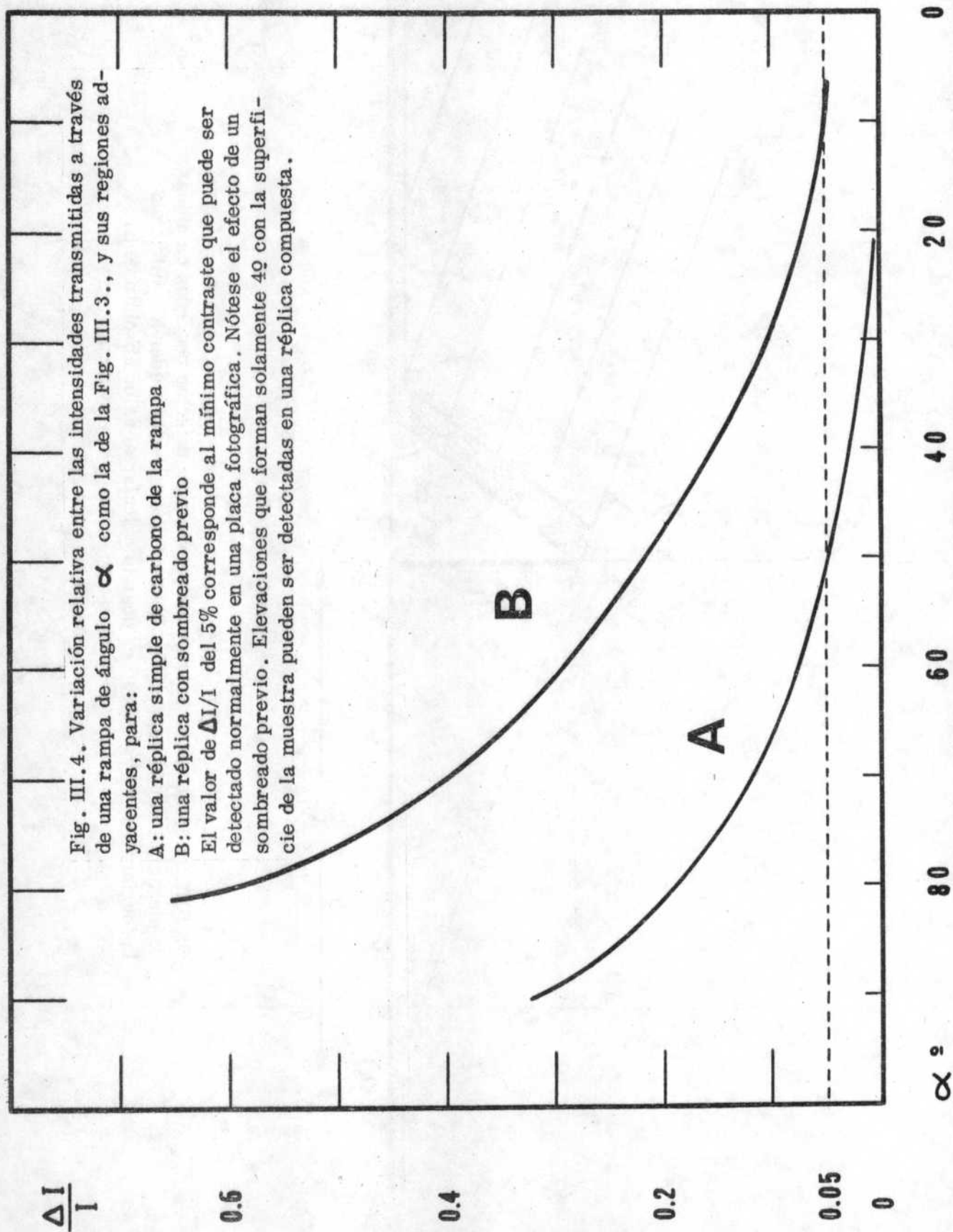


Fig. III.3. Efecto de un sombreado previo para detectar pequeños cambios de elevación en una superficie. El contraste aumenta y además, midiendo la longitud x de la "sombra" es posible calcular el valor absoluto de h .



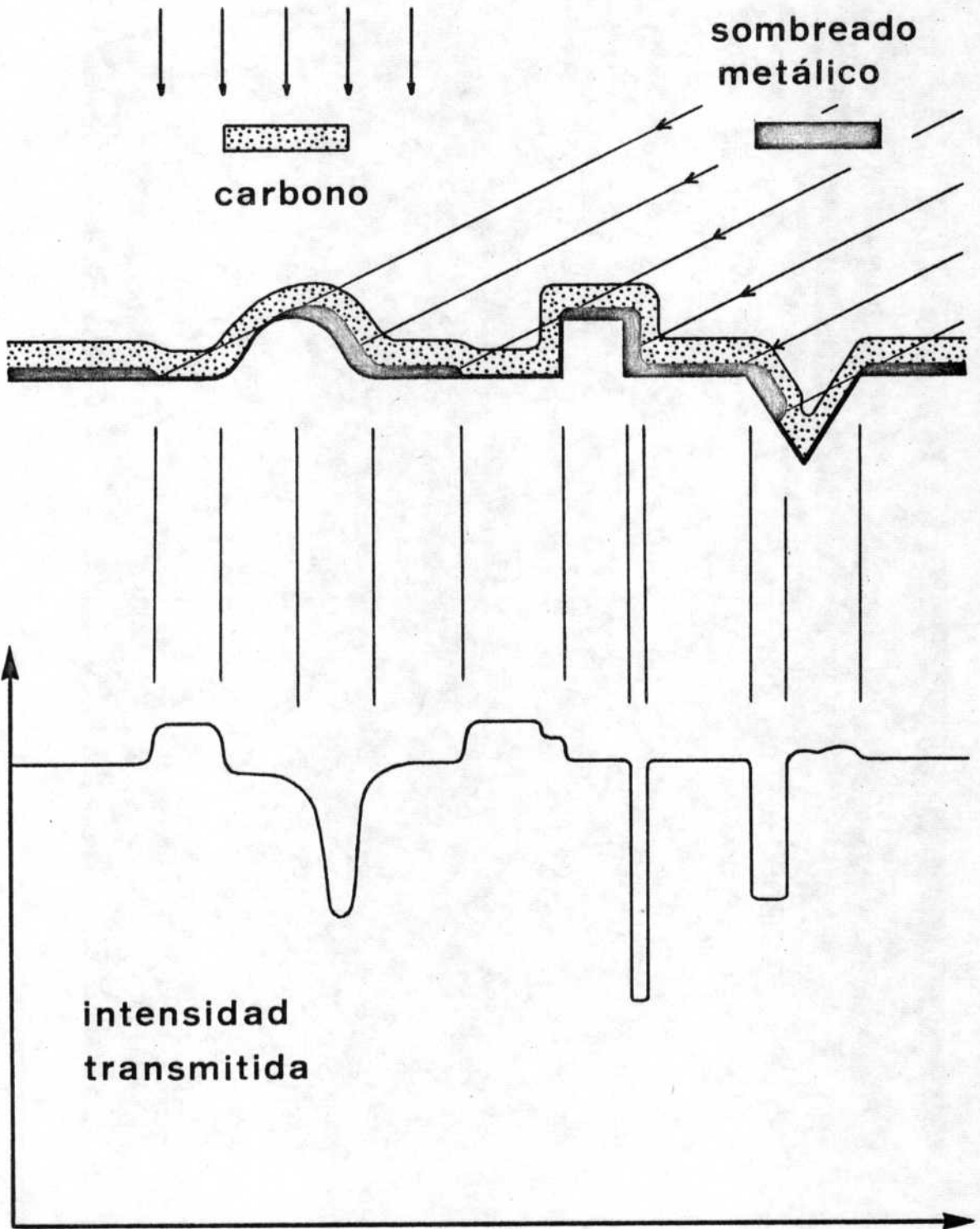


Fig. III.5. Variación de la intensidad transmitida a través de una réplica compuesta. Nótese el gran aumento del contraste producido por cualquier irregularidad de la superficie.



Fig. III.6. Réplica de una muestra de acero laminado, sombreada con oro bajo un ángulo de 45° . Foto: T. García de Castillo.

copio, dado que las secciones eficaces para la difusión de electrones crecen al decrecer la energía de éstos.

En definitiva, en cada caso particular, habrá que elegir la mejor combinación de esos parámetros para obtener los mejores resultados. En la Figura III.5. se muestra esquemáticamente una réplica compuesta, y la relación entre tres tipos de accidentes superficiales y las correspondientes intensidades transmitidas. Finalmente, en la Figura III.6. se reproduce una micrografía por transmisión de una réplica de una muestra de acero laminado, sombreada con oro bajo un ángulo de 45° . (Atención de la Ing. Teresa García).

III.2. REPLICAS POR EXTRACCION

En las primeras observaciones de réplicas ya se había notado la gran facilidad con que pequeñas partículas de polvo se adherían a su superficie. Igualmente se había observado que a veces ciertas películas superficiales se adherían a la réplica, haciendo más confusa aún la interpretación de las micrografías. Estos hechos constituían un inconveniente que había que subsanar. Por ejemplo, lo que se llegó a hacer fué "limpiar" previamente la superficie estudiada, mediante una primera réplica de laca, que se desechaba, y luego recién preparar la réplica para observar en el microscopio. Recién Fischer en 1953 se dió cuenta que lo que era una gran desventaja en unos casos, podría ser el principio de una técnica muy importante en otros. En efecto, primero preparó una réplica sobre la superficie de una muestra compuesta por dos fases. Luego mediante un reactivo selectivo disolvió el metal que formaba la matriz, dejando adheridos los precipitados que estaban en contacto directo con la réplica. La ventaja de este método es inmediata: en la micrografía electrónica se observan los precipitados originales. Por la misma razón es posible observar también el diagrama de difracción de los mismos. Además los distintos haces difractados provienen solamente de los precipitados, puesto que la película que los contiene es amorfa. Este hecho ayuda enormemente la interpretación del diagrama. Si los precipitados estuvieran dentro de la matriz original, ésta también daría su contribución y se complicaría aún más el diagrama de difracción a resolver.

Para dar solamente dos ejemplos, digamos que se han estudiado así precipitados de carburo de titanio extraídos de un acero al 17% Cr - Ti y precipitados de F_3C nucleados sobre dislocaciones en aceros de bajo contenido de carbono. Si además se utilizan técnicas de microsonda electrónica en este tipo de réplicas, se puede obtener una información complementaria muy útil respecto de la naturaleza de los precipitados.

III.3. REPLICAS POR TRANSFERENCIA

Este tipo de réplica ha cobrado importancia en los estudios de polí-

meros. Bassett (1961) observó que durante la preparación de réplicas de carbono de cristales de polietileno, una capa muy delgada de cristal que estaba en contacto directo con el carbono, era insoluble. El cristal podía ser disuelto en un reactivo apropiado dejando una capa muy delgada pegada al carbón, que tenía un espesor adecuado para su posterior observación al microscopio. También se pueden obtener diagramas de difracción de esta capa.

IV. TEORIA CINEMATICA DE LA DIFRACCION DE ELECTRONES

Para poder interpretar las imágenes de láminas cristalinas observadas al microscopio electrónico es fundamental conocer los mecanismos mediante los cuales se originan los haces difractados (fenómeno de difracción) así como los factores que determinan las intensidades relativas de cada uno de ellos. Sin estos elementos teóricos no es posible interpretar correctamente las micrográficas obtenidas, ni tampoco identificar los distintos defectos que puedan existir en el cristal observado. A continuación trataremos de deducir, sucesivamente, las intensidades de las ondas difractadas por un átomo, una celda unitaria, y un cristal macroscópico, de acuerdo a la aproximación llamada cinemática. Esta aproximación supone que una vez producido un haz difractado, éste no vuelve a interactuar con la onda incidente a partir de la cual se originó. En otras palabras, se considera que en todo momento la amplitud (o intensidad) de la onda difractada es solamente una pequeña fracción de la correspondiente a la onda incidente. La validez de esta hipótesis depende de la magnitud de la interacción entre la radiación y el cristal considerados. Cuanto más débil es esta interacción, tanto mejor es la aproximación cinemática.

En el caso de los rayos X las secciones eficaces de difusión (parámetros que describen el grado de interacción), son pequeñas, y la teoría es adecuada para cristales de hasta varios micrones de espesor. Por el contrario en el caso de los electrones las secciones eficaces de difusión son varias órdenes de magnitud mayores y las distancias que pueden atravesar los electrones de un haz sin interactuar con el cristal se reducen a unos pocos cientos de Angstroms. Siendo normalmente los espesores observados de unos 1000 a 2000 Å, es inmediato que la teoría cinemática no puede describir adecuadamente las intensidades electrónicas difractadas.

Ahora bien, la teoría sí es adecuada para describir las principales características de la difracción, en cuanto a la distribución y geometría de los haces difractados. Veremos en esta sección, después de una breve descripción del fenómeno de difracción, que es posible obtener una información muy valiosa acerca de la estructura de una muestra, mediante el solo conocimiento de la geometría del diagrama de difracción de la misma. Posteriormente en la sección V veremos que la teoría cinemática también constituye una buena aproximación para describir la apariencia de las imágenes corres-

pendientes a defectos cristalinos simples, como fallas de apilamiento, dislocaciones, precipitados de una segunda fase, etc.

IV.1. LONGITUD DE ONDA DE LOS ELECTRONES

La naturaleza ondulatoria de los electrones se describe mediante la amplitud ψ de su onda de probabilidad asociada. El significado de esta función de onda ψ es tal que

$$|\psi|^2 dV$$

da la probabilidad de encontrar el electrón en un volumen dado dV . Según el postulado de De Broglie, a un electrón de masa m , que tiene una velocidad v , se le asocia una longitud de onda

$$\lambda = \frac{h}{p} = \frac{h}{mv} \quad (\text{IV.1.})$$

donde

$$\begin{aligned} h &= \text{constante de Planck} = 6,625 \times 10^{-27} \text{ erg seg} \\ &= 4,1 \times 10^{-15} \text{ volt seg} \end{aligned}$$

Como la masa efectiva del electrón está dada por la expresión relativista

$$m = \frac{m_0}{\sqrt{1 - v^2/c^2}} \quad (\text{IV.2.})$$

$$\begin{aligned} m_0 &= \text{masa en reposo del electrón} = 9,1083 \times 10^{-28} \text{ gr} \\ c &= \text{velocidad de la luz} = 2,998 \times 10^{10} \text{ cm/seg} \end{aligned}$$

se obtiene

$$\lambda = \frac{h}{m_0 v} \sqrt{1 - \frac{v^2}{c^2}} \quad (\text{IV.3.})$$

Si los electrones son acelerados por un potencial V_0 su energía cinética eV_0 está dada por la expresión relativista de Einstein

$$eV_0 = mc^2 - m_0c^2 \quad (\text{IV.4.})$$

donde e es la carga electrónica, igual a $1,59 \times 10^{-19}$ Coulomb.

Escribiendo
$$m + m_0 = \frac{m^2 - m_0^2}{m - m_0}$$

según (IV.4.)

$$m + m_0 = \frac{c^2}{eV_0} \left(m^2 - m_0^2 \left(1 - \frac{v^2}{c^2} \right) \right) = \frac{m^2 v^2}{eV_0}$$

o sea $(m+m_0)eV_0 = m^2v^2$ (IV.5.)

Sustituyendo en IV.1.

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{(m+m_0)eV_0}}$$

y como, según IV.4.

$$\frac{eV_0}{c^2} + m_0 = m$$

reemplazando

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{\left(m_0 + \frac{eV_0}{c^2} + m_0\right)eV_0}} = \frac{h}{\sqrt{2m_0eV_0\left(1 + \frac{eV_0}{2m_0c^2}\right)}}$$

Sustituyendo los valores numéricos de las constantes, se obtiene finalmente la expresión de la longitud de onda de los electrones en función de la tensión de aceleración

$$\lambda (\text{Å}) = \frac{12,26}{V_0^{1/2} \left(1 + 0,9788 \times 10^{-6} V_0\right)^{1/2}} \quad (\text{IV.6.})$$

donde V_0 está expresado en volts. Se puede ver fácilmente que la corrección relativista

$$1 + 0,9788 \times 10^{-6} V_0$$

recién es importante para tensiones de aceleración superiores a 10^5 volts.

En la Tabla I se dan los valores de la longitud de onda λ , m/m_0 , y v/c para distintas tensiones.

TABLA I

V_0 (volts)	λ (Å)	m/m_0	v/c
1	12,26	1,0000020	0,0020
100	1,226	1,0001057	0,0198
1000	0,3876	1,00196	0,0625
10000	0,1220	1,01957	0,1950
10^5	0,037	1,1957	0,5482
10^6	0,0087	2,9569	0,9411

Es interesante notar que para una tensión de 10^5 volts, valor común en un microscopio electrónico, los electrones son acelerados hasta una ve-

locidad ligeramente superior a la mitad de la velocidad de la luz. La longitud de onda, $0,037 \text{ \AA}$, es mucho menor que la de los rayos X, y mucho menor aún que la correspondiente a la luz visible. El poder de resolución del microscopio electrónico debería llegar entonces a algunas centésimas de Å , aunque por efectos instrumentales se reduce a unos pocos Å .

IV.2. PROPAGACION DE ONDAS

Habíamos mencionado brevemente en la Introducción la naturaleza ondulatoria de los electrones, puesta en evidencia por las experiencias de difracción de Davisson y Germer. Entonces, según los postulados de la mecánica ondulatoria, su movimiento se describe mediante una onda, o función de probabilidad $\psi(\vec{r})$. La probabilidad P de encontrar un electrón en un cierto volumen dV , situado a una distancia \vec{r} de un origen de coordenadas, en un instante dado es, por definición,

$$P = |\psi(\vec{r})|^2 dV$$

Como la probabilidad de encontrar al electrón en todo el espacio debe ser igual a la unidad, entonces la función de onda ψ debe satisfacer la relación

$$\int_{\text{espacio}} |\psi|^2 dV = 1$$

Esta función de onda es una solución de la ecuación de Schroedinger

$$i\hbar \frac{\partial \psi}{\partial t} = -\frac{\hbar^2}{8\pi^2m} \nabla^2 \psi + V\psi \quad (\text{IV.7})$$

donde V es el potencial que caracteriza la interacción del electrón con el medio. En el caso de electrones con energía total E constante, las soluciones $\psi(\vec{r}, t)$ se pueden expresar como

$$\psi(\vec{r}, t) = \psi(\vec{r}) e^{-2\pi i \nu t}$$

donde la frecuencia ν viene dada por la relación

$$\nu = \frac{E}{h}$$

Reemplazando en IV.7. obtendremos una nueva ecuación para la función de onda $\psi(\vec{r})$ independiente del tiempo

$$\frac{\hbar^2}{8\pi^2m} \nabla^2 \psi(\vec{r}) + (E - V) \psi(\vec{r}) = 0 \quad (\text{IV.8})$$

Esta es la llamada ecuación de Schroedinger independiente del tiempo. Como una aplicación directa, veamos el caso de electrones libres que viajan

en el vacío, como sucede en la columna de un microscopio electrónico. Siendo el potencial $V=0$ en todo el espacio, la ec. IV.8 se expresa

$$\nabla^2 \psi + \frac{8\pi^2 m}{h^2} E \psi = 0 \quad (\text{IV.9})$$

Poniendo

$$k^2 = \frac{8\pi^2 m}{h^2} E$$

la solución de IV.9 es una combinación lineal de ondas planas del tipo

$$\psi_{\mathbf{k}}(\vec{r}) = C_{\mathbf{k}} e^{2\pi i \mathbf{k} \cdot \vec{r}}$$

donde los coeficientes $C_{\mathbf{k}}$ se ajustan de manera de satisfacer la condición de normalización, y los vectores \vec{k} son tales que

$$|\vec{k}| = 1/\lambda$$

y el impulso \vec{p}

$$\vec{p} = h \vec{k}$$

tal como se ha visto en la ecuación IV.1.

IV.3. DIFUSION DE ELECTRONES POR UN ATOMO

Recordemos primero algunos conceptos de la difusión elástica de partículas por un centro dispersor cualquiera. Sea un flujo de partículas de intensidad I (número de partículas que atraviesan la unidad de superficie en la unidad de tiempo) que incide sobre un grupo de N partículas idénticas. Si dN' es el número de partículas difundidas en una cierta dirección definida por un vector $\vec{\Omega}$, dentro de un ángulo sólido $d\Omega$, en la unidad de tiempo,

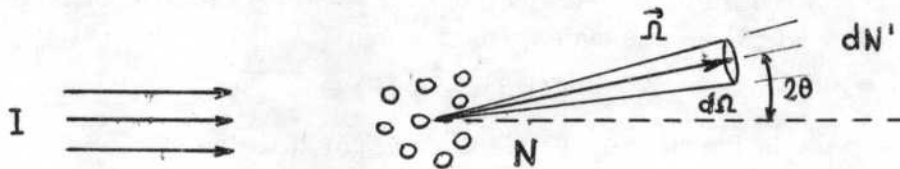


Figura IV.1

se denomina sección eficaz diferencial de difusión (scattering) a la magnitud

$$\sigma(\Omega) = \frac{dN'}{I N d\Omega}$$

El número total de partículas difundidas en la unidad de tiempo, en todas las direcciones, es igual a

$$I N \sigma_{\text{tot}}$$

donde la sección eficaz total está dada por

$$\sigma_{\text{tot}} = \int \sigma(\vec{\Omega}) d\Omega$$

Las secciones eficaces tienen dimensiones de superficie, y la unidad utilizada comunmente es el barn

$$1 \text{ barn} = 10^{-24} \text{ cm}^2$$

En mecánica ondulatoria, el equivalente a este problema clásico es el de la difusión de ondas planas por un cierto potencial (la intensidad I estaría representada en este último caso por $|\psi|^2$). Si nos limitamos al caso simple de la difusión elástica de una onda plana de vector de onda \vec{k} por un potencial de simetría central $V(r)$ (), entonces el vector de onda de la onda difundida tiene el mismo módulo que \vec{k} . En estas condiciones se puede demostrar que la solución de la ecuación de Schroedinger es única, y tiene la forma

$$\psi(r) = e^{2ni \vec{k} \cdot \vec{r}} + \frac{f(\vec{\Omega})}{r} e^{2nikr} \quad (\text{IV.10})$$

El primer término representa una onda plana de amplitud e intensidad iguales a 1. Se puede interpretar como un haz de partículas monocinéticas incidentes sobre el centro difusor. El segundo término, en cambio, es una onda de intensidad

$$\frac{|f(\vec{\Omega})|^2}{r^2}$$

que se propaga en la dirección de $\vec{\Omega}$ en el sentido de las \vec{r} crecientes. Corresponde al haz de partículas difundidas radialmente por el centro difusor. La magnitud $f(\Omega)$ es el llamado factor de difusión, y está ligado directamente al grado de interacción entre las partículas (ondas) incidentes y el centro difusor representado por el potencial $V(r)$. Se puede demostrar que

$$\sigma(\Omega) = |f(\vec{\Omega})|^2$$

La aplicación de este formulismo al caso de la difusión de electrones rápidos por los átomos es bastante sencilla y no nos detendremos aquí en los detalles del cálculo. Simplemente mencionaremos que se considera a un átomo de número atómico Z , como una carga central Ze positiva, rodeada por una distribución de carga $\rho(r)$ negativa, tal que

$$\int_{\text{atomo}} \rho(r) dr = -Ze$$

En este caso se puede demostrar que

$$\sigma(\Omega) = |f(\Omega)|^2 = \frac{4m^2 e^4}{h^4} K^4 (z - f_x)^2 \quad (\text{IV.11})$$

donde

$$f_x = \int \rho(r) e^{-2ni \vec{K} \cdot \vec{r}} d\vec{r}$$

es el factor atómico de difusión para los rayos X (ver por ejemplo *Théorie et Technique de la Radiocristallographie*, A. Guinier, Dunod, 1956, sección 1.3.3.3.). El vector \vec{K} está definido por

$$\vec{K} = \vec{k}' - \vec{k}$$

y su módulo es (ver más adelante IV.4.4.)

$$|\vec{K}| = \frac{2 \operatorname{sen} \theta}{\lambda}$$

Si se compara IV.11 con la expresión correspondiente a la intensidad de rayos X difundida por un átomo (sección 1.3.3.3. del libro de Guinier)

$$I_x = \frac{e^4}{m_0^2 c^4} f_x^2$$

se puede ver que los factores atómicos de difusión para electrones (y por lo tanto las intensidades) son varios órdenes de magnitud superiores a los correspondientes a los rayos X. Por ejemplo, para un haz difractado de bajo orden, es

$$\frac{\operatorname{sen} \theta}{\lambda} \approx 0.2 \text{ \AA}^{-1}$$

y el cociente de los factores atómicos

$$\frac{f(\Omega)}{\left(\frac{e^2}{mc^2} f_x\right)} \approx 10^4$$

Este hecho se traduce, como ya lo hemos mencionado, en una mayor absorción de los electrones por la materia, y en las fuertes intensidades difractadas.

IV.4. DIFUSION POR UN GRUPO DE ATOMOS LIBRES

Para terminar con esta sección, podemos ver rápidamente cual sería la apariencia del diagrama de difracción producido por un grupo de N átomos libres, sobre los cuales incide un haz de electrones monoenergéticos, de intensidad unitaria.

Si no existe ninguna relación de orden entre los átomos del conjunto considerado, como sería el caso de un gas, y en menor grado el de una sustancia amorfa, tampoco habrá una relación definida de fase entre las ondas difundidas por cada uno de los átomos. Estas se pueden considerar indepen-

dientes, y la intensidad final será sencillamente la suma de las intensidades individuales. La intensidad resultante tiene simetría de revolución alrededor del haz incidente, y su distribución angular es la misma que la del cuadrado del factor atómico de difusión de uno de los átomos individuales. La situación está esquematizada en la Figura IV.2., y en el microscopio electrónico, (operando por supuesto en difracción) corresponde a una mancha difusa centrada alrededor del haz incidente, cuya intensidad decrece rápidamente a medida que aumenta el ángulo 2θ .

Ahora bien, la situación es distinta cuando la onda original incide sobre una sustancia constituida por átomos ordenados, como es el caso de un cristal. Aquí, dada la geometría según la cual están dispuestos los átomos, puede existir una relación bien definida entre las fases de las ondas difundidas por cada uno de ellos. En la sección siguiente nos ocuparemos de las consecuencias de esta posibilidad.

IV.5. DIFRACCION DE ELECTRONES POR UN CRISTAL

Para poder calcular cual es la intensidad difractada por un cristal de dimensiones finitas, es necesario estudiar primero las intensidades difractadas por la celda unitaria. Recordemos que por definición, la celda unitaria es la mínima porción de cristal que conserva las propiedades de simetría del mismo, y que el cristal se construye por sucesivas traslaciones de esta celda. Conociendo la posición y naturaleza de los átomos contenidos en una celda se conoce la disposición de los átomos de todo el cristal.

Suponemos un conocimiento previo de los fundamentos de la cristalografía, y haremos solamente un breve repaso de los elementos que utilizaremos más adelante.

IV.5.1. Elementos de cristalografía - Red cristalina

La estructura de todo cristal es triplemente periódica. A todo punto (átomo) del cristal se le puede hacer corresponder una infinidad de otros puntos, de tal manera que alrededor de uno cualquiera de ellos se vuelve a encontrar átomos idénticos situados a las mismas distancias y en las mismas direcciones que alrededor del primer punto tomado como origen. Es decir que un punto dado tiene una infinidad de puntos homólogos descritos por el vector traslación

$$\vec{r} = u\vec{a} + v\vec{b} + w\vec{c}$$

donde (u, v, w) es un conjunto cualquiera de números enteros, y $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$ son los tres vectores llamados base. Estos vectores no deben ser coplanares, evidentemente, para poder describir una red tridimensional.

Se dice que el conjunto de puntos (átomos) forman una red construí-

da sobre los vectores \vec{a} , \vec{b} , \vec{c} . Un punto cualquiera de esta red, cuyas coordenadas son $(u\vec{a}, v\vec{b}, w\vec{c})$, se denomina nodo (u, v, w) .

Se puede ver fácilmente que esta red de puntos representa la manera en la cual un motivo dado de átomos se repite en el espacio.

Si trazamos paralelas a los tres vectores base \vec{a} , \vec{b} , \vec{c} , todo el espacio quedará dividido en paralelepípedos que se denominan celdas. Todas estas celdas son idénticas entre sí. Finalmente, para conocer la disposición de todos los átomos del cristal, solamente es necesario conocer la posición y naturaleza de los átomos contenidos en una de esas celdas.

La posición de un átomo dentro de la celda se describe por sus

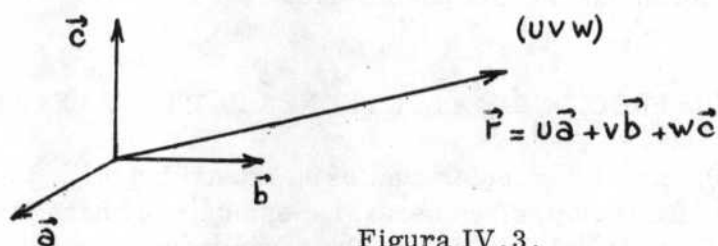


Figura IV.3.

coordenadas fraccionarias en el sistema de coordenadas definido por los tres vectores \vec{a} , \vec{b} , \vec{c} , donde se toma como unidad según cada eje, la longitud de a , b y c , respectivamente. Las proyecciones del vector que une el origen con un átomo de coordenadas fraccionarias (xyz) son respectivamente xa , yb , zc .

Para una red dada, la celda unitaria o fundamental no se determina de manera única. Se pueden encontrar otros grupos de tres vectores que unen el origen con tres puntos (nodos) de la red tales que todos los puntos de los mismos estén situados sobre los vértices de una serie de paralelepípedos de aristas \vec{a}' , \vec{b}' , y \vec{c}' . Pero esta construcción no se puede hacer con un grupo de tres vectores cualesquiera. En efecto, como cada celda tiene ocho vértices, y cada vértice es común a ocho celdas, el número total de celdas tiene que ser igual al número de nodos de la red. Por lo tanto, todas las posibles celdas fundamentales deben tener el mismo volumen V_c , igual al volumen total del cristal dividido por el número total de nodos del mismo. Recíprocamente, si el volumen del paralelepípedo construido sobre tres vectores de la red, es igual a V_c , estos vectores definen una celda fundamental. Se puede demostrar que el volumen de cualquier otra celda es igual a nV_c , donde n es un número entero igual al número de nodos de la celda.

Se elige generalmente la celda más simple para representar una red. También se suele elegir alguna celda un poco más compleja para hacer más evidentes ciertas propiedades de simetría. Por ejemplo la celda fundamental que describe una red cúbica de caras centradas, es la romboédrica formada

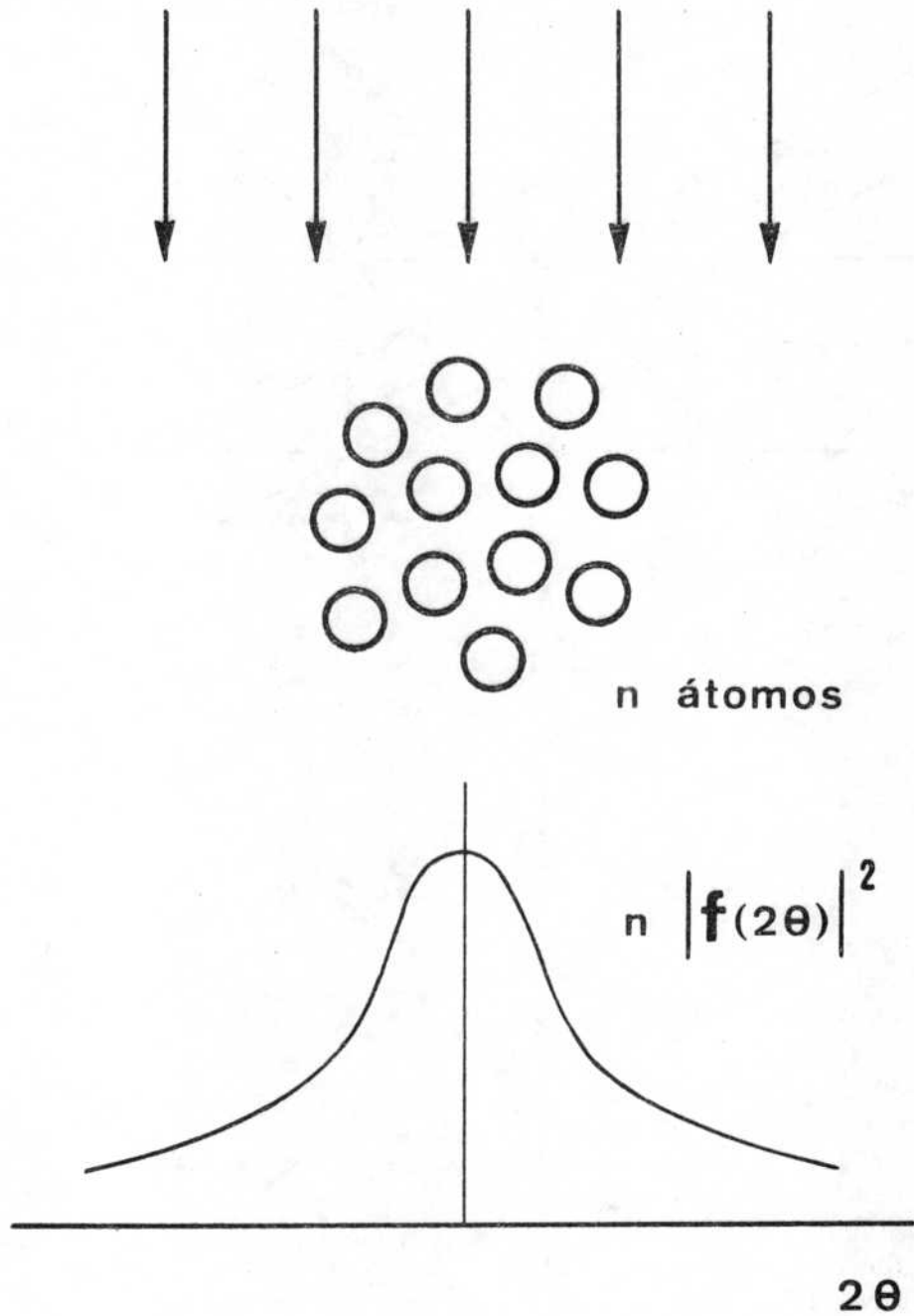
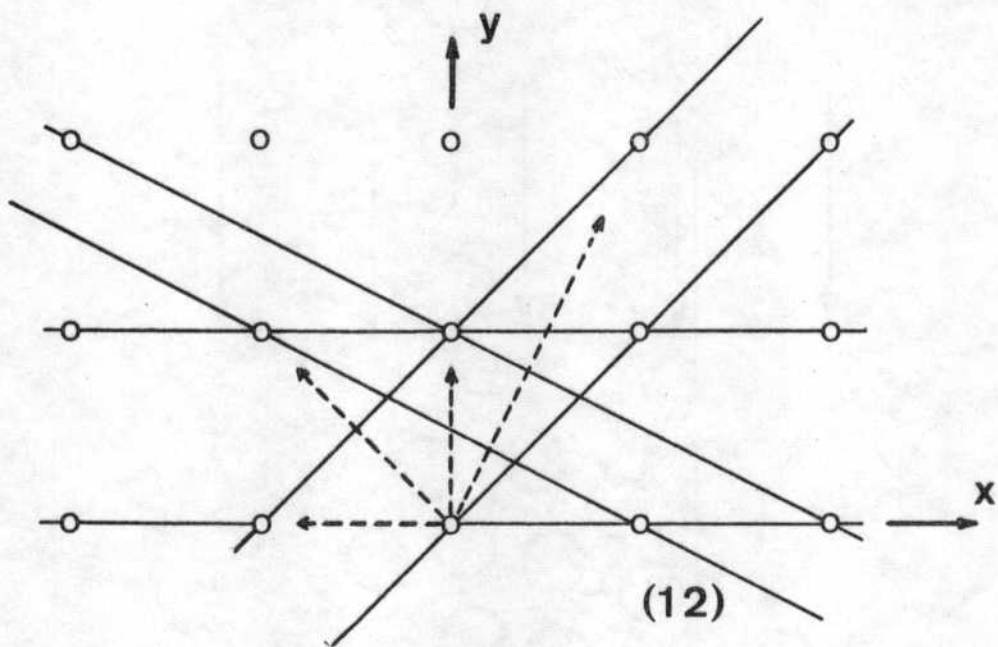
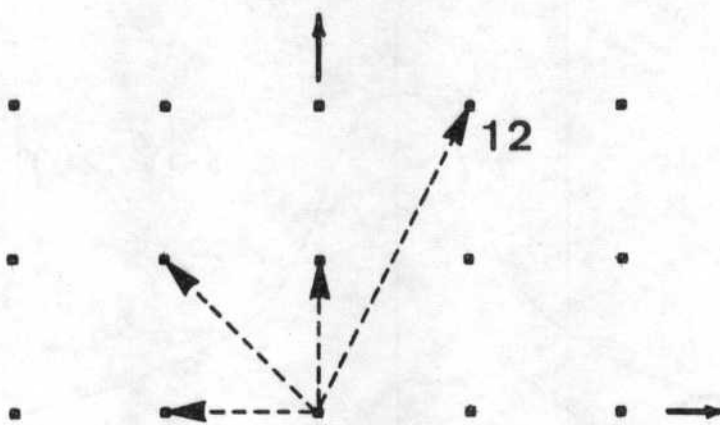


Fig. IV.2. Diagrama de difracción de una muestra compuesta por n átomos libres. La intensidad total difundida es la suma de las intensidades difundidas individualmente por cada átomo.



red real



red recíproca

Fig. IV.7. Construcción de la red recíproca de una red cúbica simple bidimensional. A cada familia de planos cristalinos se le hace corresponder un vector normal a los mismos, cuya magnitud es la inversa del espaciado entre los planos. El conjunto de los vectores así obtenidos forma a su vez una red, llamada red recíproca de la red cristalina primitiva.

por tres vectores iguales que forman 60° entre sí, de volumen V_c , tal como se detalla en la Figura IV.4.

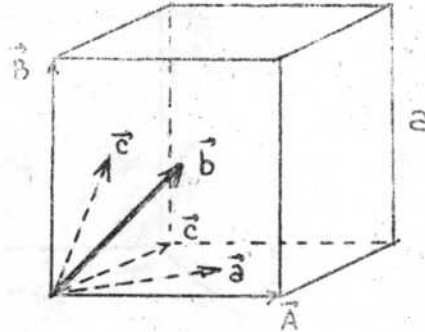


Figura IV.4.

Sin embargo las propiedades de simetría de esta red se hacen más visibles si se la describe mediante una celda cúbica formada por tres vectores de igual longitud a mutuamente perpendiculares entre sí. En el cubo así definido no solamente los vértices están ocupados, sino también los centros de las caras. El volumen de esta celda es igual a $4 V_c$, y por lo tanto contiene cuatro nodos (ocho vértices compartidos por ocho celdas (1), más seis átomos en las caras compartidos con dos celdas (3)). O sea que la misma red se puede describir por la repetición de un solo nodo mediante las traslaciones \vec{a} , \vec{b} , \vec{c} , o sino por la repetición según las traslaciones \vec{A} , \vec{B} , \vec{C} , de un motivo compuesto por cuatro nodos que son los que constituyen la base del cristal.

Direcciones en un cristal. Se puede agrupar todos los nodos de un cristal en una serie de filas paralelas entre sí. Si se une el origen de la red con un nodo (U, V, W) , UVW números enteros primos entre sí, sobre esta recta se hallarán una serie de nodos equidistantes de índices $000, UVW, 2U, 2V, 2W$ etc. Por cada nodo de la red pasará una recta paralela que contiene nodos igualmente espaciados. Se puede descomponer así una red en un conjunto de rectas paralelas entre sí, que en total contienen todos los nodos de la red. Se denomina dirección $[uvw]$ del cristal, a la familia de filas paralelas a la recta que une el origen con el nodo (U, V, W) .

Planos reticulares. De la misma manera es posible agrupar todos los nodos de la red en planos equidistantes paralelos entre sí. Dos direcciones paralelas definen un plano que contiene una infinidad de direcciones análogas. Todas las direcciones de una red se pueden agrupar en una serie de planos idénticos, equidistantes y paralelos entre sí, Figura IV.5.

El conjunto forma una familia de planos reticulares. La distancia entre dos planos vecinos se llama distancia inter-reticular, o espaciado.

Consideremos una celda definida por tres vectores \vec{a} , \vec{b} , \vec{c} , y una familia cualquiera de planos reticulares. Uno de estos planos pasa por el

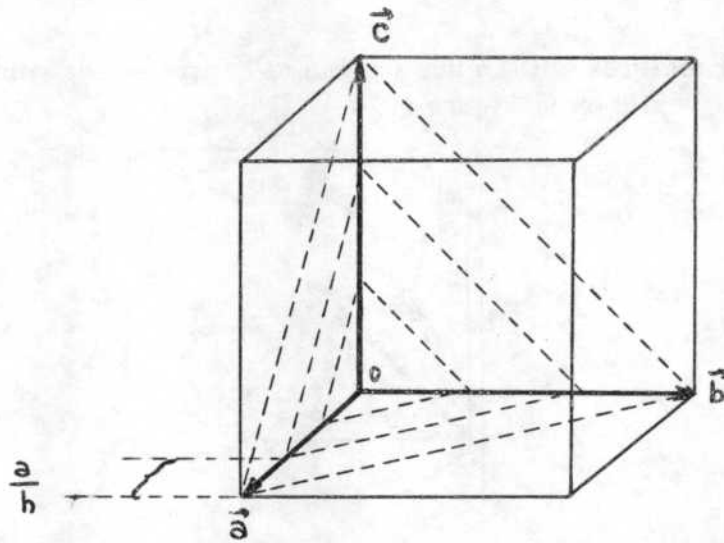


Figura IV.5.

origen O, y algún otro por el extremo del vector \vec{a} . Entre estos dos planos habrá una serie de planos intermedios que cortan al eje \vec{a} en un conjunto de segmentos iguales de una cierta longitud a/h . De la misma manera, el eje \vec{b} es cortado en segmentos de longitud b/k , y el eje \vec{c} en segmentos de longitud c/l . El conjunto (hkl) de números enteros define los índices de Miller de la familia de planos considerada.

Esta definición es equivalente a la que se suele usar más frecuentemente en los textos de cristalografía. Si un plano de una familia cualquiera corta a los ejes \vec{a} , \vec{b} y \vec{c} según segmentos distantes a_1 , b_1 , c_1 del origen (en unidades de \vec{a} , \vec{b} y \vec{c}), los índices de Miller de la familia de planos son las cantidades

$$\frac{1}{a_1} \quad \frac{1}{b_1} \quad \frac{1}{c_1}$$

multiplicadas por el mínimo común múltiplo de a_1 , b_1 , c_1 . Inversamente, para construir un plano de índices dados (hkl) , se trazan sobre los tres ejes \vec{a} , \vec{b} y \vec{c} , segmentos de longitudes a/h , b/k , c/l , respectivamente. Por estos tres puntos pasa el plano de la familia (hkl) más próximo al que pasa por el origen.

Dado el número de nodos de un cristal es fijo, los planos de mayor espaciado cristalino son los más densos, y viceversa. En la Figura IV.6 se muestran los tres tipos de planos cristalinos más densos en el sistema cúbico.

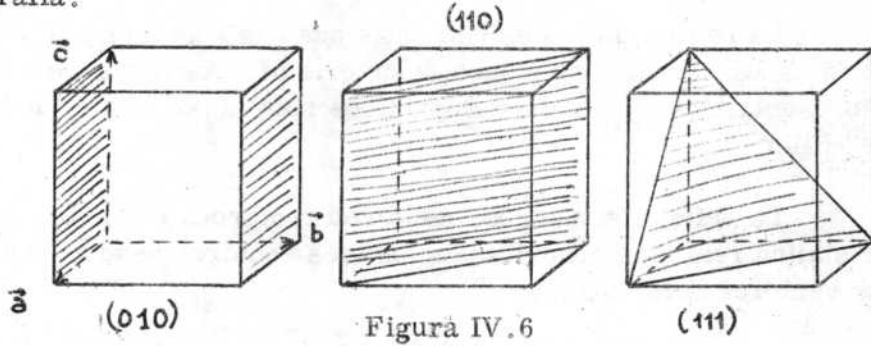
Las siguientes expresiones suelen ser utilizadas frecuentemente:

a) La condición para que una dirección $[uvw]$ esté contenida en un plano (hkl) es

$$hu + kv + lw = 0$$

b) Los índices de Miller de los planos paralelos a dos direcciones $[uvw]$ y $[u'v'w']$ son $h = vw' - v'w$ $k = u'w - w'u$ $l = uv' - u'v$

Otras relaciones geométricas entre planos, direcciones, intersecciones de planos cristalinos, etc. pueden consultarse en cualquier texto de cristalografía.



Lo que queremos volver a destacar es que un cristal se puede representar como una superposición regular de celdas idénticas entre sí, y que cada una de ellas contiene el motivo de átomos o base que se repite en todo el cristal. Esta repetición periódica de elementos idénticos da origen a los fenómenos de difracción que estudiaremos luego.

IV.5.2. Red recíproca

Nos proponemos ahora introducir el concepto de red recíproca para representar convenientemente todos los planos cristalinos de una red dada, precisando además su ubicación geométrica y su distancia interplanar. Luego veremos otras ventajas de este formulismo.

Consideremos la red bidimensional simple de la Figura IV.7. Sea O el punto de origen de los vectores \vec{r}_n que describen la posición de los átomos de la red. Con el mismo origen O trataremos de representar ahora las distintas familias de planos cristalinos de esta red. Vamos a asignar a cada familia de planos, caracterizada por sus índices de Miller (hkl), en el caso general tridimensional, un vector \vec{g}_{hkl} perpendicular a los planos considerados, cuya magnitud es la inversa del espaciado d_{hkl} entre los mismos,

$$|\vec{g}_{hkl}| = \frac{1}{d_{hkl}}$$

En la Figura IV.7 se muestran, con líneas punteadas, algunos de estos vectores recíprocos, y los planos cristalinos reales a los que representan. Haciendo cuidadosamente la construcción, y conservando por supuesto la misma escala, se puede ver que los vectores \vec{g}_{hkl} describen también

una red.

La red ficticia formada por los puntos extremos de los vectores \vec{g}_{hke} es la llamada red recíproca de la red cristalina considerada.

La red recíproca es nada más que una representación conveniente de todas las familias de planos de un cristal. Los nodos cercanos al origen representan los planos cristalográficos más importantes, de bajos índices de Miller.

La definición rigurosa de la red recíproca es la siguiente: Si la red cristalina real está descrita por los tres vectores base \vec{a} , \vec{b} y \vec{c} , entonces los vectores definidos por

$$\vec{a}^* = \frac{\vec{b} \times \vec{c}}{V_c} \quad \vec{b}^* = \frac{\vec{c} \times \vec{a}}{V_c} \quad \vec{c}^* = \frac{\vec{a} \times \vec{b}}{V_c}$$

V_c = volumen de la celda fundamental real

son los vectores base de la red recíproca de la red real dada. Se pueden demostrar también las siguientes propiedades de estos vectores.

$$\begin{aligned} 1/ \quad & \vec{a}^* \cdot \vec{a} = \vec{b}^* \cdot \vec{b} = \vec{c}^* \cdot \vec{c} = 1 \\ & \vec{a} \cdot \vec{b}^* = \vec{b} \cdot \vec{a}^* = \vec{b} \cdot \vec{c}^* = \dots = 0 \end{aligned} \quad (\text{IV.12})$$

2/ Si llamamos V^* al volumen de la celda fundamental recíproca, entonces

$$V_c V^* = 1$$

3/ Todo vector de la red recíproca

$$\vec{r}_{hke}^* = h \vec{a}^* + k \vec{b}^* + l \vec{c}^* \quad (\text{IV.13})$$

con (hkl) enteros, es normal al plano cristalino de la red real cuyos índices de Miller son precisamente (hkl) .

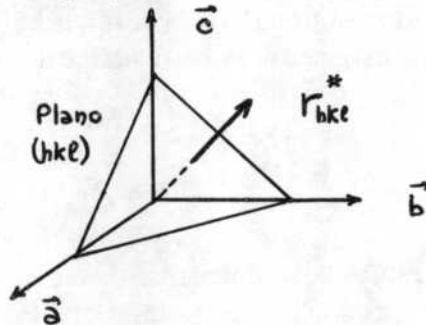


Figura IV.8

4/ El módulo de \vec{r}_{hke}^* es igual a la inversa del espaciado d_{hke} entre los planos reales (hkl)

$$|\vec{r}_{hke}^*| = \frac{1}{d_{hke}}$$

5/ Los nodos de la red recíproca cuyos índices no son primos entre sí, es decir todos aquellos del tipo $(nh, nk, n\ell)$ representan planos paralelos a los planos reales de índices de Miller (hkl) pero cuyos espaciados son n veces menores, es decir

$$d_{nh, nk, n\ell} = \frac{d_{hke}}{n} \quad (IV.14)$$

Estos son los planos cristalinos ficticios que se definen para interpretar las reflexiones de orden superior producidas por los planos (hkl).

IV.5.3. Difracción de un haz de electrones por dos átomos

Consideremos los dos átomos A_1 y A_2 de factor de difusión $f(\theta)$, sobre los cuales incide una onda de vector \vec{k} . En un punto P, situado a una distancia \vec{r} grande respecto de $\overline{A_1A_2}$, Figura IV.9, las ondas difundidas por los dos átomos darán una onda resultante cuya amplitud A queremos calcular. Supondremos que

$$r \approx A_1P \approx A_2P \quad \vec{r} \gg \overline{A_1A_2} \quad \overline{A_1A_2} = r_i$$

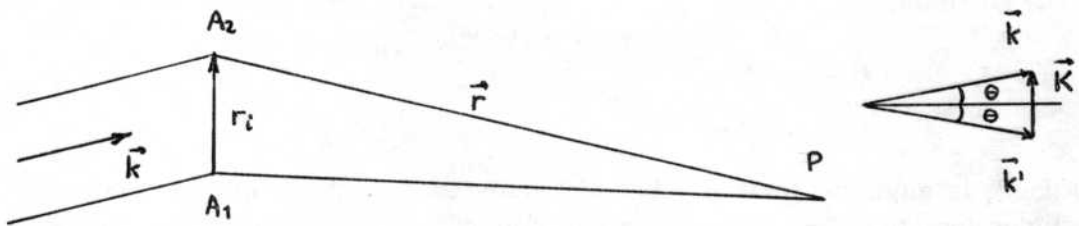


Figura IV.9

Es decir que observamos a una distancia r suficientemente grande como para suponer A_1P y A_2P paralelos entre sí. La amplitud resultante se expresa

$$A = \frac{f}{r} e^{2ni \vec{k}' \cdot \vec{r}} + \frac{f}{r} e^{2ni \vec{k} \cdot \vec{r} - 2ni (\vec{k} - \vec{k}') \cdot \vec{r}_i}$$

$$A = e^{2ni \vec{k}' \cdot \vec{r}} \frac{f}{r} \left[1 + e^{-2ni (\vec{k} - \vec{k}') \cdot \vec{r}_i} \right] \quad (IV.15)$$

El primer término representa la onda esférica difundida por el átomo A₁, y el segundo la correspondiente a A₂. El factor en el exponente

$$2\pi (\vec{k} - \vec{k}') \cdot \vec{r}_i$$

es la diferencia de fase de la onda difundida por el átomo A₂ respecto de la onda difundida por el átomo A₁. El cuadrado de esta amplitud da directamente la intensidad difundida por los dos átomos en el punto P. Esta fórmula nos permitirá calcular la intensidad difundida por un grupo mayor de átomos, como los que componen un cristal macroscópico.

IV.5.4. Difracción de un haz de electrones por un cristal

Consideremos ahora un cristal descrito por la repetición sucesiva de su celda fundamental. Supondremos a ésta compuesta por un solo átomo. Si tomamos el origen de coordenadas \vec{r} sobre uno de los átomos, la posición de cualquier otro átomo estará dada por

$$\vec{r}_{n_1 n_2 n_3} = n_1 \vec{a}_1 + n_2 \vec{a}_2 + n_3 \vec{a}_3$$

donde hemos llamado ahora $\vec{a}_1 \vec{a}_2 \vec{a}_3$ a los vectores de la base, y $n_1 n_2 n_3$ son enteros, positivos, negativos o nulos, ver IV.5.1.

Para calcular la amplitud total de la onda resultante de la difusión por todos los átomos del cristal en un punto P alejado del mismo, se generaliza la expresión IV.15.

$$A = \frac{f}{r} e^{2\pi i \vec{k}' \cdot \vec{r}} \sum_{n_1 n_2 n_3} e^{2\pi i (\vec{k} - \vec{k}') \cdot \vec{r}_{n_1 n_2 n_3}} \quad (\text{IV.16})$$

donde la suma se realiza sobre todos los átomos del cristal, es decir sobre todos los $n_1 n_2 n_3$. La intensidad difundida por el cristal será entonces

$$I = |A|^2 = \frac{f^2}{r^2} G^2$$

donde

$$G^2 = \left| \sum_{n_1 n_2 n_3} e^{2\pi i (\vec{k} - \vec{k}') \cdot \vec{r}_{n_1 n_2 n_3}} \right|^2$$

Se puede demostrar que

$$G^2 = \frac{\text{sen}^2 \pi n_1 \vec{a}_1 \cdot (\vec{k} - \vec{k}')}{\text{sen}^2 \pi \vec{a}_1 \cdot (\vec{k} - \vec{k}')} \frac{\text{sen}^2 \pi n_2 \vec{a}_2 \cdot (\vec{k} - \vec{k}')}{\text{sen}^2 \pi \vec{a}_2 \cdot (\vec{k} - \vec{k}')} \frac{\text{sen}^2 \pi n_3 \vec{a}_3 \cdot (\vec{k} - \vec{k}')}{\text{sen}^2 \pi \vec{a}_3 \cdot (\vec{k} - \vec{k}')} \quad (\text{IV.17})$$

Esta función G^2 es máxima cuando se satisfacen simultáneamente las tres condiciones siguientes, llamadas condiciones de Laue:

$$\vec{a}_1 \cdot (\vec{k} - \vec{k}') = h$$

$$\vec{a}_2 \cdot (\vec{k} - \vec{k}') = k$$

$$\vec{a}_3 \cdot (\vec{k} - \vec{k}') = l$$

donde hkl son números enteros, positivos, negativos o nulos. Teniendo en cuenta las propiedades (IV.12) de los vectores de la red directa y la red recíproca, se concluye que para que se satisfagan las condiciones de Laue, el vector $\vec{k} - \vec{k}'$ debe ser un vector de la red recíproca

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

$$\vec{g}_{hkl} = h\vec{a}_1^* + k\vec{a}_2^* + l\vec{a}_3^* \quad (IV.18)$$

Es decir que solamente en ciertas y bien determinadas direcciones la intensidad de la radiación difundida es máxima. Estas direcciones corresponden a los haces difractados. Fuera de estas direcciones, la intensidad es prácticamente nula.

Un haz de vector de onda \vec{k} que incide sobre un cristal da origen a un fuerte haz difractado de vector de onda \vec{k}' (siempre con $|\vec{k}| = |\vec{k}'|$) solamente cuando el vector $\vec{k} - \vec{k}'$ coincide con un vector \vec{g} de la red recíproca. Esta condición es una generalización de la ley enunciada originalmente por Bragg, en la que se describían los haces difractados como originados en una reflexión selectiva de los rayos X sobre los distintos planos cristalinos.

IV.5.5. Ley de Bragg

Se puede ver en la Figura IV.10 que si llamamos 2θ al ángulo total de difracción, \vec{S} y \vec{S}' a los vectores unitarios que definen las direcciones

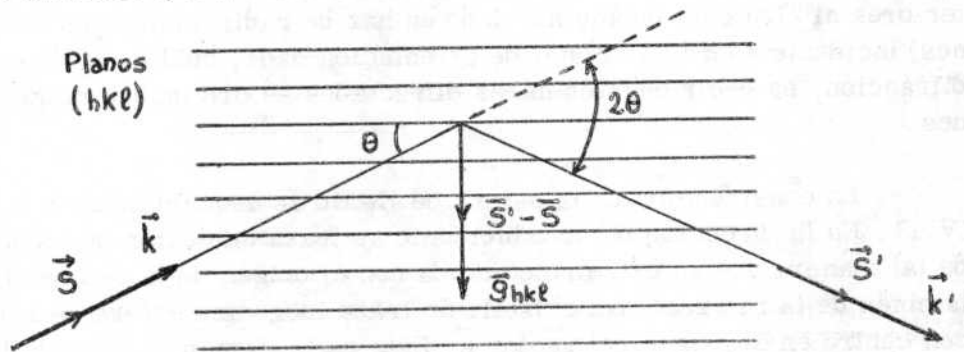


Figura IV.10

de los haces incidente y difractado, respectivamente,

$$\vec{k} = \frac{\vec{S}}{\lambda} \quad \vec{k}' = \frac{\vec{S}'}{\lambda}$$

entonces el vector

$$\vec{k} - \vec{k}' = \frac{\vec{S} - \vec{S}'}{\lambda}$$

por ser coincidente con el vector de la red recíproca \vec{g}_{hke} , según (IV.13) es perpendicular a la familia de planos cristalinos (hkl). El ángulo que forma \vec{S} con esta familia es θ , al igual que el que forma \vec{S}' con los mismos planos. Es decir que el haz difractado se puede considerar como reflejado por los planos (hkl). La ley de Bragg se puede deducir entonces muy fácilmente. En efecto, según la Figura IV.10

$$|\vec{S} - \vec{S}'| = 2 \operatorname{sen} \theta$$

$$|\vec{k} - \vec{k}'| = \frac{|\vec{S} - \vec{S}'|}{\lambda} = \frac{2 \operatorname{sen} \theta}{\lambda}$$

y como

$$|\vec{k} - \vec{k}'| = |\vec{g}_{hke}| = \frac{1}{d_{hke}}$$

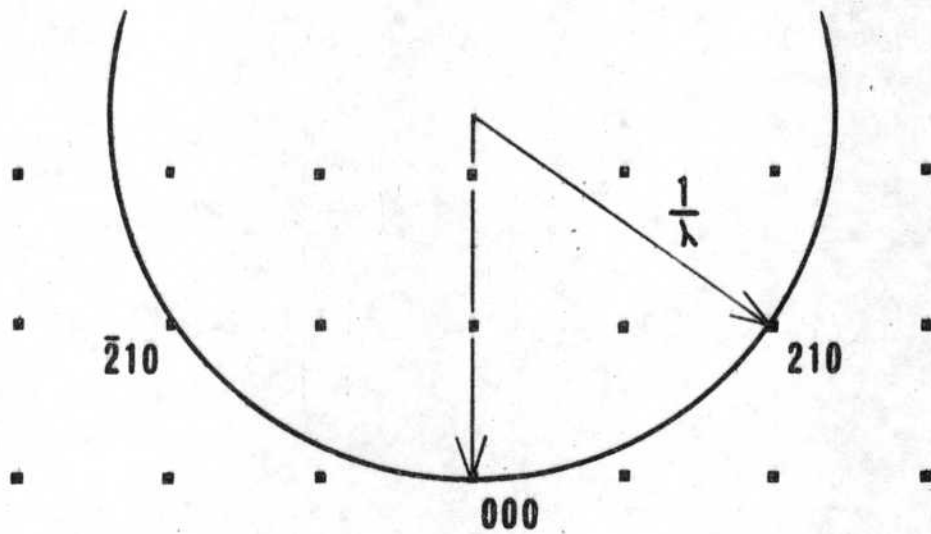
donde d_{hke} es el espaciado entre planos, resulta finalmente la bien conocida ley de Bragg

$$2 d_{hke} \operatorname{sen} \theta = \lambda \quad (\text{IV.19})$$

IV.5.6. Esfera de Ewald

La formulación de Ewald es la aplicación de todos los resultados anteriores al siguiente problema: dado un haz de radiación (rayos X o electrones) incidente sobre un cristal de orientación dada, cual es el diagrama de difracción, es decir cuántos haces difractados se originan y en qué direcciones.

La construcción de la esfera de Ewald se esquematiza en la Figura IV.11. En la dirección del haz incidente se traza un vector de módulo $|\vec{k}| = 1/\lambda$ de tal manera que su extremo coincida con el origen de la red recíproca (y también de la red real) del cristal. Se traza luego una esfera de radio $1/\lambda$ con centro en el origen del vector \vec{k} . Esta es la llamada esfera de Ewald. Se puede ver fácilmente que si el vector diferencia $\vec{k}' - \vec{k}$ coincide con un vector \vec{g}_{hke} de la red recíproca, condición de difracción (IV.16), la esfera toca al nodo (hkl). Existirá entonces un haz difractado en la dirección



ESFERA DE EWALD

Fig. IV.11. Construcción de Ewald. En la dirección del haz incidente se traza un vector de módulo $|\mathbf{R}| = 1/\lambda$ de manera que su extremo coincida con el origen de la red recíproca. Se traza luego una esfera de radio $1/\lambda$ con centro en el origen del vector \mathbf{K} . Esta es la llamada esfera de Ewald. Cada vez que la esfera toca un nodo (hkl) de la red recíproca, existe un haz difractado en la dirección que une el centro de la esfera con el nodo respectivo.

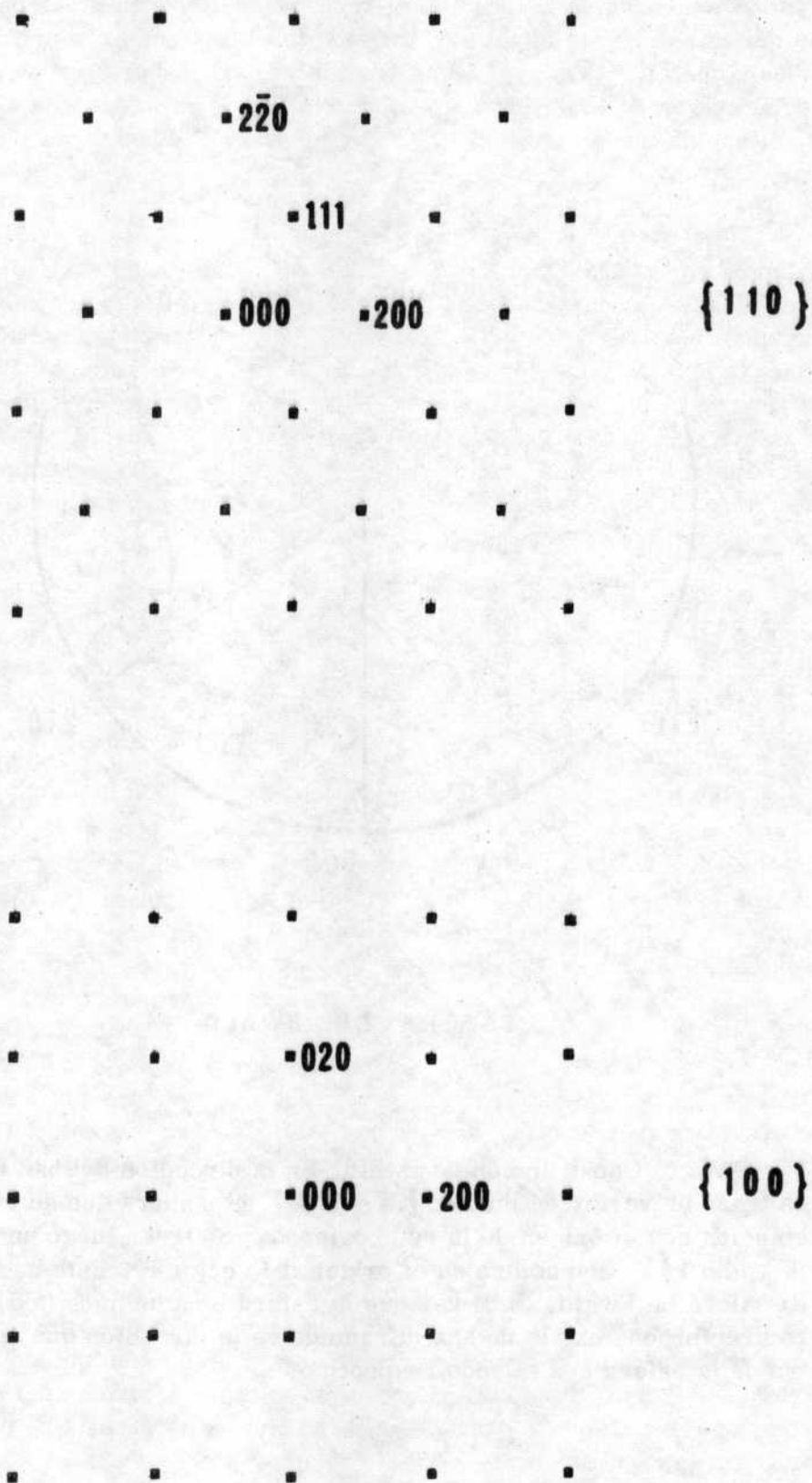


Fig. IV.12. Diagramas de difracción $\{100\}$ y $\{110\}$ correspondientes a un cristal cúbico de caras centradas. Los diagramas representan planos del espacio recíproco correspondiente, que es cúbico de cuerpo centrado.

que une el centro de la esfera con el nodo respectivo. En otras palabras, decir que la esfera de Ewald toca un nodo (hkl) de la red recíproca, equivale a decir que el cristal real está orientado de tal manera que se cumple la ley de Bragg para la familia de planos cristalinos de índices de Miller (hkl). En la situación de la Figura IV.11 solamente son excitados dos haces difractados.

Este es en general el caso que se presenta en rayos X. Siendo la longitud de onda de los rayos X del orden de los espaciados atómicos corrientes, el radio de la esfera de Ewald es también del mismo orden que el espaciado entre los nodos de la red recíproca. En una orientación cualquiera del cristal, la probabilidad de que un nodo recíproco esté situado sobre la esfera es en realidad baja, y en general no se podrán excitar más de dos o tres reflexiones a la vez. Esta es la razón por la cual, en difracción de rayos X, o bien se utilizan muestras policristalinas, o bien se hace oscilar un monocristal en forma conveniente, de manera de registrar un número razonable de haces difractados.

Ahora bien, en una experiencia de difracción de electrones en un microscopio electrónico, la situación es, desde este punto de vista, más favorable. En efecto, la longitud de onda de los electrones acelerados, por ejemplo, por un potencial de 100 kV, es igual a $0,037 \text{ \AA}$. El radio de la esfera de Ewald es, por lo tanto, $k = 1/\lambda = 27 \text{ \AA}^{-1}$. Para un monocristal como el cobre, de parámetro de red $a = 3,62 \text{ \AA}$, la distancia entre nodos vecinos a la red recíproca es de $1/a = 0,28 \text{ \AA}^{-1}$. El radio de la esfera de Ewald resulta así unas 100 veces mayor que los valores típicos de los vectores recíprocos \vec{g} . En las proximidades del origen del espacio recíproco, la esfera puede considerarse prácticamente plana. Por lo tanto los diagramas de difracción de electrones que se obtienen en un microscopio electrónico, son sencillamente cortes del espacio recíproco del cristal. Este hecho facilita enormemente la determinación de la orientación de la lámina delgada observada. Si el cristal está orientado de manera que los electrones inciden cerca de una dirección cristalográfica importante (por ejemplo $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$), los diagramas de difracción son muy fáciles de reconocer por su simetría. En cualquier otra orientación, existen criterios para indexar las manchas de difracción, o bien si se dispone de una platina goniométrica en el microscopio electrónico, siempre se puede rotar la muestra hacia una orientación fácil.

En la Figura IV.12 se muestra dos diagramas de difracción típicos de un cristal cúbico de caras centradas. Se puede ver que éstos son planos enteros del espacio recíproco correspondiente, que es un cúbico de cuerpo centrado. Las distintas manchas se numeran con los índices del nodo respectivo, que son a su vez los índices de Miller de la familia de planos que da origen a esa reflexión.

Una aplicación inmediata de esto es la determinación de la orienta-

ción relativa entre precipitados y matriz en un sistema de dos o más faces. Mediante la difracción por un área selecta, que ya se ha descrito en la sección II.10, es posible obtener los diagramas de difracción de los precipitados y de la matriz por separado. El problema se reduce a indexar adecuadamente los dos diagramas y determinar así la orientación de cada uno de ellos.

IV.5.7. Muestras policristalinas

Habiendo visto el mecanismo por el cual se originan los haces difractados por un monocristal, es muy fácil ver ahora que sucede cuando se tiene una muestra que es policristalina. Cada uno de los cristales que la componen dará origen al diagrama de puntos correspondiente a su orientación. Si el número de cristales es suficientemente grande, y éstos están orientados al azar, la superposición de todos los diagramas individuales dará como resultado una serie de anillos de intensidad uniforme. Figura IV.13 (a). Estos son los anillos de Debye-Scherrer, bien conocidos por los cristalógrafos. Si el número de cristales no es muy alto, los anillos estarán constituidos por puntos.

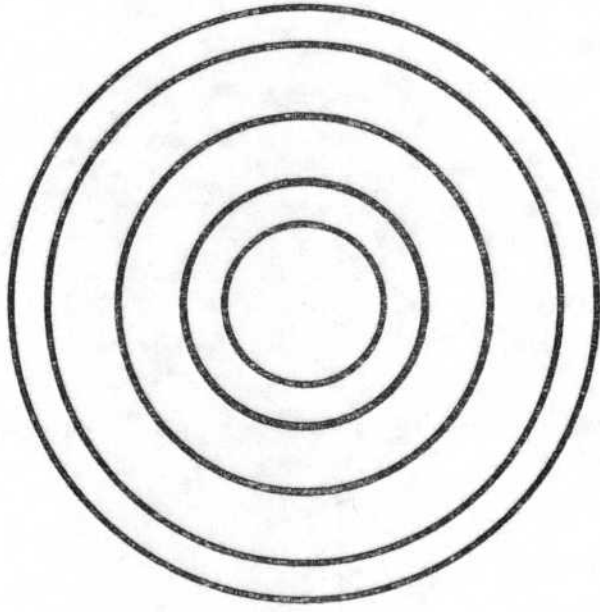
Los anillos más cercanos al haz central corresponderán a reflexiones de planos de mayor espaciado, de bajos índices de Miller. Por ejemplo, en el caso de un material cúbico de caras centradas, la secuencia de los anillos corresponde a las reflexiones (111), (200), (220) ... en orden de espaciado interplanar decreciente.

IV.5.8. Muestras con orientaciones preferenciales

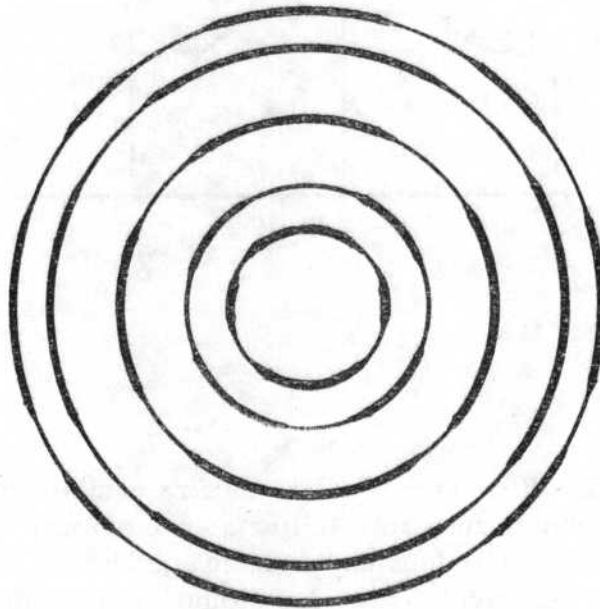
Puede ocurrir que los pequeños granos que constituyen una muestra policristalina no estén completamente orientados al azar, sino que haya orientaciones preferenciales en algunas direcciones particulares. Es fácil ver entonces que los anillos de Debye-Scherrer no serán uniformes, sino que la intensidad corresponde a una orientación que es mucho más probable, que se repite más frecuentemente que las otras. Una muestra de un metal policristalino altamente deformado puede dar origen a un diagrama de este tipo, tal como se muestra en la Figura IV.13 (b).

IV.5.9. Muestras casi amorfas

Veamos ahora que sucede si en una muestra policristalina se destruye progresivamente el grado de cristalinidad de los pequeños granos que la componen. Al ir desapareciendo el orden de largo alcance que existe entre los átomos de un cristal, también desaparecerá la relación definida que existía entre las fases de las ondas difundidas por cada uno de ellos. Las direcciones en las que puede existir una interferencia constructiva tampoco esta-



(a)



(b)

Fig. IV.13. Diagramas de difracción de muestras policristalinas . a) Si el número de cristales de la muestra es suficientemente grande, y éstos están orientados al azar, la superposición de todos los diagramas individuales dará como resultado una serie de anillos de intensidad uniforme, llamados anillos de Debye-Scherrer. b) Si los granos que componen la muestra no están orientados completamente al azar, sino que hay orientaciones preferenciales en algunas direcciones, los anillos no serán uniformes, sino que la intensidad a lo largo de su circunferencia presentará máximos y mínimos.

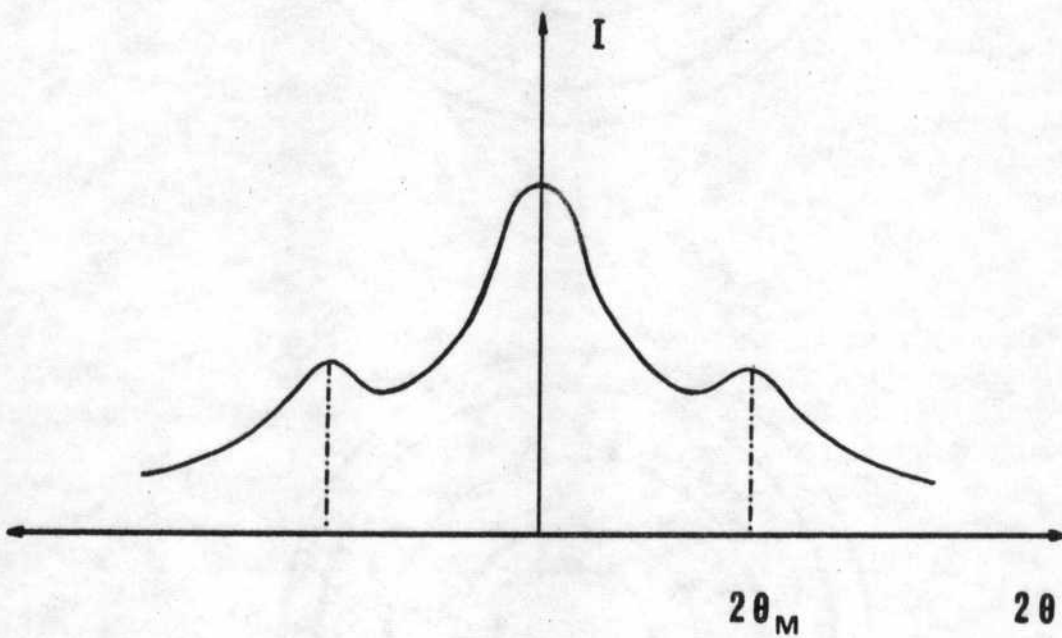


Fig. IV.14. Intensidad difractada por una muestra casi amorfa. El pequeño grado de orden de corto alcance se manifiesta en uno o más anillos sumamente difusos. El máximo en la intensidad difundida en el ángulo $2\theta_M$ corresponde a una distancia preferencial d entre los átomos o moléculas que componen la muestra.

rán tan definidas como en el caso de un cristal perfecto. En otras palabras, los anillos de Debye-Scherrer se irán haciendo cada vez más anchos y difusos. En el caso extremo de una muestra totalmente amorfa, no existirá ya ninguna dirección privilegiada, no habrá más anillos, y la intensidad difundida será solamente la correspondiente a las difusiones individuales de cada uno de los átomos que componen la muestra. Este es el caso que ya hemos mencionado en la sección IV.4., Figura IV.2.

Pero en general, es un poco difícil llegar a obtener una muestra que sea perfectamente amorfa, es decir, en la cual todos sus átomos estén distribuidos al azar. En muestras de carbono como las utilizadas en réplicas, existe un pequeño grado de orden de corto alcance, que se manifiesta en uno o más anillos sumamente difusos. La información que se puede obtener en este caso es más bien de tipo estadístico. Se puede demostrar que si para un cierto ángulo $2\theta_M$ se presenta un máximo en la intensidad difundida, Figura IV.14, existe en la muestra una cierta distancia preferencial d , que se puede calcular a partir de la siguiente relación

$$0.814 \cdot 2 d \sin \theta_M = \lambda$$

Esta expresión es evidentemente muy similar a la ley de Bragg. Pero la distancia d así obtenida ya no puede ser asociada a un espaciado entre planos cristalinos, sino que debe interpretarse como una distancia preferencial entre los átomos o moléculas que componen la muestra.

IV.5.10. Intensidad difractada fuera de la posición de reflexión de Bragg

Calcularemos ahora la intensidad difractada suponiendo que las condiciones de Laue no se satisfacen, es decir que el vector diferencia $\vec{k}' - \vec{k}$ no es exactamente igual a un vector de la red recíproca, sino que

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

donde \vec{s} es el llamado error de interferencia, Figura IV.15.

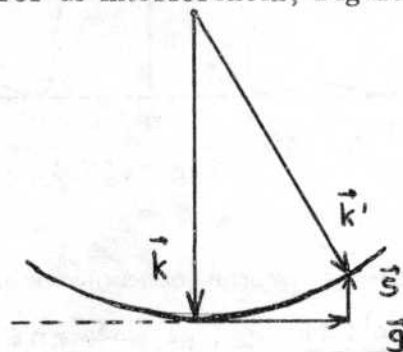


Figura IV.15

Si llamamos $\epsilon_1 \epsilon_2 \epsilon_3$ a sus componentes según los tres ejes recíprocos

$$\vec{s} = \epsilon_1 \vec{a}_1^* + \epsilon_2 \vec{a}_2^* + \epsilon_3 \vec{a}_3^* \quad (\text{IV.20})$$

y recordando que

$$\vec{g} = h \vec{a}_1^* + k \vec{a}_2^* + l \vec{a}_3^*$$

entonces

$$\begin{aligned} \vec{a}_1 \cdot (\vec{k}' - \vec{k}) &= \vec{a}_1 \cdot (\vec{g} + \vec{s}) = h + \epsilon_1 \\ \text{sen}^2 \pi n_1 \vec{a}_1 \cdot (\vec{k}' - \vec{k}) &= \text{sen}^2 \pi n_1 (h + \epsilon_1) = \text{sen}^2 \pi n_1 \epsilon_1 \end{aligned}$$

La cantidad G^2 , ecuación (IV.17), que nos daba la intensidad difractada por un cristal, toma la forma

$$G^2 = \frac{\text{sen}^2 \pi n_1 \epsilon_1}{\text{sen}^2 \pi \epsilon_1} \frac{\text{sen}^2 \pi n_2 \epsilon_2}{\text{sen}^2 \pi \epsilon_2} \frac{\text{sen}^2 \pi n_3 \epsilon_3}{\text{sen}^2 \pi \epsilon_3} \quad (\text{IV.21})$$

Por un lado vemos que no aparecen los valores explícitos de (hkl) , es decir que la variación de la intensidad difractada es la misma alrededor de todos los nodos recíprocos (alrededor de todas las reflexiones de Bragg). Por otro lado cuando $n_1 n_2 n_3$ son suficientemente grandes, el dominio en el cual la función G^2 es distinta de cero, es muy reducido.

En la Figura IV.16 se representa la variación de una de las tres funciones que aparecen en G^2 , en función de uno de los parámetros de desviación ϵ .

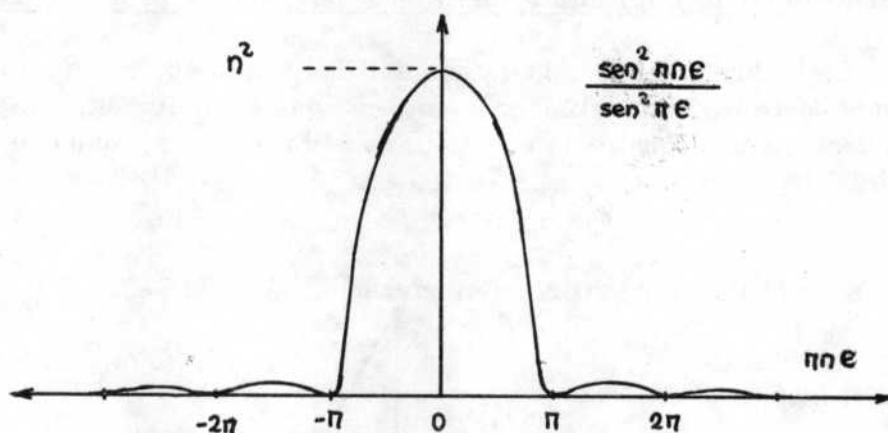


Figura IV.16

Para ϵ próximo al origen (condiciones de difracción de Bragg)

$$\frac{\text{sen}^2 \pi n \epsilon}{\text{sen}^2 \pi \epsilon} \approx \eta^2 \frac{\text{sen}^2 \pi n \epsilon}{(\pi n \epsilon)^2}$$

y para $\epsilon=0$ es

$$G^2 = n_1^2 n_2^2 n_3^2 = N^2$$

donde N es el número total de celdas que componen el cristal. Para

$$e = \frac{1}{n} , \frac{2}{n} , \dots$$

la función G^2 se anula. Entonces, la función G^2 presenta un pico central muy intenso, rodeado de máximos secundarios de valor muy pequeño

$$0.045 N^2 , 0.016 N^2 , \dots \text{ para } e = \frac{1.5}{N} , \frac{2.5}{N} , \dots$$

Para que G^2 tenga un valor apreciable, es necesario que los tres factores que intervienen sean apreciables, es decir que simultáneamente deben ser

$$|e_1| < \frac{1}{n_1} \quad |e_2| < \frac{1}{n_2} \quad |e_3| < \frac{1}{n_3}$$

En el espacio recíproco, la región en la cual la intensidad es diferente de cero alrededor de cada nodo, tiene dimensiones del orden de

$$\frac{1}{n_1 a_1} \quad \frac{1}{n_2 a_2} \quad \frac{1}{n_3 a_3}$$

según los tres ejes $\vec{a}_1^* \vec{a}_2^* \vec{a}_3^*$ respectivamente. Para un cristal con $n \approx 10^4$ un apartamiento del orden de 10^{-4} unidades recíprocas alrededor de un nodo (hkl) hace que la intensidad difractada caiga prácticamente a cero. Se ve entonces que las condiciones de difracción para un cristal son sumamente selectivas. Si el tamaño del cristal se hace más chico, el dominio de reflexión aumenta en razón inversa a sus dimensiones.

Pero digamos que en la práctica no se puede obtener un haz rigurosamente monocromático, ni tampoco paralelo. Para los haces más colimados el extremo del vector $\vec{K} = \vec{k}' - \vec{k}$ no está situado sobre un punto sino dentro de un cierto volumen recíproco que, en general, es superior al dominio donde teóricamente G^2 es distinto de cero.

IV.5.11. Distribución de intensidades en el espacio recíproco

De todo lo visto anteriormente se concluye que en el espacio recíproco la intensidad difractada se extiende a lo largo de las direcciones paralelas a la dimensión más corta del cristal. En la Figura IV.17 se muestra esquemáticamente la extensión de esta distribución (spike) para distintas formas de cristales, por ejemplo, precipitados dentro de la lámina delgada observada.

La longitud recíproca para la cual la intensidad difractada decae a la mitad (altura mitad de pico) en una dirección recíproca \vec{a}^* , es del orden de $1/a$, donde a es la dimensión real del cristal en la dirección \vec{a}^* . Para un

cristal esférico la distribución de intensidades tiene también simetría esférica, Figura IV.17 (c). A un cristal en forma de placa le corresponde una extensión de la intensidad en el espacio recíproco normal a la superficie de la misma, Figura IV.17 (d), mientras que para un sistema de cristales en forma de cilindros alargados o agujas, la distribución tiene la forma de un disco alrededor de cada nodo recíproco, Figura IV.17 (e).

Esta extensión de la intensidad se manifiesta en una experiencia de difracción, en un rango de orientaciones para las cuales existe una intensidad difractada. Es decir que si el cristal no está exactamente orientado en la posición de Bragg $\vec{k}' = \vec{k} + \vec{g}$ habrá de todas maneras intensidad difractada. Se puede ver que este rango de orientaciones es tanto mayor cuanto más extensa es la distribución en la dirección paralela al haz incidente, Figura IV.18.

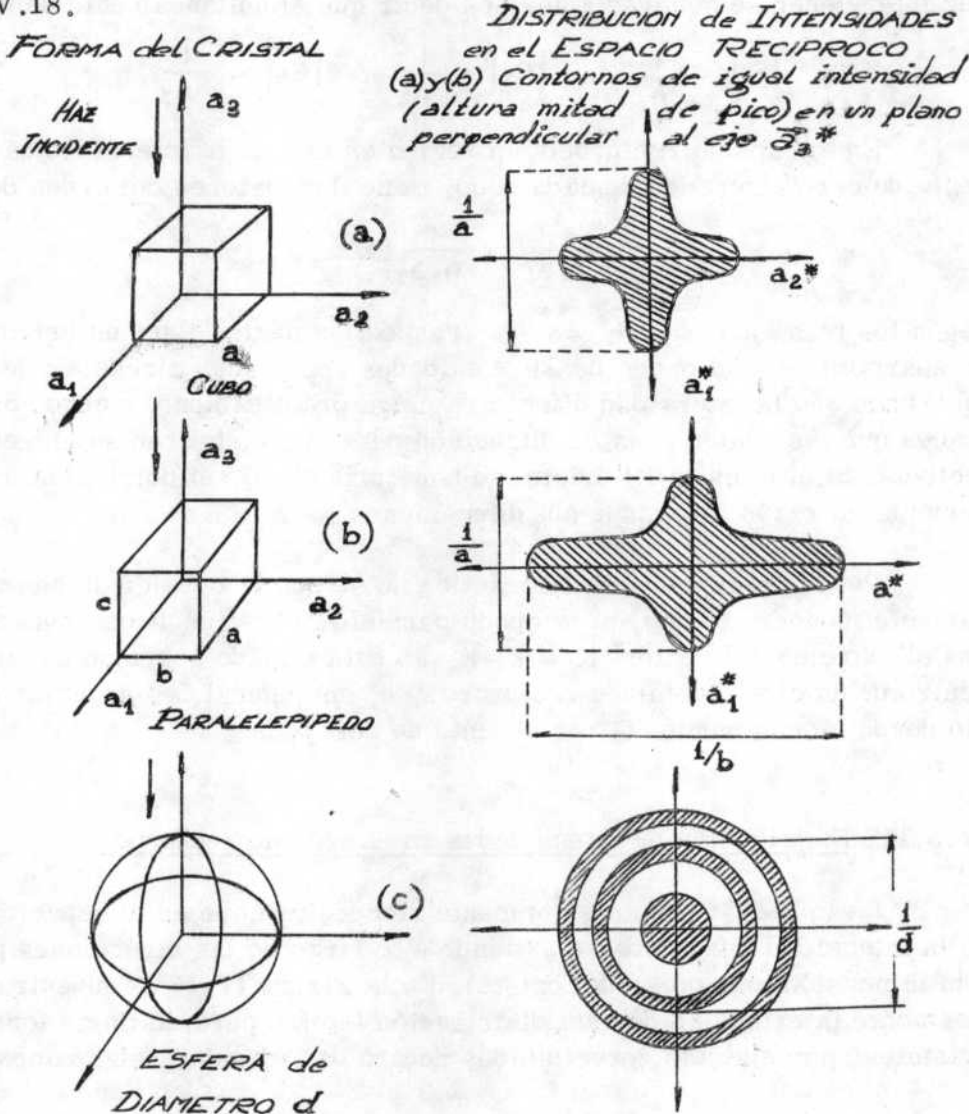


Figura IV.17

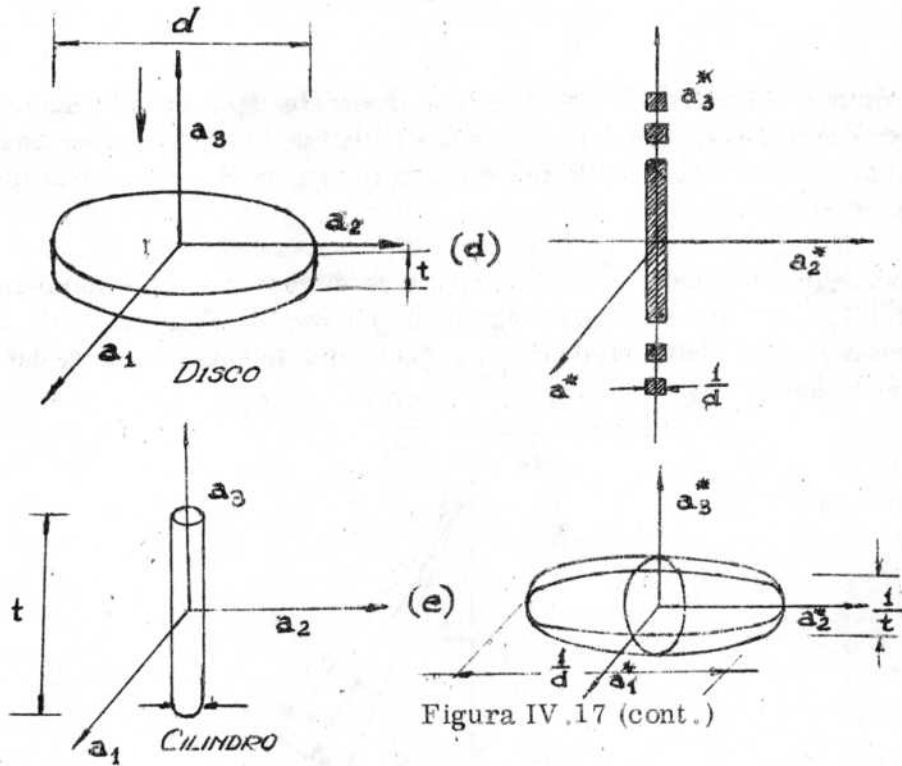


Figura IV.17 (cont.)

A medida que varía la orientación del cristal, la dirección del haz difractado prácticamente no cambia, pero existe todo un rango de orienta-

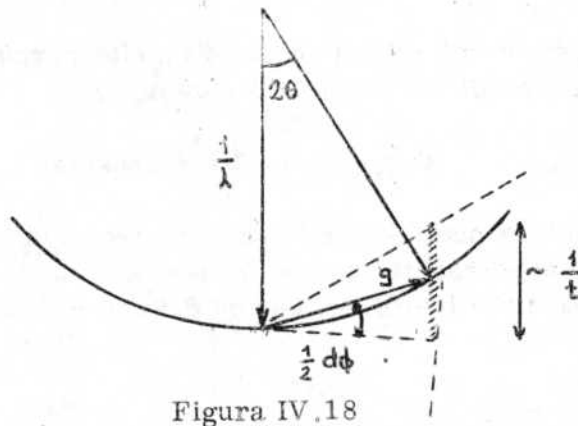


Figura IV.18

ciones

$$d\phi = \frac{1/t}{g} = \frac{1}{gt} = \frac{d}{t}$$

donde t es el espesor de la lámina en la dirección del haz incidente, y d es el espaciado interplanar ($g = 1/d$). Para $t = 100 \text{ \AA}$, $d = 1 \text{ \AA}$, es $d\phi \approx 10^{-2}$ radianes, que es del mismo orden que los ángulos de Bragg. La consecuencia de esto es que la aparición de un diagrama de difracción dado, no es un indicio exacto de la orientación del cristal. El diagrama puede aparecer en la pantalla para posiciones del cristal rotadas en $d\phi$ alrededor de la posición correspondiente al diagrama dado. Si además se tiene en cuenta que en gene-

ral, las láminas delgadas que se observan al microscopio electrónico están dobladas o deformadas, se ve que la probabilidad de observar diagramas de difracción es muy grande. La diferencia con los rayos X se hace aún mayor debido a este efecto.

En cuanto al tamaño de cada mancha de difracción, éste se puede calcular fácilmente mediante la construcción de Ewald, Figura IV.19. El ancho angular de un haz difractado $d\phi_1$ es, para una orientación dada del cristal, del orden de

$$d\phi_1 = \frac{1/d_1}{1/\lambda} = \frac{\lambda}{d_1}$$

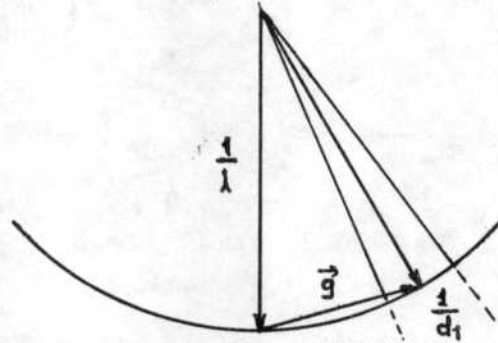


Figura IV.19

donde d_1 es el ancho del cristal en una dirección perpendicular al haz incidente. Para un precipitado pequeño de 100 \AA , es

$$d\phi_1 \approx 4 \times 10^{-4} \text{ radianes}$$

que es mucho menor que los ángulos de Bragg corrientes. El ancho propio de las manchas de difracción es muy pequeño, y queda tapado por el efecto de divergencia del haz incidente, que es del orden de 10^{-3} rad .

IV.5.12. Líneas de Kikuchi

Además de los haces difractados que se presentan en el diagrama de difracción de un monocristal, también aparecen ciertas distribuciones de líneas que pueden ser bastante complejas, llamadas líneas de Kikuchi. Estas líneas forman una estructura en el fondo difuso del diagrama, que rota solidariamente con el cristal.

Un tratamiento riguroso acerca del origen de las líneas de Kikuchi necesitaría de la teoría dinámica de la difracción. Sin embargo, para el estudio de la geometría de estas líneas, que es lo que en realidad nos interesa para poder determinar la orientación exacta de un cristal, las características principales de las líneas pueden deducirse a partir de un mecanismo mucho más simple, propuesto originalmente por Kikuchi en 1928.

Los electrones monoenergéticos que inciden sobre un cristal, además de producir una serie de haces difractados de la misma energía, interactúan con los átomos de la red dando origen a una radiación difusa, cuya energía es ligeramente menor que la original. La distribución angular de esta radiación es máxima en la dirección del haz incidente, y decrece al aumentar el ángulo de difusión. Esta difusión inelástica es la responsable del background difuso que aparece en todo diagrama de difracción. Las líneas de Kikuchi son variaciones locales en la intensidad de este fondo. Veamos en una construcción geométrica sencilla cómo se originan, Figura IV.20.

Consideremos un haz O de electrones que incide sobre el cristal. Un punto como el P en la Figura, dará origen a un cono de radiación difusa. Algunos de estos rayos incidirán sobre una cierta familia de planos cristalinos bajo el ángulo Θ de Bragg, y serán entonces difractados en una dirección como la QQ'. La radiación difundida según una dirección como la PR también incidirá sobre la misma familia de planos según el mismo ángulo de Bragg, y serán por lo tanto difractada, ahora según una dirección como la RR'. Ahora bien, dado que la intensidad de los electrones difundidos inelásticamente es mayor en la dirección PQ que la dirección PR las reflexiones de Bragg mencionadas hacen que más electrones sean transferidos de la dirección PQ a la QQ', y disminuya a lo largo de RR'. El lugar geométrico de todas las direcciones posibles en las cuales puede producirse una reflexión de la radiación difusa por una familia dada de planos cristalinos, son dos conos de semi-apertura igual a $90^\circ - \Theta$. La intersección de estos conos con una pantalla suficientemente alejada del espécimen, perpendicular al haz incidente, son dos hipérbolas, que en realidad, dado que los ángulos Θ de Bragg son generalmente del orden de $0,5$ a 1° , se pueden considerar como dos líneas paralelas entre sí. Estas constituyen precisamente un par de líneas de Kikuchi. La línea de intensidad mayor que el fondo se denomina por "exceso", mientras que la otra es por "defecto". Pares de líneas similares ocurren para otras familias de planos del cristal. Así, por este mecanismo, 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 las líneas están situadas simétricamente a cada lado de la intersección imaginaria de la familia de planos cristalinos con la pantalla de observación. Este hecho permite una orientación muy precisa de un cristal.

Además, al girar la muestra, el comportamiento de las manchas de difracción y de las líneas de Kikuchi es diferente. En efecto, las manchas de difracción no se mueven a medida que cambia la orientación de la muestra, sino que varían su intensidad, luego algunas desaparecen, y otras aparecen en diferentes lugares (recordar la construcción de la esfera de Ewald). En cambio las líneas de Kikuchi se mueven como si estuvieran rígidamente adheridas al cristal, y su movimiento es un índice muy preciso de cualquier cambio de orientación. Digamos a título de ejemplo que es posible conocer

la orientación de un cristal por este medio con una precisión de $\pm 0.1^\circ$.

En la Figura IV.21 se puede ver el diagrama de difracción producido por una lámina monocristalina de cobre, en el que aparecen varios pares de líneas de Kikuchi.

IV.5.13. Construcción de las líneas de Kikuchi asociadas a un diagrama de difracción. Medición de s .

De todo lo dicho anteriormente se deduce que las líneas de Kikuchi guardan una relación directa con la estructura del cristal. Una relación igualmente directa existirá también con el espacio recíproco del mismo. Veremos a continuación como se pueden construir las principales líneas de Kikuchi que aparecen cuando el cristal está orientado de tal manera que el haz electrónico es paralelo a una dirección cristalográfica bien definida, y por lo tanto perpendicular a uno de los planos de la red recíproca. Supongamos que el diagrama de difracción es el indicado en la Figura IV.22, un plano (001) del espacio recíproco correspondiente a un cristal cúbico de caras centradas. Como para esta orientación exacta cada par de líneas de

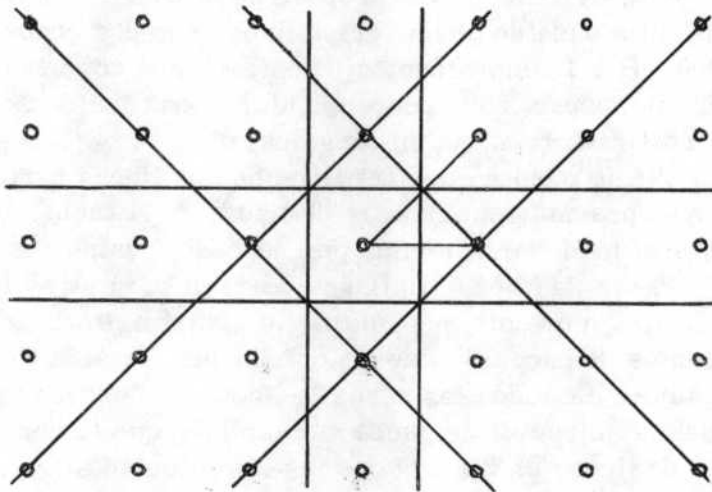


Figura IV.22

Kikuchi es simétrico respecto del haz central, la construcción se realiza de la siguiente manera. Se une el origen (000) con cada uno de los nodos recíprocos que aparecen en el 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 que aparecen cuando el cristal está en la orientación exacta que hemos mencionado. La distancia angular entre dos pares cualesquiera de líneas es 2θ , donde 2θ es el

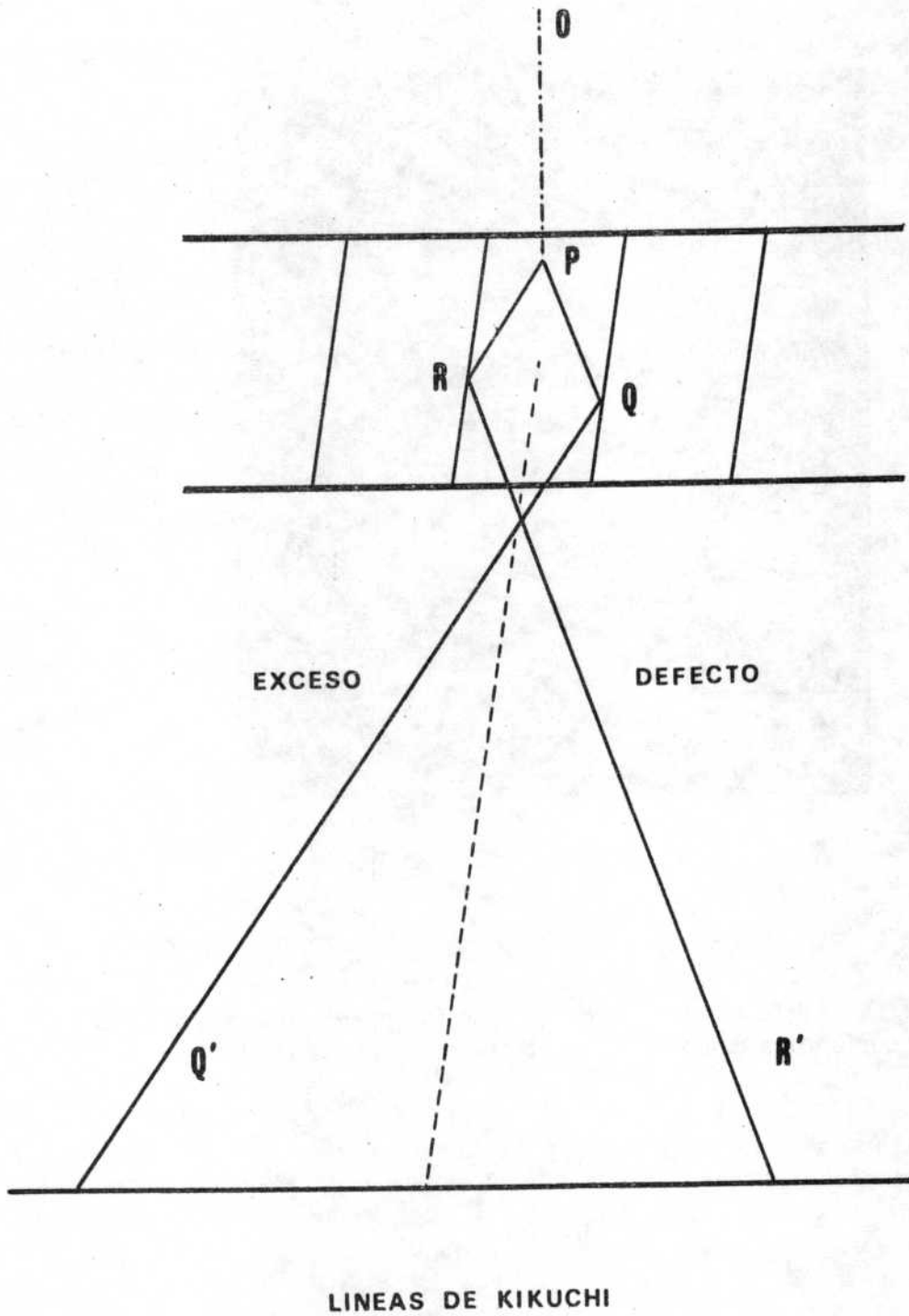


Fig. IV.20. Esquema de la formación de un par de líneas de Kikuchi por una familia dada de planos cristalinos.

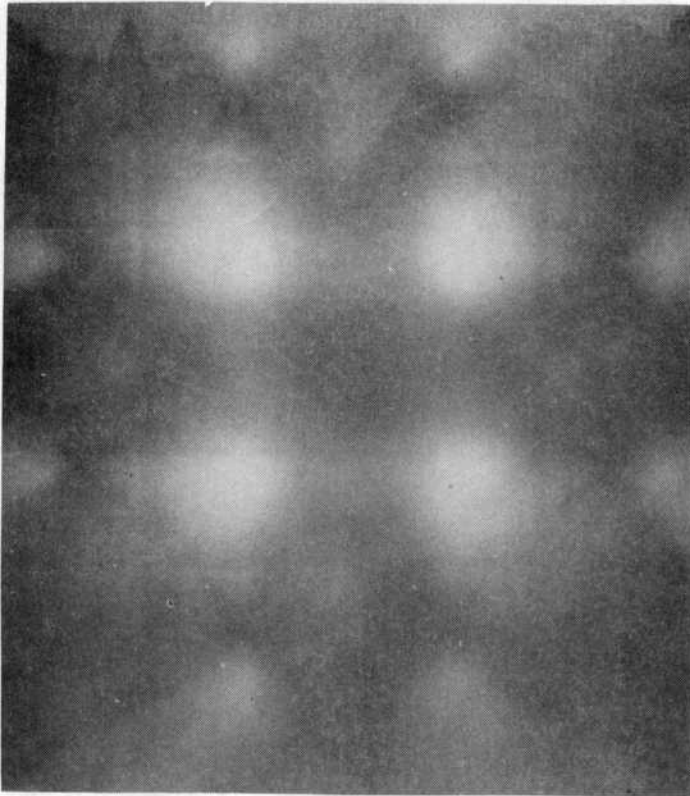


Fig. IV.21. Líneas de Kikuchi producidas por una lámina delgada monocristalina de cobre. Foto: S. Grynberg y R. Iricibar.

ángulo total de difracción del haz por la familia de planos que ha originado ese par de líneas. También se puede ver la intersección imaginaria de cada una de esas familias de planos pasa por el origen. Cada línea se indexa con los índices correspondientes al nodo a partir del cual fué obtenida, según la construcción de la Figura IV.22.

El conjunto de líneas de Kikuchi así obtenido no se modifica al rotar la muestra fuera de la posición inicial. Todo este conjunto rota solidariamente con el cristal, manteniéndose la posición relativa de las líneas entre sí, variando solamente su relación con el diagrama de difracción, que para rotaciones pequeñas permanece inalterado.

Volvemos a repetir que la posición relativa de las líneas respecto del diagrama permite orientar la lámina cristalina con gran precisión. Por ejemplo si los planos (hkl) están en la posición exacta de Bragg, entonces la línea de Kikuchi (hkl) pasa exactamente por el nodo (hkl), y la línea ($\bar{h}\bar{k}\bar{l}$) pasa exactamente por el origen. Esto nos permite orientar las distintas familias de planos cristalinos en la posición exacta de Bragg.

Si la misma familia no está orientada en la posición de Bragg, sino que está ligeramente desviada en un cierto ángulo de la misma, es decir si

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

donde \vec{s} es el llamado error de interferencia (ver IV.5.10), la posición de las líneas de Kikuchi nos permite determinar la magnitud de este vector \vec{s} . El sentido de \vec{s} se toma arbitrariamente como positivo si este vector queda situado dentro de la esfera de Ewald, Figura IV.23 (a). Se puede ver que si $s > 0$ o las líneas de Kikuchi (hkl) y ($\bar{h}\bar{k}\bar{l}$) se desplazan una cierta longitud dx sobre el diagrama de difracción hacia la derecha, Figura IV.23 (b), mientras que si $s < 0$ se desplazan hacia la izquierda. Si llamamos L a la distancia entre la muestra y la pantalla de observación (L se denomina también longitud de la cámara de difracción)

$$x = 2\theta L \quad dx = L d(2\theta)$$

La magnitud de s está dada por

$$s = g_{hke} d(2\theta)$$

Reemplazando

$$s = g_{hke} \frac{dx}{L} = \frac{1}{d_{hke}} \frac{dx}{L}$$

y según la ley de Bragg

$$2 d_{hke} \theta = \lambda \quad 2\theta = \lambda / d_{hke} \quad \frac{x}{L} = \frac{\lambda}{d_{hke}}$$

se obtiene finalmente

$$s = \frac{\lambda}{d_{hke}} \frac{dx}{x} \quad (IV.22)$$

IV.5.14. Difracción por un cristal con varios átomos por celda. Factor de estructura

Habíamos visto que la amplitud total de la onda resultante de la difusión del haz incidente por todos los átomos del cristal, en un punto P alejado del mismo, era

$$A = \frac{f}{r} e^{2ni \vec{k} \cdot \vec{r}} \sum_{n_1, n_2, n_3} e^{2ni (\vec{k}' - \vec{k}) \cdot \vec{r}_{n_1, n_2, n_3}}$$

donde la suma se realizaba sobre todos los átomos del cristal, es decir sobre todos los n_1, n_2, n_3 . Ahora bien, si cada celda contiene a su vez j

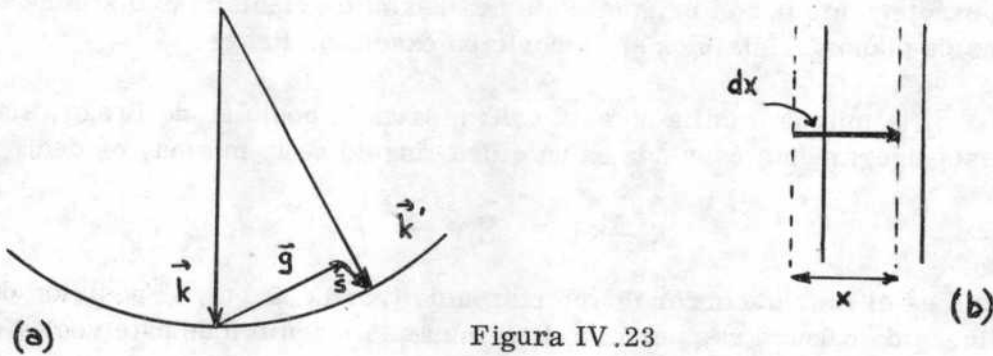


Figura IV.23

átomos, descritos por un vector \vec{r}_j , y caracterizados por su factor atómico de difusión f_j :

$$\vec{r} = \vec{r}_{n_1, n_2, n_3} + \vec{r}_j$$

la amplitud total se expresa

$$A = \frac{e^{2ni \vec{k} \cdot \vec{r}}}{r} \sum_{n_1, n_2, n_3} e^{2ni (\vec{k}' - \vec{k}) \cdot \vec{r}_{n_1, n_2, n_3}} \sum_j f_j e^{2ni (\vec{k}' - \vec{k}) \cdot \vec{r}_j}$$

Llamando factor de estructura a la expresión

$$F = \sum_j f_j e^{2ni (\vec{k}' - \vec{k}) \cdot \vec{r}_j} \quad (IV.23)$$

donde la suma se realiza sobre los j átomos que componen la celda, la intensidad total difractada será

$$I = |A|^2 = \frac{1}{r^2} |F|^2 G^2 \quad (IV.24)$$

G^2 tiene la forma que ya hemos visto en la ecuación (IV.17). En un cristal

con un solo átomo por celda, el factor de estructura F se reduce a f , el factor atómico de difusión. Es decir que F se puede considerar como el factor de difusión de la celda fundamental, del motivo cuya repetición constituye el cristal. Los papeles de F y f son análogos en este sentido. Pero existe una sola diferencia muy importante. El factor de estructura F ya no es una función monótona decreciente con el ángulo de difusión θ , sino que puede anularse para ciertas y determinadas reflexiones. Se suele decir que $|F|^2$ modula a la intensidad. Estos efectos de modulación tendrán que tenerse muy en cuenta cuando se observan e indexan diagramas de difracción. Debido a las características particulares de cada red puede haber reflexiones para las cuales se anula el factor de estructura. Veamos dos casos particulares.

Red cúbica de caras centradas :

El factor de estructura se puede expresar en forma general

$$F = \sum_j f_j e^{2\pi i (\vec{k}' - \vec{k}) \cdot \vec{r}_j} = \sum_j f_j e^{2\pi i (h u_j + k v_j + l w_j)}$$

pues

$$\vec{k}' - \vec{k} = \vec{g} = h \vec{a}_1^* + k \vec{a}_2^* + l \vec{a}_3^* \quad \vec{r}_j = u_j \vec{a}_1 + v_j \vec{a}_2 + w_j \vec{a}_3$$

En el caso de la red cúbica de caras centradas, la celda fundamental está compuesta por cuatro átomos, cuyas coordenadas son

$$(000) \left(\frac{1}{2} \frac{1}{2} 0\right) \left(0 \frac{1}{2} \frac{1}{2}\right) \left(\frac{1}{2} 0 \frac{1}{2}\right)$$

La expresión (IV.25) se reduce entonces a

$$F(hkl) = f (1 + \cos \pi(h+k) + \cos \pi(k+l) + \cos \pi(l+h))$$

donde f es el factor de difusión de los átomos (o grupos de átomos) situados en cada nodo de la red. Se puede ver que para que $F(hkl)$ sea distinto de cero, deben ser

$$hkl \begin{cases} \text{todos pares} \\ \text{todos impares} \end{cases}$$

Es por esta razón que una reflexión como la (100) no aparece en un diagrama de difracción de un cristal cúbico de caras centradas. En una orientación próxima a (100) el diagrama de difracción es un conjunto de puntos distribuidos en los vértices de cuadrados, como se ve en la Figura IV.12, pero los índices de los mismos son (200), (020), etc. ... y no (100) o (010). En la red recíproca (cúbica de parámetro $1/a$) los nodos correspondientes a las reflexiones nulas desaparecen, y queda así una red cúbica de cuerpo centrado de parámetro de red $2/a$.

Red cúbica de cuerpo centrado :

La celda fundamental está compuesta por dos átomos, uno situado

en el origen (000) y el otro en el centro del cubo ($\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}$). El factor de estructura se expresa entonces

$$F = f [1 + \cos \pi (h+k+l)]$$

y se anula cuando $(h+k+l)$ es un número impar. Por lo tanto solo se presentan las reflexiones para las cuales

$$h + k + l = \text{par}$$

Es decir que en la red recíproca, uno de cada dos nodos desaparece. Se puede verificar que lo que queda entonces es una red cúbica de caras centradas cuyo parámetro de red es ahora $2/a$.

Tanto para este último caso como para el de la red cúbica de caras centradas, se ve que la amplitud (y por lo tanto la intensidad) de los haces difractados depende, a través de f , del tipo de átomos del cual está compuesta la red. La posición de estos haces, en cambio, está determinada solamente por la geometría de la red, y es independiente de la naturaleza del átomo o grupo de átomos de cada nodo.

IV.5.15. Doble difracción de Bragg

En ciertas circunstancias favorables es posible que un haz difractado pueda dar origen a su vez a uno o más haces difractados. Por ejemplo, consideremos una lámina compuesta por dos fases cristalinas, y un haz difractado por una de ellas que incide sobre la otra fase. Este haz puede ser difractado por la segunda fase, si se satisfacen ciertas condiciones de orientación, como podría ser una relación cristalográfica definida entre las dos fases.

Veamos, para fijar ideas, el caso particular de una lámina de una aleación Al-Mg-Si en la orientación (001). La matriz de Al contiene precipitados de la segunda fase Mg_2Si en forma de placas paralelas a la lámina. En la Figura IV.24 (a) se muestra el diagrama de difracción de la matriz (puntos grandes), y el correspondiente a las placas de Mg_2Si (puntos chicos). Ahora bien, un haz difractado por la matriz, como el P, puede incidir sobre las placas de la segunda fase, y dar origen a un haz doblemente difractado como el P', Figura IV.24 (b). Lo mismo puede suceder con cada uno de los ocho haces difractados originalmente por la matriz de aluminio. Si consideramos a estos haces como posibles fuentes de doble difracción, se obtiene el diagrama completo de la Figura IV.24 (c).

Estos efectos de doble difracción que dan origen a desdoblamientos múltiples en los diagramas de difracción, son muy comunes también cuando la lámina delgada está recubierta por alguna capa de óxido, o cuando se evapora en su superficie algún otro metal.

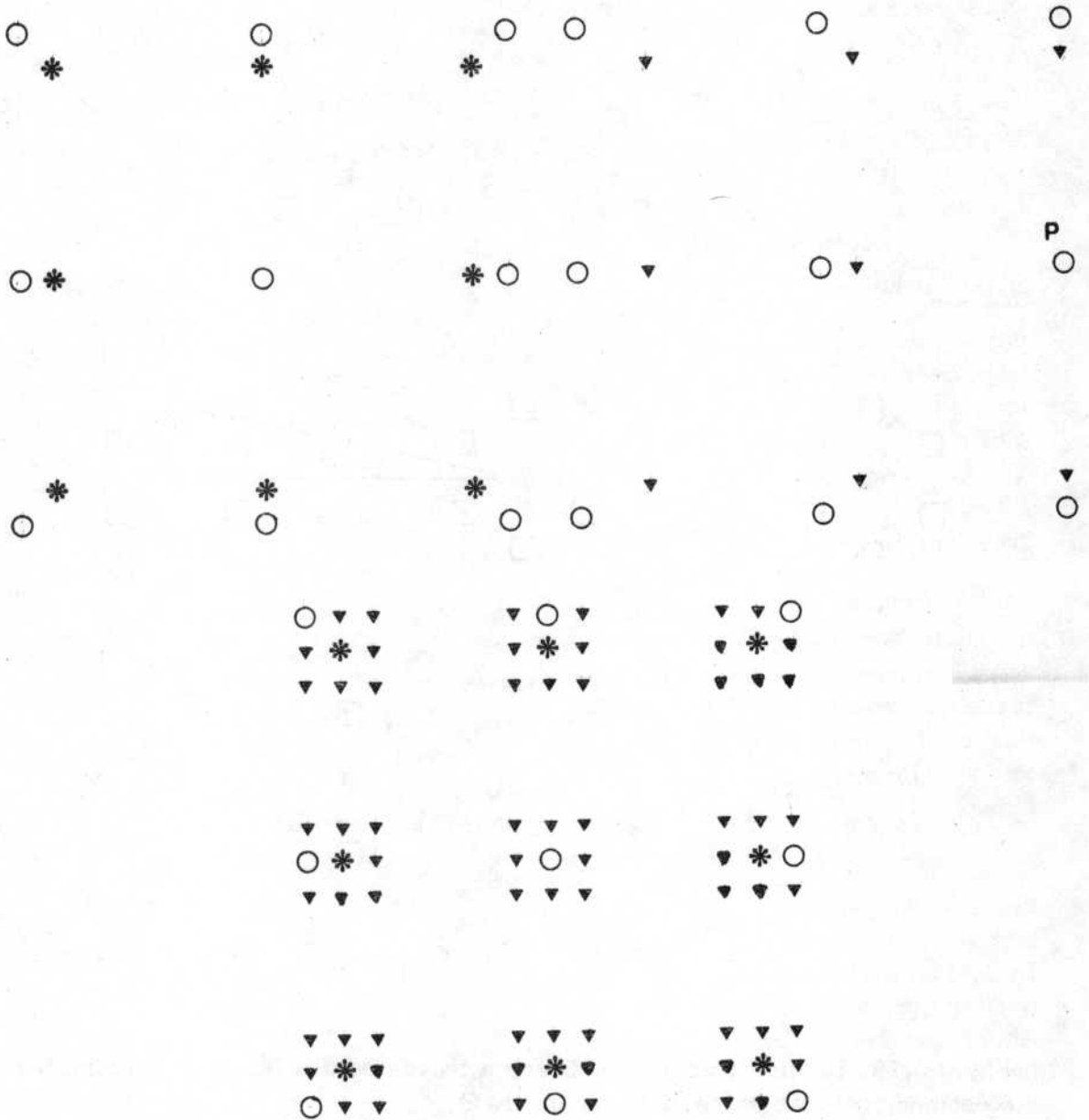


Fig. IV.24. Doble difracción de Bragg en una muestra de Al-Mg-Si en la orientación (001)

a) Reflexiones primarias

o Matriz de Al

* Placas de Mg₂ Si

b) Reflexión doble en la fase Mg₂ Si originadas por el haz P ▼

c) Diagrama completo, si se consideran todas las posibilidades de doble difracción.

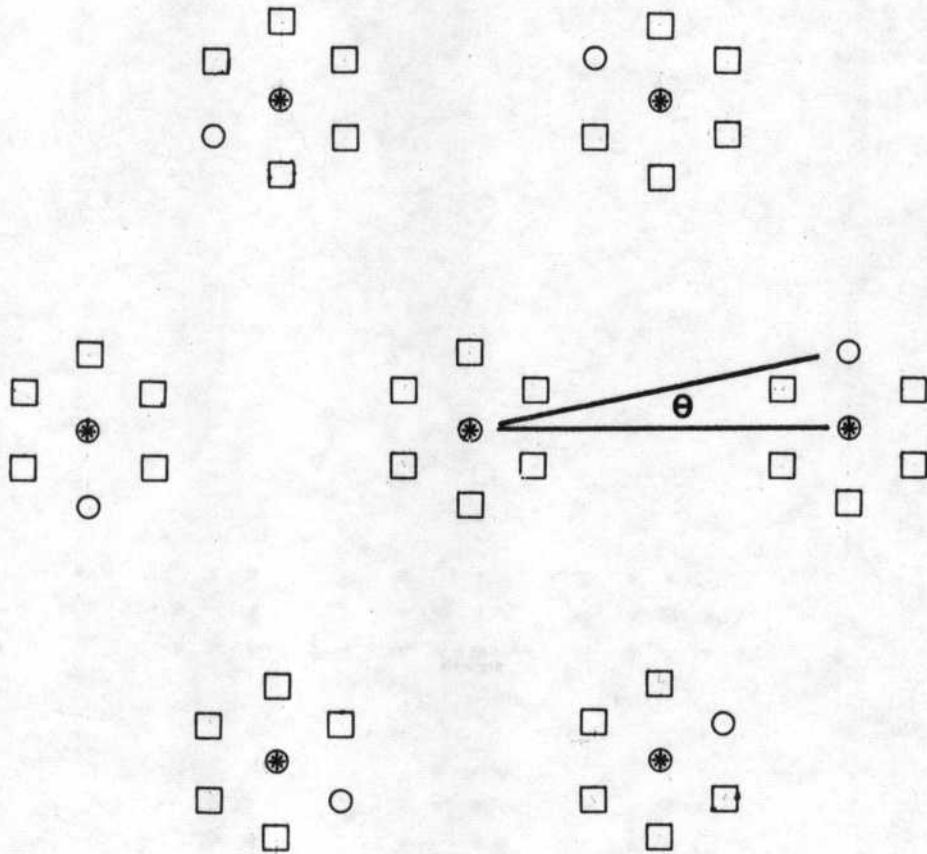


Fig. IV.25. Doble difracción de Bragg a través de dos láminas de cristales idénticos, rotadas entre sí en un ángulo Θ .

- ⊛ cristal 1 ○ cristal 2
- puntos originados por doble difracción

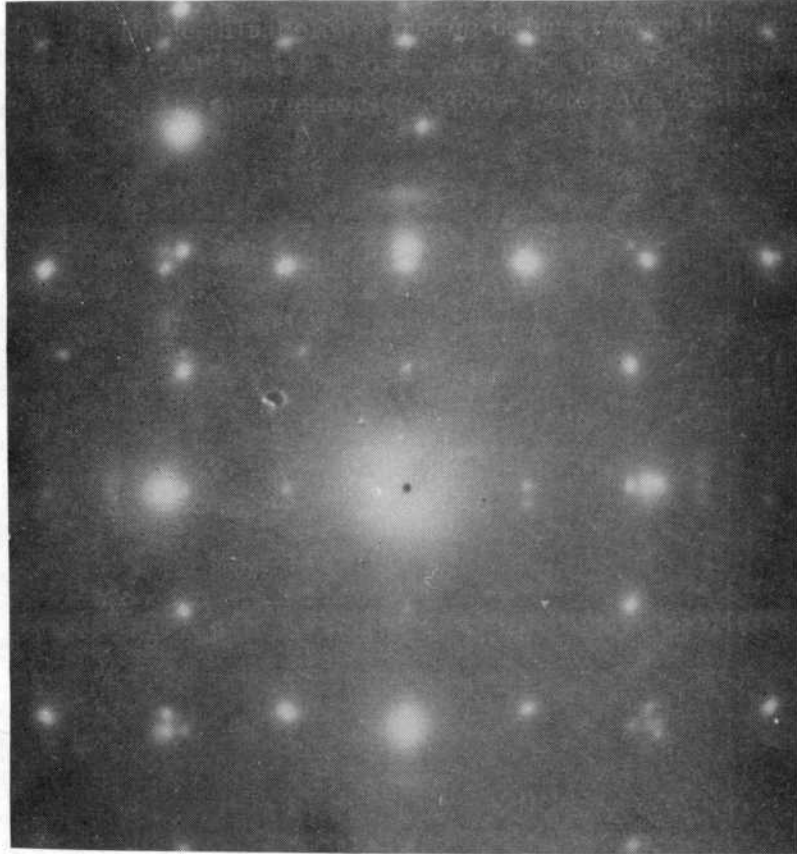


Fig. IV.26. Doble difracción a través de una lámina delgada de una aleación Mg-Li-Al, fase β b.c.c., con precipitados laminares de fase θ Mg Li₂ Al, en orientación (100) - Foto: Ana Alamo.

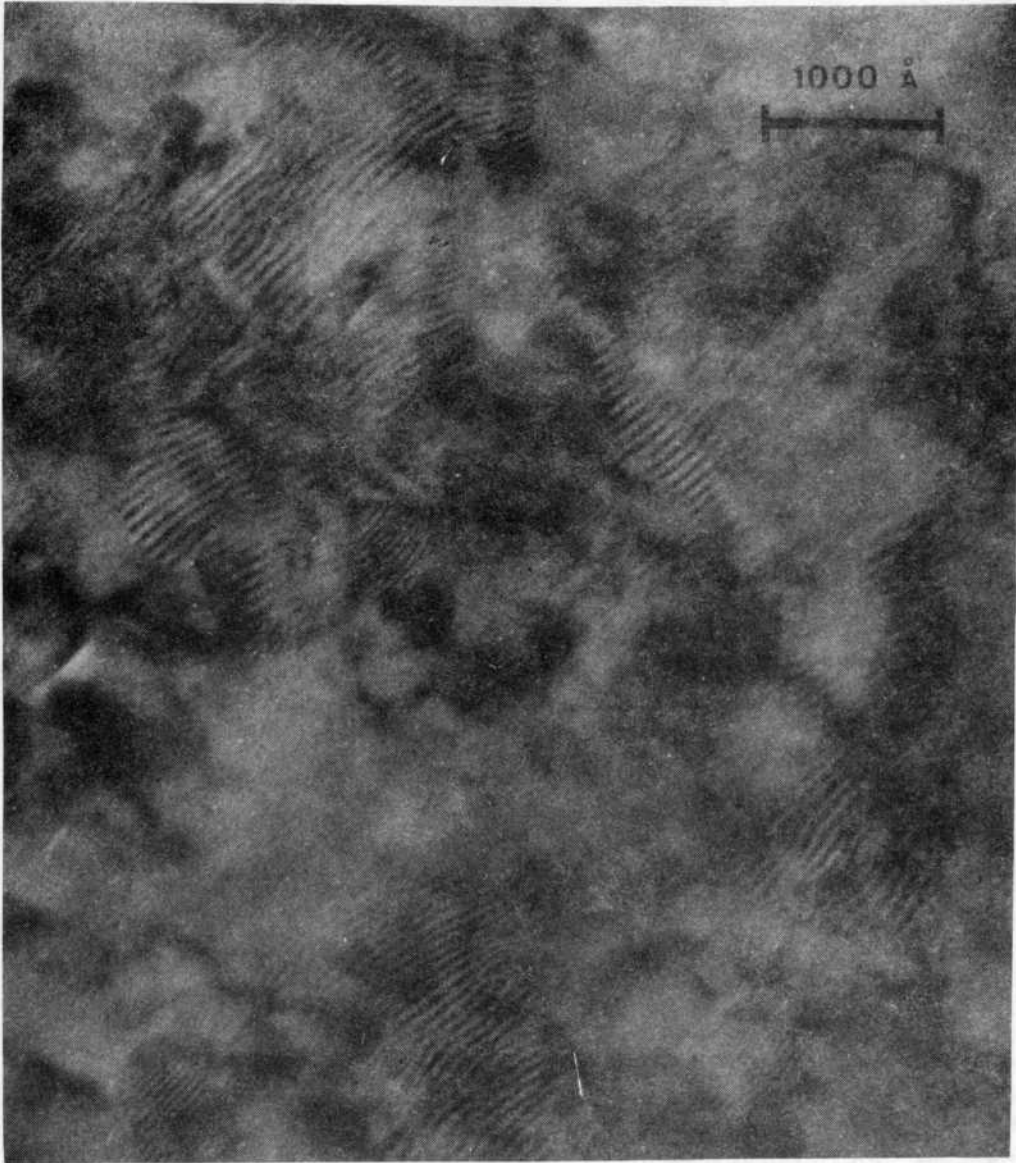


Fig. IV.27. Franjas de Moiré en una aleación de Mg-Li-Al, fase β ,
poniendo en evidencia la presencia de precipitados laminares de la fase
 θ Mg Li₂ Al - Foto: Ana Alamo.

También puede ocurrir doble difracción cuando se superponen dos cristales idénticos, pero rotados en un pequeño ángulo θ . En la Figura IV.25 (a) se muestra el diagrama de difracción de dos láminas delgadas de oro, en la orientación (111), rotadas ligeramente entre sí. Los puntos más chicos corresponden al cristal 1, y los puntos más grandes al cristal 2. Un haz como el P puede ser difractado por el cristal 2, y dar origen al punto P'. Considerando todos los 6 puntos del cristal 1 como fuentes de doble difracción por el cristal 2, se obtiene un diagrama final como el indicado en la Figura IV.25 (b).

La importancia de la interpretación correcta de estos diagramas complejos se verá más adelante, sección VI.1.2., cuando se estudie la formación de franjas de Moiré.

V. CONTRASTE DE DEFECTOS CRISTALINOS SEGUN LA TEORIA CINEMATICA .

V.1. CALCULO DE LA INTENSIDAD DIFRACTADA POR UN CRISTAL PERFECTO. APROXIMACION DE LA COLUMNA .

Habíamos visto que la intensidad difractada por un cristal era apreciable cuando éste estaba orientado cerca de la posición de Bragg, siendo los ángulos de difracción muy pequeños, del orden de 10^{-2} radianes. Como las láminas observadas son generalmente muy delgadas, la distancia entre el haz incidente y el difractado en la parte inferior de la lámina, es del orden de algunos Å, valor comparable con las distancias interatómicas.

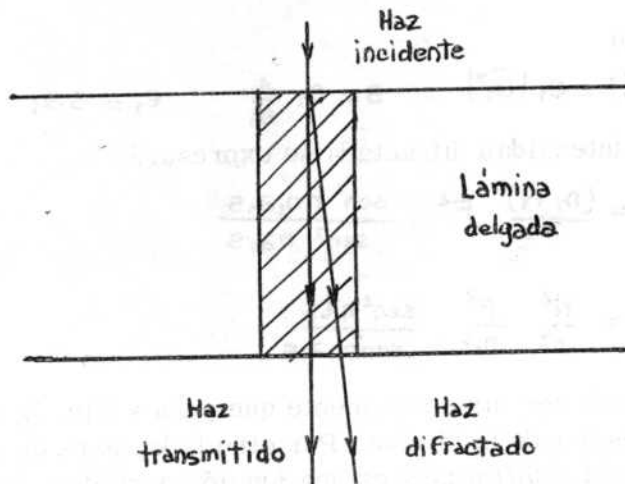


Figura V.1

Por su parte el haz de electrones incide casi perpendicularmente



Fig. V.4. Franjas de igual inclinación en una lámina delgada de cobre ligeramente doblada - Foto: A.A. Pochettino.

Figura V.3. La posición de estas franjas, no depende de s , y por lo tanto no cambian de lugar al girar la muestra alrededor de algún eje. Estas franjas son semejantes a las líneas de nivel en un mapa, y a lo largo de cada franja el espesor de la lámina es constante.

- b/ Observación de la intensidad difractada por una lámina curva, pero de espesor constante. En este caso t es fijo, pero el valor de s varía continuamente, dando lugar a un nuevo sistema de franjas denominadas de igual inclinación. A lo largo de una de estas franjas el valor del parámetro s es constante, Figura V.4.

Digamos que en general éste es un contraste parásito que tendrá que evitarse al máximo cuando se observa una lámina delgada. De aquí la importancia de una correcta preparación y un cuidadoso manipuleo de las muestras cristalinas para microscopía electrónica. Cualquier deformación, por pequeña que sea, introducirá estas franjas que dificultarán la observación e interpretación de las imágenes observadas.

La expresión V.2 merece un último comentario. Cuando s tiende a cero, la intensidad difractada tiende a infinito lo que es físicamente absurdo. A medida que se va alcanzando la posición de Bragg, $s = 0$, la intensidad difractada se hace cada vez más grande, y ya no puede considerarse despreciable frente al haz incidente. Es decir que para $s \rightarrow 0$ la hipótesis básica de la teoría cinemática no se cumple, y las expresiones deducidas en base a la misma dejan de ser válidas.

V.2. APROXIMACION DE DOS HACES

Dado que la expresión V.2 es una aproximación, y puesto que α_1 y s son siempre pequeños, se puede reemplazar

$$\text{sen } \pi \alpha_1 s \rightarrow \pi \alpha_1 s$$

con lo cual

$$\begin{aligned} I_g &= \frac{N^2}{r^2} \frac{F^2}{n^2} \frac{\text{sen}^2 \pi t s}{(\pi \alpha_1 s)^2} \\ &= \frac{N^2}{r^2} F^2 \frac{\text{sen}^2 \pi t s}{(\pi t s)^2} \end{aligned}$$

Si de aquí en adelante consideramos siempre la intensidad difractada a la unidad de distancia

$$I_g = (NF)^2 \frac{\text{sen}^2 \pi t s}{(\pi t s)^2} \quad (\text{V.3})$$

Llamando

$$t_{g_0} = \frac{t}{NF}$$

resulta finalmente

$$I_g = \frac{\text{sen}^2 \pi t s}{(\pi t_{g_0} s)^2} \quad (\text{V.4})$$

Ahora bien, siempre es posible orientar el cristal de tal manera que exista un solo haz difractado fuerte. En este caso tenemos dos haces que atraviesan la lámina, el transmitido de intensidad I_T , y el único difractado, de intensidad I_g , de manera que

$$I_T + I_g = 1$$

Es decir que la imagen de campo claro (haz transmitido) también presenta en esta aproximación las mismas características que la de campo oscuro (haz difractado). Una lámina en forma de cuña presenta franjas de igual espesor, y una lámina doblada franjas de igual inclinación, pero éstas son complementarias de las correspondientes a campo oscuro: a máximos de intensidad corresponden mínimos, y viceversa. Pero siempre será necesario tener en cuenta que estos resultados son consecuencia de las aproximaciones de la teoría cinemática. La teoría no se puede aplicar en las condiciones exactas de Bragg, pero para valores de $s \gg 0$ o permite describir las características principales del contraste que presentan ciertos defectos cristalinos.

V.3. CONSTRUCCION DE FRESNEL. DIAGRAMA FASE-AMPLITUD

Habíamos visto ya cómo la aproximación llamada de la columna permitía calcular la intensidad difractada por un cristal perfecto. Pero donde esta aproximación resulta verdaderamente útil es en el cálculo de la intensidad difractada por un cristal que contiene algún tipo de defectos o deformaciones. En este caso las condiciones de difracción varían localmente dentro de la lámina, y la aproximación de la columna nos provee un método de cálculo sencillo y rápido.

Retomemos la ecuación que nos daba la amplitud difractada por un cristal

$$A = \frac{F}{r} \sum_{n, n_1, n_2} e^{2\pi i (\vec{k}' - \vec{k}) \cdot \vec{r}_{n, n_1, n_2}}$$

La amplitud difractada por una columna solamente será

$$A = \frac{F}{r} \sum_i e^{2\pi i (\vec{k}' - \vec{k}) \cdot \vec{r}_i}$$

donde \vec{r}_i es un vector que describe la posición de las celdas a lo largo de la columna considerada. Recordando que

$$\vec{k}' - \vec{k} = \vec{g} + \vec{s} \quad (\vec{k}' - \vec{k}) \cdot \vec{r}_i = (\vec{g} + \vec{s}) \cdot \vec{r}_i = \text{entero} + \vec{s} \cdot \vec{r}_i$$

resulta

$$A = \frac{F}{r} \sum_i e^{2\pi i \vec{s} \cdot \vec{r}_i} = \frac{F}{r} \sum_i e^{2\pi i s z_i}$$

donde z_i es la coordenada que describe la profundidad de las distintas celdas a lo largo de la columna, tomando como origen el centro de la lámina, Figura V.5.

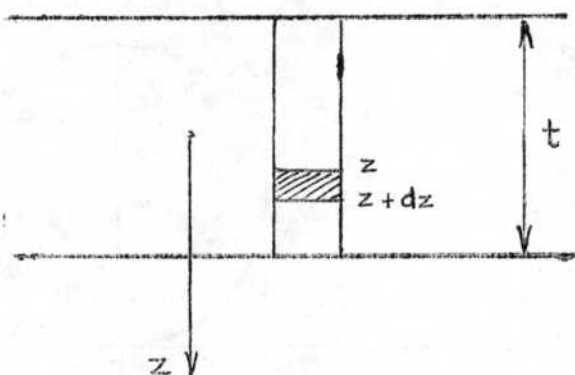


Figura V.5

Si se considera a la columna como una sucesión continua de celdas difractantes

$$A = \frac{F}{r} \frac{1}{t} \int_{-\frac{t}{2}}^{\frac{t}{2}} e^{2nisz} dz \quad (V.5)$$

La amplitud difractada se calcula entonces integrando esta expresión para cada una de las columnas que componen el cristal, conociendo la variación de \$s\$ introducida por el defecto para cada una de ellas, en función de la profundidad \$z\$.

Si el cristal es perfecto

$$A = \frac{F}{r} \frac{1}{t} \int_{-\frac{t}{2}}^{\frac{t}{2}} e^{2nisz} dz = \frac{F}{r} \frac{\text{sen } nts}{nts} e^{inst} \quad (V.6)$$

y la intensidad difractada por lo tanto

$$I_g = \frac{F^2}{r^2} \frac{\text{sen}^2 nts}{(nts)^2} \quad (V.7)$$

que es la expresión V.3 obtenida anteriormente.

La construcción de Fresnel es una manera gráfica de resolver la integral V.5 que nos da la contribución de todos los elementos \$(z, z+dz)\$ a lo largo de la columna. En efecto, ésta se puede considerar como una suma de vectores en el campo complejo, del tipo

$$r e^{i\theta}$$

donde el módulo es \$dz\$, y el argumento \$2nsz\$. A partir de un punto \$o\$ tomado como origen del plano complejo se trazan los sucesivos vectores de módulo \$dz\$, y argumento creciente \$2nsz\$ hacia la derecha, y decreciente \$-2nsz\$ hacia la izquierda, Figura V.6.

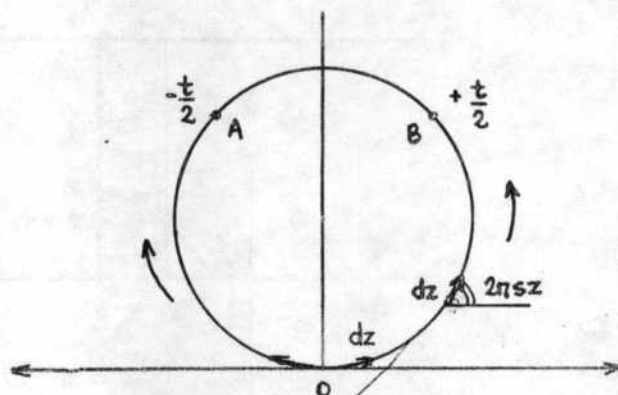


Figura V.6

Se obtiene así un polígono regular, que para $dz \rightarrow 0$, se convierte en un círculo cuya circunferencia es igual a $1/s$. En efecto, éste es el valor de z para el cual el argumento es 2π . El radio de esta circunferencia es por lo tanto

$$\frac{1}{2\pi s}$$

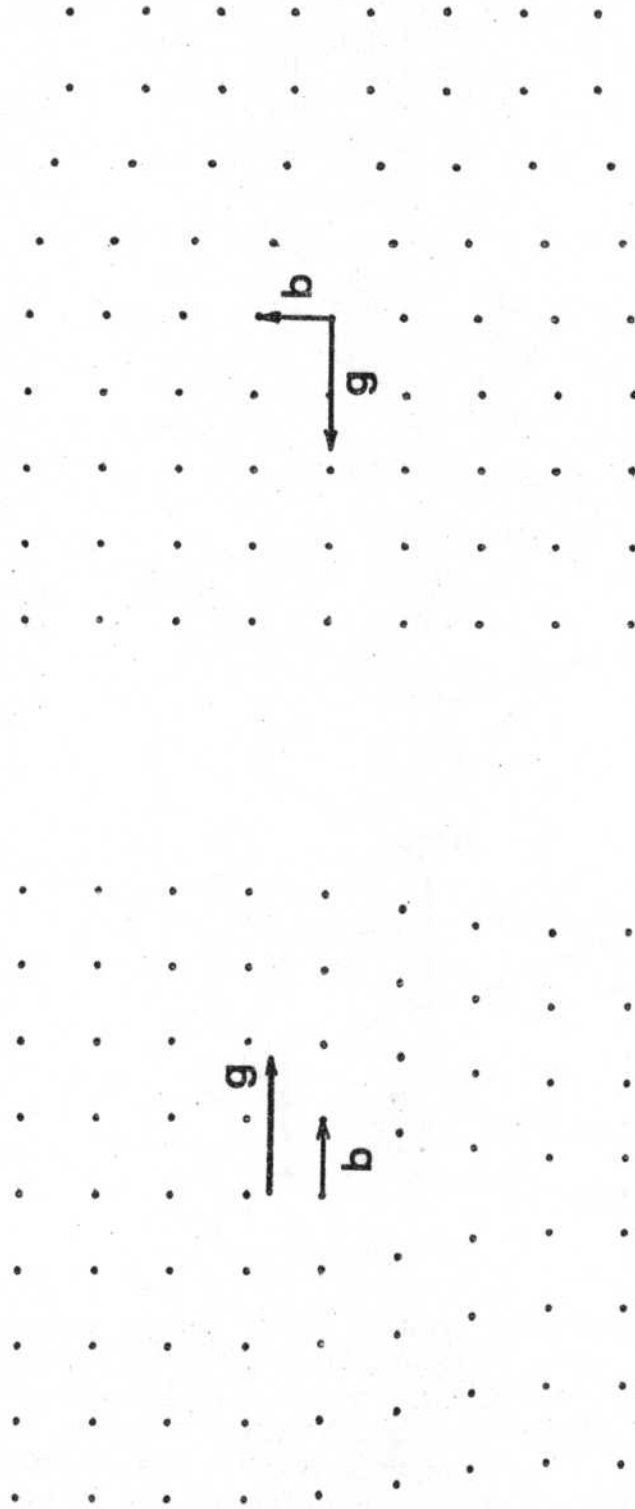
La integración se realiza hasta los valores de $z = \pm t/2$. La intensidad difractada por la columna es proporcional al cuadrado de la longitud del vector AB que une los puntos de abscisa curvilínea $-t/2$ con el punto $+t/2$. Este es el llamado diagrama de fase-amplitud, de gran utilidad en los casos de cristales que contienen defectos, como veremos luego. Para un cristal perfecto, este diagrama predice la periodicidad de la intensidad difractada con el espesor de la lámina, como habíamos visto en la sección V.I. En efecto, la longitud del vector AB no cambia si el valor de z se incrementa en una longitud de circunferencia, o sea $1/s$ (franja de igual espesor). De la misma manera se puede demostrar la variación de la intensidad difractada con s (franja de igual inclinación).

V.4. CALCULO DE LA INTENSIDAD DIFRACTADA POR UN CRISTAL QUE CONTIENE DEFECTOS,

V.4.1. Origen del contraste

Los defectos cristalinos son visibles al microscopio electrónico como resultado de la deformación de los planos difractantes en la vecindad de los mismos. En la figura V.7 se muestra el caso de una dislocación de borde. Se puede ver que los planos sufren pequeñas rotaciones de sentido opuesto a ambos lados de la dislocación. Esto significa que de un lado el cristal está girado hacia la posición de reflexión de Bragg (menor intensidad transmitida), y del otro estará más alejado de la posición de reflexión (mayor intensidad transmitida).

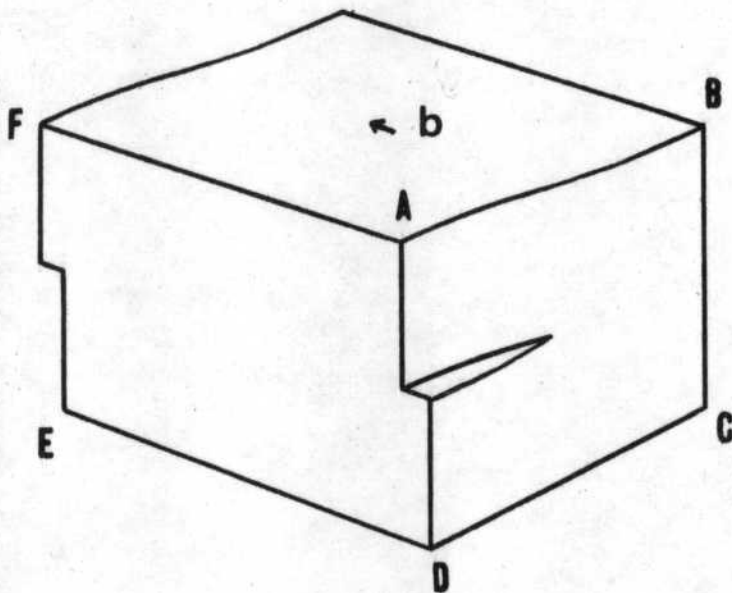
Se ve que mediante este simple razonamiento cinemático es posible



(a)

(b)

Fig. V.7. Visibilidad de una dislocación de borde. a) Los planos que están en la posición de reflexión están fuertemente distorsionados por la dislocación, y ésta es por lo tanto visible - b) Los planos difractantes en este caso no están distorsionados, y la dislocación no es visible en esta orientación.



DISLOCACION DE HELICE

Fig. V.8. Visibilidad de una dislocación de hélice. Si los planos del tipo ABCD están en posición de reflexión, las distorsiones originarán fuertes variaciones en la intensidad transmitida, y la dislocación será visible. En cambio si los planos de tipo ADEF están orientados cerca de la posición de Bragg, no habrá ningún contraste, puesto que los desplazamientos producidos por la dislocación son paralelos a los mismos.

predecir que una dislocación puede producir un contraste. Igualmente se puede ver que la imagen de una dislocación no necesariamente coincide con ésta, sino que puede estar a uno u otro lado de la dislocación, dependiendo de la orientación del cristal respecto de la posición de reflexión. También es posible observar dos imágenes simultáneas de una misma dislocación, si es que dos familias de planos difractan simultáneamente.

Por otro lado, dado que los desplazamientos atómicos que resultan de la presencia de una dislocación están dirigidos en la dirección del vector de Burgers \vec{b} , los planos que contienen este vector no están muy deformados en las cercanías de la dislocación. Por lo tanto la dislocación será invisible (no ha contraste) si el cristal está en la posición de difracción para estos planos, ver Figura V.7 (b). Matemáticamente esta condición se expresa mediante

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

donde \vec{g} es el vector de la red recíproca correspondiente a los planos difractantes. Para una dislocación de hélice, valen las mismas consideraciones. Una dislocación de hélice tiene su vector de Burgers paralelo al eje de la hélice, como se muestra en la Figura V.8. Los planos más distorsionados son los del tipo ABCD en la figura. Si el cristal está orientado de manera que estos planos difracten fuertemente, habrá grandes variaciones locales en la intensidad transmitida, y la dislocación será por lo tanto visible. En cambio si los planos del tipo ADEF en la figura son los que están orientados cerca de la posición de Bragg, no habrá ningún contraste, puesto que los desplazamientos producidos por la dislocación son paralelos a los mismos. Una vez más volvemos a insistir en que el conocimiento de las condiciones de difracción es fundamental para la interpretación de las imágenes en un microscopio electrónico.

De una manera general, si un defecto cualquiera introduce un desplazamiento \vec{R} (\vec{r}_i) en la celda situada en la posición \vec{r}_i la amplitud difractada será

$$A = \frac{F}{r} \sum_i e^{2\pi i (\vec{g} + \vec{s}) \cdot (\vec{r}_i + \vec{R})}$$

que se reduce, teniendo en cuenta que $\vec{s} \cdot \vec{R}$ es pequeño

$$A = \frac{F}{r} \sum_i e^{2\pi i (\vec{g} \cdot \vec{R} + \vec{s} \cdot \vec{r}_i)}$$

Reemplazando en la columna la suma por una integral

$$A = \frac{F}{r} \int_{-\frac{1}{2}}^{\frac{1}{2}} e^{i\alpha(z)} e^{2\pi i sz} dz \quad (V.8)$$

donde

$$\alpha(z) = 2\pi \vec{g} \cdot \vec{R}(z) \quad (V.9)$$

es el desfase introducido por el defecto en la columna considerada.

V.4.2. Contraste de fallas de apilamiento

Consideremos un apilamiento compacto de átomos, supuestas esferas rígidas. Estos se disponen según un cierto plano, que llamaremos de tipo A, de la manera compacta representada en la Figura V.9. Este plano puede representar un plano (111) de una estructura cúbica de caras centradas, o un plano (0001) de una estructura hexagonal compacta.

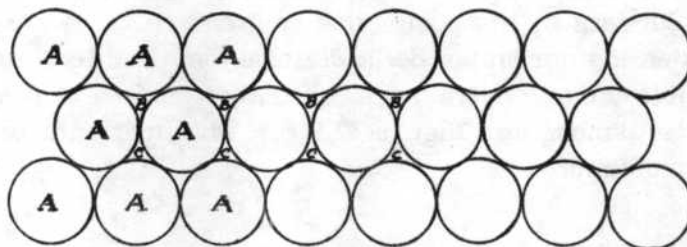


Figura V.9

Existen dos maneras de agregar átomos al plano A mencionado para obtener un cristal periódico :

- Sobre el plano A se puede colocar otro plano en el cual los átomos estén situados en las posiciones llamadas B, y a continuación un plano de tipo C, como se indica en la Figura 9. El apilamiento se describe mediante la secuencia

ABCABCABC

que corresponde a una estructura cúbica de caras centradas.

- De la misma manera se puede colocar un plano de tipo B, sobre el plano original A, a continuación otro plano de tipo A, y así sucesivamente. El apilamiento resultante es

ABABAB

que describe una estructura hexagonal compacta.

Ahora bien, una falla de apilamiento es una irregularidad en la sucesión de planos atómicos del cristal. Por ejemplo en la estructura cúbica de caras centradas puede ocurrir que falte en algún lugar del cristal un plano entero de tipo B

..... ABC A ↓ CABC

El apilamiento sigue siendo compacto, pero en el lugar indicado por la flecha existe una discontinuidad en el apilamiento. Este tipo de defecto

puede producirse por el aglomerado de vacancias existentes en el cristal, y constituye una falla de apilamiento de tipo intrínseco.

De la misma manera puede existir un plano extra de tipo B entre dos planos sucesivos A y C



Esta falla de apilamiento, llamada extrínseca, puede producirse por la condensación de intersticiales que forman así un plano extra entre dos planos compactos A y C. Los mismos tipos de defectos pueden presentarse en la estructura hexagonal compacta.

En cualquiera de los casos mencionados, el cristal sigue siendo perfecto, tanto a la derecha como a la izquierda de la falla. Esta se puede considerar como la superficie límite que separa una porción de cristal perfecto, de otra porción igualmente perfecta, pero desplazada respecto de la anterior en un cierto vector \vec{R} . En el sistema fcc este vector \vec{R} es uno de los vectores que llevan una posición de tipo A a una de tipo B, una B a una C, etc., y es del tipo

$$\vec{R} = \frac{a}{6} \langle 112 \rangle \quad a: \text{parámetro de red}$$

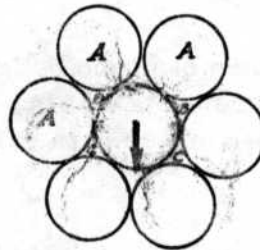


Figura V.10

Veamos entonces cual es el contraste que predice la teoría cinemática para un cristal que contiene este tipo de defecto.

V.4.2.1. Contraste de una falla paralela a las superficies de la lámina.

Consideremos primero una falla paralela a las superficies de la lámina, situada a una profundidad t_1 , Figura V.11.

La amplitud difractada por una columna de la lámina será

$$A = \int_0^{t_1} e^{2\pi i s z} dz + e^{-i\alpha} \int_{t_1}^{t_1+t_2} e^{2\pi i s z} dz$$

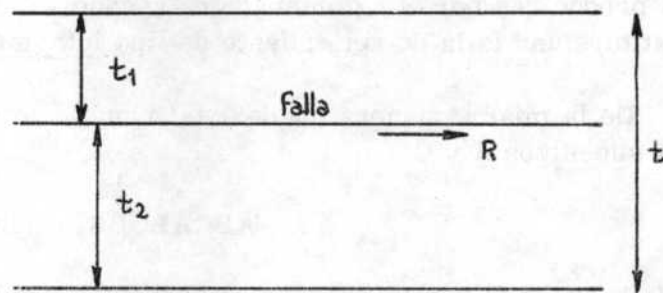


Figura V.11

donde no hemos puesto explícitamente el factor de estructura F ni la distancia r . El desfase α está dado por

$$\alpha = 2\pi \vec{g} \cdot \vec{R}$$

Llamando

$$u = \frac{1}{2}(t_1 - t_2) \quad t = t_1 + t_2$$

y calculando la integral, resulta

$$I_g = |A|^2 = \frac{1}{\pi^2 s^2} \left\{ 1 - \cos(\alpha + nst) \cos nst + [\cos(\alpha + nst) - \cos nst] \cos 2\pi s u \right\} \quad (V.10)$$

Para $u=0$, falla en el medio de la lámina, la intensidad difractada se repite cuando t se incrementa en $2/s$, (incremento de $1/s$ para t_1 y t_2). También se puede demostrar que para t fijo, la periodicidad en t_1 o t_2 es $1/s$.

Es interesante calcular la diferencia ΔI_g (contraste) entre la intensidad difractada por una columna que contiene a la falla, y otra que no la contiene (porción de cristal perfecto). Esta última estaba dada por (V.7),

$$I_g = \frac{\sin^2 nts}{(nts)^2}$$

La diferencia entre (V.10) y (V.7) se puede expresar

$$\Delta I_g = \frac{4}{\pi s^2} \sin nst_1 \sin nst_2 \sin\left(\frac{\alpha}{2} + 2nst\right) \sin \frac{\alpha}{2} \quad (V.11)$$

Se deduce inmediatamente que :

- El contraste ΔI_g es el mismo a lo largo de toda la superficie del defecto.
- Cualquiera que sea la posición del defecto, el contraste es nulo para

$$\frac{\alpha}{2} + 2nst = n\pi \quad n : \text{entero}$$

- Cualquiera que sea la posición del defecto, el contraste es máximo para

$$\frac{\alpha}{2} + 2nst = \left(n + \frac{1}{2}\right)\pi$$
- El contraste varía con la profundidad a la cual se encuentra la falla.
- El contraste depende de s , pero no cambia con el signo del mismo. Es decir que si una franja de igual inclinación atraviesa el defecto, la imagen del mismo no cambia de signo.
- Las intensidades transmitida y difractada son complementarias, es decir que el contraste en campo oscuro es complementario del observado en campo claro.

V.4.2.2. Diagrama fase - amplitud

El diagrama fase amplitud se construye fácilmente. La integración entre 0 y t_1 se realiza de la misma manera que para un cristal perfecto. El punto correspondiente a t_1 se sitúa en algún lugar de la circunferencia de radio $1/2ns$. La segunda parte de la integración se realiza de la misma manera, pero teniendo en cuenta que a los argumentos correspon-

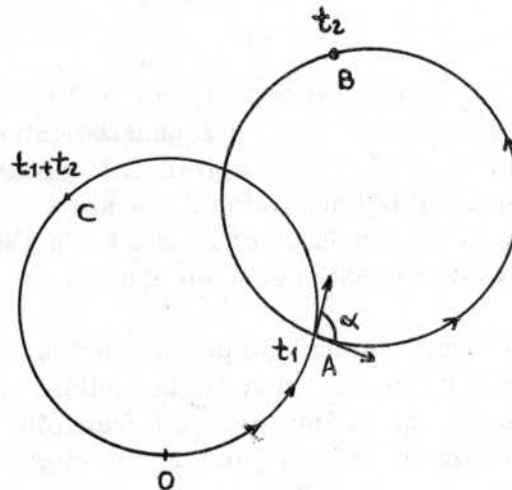


Figura V.12

dientes deberá restarse el ángulo de desfase α , Figura V.12. El punto correspondiente a t_2 se situará sobre algún lugar de otra circunferencia, también de radio $1/2ns$, pero rotada a partir de la primera en el ángulo α . Si no existiera este desfase la integración se habría continuado hasta llegar a un punto como el C en la primera circunferencia. Entonces OC representa la amplitud difractada por un cristal perfecto, y OB la correspondiente a un cristal con la falla de apilamiento. En este diagrama están implícitas todas las propiedades de la intensidad difractada que hemos mencionado. Por ejemplo se ve fácilmente que si t_1 o t_2 se aumenta en $1/s$ la amplitud difractada vuelve a ser la misma.

V.4.2.3. Contraste de una falla inclinada

Es muy fácil ver ahora cual sería el contraste de una falla inclinada con respecto a la superficie de la lámina. Hemos visto que la intensidad difractada era función de la profundidad de la falla dentro de la lámina. Para una falla inclinada esta periodicidad en la profundidad originará una serie de franjas paralelas a la intersección del defecto y la superficie superior de la lámina. Figura V.13.

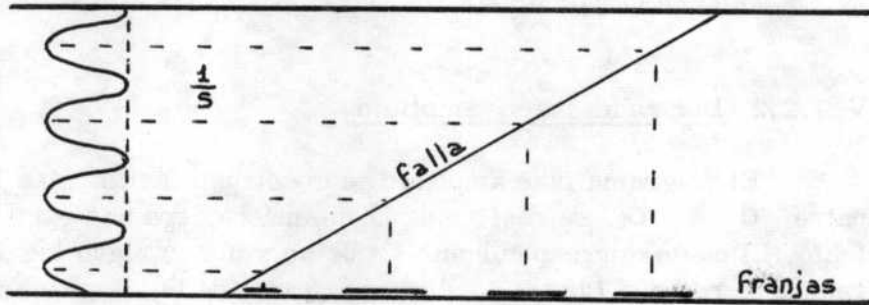


Figura V. 13

Un cambio en el valor de s , como el originado por ejemplo, por una curvatura de la lámina, varía el espaciado entre franjas. Existen numerosas observaciones de fallas de apilamiento al microscopio electrónico, principalmente en metales fcc, y efectivamente sus imágenes presentan las franjas predichas por la teoría cinemática. En la Figura V.14 se muestran fallas de apilamiento de tipo extrínseco en una lámina delgada de cobre.

Nótese que la intensidad de las franjas no es la misma para distintas profundidades del defecto dentro de la lámina. Este es un efecto predicho solamente por la teoría dinámica de la difracción, no previsto en el esquema simplificado utilizado en la deducción anterior.

Consideremos finalmente el caso de dos fallas superpuestas, ambas paralelas a la superficie de la lámina, Figura V.16.

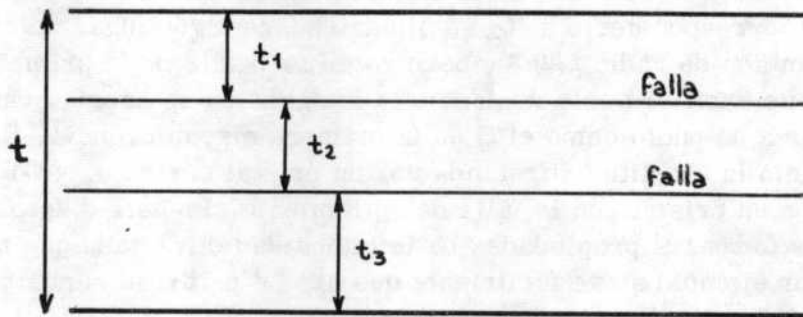


Figura V. 16

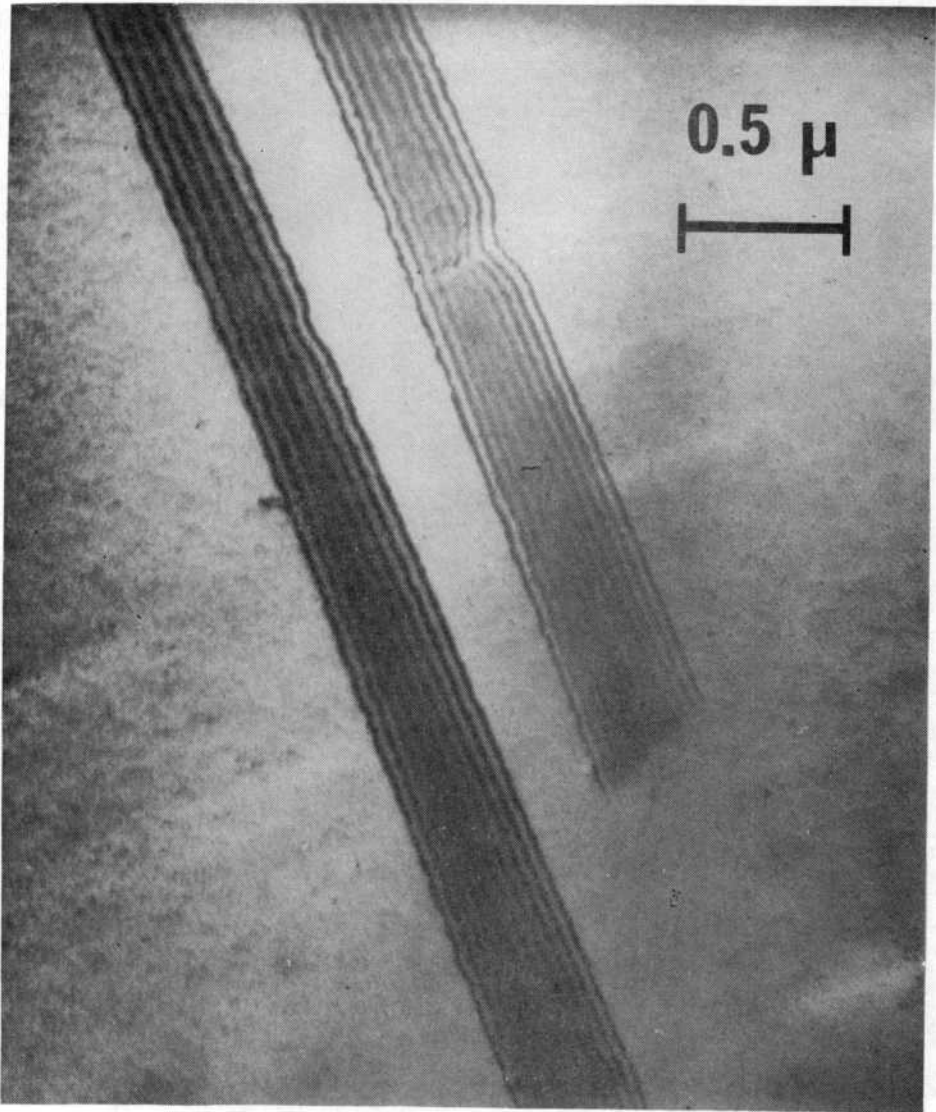


Fig. V.14. Fallas de apilamiento de tipo extrínseco en una lámina delgada de cobre.

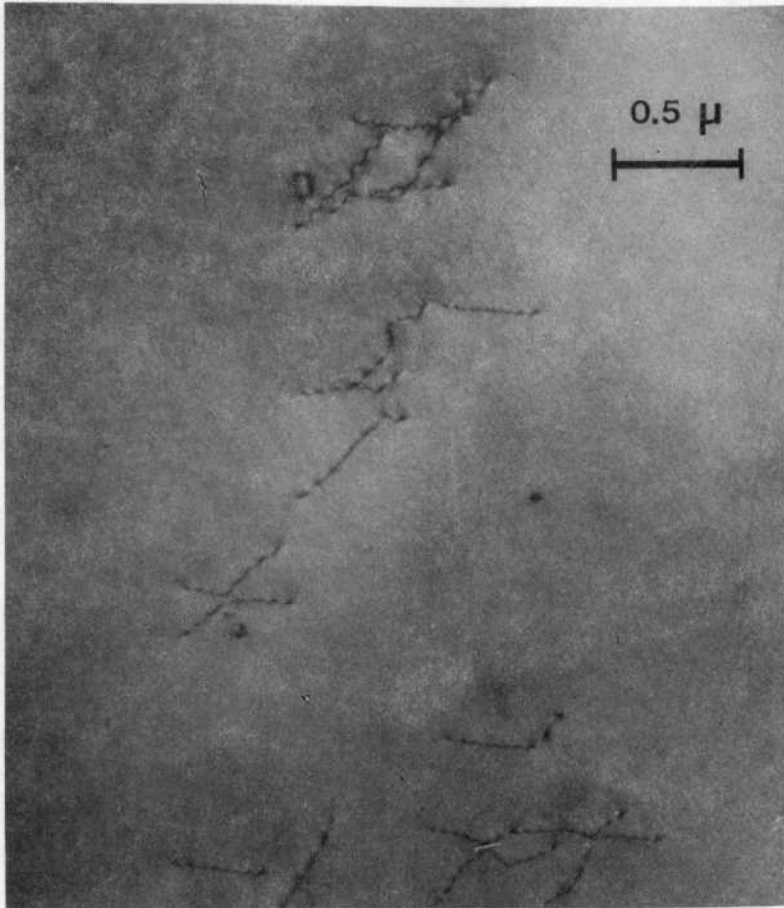


Fig. V.15. Dislocaciones en una lámina delgada de aluminio. Nótese el contraste oscilante de la imagen con la profundidad de la dislocación dentro de la lámina - Foto: A.A.Pochettino.

El diagrama fase amplitud se construye, como antes, partiendo desde el origen O de una primera circunferencia de radio $1/2nS$, hasta un cierto punto A, de abscisa curvilínea t_1 , luego pasando a otra circunferencia rotada en α_1 respecto de la primera. Después de describir una longitud curvilínea t_2 hasta llegar a un punto B, la integración termina en un punto C sobre una tercera circunferencia rotada en α_2 , respecto de la segunda. La intensidad difractada es proporcional al cuadrado de la longitud del segmento OC, y se puede ver que varía periódicamente con t_1 , t_2 y t_3 . Se puede verificar también que si

$$\alpha_1 = -\alpha_2$$

el contraste es distinto al de un cristal perfecto sin fallas.

V.4.3. Contraste de dislocaciones

Las dislocaciones son defectos lineales que dan origen a fenómenos de contraste muy característicos, que son el resultado de la deformación de los planos difractantes en sus vecindades. No entraremos aquí en los detalles de la teoría de dislocaciones, que puede consultarse en los textos corrientes, sino que nos limitaremos a una descripción geométrica de las mismas, para poder visualizar más fácilmente el contraste al que dan lugar.

Dislocación de Hélice : Consideremos un cristal cúbico simple, y una recta paralela a la dirección (100) del mismo. Si efectuamos un corte según una superficie que contiene a la recta, y desplazamos una de las caras según una traslación \vec{b} de la red paralela a la dirección (100), Figura V.8, obtenemos una dislocación de hélice paralela a la misma dirección, llamada así pues el conjunto de planos (100) perpendiculares a \vec{b} se transforma en una rampa helicoidal. Más generalmente, una dislocación de hélice es una dislocación paralela a su vector desplazamiento \vec{b} , llamado también vector de Burgers de la dislocación.

Dislocación de Borde : Consideremos nuevamente un cristal cúbico simple y una recta paralela a una dirección (100). Si efectuamos un corte según un plano que contiene a la recta, y agregamos un plano extra entre las dos superficies, tendremos una dislocación de borde. El desplazamiento \vec{b} , o vector de Burgers, es perpendicular a la línea de dislocación.

Deslizamiento : Consideremos un cristal y un plano atómico P, y supongamos que queremos desplazar la parte superior del cristal respecto de la inferior sobre este plano P, en una cantidad \vec{b} . Esto puede hacerse tando desplazando las dos mitades del cristal en \vec{b} , como moviendo una dislocación de vector de Burgers \vec{b} contenido en el plano P de un extremo al otro del cristal.

El plano P se llama plano de deslizamiento de la dislocación.

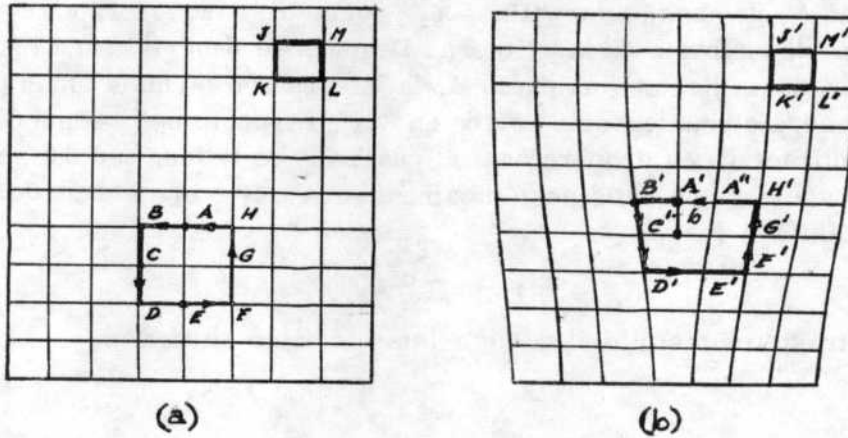


Figura V.17

Por lo tanto una dislocación en el interior de un cristal define el límite entre la parte del cristal que ha deslizado de la que no ha deslizado. La dislocación puede considerarse igualmente como el límite de un semi-plano atómico extra, o de un semi-plano que ha sido removido.

Consideremos las Figuras V.17 (a) y (b). A una distancia grande de la dislocación los átomos no ocupan exactamente las posiciones que ocupaban en el cristal perfecto, pero las relaciones entre vecinos son exactamente las mismas. A un nodo J del cristal perfecto, se le puede hacer corresponder, por ejemplo, un nodo J' del cristal imperfecto. Se puede igualmente asociar los puntos K y K', L y L', M y M', de manera que los nodos JKLM tienen las mismas relaciones de vecinos que los nodos J'K'L'M'. La zona de cristal donde se puede efectuar esta asociación se llama zona de cristal "bueno".

Cerca de la dislocación, por el contrario, es imposible efectuar tal correspondencia. La zona situada en las vecindades de la dislocación se dice entonces "mala", o en inglés "core".

En la zona "buena", al circuito cerrado JKLM le corresponde el circuito cerrado J'K'L'M'. Consideremos por el contrario, el circuito cerrado ABCDEFGHA que encierra a la dislocación. Su homólogo A'B'C'D'E'F'G'H'A' no es cerrado. Por definición el vector necesario para cerrar este circuito se llama vector de Burgers de la dislocación, y el circuito mencionado es el circuito de Burgers. El sentido del vector de Burgers depende de la convención de orientación de la dislocación y del circuito de Burgers.

El vector de Burgers no depende de la superficie de corte, ni del origen o forma del circuito de Burgers, siempre que éste se efectúe en zonas

"buenas" del cristal. Además el vector de Burgers es el mismo a lo largo de una línea de dislocación dada. Esto es inmediato en una dislocación rectilínea, ya sea de borde o de tornillo. Si tenemos un lazo cerrado de dislocaciones, como el que se indica en la Figura V.18, entonces a segmentos diametralmente opuestos le corresponden iguales vectores de Burgers. Pero

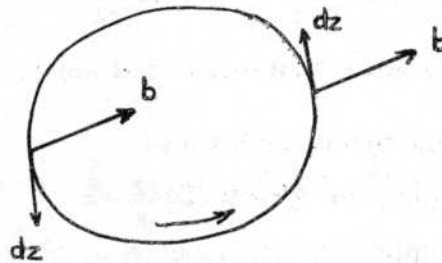


Figura V.18

si elegimos un cierto sentido positivo de circulación, entonces los segmentos dz estarán orientados de la misma manera respecto del sentido de circulación, y se conviene entonces en que los vectores de Burgers tienen sentido contrario.

Digamos finalmente que el vector de Burgers de una dislocación cualquiera puede considerarse como la suma de dos vectores, uno paralelo y uno perpendicular a la línea. El primero se denomina componente de hélice de la dislocación y el segundo es la componente de borde. Una dislocación cuyo vector de Burgers tiene estas dos componentes no nulas, se llama dislocación mixta.

V.4.3.1. Contraste de una dislocación de hélice paralela a la lámina

Consideremos una dislocación de hélice paralela a las superficies de la lámina, coincidente con la dirección oy , Figura V.19.

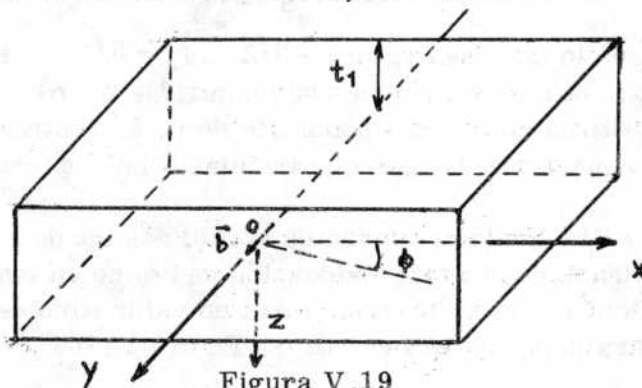


Figura V.19

Sea una columna cualquiera situada sobre el eje x , y un punto de la misma $M(xyz)$. El desplazamiento \vec{R} de cada átomo de la columna está dado por sus componentes

$$R_x = 0 \quad R_z = 0 \quad R_y = b \frac{\phi}{2\pi}$$

o de manera general

$$\vec{R} = \frac{\vec{b}}{2\pi} \operatorname{arctg} \phi = \frac{\vec{b}}{2\pi} \operatorname{arctg} \frac{z}{x} \quad (\text{V.12})$$

donde \vec{b} es el vector de Burgers de la dislocación.

El desfase será entonces

$$\alpha = 2\pi \vec{g} \cdot \vec{R} = \vec{g} \cdot \vec{b} \operatorname{arctg} \frac{z}{x} = n \operatorname{arctg} \frac{z}{x}$$

donde n es siempre un número entero, pues \vec{b} es el vector de Burgers de una dislocación perfecta, y es por lo tanto igual a un período de traslación de la red. La amplitud difractada por una columna de coordenadas (xy) será por lo tanto

$$A = \int_{-t_1}^{t_2} e^{-i\alpha} e^{-2\pi i s z} dz$$

$$A = \int_{-t_1}^{t_2} e^{-in \operatorname{arctg} \frac{z}{x}} e^{-2\pi i s z} dz \quad (\text{V.13})$$

Se puede ver inmediatamente que para $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ la intensidad difractada es la de un cristal perfecto, y por lo tanto no hay contraste, como ya hemos visto en la sección V.4.1. También se puede ver que para valores de x muy grandes respecto del espesor de la lámina, es decir cuando la columna está muy lejos de la dislocación, z/x es una cantidad muy pequeña y puede considerarse nula. La dislocación no produce contraste a distancias alejadas de la misma.

Para x muy pequeño, por el contrario, z/x es muy grande, negativo encima de la dislocación, y positivo por debajo. La magnitud

$$\operatorname{arctg} z/x$$

pasa por lo tanto del valor $-\pi/2$ a $+\pi/2$. El desfase total introducido por la dislocación en sus vecindades es $n\pi$. Se ve también que la amplitud difractada es independiente de y . El contraste es por lo tanto una línea, o una serie de líneas, paralelas a la línea de la dislocación.

El cálculo numérico de (V.13) nos conduce a los perfiles de intensidad difractada por una dislocación de hélice en función de la distancia x de la columna a la dislocación, para un valor dado de s . El cálculo se ha hecho para distintos valores de n , Figura V.20.

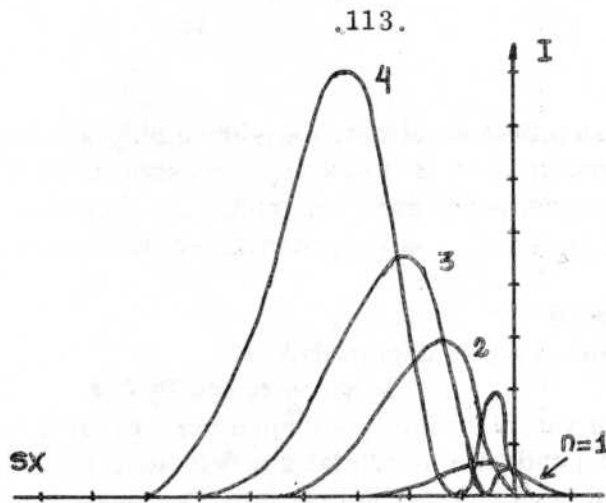


Figura V.20

El ancho de la imagen crece rápidamente con n . En cuanto a la altura de los picos, es necesario notar que las curvas de la Figura V.20 representan el cuadrado de la amplitud A . Para obtener la intensidad real, tal como se vería en la pantalla de un microscopio electrónico, hay que multiplicar esta cantidad por el cuadrado del factor de estructura F para cada valor de n , o sea para cada valor de \vec{g} . Pero F decrece rápidamente con el orden de reflexión \vec{g} . Este hecho conduce a una disminución de la altura de los picos más altos, correspondientes a altos valores de n , haciendo que las intensidades reales de cada pico sean comparables entre sí. También se puede ver que para valores grandes de n , existen dos máximos en la intensidad. En estos casos una única dislocación puede llegar a presentar dos imágenes.

Finalmente, la Figura V.20 muestra que la intensidad difractada no es máxima sobre la dislocación ($x=0$) sino que está situada a un costado de la misma, que depende del signo de s . Por lo tanto la imagen de una dislocación que atraviesa un contorno de extinción, se quiebra al pasar de la zona $s > 0$ o a la zona de $s < 0$, Figura V.21.

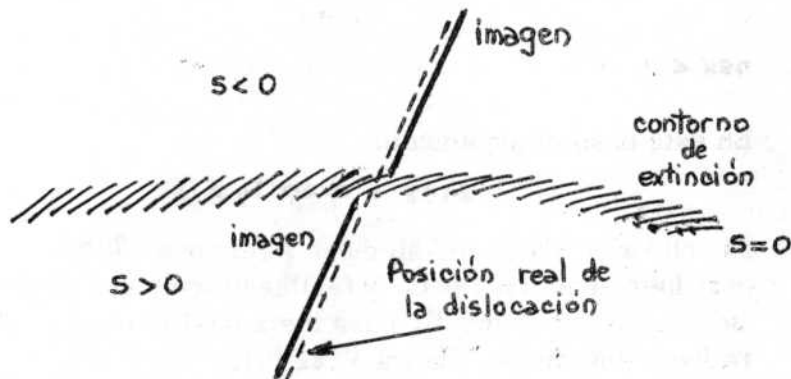


Figura V.21

Las conclusiones obtenidas precedentemente pueden obtenerse también a par-

tir del diagrama fase amplitud. Consideremos la integral V.13 que daba la amplitud difractada por la columna, y construyamos el círculo C_0 de radio $1/2ns$ correspondiente a un cristal sin defectos, Figura V.22. Según el signo de $\vec{g} \cdot \vec{b}$, s y x , pueden presentarse dos casos :

1 / $nsx > 0$

En este caso, el ángulo dado por

$$2\pi sz + n \operatorname{arctg} z/x$$

es, en valor absoluto, siempre mayor que el argumento $2\pi sz$ correspondiente al cristal sin defectos. Entonces el diagrama se desvía hacia el interior del círculo C_0 , y se va arrollando en espiral,

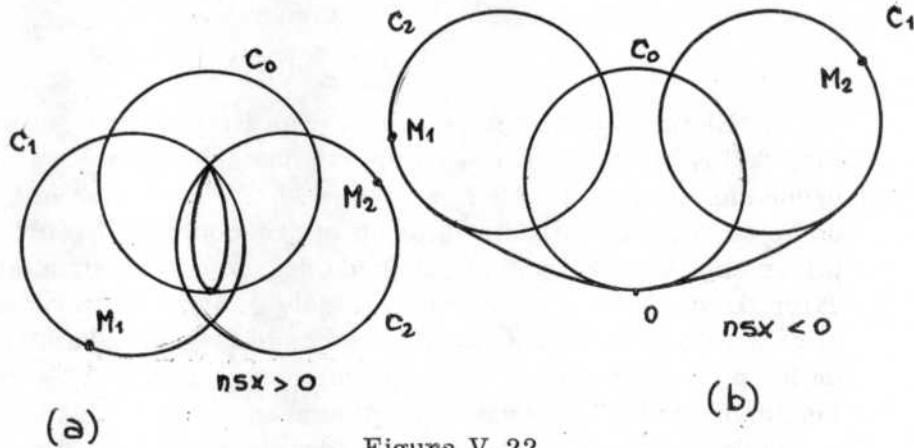


Figura V.22

tal como se indica en la Figura V.22 (a). Se puede demostrar que para z positivo la espiral es asintótica a un círculo C_1 que tiene el mismo radio que el círculo C_0 , y para los z negativos es asintótica a un círculo C_2 . También se puede demostrar que el radio de curvatura de la espiral es menor que el radio de curvatura de C_0 , o sea que la espiral tiende a C_0 desde su interior.

2 / $nsx < 0$

En este caso el argumento

$$2\pi sz + n \operatorname{arctg} z/x$$

es, en valor absoluto, siempre inferior a $2\pi sz$. El diagrama está fuera del círculo C_0 y también forma una espiral que tiende a un círculo asintótico C_1 para los z positivos, y a un círculo C_2 para los z negativos, Figura V.22 (b).

En cualquiera de los dos casos, se pueden deducir todas las propiedades mencionadas de las imágenes de dislocaciones de hélice, estudiando simplemente como varía la amplitud de la onda difractada (segmento $M_1 M_2$)

con los distintos parámetros del cristal. Consideremos por ejemplo una dislocación cuyo diagrama fase amplitud sea el de la Figura V.23 (a). Si la profundidad t_1 a la que se encuentra la dislocación aumenta, consecuentemente

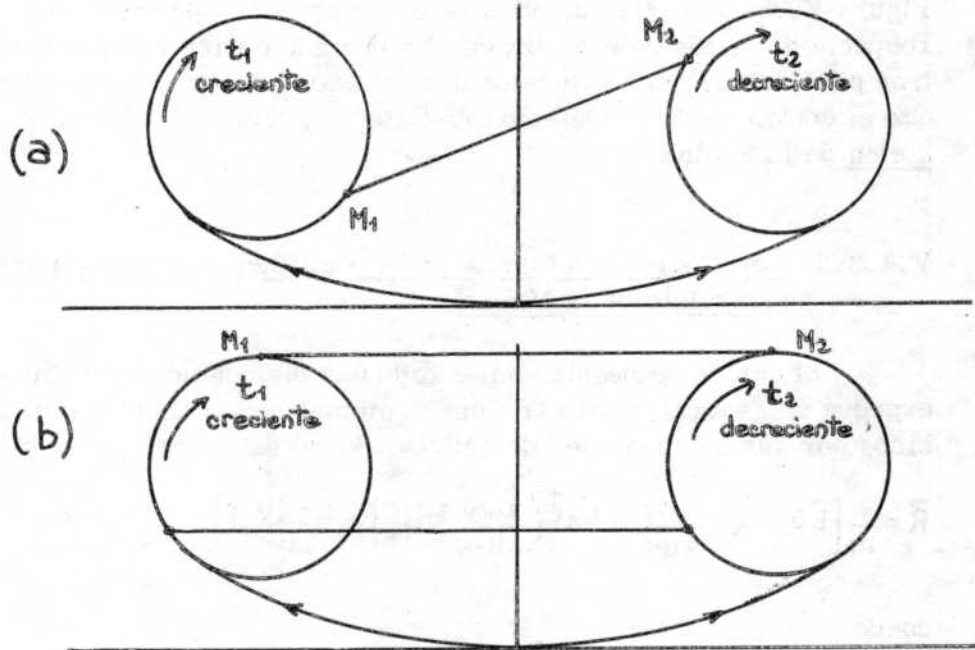


Figura V.23

t_2 disminuye, y los puntos representativos M_1 y M_2 se desplazan sobre el diagrama en el sentido indicado por las flechas. La longitud del segmento $M_1 M_2$ varía periódicamente con t_1 (y con t_2), siendo el período la longitud de la circunferencia $1/s$.

Si el diagrama correspondiente es el de la Figura V.23 (b), se puede ver que la longitud $M_1 M_2$ no cambia al variar t_1 (y t_2).

V.4.3.2. Contraste de una dislocación de hélice inclinada

Veamos ahora, teniendo en cuenta los resultados anteriores, cual es el contraste de una dislocación inclinada con respecto a las superficies de la lámina. Se puede descomponer la dislocación en una sucesión de pequeños segmentos paralelos a la lámina, situados a profundidades variables. Si $\eta s x > 0$, Figura V.23 (a), una dislocación inclinada presentará una imagen de contraste oscilante, variable según la profundidad de la misma, que se repite cada vez que la profundidad de la dislocación aumenta en $1/s$. Este tipo de contraste oscilante que se observa frecuentemente en láminas delgadas (Figura V.15), proporciona una escala de profundidades a lo largo de la dislocación.

En el segundo caso $\eta s x < 0$, en cambio, la misma dislocación inclinada se verá como una línea de intensidad uniforme. Ahora bien, surge inmediatamente la pregunta: cuál es el factor o los factores que determinan que los puntos M_1 y M_2 se sitúen como en la Figura V.23 (a) o como en la Figura V.23 (b)? Uno de ellos es el parámetro s de desviación del cristal respecto de la posición de Bragg. Es decir que para valores fijos de los otros parámetros, nos volvemos a encontrar una vez más con el hecho de que el contraste de un defecto cristalino depende fuertemente de la orientación de la lámina.

V.4.3.3. Contraste de una dislocación rectilínea cualquiera paralela a la superficie de la lámina.

El campo de desplazamientos de una dislocación rectilínea mixta se expresa en general, como la suma vectorial de los desplazamientos producidos por sus componentes de hélice y de borde

$$\vec{R} = \frac{1}{2\pi} \left[\vec{b} \theta + \vec{b}_e \frac{\sin 2\theta}{4(1-\nu)} + \vec{b} \times \vec{\ell} \left(\frac{1-2\nu}{2(1-\nu)} \log \left| \frac{r}{b} \right| + \frac{\cos 2\theta}{4(1-\nu)} \right) \right] \quad (V.14)$$

donde

\vec{b} : vector de Burgers de la dislocación

\vec{b}_e : componente de borde de \vec{b}

$\vec{\ell}$: vector unitario en el sentido positivo de la línea de dislocación

θ : ángulo entre la proyección de b sobre un plano perpendicular a la línea, y el plano de deslizamiento

ν : número de Poisson

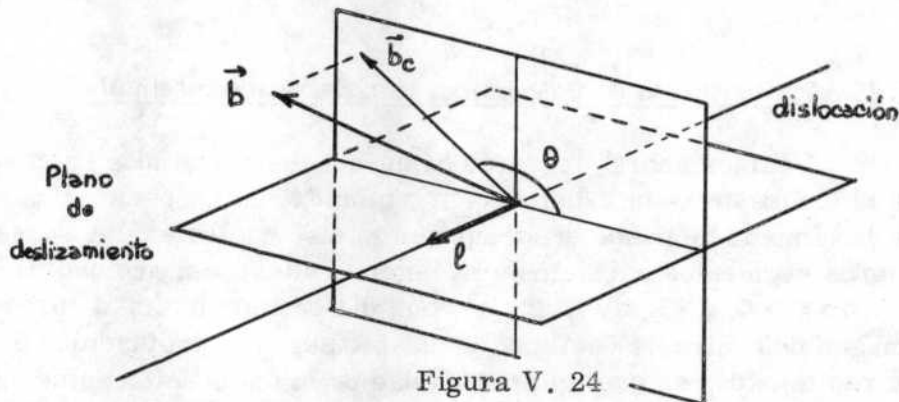


Figura V. 24

El desfase está dado por

$$\alpha = 2\pi \vec{g} \cdot \vec{R} \quad (V.15)$$

La condición $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ no es por sí sola suficiente para hacer nulo el contraste. Según (V.14) y (V.15) las condiciones de extinción son

$$\begin{aligned} \vec{g} \cdot \vec{b} &= 0 \\ \vec{g} \cdot \vec{b}_c &= 0 \\ \vec{g} \cdot (\vec{b} \times \vec{\ell}) &= 0 \end{aligned} \quad (\text{V.16})$$

Estas condiciones son difíciles de verificar simultáneamente en el caso general. Se demuestra fácilmente a partir de V.16 que los únicos casos en los que existe extinción rigurosa son los dos siguientes :

- Dislocación de hélice pura, con $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$.
- Dislocación de borde pura, con \vec{g} paralelo a la dislocación.

En realidad existen otros casos para los cuales el contraste es suficientemente débil como para considerar que prácticamente éste no existe. Los cálculos son más bien complicados, y resumiremos aquí solamente los resultados más importantes. En la Figura V.25 se reproducen los perfiles de intensidad calculados por Gevers, Phil. Mag. 8, 651, 1962, para una dislocación mixta, con $n=1$, en función de distintos valores del parámetro

$$\eta = \text{sen } \theta \text{ sen } \varphi$$

donde

θ : ángulo entre la dislocación y su vector de Burgers \vec{b}

φ : ángulo entre la dislocación y el vector de reflexión \vec{g}

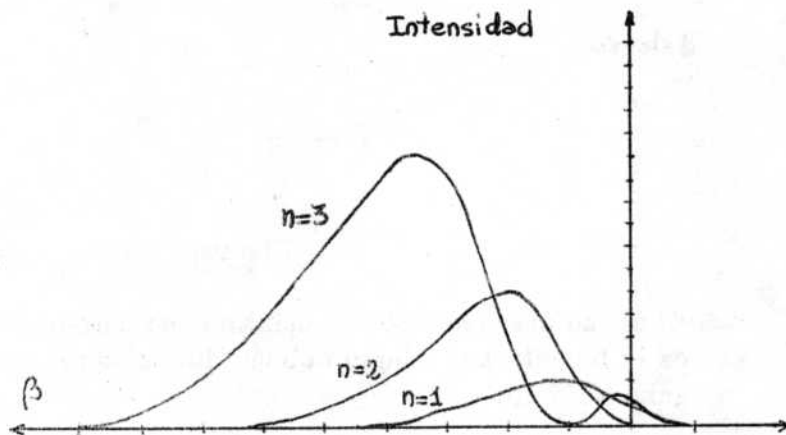


Figura V.26

En el caso de una dislocación de borde pura, se obtienen las curvas

de la Figura V.26. Las variaciones del contraste para este caso son

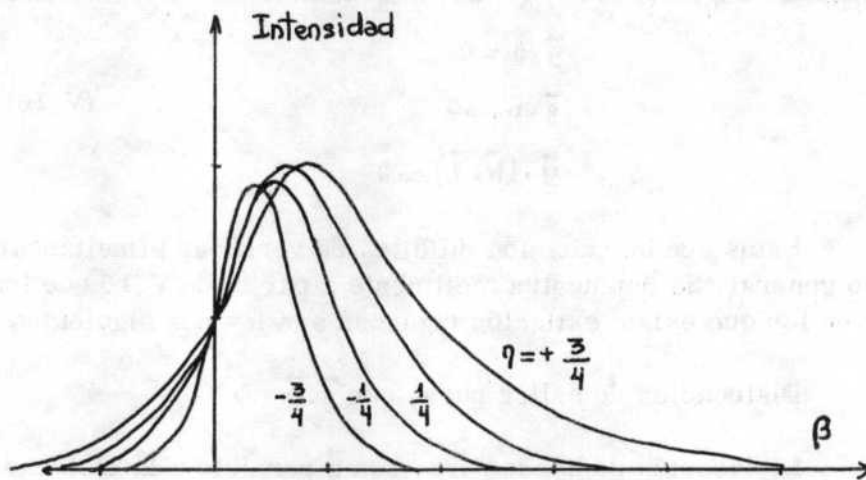


Figura V. 25

similares a las de una dislocación de hélice pura, y se pueden agregar tres comentarios más.

- El ancho de la imagen depende de las orientaciones relativas entre la dislocación, su vector de Burgers, y el vector \vec{g} . El ancho es mínimo cuando la línea de dislocación es la bisectriz del ángulo agudo formado por \vec{b} y \vec{g} , Figura V.27 (a)

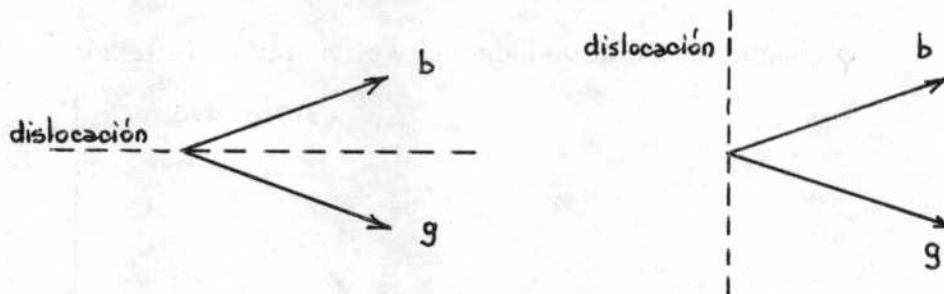


Figura V.27

El ancho del contraste es máximo, en cambio, cuando la dislocación es la bisectriz del ángulo obtuso formado por los vectores \vec{b} y \vec{g} , Figura V.27 (b).

- En general, el ancho de la imagen de una dislocación de borde es el doble de la correspondiente a una dislocación de hélice, comparar las Figuras V.25 y V.26.
- Para $\eta=0$ (o sea $\vec{g} \cdot \vec{b}=0$) pueden existir aún un contraste, siempre que \vec{g} sea grande, y el ángulo θ igual a 45° .

V.4.3.4. Contraste de lazos de dislocaciones

Los resultados obtenidos hasta ahora se aplican a dislocaciones rectilíneas perfectas en medios isotrópicos. Los cálculos fueron hechos en base a la aproximación cinemática, despreciando todos los fenómenos de absorción. Trataremos de resumir ahora estos resultados, y ver como pueden generalizarse al caso de lazos cerrados de dislocaciones.

- La imagen de una dislocación se presenta como una línea bastante ancha, de 100 a 400 Å, blanca en fondo negro, o negra en fondo blanco, situada a la izquierda o derecha de la dislocación, según el signo del producto nsx . Si la dislocación está inclinada respecto de las superficies de la lámina, el contraste es en general oscilante.
- La imagen depende de las condiciones de la observación. Para reflexiones de alto orden, el contraste puede ser doble. Es decir que una dislocación puede tener una imagen consistente en dos líneas paralelas.
- La condición general para que el contraste sea nulo está dada por la relación

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

donde \vec{R} está dado por la ecuación V.14. En una gran mayoría de casos esta condición se reduce a

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

- Aunque el contraste no sea nulo, es prácticamente inobservable si el producto $\vec{g} \cdot \vec{b}$ es inferior a 1/3. Este hecho deberá tenerse en cuenta en la interpretación de imágenes de dislocaciones.

El contraste de un lazo cerrado de dislocaciones puede calcularse a los mismos principios. La expresión general de los desplazamientos es mucho más compleja y la interpretación de las imágenes no es por lo tanto inmediata. Pero sin embargo se pueden prever los resultados siguientes:

- Un lazo de dislocaciones puede considerarse en primera aproximación como una sucesión de segmentos rectilíneos. Para cada uno de estos segmentos valen las conclusiones obtenidas para las dislocaciones rectilíneas.
- Si se conviene que dos segmentos diametralmente opuestos están orientados en sentido contrario, se puede predecir que la imagen de un lazo está totalmente contenida en el interior del mismo, o totalmente situada en el exterior, Figura V.28, siempre que las condiciones de difracción sean las mismas a lo largo del lazo.



Figura V.28

- Un caso muy común es el de los lazos prismáticos, situados en un plano paralelo a las caras de la lámina, Figura V.29.

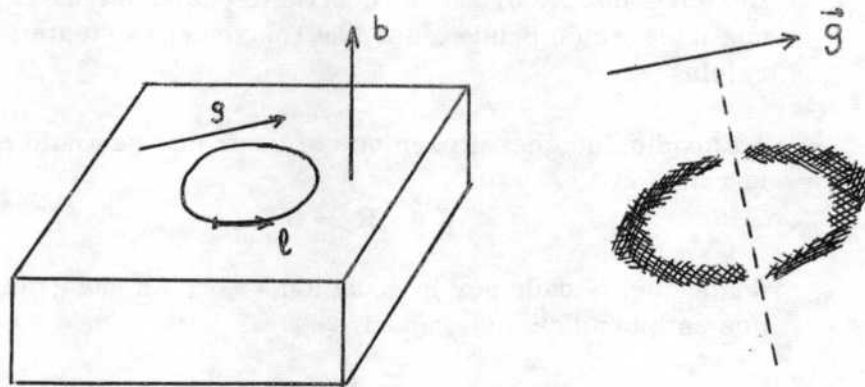


Figura V.29

Cualquiera que sea la dirección de \vec{g} , siempre es $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ a lo largo del lazo. Pero el producto

$$\vec{g} \cdot (\vec{b} \times \vec{l})$$

varía a lo largo del lazo, y en particular es nulo para los segmentos del lazo que son paralelos a \vec{g} . Por lo tanto la imagen de uno de estos lazos será un círculo interrumpido en los extremos de un diámetro perpendicular a \vec{g} .

Los resultados obtenidos hasta aquí son válidos dentro de la aproximación de la elasticidad isotrópica. Las conclusiones pueden sufrir modificaciones apreciables en cuerpos fuertemente anisotrópicos, como el grafito. Además como se han despreciado los efectos de absorción, las imágenes de campo claro y campo oscuro resultan complementarias, cosa que no es exactamente cierta.

Finalmente, digamos que todas las conclusiones obtenidas hasta el

presente, fundamentalmente las condiciones de extinción, suponen que existen solamente dos haces, el transmitido y uno solo difractado.

VI OTRAS APLICACIONES DE LAS TECNICAS DE MICROSCOPIA ELECTRONICA

VI.1. IMAGENES PERIODICAS

VI.1.1. Resolución directa de planos cristalinos

Supongamos que la apertura de objetivo se coloca de tal manera que el haz transmitido más uno difractado contribuyen a formar la imagen. La función de onda total es entonces

$$A = e^{2ni \vec{k} \cdot \vec{r}} + A_g e^{2ni \vec{k}' \cdot \vec{r}}$$

donde se ha supuesto que la onda incidente tiene amplitud igual a 1, vector de onda \vec{k} dentro del cristal, y

$$\vec{k}' = \vec{k} + \vec{g}$$

es el vector de la onda difractada en el cristal. Entonces

$$A = e^{2ni \vec{k} \cdot \vec{r}} + A_g e^{2ni (\vec{k} + \vec{g}) \cdot \vec{r}} = e^{2ni \vec{k} \cdot \vec{r}} (1 + A_g e^{2ni \vec{g} \cdot \vec{r}})$$

Poniendo

$$A_g = R e^{i\delta}$$

entonces la intensidad total se expresa

$$I = |A|^2 = \left| 1 + R e^{2ni \vec{g} \cdot \vec{r} + i\delta} \right|^2 = 1 + R^2 + 2R \cos(2n \vec{g} \cdot \vec{r} + \delta)$$

Ahora bien, R y δ son funciones de s y t . Recordando que la expresión que daba la amplitud de la onda difractada era V.6.

$$A_g = \frac{F}{r} \frac{\text{sen } nst}{nst} e^{-inst}$$

y si no consideramos los factores F y r , tenemos entonces que

$$R = \frac{F}{r} \frac{\text{sen } nst}{nst} e^{-inst} \quad R = \frac{\text{sen } nst}{nst} \quad \delta = -nst$$

y por lo tanto

$$I = 1 + R^2 + 2R \cos(2n \vec{g} \cdot \vec{r} - nst)$$

Como el vector \vec{g} es prácticamente perpendicular al haz incidente, se puede elegir una cierta coordenada x paralela a \vec{g} sobre un plano normal al haz, de tal manera que

$$2n \vec{g} \cdot \vec{r} = 2ngx = 2n \frac{x}{d}$$

donde d es el espaciado cristalino representado por el vector \vec{g} . La intensidad total se expresa finalmente

$$I = 1 + R^2 + 2R \cos\left(2n \frac{x}{d} - nst\right) \quad (\text{VI.1})$$

Para valores fijos de s y t , esta expresión representa una intensidad constante, más una modulación en la dirección x cuya periodicidad es precisamente d , el espaciado de la familia de planos cristalinos que origina el haz difractado. Es decir que tenemos una imagen compuesta por franjas de espaciado d , lo que de cierta manera significa una "resolución" directa de los planos cristalinos. Esta imagen periódica se obtiene si la imagen es formada por el haz directo más, por lo menos, un haz difractado. Si otros haces difractados contribuyen a la imagen, se puede demostrar que ésta se hará cada vez más nítida debido a los efectos de interferencia con los haces de orden superior, y aparecerán entonces nuevos detalles en la micrografía.

La visibilidad de las franjas depende de la orientación s y el espesor t de la lámina. Para

$$nst = n\pi \quad \text{es} \quad \vec{R} = 0$$

y desaparece la modulación. Por el contrario, para

$$nst = n\pi + \frac{\pi}{2} \quad R : \text{máximo}$$

y la amplitud de las franjas es máxima. También es necesario notar que la posición de las franjas no guarda una correspondencia simple con la posición real de los planos cristalinos. Por ejemplo si consideramos franjas cercanas al borde de la lámina, Figura VI.1 (a), y perpendiculares al mismo, a medida que t varía, también varía el valor de x para el cual la in-

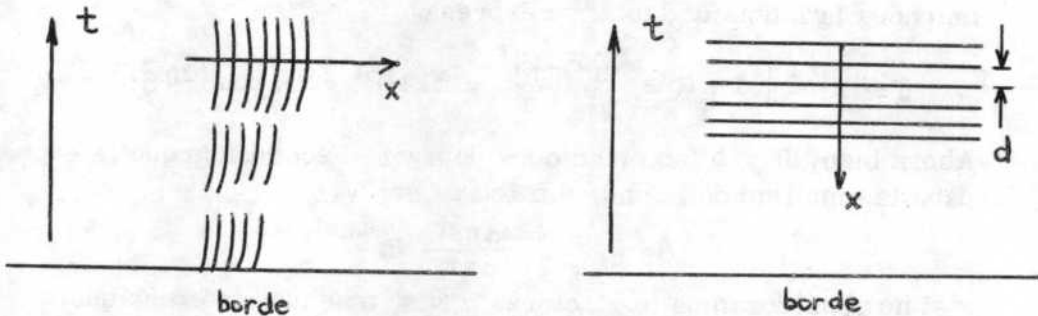


Figura VI.1

tensidad es máxima, y las franjas se curvan. Además, la variación de t origina una variación de la visibilidad y entonces puede haber desplazamiento en los máximos de intensidad. Por otro lado, si las franjas son paralelas al borde, Figura VI.1 (b), entonces t varía con x y el espaciado de las franjas pasa de \underline{d} a un cierto valor que depende de la variación local de t y x .

Digamos finalmente que el hecho de que un instrumento pueda resolver un cierto espaciado de franjas d , no significa en absoluto que pueda resolver dos puntos separados por esa distancia d . Repetimos una vez más que

lo que se denomina "resolución directa" de planos cristalinos es un término que lleva a una cierta confusión, y que en realidad solo es un efecto de interferencia entre el haz transmitido y el difractado. Actualmente ya se han obtenido imágenes de planos cuyas separaciones son del orden de 1 \AA , con instrumentos cuya resolución real es del orden de los 4 \AA .

En la Figura VI.2 se muestra una imagen de planos cristalinos separados por una distancia de 84.4 \AA correspondientes a una enzima orgánica denominada "catalase".

VI.1.2. Resolución indirecta de planos cristalinos. Franjas de Moiré

La estructura periódica de un cristal puede ponerse en evidencia por medio de otro tipo de diagramas de interferencia producidos por cristales superpuestos, aún cuando los espaciados de cada uno de ellos estén por debajo de la resolución del microscopio. Este fenómeno se llama "resolución indirecta" de la red cristalina.

En principio, la formación de estos diagramas, llamados de Moiré, puede considerarse como un efecto puramente geométrico. En la Figura VI.3 se muestra una analogía óptica que representa la superposición de dos reticulados distintos. En la Figura VI.3 (a) los dos reticulados son paralelos pero difieren en el espaciado, y su superposición directa produce un nuevo reticulado ficticio. El nuevo espaciado D está relacionado con los espaciados d_1 y d_2 originales por

$$D = \frac{d_1 d_2}{|d_1 - d_2|} \quad (\text{VI.2})$$

Este diagrama de Moiré representa la periodicidad según la cual los dos espaciados están en coincidencia, y el valor de D puede llegar a ser suficientemente grande como para poder resolverse en el microscopio electrónico, aunque d_1 y d_2 estén por debajo del límite de resolución del instrumento. Este diagrama se llama más precisamente "diagrama de Moiré paralelo" para distinguirlo del "diagrama de Moiré por rotación", esquematizado en la Figura VI.3 (b). En este último caso los dos reticulados tienen igual espaciado d , pero están rotados en un pequeño ángulo uno respecto del otro. El diagrama de Moiré así formado resulta aproximadamente perpendicular a las líneas de los dos espaciados originales, y tiene un nuevo espaciado dado ahora por

$$D = \frac{d}{2 \sin \frac{\alpha}{2}} \quad (\text{VI.3})$$

que normalmente se puede aproximar por

$$D = \frac{d}{\alpha}$$

Se suele definir un factor de magnificación de Moiré M

$$M = \frac{D}{d}$$

Para diagramas de rotación es

$$M = \frac{1}{\alpha}$$

mientras que para diagramas de Moiré paralelos

$$M = \frac{d}{|d_1 - d_2|}$$

donde hemos supuesto

$$d_1 \approx d_2 \approx d$$

También pueden existir diagramas de Moiré mixtos, formados por la superposición de dos reticulados de diferente espaciado, rotados ligeramente entre sí. El espaciado Moiré es ahora

$$D \approx \frac{d_1 d_2}{[(d_1 - d_2)^2 + d_1 d_2 \alpha^2]^{1/2}}$$

Las analogías ópticas de la Figura VI.3 pueden extenderse al estudio de redes cristalinas, considerando que los dos reticulados son las proyecciones de planos atómicos de dos cristales superpuestos. El diagrama de Moiré se produce entonces por la superposición de las resoluciones directas de las dos familias de planos, suponiendo que éstas puedan formarse. Puede demostrarse que la condición para que se forme un diagrama de Moiré es que un haz que ha sido difractado una vez por las dos familias de planos cristalinos contribuya a la imagen. Este resultado se puede ilustrar de la siguiente manera. Supongamos que P sea el punto difractado por la familia de planos de espaciado d_1 del cristal situado arriba, y que éste a su vez es difractado por el cristal inferior, por planos de espaciado d_2 , Figura VI.4, dando origen al punto Q' . El caso ilustrado corresponde a $d_2 > d_1$.

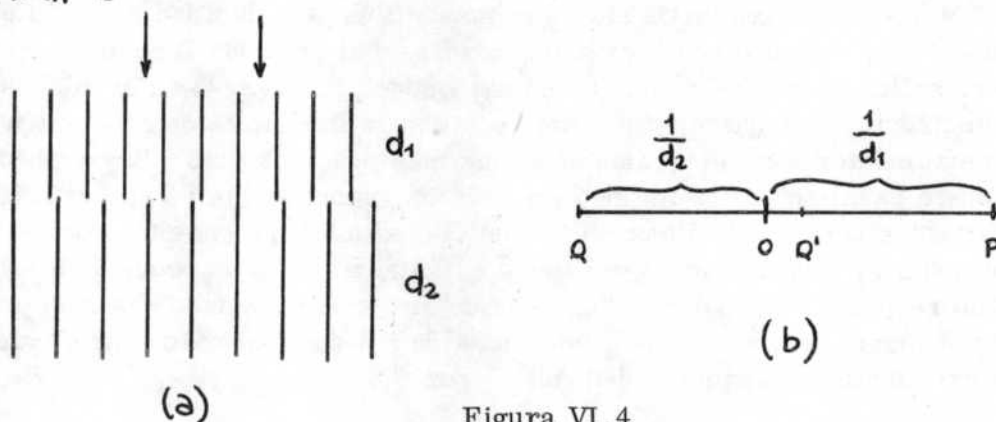


Figura VI.4

. El nuevo punto Q' equivale al punto original Q , cuando el origen se corre desde O hasta P . Si

$$OP = \frac{1}{d_1} \quad OQ' = \frac{1}{d_2}$$

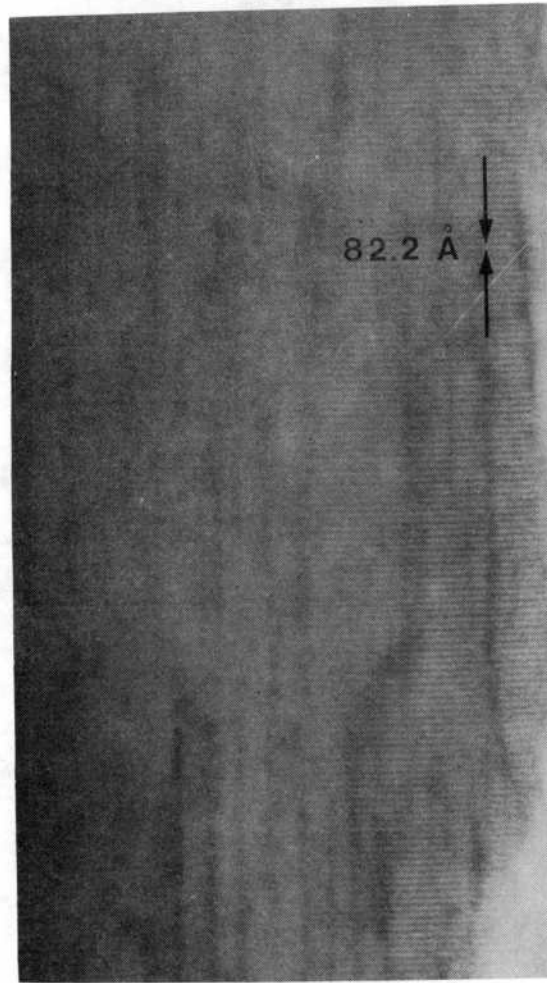


Fig. VI.2. Resolución directa de planos cristalinos de la enzima catalasa.

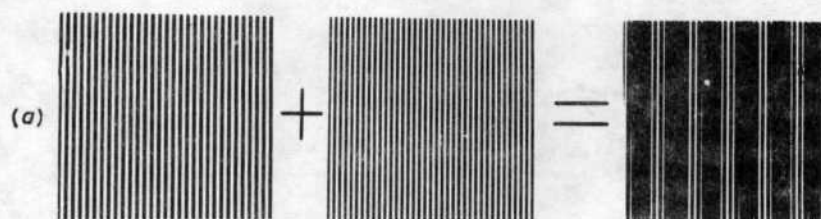


Fig. VI.3. Analogía óptica que demuestra la formación de franjas de Moiré por dos redes superpuestas: a) diagramas de Moiré paralelos, b) diagramas de rotación.

resulta inmediatamente que

$$OQ' = OP - OQ = OP - OQ = \frac{1}{d_1} - \frac{1}{d_2} = \frac{d_2 - d_1}{d_1 d_2}$$

Es decir que Q' correspondería a un haz difractado por una familia ficticia de planos cristalinos de espaciado

$$\frac{d_1 d_2}{d_2 - d_1}$$

que es precisamente el espaciado de las franjas de Moiré.

Un cálculo similar puede hacerse para los diagramas de rotación, Figura VI.5. El punto P corresponde a la familia de planos de espaciado

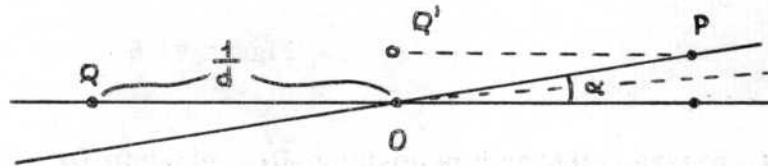


Figura VI.5

d correspondientes al cristal superior. Este haz es a su vez difractado por los planos de igual espaciado d del cristal inferior, dando origen al punto Q' . La distancia OQ' es ahora

$$OQ' = \frac{1}{d} 2 \operatorname{sen} \frac{\alpha}{2}$$

El punto Q' corresponde a la difracción por una familia ficticia de planos de espaciado

$$D = \frac{d}{2 \operatorname{sen} \frac{\alpha}{2}}$$

Es decir que un diagrama de Moiré, sea éste paralelo o de rotación resulta a partir de la combinación del haz transmitido con un haz doblemente difractado. Si varios haces doblemente difractados contribuyen a formar la imagen, se obtendrá un diagrama bidimensional cuyos detalles aumentan con el número de estos haces.

Dado que la formación de diagramas de Moiré depende del fenómeno de doble difracción, es importante considerar cuán críticas son las condiciones para que ocurra esta doble difracción. Consideremos diagramas de Moiré paralelos. En la Figura VI.6 se muestran los puntos de la red recíproca P_1 y Q_1 correspondientes al cristal 1, y P_2 y Q_2 correspondientes al cristal 2. Supongamos que la esfera de reflexión pasa exactamente a través del punto P_1 y origina un haz difractado que pasa al cristal 2. Si consideramos este haz como incidente a su vez sobre el cristal 2, entonces, para ver que nuevos haces pueden originarse a partir de éste, trasla-

damos el origen de la red recíproca al punto P_1 . Esto significa desplazar todos los puntos hacia la derecha, en una distancia igual a OP_1 . El punto

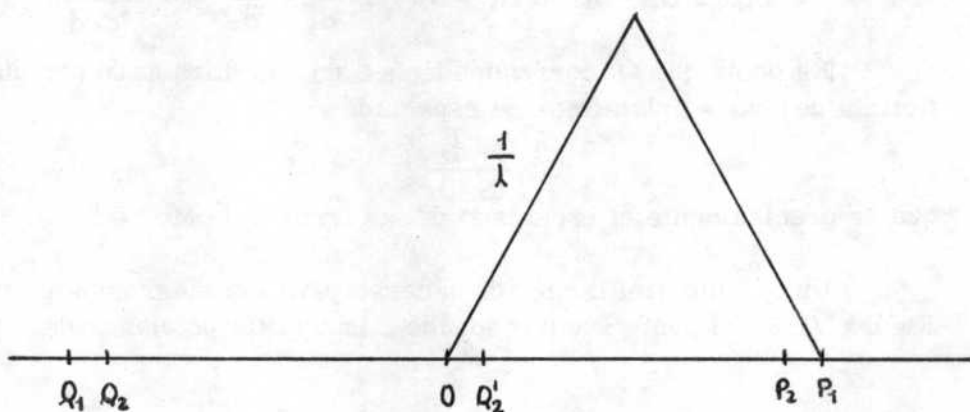


Figura VI.6

Q_2 pasará entonces a la posición Q'_2 , el punto Q_1 a la posición 0 , y así sucesivamente. Se ve que el punto Q'_2 queda situado muy cerca de la esfera de reflexión. Ahora bien, la curvatura de esta esfera es mucho menor que la indicada en la Figura VI.6, ver sección IV.5.6. Por otro lado los nodos de la red recíproca se extienden perpendicularmente a las superficies de la lámina delgada en una extensión igual a $1/t$ (t : espesor de la lámina). Estos dos hechos son suficientes para que la esfera de reflexión contenga al punto Q'_2 . Además, con un pequeño giro de la muestra, se puede llevar la esfera aún más cerca de Q'_2 sin alejarla demasiado de P_1 . Es decir que las condiciones para que exista una doble difracción no son demasiado estrictas, si la lámina observada es delgada.

Las franjas de Moiré son siempre perpendiculares a la línea que une los dos haces difractados que se combinan para originarlas, por supuesto teniendo en cuenta las rotaciones relativas entre imagen y diagrama de difracción en el microscopio electrónico. Este hecho permite identificar rápidamente el origen de cualquier diagrama de Moiré y también distinguir entre diagramas paralelos y de rotación. Además los diagramas paralelos son paralelos a las dos familias de planos que los originan, mientras que los diagramas de rotación son perpendiculares a los mismos. En la Figura IV.27 se muestra un ejemplo de franjas de Moiré paralelas, originadas por la presencia de precipitados planos de $Mg Li_2 Al$ en una matriz de $Mg Li Al$, fase β .

IV.1.3. Efecto de las imperfecciones cristalinas sobre las imágenes periódicas

Consideremos ahora el efecto de una pequeña rotación en los diagramas de Moiré paralelos. Si los dos cristales están rotados en un ángulo θ

sus diagramas de difracción también estarán rotados en el mismo ángulo θ , Figura VI.7. Pero el punto Q' producido por la doble difracción rota

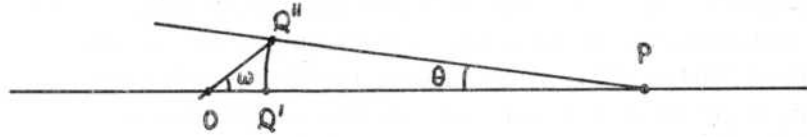


Figura VI.7

en un ángulo ω mucho más grande que θ , y pasa a la posición Q'' . El ángulo ω está dado por

$$\omega = \frac{Q''Q'}{OQ'} = \frac{\frac{1}{d_2} \theta}{\frac{|d_2 - d_1|}{d_1 d_2}} = \frac{d_1}{|d_1 - d_2|} \theta = M \theta$$

Es decir que la rotación de las franjas resulta también magnificada por el mismo factor de magnificación de Moiré M . Las franjas de Moiré son así muy sensibles a una pequeña rotación entre los reticulados. Este hecho permite detectar la presencia de dislocaciones en alguno de los dos reticulados, aún cuando las distorsiones introducidas por la dislocación en sus vecindades sean muy pequeñas. También se puede demostrar que si la rotación se produce en el cristal de menor espaciado, las franjas de Moiré rotan en el mismo sentido mientras que si el cristal de mayor espaciado es el que rota, las franjas rotan en sentido contrario.

Las imágenes periódicas de la red cristalina (resolución directa) proveen un método muy directo para detectar y analizar imperfecciones, ya que estas imágenes ponen en evidencia la manera en la cual se perturba la periodicidad de la red. Se pueden hacer así observaciones directas de dislocaciones y fallas de apilamiento. También las observaciones indirectas pueden proporcionar una gran información, pues un diagrama de Moiré formado por la superposición de un cristal perfecto y uno imperfecto, representa una imagen amplificada del cristal imperfecto, como veremos a continuación.

Consideremos la resolución directa, como antes, sencillamente como la proyección de los planos atómicos. Entonces, para determinar el efecto de una dislocación en una familia dada de planos, basta con proyectar los planos que contienen la dislocación. Si observamos las franjas correspondientes a un cristal perfecto, y movemos una dislocación desde un extremo hasta la mitad de la micrografía, entonces las franjas de un lado de la imagen estarán desplazadas respecto de las otras en una distancia igual a la componente del vector de Burgers \vec{b} normal a los planos (hkl) cuya imagen se está observando. Es decir que un cierto número N de franjas

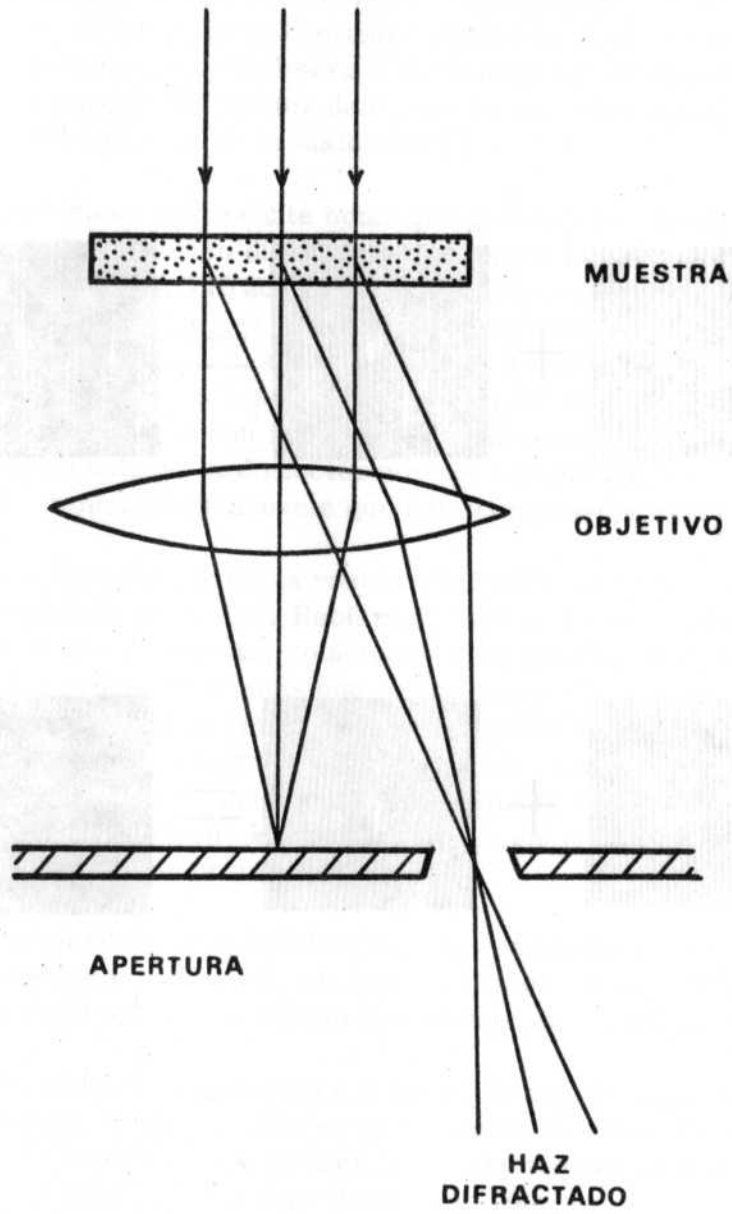


Fig. VI.9. Campo oscuro, apertura desplazada.

- Si las dislocaciones son parciales, es decir cuyo vector de Burgers b no es un periodo de traslación de la red, valen las mismas consideraciones excepto que N puede ser un número fraccionario. En estos últimos casos, la falla de apilamiento asociada a la dislocación parcial también se hace visible, tal como se representa en la Figura VI.10.



Figura VI.10

El caso ilustrado corresponde a $N = \frac{1}{3}$, es decir que las franjas resultan desplazadas en $\frac{1}{3}$ de su espaciado en la zona comprendida entre dos dislocaciones parciales. Esta zona corresponde a la falla de apilamiento, que se hace visible de esta manera en la imagen indirecta de la red.

VI.2. CAMPO OSCURO

Actualmente las observaciones en campo oscuro en muestras cristalinas ya constituyen una de las técnicas usuales de un microscopio electrónico moderno. La apertura de objetivo se desplaza de tal manera que la imagen se forma ya no por el haz transmitido, sino por algunos de los haces difractados, Figura VI.9.

Veremos rápidamente cuáles son las aplicaciones más corrientes de esta técnica.

VI.2.1. Imágenes múltiples en campo oscuro

En la Figura VI.11 se muestra esquemáticamente la marcha de rayos cerca de la lente objetivo, en el caso de difracción por un área selecta. La apertura de difracción está situada en el plano imagen del objetivo. La lente siguiente (intermedia) está focalizada también en este plano, de manera que en la pantalla final tenemos la imagen del área seleccionada. Si se reduce la excitación de la lente intermedia hasta que ésta focalice sobre el plano focal imagen del objetivo, se obtiene en la pantalla el diagrama de difracción del área anterior.

Si se aumenta ahora la excitación de la lente intermedia, es decir si se focaliza debajo del plano focal PQ, cada haz de difracción aumenta de tamaño y constituye una imagen de bajo aumento del área seleccionada del espécimen. Este ajuste de la lente intermedia puede continuarse hasta que cada imagen individual aumenta la suficiente como para tocar su vecina próxima, es decir hasta que focaliza sobre un plano como el RS en la figura.

El sistema de imágenes múltiples formados de esta manera consiste en una imagen de campo claro (correspondiente al haz directo) rodeada de todas las imágenes de campo oscuro, correspondiente a la misma zona de la muestra. Las imágenes múltiples de campo oscuro como las mencionadas son muy útiles en el sentido de que simultáneamente presentan la imagen de campo claro, las imágenes de campo oscuro, y el diagrama de difracción. En efecto, los centros de las imágenes individuales están dispuestas de la misma manera que los haces en el diagrama de difracción.

Otra ventaja de este tipo de imágenes, es que no existe rotación relativa entre las imágenes y el diagrama de difracción. Solamente hay que tener en cuenta la inversión de 180° . Esto nos permite determinar las direcciones cristalográficas de defectos o precipitados que aparecen en las imágenes. El hecho de tener toda la información necesaria en una misma micrografía constituye una gran ventaja, y permite una gran precisión en las medidas.

VI.2.2. Campo oscuro. Apertura desplazada

Si se necesita observar áreas de más de 1μ de diámetro con un cierto detalle, o si se trabaja con aumentos mayores que unos 10000 x sobre la pantalla, entonces las imágenes múltiples ya no son convenientes. Lo que se hace entonces, y éste es el método comúnmente conocido como campo oscuro, es seleccionar un haz difractado desplazando la apertura de objetivo, y entonces operar el microscopio con el aumento que se desea, en la manera convencional. Hasta hace muy poco existía una limitación instrumental para esta técnica. Dado que cualquier haz difractado está inclinado respecto del eje óptico del microscopio, la aberración esférica alarga cada punto en la dirección que une el haz central con el haz difractado elegido. Es decir que la imagen de campo oscuro en estas condiciones era altamente astigmática.

Este efecto puede evitarse si el sistema de iluminación se inclina de tal manera que el haz difractado elegido pase exactamente por el eje óptico, de la misma manera que lo hace el haz incidente cuando se opera en campo claro, ver Figura VI.12. Si este ajuste se puede realizar correctamente, la resolución de la imagen de campo oscuro es igual que la del campo claro.

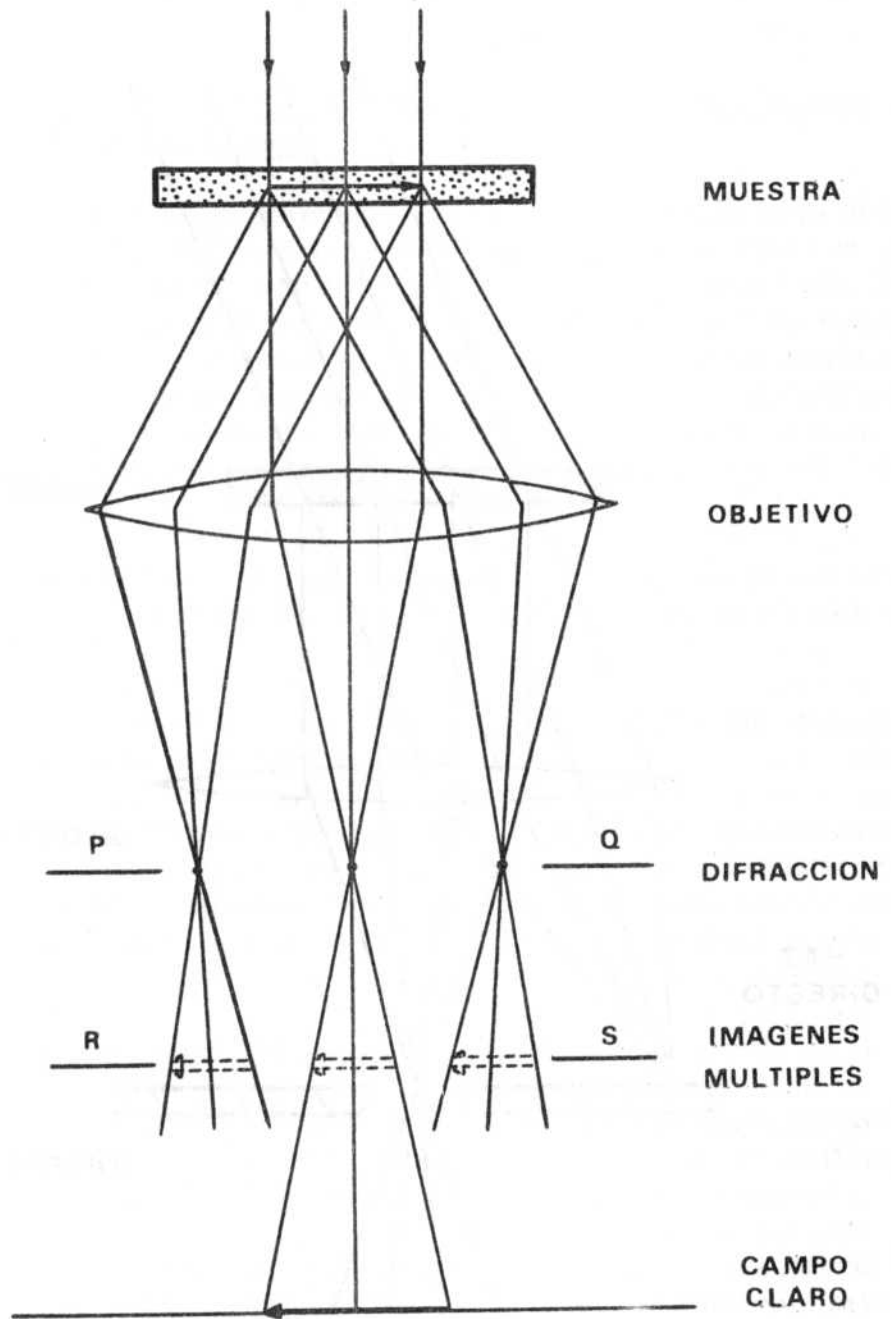


Fig. VI.11. Imágenes múltiples en campo oscuro. La imagen de campo claro (haz directo) está rodeada por las imágenes de campo oscuro. Los centros de estas imágenes están dispuestos de la misma manera que los haces en el diagrama de difracción.

cristalina. Esta información es sumamente útil para una gran variedad de problemas, por ejemplo determinación del vector de Burgers de una dislocación.

VI.2.5. Mejoramiento del contraste

Como una imagen de campo oscuro está controlada por un solo haz difractado, presenta generalmente más contraste que su correspondiente imagen de campo claro. Esta última es influenciada por los distintos haces que puedan estar presentes. Por lo tanto es muy ventajoso usar la técnica de campo oscuro para observar defectos que presentan muy bajo contraste en campo claro. Tal es el caso de precipitados muy pequeños dentro de una matriz.

Otro hecho que deberá tenerse siempre en cuenta es la influencia de la contaminación de la muestra durante las observaciones. Las moléculas de hidrocarburos existentes dentro de la columna de un microscopio al ser bombardeadas por el haz electrónico, polimerizan y quedan adsorbidas a la superficie de la muestra, y forman una capa amorfa que aumenta continuamente su espesor. Esta capa de contaminación da origen a una radiación difusa centrada alrededor del haz directo. La mayor parte de esta radiación pasa a través de la apertura de objetivo, y produce un fondo difuso sobre la imagen de campo claro. En cambio en campo oscuro la mayor parte de la radiación difusa queda eliminada, y la imagen presenta por lo tanto contrastes más apreciables.

Mencionaremos finalmente que el campo de deformaciones de una matriz alrededor de precipitados puede ser estudiado mediante técnicas de campo oscuro. Lo que es importante es que puede determinarse el sentido del campo de deformaciones, dilatación o compresión, a partir de una sola micrografía en campo oscuro.