

C.N.E.A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
NO 1	AÑO 1972

04.72.14

TE. 12/74

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

GERENCIA DE TECNOLOGIA

DETERMINACION DE PROFUNDIDADES Y ESPESORES EN LAMINAS DELGADAS
MEDIANTE TECNICAS DE ESTEREO-MICROSCOPIA ELECTRONICA

A.A. POCHETTINO* y M. IPOHORSKI**

* Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas

** CNEA, Gerencia de Tecnología

BUENOS AIRES

1972

TE. 12/74

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

GERENCIA DE TECNOLOGIA

DETERMINACION DE PROFUNDIDADES Y ESPESORES EN LAMINAS DELGADAS
MEDIANTE TECNICAS DE ESTEREO-MICROSCOPIA ELECTRONICA

A.A. POCHETTINO* y M. IPOHORSKI**

* Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas

** CNEA, Gerencia de Tecnología

BUENOS AIRES

1972

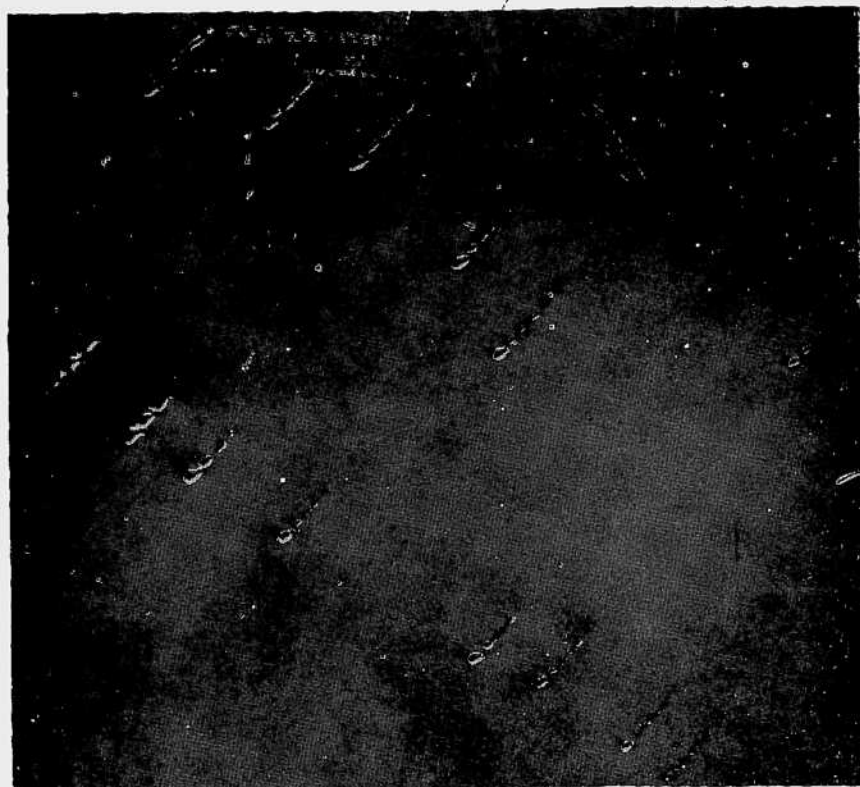
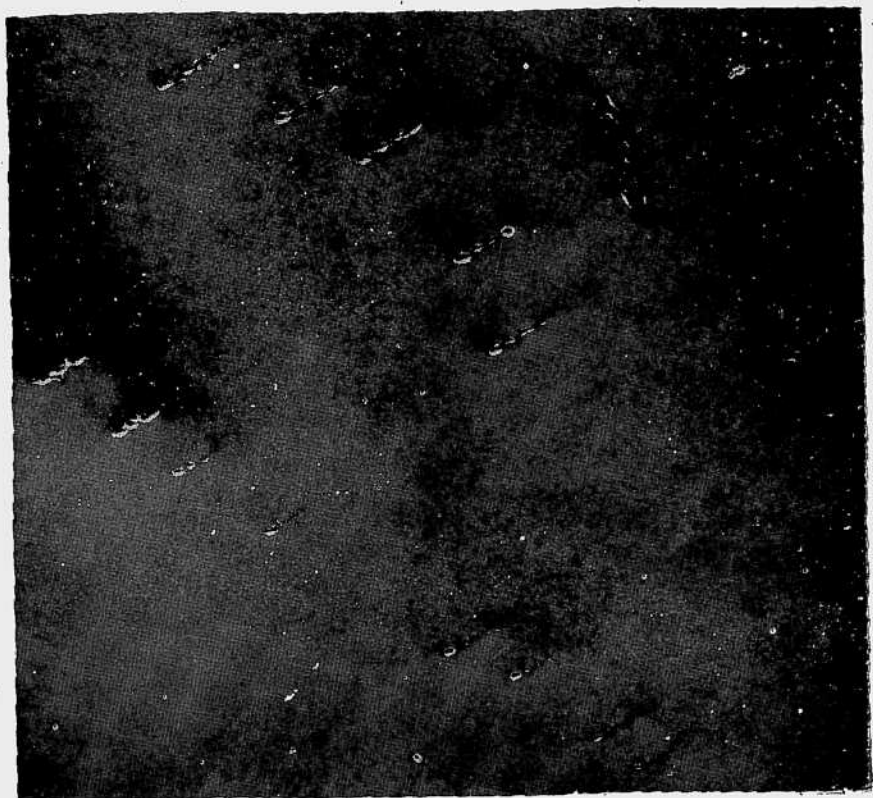


Fig. 1 Par de micrograffas estereoscópicas de una muestra de aluminio, donde se observan segmentos de dislocaciones comprendidos entre las superficies inferior y superior de la lámina delgada. Magnificación: 52500 x. Angulo de giro entre las dos micrograffas: 120°.

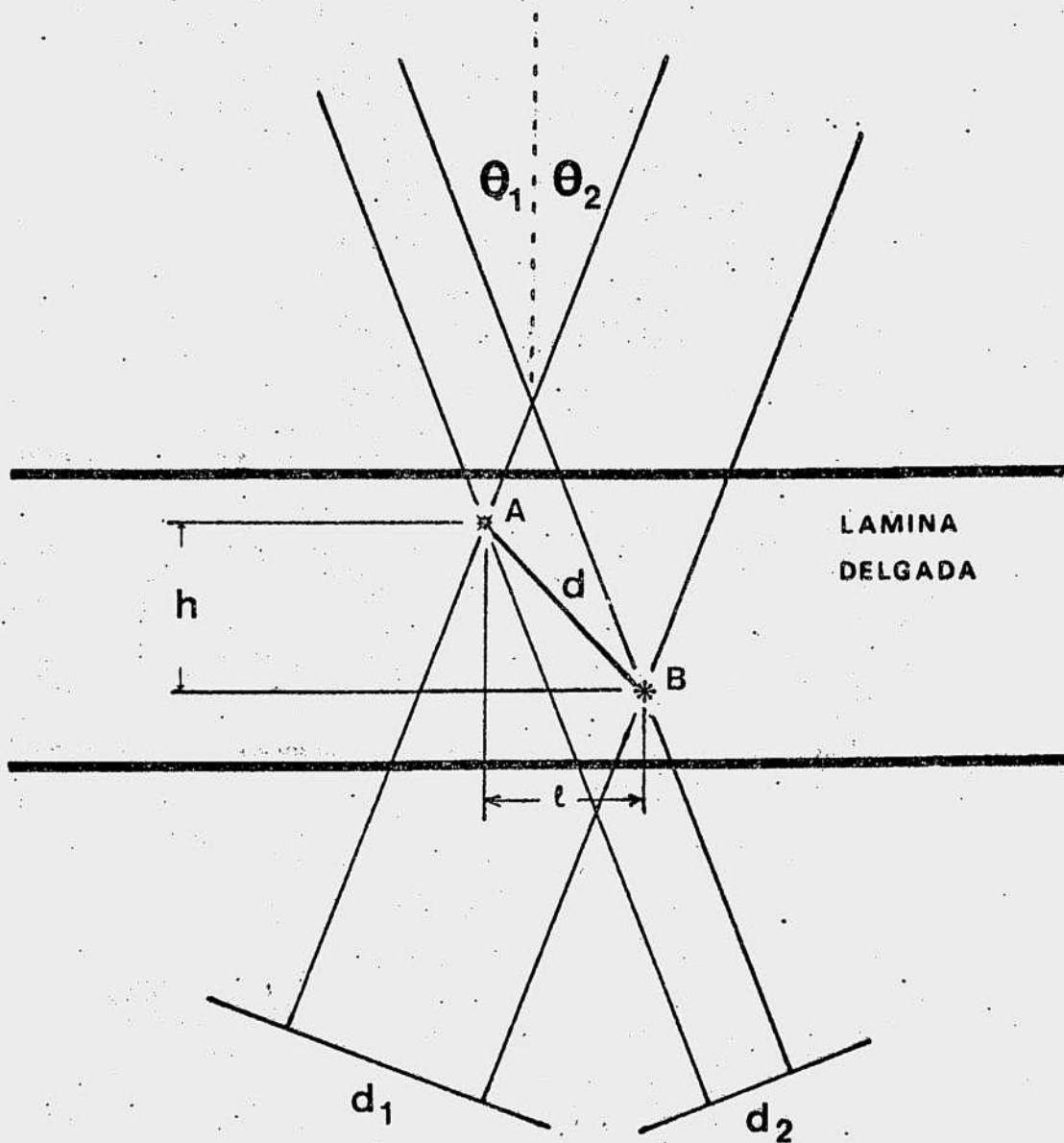


Fig. 2 Esquema de la obtención de un par estereoscópico. Se toman dos fotografías de la misma zona de la muestra con el haz incidente formando ángulos θ_1 y θ_2 respecto de la normal a la lámina. Las proyecciones de la distancia d entre dos puntos cualesquiera A y B de la muestra, son ligeramente distintas en las dos microfotografías. La diferencia entre estos dos valores $\Delta d = d_2 - d_1$ se denomina "paralaje" y está directamente relacionada con la diferencia de alturas h entre los puntos A y B.

I. INTRODUCCION

Una micrografía electrónica es el registro de las intensidades transmitidas a través de la muestra observada. Según las distintas zonas que atraviesen los electrones, éstos podrán ser más o menos absorbidos o difractados y, por lo tanto, removidos del haz incidente, dando origen a una variación de la intensidad electrónica, o contraste, como se denomina generalmente.

Dado que la profundidad de campo de un microscopio electrónico (unos $4000 \text{ \AA}$) es del orden, o superior, a los espesores de las muestras comunmente observadas, se puede ver inmediatamente que si una zona de la muestra está en foco, también lo estarán las demás. Es decir, que una micrografía electrónica, al contrario de lo que sucede en microscopía óptica, corresponde efectivamente a una proyección bidimensional aumentada, de todos los detalles de la muestra observada. Por esta misma razón no se puede distinguir entre las imágenes correspondientes a defectos iguales, pero situados a distintas profundidades dentro de la lámina. Se pierde así una información que puede ser muy importante en ciertos casos, p. ej. la distribución espacial de defectos o precipitados. Tampoco se pueden distinguir detalles del relieve de una superficie, o si una elevación o depresión, en el caso de poder éstas identificarse, corresponden a la superficie inferior o superior de la lámina.

Si se desea obtener información adicional sobre la distribución de defectos a lo largo de todo el espesor de la lámina, o visualizar detalles de la superficie de la misma, será necesario obtener un par estereoscópico, es decir dos micrografías de la muestra en dos posiciones distintas. Si éstas son observadas luego en un dispositivo en el cual sólo la imagen de la micrografía izquierda llegue al ojo derecho, y viceversa, entonces se podrá reconstruir la imagen tridimensional correspondiente a la muestra observada. Digamos que éste es el mecanismo mediante el cual observamos efectos de profundidad en la vida diaria: los dos ojos reciben imágenes ligeramente distintas de los objetos observados, correspondientes a las proyecciones 1 y 2 de la Fig. 2, y es la combinación de ambas la que da la sensación de profundidad.

La observación de pares estereoscópicos puede hacerse fácilmente en el estereoscopio Hilger-Watts SB190 de que dispone el laboratorio. El instrumento permite fijar rápidamente las dos fotografías, sean éstas copias positivas o negativos. Se puede mover una fotografía respecto de la otra para observar una única imagen tridimensional -ver más adelante sección III- y desplazar el conjunto de las dos micrografías para observar distintas zonas de las mismas. Además, el estereoscopio tiene incorporado un sistema de luces móviles que permite medir en escala absoluta la diferencia de profundidades de dos efectos cualesquiera, ver sección IV.

Referencias: Recomendamos leer las secciones 5.6.2 y 13.2 del libro:

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

así como el apunte:

"Calibración de los aumentos y las rotaciones relativas en el microscopio electrónico Philips EM300", Departamento de Metalurgia, CNEA, 1971.

II. FUNDAMENTOS DE LA ESTEREO-MICROSCOPIA

Consideremos dos puntos A y B pertenecientes a una muestra, separados por una distancia d , ver Fig. 2, como sería el caso de dos defectos cualesquiera en una lámina delgada. Si sobre la muestra incide un haz de electrones o, en general, de cualquier otra radiación, formando un ángulo θ_1 con la normal, la proyección de la distancia d sobre una pantalla colocada en forma perpendicular al haz incidente valdrá d_1 . De la misma forma, si el haz incide formando un ángulo θ_2 , la nueva proyección tendrá otro valor d_2 . La información sobre la separación relativa entre los dos puntos está contenida en estas dos proyecciones. La diferencia de los valores de éstas últimas se denomina "diferencia de paralaje" o simplemente "paralaje".

$$\Delta d = d_2 - d_1 \quad \text{II.1}$$

De acuerdo a la Fig. 2

$$\begin{aligned} d_2 &= h \sin \theta_2 + l \cos \theta_2 \\ d_1 &= -h \sin \theta_1 + l \cos \theta_1 \end{aligned}$$

La diferencia de paralaje toma la forma:

$$\Delta d = h (\sin \theta_1 + \sin \theta_2) + l (\cos \theta_2 - \cos \theta_1) \quad \text{II.2}$$

Si las fotografías estereoscópicas se toman con ángulos de rotación iguales respecto de la normal a las superficies ($\theta_1 = \theta_2$) la ecuación II.2 se simplifica

$$\Delta d = d_2 - d_1 = h \cdot 2 \sin \theta_1 \quad \text{II.3}$$

Finalmente, si llamamos $\theta = 2 \theta_1$ al ángulo total entre las dos micrográficas y considerando ángulos pequeños de forma tal que

$$2 \sin \theta_1 \approx \sin \theta \quad \text{II.4}$$

entonces reemplazando en (II.3)

$$d_2 - d_1 = h \sin \theta \quad \text{II.5}$$

Esta es la expresión fundamental de la estereomicroscopía pues relaciona la diferencia de profundidad entre dos puntos con la diferencia de paralaje correspondiente.

Si se tiene en cuenta el aumento de las lentes, la diferencia de paralaje en las fotografías aparece aumentada M veces, donde M es la magnificación total del microscopio

electrónico y la ampliación de la copia. Las proyecciones sobre las micrograffas izquierda y derecha de la distancia d entre los dos puntos valen

$$d'_1 = M d_1 \quad d'_2 = M d_2$$

y si llamamos

$$\Delta D = M \quad \Delta d = M (d_2 - d_1)$$

a la diferencia de paralaje medida sobre las fotograffas, entonces la ecuación II.5 toma la forma

$$h = \frac{\Delta D}{M \operatorname{sen} \theta} \quad \text{II.6}$$

Por lo tanto, si se conoce la diferencia de paralaje entre dos puntos de la muestra, el ángulo total de rotación θ y la magnificación de las fotograffas, se puede determinar la diferencia de profundidades entre ambos puntos, ver el ejemplo de la sección IV.

III. EL ESTEREOSCOPIO HILGER WATTS

El estereoscopio Hilger Watts SB190 existente en el laboratorio permite la observación rápida de pares estereoscópicos, y la medición inmediata y cómoda de profundidades. Dispone de un sistema de iluminación directo para observación de copias positivas, y otro por transmisión para la observación de negativos.

El procedimiento para obtener una imagen tridimensional a partir de un par de micrograffas es muy sencillo. Se colocan la fotograffas sobre la mesa móvil del estereoscopio de forma tal que el eje de rotación coincida con la dirección normal a la línea que une los ojos del observador. Si se observan micrograffas estereoscópicas de láminas delgadas, para una correcta disposición de las mismas es necesario tener en cuenta las rotaciones relativas entre difracción e imagen, pues el eje de rotación se determina a partir del diagrama de difracción.

Ajustada convenientemente la iluminación, el sistema óptico del estereoscopio permite que el ojo derecho del observador vea solamente la micrograffa de la derecha y el ojo izquierdo solamente la izquierda. Generalmente, es necesario desplazar una de las fotograffas respecto de la otra para que las dos imágenes se vean superpuestas. Una vez realizada esta operación el efecto tridimensional debe aparecer inmediatamente. Si esto no ocurre, es posible que una de las dos fotograffas esté ligeramente rotada respecto de la otra. Entonces una pequeña rotación de una de las dos micrograffas debería hacer aparecer ante el observador una imagen única tridimensional. Es necesario notar que la facilidad para observar rápidamente pares estereoscópicos depende fundamentalmente del observador.

Algunas personas necesitan concentrarse un buen tiempo sobre las fotograffas antes de poder observar algún efecto estereoscópico.

Una vez que se ha obtenido una imagen tridimensional única, ésta reproduce efectivamente todos los detalles en profundidad de la muestra observada. Finalmente, hay que tener en cuenta que, si se intercambian la micrograffa de la derecha por la de la izquierda, los rasgos aparecen invertidos, es decir las "depresiones" del primer caso aparecen como "elevaciones" y viceversa. Por lo tanto, para obtener una imagen tridimensional correcta es necesario colocar las dos micrograffas en las posiciones adecuadas en cada caso.

IV. MEDICION DE PROFUNDIDADES

El estereoscopio Hilger Watts posee un sistema de luces móviles (scanning lights) que permite medir, en forma rápida y precisa, la diferencia de paralaje entre las imágenes de dos puntos situados a distintas profundidades. Este sistema se ha comenzado a usar con resultados muy satisfactorios en los últimos años, no solo en el campo de la microscopía electrónica, sino también en el de la microscopía óptica y la aerofotometría, y reemplazó a la antigua "barra de paralaje" de los primeros instrumentos.

Básicamente, el sistema superpone dos pequeñas luces circulares (aproximadamente 0.5 mm de diámetro) junto con las imágenes del par de micrograffas, a través de las zonas centrales de los dos espejos semiplatedados (A) y (B), Fig.4. La luz de la izquierda es fija, mientras que la derecha puede ser desplazada verticalmente con un tornillo micrométrico (C). Este movimiento, a través del espejo semiplatedado (B) se transforma para el observador en un desplazamiento horizontal sobre la micrograffa derecha y permite variar la distancia relativa entre las dos luces. Si se ajusta convenientemente esta distancia, las dos imágenes se superponen y se observa entonces la imagen de un único punto luminoso flotante situado a una cierta profundidad, que depende solamente de la separación de los dos puntos, o sea, de la posición del tornillo micrométrico. Variando la posición de este último es posible "desplazar" en profundidad el punto luminoso flotante hasta hacerlo coincidir con algún detalle de la muestra observada o situarlo sobre alguna de las dos superficies.

Muchas veces ocurre que al comenzar a mover el tornillo se pierde el efecto tridimensional del punto luminoso y se ven dos imágenes no coincidentes, correspondientes a las luces de izquierda y derecha. Este problema se soluciona con pequeños desplazamientos de la luz izquierda en la dirección X. Esta corrección no afecta la medición del paralaje, puesto que éste último desplazamiento es perpendicular al movimiento en la dirección y del tornillo micrométrico. Si esta corrección no es suficiente para volver a obtener la imagen única del punto luminoso, entonces es necesario variar también la posición relativa de las dos micrograffas estereoscópicas.

La medición de profundidades se realiza de la siguiente manera:

- 1) Se ajusta la posición del tornillo micrométrico de manera que el punto luminoso flotante se sitúe al lado y a la misma profundidad que el defecto que se toma como referencia, por ejemplo el punto A de la Fig. 2, o si no alguna imperfección sobre la superficie superior de la lámina, Fig. 3(a).
- 2) Se toma la lectura del tornillo micrométrico. Este valor es una medida de la separación entre los dos puntos luminosos, si se toma como referencia la separación correspondiente al micrómetro en cero.
- 3) Se vuelve a desplazar el tornillo micrométrico, y se varía la separación entre puntos luminosos, de manera que el punto único flotante se sitúe justo al lado del defecto cuya profundidad se quiere determinar, Fig. 3(b).
- 4) Se toma nuevamente la lectura del tornillo micrométrico. La diferencia entre las dos lecturas corresponde directamente a la diferencia de paralaje ΔD tal como fue definida en la sección II.
- 5) Mediante la ecuación II. 6 se calcula inmediatamente la profundidad h del defecto dentro de la lámina, o la diferencia de profundidades entre dos defectos cualesquiera.

De la misma manera se pueden medir espesores de láminas delgadas o réplicas, siempre que se puedan distinguir algunos detalles sobre las dos superficies. En estos casos lo único que hay que hacer es colocar el punto luminoso flotante sobre un detalle de la superficie superior, luego desplazarlo hasta hacerlo coincidir con algún detalle de la superficie inferior, tomar las lecturas correspondientes y, mediante la expresión II. 6 calcular el espesor. Si se desea relevar el perfil de una de las superficies, no es necesario que la obra presente detalles marcados. Es suficiente colocar el punto luminoso a lo largo de un corte de la superficie a relevar. Luego, si se representa en ordenadas (eje y) la lectura del micrómetro en función de la coordenada X a lo largo del corte, se obtendrá directamente el perfil deseado. Si además se conoce el ángulo θ de giro entre las dos micrografías y la magnificación M de las mismas, se puede calibrar la ordenada y , y conocer de esta manera en forma cuantitativa el valor de los escalones y depresiones a lo largo del perfil.

Ejemplo

Se tomó una serie de micrografías estereoscópicas de una lámina delgada de cobre, con una magnificación de 17500 x sobre las placas. Los negativos fueron ampliados 3 veces. La magnificación total fue, por lo tanto $M = 52500$ x. Las fotografías fueron tomadas con ángulos de rotación $\theta_1 = \theta_2 = 16,3^\circ$. Resulta entonces

$$\theta = \theta_1 + \theta_2 \quad \text{sen } \theta_1 = \text{sen } \theta_2 = \text{sen } \frac{\theta}{2} = 0.271$$

$$2 \operatorname{sen} \frac{\theta}{2} = 0,542$$

No se consideró la aproximación de la ecuación II.4 dado que en nuestro caso los ángulos de rotación fueron relativamente grandes.

Reemplazando en II.6

$$h = \frac{\Delta D}{M 2 \operatorname{sen} \frac{\theta}{2}} = 3,51 \times 10^{-5} D$$

Las posiciones del tornillo micrométrico al colocar el punto luminoso flotante a la misma profundidad que una imperfección dada, y luego en la superficie superior de la lámina, fueron respectivamente

$$D_1 = 7.61 \text{ mm}$$

$$D_2 = 7.85 \text{ mm}$$

$$\Delta D = 0.24 \text{ mm}$$

Reemplazando en la expresión de h

$$h = 3.51 \times 10^{-5} \times (0.24 \text{ mm}) = 84 \times 10^{-7} \text{ mm}$$

$$h = 84 \text{ \AA}$$

V. PRECISION DE LAS MEDIDAS ESTEREOSCOPICAS

Son tres los factores que afectan la precisión en las medidas de profundidades dentro de una lámina delgada:

- El ángulo θ de giro entre las dos micrograffas estereoscópicas.
- La magnificación M del microscopio electrónico.
- La precisión con la cual se determina el paralaje en el anteojo estereoscópico.

Medición del ángulo θ

El caso más sencillo es el de muestras amorfas y réplicas. En muestras de este tipo el contraste se origina en la difusión másica de electrones por los átomos, y no depende de la orientación de la muestra. Por lo tanto, se puede elegir cualquier dirección como eje de giro entre las dos micrograffas. Lo más inmediato entonces, es realizar el giro

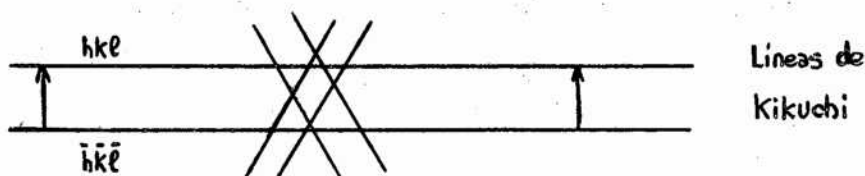
según el eje del portamuestras giro-rotación que posee el microscopio Philips EM300. En el tambor graduado se puede leer directamente el giro realizado, siendo la apreciación de cada lectura de $\pm 0,2^\circ$, lo que corresponde en la apreciación de θ a un ángulo de $\pm 0,5^\circ$. Teniendo en cuenta que los ángulos de rotación están comprendidos normalmente entre 20° y 30° , el error relativo en la determinación de θ es para este caso menor que el 5%.

En muestras cristalinas la situación es diferente. En efecto, en este caso el contraste no se produce solamente por diferencias en los factores de difusión electrónica de distintas partes de la muestra, sino que depende de la orientación de la misma respecto al haz incidente. Por lo tanto la imagen electrónica observada es función de las condiciones de difracción en las que se encuentra la lámina delgada cristalina. Este es el llamado "contraste por difracción".

En este caso no se puede elegir arbitrariamente el eje de giro pues el contraste se verá seguramente alterado, y además es posible que ciertos defectos visibles en la primera micrografía, no produzcan contraste alguno en la segunda, o viceversa. Es decir, las condiciones de difracción de la muestra deben mantenerse durante el giro. Esta condición puede ser satisfecha utilizando el portamuestras de doble inclinación con que cuenta el Philips EM300.

El procedimiento a seguir es el siguiente:

- Operando el microscopio en difracción se gira la muestra hasta que se cumpla la aproximación llamada de dos haces (el contraste de defectos cristalinos se puede interpretar más fácilmente si solamente existen dos haces fuertemente excitados en el diagrama de difracción: el haz incidente y una sola reflexión fuertemente excitada).
- En estas condiciones se pasa a iluminación normal y se saca la primera fotografía del área elegida.
- Se vuelve a operar el microscopio electrónico en difracción. Se identifican las dos líneas de Kikuchi asociadas con la reflexión cristalina (hkl) excitada:



Esto es inmediato si el cristal está orientado en la posición de Bragg o cerca de ella (en efecto, la línea más cercana al haz incidente es la línea por defecto, y la más alejada es la línea por exceso, para mayores detalles consultar el libro de Hirsch, sección 5.6).

- Mediante los dos controles de giro del portamuestras se comienza a girar la muestra

de manera tal que las dos líneas de Kikuchi se desplacen siempre paralelas a sí mismas. En otras palabras, lo que se hace es girar el cristal de tal manera que los planos que originan el contraste por difracción sean los mismos en las dos micrograffas. Recuerdese que las líneas de Kikuchi se pueden considerar como las "trazas" de los planos cristalinos sobre la pantalla de observación. Una vez finalizado el giro se hace un ajuste fino de la orientación del cristal de manera que éste satisfaga las mismas condiciones de difracción correspondientes a la primer micrograffa (ya sea la posición exacta de Bragg o alrededor de ella).

e) Se pasa nuevamente a iluminación normal y se saca la segunda micrograffa.

La determinación del ángulo θ no es inmediata en este caso y existen varias maneras para hacerla.

En primer lugar, si se conoce la estructura cristalina del material observado (parámetros de red y espaciados entre planos) se puede conocer el ángulo $2\theta_B$ de Bragg correspondiente, y entonces, teniendo presente que la separación angular entre las dos líneas de Kikuchi es precisamente $2\theta_B$, es posible "calibrar" el diagrama de difracción. Así, a partir de los diagramas correspondientes a las dos micrograffas estereoscópicas se puede obtener el ángulo θ . Si se desean medidas semi-cuantitativas este método es el más rápido y permite conocer θ dentro de un error del 10%.

Otra forma de conocer θ es mediante el estudio de los diagramas completos de difracción que aparecen al comenzar y al terminar de efectuar el giro. En efecto, el diagrama de difracción de electrones corresponde a planos enteros del espacio recíproco del cristal observado. Por lo tanto, si se conoce la estructura y la orientación cristalográfica media de la lámina delgada, es posible predecir qué diagramas pueden aparecer al efectuar un giro alrededor de esa orientación promedio. Lo que se puede hacer entonces es tomar la primer micrograffa en una posición del cristal tal que el diagrama de difracción pueda ser fácilmente identificable por la simetría y la disposición de sus manchas, luego efectuar el giro siguiendo un par de líneas de Kikuchi, hasta obtener nuevamente algún diagrama fácil de reconocer y tomar la segunda micrograffa. El ángulo total de giro se puede determinar entonces mediante un simple cálculo geométrico (ángulo entre dos planos dados en el espacio recíproco). Sin embargo, este método no es muy exacto puesto que la posición de un diagrama de difracción dado no está perfectamente definida. En efecto, si la lámina delgada está ligeramente doblada o deformada, el diagrama de difracción puede aparecer aún cuando el cristal esté orientado algunos grados fuera de la posición geométrica correspondiente.

En realidad, la manera más exacta para determinar el ángulo de giro entre las dos micrograffas estereoscópicas es mediante la observación detallada de las líneas de Kikuchi. Conocida la orientación aproximada de la lámina delgada, y por supuesto su estructura, es posible determinar los diagramas de difracción que van apareciendo sucesivamente al efectuar un giro alrededor de una dirección dada. Entonces también es posible, tal como está descrito en el libro de Hirsch, pág. 121, determinar las principales líneas de Kikuchi que

acompañan a cada uno de esos diagramas. La posición angular de esas líneas puede calcularse fácilmente. La comparación de los diagramas de difracción correspondientes a las dos micrograffas estereoscópicas, con estos "mapas" de líneas de Kikuchi, permite determinar rápidamente el ángulo de giro θ . La precisión de la medida está dada fundamentalmente por el ancho de las líneas de Kikuchi, generalmente del orden del grado. Para los ángulos de giro usuales, entre 20 y 30°, esto significa un error inferior al 1%.

Magnificación del microscopio electrónico

En la ecuación II.6 se puede ver que la precisión en la determinación de profundidades es tanto mejor cuanto mejor sean conocidas las magnificaciones M del microscopio electrónico. En el Philips EM300 que posee el laboratorio, éstas pueden conocerse con una precisión que se estima en $\pm 5\%$. Para más detalles puede consultarse el apunte "Calibración de los Aumentos y las Rotaciones Relativas en el Microscopio Electrónico Philips EM300".

Precisión en la determinación del paralaje

La precisión de las medidas estereoscópicas está dada por la repetibilidad de los valores obtenidos al determinar la profundidad de un defecto dado. Esta a su vez depende de la capacidad del observador de colocar el punto luminoso flotante a la misma profundidad que un defecto o la superficie de la lámina. En un caso típico, las determinaciones sucesivas de la profundidad de un defecto respecto de la superficie dieron los siguientes valores: 31, 27, 31, 24, 31, 31, 27, 21, 31 y 27 Å, a los que corresponde un valor más probable de 28 Å, y una dispersión standard del orden de $\pm 8\%$. Del análisis cuantitativo de errores realizado, se puede obtener como conclusión que la precisión en la determinación de profundidades es del orden de $\pm 14\%$.

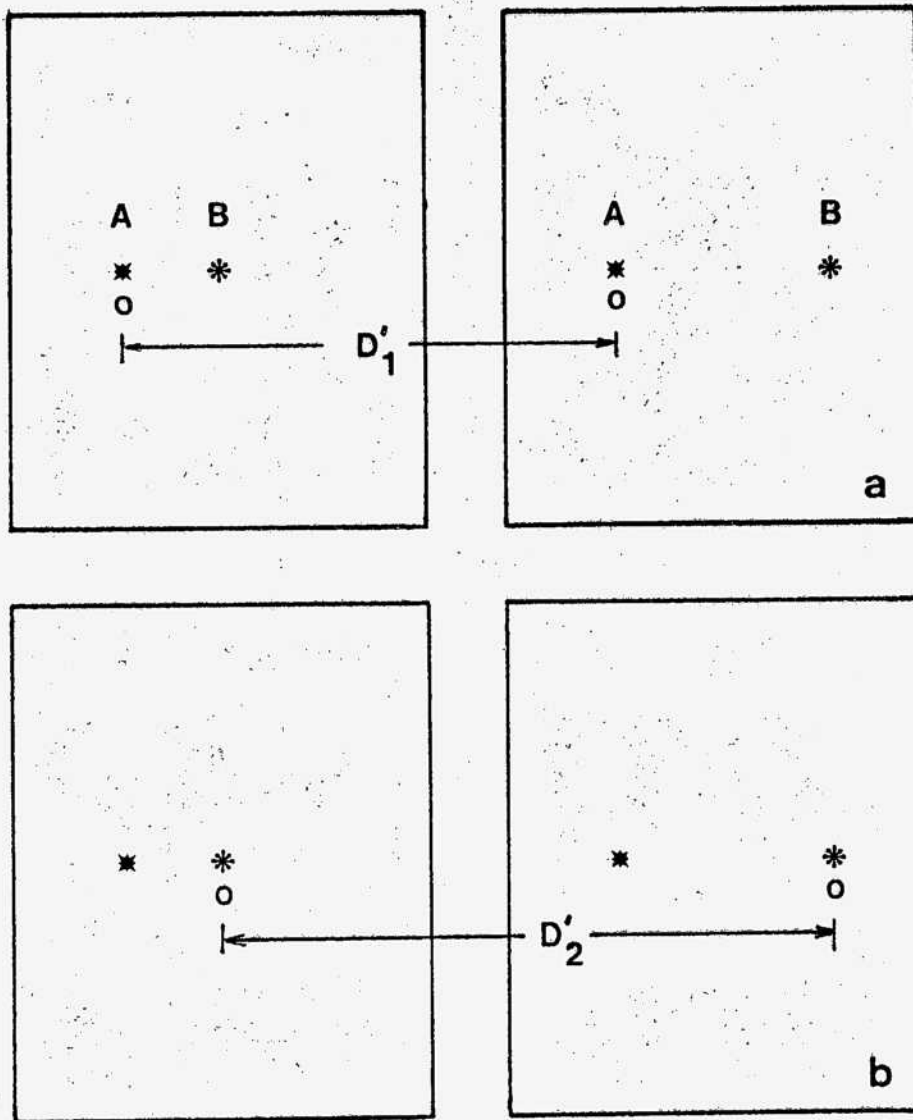


Fig. 3 Esquema de la medición del paralaje entre dos puntos a partir de las correspondientes fotografías estereoscópicas. En a) y b) se reproducen los pares obtenidos según la Fig. 2. Se ajusta la posición del tornillo micrométrico que varía la distancia entre los dos puntos luminosos del estereoscopio de manera tal que:

- a) El punto luminoso flotante $\circ$ se sitúa a la misma "profundidad" que el defecto A.
- b) El punto luminoso se coloca a la misma profundidad que el defecto B.

El paralaje es la diferencia $\Delta D = D'_2 - D'_1$ de las separaciones entre los puntos luminosos correspondientes a las situaciones descritas en a) y b).



Fig. 4 Estereoscopio Hilger Watts SB190

A y B: espejos a 45°

C: tornillo micrométrico que permite variar la separación entre los dos puntos luminosos.

D: desplazamiento transversal de la luz izquierda.