

C.N.E.A. B	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
Nº 1	Nº 1971

09.71.06

PMM/A-64

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

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

CALIBRACION DE LOS AUMENTOS Y LAS ROTACIONES RELATIVAS
EN EL MICROSCOPIO ELECTRONICO PHILIPS EM 300

M. Ipohorski

Departamento de Metalurgia
Buenos Aires - Argentina
1971

PMM/A-64

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

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

CALIBRACION DE LOS AUMENTOS Y LAS ROTACIONES RELATIVAS
EN EL MICROSCOPIO ELECTRONICO PHILIPS EM 300

M. Ipohorski

Departamento de Metalurgia
Buenos Aires - Argentina
1971

CALIBRACION DE LOS AUMENTOS

Para poder realizar observaciones cuantitativas en el microscopio electrónico, es obvio que se necesita conocer el aumento total de la imagen que aparece sobre la pantalla.

En el caso del microscopio Philips EM 300, se proveen tablas que dan directamente el aumento de la imagen en función de las distintas posiciones de las perillas que controlan la corriente en las lentes intermedias. Sin embargo, estos datos no corresponden a cada instrumento en particular, sino que fueron hechos para un modelo standard. Los mismos fabricantes aclaran que son valores típicos para el modelo EM 300, y que puede haber variaciones para cada instrumento en particular.

Es así que se ha efectuado una calibración del microscopio existente en el laboratorio, con platina goniométrica, a un potencial de 100 kV. Para los otros potenciales de aceleración, 20 a 80 kV, los aumentos siguen siendo los mismos, puesto que se ajusta automáticamente la corriente en las lentes magnéticas y se compensa así la variación de la longitud de onda de los electrones del haz. Para la calibración se utilizó una réplica de carbono de una red de difracción óptica de 28.800 líneas/pulgada (1.133,8 líneas/mm). El espaciado entre líneas de la red es por lo tanto de $0,8819 \times 10^{-3}$ mm/línea.

Se tomaron fotografías de la imagen electrónica de la réplica para las distintas posiciones de la llave "Magnification Switch" (MS), en las escalas "M" y "S. A." de la llave "Magnification Function Selector" (MFS), ambas situadas en el panel principal derecho. En la Fig. 1 se muestran dos imágenes de la réplica correspondientes a dos aumentos distintos. Los aumentos calculados de esta manera se detallan en la Tabla I. Hay que notar que estos valores son los correspondientes a las placas fotográficas de 6x9 cm. Si por al-

guna razón se desea conocer el aumento sobre la pantalla de observación, habrá que dividir los valores tabulados por 1,14. Si se utiliza la cámara de 35 mm para las fotografías, hay que tener en cuenta que el aumento es entonces la tercera parte del valor sobre la pantalla de observación.

En resumen si A es un valor cualquiera del aumento sobre las placas de 6 x 9 cm, obtenido de la Tabla I, se tiene que

Aumento sobre las placas 6 x 9 cm	A
Aumento sobre la pantalla principal de observación	$\frac{A}{1,14} = A \times 0,877$
Aumento sobre la película de 35 mm	$\frac{A}{1,14} \times 0,33 = A \times 0,292$

El usuario del microscopio se preguntará cuál de las dos escalas, M o S.A., conviene utilizar. Digamos que no existe ninguna diferencia en cuanto a resolución o calidad de la imagen entre las dos. Para una observación de materiales amorfos o réplicas es indistinto usar cualquiera de ellas. Sin embargo, cuando se observan láminas delgadas cristalinas, es necesario pasar de imagen a difracción continuamente. En este caso la escala S.A. (Selected Area) es la más conveniente, pues permite obtener el diagrama de difracción por un área selecta de la muestra y solamente es necesario pasar la llave MFS a la posición D + I.

La precisión de los datos tabulados en la Tabla I se estima en $\pm 5\%$. Por un lado pudo haber dilatación en ciertas zonas de la réplica utilizada en la calibración, debido a calentamientos locales producidos por el haz de electrones. Por otra parte, cada mues-

tra particular podrá estar situada en el portamuestras del microscopio ligeramente por encima o por debajo de la posición en la que fué colocada la réplica. Al poner en foco el área observada será necesario variar un poco la corriente en la lente objetivo, lo que traerá a su vez una variación en el aumento total de la imagen. Estos factores, junto con eventuales efectos de histéresis en las piezas polares de las lentes, hacen que los aumentos tabulados se puedan confiar al $\pm 5\%$, como se ha mencionado.

Una precaución que deberá tomar cada usuario cuando realiza mediciones cuantitativas en un microscopio electrónico es la siguiente. La última lente del sistema óptico electrónico, la proyectora, distorsiona la imagen final de tal manera que el aumento no es constante sobre toda la pantalla, sino que es mayor en zonas alejadas del centro de la misma. Los valores de la Tabla I corresponden a la zona central, digamos un círculo de 4 o 5 cm de diámetro. Dentro de este círculo las variaciones de aumento son muy pequeñas pero pueden llegar a ser mayores que un 10% en los bordes de la pantalla.

Digamos finalmente que la calibración hecha aquí es válida, dentro de los límites mencionados, para la platina goniométrica del instrumento con el original de fábrica de la pieza polar de la lente objetivo. Si por alguna razón ésta se reemplaza por otra, puede haber variaciones en los valores de los aumentos dados en la Tabla I, así como en las rotaciones correspondientes.

TABLA I

Escala M	Aumentos X	Escala S. A. (Apertura de difracción en foco)	Aumentos X
5	2590	1 → 10	10340
6	3100	11	7900
7	3800	12	9400
8	4770	13	11600
9	6000	14	14200
10	7460	15	17500
11	10200	16	21900
12	12760	17	26800
13	16440	18	32900
14	20880	19	39500
15	26840	20	46800
16	33800	21	58400
17	43470	22	72800
18	52300	23	89000
19	66100	24	110000
20	77870	25	128000
21	91500		
22	96000		
23	155000		
24	193000		
25	220000		

Tabla de aumentos, medidos sobre las placas fotográficas de 6 x 9 cm, en el microscopio electrónico Philips EM 300.

NOTA: Al pasar de la posición SA 10 a la siguiente SA 11, disminuye bruscamente el aumento de 10340 a 7900. Esto se debe a que entra a funcionar entonces la lente intermedia adicional.

CALIBRACION DE LAS ROTACIONES

Cuando se observan láminas delgadas cristalinas es fundamental relacionar la imagen electrónica con el diagrama de difracción, para la orientación adecuada de la mues-
tra.

Ahora bien, esta relación no es tan inmediata, y la superposición directa de ambas imágenes no es correcta. Analicemos un poco más en detalle la formación de ambos dia-
gramas. En la Fig. 2 se muestra esquemáticamente la formación, sobre el plano llamado I_1 , de la primer imagen dada por la lente objetivo. El diagrama de difracción, en cam-
bio, se forma sobre el plano focal imagen de la lente. Puede verse que la imagen está in-
vertida respecto del objeto, pero por el contrario, el diagrama de difracción no sufre in-
versión alguna. Es decir que:

La primer imagen de un objeto, y su correspondiente dia-
grama de difracción, dados por la lente objetivo, están ro-
tados en 180° .

El sistema de lentes subsiguiente produce un número igual de inversiones en ambas
figuras, y por lo tanto esta relación se mantiene en todo el sistema óptico. En particular
esto también es cierto sobre la pantalla final.

Pero además existe una rotación adicional que habrá que tener en cuenta simultá-
neamente con esta inversión. Al pasar de difracción a imagen se varía la potencia de la
lente intermedia. Este hecho introduce una rotación adicional en un cierto ángulo Θ . Se
puede ver en la Fig. 2 que, estando en difracción, para focalizar la primer imagen del
objeto hay que aumentar la corriente de la lente intermedia (hacerla más potente). Por lo
tanto la imagen, además de los 180° ya mencionados, estará rotada en el ángulo Θ en el

sentido de las agujas del reloj, vista sobre la pantalla final de observación.

En la Fig. 3 se muestra esquemáticamente cómo obtener la correspondencia real entre imagen y difracción para el caso particular de $\Theta \approx 30^\circ$. Si se busca esta relación comparando dos placas fotográficas, éstas tendrán que colocarse de la misma manera en la que fueron expuestas en el microscopio, o sea con la emulsión hacia arriba. Si se comparan ampliaciones fotográficas positivas de la imagen y del diagrama de difracción, será necesario fijarse primero si éstas corresponden a imágenes vistas sobre la pantalla del microscopio, o si hubo alguna otra inversión durante el proceso fotográfico.

El ángulo de rotación adicional puede medirse experimentalmente utilizando un cristal de estructura conocida. En nuestro caso se usaron cristales de trióxido de molibdeno (α) depositados sobre una lámina de carbono amorfo (*). Los cristales ortorrómicos de esta sustancia son láminas muy delgadas según la dirección $\langle 010 \rangle$, y por lo tanto se depositan de manera que la película de carbono es perpendicular a esta dirección. Vistos al microscopio electrónico, los cristales tienen forma rectangular. Los bordes más largos coinciden con la dirección $\langle 001 \rangle$, y los más cortos por lo tanto, son paralelos a la dirección $\langle 100 \rangle$, (Fig. 4). Los espaciados cristalinos son

$$d_{100} = 3.966 \text{ \AA}$$

$$d_{001} = 3.696 \text{ \AA}$$

(*) Estos cristales se pueden obtener calentando al rojo molibdato de amonio en un crisol de porcelana. Sobre la tapa del crisol subliman estos pequeños cristales. Se lava la tapa con un poco de agua de manera que éstos queden en suspensión, se deposita una gota de esta suspensión sobre una película de carbono, y se deja secar.

El diagrama de difracción correspondiente a uno de estos cristales será por lo tanto un sistema de puntos dispuestos según rectángulos, cuyo lado más largo corresponde a la dirección recíproca $\langle 001 \rangle$. La comparación entre imagen y difracción resulta entonces muy fácil. En la Fig. 5 se puede ver la imagen de uno de estos cristales y su diagrama de difracción. Nótese que la figura corresponde a una copia ampliada positiva, y por lo tanto representa la relación entre imagen y difracción tal como se vería debajo de la pantalla de observación (haz de electrones hacia el observador). Las fotografías se tomaron sobre las dos mitades de una misma placa para evitar errores de montaje en los soportes.

La calibración se hizo para distintos aumentos en las dos escalas "M" y "S. A.". En la Tabla II se dan los valores numéricos de los ángulos α según los cuales hay que rotar el diagrama de difracción, en el sentido de las agujas del reloj, para hacerlo coincidir con la imagen correspondiente. Por razones de claridad estos ángulos α se expresan como $180^\circ + \Theta$, donde 180° representa la inversión relativa de los dos diagramas, y Θ corresponde a la rotación adicional debida a la variación de la potencia en las lentes intermedias. Notemos que los valores de Θ sufren un brusco aumento al pasar de la posición 10 a la 11, tanto en la escala M como en la S. A. Esto se debe a que entra a funcionar entonces la lente intermedia adicional, hecho que ya hemos mencionado al tratar la calibración de los aumentos. El error de los datos de la Tabla II se estima en $\pm 2^\circ$ para las posiciones comprendidas entre 10 y 20, y es un poco mayor, digamos $\pm 3^\circ$, para las últimas posiciones de la llave MS.

Finalmente, en las Fig. 6 y 7 se representan en forma gráfica las relaciones angulares dadas en la Tabla II. El vector denominado $\vec{g}$ representa una dirección o una re-

flexión dada en el diagrama de difracción. Los otros vectores dan la dirección de este vector $\vec{g}$ sobre la imagen, para los distintos aumentos del instrumento.

AGRADECIMIENTO

Se desea agradecer la eficaz colaboración del señor N.J. Marcone durante el desarrollo del presente trabajo.

TABLA II

Escala M		Escala S. A. (Apertura de difracción en foco)	
$\alpha = 180 + \theta^\circ$		$\alpha = 180 + \theta^\circ$	
10	180 + 145	1 → 10	180 + 26
11	" 265	11	" 259
12	" 267	12	" 261
13	" 269	13	" 263
14	" 271	14	" 266
15	" 274	15	" 269
16	" 277	16	" 273
17	" 281	17	" 278
18	" 285	18	" 283
19	" 290	19	" 289
20	" 296	20	" 295
21	" 304	21	" 304
22	" 314	22	" 313
23	" 328	23	" 322
24	" 342	24	" 332
25	" 355	25	" 343

Rotaciones relativas entre la imagen y su correspondiente diagrama de difracción, en el microscopio electrónico Philips EM 300.

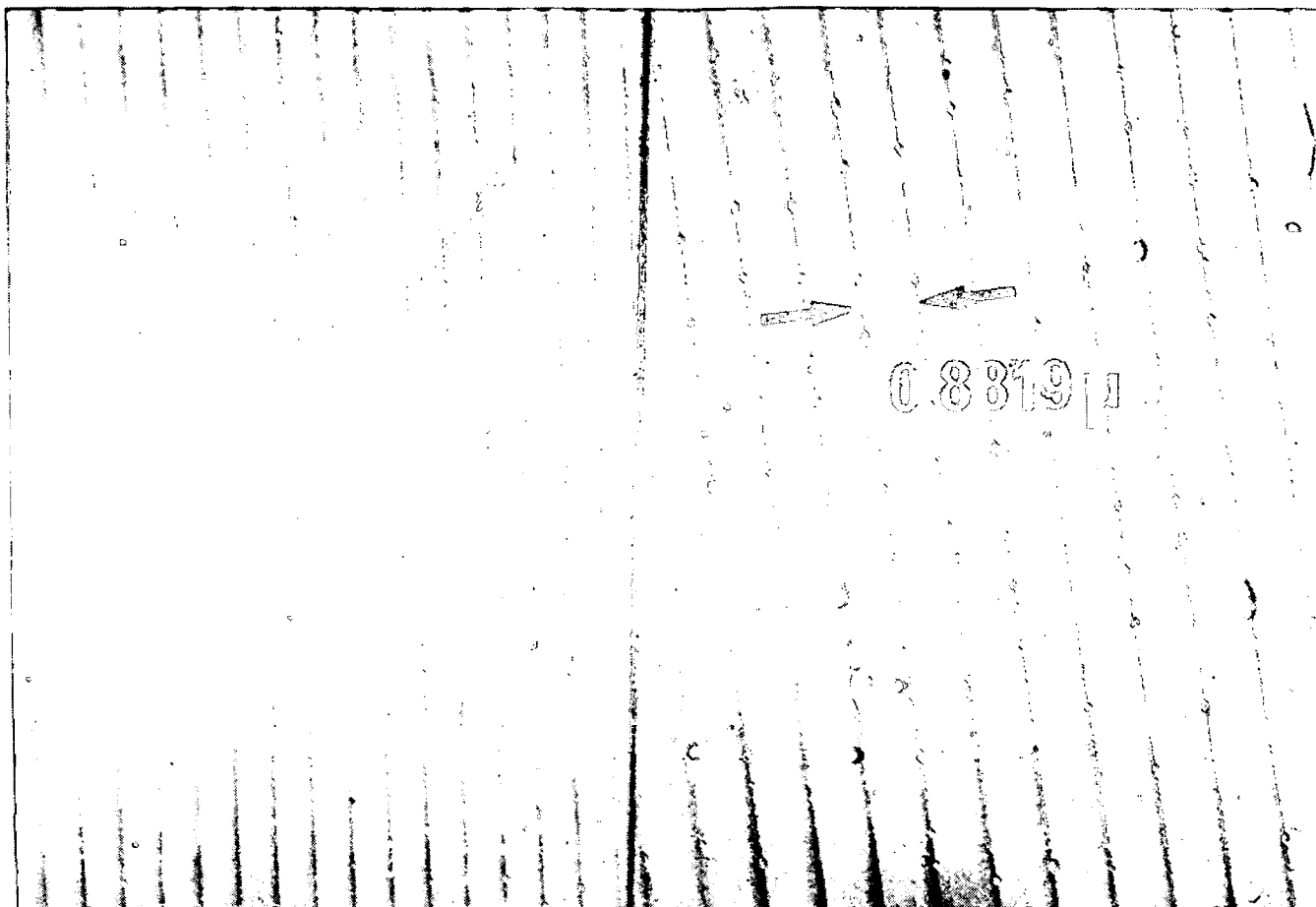


Fig. 1 - Imagen electrónica de una réplica de una red de difracción óptica, correspondiente a dos aumentos distintos del microscopio.

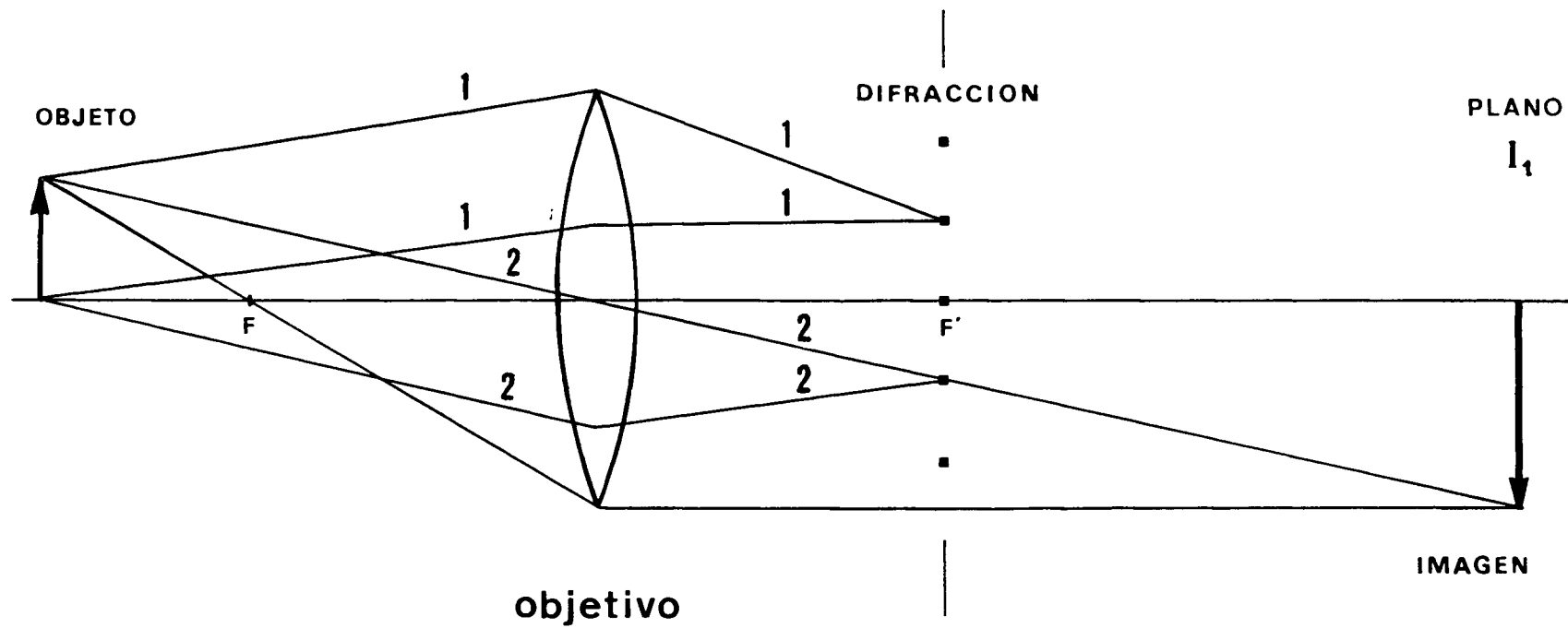


Fig. 2 - Esquema de la formación de la primer imagen y del diagrama de difracción de un objeto dado, producidos por la lente objetivo de un microscopio electrónico. Nótese que focalizan sobre planos distintos y que están invertidos 180° uno respecto del otro.

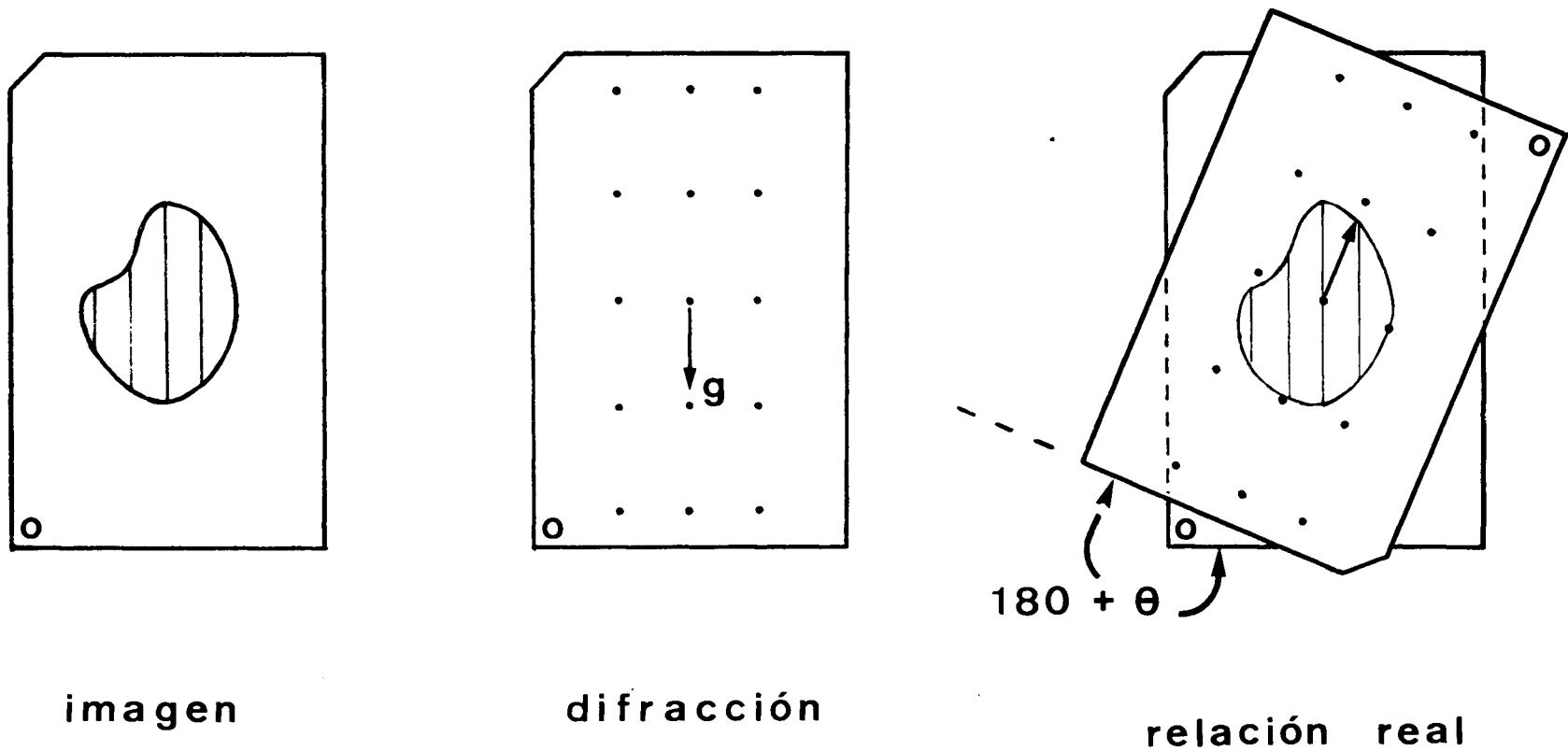


Fig. 3 - Relación real entre una imagen electrónica, observada sobre la pantalla del microscopio, y su correspondiente diagrama de difracción. Además de la inversión de 180° el diagrama de difracción tendrá que rotarse en el ángulo θ para compensar la variación de la corriente en las lentes intermedias.

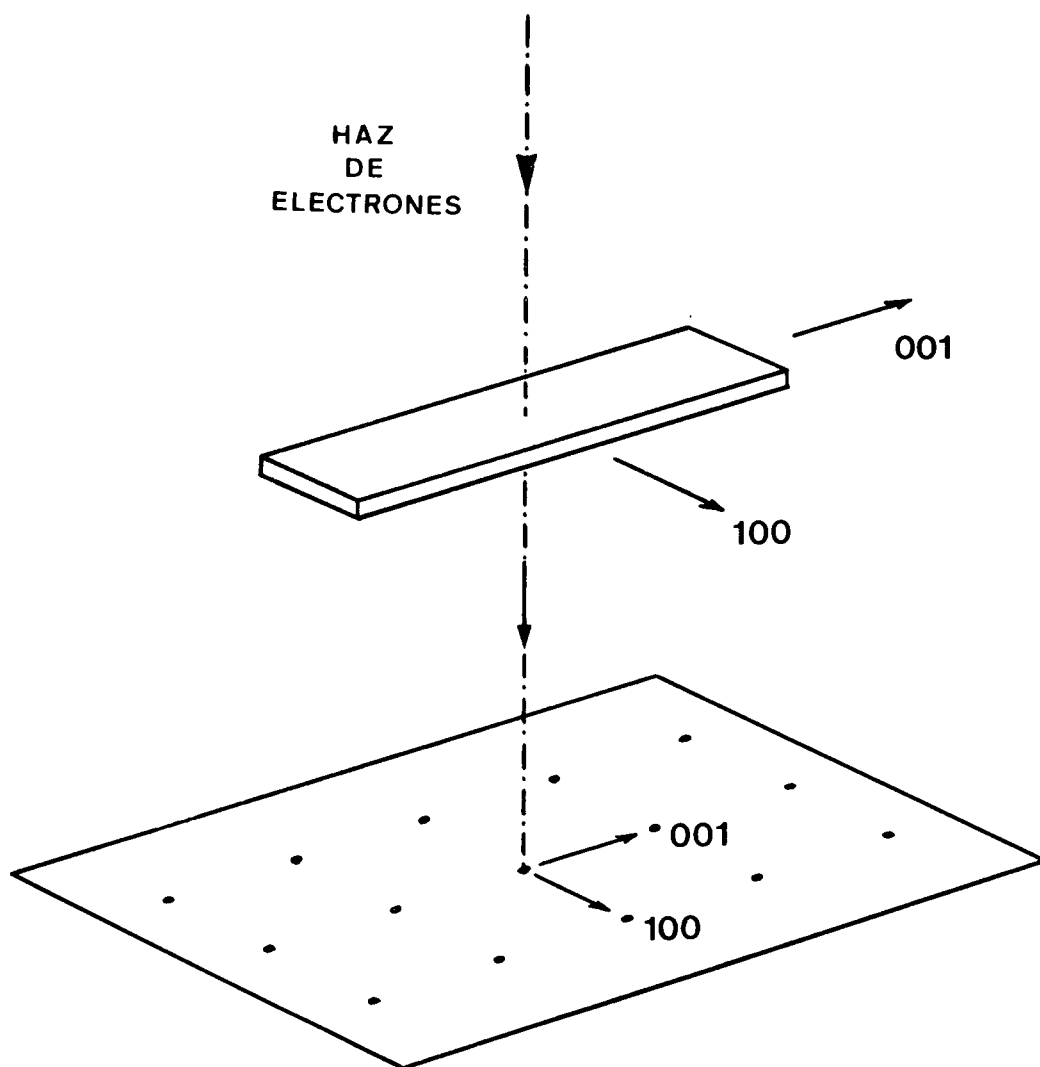


Fig. 4 - Relación entre la forma geométrica de un cristal de trióxido de molibdeno α y su correspondiente diagrama de difracción.

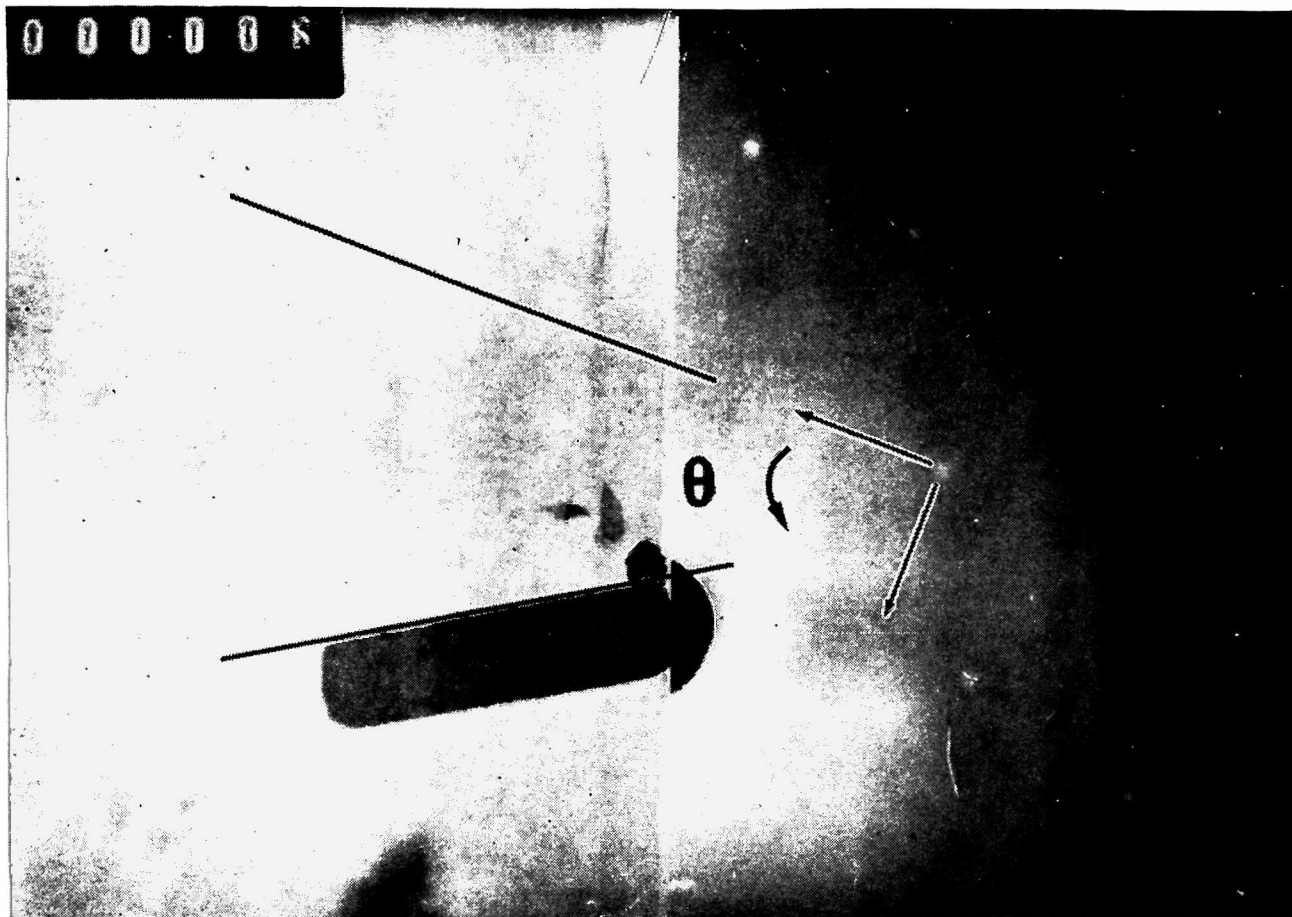


Fig. 5 - Imagen de un cristal de trióxido de molibdeno y su correspondiente diagrama de difracción. El ángulo θ es la rotación relativa que deberá agregarse a la inversión de 180° para obtener la relación real entre ambos.

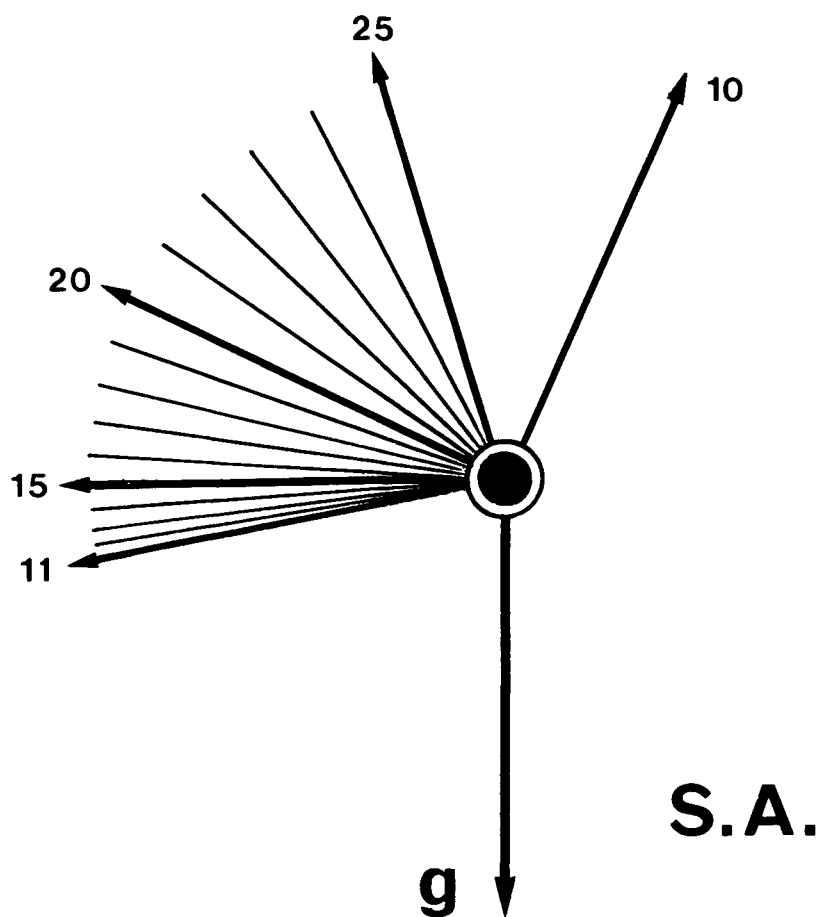


Fig. 6 - Rotaciones relativas entre la imagen electrónica y su correspondiente diagrama de difracción. El vector $\vec{g}$ representa una dirección o una reflexión dada en el diagrama de difracción. Los otros vectores dan la dirección real de $\vec{g}$ sobre la imagen, para los distintos aumentos de la escala "S.A." del instrumento.

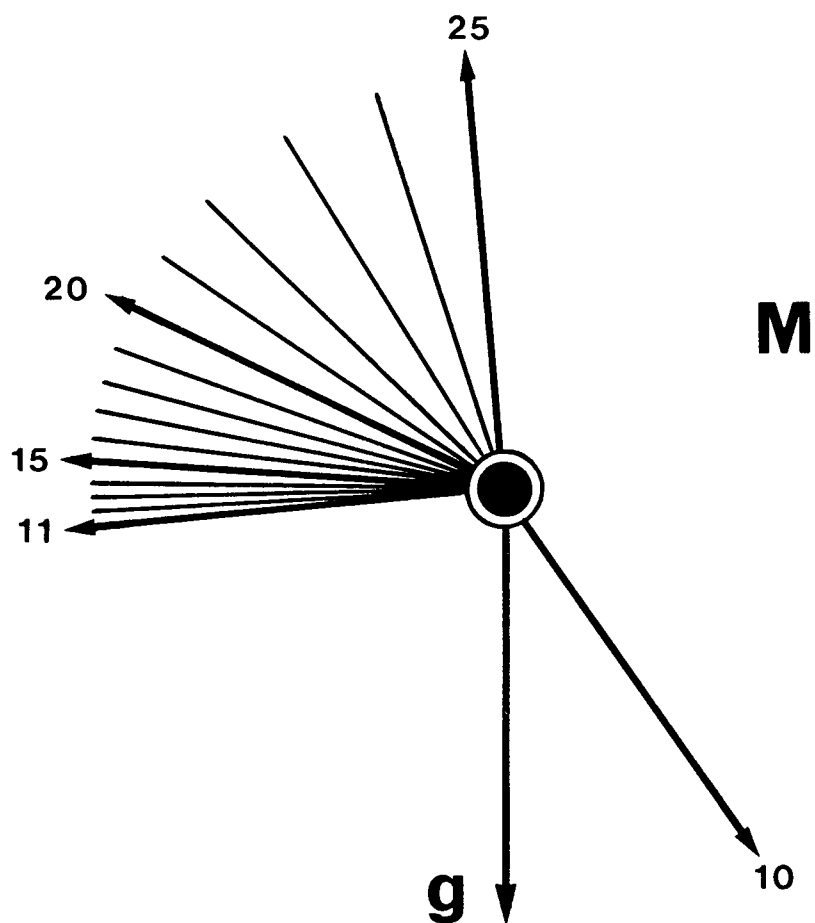


Fig. 7 - Rotaciones relativas entre la imagen electrónica y su correspondiente diagrama de difracción. El vector $\vec{g}$ representa una dirección o una reflexión dada en el diagrama de difracción. Los otros vectores dan la dirección real de $\vec{g}$ sobre la imagen, para los distintos aumentos de la escala "M" del instrumento.