

01.73.10

C.N.E.A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
Nº 2	AÑO 1973

CNEA/TE - 27/111

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

GERENCIA DE TECNOLOGIA

DETERMINACION DE TEXTURAS CRISTALINAS
POR DIFRACCION DE ELECTRONES

M. IPOHORSKI

BUENOS AIRES
1973

CNEA/TE - 27/111

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

GERENCIA DE TECNOLOGIA

DETERMINACION DE TEXTURAS CRISTALINAS
POR DIFRACCION DE ELECTRONES

M. IPOHORSKI

BUENOS AIRES
1973

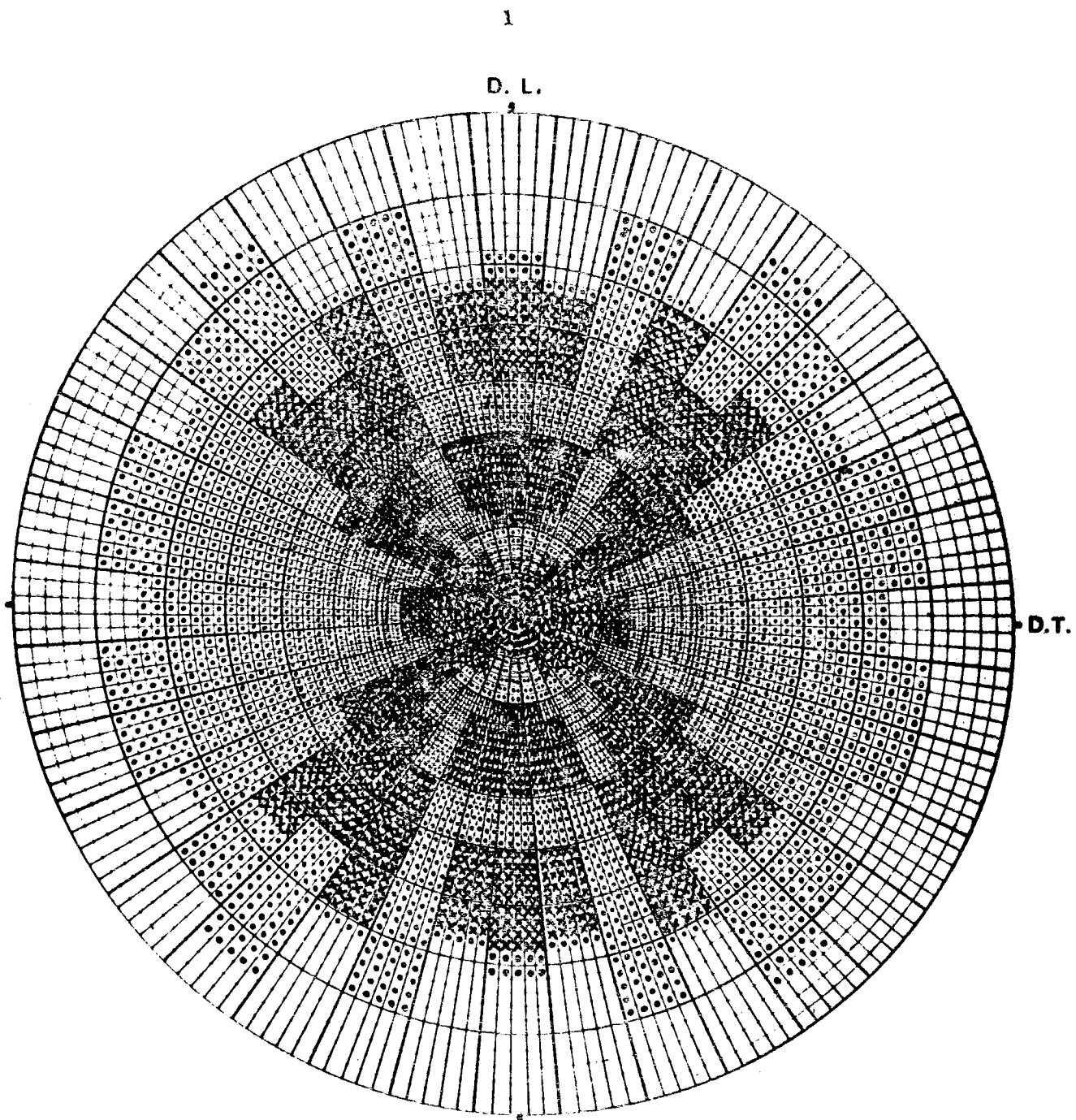


Fig.1 Figura de Polo (311) de una chapa de cobre laminada.
D.L.: Dirección de laminación
D.T.: Dirección transversal

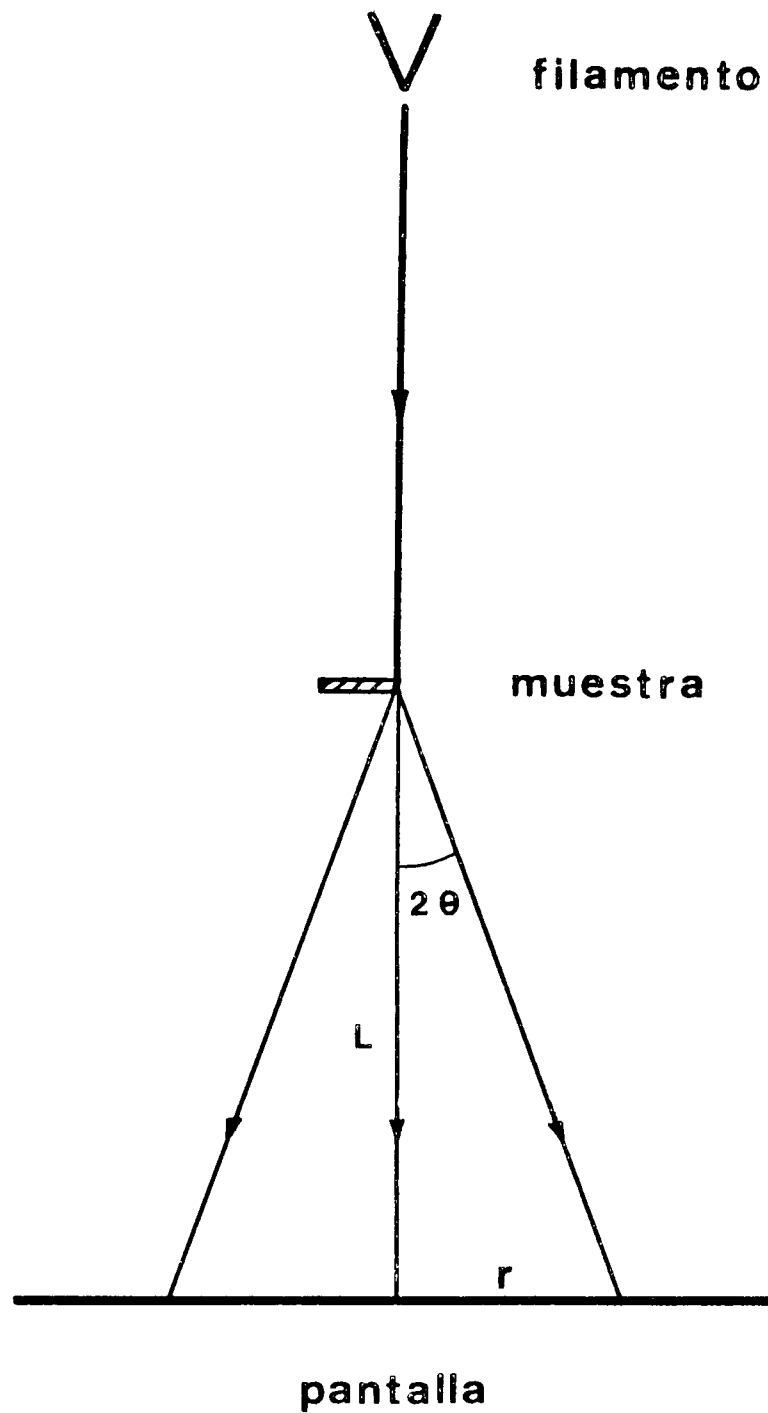


Fig.2 Esquema de la geometría de un difractómetro electrónico. La distancia L entre la muestra y la placa fotográfica se denomina longitud de la cámara, r es el radio de uno de los anillos de difracción y 2θ es el ángulo total de difracción.

DETERMINACION DE TEXTURAS CRISTALINAS POR DIFRACCION DE ELECTRONES

M. Ipohorski

La idea de aplicar las técnicas de difracción de electrones al estudio de la textura de materiales trabajados tuvo su origen en las primeras reuniones del grupo de trabajo "Tubos" del Departamento de Metalurgia. Se pensó así en la posibilidad de que con las facilidades existentes en el laboratorio de microscopía electrónica se pudiera contribuir a solucionar este problema a lo largo de las distintas etapas de fabricación de los tubos de zircaloy para elementos combustibles. La técnica que aquí se detalla muestra la factibilidad de determinar texturas en forma semi-cuantitativa por difracción de electrones. Los resultados obtenidos en chapas de cobre laminadas confirman la posibilidad de aplicar esta técnica al estudio de la textura existente en los tubos de zircaloy mencionados.

I. INTRODUCCION

En una muestra policristalina normalmente cada grano tiene una orientación cristalográfica distinta de la de sus vecinos. Las orientaciones de todos los granos de una muestra pueden estar distribuidas al azar o pueden tener una tendencia a agruparse alrededor de alguna o algunas orientaciones preferenciales. Toda muestra policristalina de estas últimas características se dice que tiene una orientación preferencial o textura. En general se puede decir que textura es una propiedad que caracteriza a toda muestra en la cual la distribución de las orientaciones de los cristales que la componen no es homogénea, es decir distinta del azar.

Existen numerosos ejemplos de orientaciones preferenciales. Uno puede esperar intuitivamente que los cristales que componen un alambre trafilado están orientados de manera que una dirección cristalográfica $\langle u \ v \ w \rangle$ sea casi paralela al eje del alambre en la mayoría de los granos, Fig. 3(a). En chapas laminadas, de la misma manera uno puede esperar que la mayoría de los granos está orientada con ciertos planos $(h \ k \ l)$ paralelos a la superficie de la chapa, y que una cierta dirección $\langle u \ v \ w \rangle$ en esos planos sea aproximadamente paralela a la dirección de laminación, Fig. 3(b).

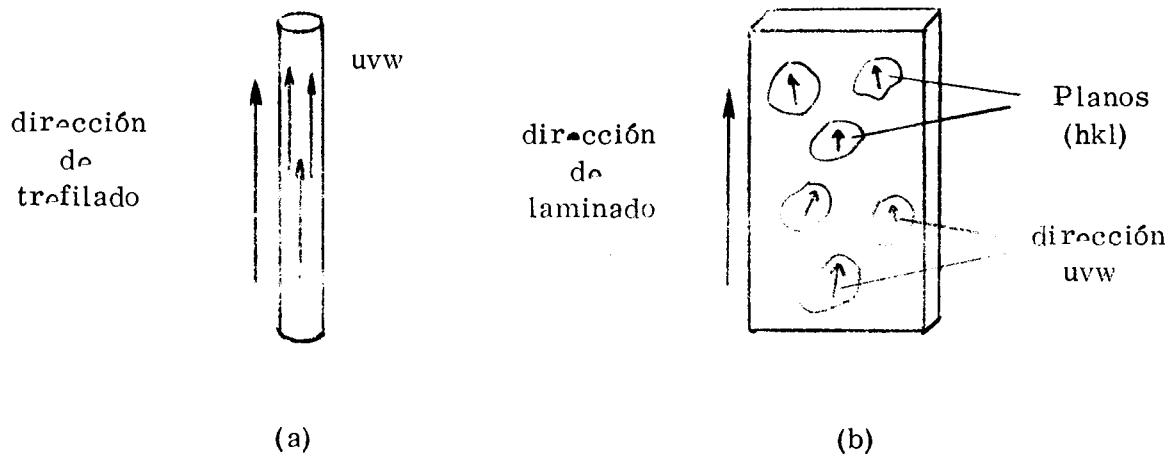


Fig. 3

Estas son las texturas típicas debidas a un proceso de deformación. Básicamente estas texturas se originan en la tendencia que tiene cada grano cristalino a rotar durante la deformación plástica. El resultado de las rotaciones de todos los cristallitos da origen a las texturas mencionadas.

Cuando un metal o aleación trabajados en frío, con una cierta textura de deformación, son recristalizados por medio de un tratamiento de recocido, la nueva estructura presenta también una textura, a menudo diferente de la del material trabajado original. Esta es la textura de recristalización. Se puede distinguir en este caso entre textura de recristalización primaria o secundaria según cual haya sido el proceso de recristalización involucrado. Estas nuevas texturas están relacionadas con la influencia que tienen los granos de la matriz cristalina original en la nucleación o crecimiento de los nuevos granos.

Las orientaciones preferenciales también existen en lingotes, películas metálicas evaporadas, y es también característica de compuestos orgánicos, inorgánicos y toda clase de rocas. En muestras metálicas esta orientación preferencial puede en cierta manera controlarse cambiando ciertos parámetros, p.ej. grado de deformación, temperatura, tiempo de recocido, etc.

La importancia tecnológica de las texturas reside en el hecho de que éstas influyen de manera muy marcada en las propiedades macroscópicas de los materiales. Dado que la mayoría de los cristales son anisótropos es inmediato que un agregado policristalino tendrá propiedades direccionales en mayor o menor grado según sea su textura. Esta puede ser perjudicial o positiva según los casos. Por ejemplo, en el laminado de chapas el metal debe fluir uniformemente en todas las direcciones, pero esto no ocurrirá si el material tiene fuertes orientaciones preferenciales. Menos frecuentemente ocurre que las orientaciones preferenciales pueden tener efectos positivos en un proceso. Las chapas de hierro utilizadas en los núcleos de los transformadores pasan a través de ciclos de

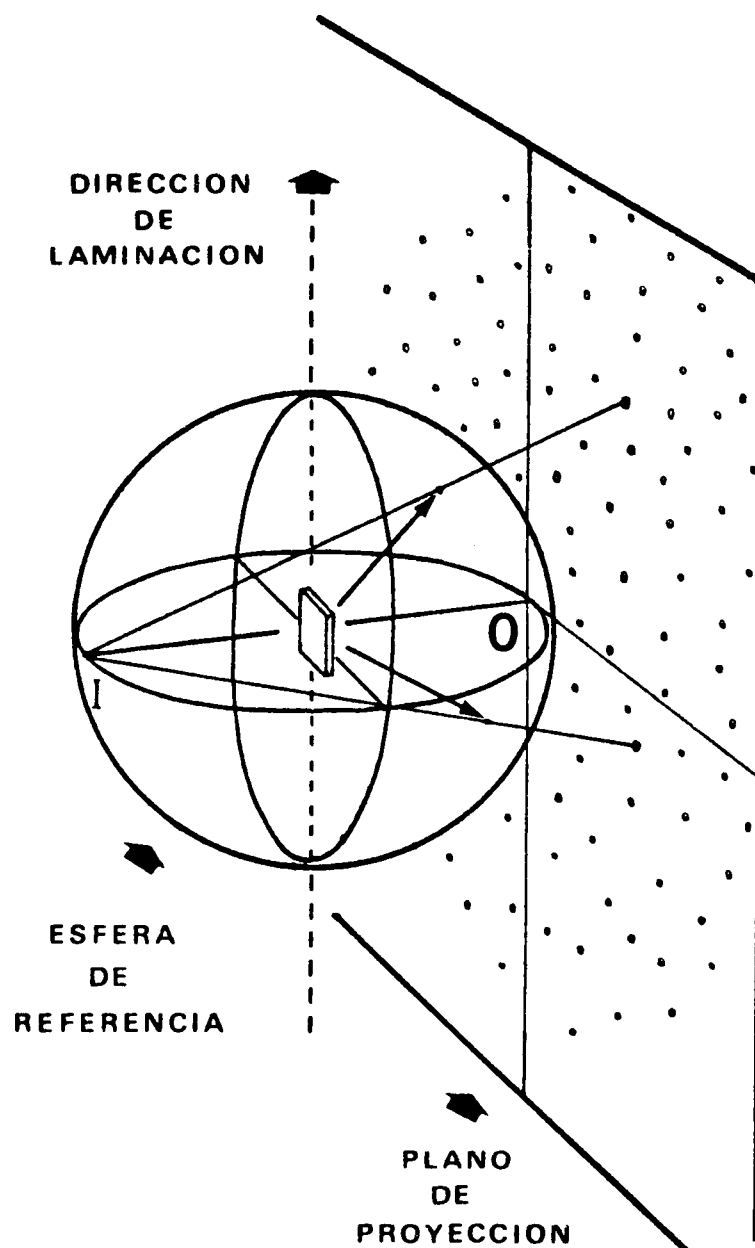


Fig. 4(a) Muestra compuesta por granos cristalinos orientados al azar. En este caso no existe ninguna textura y la figura de polo se reduce a una densidad de puntos distribuidos uniformemente sobre la proyección estereográfica.

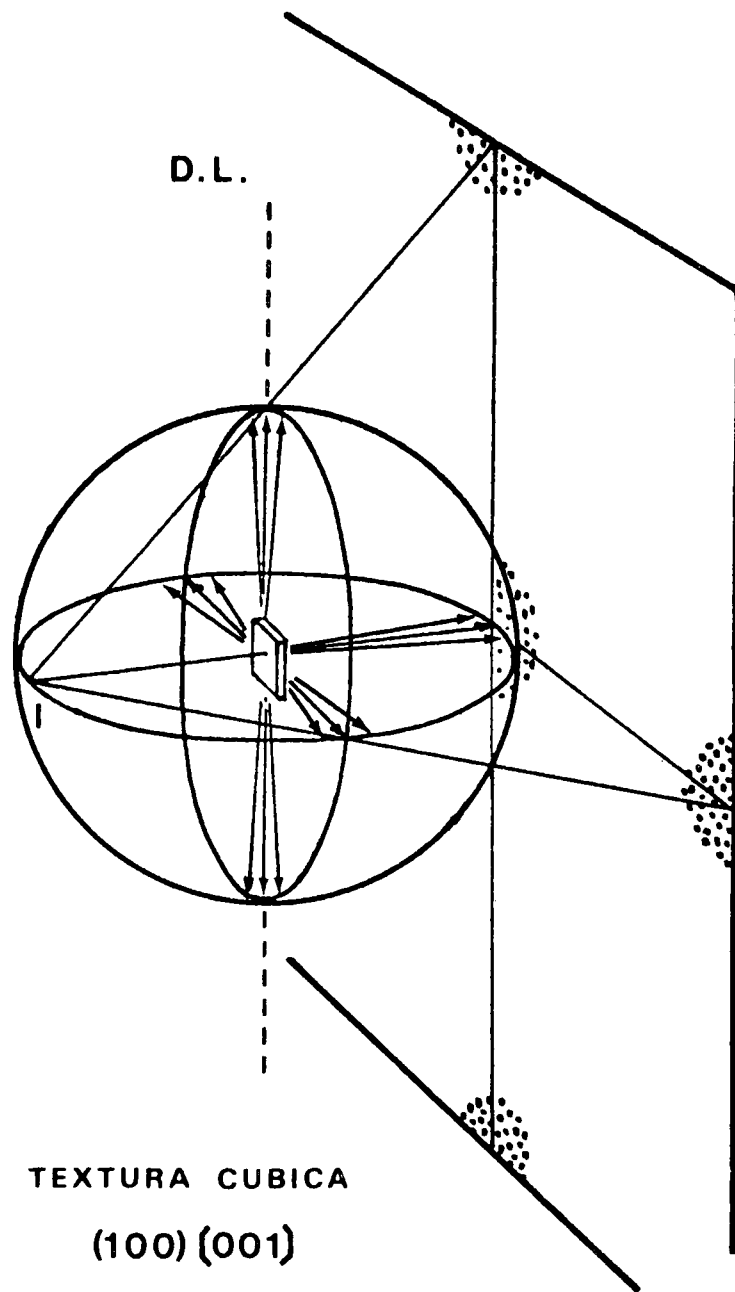


Fig. 4(b) Textura Cúbica. Los granos de la muestra están orientados de tal manera que sus planos (100) son aproximadamente paralelos a la superficie de la lámina y la dirección [001] en estos planos es aproximadamente paralela a la dirección de laminado.

magnetización y desmagnetización, y requieren una alta permeabilidad magnética en la dirección del campo magnético aplicado. Puesto que los cristales de hierro son fácilmente magnetizables en las direcciones $\{100\}$ los tratamientos de laminado y recocido dados a las chapas son elegidos de tal manera de producir una orientación preferencial en la cual la mayoría de los granos están orientados con su dirección $\{100\}$ paralela a una única dirección, en este caso la dirección del laminado. Luego las chapas se montan de tal manera que esta dirección coincida con la del campo magnético a aplicarse.

Hay que notar que la orientación preferencial es solamente una condición cristalográfica, y que no tiene nada que ver con el tamaño y la forma del grano, tal como se vería en un microscopio óptico. Por lo tanto, la presencia de orientaciones preferenciales no puede determinarse por observaciones ópticas. En realidad la forma del grano puede ser afectada por las mismas fuerzas que producen las orientaciones preferenciales, p.ej. los granos se hacen chatos después de un laminado y éste produce orientaciones preferenciales; pero la forma aplastada no indica de ninguna manera la existencia de texturas. Solamente técnicas metalográficas especiales o las experiencias de difracción, sean éstas de Rayos X o de electrones, pueden darnos evidencias sobre la existencia de orientaciones preferenciales.

Damos por sabido que el diagrama de difracción de Rayos X de una muestra de polvo policristalina (Debye Scherrer) consiste en una serie de anillos de intensidad uniforme, y que cada uno de ellos corresponde a la radiación difractada por una familia dada de planos cristalinos. Lo mismo sucede en una experiencia de difracción de electrones si el haz incide sobre la superficie de una cristal o si atraviesa una lámina delgada compuesta por un número suficientemente grande de cristales orientados al azar. Pero en cualquiera de los dos casos, si las muestras tienen orientaciones preferenciales los anillos de Debye no presentarán intensidad uniforme a lo largo de su circunferencia, e incluso pueden llegar a ser discontinuos si el grado de orientaciones preferenciales es muy alto. En este último caso las porciones que faltan en los anillos se deben a que las orientaciones que los darían origen no están presentes en la muestra. Por lo tanto los diagramas de difracción consistentes en anillos de Debye Scherrer de intensidad no uniforme o discontinuos son evidencia de orientaciones preferenciales. Mediante el análisis de esa no uniformidad se puede determinar la clase y grado de orientaciones preferenciales existentes en la muestra.

II. FIGURAS DE POLO

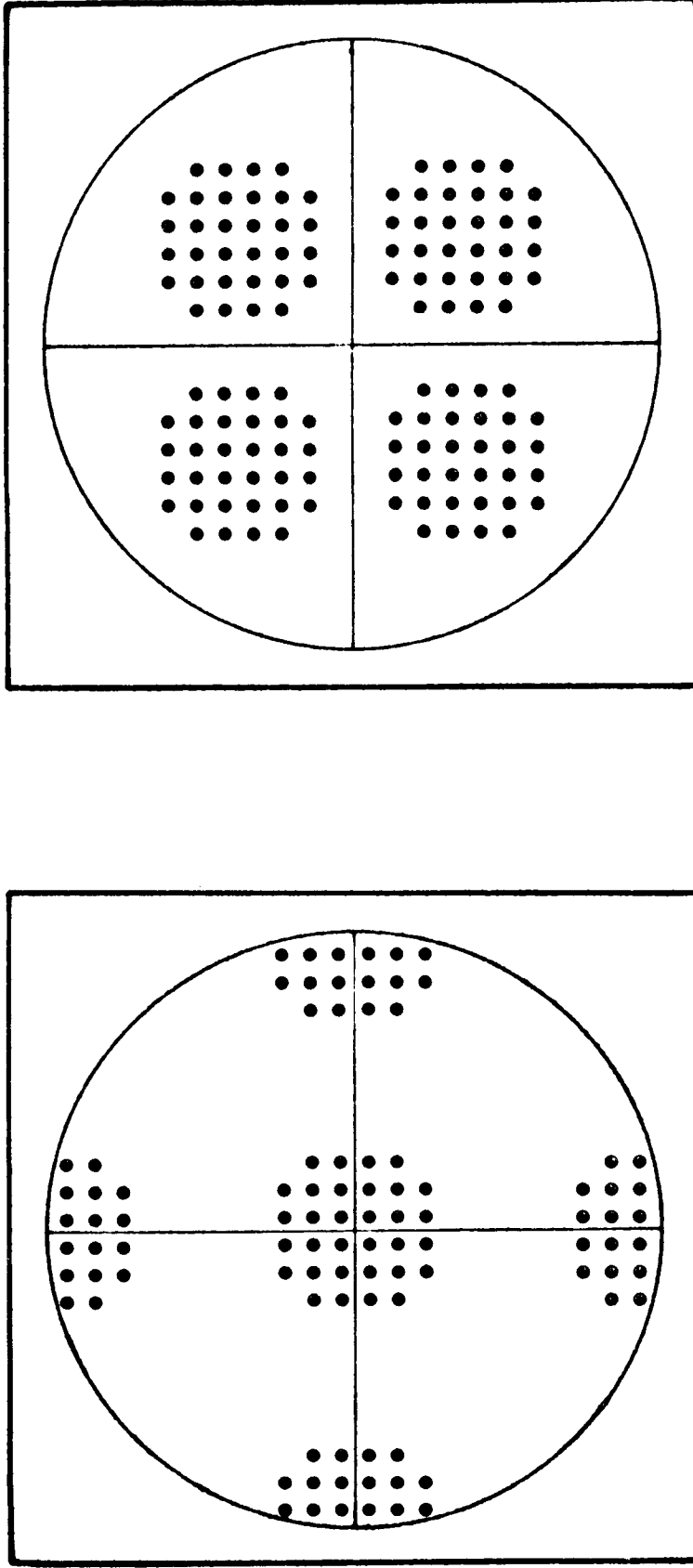
La mejor manera de describir una distribución de orientaciones preferenciales es mediante su correspondiente figura de polo. Esta es una proyección estereográfica en la cual se muestra la variación de la densidad de polos correspondientes a una familia de planos cristalinos.

No entraremos aquí en los detalles y las propiedades de la proyección estereográfica, que pueden consultarse en la literatura corriente, p.ej. el libro de Cullity (1).

Diríamos simplemente que la orientación de un grano monocristalino se indica mediante la orientación de la normal a una familia $(h \ k \ l)$ de planos cristalinos -y la mejor manera de representar la orientación de esa normal en el espacio es mediante su proyección estereográfica, ver Fig. 4(a) y (b). El punto resultante sobre el plano de proyección se denomina polo $(h \ k \ l)$ del grano cristalino considerado. El conjunto de los polos $(h \ k \ l)$ correspondientes a todos los granos de la muestra constituye la figura de polo $(h \ k \ l)$ de la muestra.

El significado de estas figuras de polo se puede ver fácilmente en el siguiente ejemplo. Supongamos que tenemos una lámina de un metal cúbico compuesto por numerosos granos y que determinamos la orientación de cada uno de ellos por algún método de difracción. La orientación de los granos se puede representar graficando las orientaciones de sus polos, por ejemplo los (100) , en una proyección estereográfica. Generalmente se elige el plano de proyección paralelo a la lámina metálica. Si los granos están orientados al azar los polos estarán distribuidos uniformemente sobre el diagrama, tal como se representa en la Fig. 4(a). Pero si existen orientaciones preferenciales los polos se agruparán en ciertas zonas de la proyección dejando otras zonas libres. En la Fig. 4(b) se muestra un caso particular de textura, llamada cúbica, puesto que cada grano está orientado con sus planos (100) aproximadamente paralelos a la superficie de la lámina, con la dirección $\langle 001 \rangle$ en estos planos aproximadamente paralela a la dirección de laminado. Esta textura simple, que se suele denominar $(100) \{ -001 \}$, es la textura de recristalización de algunos metales cúbicos, Fig. 5(a). Pero si elegimos una figura de polos (111) , es decir si representamos los polos (111) de la misma lámina, obtendremos un diagrama completamente distinto para la misma muestra, Fig. 5(b). Es decir que la apariencia de una figura de polo depende de los índices de los polos que se representan y la elección de éstos depende del aspecto de la textura que se quiere hacer resaltar más claramente, comparar las Fig. 5(a) y (b).

En la práctica no se determinan las orientaciones separadas de cada uno de los granos que componen una muestra; sino que se emplean métodos de difracción, sean de Rayos X o electrones, en los cuales se promedian los efectos de difracción de miles de granos simultáneamente. Entonces la figura de polo de índices $(h \ k \ l)$ de un material policristalino se construye analizando la distribución de intensidades a lo largo del anillo de Debye $(h \ k \ l)$ correspondiente. Existen dos métodos para efectuar este análisis, el método fotográfico y el método del difractómetro. El método fotográfico es cualitativo y es el que se emplea cuando los diagramas obtenidos son de difracción de electrones. El otro método se emplea exclusivamente en Rayos X y es el que puede proporcionar información cuantitativa.



100

textura cúbica

111

Fig. 5 a) Figura de Polo (100) correspondiente a la textura cúbica de la lámina de la Fig. 2 (b).
 b) Figura de Polo (111) correspondiente a la misma textura.

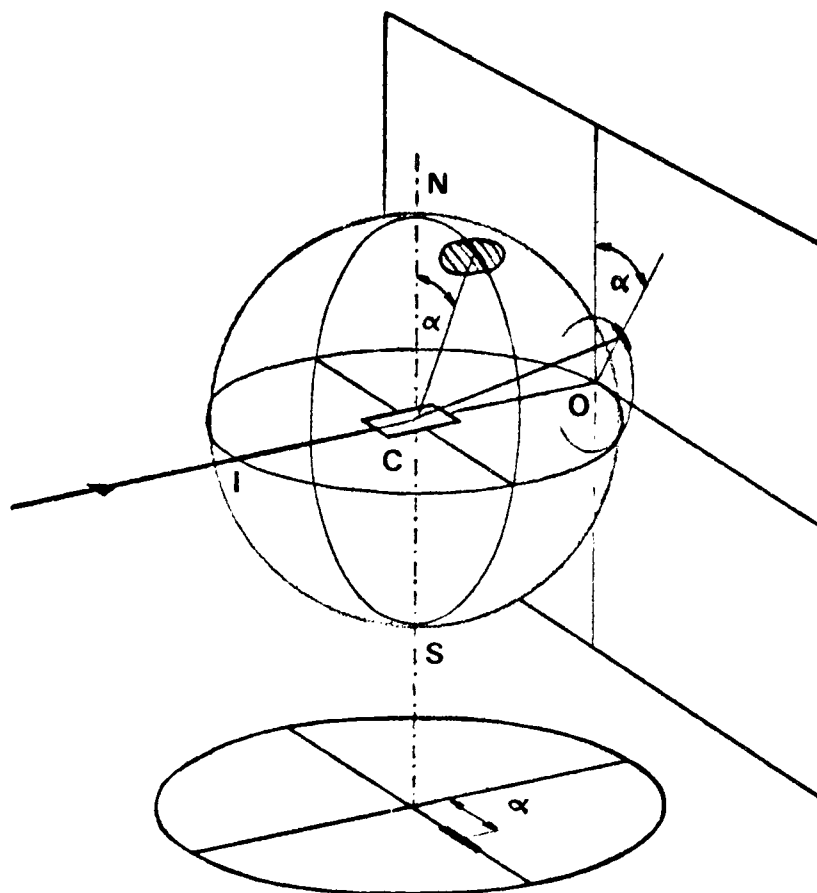


Fig. 6 Principio del método de determinación de texturas por difracción rasante de electrones. Como los ángulos θ de Bragg son muy pequeños, en estas experiencias se ponen en evidencia los polos que están situados sobre el ecuador de la esfera de referencia, que es perpendicular al haz de electrones. En otras palabras, sobre el plano de observación se reproduce, a través de la intensidad del anillo de difracción (hkl), la geometría de la intersección de los polos (hkl) con un plano perpendicular al haz de electrones.

Aunque solamente una figura de polo describe completamente la distribución de las orientaciones preferenciales, también se puede obtener información cualitativa comparando las intensidades de los anillos de Debye Scherrer de la muestra con las correspondientes a una muestra con todos sus granos orientados al azar. Toda discrepancia es evidencia de orientaciones preferenciales, y según como sea esta discrepancia se pueden obtener algunas conclusiones respecto de la naturaleza de la textura.

Vamos a describir ahora el método fotográfico, que es el que se puede utilizar en un microscopio electrónico operando en difracción y ver que información se puede obtener sobre las texturas presentes.

III. PRINCIPIO DEL METODO

Posibilidades de obtener figuras de polo a partir de experiencias de difracción de electrones

Varemos ahora qué información se puede obtener en una experiencia de difracción de electrones tal como la que se puede efectuar en el dispositivo adicional que a tal efecto trae el microscopio electrónico Philips EM 300. Acá hay que tener en cuenta la poca penetración del haz de electrones comparada con la de los Rayos X. Un adelgazamiento de la muestra hasta espesores como los usados corrientemente en microscopía electrónica no soluciona este problema, pues en este caso obtendríamos solamente el diagrama de difracción de uno o algunos pocos granos de la muestra, y no dispondríamos de la información promedio de la cual hemos hablado anteriormente. Afortunadamente, el dispositivo mencionado permite efectuar experiencias de tipo rasante, es decir, con el haz de electrones incidiendo en un ángulo ≈ 0 sobre la superficie de la lámina. En este caso no es necesaria la preparación de láminas delgadas, pudiéndose observar muestras masivas, ver Sección IV.

En la Fig. 6 se esquematiza el principio del método desarrollado. Suponemos una chapa metálica que presenta orientaciones preferenciales, p.ej. debidas a un proceso de laminación, colocada de tal manera que el haz electrónico incide sobre su superficie en forma casi rasante. La dirección del haz es coincidente con la dirección de laminación. Como los ángulos θ de Bragg en difracción de electrones son muy pequeños, del orden de 0,5 a 1°, se ve fácilmente en la Fig. 6 que los polos que se ponen de manifiesto son aquéllos que son prácticamente perpendiculares a la superficie de la lámina y la dirección de laminación simultánea. En una experiencia de este tipo obtenemos entonces información sobre la existencia de los polos que están situados sobre un ecuador de la esfera de referencia perpendicular al haz de electrones. En otras palabras, si existe un fuerte polo $(h \ k \ l)$ sobre este ecuador situado a una distancia angular α respecto a la normal N a la lámina, sobre el anillo de difracción $(h \ k \ l)$ correspondiente existirá un refuerzo en la intensidad del mismo formando el mismo el mismo ángulo α respecto de la proyección

de esa normal sobre el plano de los anillos.

Es decir, que sobre el plano de observación (pantalla o placa fotográfica) se reproduce, a través de la intensidad de los anillos de difracción ($h \ k \ l$), la geometría de la intersección de los polos ($h \ k \ l$) con un plano perpendicular al haz de electrones. Esta relación geométrica directa constituye una de las ventajas de este método. Si es posible, además, rotar la muestra en su propio plano, como es el caso del dispositivo de difracción del microscopio Philips EM 300, se puede observar a través de la distribución de intensidades sobre el anillo ($h \ k \ l$), la distribución de los polos ($h \ k \ l$) sobre toda la esfera de referencia, tal como se esquematiza en la Fig. 7. En el caso de chapas laminadas, la distribución de polos es simétrica según un plano perpendicular a la lámina, INOS en la Fig. 6. Por lo tanto, en la práctica es suficiente tomar una serie de micrográficas de los diagramas de difracción para ángulos ϕ comprendidos entre 0 y 90°. A partir de estas micrográficas se obtienen dos cuadrantes de la figura de polo, tal como se detalla en la sección V, y luego, mediante una reflexión en el plano de simetría, se completa el resto de la figura.

También se puede ver que según la geometría de la Fig. 6, la construcción de la figura de polo a partir de la posición angular de los máximos sobre los anillos de difracción, es muy sencilla. Esta construcción se simplifica si se dispone de una proyección estereográfica de los círculos menores de la esfera de referencia correspondientes a los distintos ángulos α comprendidos entre 0 y 90° sobre un plano paralelo al plano de la lámina. Esta se suele denominar proyección estereográfica polar, y es de uso corriente en todo laboratorio de cristalografía o Rayos X, ver sección V.

Digamos finalmente que una figura de polo no se presenta nunca en la forma esquemática que hemos supuesto hasta ahora, es decir zonas con mucha densidad de polos con un límite bien definido, fuera del cual no exista polo alguno. En los casos reales existe toda una distribución de polos, con zonas de mayor o menor densidad de los mismos. En estos casos los anillos de difracción correspondientes presentan toda una variación continua de intensidades a lo largo de su circunferencia. Si por estimación visual podemos dividir todo este rango de intensidades, p.ej. en tres grandes grupos:

1. Zonas muy intensas
2. Zonas medianamente intensas
3. Zonas de poca intensidad (o no detectable)

y en la proyección estereográfica caracterizamos cada una de estas zonas con un enriquecimiento proporcional a su intensidad, p.ej.:

zonas muy intensas	x (cruces)
zonas medianamente intensas	. (puntos)
zonas de poca intensidad	(sin marca alguna)

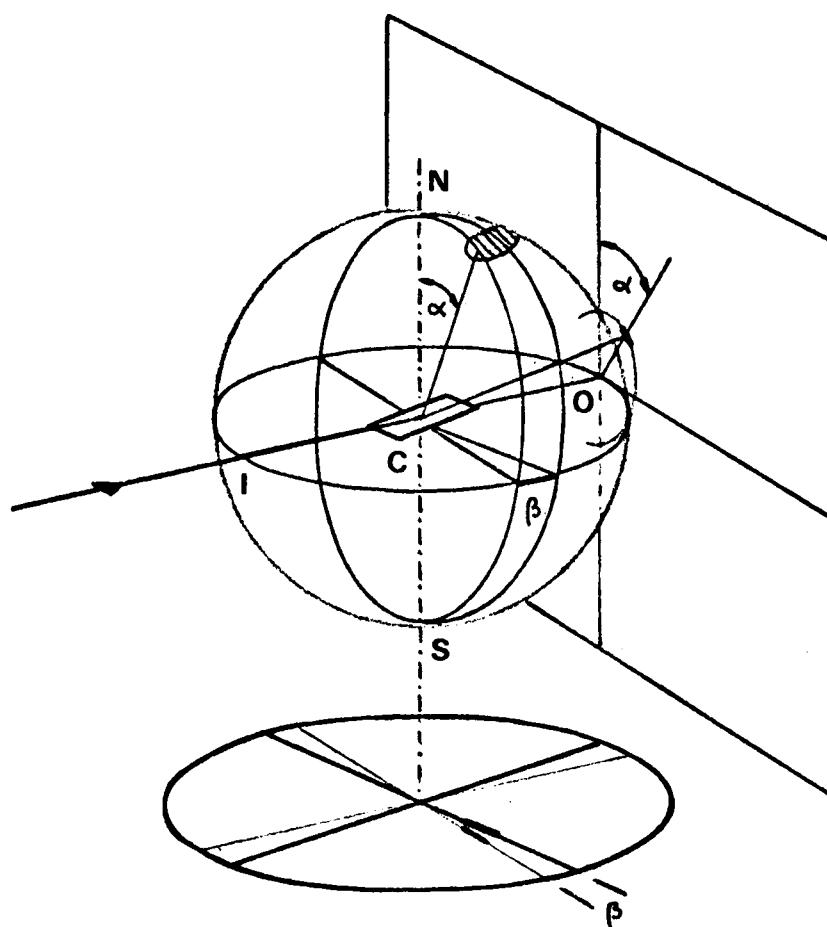


Fig.7 Rotando la muestra en su propio plano se puede observar, a través de la distribución de intensidades sobre el anillo de difracción (hkl), la distribución de los polos (hkl) sobre toda la esfera de referencia. La proyección estereográfica de la geometría de estos polos sobre un plano paralelo a la superficie de la lámina constituye la figura de polo (hkl) de la muestra.



Fig.8 Diagrama de difracción de electrones correspondiente a una chapa de cobre laminada, obtenida con el haz de electrones paralelo a la dirección de laminación ($\phi = 0$). Tensión de aceleración: 80 kV.

obtendremos entonces una figura de polo en la cual se destaca en forma semi-cuantitativa la distribución de polos, ver Fig. 1, pues el ennegrecimiento óptico resulta de esta manera proporcional a la densidad de polos respectiva.

IV. PARTE EXPERIMENTAL

El microscopio electrónico utilizado como cámara de difracción

En todo microscopio electrónico es posible observar y fotografiar diagramas de difracción provenientes de láminas delgadas cristalinas o amorfas. Solamente es necesario variar la excitación de la lente intermedia, operación que se realiza mediante una sola perilla.

En el caso particular del microscopio Philips EM 300 esta posibilidad se puede extender utilizando un dispositivo auxiliar, denominado PW 6524/01, que conviene al instrumento en una unidad de difracción de electrones muy completa. Por un lado es posible obtener diagramas de difracción de muestras masivas, evitándose así la preparación de láminas delgadas. Con este dispositivo auxiliar se pueden observar diagramas de muestras de distintas formas y tamaños, tanto por transmisión como por incidencia rasante. Por otro lado, el dispositivo se monta debajo de la lente proyectora del microscopio y las lentes del mismo se utilizan solamente para producir un haz de electrones coherente, de sección muy pequeña, que incide directamente sobre la muestra y da origen al diagrama de difracción, IC en la Fig. 6. Este diagrama se observa directamente en la pantalla final del microscopio, sin que intervenga ninguna otra lente. Por lo tanto se puede calibrar esta cámara de difracción con gran precisión, pues desaparecen los errores de reproducibilidad debidos a posibles ciclos de histéresis en las lentes magnéticas.

En la Fig. 2 se muestra esquemáticamente la geometría de una cámara de difracción de electrones. Esta está constituida por una fuente emisora de electrones (filamento), un soporte donde se coloca la muestra y una pantalla final de observación o placa fotográfica.

Damos por conocida la ley de Bragg

$$2 d_{hkl} \sin \theta = \lambda$$

que relaciona el ángulo total 2θ de difracción, con la longitud de onda λ del haz electrónico incidente y los espaciados interplanares d_{hkl} de la muestra observada.

Si llamamos r_{hkl} a los radios de los anillos de difracción de una muestra policristalina

$$r_{hkl} = L \operatorname{tg} 2\theta$$

donde L es la distancia muestra-placa fotográfica, llamada también longitud de la cámara de difracción. Puesto que los ángulos 2θ son muy pequeños en difracción de electrones

$$r_{hkl} = L \cdot 2\theta$$

y la ley de Bragg

$$2 d_{hkl} \cdot \theta = \lambda$$

y resulta finalmente

$$r_{hkl} = \frac{\lambda L}{d_{hkl}}$$

Podemos individualizar de esta manera las distintas reflexiones que caracterizan a la sustancia observada, conociendo los espaciados cristalinos d_{hkl} y calculando en la última expresión los radios r_{hkl} de los anillos de difracción correspondientes.

La magnitud λL se suele llamar constante de difracción de la cámara, y depende directamente de la longitud de onda de los electrones, que a su vez depende del voltaje acelerador de los mismos. En general, los fabricantes suelen dar los valores de λL para las distintas tensiones de aceleración del instrumento. En el caso particular del dispositivo de difracción adaptable al microscopio Philips EM 300 se da el valor de L correspondiente a las placas fotográficas de 6x9 cm.

$$L = 353,5 \text{ mm}$$

Los valores de λL se pueden calcular entonces a partir de la siguiente tabla, que nos da los valores de la longitud de onda λ correspondientes a las distintas tensiones de aceleración del instrumento

V (kV)	λ (Å)
20	0,08588
40	0,06014
60	0,04865
80	0,04177
100	0,03702

Preparación de las muestras

La preparación de las muestras requiere un cierto cuidado, pero de ninguna manera es tan crítica como en el caso de la observación de láminas delgadas por transmisión. Ya hemos mencionado anteriormente que las muestras para difracción rasante son masivas. Las dimensiones máximas de la superficie son 5x5 mm, y el espesor puede variar entre algunas décimas de milímetro y unos 2 ó 3 mm. Los requisitos fundamentales para obtener un buen diagrama de difracción son:

- superficie plana macroscópicamente
- ausencia de deformaciones sobre la misma

La primera condición se satisface si la muestra se incluye en resina y se pula mecánicamente con distintos papeles metatográficos. Para remover luego la deformación superficial introducida por este proceso, es necesario efectuar un pulido final electrolítico o químico.

En el presente trabajo se ha determinado, a título de verificación de las posibilidades de esta técnica, la textura de una chapa de cobre laminada de aproximadamente 1 mm de espesor. Se cortaron muestras de unos 3x5 mm de tal manera que la dimensión más larga de las mismas correspondiera a la dirección de laminación. Las inclusiones para el pulido mecánico fueron hechas con resina epoxi y el pulido químico final fue efectuado en la conocida solución:

ácido nítrico	30%
ácido fosfórico	15%
ácido acético	55%

a una temperatura de 85°C. Las muestras se lavaron luego con agua destilada y se pegaron al soporte portamuestras del dispositivo de difracción con una mezcla de grafito en polvo, celuloide y acetona. Es importante que esta última operación asegure un buen contacto eléctrico entre la muestra y el soporte, para evitar efectos de carga eléctrica durante las observaciones.

La obtención del diagrama de difracción es sencilla y solamente requiere un poco de práctica por parte del observador. Es necesario fundamentalmente obtener un haz electrónico de sección muy pequeña que incida prácticamente rasante sobre la superficie de la muestra. La parte práctica de esta operación se detalla en el Manual Philips correspondiente y en una publicación del laboratorio (4).

V. OBTENCION DE LA FIGURA DE POLO A PARTIR DE LOS DIAGRAMAS DE DIFRACCION

En la Fig. 8 se muestra el diagrama de difracción correspondiente a la muestra de cobre, obtenido para $\beta = 90^\circ$ (ver Fig. 7), es decir, con el haz de electrones perpendicular a la dirección de laminación.

Primariamente es necesario identificar los distintos anillos de difracción. En el caso de un metal cúbico los espaciados cristalinos están dados por (ver ref. (1)):

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

donde a es el parámetro de red. En el caso del cobre es $a = 3.61 \text{ \AA}$. Como los radios de los anillos están dados por

$$r_{hkl} = \frac{\lambda L}{d_{hkl}}$$

entonces para una tensión de aceleración de 80 kV y teniendo en cuenta las expresiones calculadas en la sección IV, los radios de los primeros anillos de difracción ($h \ k \ l$) correspondientes a la muestra de cobre (cúbica de caras centradas) resultan, medidos directamente sobre la película fotográfica

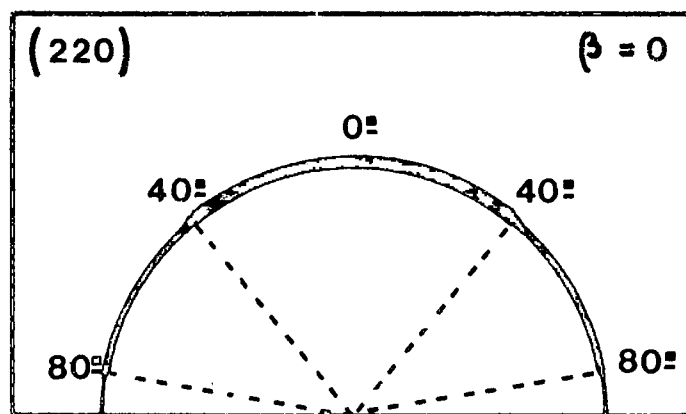
$$\begin{array}{lll} r_{111} = 6,96 \text{ mm} & r_{200} = 8,05 & r_{220} = 11,35 \\ r_{311} = 13,32 & r_{222} = 13,92 & r_{400} = 16,10 \end{array}$$

El indexado es entonces inmediato.

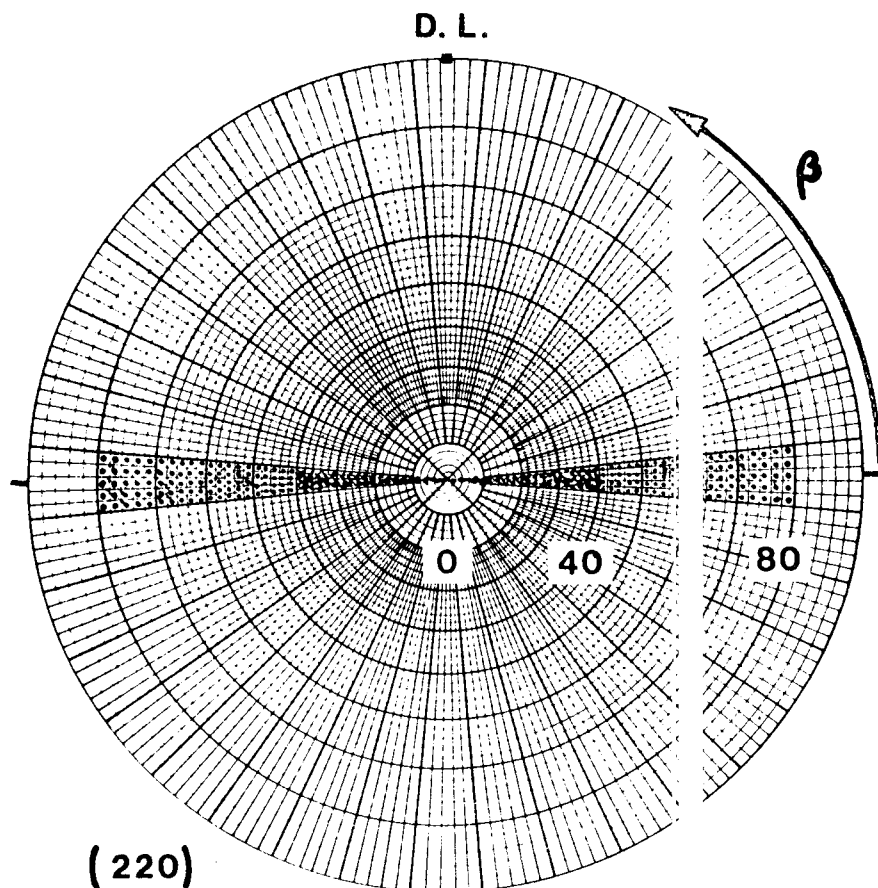
Como ya lo hemos dicho, las intensidades a lo largo de los distintos anillos son proporcionales a la densidad de polos correspondientes sobre el círculo máximo de la esfera de referencia, que resulta de la intersección de la misma con un plano paralelo al plano de observación, Fig. 6 y 7. Por lo tanto, la construcción de la figura de polo ($h \ k \ l$) se realiza de la siguiente manera.

Una vez individualizado el anillo de difracción ($h \ k \ l$) se efectúa una estimación visual de la intensidad a lo largo de su circunferencia y se divide la misma en zonas en las cuales el ennegrecimiento de la película es

- 1) muy intenso
- 2) medianamente intenso
- 3) poco intenso (o no detectable)



a



(220)

b

Fig.9 Construcción de la Figura de Polo a partir del Diagrama de Difracción.

- a) Distribución esquemática de intensidades en función del ángulo θ a lo largo del anillo de difracción (220) correspondiente a una chapa de cobre laminado. El diagrama fue obtenido con el haz de electrones paralelo a la dirección de laminación, $\beta = 0$.
- b) Dentro del sector correspondiente al valor de θ en la proyección estereográfica polar, se marcan las intensidades anteriormente mencionadas en función del ángulo θ , con caracteres que produzcan un ennegrecimiento proporcional a la intensidad correspondiente.

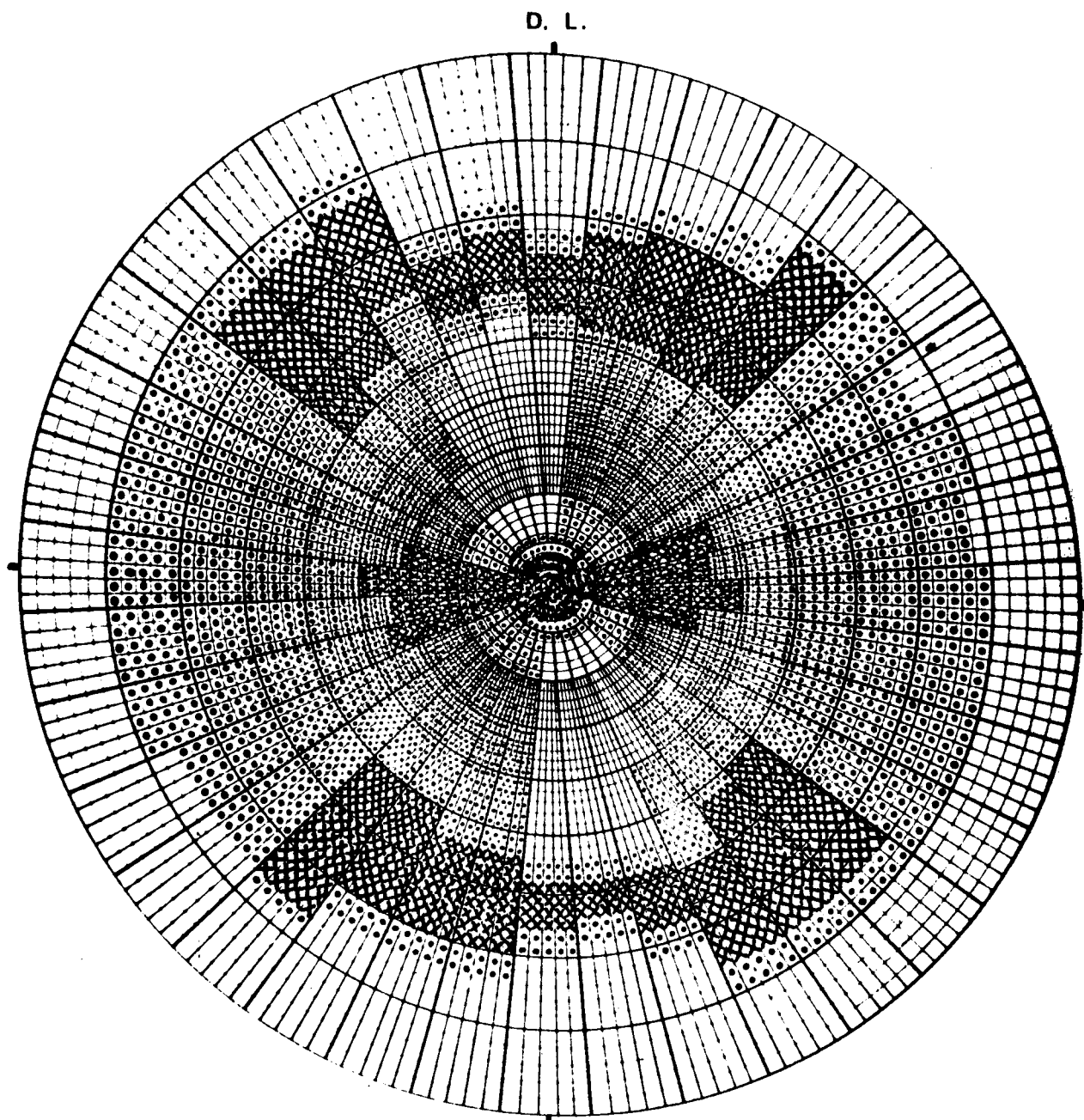


Fig. 10 Figura de Polo (220) correspondiente a una chapa de cobre laminada, obtenida a partir de una serie de diagramas tomados cada 10° , entre $\phi = 0^\circ$ y $\phi = 180^\circ$.

tal como se mencionó en la sección III. Se determinan los ángulos α_1 α_2 α_3 etc. que delimitan las zonas mencionadas, medidos a partir de la proyección de la normal a la lámina sobre el plano de la película, Fig. 9(a).

En una proyección estereográfica polar, Fig. 9(b), estos ángulos α_1 α_2 α_3 corresponden a los círculos menores concéntricos con el origen. Entonces, en el sector correspondiente al valor de β para el cual fue obtenido el diagrama de difracción, se comienzan a marcar las zonas correspondientes a los tres rangos de intensidades, con caracteres que produzcan un ennegrecimiento de la figura proporcional a la intensidad correspondiente, tal como se detalló en la sección III.

Veamos el ejemplo de la chapa de cobre laminada. En la Fig. 9(a) se muestra, en forma esquemática, la distribución de intensidades a lo largo del anillo de difracción (220), obtenido para un ángulo $\beta = 0^\circ$. Esta distribución, en función del ángulo α es la siguiente:

-90° poca	-80°	0° muy intensa	40°
-80° mediana	-40°	40° mediana	80°
-40° muy intensa	0°	80° poca	90°

Dado que se obtuvieron diagramas similares para ángulos β comprendidos entre 0° y 90° , con intervalos de 10° , la distribución de intensidades mencionada se graficó dentro del sector comprendido entre $\beta = -5^\circ$ y $\beta = +5^\circ$, tal como se puede ver en la Fig. 9(b). Si se hace el mismo análisis de intensidades a lo largo del anillo (220) correspondiente a $\beta = 10^\circ$ y se grafica la distribución de las mismas en función de α , en el sector comprendido entre $\beta = 5^\circ$ y $\beta = 15^\circ$ hasta llegar a $\beta = 90^\circ$, se habrán obtenido dos sectores de la figura de polo, el superior derecho y el inferior izquierdo. El resto de la figura se obtiene mediante una reflexión según una línea que pasa por el centro de la proyección y por el punto correspondiente a la dirección de laminación. Digamos aquí que si por alguna razón esta simetría no existe, será necesario continuar con la serie de diagramas de difracción para ángulos β comprendidos entre 90° y 180° . En la Fig. 10 se representa, precisamente, la figura de polo (220) obtenida a partir de una serie de micrografías tomadas con intervalos de 10° entre $\beta = 0^\circ$ y $\beta = 180^\circ$. Resulta evidente la simetría de la figura resultante, por lo que en el caso del cobre laminado (que es en realidad el caso de cualquier otro metal sometido a laminación) no es necesaria la secuencia completa de $\beta = 0^\circ$ a $\beta = 180^\circ$, sino que es suficiente construir la figura correspondiente a la secuencia comprendida entre $\beta = 0^\circ$ y $\beta = 90^\circ$ y luego obtener la figura de polo completa mediante la operación de simetría mencionada.

En la Fig. 11 se muestra la figura de polo (220) construída de esta manera, a partir de una serie de micrografías obtenidas desde $\beta = 0^\circ$ hasta $\beta = 90^\circ$. A partir de esta serie también se obtuvo la figura correspondiente a los polos (200), Fig. 12, y de la misma manera se podría obtener la figura de cualquier otro polo (h k l), siempre que el anillo correspondiente apareciera bien definido en el diagrama de difracción.

Normalmente se construyen las figuras de los polos de bajos índices de Miller. Estos corresponden a planos cristalográficos de una cierta simetría y la interpretación de la figura es de esta manera más sencilla. Por ejemplo, a partir del análisis de las dos figuras (220) y (200) se puede ver fácilmente que la textura del cobre laminado es tal que los planos del tipo $\{110\}$ están contenidos en el plano de la chapa y las direcciones del tipo $\langle 100 \rangle$ son aproximadamente coincidentes con la dirección de laminación. A partir de la misma serie de micrográficas se puede obtener, por ejemplo, la figura de polo (311), Fig. 1, aunque en este caso la interpretación de la textura no es tan inmediata, dada la alta multiplicidad de estos planos y la dificultad de visualizarlos en una estructura cúbica de caras centradas.

VI. VENTAJAS Y LIMITACIONES DEL METODO

Resumiendo, veamos cuales son las ventajas del método que hemos descripto y cuales son sus limitaciones, comparados con la información que se obtiene de una experiencia de difracción de Rayos X. Por un lado, las experiencias de difracción rasante de electrones son más rápidas que sus correspondientes de Rayos X. En efecto, una vez montada la muestra en el dispositivo de reflexión del microscopio electrónico, el diagrama de difracción se observa y fotografía en no más de tres o cuatro minutos. Por otro lado al incidir el haz electrónico rasante a la superficie de la lámina, no interesa en absoluto el espesor de la misma. Este está limitado solamente por las dimensiones máximas que permite el portamuestras, unos 3 mm en nuestro caso. Finalmente el pasaje de la información contenida en el diagrama de difracción a la figura de polo es muy simple, tal como se esquematiza en la Fig. 9, y es además muy rápido si se dispone de una proyección estereográfica polar.

En cuanto a las limitaciones de este método, son las mismas que las del método fotográfico de Rayos X. El factor que no permite obtener una figura de polo cuantitativa es la indeterminación en la medición de intensidades sobre los anillos de Debye Scherrer en la placa fotográfica. Si por estimación visual estas intensidades pueden clasificarse en tres grandes grupos, tal como se describió en la sección III, es posible construir entonces figuras de polo semi-cuantitativas, como las de las Fig. 1, 10, 11 y 12. Si esta estimación de intensidades no es posible, pero existen máximos visibles de intensidad sobre los anillos de difracción, es posible tener una idea de la geometría de la figura de polo a partir de la posición angular de los segmentos de arco que aparecen más intensos.

Es necesario tener en cuenta también que el método descripto pone en evidencia las orientaciones de los granos sobre la superficie en la cual se hace incidir el haz de electrones, mientras que en una experiencia de difracción de Rayos X se obtiene una información promedio sobre los granos situados hasta unas décimas por debajo de esa superficie.

D. L.

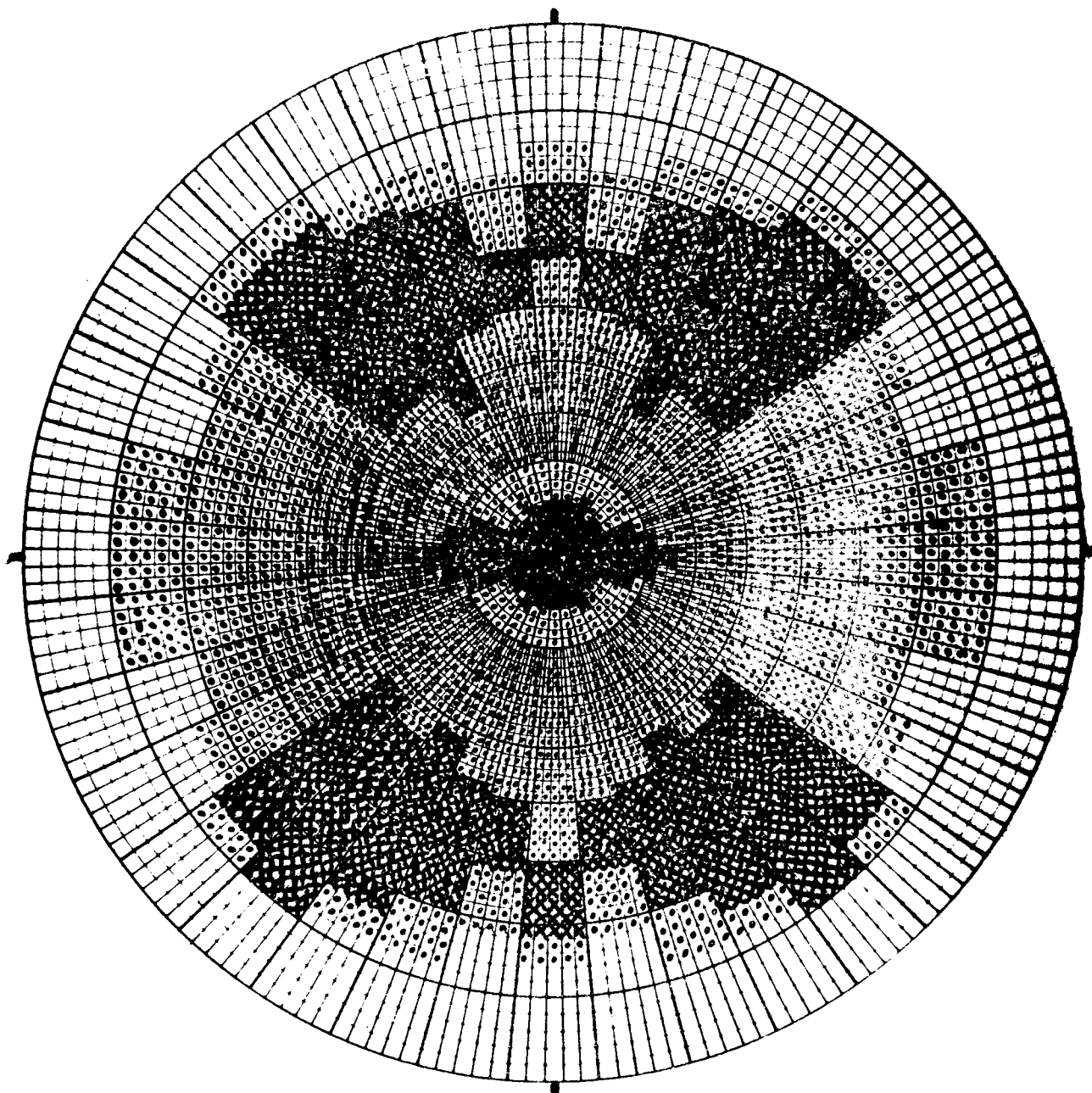


Fig. 11 Figura de Polo (220) , obtenida a partir de una serie de diagramas tomados cada 10° , entre $\phi = 0^\circ$ y $\phi = 90^\circ$. La figura completa se obtiene mediante una reflexión según la línea vertical.

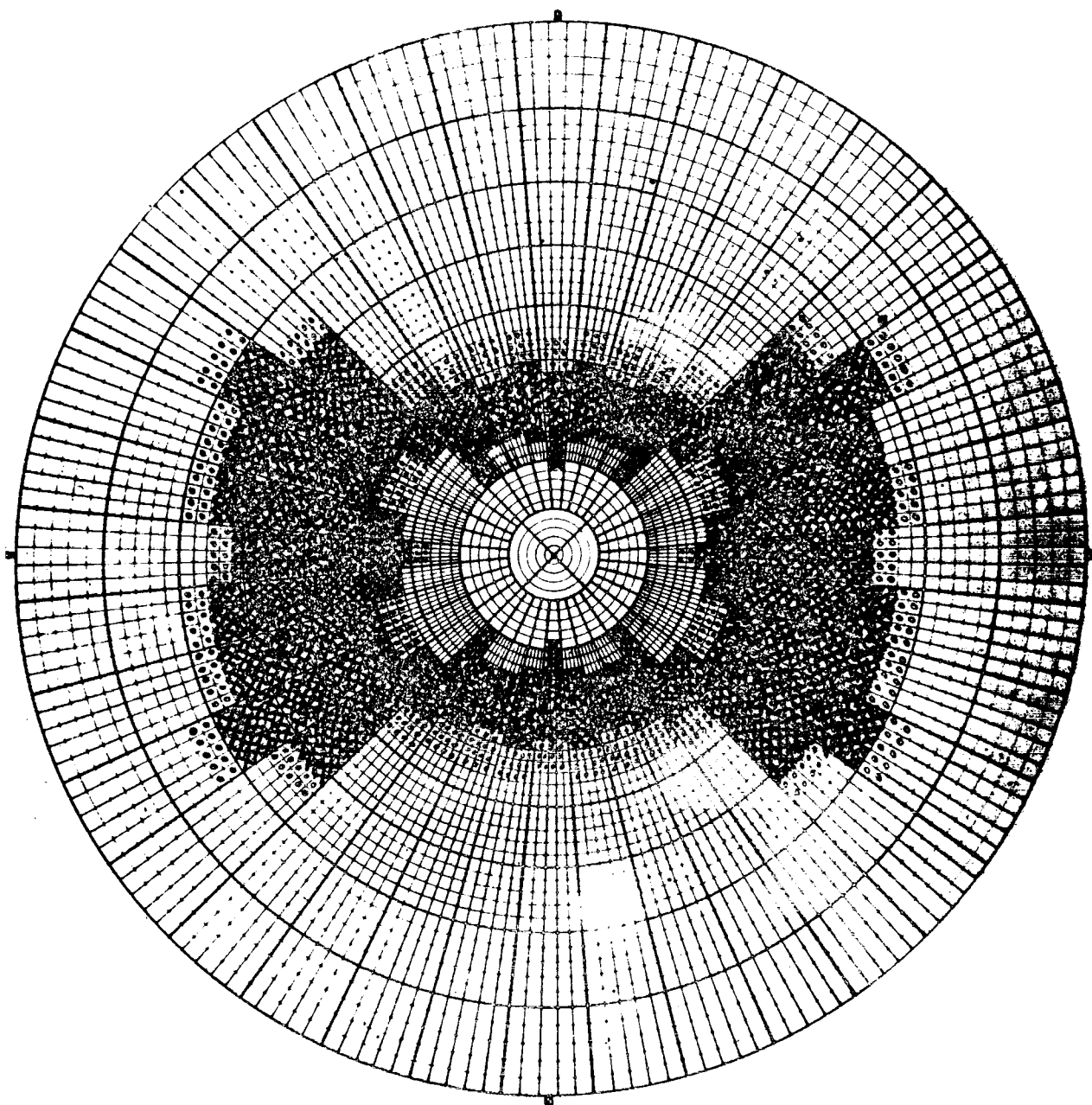
D. L.

Fig.12 Figura de Polo (200) correspondiente a una chapa de cobre laminada. Fue construída a partir de la misma serie de diagramas de difracción de la figura anterior.

Finalmente hay que tener presente que el tamaño de grano de la muestra debe ser pequeño, del orden de los micrones, para que los anillos de difracción sean representativos de la textura de la lámina analizada.

REFERENCIAS

1. CULLITY, B.D. Elements of X-ray diffraction. Addison Wesley, 1956.
2. HEINDENREICH, R.D. Fundamentals of transmission electron microscopy. Interscience, 1964.
3. HIRSCH, P.B., HOWIE, A., NICHOLSON, R.B., PASHLEY, D.W., WHELAN, M.J., Electron microscopy of thin crystals. Butterworths, 1965.
4. Análisis radiocristalográfico en el microscopio electrónico Philips EM 300, Departamento de Metalurgia, CNEA, 1971.

