

C.N.E.A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
Nº 1	AÑO 1970

09.70.19

PMM/A25

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

CURSOS DE RECICLADO

Dentro del Programa Multinacional de Metalurgia
(Programa Regional de Ciencia y Tecnología-OEA)

INTRODUCCION A LA MICROSCOPIA ELECTRONICA

Prof. Dr. Miguel Ipohorski

Departamento Megalurgia

C.N.E.A.

Departamento de Metalurgia
Buenos Aires — Argentina
1970

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

CURSOS DE RECICLADO

Dentro del Programa Multinacional de Metalurgia
(Programa Regional de Ciencia y Tecnología-OEA)

INTRODUCCION A LA MICROSCOPIA ELECTRONICA

Prof. Dr. Miguel Ipohorski

Departamento Megalurgia

C.N.E.A.

Departamento de Metalurgia
Buenos Aires — Argentina
1970

I. INTRODUCCION

I.1. ANTECEDENTES DE LA MICROSCOPIA ELECTRONICA

I.2. EN QUE CONSISTE UNA OBSERVACION AL MICROSCOPIO ELECTRONICO

I.2.1. Contraste por difusión

I.2.2. Contraste por difracción.

II. OPTICA GEOMETRICA - LENTES

II.1. NOCIONES ELEMENTALES SOBRE FORMACION DE IMAGENES

II.2. LENTES MAGNETICAS

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 RESOLUCION DE UN MICROSCOPIO ELECTRONICO MODERNO.

II.5. PROFUNDIDAD DE CAMPO Y PROFUNDIDAD DE FOCO

III. FUNCIONAMIENTO DEL MICROSCOPIO ELECTRONICO

III.1 CAÑON ELECTRONICO

III.1.1. Filamento emisor-Cilindro de Wehnelt

III.1.2. Potencial acelerador

III.1.3. Intensidad del haz

III.2. CONDENSADOR

III.2.1. Ventajas de un sistema de doble condensador

III.3. LENTE OBJETIVO

III.4. LENTE INTERMEDIA Y LENTE PROYECTORA

III.5. DIFRACCION POR UN AREA SELECTA

III.6. CALIBRACION DEL MICROSCOPIO ELECTRONICO

III.6.1. Calibración de la magnificación

III.6.2. Calibración de las rotaciones

IV. OBSERVACION DE REPLICAS

IV.1. REPLICAS DE CARBONO - SOMBREADO

IV.2. REPLICAS POR EXTRACCION.

IV.3. REPLICAS POR TRANSFERENCIA

V. DIFRACCION DE ELECTRONES

V.1. TEORIA CINEMATICA DE LA DIFRACCION

V.1.1. Difracción de electrones a través de un cristal

V.1.2. Ley de Bragg - Red recíproca

V.1.3. Esfera de Ewald

V.1.4. Muestras policristalinas

V.1.5. Muestras con orientaciones preferenciales.

V.1.6. Muestras casi amorfas

V.2. LINEAS DE KIKUCHI

VI. CONTRASTE POR DIFRACCION (APROXIMACION CINEMATICA)

VI.1. CAMPO CLARO. APROXIMACION DE DOS HACES

VI.1.1. Contraste de una lámina deformada elásticamente .

VI.1.2. Contraste de fallas de apilamiento.

VI.1.3. Contraste de dislocaciones. Criterios de visibilidad

VI.1.4. Determinación de la naturaleza de lazos de dislocaciones.

VI.1.5. Contraste de un precipitado coherente

VI.1.6. Precipitado Incoherente o Inclusión

VI.2. CAMPO OSCURO

VI.2.1. Imágenes múltiples en campo oscuro

VI.2.2. Campo oscuro. Apertura desplazada.

VI.2.3. Otras aplicaciones de las técnicas de campo oscuro

VI.2.3.1. Interpretación de diagramas de difracción de muestras de dos o más fases.

VI.2.3.2. Interpretación del contraste en la imagen.

VI.2.3.3. Mejoramiento del contraste.

I - INTRODUCCION.

El objeto de estas notas es dar una breve idea acerca del funcionamiento de un microscopio electrónico, y de las posibilidades que ofrece esta técnica, cada vez más utilizada por los metalurgistas. 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 breve 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.

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, 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

1.1. ANTECEDENTES DE LA MICROSCOPIA ELECTRONICA.

Particularmente es muy fácil hacer una reseña his-tórica de la microscopía electrónica, ya que ésta 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 valores 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 fue 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 fue 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 fue 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 fue el construido 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 micrografías electrónicas de sustancias biológicas. El primer instrumento que funcionó en América fue construido por Prebus y Hillier en la Universidad de Toronto. Posteriormente Hillier y Marton, en la Radio Corporation of América, produjeron el EMB, primer instrumento comercial que apareció en los Estados Unidos. Al mismo tiempo von Borries y Ruska desarrollaron en Alemania un prototipo que fue 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.

1.2. 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 1.1. 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.

1.2.1. Contraste por difusión.

Para fijar ideas supongamos que la muestra de la Figura 1.1. 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 estructura 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 ésto 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 fue 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.

1.2.2. 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 1.2. 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 1.3) 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 da 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 $2d \sin \theta_B = \lambda$).

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 la línea 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 VI.1.3. 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.

II. OPTICA GEOMETRICA - LENTES

II.1. 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

$$\sin \beta \cong \beta$$

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 paraxiales 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, Fig. II.1 (a).

Inversamente, todo rayo que pasa por el punto focal objeto, emerge paralelo al eje óptico, Fig. II.1.(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 Fig. II.1. (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.1 (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 $f < L < 2f$, Fig. 11.2. (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 $L < f$, Fig. 11.2 (b)

En este caso la imagen no está invertida, pero es virtual. En óptica este 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.

11.2. 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.

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 localizados por el campo magnético H existente dentro de la pieza polar, de manera análoga a lo que sucede en el caso óptico Fig. 11.3. 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.

11.3. 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 imagen 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.

11.3.1. Aberración esférica.

La aberración esférica constituye la mayor imperfección de una lente magnética. Hasta el presente no existen maneras eficaces de corregirla. Aquí se presenta 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 aquellos más próximos a dicho eje. Esta situación está esquematizada en la Figura 11.4. 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 obje

to, 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 Å 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 localizados antes del plano imagen gaussiano.

11.3.2. 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 inhomogeneidad 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 11.5.

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 Å, 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.

11.3.3. 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, 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.

11.3.4. 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 fig. 11.4. 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

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

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 para la cual la aberración combinada es mínima. Este es en general 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 ($0,3^\circ$), que se obtiene con una apertura de objetivo de unos 40μ de diámetro.

11.4. PODER DE RESOLUCIÓN 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 $5 \text{ \AA}$ en los microscopios modernos. En particular el Philips EM 300 garantiza un poder separador de $5 \text{ \AA}$ en condiciones normales, y de $3,5 \text{ \AA}$ 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 $25 \text{ \AA}$. Se plantea inmediatamente una duda. Como es entonces posible obtener un poder de resolución de $5 \text{ \AA}$? 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 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.

11.5. PROFUNDIDAD DE CAMPO Y 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 Å. Como generalmente se trabaja con láminas cuyo espesor no es superior a los 3000 Å, se ve que si una parte de la muestra está en foco, también lo están los 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.

III. FUNCIONAMIENTO DEL MICROSCOPIO ELECTRONICO.

III.1. CAÑON ELECTRONICO

III.1.1. 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 del filamento, Fig. III.1. 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 este 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.

III.1.2. 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 variarse 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.

III.1.3. Intensidad del haz.

La intensidad final del haz electrónico puede variar se alterando 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.

III.2. 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 fue así un gran adelanto para la microscopía electrónica, y actualmente es un elemento común de todo instrumento moderno.

III.2.1. Ventajas de un sistema de doble condensador.

En la figura III.2. 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 observado es iluminado, 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 Fig. III.3. 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.

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.

III.3. 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 III.4.

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 l_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 l_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 III.4, 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 si lo está. Este hecho deberá tenerse en cuenta siempre que se quiera relacionar la imagen observada con su correspondiente figura de difracción, ver sección III.6.2.

III.4. 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 atraviesa 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 EM 300 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 proyecta directamente sobre la pantalla fluorescente final, figura III.5. 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.

III.5. 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 III.4. 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 focaliza también la imagen. De esta manera se asegura que la apertura y la primer imagen intermedia están sobre el mismo plano l_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.

III.6. CALIBRACION DEL MICROSCOPIO ELECTRONICO.

III.6.1. Calibración de la magnificación.

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

Dos métodos se usan comunmente para la calibración de la magnificación:

- 1) Observación de réplicas de redes de difracción óptica,
- 2) Observación directa de planos cristalinos resueltos, de una sustancia de espaciado atómico conocido.

Lo que se suele hacer es calibrar el aumento en una disposición particular que sea constante del instrumento, como por ejemplo, en las condiciones de difracción por un área prefijada que ya hemos mencionado. Afortunadamente, en el caso del microscopio Philips EM 300, estas calibraciones se hacen en fábrica, con una réplica de una red de difracción óptica. Se proveen tablas que dan directamente el aumento de la imagen en la pantalla en función de las distintas posiciones de la perilla que controla la corriente en la lente intermedia.

Lo único que hay que tener presente es el error con que han sido hechas estas calibraciones. Las mediciones

fueron hechas para una posición única del espécimen, es decir una corriente fija de la lente objetivo. Ahora bien, según cada caso particular, la muestra podrá estar situada ligeramente por debajo o por encima de esa posición standard, según su espesor, la manera en la cual fue colocado en el porta-muestras, etc. Para poner en foco el área observada habrá que variar un poco la corriente en el objetivo, lo que traerá a su vez una variación en el aumento total de la imagen. Estas diferencias son generalmente muy pequeñas, pero hacen que las calibraciones tabuladas se puedan confiar en un 10%. ($\pm 5\%$).

III.6.2. Calibración de las rotaciones.

Habíamos visto en la Figura III.4 que la lente objetivo da una primera imagen de la muestra, invertida respecto de ésta. Por el contrario, el diagrama de difracción que se forma en el plano focal imagen no sufre inversión alguna. Las lentes subsiguientes producen luego un número igual de inversiones en ambas figuras.

Por lo tanto esta relación se mantiene en todo el sistema óptico:

La imagen de un objeto y su correspondiente diagrama de difracción están girados en 180° .

Además existe una rotación adicional que habrá que tener en cuenta simultáneamente con esta inversión. Al pasar la difracción a iluminación normal, se varía la potencia de la lente intermedia. Este hecho introduce una pequeña rotación θ , dado que θ depende de la excitación de la lente, ver sección II.2. Se puede ver también en la Figura III.4. que para focalizar la primer imagen del objeto hay que aumentar más la corriente que cuando se focaliza la difracción. Por lo tanto la imagen estará rotada en el mencionado ángulo θ respecto de la difracción, en el sentido de las agujas del reloj, tal como se esquematiza en la Figura III.6.

El ángulo de rotación θ puede medirse experimentalmente utilizando un cristal de estructura conocida, tal como el trióxido de molibdeno. Los cristales de esta sustancia presentan largos bordes a lo largo de las direcciones $[100]$ lo que permite comparar rápidamente los dos diagramas. Generalmente lo que se hace es tomar las dos fotografías superpuestas en una misma placa en ciertas condiciones standard del microscopio, como por ejemplo en condición de difracción por un área selecta, y medir entonces el ángulo θ . Después se mide el ángulo relativo de rotación entre las imágenes correspondientes a diferentes excitaciones de la lente intermedia, respecto de la imagen en condiciones standard.

En el microscopio Philips EM 300 el ángulo θ es igual a $29^\circ \pm 0,5^\circ$.

IV. OBSERVACION DE REPLICAS.

H.Mahl en 1940 fue el primero en sugerir la posibilidad de estudiar la topografía y ciertos tipos de defectos superficiales mediante la observación de réplicas por transmisión. Desde entonces se han desarrollado diversos tipos de técnicas de replicación de superficies, hasta llegar a la hoy familiar evaporación de carbono. En un principio se usaron mucho las técnicas de cubrir las superficies interesadas con ciertas lacas de polímeros, que después de secadas al aire se arrancaban mecánicamente. Pero estos polímeros no eran muy estables durante la posterior observación por transmisión en el microscopio electrónico, además del poco contraste que presentaban, y la incerteza en las variaciones reales del espesor del film. Es decir que estas primeras réplicas no poseían la propiedad fundamental que hace a una réplica confiable y efectiva:

La distribución de intensidades en la imagen electrónica debe guardar una relación directa con la topografía de la superficie estudiada.

En realidad las dos superficies de la réplica intervienen directamente en la intensidad resultante. Una de ellas es la que estuvo directamente en contacto con la superficie a replicar, y la otra es la superficie superior libre. Respecto de esta última, caben dos posibilidades:

- 1) Si es estrictamente plana, como sería el caso representado en la Figura IV.1., las variaciones de espesor, y por lo tanto la intensidad observada, depende directamente de la topografía de la superficie. La interpretación en este caso es muy sencilla, y se basa en el mecanismo de contraste por difusión mencionado en la sección 1.2.1. Se puede ver fácilmente que el perfil de intensidades coincide con el perfil real de la superficie estudiada.
- 2) Si la superficie libre de la réplica sigue estrictamente los contornos de la superficie replicada, es decir que el espesor medido según la normal local en cada punto de esta última es constante, Figura IV.2, el perfil de intensidades no sigue exactamente las fluctuaciones reales, pero la interpretación también es inmediata, aunque distinta del caso anterior.

En realidad las réplicas utilizadas en la práctica son un caso intermedio entre los dos extremos mencionados. Las réplicas de laca plástica son la mejor aproximación al primer caso, aunque la superficie libre presenta ciertas ondulaciones propias que dependen de las tensiones superficiales producidas durante el secado, y del tamaño de los detalles que son replicados.

Las películas de óxidos metálicos formados anódicamente o térmicamente constituyen la mejor aproximación al segundo caso, réplicas de espesor uniforme según la normal local a la superficie estudiada. Pero también puede haber desviaciones de este comportamiento ideal debido a que la velocidad de oxidación puede depender de la composición local y de la orientación cristalográfica.

IV.1. REPLICAS DE CARBONO - SOMBREADO.

Para evitar estos tipos de incerteza, lo que se hace actualmente es sombrear previamente la superficie a estudiar, y luego evaporar carbono encima. La réplica compuesta así obtenida produce una imagen electrónica por transmisión que presenta un contraste que depende directamente de los cambios de elevación en la superficie. En la Figura IV.3. se puede ver esquemáticamente, para un caso sencillo, como se puede aumentar el contraste y además medir la altura de los distintos defectos superficiales, mediante un sombreado previo.

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 con los detalles del cálculo de intensidades, pero para fijar ideas

mencionaremos un caso típico. En la Figura IV.4. se representa la variación relativa de intensidades transmitidas a través de la rampa sombreada de la Figura IV.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.

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 microscopio, 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 IV.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 IV.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).

IV.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 fue "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.

IV.3. REPLICAS POR TRANSFERENCIA.

Este tipo de réplica ha cobrado importancia en los estudios de polímeros. 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.

V. DIFRACCION DE ELECTRONES

V.1. TEORIA CINEMATICA DE LA DIFRACCION

Habíamos visto ya en la sección I que el conocimiento de las condiciones de difracción de una muestra cristalina era fundamental para la interpretación de la imagen electrónica. Ahora trataremos de ver cuáles son los factores que determinan el origen y la distribución de los haces difractados, en la aproximación llamada cinemática.

La teoría cinemática de la difracción de electrones resulta de la aplicación de las leyes de la óptica física al caso de estructuras periódicas, mediante la introducción explícita de la longitud de onda λ de De Broglie, que describe la naturaleza ondulatoria de estas partículas. La hipótesis básica de la teoría cinemática es que una vez producido un haz difractado, éste no vuelve a interactuar con la onda incidente a partir de la cual se originó. Esto equivale a decir que la amplitud 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 fuerte es esta interacción, tanto peor 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 si 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 VI veremos que, si bien la teoría cinemática no es suficiente

para explicar cuantitativamente un contraste electrónico, constituye sin embargo una buena aproximación para describir la apariencia de las imágenes correspondientes a defectos cristalinos sencillos, como dislocaciones o precipitados.

V.1.1. Difracción de electrones a través de un cristal.

De todos los procesos mediante los cuales los electrones pueden interactuar con las sustancias cristalinas, y que son visibles en un microscopio electrónico, la difracción es por lejos el fenómeno más importante. Aunque describir el proceso de difracción sin el auxilio de ciertos elementos matemáticos es un poco difícil, hacerlo de esta manera escaparía al propósito de estas notas. Por lo tanto mencionaremos solamente el formulismo que se suele seguir y nos limitaremos a describir los hechos básicos.

La naturaleza ondulatoria de los electrones se describe mediante la longitud de onda λ de De Broglie. De esta manera se puede representar a la onda asociada con un electrón, en una posición dada $\vec{r}$, por una función del tipo

$$e^{2\pi i \vec{k} \cdot \vec{r}}$$

donde $\vec{k}$ es un vector paralelo a la dirección de propagación de la onda, cuya magnitud es la inversa de la longitud de onda λ . Este vector $\vec{k}$ es proporcional a la velocidad del electrón (no considerando efectos relativistas).

Si la onda incide sobre un conjunto de átomos, cada uno de éstos producirá una onda difundida, de la misma longitud de onda que la incidente. Este hecho es equivalente al principio de Huyghens, en óptica. Si consideramos la amplitud de la onda incidente igual a 1, entonces la amplitud de la onda difundida por un átomo en un ángulo 2θ respecto de la dirección original tendrá un cierto valor $f(2\theta)$. Esta magnitud se denomina generalmente factor de difusión atómico, y depende de la naturaleza del átomo considerado, y de la radiación incidente. La intensidad difundida será por lo tanto $|f(2\theta)|^2$.

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 distintas ondas difundidas. Estas se pueden considerar independientes, y la intensidad final será sencillamente la suma de las intensidades individuales. La intensidad resul

tante tiene simetría de resolución alrededor del haz incidente, y su distribución angular es la misma que el cuadrado del factor atómico de difusión de uno de los átomos individuales del conjunto. La situación está esquematizada en la Figura V.1., 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 en 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.

La amplitud A de la onda resultante difundida por el cristal en una cierta dirección 2θ está ahora dada por

$$A(2\theta) = f(2\theta) \sum_n e^{2i(\vec{k} - \vec{k}') \cdot \vec{r}_n}$$

donde $f(2\theta)$ es el factor de difusión de uno de los átomos del cristal, $\vec{k}$ el vector de onda del haz incidente, $\vec{k}'$ el vector de onda del haz difundido, y los vectores $\vec{r}_n$ son los que describen la posición de los n átomos del cristal, a partir de uno de ellos elegido arbitrariamente como origen. Los diferentes términos de la sumatoria tienen en cuenta la diferencia relativa de fases entre las amplitudes difundidas por los distintos átomos.

Según cual sea esta diferencia, habrá direcciones para las cuales todas las ondas difundidas tendrán la misma fase, y la amplitud difundida será máxima. Esto equivale a decir que para esas direcciones los términos exponenciales de la sumatoria serán todos iguales a 1.

$$e^{2i(\vec{k} - \vec{k}') \cdot \vec{r}_n} = 1$$

o bien

$$(\vec{k} - \vec{k}') \cdot \vec{r}_n = 1, 2, 3, \dots$$

para todo vector $\vec{r}_n$. Es posible demostrar que en realidad, al hacer incidir un haz de radiación monocromática (ya sean Rayos X, o electrones) sobre un cristal, solamente en ciertas y bien determinadas direcciones la intenu

sidad de la radiación difundida es máxima. Estos son precisamente los haces difractados. Fuera de estas direcciones la intensidad es prácticamente nula.

Ahora bien, es casi intuitivo que la geometría de estos haces está directamente ligada a la geometría del cristal, es decir la disposición de los átomos. Para cada tipo particular de red, y para cada orientación, habrá una cierta configuración de haces difractados. El problema que se trata de resolver es, entonces, dado el diagrama de difracción, cómo obtener información acerca de la estructura y orientación del cristal. Para ello es necesario conocer la relación cuantitativa entre las direcciones de los haces difractados y la estructura cristalina.

V.1.2. Ley de Bragg. Red recíproca.

Esta relación cuantitativa fue establecida por Bragg, quien formuló su conocida ley

$$2 d \sin \theta = n \lambda$$

que expresa sencillamente que en la dirección de un haz difractado, la diferencia de caminos entre las ondas difundidas por los distintos átomos tiene que ser igual a múltiplo entero n de la longitud de onda λ . En la figura V.2. se puede ver esquemáticamente la construcción de Bragg. El espaciado entre una familia dada de planos cristalinos es d , n es igual a 1.2.3,...., y θ es el ángulo que forman estos planos con la dirección del haz incidente (o el difractado). El ángulo total de difracción es 2θ .

Aunque la ley enunciada por Bragg predice correctamente las direcciones en las cuales se producen los haces difractados, existe una formulación mucho más fácil y elegante para describir la geometría de estos haces, y que resulta muy útil en el caso de la difracción de electrones tal como se observa en un microscopio electrónico. Introduciremos a continuación el concepto de red recíproca.

Consideremos la red simple bidimensional de la figura V.3. Sea O el punto 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, y cuya magnitud es la inversa del espaciado d_{hkl} entre los mismos

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

En la figura V.3., se muestran con líneas punteadas, algunos de estos vectores recíprocos, y los planos cristalinicos reales a los que representan. Haciendo la construcción cuidadosamente, 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 $\vec{g}_{hkl}$ 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, los de bajos índices de Miller. No entraremos a describir aquí las distintas propiedades de la red recíproca. Mencionaremos solamente una, que utilizaremos más adelante; el producto escalar de un vector $\vec{r}_n$ de la red directa, y un vector $\vec{g}_{hkl}$ de la red recíproca es siempre igual a un número entero

$$\vec{g}_{hkl} \cdot \vec{r}_n = \text{entero}$$

Se puede ver también en la Figura V.3., que para el caso simple de una red cúbica bidimensional de parámetro a , la red recíproca es también cúbica simple, de parámetro igual a $1/a$. En el caso tridimensional esto también es cierto. Se puede demostrar también que la red recíproca de una red cúbica de caras centradas (fcc), es una cúbica de cuerpo centrado (bcc), y viceversa.

V.1.3. Esfera de Ewald.

Veremos a continuación cómo la introducción de la red recíproca permite simplificar la interpretación del fenómeno de difracción en sus dos aspectos:

- a) predecir el diagrama de difracción de un cristal de estructura y orientación dada.
- b) conocido el diagrama de difracción determinar la orientación y estructura del cristal.

La formulación siguiente se debe a Ewald, Figura V.4. En la dirección del haz incidente se traza un vec-

tor 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 inmediatamente que la condición para que exista un haz difractado

$$(\vec{k} - \vec{k}') \cdot \vec{r}_n = \text{entero}$$

que ya hemos mencionado anteriormente, equivale a decir que el vector diferencia $(\vec{k} - \vec{k}')$ debe coincidir con un vector de la red recíproca. Cada vez que la esfera de Ewald toca un nodo de la red recíproca, existirá un haz difractado en la dirección 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 V.4. 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 recí-

procos $\vec{g}$. 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 que se puede rotar la muestra hacia una orientación fácil.

En la Figura V.5. se muestran algunos 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 orientación relativa entre precipitados y matriz en un sistema de dos o más fases. Mediante la difracción por un área selecta, que ya se ha descrito en la sección III.5, 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.

V.1.4. Muestras policristalinas.

Habiendo visto el mecanismo por el cual se originan los haces difractados por un monocristal, es muy fácil ver ahora qué 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 V.6. (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 cargas centradas, la secuencia de los anillos corresponde a las reflexiones (111), (200), (220), ... en orden de espaciado interplanar decreciente.

V.1.5. 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 a lo largo de su circunsferencia presentará máximos y mínimos en ciertas posiciones. Una zona de gran 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 V.6.(b).

V.1.6. Muestras casi amorfas.

Veamos ahora qué 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 estarán 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 V.1.1., Figura V.1.

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 V.7, existe en la muestra una cierta distancia preferencial d , que se puede calcular a partir de la siguiente relación

$$0,814 \times 2 d \sin \theta_M = \lambda$$

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 cristalinicos, sino que debe interpretarse como una distancia preferencial entre los átomos o moléculas que componen la muestra.

V.2. LINEAS 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, interaccionan 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 V. 8.

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 cristalinicos bajo el ángulo θ de Bragg, y serán entonces difractados en una dirección como la $Q Q'$. La radiación difundida según una dirección como la PR también incidirá sobre la misma familia de planos según el mismo ángulo θ 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' , que de la PR a la RR' , ver Figura V.8. Por lo tanto la intensidad de fondo resulta aumentada en la dirección QQ' y disminuída 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 V.9 se puede ver el diagrama de difracción producido por una lámina monocristalina de cobre, en el que aparecen varios pares de líneas de Kikuchi.

VI. CONTRASTE POR DIFRACCION (APROXIMACION CINEMATICA)

VI.1. CAMPO CLARO - APROXIMACION DE DOS HACES.

Habíamos visto que un haz de electrones que incide sobre un cristal de origen a una serie de haces difractados, y que cada uno de ellos es focalizado por la lente objetivo en el plano principal imagen de la misma, ver Figura VI.1. El diagrama de difracción de la muestra queda así formado sobre el plano AB, y éste puede ser reproducido en la pantalla final del microscopio si el sistema de lentes subsiguiente se focaliza en este plano. Simultáneamente la lente objetivo produce una imagen de la muestra en el plano CD. Si las otras lentes focalizan en este plano se tendrá en la pantalla final una imagen aumentada de la muestra. Ahora bien, si varios haces contribuyen a formar esta imagen final, la calidad de ésta no será muy buena, debido principalmente a las aberraciones que sufren los haces difractados, por el hecho de estar más alejados del eje óptico del instrumento.

En las observaciones corrientes por transmisión, lo que se hace es introducir en el plano focal imagen una pequeña apertura que permite que solamente un haz llegue a la pantalla final. La imagen formada de esta manera por el haz transmitido se llama de campo claro, y la formada por alguno de los haces difractados se dice de campo oscuro. En general se usa más la técnica de campo claro, pero la imagen de campo oscuro puede presentar ciertas ventajas (ver sección VI.2.) y además se puede obtener información adicional muy valiosa mediante la comparación de los dos tipos de imagen.

Además, la interpretación de imágenes, ya sea en campo claro o campo oscuro, se simplifica muchísimo si solamente una familia de planos cristalinos difracta fuertemente, es decir si en el diagrama de difracción solamente existen dos haces de intensidad apreciable. Esta situación puede ser obtenida si el cristal está orientado lejos de una dirección cristalográfica importante. Habíamos visto en la sección III.5. que insertar una apertura en el plano CD era equivalente a reducir el área que contribuye al diagrama de difracción. De esta manera son eliminados los haces que provienen de regiones fuera de la limitada por esta apertura, y puede conseguirse un diagrama de difracción que consta de una mancha central correspondiente al haz transmitido, y solamente otra mancha fuerte que corresponde a un único haz difractado. La porción de muestra comprendida dentro de la apertura satisface así la condición de dos haces. En esta aproximación es posible predecir y estudiar el

contraste producido por diferentes defectos cristalinos.

VI.1.1. Contraste de una lámina deformada elásticamente .

Generalmente las láminas delgadas que se observan en un microscopio electrónico están ligeramente deformadas, de tal manera que la orientación de los planos cristalinos respecto del haz incidente de electrones varía de punto a punto, Figura VI.2. En alguna parte del cristal una familia dada de planos puede estar orientada según el ángulo de Bragg, y por lo tanto se origina allí un fuerte haz difractado. En ese lugar, en campo claro, el cristal aparece más oscuro. En otras áreas puede ocurrir que ningún plano esté orientado en el ángulo de Bragg. Estas variaciones de intensidad que resultan de una deformación elástica de la muestra, se llaman contornos de extinción, y aparecen como líneas oscuras en la imagen. Cada una de estas líneas corresponde a una familia dada de planos, y puede ser considerada como el lugar geométrico de los puntos del cristal en los cuales es satisfecha la ley de Bragg para estos planos. Si se toman los diagramas de difracción en las vecindades de cada uno de estos contornos, se puede indexar la familia de planos correspondiente.

Digamos también 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 estos contornos de extinción que dificultarán la observación e interpretación de las imágenes obtenidas.

VI.1.2. Contraste de fallas de apilamiento.

Una falla de apilamiento es un defecto extendido sobre un plano del cristal. De un lado de este plano el cristal es perfecto, y del otro el cristal está desplazado en un vector $\vec{R}$ constante, que está situado sobre el plano de la falla, y que no necesariamente es un vector de la red. En la figura VI.3. se muestra el efecto de la falla sobre los planos difractantes para dos casos extremos. En el primer caso (a) los planos son paralelos a la falla (contienen al vector $\vec{R}$), mientras que en el segundo los planos no contienen al vector $\vec{R}$, Figura VI.3 (b). En el primer caso, que es también el de toda familia de planos que contenga al vector $\vec{R}$, el efecto de la falla

es desplazar los planos paralelamente a sí mismos. Si el cristal se observa de tal manera que estos planos sean los que producen un fuerte haz difractado, no se observará contraste alguno. Esto puede verse más intuitivamente si se considera a estos planos como espejos. Un desplazamiento paralelo a ellos mismos no altera la situación vista por el haz incidente.

Llamando $\vec{g}$ al vector del espacio recíproco que representa a la familia de planos considerada, la condición de que $\vec{R}$ esté situado sobre los planos difractantes, y por lo tanto para que la falla sea invisible, se puede escribir

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

En cambio, si $\vec{R}$ no está contenido en los planos difractantes, éstos sufren una marcada discontinuidad al atravesar la falla. La interferencia entre la radiación difractada por planos arriba de la falla, y la difractada por los planos debajo de la misma, da origen a un sistema de franjas. En estas condiciones de difracción la imagen de una falla de apilamiento consiste en una serie de franjas con máximos y mínimos bien definidos. Las franjas son paralelas a la intersección de las superficies de la lámina con el plano de la falla. En la Figura VI.4., se puede ver el contraste típico de fallas de apilamiento en un monocristal de Cu irradiado con electrones de 600 kV.

Hay que notar, sin embargo, que aún siendo $\vec{g} \cdot \vec{R} \neq 0$ a la falla puede seguir siendo invisible. Esto puede ocurrir si el efecto de la falla es desplazar los planos una distancia igual al espaciado d entre ellos, de manera que sigan estando en correspondencia a través de la falla. La condición para que esto ocurra es que la componente de $\vec{R}$ en la dirección de $\vec{g}$ sea igual a un múltiplo entero del espaciado d entre esos planos. Siendo $|\vec{g}| = 1/d$ podemos expresar en forma general el criterio de invisibilidad para fallas de apilamiento, como

$$\vec{g} \cdot \vec{R} = \text{entero}$$

El razonamiento que hemos enunciado es también válido para otros tipos de defectos planos. Mediante argumentos similares se pueden establecer criterios de visibilidad e invisibilidad para precipitados planos, dominios de antifase, etc.

VI.1.3. Contraste de Dislocaciones - Criterios de Visibilidad.

Las dislocaciones son visibles al microscopio electrónico como resultado de la deformación de los planos difractantes en la vecindad de la dislocación. En la figura VI.5 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 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 produciendo cada una imágenes en lados opuestos de la dislocación.

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 hay contraste) si el cristal está en la posición de difracción para estos planos, ver figura VI.5(b). Matemáticamente esta condición se expresa mediante

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

y tenemos así un criterio sumamente útil e importante para la invisibilidad de las dislocaciones, equivalente al que habíamos obtenido para las fallas de apilamiento.

La generalización de este criterio es inmediata :

Todo tipo de defecto cristalino que produce distorsiones paralelas a una familia dada de planos no presenta contraste (es invisible) si el cristal está orientado cerca de la posición de Bragg correspondiente a dichos planos.

La primera comprobación experimental de esta ley fué hecha para el caso de dislocaciones de hélice en un cristal de aluminio - cobre templado. Una dislocación de hélice tiene su vector de Burgers paralelo al eje de la hélice, como se muestra en la figura VI.6. 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.

Una aplicación cuidadosa y sistemática de los criterios de visibilidad, permite determinar el vector de Burgers de una dislocación dada, haciendo experiencias de cambio de contraste, es decir observando la misma dislocación en distintas reflexiones. Es necesario disponer de una buena platina goniométrica para realizar las rotaciones adecuadas.

Digamos finalmente que los criterios de visibilidad de dislocaciones tendrán que ser tenidos muy en cuenta cuando se estudian estructuras de dislocaciones, y en general será necesario efectuar observaciones bajo distintas condiciones de difracción. Igualmente, si se determinan densidades de dislocaciones.

VI.1.4. Determinación de la naturaleza de lazos de dislocación.

Los lazos cerrados de dislocaciones se observan comunmente en metales que han sido previamente deformados, templados o irradiados. Para un mejor entendimiento de los mecanismos básicos que acompañan estos procesos, es necesario determinar la naturaleza de estos lazos, es decir saber si son el resultado de la nucleación de vacancias o de intersticiales.

Un método relativamente sencillo fué desarrollado por Edmondson y Williamson que no requiere el conocimiento previo del vector de Burger, ni el sentido de inclinación del lazo respecto del haz de electrones. La distinción

entre lazos de vacancias e intersticiales se puede hacer solamente en base al cambio de la forma de la imagen cuando la muestra rota en un ángulo suficientemente grande.

En la figura VI.7 se muestra esquemáticamente el cambio de las imágenes, en campo claro, de los dos tipos de lazos. El eje de giro está contenido en los planos difractantes, y es normal al vector de Burger de los lazos. Existen dos efectos. En primer lugar, el área proyectada de los lazos va aumentando progresivamente a medida que se va realizando el giro, debido solamente a un efecto geométrico. Este efecto es el mismo para los dos tipos de lazos.

Ahora bien, cuando nos aproximamos a las condiciones de difracción, las regiones marcadas con A en la figura VI.7 (b) alcanzarán el ángulo de Bragg primero, y se producirá un fuerte haz difractado en esas zonas. El contraste correspondiente a esta situación está marcada con trazos gruesos en la misma figura. Continuando con la rotación, llegará un momento en el cual las regiones marcadas con B, figura VI.7 (c), alcanzarán el ángulo de Bragg, y éstas originarán ahora haces difractados. El contraste estará situado ahora a lados distintos de la imagen geométrica.

Por lo tanto al pasar por la posición de difracción de Bragg, el ancho del contraste disminuye si el lazo está originado por vacancias. En el caso de lazos de intersticiales el ancho del contraste aumenta progresivamente a medida que se realiza el giro.

Este es un método sumamente cómodo, y puede ser aplicado para determinar la naturaleza de lazos cuyas dimensiones sean superiores a unos 300 Å. Solamente es necesario disponer de una buena platina goniométrica para poder realizar los giros adecuados.

VI.1.5. Contraste de un precipitado coherente.

Consideremos ahora el caso de un precipitado coherente (zonas de Guinier Preston) tal como los que pueden obtenerse en una aleación Cu-1% Co convenientemente tratada. El precipitado puede mantenerse coherente si la diferencia de tamaño atómico no es muy grande. Existirá entonces una cierta continuidad de los planos cristalinos de la matriz al atravesar el precipitado, tal como puede verse en la figura VI.8.

Si el cristal está orientado cerca de la posición de Bragg correspondiente a estos planos, el contraste observado toma entonces una forma muy particular. Dado que los planos que pasan por el centro de la partícula prácticamente no están distorsionados, el contraste aquí no será muy diferente del fondo (background). Esta región se manifiesta en la imagen electrónica como una línea de "contraste nulo". Esta línea de contraste nulo se presenta siempre en la imagen de toda partícula que produzca un campo elástico de deformaciones esféricamente simétrico.

En cambio en zonas más alejadas del centro de las distorsiones se van haciendo más grandes, y son apreciables aún a una cierta distancia fuera del precipitado. Entonces el contraste se extiende más allá de las dimensiones reales del precipitado tal como se muestra en la figura. Cuanto mayor sea la distorsión producida, tanto mayor será la extensión del contraste fuera de la partícula. Este hecho debe tenerse en cuenta cuando en una micrografía electrónica se mide el tamaño de una partícula coherente. En general, se toma como medida del diámetro de la misma, la extensión del contraste en la dirección perpendicular al vector $\vec{g}$.

VI.1.6. Precipitado incoherente o inclusión.

Una partícula de una segunda fase dentro de una matriz puede producir contraste mediante dos mecanismos.

Si un precipitado cualquiera, o inclusión, está compuesto por partículas (átomos) que tienen un poder difusor diferente del de la matriz que lo rodea, habrá un contraste en la intensidad transmitida, y la partícula será por lo tanto visible. Desde este punto de vista consideramos también como "inclusión" a los aglomerados de vacancias y burbujas de gas dentro de un metal.

En segundo lugar, la distorsión producida por el precipitado en su entorno puede producir un contraste. La presencia de una partícula podrá ser así detectada aún cuando no haya diferencias apreciables en los factores de difusión.

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 apertu-

ra 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(a).

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

VI.2.1. Imágenes múltiples en campo oscuro .

En la figura VI.10 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 lo 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 formado 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, 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 nos permite una gran precisión en las medidas.

VI.2.2. Campo Oscuro. Apertura Desplazada.

Si se necesita observar áreas de más de $1\ \mu$ 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 elonga 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.11. Si este ajuste se puede realizar correctamente, la resolución de la imagen de campo oscuro es igual que la del campo claro.

La mayoría de los microscopios electrónicos modernos poseen ahora dispositivos para variar la inclinación del haz incidente sobre la muestra. En particular el Philips EM 300 tiene incorporado un sistema de deflectores electromagnéticos de manera que este procedimiento se realiza cómodamente mediante controles eléctricos.

VI.2.3. Otras aplicaciones de las técnicas de campo oscuro.

VI.2.3.1. Interpretación de diagramas de difracción de muestras de dos o más fases.

Dado que una imagen de campo oscuro revela aquellas partes de la muestra que contribuyen al haz difractado elegido para formar esta imagen, esta técnica permite determinar el origen de cualquier haz difractado. Esta información es sumamente importante para la interpretación del diagrama de difracción de una muestra que contiene dos o más fases cristalinas. Un caso común es el de una aleación que contiene una fase precipitada que puede tener varias orientaciones respecto de la matriz, y de tamaño tan pequeño que no es posible obtener el diagrama de difracción individual de uno solo de ellos.

Cada precipitado contribuiría entonces con el diagrama particular correspondiente a su orientación. Resultan así diagramas muy difíciles de interpretar.

Usando la técnica de campo oscuro, los precipitados que originan los distintos haces de difracción, pueden ser identificados sin ambigüedad posible. Así, un diagrama complejo puede ser separado en varios componentes, cada una de las cuales puede identificarse con más facilidad, puesto que proviene de precipitados de una sola orientación. Una vez interpretados cada uno de estos diagramas elementales, es posible determinar la orientación relativa de cada serie de precipitados respecto de la matriz.

VI.2.3.2. Interpretación del contraste en la imagen.

El contraste producido en campo claro por alguna distorsión cristalina (dislocación, precipitado, etc.) depende fuertemente de las condiciones de difracción (orientación) de la muestra, tal como ya se ha discutido.

Sin embargo no siempre es fácil determinar exactamente las condiciones de difracción bajo las cuales se obtiene un determinado contraste en una imagen de campo claro. Aún cuando se puede orientar el cristal de manera que valga la aproximación de dos haces, siempre existirán además otros haces. Aunque éstos sean débilmente excitados, siempre influirán de alguna manera sobre la imagen. Estas dificultades no existen en campo oscuro, puesto que la reflexión que opera es única y está perfectamente definida. Así puede determinarse el contraste debido a una sola reflexión cristalina. Esta información es sumamente útil para una gran variedad de problemas, por ejemplo determinación del vector de Burgers de una dislocación.

VI.2.3.3. 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.

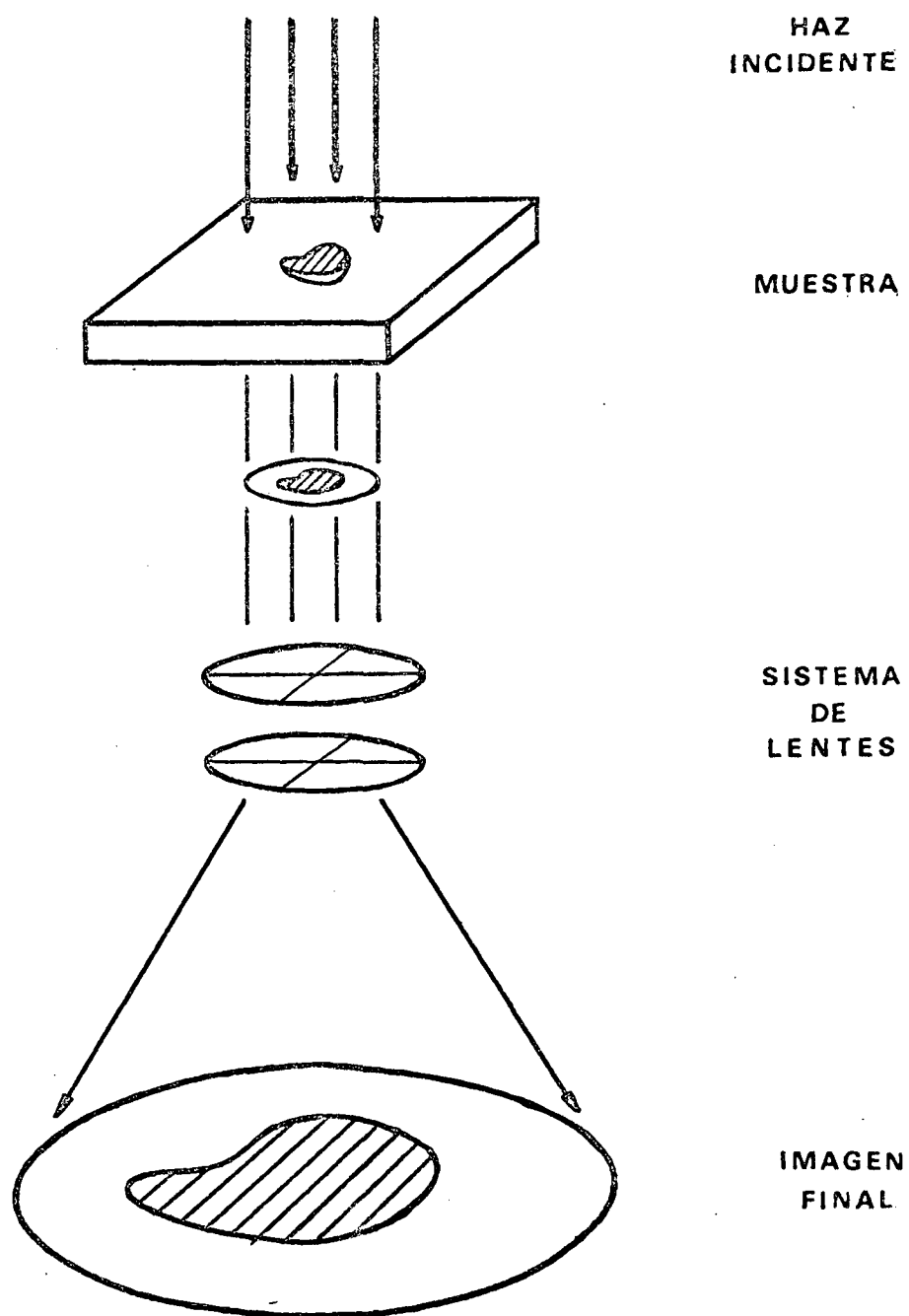


Figura I.1

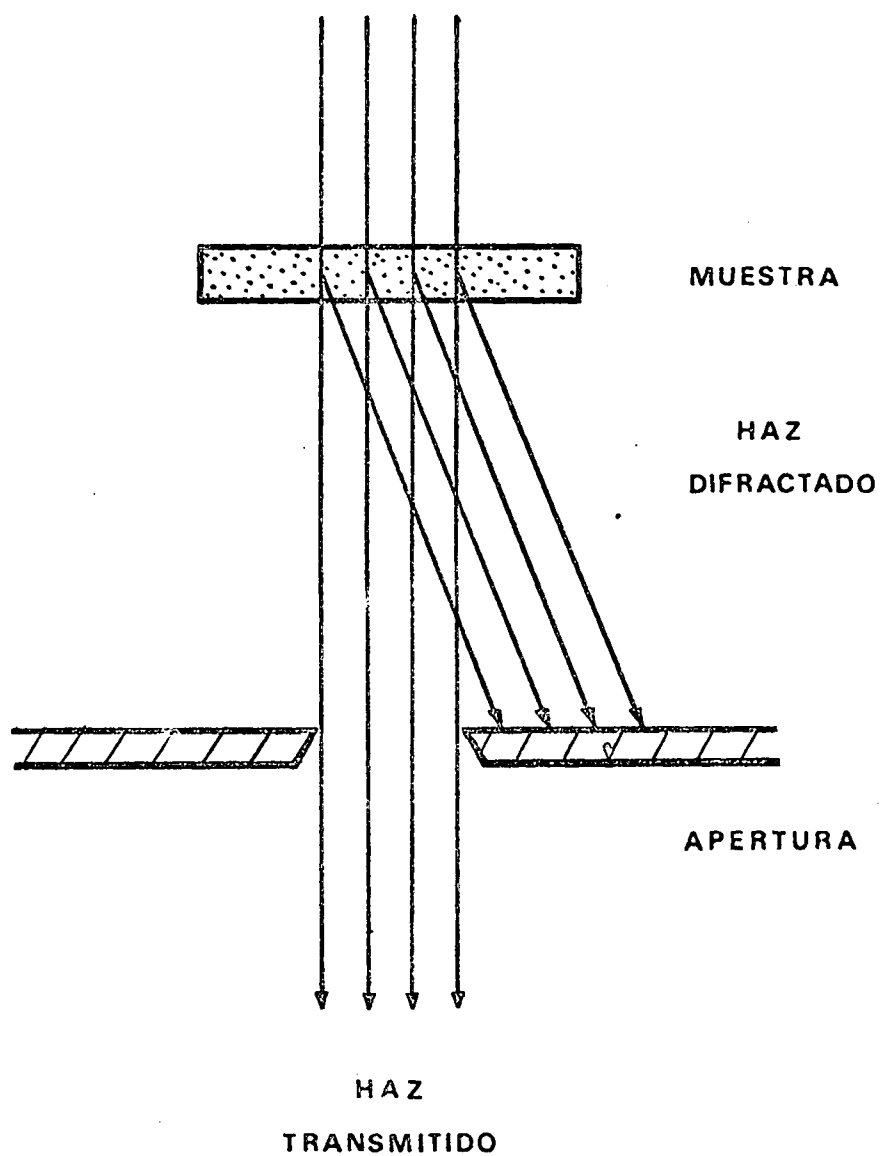


Figura I.2

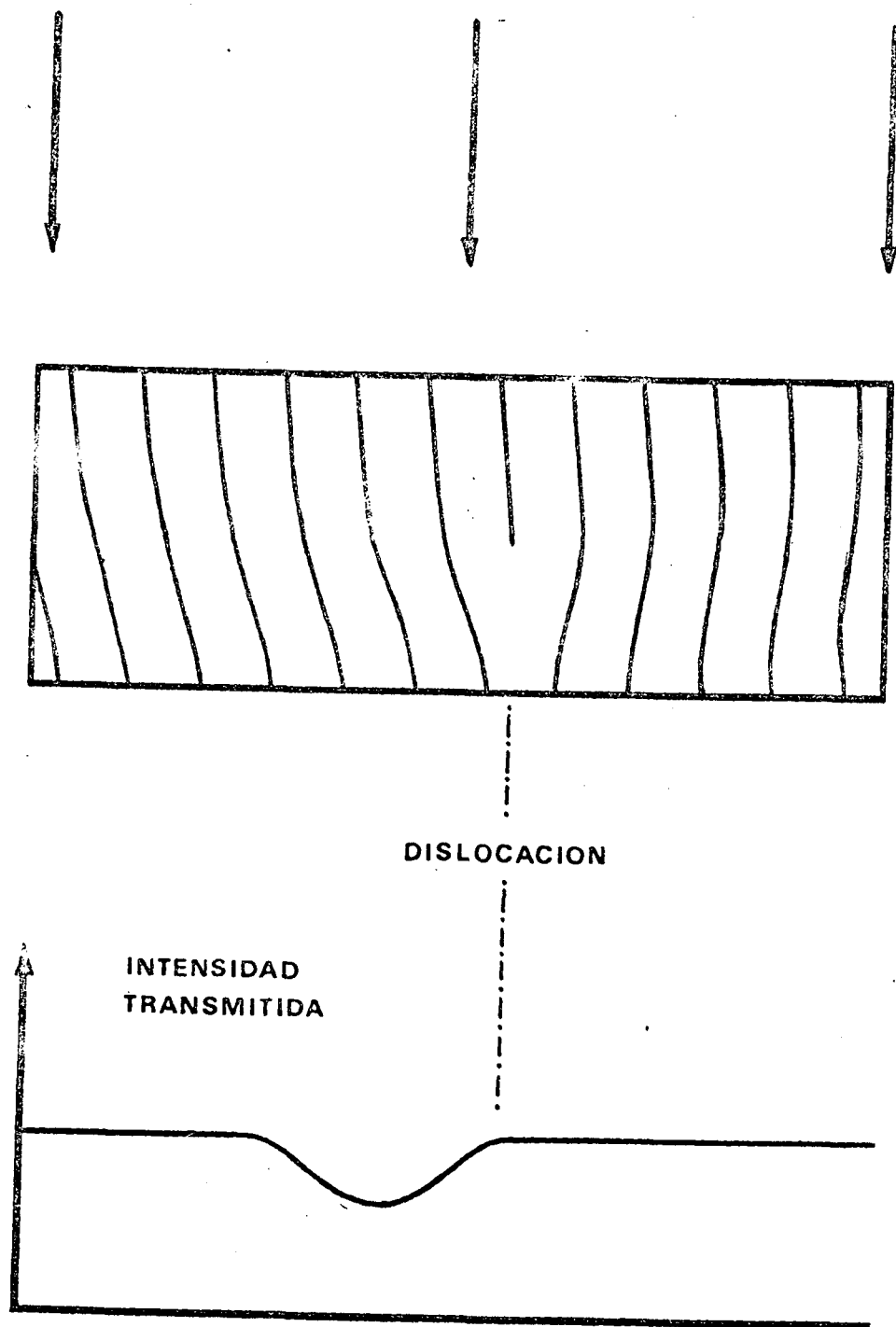
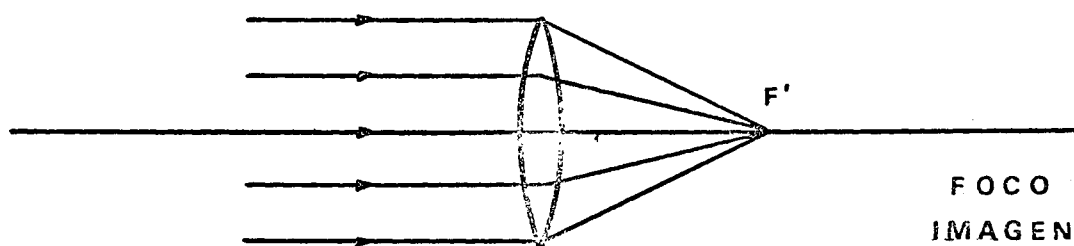
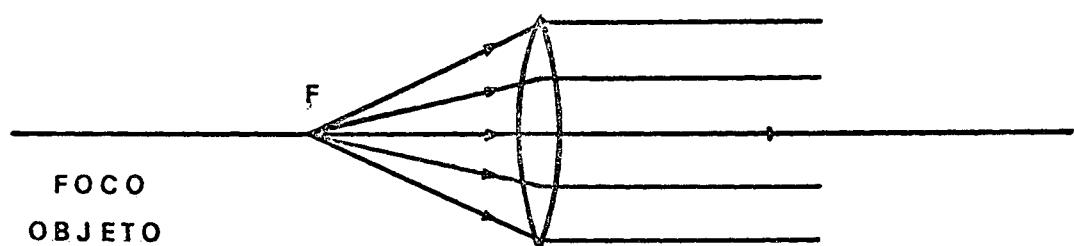


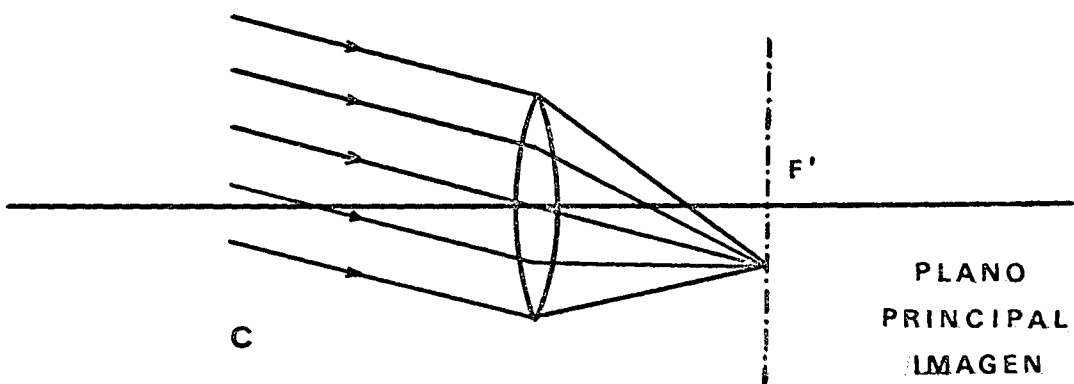
Figura I.3



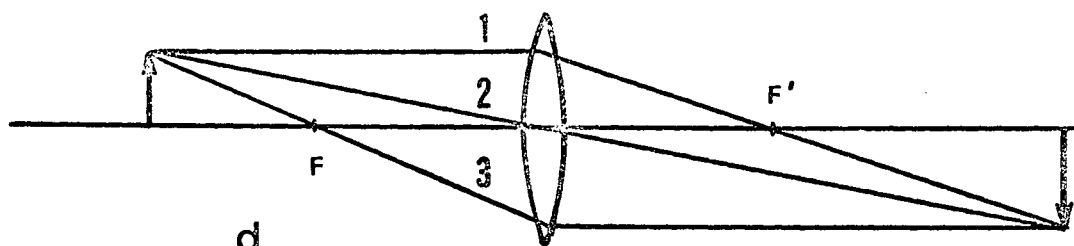
a



b

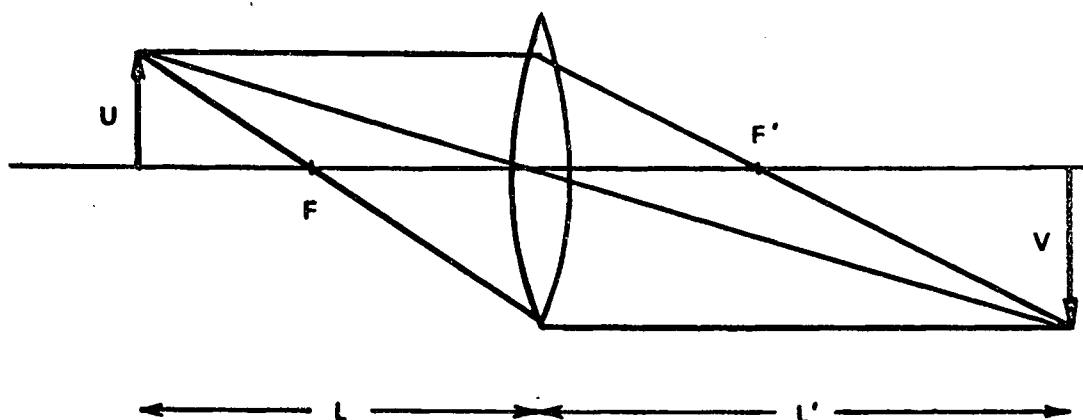


c

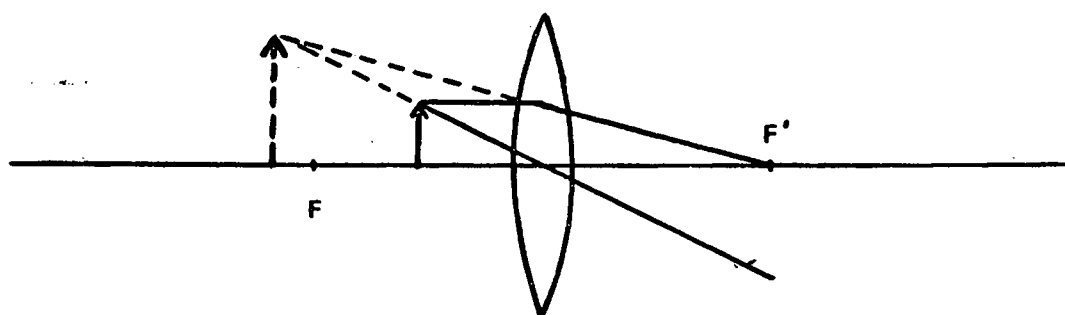


d

Figura II.1



(a)



(b)

Figura II.2

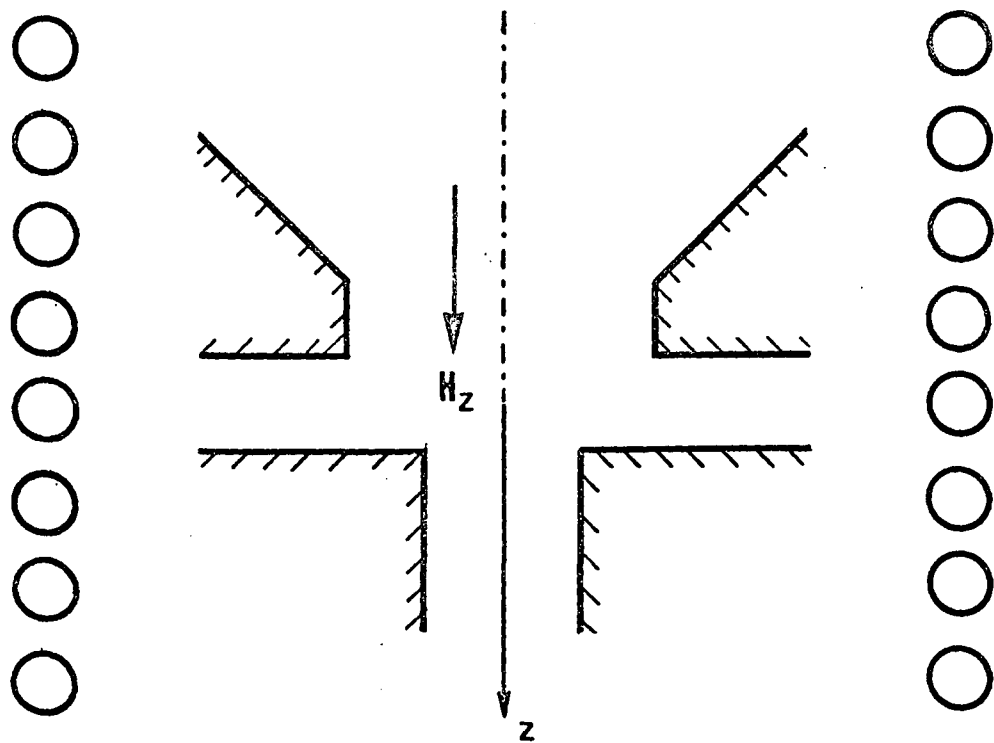


Figura II.3

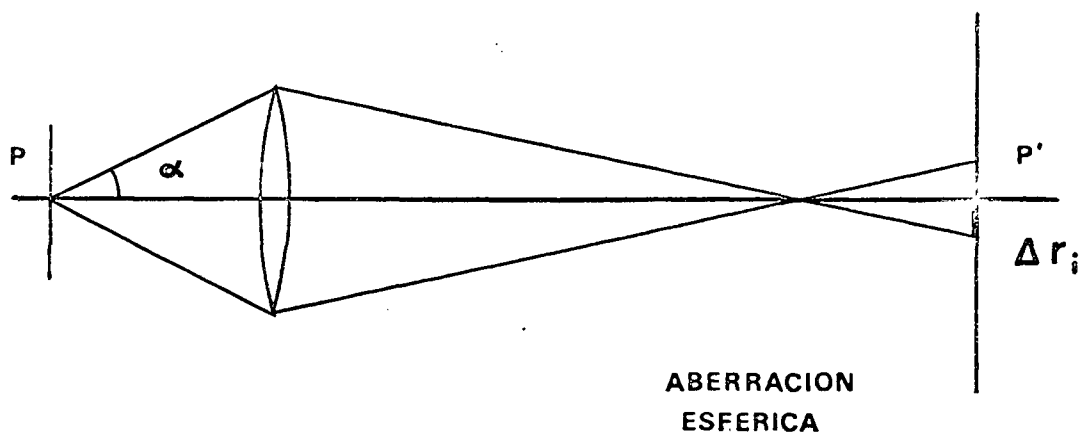


Figura II.4

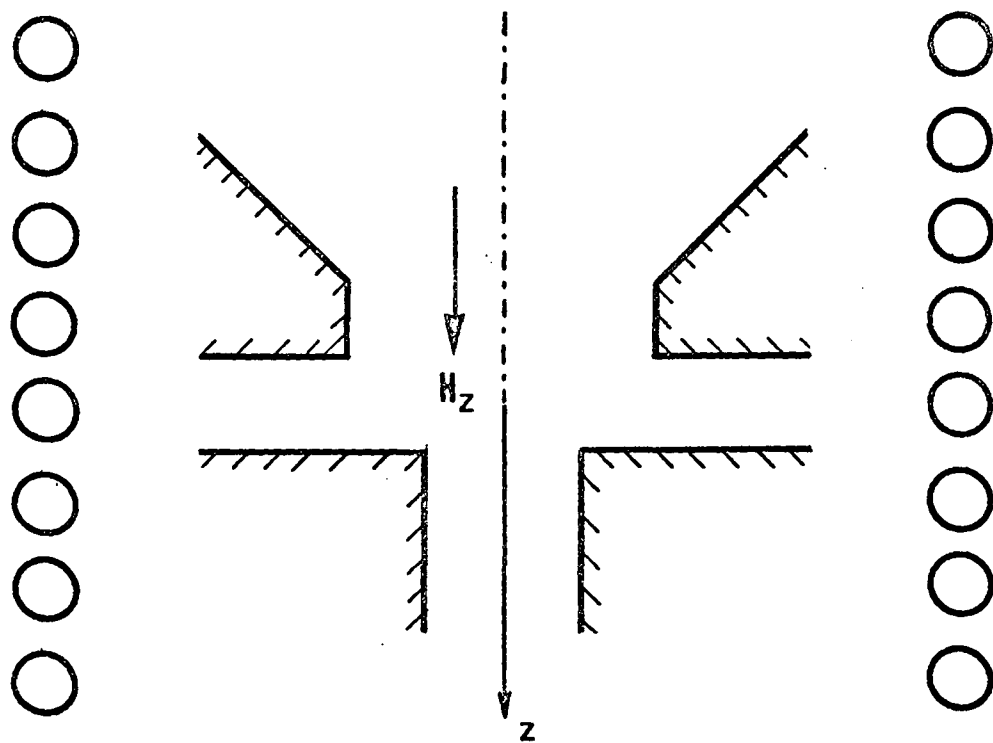


Figura II.3

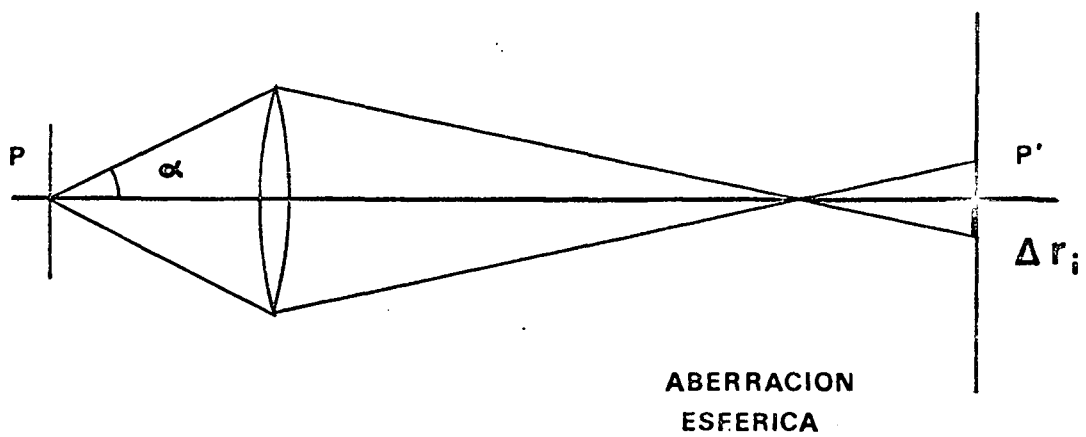
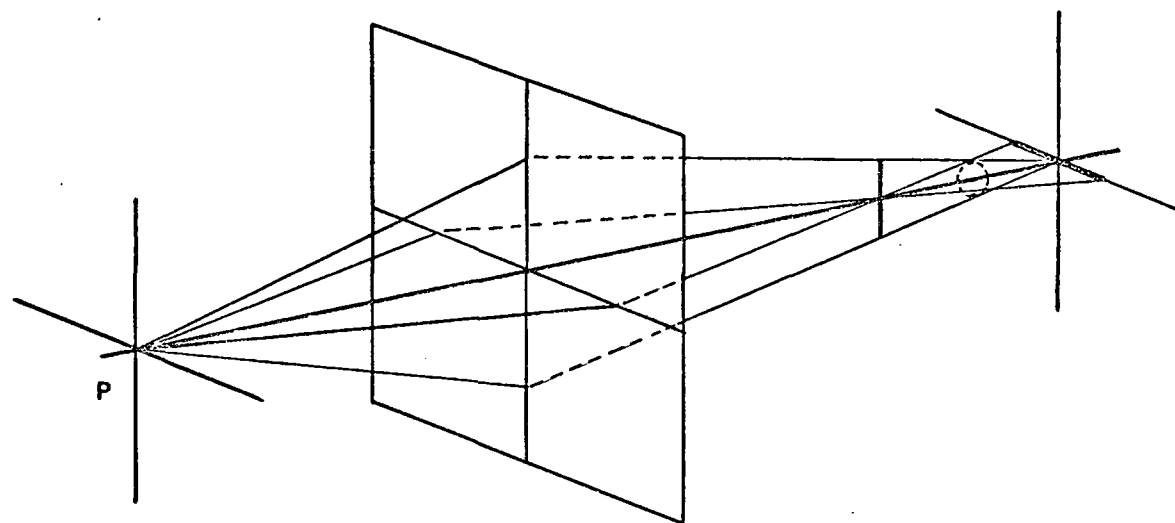


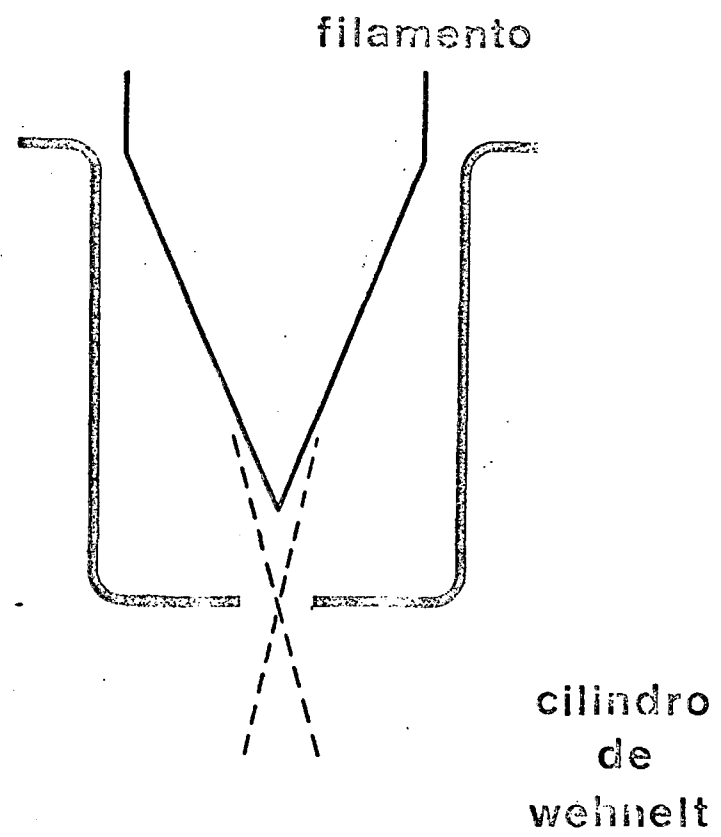
Figura II.4



astigmatismo

Figura II.5

Figura III.1



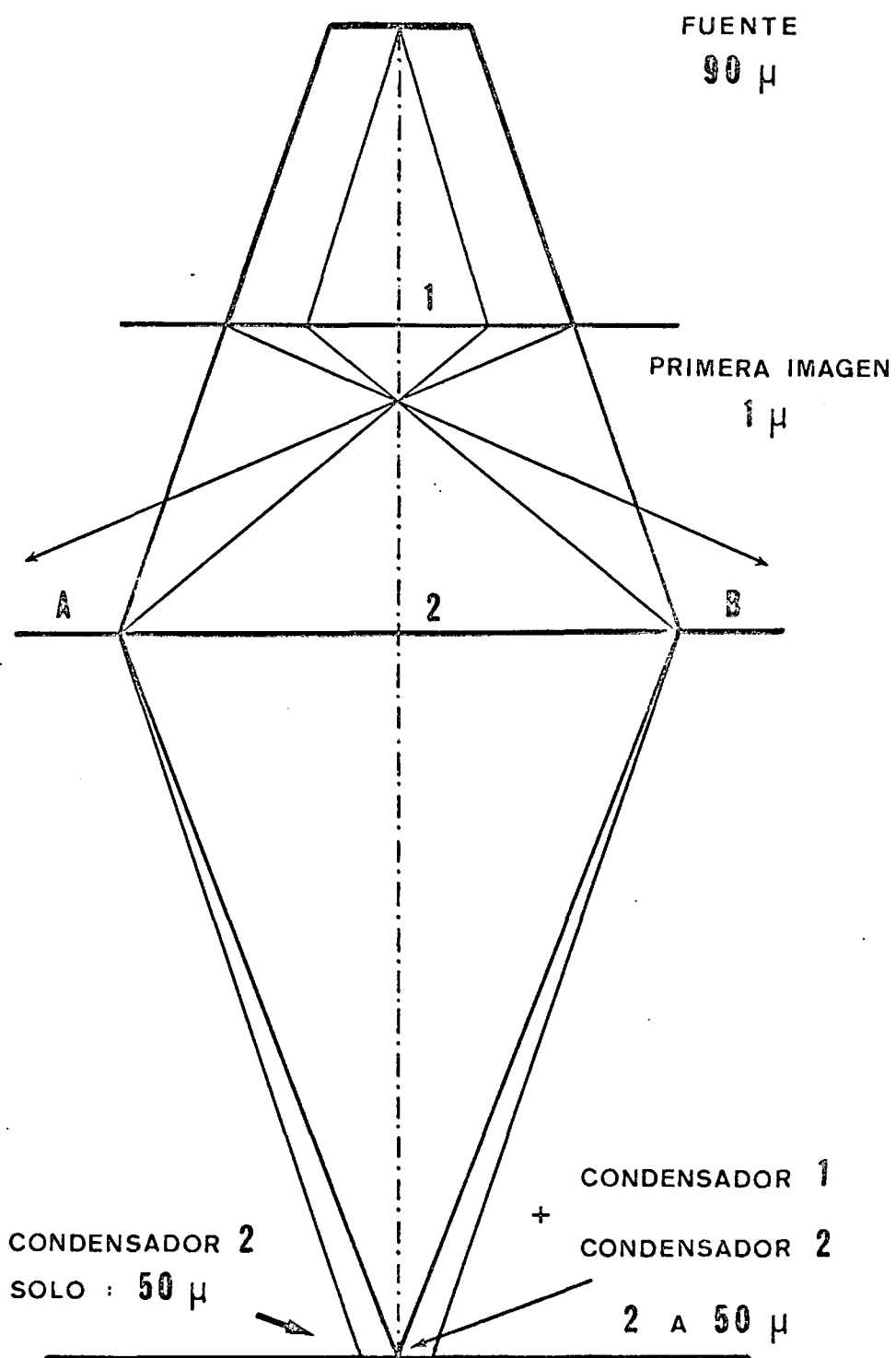


Figura III.2

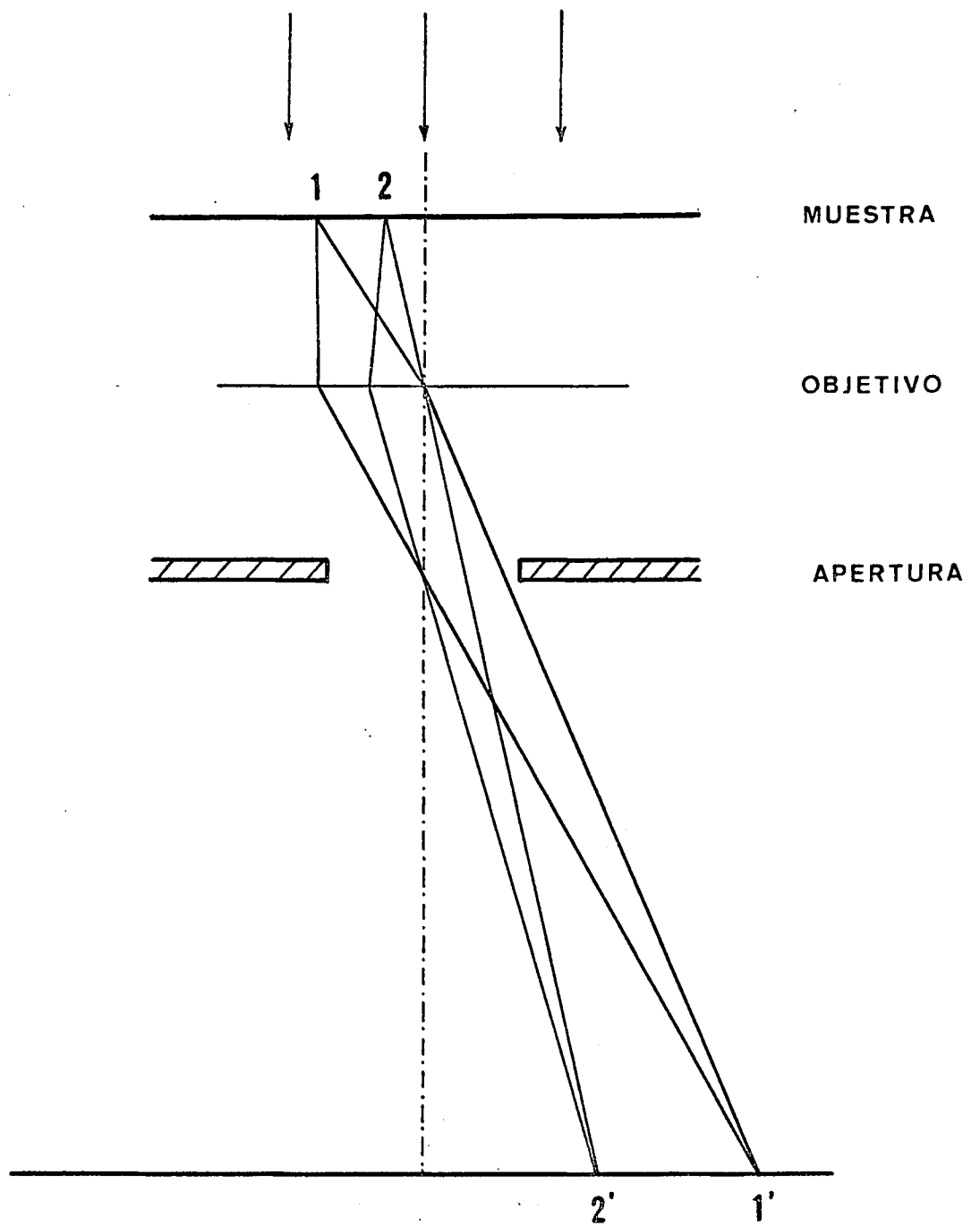
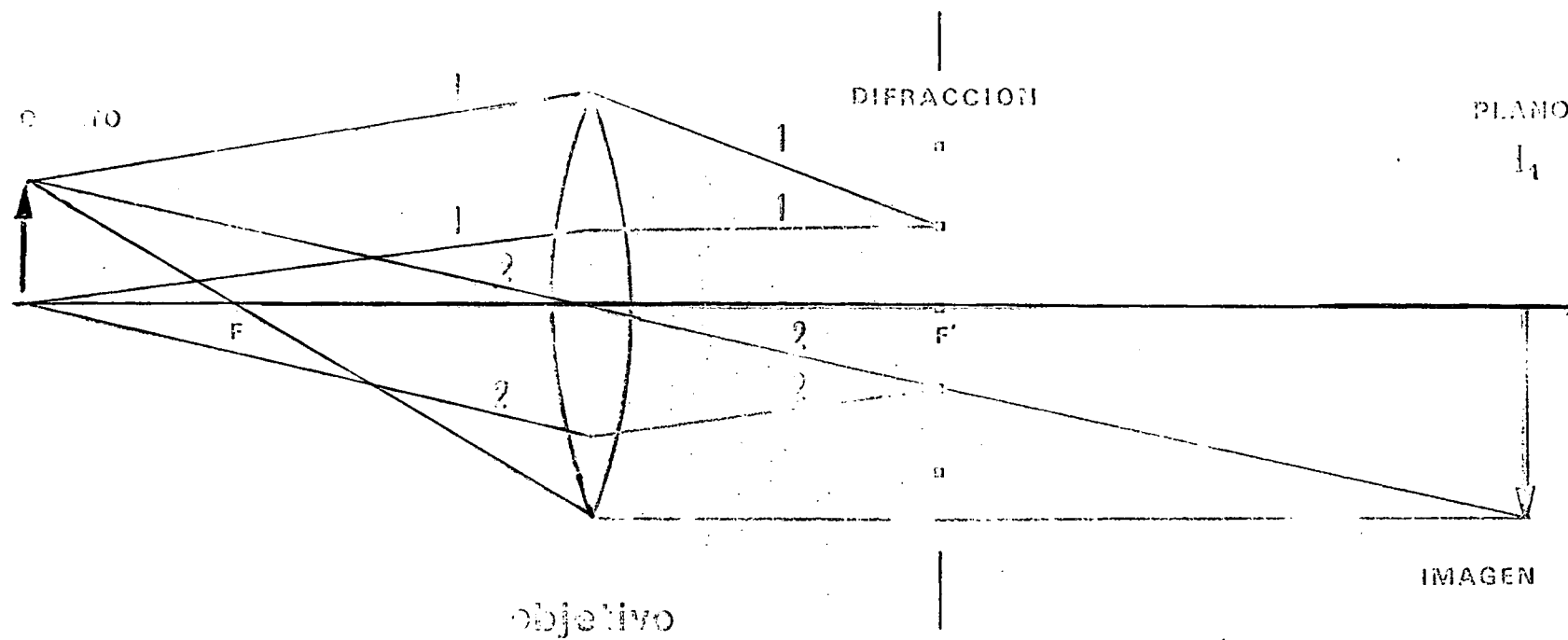


Figura III.3

FIGURA II.4



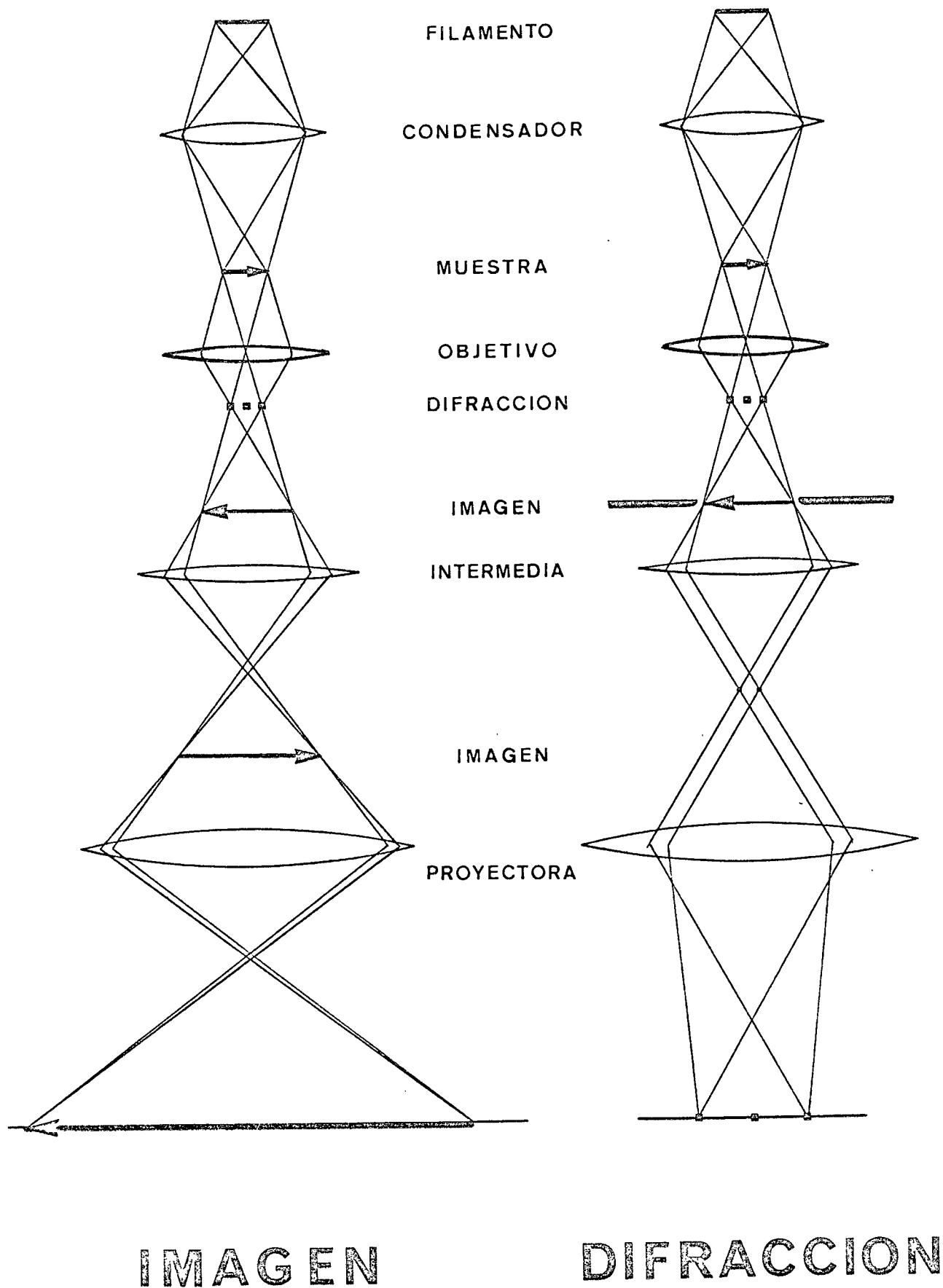
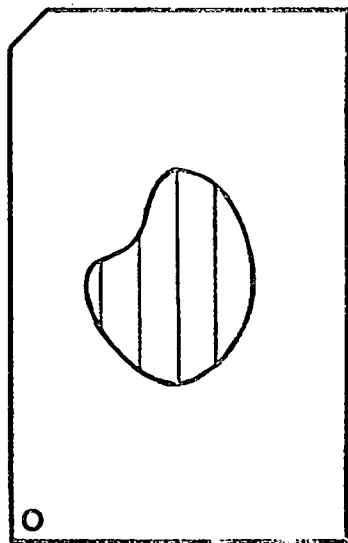
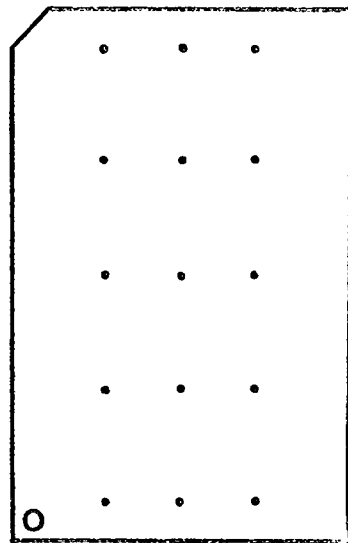


Figura III.5

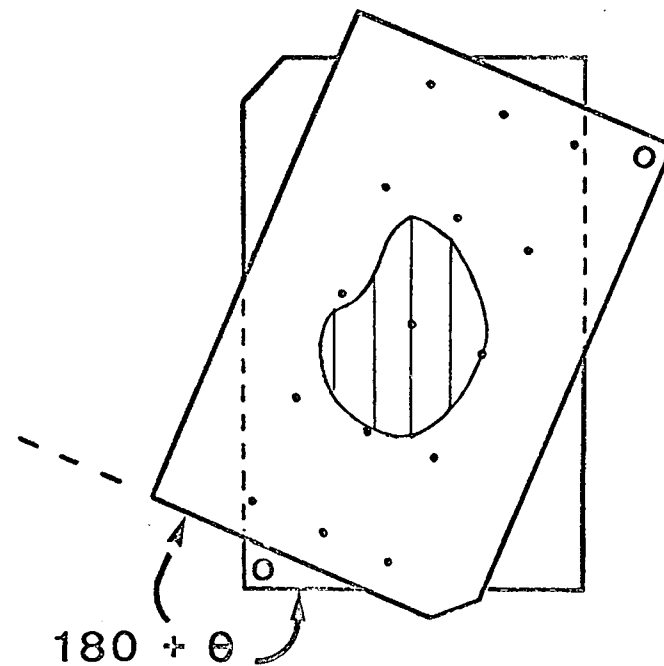
Figura III.6



imagen



difracción



relación real

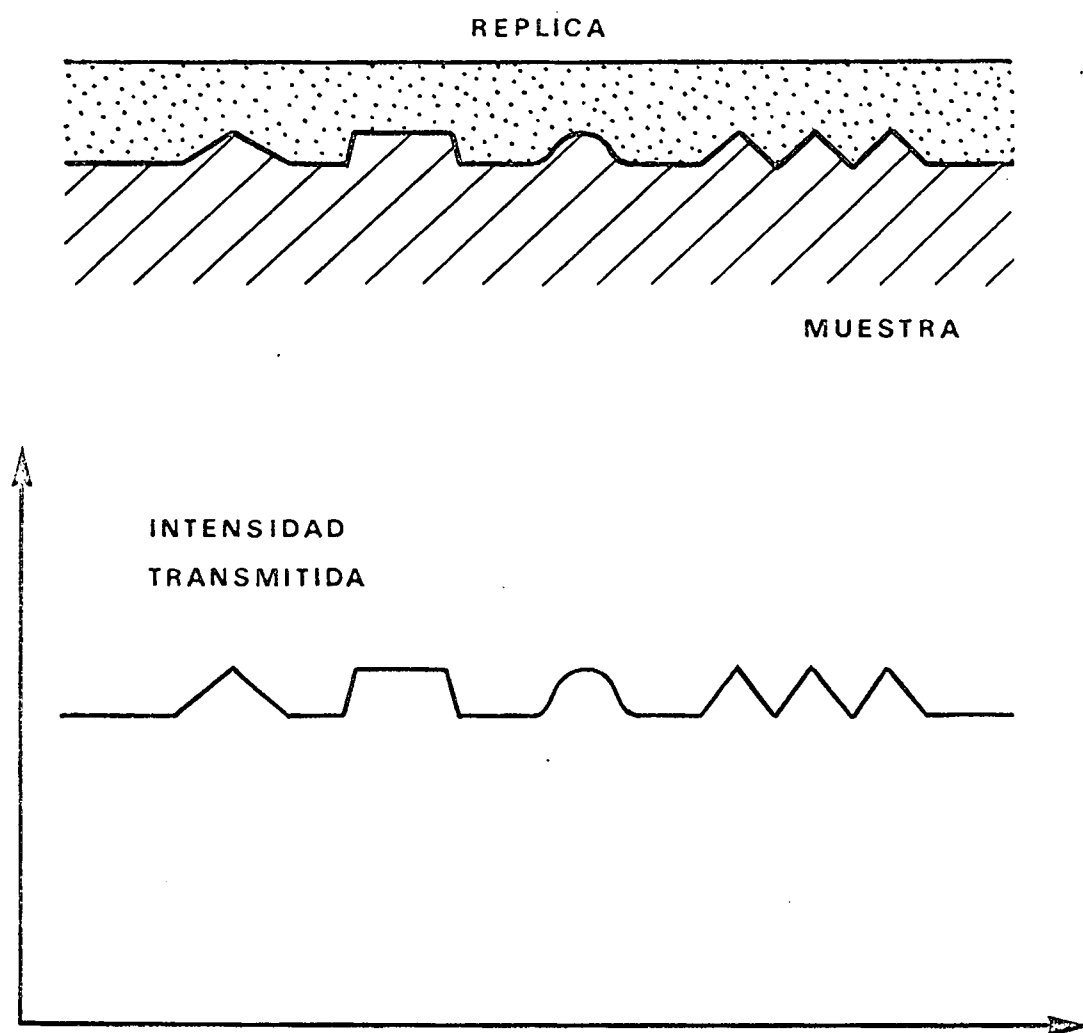


Figura IV.1

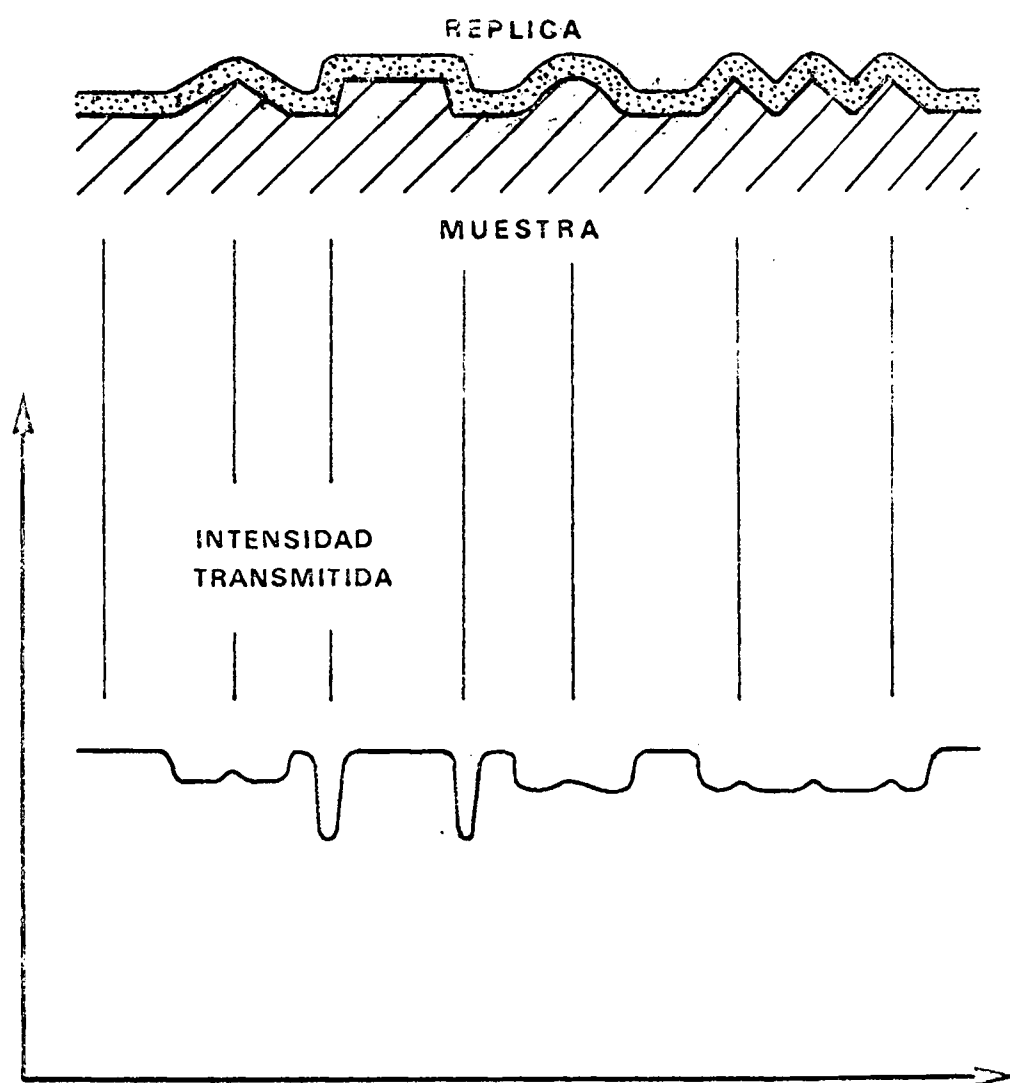


Figura IV.2

Figura IV.3

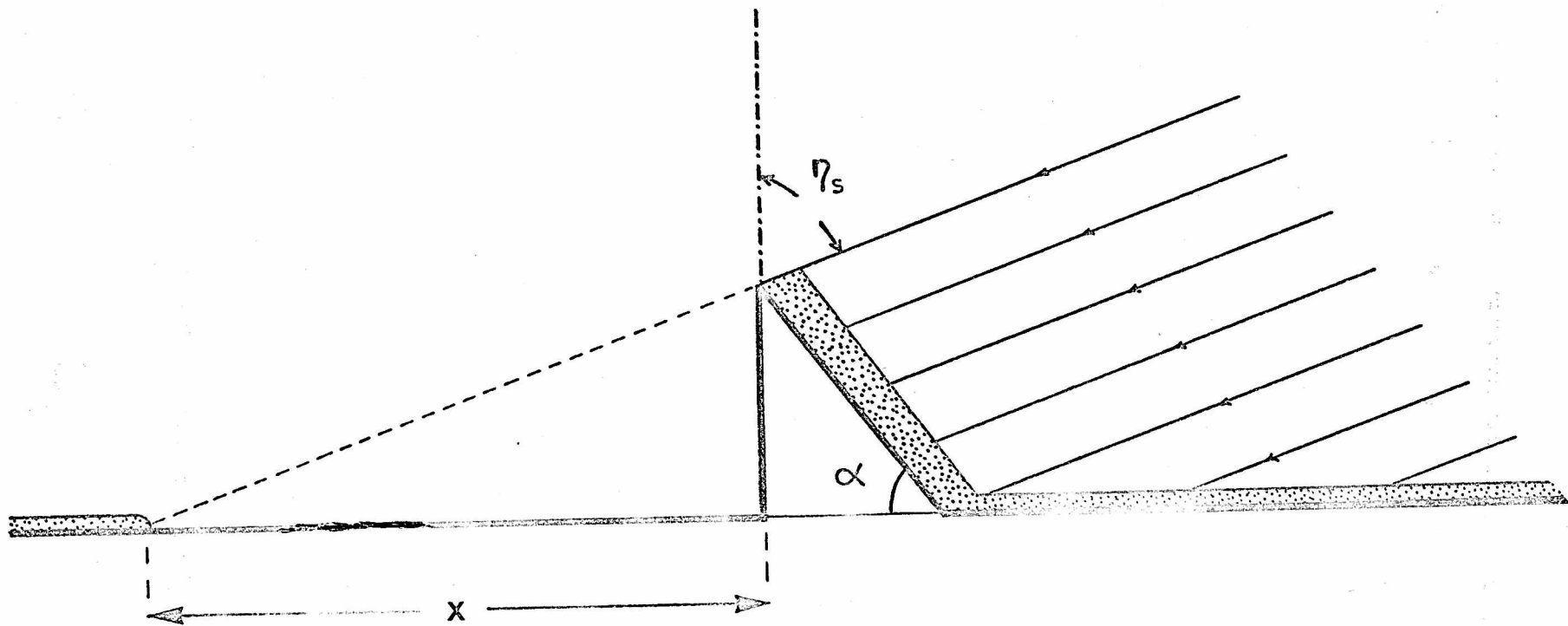
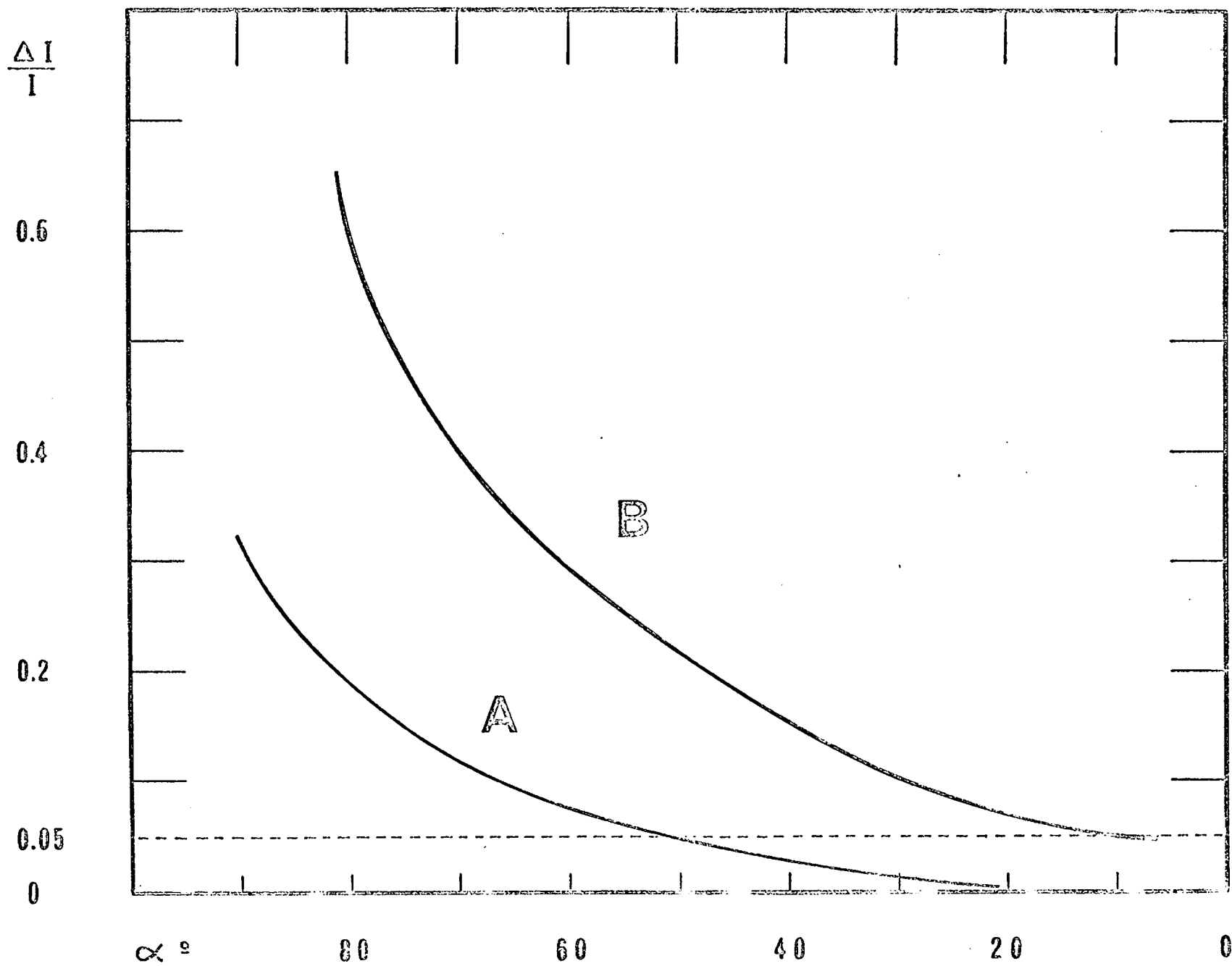


Figura IV.4



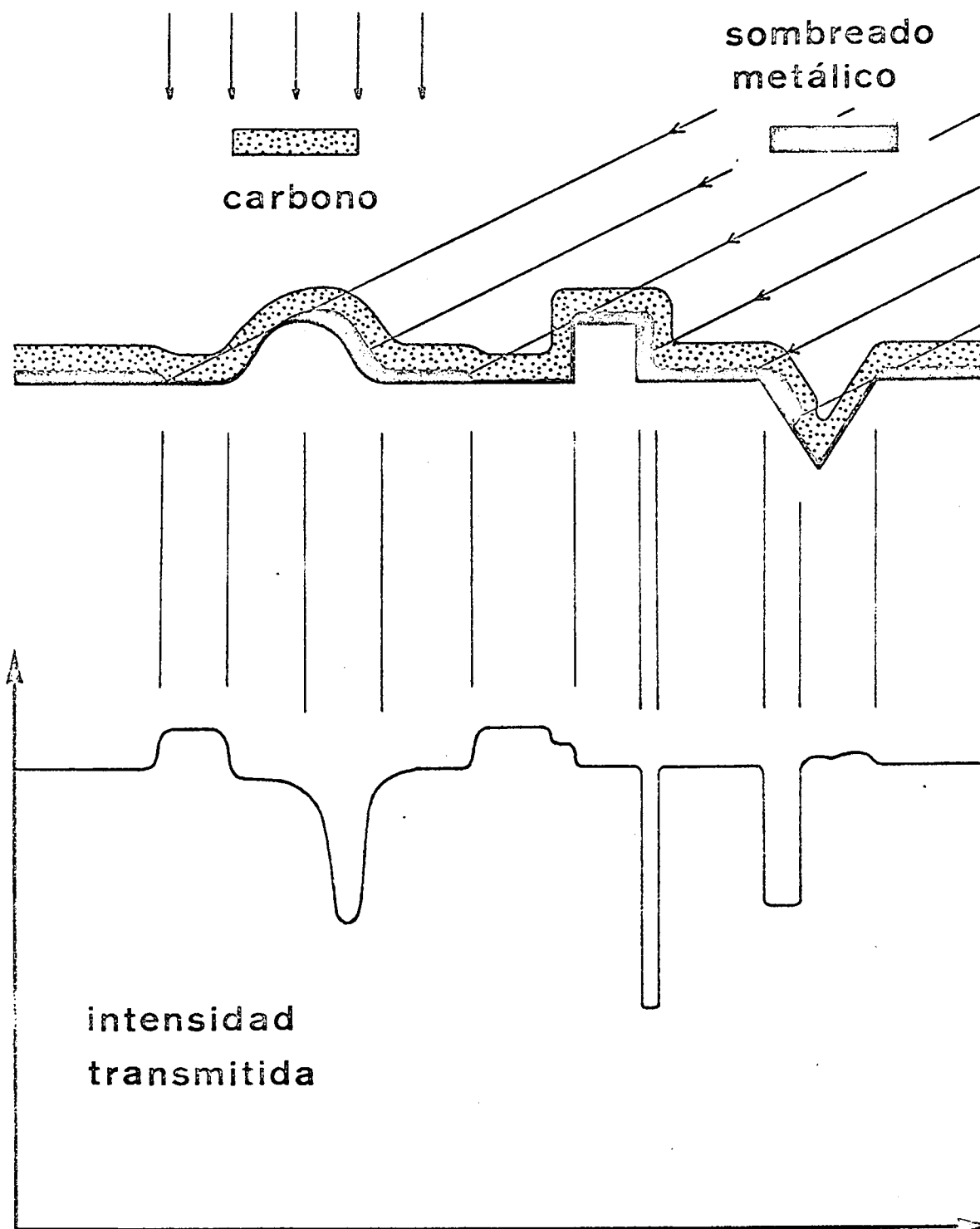


Figura IV.5



Figura IV.6

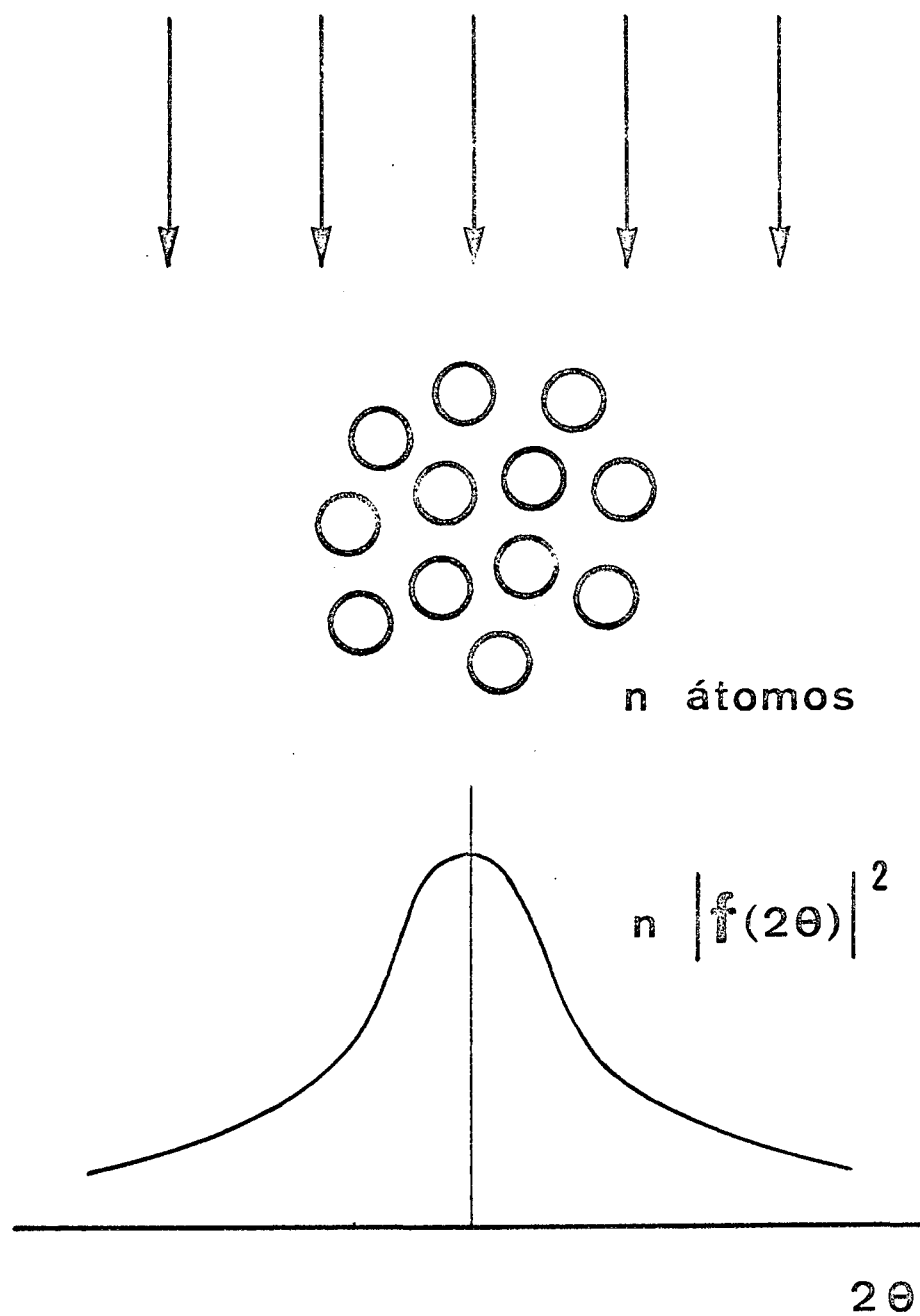


Figura V.1

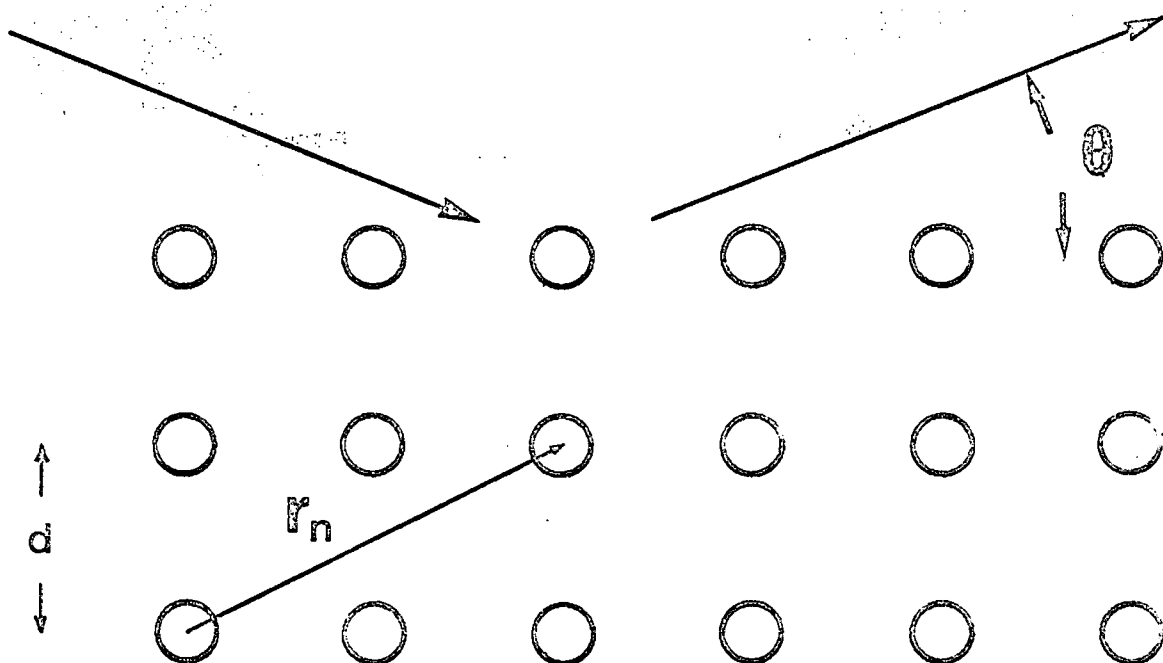
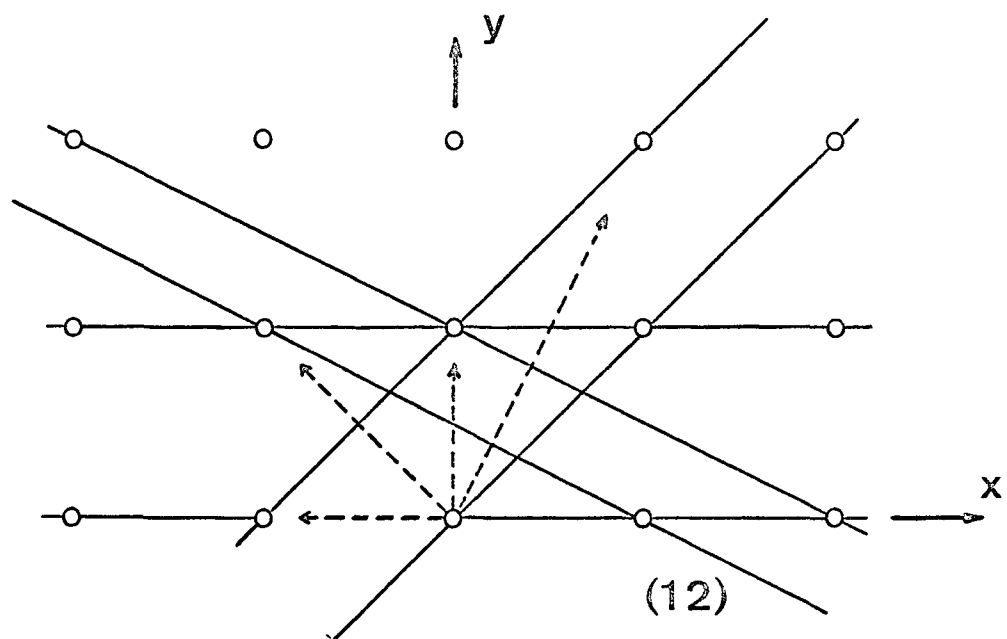
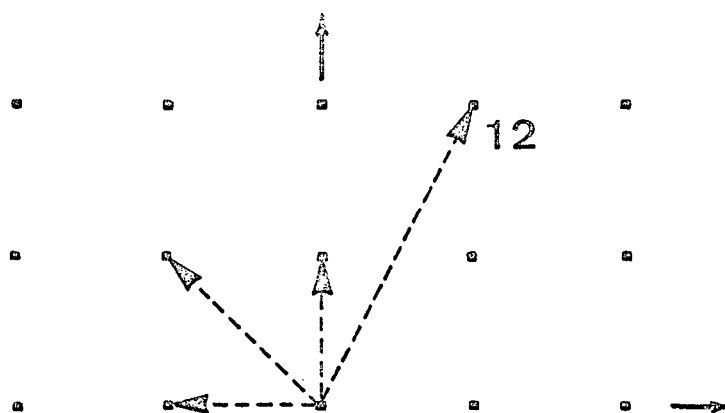


Figura V.2

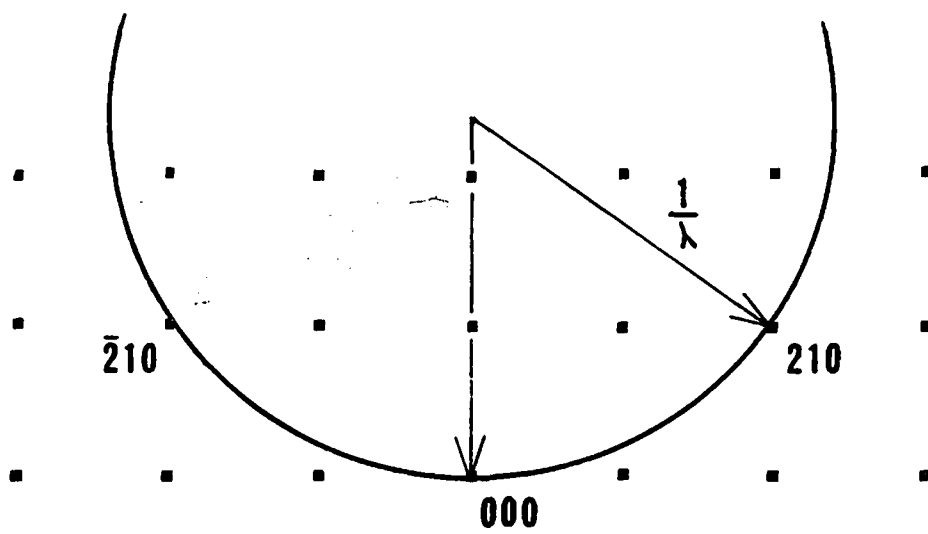


red real



red recíproca

Figura V.3



ESFERA DE EWALD

Figura V.4

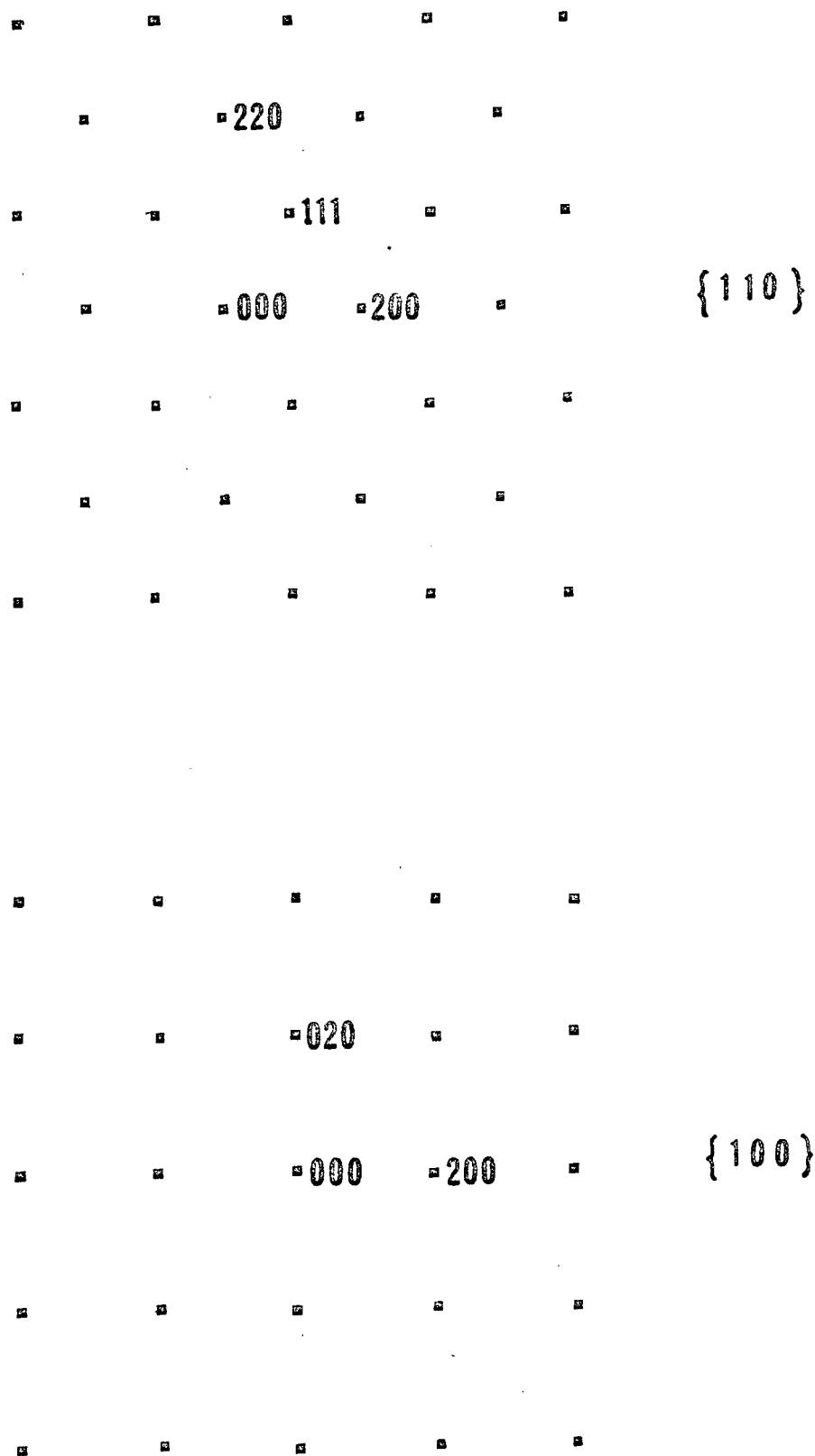
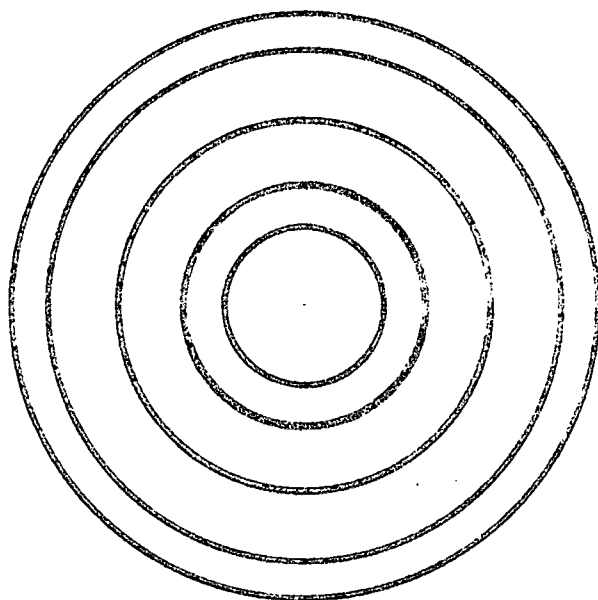
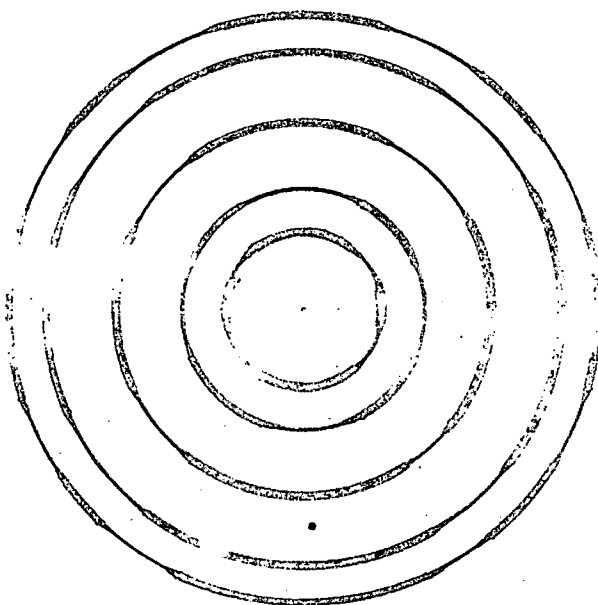


Figura V.5



(a)



(b)

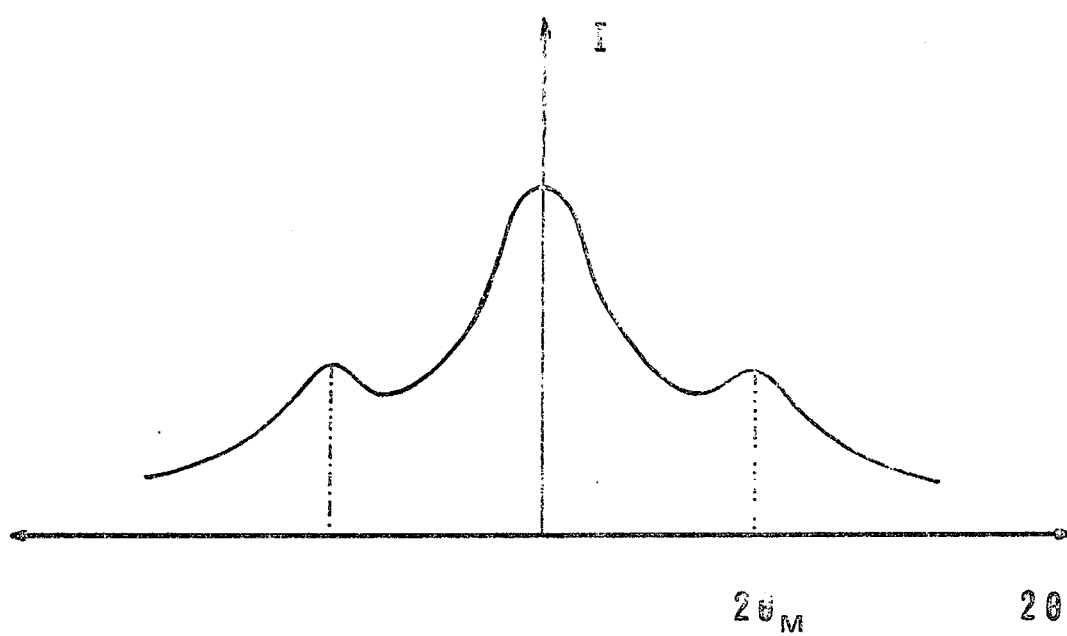
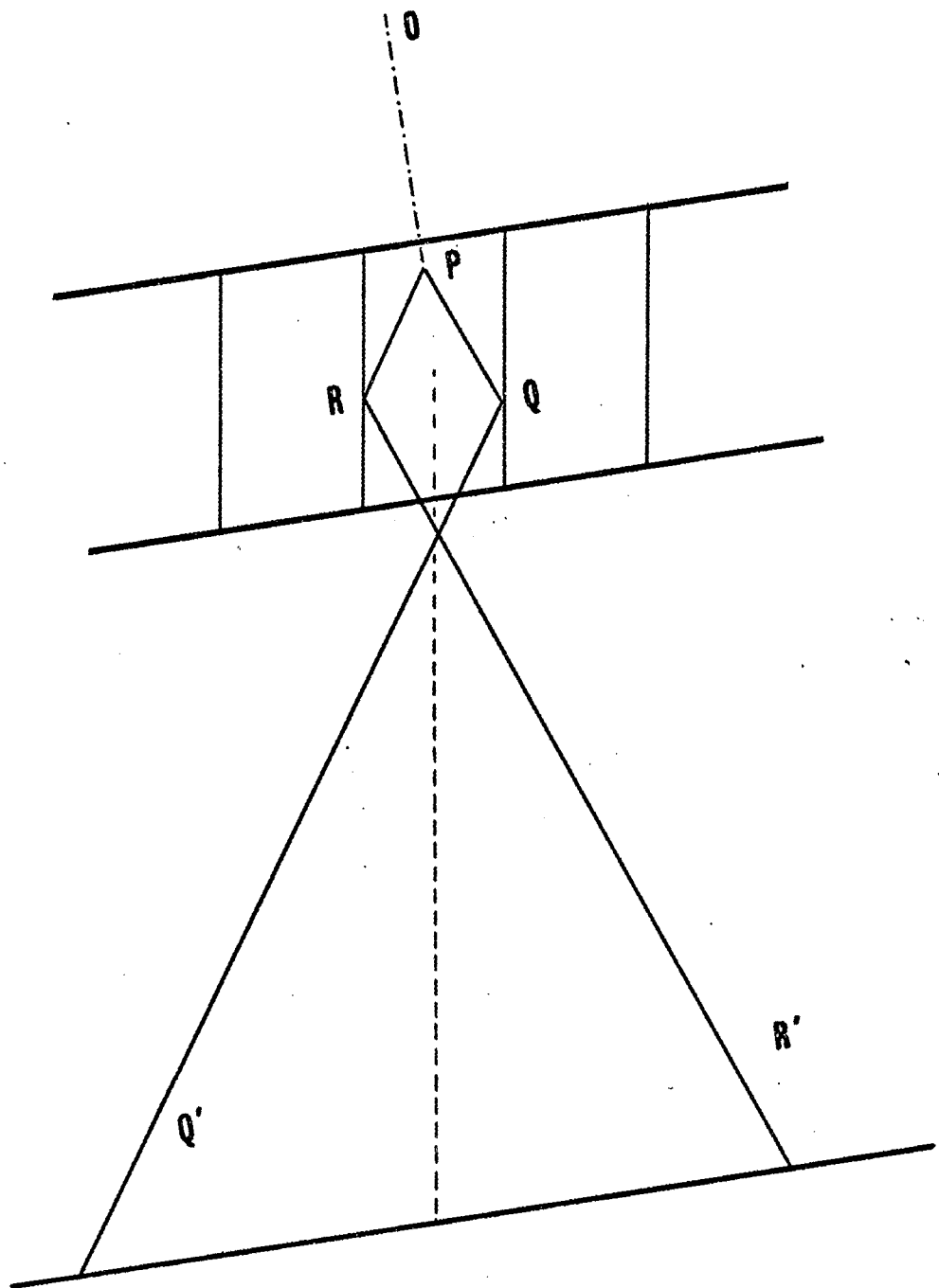


Figura V.7



LINEAS DE KIKUCHI

Figura V.8

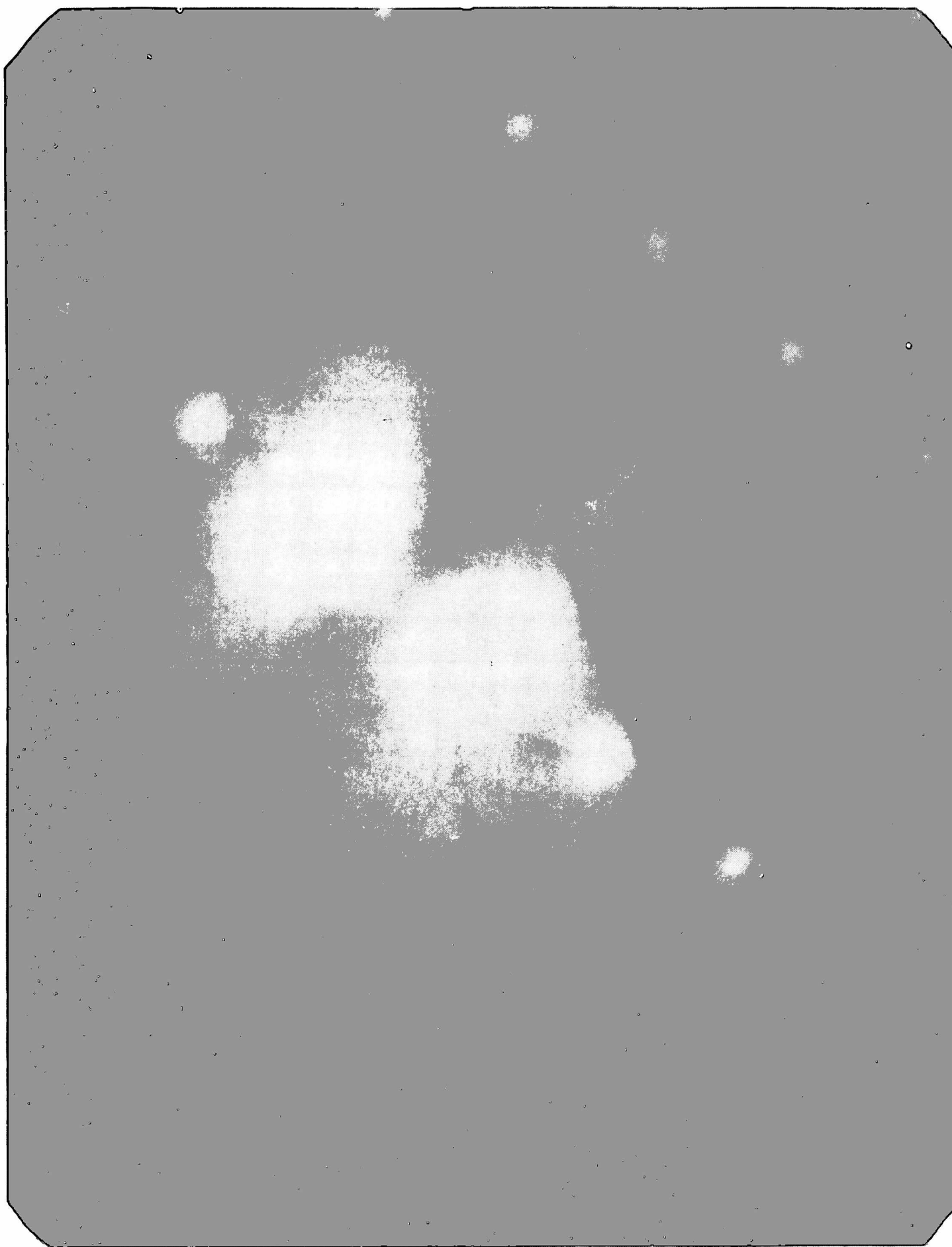


Figura V.9

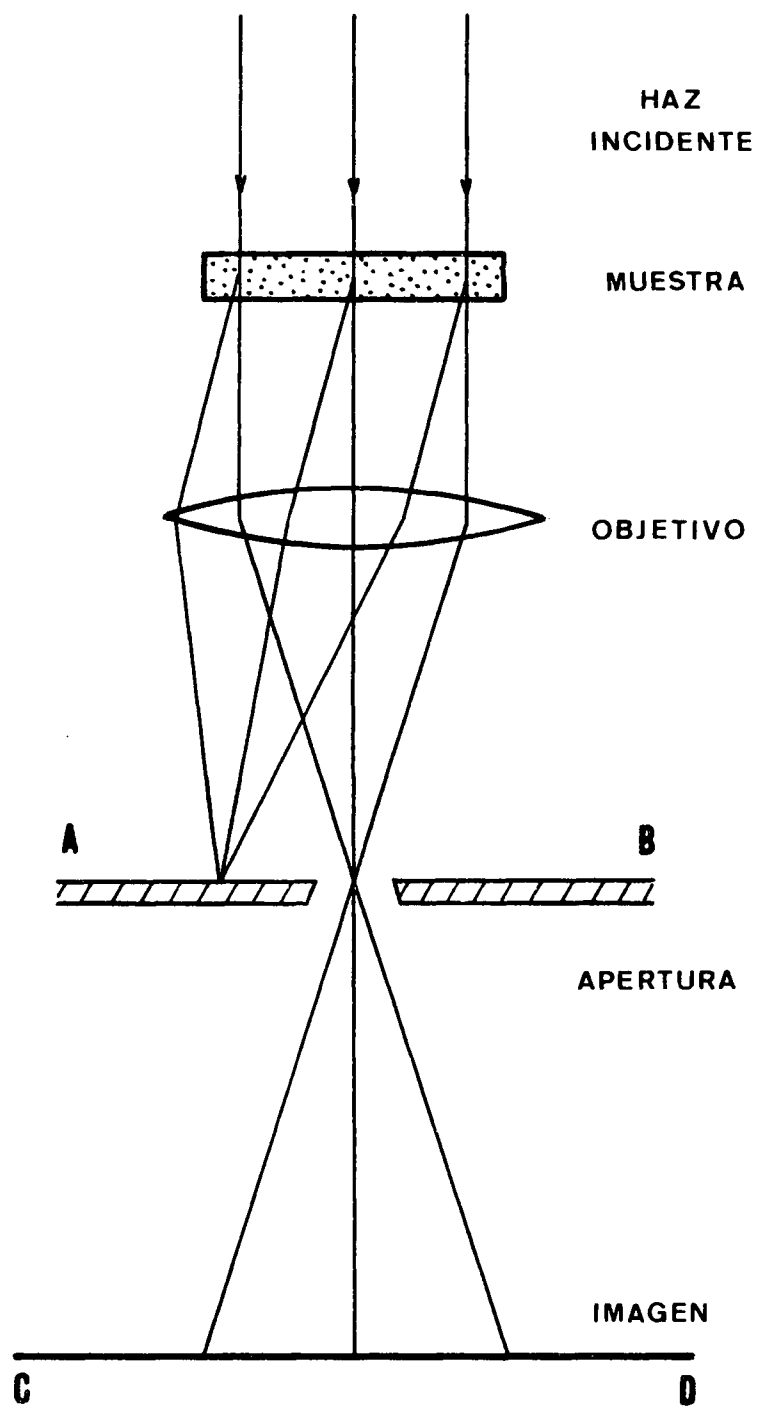


Figura VI.1

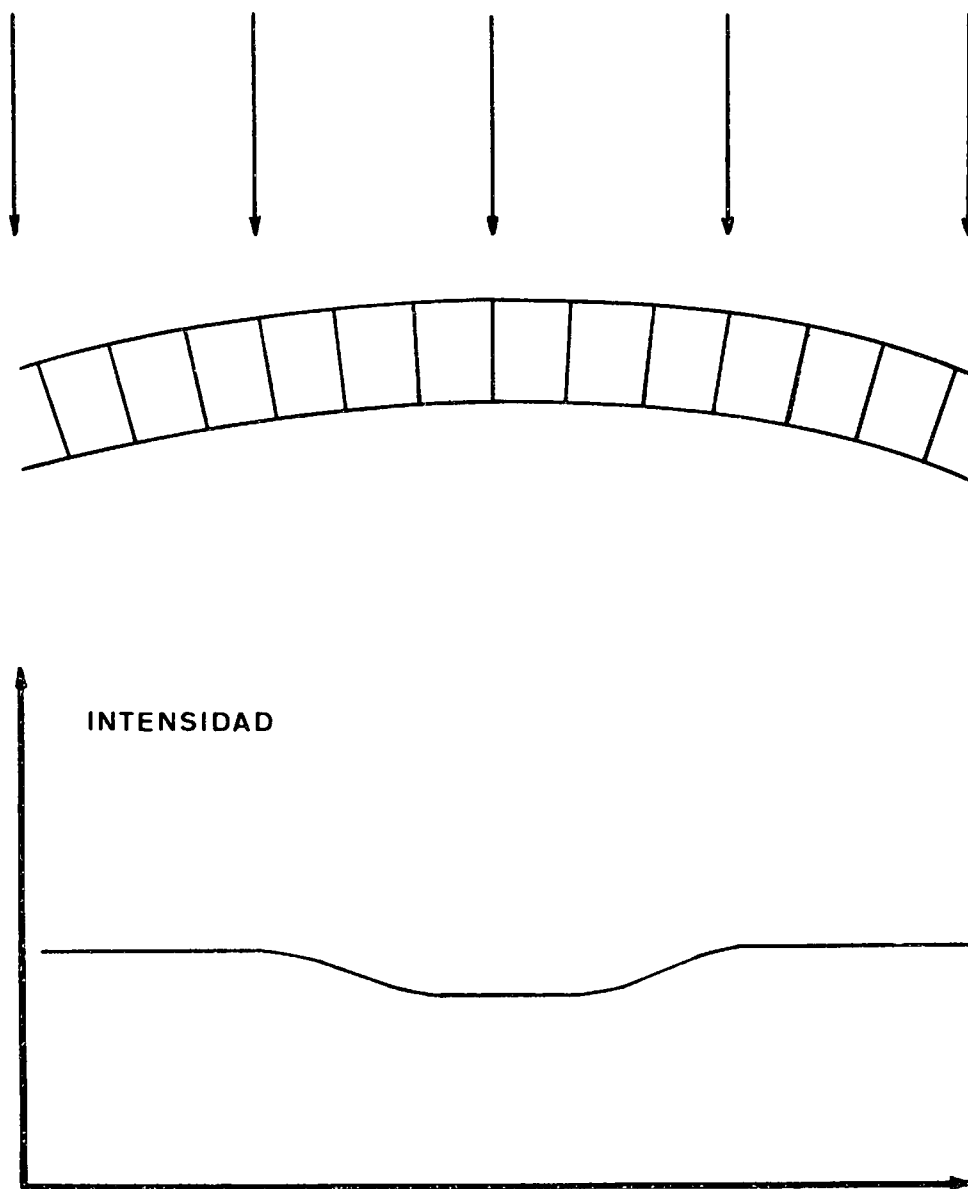
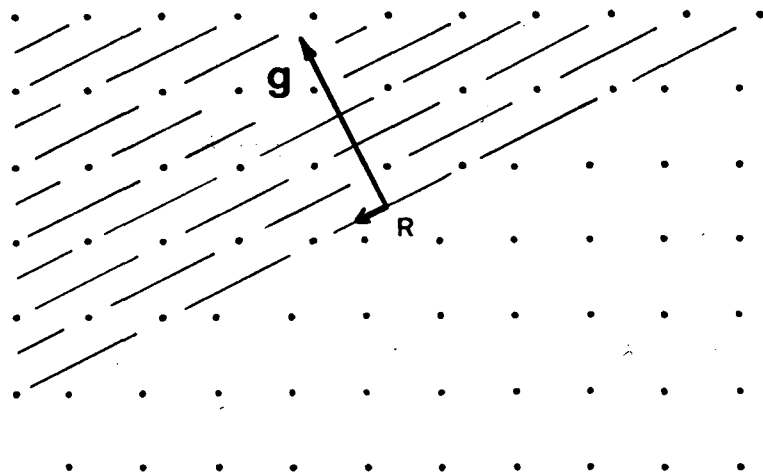
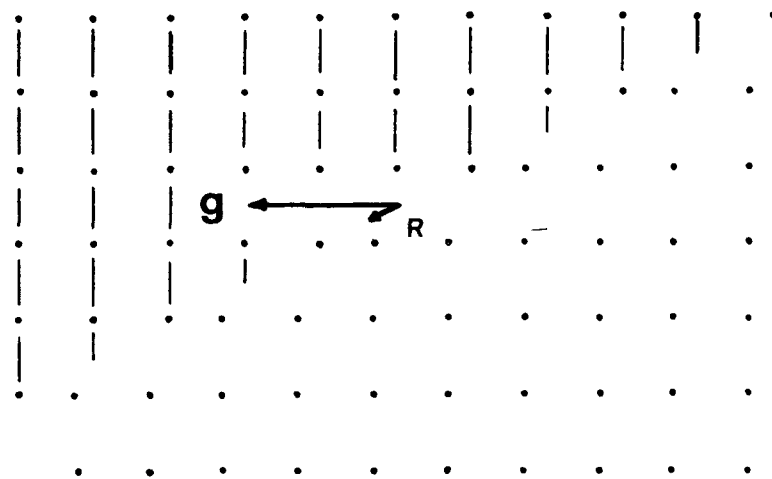


Figura VI.2

Figura VI.3



(a)

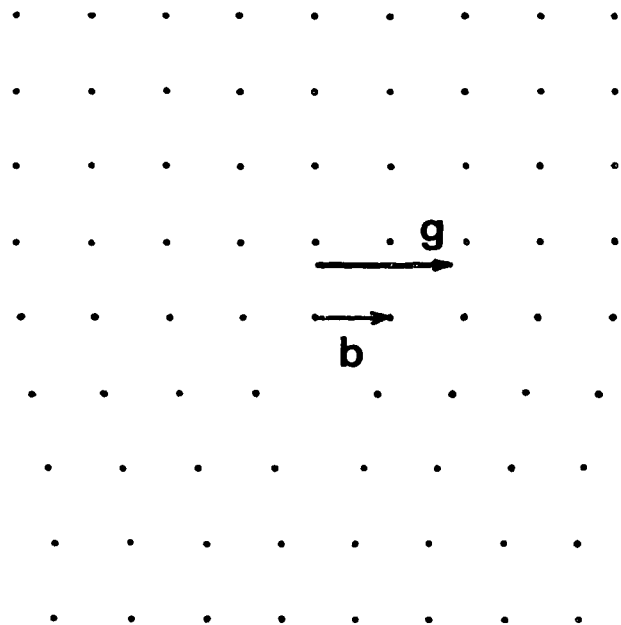


(b)

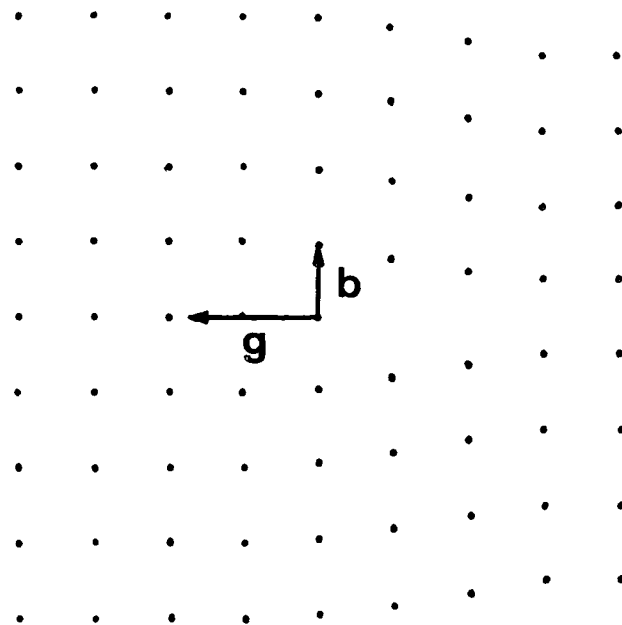


Figura VI.4

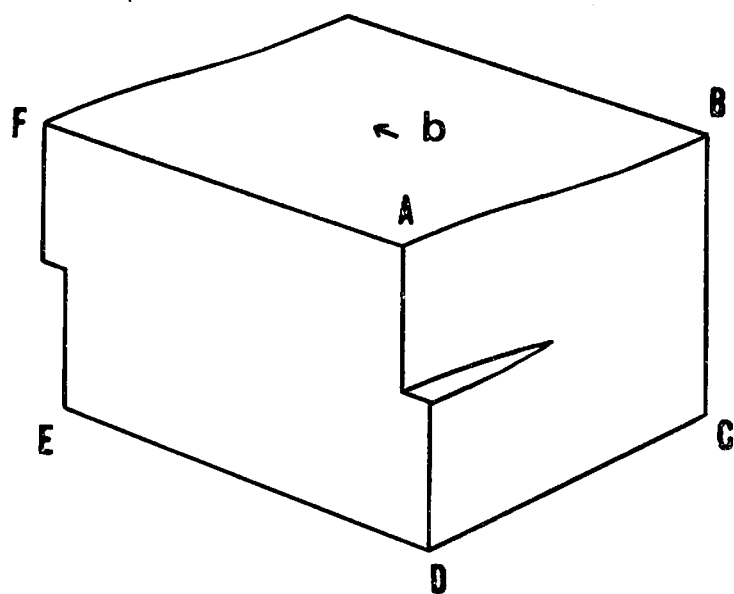
Figura VI.5



(a)



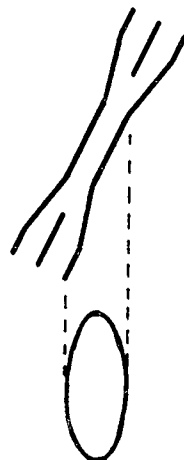
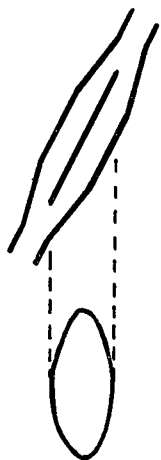
(b)



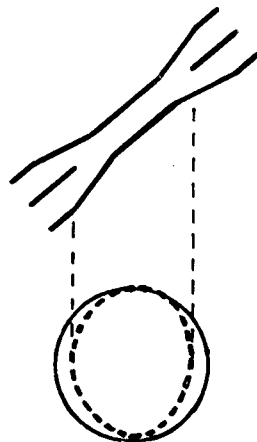
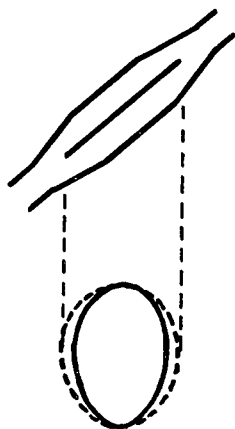
DISLOCACION DE HELICE

Figura VI.6

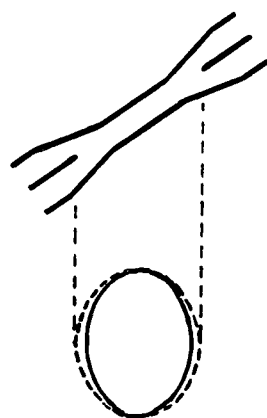
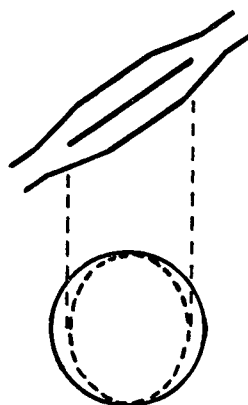
a



b



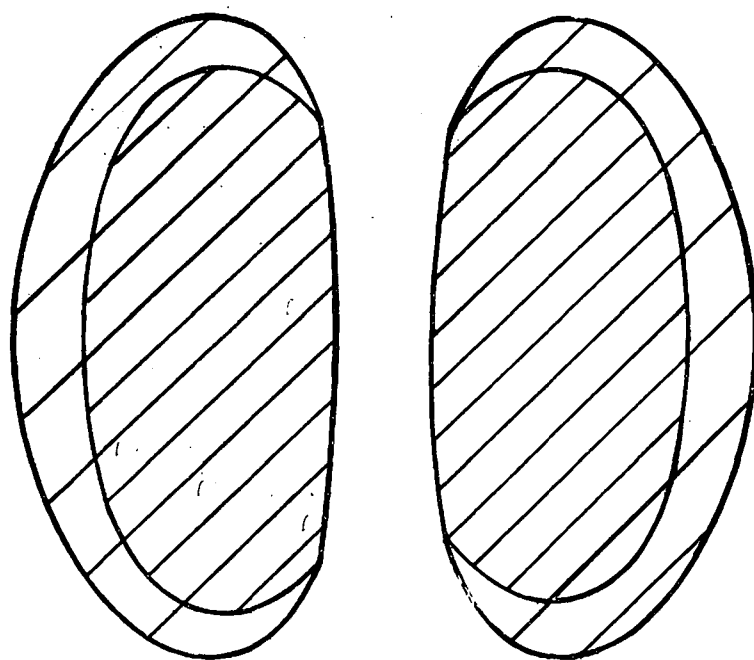
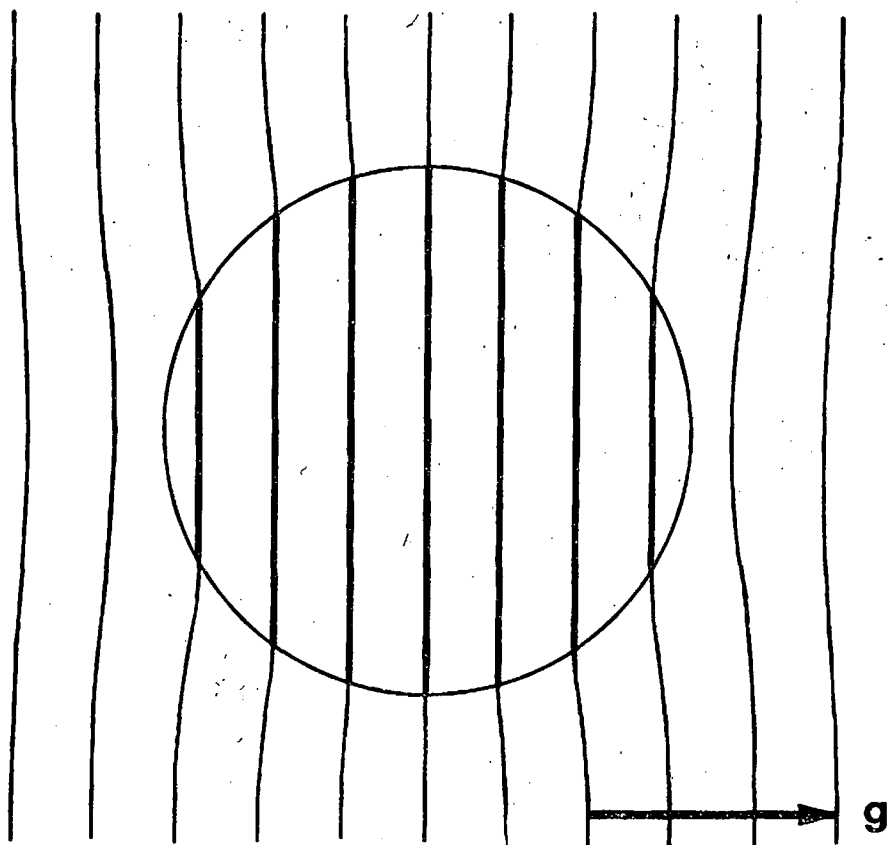
c



INTERSTICIALES

VACANCIAS

Figura VI .7



linea
 de
 contraste nulo

Figura VI.8

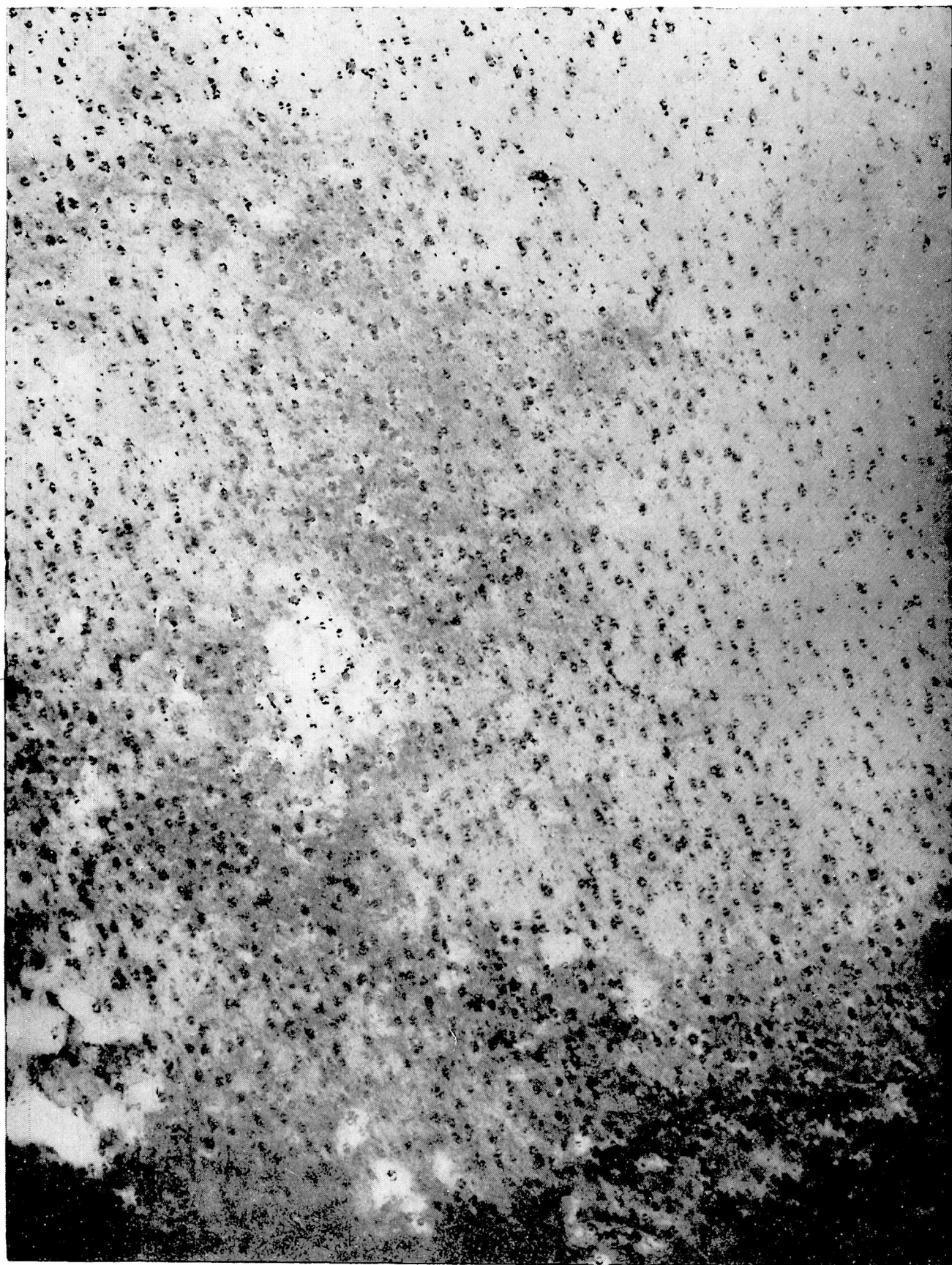


Figura VI.9

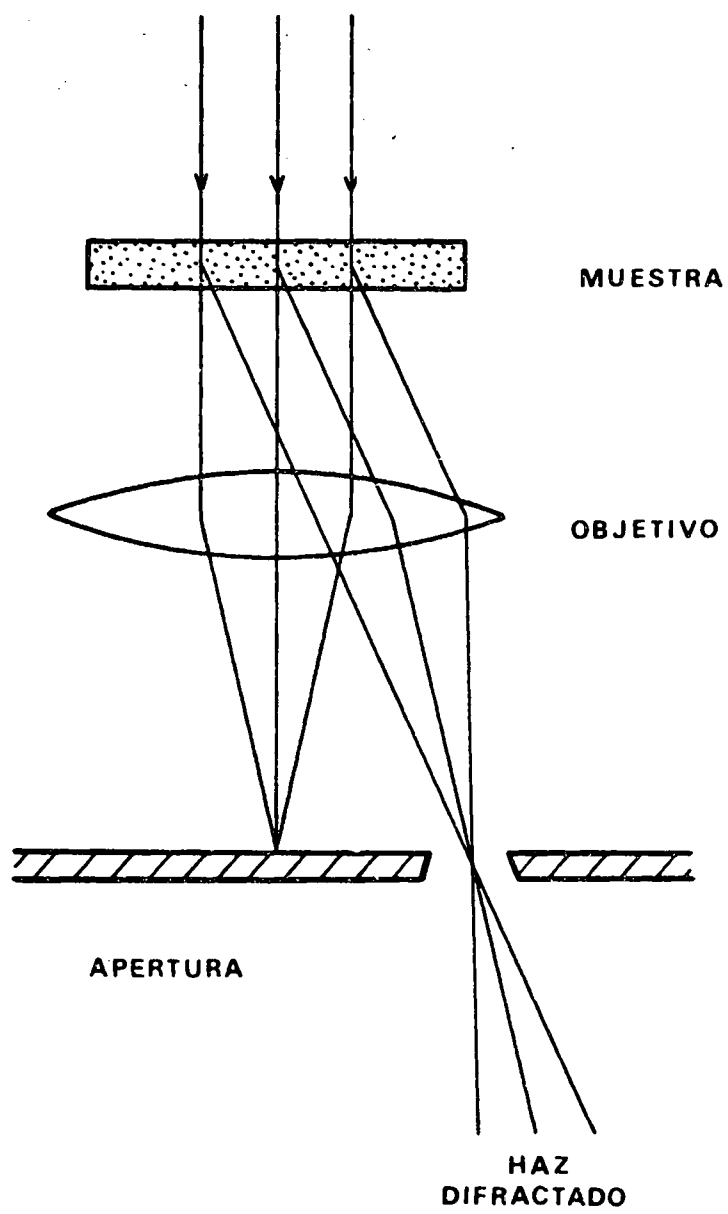


Figura VI.9 (a)

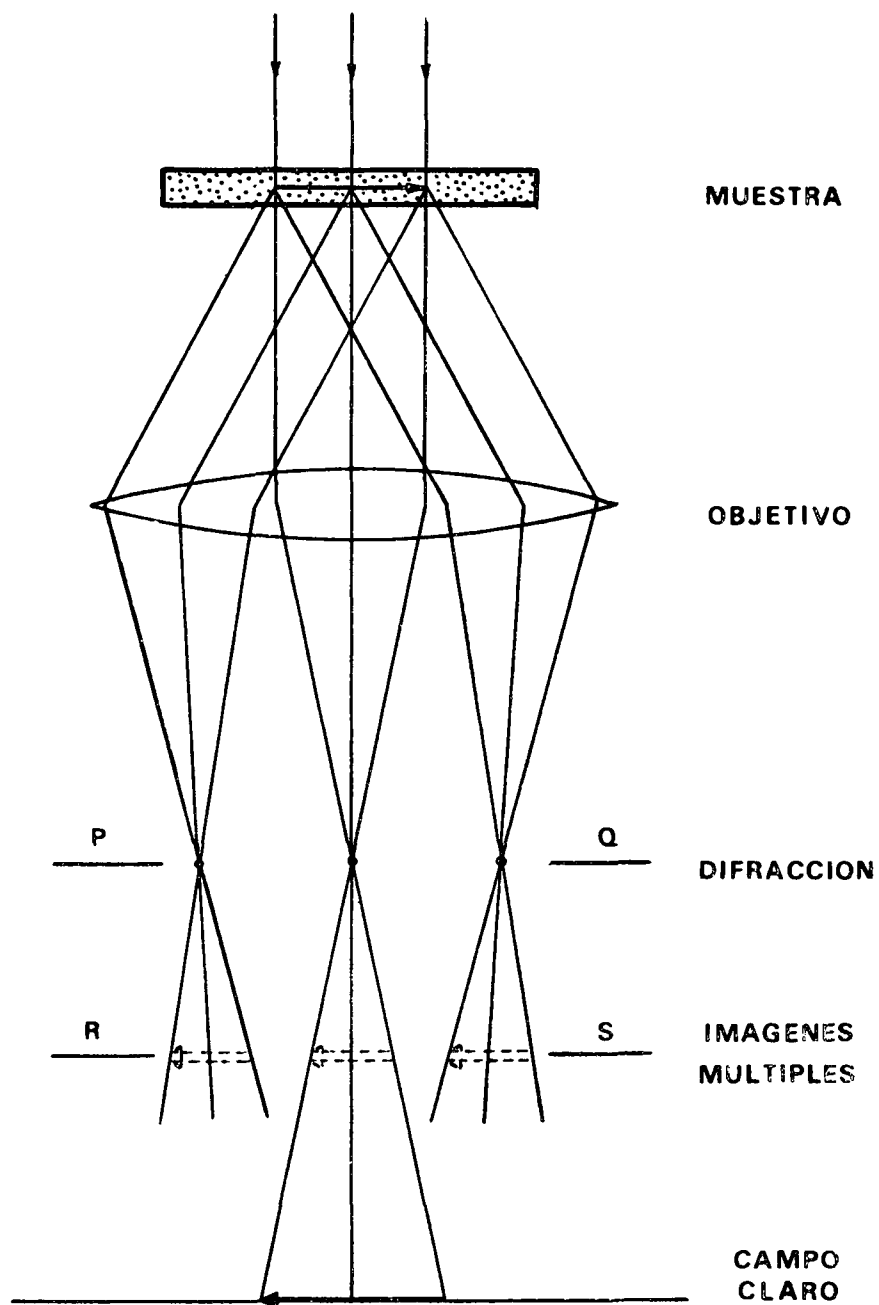


Figura VI.10

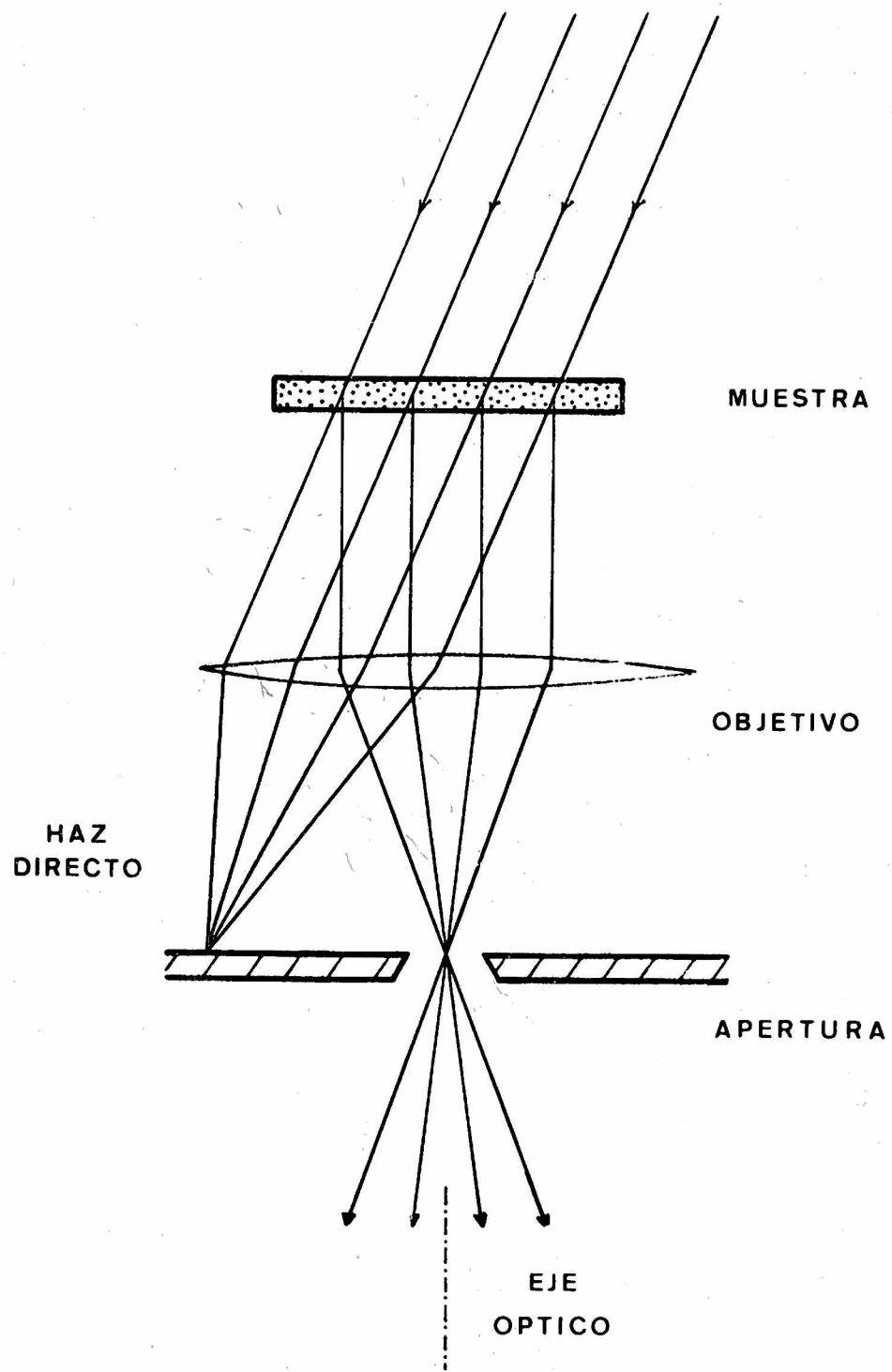


Figura VI.11