

UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA

FACULTAD DE CIENCIAS



TESIS

**“PRINCIPIOS FISICOS Y APLICACION DE LA
MICROSCOPIA ELECTRONICA DE TRANSMISION”**

**PARA OPTAR EL TITULO PROFESIONAL DE
LICENCIADO EN FISICA**

ALCIDES AGUSTIN LOPEZ MILLA

LIMA - PERU

1995

CONTENIDO

AGRADECIMIENTOS	001
RESUMEN	002
OBJETIVOS	003
INTRODUCCION	004
1. MICROSCOPIA ELECTRONICA DE TRANSMISION	
1.1 Descripción general	006
1.2 El sistema de iluminación	009
1.3 El sistema de colimación	011
1.4 La lente objetiva	014
1.5 Las lentes proyectoras	015
1.6 El sistema registrador.....	015
1.7 Astigmatadores.....	020
1.8 Diafragmas.....	021
1.9 El sistema de vacío.....	022
1.10 Medidores de baja presión.....	025
1.11 Diseño y operación del sistema de bombeo del MET.....	028
1.12 El sistema electrónico y eléctrico del MET.....	031
2. TEORIA DE LA IMAGEN Y DIFRACCION ELECTRONICA.	
2.1 Interacciones entre el Haz electrónico y el sólido.....	034
2.2 Optica electrónica.....	040
2.2.1 Radiación electrónica.....	040
2.2.2 Variaciones de la longitud de onda de las ondas electrónicas..	040
2.3 Lentes electrónicas.....	042
2.3.1 Lentes electrostáticas.....	043

2.3.2	Lentes magnéticas.....	045
2.3.3	Principales aberraciones.....	049
2.3.3.1	Astigmatismo.....	049
2.3.3.2	Esférica.....	050
2.3.3.3	Cromática.....	051
2.3.3.4	Coma.....	052
2.3.3.5	Curvatura de campo.....	052
2.3.3.6	Distorsión.....	053
2.3.4	Profundidad de campo y profundidad de foco.....	053
2.3.5	Criterio de Rayleigt's y el poder resolvente.....	054
2.4	Operación de alta resolución.....	056
2.5	Difracción electrónica de área selecta.....	057
2.6	Campo oscuro o estrioscopía.....	059
2.7	Estereoscopía.....	061
2.8	Proceso formativo de la imagen.....	062
2.9	Teoría de la difracción electrónica.....	065
2.10	Contraste.....	067
2.11	Dispersión de electrones por los átomos de los sólidos cristalinos..	
2.12	Construcción de la esfera de reflexión.....	074
2.13	Efectos del factor de estructura.....	077
2.14	Patrones de difracción electrónica.....	079
2.14.1	Patrón de anillos.....	079
2.14.2	Patrón de puntos.....	080
2.15	Indexación de los puntos de difracción.....	082
2.15.1	Indexación de un patrón de anillos.....	082
2.15.2	Indexación de un patrón de difracción sencillo de una muestra conocida.....	084
2.16	Verificación de ángulos entre planos.....	085

2.17	Estructuras cúbicas.....	086
2.18	Estructura tetragonal.....	088
2.19	Estructura hexagonal.....	088
2.20	Indexación por el método del radio.....	088

3. OPERACION DEL EM PHILIPS 300

3.1	Especificaciones del EM PHILIPS 300.....	089
3.2	Encendido del EM 300.....	092
3.3	Obtención de la iluminación.....	095
3.4	Alineamiento de la columna.....	095
3.5	Obtención de la imagen.....	103
3.6	Obtención de los patrones de difracción.....	104
3.7	Registro fotográfico mediante placas.....	104
3.8	Calibración de la magnificación.....	105
3.9	Calibración de la constante de cámara.....	107

4. APLICACIONES

4.1	Cálculo de la resolución práctica en un registro fotográfico.....	110
4.2	Técnicas de la MET.....	110
4.2.1	Campo oscuro.....	110
4.2.2	Estereoscopia.....	112
4.3	Patrones de Moiré.....	115
4.4	Difracción electrónica en NaCl.....	117
4.5	Medición del parámetro de red del Pt.....	123

4.7	Reflexión electrónica.....	127
4.8	Análisis de una muestra de Fe-Sn.....	128
4.9	Análisis de una muestra de Fe-O.....	134
4.10	Aplicaciones de la MET a la Medicina.....	142
CONCLUSIONES Y SUGERENCIAS PARA TRABAJOS FUTUROS.....		144
BIBLIOGRAFIA.....		149
APENDICE:		
	Secuencia cronológica de los Microscopios Electrónicos usados en el Perú.....	152.

AGRADECIMIENTOS

Através de estas líneas quiero hacer llegar mi agradecimiento a las siguientes personas e instituciones.

Al Dr. Walter Estrada por su asesoría, confianza y amistad.

Al Dr. Dwight Acosta por sus enseñanzas y oportunos consejos.

Al Dr. Mario Miky por despertar mi interés en esta rama de la investigación.

Al Lab. de Microscopia Electrónica del Instituto de Patología de la Fac. de Medicina de la UNMSM que dirige el Dr. Juan Takano y a él por darme las facilidades para iniciarme en el campo de la microscopía electrónica.

A las profesoras Nancy Rojas y Elizabeth Neyra, por sus enseñanzas y apoyo desinteresado.

A la Facultad de Ciencias de la UNI por financiar el equipamiento del Lab. de Microscopia Electrónica permitiendo la realización del presente trabajo.

Al Internacional Science Programs in Physics, Uppsala University, por apoyar económicamente la ejecución de este trabajo.

A mis amigos del grupo de películas delgadas de la Fac. de Ciencias de la UNI.

Y de manera especial a Elvira, Rosario, Alcides (Jr), Jeancarlo y Kharla

RESUMEN

En el Capítulo 1 describimos al microscopio Electrónico como instrumento, es decir, mostramos su construcción, el funcionamiento de las partes que lo forma, su campo de acción, los diversos modos en que se puede operar y la información que se puede explotar en cada uno de ellos, se resalta en cada punto los hechos importantes para la comprensión de las teorías sobre la formación de imágenes que se desarrolla en el capítulo 2.

El origen de la imagen que se obtiene en un ME, es desarrollado teóricamente para cristales perfectos; aunque la aplicación de la misma a casos reales solo se puede lograr generalizando el desarrollo a cristales con defectos. En el capítulo 3 se sigue paso a paso las instrucciones de manejo del EM PHILIPS 300 en los modos de imagen y difracción y en el capítulo 4 cotejamos las predicciones teóricas con las imágenes reales obtenidas en forma experimental en los ME PHILIPS Modelos 300 y 301, en la que podemos admitir una idea clara del grado de aproximación que, en el terreno teórico se ha alcanzado con la realidad, para ello se hacen los análisis gráficos y difractométricos de muestras de NaCl, Pt, Si, Fe-Sn, y Fe-O.

Finalmente se concluye con algunos comentarios pertinentes, que enfatizan los puntos importantes de este trabajo y proyectan el despliegue de futuros trabajos.

OBJETIVOS

El presente trabajo viene a ser el primero en nuestro medio dentro de la línea de la Microscopía Electrónica de Transmisión en lo que se refiere a la parte instrumental, principios físicos y de aplicación en la Ciencia de los Materiales

Ante el creciente avance de la ciencia y la tecnología, nuestro país se ve en la obligación de usar cada vez más las técnicas microscópicas y microanalíticas en la investigación de los materiales. Ello nos motivó a plantear un programa de trabajo dentro de esta línea de investigación, a fin de estudiar las cualidades, alcances y limitaciones de la microscopía electrónica de transmisión especialmente en el campo de la física y la ciencia de los materiales, con tal motivo, la presente tesis se propuso alcanzar los siguientes objetivos:

- Establecer una metodología de trabajo en el Laboratorio de Microscopía Electrónica (ME), para hacer un uso óptimo del TEM, y que sirva de base para trabajos futuros
- Adiestrarse en el uso y mantenimiento del ME conociendo los fundamentos del diseño y funcionamiento, especialmente de los EM PHILIPS 301 y 300. Esto implica la ejecución de las siguientes actividades

Realizar las distintas técnicas micrográficas en el EM Philips 301 y 300 (Imagen de campo brillante y campo oscuro, estereoscopia, microscopía de reflexión, calibración de la magnificación).

Realizar el análisis difractométrico (medir parámetros de red de muestras cristalinas, Reconocer estructuras reticulares de algunos materiales, Indexar estructuras cristalinas)

- Poner en funcionamiento el Microscopio Electrónico de Transmisión (MET) Philips 300 de la Facultad de Ciencias de la UNI. Para ello, analizar diferentes muestras relativas al área de la ciencia de los materiales y de la salud

INTRODUCCION

Parecería muy aventurado decir que el aspecto básico que nos une al mundo físico es la sensación recogida por nuestros sentidos, pero sin lugar a dudas es así, y creo que de estos, el más importante y el que mayor información reporta al cerebro, es la vista; hasta se podría afirmar que nuestro pensamiento consciente está acoplado de tal manera que sea congruente con nuestras impresiones visuales. Como consecuencia, aquellos que gustan escudriñar los misterios de lo que les rodea, es decir los físicos, hemos admitido la necesidad de ampliar el campo de acción de nuestros ojos, para ello diseñaron instrumentos que permiten distinguir detalles con dimensiones menores que el límite resolutorio del ojo humano (aproximadamente $0,1 \mu\text{m}$).

Esta es la raíz del nacimiento y desarrollo del microscopio óptico. La tecnología de construcción de tales instrumentos ha evolucionado de tal forma que, prácticamente se ha alcanzado el límite de resolución teórico, impuesto por la longitud de onda de la luz. Por ejemplo usando luz ultravioleta, se alcanza ampliaciones de hasta 4000X, y solo hasta aquí hubiesen llegado nuestras aspiraciones por ver más detalladamente, pero ocurrió la asombrosa explosión de genio que contempló el nacimiento del siglo XX, especialmente en el terreno de la física y con ello se pudo traspasar la barrera impuesta por el límite óptico, al asociar una longitud de onda a las partículas, el poder de resolución de un aparato que usara partículas en vez de luz aumentaría por varios órdenes de magnitud; por ejemplo, la longitud de onda de un electrón viajando a la mitad de la velocidad de la luz es de $4 \times 10^{-2} \text{ \AA}$, la de la luz UV, es de $4 \times 10^3 \text{ \AA}$.

El inicio del desarrollo práctico del Microscopio Electrónico lo marcaron los experimentos de Davinson y Germer sobre difracción de electrones en 1927; posteriormente se desarrolló la óptica electrónica, y, E. Ruska en 1938 construyó el primer microscopio electrónico con lentes magnéticas. A partir de entonces, varias firmas comerciales se han encargado de construir este aparato como instrumento científico y actualmente el ME es familiar a la mayoría de los investigadores dedicados a las ciencias físicas y biológicas. Si nos

conformáramos simplemente con ver, este aparato no sería mas que un juguete curioso, ¡ pero no ! es necesario interpretar lo que se ve, extraer los secretos de la naturaleza, solo logrando esto sabremos que nuestro quehacer no ha sido vano: le habremos dado importancia.

¿Como comprender e interpretar lo que vemos en un ME...? es una pregunta que nos obliga a explicar de alguna manera los fenómenos que ocurren cuando los electrones interactúan con la materia, es decir, formular una teoría aceptable.

Actualmente, la herramienta más poderosa para lograr este propósito es la mecánica cuántica; desde 1924, cuando L. de De Broglie proclamó su famosa hipótesis, varios modelos se han construido para explicar la manera como se forma la imagen que observamos en un ME, la reseña de los cuales es la parte mas importante de éste trabajo.

En este trabajo de tesis se pretende cubrir aspectos básicos de la ME , tanto teórico como experimental, y que sirva de trabajo pionero en el país para la utilización de esta importante herramienta de la ciencia contemporanea al campo de la fisico-química. Los resultados que se han obtenido han sido en base al ME Philips 300 y 301, y los materiales analizados fueron sintetizados en los laboratorios de fisica de la Facultad de Ciencias, UNI.

1. MICROSCOPIA ELECTRONICA DE TRANSMISION

1.1 DESCRIPCION GENERAL

Inicialmente el término Microscopio Electrónico (ME) era sinónimo de Microscopia Electrónica de Transmisión (MET), pero las técnicas han seguido desarrollando y ahora tenemos microscopios de barrido (SEM, Scanning Elec. Mic.), de barrido transmitido (STEM) y una combinación de estos, como el (S)TEM, el cual es un MET con facilidades de barrido.[norden]

Diferentes tipos de instrumentos han sido optimizados para diversas aplicaciones, pero el más difundido es el MET, el cual describiremos.

El MET en términos generales es muy similar a un microscopio óptico: tienen una fuente de radiación, sistemas condensadores para colimar la iluminación hacia el objeto, una primera lente magnificadora (OBJETIVO) seguidos de otras lentes que aumentan la magnificación.

En un microscopio óptico, la resolución no supera los 300 nm, y su magnificación máxima difícilmente supera los 2500 X. En el MET, la resolución aproximada es de 0,5 nm y tiene una magnificación máxima alrededor de 1 000 000 X, el cual se logra con el juego de lentes proyectoras que pueden ser en número de 3 ó 4 y cuyas magnificaciones típicas son: 20X para la primera, y 50 ó 100X para las demás. (ver fig. 1.1.1) [Meeth]

La fig. 1.1.2 nos muestra el esquema de la columna de un MET seccionado, cuyo potencial acelerador máximo es de 100 kV, Microscopios construidos en Japón y Europa, sorprendentemente presentan muy pocas las diferencias en sus diseños.

Básicamente un MET consiste de tres partes principales.

- El sistema de iluminación, que consiste de un cañón de electrones y las lentes condensadoras.
- El sistema formador de imágenes (Lente objetivo).
- El sistema de proyección (2 ó 4 lentes proyectoras).

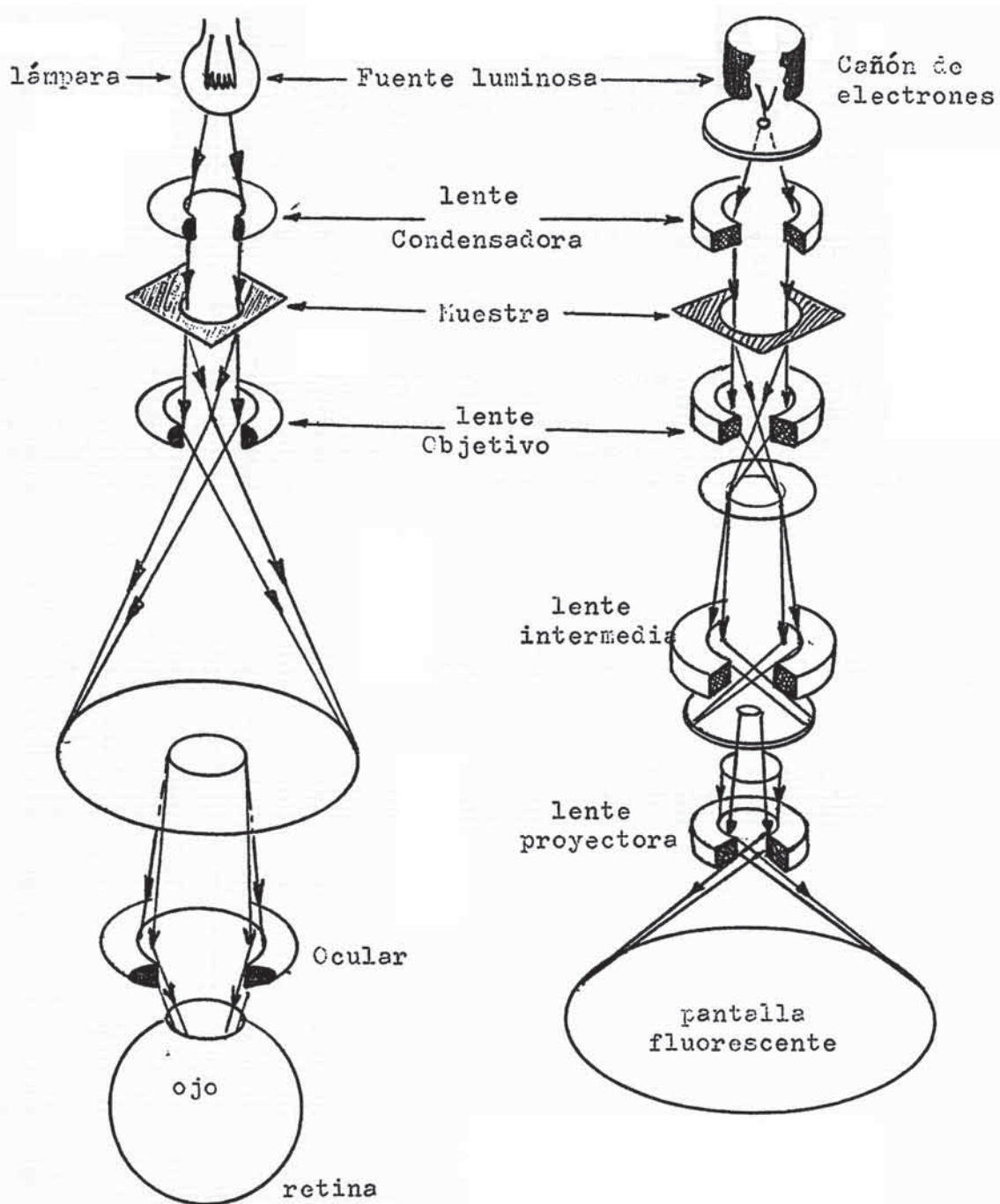


Fig. 1.1.1 Esquemas comparativos de los microscopios óptico y electrónico.

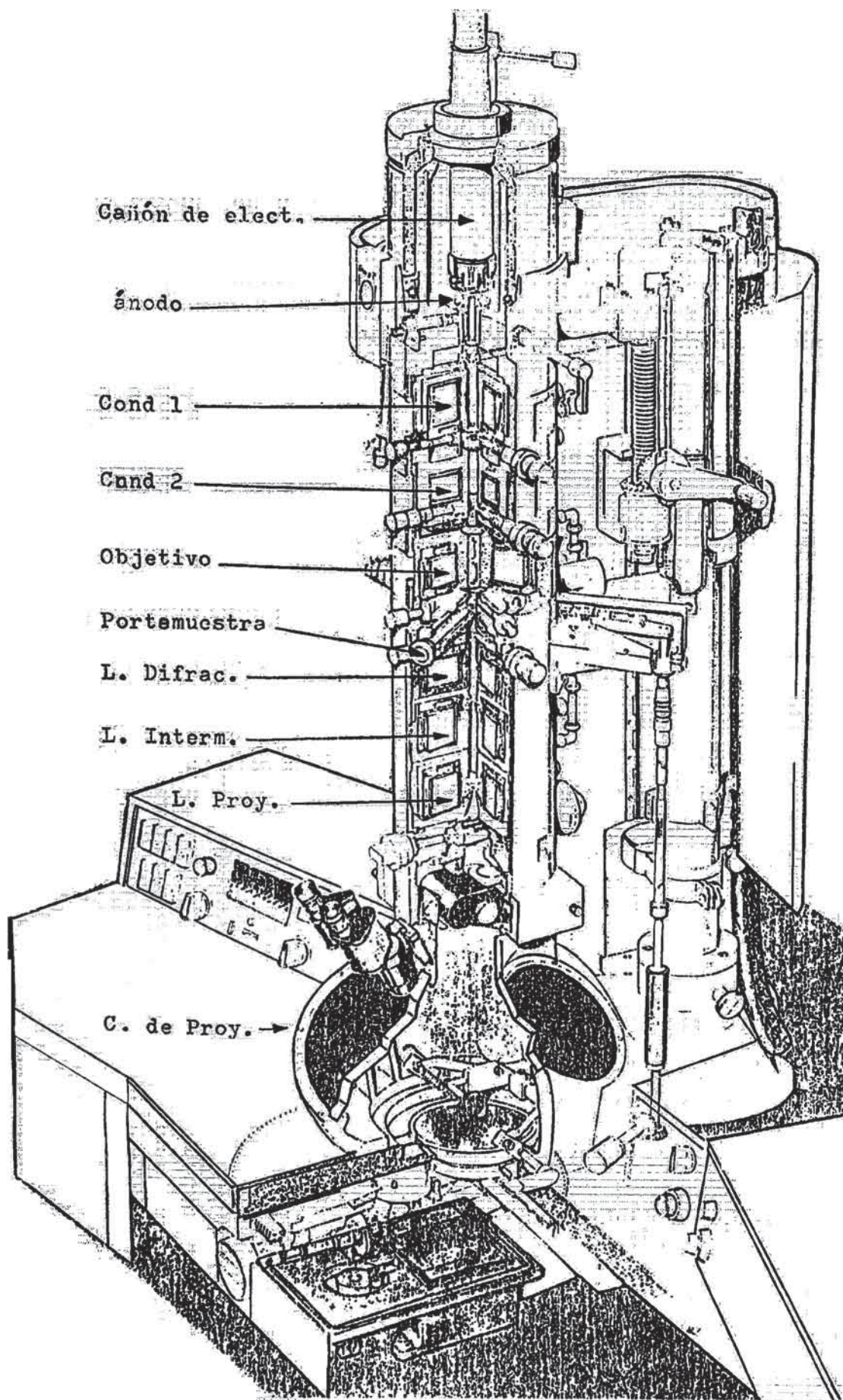


Fig. 1.1.2. Sección de un microscopio electrónico de transmisión. (EM PHILIPS 300)

1.2 EL SISTEMA DE ILUMINACION

Este sistema necesita producir una iluminación uniforme y monocromática sobre la muestra, y para conseguirlo requiere:

- * Alta intensidad para que pueda ser visible la imagen, y también para obtener grandes magnificaciones.
- * Pequeñas variaciones de energía con la finalidad de reducir la aberración cromática de la lente objetivo.
- * Alta densidad electrónica del haz por unidad de ángulo sólido, para reducir los efectos de aberración esférica en la lente objetivo.
- * Adecuado espacio de trabajo entre el sistema de iluminación y la muestra (aprox. 20 cm).

Los detalles de un típico cañón de electrones lo podemos apreciar en al Fig. 1.2.1

El sistema de iluminación consiste de un cañón de electrones y lentes condensadoras con sus respectivos diafragmas.

El cañón de electrones consta de tres electrodos, los que son: el cátodo, el blindaje y al ánodo, ellos funcionan en forma análoga a la válvula triodo que tiene el ánodo, grilla y cátodo.

El voltaje negativo está en el filamento y controla la emisión total que da más brillo a la imagen final. El control del potencial del blindaje se hace desde el tablero por medio de la perilla de Emisión ó Bias y es uno de los controles de brillo de la imagen.

La fig. 1.2.2 nos muestra el esquema completo del sistema de iluminación.

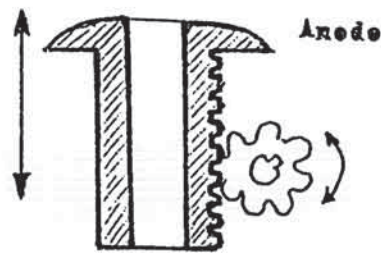
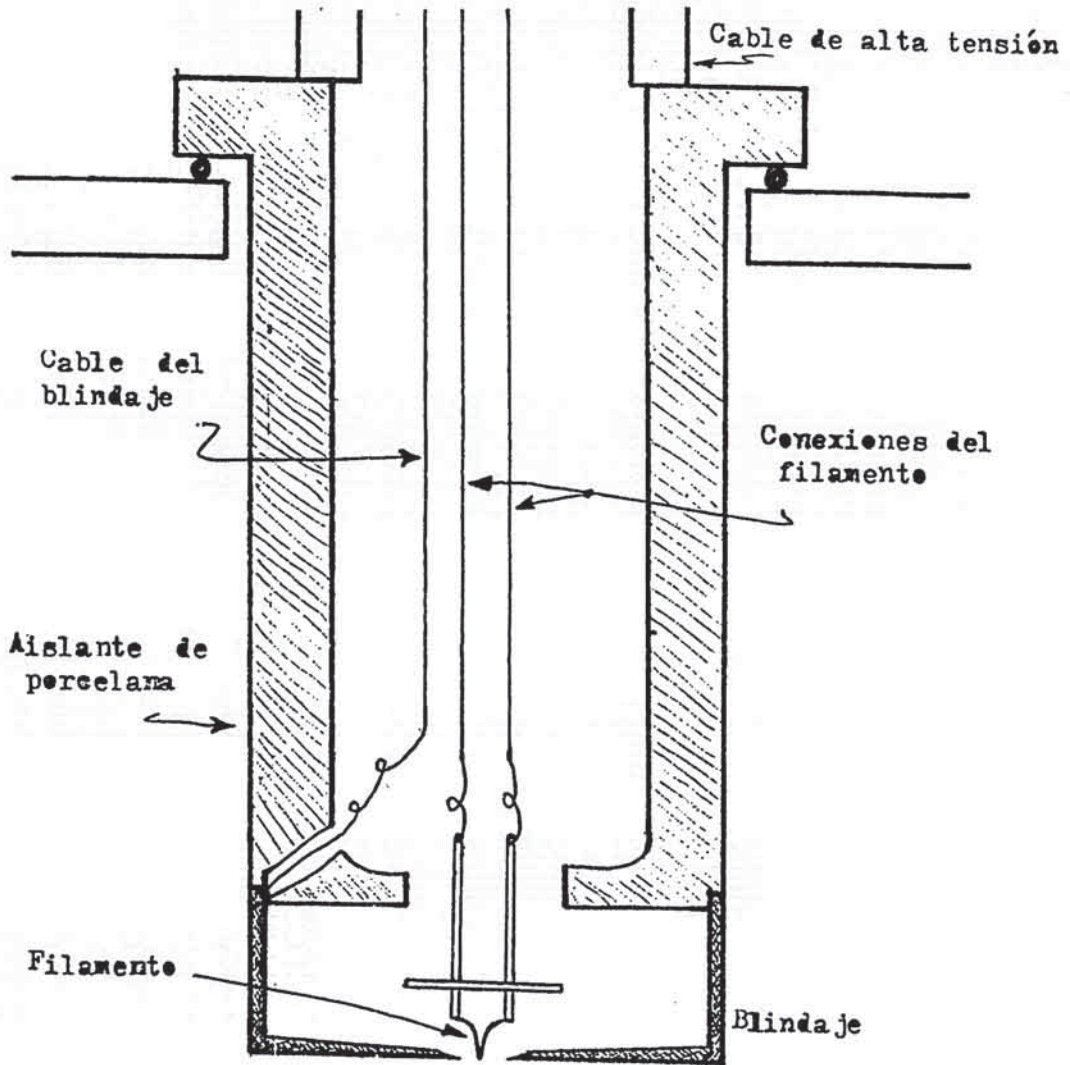


Fig. 1.2.1 Algunos detalles de la construcción de un típico cañón de electrones empleados en los microscopios electrónicos.

La densidad de corriente J_c de un emisor termoelectrónico está dado por la relación de Richardson-Dushman: [Meeth]

$$J_c = A_c T^2 \exp(-f_c / k T) \text{ (A / m}^2 \text{)} \dots\dots\dots(1.1)$$

Donde: A_c es la cte. que depende del material emisor, T la temperatura y f_c es la función de trabajo del material emisor.

Inicialmente J_c crece con T alcanzando luego un máximo determinado por la temperatura de evaporación del material emisor.

El filamento más utilizado en los MET es de Tungsteno, que es un alambre adherido a unos soportes por los cuales circula una corriente controlada por la perilla denominada Filamento.

El tungsteno tiene: $A_c = 60 \times 10^4 \text{ A/m}^2\text{K}^2$ y $f_c = 4,5 \text{ eV}$.
para $T = 2800 \text{ K}$, se tiene: $J_c = 20000 \text{ A/m}^2$

El filamento de tungsteno tiene varias ventajas, tales como:

- * Rígido y fácil de manipular
- * Requiere vacíos moderados (0,00001 torr)
- * Buena estabilidad emisora.
- * Alta densidad total de electrones térmicos.

Dentro e las desventajas podemos mencionar:

- ◆ Poco brillo
- ◆ Tiempo de vida corto (100 horas)

1.3 EL SISTEMA DE COLIMACION

Este sistema consiste esencialmente de dos lentes condensadoras; el primero, C_1 , es una lente grande de aprox. 50X y produce un adelgazamiento del haz hasta un diámetro de 1 mm. (ver fig. 1.2.3); la segunda lente C_2 vuelve a concentrar el haz sobre la muestra y el diámetro es aprox. 2 mm.

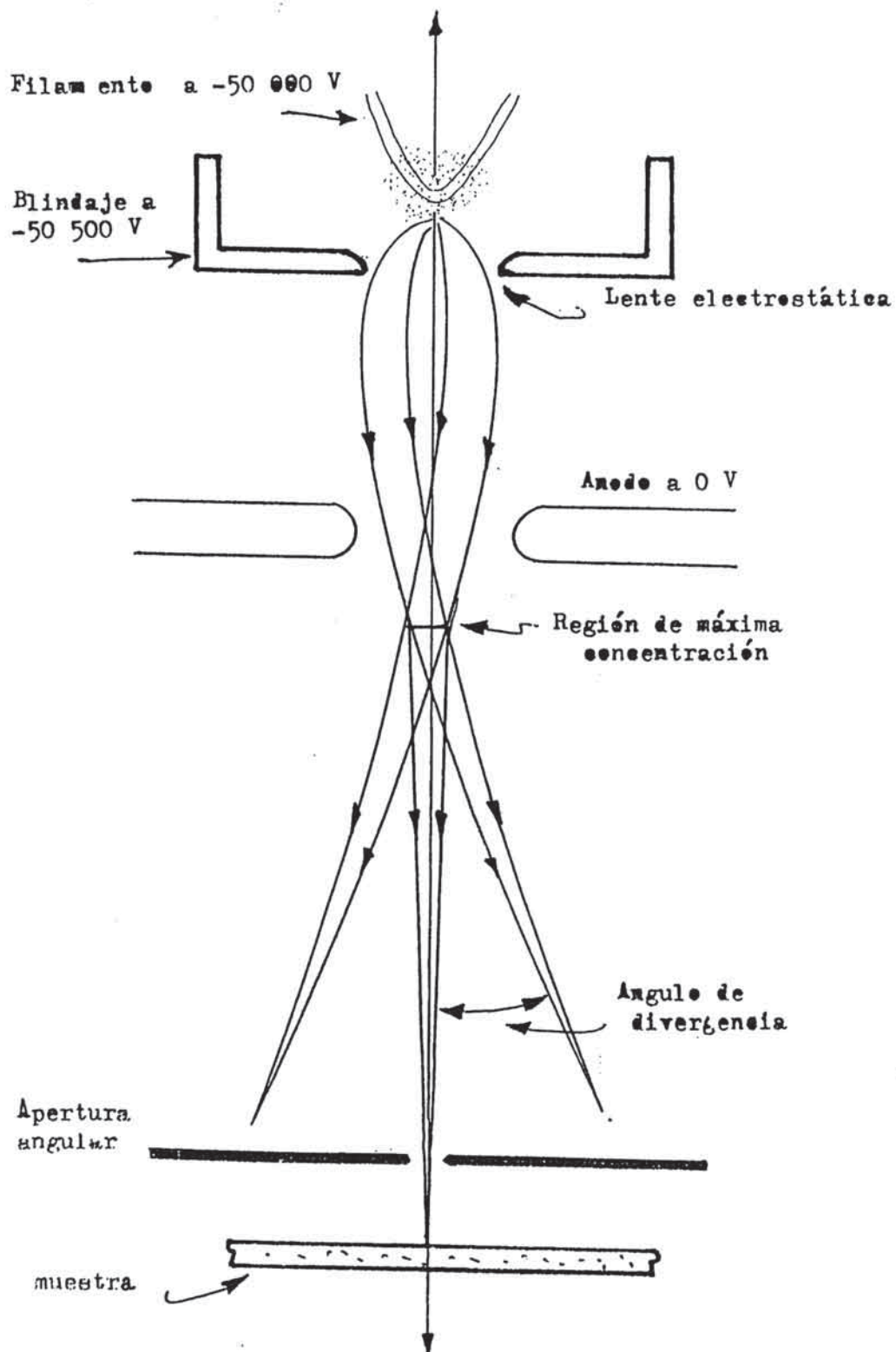


Fig. 1.2.2 Esquema del sistema de iluminación donde se muestran al filamento, el blindaje y el ánodo formando una lente electrostática para los electrones recién emitidos y enviados a un lugar de alta intensidad el cual es la virtual fuente de iluminación.

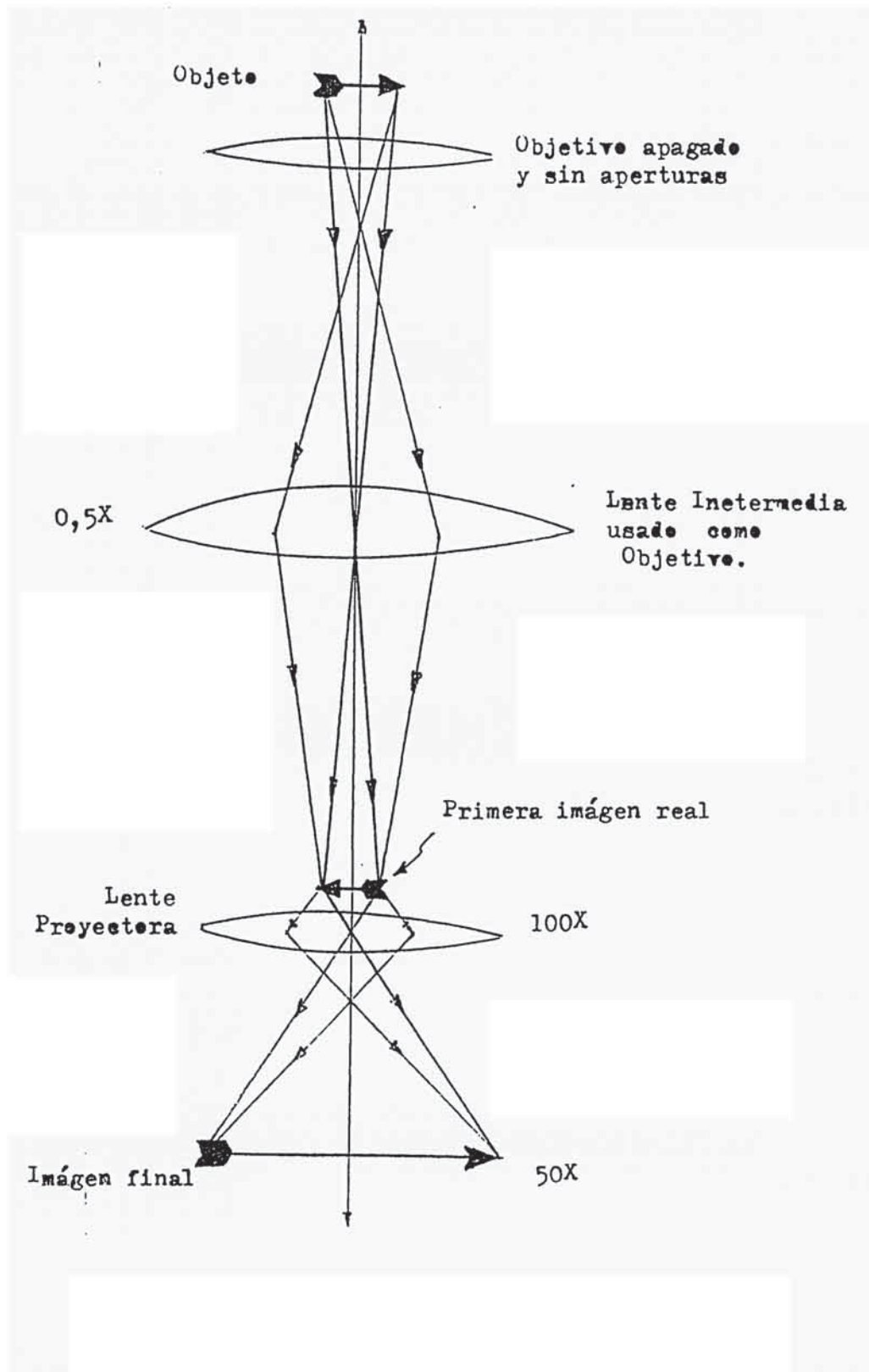


Fig. 1.5.3 Diagrama de rayos mostrando las imágenes reales en muy baja magnificación ó de magnificación panorámica en un ME de tres lentes.

1.4 LALENTE OBJETIVO

La lente objetivo es la componente más crítica del MET, y es la que determinará finalmente el poder resolutivo del instrumento. Esta es la primera lente del sistema formador de imágenes, y todas sus aberraciones serán magnificadas y puestas de manifiesto por las lentes proyectoras. (ver fig 1.4)

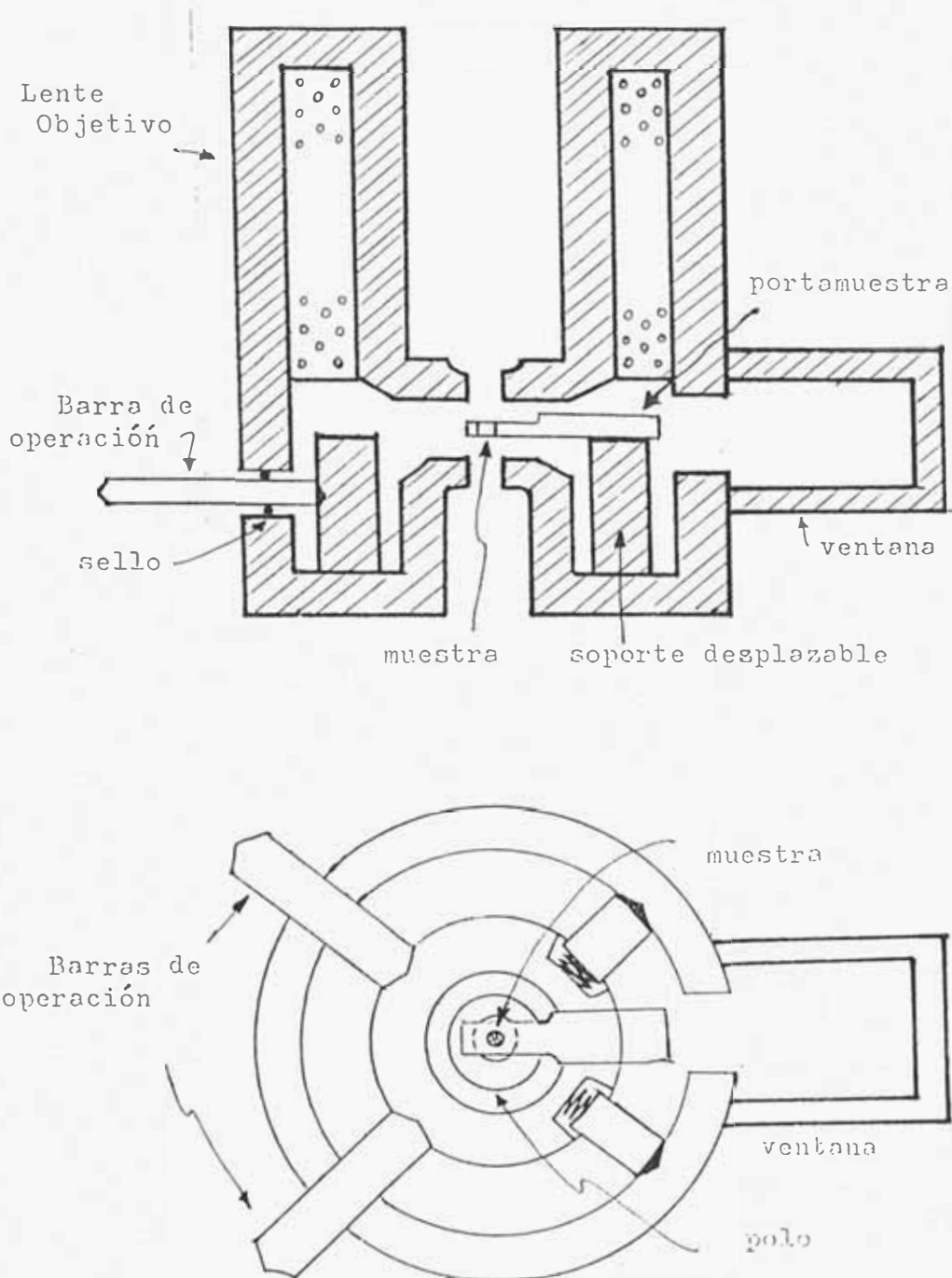


Fig. 1.4 Sección y vista superior de la lente objetivo, en la que podemos apreciar la posición de la muestra.

Las aberraciones afectan principalmente a la resolución y estas pueden ser esférica y astigmática, estas últimas pueden corregirse fácilmente usando astigmatadores.

El coeficiente de aberración esférica C_s , de una lente magnética puede ser calculado si se conoce el valor del campo; esto puede permitir también modificar la longitud focal f de la lente, de modo que uno puede variar la potencia de las lentes dentro de los límites permitidos.

Los datos más representativos para estas lentes son:

$$f = 1,7 \text{ mm y } C_s = 1,2 \text{ mm.}$$

1.5 LENTES PROYECTORAS

La imagen formada por el objetivo es magnificada por las lentes proyectoras que generalmente son tres.

La magnificación característica del objetivo es 100X, de la primera lente intermedia I es 20X y de la proyectora P es 100X. Un arreglo típico para alta magnificación se muestra en la fig. 1.5.1

En medianas magnificaciones se usa un arreglo como el mostrado en la fig. 1.5.2, y para una magnificación muy baja, como la mostrada en la fig. 1.5.3

1.6 EL SISTEMA REGISTRADOR

Este sistema hace posible que el ojo pueda percibir la imagen final formada sobre la pantalla P (fig. 1.6) ó la registre sobre placas fotográficas. [Meeth]

Los electrones que han sido absorbidos en diferentes proporciones por la muestra, producen en la pantalla P zonas con diferentes intensidades luminosas (debido al impacto de los electrones que inciden en la capa fluorescente), y esta es precisamente la imagen de la muestra; también en esta forma puede obtenerse los patrones de difracción. En la pantalla se manifiestan las diferentes distorsiones que afectan a una buena imagen; con la ayuda de un binocular de corto alcance y una pequeña pantalla diagonal D se puede observar los defectos en la imagen, de modo que se puede corregir el foco y las aberraciones hasta lograr una imagen de buena calidad, las que finalmente

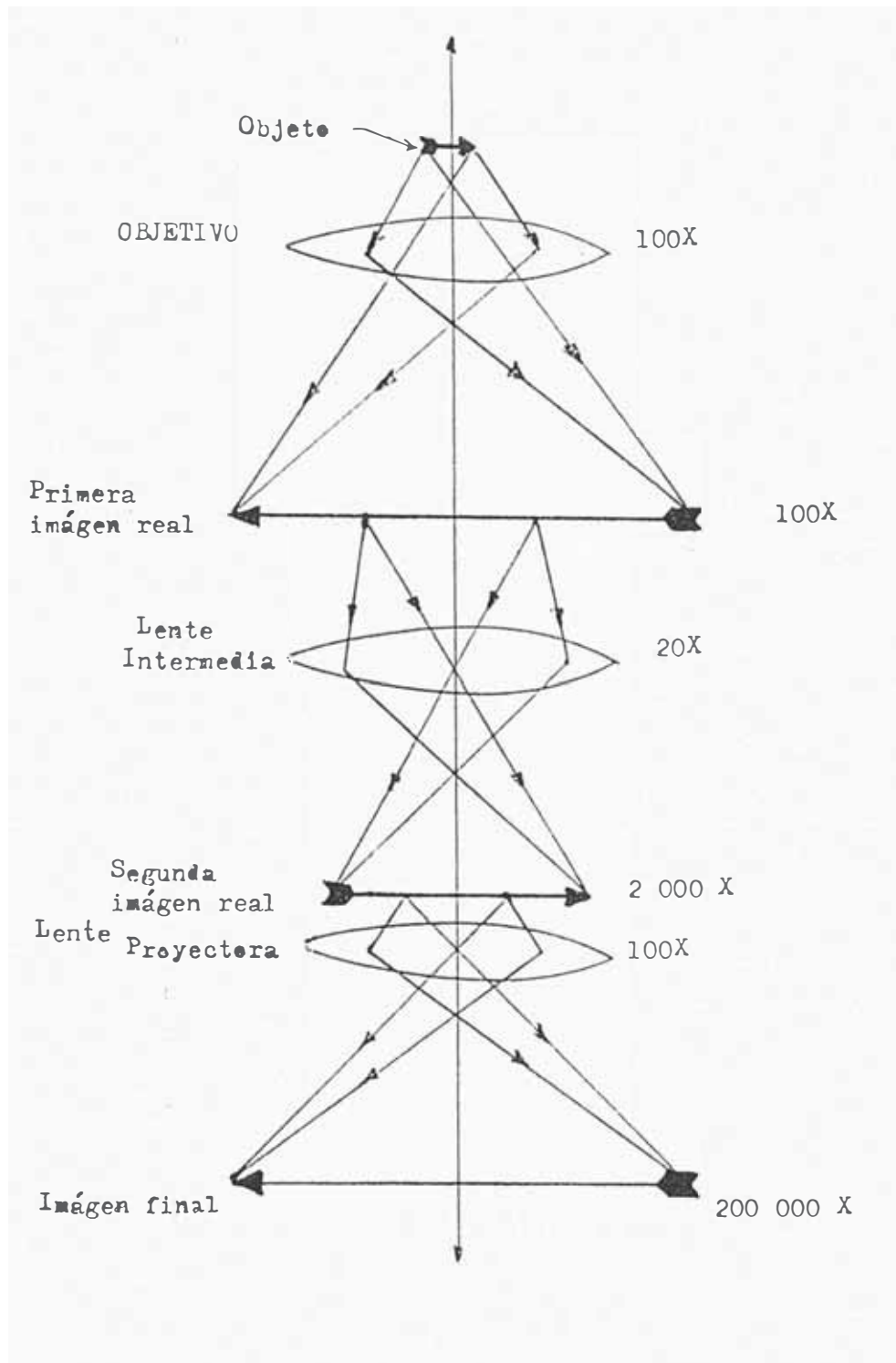


Fig. 1.5.1 Diagrama de rayos mostrando las tres imágenes reales en la mediana y alta magnificación en un ME de tres lentes.

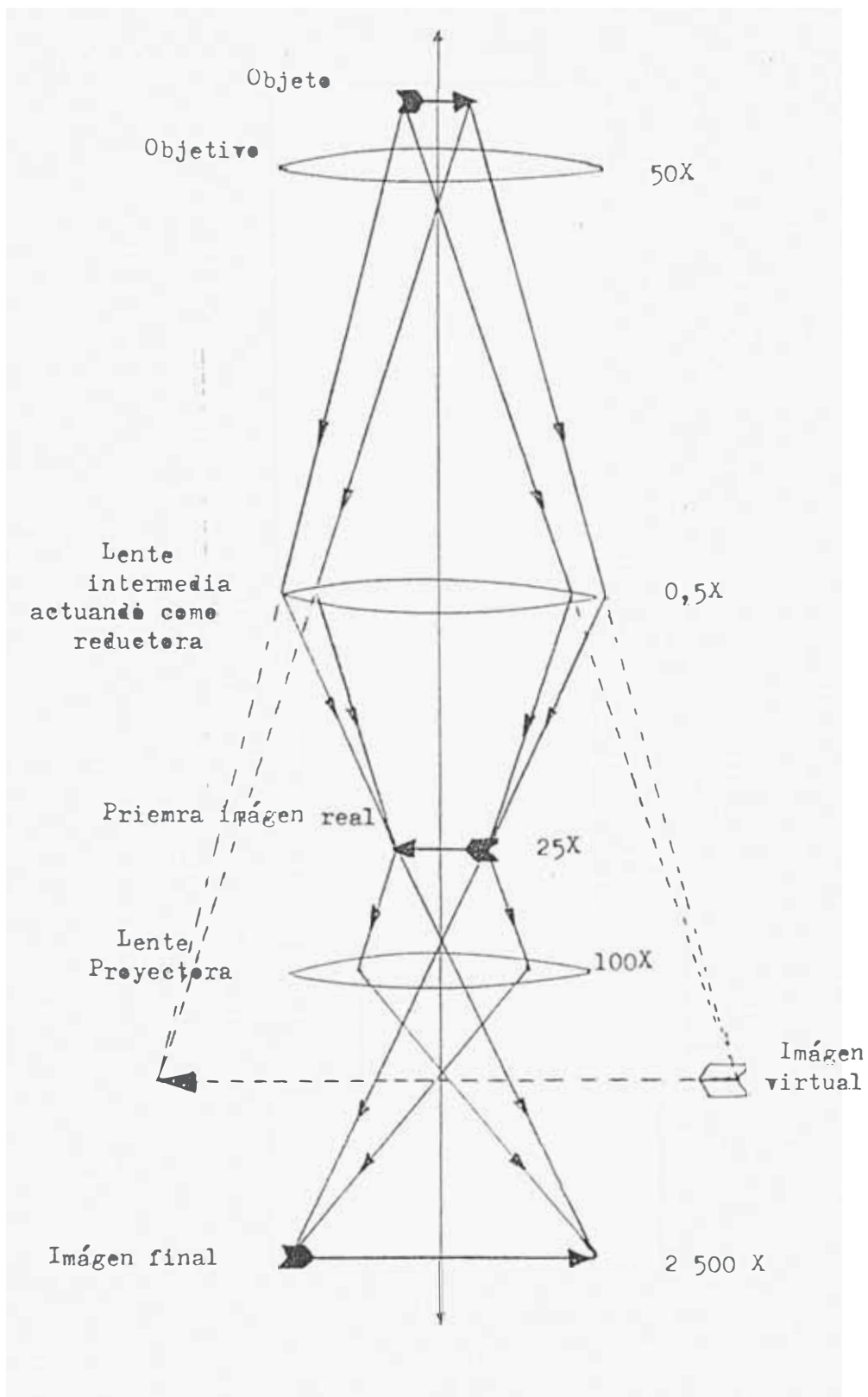


Fig. 1.5.2 Diagrama de rayos mostrando las dos imágenes reales en mediana magnificación en un ME de tres lentes.

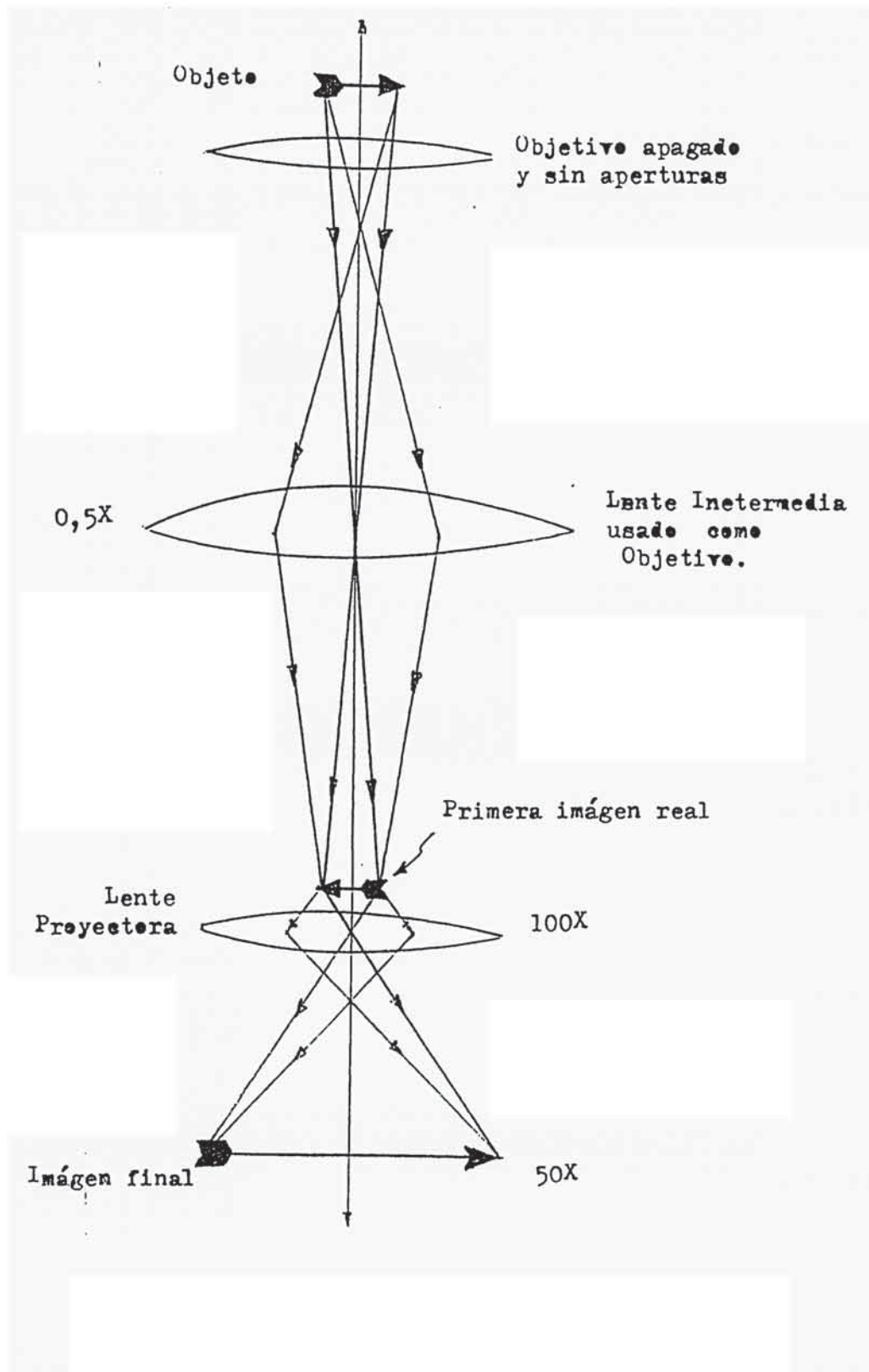


Fig. 1.5.3 Diagrama de rayos mostrando las imágenes reales en muy baja magnificación ó de magnificación panorámica en un ME de tres lentes.

pueden ser fotografiadas o televisadas. La fig. 1.6 nos muestra las diferentes etapas en el sistema de registro fotográfico. Para registrar en una placa se retira temporalmente la pantalla P y la válvula V, se deja pasar el haz por un tiempo pre-establecido con ayuda del disparador.

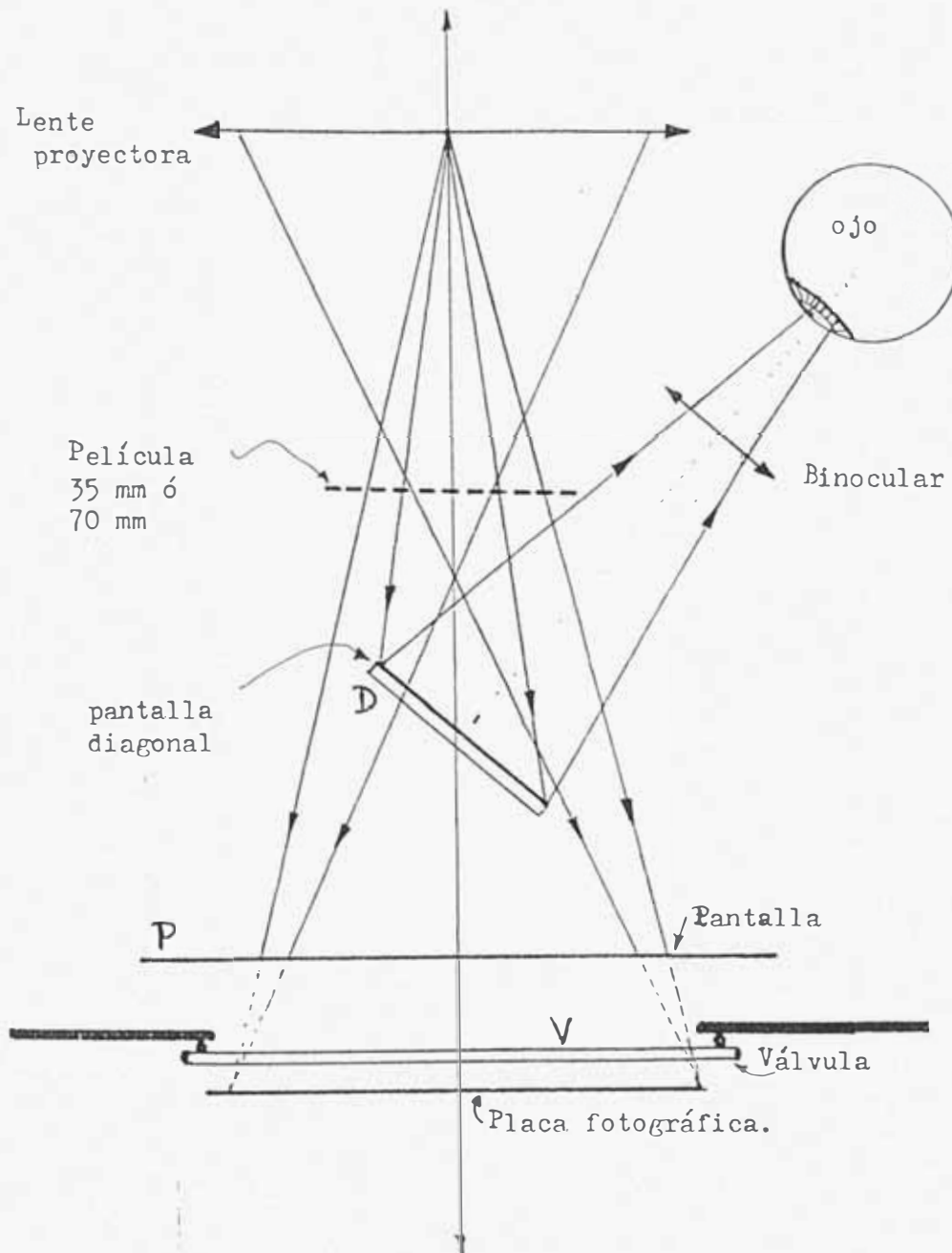


Fig. 1.6 Disposición de las placas fotográficas dentro de la cámara de proyección, la pantalla diagonal se usa para afinar el enfoque, luego se retira ésta y la válvula V para impresionar la placa.

1.7 ASTIGMADORES

El astigmatismo es causado por la asimetría axial de una lente, o por contaminación de la columna, dando como resultado distancias focales diferentes y con distancias de planos imagen también diferentes; por ejemplo la imagen de un círculo se verá desenfocada a lo largo de alguno de sus diámetros. El orificio de los diafragmas y la contaminación contribuyen con un astigmatismo adicional que son corregidos en conjunto durante la operación.

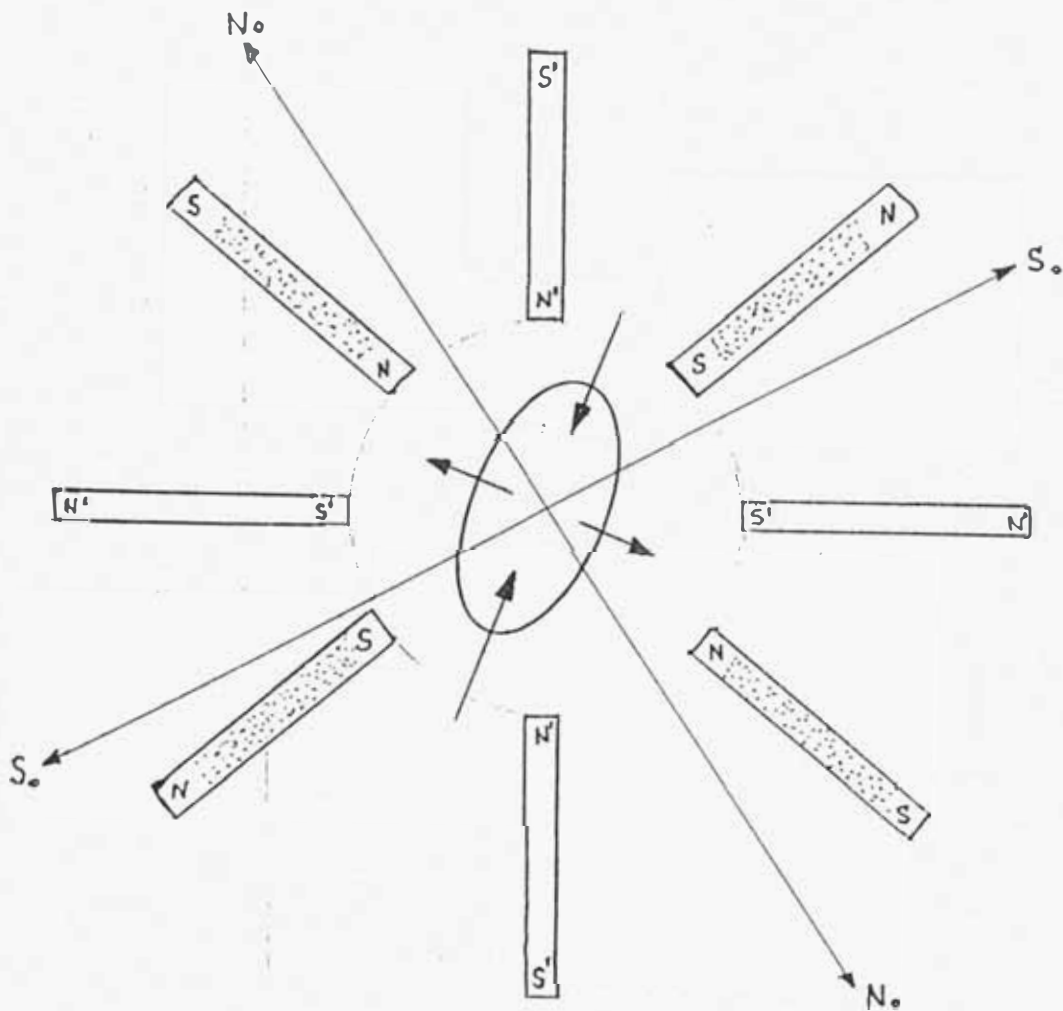


Fig. 1.7 Astigmador tipo octupolo magnético. Los cuartetos son polos primarios y simples, crean un campo asimétrico con las direcciones N_0 y S_0 , con las magnitudes adecuadas para la corrección.

El astigmador tipo octupolo magnético (fig. 1.7) consiste de ocho electroimanes dispuestos radialmente y en forma alternada; estos son energizados 4 a 4 y tienen un eje de simetría axial cuando la corrección astigmática es cero, pero cuando son energizados desigualmente, ellos forman un campo de forma elíptica. La magnitud y dirección de este campo particular pueden ser controlados variando la magnitud de las corrientes desde el tablero de control.

1.8 DIAFRAGMAS

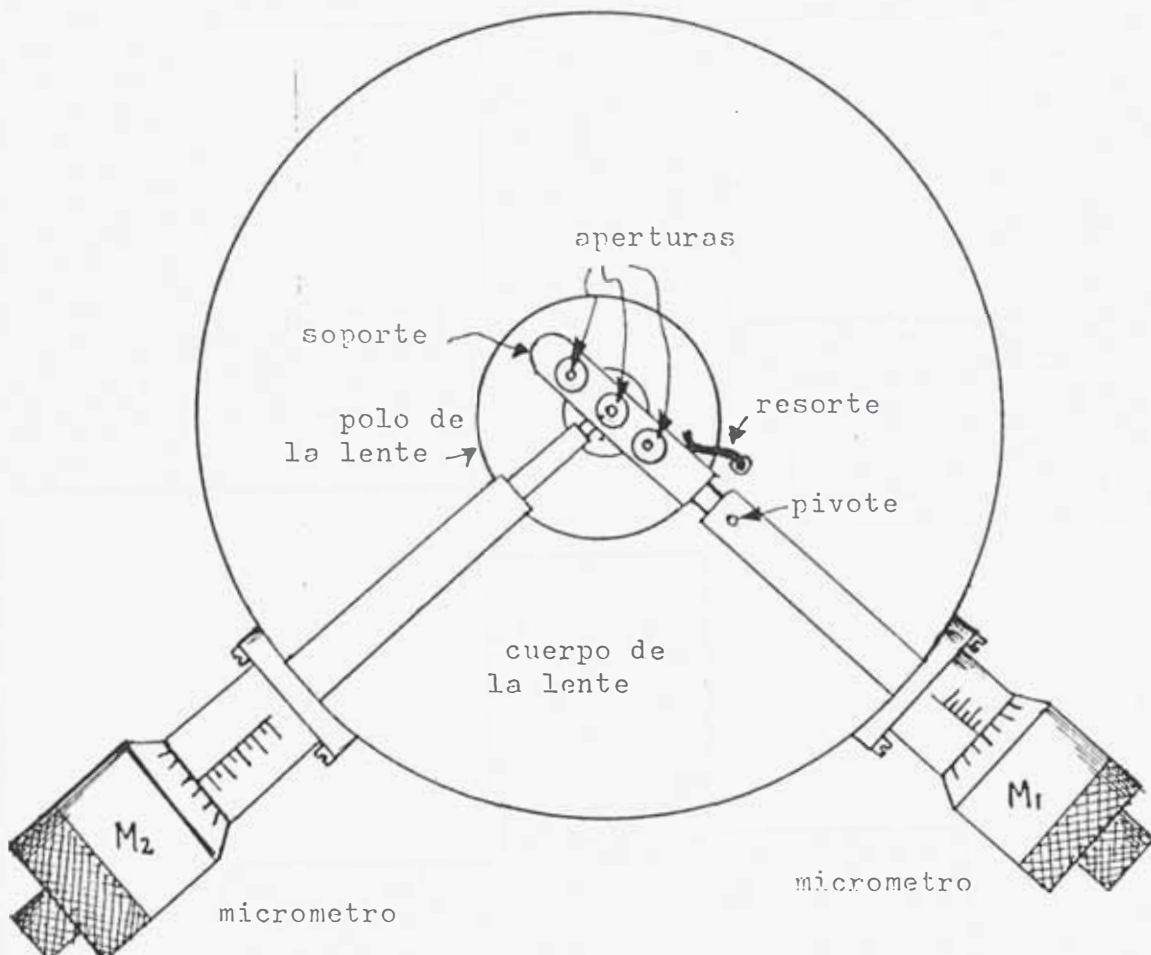


Fig. 1.8 Vista superior de los diafragmas móviles, con selector y mecanismo de centrado.

Las aperturas físicas que limitan el ancho del haz en una etapa definida se denominan **diafragmas** (generalmente próximos a los polos de las lentes), y tienen la opción de ser intercambiables ya que cada una de ellas tienen aberturas definidas.

Son generalmente contruidos en discos de platino o molibdeno, y el diámetro de sus aberturas varían entre 10 μm y 500 μm .

El mecanismo de control se muestra en la fig. 1.8, consiste de un vástago portando tres diafragmas, los que se insertan empujando M1 hacia el eje óptico, el centrado fino se hace por medio de los tornillos micrométricos M1 y M2.

1.9 EL SISTEMA DE VACIO

En un ME el sistema de vacío se emplea para evacuar el aire y otros gases que hay dentro de la columna, por las siguientes razones:

- ◆ Las moléculas de gas interactúan con los electrones produciendo un scattering aleatorio amortiguando fuertemente su energía, y disminuyendo con ello su poder de penetración.
- ◆ Las moléculas se ionizan en presencia de un campo eléctrico fuerte y producen fuertes descargas eléctricas de forma aleatoria, lo que viene a constituir un fuerte e indeseable ruido.
- ◆ El gas residual combinado con el filamento caliente erosionan fuertemente el metal.
- ◆ El gas residual condensado en la muestra produce contaminación en ella.

En adelante denominaremos vacío a aquellas presiones menores a la atmosférica y las expresaremos solo en términos de presión en el sistema absoluto.

La presión requerida para el funcionamiento de la columna es menor o igual a 0,00001 torr lo que se logra con sistemas de bombeo mecánico y de bombas difusoras.

La bomba difusora fue inventado por Gaede en 1915 y perfeccionado hasta 1920 por Irving Langmuir. Este aparato no cuenta con partes móviles, su funcionamiento consiste en producir un chorro de moléculas de aceite por efecto de evaporación térmica; este vapor se

traslada a velocidades supersónicas [Jewin] y en su trayecto colisiona con las moléculas del aire residual, a las que les transmite gran cantidad de movimiento; esta mezcla al chocar con las paredes frías que rodea la bomba hace

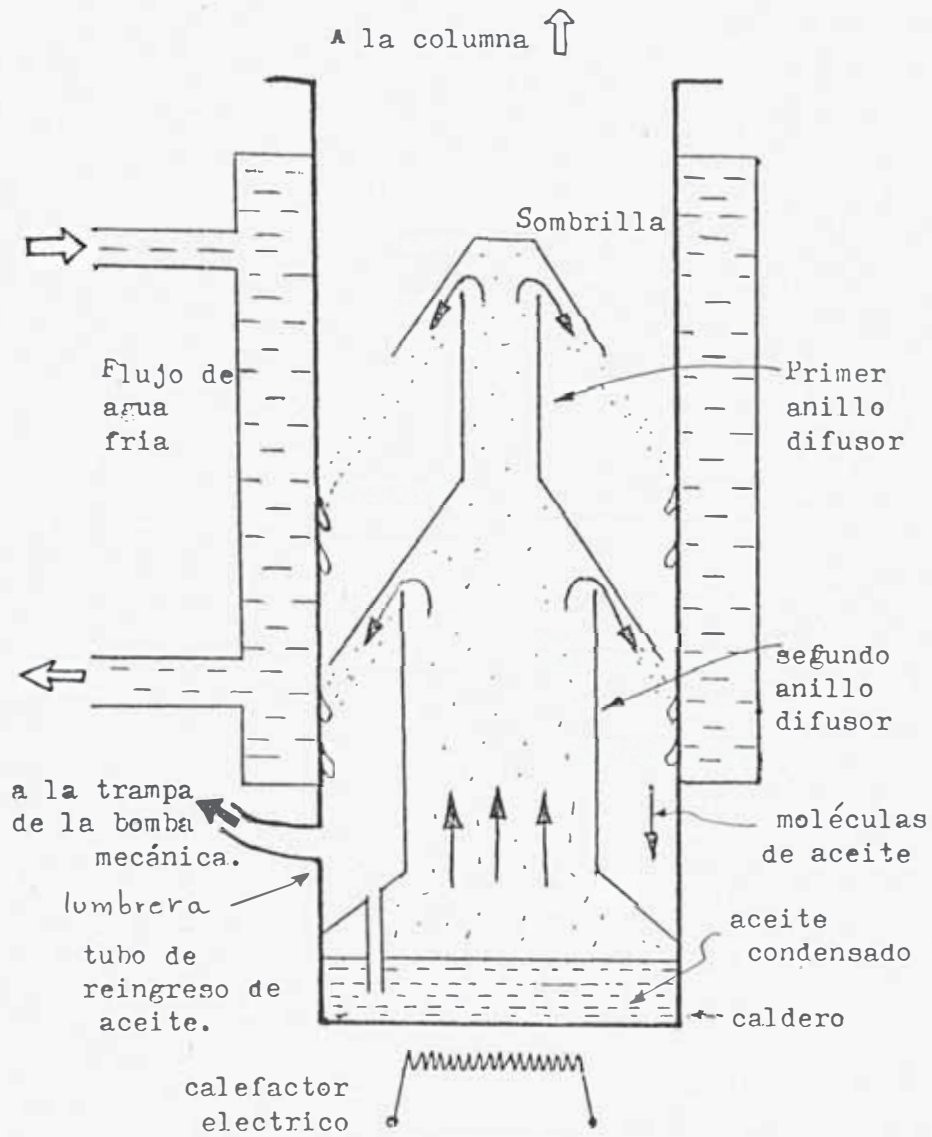


Fig. 1.9.1 Corte de un típica bomba difusora de aceite de alto vacío, consistente de dos etapas difusoras.

retornar a las moléculas de aceite al caldero de la bomba, y a las moléculas de aire hacia la trampa fría de la bomba mecánica a través de una lumbrera practicada antes del caldero. (ver fig. 1.9.1).

El chorro de moléculas que se produce entre las sombrillas y la pared fría constituyen una verdadera cortina entre la presión mayor de la bomba mecánica y la presión menor de la bomba difusora.

Para que la bomba difusora se active es necesario que tenga una presión interna de aprox. 0,001 torr lo que se logra por medio de la bomba mecánica.

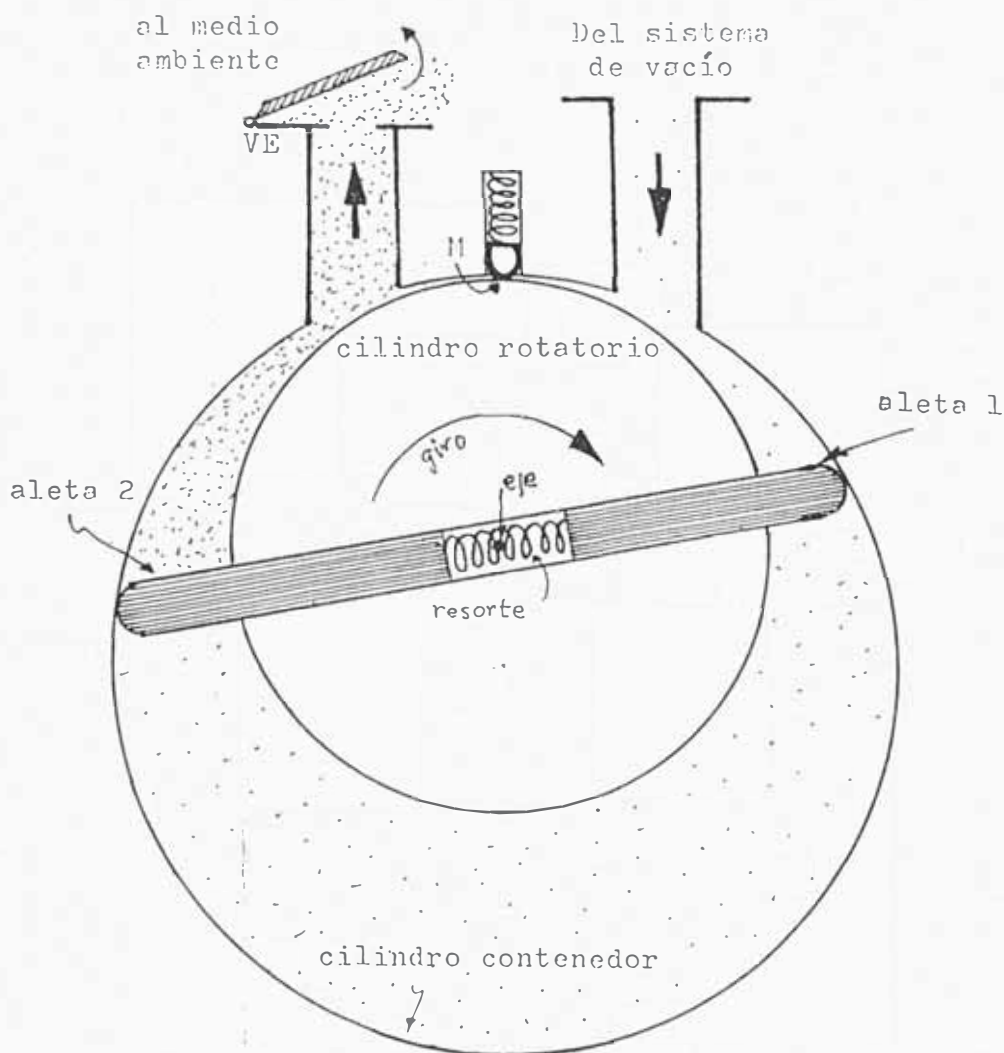


Fig. 1.9.2 Sección de una bomba mecánica rotatoria.

Existen varios tipos de bombas mecánicas, describiremos una de las más comunes denominadas rotatorias.

Consiste de un cilindro que gira alrededor de su eje; está diametralmente perforado y por allí se desplazan dos aletas que friccionan herméticamente con el cilindro contenedor (ver fig. 1.9.2).

La rotación se hace en sentido horario, cuando la aleta 1 pasa por el punto muerto M, el volumen aumenta entre ella y el cilindro contenedor, en esta expansión entran las moléculas de aire del sistema a evacuar, hasta que la aleta 2 llegue a M, en ese momento la aleta 2 empieza a succionar tal como lo hizo la aleta 1, luego gira aprox. 150° y el gas extraído y desplazado por la aleta 1 es evacuado al exterior por la válvula de escape VE llegando nuevamente al punto M y volviendo a repetirse el proceso en forma periódica, la presión mínima que puede alcanzar este tipo de bombas es de 0,01 torr pudiendo disminuir hasta 0,001 torr si se pone en serie dos bombas de este tipo.

Las necesidades de un MET requieren que la BD, bajo las condiciones de flujo molecular, tenga velocidades de evacuación suficientemente altas, generalmente del orden de los 100 l/s. hay que recordar que 100 l de gas a 0,00001 torr representa 0,001 ml de gas a presión atmosférica, de allí que evacuar 0,001 ml/s resulta adecuado para un bomba difusora cuando está operando a 0,00001 torr. [Jewin]

Las BM que son empleados en ME deben ser capaces de evacuar aprox. 50 l/min, con estas bombas se necesitan 5 minutos para darle a la BD la presión necesaria para iniciar su funcionamiento, en la práctica, el sistema de calefacción de la BD es mas lento y su encendido se prolonga mas tiempo.

1.10 MEDIDORES DE BAJA PRESION

Los medidores de baja presión son dos: el medidor Pirani (para el pre-vacio) y el medidor Pennig (para el alto vacio)

MEDIDOR PIRANI.- Consiste de una ampolla que contiene en su interior un filamento caliente de tungsteno, el cual es parte de un puente Wheatstone (ver fig. 1.10.1), la resistencia de este filamento varía al cambiar la presión, estos cambios pueden medirse y con ello obtener información indirecta del nivel de presión interna; se usa hasta 0,01 torr.

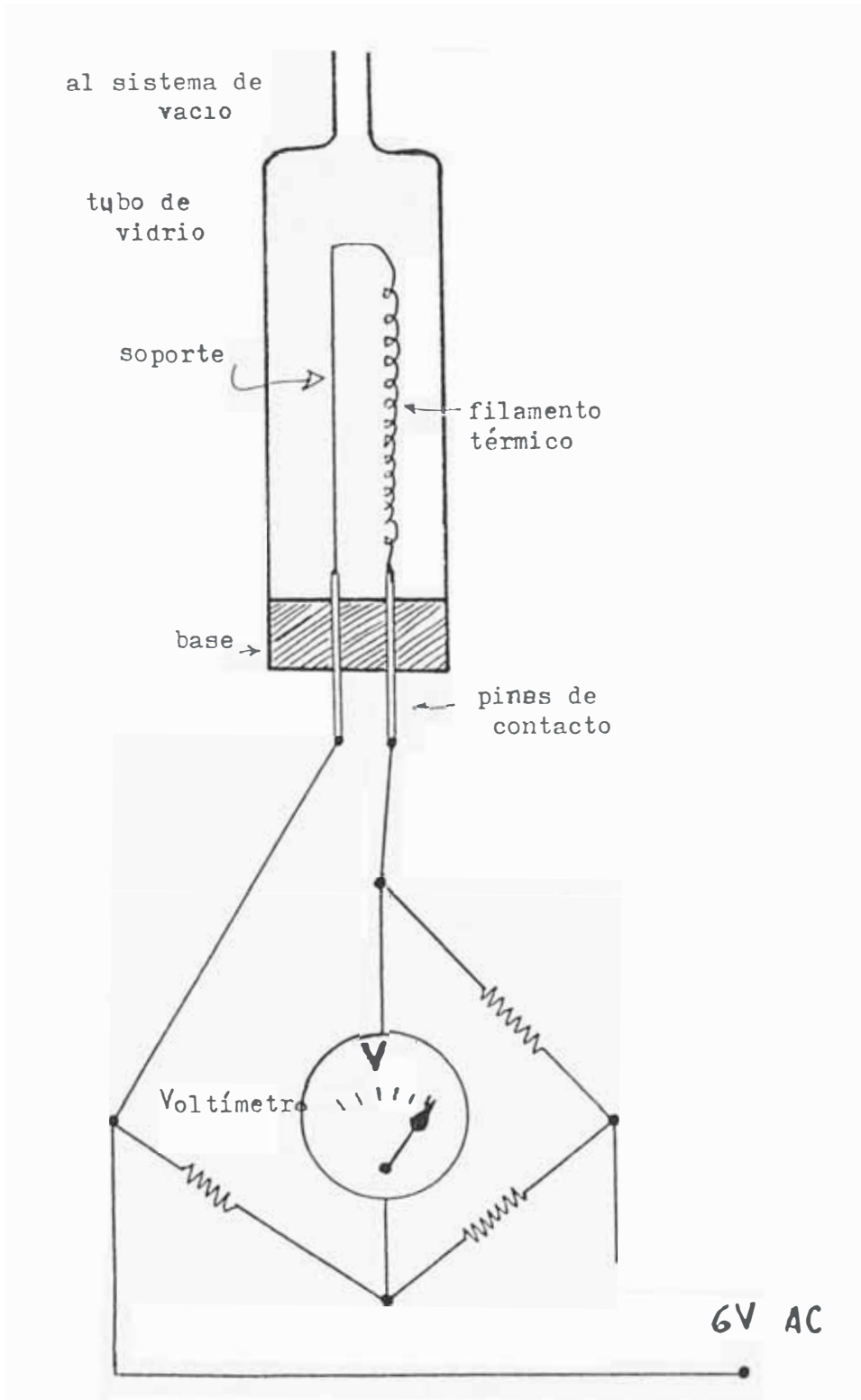


Fig. 1.10.1 Diagrama de un vacuómetro tipo Pirani para vacíos medios.

MEDIDOR PENNING.- Esta hecho de un bulbo en cuyo interior tiene un par de placas metálicas que hacen de cátodo y un lazo de alambre que hace de ánodo o colector. En el exterior está dispuesto un imán permanente que produce un campo magnético dentro de las placas, tal como se muestra en la fig. 1.10.2

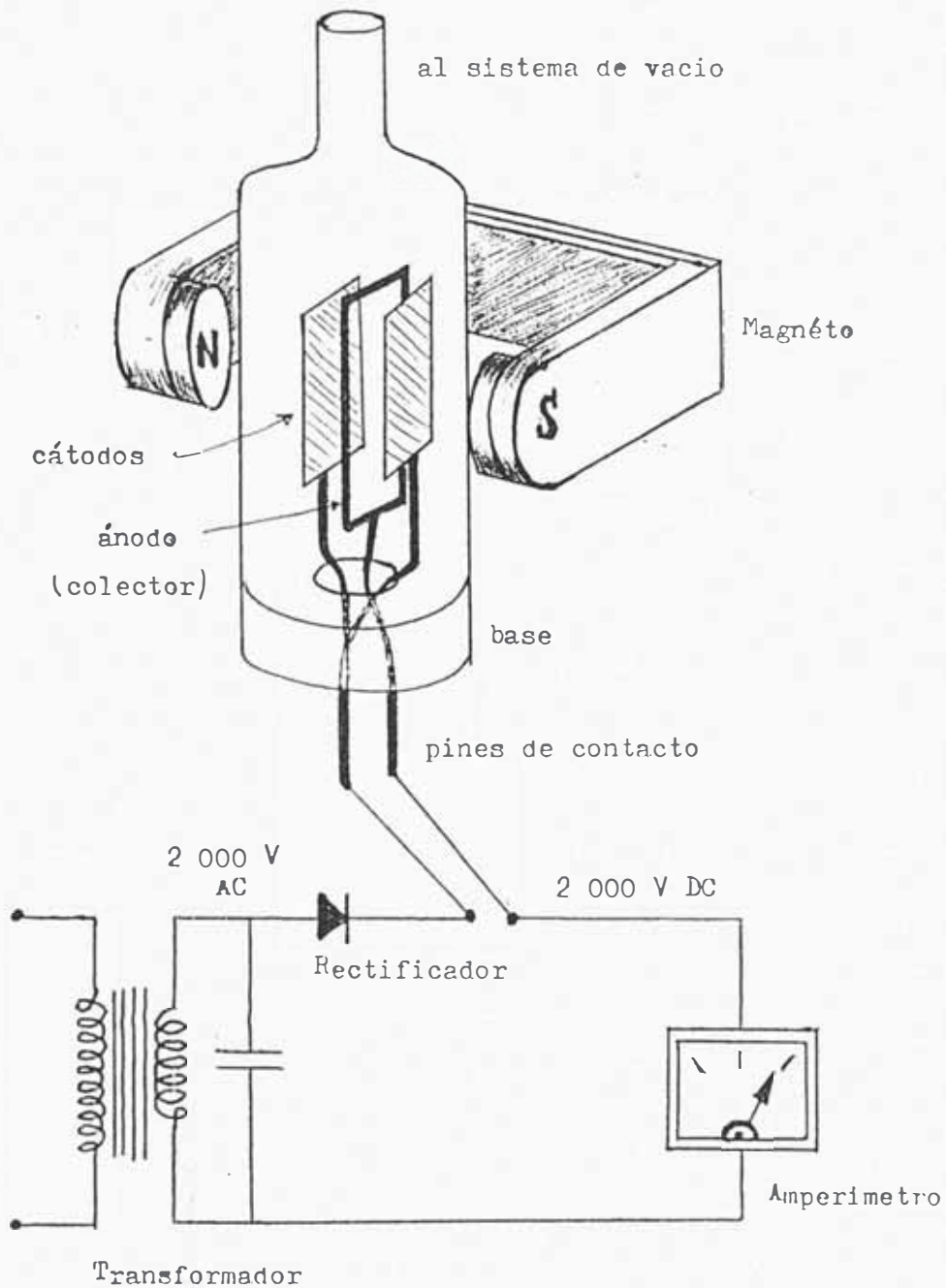


Fig. 1.10.2 Diagrama de un vacuómetro de alto vacío tipo Penning (Philips) y el circuito empleado para su medición.

Entre el ánodo y el cátodo hay una tensión típica de 2 kV, que produce la ionización del gas residual y su proyección por acción del campo magnético sobre las placas catódicas; estos iones al impactar producen por emisión fría gran cantidad de electrones, los que en presencia del campo eléctrico se trasladan al ánodo formando una corriente electrónica que será registrada por un amperímetro. El valor de la corriente registrada, será proporcional a la presión en el sistema de vacío, ya que la corriente dependerá de la cantidad de moléculas existentes en el sistema.

1.11 DISEÑO Y OPERACION DEL SISTEMA DE BOMBEO DEL MET

Este sistema está diseñado para que todas las etapas se puedan interconectar por medio de válvulas y que pueda también aislarse parcialmente alguna de ellas. Este sistema debe ser operado automáticamente siguiendo un programa, el mismo que también podrá hacerse en forma manual.

Durante el uso normal del ME se necesita hacer el cambio de muestra, placas fotográficas o películas, diafragmas ó filamento, para ello hay que aislar alguna parte del sistema en alto vacío sin desperdiciar el resto, para esto existen varias válvulas como pueden apreciarse en la fig. 1.9.5.

Luego de hacer el cambio necesario, se cierra el sistema y éste debe estar en condiciones de restablecer la presión de trabajo, también es necesario que proporcione seguridad a la muestra y al filamento en casos de aumentos bruscos de la presión.

Describiremos la secuencia de bombeo del EM 300 Philips, haciendo uso de la fig. 1.9.5. [Philips 9]

Cuando el botón ON es oprimido, la BM se enciende e inmediatamente la válvula K5 se cierra.

Cuando la presión en el Pirani es menor a 0,1 torr se abre la válvula K1 conectando el prevacío al sistema de bombeo.

Después de aprox. 30 min. las bombas difusoras ya se encuentran lo suficientemente calientes.

La válvula K1 se cierra si la presión en el tanque de reserva (buffer) es menor a 0,1 torr y la presión en el Penning es menor a 0,001 torr.

La válvula K2 se abre después de 5 s de cerrada la válvula K1, conectando el pre vacío a la columna.

Cuando la presión en la columna es menor que 0,1 torr la válvula K2 se cierra y la válvula de alto vacío K6 se abre, conectando la bomba difusora a la columna. La válvula K1 vuelve a abrirse 5 s después de cerrarse la válvula K2.

Cuando la presión en la columna vuelve a ser menor que 0,001 torr, y la presión en el buffer es menor que 0,1 torr, la válvula K1 se cierra, y la bomba mecánica se apaga. En estas condiciones el sistema ya está en el nivel máximo de presión en el cual puede encenderse la alta tensión y operar el ME.

Si durante la operación del ME, la presión supera a 3 torr en el manómetro de mercurio; entonces el switch SK16 se cierra.

Si la alta tensión está apagada, el bombeo mecánico se accionará presionando la perilla ON.

Tan pronto como la presión en el Pirani se hace menor que 0,1 torr, la válvula K1 se abre.

Cuando la presión en el buffer es menor a 0,1 torr, la válvula K1 se cierra y la BM se apaga.

Cuando la presión en el buffer se hace mayor a 5 torr la válvula K6 de alto vacío se cierra y la alta tensión se apaga automáticamente.

La secuencia completa del bombeo será accionada en el modo automático si se vuelve a presionar el botón ON.

Los elementos calefactores de las bombas difusoras de aceite y Hg son conectados si la presión en el tanque de reserva es menor a 5 torr, lo cual es posible solo si el flujo y la temperatura del agua de refrigeración son adecuados.

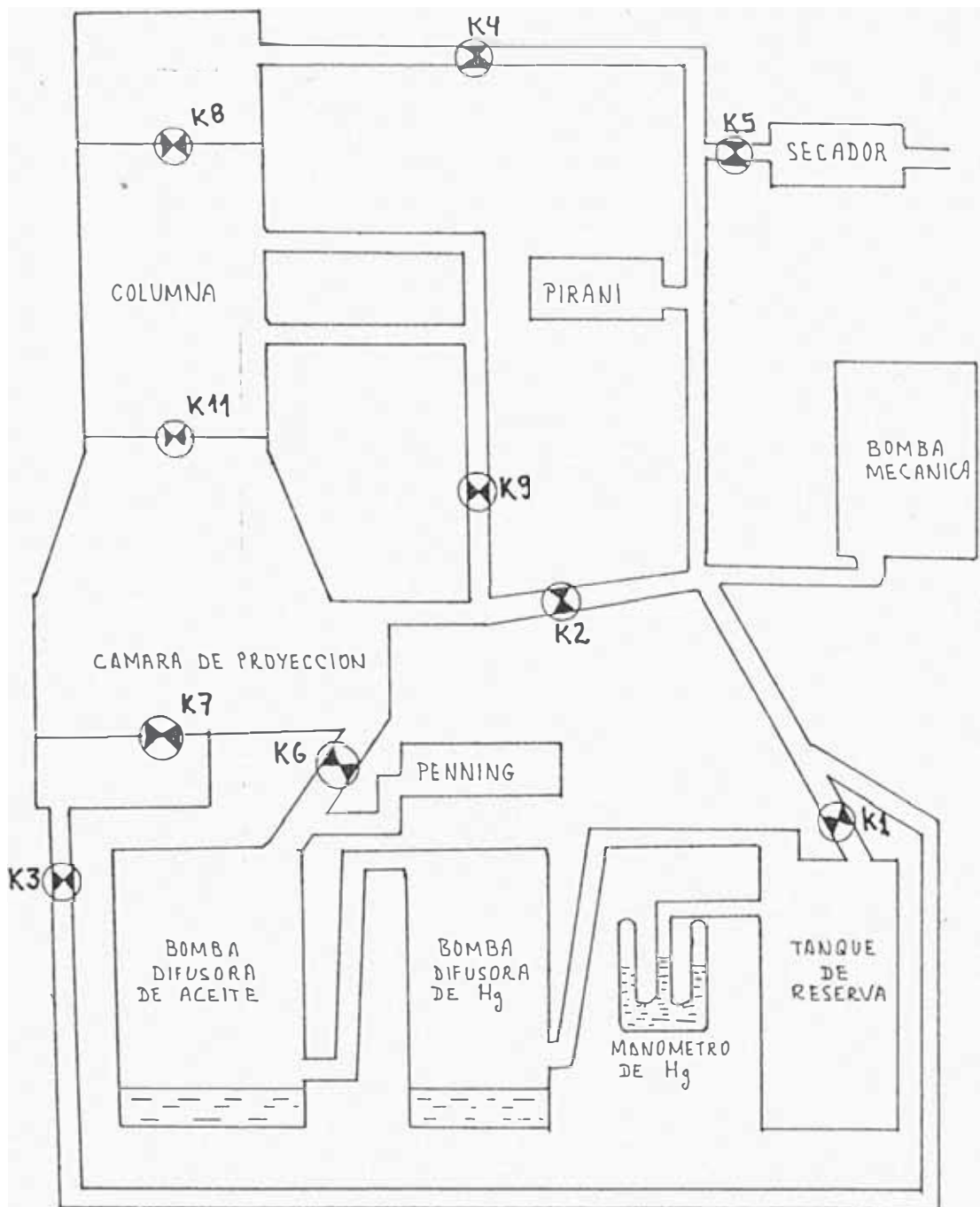


Fig. 1.11 Diagrama típico del sistema de evacuación de un microscopio electrónico. (en este caso del EM PHILIPS 300 y 301)

Es posible realizar la evacuación en forma manual, para ello hay que cambiar la posición de la llave del sistema de evacuación de la posición AUTO a

MANUAL, y se irá abriendo o cerrando las válvulas de acuerdo a la secuencia de evacuación automática

1.12 EL SISTEMA ELECTRONICO Y ELECTRICO DEL MET

Este sistema consta de varios módulos electrónicos los que a describiremos en esta sección. [Philips 2, 3]

El ME requiere de dos fuentes principales de poder, las cuales deben ser totalmente independientes, uno de ellos es de alta tensión (AT) y baja corriente, que se usa para acelerar los electrones del filamento, y otra fuente de baja tensión (BT) y alta corriente usados para activar las lentes magnéticas, cualquier fluctuación de la AT o de la BT de las fuentes causan variaciones a las longitudes de onda y longitudes focales respectivamente, las cuales hacen disminuir la calidad de la imagen.

Para obtener resoluciones del orden de los 5 Å es necesario que las fluctuaciones no supere a una parte entre 50 000 en la alta tensión, por lo menos durante un periodo no menor de 5 s.

El defecto mas notorio que ocurre cuando la fuente de BT fluctúa, es la rotación de la imagen, lo que comúnmente es controlado por medio de la "corriente de rotación central"; esta variación no debe superar a una parte entre 100 000 para la lente objetivo, y durante periodos no menores a 5 s (la misma proporción debe ocurrir simultáneamente con la AT), las otras lentes no requieren tanta estabilidad, siendo suficiente de uno entre 10 000 ó 20 000.

También son necesarias otras fuentes secundarias para varios circuitos accesorios, como son: Astigmatadores, deflectores de haz, disparador fotográfico, temporizador, etc.

Los circuitos electrónicos de un ME típico se pueden observar en el diagrama de bloques de la fig. 1.12.

El sistema completo puede ser dividido en 6 partes:

1. El sistema de seguridad, que protege todas las partes del ME.
2. Los reguladores principales, que controlan las fluctuaciones dentro del rango permitido.

3. El sistema de vacío.
4. La fuente del sistema de lentes.
5. El sistema de alta tensión.
6. Fuentes auxiliares.

El sistema de alta tensión del EM 300 consta básicamente de los siguientes elementos:

- Transformador de alta tensión.
- Estabilizador primario de alta tensión.
- Amplificador de CC.
- Estabilizador secundario de alta tensión.
- Fuente secundaria de 3 KV.
- Estabilizador de tensión del filamento.
- Selector de tensión de 20, 40, 60, 80 y 100 kV.
- Tensión de referencia -10 V.

2. TEORIA DE LA IMAGEN Y DIFRACCION ELECTRONICA

En esta sección se discutirá los efectos que se producen al interactuar el haz electrónico con la materia que se analiza. En principio podríamos estudiar este proceso encontrando las soluciones a la ecuación de Schrodinger con el hamiltoniano adecuado. En la práctica esto no es posible por su extrema complejidad (aun cuando consideremos al haz perfectamente monocromático y al sólido estrictamente periódico); sin embargo asumiremos una serie de simplificaciones adecuadas con la situación física considerada, que permitan obtener soluciones aproximadas apropiadas. [Barrio]

La primera aproximación, llamada **teoría Cinemática**, fue propuesta en 1960 por Hirsch; este enfoque aunque relativamente sencillo pone de manifiesto muy claramente los hechos importantes del fenómeno. Sin embargo, su región de validez es reducida y se encuentran contradicciones fuertes fuera de ella. La principal restricción de la teoría cinemática la impone el hecho de no considerar la interacción del haz transmitido con el difractado.

En la llamada **teoría Dinámica** de la difracción, propuesta por Howie y Whelan en 1961, se relaja esta restricción, lo cual hace que esta aproximación tenga un campo de validez mucho mas amplio. Actualmente esta es usada como la base de todas las investigaciones en la microscopía electrónica.

Es claro que para entender el problema de la formación de imágenes en su totalidad, es necesario aproximarse a el poco a poco, es por esto que el marco inicial de nuestra descripción será extremadamente simple e idealizado, y en el transcurso de la misma iremos complicando gradualmente el planteamiento.

2.1 INTERACCIONES ENTRE EL HAZ ELECTRONICO Y EL SOLIDO

Cuando un haz de electrones incide sobre un material pueden ocurrir varios procesos, los que podemos ilustrar esquemáticamente en la Fig. 2.1.1, Todas estas señales pueden ser

detectadas y amplificadas convenientemente con dispositivos adecuados al caso. Lo importante de todos estos tipos de interacciones es que provee de distinta información acerca del material estudiado, por lo que describiremos con cierto detalle la naturaleza de cada uno de ellos.

2.1.1 Electrones retrodispersados. Son aquellos que se desvían del haz hacia atrás debido a la dispersión elástica producida por los núcleos de los átomos de la red; por lo tanto su energía está muy cerca a la del haz incidente, esto ocurre muy cerca de la superficie de incidencia por lo que el número de electrones dispersados a un ángulo dado dependerá de la posición del área donde inciden los electrones, es decir dependen principalmente del ángulo de incidencia relativa. Al barrer distintas zonas de la muestra tendremos variaciones de la intensidad de electrones retrodispersados a un ángulo dado (ángulo de observación), y el resultado será una imagen de la topografía superficial de la muestra, además la intensidad del haz retrodispersado está determinada principalmente por la probabilidad de que el electrón sea absorbido; entonces podemos esperar que la intensidad del haz retrodispersado aumente cuando se incrementa el número atómico de los elementos que forman el sólido, esto nos permite detectar zonas de diferentes composiciones en el material. La orientación cristalina influye también en la probabilidad de retrodispersión del electrón a través de la variación de la sección transversal efectiva con que este incide en el sólido, por lo tanto es de esperarse que podamos ver los granos, precipitados y en general transportar las técnicas metalográficas usuales a la microscopía electrónica.

2.1.2 Electrones secundarios Son originados en el sólido y emitidos como el resultado de la excitación atómica que promueve el haz al incidir; se caracterizan por tener un espectro de energías comparativamente bajo (menores que 50 eV) en relación al haz incidente. Pueden ser recolectados colocando una placa a potencial positivo a un lado de la muestra de manera que los electrones retrodispersados no se desvíen mucho. En realidad no todos los electrones secundarios son emitidos por el sólido, sino que existen también electrones de baja energía originados por colisiones enérgicas, **no existe manera práctica de distinguir**

los unos de los otros, por lo que todos los electrones de baja energía son clasificados como secundarios.

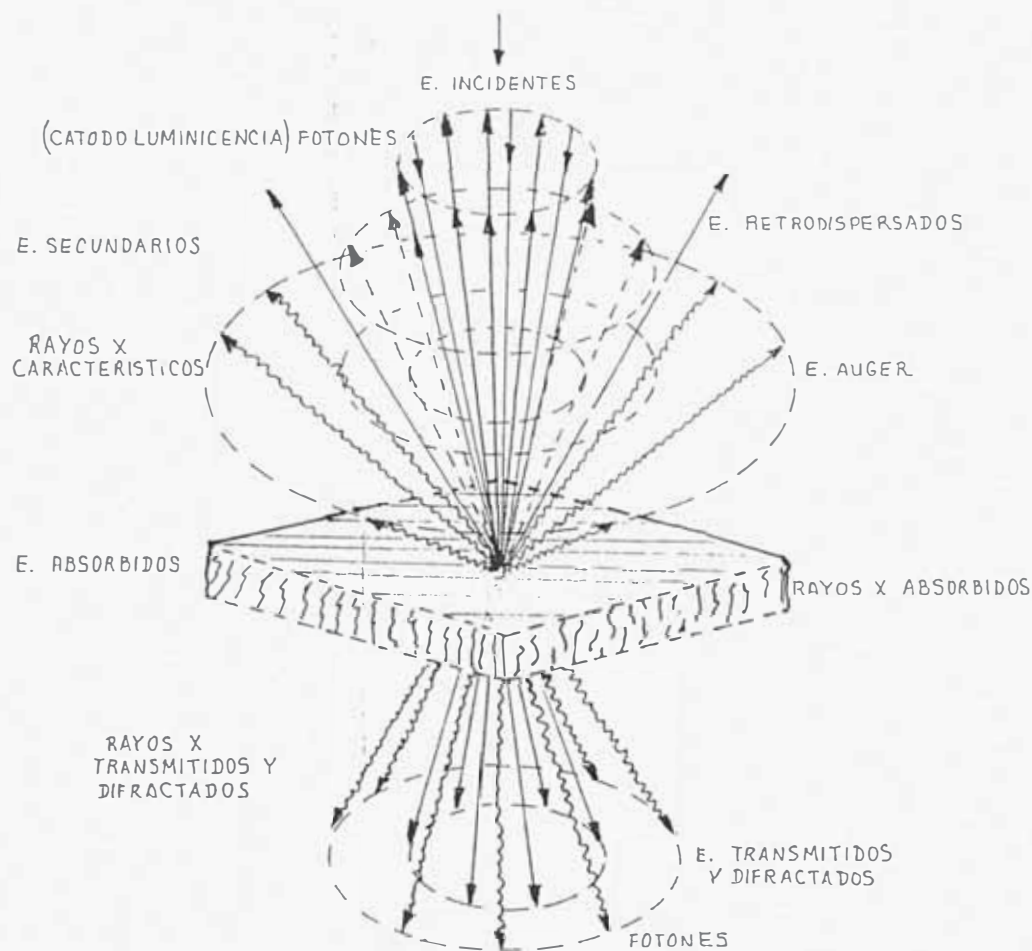


Fig. 2.1.1 Diversas interacciones de los electrones con el sólido.

La emisión de secundarios depende tanto de la densidad como topografía del sólido (y un poco de la cristalografía), por lo que podemos formar con ellos imágenes parecidas a las de electrones retrodispersados.

2.1.3 Electrones absorbidos Los electrones que pierden energía y no pueden salir del sólido pueden ser detectados si ponemos electrodos en la muestra, de manera que cualquier exceso de carga fluya a través de ellos a tierra. Cualquier incremento local en el número de electrones que abandonen el sólido (dispersados o emitidos) causa el incremento correspondiente en la corriente de absorbidos, por lo que la detección de estos electrones

produce un contraste complementario al obtenido por los electrones retrodispersados y los secundarios cuando se barre la superficie de la muestra. Además si alternativamente aplicamos una tensión via los electrodos, los nuevos portadores de carga producirán cambios locales en la conductividad de la muestra, de manera que esta técnica puede ser usada para examinar con éxito variaciones de la resistividad en juntas semiconductoras.

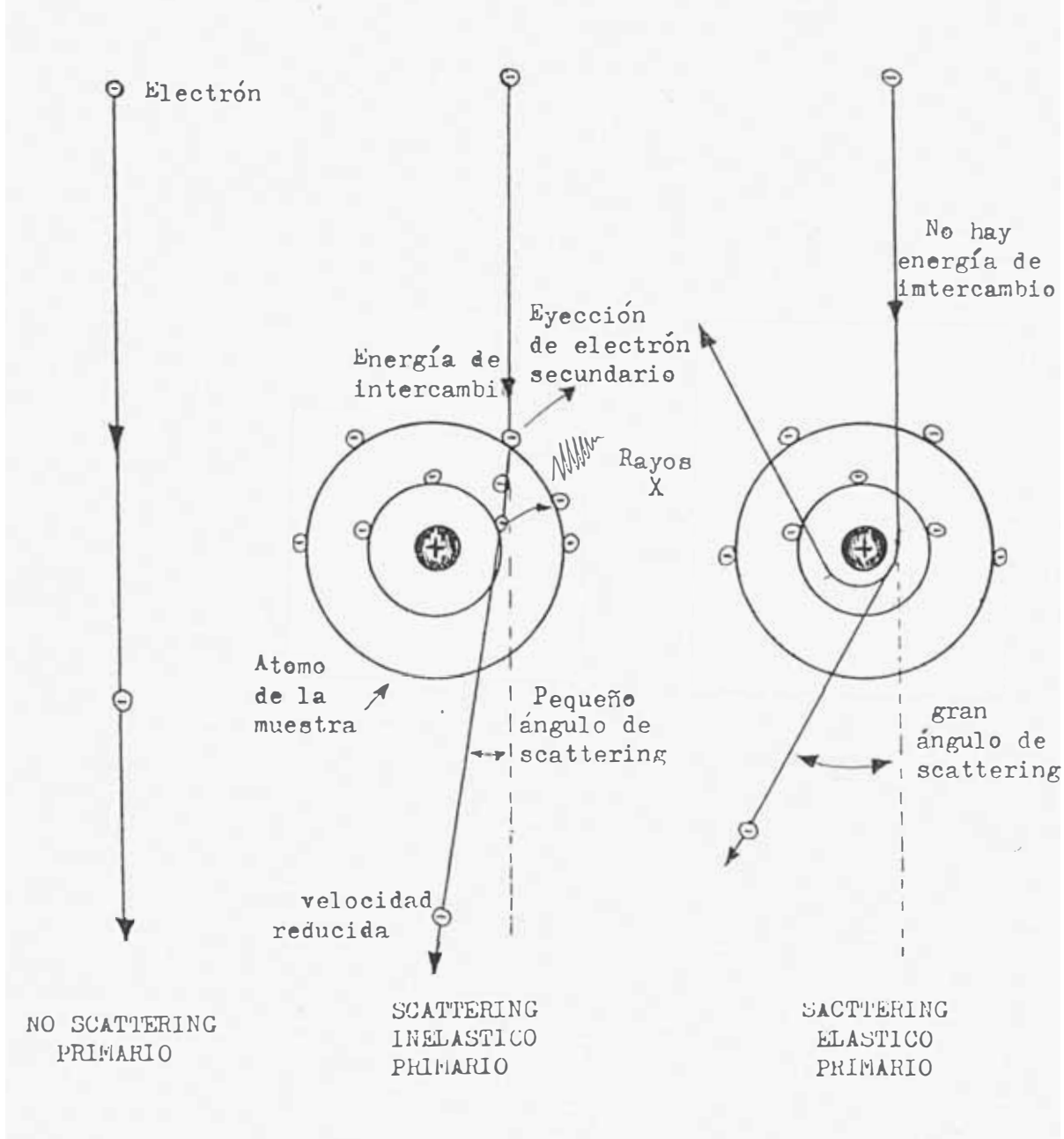


Fig. 2.1.2 Principales formas de interacción de electrones de alta energía con los átomos de la muestra.

2.1.4 Rayos X característicos y electrones Auger. Es de esperarse que se emitan rayos X característicos debido a las transiciones de los electrones excitados por el haz primario, por lo que si utilizamos algún espectrometro apropiado, y un detector tipo Geiger o un fotomultiplicador, podremos construir un perfil de intensidades y conocer tanto los elementos que componen la muestra, así como su concentración; es decir, podemos realizar un análisis químico. Podría suceder alternativamente que el átomo excitado regrese a un estado de energía menor emitiendo uno de sus electrones en vez de rayos X, tales electrones, llamados Auger en honor a su descubridor, se caracterizan por tener valores bien definidos de energía, totalmente característicos de cada sustancia, por lo tanto pueden usarse para un análisis químico.

2.1.5 Electrones transmitidos y difractados Estos son los electrones del haz incidente que logran atravesar la muestra estudiada y llevan información sobre la estructura interna de la misma; la formación de una imagen a partir de estos electrones es lo que constituye la microscopía electrónica de transmisión. El estudio del mismo forma la parte principal de este trabajo.

Debemos resaltar algo que parece obvio: la intensidad del haz transmitido aumenta cuando se incrementa la energía del haz incidente y disminuye cuando se incrementa el grosor de la muestra observada. Para dar una idea del orden de magnitud del espesor de las muestras usadas diremos que para una tensión de aceleración de 100 kV el límite superior para la transmisión en aluminio es de 10 000 Å. Esta es la razón por la que a veces se nombra a esta técnica como la microscopía de láminas delgadas.

De los fenómenos mencionados anteriormente se pueden inferir que tenemos dos posibles maneras de formar una imagen: una consiste en enfocar el haz sobre una área muy reducida de la muestra y rastrear la superficie de la misma, moviendo el haz y detectando en cada punto o localización temporal del haz, una intensidad promedio; esto es lo que se llama microscopía electrónica de barrido (Scanning microscopy). La otra consiste en iluminar una área relativamente grande de la muestra con un haz fijo y adaptar un sistema electro-óptico

para la amplificación de la imagen; esto es lo que se conoce como microscopía electrónica convencional, que como podemos apreciar es de haz transmitido. Ambos sistemas pueden ser usados en la microscopía de transmisión y en este caso el instrumento adopta los nombres de microscopio electrónico de barrido-transmisión (STEM) y microscopio electrónico de transmisión convencional (TEM), respectivamente.

En la fig. 2.1.3 podemos apreciar las profundidades de penetración características de los electrones.

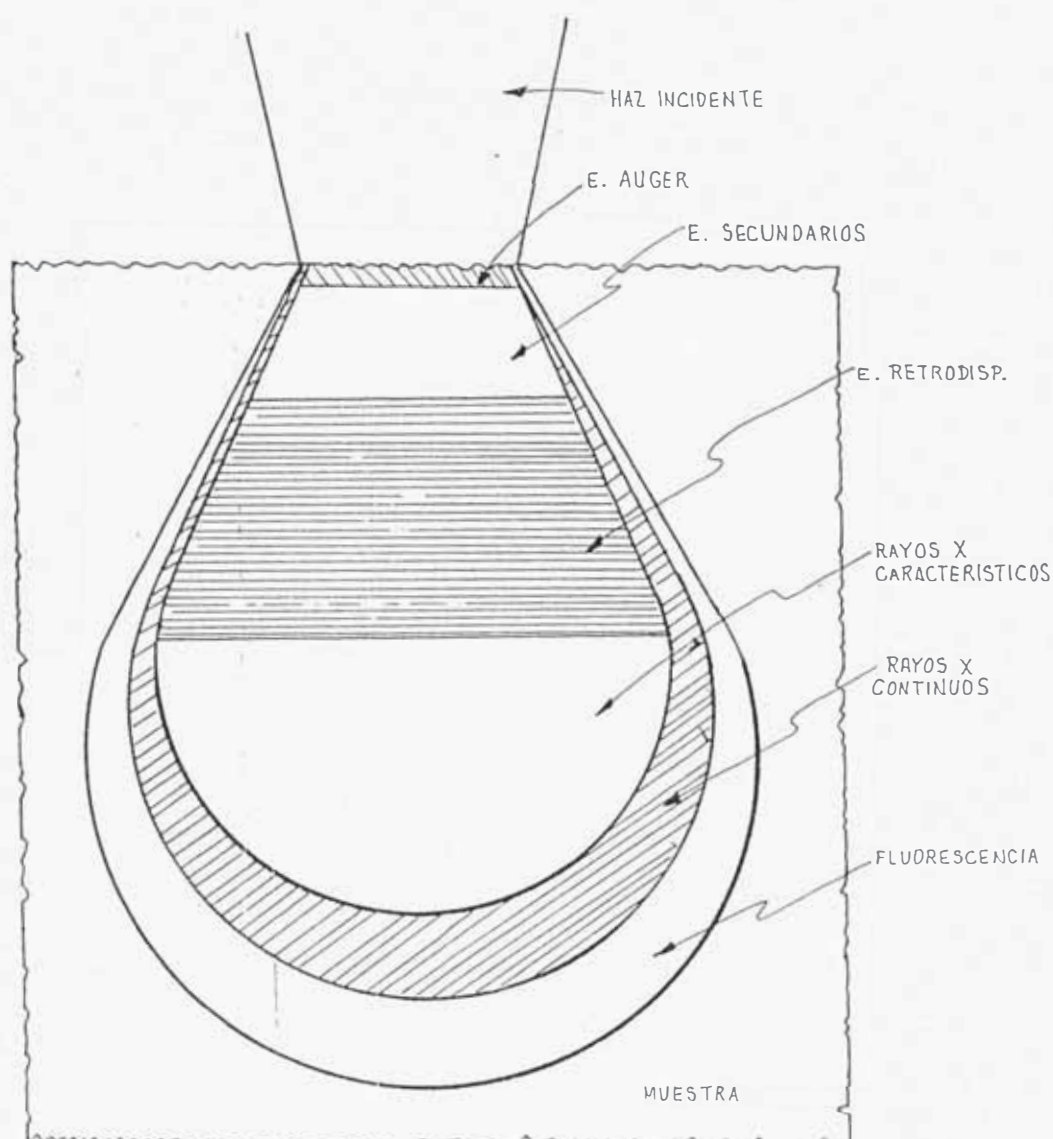


Fig. 2.1.3 Penetración de los electrones en el sólido y sus respectivas zonas de interacción.

2.2 OPTICA ELECTRONICA

El electrón al moverse con velocidad v dentro de campos eléctrico y magnético, es afectado por una fuerza F denominada fuerza de Lorentz, cuya representación matemática es:

$$\mathbf{F} = -e (\mathbf{E} + \mathbf{v} \times \mathbf{B}) \dots\dots\dots(2.1)$$

Esta fuerza hace que el electrón modifique su velocidad original, un caso especial de éste cambio se produce por medio de lentes magnéticas o electrostáticas, las que son diseñadas con un eje de simetría, para actuar sobre un haz de electrones que se mueven con velocidades idénticas.

2.2.1 RADIACION ELECTRONICA

El electrón puede ser considerado de acuerdo a su naturaleza dual como una onda-partícula que transporta una carga $-e$ y una masa en movimiento m , recordemos que el poder resolvente de un instrumento óptico está limitado por la longitud de onda de la radiación, y para obtener resoluciones del orden atómico es necesario que la radiación usada tenga la longitud de onda aproximadamente de 0,1 nm. [Nordén], [Wingsbo].

El electrón puede ser acelerado hasta darle una gran energía, ello logra disminuir su longitud de onda asociada, este electrón luego de ser acelerado se deja mover libremente con velocidad constante muy elevada, y en estas condiciones sus trayectorias pueden ser conducidas o manejadas mediante campos eléctricos o magnéticos lo que se hace con ayuda de las lentes electrónicas (pudiendo ser electrostáticas o magnéticas).

2.2.2 VARIACIONES DE LA LONGITUD DE LAS ONDAS ELECTRONICAS

Por el postulado de De Broglie, la longitud de onda λ asociada a una partícula es:

$$\lambda = h / p = h / m v \dots\dots\dots(2.2)$$

donde h es la constante de Planck, p es el momentum de la partícula, m es la masa del electrón en movimiento y v es la velocidad de la partícula.

La energía cinética E_k no relativista de un electrón, que alcanza una velocidad v luego de ser acelerado por una diferencia de potencial V está dado por: $E_k = [m_0 v^2] / 2 = e V$ del cual despejamos v y obtenemos:

$$v = [2 e V / m_0]^{0.5} \dots\dots\dots(2.3)$$

y la correspondiente longitud de onda asociada es:

$$\lambda = h / m_0 v = h / [2 e m_0 V]^{0.5} \dots\dots\dots(2.4)$$

$$\text{ó } \lambda = (1,226 / V^{0.5})\text{nm} \dots\dots\dots(2.5)$$

donde: $h = 6,626 \times 10^{-34}$ Js, $m_0 = 9,109 \times 10^{-31}$ kg, $e = 1,602 \times 10^{-19}$ C

estando V en voltios.

Las diferencias de potencial usadas comunmente en microscopia electrónica son mayores a 15 kV; para tensiones mayores a 100 kV se tiene que tomar en cuenta los cambios relativísticos:

En efecto, en este caso la longitud de onda λ esta dada por:

$$\lambda = h / p = h / m v \dots\dots\dots(2.6)$$

donde m es la masa relativística, la cual se relaciona con la masa en reposo m_0 por:

$$m = m_0 / [1 - (v/c)^2]^{0.5} \dots\dots\dots(2.7)$$

donde c es el módulo de la velocidad de la luz en el vacío.

Para la energía cinética E_k ; esta dada por:

$$E_k = [m - m_0]c^2 = e V \dots\dots\dots(2,8)$$

Eliminando v se obtiene: $\lambda = h \{ 2 m_0 e V [1 + e V / 2 m_0 c^2] \}^{-0.5}$

esto es:

$$\lambda = 1,226 \text{ nm } (V(1 + 9,788 V 10^{-7}))^{-0.5} \dots\dots\dots(2.9)$$

donde $(9,788 \times 10^{-7})$ es el factor relativístico, si V se esta midiendo en Voltios.

CUADRO 2.1

VALORES TIPICOS PARA ELECTRONES ACELERADOS

V(kV)	$\lambda(\text{nm})$	$(\lambda\text{nm})^{-1}$	m/m ₀	v/c
1	0,03876	25,80	1,00196	0,0625
20	0,0086	116,40	1,0391	0,2719
50	0,00536	186,7	1,0978	0,4127
100	0,00370	270,2	1,1957	0,5482
1000	0,00087	1147	2,9569	0,9411

2.3 LENTES ELECTRONICAS

La característica mas importante de una lente electrónica ideal es su simetría axial eléctrica o magnética, según sea el caso, y que trabajen dentro de la aproximación paraxial de Fraunhofer; para los rayos no paraxiales, las lentes manifiestan usualmente distintos tipos de aberraciones. [Meeth]

Las lentes magnéticas o electrostáticas pueden ser usados para los mismos fines, pero la mayoría de los modernos microscopios usan lentes magnéticas por dos importantes razones:

1. Se pueden construir lentes magnéticas de gran potencia óptica, lo que facilita el aumento de la magnificación además de poseer pequeña aberración esférica.
2. Las lentes electrostáticas requieren altas tensiones y ello crea problemas principalmente de aislamiento.

Un electrón moviéndose en una región con un potencial electrostático variable $V(\mathbf{r})$ está sujeto a una fuerza \mathbf{F} proporcional al campo eléctrico \mathbf{E} , tal que:

$$\mathbf{F} = -e \mathbf{E} = e \text{ grad } V(\mathbf{r}) \dots\dots\dots(2.10)$$

2.3.1 LENTES ELECTROSTATICAS

Una lente electrostática simple puede ser construida con dos cilindros coaxiales conductores de igual diámetro y separados por una distancia d (ver fig. Nro. 2.3.1) con potenciales diferentes V_0 y V_1 , Considerando que existe simetría axial en todas las componentes

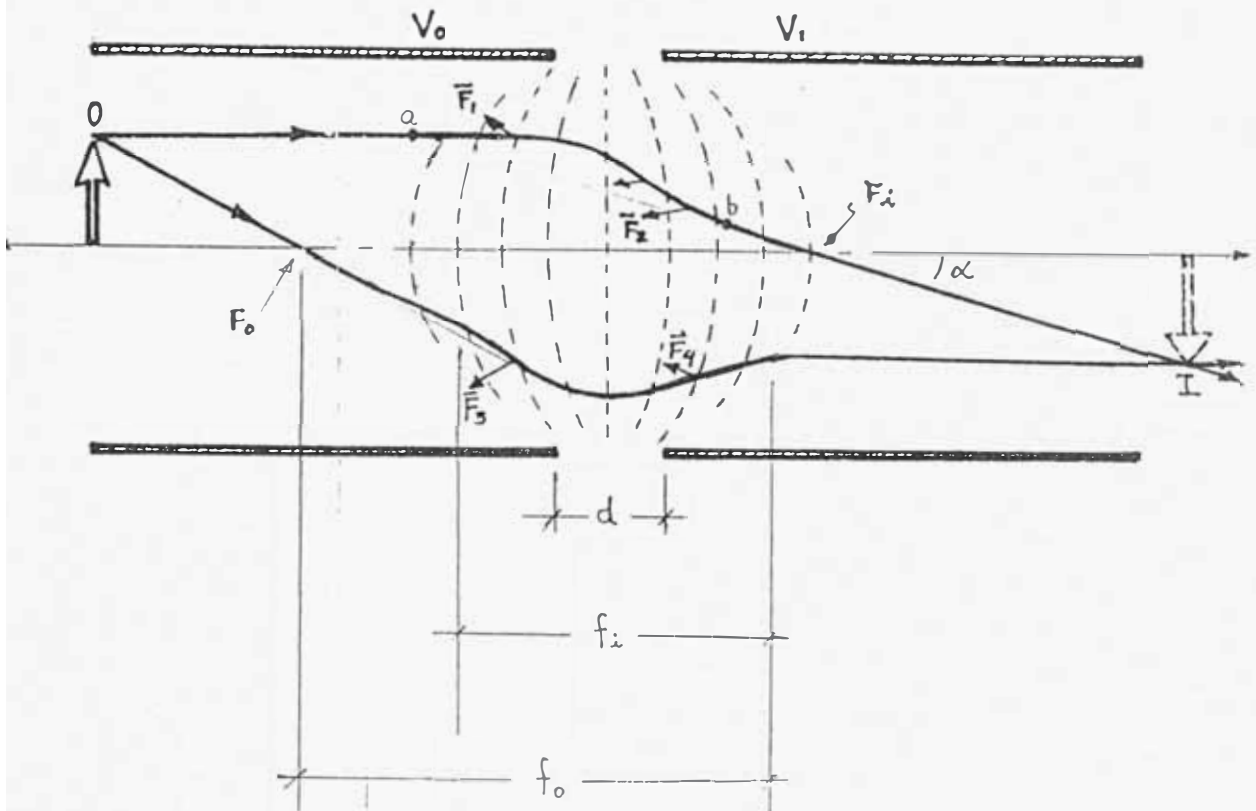


Fig. 2.3.1 Curvas equipotenciales de una lente electrostática simple, y trayectoria de los rayos electrónicos a través de esta.

radiales del campo eléctrico de la lente, un electrón proveniente de O al aproximarse a la "barrera electrostática", en el punto a, experimenta una fuerza con una componente radial y gana cierto impulso en esta dirección; podríamos pensar que en el punto b el electrón gana un impulso igual y de sentido opuesto, pero no es cierto puesto que el electrón ya ha sido acelerado y pasa menos tiempo en la región b y ya que la fuerza es la misma, el impulso en b es menor, de manera que el impulso total alcanzado se dirige finalmente (con un ángulo α)

hacia el eje, haciendo de esta manera coincidir a todos los electrones de igual velocidad incidente (monocromaticos) en un punto I sobre el eje; podemos usar los mismos argumentos para mostrar que el efecto de la convergencia se da sin importar la polaridad del arreglo electrostático.

Existen otros sistemas de lentes, las cuales son asociaciones de lentes simples como por ejemplo la lente EINZEL que son las más usadas en ME.

La fig 2.3.2 nos muestra un esquema de este sistema; consta de tres electrodos coaxiales, la del medio es conectado al cátodo del cañón de electrones (al potencial acelerador) y los otros dos a tierra.

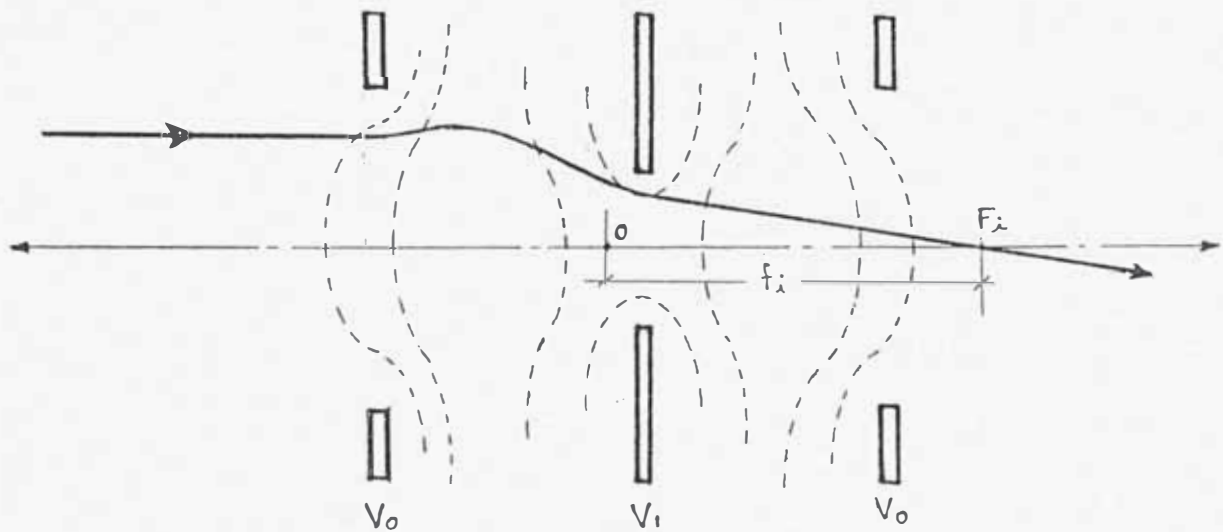


Fig. 2.3.3 Lente EINZEL y una trayectoria electrónica típica.

Las lentes electrostáticas son raramente usados como objetivos por su bajo rendimiento comparado a la lente magnética, por ejemplo a 100 KV se tienen las siguientes características:

L. EINZEL : d. focal = 3 mm $C_s = 10$ mm

L. Magnética: d. focal = 1,5 mm $C_s = 2$ mm

donde: C_s es el coeficiente de aberración esférica.

Sin embargo haremos notar que el cañon de electrones del ME es una lente electrostática donde uno de los electrodos es el filamento y el otro es la cubierta metálica (shild) con su respectivo diafragma, el cual se eleva 100 ó 1000 veces más negativo que el filamento, esto produce un efecto de enfoque primario y ayuda además a lograr la homogeneidad del flujo emitido.

2.3.2 LENTES MAGNETICAS

El funcionamiento de una lente magnética depende esencialmente de la geometría de las piezas polares y son generalmente de la forma mostrada en la fig. 2.3.4 cuyos parámetros importante son: el espacio S entre las piezas polares y los radios R₁ y R₂

La ecuación de movimiento en un campo magnético de simetría axial se denomina: ecuación de rayo paraxial, la que permite predecir generalmente las propiedades del campo en el proceso de formación de imágenes.

Cuando el tratamiento se hace muy cerca del eje de manera que el radio del haz sea pequeño comparado con la distancia f, se obtiene la fórmula de la lente:

$$1 / f = [300 e / 8 m c^2 E] \int_{\text{gap}} (Hz)^2 dz \dots\dots\dots(2.11)$$

$$1 / f = [0,022 / E] \int_{\text{gap}} (Hz)^2 dz \dots\dots\dots(2.12)$$

Donde m y c son las magnitudes usuales y e está en u.e.s, E es la energía del electrón en eV, Hz es la componente Z del campo magnético en Oersteds, f es la distancia focal en cm.

La variación del campo magnético (distribución típica) a través de la lente puede observarse en la fig. 2.3.4 b).

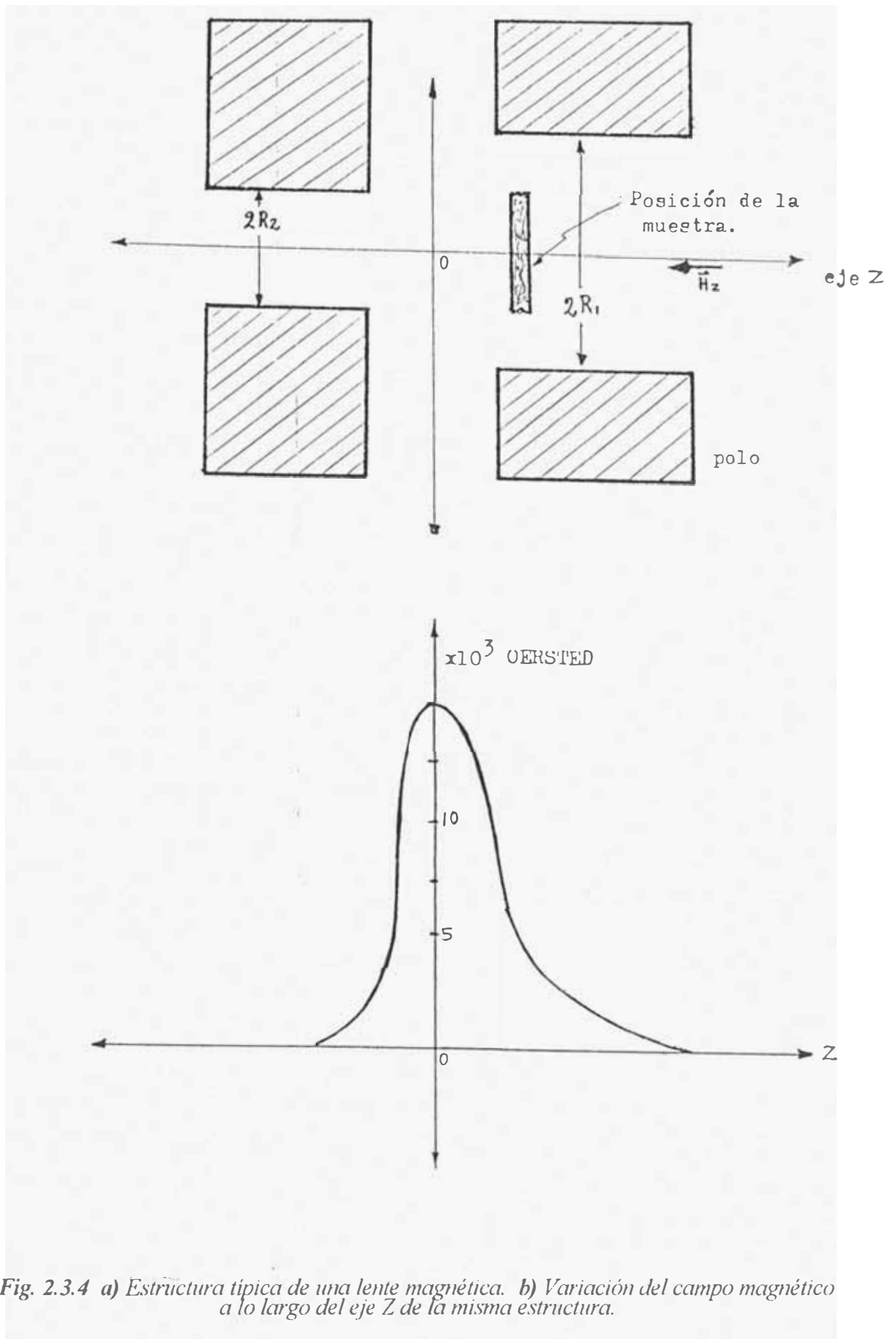


Fig. 2.3.4 a) Estructura típica de una lente magnética. b) Variación del campo magnético a lo largo del eje Z de la misma estructura.

a componente radial de la velocidad del electrón y la componente axial del campo **B**

hace que el plano de movimiento del electrón también rote un ángulo Θ que para una lente típica es:

$$\Theta = [300 e / 8 m c^2 E] \int_{\text{gap}} H z \, dz$$

$$\text{ó } \Theta = [0,148 E^{-0,5}] \int_{\text{gap}} H z \, dz \dots\dots\dots(2.13)$$

donde Θ esta en radianes.

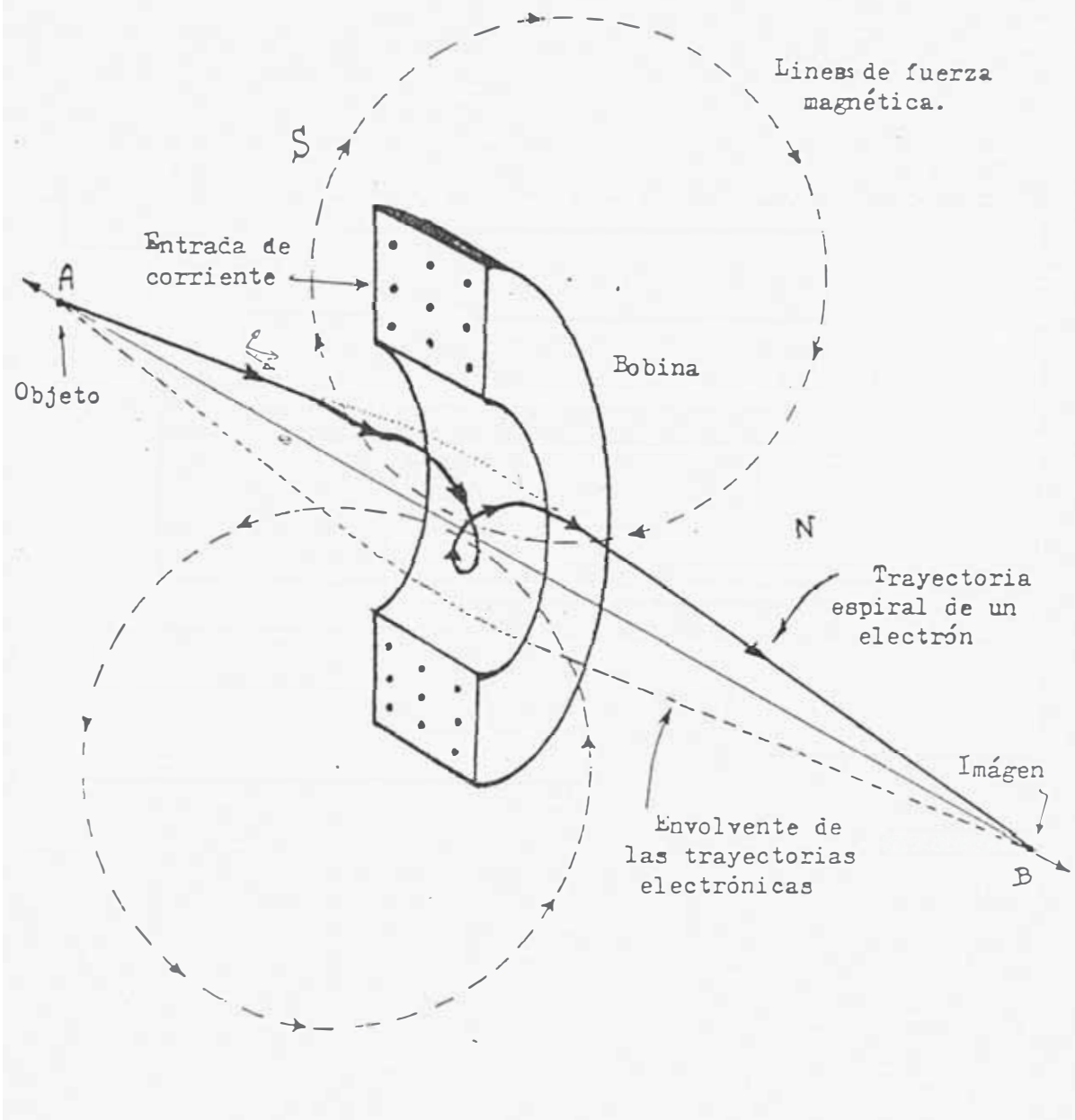


Fig. 2.3.5 Acción del campo magnético de un solenoide sobre un electrón en movimiento.

Como podemos observar, las propiedades de la lente depende de la distribución de la componente Z del campo magnético en la barrera.

La geometría de las piezas polares, la disposición de las mismas, la trayectoria típica de un electrón al pasar por la barrera magnética de una bobina y algunos ejemplos de armaduras ó núcleos de las lentes magnéticas, son mostradas en las figuras siguientes.

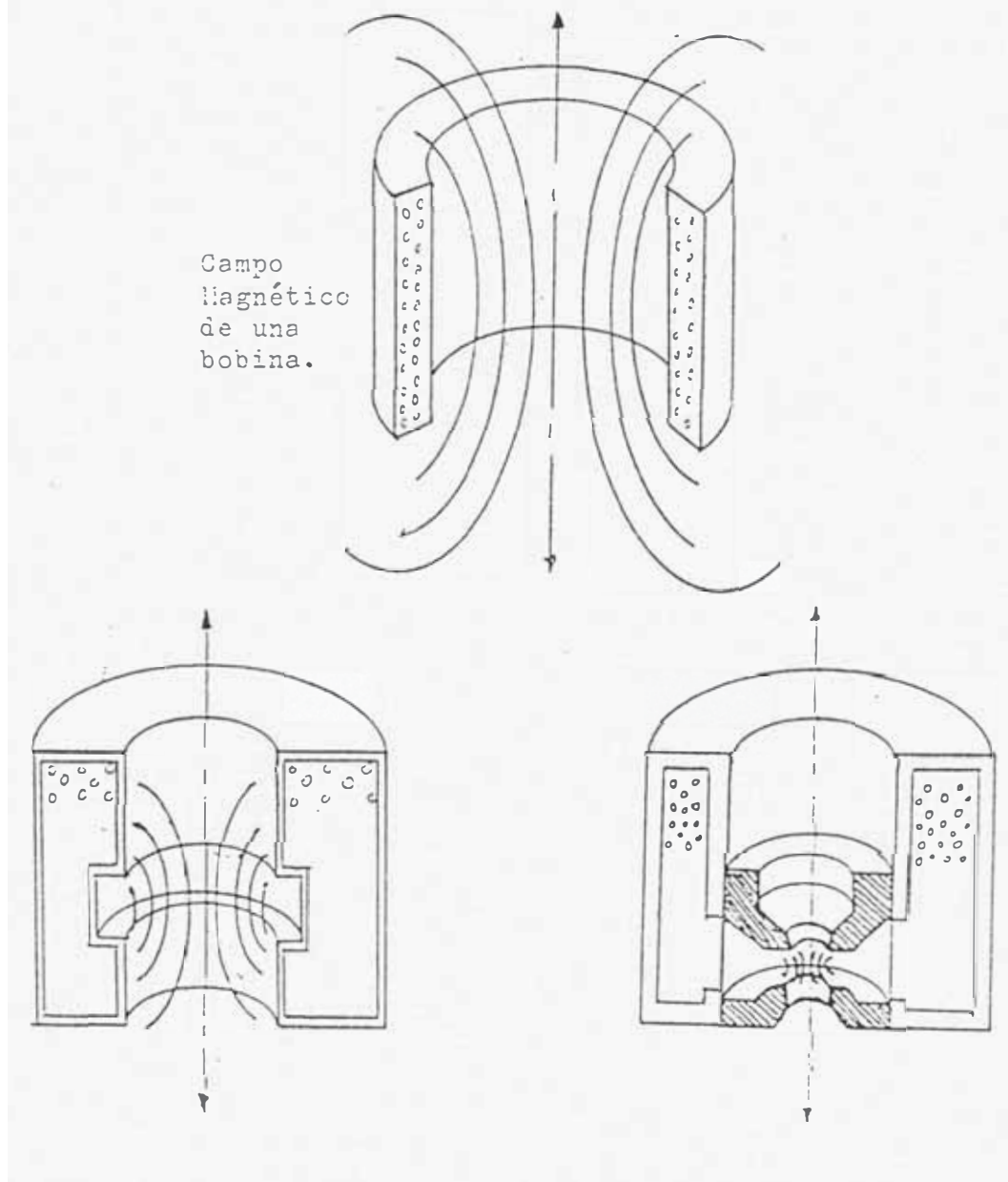


Fig. 2.3.6 Tipos mas comunes de núcleos de las lentes magnéticas.

Características generales de las lentes magnéticas

- Las distancias focales sobre el eje son idénticos a las distancias focales de las lentes dieléctricas para luz visible.
- Ellas sufren de idénticas aberraciones, como son: la cromática, la esférica, la astigmática, etc.
- Producen rotación de la imagen.
- La longitud focal puede ser variada modificando la corriente de la bobina, esto permite controlar la magnificación con la perilla de un reóstato.
- Ellas son generalmente convergente.
- El espacio típico entre polos es de 4 mm.

2.3.3 PRINCIPALES ABERRACIONES

Al tratar del funcionamiento de las lentes electromagnéticas admitíamos que los electrones de igual energía provenientes de un punto se reunían en otro, desafortunadamente esto es solo una apreciación matemática y en la práctica no es valido principalmente porque existen los defectos o aberraciones de las lentes, veremos en esta ocasión solo aquellas que presentan cierta regularidad o simetría y que pueden ser adecuadamente disminuidos. [Hetch], [Lándsberg], [Meeth]

2.3.3.1 ASTIGMATISMO.- Resulta de la falta de simetría en el campo de las lentes (producido por las imperfecciones de la manufactura y/o falta de homogeneidad en el fierro de los núcleos, o suciedad en las piezas polares), produce imágenes parcialmente desenfocadas en donde se nota alguna simetría de tipo elíptico (esto se debe a que los planos de enfoque se separan en uno de enfoque radial y otro de enfoque circular (tangencial), como se muestra en la fig. 2.3.3.1). Como en la práctica es difícil construir lentes perfectamente simétricas, se les añade electroimanes que producen pequeños campos en forma asimétrica

controlables independientemente en la posición del eje de simetría como en la intensidad del campo, llegando a corregir el defecto astigmatico de la imagen, los dispositivos correctores son denominados comúnmente astigmatadores.

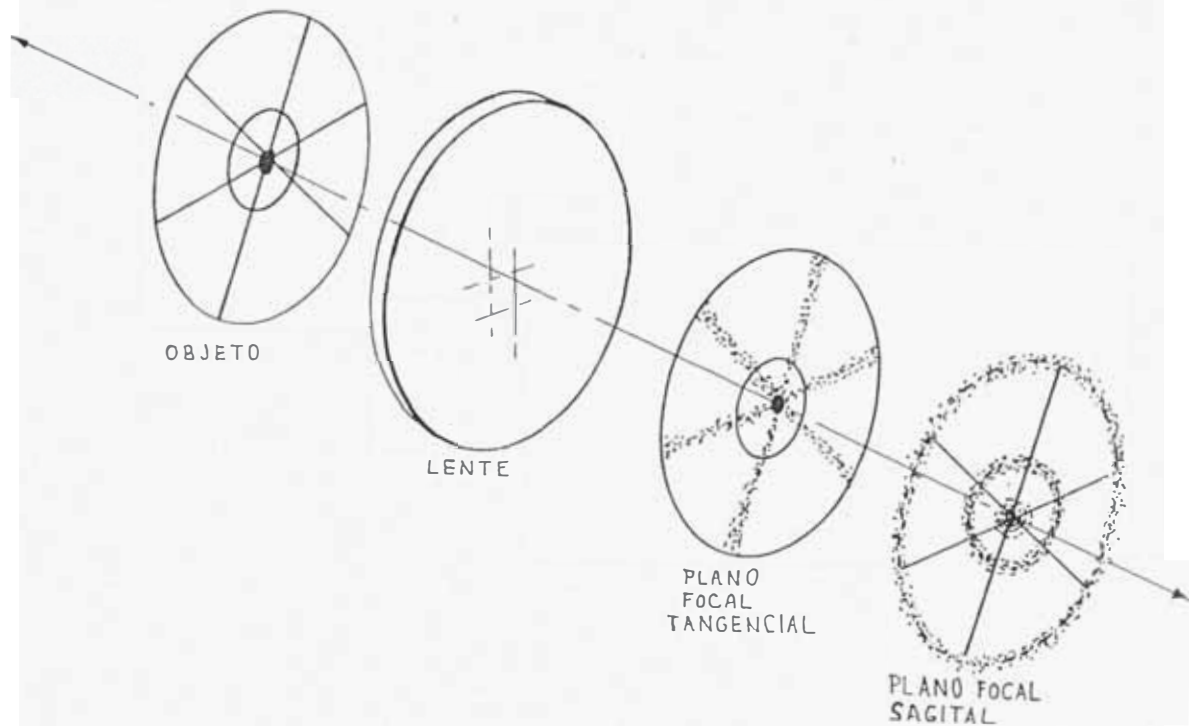


Fig. 2.3.3.1 Esquema de los efectos producidos por la aberración astigmática, mostrando los planos tangencial y sagital de enfoque.

2.3.3.2 ESFERICA.- Es el principal defecto de las lentes los cuales requieren ser convenientemente **minimizados** durante el proceso de fabricación (ya que a diferencia de las otras aberraciones esta no puede ser corregida). Produce imágenes parcialmente desenfocadas y distorsionadas pero manteniendo siempre la simetría axial, su "corrección práctica" se hace en la etapa del diseño, teniendo en cuenta el diámetro del disco de mínima confusión.

En la fig. 2.3.3.2 se tiene, la imagen Gaussiana p' del punto objeto P en el plano de la imagen, el disco de menor confusión tiene un radio:

$$\Delta r_s = Cs \alpha^3 \dots\dots\dots(2.14)$$

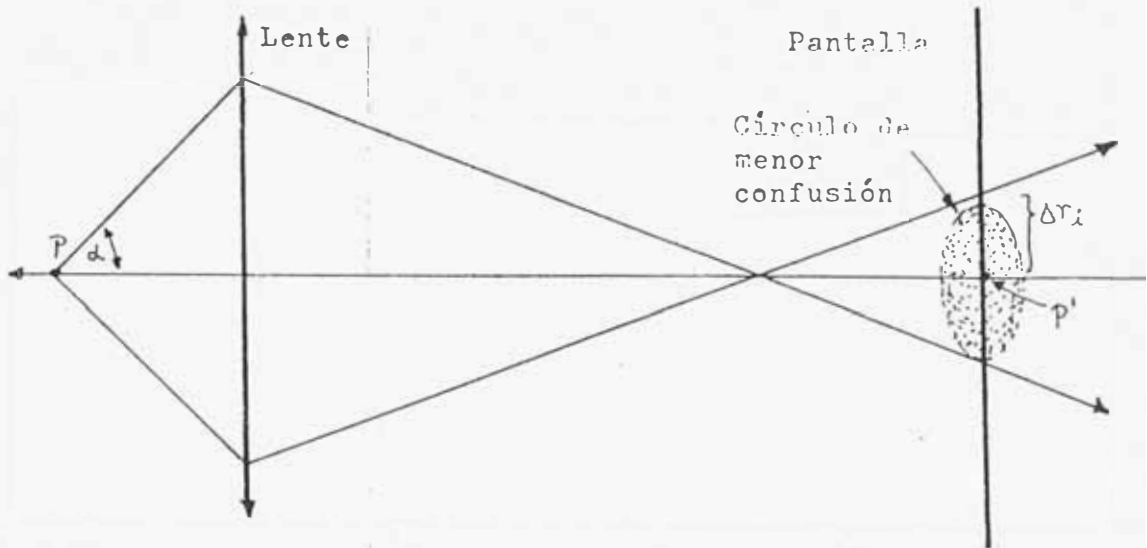


Fig. 2.3.3.2 Forma de determinar la aberración esférica de una lente. P' es la imagen Gaussiana del objeto P y α la semiapertura.

donde: 2α es el ángulo de apertura óptica, Cs es la constante de Aberración Esférica usualmente del orden de los 2 ó 3 mm en objetivos de alta resolución.

2.3.3.3 CROMÁTICA.- Se produce principalmente por la variación energética de los electrones debido a la poca estabilidad del potencial acelerador y por las posibles interacciones inelásticas que ocurrieran al atravesar la muestra (especialmente si son muy gruesas), y se manifiesta desenfocando los bordes de las zonas diferenciadas en su MASA-ESPESOR, cuando las muestras son lo suficientemente delgadas y transparentes (caso en que se produce el scattering elástico), esta aberración no resulta problemática y generalmente pasa desapercibida. [Meeth]

Si el objeto es un punto, el disco de menor confusión formado en el plano imagen tiene por radio:

$$\Delta r_c = f \alpha \Delta E / E \dots\dots\dots(2.15)$$

donde: E es la energía promedio.

ΔE es el ancho de la banda energética.

para una lente esta aberración esta cuantificada por:

$$\Delta r_c = C_c \alpha \Delta E / E \dots\dots\dots(2.16)$$

Donde C_c es la constante de aberración cromática, generalmente del orden de la longitud focal.

Una evidencia experimental nos muestra que para $E = 20$ eV puede ocurrir (tomando C_c para 100KV) con $\alpha = 0,006$ rad que:

$$\Delta r_c = C_c \alpha \Delta E / E = 25 \text{ \AA}$$

Este valor común nos indica que el poder resolvente está entre 20 y 30 \AA , usualmente obtenidos por transmisión sobre las películas metálicas delgadas.

2.3.3.4 COMA, Esta aberración proviene de las diferencias en la distancia focal de los rayos que inciden sobre la lente haciendo un ángulo distinto de cero con el eje óptico, es decir, el disco que es imagen de un punto sobre el eje óptico, adquirirá una forma de cometa (parecida a la de una coma) cuando es la imagen de un punto objeto fuera del eje. Cualquier deslizamiento mecánico del sistema de lentes en el microscopio contribuirá severamente a producir coma: sin embargo, esta aberración puede ser eliminada casi por completo alineando completamente el haz y corrigiendo la dependencia axial del campo de las lentes.

2.3.3.5 CURVATURA DE CAMPO, Esta aberración forma imágenes en una superficie esférica, y por lo tanto la imagen no podrá ser enfocada en el plano, se forma debido a que los discos de confusión mínima (que se forman de puntos objeto de diferentes distancias al eje) no son coplanares. Esta aberración se puede corregir en forma análoga a la coma, modificando convenientemente la forma del campo de las lentes.

2.3.3.6 DISTORSION, Esta aberración se manifiesta como deformaciones en la imagen causadas por defectos en la geometría de las lentes. Frecuentemente la correcciones de estos defectos es consecuencia de corregir la coma.

2.3.3.7 PROFUNDIDAD DE CAMPO Y PROFUNDIDAD DE FOCO

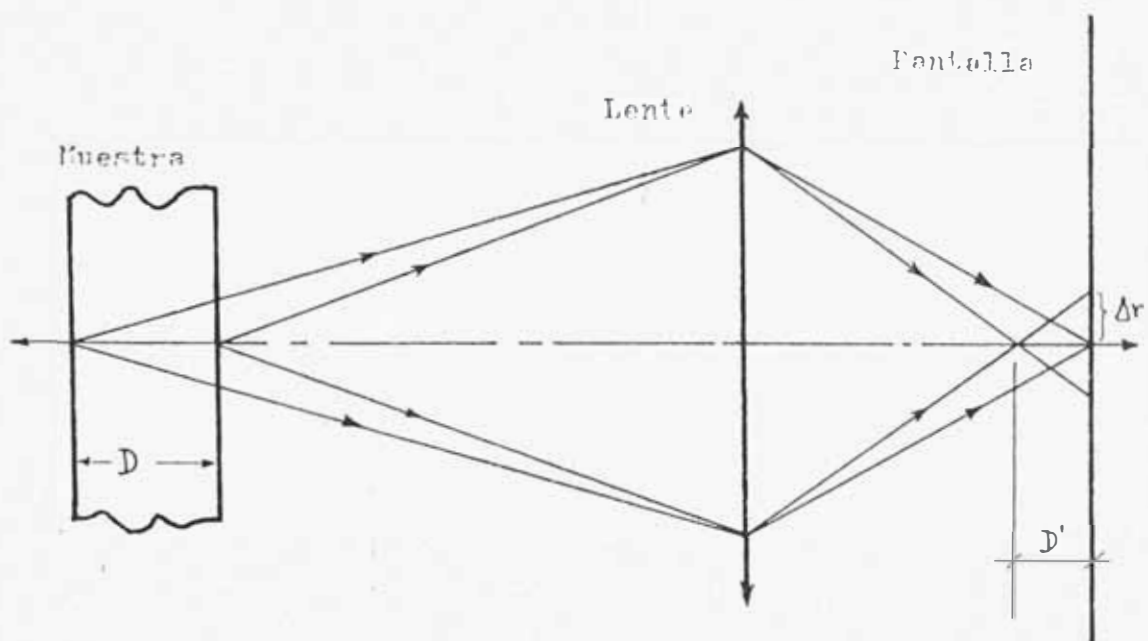


Fig. 2.3.3.7 Esquema para visualizar la profundidad de campo D y la profundidad de foco D' .

La distancia entre dos planos limitantes sobre las caras planas de la muestra; están relacionados con la semiapertura α y la resolución d por:

$$D = 2 \delta / \alpha \dots\dots\dots(2.17)$$

si $\delta = 20 \text{ \AA}$ y $\alpha = 6 \times 10^{-3} \text{ rad.}$ entonces $D = 7000 \text{ \AA}$.

Este detalle puede observarse en la proyección tridimensional, localizando el plano imagen obtenido.

En el caso de contraste directo obtenido por una alta magnificación; la distancia D' en el espacio de imagen final correspondiente a una D en el espacio objeto se llama profundidad de foco. (ver fig. 2.3.3.7).

2.3.3.8 CRITERIO DE RAYLEIGH'S Y EL PODER RESOLVENTE

En la fig. 2.3.3.9 q es un punto de la imagen difractada del objeto O , denominaremos q_1 al radio medido desde el centro al primer anillo oscuro el mismo que satisface:

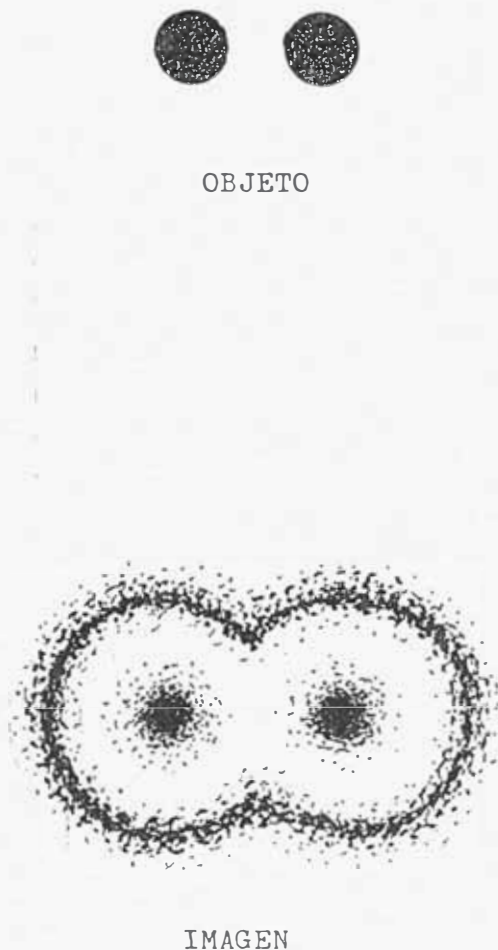


Fig. 2.3.3.8 Imagen resuelta según el criterio de Rayleigh de un objeto consistente de dos puntos.

$$q_1 = 1,22 R \lambda / 2 a = 0,61 R \lambda / a$$

Para una lente enfocada sobre la pantalla σ , $f \cong R$

y así: $q_1 = 1,22 f \lambda / D$ donde $D=2a$

La difracción de cada punto objeto tiene un límite máximo en el cual se obtiene una imagen de buena calidad, esta condición es satisfecha cuando:

$q_1=1,22 f \lambda/D$, esto da $\Delta\Theta=1,22 \lambda/D$ ya que $q_1/f = \text{sen } \Delta\Theta = \Delta\Theta$

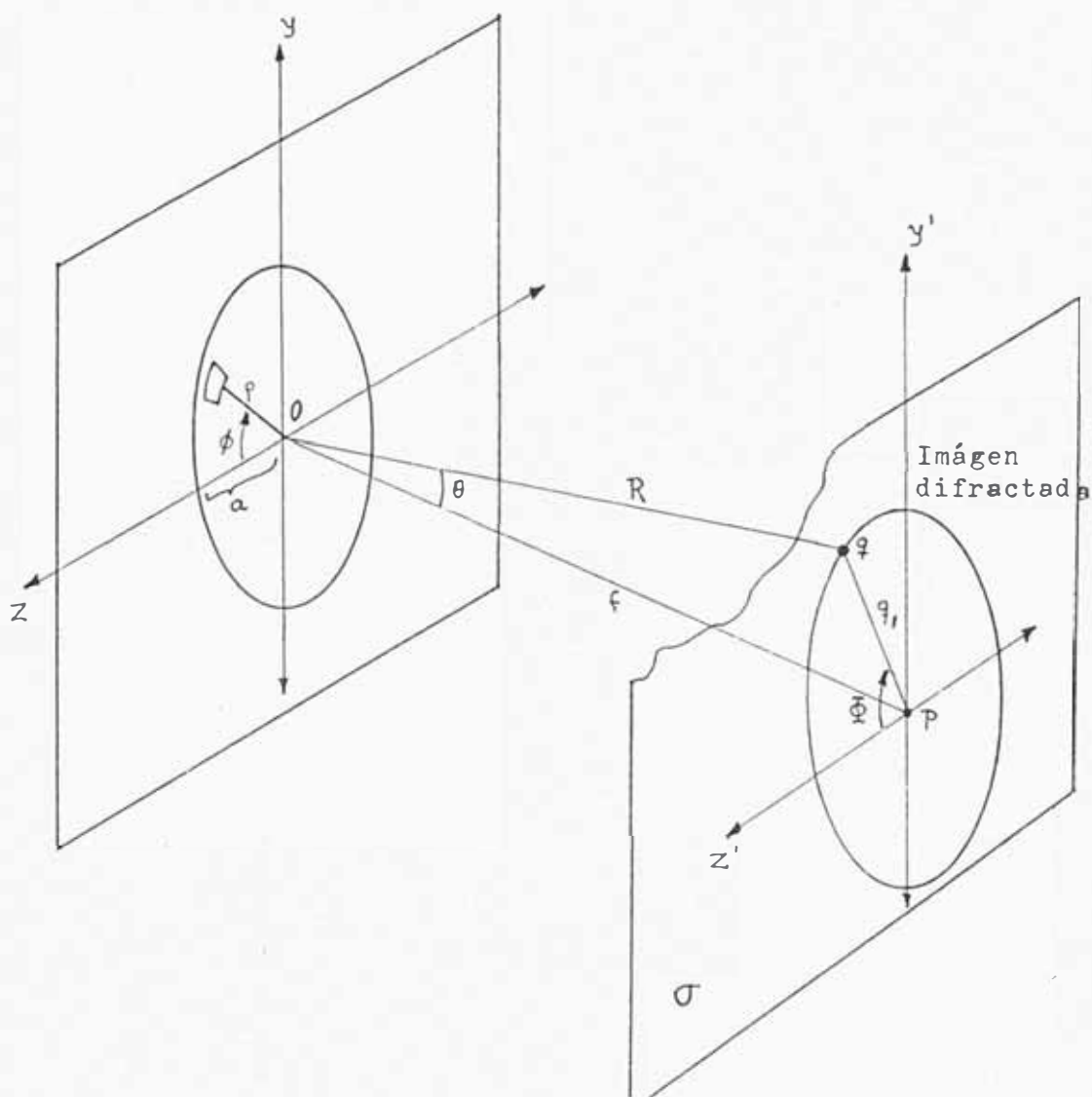


Fig. 2.3.3.9 El disco de Airy para cada punto O se extenderá sobre un ancho angular medio alrededor de su imagen geométrica puntual.

El disco de Airy para cada punto se extenderá sobre un ancho angular medio Θ alrededor de la imagen geométrica puntual, si la separación angular de los puntos es $\Delta\phi$ y si $\Delta\phi > \Delta\Theta$ las imágenes serán distintas y fácilmente resueltas, a medida que los puntos se aproximen uno a otro sus imágenes se superponen y forman una zona donde se mezclan las franjas. Adoptando el criterio de Lord Rayleigh, se dicen que **"dos puntos están resueltos cuando el centro de un disco de Airy cae en el primer mínimo del patrón de Airy del otro punto imagen"**. (Ver fig. 2.3.3.9)

La separación angular mínima resoluble ó límite angular de resolución es:

$$(\Delta\phi)_{\text{mim}} = \Delta\Theta = 0,61 \lambda / a = (\Delta l)_{\text{mim}} / f \dots\dots\dots(2.18)$$

donde $(\Delta l)_{\text{mim}} = 0,61 f1 / a$ es la separación mínima de los puntos para que pueda ser resuelto según Raileigh. (ver Fig. 2.3.3.8)

2.4 OPERACION DE ALTA RESOLUCION

Una adecuada definición del término alta resolución (AR) es muy controvertida en el campo de la microscopía electrónica, porque existen numerosos problemas para lograr imágenes con detalles de 5 Å ó menos, la razón principal se debe a la formación de una estructura fina de las zonas de Fresnel, la que hace formar imágenes espúreas, aún cuando este bien focalizada la muestra, poniendo de manifiesto una "granularidad desenfocada", lo cual lleva frecuentemente a interpretaciones equivocadas de la alta resolución

El poder resolvente es muy difícil de medir objetivamente, el método empleado para ello consiste en calcularlo a partir del coeficiente de aberración esférica, la longitud focal del objetivo y demás lentes, los cuales son conocidos. El problema de la microscopía de alta resolución se hace con aproximación y de acuerdo a los instrumentos con que se cuenta.

En la práctica el término AR se emplea cuando se trabaja con muestras cuyos detalles que se observan miden alrededor de 5 Å, para los ME de alta performance, y una resolución mediana entre 8 y 15 Å en ME de mediana performance.

El término AR se emplea en los libros para mencionar el máx. poder resolvente de un ME, el operador que trabaja en este modo tiene que tener amplia experiencia, teniendo que seguir generalmente antes de una sesión de AR los siguiente pasos:

- Limpieza de la columna. (Diafragmas y descontaminador).
- Chequeo del proceso de evacuación.
- Descontaminación de la muestra y secado de la columna.
- Estabilización térmica de la muestra.
- Chequeo de la estabilización eléctrica
- Afinamiento del alineamiento.
- Prendido del sistema de AT y del filamento por lo menos una hora antes de la sesión de AR.
- Distribución del tiempo, en el cual se tenga menor fluctuación de la tensión de línea (generalmente en altas horas de la noche), menor ruido y menor variación de campo magnético externo.
- La preparación de la muestra se hace especialmente para este propósito, generalmente sobre finas y limpias películas de carbón.

2.5 DIFRACCION ELECTRONICA DE AREA SELECTA

El tamaño del patrón de interferencia logrado en forma directa por el ME tiene dimensiones tan pequeñas, que se hace necesario usar el sistema formador de imágenes para poder ampliarlo. (ver fig. 2.5).

Para lograr un patrón dimencionalmente óptimo, se opera en el modo DI, luego se calibra usando una muestra que actúe como etalón; en ella interviene la distancia existente entre la muestra y la pantalla a la cual se denomina "longitud de cámara" L , el cual es un dato importante para futuros cálculos.

El método de difracción produce un patrón de interferencias correspondientes a todo el área iluminada de la muestra, lo cual produce generalmente patrones borrosos y poco utiles, recomendandose por este motivo analizar áreas menores.

Cuando se quiere examinar una área menor, se procede a apantallar los pinceles difractados de las zonas que causan la distorsión haciendo uso del diafragma de area selecta. Esta técnica también es usado en el modo de operación IMAGEN cuando se requiere reducir el campo de la imagen, y en este caso la técnica se denomina AREA SELECTA. La fig. 2.5 nos muestra la marcha de los rayos cuando se hace uso de la técnica de AREA SELECTA.

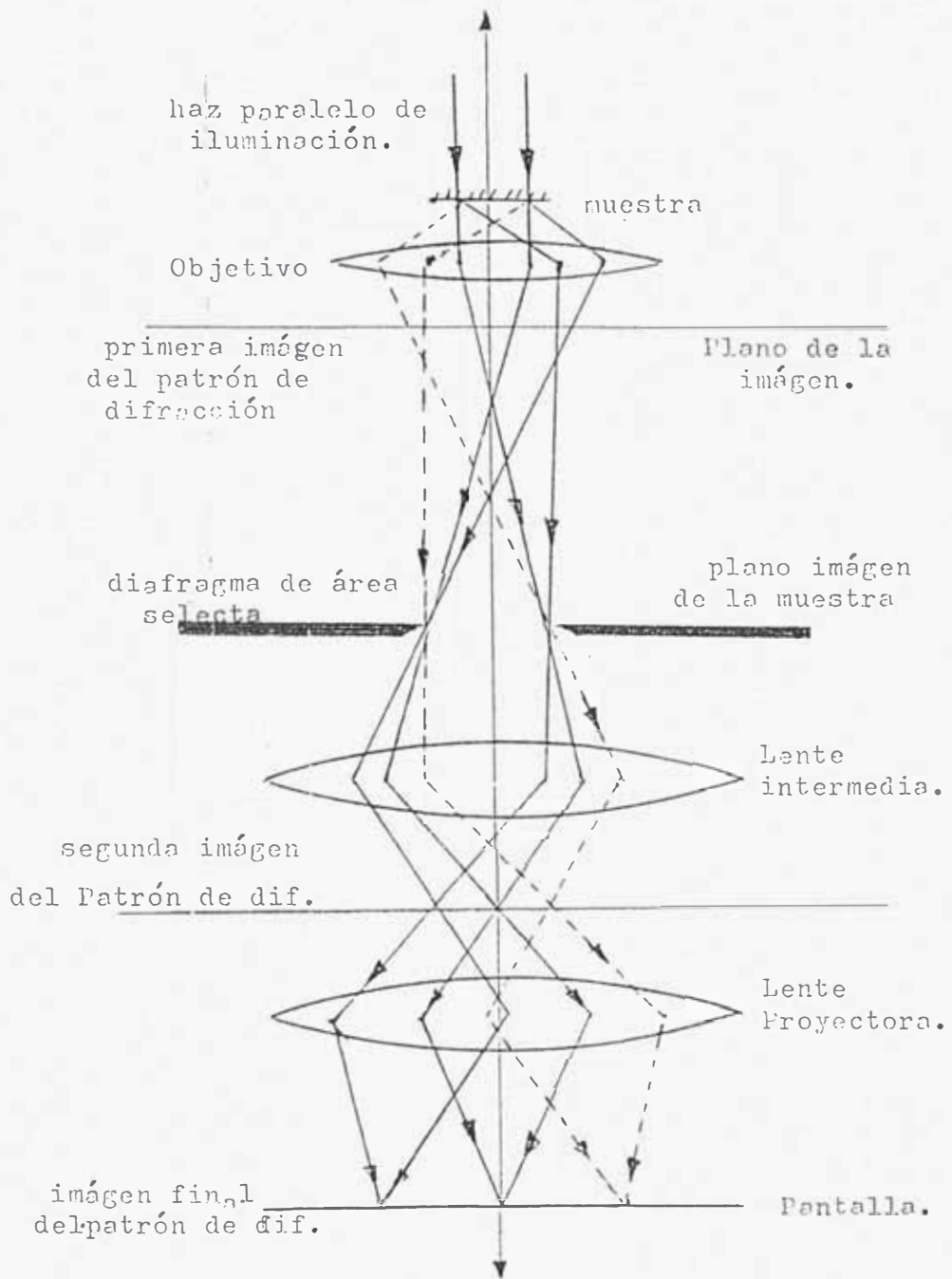


Fig. 2.5 Diagrama de rayos para la difracción de área selecta, mostrando la apertura especial denominada diafragma de área sdelecta.

2.6 CAMPO OSCURO (ESTRIOSCOPIA)

Este método de formación de imagen solo usa los electrones dispersados por la muestra, los que son seleccionados por la apertura del objetivo en la operación normal de transmisión. El haz principal pasa a través de la muestra y es deflectada o interceptada antes de llegar a la pantalla.

Los tres métodos para obtener imagen de campo oscuro son:

- a. Haz de iluminación inclinado, el cual no pasa por el eje de la lente objetivo.
- b. Moviendo el diafragma del objetivo a un lado, de modo que intercepte al haz principal, solo los electrones dispersados entran al sistema formador de imágenes en forma asimétrica.
- c. Usando un diafragma especial de Objetivo, que tiene una barrera central que intercepta el haz principal.

El diagrama de rayos para los tres métodos esta mostrado en la fig. 2.6

La desventaja del primer método es que el haz dispersado pasa asimétricamente por el sistema formador de imágenes, y es necesario que la aberración cromática sea disminuido al mínimo, este método es llamado algunas veces "operación AR de campo oscuro", pero el término AR quiere decir que simplemente la AR puede tambien ser obtenido por estos métodos. Para lograr esto requiere adicionalmente de un sistema de inclinación del haz de iluminación, lo que muy pocos instrumentos llevan incorporados.

La forma de inclinar el haz se puede hacer incorporando un sistema de doble deflexión inmediatamente después del segundo condensador. El primer par de bobinas deflectoras provee al haz la inclinación requerida, este método tiene la ventaja de que la bobina deflectora tiene una llave de encender y apagar, dando inmediatamente el campo oscuro con todos los ajustes requeridos.

El segundo método es mas simple, y la imagen del campo oscuro puede obtenerse en pocos segundos, simplemente descentrando el diafragma del objetivo que esta justo sobre el campo de visión.

El tercer método requiere de un objetivo especial, que es usado generalmente para mejorar el contraste de muestras biológicas en microscopios electrónicos de IMV

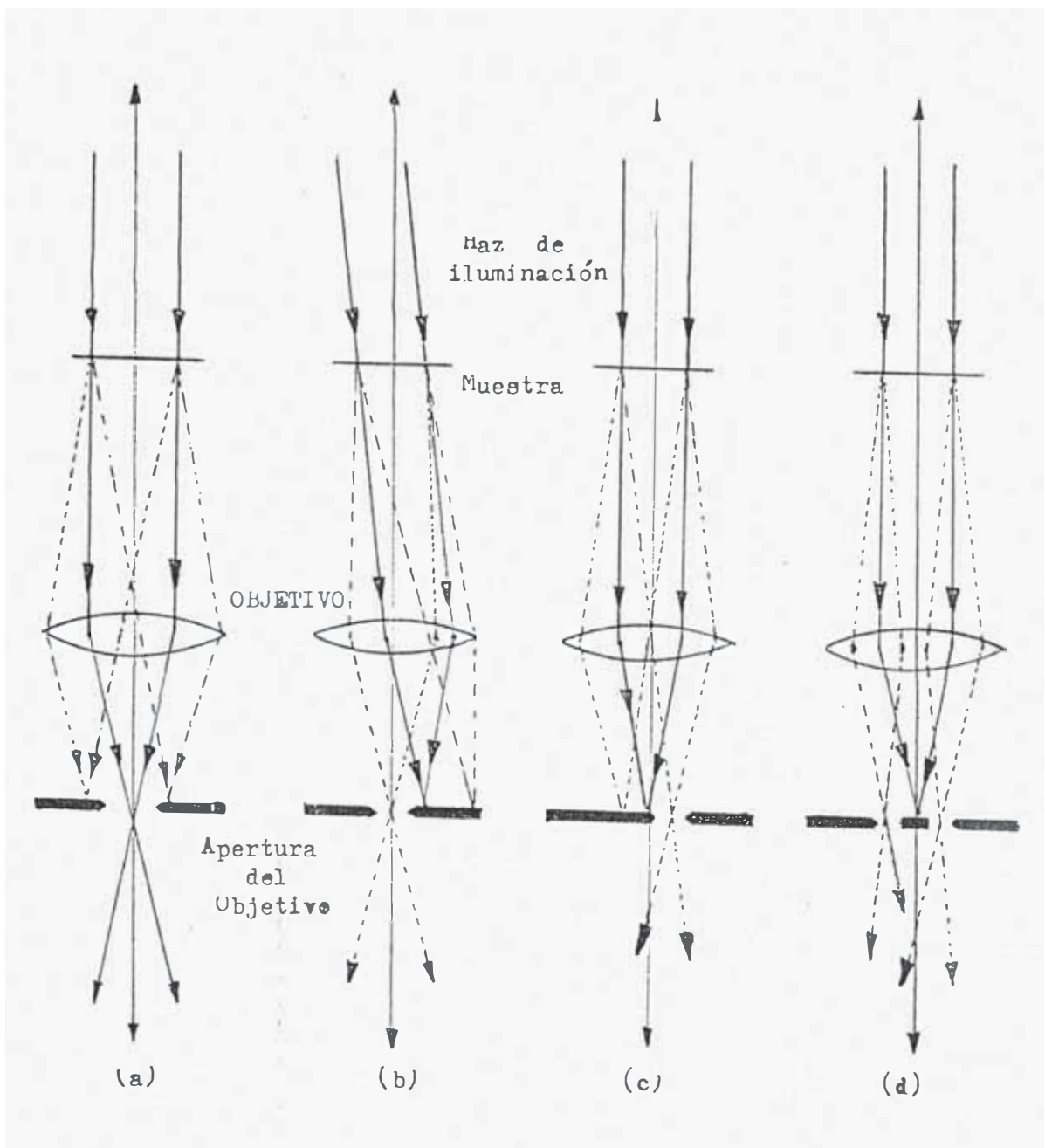


Fig. 2.6

a) Campo claro normal del ME, donde el pincel central pasa através del objetivo.

b) Método del haz inclinado, el haz central dispersado es interceptado y solo pasan algunos pinceles secundarios.

c) Método de traslación del diafragma del objetivo, la imagen es formada por los pinceles perifericos y es usado comunmente en baja magnificación.

d) Método de pantalla de contraste, la imagen es formada por los pinceles perifericos dando una imagen como en b).

Dupouy y sus colaboradores crearon el método [Meeth], en el cual usaron un alambre muy fino colocándolo en el centro del diafragma del objetivo y al que llamaron "pantalla de contraste". El término Estrioscopia es debido a éste método (ver fig. 2.6 (d)).

2.7 ESTEREOSCOPIA

La sensación de tridimensionalidad o de profundidad que tenemos al mirar un objeto se denomina ESTEREOSCOPIA, y es producido por la integración mental de las

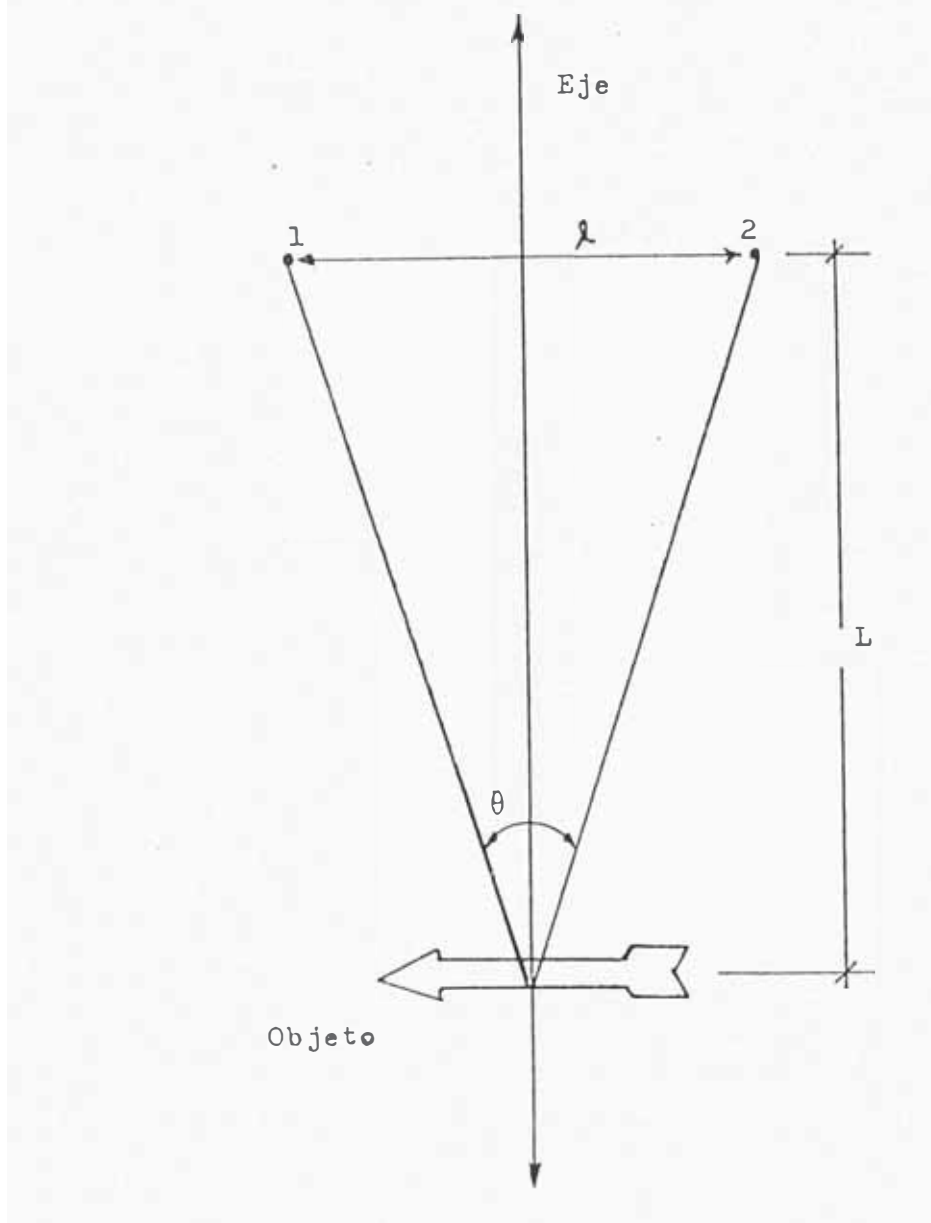


Fig. 2.7 Representación de los puntos diferentes 1 y 2 al cual e tamos acostumbrados a observar e interpretar como una sola imagen de aspecto tridimensional.

imágenes distintas que persiven cada uno de nuestros ojos.

Para observar cómodamente un punto objeto a 25 cm de distancia, los ojos y este punto forman un ángulo de paralaje Θ ; este ángulo esta dada por la expresión siguiente (ver fig 2.7).

$$\text{Tg}(\Theta/2) = l / 2L \dots\dots\dots(2.19)$$

donde: l es la distancia interpupilar cuyo valor aprox. es 6,5 cm, L es la distancia de vision cómoda igual a 25 cm.

En el MET no podemos trasladar el punto de observación para simular las condiciones de cada ojo, pero es posible inclinar la muestra y lograr de esta manera una simulación apropiada.

La fotografia estereoscópica se obtiene siguiendo este criterio, es decir inclinando la muestra, entre una y otra toma un ángulo Θ . Se debe tener cuidado de identificar y tomar nota de la posición del ángulo de giro ya que esta servirá para reconstruir la imagen.

Para la reconstrucción de la imagen estereoscópica hay que hacer ingresar a cada ojo la imagen correspondiente, de modo que se encuentren a la misma distancia y que los ejes de cada foto coincidan, en estas condiciones ya es posible producir la ilusión de tridimensionalidad a la cual estamos acostumbrados.

Dicha reconstrucción se puede hacer usando un visor especial, el más comun de estos es el denominado "de paralaje" cuya geometría óptica esta indicada en la fig Nro 4.4

2.8 PROCESO FORMATIVO DE LA IMAGEN

En la formación de imágenes entran en general cuatro procesos electrónicos que son: absorción, interferencia, difracción y scattering.

La absorción da la amplitud de contraste, que es la encargada de mostrar con distintas intensidades una imagen que pueda ser visible a nuestros ojos; esta puede considerarse como el factor mas importante en la formación de imágenes en un microscopio convencional de luz.

La interferencia dada por la diferencia de fase produce un contraste de fase el que es perceptible por el ojo. Este efecto nos resulta de mucha utilidad especialmente cuando se analizan muestras cristalinas.

La difracción produce en general un efecto de degradación de la imagen al asociarse a la interferencia, originando la formación de franjas de Fresnel y halos que reducen la resolución dando como resultado imágenes espúreas, especialmente cuando la profundidad de campo es mayor que el adecuado (esto lo veremos mas adelante), cuando la muestra es lo suficientemente plana los defectos producidos por la difracción son satisfactoriamente reducidos mediante un adecuado enfoque de la lente objetivo.

El efecto de difracción puede ser empleado cuando se analizan muestras cristalinas, los rayos difractados son completamente útiles cuando asociado a la interferencia nos produce una imagen contrastada por diferencia de fases; al que llamamos un patrón de difracción, en el cual podemos obtener información respecto a los parámetros geométricos como estructurales de las redes cristalinas que los forman.

El scattering juega un papel importante en la formación de imágenes tanto en la microscopía de luz como en la electromicroscopía, cuando un haz de electrones pasa por una muestra, estos pueden interactuar con los núcleos de los átomos y/o con los electrones, dando lugar a un scattering elástico y/o inelástico respectivamente. (Ver fig. 2.1.2). Por ejemplo, un núcleo de C que tiene 20 000 veces la masa de un electrón puede producir una fuerte desviación de la trayectoria de un electrón; este tipo de interacción se ha denominado scattering elástico. En caso de que colisione con los electrones ligados a los átomos de la muestra, se producirán solo pequeños cambios de dirección, obedeciendo la ley de conservación del momentum; este es un caso de scattering inelástico y tiene efectos similares a la absorción; produce contraste de amplitud.

Adicionalmente a éstos efectos se producen otros dos que contribuyen a la formación de imágenes, que son: los rayos X producidos por los electrones desacelerados al ser capturados (este efecto es usado en microanálisis de rayos X) por el átomo, y el otro efecto en el cual el electrón de la muestra es eyectado con una energía característica de los niveles

energéticos de la muestra, permitiendo como en el caso de los rayos X, analizar químicamente a la muestra, (este efecto es usado en el ME de Barrido (SEM)).

Durante el paso del electrón por la muestra, este experimenta cambios direccionales, su energía sufre alteraciones, reduciendo con ello principalmente su velocidad y modificando su longitud de onda asociada; **este cambio de longitud de onda se acopla al haz monocromático transmitido, lo que produce finalmente la aberración cromática.** Esto hace que en la pantalla la imagen se degrade por efectos del cambio cromático en la magnificación, reduciendo fuertemente la facilidad de focalización.

La extensa cadena de átomos que tiene que atravesar el haz electrónico a través de la muestra aumenta la probabilidad de hacer scattering, **siendo por ello la magnitud del scattering directamente proporcional al espesor y a la densidad;** la variación en "MASA-ESPESOR" en partes localizadas de la muestra da un Scattering Diferencial y ello produce contraste en la imagen sobre la pantalla.

La MASA-ESPESOR se mide en mg/cm^2 ; por ejemplo la densidad del C es aproximadamente $2\text{g}/\text{cm}^3$ y la MASA-ESPESOR de una película de 100 Å de espesor es: $2\text{mg}/\text{cm}^2$; la MASA-ESPESOR de muestras biológicas mas recomendada para el análisis con el MET es de $10\ \mu\text{g}/\text{cm}^2$. [Meeth]

El proceso de transferencia de información de la muestra al haz electrónico homogéneo, consiste en el cambio de dirección localizado del haz incidente por un proceso de scattering inelástico. Si en un pequeño sector de la muestra (sector dentro del campo de observación) el haz emergente es deficiente en electrones, estos "huecos" en el haz electrónico emergente, son puestos de manifiesto en la imagen final en forma de áreas oscuras. Las áreas más transparentes al haz son empequeñecidos por los efectos de borde que se manifiestan más brillantes, el contraste adecuado se logra graduando la cantidad de electrones incidentes con ayuda de los diafragmas.

2.9 TEORIA DE LA DIFRACCION ELECTRONICA

La difracción electrónica producidas por muestras cuyos átomos no tienen arreglos periódicos o están aleatoriamente agrupados producen haces difractados también en direcciones aleatorias no dando información importante acerca de la estructura, sino dando una imagen global de la muestra, siendo por ello solo útil cuando el ME trabaja en el modo imagen. [Edington]

Cuando el haz electrónico incide en muestras cuyos átomos están dispuestos en forma periódica se producen desviaciones angulares del haz electrónico con cierta regularidad, esta distribución depende de la configuración de cada parte localizada de la muestra; esta información produce zonas espaciales de diverso contraste siendo nada menos que los máximos o mínimos ocasionados por la interferencia de los rayos difractados, y son

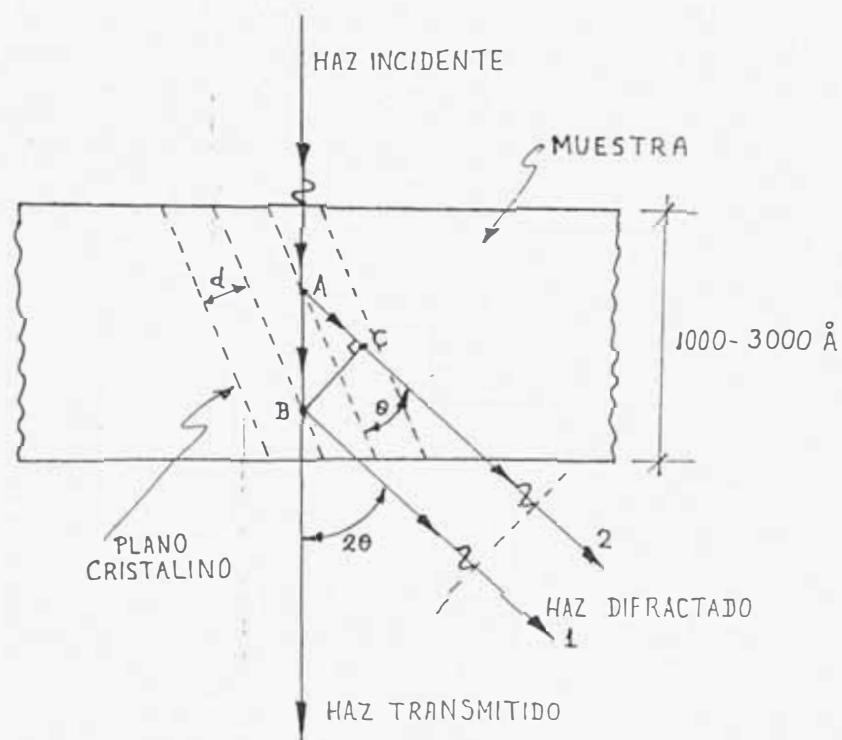


Fig. 2.9.1 Reflexión de electrones sobre planos atómicos cristalinos.

puestos de manifiesto por las lentes de proyección determinando patrones de tamaño práctico; la difracción resulta por ello un recurso importante para hacer el estudio de estructuras cristalinas. [Kittel], [Omar].

En una muestra cristalina, los electrones que son dispersados en direcciones discretas producen una configuración denominada patrón de difracción y es análoga al producido por la difracción tridimensional sobre planos cristalinos, cuya forma matemática se obtiene usando la REFLEXIÓN DE BRAGG SOBRE PLANOS CRISTALINOS, la cual establece que la diferencia entre caminos ópticos de los rayos 1 y 2 (de la fig. 2.9.1) es igual a:

$$AB - AC = [d - d \cos 2Q] / \sin Q = 2 d \sin Q \dots\dots\dots(2.20)$$

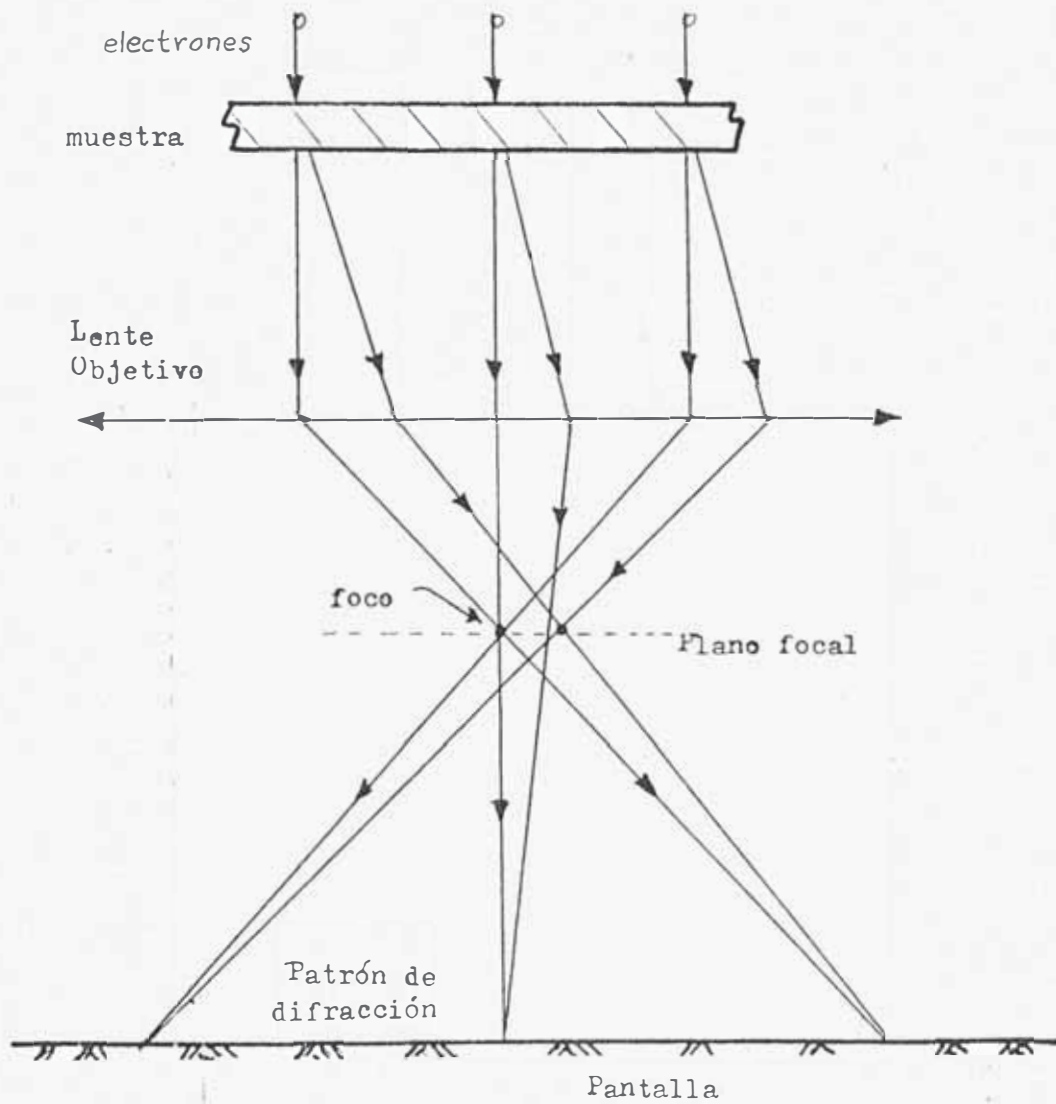


Fig. 2.9.2 Marcha de los rayos difractados en la muestra cristalina y la acción del lente objetivo en la formación del patrón de interferencias (aproximación de Fraunhofer).

Si los rayos son sucesivamente reflejados por varios planos cristalinos, estos interferirán constructivamente solo cuando:

$$2 d \sin Q = n \lambda \quad (n \text{ es un entero}) \dots\dots\dots(2.21)$$

Esta relación se denomina LEY DE BRAGG

Por ejemplo, el Cu tiene una distancia de 0,181 nm entre planos cristalinos, para $\lambda = 0,0037$ nm (lo que corresponde a electrones acelerados por una diferencia de potencial de 100 KV) y para el primer orden ($n=1$) se tiene:

$$\Theta = \arcsen 0,0037/0,362 = 0.65^\circ$$

Esta desviación resulta ser pequeña como para poder ser trabajada, en otras palabras esto significa que el patrón de difracción resulta demasiado pequeño, por lo que es necesario amplificarla convenientemente.

Los rayos difractados al llegar a la lente OBJ. ponen al sistema óptico en la condición de DIFRACCION DE FRAUNHOFER (ver fig. 2.9.2) por lo que esta lente formará un patrón de interferencias cerca de las lentes intermedias, estas últimas se encargaran de amplificarlar adecuadamente y finalmente podremos disponer en la pantalla de patrones de difracción del tamaño óptimo para su cómoda interpretación (en la fig. 2.9.2 no se muestran a las lentes intermedias).

2.10 CONTRASTE

El ojo es sensible a los cambios espaciales y temporales de la intensidad luminosa (contraste de amplitud), suponiendo que la variación temporal es muy lenta tal como sucede en la práctica, consideremos solo cambios espaciales las cuales se pondrán de manifiesto sobre una pantalla fluorescente en la que se analizarán a simple vista o con binoculares (toda micrografía electrónica es esencialmente monocromática, y reproducidos generalmente en blanco y negro), el término amplitud de contraste o simplemente contraste, se refiere a la diferencia de intensidad luminosa que puede interpretar el ojo, este órgano es sensible al contraste de fase; la amplitud de contraste puede ser puesto en evidencia sobre una pantalla fluorescente o sobre una placa fotográfica.

Se usa con mucha frecuencia los atenuadores de fondo, que limitan la abundancia de radiación que crea un resplandor molesto, los dispositivos usados en estos casos se denominan DIAFRAGMAS. [Meeth], [Agar].

2.11 DISPERSION DE ELECTRONES POR ATOMOS DE SOLIDOS

La función de onda para el electrón no relativístico satisface la ecuación de Schrodinger independiente del tiempo

$$(h^2/8p^2m_0e)\nabla^2 \psi + (E+V) \psi = 0 \quad \dots\dots\dots (2.22)$$

donde E es la energía total del electrón y -V la energía potencial.

El significado de ψ es tal que $(\psi^* \psi)$ representa la probabilidad de hallar al electrón en el elemento de volumen $d\tau$.

Si V es constante, la ecuac. (2.22) tiene por solución la ecuación que representa a una onda del tipo:)

$$\psi = A \exp (2 \pi i \mathbf{k} \cdot \mathbf{r}) \quad \dots\dots\dots (2.23)$$

Donde \mathbf{r} es el vector posición de un punto del frente de onda, \mathbf{k} el vector de onda donde,

$$|\mathbf{k}| = 1/\lambda \quad (\text{fig 2.11.1}).$$

Asumiendo que el movimiento es exclusivamente en el dirección x podemos escribir la ultima ecuación de la siguiente manera:

$$\psi = A \exp (2 \pi i x / \lambda)$$

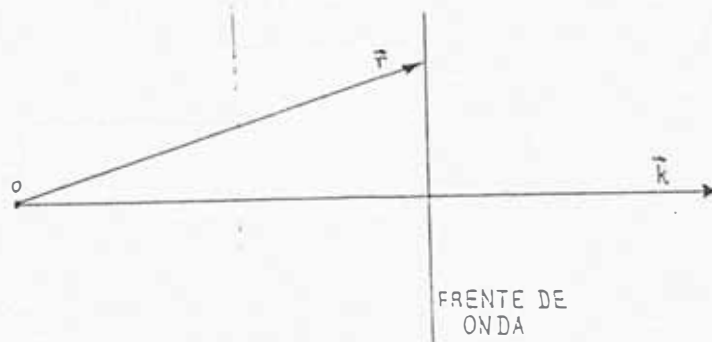


Fig 2.11.1 El vector posición, el vector de onda y el frente de onda.

ψ representa la parte espacial de la onda; para obtener la expresión completa de la onda tenemos que multiplicar ψ y por $\exp(-2 \pi i v t)$, donde $v = Ee/h$. Si E es constante, la

densidad de probabilidad dado por $|\psi|^2$ es independiente, el tiempo (estado estacionario) y puede ser omitido el término $\exp(-2\pi i v t)$ por comodidad. En la difracción electrónica estamos interesados en la superposición de ondas los cuales son llevados desde diferentes distancias y que difieren esencialmente en la fase.

Substituyendo la ecuación (2.23) en (2.22) obtenemos:

$$k = 1/\lambda = (2m_0e(E+V)/h^2)^{0.5} = (2m_0E_k/h^2)^{0.5} \dots\dots\dots(2.24)$$

esta es la relación no relativística entre λ y E_k idéntica a la ecuación (2.8).

Aquí λ depende de V , la onda electrónica es refractada tal como la hace al pasar de un potencial a otro, el índice de refracción n de una región en la cual $V = V_0 = \text{cte}$ esta dado por:

$$n = \lambda_0/\lambda = (1 + V_0/E)^{0.5} \dots\dots\dots(2.25)$$

Esta expresión da por ejemplo el índice refractivo n de un cristal, en el que V_0 es el potencial interno, el cual es del orden de algunos pocos voltios, de tal modo que n se aleja muy poco de la unidad, por ejemplo si $V_0 = 20 \text{ V}$, $E = 100 \text{ kV}$, entonces: $n \approx 1.0001$

La onda al ser dispersada por el material modifica sus características y la amplitud de la onda viene a ser:

$$\psi_s = \beta \int_{\text{atom}} V(\mathbf{r}_i) \exp(2\pi i(\mathbf{k}|\mathbf{r}-\mathbf{r}_i| + \mathbf{k}\cdot\mathbf{r}_i)) d\tau_i / |\mathbf{r}-\mathbf{r}_i| \dots\dots\dots(2.26)$$

donde $\beta = 2\pi m_0 e h^{-2}$, $V(\mathbf{r}_i)$ es el potencial en el punto \mathbf{r}_i y donde hemos tomado ψ_0 como la onda plana de amplitud unidad siempre y cuando el factor de fase sea

$\exp(2\pi i \mathbf{k}\cdot\mathbf{r}_i)$, esta consideración implica que ψ_s es ligeramente modificado, tal que ψ_0 es casi inalterada, esto significa que $V(\mathbf{r}_i) \ll E$. Ahora, si $|\mathbf{r} - \mathbf{r}_i| \gg |\mathbf{r}_i|$ entonces la nueva ecuación de la amplitud de la onda dispersada puede ser expresada aproximadamente por:

$$\psi_s = (\beta/r) \exp(2\pi i \mathbf{k}\cdot\mathbf{r}) \int_{\text{at}} V(\mathbf{r}_i) \exp(2\pi i(\mathbf{k}-\mathbf{k}')\cdot\mathbf{r}_i) d\tau_i \dots\dots\dots(2.27)$$

Esta expresión representa a una onda esférica en el cual su amplitud es proporcional a la integral. El factor $2\pi i(\mathbf{k}-\mathbf{k}')\cdot\mathbf{r}_i$ es la diferencia de fase de la onda dispersada de un punto i relativo al origen. Escribiendo $\mathbf{K}' = \mathbf{k}' - \mathbf{k}$ (fig 2.11.4) donde $|\mathbf{K}'| = 2\text{sen}(\theta)/\lambda$, la integral viene a ser:

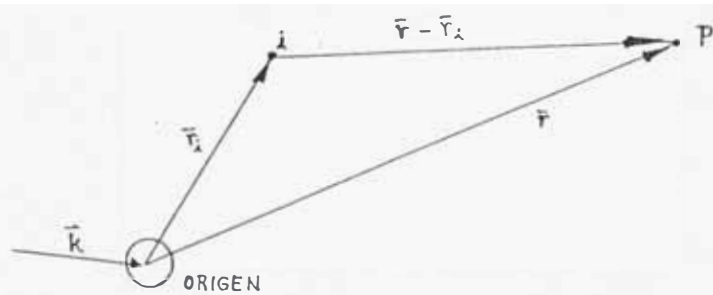


Fig. 2.11.2 Definición de los vectores r y r_i .

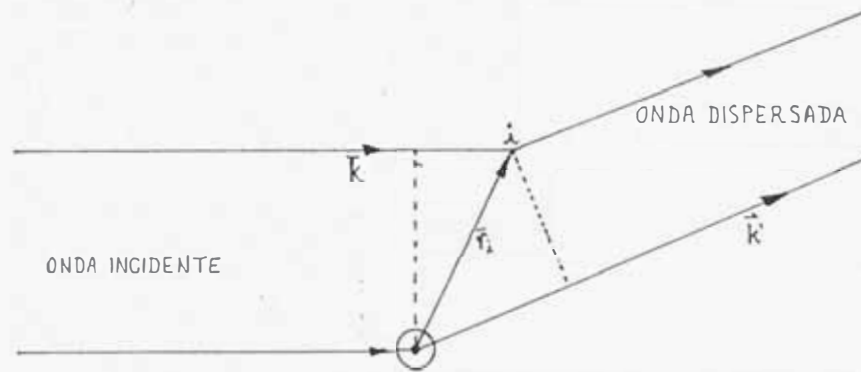


Fig. 2.11.3 Ondas incidente y dispersada.

$$T = \int_{\text{at}} V(\mathbf{r}_i) \exp(-2\pi i \mathbf{k}' \cdot \mathbf{r}_i) d\tau_i \dots\dots\dots(2.28)$$

el cual es la transformada de Fourier del potencial; en esta aproximación, denominada de Born donde $E \gg V(\mathbf{r}_i)$, y r es grande comparado con las dimensiones atómicas, la onda dispersada es de forma esférica, donde la amplitud es proporcional a la transformada de Fourier del potencial. La integral está relacionada a la transformada de Fourier de la densidad de carga $\rho(\mathbf{r})$ por:

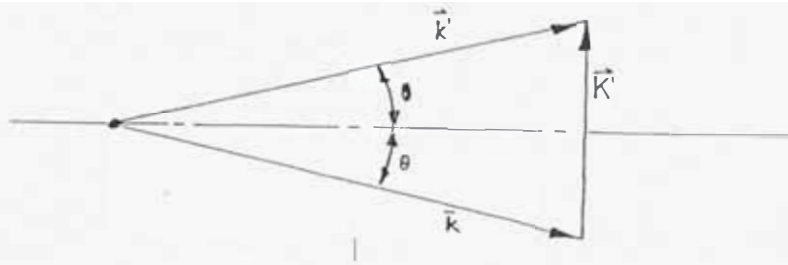


Fig. 2.11.4 Definición de K' .

$$V(\mathbf{r}_i) = \int_{\text{at}} \rho(\mathbf{r}_j) |\mathbf{r}_i - \mathbf{r}_j|^{-1} d\tau_j \quad \dots\dots\dots(2.29)$$

donde i, j son dos puntos en el átomo. La transformada de Fourier puede escribirse como:

$$T = \int_{\text{at}} r_j \exp(-2\pi i \mathbf{k}' \cdot \mathbf{r}_j) d\tau_j \int_{\text{at}} \exp(-2\pi i \mathbf{k}' \cdot (\mathbf{r}_i - \mathbf{r}_j)) d\tau_i / |\mathbf{r}_j - \mathbf{r}_i| \quad \dots\dots\dots(2.30)$$

La primera integral es $e(Z-fx)$ donde e es la carga electrónica, Z el número atómico y fx el factor de dispersión para rayos X. La segunda integral es igual a $(\pi K'^2)^{-1}$. Escribiendo $\psi_s(\mathbf{r}) = f(\theta) \exp(2\pi i \mathbf{k} \cdot \mathbf{r}) / r$ obtenemos la amplitud de dispersión atómica $f(\theta)$:

$$f(\theta) = m_0 e^2 (\lambda / \sin \theta)^2 (Z-fx) / 2h^2 \quad \dots\dots\dots(2.31)$$

si usamos λ en Å entonces:

$$f(\theta) = 2,38 \times 10^{-10} (\lambda / \sin \theta)^2 (Z-fx) \quad \dots\dots\dots(2.32)$$

Para una reflexión típica de bajo orden se tiene que :

$\sin \theta / \lambda \approx 0,2 / A$, y el valor de fx es tal que $f(\theta) \approx 10^4 (e^2 fx / m_0 c^2)$. El poder dispersivo de los átomos es mas fuerte para los electrones que para los rayos X.

Si consideramos a la celda unitaria como el conjunto de átomos dispersores se tendrá que la amplitud de la dispersión es la siguiente:

$$A_0 = g \int_{\text{celda}} V(\mathbf{r}_i) \exp(-2\pi i \mathbf{K}' \cdot \mathbf{r}_i) d\tau_i \quad \dots\dots\dots(2.33)$$

donde $g = 2\pi c m_0 h^{-2} \exp(2\pi i \mathbf{k} \cdot \mathbf{r}) r^{-1}$

La dispersión de electrones por un cristal perfecto se puede expresar por:

$$\phi_g = \sum_n F_n \exp(-2\pi i \mathbf{K}' \cdot \mathbf{r}_n) \quad \dots\dots\dots(2.34)$$

donde F_n es el factor de dispersión de la n ésima celda, y

$$\mathbf{r}_n = n_1 \mathbf{a} + n_2 \mathbf{b} + n_3 \mathbf{c} \quad \dots\dots\dots(2.35)$$

donde \mathbf{a} , \mathbf{b} y \mathbf{c} son los vectores de traslación del cristal, n_1, n_2, n_3 son enteros. Es conveniente representar \mathbf{K}' como un vector en el espacio recíproco, las propiedades de la red recíproca son las que se indican a continuación:

la celda unitaria esta definida en el espacio recíproco por los vectores \mathbf{a}^* , \mathbf{b}^* y \mathbf{c}^* que satisfacen:

$$\mathbf{a}^* \cdot \mathbf{a} = \mathbf{b}^* \cdot \mathbf{b} = \mathbf{c}^* \cdot \mathbf{c} = 1 \quad \dots\dots\dots(2.36)$$

$$\text{y } \mathbf{a}^* \cdot \mathbf{b} = \mathbf{b}^* \cdot \mathbf{c} = \mathbf{c}^* \cdot \mathbf{a} \quad \dots\dots = 0 \quad \dots\dots\dots(2.37)$$

La ecuación (2.37) nos indica que el vector \mathbf{a}^* es normal a \mathbf{b} y a \mathbf{c} o normal al plano bc como podemos observar en la fig 2.11.5

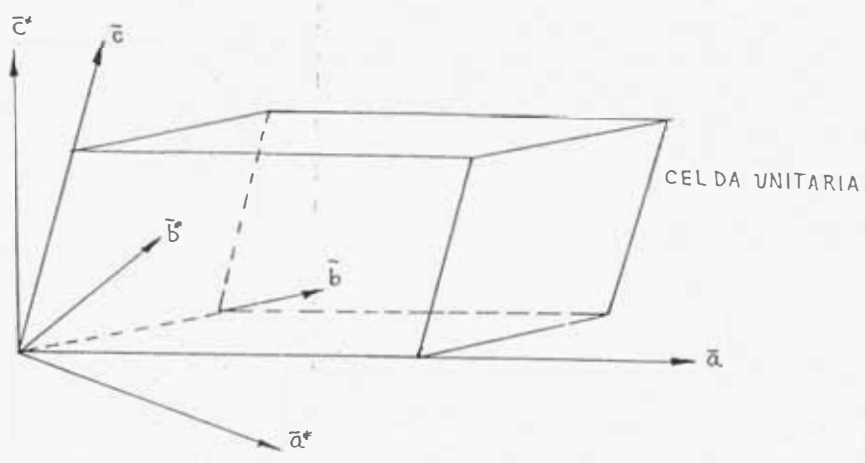


Fig. 2.11.5 Relación de ejes entre la red recíproca y la red real.

Los vectores de la red recíproca están dados por:

$$\mathbf{a}^* = \mathbf{b} \times \mathbf{c} / V_c \quad \mathbf{b}^* = \mathbf{c} \times \mathbf{a} / V_c \quad \mathbf{c}^* = \mathbf{a} \times \mathbf{b} / V_c \quad \dots\dots\dots(2.38)$$

donde V_c es el volumen de la celda unitaria dado por:

$$V_c = \mathbf{a} \cdot (\mathbf{b} \times \mathbf{c}) = \mathbf{b} \cdot (\mathbf{c} \times \mathbf{a}) = \mathbf{c} \cdot (\mathbf{a} \times \mathbf{b})$$

La red recíproca tiene propiedades importantes, el vector recíproco

$$\mathbf{g}_{hkl} = h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^* \quad \dots\dots\dots(2.39)$$

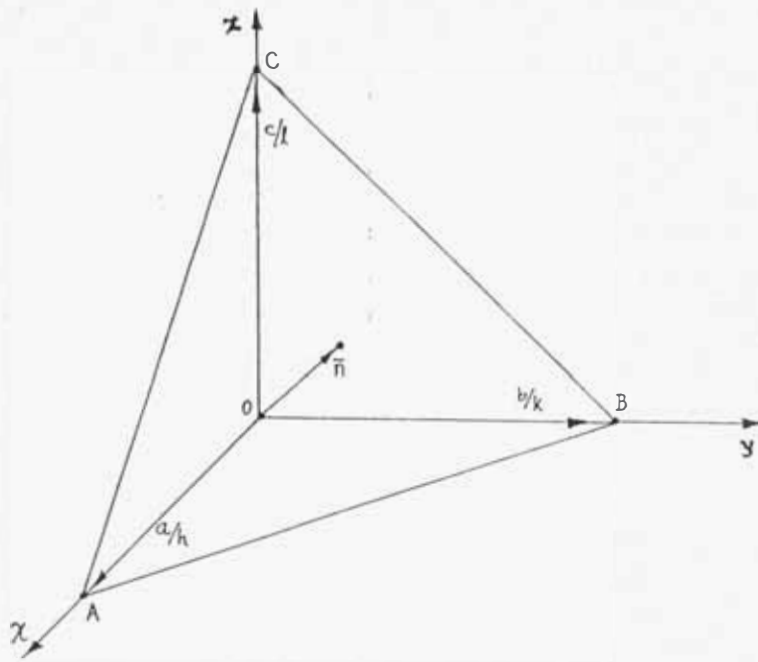


Fig. 2.11.6 Plano hkl

es normal al plano de la red cristalina con índices de Miller hkl, y

$|g_{hkl}| = 1/d_{hkl}$ donde d_{hkl} es el espacio entre planos cristalinos definido por:

$$d_{hkl}^{-1} = (h/a)^2 + (k/b)^2 + (l/c)^2 \dots\dots\dots(2.40)$$

Esto lo podemos ver de la siguiente manera: consideremos el plano con índices hkl (fig. 2.11.6), este intercepta a los ejes a distancias a/h , b/k y c/l

El vector $\mathbf{AB} = \mathbf{b}/k - \mathbf{a}/h$ es normal a \mathbf{g}_{hkl} porque

$$(\mathbf{b}/k - \mathbf{a}/h) \cdot (h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^*) = 0 \text{ y de forma análoga para los diferentes vectores.}$$

de aquí que el vector \mathbf{g}_{hkl} sea perpendicular al plano cristalino hkl. También si d_{hkl} es la distancia de los planos cristalinos, y si \mathbf{n} es el vector unitario a lo largo de la normal entonces:

$$d_{hkl} = \mathbf{n} \cdot \mathbf{a}/h = (h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^*) \cdot \mathbf{a} / h \quad g_{hkl} = 1/d_{hkl}$$

por lo que \mathbf{g}_{hkl} es normal al plano cristalino hkl y su longitud

$$g_{hkl} = 1/d_{hkl}.$$

Ahora en términos de las coordenadas de la red recíproca podemos escribir:

$$\mathbf{K}' = \xi \mathbf{a}^* + \eta \mathbf{b}^* + \zeta \mathbf{c}^* \dots\dots\dots(2.41)$$

con esto se obtiene:

$$\phi_g = \sum_n F_n \exp(-2\pi (n_1 \xi + n_2 \eta + n_3 \zeta)) \dots\dots\dots(2.42)$$

Las difracciones fuertes ocurren cuando $(n_1 \xi + n_2 \eta + n_3 \zeta)$ es un entero para todos los n_1, n_2 y n_3 , por ejemplo si $\xi=h, \eta=k, \zeta=l$, donde h, k, l son enteros, estas verifican las tres condiciones de Laue los cuales los podemos escribir como:

$$\mathbf{K}' \cdot \mathbf{a} = h \quad \mathbf{K}' \cdot \mathbf{b} = k \quad \mathbf{K}' \cdot \mathbf{c} = l \quad \dots\dots\dots(2.43)$$

correspondiendo a la reflexión de Bragg de los planos hkl . estas reflexiones fuertes ocurren cuando \mathbf{K}' coincide con un vector de la red recíproca, es decir:

$$\mathbf{K}' = \mathbf{g} = h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^* \quad \dots\dots\dots(2.44)$$

aquí $g = 1/d_{hkl}$ y $K' = 2 \sin\theta/\lambda$, podemos obtener con esto la ley de Bragg

$$\lambda = 2 d_{hkl} \sin\theta \quad \dots\dots\dots(2.45)$$

Si consideramos $\lambda \approx 0,037 \text{ \AA}$ a 100 kV, los ángulos de Bragg son bastante pequeños, aprox 0,02 rad ó 1°.

2.12 CONSTRUCCION DE LA ESFERA DE REFLEXION

En el caso de que ocurra una reflexión fuerte, \mathbf{K}' coincide con un vector de la red recíproca, podemos determinar una construcción geométrica simple para derivar las condiciones de reflexión, estas condiciones son:

- (1) $\mathbf{K}' = \mathbf{k}' - \mathbf{k}$
- (2) $\mathbf{K}' = \mathbf{g}$

Si construimos nuestra red recíproca tal como se indica en la fig. 2.12.1, teniendo el origen en O, dibujamos el vector $-\mathbf{k}$ que termine en C el cual a la vez es centro de una esfera de reflexión de radio $1/\lambda$, el vector $\mathbf{OP} = \mathbf{k}' - \mathbf{k} = \mathbf{K}'$, aquí las condiciones 1 y 2 son satisfechas y una reflexión fuerte de Bragg ocurre ya que P coincide con un punto de la red recíproca, asimismo la esfera intercepta a la red recíproca en puntos donde se produce una fuerte reflexión, el radio de la esfera es del orden de $27/\text{\AA}$ a 100 kV, el cual es bastante grande comparado con el espaciamiento de la red, en estas condiciones la parte esférica puede ser aproximada a un plano. Si el plano es tangente a la red recíproca (red esférica) entonces se formara un patrón de puntos, los cuales pueden ser usados para determinar la orientación del cristal, si los puntos pueden ser indexados y el plano en la red recíproca identificado, la orientación del cristal relativo a la dirección de incidencia del haz electrónico

identificado, la orientación del cristal relativo a la dirección de incidencia del haz electrónico será determinada completamente, podremos notar por supuesto que esto no necesariamente significa que la orientación de la normal a la cara relativa al haz electrónico es conocido. Las formas de indexar estos patrones serán tratados mas adelante.

Para lograr difractogramas de tamaño práctico se requiere trabajar en la aproximación paraxial de Fraunhofer (ya que la difracción de Fresnel produce patrones demasiado pequeños) y esto se logra trabajando en el modo D.

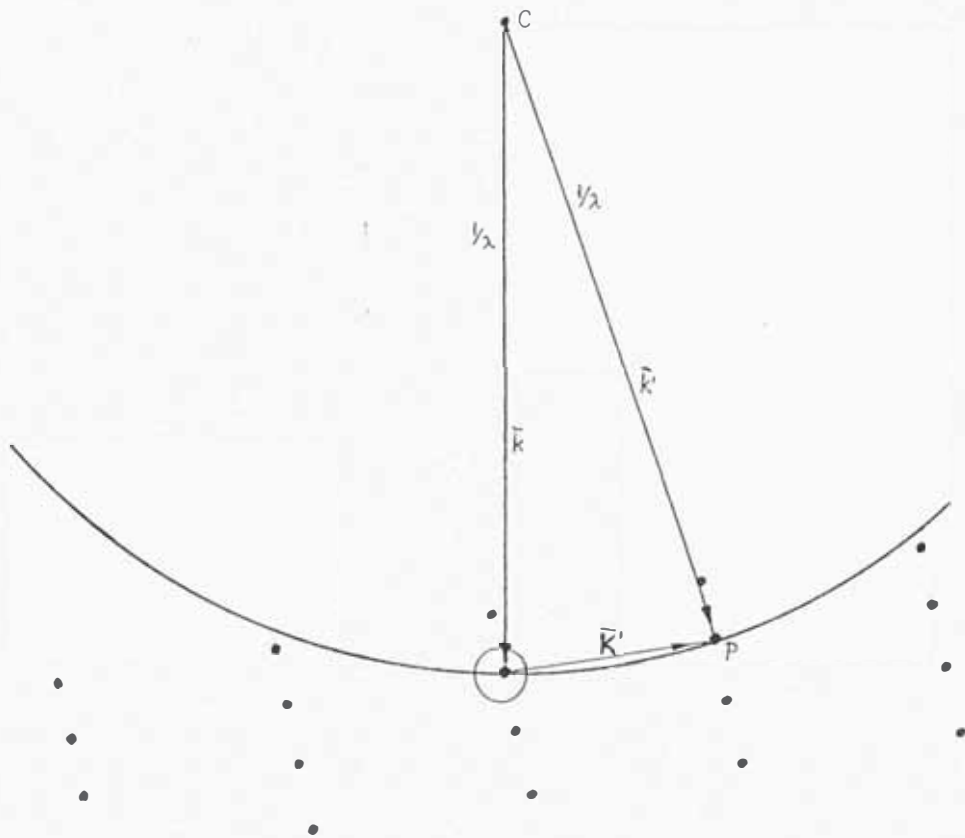


Fig. 2.12.1 Construcción de la esfera de reflexión.

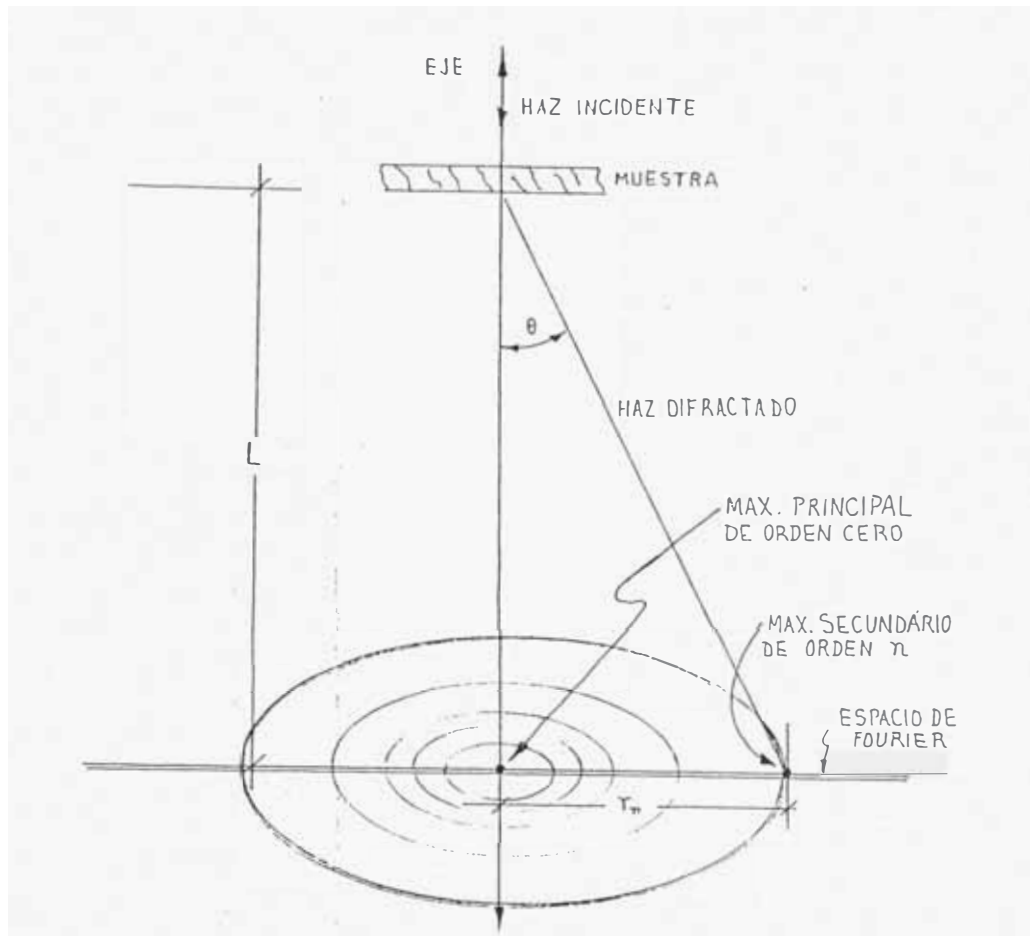


Fig. 2.12.2 Esquema empleado para el cálculo de la longitud de cámara.

Para la calibración de la constante de cámara hacemos uso de la ecuación de Bragg

(2.21) $2 d \sin(\Theta) = n \lambda$ donde la única variable desconocida es Θ , la cual según la fig. 2.12.2 es: $\text{tg } 2\Theta = r_n / L$ donde r_n es la distancia del máximo central al máximo de orden n , ya que Θ es cercano a 10° se puede hacer la sig. aproximación: $\text{tg } 2\Theta \approx \text{sen } 2\Theta$, reemplazando $\text{sen } \Theta$ en la ecuación de Bragg obtenemos: $2 d r_n / L = n \lambda$ de donde despejamos L obteniendo:

$$L = 2 d r_n / n \lambda \dots\dots\dots(2,45^*)$$

2.13 EFECTOS DEL FACTOR DE ESTRUCTURA

No todos los puntos de la red recíproca son asociados con la reflexión de Bragg; para ciertos puntos de la red recíproca que dependen exclusivamente de su simetría, el factor de estructura es cero, y por ello no ocurre una reflexión de Bragg, en términos de las ecuaciones coordenadas de la red recíproca se pueden reescribir como:

$$F_{hkl} = \sum_i f_i(\theta) \exp(-2\pi i (hu_i + kv_i + lw_i)) \dots\dots\dots(2.46)$$

donde u_i , v_i y w_i son las coordenadas del átomo i . Para una celda unitaria con un centro de simetría en el origen pueden eliminarse los términos senoidales y quedar:

$$F_{hkl} = \sum_i f_i(\theta) \cos 2\pi (hu_i + kv_i + lw_i) \dots\dots\dots(2.47)$$

Ejemplo: En la red cubica de cara centrada fcc (fig. 2.13 a)

Los cuatro puntos de la red unitaria son localizadas en :

(000), (110)/2, (011)/2, (101)/2, entonces

$$F_{hkl} = f (1 + \cos\pi(h+k) + \cos\pi(k+l) + \cos\pi(l+h))$$

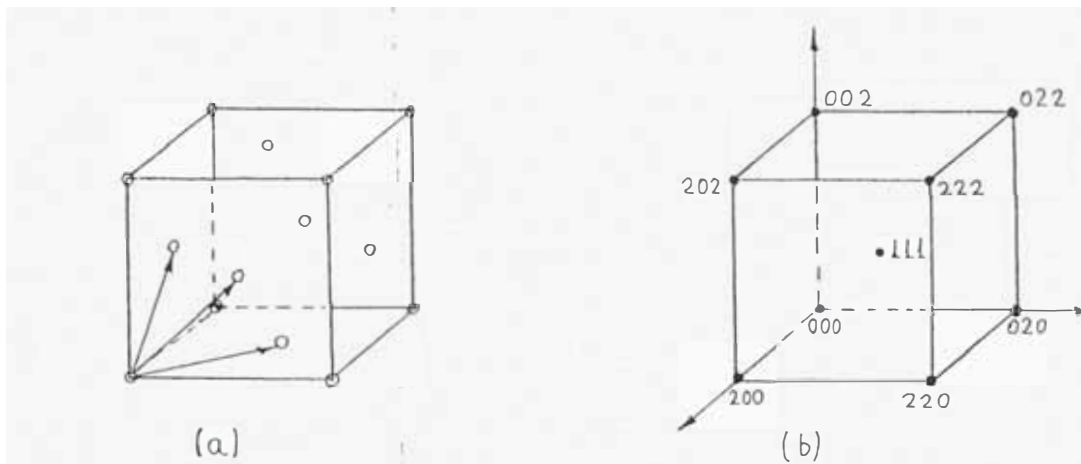


Fig. 2.13 a) Celda unitaria cúbica centrada en las caras. b) Red recíproca (cubo de cuerpo centrado) de la celda fcc.

Aquí los coeficientes hkl son todos pares o todos impares. Cuando $F_{hkl} = 0$ la reflexión está ausente. La reflexión ocurre si $F_{hkl} = 4f$, donde f es la amplitud de dispersión del grupo de átomos asociados con cada punto de la red. Las posibles reflexiones son mostradas en la red recíproca (fig. 2.13 b), los puntos asociados con la reflexión de Bragg forman una celda cúbica de cara centrada.

Cuando el cristal es monoatómico, solo un átomo es asociado a cada punto de la celda, f es simplemente la amplitud de dispersión de cada átomo. Cuando el cristal es más complejo, f será más complicado. Por ejemplo, en el NaCl, el cual es fcc, un par de iones Na^+ y Cl^- son asociados a cada punto de la celda y f será:

$f = f(\text{Na}^+) + f(\text{Cl}^-) \exp(-\pi i h) = f(\text{Na}^+) \pm f(\text{Cl}^-)$ dependiendo de si h es par o impar, aquí la amplitud de la reflexión de Bragg depende de F_{hkl} (ver ec. 2.47). La amplitud de las reflexiones de Bragg depende de la estructura cristalina.

Las posiciones de las reflexiones de Bragg (ángulos de Bragg) dependen solo de la geometría de la red, y no del arreglo de los átomos dentro de la celda.

Si escribimos f para la amplitud de dispersión para un grupo de átomos asociados con cada punto de la red (ec. 2.31) tendremos:

$$\phi_g = f \sum_n \exp(-2\pi i \mathbf{K}' \cdot \mathbf{r}_n) \dots\dots\dots(2.48)$$

donde \mathbf{r}_n es la posición del n -ésimo punto de la red, ϕ_g está determinado por la transformada de Fourier de la red.

La transformada de Fourier de una red fcc es una red bcc, e inversamente, la transformada de Fourier de una red bcc es una red fcc donde $h+k+l$ es par.

2.14 PATRONES DE DIFRACCION ELECTRONICA

Los patrones de difracción electrónicos producidas por el TEM pueden ser de tres tipos:

1. Patrón de anillos, formado por muestras policristalinas o muestras tipo polvo cristalino.
2. Patrón de puntos, y
3. Patrón de líneas de Kikuchi, estos al igual que los patrones de puntos son formados por muestras monocristalinas.

En general los patrones de puntos o de líneas pueden ser tomados de áreas muy específicas de la muestra, al que se le llama Area Selecta y a los patrones de difraccion SADPs.

2.14.1 PATRONES DE ANILLOS

El uso mas frecuente de los patrones de anillos es en la identificación de fases de muestras, estos patrones de difraccion pueden ser de una muestra cuya característica de su preparación o estado natural sea policristalina, como por ejemplo cuando se fabrican materiales por spray-pirólisis, cuando se electrodeposita una sustancia sobre un eventual substrato, o condensando vapores metálicos, puede ser también un preparado de minúsculos granos de material el cual tradicionalmente es conocido como polvo cristalino, en todos estos casos los pequeños cristales están aleatoriamente colocados en la muestra, esta situación produce una serie de reflexiones electrónicas también aleatorias que van va producir un patrón que promedia todas las orientaciones posibles de producir máximos de interferencia en forma de anillos los cuales satisfacen la ley de Bragg-

Para partículas orientadas aleatoriamente, un plano específico de reflexión (hkl) reflejaran al haz incidente en forma de cono con un angulo de abertura $4\theta_{hkl}$ centrado sobre el haz incidente, esto produce un anillo en el patrón de difracción tal como se muestra en la

fig. 2.14.1 b). Aquí los planos (hkl) que reflejan dependen del factor de estructura. Una serie de anillos concéntricos se producirán tal como se muestra en la fig 2.14.1 b), cada anillo corresponde a una orientación particular de reflexión [hkl] indexado.

2.14.2 PATRÓN DE PUNTOS

Estos patrones corresponden a imágenes magnificadas de secciones planas de la red recíproca tomadas con el haz incidente normal. Usando los patrones de puntos es posible lo siguiente:

- a) Determinar la orientación de la exfoliación debido a que los patrones pueden ser reconocidos especialmente cuando son de bajos índices.
- b) El cristal puede ser orientado para que la accesibilidad de ciertas direcciones puedan ser trabajadas por esta técnica.
- c) Establecer el eje de inclinación hasta lograr un patrón de puntos brillantes muy definido.
- d) Definir los precipitados, torsiones, placas martensíticas, etc.
- e) Determinar las orientaciones involucradas entre fases.
- f) Usar los detalles de la estructura fina del patrón para obtener información acerca de los defectos de estructura de la muestra.

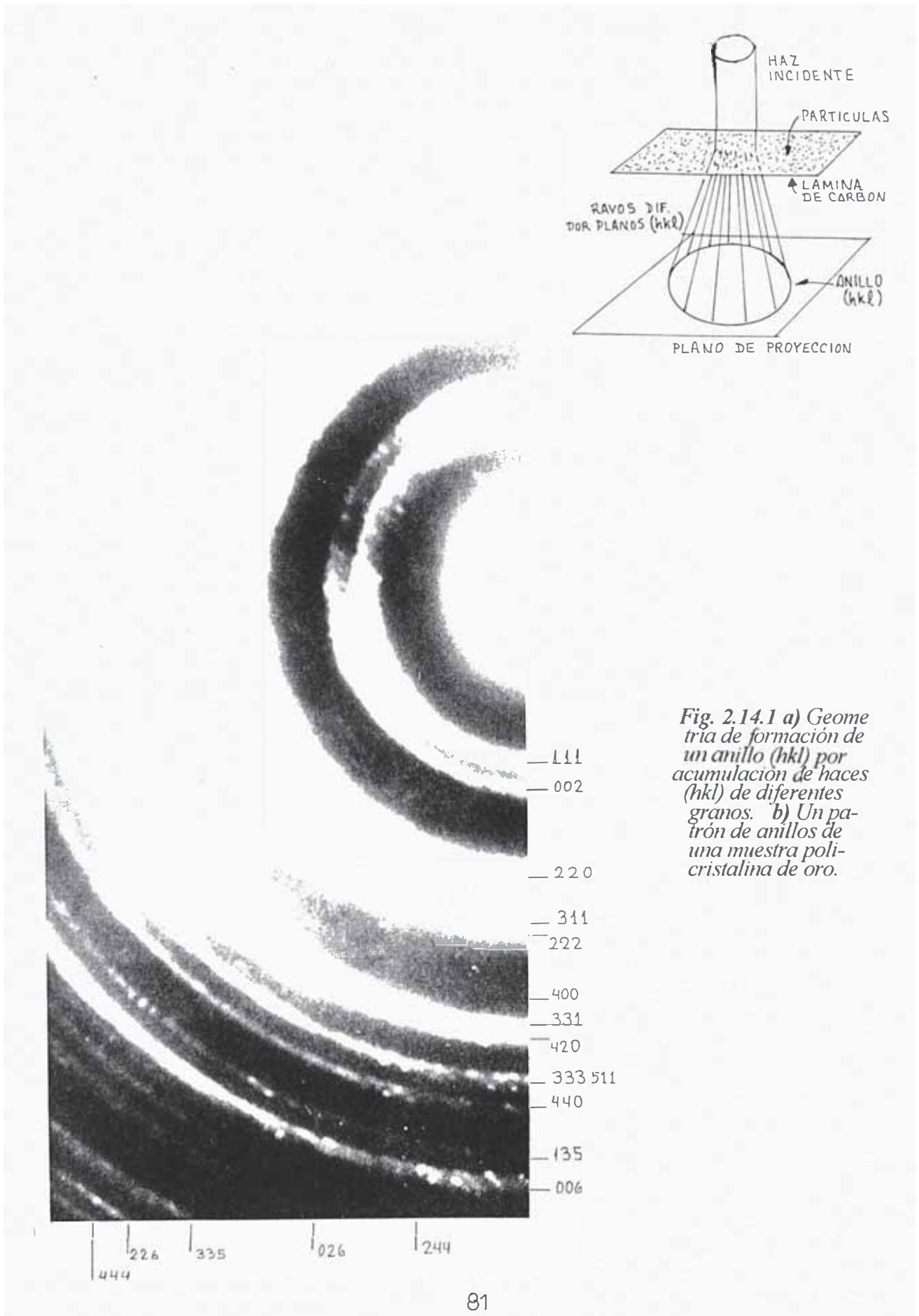


Fig. 2.14.1 a) Geometría de formación de un anillo (hkl) por acumulación de haces (hkl) de diferentes granos. b) Un patrón de anillos de una muestra policristalina de oro.

2.15 INDEXACION DE LOS PATRONES DE DIFRACCION

2.15.1 Patrón de anillos:

El radio de cada anillo es característico del espaciamiento entre planos reflectantes en el cristal y la magnificación o tamaño es determinado por las características de las lentes del microscopio, la calibración del MET está indicada en el Cap 3.

El procedimiento para la indexación del patrón de anillos es el siguiente:

- 1) Cuando la identidad del material es conocido se procede de la siguiente manera:
 - i) Se mide los diámetros de los anillos:
 - ii) Se determina la razón de los cuadrados de los diámetros de cada anillo o del primero o segundo.
 - iii) Se comprueba que las razones repitan las razones de los espaciamientos interplanares para la estructura del cristal de interés, de acuerdo al CUADRO 2.1
- 2) Cuando la identidad del material es desconocido se procede de la siguiente manera.
 - I) Se mide los diámetros de los anillos.
 - ii) Se convierte las distancias a espaciamientos interplanares usando la constante de cámara L.
 - iii) Se usa los índices de la ASTM (Índices de difracción de anillos de la American Society for Testing Materials, Philadelphia U.S.A.) para identificar la fase se comienza por las sustancias monocomponentes de la muestra y se continúa comparando con las posibles aleaciones ó combinaciones hasta encontrar aquella cuyas razones de los radios respectivos concuerdan.

Las razones a diferentes números que dependen de la estructura del cristal, tal como se puede observar en el CUADRO 2.1, las estructuras no incluidas en esta tabla son de mucha dificultad y su estudio no será incluido en este trabajo.

CUADRO 2.1

PROPORCIONALIDAD DE LOS RADIOS DE LOS PATRONES DE ANILLOS DE LAS DIFERENTES ESTRUCTURAS CRYSTALINAS

Estructura Cristalina	Fórmula distancia interplanar	Posibles hkl $N = h^2 + k^2 + l^2$	Criterios
Cúbica simple	$d^2 = (h^2 + k^2 + l^2)/a^2 = N a^{-2}$	N es un entero excepto 7 ó 15	Cuadrado de los radios prop. a N
F. C. C.	$d^2 = (h^2 + k^2 + l^2)/a^2 = N a^{-2}$	N = 3, 4, 8, 11, 12, 16, 19, 20	Prop. a N
B. C. C.	$d^2 = (h^2 + k^2 + l^2)/a^2 = N a^{-2}$	N = 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, 20	Prop. a N
Diamante	$d^2 = (h^2 + k^2 + l^2)/a^2 = N a^{-2}$	N = 2, 8, 11, 16, 19	Prop. a N
Tétragonal	$d^2 = (h^2 + k^2)/a^2 + (l/c)^2$	$h^2 + k^2 = 1, 2, 4, 5, 8, 9, 10, 13, 16, 17, 18, 20$	
Hexagonal	$d^2 = 1,33 (h^2 + hk + k^2)/a^2 + (l/c)^2$	$h^2 + hk + k^2 = 1, 3, 4, 7, 9, 12, 13, 16, 19$	

2.15.2 INDEXACION DE UN PATRON DE DIFRACCION SIMPLE DE UNA MUESTRA CONOCIDA

Analizaremos un patrón de difracción de un cristal cúbico simple con parámetro de red $a = 0,25\text{nm}$.

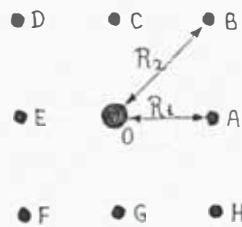


Fig. 2.15.2 Esquema de un patrón de difracción de una red cúbica simple, con $a = 0,25\text{ nm}$.

paso I - Se determina para cada punto el espaciamiento d .

paso II - Se asigna los índices de Miller correspondientes.

Ejemplo: en la fig. 2.15.2 tenemos: $R_1=12,8\text{mm}$ y $R_2=18,1\text{mm}$ $L=800\text{mm}$ $V=80\text{kV}$ que determina $\lambda=0,004\text{ nm}$.

Usando la ecuación (2.45) tenemos:

$$d_1 = (\lambda(\text{nm}) L(\text{mm})) / R_1(\text{mm}) = (0,004\text{nm} \cdot 800) / 12,8 = 0,25\text{nm}$$

$$\text{y } d_2 = (0,004\text{nm} \cdot 800) / 18,1 = 0,177\text{nm}$$

Para asignar los índices de Miller respectivos sustituimos en la ecuación

$(h^2 + k^2 + l^2) = a^2 / d^2$, el valor de $a = 0,25\text{nm}$, entonces para el punto A se tiene:

$$(h^2 + k^2 + l^2) = a^2 / d_1^2 = 0,25^2 / 0,25^2 = 1$$

y para el punto B: $(h^2 + k^2 + l^2) = a^2 / d_2^2 = 0,25^2 / 0,177^2 = 2$

entonces $h_1k_1l_1$ pueden ser (100), (010), (001) y los negativos.

y $h_2k_2l_2$ pueden ser (110), (101) ó (011), el haz central tiene en todos los casos índice (000).

Eligiendo OA como (100) entonces los índices de OB se pueden obtener de acuerdo a la adición vectorial de los índices de Miller, de la siguiente manera:

$$OB = OA + AB = OA + OC = (100) + (010) = (110)$$

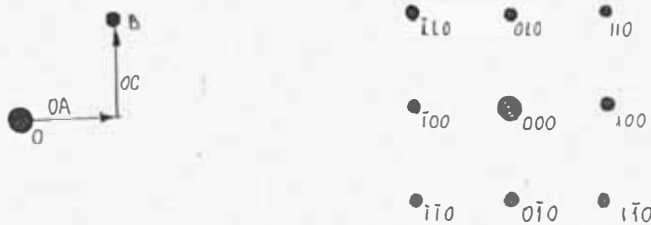


Fig. 2.15.3 Un juego consistente de índices de Miller.

2.16 VERIFICACION DE LOS ANGULOS ENTRE PLANOS

El ángulo entre 2 líneas correspondientes a dos difracciones producidas por dos planos cristalinos de la red cúbica simple están dados por:

$$\cos_{(h_1k_1l_1)(h_2k_2l_2)} = (h_1h_2 + k_1k_2 + l_1l_2) [(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)(h_2^2 + k_2^2 + l_2^2)]^{-0,5} \dots\dots\dots(2.48)$$

por ejemplo los puntos A y C de la fig 2.15.2 tienen un ángulo tal que :

$$\cos_{(100)(010)} = (1*0 + 0*1 + 0*0) / [(1+0+0)(0+1+0)]^{-0,5} = 0$$

luego podemos afirmar que el ángulo $(100) \wedge (010) = 90^\circ$, y para los puntos A y B:

$$\cos_{(100)(110)} = (1*1 + 0*1 + 0*0) / [(1^2 + 0^2 + 0^2)(1^2 + 1^2 + 0^2)]^{-0,5} = 2^{-0,5}$$

lo cual nos indica que el ángulo $(100) \wedge (010) = 45^\circ$

2.17 ESTRUCTURAS CUBICAS

La fórmula para la distancia interplanar d_{hkl} de una red cúbica esta dada por la ec. (2.40), donde $a = b = c$ y $h^2+k^2+l^2=N$, usando las reglas de selección para las estructuras cúbicas tendremos los siguientes cuadros:

CUADRO 2.2

ESTRUCTURA CUBICA SIMPLE sc

{hkl}	$N=h^2+k^2+l^2$	$N^{0.5}$
100	1	1.00
110	2	1.41
111	3	1.732
200	4	2.00
210	5	2.23
211	6	2.45
220	8	2.82
221	9	3.22
310	10	3.16
311	11	3.31
222	12	3.46
320	13	3.60
321	14	3.74

CUADRO 2.3

ESTRUCTURA CUBICA CENTRADA EN LAS CARAS fcc

{hkl}	N	N ^{0.5}	N ^{0.5} /1,732
111	3	1,732	1.00
110	4	2,000	1,16
220	8	2,820	1,64
311	11	3,310	1,92
222	12	3,460	2,01
400	16	4,000	2,32
331	19	4,350	2,53
420	20	4,470	2,60
422	24	4,900	2,82

donde $N^{0.5}/1,732$ es la proporcionalidad relativa de los radios.

CUADRO 2.4

ESTRUCTURA CUBICA DE CUERPO CENTRADO bcc

{hkl}	N	N ^{0.5}	N ^{0.5} /1,414
110	2	1,414	1,00
200	4	2,000	1,41
211	6	2,540	1,73
220	8	2,820	1,99
310	10	3,160	2,23
222	12	3,460	2,44
321	14	3,740	2,64
400	16	4,000	2,83
411	18	4,243	3,01
420	20	4,472	3,16

Donde $N^{0.5}/1,414$ es la proporcionalidad relativa de los radios.

2.18 ESTRUCTURA TETRAGONAL

En la estructura tetragonal la distancia interplanar debe satisfacer: $d_{hkl}^{-2} = (h^2 + k^2)/a^2 + l^2/c^2$ donde $M=(h^2+k^2)$ puede tomar los siguientes valores: $M = 1, 2, 5, 8, 10, 13, 16, 17, 18, 20, \dots$

2.19 ESTRUCTURA HEXAGONAL

En esta estructura la distancia interplanar esta dado por $d_{hkl}^{-2} = 1,333 P / a^2 + (l / c)^2$, donde $P = (h^2+hk+k^2)$ puede tomar los siguientes valores: $P = 1, 3, 4, 7, 9, 12, 13, 19, 21, \dots$

2.20 INDEXACION POR EL METODO DEL RADIO

En este método no se requiere conocer la constante de cámara λL donde $R d = \lambda L$, por ejemplo para el cristal cúbico :

$$d_{hkl}^{-2} = (h^2 + k^2 + l^2)/a^2 = (R / \lambda L)^2 \text{ del cual obtenemos:}$$

$R = (h^2 + k^2 + l^2)^{1/2} \lambda L / a$, luego si tenemos los radios R_1 y R_2 , al dividirlos tendremos:

$$R_1 / R_2 = ((h_1^2 + k_1^2 + l_1^2) / (h_2^2 + k_2^2 + l_2^2))^{1/2}$$

Los factores $\lambda L / a$ han sido eliminados.

Los índices son asignados de acuerdo a la razón de los radios de los cuadros correspondientes a las diferentes estructuras cúbicas, mostrados en 2.17.

3. USO DEL EM PHILIPS 300

3.1 ESPECIFICACIONES DEL EM PHILIPS 300

Poder resolutivo

Garantizado 5 unidades atómicas (u.a.) ó menos (etapa de alta resol.)

15 u.a. (con goniómetro)

20 u.a. (con inclinómetro)

Lente objetivo

	alta resol.	goniométrico	inclinómetro
Long. focal	1,6 mm	4,1 mm	2,8 mm
Cs (esf.)	1,6 mm	7,1 mm	3,1 mm
Cc (crom.)	1,3 mm	3,3 mm	2,2 mm

Magnificaciones ópticas estandard

Sobre la pantalla principal

Baja magnificación 220X - 3 900X

Rango medio 2 800X - 500 000X

Razón de magnificación de los accesorios

Cámara de 35 mm	0,33
Pantalla pequeña	0,9
Pantalla principal	1
Placa fotográfica	1,14
Película de 70 mm	1,23
Cámara filmadora	1,4

Voltaje acelerador

20, 40, 60, 80, 100 kV

Corriente de emisión

Variable en 8 etapas, máx. 100 mA

Focalización

Mediante binocular de 10X sobre pantalla pequeña

Corrección astigmática

Mediante corrector electromagnético

Lente astigmática de compensación del objetivo menores a 0,04 durante un minuto.

Apertura de la muestra

Mallas estandar de cobre de 3 mm de diámetro, y orificio portamuestras de 2,3 mm de diámetro.

inclinación de la muestra: $\pm 6^\circ$

Sistema de vacío

Bomba rotatoria, reservorio de vacío, bomba difusora de mercurio, bomba difusora de aceite. Control automático de vacío, optimizado de evacuación en tiempo límite. (25 min.)

Sistema de seguridad

Válvulas de seguridad en la presión y flujo de agua.

Desecador de placas fotográficas

No disponible.

Entradas de aire del medio ambiente

Por el portamuestras

Por la cámara de placas

Por la cámara de emisión

Por la cámara de proyección

Circuitos electrónicos

Totalmente transistorizados

Razón de estabilidad

Lente objetivo $2,5 \times 10^{-6}$ por min.

Otras lentes 1×10^{-6} por min.

Alta tensión 5×10^{-6} por min.

Anticontaminador

anillo frío a -130°C

Refrigeración

caudal de agua 2,4 l/min.

presión 1,5 atm.

temp. máx. 20°C

Consumo de energía

3 kWA cuando funciona a plena carga.

Línea de alimentación

110, 220 ó 440 V

Fase simple entre 50 y 60 Hz.

Fluctuaciones permitidas 10 %

Peso bruto

2 250 kg.

3.2 ENCENDIDO DEL EM 300

El EM 300 requiere que la corriente de línea no fluctúe en más del 10 % alrededor de los 220 V, y que el nivel de agua del sistema de refrigeración sea el adecuado, para encender el instrumento se procede de la siguiente manera: [Philips 1, 10].

- Se enciende la llave general (que alimenta el refrigerador de agua y el acondicionador de aire).
- Se pone en STAND BY el microscopio.
- Se enciende el sistema de refrigeración y el acondicionador de aire.
- Se oprime el botón ON del microscopio.
- Si la válvula de alto vacío K6 se encuentra abierta, hay que cerrarlo en forma manual girando la perilla de su motor en sentido antihorario.
- Se enciende las bombas de vacío presionando el botón ON del sistema de vacío.
- Si el procedimiento de evacuación es automático, entonces se espera que ello se realice hasta que la bomba mecánica deje de funcionar, lo que se logra en el mejor de los casos en 25 min.
- También se puede hacer la evacuación en forma manual, y esto se hace siguiendo los pasos del programa automático, los cuales están indicados en la parte teórica de este informe.

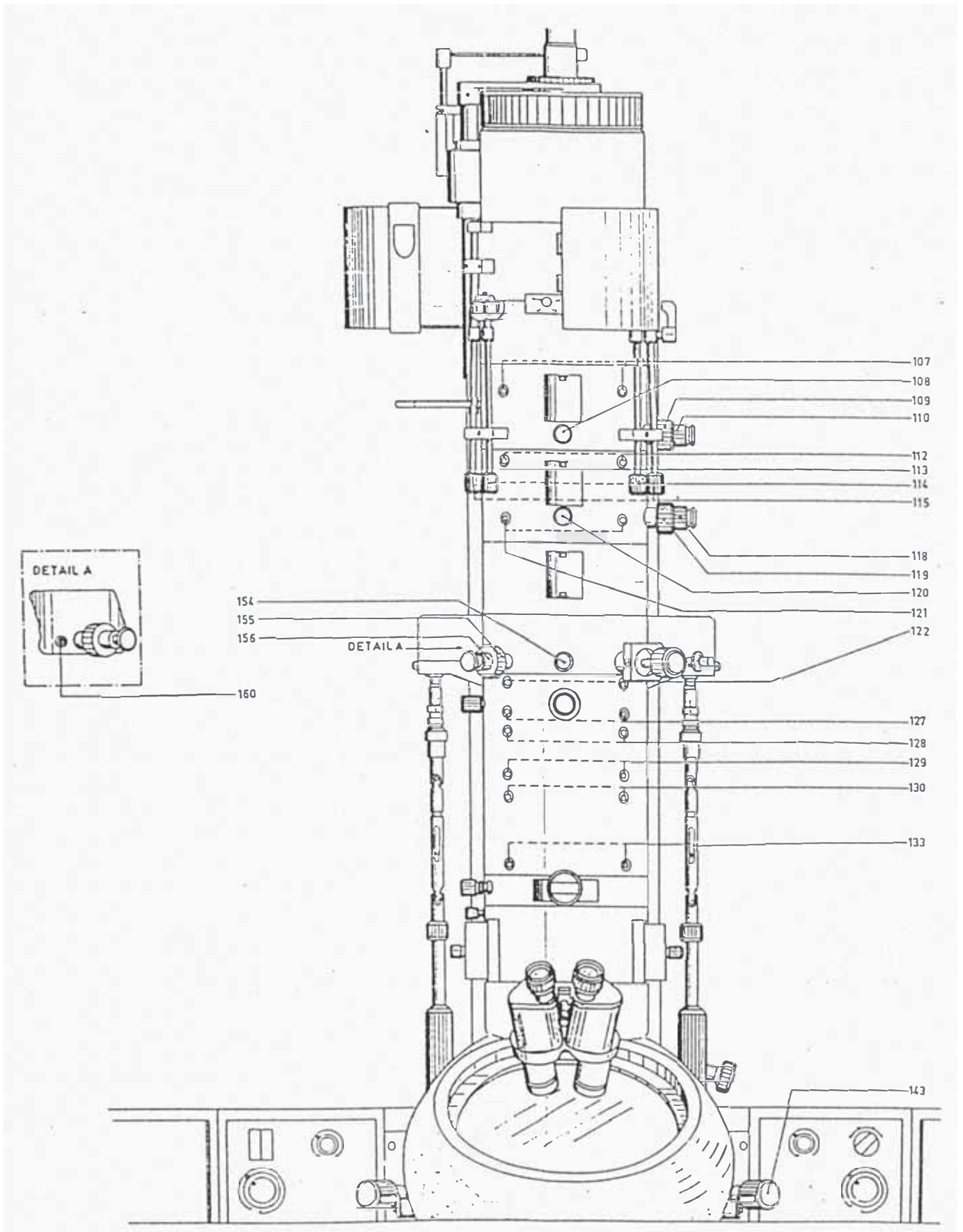


Fig. 3.2 Controles externos de la columna del EM 300.

3.3 OBTENCIÓN DE LA ILUMINACIÓN

Cuando la bomba mecánica se apaga, el nivel de presión en el microscopio es menor a 0,001 torr, y en estas condiciones ya es posible obtener la iluminación procediendo de la siguiente manera: (ver fig. 3.1)

- Presionar el botón (43) correspondiente a la alta tensión escogida. (por ejemplo 60 kV)
- Presionar el botón principal (43) de alta tensión.
- Poner el selector EMISSION en la posición Nro. 6
- Aumentar gradualmente la iluminación con la perilla FILAMENT hasta alcanzar máxima intensidad. (en caso de no obtener iluminación proceder a sacar el portamuestras y/o sacar los diafragmas).
-
- 1 Encender el ME.
- 2 Encender el sistema de vacío hasta alcanzar el nivel de operación.
- 3 Poner la muestra y esperar que se recobre el vacío de operación.
- 4 Encender la alta tensión.
- 5 Girar La perilla FILAMENT (11) (ver fig. 3.1 y 3.2) hasta saturar la iluminación (llegar al máximo de iluminación).
- 6 Confirmar que el switch SELECTOR (48) se encuentre en posición "WOBBLE".

3.4 ALINEAMIENTO DE LA COLUMNA

Para realizar el alineamiento de la columna se debe preparar al ME para dicho proceso, y se realiza de la siguiente manera:

ALINEAMIENTO DE LALENTE OBJETIVO

7. Encender las lentes en el orden siguiente:
C2, OBJ y PROY: "+" (14), asegurarse de que el control fino (31) de la lente PROY de encuentre en posición M.
8. Apagar las lentes C1, INT, y DIF.

9. Poner el selector de modo en M.
10. Poner el control grueso de enfoque de la lente objetiva (23) en posición 13.
11. Usar C2 para iluminar convenientemente la pantalla.
12. Poner el portamuestra y mover con su respectivo trasladador hasta que aparesca una imagen de interés.
13. Sacar el diafragma el objetivo.
14. Focalizar la lente OBJ con precisión.
15. Poner el switch selector de modulación en posición LENSES.
16. Llevar un punto reconocible al centro de la pantalla.
17. Encender el modulador de la lente OBJ (15).
18. Poner el modulador de amplitud (53) en una posición conveniente (si es necesario sobreenfocar C2).
19. Observar la rotación de la imagen y detectar el centro de giro.
20. Llevar el punto reconocible al centro de rotación usando el trasladamuestras.
21. Llevar el centro de rotación al centro de la pantalla usando las piezas polares inferiores de la lente OBJ, estas se mueven por medio de los tornillos 122.
22. volver al paso 19 hasta que el centro de rotación de la imagen coincida con el centro de la pantalla.
23. Apagar el modulador.

ALINEAMIENTO DE LALENTE PROYECTORA

- 24 Usando el trasladamuestras, poner un punto reconocible A en el centro de la pantalla.
- 25 Cambiar de polaridad a la corriente de la lente OBJ y tomar nota de la posición de la nueva imagen A' (ver fig 3.3).

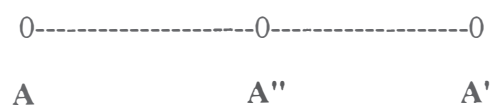


Fig. 3.3 Referencias geométricas empleadas para el alineamiento de la columna.

- 26 Con los tornillos 133 de la lente PROY mover el punto **A** a la posición media del segmento **AA'**, este punto lo llamaremos **A''**.
- 27 Llevar **A''** al centro de la pantalla usando el trasladamuestras.
- 28 Repetir los pasos del 24 al 27 referido al punto **A**, después cambiar la polaridad a la lente OBJ hasta que el punto quede en el centro de la pantalla. Poner la lente OBJ en posición +.
- 29 Ahora repetir los pasos del 07 al 23 del alineamiento de la lente OBJ y los pasos del 24 al 27 para la lente PROY hasta que el centro de rotación y el punto reverso coincidan en el centro de la pantalla.
- 30 Verificar que la lente OBJ esté en posición "+"

ALINEAMIENTO DE LALENTE DIFRACTORA

- 31 Sacar la muestra.
- 32 Sobreenfocar C2 (posición 20).
- 33 Poner el selector de funciones en modo D+I.
- 34 Encender la lente DIF.
- 35 Ajustar la lente DIF hasta obtener el punto de cruce.
- 36 Llevar el punto **A** de cruce al centro de la pantalla ajustando los tornillos (127) de la lente DIF (ver fig 3.2).
- 37 Cambiar la polaridad a la lente DIF; el punto de cruce se moverá a una nueva posición **A'**.
- 38 Ajustar la pieza polar inferior de la lente DIF (tornillo 128) hasta que el punto de cruce esté en medio del segmento **AA'**, a esta nueva posición la llamaremos **A''**.
- 39 Repetir los pasos del 36 al 38 hasta que las imágenes de los puntos de cruce no se separen más de 5 mm y se encuentren en el centro de la pantalla.
- 40 Apagar la lente DIF.

ALINEAMIENTO DE LA LENTE INTERMEDIA

- 41 Encender la lente INT.
 - 42 Poner C2 en posición 21.
 - 43 Ajustar la lente INT hasta que aparezca el punto de cruce **A**.
 - 44 Llevar el punto de cruce **A** al centro de la pantalla ajustando los tornillos 130 de la lente INT.
 - 45 Cambiar la polaridad a la lente INT, el punto de cruce **A** se moverá a una nueva posición **A'** (ver fig 3.3).
 - 46 Ajustar la pieza superior de la lente intermedia mediante los tornillos 129 hasta que el punto de cruce este en el medio del segmento **AA'**, este punto lo llamaremos **A''**.
 - 47 Llevar el punto **A''** al centro de la pantalla moviendo los tornillos 130. Repetir los pasos del 44 al 47, hasta que la imagen del punto de cruce esté a menos de 5 mm del centro de la pantalla.
- Apagar la lente INT y poner el control en posición 0.

ALINEAMIENTO DE LA LENTE CONDENSADORA C2

- 48 Poner la lente C2 en posición "+".
- 49 Poner el selector de funciones al modo M, y el selector de magnificación en posición 1.
- 50 Focalizar C2 hasta obtener una mancha luminosa **A** de máxima intensidad y mínimo diámetro.
- 51 Aflojar los tornillos de fijación 113 del sistema de iluminación.
- 52 Apagar el sistema de deflexión (DFL).
- 53 Notar si la posición de la mancha se encuentra en la pantalla, si se encuentra continúe con 54, sino apagar la lente OBJ y continuar los pasos 54 al 57.
- 54 Cambiar la polaridad a C2, la mancha se moverá ahora a la posición **A'**.
- 55 Ajustar la pieza polar inferior de C2 con los tornillos 121, llevando la mancha al medio del segmento **AA'**, este punto lo llamaremos **A''**.

- 56 Llevar la mancha A" a no menos de 4 cm del centro de la pantalla ajustando los tornillos del sistema de iluminación 112.
- 57 Repetir los pasos 54 al 56 hasta que las manchas no se separen mas de 2cm del centro de la pantalla.
- 58 Si la lente OBJ. estuvo apagada en el paso 53, entonces ponerlo en posición "+" y repetir los pasos del 53 al 57.
- 59 Cuando esta etapa haya sido completada, apagar la lente C2.

ALINEAMIENTO DE LA LENTE CONDENSADORA C1

- 60 Encender C1.
- 61 Focalizar C1 (mancha de tamaño mínimo y máxima intensidad).
- 62 Si la mancha no está en la pantalla, apagar la lente OBJ y proseguir con el alineamiento (pasos 63 al 65) si la mancha está sobre la pantalla, dejar encendida la lente OBJ.
- 63 Cambiar de polaridad a C2 y refocalizar la mancha si fuese necesario.
- 64 Ajustar la pieza polar superior de C1 con los tornillos 107, llevar esta mancha al medio de las dos posiciones anteriores (ver fig. 3.2).
- 65 Centralizar la mancha con el ajuste horizontal del cañón (perillas 114).
Si la lente OBJ. estuvo apagada en el paso 60, ahora encenderlo y repetir los pasos 63 al 65.
- 66 Bajar el brillo del filamento con la perilla 19 en sentido antihorario hasta obtener la imagen nítida de la punta del filamento.
- 67 Hacer que la imagen sea simétrica con la ayuda de las perillas de control de inclinación del cañón.
- 68 Saturar el filamento.
- 69 Repetir los pasos 63 al 68 hasta que la imagen del filamento sea simétrica y esté en el centro de la pantalla al cambiar la polaridad de C1.
- 70 Repetir los pasos 50 al 59 (C1 apagada y C2 encendida) y los pasos 60 al 70 (C1 encendida y C2 apagada) hasta que la imagen de la pantalla sea simétrica.

- 71 Ajustar los tornillos 113.
- 72 Encender el sistema deflector y centrar la mancha si fuese necesario haciendo uso de los deflectores.

Notar que todo movimiento de los diafragmas sobre el eje son limitados y que las posiciones en éstas no deben estar lejos del eje del aparato.

OBS: NUNCA FUERCE EL DIAFRAGMA DE SUS POSICIONES ESTABLECIDAS

DIAFRAGMAS DEL SISTEMA DE ILUMINACIÓN

- 73 Sacar los diafragmas del haz de electrones.
- 74 Apagar C1 y encender C2.
- 75 Enfocar C2.
- 76 Llevar la mancha al centro de la pantalla con los deflectores.
- 77 Sobre enfocar C2 (solo usar el control fino) hasta que el diámetro del área iluminada sea la mitad de la pantalla.
- Introducir el diafragma C1, ahora el área iluminada esta limitada por la apertura de C1 que no será necesariamente concéntrica con la pantalla.
- 78 Llevar el área limitada por C1 haciendo uso de las perillas de centrado 108 y 110 hasta que coincidan con el centro de la pantalla.
- 79 Repetir del 73 al 78 hasta que el área iluminada se expanda y contraiga concéntricamente alrededor del centro de la pantalla.
- 80 Sobreenfocar C2 hasta que la pantalla esté completamente iluminada.
- 81 Introducir las aperturas a C2.
- 82 Refocalizar C2 y centrar la mancha con los deflectores.
- 83 Sobreenfocar C2 hasta que la mancha tenga un diámetro aproximado de 4 cm. El área iluminada esta limitado por la apertura C2 y no será necesariamente concéntrica con la pantalla.

84 Centrar el área iluminada haciendo uso de los controles 118 y 120 hasta que esté concéntrico con la pantalla.

ALINEAMIENTO DEL WOBBLER/INCLINACION

85 Bajar la corriente del filamento y focalizar C2 hasta obtener la imagen del filamento.

86 Poner el control de amplitud en posición 10 y el control de azimut (1) en posición 0.

87 Presionar el WOBBLER (47 - WBL); la imagen del filamento oscilará.

88 Ajustar los dos potenciómetros 56 (fig 3.1) hasta obtener una imagen nítida del filamento.

89 Poner el control de azimut (1) en posición 10, presionar el botón WOBBLER (36 - WBL) y el filamento se verá nuevamente deforme aunque en menor grado.

90 Ajustar los potenciómetros correspondientes hasta obtener una imagen clara y bien formada del filamento.

91 Deprimir el botón WBL.

92 Saturar el filamento. Poner el microscopio en el modo D+I luego mantener estacionaria la corriente de la lente OBJ.

93 Poner el selector de magnificación en posición 7, focalizar la iluminación con C2.

94 Centrar la mancha con los deflectores (22)

95 Poner los deflectores auxiliares (14) en posición intermedia.

96 Poner el control azimutal (50) en posición 0.

97 Poner el control de amplitud (53) en 0.

98 Poner el selector de cuadrante (48) en TILT 1.

99 Presionar TILT (47).

100 Centrar la iluminación con el sistema auxiliar de deflexión.

101 Encender y apagar TILT (47), asegurarse que el haz este centrado con el inclinador principal apagado y el inclinador auxiliar encendido.

102 Incrementar suavemente el control de amplitud (57) y poner el control de azimut en posición 10.

- 103 Incrementar suavemente el control de amplitud y en cada momento colocar el selector de cuadrante (48) de 2 a 3 y viceversa. El movimiento de la mancha se elimina ahora con la ayuda de los dos potenciómetros 22 (fig 3.1).
- 104 Retornar el selector de cuadrante (4) a la posición Wobbler y deprimir el botón TILT (36).
- 105 Poner el selector de magnificación en posición 3 ó 4.
- 106 Poner el selector de modulación (52) en uno de los dos pares de control de alineamiento del astigmador del condensador (55).
- 107 Poner el modulador de amplitud (53) en su máximo valor.
- 108 Ajustar los dos potenciómetros (55) indicado por la posición de la perilla moduladora hasta que el cambio sea mínimo en la imagen del filamento.
- 109 Ponga el selector de modulación (52) al otro par de controles de alineamiento del astigmador del condensador.
- 110 Ajustar los dos potenciómetros indicados por la dirección de la llave del modulador, hasta que haya un cambio mínimo en la imagen del filamento.
- 111 Retorne el modulador astigmático (52) a la posición LENTES.

ASTIGMADOR DEL OBJETIVO

- 113 Sobreenfocar C2 y saturar el filamento.
- 114 Encender la lente INT.
- 115 Poner una muestra y llevar un punto reconocible de la imagen sobre el centro de la pantalla usando el trasladamuestras.
- 116 Poner el control de magnificación en posición 17 a fin de obtener alta magnificación, focalizando C1 y C2 hasta obtener una adecuada iluminación.
- 117 Obtener la imagen focalizada.
- 118 Poner la llave de selección de modulación a uno de los dos pares de los controles de alineamiento del astigmador del objetivo.

- 119 Ajustar los dos potenciómetros del alineamiento del astigmador del objetivo indicado por la dirección del selector de modulación tal que la imagen obtenida en el centro de la pantalla sea estacionaria.
- 120 Girar el selector de modulación hacia el otro par de controles de alineamiento del astigmador del objetivo.
- 121 Ajustar esos potenciómetros hasta que la imagen en el centro de la pantalla sea estacionaria.
- 122 Ponga el selector de modulación a la posición LENSES.

3.5 OBTENCIÓN DE IMAGEN

Después de alinear el microscopio, se puede trabajar en el modo imagen (modo M) y para ello se procede de la siguiente manera: (ver fig 3.1 y 3.2)

- - Colocar el selector de modo en M.
- - Introducir la barra portamuestras con la muestra.
- - Presionar el botón de alta tensión en el valor requerido.
- - Presionar el botón principal de alta tensión.
- - Girar en sentido horario la perilla FILAMENT hasta obtener el filamento saturado.
- - Enfocar C2
- - Mover la muestra hasta obtener una imagen de interés.
- - Seleccionar la magnificación que más convenga.
- - Colocar la pantalla diagonal de enfoque.
- - Focalizar la imagen haciendo uso del binocular, los botones selectores de grado de enfoque y la perilla de enfoque fino.
- - Desastigmar La imagen haciendo uso de los astigmatadores del objetivo.

En estas condiciones la imagen ya puede ser registrada impresionando la placa fotográfica.

3.6 OBTENCIÓN DE LOS PATRONES DE DIFRACCION

Luego de haber seleccionado una área de interés en la muestra y si se requiere del patrón de difracción de la respectiva zona se procede de la siguiente manera:

- - Poner el selector de modo en posición SA (área selecta).
- - Sacar el diagrama del objetivo.
- - Enfocar la imagen.
- - Poner el diafragma de la lente difractora en el centro de la pantalla.
- - Enfocar el diafragma de la lente difractora mediante la perilla SA del tablero auxiliar derecho.
- - Poner el selector de modo en posición DI+I.
- - Poner la lente proyectora en posición M.
- - Apagar la lente intermedia.
- - Poner la perilla de control de la lente difractora de modo que obtenga el patrón de difracción (posición 10).
- - Precisar la calidad del patrón usando el control fino de la lente difractora.

3.7 REGISTRO FOTOGRÁFICO MEDIANTE PLACAS

Cuando la imagen seleccionada ha sido convenientemente enfocada y desastigmada, se procede a hacer la toma fotográfica siguiendo los siguientes pasos:

Situación previa:

- - La cámara ha sido previamente abastecida de placas fotográficas en sus respectivas portaplacas.
- - La cámara ha sido incorporada a la columna mediante la apertura de la válvula K3.
- - Abrir la caja de abastecimiento de placas.
- - Abrir la caja receptora de placas.
- - Mantener el ambiente con luz tenue (solamente las luces del microscopio).

Para hacer la toma fotográfica:

- - Poner el selector del medidor en posición EXP.
- - Poner el selector de tiempo de exposición en posición 2 (s).
- - Bajar o subir la iluminación mediante la lente C2 hasta que el medidor indique 50 aproximadamente. Se debe tener cuidado en obtener una iluminación homogénea de la pantalla, lo cual se logra con las perillas de deflección.
- - Levantar la pantalla principal.
- - Presionar el botón T (Transport) para que se coloque la placa en y posición de registro.
- - Presionar el botón EXP (exposure) y esperar a que retorne su luz indicadora.
- - Presionar el botón T para recoger la placa impresionada.
- - Bajar la pantalla principal.
- - Anotar en el cuaderno de control las condiciones en que han sido registradas y el número de la placa.

Las placas fotográficas que se han utilizado en este trabajo han sido las películas KODAK 4489 de formato 3 1/4" x 4" CAT 161.

3.8 CALIBRACIÓN DE LA MAGNIFICACION

Cuando se requiere conocer las dimensiones de un objeto, cuya imagen se visualiza, es necesario calibrar la magnificación (ya que los valores indicados en la perilla no siempre son confiables), y para esta operación se usa una rejilla calibrada consistente en una replica realizada con una película de carbón cuya constante de separación certificada por el fabricante es de 0,82 mm

Para la operación de calibración de procede de la siguiente manera:

- Se hace un registro fotográfico de la rejilla de calibración en la magnificación M (que por el momento desconocemos).
- Se mide la distancia X entre bandas oscuras de la placa fotográfica o de la copia.
- Para calcular la magnificación M se hace una regla de tres simple obteniéndose:

$$M = X / 0,882 \mu\text{m} \dots\dots\dots(3.1)$$

Con este dato podemos calcular la longitud U de la barra de calibración.

Por ejemplo 1 μm tendrá en la imagen una longitud U de:

$$U = M \mu\text{m} = [X / 0,882\mu\text{m}] \mu\text{m} = X / 0,882$$

En el trabajo experimental se ha fotografiado unas esferas de látex (fig. 3.4) y se ha incorporado como dato fotográfico una banda de la rejilla de calibración, cuya magnificación M (calculado usando la ecuación 3.1) es:

para $X = 27 \text{ mm}$, $M = 27 \mu\text{m} / 0,882 \mu\text{m} = 30\ 612$

Y la longitud U de la barra de calibración es:

$$U = 27 \text{ mm} / 0,882 = 30,6 \text{ mm}$$

La imagen obtenida de estas esferas de látex se han usado para hallar su diámetro promedio, el cual es:

$$D = 0,30 \mu\text{m}$$

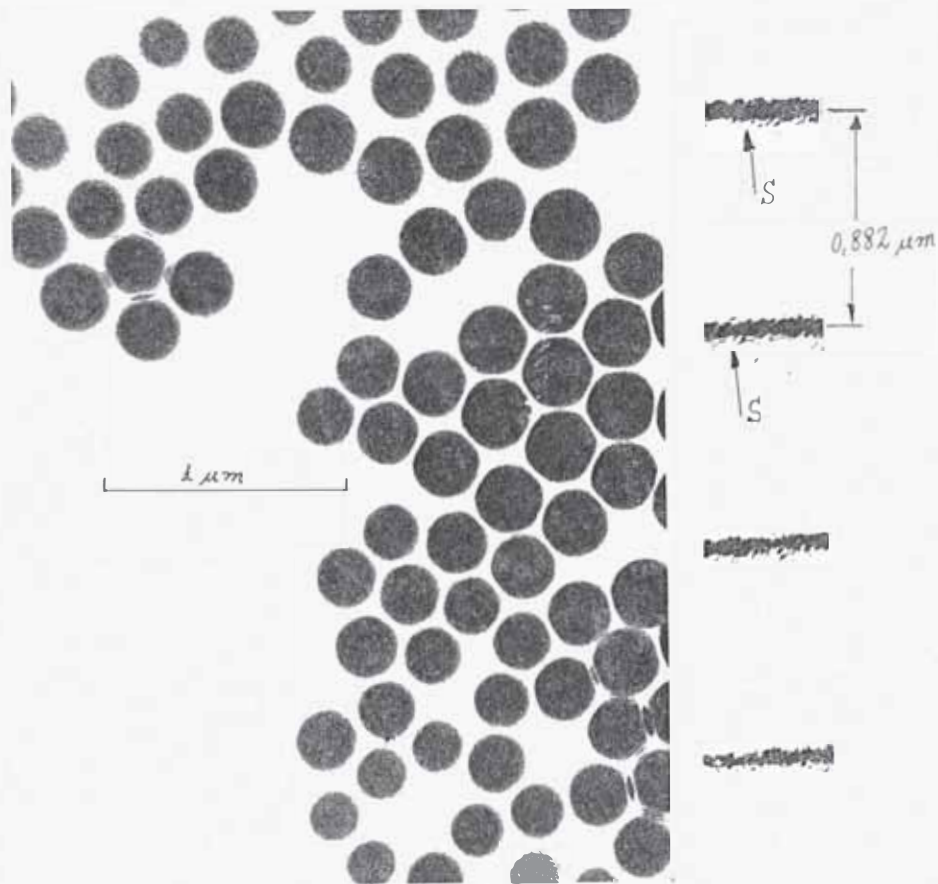


Fig. 3.4 Fotografía de partículas de látex y una rejilla de calibración. $M=30\ 612$, $X=27 \text{ mm}$, $U = 30,6 \text{ mm}$, $S = 1 \text{ mm}$, $R=200 \text{ A}$

3.9 CALIBRACIÓN DE LA CONSTANTE DE CÁMARA

Para que el ME pueda emplearse en el análisis difractométrico es necesario calibrar la constante de cámara L , lo cual lo hacemos usando como patrón a una muestra de oro.

Los datos experimentales han sido comparados con los datos teóricos obtenidos de la referencia [Edington], dichos datos se muestran a continuación en el siguiente cuadro.

CUADRO 3.1
CALIBRACIÓN DE LA CTE. DE CÁMARA USANDO ORO

datos experimentales			datos de referencia	
$2R_i(\text{mm})$	R_i/R_1	$L(\text{mm})$	$d_{hkl}(\text{Å})$	{hkl}
22,0	1,00	620	2,355	111
25,5	1,16	610	2,030	200
36,5	1,66	621	1,442	220
42,5	1,93	618	1,230	311
44,0	2,00	619	1,177	222
51,0	2,32	622	1,020	400
55,0	2,50		0,936	331
57,0	2,59			420
62,0	2,82			422

Para calcular d_{hkl} se ha usado la ecuación (2.40) la cual es equivalente a: $d_{hkl}=a/N^{0,5}$

Para calcular la constante de cámara L se ha usado la ecuación (2.45) de donde hemos obtenido:

$$L_1 = R_1 * d_1 / \lambda = 11 \text{ mm } 2,355\text{Å} / 0,0418\text{Å} = 620 \text{ mm}$$

La secuencia R_i/R_1 obtenidos experimentalmente concuerdan con la secuencia teórica calculada para la estructura cúbica centrada en las caras, por lo que la analogía de ellas nos lleva a concluir que la muestra analizada tiene estructura fcc.

El promedio de las constantes de cámara es: $L = 618 \text{ mm}$ la cual se ha obtenido teniendo el ME en las siguientes condiciones:

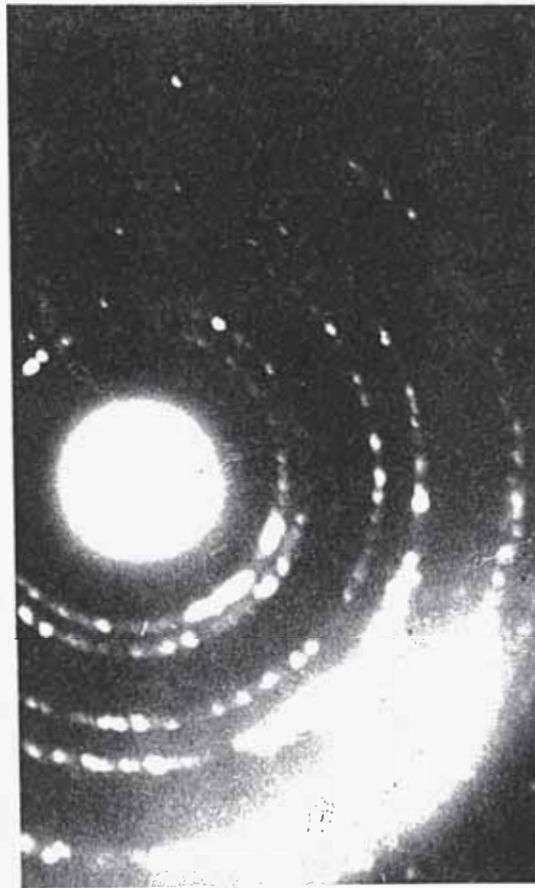


Fig. 3.5 Diffractograma policristalino de Au.

LENTE DIFRACTORA en posición 10

LENTE INTERMEDIA en posición 0

LENTE PROYECTORA en posición M.

Estas condiciones se han mantenido para continuar con el análisis de una muestra de Fe-Sn, los cuales serán detallados en el cap 4.

4. APLICACIONES

4.1 CALCULO DE LA RESOLUCION PRACTICA EN UN REGISTRO FOTOGRAFICO

Llamamos resolución práctica a la mínima distancia que existen entre dos puntos claramente distinguibles (según el criterio de Righleit) en un registro fotográfico.

Esta resolución práctica puede calcularse midiendo la separación S entre dos puntos próximos que satisfacen el criterio de Righleit (ver 2.3.3.8).

La resolución práctica R en el caso de fig 3.4 será:

$$R = S \mu\text{m} / U \quad (\text{si es que } U \text{ ha sido calibrado en } \mu\text{m}) \quad \text{Como datos tenemos: } S = 1 \text{ mm} \\ \text{y } U = 30,6 \text{ mm}$$

que reemplazados en R se obtiene:

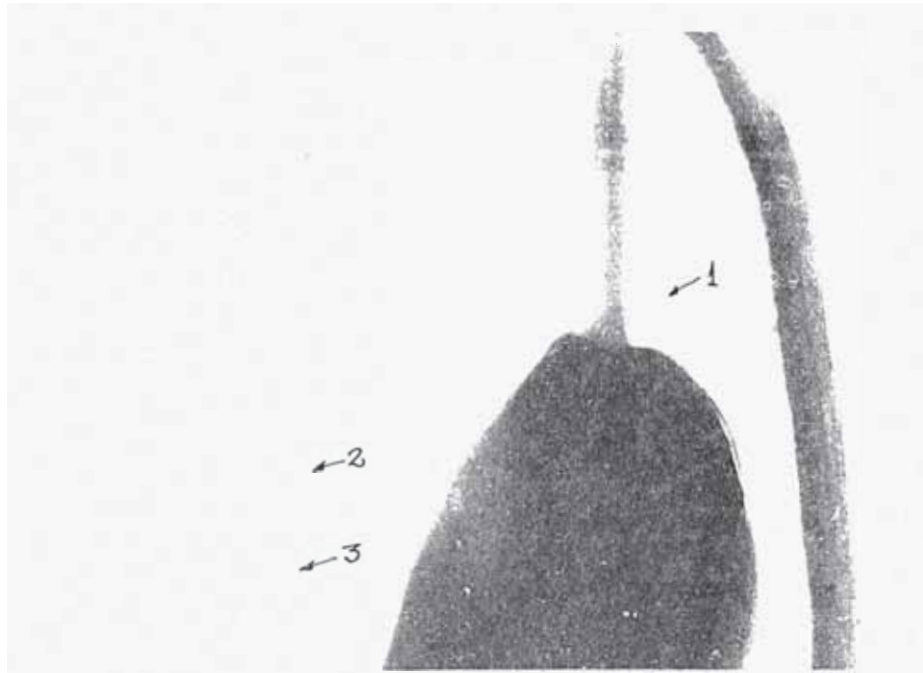
$$R = [1 \text{ mm} / 30,6 \text{ mm}] \mu\text{m} = 0,032 \mu\text{m} = 32 \text{ nm} = 320 \text{ \AA}$$

4.2 TECNICAS DE LA MET

4.2.1 CAMPO OSCURO.- Se ha empleado el recurso consistente en el bloqueo del haz central de iluminación, lo que se logra sacando ligeramente del eje al diafragma del objetivo y afinando la iluminación con C2 y los deflectores; esta técnica es la que ofrece menor dificultad y también poca calidad de imagen (ver fig 2.6 c).

En la Fig 4.1 se muestra la imagen de un parásito visto con esta técnica, donde se observan algunos detalles en la superficie externa del cuerpo que no son visibles con la técnica del campo brillante, también se notan algunos detalles de la película de soporte, como los agujeros numerados 1, 2 y 3 que aparecen oscuros porque el fondo lo es (de allí el nombre de esta técnica), si los elementos no son muy densos o gruesos estos resplandecen (reemitiendo electrones) mostrándose claros como los flagelos y los contornos del cuerpo.

Otra muestra observada con esta misma técnica es la mostrada en la fig 4.2 cuya contraparte en campo brillante es la fig 4.3, en



campo brillante



campo oscuro

Fig. 4.1 *Imágenes de campo brillante y campo oscuro de muestras biológicas (leishmanias sp).*

este caso el grado de brillantez de cada pseudópodo nos da una referencia de la profundidad de su posición, siendo los mas brillantes los mas alejados al observador.

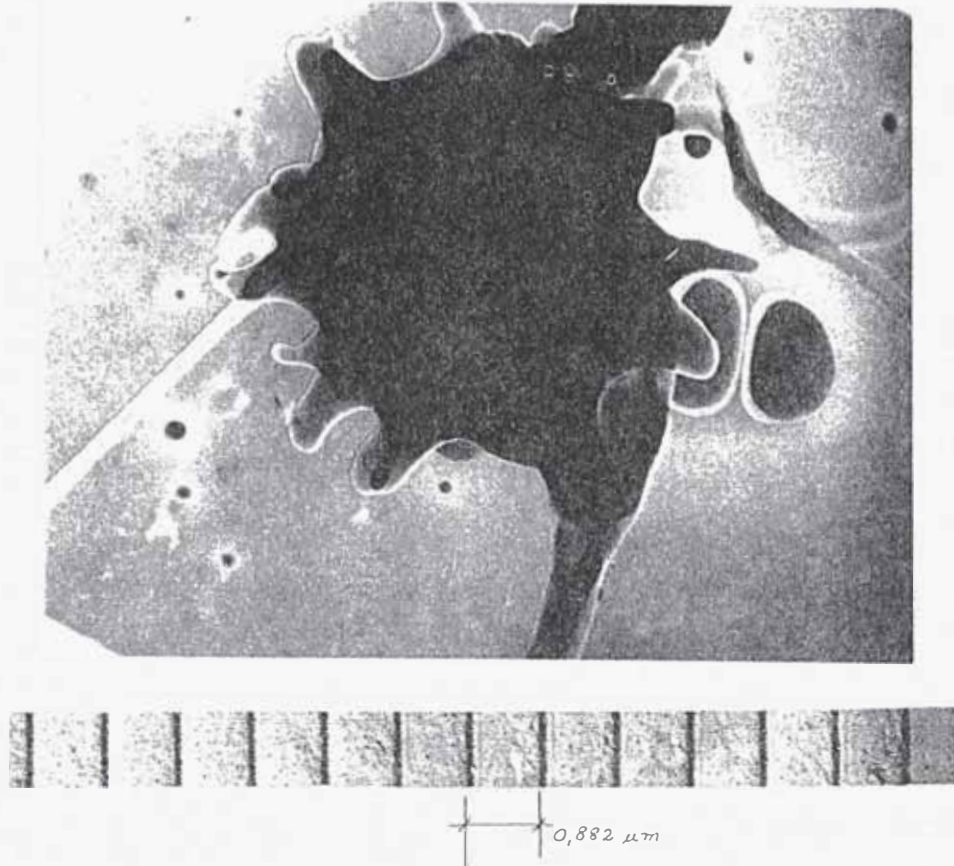


Fig. 4.2 Imagen en campo oscuro del glóbulo rojo mostrado en la fig. 4.3 y rejilla de calibración.

4.2.2 ESTEREOSCOPIA.- De acuerdo a lo indicado en el 2.7 se ha empleado el valor de 14° para el ángulo de paralaje, la toma del par estereoscópico se hace de la siguiente manera:

- Se inclina la muestra 7° en sentido horario y se hace el primer registro fotográfico.
- A partir de la posición anterior se gira 14° en sentido antihorario y se hace el segundo registro fotográfico.
- Se hace un gráfico indicando el eje de giro de la muestra.

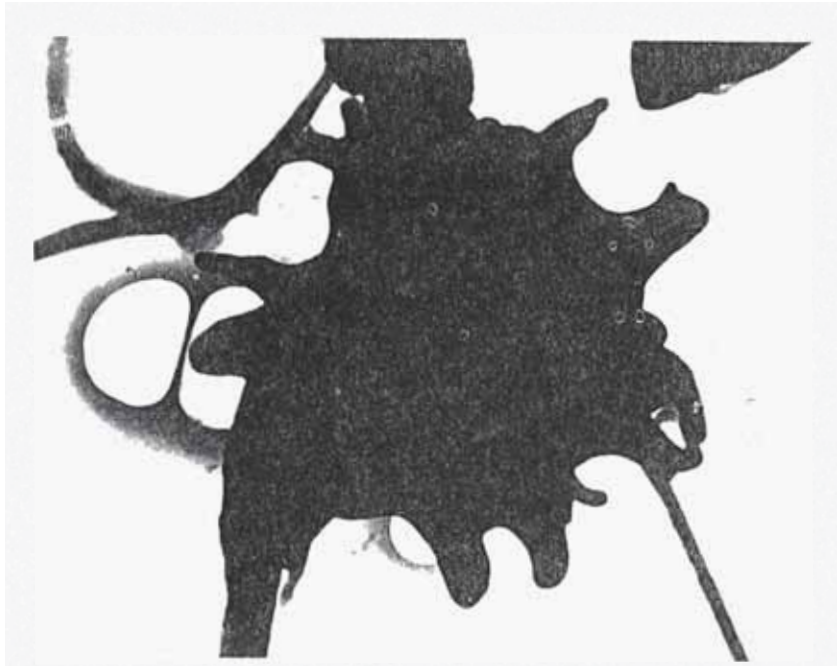


imagen para el ojo derecho.

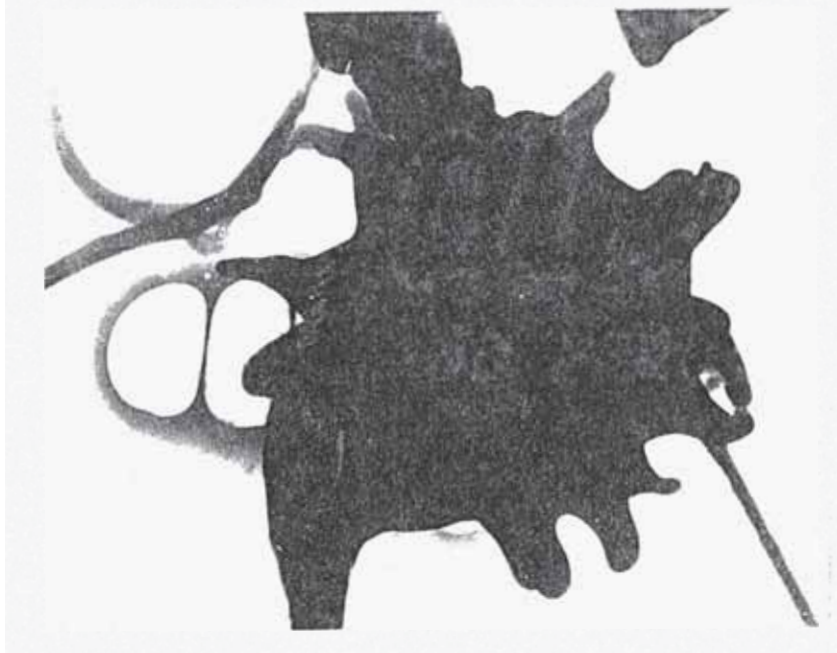


imagen para el ojo izquierdo.

Fig. 4.3 Par estereográfico de un glóbulo rojo humano.

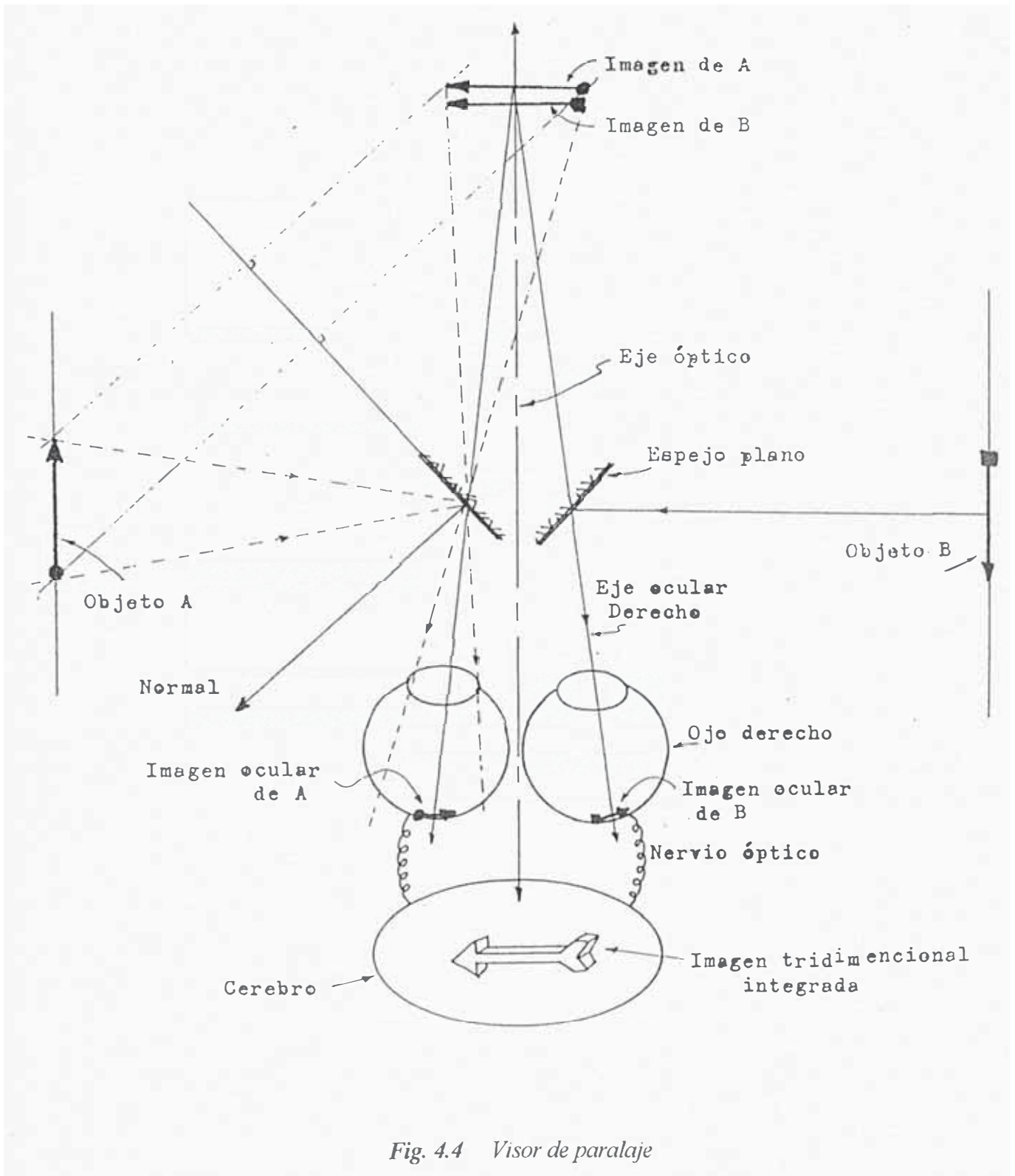


Fig. 4.4 Visor de paralaje

Con este procedimiento se ha registrado el par estereográfico mostrado en la fig 4.3 en las que podemos observar en forma directa y por separado que la posición de los seudópodos de los glóbulos rojos cambian de una vista a otra, estas vistas planas difícilmente pueden indicar la profundidad del espacio, es decir que no podríamos discriminar con facilidad quienes están delante o atrás.

Haciendo uso del visor de paralaje construido con este fin (el mismo que se muestra en la fig. 4.4) podemos integrar en nuestro cerebro ambas imágenes en una sola de aspecto tridimensional, condición en la que estamos familiarizados en forma natural, y por consiguiente poder distinguir la posición de los seudópodos con respecto a sus vecinos.

Esta técnica también es importante cuando se pretende distinguir detalles tipo fisura, relieves de contornos de muestras no laminares.

4.4 PATRONES DE MOIRE.- Los patrones de Moiré se forman por la superposición de dos o mas redes, las cuales pueden haber girado y/o desplazado (unas de otras) con respecto al eje óptico, se puede afirmar que es un patrón de sombras producidas por dicha superposición [Bowen], algunas muestras esquemáticas de estos patrones las podemos apreciar en al fig 4.5

El reconocimiento de estos patrones de Moiré es importante en el análisis microscópico (en todo el rango de las magnificaciones posibles con la MET o visible) ya que nos permiten discriminar granulaciones o franjas espúreas, como aquellas que se pueden apreciar en al fig 4.6 en este caso las franjas han surgido por la superposición (a lo largo del camino óptico) de las redes cristalinas del Si y su aparición, desaparición o cambios, se deben únicamente a la inclinación de la muestra con respecto al haz electrónico incidente.

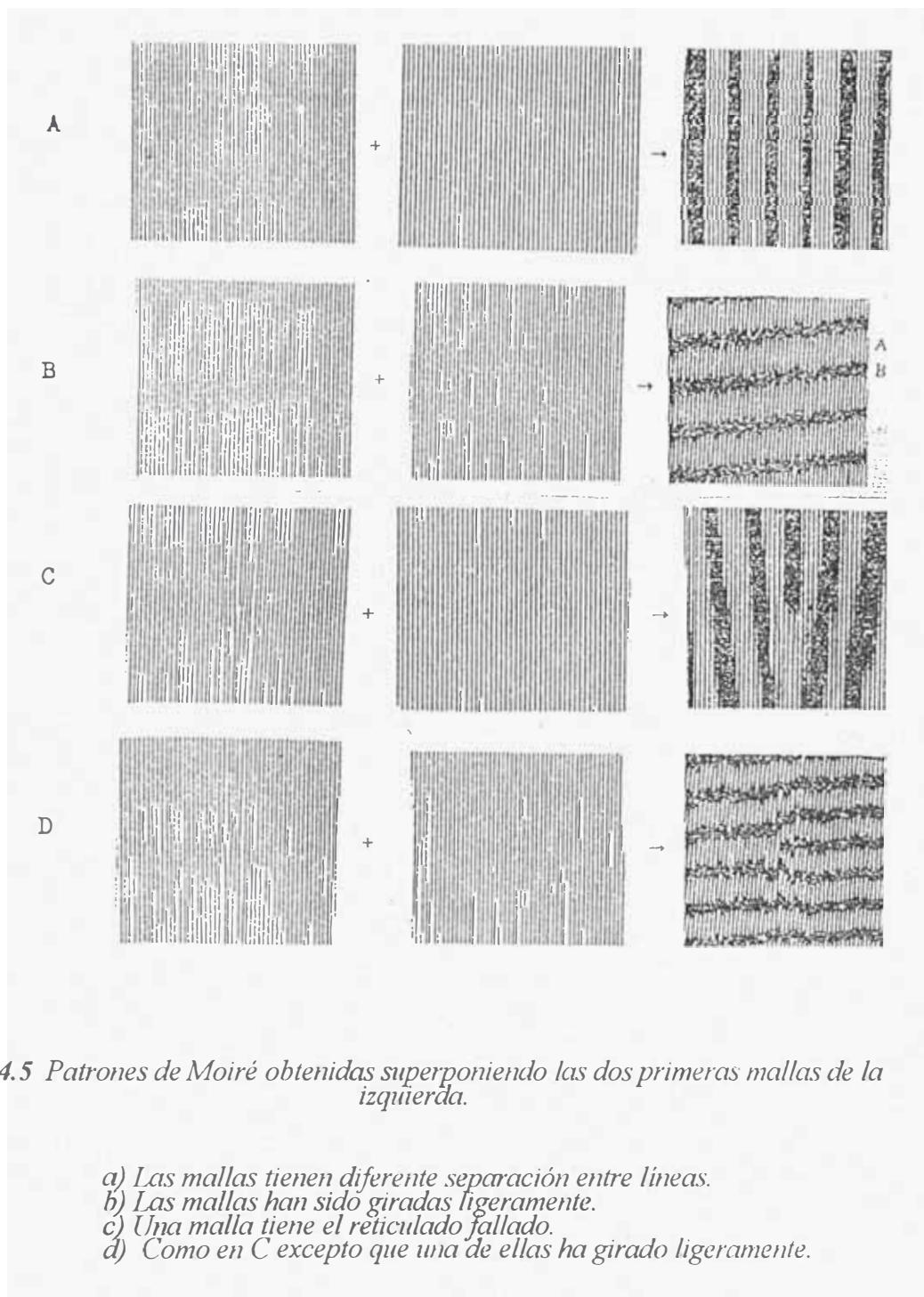


Fig. 4.5 Patrones de Moiré obtenidas superponiendo las dos primeras mallas de la izquierda.

- a) Las mallas tienen diferente separación entre líneas.*
- b) Las mallas han sido giradas ligeramente.*
- c) Una malla tiene el reticulado fallado.*
- d) Como en C excepto que una de ellas ha girado ligeramente.*

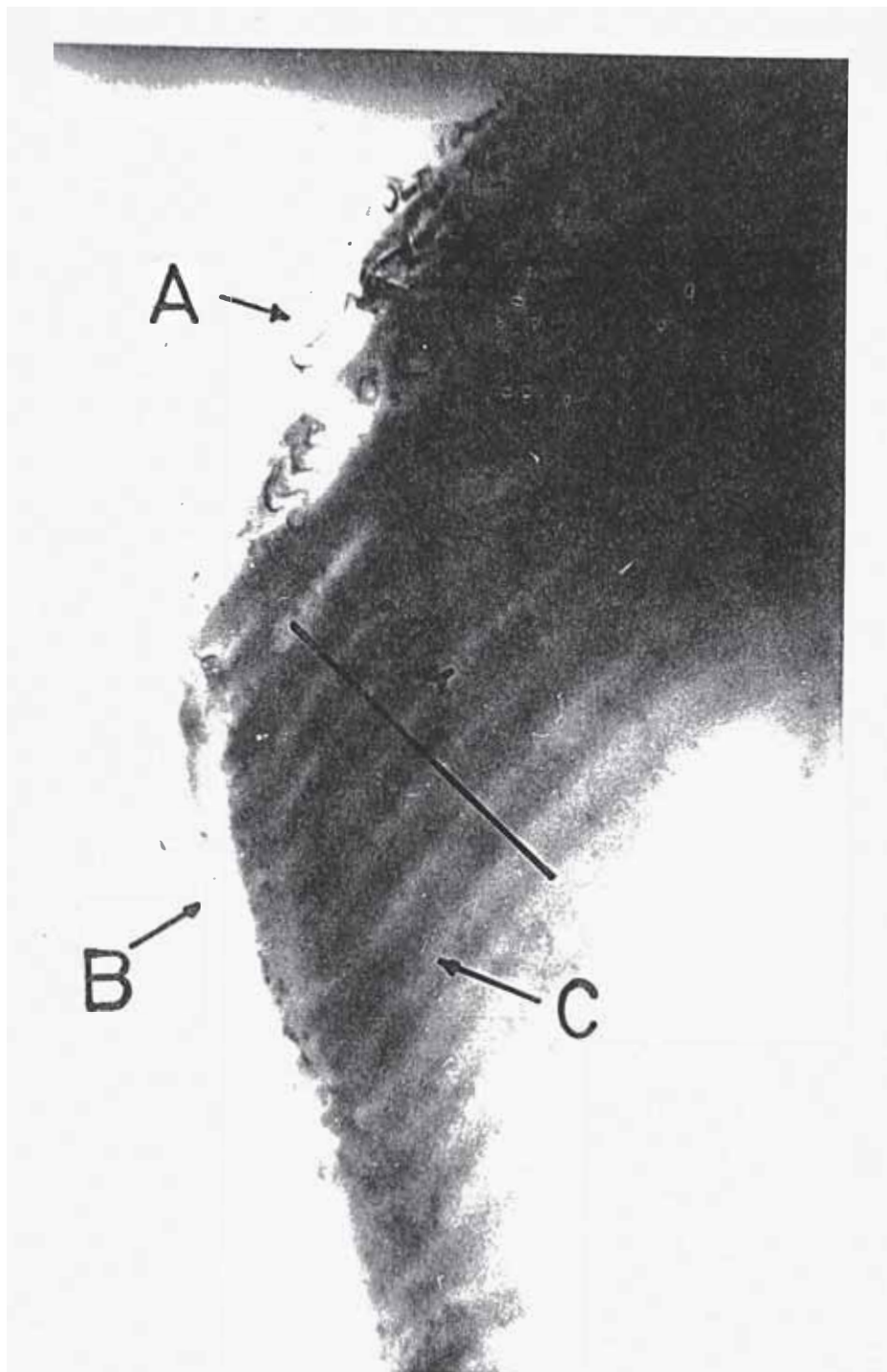


Fig. 4.6 Franjas de Moiré obtenidas en un monocristal de Si.

A muestra las huellas de una fractura dúctil (debido a la deformación plástica que ha sufrido y es notoriamente visible). B y C muestran las franjas de Moiré producidas en la parte exfoliada, y representa una fractura frágil según A. A. Griffith. [Jhon]

4.4 DIFRACCION ELECTRONICA EN CRISTALES DE NaCl: OBTENCION DE LA LONGITUD DE CAMARA

Para obtener los cristales de NaCl sobre una membrana de FORMBAR, depositada sobre una rejilla portamuestras, se colocó una gota de una solución de NaCl en agua al 0,12 % aprox. Luego de secar el agua a 50° C se observó en el EM 301 pequeños cristales

dispersos y con poco contraste debido a su pequeño tamaño. Para obtener las muestras del espesor adecuado se procedió a hacer el crecimiento de los cristales, para ello se volvió a colocar una gota de la solución anterior sobre la muestra y luego de secarlos se obtuvo los cristales del tamaño adecuado.

La fig. 4.7 a) nos muestra un cristal aislado o monocristal a $7\ 500\ X$ aparentemente uno de ellos sirve como núcleo de crecimiento al otro, se pueden distinguir dos franjas cruzadas diagonalmente y granulaciones espúreas al interior.

A éste monocristal se le hizo una transformada de Fourier usando una radiación electrónica de 58 kV de energía.

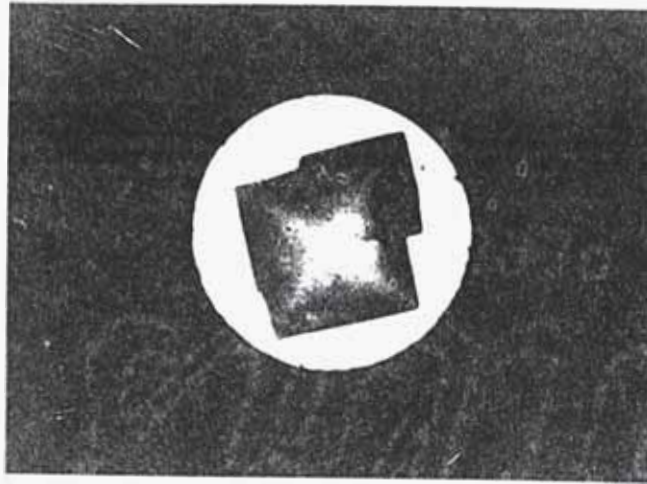
La fig. 4.7 b) nos muestra esta transformada o patrón de difracción logrado en el Espacio de Fourier (Placa fotográfica) cuando el haz electrónico incidente es paralelo a la dirección cristalina (101) en el cristal de tipo fcc.

Algunas de las transformadas de Fourier mas importantes para este tipo de cristales lo podemos apreciar en la fig. 4.8

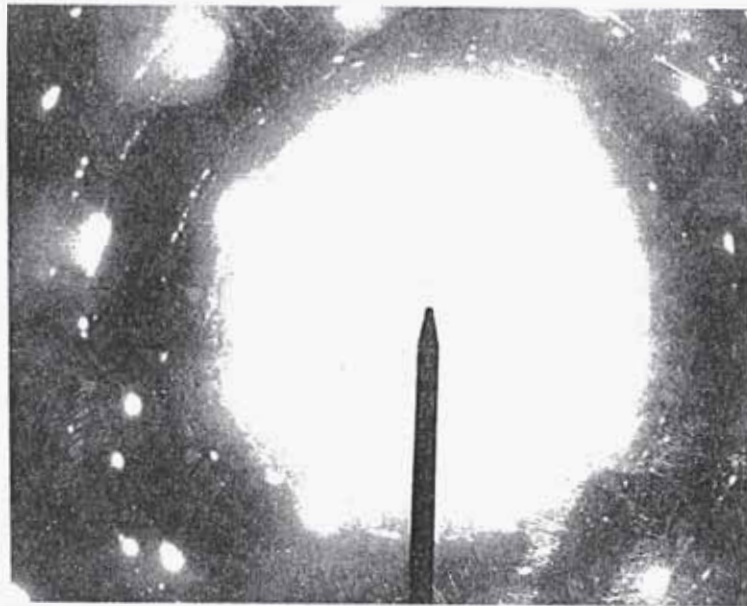
El MET es una magnífica herramienta para hacer estudios cristalográficos similares a los realizados con rayos X, y para ello es necesario que el MET este calibrado; esta calibración consiste básicamente en el cálculo de la longitud de cámara L, para lo cual es necesario conocer la energía de la radiación y la constante de la red cristalina que se emplea como etalón.

Para lograr difractogramas o patrones de difracción prácticos se requiere trabajar en la aproximación paraxial de Fraunhofer (ya que la condición de Fresnel produce patrones demasiado pequeños) y esto se logra trabajando en el modo DI del EM 301.

Para la calibración hacemos uso de la ecuación (2.45),



a)



b)

Fig. 4.7 a) Imagen (7500 X) de un monocristal de NaCl (área selecta).
b) Difractograma monocristalino de la misma muestra.

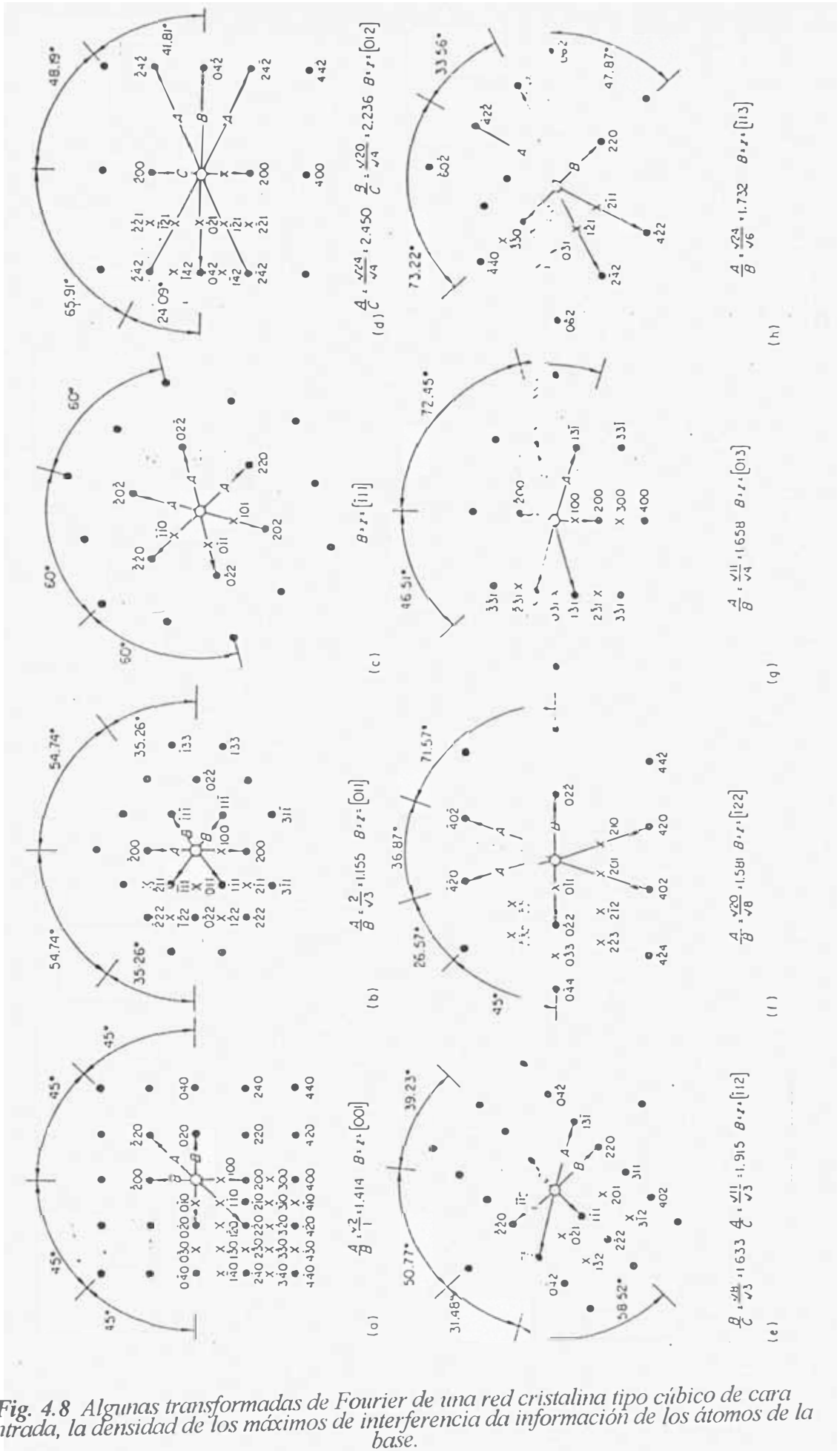


Fig. 4.8 Algunas transformadas de Fourier de una red cristalina tipo cúbico de cara ntrada, la densidad de los máximos de interferencia da información de los átomos de la base.

$$L = (d r) / n \lambda$$

para aplicarlo necesitamos calcular el valor de λ para los electrones de 58 kV de energía haciendo uso de la ecuación (2.5) en la que obtenemos:

$$\lambda = 1,226 \text{ nm} / [58\,000]^{0,5} = 0,05 \text{ \AA}$$

También vamos a emplear,

$$d = d_{hkl} = a (h^2 + k^2 + l^2)^{-0,5}$$

que viene a ser la distancia interplanar del cristal cúbico en una determinada dirección y donde h, k y l son los índices de Miller de uno de los máximos hasta donde se ha medido r .

Para hacer el primer cálculo de L tenemos los siguientes datos:

$$a = 5,63 \text{ \AA} = \text{Cte. de la red de NaCl}, \quad n = 1, \quad r_1 = 13,5 \text{ mm} \quad h = 0, \quad k = 2 \quad y \quad l = 0,$$

$$\text{luego: } L = 13,5 \text{ mm} * 5,63 \text{ \AA} / 0,05 \text{ \AA} * 2 = 760 \text{ mm}$$

Para hacer el segundo cálculo de L tenemos los siguientes datos:

$$n = 1, \quad r_1 = 19,0 \text{ mm}, \quad h = 0, \quad k = 2, \quad y \quad l = 2, \text{ luego:}$$

$$L = 19,0 \text{ mm} * 5,63 \text{ \AA} / 0,05 \text{ \AA} * (0+2^2+2^2)^{0,5} = 757 \text{ mm}$$

Finalmente usaremos el promedio de estas dos longitudes como el valor de la longitud de cámara del microscopio el cual es:

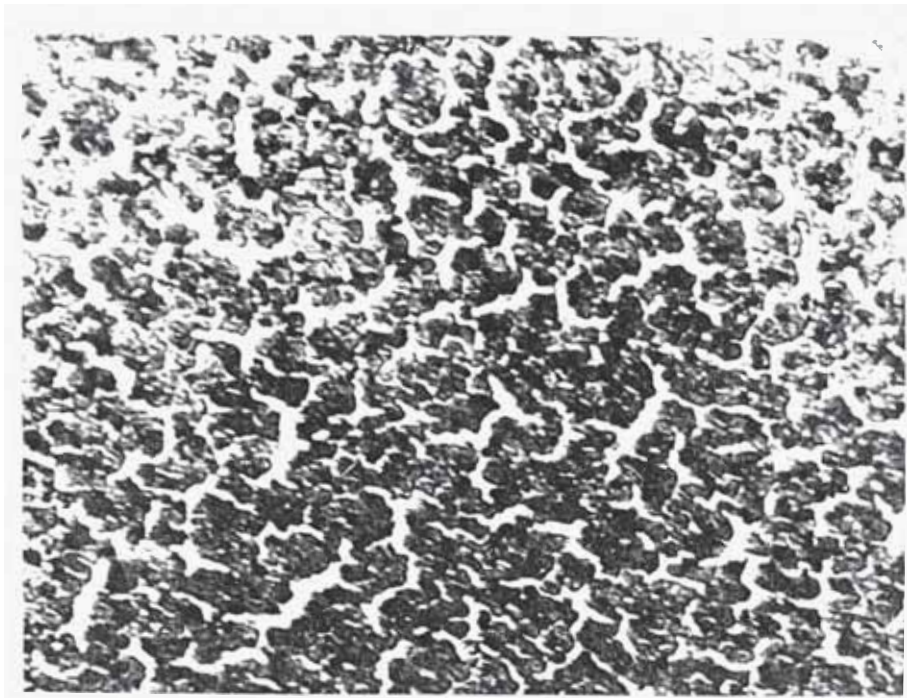
$$L = 758.5 \text{ mm.}$$

4.5 MEDICION DEL PARAMETRO DE RED DEL CRISTAL DE Pt

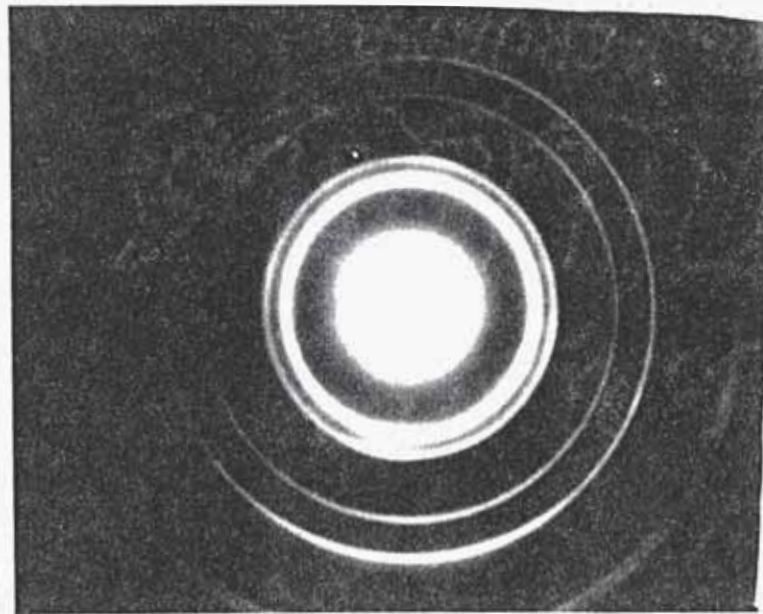
En la fig. 4.9 podemos apreciar la imagen y el patrón de difracción (tipo policristalino) de una película delgada de Pt; este difractograma se ha conseguido en las mismas condiciones óptico electrónicas en que fue obtenido el difractograma de NaCl de la fig. 4.7 b)

Los índices de Miller los podemos obtener de la fig. 4.8 en el que observamos que el menor radio que podemos trazar en los patrones obtenidos corresponden a los que han sido obtenidos en las direcciones (211) y (110), aquí uno de los máximos más cercanos tiene los índices $h=1, k=1$ y $l=1$.

También tenemos los siguientes datos:



a)



b)

Fig. 4.9 a) Imagen y b) patrón de difracción de una muestra de Pt tipo policristalino.

$n = 1$, $r = 17 \text{ mm}$, $L = 758.5 \text{ mm}$ y $\lambda = 0,05 \text{ A}$

que reemplazados en la ecuación (2.45) da:

$$a_0 = n \cdot L / r_n$$

$$a_0 = 1 \cdot 758,5 \text{ mm} \cdot 0,05 \text{ A} (1^2 + 1^2 + 1^2)/(17\text{mm}) = 3,86 \text{ A}$$
 También podemos calcular a_0

con los siguientes datos:

$h=0$, $k=2$, y $l=0$ (del patrón de dif. en dirección (100))

$r = 19,5 \text{ mm}$, luego:

$$a_0 = 0,05\text{A} \cdot 758,5 \text{ mm} \cdot (0 + 2^2 + 0)^{0,5} / (19,5) = 3,88 \text{ A}$$

de los valores calculados tomamos el promedio como el valor experimental mas adecuado para a_0 , esto es: $a_0 = 3,87 \text{ A}$

Al comparar este dato con el dato teórico ($a_0 = 3,92 \text{ A}$) observamos que el error relativo se aleja ligeramente del 1%.

4.6 DIFRACCION ELECTRONICA MONOCRISTALINA

La distribución atómica de una estructura cristalina se le denomina red cristalina real y a su representación matemática espacio real de la red; a los patrones de difracción se les denomina difractogramas y a su representación matemática red reciproca o transformada de Fourier; el lugar donde se forman estas transformadas se denomina Espacio de las Transformadas de Fourier o simplemente espacio de Fourier que viene a ser en la práctica la película fotográfica. o la pantalla de proyección.

Se ha analizado una muestra de un monocristal de NaCl con distintas direcciones del haz electrónico incidente, el modelo geométrico de una celda cristalina de NaCl se puede apreciar en la fig. 4.10 a), indicando la base, los componentes atómicos y algunas direcciones.

La ilustración fotográfica siguiente corresponde a la muestra aquí descrita, y para obtenerlos se ha orientado convenientemente el monocristal (haciendo uso del goniómetro), indicándonos de esta manera las grandes posibilidades que tiene el EM 301 para poder realizar análisis cristalográficos.

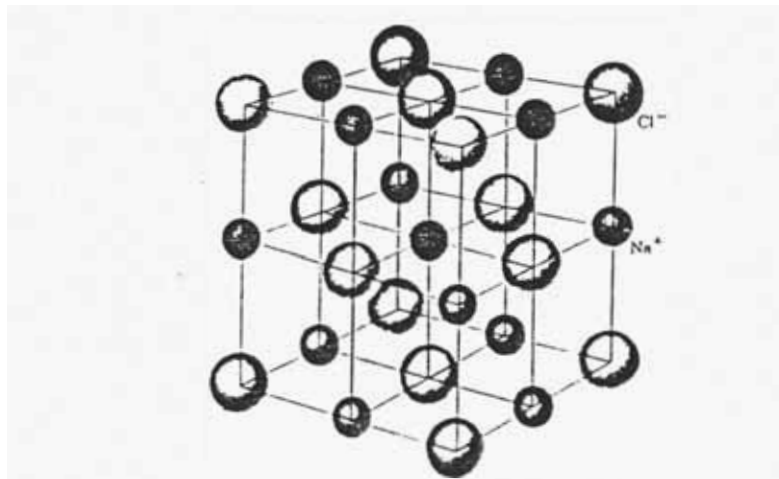
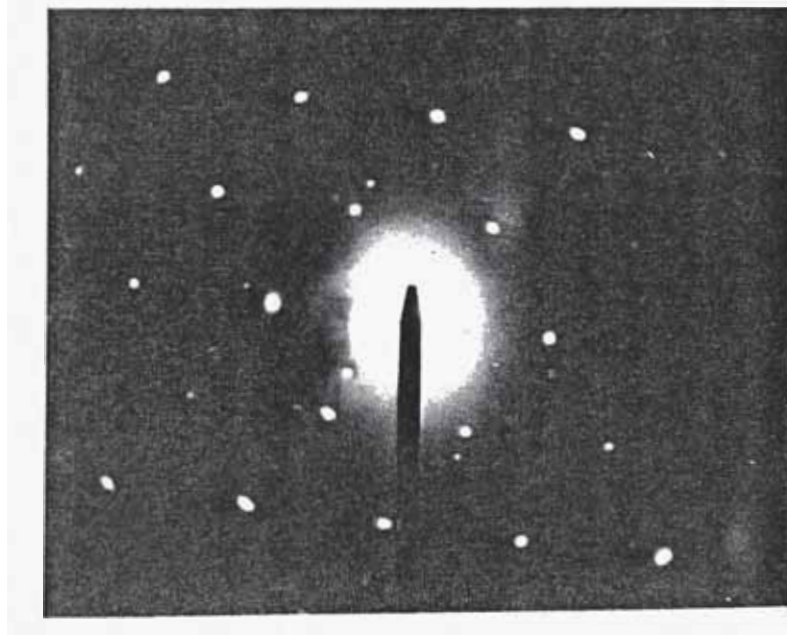


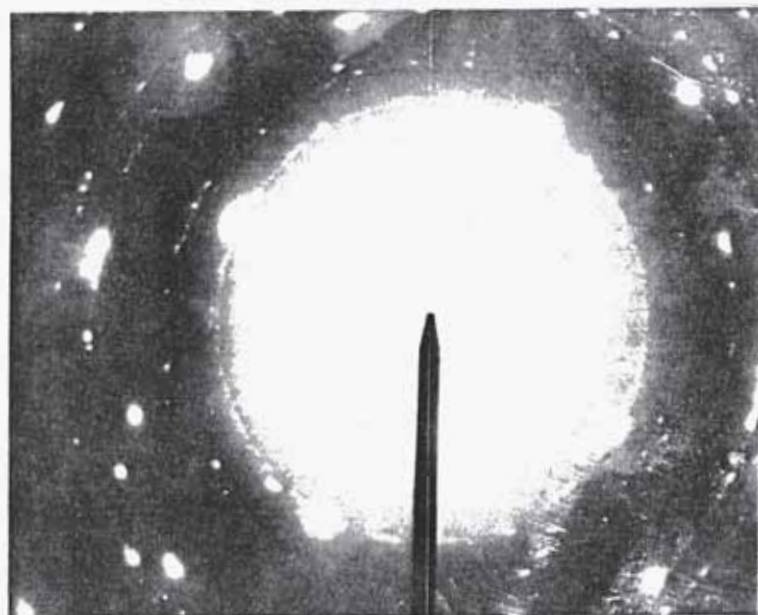
Fig. 4.10 a) Estructura cristalina convencional del NaCl, formado por iones Na^+ y Cl^- colocados alternativamente en los puntos de una red cúbica centrada en las caras.



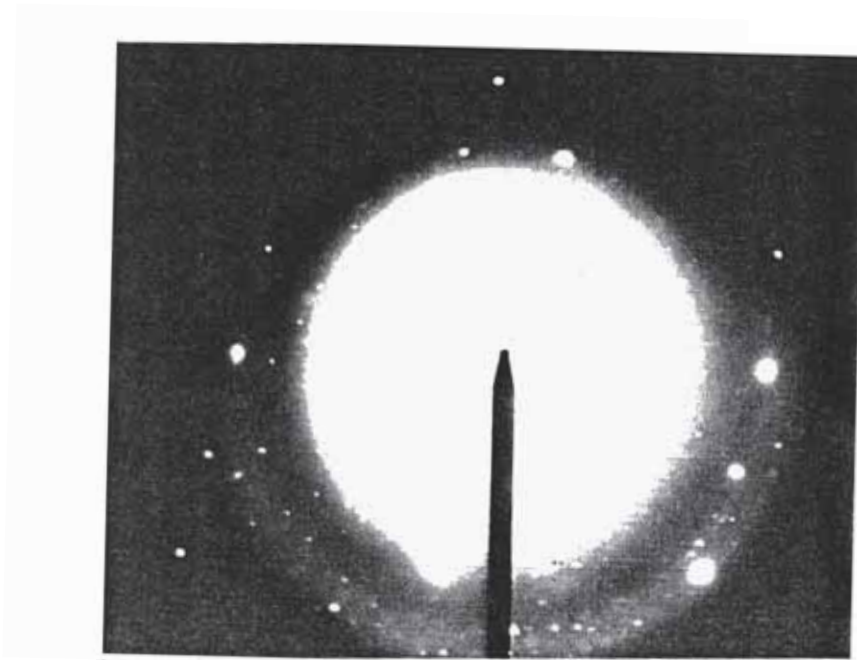
*Fig. 4.10 b) Red recíproca de un monocristal de NaCl en la dirección $[110]$
 $\lambda = 0,0584 \text{ \AA}$*



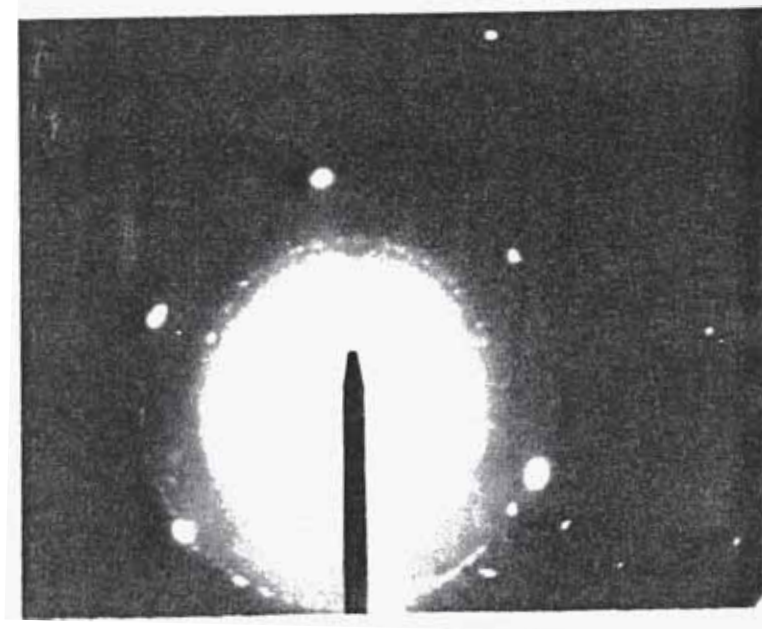
*Fig. 4.10 c) Red reciproca de un monocristal de NaCl en la dirección [211]
 $\lambda = 0,0584 \text{ \AA}$*



*Fig. 4.10 d) Red reciproca de un monocristal de NaCl en la dirección [100]
 $\lambda = 0,0584 \text{ \AA}$*



*Fig. 4.10 e) Red reciproca de un monocristal de NaCl en la dirección [310]
 $\lambda = 0,0584 \text{ \AA}$*



*Fig. 4.10 f) Red reciproca de un monocristal de NaCl en la dirección [111]
 $\lambda = 0,0584 \text{ \AA}$*

4.7 REFLEXION ELECTRONICA

Aun cuando el MET no sea un microscopio de reflexión, es posible en algunos casos realizar ciertas observaciones de la superficie de cuerpos metálicos o metalizados, para ello se desvía ligeramente el haz electrónico de la muestra y la observación se realiza haciendo uso de la técnica del campo oscuro.

La Fig. 4.11 corresponde a los contornos de un alambre de W de 0,25 mm de diámetro y ha sido obtenido con una magnificación de 7 500 X, se puede apreciar que solo algunas zonas han sido enfocadas debido a que la profundidad de foco del instrumento es bastante corta

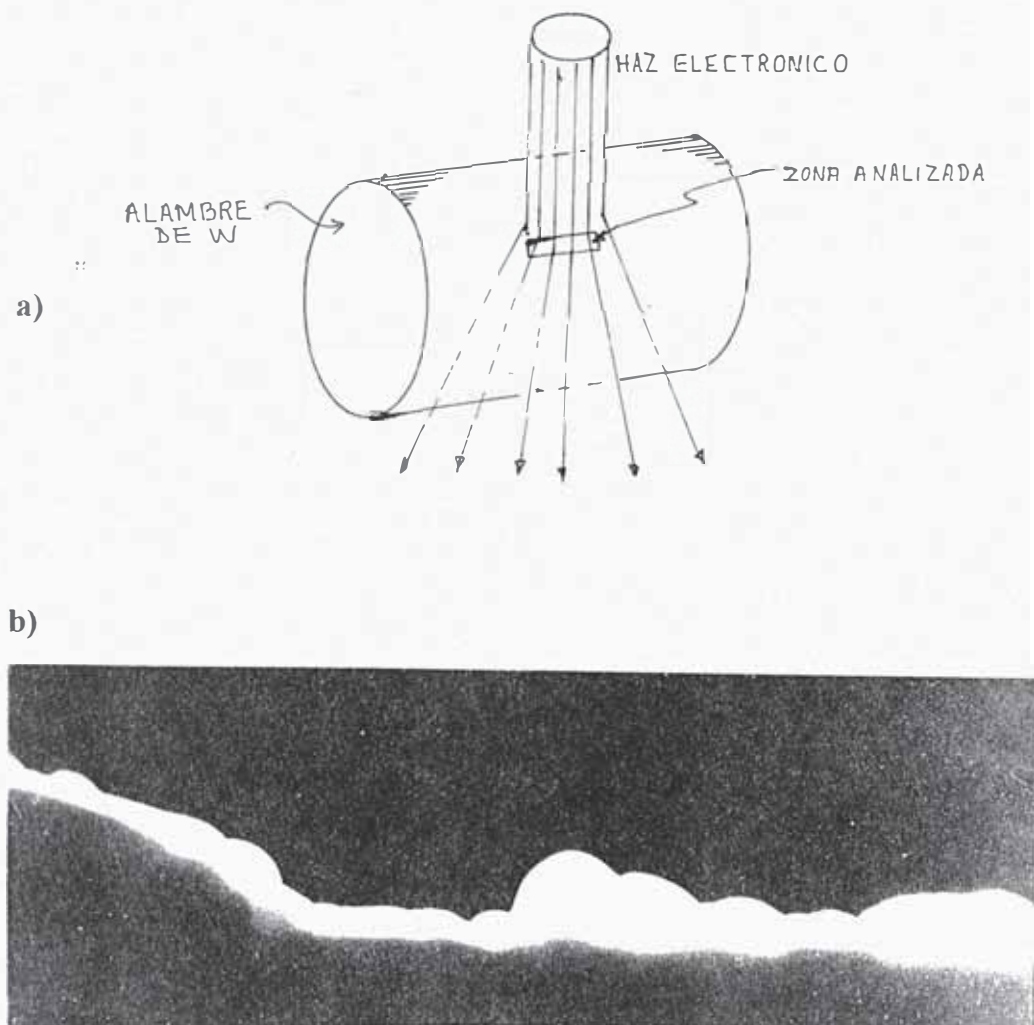


Fig. 4.11 Micrografía de reflexión.
a) Posición de la muestra con respecto al haz electrónico incidente.
b) Imagen (obtenida por reflexión) del borde de un alambre de W. 7 500 X.

4.8 ANALISIS DE UNA MUESTRA DE Fe-Sn

Se analizó una muestra de Fe-Sn obtenida por evaporación en vacío, la película del substrato se desprendió con una solución de HF al 5 %, luego se enjuagarse en agua destilada fueron recogidos por una rejilla portamuestra (mesh 300) con membrana plástica. Los resultados se analizaron en el modo imagen y en el modo difracción.

En la imagen de campo brillante mostrada en la fig. 4.12 podemos apreciar la presencia de cuatro zonas que las denominamos 1, 2, 3 y 4 en las cuales observamos el aumento de la densidad y/o tamaño granular respectivamente.

La imagen de la fig. 4.13 nos muestra algunos granos de la zona 4 (mas densa) en la cual hemos medido granos entre 20 y 80 nm

Para hacer el análisis difractométrico de esta muestra haremos uso de la constante de cámara L que fueron calculados para este fin y que ha sido detallado en 3.9

A partir de los diámetros medidos obtenemos el parámetro de red a_0 , por ejemplo, para d_{110} $R_1 = \lambda L_1$ se obtiene:

$$d_{110} = 0,0418A \times 618mm / 12,5 mm = 2,066A$$

Usando la ecuación (2.40) se obtiene:

$$a_0 = d_{110} \times (1^2+1^2+0^2)^{0,5} = 2,066A \times 1,4142 = 2,920A$$

El promedio de las mediciones de nos da: $a_0 = 2,920A$

Los resultados del presente análisis son idénticos a los a_0 mostrados en la tabla ASTM que corresponden a la fase α del Fe el que indica además que $a_0 = 2,866A$

Los cálculos de a_0 y d_{hkl} estan agrupados en el cuadro 4.1 en el cual tambien se tiene como datos la referencia a los d_{hkl} de la fase α del Fe (bcc).

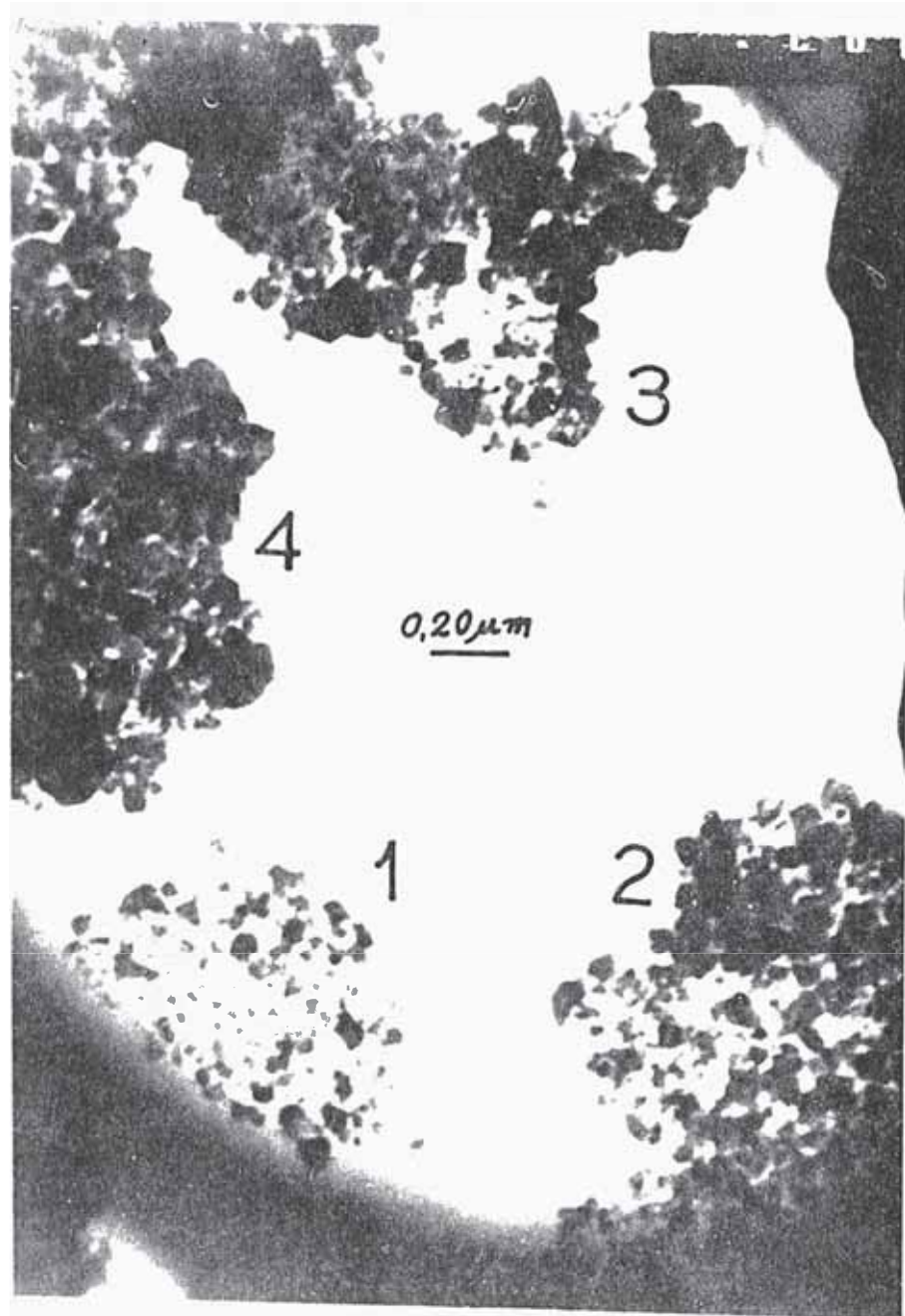


Fig. 4.12 Muestra de Fe-Sn colocados sobre un agujero de la membrana de soporte, se pueden apreciar aparentemente cuatro fases. 50 000 X.

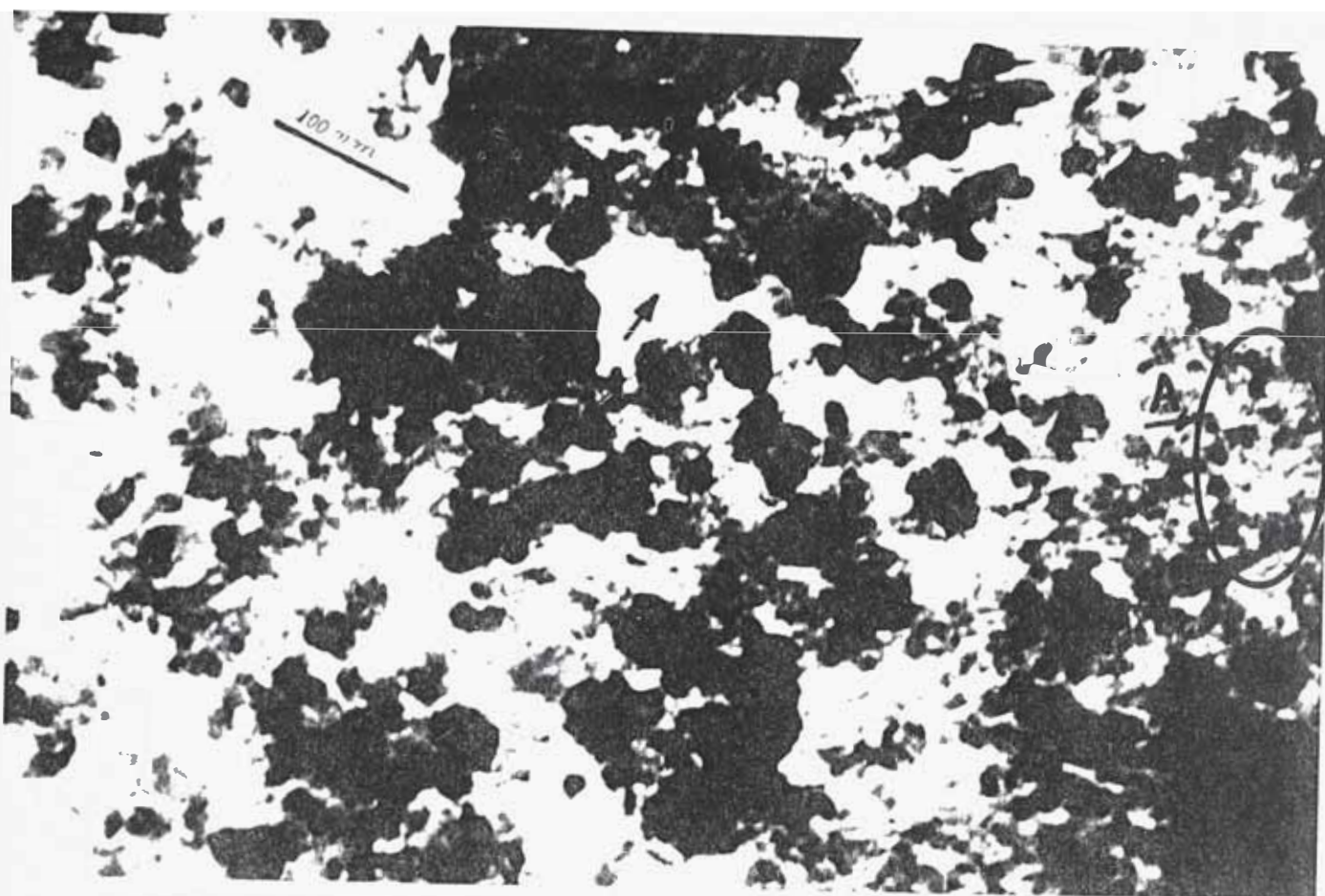


Fig. 4.13 Muestra de Fe-Sn en la cual se pueden observar la diversidad del tamaño de grano. 20000X

CUADRO 4.1

Datos experimentales			Datos de referencia ASTM (Fe a)	
$2R_i$ (mm)	R_i/R_i	a_0 (A)	d_{hd} (A)	d_{hd} (A)
25,0	1,00	2,92	2,066	2,027
36,0	1,44	2,87	1,435	1,433
43,0	1,72	2,94	1,202	1,170
50,0	2,00	2,91	1,033	1,013
55,0	2,20	2,96	0,939	0,906
61,0	2,44	2,93	0,847	0,827
67,0	2,68	2,88	0,771	-----

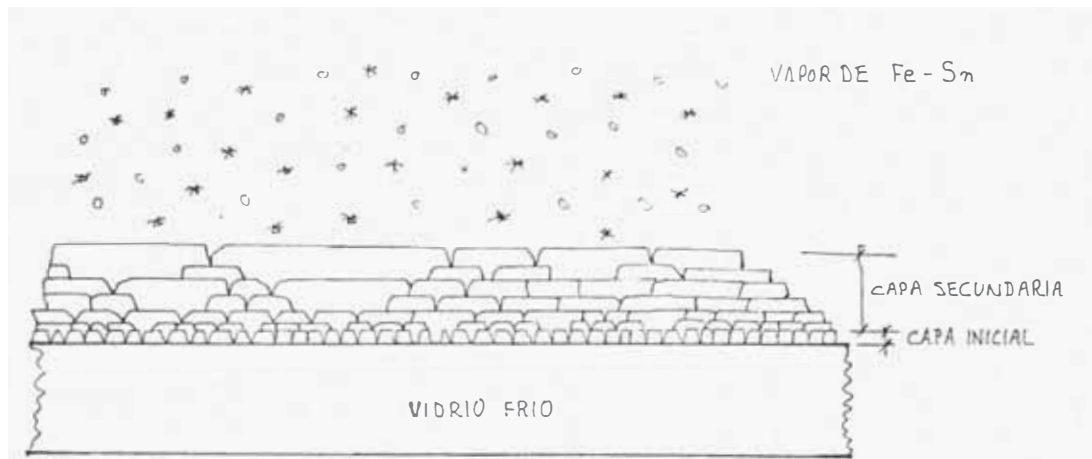


Fig. 4.14 a) Esquema del modelo de formación granular



Fig. 4.14 b) Diffractograma de la muestra de Fe - Sn.

Nuestro valor experimental $a_0=2,916\text{\AA}$ tiene un error relativo de 1,7% con respecto al valor referencial ASTM de $a_0= 2,866\text{\AA}$.

De lo obtenido líneas arriba, podemos concluir que la fase analizada corresponde a una estructura bcc con parámetro de red $a_0=2,916$ y que según la ASTM corresponde a los mismos parámetros de la fase α del Fe.

En la fig 4,13 podemos apreciar granos de diferentes tamaños, en los cuales es probable que los mas grandes hayan crecido sobre pequeños cristales que se formaron rápidamente al iniciarse la evaporación metálica del Fe y el Sn, ya que estando el substrato de vidrio a temperatura ambiente, las primeras moléculas cristalizaron finamente y produjeron una capa inicial de granularidad fina donde cada uno de ellos mide alrededor de 5 nm (tales granos podrían ser aquellos mostrados dentro del sector A) esta primera capa pudo haber reducido la velocidad de transferencia de calor pudiendo haber aumentado la temperatura de la nueva superficie, la cual habría propiciado una condensación mas lenta, mientras el flujo de partículas se mantenía constante, esto hace suponer que las moléculas secundarias (denominadas así ya que ellas se incorporan sobre la capa inicial o primaria) se podía acoplar a los granos parcialmente cristalizados, de modo que se constituían en nucleos de condensación que además de aumentar su sección eficaz para el flujo de moléculas propiciando de esta manera el crecimiento de los granos cristalinos a medida que la capa iba engrosando; el esquema gráfico de este mecanismo de crecimiento que explicaría la diversidad del tamaño de grano son mostrados en la fig 4.14.

El análisis de la zona 3 de la cual se han obtenido los resultados mostrados en el cuadro siguiente.

CUADRO 4.2

Datos experimentales			Datos de referencia	
$2R_i$ (mm)	R_i/R_1	R_i/R_2	sc	fcc
17,5	1,00	-----	1,00	-----
21,0	1,20	1,00	---	1,00
25,0	1,43	1,19	1,41	1,16
30,5	1,74	1,45	1,73	-----
33,0	1,89	1,58	---	1,64
35,5	2,03	1,69	2,00	-----
40,0	2,28	1,90	---	1,92

De estos datos, la serie R_i/R_1 vemos que tiene términos que corresponden a la serie sc, como podemos apreciar en el Cuadro 2.2, de la cual podemos obtener lo siguiente:

En el sistema sc:

$$d_{100} = 2 \times 0,0418 \text{ A} \times 618 \text{ mm} / 17,5 \text{ mm} = 2,952 \text{ A} = a_0$$

La serie R_i/R_2 tiene términos que corresponden a la serie fcc, como lo podemos apreciar en el cuadro 2.3, de la cual podemos obtener lo siguiente:

En el sistema fcc:

$$d_{111} = 2 \times 0,0418 \text{ A} \times 618 \text{ mm} / 21 \text{ mm} = 2,46 \text{ A}$$

$$\text{lo cual da } a_0 = d_{111} \times (1^2 + 1^2 + 1^2)^{0,5} = 2,46 \text{ A} \times 1,7320 = 4,261 \text{ A}$$

Con ello hemos reconocido que la zona 3 de la muestra de Fe-Sn probablemente presenta dos fases:

Fase 1: Estructura sc con parámetro de red igual a 2,952 A.

Fase 2: Estructura fcc con parámetro de red igual a 4,261 A.

4.2 ANALISIS DE UNA MUESTRA DE Fe-O

La presente muestra ha sido preparado por en método de sputtering de acuerdo a las siguientes condiciones:

- * tiempo 12h 05`
- * presión 0,2 mbar
- * temperatura 180 °C
- * Tensión eléc. 1180V
- * Corriente 48 mA

Para el respectivo análisis microscopico, la muestra fué retirada del soporte metálico usando una fina cuchilla, las laminillas fueron suspendidas sobre agua destilada y posteriormente se cogieron con la portamuestra.

A continuación mostramos en el Cuadro 4.3 la indexación de la fotografía de la fig. 2.14.1 b) y la correspondiente calibración de la longitud de cámara L.

Condiciones de operación en el microscopio:

$V = 80 \text{ kV}$, $I = 0$, $D = 10$ y P en posición M.

La serie R_i/R_1 se parece a la serie $n^{0.5}/1,73$ que corresponde a la estructura fcc, los datos $d_i(\text{Å})$ de referencia nos permite calcular L para los primeros anillos.

De los datos mostrados en este cuadro obtenemos $L = 606 \text{ mm}$ que usaremos para analizar la muestra de Fe-O.

CUADRO 4.3

CUADRO DE DATOS EXPERIMENTALES DEL Au

n	R_i (mm)	(R_i/R₁) exp	N^{0,5}/1,73	d_i(Å)	L_i(mm)
1	21,5	1,00	1,00	2,355	606
2	25,0	1,16	1,16	2,	610
3	35,0	1,63	1,64	1,442	604
4	41,0	1,91	1,92	1,230	603
5	42,7	2,00	2,01		
6	49,0	2,28	2,32		
7	54,0	2,51	2,53		
8	55,5	2,58	2,60		
9	60,5	2,81	2,82		
10	64,5	3,00			
11	70,0	3,26			
12	73,2	3,41			
13	74,5	3,47			
14	78,5	3,65			
15	81,5	3,79			
16	82,2	3,82			
17	89,2	4,15			
18	93,0	4,33			
19	95,8	4,45			
20	102,5	4,77			
21	105,0	4,88			
22	107,5	5,00			
23	113,0	5,26			

El siguiente cuadro nos muestra las mediciones obtenidas experimentalmente en la muestra de Fe-O y han sido comparadas con los datos teóricos obtenidos de la ASTM correspondientes a la magnetita Fe_3O_4

CUADRO 4.4

n	$2R_i(\text{mm})$ exp	$d_i(\text{Å})$ exp	R_i/R_1 exp	$d_i(\text{Å})$ ASTM (Fe_3O_4)
1	10,5	4,82	1,00	4,85
2	17,2	2,95	1,64	2,966
3	20,0	2,53	1,90	2,530
4	21,0	2,41	2,29	2,419
5	24,0	2,11	2,76	2,096
6	29,0	1,75	2,95	1,712
7	31,0	1,63	3,24	1,614
8	34,0	1,49	3,59	1,483
9	38,0	1,33	3,73	1,327
10	39,0	1,28	3,80	1,279
11	40,0	1,266	3,95	1,264
12	41,5	1,220		1,2112
13	44,5	1,138		1,1214
14	46,0	1,101		1,0922
15	47,8	1,059		1,0489
16	51,0	0,993		0,9890
17	52,0	0,974		0,9692
18	53,5	0,946		0,9386
19	57,0	0,889		0,8794
20	59,0	0,858		0,8565
21	62,0	0,817		0,8113

Podemos concluir entonces que la estructura cristalina correspondiente es fcc. y el parámetro de red a_0 será igual a . 8,348Å.

Este valor al ser comparado con 8,3963Å según la ASTM y con 8,391Å según B. MASON, podemos estimar que el error relativo cuyo valor es 0,54 %.

En la serie R_i/R_1 del cuadro 4.4 observamos que no están todos los términos de la serie correspondiente a la estructura fcc que calculamos para estructuras monoatómicas, en

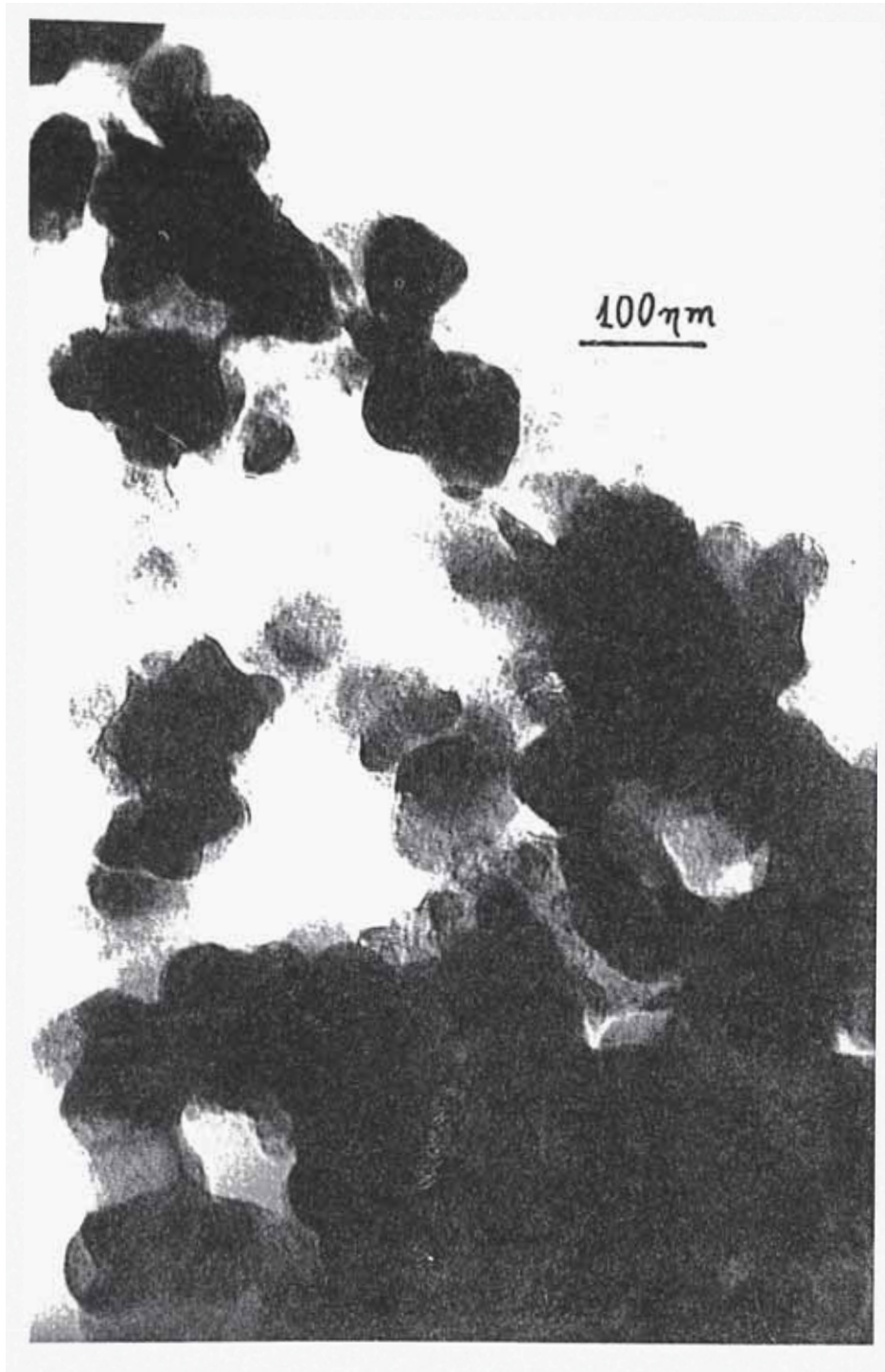


Fig. 4.16 Granos aislados de Fe_3O_4 a $172\,800\times$, Tamaño de grano $\cong 70\text{ nm}$.

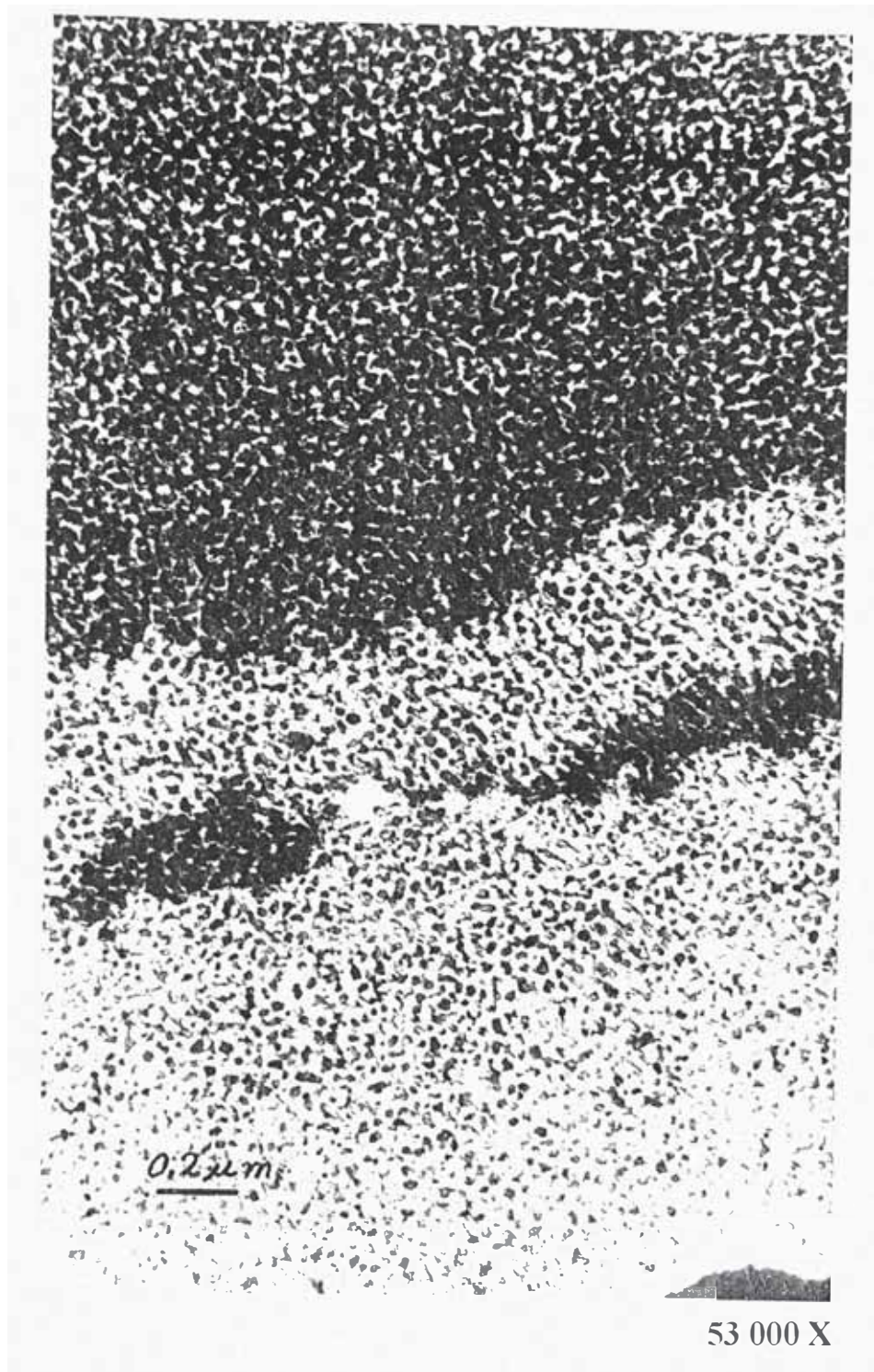


Fig. 4.17 Lámina delgada de Fe_3O_4 en la que se observa superposición de dos láminas en las partes más densas, esta superposición crea imágenes alteradas con respecto al tamaño de los granos, porque en dichas zonas aparentan ser granos más grandes cuando en realidad lo son de acuerdo a los mostrados en la parte clara, aquí en tamaño de grano tiene aproximadamente 20nm.



40 000 X

Fig. 4.18 Imagen de campo oscuro de Fe_3O_4 , aquí los granos aparecen brillantes en el fondo oscuro, se puede estimar el tamaño de algún grano pequeño, ésta técnica permite resolver granos muy finos en este caso aproximadamente 20 nm, y el tamaño de grano grande aproximadamente 180 nm.

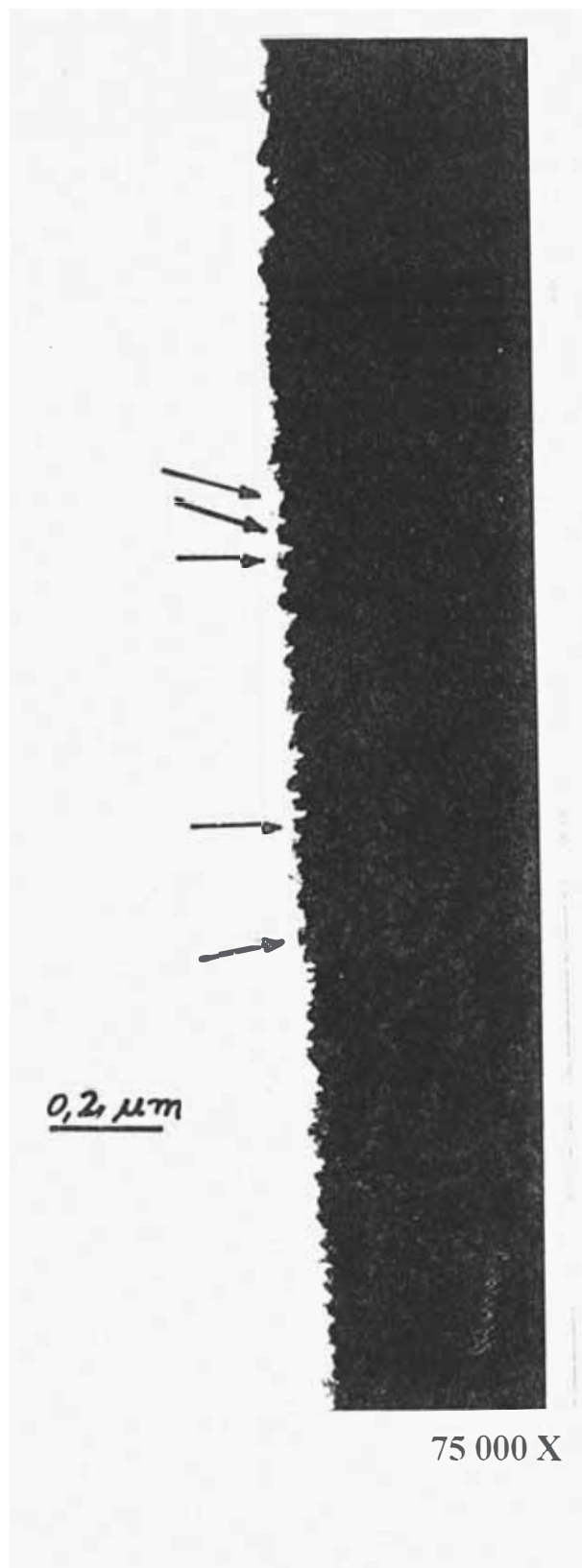


Fig. 4.19 Granos de la superficie de una película, fueron obtenidos cuando la lámina se dobló y los granos pudieron mostrar su perfil casi individualmente, como por ejemplo aquellos marcados con flechas, también se pueden notar la bien marcada estructura cúbica de los granos cristalinos. Tamaño de grano = 40 nm.

4.10 APLICACIONES DE LA MET A LA MEDICINA

Las siguientes vistas corresponden a uno de los casos de enfermedades del pulmón analizados con el EM PHILIPS 300, dicho análisis fué efectuado por los profesionales del Inst. de Patología de la Fac. de Medicina de la UNMSM.

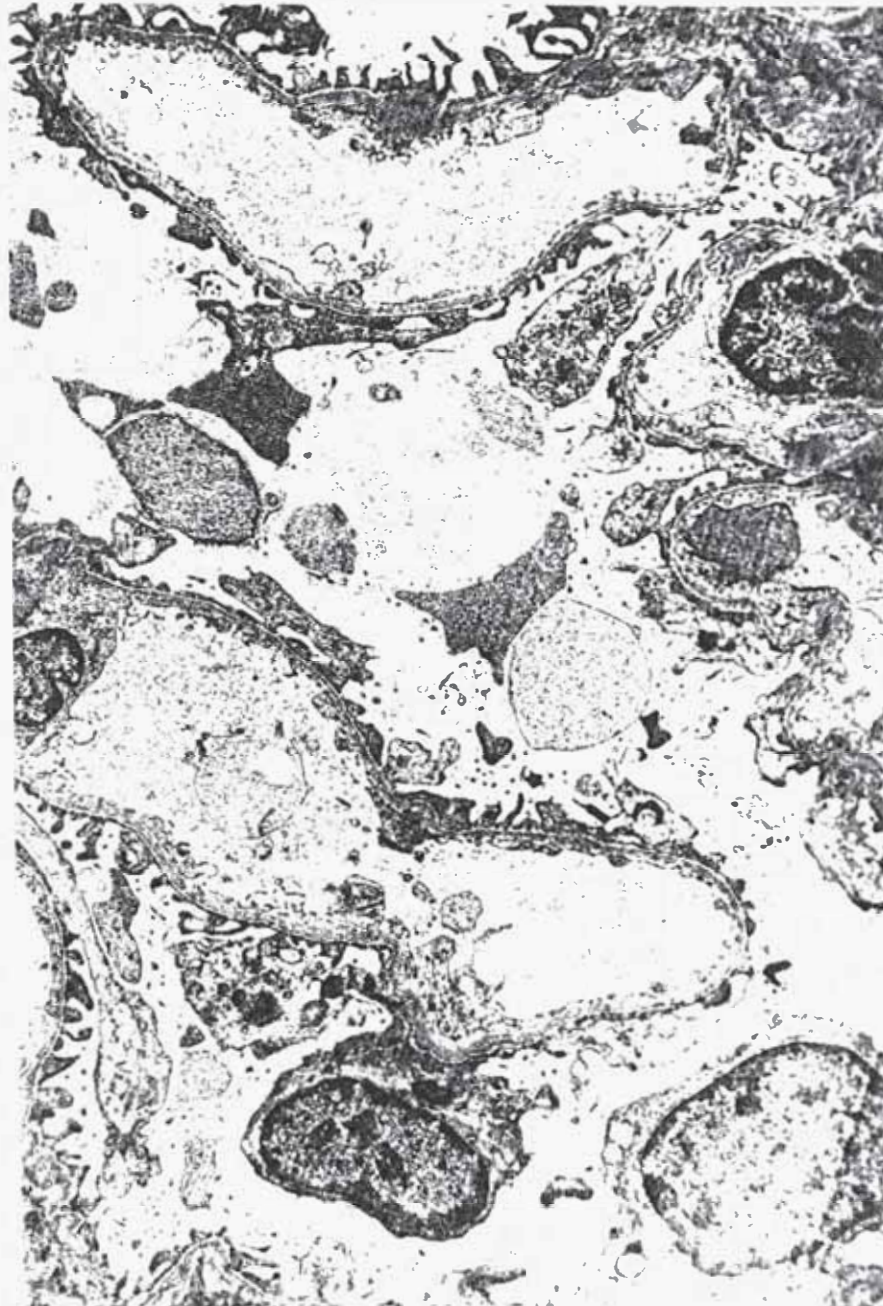


Fig. 4.20 Se observa capilares delgados, la estructura laminar de la membrana basal de apariencia normal, grosor N de la membrana basal, pua de podocitos de características normales, no hay incremento de células mesangiales.

Enfermedad de Alport.



Fig 4.21 *Capilares con membrana basal engrosada por segmentos y adelgazamiento en partes de la lámina densa y en otras laminación. Presencia de gránulos densos. Células epiteliales prominentes, exhibiendo gran núcleo. Presencia de podocitos de características normales. Presencia de células endoteliales N.*
Enfermedad de Alport.

CONCLUSIONES Y SUGERENCIAS PARA TRABAJOS FUTUROS

En esta sección se remarcarán algunos aspectos importantes de los resultados obtenidos, basicamente referidos a la parte instrumental y aplicativa, aunque el detalle de cada caso se encuentra oportunamente comentado, también se darán sugerencias para la continuación en esta línea de investigación.

Parte instrumental

Se ha logrado poner en funcionamiento el ME Philips 300 después de haber tenido que instalar el sistema de refrigeración forzada y el acondicionador de aire del laboratorio, ya que la excesiva humedad del medio ambiente no nos permitía trabajar con potenciales aceleradores mayores a 40 kV.

Poner a punto el ME, operarlo y hacerle el mantenimiento respectivo ha requerido conocer en detalle el sistema de refrigeración forzada, el sistema de alto vacío y de control; en las reiteradas oportunidades en que se ha tenido que alinear la columna del ME han sido de gran utilidad los conocimientos de la óptica geométrica, la óptica electrónica y la instrumentación científica, permitiendo con ello, operar apropiadamente y con criterio físico dicho instrumento.

El procedimiento de encendido, obtención de la iluminación, alinamiento de la columna y obtención de buenas imágenes han requerido del uso intensivo de conocimientos de óptica. Por ejemplo, la corrección de la aberración astigmática en el lente objetivo, ha requerido de la simetrización axial de las franjas de Fresnel en una imagen de forma circular o casi circular en las condiciones de sobre enfoque y/o bajo enfoque; en algunas circunstancias el enfoque mostró cierta dificultad porque aparecían muy próximos a la posición de enfoque, imágenes espúreas formadas por la interferencia

(franjas de Fresnel) dando un aspecto granular muy fino y aparentemente resuelto; en este caso el criterio físico y la experiencia fueron las herramientas de discriminación entre la granularidad desenfocada y la imagen de la muestra.

Parte aplicativa

El registro de imágenes en placas fotográficas, el abastecimiento, el revelado y copiado de las placas, el cálculo del brillo y contraste, la selección del tiempo de exposición, el cálculo de la magnificación usando un rejilla replicada en carbón, el cálculo de las barras de calibración en las fotografías, la medición de la resolución práctica, así como el uso de las técnicas de campo oscuro, estereoscopia, microscopia de reflexión y la discriminación de las franjas de Moiré, han sido algunos de los logros importantes al trabajar en el modo imagen.

La oportunidad de realizar difracción electrónica en muestras de tipo monocristalino y de polvo cristalino, han permitido poner en práctica la teoría cristalográfica, como por ejemplo en la determinación de la estructura y medición del parámetro de red del NaCl así como el reconocimiento de los ejes de zona de los distintos difractogramas logrados en esta muestra, la medición del parámetro de red del Pt así como el estudio morfológico granular y difracción de muestras de Au, Si, Sn, aleaciones de Fe-Sn, y óxidos como el Fe-O que permitieron identificar sus estructuras y parámetros de red de las diferentes fases analizadas.

Debido a que los electrones interactúan fuertemente con el sólido, y siendo la penetración dentro de las muestras una distancia relativamente corta, nos ha exigido la preparación de las muestras lo suficientemente delgadas de modo que estas resulten transparentes a los electrones y puedan de esta manera analizarse microscópicamente

Se han usado 7 técnicas de preparación de muestras los cuales son:

1. Replicación mediante película de carbón (rejilla de calibración).
2. Evaporación metálica en alto vacío sobre macrocristal de NaCl (muestras de Au y Pt).

3. Evaporación metálica en alto vacío sobre vidrio (muestra de Fe-Sn).
4. Crecimiento cristalino (muestras de NaCl).
5. Fracturación y lebigación (muestra de Si).
6. Sputtering (muestra de Fe-O) y
7. Técnicas biológicas.

De lo expuesto anteriormente podemos afirmar que el Laboratorio de Microscopía Electrónica de la Facultad de Ciencias de la U.N.I. se encuentra en condiciones de:

- Prestar entrenamiento a científicos interesados en esta disciplina, así como a los alumnos del ante-grado y post-grado.
- Asistir en el análisis electromicroscópico a los diferentes laboratorios de la facultad y de la universidad.
- Prestar servicios a los laboratorios e industrias que así lo requieran.
- Alquilar el microscopio electrónico a científicos que se dedican al área de la física, ciencia de los materiales o salud.
- Establecerse en un centro de microscopía electrónica.

Finalmente diremos que el desarrollo del presente trabajo ha puesto de manifiesto el itinerario seguido para lograr la totalidad de los objetivos trazados, de los cuales podemos hacer el siguiente resumen:

Se ha hecho una breve introducción teórica en lo concerniente a la parte instrumental como requisito indispensable para el buen entendimiento del funcionamiento, manejo y mantenimiento del ME. Se ha expuesto la teoría de formación de imágenes y formación de los patrones de difracción en el espacio de Fourier así como su forma de interpretarlos preparando con ello la base del entendimiento de la búsqueda, recopilación experimental de datos, interpretación y análisis respectivo en muestras que nos hemos propuesto analizar y que han sido

adecuadamente descritos en este trabajo, lográndose alcanzar holgadamente los objetivos propuestos.

Se ha notado durante todo el desarrollo del trabajo la necesidad de que el mantenimiento y uso del ME requiere de personal altamente calificado y que se encuentre asistiendo constantemente al laboratorio de ME.

La instalación del ME Philips 300 significa un gran avance para el análisis microestructural, lo que dará mucho impulso al desarrollo de la física, ciencia de los materiales y ciencias de la salud, principalmente contribuyendo con ello a estar en condiciones de prestar servicios a diversas instituciones, laboratorios e industrias que así lo requieran, lo cual será de gran importancia tanto como para mejorar la imagen institucional como mejorar la calidad de formación de nuestros estudiantes.

Sugerencias

Para que el presente trabajo se constituya en el inicio de un gran despliegue científico de desarrollo en el área del microanálisis electrónico se hace importante efectivizar las acciones que a continuación se describen, las mismas que se encargaran de lograr eficiencia y calidad en el trabajo, especialmente en lo que se refiere a la preparación de muestras.

- Instalación de un Laboratorio de preparación de muestras, las mismas que han de contar con el siguiente equipo indispensable:

Evaporador HV de carbón y metales.

Campana extractora para preparación de muestras.

Equipo de crio fractura.

Microscopio viajero (soom 10 -20X)

Microdensitómetro y registrador.

- Implementación de un sistema de adquisición y procesamiento de datos por computadora., que incluya una base de datos (ASTM).
- Implementación de un laboratorio de procesos fotográficos (incluido ampliación).
- Personal de mantenimiento altamente especializado.
- Personal de mantenimiento preventivo.

En lo que se refiere al desarrollo académico y visto las posibilidades de trabajo se sugiere con la continuación de los trabajos de caracterización de las muestras de materiales producidos por el Laboratorio de Películas Delgadas y eventualmente apoyar a otros laboratorios. También se ha estimado oportuno, incluir experimentos de ME dentro de la formación de los alumnos del antegrado, con la finalidad de motivarlos y ponerlos en contacto con algunas de las técnicas modernas de análisis estructural.

Es posible en las circunstancias actuales, desarrollar tesis que incluyan investigación micro electrónica, investigación instrumental, técnicas especiales y preparación de muestras.

De otro lado se sugiere, ya que se cuenta con la capacitación mínima indispensable, la instalación del Laboratorio de Microscopía Electrónica de Barrido, y la puesta en funcionamiento del SEM HITACHI 500, la cual formará nuevos investigadores en esta rama y en el cual se podrán desarrollar tesis al estilo de la presente, esta actividad fortalecerá la actividad del Laboratorio de Microscopía Electrónica.

Por lo expuesto anteriormente, estimamos que la continuación de este trabajo traerá muchas consecuencias favorables para nuestra Facultad.

BIBLIOGRAFIA

Agar A., Alderson R. and Chescoe. D. **Principles and practice of electron microscopy operation.** North - Holland Publishing Company - Amsterdam 1974 .

Barrio Paredes Rafael Angel. **Formación de imágenes en el microscopio electrónico** UNAM 1984.

Beston B. Home R. Markham R. **Electron diffraction and optical diffraction techniques.**North Holland Publishing Company. 1980.

Bowen D. K. and Hall C. R. **Microscopy of materials** ed. A. Wheaton. 1975.

Cullity B. D. **Elements of X-rays diffraction** Addison Wesley Publishing Company Inc 1967.

Edington. J. W. **Electron diffraction in the electron microscope** Departament of Metallurgy and Materials Science, University of Cambridge, England. 1975.

Hecht E. and Zajac A. **Optica** Adelphi University Fondo Ed. Interamericano Ed. 1974.

Hirsch, Howie, Nicholson, Pashley and Whelan **Electron microscopy of thin crystals** London BUTTERWORTHS. 1980

Hurlbut Cornelius Jr **Dana's Manual of Mineralogy** 18Th Ed. John Wiley and Sons Inc. 1959

Jewin Gerhard **Fundamentos de la ciencia y técnica del vacío** Lab Física del plasma Univ. de Princeton Ed. Aguilar 1972.

Jhon V. B. **Ingeniería de los materiales (Cuadernos de trabajo)**. Addison Wesley Iberoamericana 1994.

Kittel Ch. **Introducción a la física del sólido**. 2da Ed. Edit. Reverté S.A. 1976

Meeth Geoffrey A. **Practical electron microscopy for biologist** 2da ed. 1970.

Nordén Hans and Tholén Anders **Electron microscopy and microanalysis**. Fysiska Institutionen Chalmers Techniska Hogskola Goteborg Sweden. Laboratorist for Tekniz Fysik Danmarke Tekniske Hojskole Lyngby Denmark. 1990.

Nuffield E. W. **X-Ray Diffraction Methods**. John Wiley and Sons, Inc 1966.

Lándsberg G. S. **Optica Tomo I y II** Ed. MIR Moscú 1983.

Omar A. **Elementary solid state physics principles and applications**. Addison - Wesley Publishing Company -1975

Philips 1 Service Manual PW 6001 Pre-Installation, information and installation instructions for EM 300.

Philips 2 Service Manual PW 6001 Electronics 1 EM 300.

Philips 3 Service manual PW 6001 Electronics 2 EM 300.

Philips 4 Service manual PW 6001 Microscope column EM 300.

Philips 5 Service Manual PW 6001 Pre-Installation, information and installation instruments for EM 301.

Philips 6 Service Manual PW 6001 Electronics for EM 301.

Philips 7 Service Manual PW 6001 Microscope column EM 301.

Philips 8 Service Manual PW 6001 Goniometer for EM 301

Philips 9 Service Manual PW 6001 Pumping system and control unit EM 300.

Philips 10 Service Manual PW 6001 Operation system and control unit EM 300.

Premsele H. F. Nieuwenhuizen J. M. Photographic techniques for electron microscopy Basic principles and practice. Philips scientific equipment 1970.

Thomas Gareth - Goringe M. **Transmission electron microscopy of material**.
Ed. Jhon Wiley and Sons 1979.

Vingsbo Olof. **Fundamentals of electron microscopy** Teknikum Institute of
technology, Uppsala University 1972.

**SECUENCIA CRONOLOGICA DE LOS MICROSCOPIOS
ELECTRONICOS USADOS EN EL PERU**

Año	Micros. Elect.	Institución	uso
1959	TEM Philips 75	U. N. San Agustín	-----
1963	TEM RCA EMU 3	Inst. Enf. Neoplásticas	Biología
1966	TEM Philips 200	U. N. M. S. M.	Biología
1970	TEM Jeol	C. I. P.	Biología
1972	SEM Philips	Petroperú	Geología
1975	TEM Philips EG 301	U. N. M. S. M.	Biología
1982	SEM Philips 515	P. I. P.	Legal
1986	SEM Philips 515	C. I. P.	Biología
1991	TEM Philips 300	U. N. I. F. C.	Física
1992	SEM	U. N. Trujillo	C. Materiales
1993	SEM Hitachi S-500	U. N. I. F. C.	En Instalac.