

Tesis de Posgrado

Análisis y descripción de una superficie metálica mediante la iluminación laser oblicua y unidireccional de la microscopía óptica

Favret, Eduardo Alfredo

1998

Tesis presentada para obtener el grado de Doctor en Ciencias Físicas de la Universidad de Buenos Aires

Este documento forma parte de la colección de tesis doctorales y de maestría de la Biblioteca Central Dr. Luis Federico Leloir, disponible en digital.bl.fcen.uba.ar. Su utilización debe ser acompañada por la cita bibliográfica con reconocimiento de la fuente.

This document is part of the doctoral theses collection of the Central Library Dr. Luis Federico Leloir, available in digital.bl.fcen.uba.ar. It should be used accompanied by the corresponding citation acknowledging the source.

Cita tipo APA:

Favret, Eduardo Alfredo. (1998). Análisis y descripción de una superficie metálica mediante la iluminación laser oblicua y unidireccional de la microscopía óptica. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires.
http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_3123_Favret.pdf

Cita tipo Chicago:

Favret, Eduardo Alfredo. "Análisis y descripción de una superficie metálica mediante la iluminación laser oblicua y unidireccional de la microscopía óptica". Tesis de Doctor. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. 1998.
http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_3123_Favret.pdf

EXACTAS UBA

Facultad de Ciencias Exactas y Naturales



UBA

Universidad de Buenos Aires

FCE y N BIBLIOTECA

UNIVERSIDAD DE BUENOS AIRES

Facultad de Ciencias Exactas y Naturales

Departamento de Física

Tesis Doctoral en Ciencias Físicas

**ANALISIS Y DESCRIPCION DE UNA SUPERFICIE
METALICA MEDIANTE LA ILUMINACION LASER
OBLICUA Y UNIDIRECCIONAL DE LA MICROSCOPIA
OPTICA**

por

Eduardo Alfredo Favret

Diciembre 1998



Director de Tesis: Dr. Francisco Povo

3123

Nº 3123

ANALYSIS AND DESCRIPTION OF A METALLIC SURFACE BY USING THE UNIDIRECTIONAL LASER OBLIQUE ILLUMINATION (ULOI) OF THE OPTICAL MICROSCOPE

Abstract

The present research work introduces a description of a metallic surface, either after a mechanical grinding or after a chemical etching, as a composition of structures of right edges in different directions, making use of the **ULOI Technique** in the optical microscope.

The intensity I of the laser beam dispersed by the surface of the sample, when the sample is rotated an angle φ around an axis perpendicular to its surface, exhibits maxima whose locations are characteristic of each crystalline grain. These curves of light intensity are due to the diffraction that suffers the laser beam when impacting on the surface. The $I(\varphi)$ curve that represents one of the maxima is analyzed, showing that a gaussian curve adjusts the experimental data. It is considered a possible model to explain this result. This model explains the experimental curve as a lineal combination of a theoretical curve that arises of applying the theory of diffraction of FRESNEL-KIRCHHOFF and THOMAS YOUNG concept about that the diffraction is an edge effect, of which emanates the geometric theory of diffraction of KELLER. Using this idea, I consider the roughness of the metallic surface as a composition of structures of right edges in different directions, which I call “**lineal rugosity**”.

Since the calculations keep in mind the properties of the instrumental used to acquire the experimental curves, fundamentally the numerical aperture of the objective, the possibility of outlining a new concept on the topography of the surface to different magnifications arises. I define this concept like **lineal order of the surface** or **invariability of the diagram of lineal rugosity to different magnifications**, which is represented by the parameter ω (dispersion) of the gaussian curve.

These analyses are discussed and qualitative observations are carried out for different metals, such as zinc, iron, aluminum and brass, and for diverse diffraction gratings, using objectives of different magnifications (8x, 16x and 32x). Besides, a metallographic application is shown.

Keywords: Metallography, Optical microscopy, Laser, Crystalline orientations, Roughness.

Resumen: ver página 8

Palabras claves: Metalografía, Microscopía óptica, Laser, Orientaciones cristalinas, Rugosidad.

“... sí, sí!, cuan difícil es acostumbrarse a tus silencios, a tu caricia invisible ... qué nostalgia invade mi azaroso caminar!... recuerdo nuestros diálogos sobre la vida, la miseria del hombre adornándose de avaricia, devorando dinero para demostrar su valía ... cómo extraño tus sabias palabras!, ya no encuentro eco en los otros, sólo el misterio de una soledad paradójal ... rememoro nuestros paseos por la historia, que Danton o Saint Just, Tomás Moro o Lutero, que el heroísmo de Winkelried o la batalla de Hastings, donde Guillermo hizo hincar a Haroldo el sajón ... o esas tardes soleadas de invierno cuando tus ideas hablaban de arte, el bello y minucioso compás de aquel genio nacido en Bonn, o la melodía tan a flor de piel de Mozart, y así recorrías desde algún cuadro, ya sea de Géricault o del maestro Rembrandt con sus proverbiales pinceladas paridas de dolor o aquél de Cristo entrando en el templo y echando a los mercaderes, hasta los mitos de un Tántalo o un Sísifo ... acaso es tan malo perderse en el recuerdo? ... nuestros domingos futboleros cuando, a través de la vieja radio, nos sumergíamos en esos pantanos de sufrimiento racinguista ... así es ... nostalgia pura, memoria de lo perdido que huyó en los brazos de una brisa marina aquella noche de enero ... siempre me demostraste las maravillas de la reflexión, del humor, de la ética, de mirar al prójimo como si fuera parte de uno, de una forma tan simple, tan desnuda de narcisismo, tan sólo con tu modesto ejemplo ... temo tanto que te olviden! ... no! no consueles este dolor de hijo en orfandad, déjame soñar con aquellos viajes que solíamos hacer al reino de la ciencia, cuando verte domar, con la habilidad de un mago, los ilimitados misterios de los genes producías en mí un convencimiento, de cuan cerca estabas de la creación, de lo que algunos llaman Dios ... se hace tarde, el cielo del oeste está herido de muerte, es roja y redonda su herida de sol ... como te dije antes, espero que te agrade este trabajo que quizo sin dudas ser y no sé si lo fue... te lo alcanzo en un día de éstos, no sé cuándo, no lo sabemos los que estamos de este lado del abismo... acaso no me reconozcas por mis anteojos ... acaso esté más calvo, más panzón ... no te preocupes, hay algo de lo que puedes estar seguro, yo no me he olvidado de ti ... hasta pronto, papá ...”

A mi padre, Ewald Favret

INDICE

Prólogo visual	5
Resumen	8
 Capítulo 1 La Iluminación Laser en la Metalografía	
1-1 Reseña histórica	10
1-2 Una nueva técnica en la microscopía óptica: Iluminación Laser Oblicua y Unidireccional (ULOD).	
Comparación con otras iluminaciones	13
1-3 Antecedentes	23
 Capítulo 2 Desarrollo Experimental	
2-1 Materiales utilizados	26
2-2 Procedimiento metalográfico	28
2-3 Medición	29
 Capítulo 3 Resultados	
3-1 Latón	31
3-2 Cinc: Desbaste mecánico.....	33
3-3 Redes de difracción	35
3-4 Cinc: Ataque químico	39
3-5 Hierro	45
 Capítulo 4 Curvas $I(\varphi)$: Rugosidad Lineal	
4-1 Descripción del modelo.....	51

Capítulo 5	Discusión	
5-1	Función error	76
5-2	Comparación entre los datos teóricos y experimentales	80
5-3	Orden de linealidad superficial	87
Capítulo 6	Aplicación a la Metalografía	
6-1	Cálculo de orientaciones cristalinas en aluminio	92
Capítulo 7	Conclusión	103
	Apéndices	
<i>AI</i>	Formación de imágenes - Abbe	115
<i>AII</i>	Crecimiento de monocristales	119
<i>AIII</i>	Métodos de difracción de rayos X.....	122
<i>AIV</i> a)	Construcción del fotómetro	125
b)	Medición del ángulo de incidencia	125
	Referencias	126
	Agradecimientos	129

... Metalografía ... Difracción ... Microscopía ...

“La obra de un hombre es una explicación de sí mismo...”

P. Gauguin



Henry Clifton Sorby (1826 - 1908)



Thomas Young (1773 - 1829)

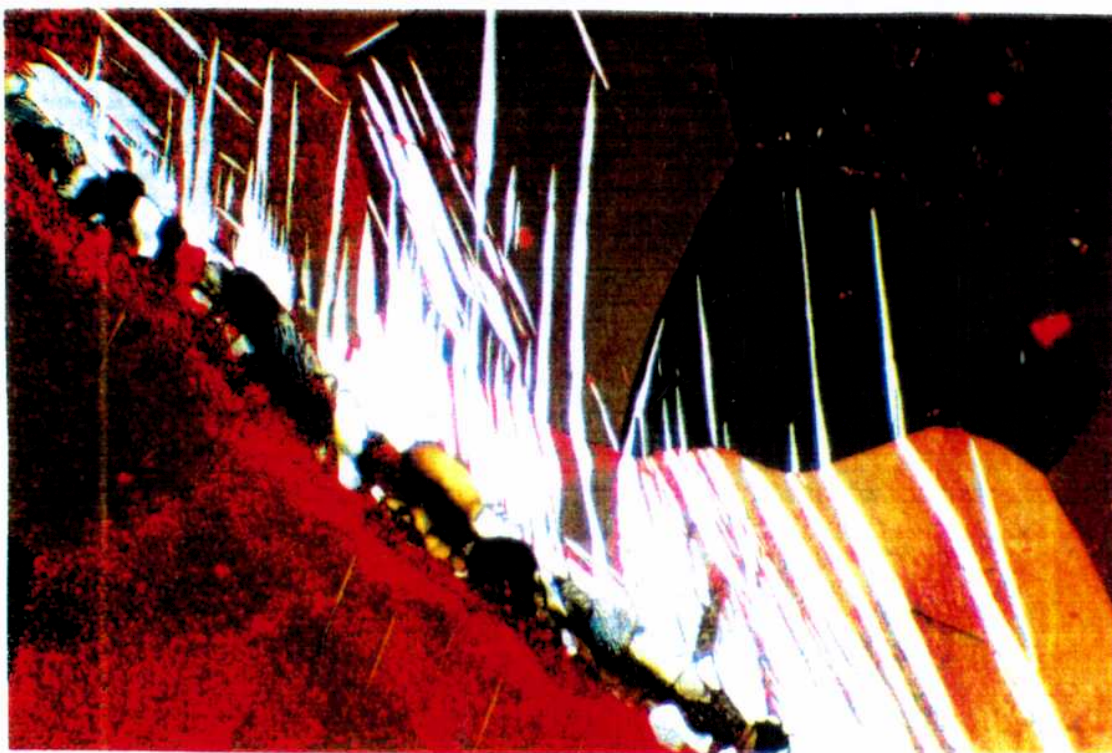


Ernst Abbe (1840 - 1905)

El Laser como iluminación oblicua y unidireccional en la microscopía óptica de materiales

“El científico descubre ... el artista crea ...”

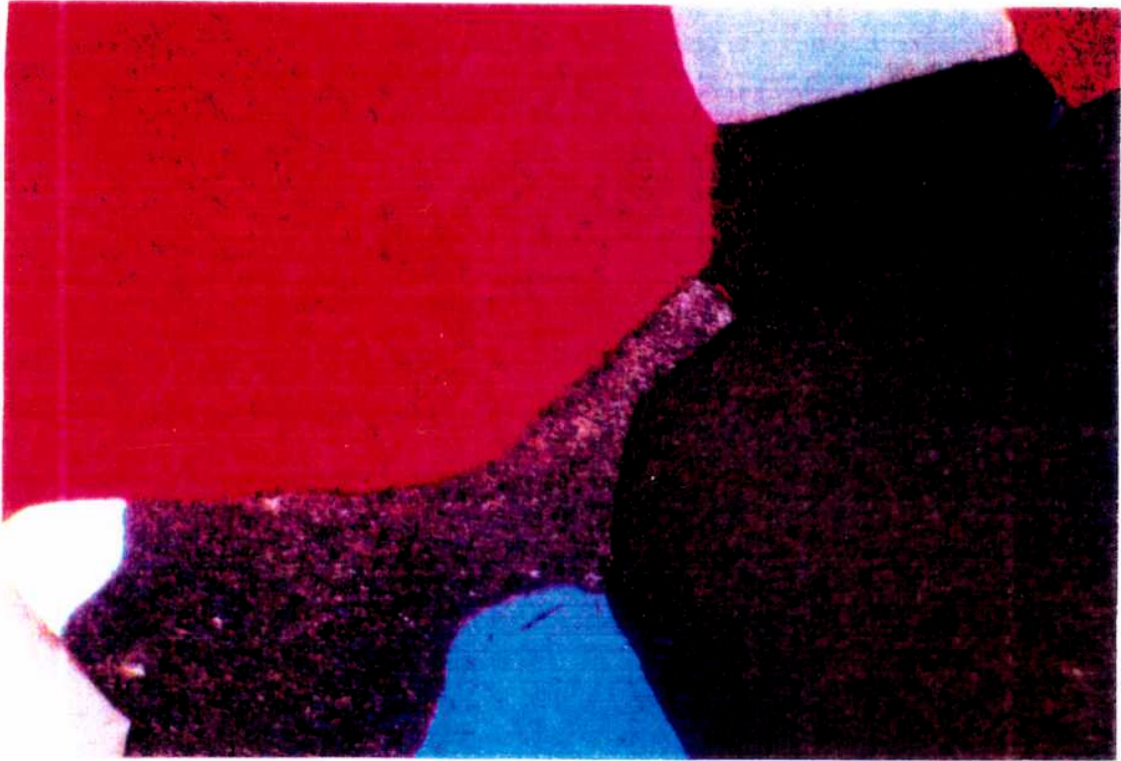
E. Delacroix



Policristal de Cinc, luego de un ataque químico con el reactivo A (ver pág. 28). Se distingue una zona de recristalización y maclas de deformación. La observación se realiza con dos tipos de iluminación simultáneas: campo claro y laser unidireccional y oblicuo. Aumento: 200x.

“... lo inaccesible ejerce siempre una secreta fascinación ...”

Alexander von Humboldt



Policristal de Cinc, luego de un ataque químico con el reactivo Klemm (ver pág. 28).

La observación se realiza con dos tipos de iluminación simultáneas: polarización y
laser unidireccional y oblicuo. Aumento: 200x.

RESUMEN

El presente trabajo de investigación introduce una descripción de la superficie metálica, ya sea luego de un desbaste mecánico o de un ataque químico específico, como composición de estructuras de bordes rectos en distintas direcciones superficiales, haciendo uso de *la iluminación laser oblicua y unidireccional (ULOI) en el microscopio óptico*.

La intensidad I de la luz laser dispersada por la superficie de la muestra metálica, al rotar la misma un ángulo ϕ alrededor de un eje perpendicular a ella, exhibe máximos cuyas ubicaciones son características de cada grano cristalino. Estas curvas de intensidad lumínica se deben a la difracción que sufre el haz de luz laser al incidir sobre la superficie. Se analiza la forma de uno de los máximos, es decir la curva $I(\phi)$, mostrando que una curva gaussiana ajusta bien los datos experimentales. Se considera un posible modelo para explicar dicha curva. Dicho modelo expresa a la curva experimental como *combinación lineal de una curva teórica*, que surge de aplicar la teoría de la difracción de FRESNEL-KIRCHHOFF y el concepto de THOMAS YOUNG acerca de que la difracción es un efecto de borde, del cual emana la teoría geométrica de la difracción de KELLER. De esta combinación lineal surge la idea de considerar a la rugosidad superficial como composición de estructuras de bordes rectos en distintas direcciones superficiales, denominando a dicha composición *rugosidad lineal*.

Puesto que los cálculos tienen en cuenta las propiedades del instrumental utilizado para adquirir dichas curvas experimentales, fundamentalmente la apertura numérica del objetivo, surge la posibilidad de plantear un nuevo concepto sobre la topografía de la superficie a distintos aumentos. Defino a dicho concepto como *orden de linealidad superficial* o bien *invariancia del diagrama de rugosidad lineal a distintos aumentos*, la cual está representada por el *parámetro ω (dispersión)* de la curva gaussiana, producto del ajuste de la curva experimental.

Se discuten estos análisis y se realizan observaciones cualitativas para distintos metales, como así también para diversas redes de difracción, utilizando objetivos de aumentos 8x y 16x, y en algunos casos de 32x. Se presenta, además, una aplicación de la técnica ULOI a la metalografía, la cual consiste en el cálculo de orientaciones cristalinas.

CAPITULO 1

La Iluminación Laser en la Metalografía

"Que convincente suena todo cuando se sabe poco!"

"El que ha aprendido bastante no ha aprendido nada."

"Jamás llegará a ser un pensador: se repite demasiado poco."

"Ninguna escritura es lo suficientemente secreta como para que el hombre se exprese en ella con veracidad."

"Quédate, dice uno, y llama al verdugo."

ELLAS CANETTI

"Somos todos unos farsantes: sobrevivimos a nuestros problemas."

"Lo que nos diferencia de nuestros antepasados es nuestro descaro frente al Misterio. Lo hemos incluso desbautizado: así nació el Absurdo ..."

"Por qué retirarnos, por qué abandonar la partida cuando nos quedan aún tantos seres a quienes decepcionar?"

"Quien no vea la muerte de color rosa padece daltonismo de corazón."

EMIL CIORAN

1-1 Reseña histórica: La microscopía en la metalografía

La primera aproximación del estudio metalográfico es el examen macroscópico que se realiza a simple vista o con la ayuda de una lupa. Sin embargo, la etapa más importante está dada por el examen microscópico. Con la ayuda de un microscopio metalográfico, cuyos aumentos oscilan entre 50x y 2000x, se pueden determinar las características estructurales de una probeta adecuadamente preparada. Recordemos que un metal ordinario está formado por un gran número de cristales de orientaciones diferentes, y el examen al microscopio permite el reconocimiento de su estructura policristalina. Es de notar que lo que en realidad se observa es la traza de los límites de grano, que son superficies, con la superficie preparada de la muestra.

El microscopio fue utilizado, muy pronto después de su invento en las postrimerías del siglo XVI, para observar y examinar superficies de materiales (productos semiacabados, productos manufacturados y superficies de rotura). Los microscopios contruidos con medios artesanales aún no eran apropiados en modo alguno, hasta la primera mitad del siglo XIX, para reconocer estructuras de materiales más finas o acaso para sacar conclusiones sobre su influencia en las propiedades del material. A pesar de ello, fueron realizados los primeros experimentos en este sentido. ROBERT HOOKE (1635-1703) realizó los primeros dibujos según imágenes microscópicas de piezas metálicas (punta de aguja, filo de navaja de afeitar) en su obra MICROGRAPHIA publicada en 1665 en Londres. También se intentó deducir criterios de calidad para algunos materiales a partir de las diferencias de las superficies de rotura, como lo prueban las series de prototipos metalográficos dibujados por F. DE REAUMUR (1683-1757) y utilizados en aquel tiempo para dictaminar sobre la morfología de las superficies de fractura en hierro.

En todos los exámenes de esta índole hacía falta, esencialmente, de una técnica de preparación apropiada con la cual se pudiese preparar y evaluar probetas en forma reproducible. Además, se carecía de dispositivos adecuados para una observación efectiva. La superación sistemática de ambas faltas se atribuye a H. SORBY (1826-1908), quien había empezado a desarrollar, a mediados del siglo XIX, las bases artesanales de una técnica mejorada para la confección de láminas micropétreas, que él aplicase en 1863, a la preparación de probetas metalográficas de meteoritos y de hierro. También trabajó en la iluminación de muestras preparadas, en colaboración con la firma

londinense BECK & CO. De este modo, SORBY debe ser considerado como el fundador de la petrografía microscópica y de la metalografía. SORBY, en sus ensayos metalográficos, comprobó los componentes ferrita, carburo de hierro, grafito y perlita, sacando ya en 1864, microfotografías de tales objetos (sólo se podían conseguir aumentos entre 100x y 200x). Estos trabajos fueron publicados repetidas veces en conferencias en Inglaterra, pero cayeron en el olvido durante casi dos decenios [1].

Al ingeniero ADOLF MARTENS (1850-1914), al servicio de los Ferrocarriles Reales Prusianos, le estaba reservada la tarea de recomenzar (sin conocimiento de los trabajos de SORBY) los ensayos metalográficos de materiales [1]. Inicialmente trabajaba en la Construcción de los Ferrocarriles Prusianos, pero a partir de 1875 también se ocupó de las pruebas de recepción de materias y materiales de construcción típicos de los ferrocarriles, es decir, especialmente de hierro y acero. En 1878 fue publicado su primer trabajo "Sobre el análisis microscópico del hierro". Se dedicó asimismo no sólo al perfeccionamiento de los procedimientos de preparación de probetas metalográficas, sino también al mejoramiento de la técnica microscópica; y ya en una de sus primeras publicaciones se describe detalladamente un microscopio para el ensayo de metales desarrollado por él hacia 1880 (un epimicroscopio fotográfico pequeño de tipo no invertido). Dignos de atención son el dispositivo de iluminación (luz incidente oblicua) y una platina esférica para la recepción de los objetos. MARTENS reconoció ya temprano la importancia del microscopio para el ensayo de materiales. Esto último se había convertido, con el impetuoso desarrollo industrial en la segunda mitad del siglo XIX, en un factor importante para las cuestiones de calidad dentro del marco de la cooperación entre los países industriales de primer orden. MARTENS fue nombrado director de la Real Estación Experimental Mecánico-Técnica, existente en la Escuela Técnica Superior de Berlín desde 1878, la cual realizaba, a petición, ensayos de materiales sujetos a derechos (resistencia de metales, ensayo de papel y aceite). La Estación Experimental devino uno de los focos del Instituto Real de Ensayo de Materiales fundado en 1904, y cuyo primer director fue A. MARTENS hasta su muerte en 1914. Uno de los componentes estructurales en materiales de hierro, la martensita, ha recibido este nombre en reconocimiento de los trabajos precursores de A. MARTENS en el campo de la metalografía.

Mientras tanto, en la ciudad turingense de Jena había surgido en los años siguientes a 1846, el año de la fundación de un taller de mecánica de precisión por C.

ZEISS (1816-1888), un centro optomecánico de precisión, con el que cooperaba E. ABBE (1840-1905). A este genial científico le estuvo reservada la formulación de una amplia teoría de la formación de la imagen microscópica (Apéndice I). El trabajo de estos hombres incitó a MARTENS a colaborar en el desarrollo de un aparato ajustado a los intereses de la microscopía metalográfica. Se crea el "gran equipo metalográfico según MARTENS".

Luego de la primera guerra mundial, las fábricas Zeiss de Jena lanzaron al mercado el "gran microscopio metalográfico de tipo Le Chatelier", un epimicroscopio fotográfico de tipo invertido. H. LE CHATELIER (1850-1936) había realizado por primera vez en 1897/98 el principio de construcción que lleva su nombre. Según éste, la platina del microscopio esta dispuesta por encima del objetivo. Debido a ello, la platina y la parte de apoyo pueden ser ejecutados de forma muy estable, lo cual es de importancia absoluta en el caso de muestras relativamente pesadas.

Mucho más importante es, sin embargo, que los objetos de "cualquier configuración" solo deben tener una sección pulida plana , con la que se colocan sobre la platina ajustada respecto al eje óptico del objetivo.

Tras estos comienzos, fueron mejorando notablemente los microscopios metalográficos. Hoy día cuentan con la electrónica para la obtención de buenas imágenes, además del uso, ya clásico, de la polarización, la interferometría, contraste de fases (por el cual el holandés ZERNICKE obtuvo el premio nobel de Física en 1953), etc. Más aún, para un buen estudio de una muestra metalográfica se cuenta además con el microscopio electrónico de barrido, el microscopio electrónico de transmisión, el microscopio de fuerza atómica, el microscopio de efecto túnel, etc.

1-2 Una nueva técnica en la microscopía óptica: Iluminación Laser Oblicua y Unidireccional (ULOI). Comparación con otras iluminaciones.

El hecho de saber que en los últimos años el laser había comenzado a utilizarse en la microscopía biológica, específicamente el microscopio laser de barrido focalizado (CLSM, permite obtener imágenes del objeto a distintas profundidades, como una reconstrucción tridimensional del mismo), nos llevó a implementar el laser como un nuevo tipo de iluminación en el microscopio óptico metalográfico (Figuras 1, 2 y 3)¹. Reemplazamos el sistema de iluminación del microscopio por un haz laser de Helio-Neón, utilizando un ángulo de incidencia cuasi rasante, entre 5° y 15° con respecto a la superficie de la muestra. Denominamos a esta técnica de iluminación con la sigla *ULOI (Unidirectional Laser Oblique Illumination)*.

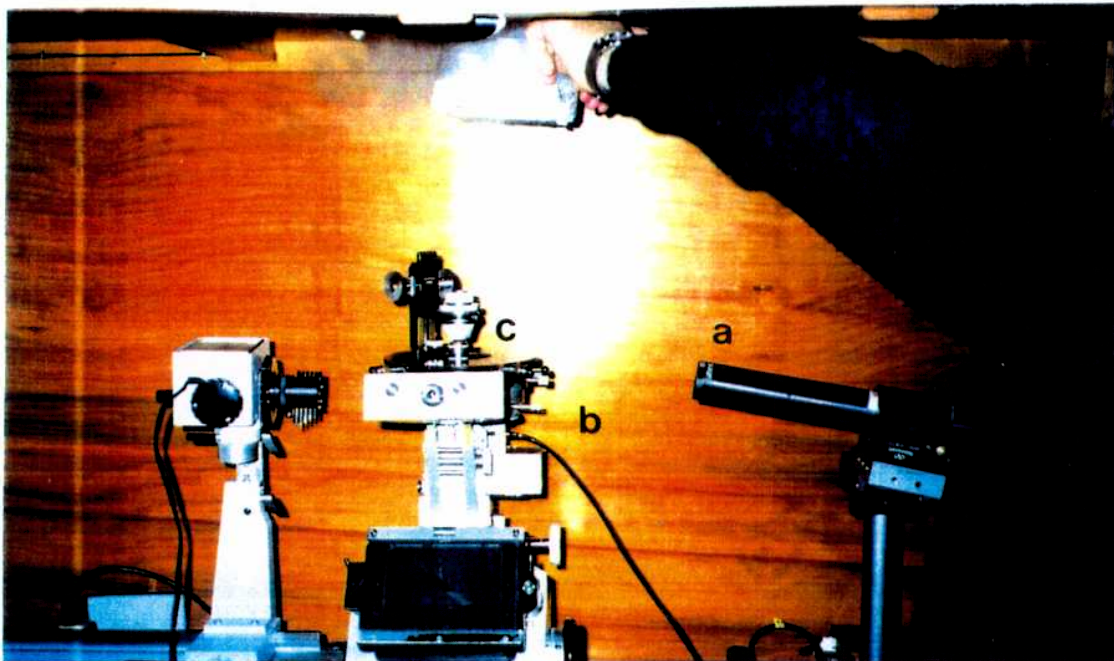


Figura1. Equipo utilizado para las observaciones metalográficas. a) Laser de He-Ne, b) microscopio metalográfico y c) muestra.

¹Debido a la uso del laser en la microscopía biológica y su posible aplicación en las otras microscopías, dijo al respecto la *BRITAIN'S NEW SCIENTIST* en julio de 1987 "La microscopía está atravesando por un período de dramático cambio, similar quizás a lo ocurrido hace 25 años, cuando apareció en escena el microscopio electrónico de barrido."

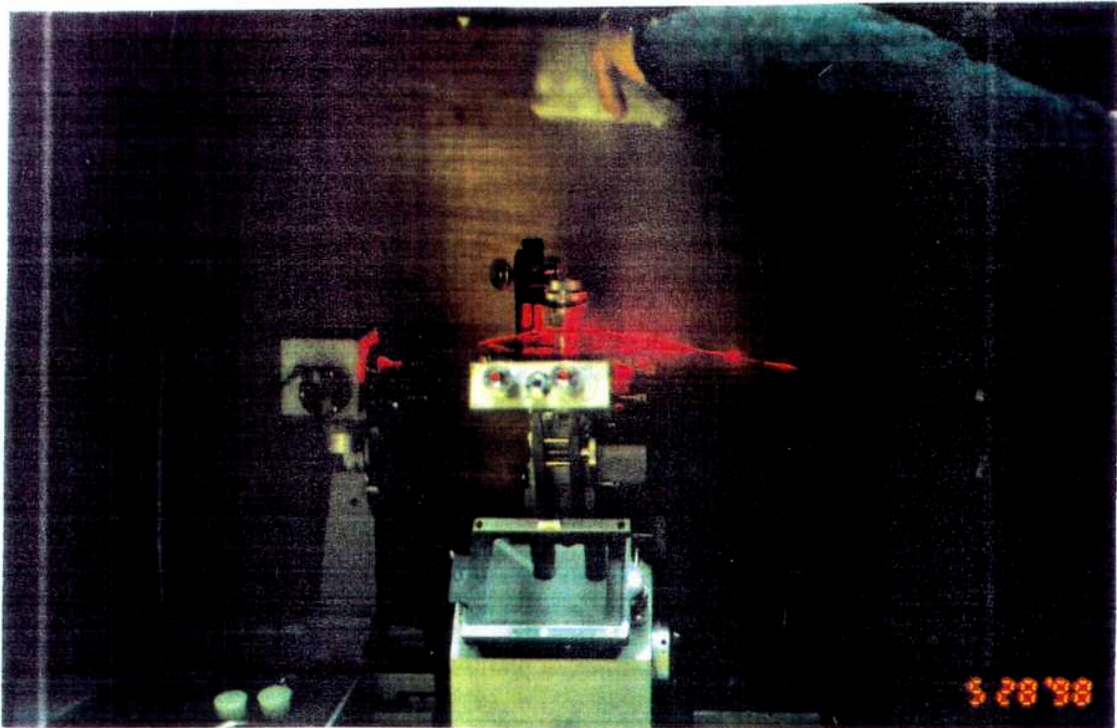


Figura 2. Trayectoria del haz laser incidiendo sobre la muestra. Notar en los oculares la luz laser recogida por el objetivo.

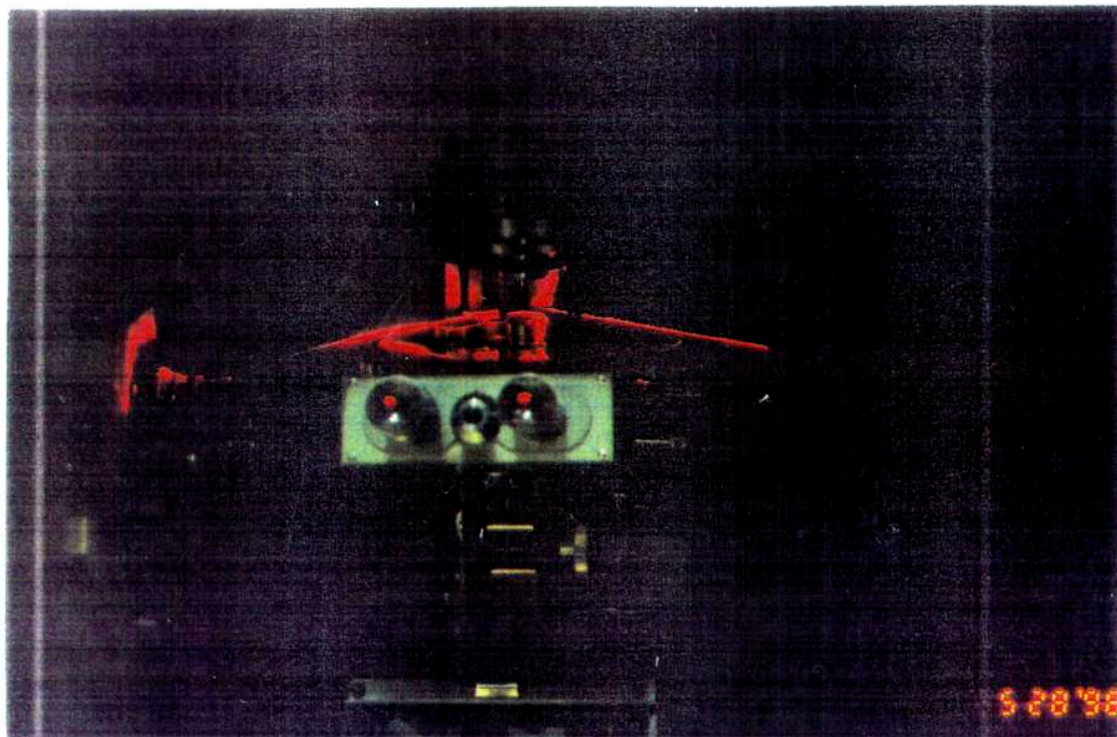


Figura 3. Idem figura 2. En este caso con un mayor aumento.

Los estudios iniciales se realizaron en muestras de Cinc, Circonio, Hierro y Aluminio (ver figuras 4, 5, 6, 7, 8, 9). El primer resultado novedoso de la técnica ULOI fue la observación de granos cristalinos en una etapa temprana del pulido-ataque químico. Fenómeno que con la iluminación común y normal del microscopio óptico no era observado. El segundo resultado interesante y en el que se basa esencialmente la técnica, fue *la variación de la intensidad I de luz laser (incidencia rasante) dispersada por la superficie del grano cristalino en función del ángulo de rotación ϕ de la muestra alrededor de un eje perpendicular a su superficie*. Este hecho se encuentra relacionado en parte con la orientación cristalina del grano como así también con el ataque químico utilizado para revelar la estructura del material investigado (ver figuras 10 y 11) [2, 3, 4].

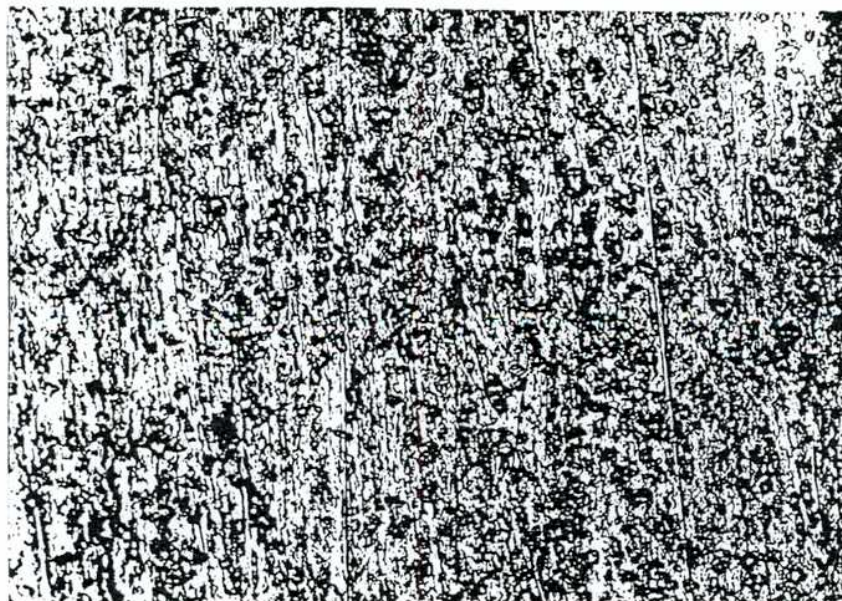


Figura 4. Policristal de Aluminio, tras un ataque con el reactivo Keller (ver pág. 28).
Notar las figuras de corrosión. Iluminación de campo claro (BFI). Aumento: 200x.

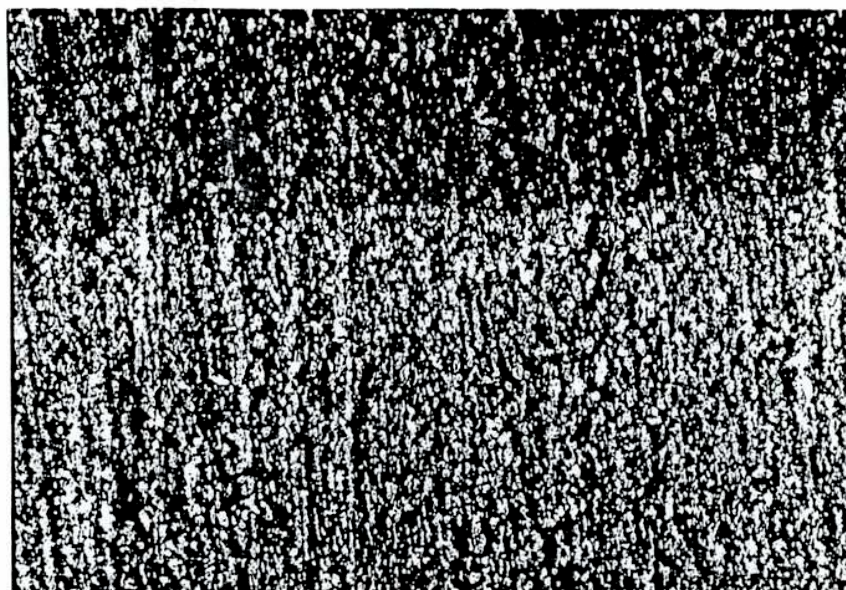


Figura 5. Misma zona de la fig. 4 observada con ULOI. Se distinguen dos granos cristalinos. Aumento: 200x.

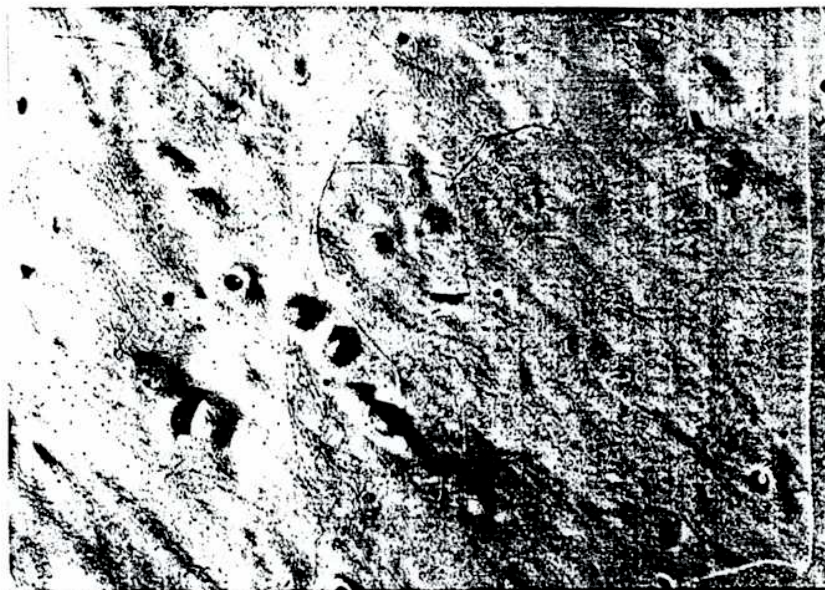


Figura 6. Policristal de Aluminio, tras un ataque con el reactivo Keller. Iluminación de campo claro (BFI). Aumento: 200x.

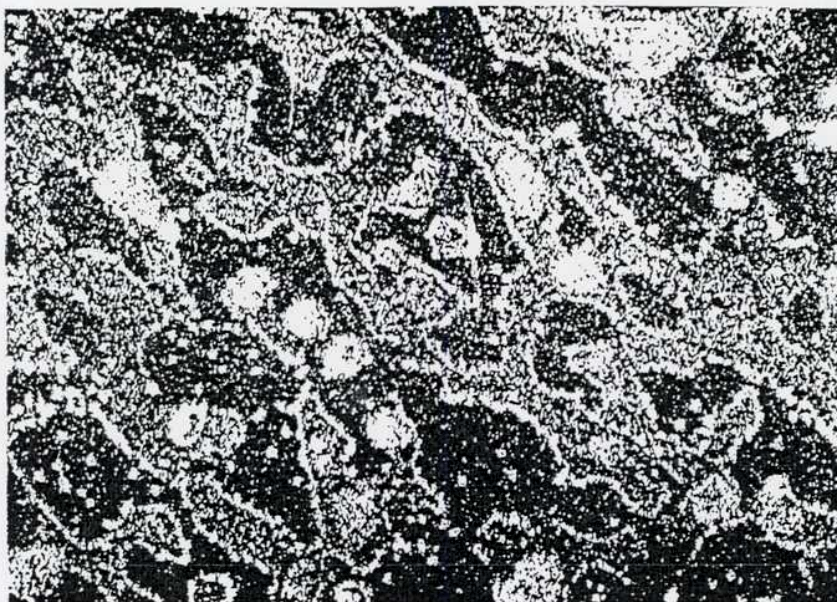


Figura 7. Misma zona de la fig. 6 observada con ULOI. Se resalta el pitting o figuras de corrosión. Aumento: 200x.

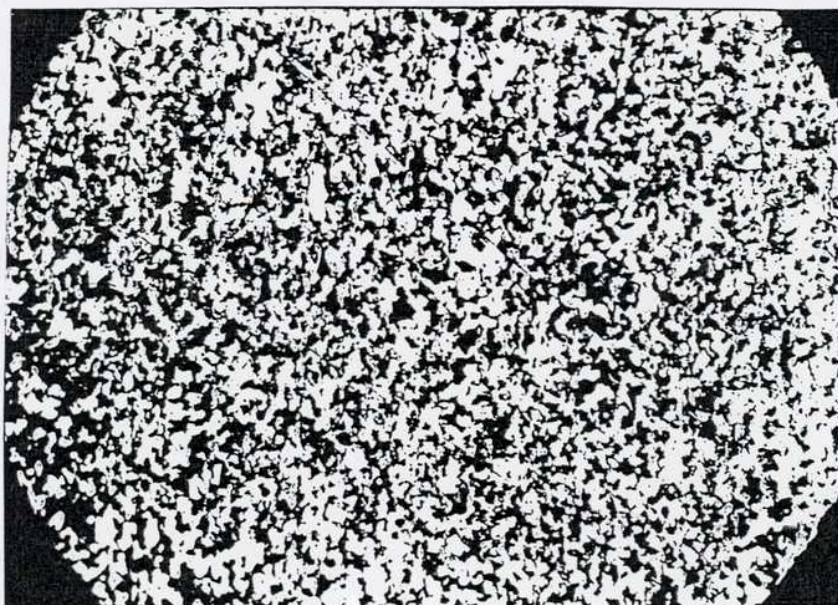


Figura 8. Chapa microaleada (Al-Nb-V), luego de un ataque con el reactivo Klemm. Se notan los granos cristalinos. BFI. Aumento: 120x.

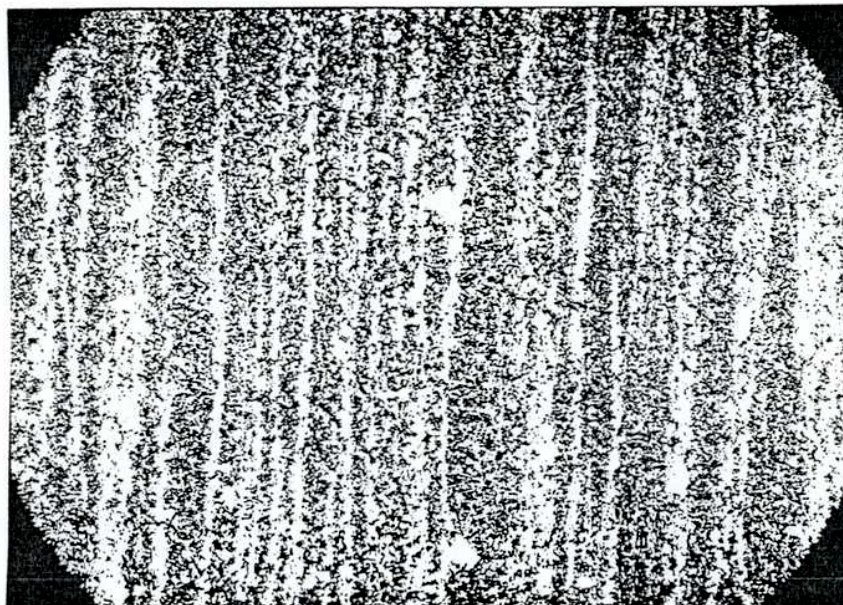


Figura 9. Misma zona de la fig. 8 usando ULOI. Se resaltan las bandas de deformación. Aumento: 120x.

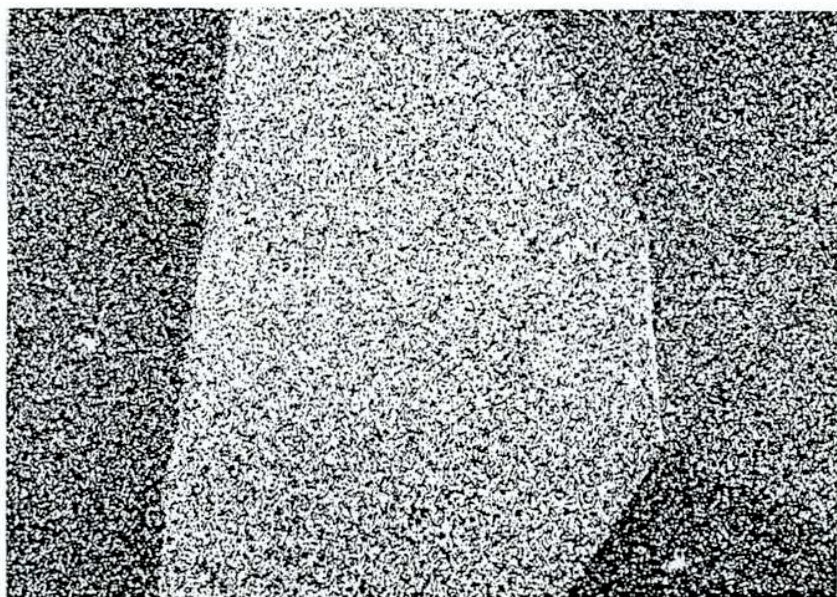


Figura 10. Policristal de Aluminio observado con ULOI, para una dada posición angular de la muestra en el goniómetro. Aumento: 200x.

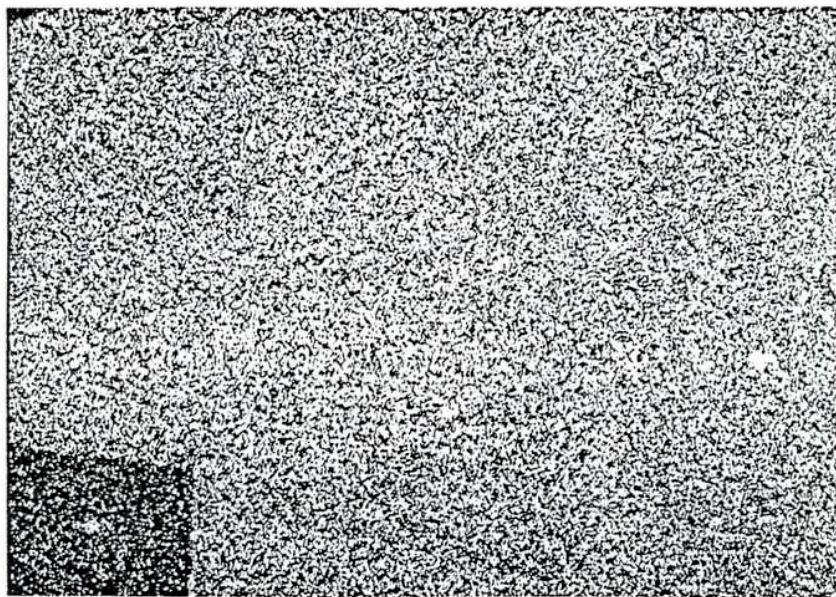


Figura 11. Misma zona y mismas condiciones de iluminación de la fig. 10, excepto que la muestra fue rotada en un ángulo de 60° con respecto a la posición de la fig. 10.

Se nota como se igualan las intensidades lumínicas de algunos granos en esta posición. Aumento: 200x.

Recordemos que la forma más usual de iluminación de las probetas metalográficas en la microscopía óptica actual es la iluminación de campo claro (BFI), donde sin importar el tipo de reflector empleado, el objetivo cumple la doble misión de servir como condensador para la iluminación y como elemento formador de imágenes a partir de los rayos reflejados por la superficie de la muestra [5]. Los detalles de la probeta en la imagen obtenida por este tipo de iluminación aparecen oscuros y contrastados sobre un fondo brillante. Debido al doble paso de los rayos a través del objetivo se producen pérdidas de radiación en las distintas interfases aire-vidrio, que perjudican la calidad de la imagen, en especial cuando la superficie de la probeta es rugosa. Por este motivo suele emplearse otro tipo de iluminación conocida como campo oscuro (DFI) (ver figura 12).

El objetivo ya no actúa como condensador y por lo tanto los rayos lo atraviesan una sola vez. Se logra además un haz incidente más oblicuo y una mayor resolución. La luz reflejada por las regiones altamente especulares se pierde fuera del objetivo, apareciendo dichas regiones como oscuras en la imagen. Mientras que las regiones menos especulares pueden aparecer brillantes. Así, la imagen obtenida en

campo oscuro es complementaria respecto a las regiones claras y oscuras de la obtenida en campo claro. Agreguemos también que suele emplearse, entre otros tipos de iluminación (ver figura 12), la iluminación cónica con el fin de aumentar el contraste y los efectos de relieve de la superficie metalográfica [6].

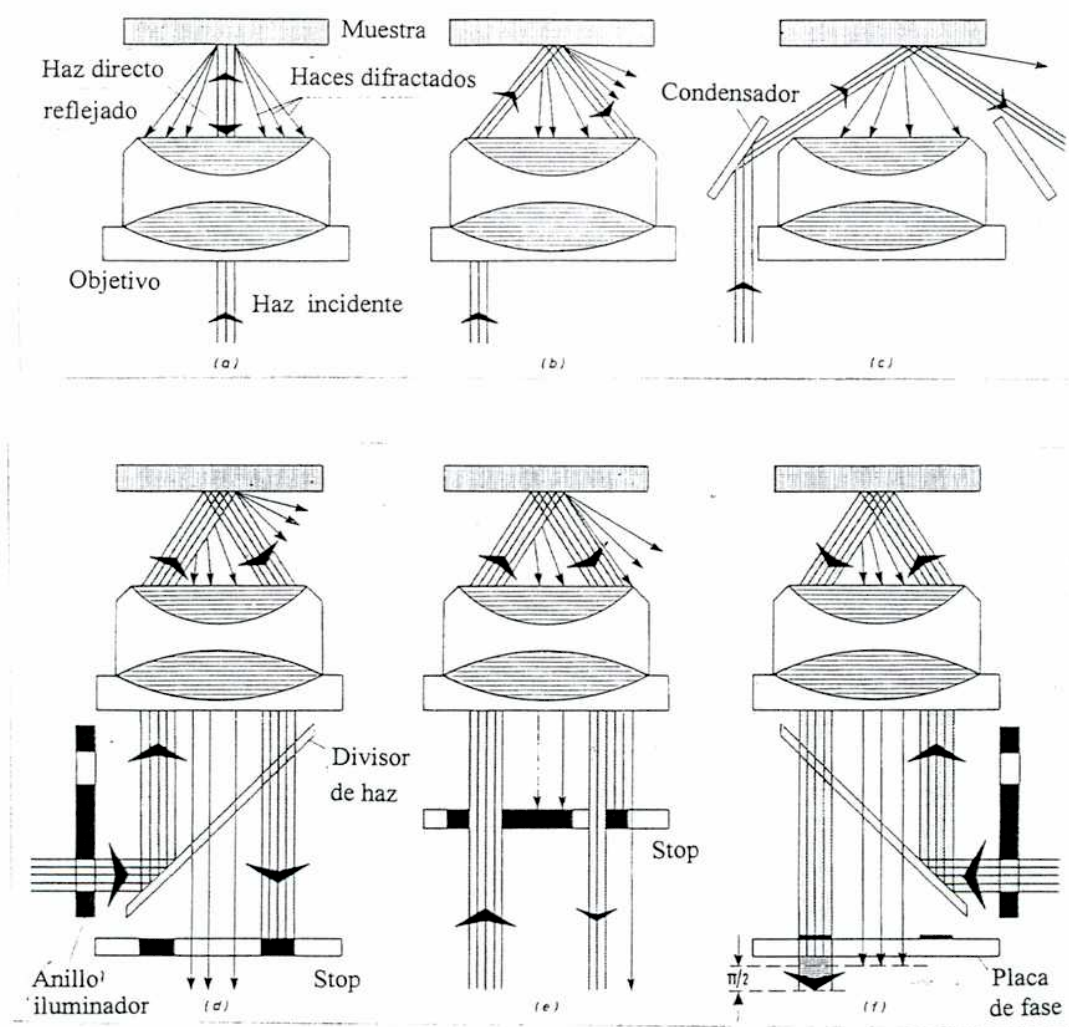


Figura 12. Representación esquemática de los métodos de iluminación de “balance interferométrico”: a) campo claro, b) oblicuo, c) campo oscuro, d) campo oscuro sensitivo (Lomer y Pratt), e) Hallimond (stop-contrast) y f) contraste de fases (Zernicke).

La fórmula para determinar el poder separador del microscopio muestra la dimensión límite de la partícula que puede ser vista o fotografiada con ayuda del microscopio, es decir, de la partícula, la imagen de la cual refleja sin deformación su

contorno real. No se puede obtener imágenes correctas de partículas más pequeñas. Sin embargo, la existencia de tales partículas puede ser establecida con un método basado en el fenómeno de difusión de la luz (ultramicroscopía). Un intenso haz de luz es concentrado con ayuda del objetivo O1 en la cámara, donde se sospecha la presencia de objetos ultramicroscópicos (ver figura 13). Si en el camino de rayos se tienen partículas, entonces la luz experimentará difusión en ellas, incidirá sobre el objetivo O2 y dará en el microscopio vertical un cuadro de difracción que permite determinar la posición y el desplazamiento de la partícula ultramicroscópica, pero que da solamente una idea bastante vaga acerca de su forma. Por ejemplo, partículas coloidales de los metales con dimensiones alrededor de 5×10^{-6} mm. En el ultramicroscopio se realiza el principio del campo oscuro que consiste en que se eliminan del campo visual los rayos directos y se observan los difractados.

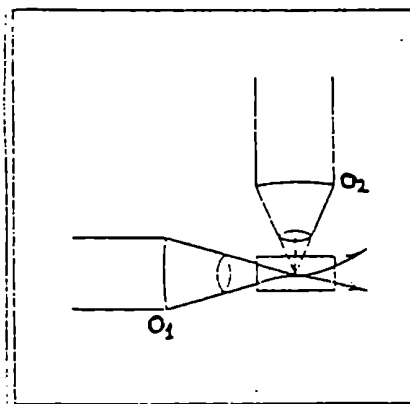


Figura 13. Esquema del ultramicroscopio más simple.

Si los objetos son bastante grandes (mayores que $\lambda/2$, siendo λ la longitud de onda de la luz), entonces sobre el objetivo incidirán simultáneamente los espectros de difracción de diferentes órdenes y veremos una imagen que tiene la forma del objeto. Pero si una considerable parte de los haces difractados no cae sobre el objetivo, entonces puede observarse una imagen que por su forma se diferencie notablemente del objeto, o inclusive simplemente un punto brillante sobre un fondo negro que no da ninguna idea acerca de la forma del objeto [7].

Un buen ejemplo de la importancia de la comprensión correcta de los resultados de la observación microscópica es citado por Ya. E. Ellengorn [7]. En la figura 14 están representados cuatro microcroquis de una misma preparación

(caparazón de una diatomea: cierta especie de alga pequeñísima) con diferentes métodos de iluminación.

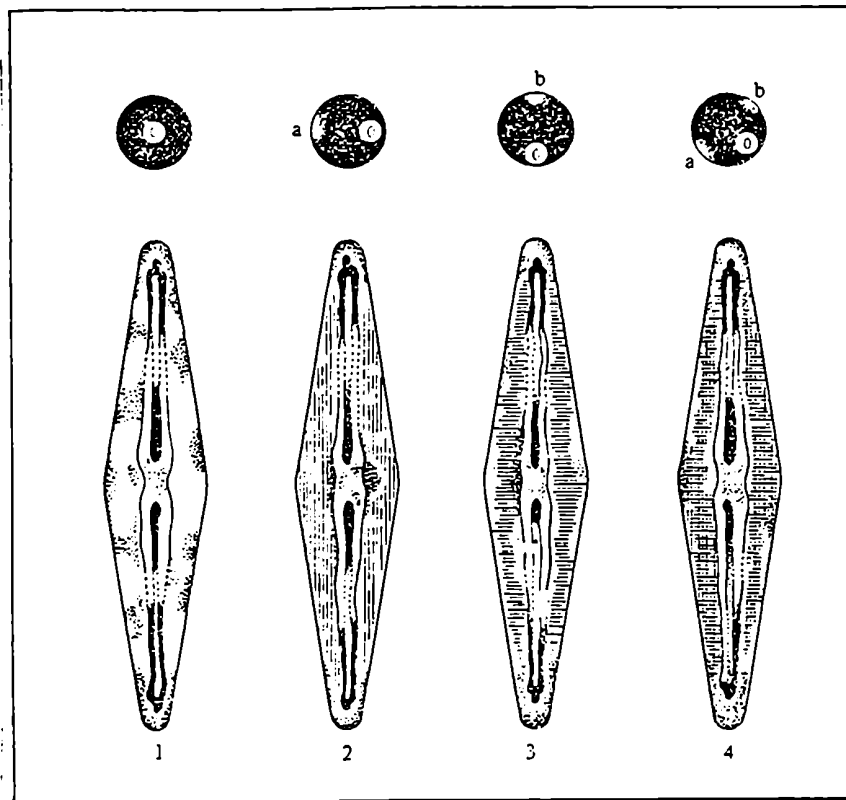


Figura 14. Influencia del carácter de la iluminación sobre la imagen en el microscopio.

En cada croquis se muestra qué forma tiene el haz luminoso que pasa a través del plano focal del objetivo:

- 1) Pasa sólo el máximo central 0, el caparazón parece liso, sin detalles.
- 2) Pasa el máximo de difracción central 0 y uno lateral a, el caparazón tiene una estructura longitudinal.
- 3) Pasa el máximo de difracción central 0 y uno superior b, el caparazón tiene una estructura transversal.
- 4) Pasa el máximo central 0, un máximo a y uno b, el caparazón tiene una estructura en forma de red.

De esta manera, es evidente que la estructura del caparazón se parece a una red, pero en dependencia del método de observación puede resultar lisa o dotada de franjas longitudinales o transversales. Mientras tanto los botánicos suponían que se trataba de diferentes variedades de diatomeas.

Por lo tanto, es conveniente cuando uno hace una observación microscópica aclarar qué tipo de iluminación se utiliza para la formación de la imagen.

La iluminación laser oblicua y unidireccional (ULOI) es en cierta forma una técnica de ultramicroscopía, por ello el factor principal de esta iluminación no es necesariamente la observación precisa de la rugosidad del material, la cual es perjudicada, en parte, por el moteado o speckle producido por el laser (alta coherencia espacial), sino la posibilidad de detectar alguna estructura superficial que esté o no por debajo del poder de resolución del objetivo. Específicamente si existe o no una dirección preferencial de la rugosidad cristalina, para lo cual se estudia la curva $I(\varphi)$. Dicha curva surge de captar con el objetivo los más altos órdenes de difracción de la luz dispersada por la topografía, debido a que se trabaja con un ángulo de incidencia cuasi rasante (10°).

Cuando la intensidad lumínica recogida por el objetivo del microscopio es máxima para un dado φ , se puede inferir que aquella dirección existe y se encuentra ubicada en forma perpendicular al haz laser para ese φ .

Para comprender correctamente el fenómeno y obtener conclusiones más precisas era necesario contar con alguna superficie cuya topografía sea sencilla y conocida. Para ello se utilizaron distintas redes de difracción, además de superficies metálicas sometidas a distintos procedimientos metalográficos.

1-3 Antecedentes

Como se ha visto, ULOI es una iluminación de campo oscuro y las curvas $I(\varphi)$ obtenidas se explican como un fenómeno de difracción debido a la “rugosidad” de la superficie muestral [8]. Para encontrar trabajos relacionados con la iluminación oblicua, uno debe remontarse a las décadas del 20, 40 y 50. Por ejemplo, el trabajo publicado por OLWEN JONES en 1924 [9]. En esa época era de fundamental importancia la aplicación de la polarización en la microscopía óptica [10], como lo fue también en el 50 la iluminación de contraste de fases. JONES explica que cuando una onda plana de luz polarizada es reflejada normalmente por una superficie metálica atacada, y la luz reflejada analizada por un prisma Nicol, cambios en la intensidad de la luz ocurren a medida que la superficie metálica es rotada alrededor de un eje

perpendicular a su superficie. Estudió en primer lugar acero, que exhibía en forma bien diferenciada estructuras de perlita y ferrita. Colocando los Nicol cruzados (polarizador y analizador), la ferrita permanecía oscura luego de una rotación completa; no así la perlita (superficie estriada), con 4 máximos y 4 mínimos, separados 45° entre sí. Con los Nicol paralelos, la ferrita permanecía uniformemente clara; la perlita mostraba 2 máximos y 2 mínimos. Resultados semejantes fueron obtenidos con metal Muntz (30% Zn, 70% Cu), Cu puro, bronce (10% Al), bismuto, etc. JONES notó que los cristales que presentaban este fenómeno poseían una superficie corrugada, es decir con valles y crestas, superficie observada en algunos casos con un aumento de 1800x. Ella decidió iluminar las muestras con luz oblicua no polarizada, encontrando 2 máximos y 2 mínimos, con una separación angular entre los máximos de 180° , coincidentes en su ubicación con los máximos obtenidos con los Nicol paralelos. Los máximos aparecían cuando las crestas o valles se ubicaban perpendicularmente al haz de luz oblicuo. En este punto vemos la similitud con ULOI. Por supuesto, JONES no estudió las curvas obtenidas con la iluminación oblicua, simplemente quiso resaltar la estructura de valles y crestas de la superficie metálica. Ella concluye que la existencia de máximos y mínimos se debe a reflexiones sucesivas en la superficie metálica, por lo cual el fenómeno observado tiene su origen en la estructura interna del cristal que revela el ataque químico. Otros trabajos importantes en el tema fueron el de PERRYMAN [11], el de WOODWARD [12] y el de Mc LEAN et al. [13], igualmente en ninguno de estos trabajos se realizó un detallado análisis de la iluminación oblicua.

Es decir, la adquisición y análisis de la curva de intensidad lumínica $I(\varphi)$ no fue objeto de estudio en el pasado.

La iluminación de campo oscuro (DFI) es de por sí poco usada en la microscopía de materiales. Las referencias encontradas son esencialmente cualitativas.

CAPITULO 2

Desarrollo Experimental

La sabiduría sirve de freno a la juventud, de consuelo a los viejos, de riqueza a los pobres y de ornato a los ricos.

DIOGENES

Los sabios son los que buscan la sabiduría; los necios piensan ya haberla encontrado.

NAPOLEON I

No basta adquirir sabiduría, es preciso usarla.

CICERON

Todos quieren poseer conocimientos, pero pocos están dispuestos a pagar su precio.

JUVENAL

2-1 Materiales utilizados

Para realizar los estudios acerca de las curvas $I(\varphi)$ se necesitó contar con diversos metales, fundamentalmente de granos grandes, puesto que las mediciones se llevarían a cabo con bajos aumentos, es decir con objetivos de 8x y 16x, y el campo visual debería estar ocupado por un solo grano cristalino, para evitar de esta forma la mezcla de dos curvas $I(\varphi)$. Recordemos que el fotómetro, que es el encargado de adquirir la curva $I(\varphi)$, integra todo el campo visual. Además, para fundamentar el concepto de dirección preferencial de la rugosidad cristalina en metales, se necesitó experimentar con redes de difracción.

1) *Policristales de Cinc y Hierro de granos crecidos.* Se consiguieron muestras de forma rectangular de aproximadamente 30mm x 15mm, con un espesor según la muestra de entre 1mm a 20mm, de buena pureza. Sólo en el caso del cinc, ya que poseía granos pequeños, se llevaron las muestras a un horno a 300°C durante 6 horas. Transcurridas algunas horas, las probetas eran observadas para comprobar si había granos cristalinos que estaban creciendo o era necesario deformarlas plásticamente [14, 15, 16].

2) *Monocristales de Aluminio.* La idea de obtener monocristales consistía básicamente en poseer planos cristalinos típicos de la estructura cúbica centrada en las caras (FCC), como por ejemplo los planos (110) y (100).

Con sumo cuidado y utilizando guantes adecuados se procedió a colocar un alambre de Aluminio de 2 mm. de diámetro y 50 mm. de largo, con una pureza del 99.99%, en un crisol de grafito de pureza nuclear y de grano fino, que previamente había sido desgasado. Se utilizó grafito puesto que es un buen conductor térmico. Este, luego, fue encapsulado en un tubo de cuarzo traslúcido con un vacío de 10^{-7} torr., que a su vez se llevó a un horno que tenía un equipo de autoregulación, con un voltaje y corriente adecuados y un gradiente de temperatura, debido a que el arrollamiento era más compacto en una mitad que en otra (figura 15). Elevando el horno se trató de fundir el Aluminio de arriba hacia abajo. Una vez que se llegó con el horno a la base del crisol, se colocó una termocupla de cromel-alumel para verificar que la temperatura fuese mayor en un 20% a la temperatura de fusión del Al (660 °C). Luego se conectó el horno a un

motor que lo empujaría hacia arriba con una velocidad constante de 22 mm/h. Al cabo de 10-12 horas terminó el proceso de crecimiento (Apéndice II).

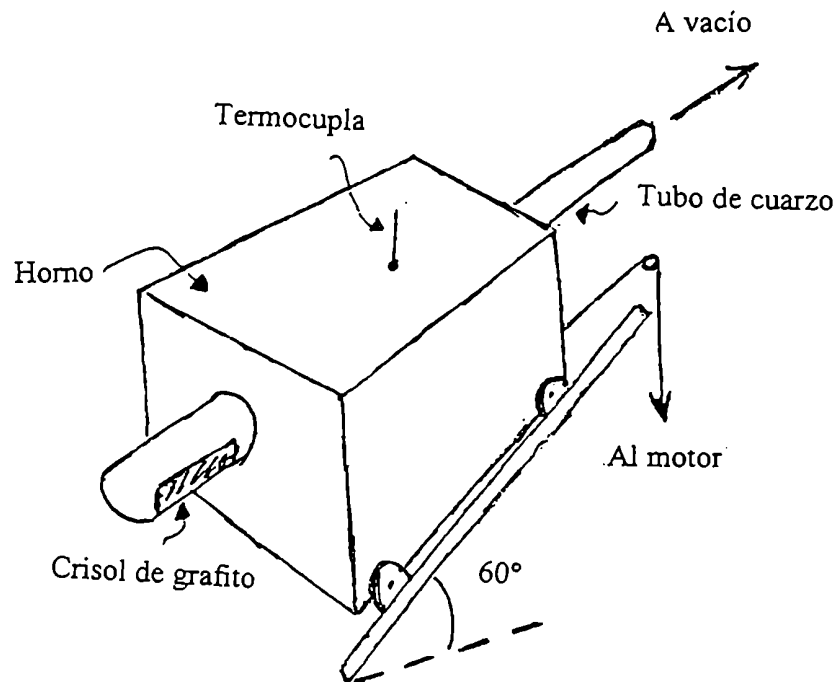


Figura 15: Dispositivo experimental para el crecimiento de monocristales.

Luego de verificar mediante un análisis metalográfico que la barra cilíndrica aparentaba ser superficialmente monocristalina, se ubicó a la misma en un goniómetro, para comenzar el proceso de orientación y obtener los planos deseados. Estos fueron localizados mediante el conocido método de LAUE (Apéndice III) y cortados con una máquina de electroerosión.

3) *Policristal de Aluminio con granos crecidos.* La necesidad de contar con granos cristalinos suficientemente grandes era también debido, en este caso, a que el haz de la radiación X era de 2mm. de diámetro, aproximadamente. Por lo tanto aquéllos debían tener una superficie mayor de 12.6 mm^2 . Se consiguieron probetas de Al de aproximadamente 20mm x 30mm, con un espesor de 2mm. Se las llevó a un horno a 550°C durante 30 horas. Transcurridas algunas horas, las probetas eran observadas para comprobar si había granos cristalinos que estaban creciendo o era necesario deformarlas plásticamente. No hizo falta realizar esto último. Luego comenzó el proceso de orientar los granos cristalinos elegidos y analizarlos con laser rasante. Con respecto a este tema, habría que aclarar dos puntos. En primer lugar se realizó el análisis con laser puesto que

la capa deformada del material era la causante de la variación de la intensidad de luz laser dispersada en función de ϕ . Recordemos que para utilizar el método de Laue, la superficie del grano cristalino debe estar lo más especular posible. Relativo a la orientación de los granos, fue necesario desplazar, con respecto al haz de radiación X, la probeta en la cámara de Laue, evitando toda rotación de aquella. Era fundamental tener la posición relativa de los granos cristalinos entre sí, para poder luego, comparar los resultados obtenidos con laser rasante.

4) *Policristales de Latón*. Las muestras fueron utilizadas para observaciones cualitativas, por lo tanto no era necesario que tuvieran granos grandes.

5) *Redes de Difracción*. Se utilizó una de reflexión de 300 l/mm y otras dos de transmisión de 100 l/mm y 158 l/mm.

2-2 Procedimiento metalográfico

En el presente trabajo se utilizó un laser de He-Ne, con $\lambda = 632.8 \text{ nm.}$, 30 mw de potencia y no polarizado.

Para el desbaste mecánico se emplearon papeles de carburo de silicio bajo agua. Se usaron progresivamente los papeles 220, 320, 400 y 600 (granulometría de $70\mu\text{m}$, $50\mu\text{m}$, $25\mu\text{m}$ y $15\mu\text{m}$, respectivamente) [17].

Para el pulido-ataque químico se utilizaron las siguientes soluciones químicas:

Material	Reactivo	Componentes químicos
Cinc	A Palmerton	CrO_3 200gr, SO_4Na_2 10gr, HNO_3 85cc, H_2O 1000cc
Cinc	B	HNO_3 2ml, H_2O 85ml
Aluminio	C Keller	HCl 15ml, HNO_3 25ml, HF 5ml, H_2O 50ml
Aluminio	D Tucker	HCl 45ml, HNO_3 15ml, HF 15ml, H_2O 25ml
Hierro	E Klemm	Tiosulfato de Na 50ml (sat) Metabisulfito de K 1gr
Latón	F	HNO_3 50%, H_2O 50%

Como los monocristales tenían un tamaño pequeño, fue necesario incluirlos en portaprobetas para que resultase fácil su manejo.

Debemos agregar que cuando se realizaba el desbaste mecánico se ejercía una buena presión sobre la probeta, tratando de que ésta fuese uniforme y controlando que no sufriese un movimiento de oscilación.

Digamos también que una vez que finalizaba una etapa del desbaste mecánico o del pulido-ataque químico y antes de continuar con la siguiente, se analizaba la muestra en el microscopio metalográfico de mesa. Para que el análisis de la muestra resultase satisfactorio, era necesario lavar la probeta, primero con abundante agua (incluso con detergente) para eliminar los detritos dejados por el abrasivo y segundo, emplear alcohol para evitar que apareciesen manchas sobre la superficie de la probeta. Por último, el secado de la muestra se realizaba mediante un chorro de aire caliente.

2-3 Medición

La intensidad de luz laser dispersada por la superficie de la muestra era recogida por un fotómetro, construido específicamente para esta situación (Apéndice IV.a). El mismo era ubicado en uno de los oculares del microscopio metalográfico, integrando todo el campo visual del objetivo. La intensidad se midió en unidades arbitrarias.

El proceso de medición del ángulo ϕ se realizó con el propio goniómetro del microscopio metalográfico. En general, las mediciones fueron tomadas cada 5° . Hubo casos en que alrededor del máximo se tomó cada 2° .

La medición del ángulo α de incidencia del laser se llevó a cabo utilizando la ley de la reflexión (Apéndice IV.b).

Se consideraron los siguientes errores de medición:

Error (ϕ): $\pm 1^\circ$, relacionado con la mínima división del goniómetro;

Error (I) : $\pm 1\%$ del valor de intensidad correspondiente, relacionado con la fluctuación del voltaje alrededor del valor medido.

Luego de la adquisición de una o dos curvas $I(\phi)$ (de aproximadamente 30 puntos cada una), se apagaba el sistema durante un lapso de tiempo para evitar un posible calentamiento del fototransistor.

CAPITULO 3

Resultados

El que puede hacer, haga. El que no puede hacer, enseñe.

SHAW

Pobre discípulo el que no deja atrás a su maestro!

DA VINCI

Piensa bien antes de comenzar, pero cuando te has decidido no interpongas la duda.

SALUSTIO

Te diré lo que es el verdadero conocimiento: cuando sabes, saber que sabes; cuando no sabes, saber que no sabes.

CONFUCIO.

3-1 Latón

En las figuras 16 (campo claro), 17 (polarización), 18 (campo oscuro) y 19 (polarización más ULOI) se observa la superficie policristalina de una muestra de Latón con distintos tipos de iluminación. La introducción de estas fotografías es simplemente para presentar el siguiente hecho: la descripción de una superficie depende fuertemente del tipo de iluminación que se utilice.

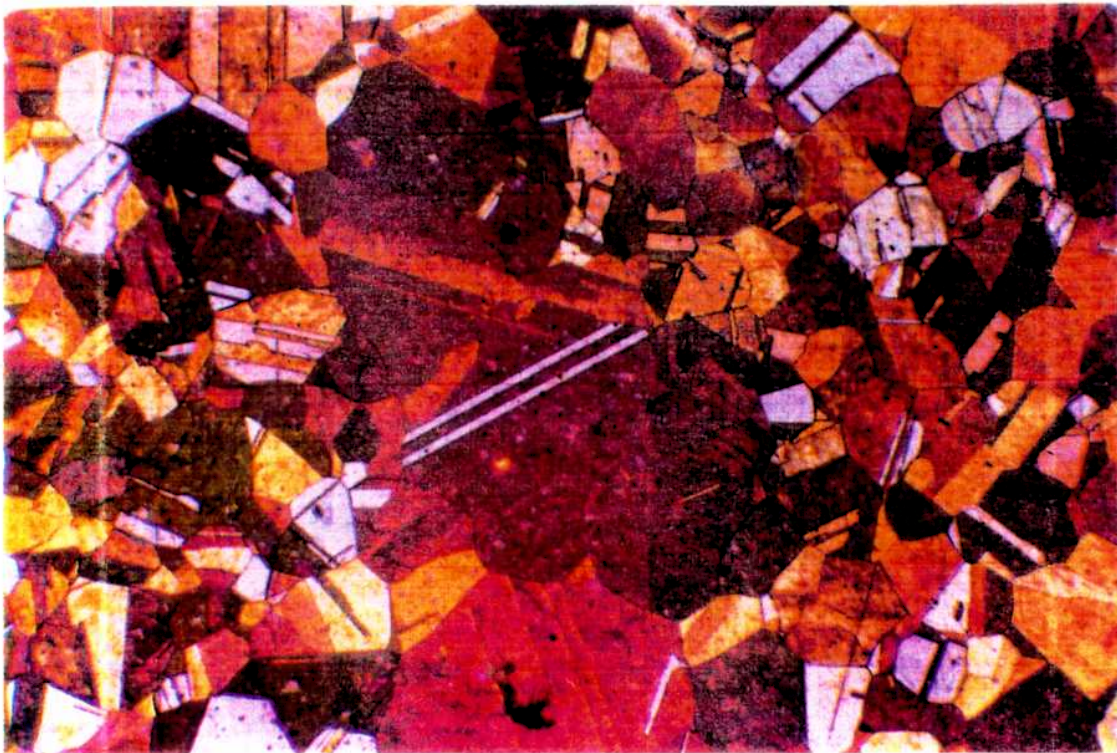


Figura 16. Policristal de Latón, tras un ataque químico con el reactivo F. BFI.

Aumento: 200x.

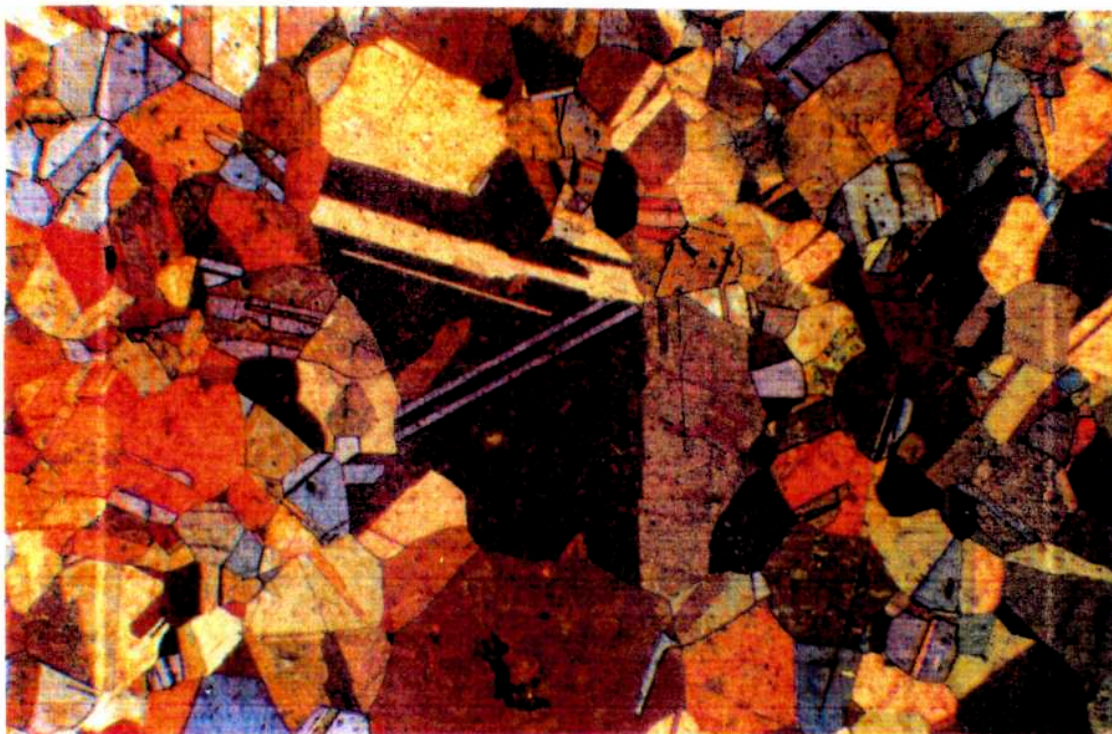


Figura 17. Policristal de Latón, misma zona de la fig. 16. Polarización. Aumento: 200x.

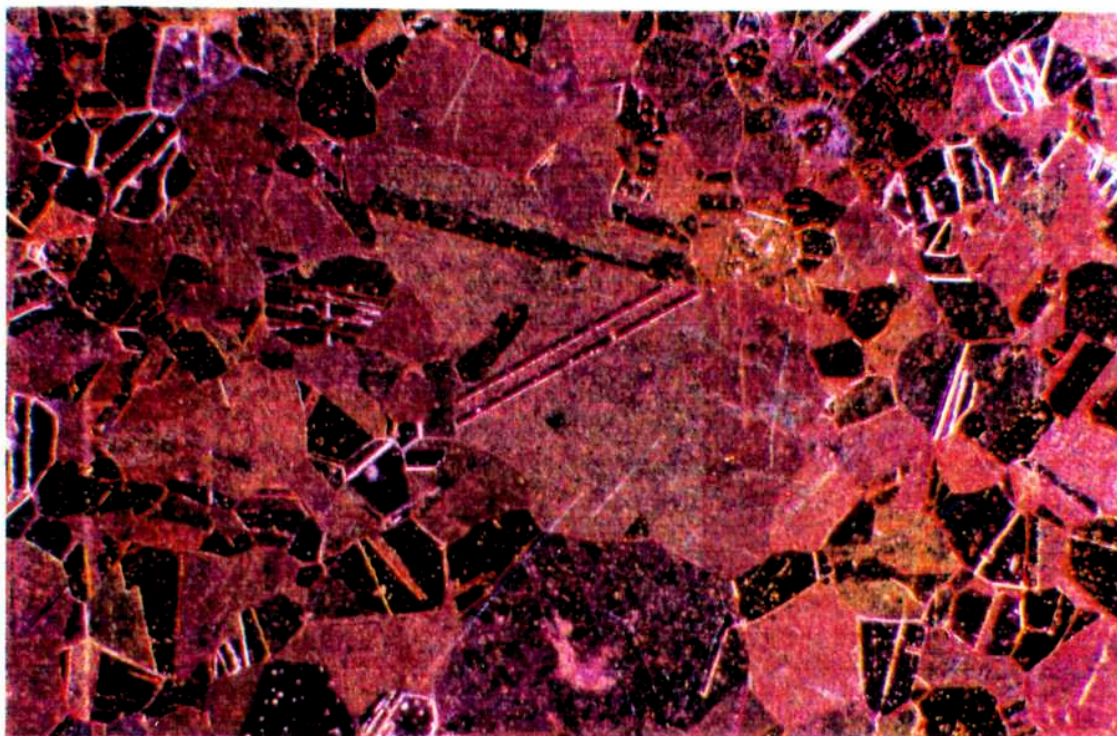


Figura 18. Policristal de Latón, misma zona de la fig. 16. DFI. Aumento: 200x.

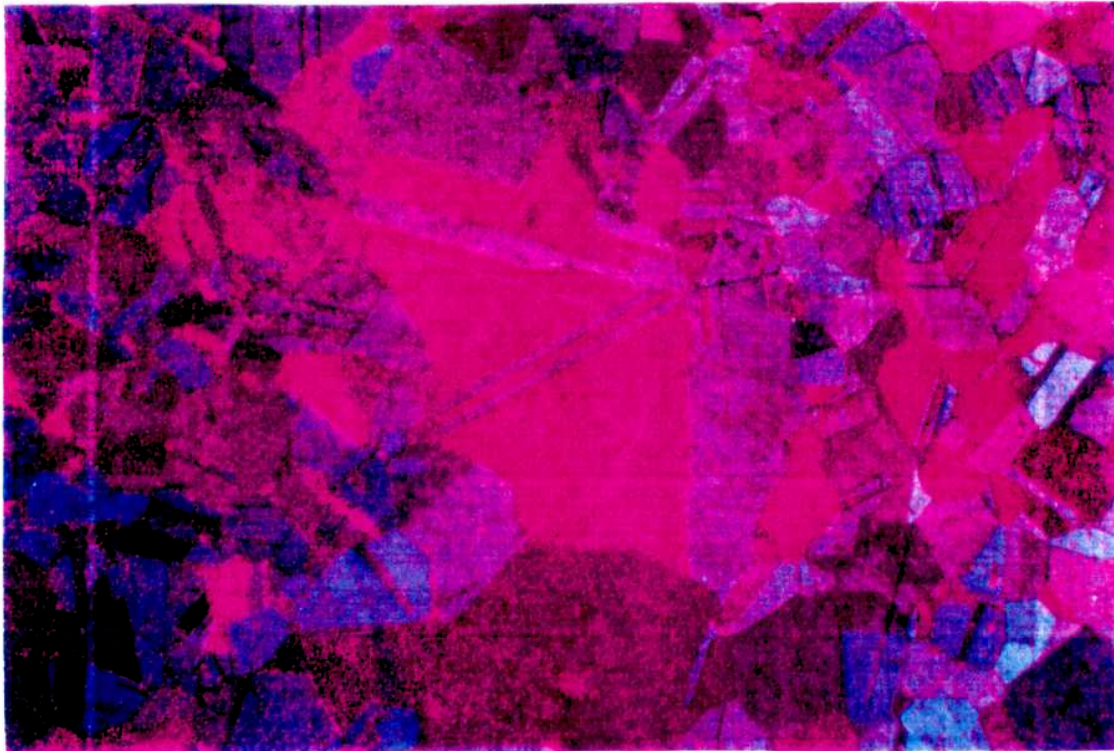


Figura 19. Policristal de Latón, misma zona de la fig. 16. Polarización + ULOI.

Aumento: 200x.

3-2 Cinc: Desbaste mecánico

En primer lugar se analizó una probeta policristalina de Zn, la cual fue desbastada mecánicamente en una dirección con papel de carburo de silicio, número de esmeril 600. El máximo de intensidad lumínica ocurría cuando las líneas del desbaste se ubicaban perpendicularmente a la proyección del haz laser sobre la superficie. Los datos experimentales fueron ajustados, como en todos los casos posteriores, con una curva de tipo gaussiana, siendo φ_0 y ω los parámetros fundamentales de dicha curva. φ_0 indica la dirección angular predominante o principal de las líneas de desbaste sobre la superficie muestral. ω indica, en cambio, la dispersión de las líneas alrededor de esa dirección predominante. Las figuras 20 y 21 muestran los resultados para los objetivos de 16x y 8x.

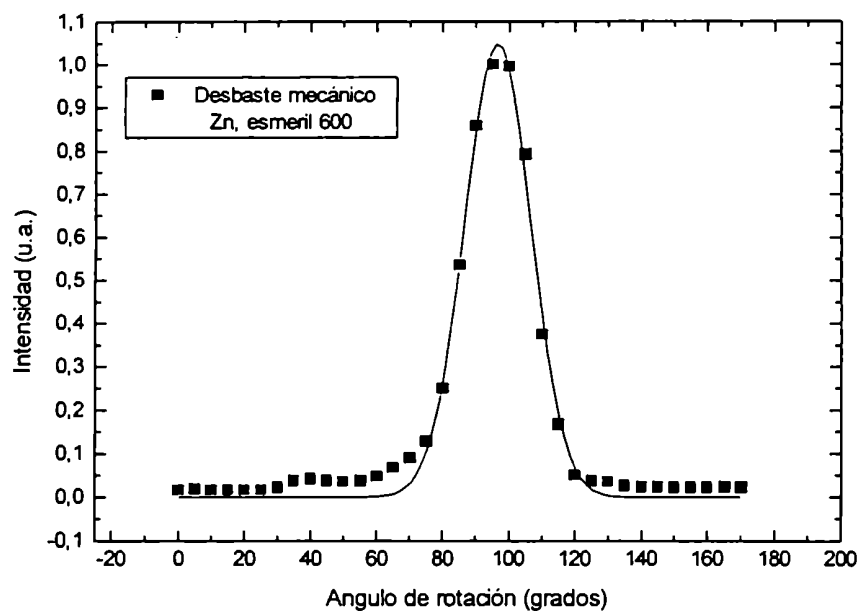


Figura 20: Curva obtenida con el objetivo de 16x. $\omega \approx 20.00^\circ \pm 0.47^\circ$.

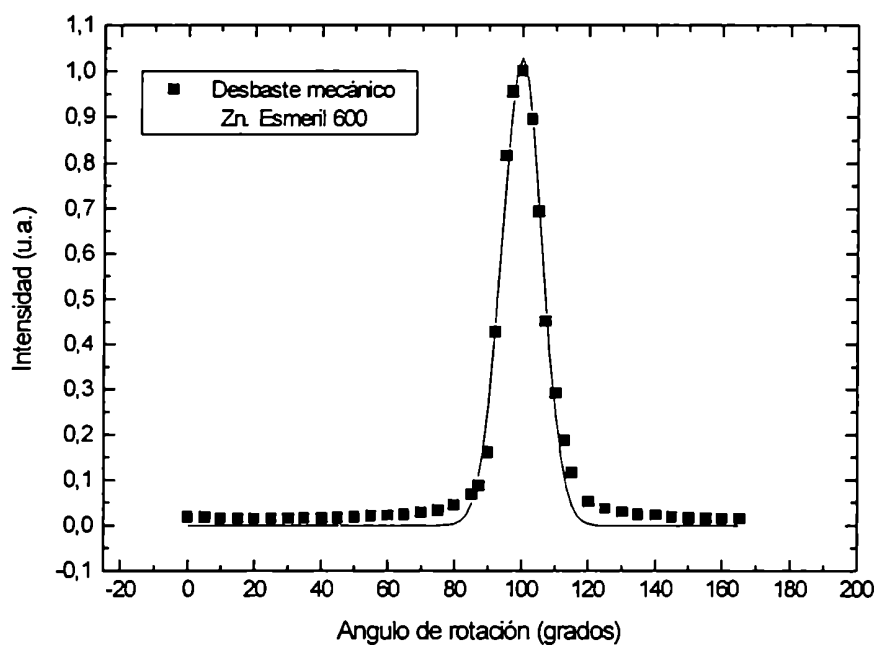


Figura 21: Curva obtenida con el objetivo de 8x. $\omega \approx 12.00^\circ \pm 0.32^\circ$.

La ubicación de los máximos no coincide, existe una variación de aproximadamente 3° ($\varphi_0(16x) = 96.54^\circ \pm 0.23^\circ$ y $\varphi_0(8x) = 99.83^\circ \pm 0.15^\circ$). No es de extrañar puesto que la superficie ha sido desbastada a mano y mantener un movimiento totalmente en una dirección es casi imposible.

Antes de continuar notemos que el cociente entre las dos dispersiones ω , obtenidas con 16x y 8x, es igual al cociente entre las aperturas numéricas de los objetivos respectivos. Es decir

$$0.6 = 12^\circ/20^\circ = \omega(8x)/\omega(16x) = A.N.(8x)/A.N.(16x) = 0.15/0.25 = 0.6$$

Más adelante volveremos sobre este tema.

3-3 Redes de difracción

A continuación se estudiaron distintas redes de difracción. En las figuras 22 y 23 se observa mediante microscopía óptica una de las redes de difracción por transmisión (100 l/mm), ya sea con la iluminación de campo oscuro (DFI) como con ULOI. Las figuras 24, 25 y 26 nos muestran los resultados experimentales con sus respectivos ajustes gaussianos.

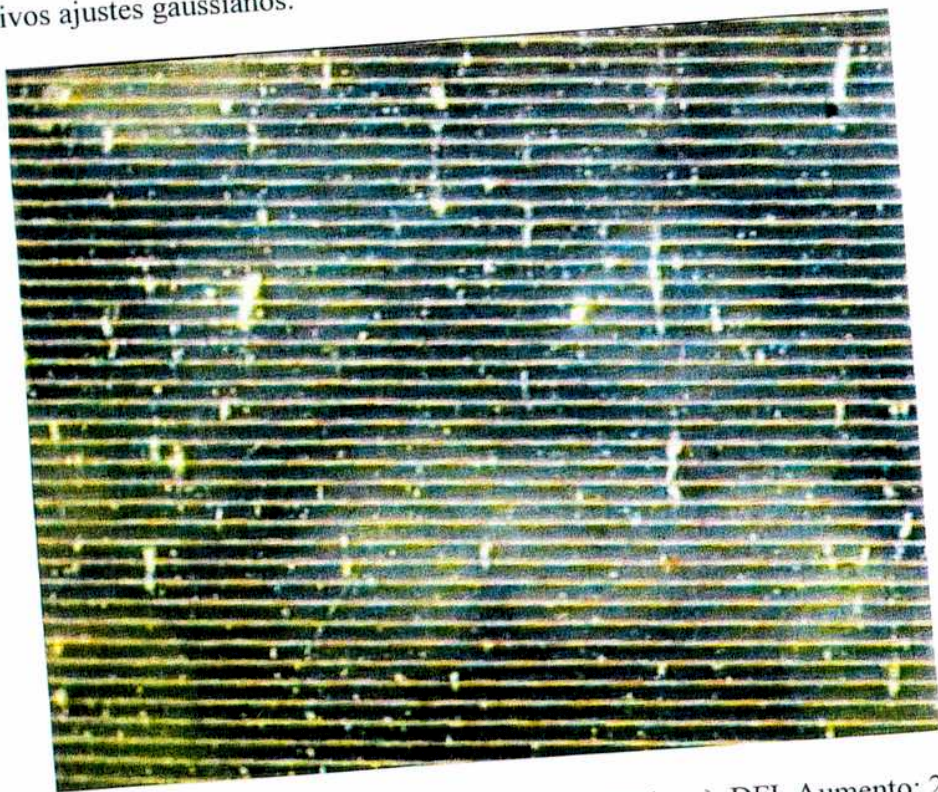


Figura 22. Red de difracción por transmisión (100 l/mm). DFI. Aumento: 200x.

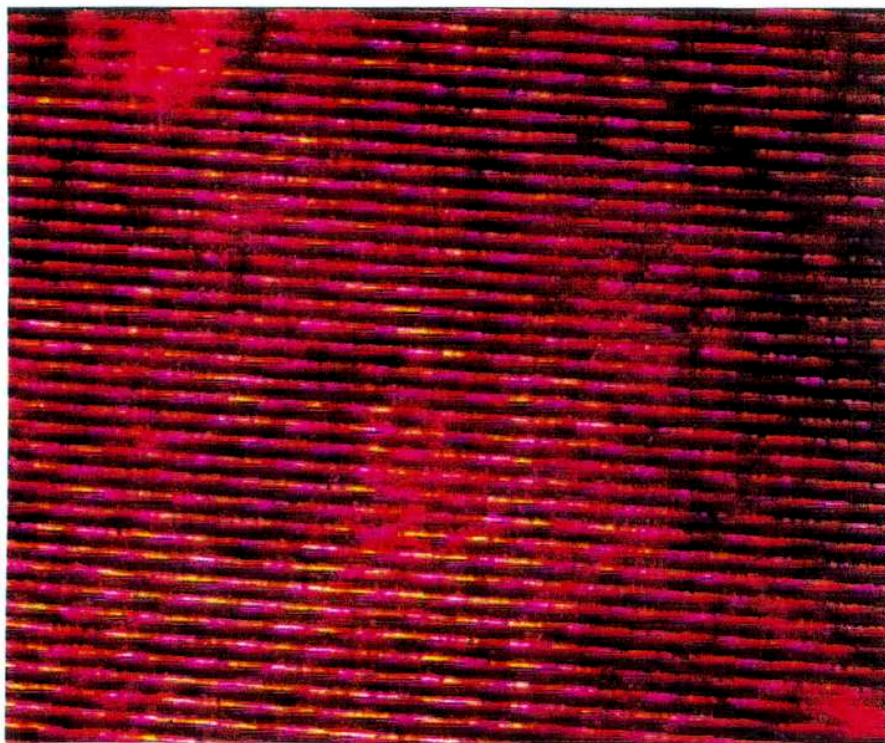


Figura 23. Red de difracción por transmisión (100 l/mm). ULOI. Aumento: 200x.

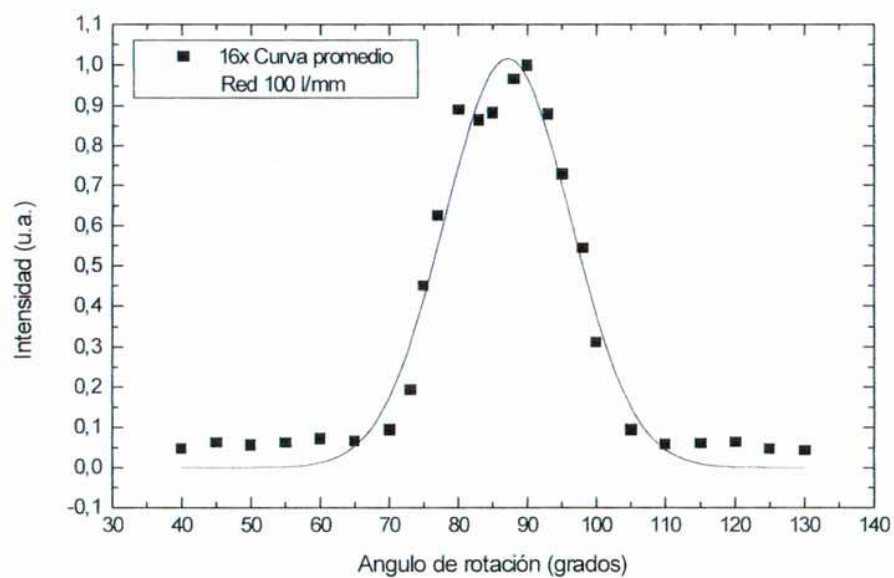


Figura 24: Curva para una red de difracción por transmisión de 100 l/mm., obtenida con el objetivo de 16x. $\omega \approx 17.50^\circ \pm 0.77^\circ$.

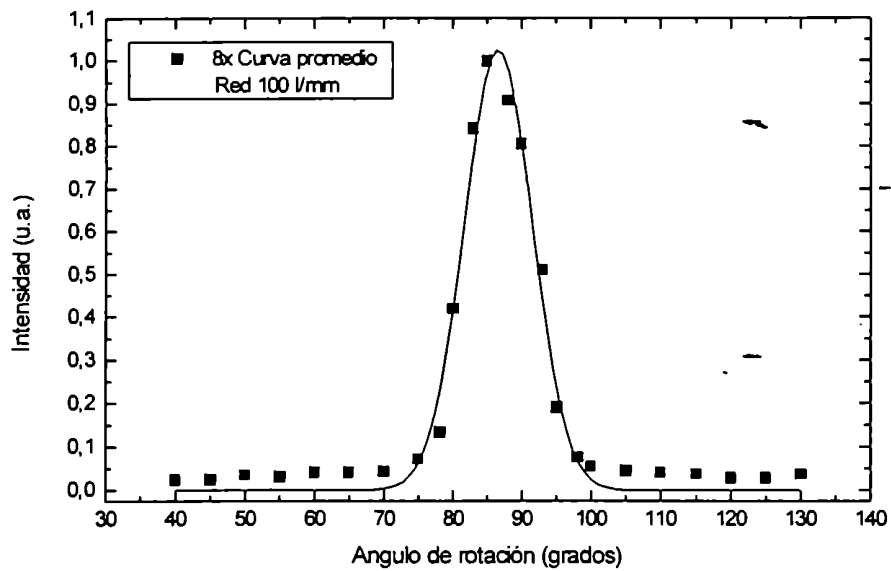


Figura 25: Curva para una red de difracción por transmisión de 100 l/mm., obtenida con el objetivo de 8x. $\omega \approx 9.90^\circ \pm 0.31^\circ$.

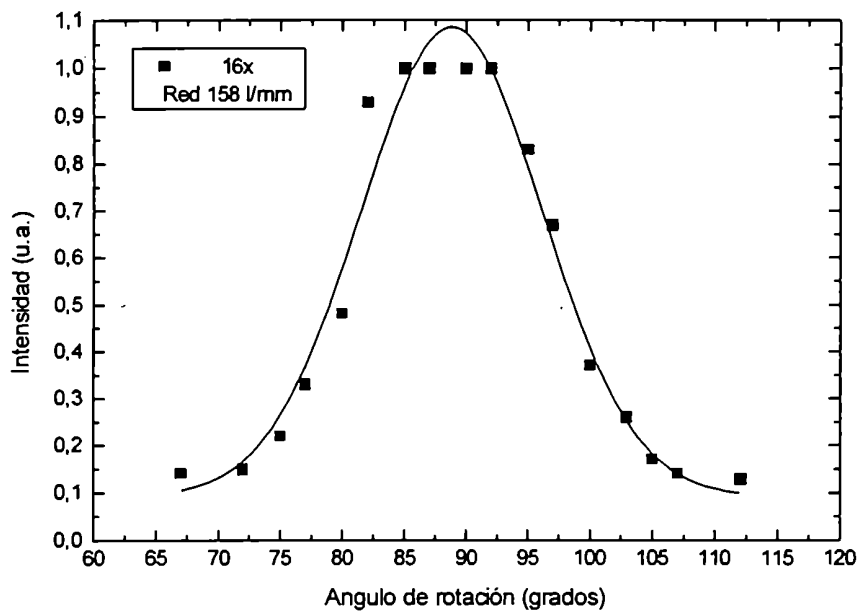


Figura 26: Curva para una red de difracción por transmisión de 158 l/mm., obtenida con el objetivo de 16x. $\omega \approx 14.78^\circ \pm 1.10^\circ$.

Si se comparan los resultados de ω obtenidos con las redes de difracción con aquéllos obtenidos con una superficie de cinc desbastada en una dirección, se nota que $\omega_{\text{Red}} < \omega_{\text{Desbaste}}$, para un mismo aumento. Es decir, la dispersión de las líneas alrededor de la dirección preferencial es mayor para la superficie desbastada que para las redes. Resultado coherente, puesto que estas últimas son construidas por un dispositivo mecánico, el paralelismo logrado es mayor que el que se puede obtener desbastando la superficie a mano.

La ubicación del máximo, para la red de 100 l/mm, no sufre casi variación cuando se cambian los aumentos. La dirección de los relieves es regular a través de toda la superficie ($\varphi_0(16x) = 87.15^\circ \pm 0.36^\circ$ y $\varphi_0(8x) = 86.60^\circ \pm 0.14^\circ$).

También se analizó una red de difracción por reflexión de 100 l/mm, mejor que las anteriores desde el punto de vista microscópico (una superficie más perfecta), haciendo uso de un objetivo de 16x y otro de 32x (figuras 27 y 28).

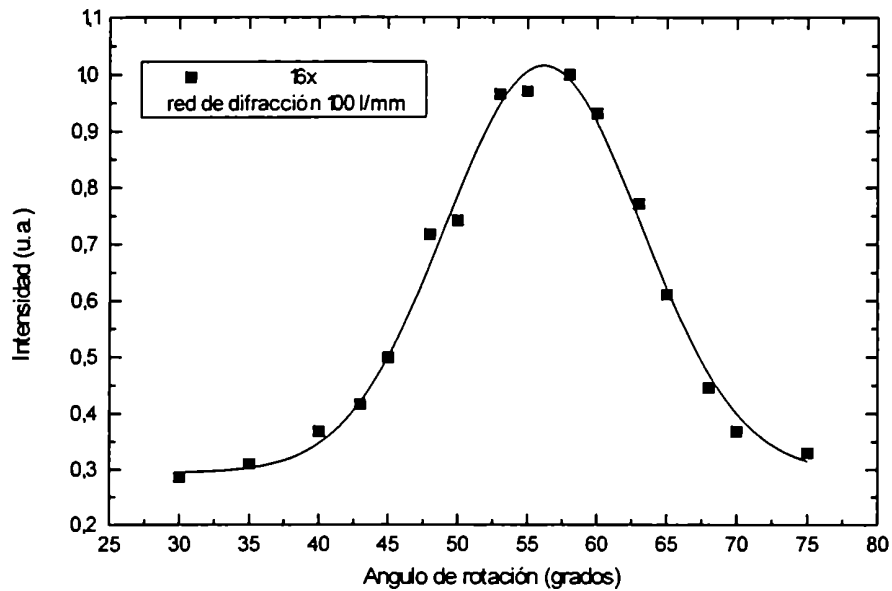


Figura 27: Curva para una red de difracción por reflexión de 100 l/mm., obtenida con el objetivo de 16x. $\omega \approx 14.11^\circ \pm 0.56^\circ$.

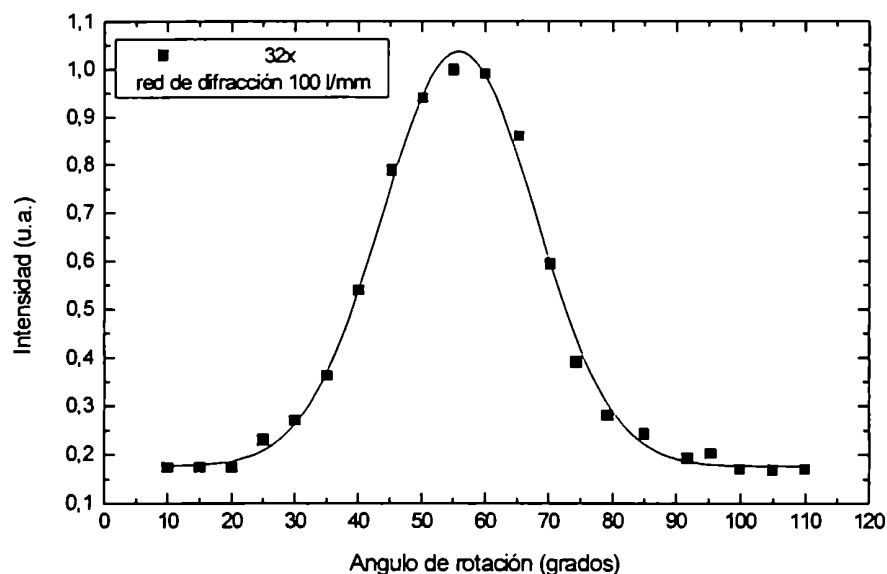


Figura 28: Curva para una red de difracción por reflexión de 100 l/mm., obtenida con el objetivo de 32x. $\omega \approx 23.85^\circ \pm 0.57^\circ$.

Nuevamente la ubicación del máximo resta invariable con el cambio de aumentos ($\varphi_0(16x) = 56.12^\circ \pm 0.18^\circ$ y $\varphi_0(32x) = 55.73^\circ \pm 0.57^\circ$).

El cociente entre las dos dispersiones ω , obtenidas con 16x y 32x, es aproximadamente igual, también en este caso, al cociente entre las aperturas numéricas de los objetivos respectivos. Es decir

$$0.61 = 14.5^\circ/23.8^\circ = \omega(16x)/\omega(32x) = A.N.(16x)/A.N.(32x) = 0.25/0.4 = 0.62$$

3-4 Cinc: Ataque químico

Luego, se procedió a experimentar con las superficies metálicas tras la acción de reactivos químicos. En primer lugar se trabajó con el cinc. Para ello se desbastó la muestra con papeles de carburo de silicio bajo agua hasta esmeril 600, para luego atacarla con el reactivo A durante un lapso largo de tiempo (superior a los 5 minutos). La superficie lograda se aprecia en las figuras 29 y 30. Las curvas de intensidad lumínica obtenidas con ULOI de los granos A y B son causa de una topografía

consistente en valles y crestas o bien en forma de gusanos, producto de la acción del reactivo químico. Para poder observar esta característica superficial es necesario emplear un alto aumento. Las figuras 31 y 32 fueron obtenidas con el microscopio electrónico de barrido (SEM), trabajando con un aumento de 7500x.

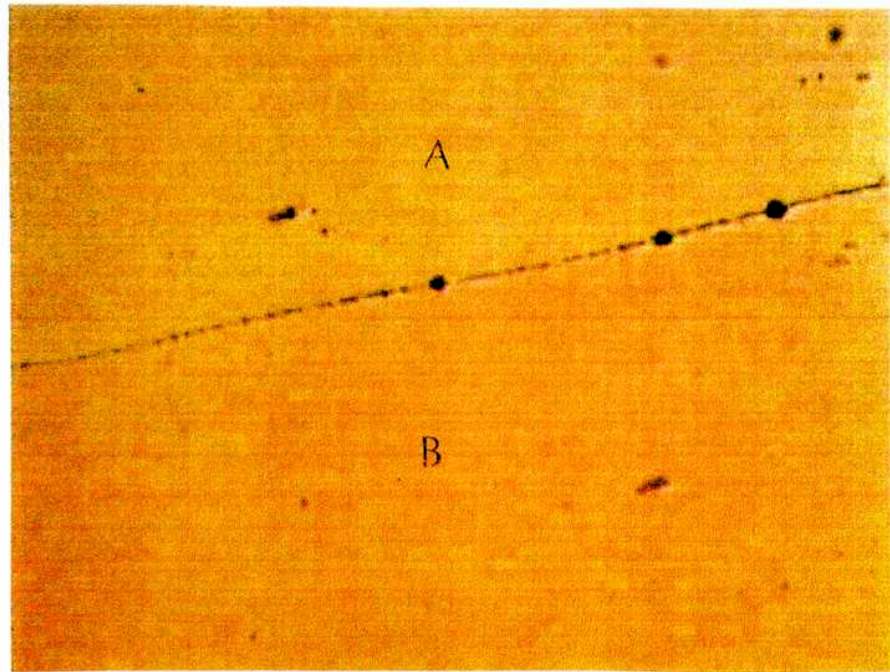


Figura 29. Policristal de Cinc, tras un ataque químico con el reactivo A. Se distinguen dos granos: A (superior) y B (inferior). BFI. Aumento: 200x.

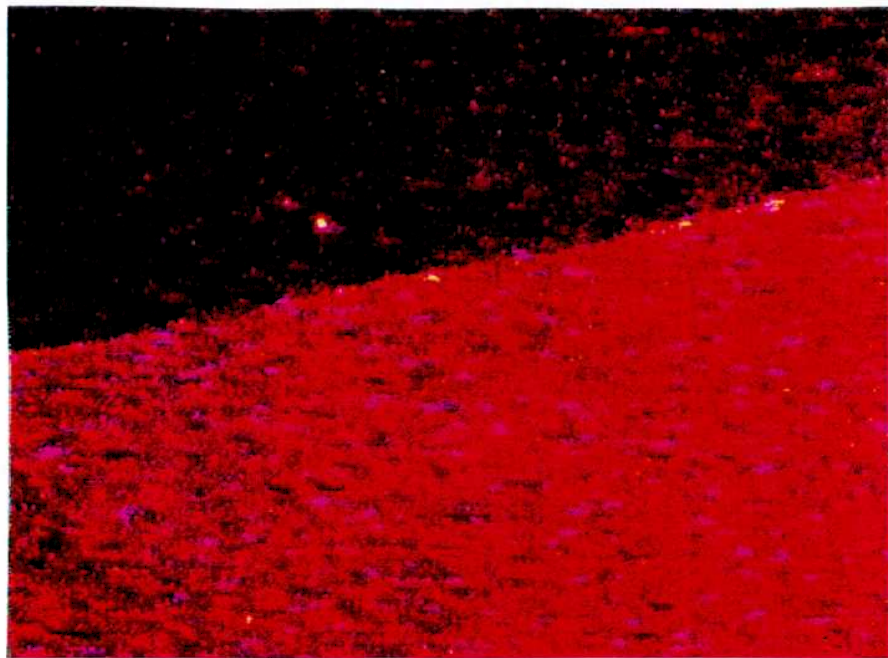


Figura 30. Policristal de Cinc, tras un ataque químico con el reactivo A. Misma zona de la fig. 29. ULOI. Aumento: 200x.



Figura 31. Policristal de Cinc. Grano A. SEM. Aumento: 7500x.

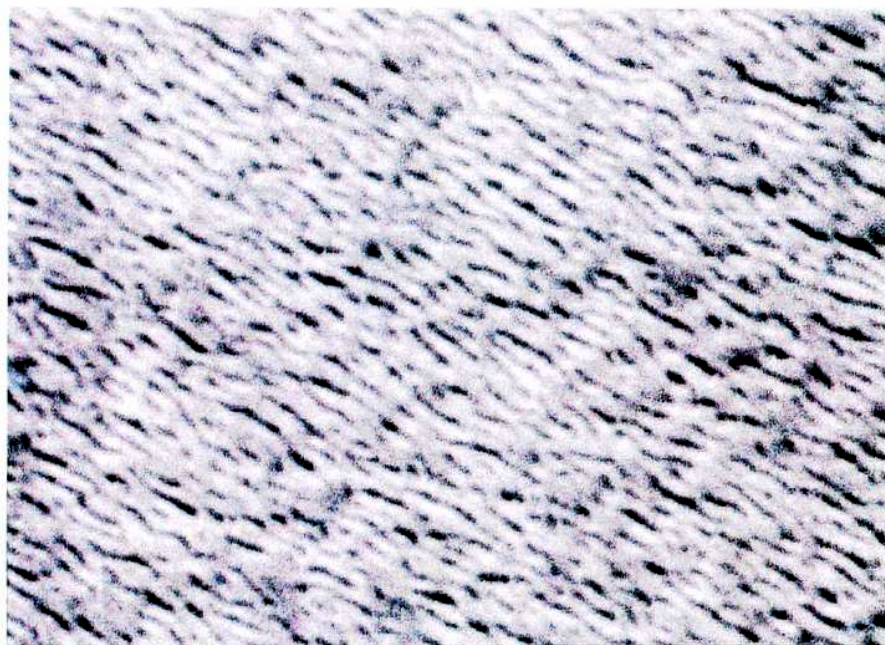


Figura 32. Policristal de Cinc. Grano B. SEM. Aumento: 7500x.

Las figuras 33, 34, 35 y 36 indican las curvas $I(\varphi)$ de los granos A y B para los dos tipos de aumento, con sus respectivos ajustes gaussianos.

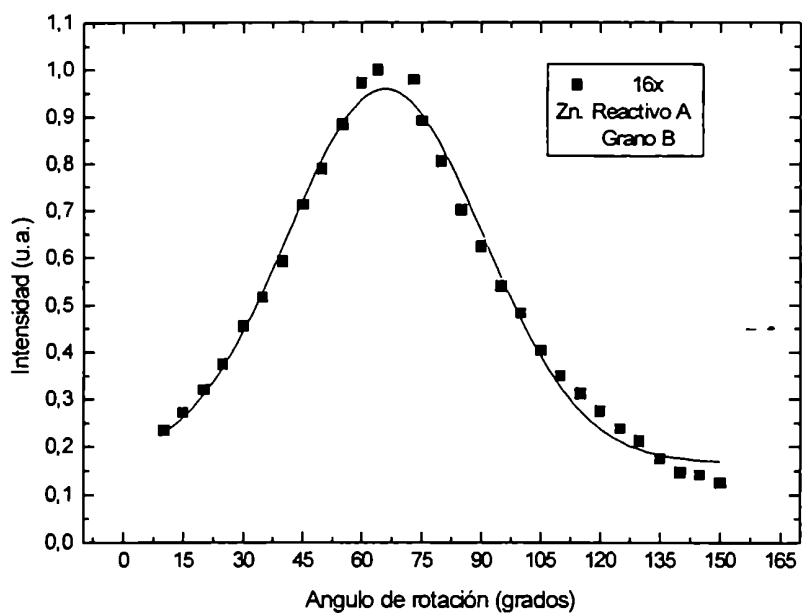


Figura 33: Curva $I(\varphi)$ del grano B de una muestra de Zn, atacada químicamente con el reactivo A, obtenida con el objetivo de 16x.

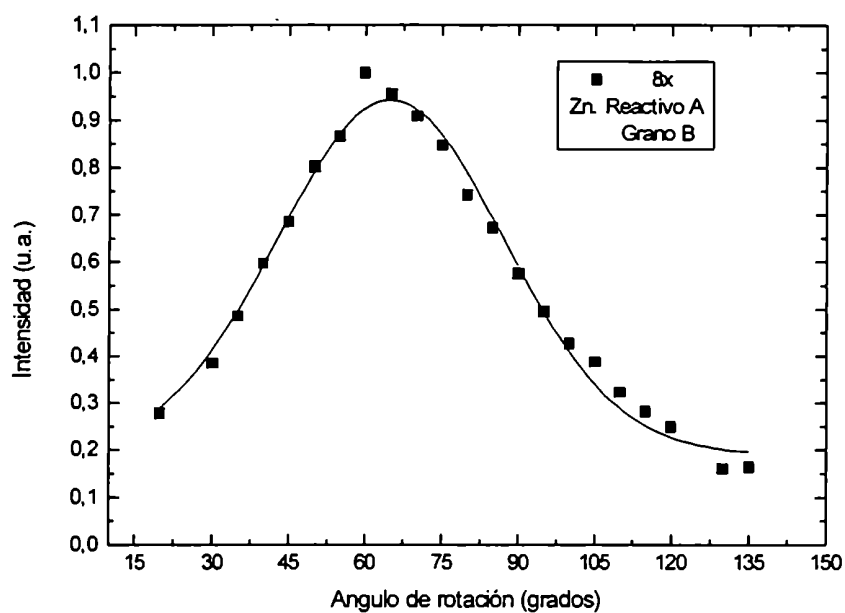


Figura 34: Curva $I(\varphi)$ del grano B de una muestra de Zn, atacada químicamente con el reactivo A, obtenida con el objetivo de 8x.

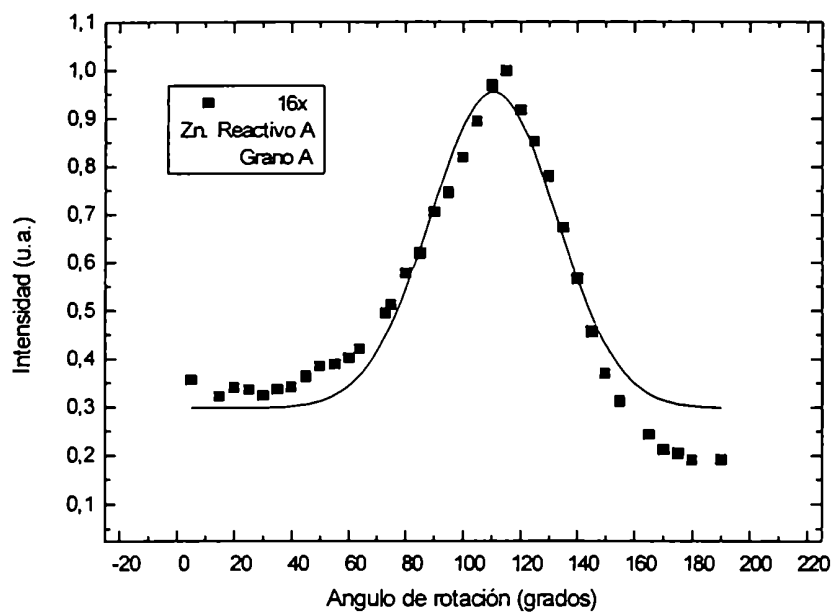


Figura 35: Curva $I(\varphi)$ del grano A de una muestra de Zn, atacada químicamente con el reactivo A, obtenida con el objetivo de 16x.

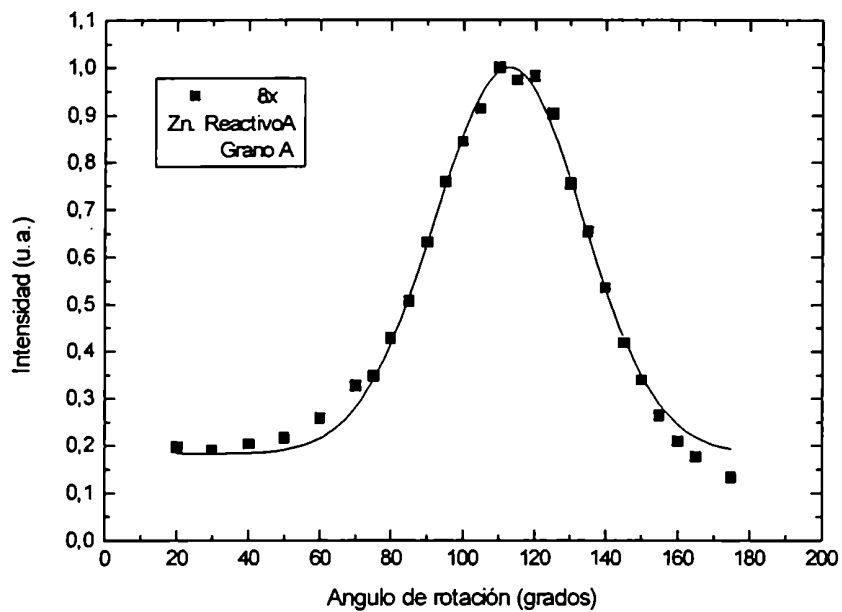


Figura 36: Curva $I(\varphi)$ del grano A de una muestra de Zn, atacada químicamente con el reactivo A, obtenida con el objetivo de 8x.

Claramente las curvas experimentales no son tan simétricas en estos últimos casos, lo que perjudica el estudio de las dispersiones (ver pág. 87). Más adelante explicaré las posibles causas de este sesgo (ver pág. 84).

La ubicación del máximo es la siguiente:

Grano A: $\varphi_0(16x) = 110.0^\circ \pm 0.3^\circ$ y $\varphi_0(8x) = 112.0^\circ \pm 0.2^\circ$.

Grano B: $\varphi_0(16x) = 65.7^\circ \pm 0.3^\circ$ y $\varphi_0(8x) = 64.8^\circ \pm 0.2^\circ$.

Es decir, la dirección preferencial de la rugosidad del grano A está a 47° aproximadamente de la del grano B. Esto fue comprobado en las micrografías obtenidas con SEM. Es más confiable estadísticamente el valor obtenido con el objetivo de 8x, pues integra una zona mayor del grano cristalino.

La figura 37 muestra el resultado obtenido para otro grano cristalino de cinc, el cual estuvo sujeto al mismo procedimiento metalográfico. Se diferencia de los granos A y B en que la dispersión es menor ($\omega \approx 33.90^\circ \pm 0.41^\circ$). También es distinta la ubicación del máximo.

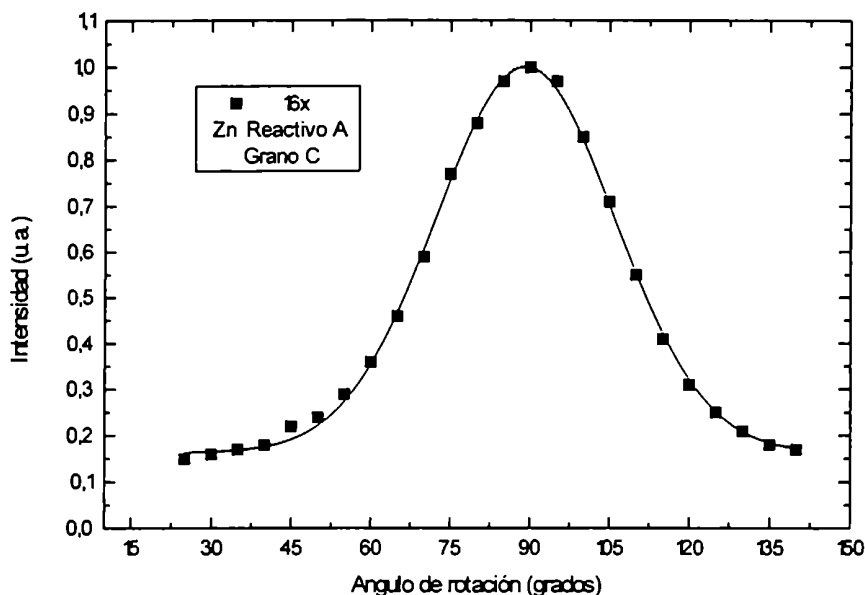


Figura 37: Curva $I(\varphi)$ del grano C de una muestra de Zn, atacada químicamente con una solución sulfocrómica, obtenida con el objetivo de 16x. ($\omega \approx 33.90^\circ \pm 0.41^\circ$).

3-5 Hierro

El siguiente paso fue analizar una probeta de hierro, desbastada y pulida mecánicamente, para luego ser atacada con el denominado reactivo Klemm. Dicho reactivo se utiliza fundamentalmente para realizar color etching [18, 19, 20, 21] o bien line etching [18, 19, 22]. Generalmente cuando un metal es atacado químicamente por una solución de este tipo, un depósito de cierto espesor se forma sobre la superficie. Son capas conteniendo sulfuros cuya naturaleza depende de la composición del reactivo y de la muestra. Según el espesor de dicha capa y por fenómenos de interferencia, tendremos diferentes colores para los distintos granos cristalinos, dependiendo de su orientación. Más aún, dentro de un cierto rango crítico de espesores, la capa depositada se fisura durante el secado produciendo un diagrama de líneas en la superficie de cada grano (ver figura 38), relacionadas también con la orientación cristalina.



Figura 38. Policristal de Hierro, tras un ataque químico con el reactivo E (Klemm). Se notan las líneas en el grano de la derecha. El grano de la izquierda también posee líneas, las cuales se encuentran perpendiculares al haz laser (de allí su intenso color rojo). BFI + ULOI. Aumento: 200x.

Se analizaron tres granos cristalinos tal como lo indican las figuras 39, 40 y 41.

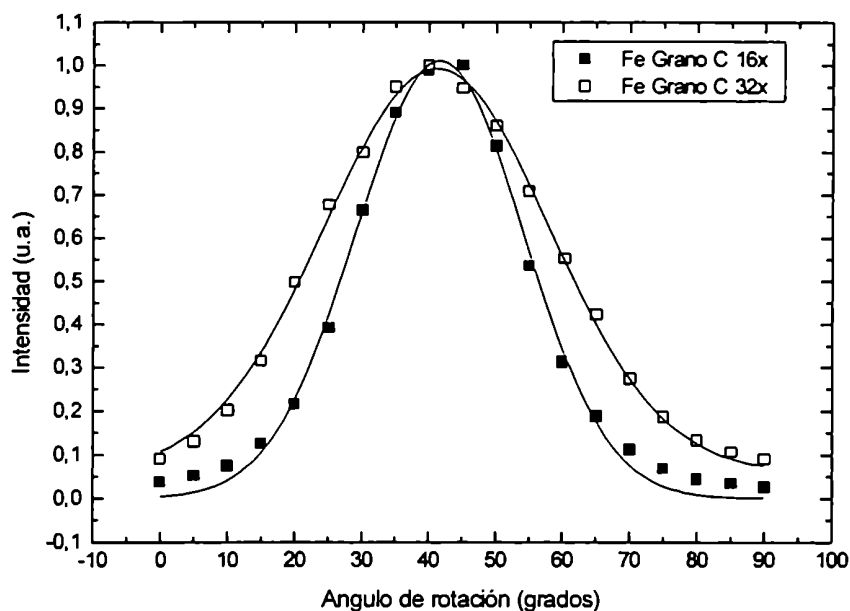


Figura 39: Fe con Klemm, 16x: $\omega \approx 25.00^\circ \pm 0.35^\circ$, 32x: $\omega \approx 33.60^\circ \pm 0.25^\circ$.

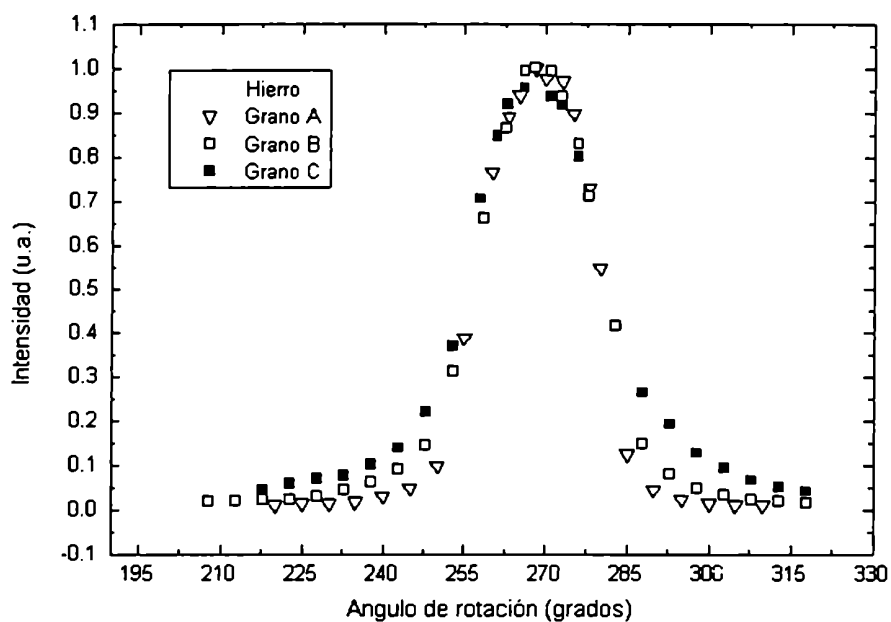


Figura 40: Hierro, granos A, B y C. Curvas obtenidas con el objetivo de 16x. Siendo $\omega_A \approx 19.10^\circ \pm 0.20^\circ$, $\omega_B \approx 21.00^\circ \pm 0.25^\circ$ y $\omega_C \approx 25.10^\circ \pm 0.28^\circ$. Las curvas fueron centradas para poder comparar los respectivos ω .

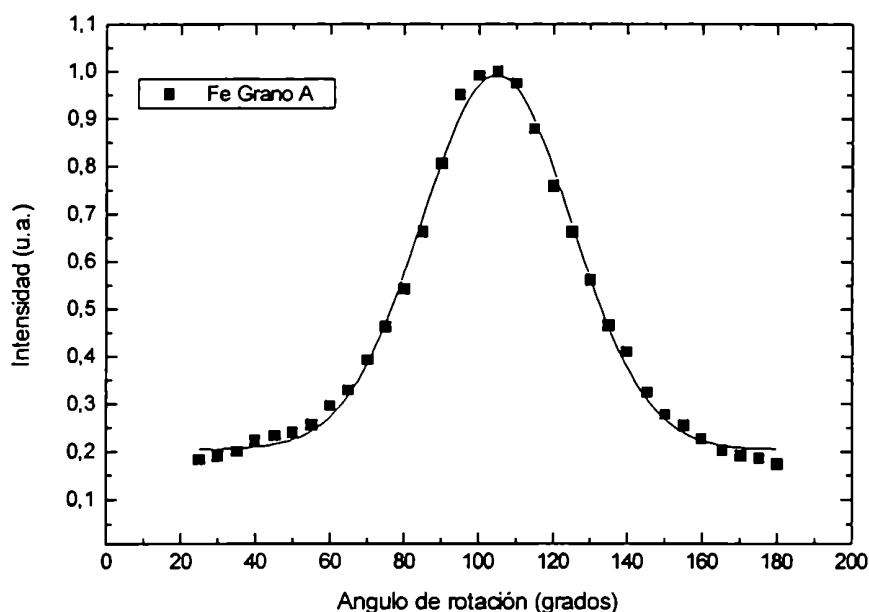


Figura 41: Hierro, grano A. Curva obtenida con el objetivo de 16x, en otra etapa del ataque químico con el reactivo Klemm. $\omega \approx 40.60^\circ \pm 0.30^\circ$.

Si se compara, por ejemplo, el parámetro ω del grano A ($\omega \approx 40.6^\circ$) de la figura 41 con el obtenido en la figura 40 ($\omega \approx 19^\circ$), se verá que la dispersión superficial de líneas en un mismo grano varía si uno repite el mismo tipo de ataque. Es decir, es muy sensible al procedimiento metalográfico. Se mantiene constante, en cambio, la ubicación del máximo de intensidad lumínica, lo cual está íntimamente relacionado con la orientación cristalina del grano.

En las figuras 42, 43 y 44 observamos los granos analizados con campo claro, luz polarizada y ULOI, respectivamente. Es claro que con el aumento del objetivo utilizado no se distingue ninguna serie de líneas sobre la superficie. La micrografía obtenida con ULOI nos afirma lo contrario al igual que la curva $I(\varphi)$. La ubicación del máximo de la curva $I(\varphi)$ para un grano dado determina la dirección predominante de las líneas en dicho grano. Lo mismo se deduce para los demás granos cristalinos.

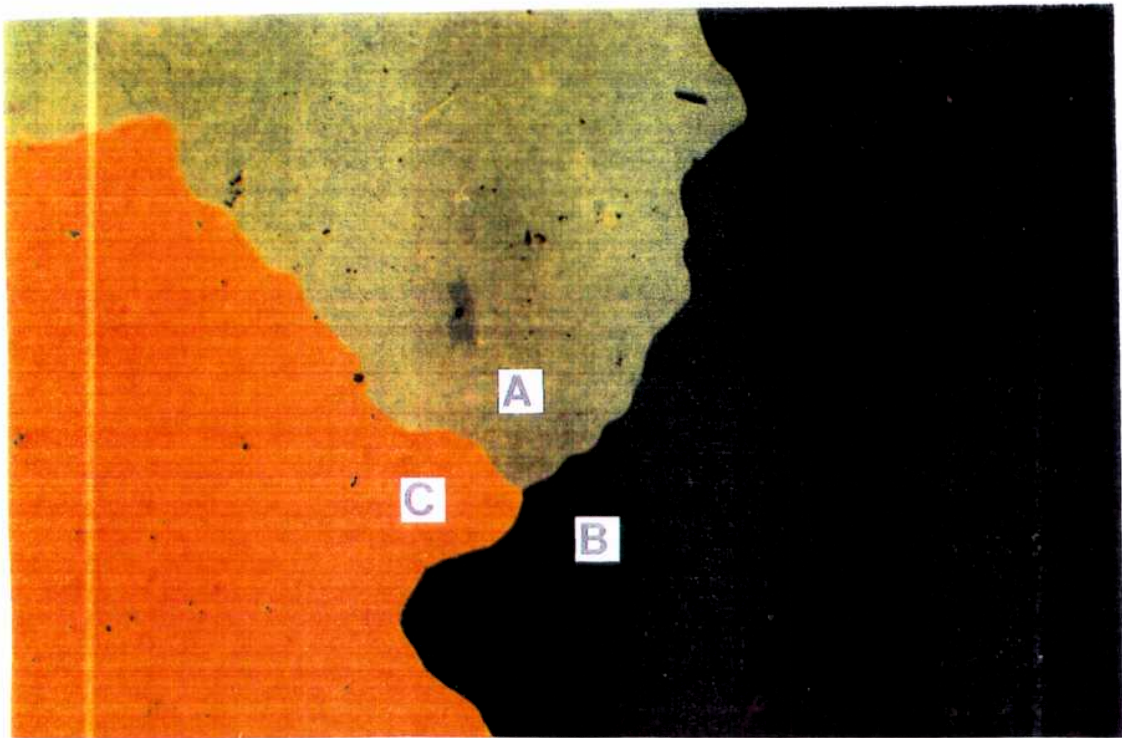


Figura 42. Policristal de Hierro, tras un ataque químico con el reactivo E (Klemm). Se indican los granos A, B y C. BFI. Aumento: 200x.

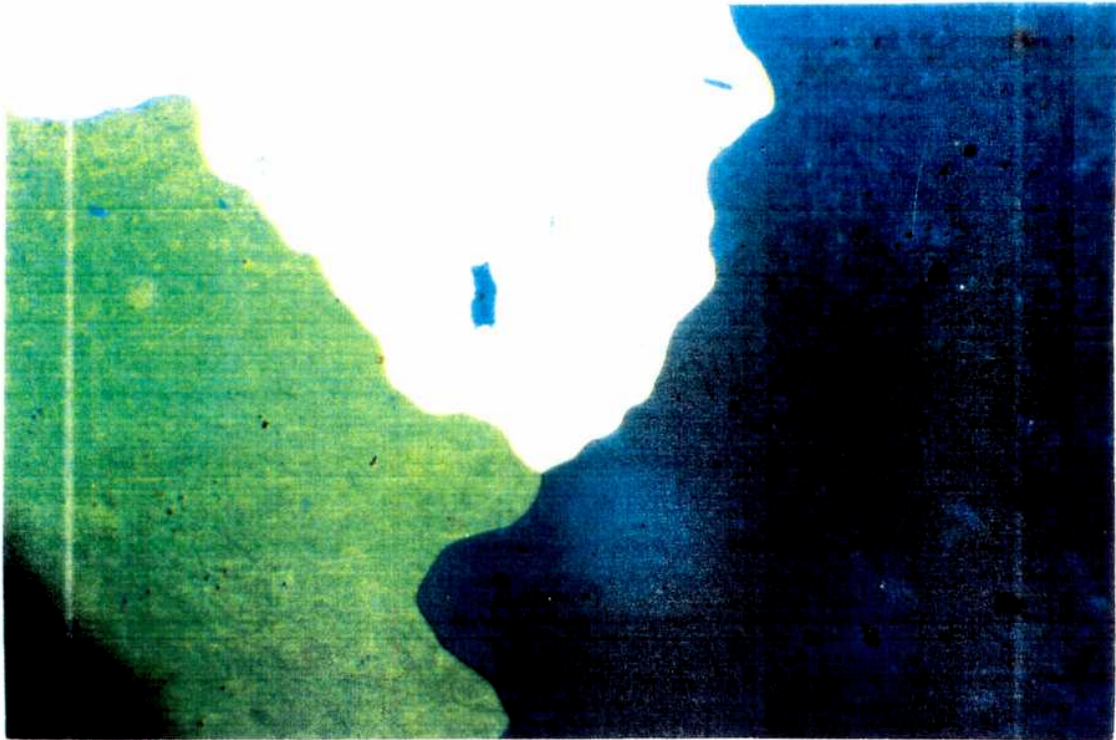


Figura 43. Policristal de Hierro, tras un ataque químico con el reactivo E (Klemm). Misma zona de la fig. 42. Polarización. Aumento: 200x.

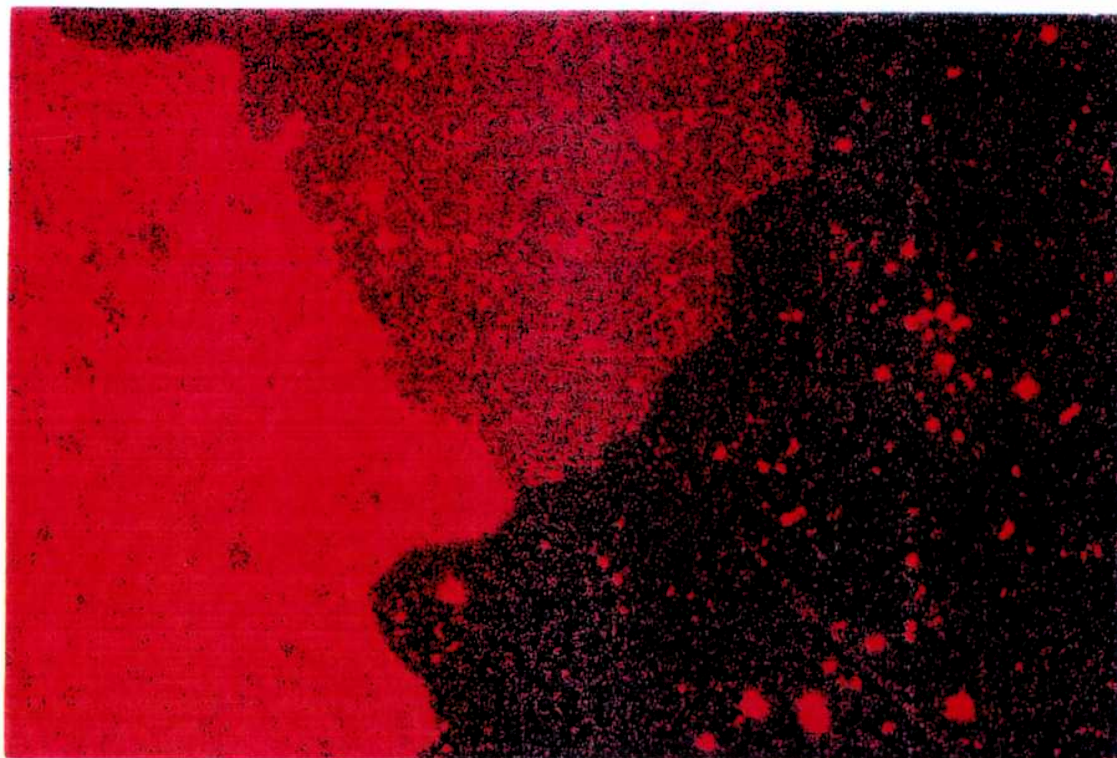


Figura 44. Policristal de Hierro, tras un ataque químico con el reactivo E (Klemm).

Misma zona de la fig. 42. ULOI. Aumento: 200x.

La existencia de las líneas se verifica con observaciones hechas a mayores aumentos, y, en general, haciendo uso del campo oscuro.

Las fisuras que se producen en la capa depositada pueden llegar a ser líneas cuasi paralelas a una dada dirección y bien marcadas, en otras ocasiones son líneas zigzagueantes alrededor de una dirección o bien una combinación de ellas cruzándose y formando un cierto ángulo. Lo importante es que están ligadas a la estructura del grano y a las condiciones superficiales previas al ataque químico.

CAPITULO 4

Curvas $I(\varphi)$: Rugosidad Lineal

Lo que ahora se considera realizado, antes fue imaginado.

BLAKE

El ideal debe ser claro, definido, bien dibujado; tener un ideal hoy y otro mañana es gastar fuerzas inútilmente.

ANONIMO

Vivir sin un ideal es vivir a medias.

GOETHE

Si vives conforme a las leyes de la naturaleza, nunca serás pobre; si vives conforme a las opiniones, nunca rico.

SENECA

4-1 Descripción del modelo

Las curvas experimentales $I(\phi)$ son producto de la rugosidad cristalina, incluyendo como rugosidad a maclas de deformación, hidruros, capas de óxidos, líneas de pulido o desbaste mecánico. Es decir, todo tipo de relieve superficial originado por la acción de un agente químico como por un proceso mecánico. La rugosidad dispersa la luz laser incidente, parte de la cual es captada por el objetivo utilizado. Luego, es importante preguntarse qué tipo de fenómeno óptico explica estas variaciones de intensidad lumínica.

La contestación a la pregunta previamente enunciada es que se está ante un fenómeno de difracción. Se llega a esta idea por un razonamiento analógico, que se describirá a continuación. Se ha observado que cuando maclas de deformación en Zn, por ejemplo, se encuentran perpendiculares a la proyección del haz laser sobre la muestra, la intensidad de luz recibida por el objetivo del microscopio metalográfico es máxima (figura 45).

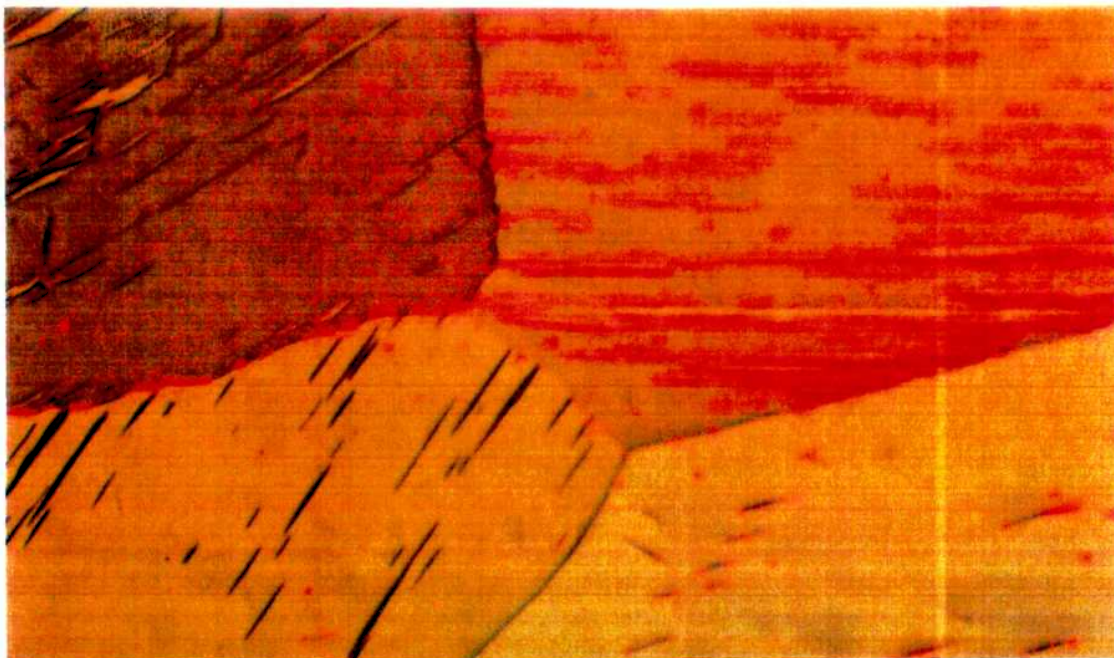


Figura 45. Policristal de Cinc, luego de un ataque con el reactivo A. Se combinan dos tipos de iluminación: BFI y ULOI. Las maclas de deformación del grano superior derecho se encuentran ubicadas perpendicularmente al haz laser. Aumento: 200x.

Los bordes de las maclas de deformación actúan como centros dispersores de la luz laser.

Por lo tanto, si se desbasta la probeta mecánicamente en una dirección y se la observa al microscopio, se distinguirán las líneas cuasi paralelas del desbaste mecánico, que al iluminarlas con laser rasante repetirán el mismo hecho observado con las maclas de deformación. Con la diferencia, debido a una mayor cantidad de líneas compactas, que si se mira a una pantalla ubicada a una cierta distancia de la probeta, de tal forma de recoger el haz geométricamente reflejado, se observará un conjunto de líneas finas y alargadas, que girarán a medida que se rote la muestra. Son típicas figuras de difracción (ver figuras 46, 47, y 48).

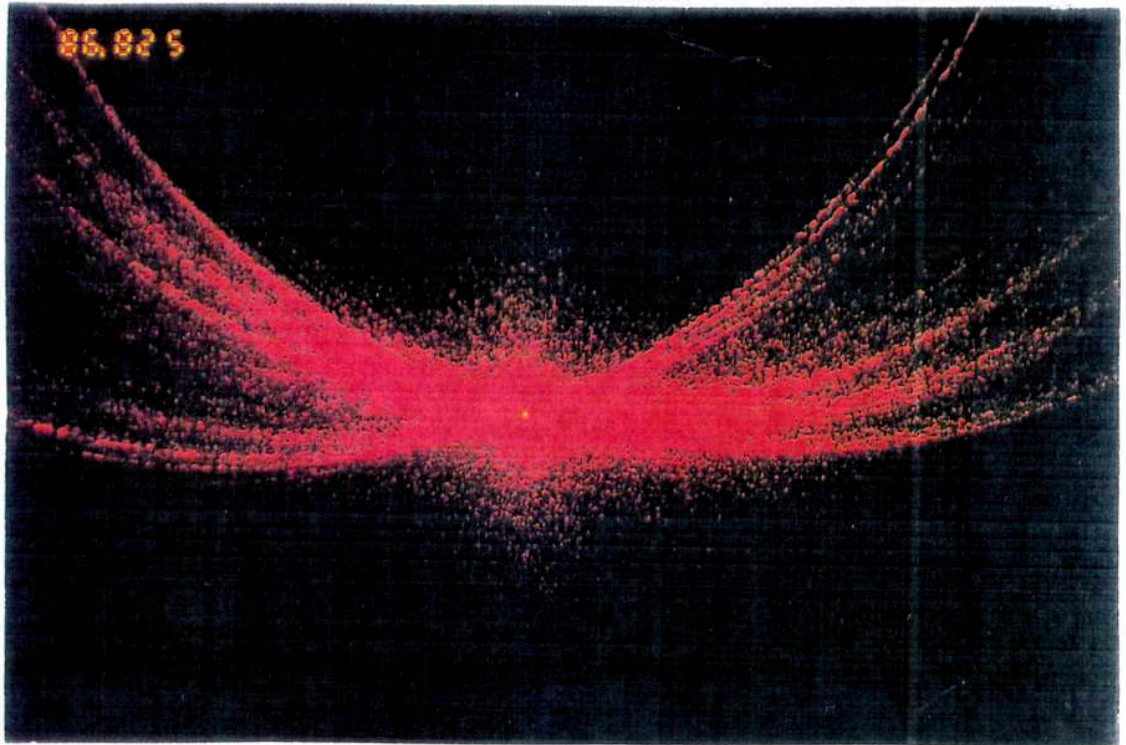


Figura 46. Figuras de difracción vistas en una pantalla ubicada a 80 cm. del microscopio. Las líneas producidas por el desbaste mecánico en una probeta de Cinc se encuentran paralelas a la proyección del haz laser sobre la superficie.

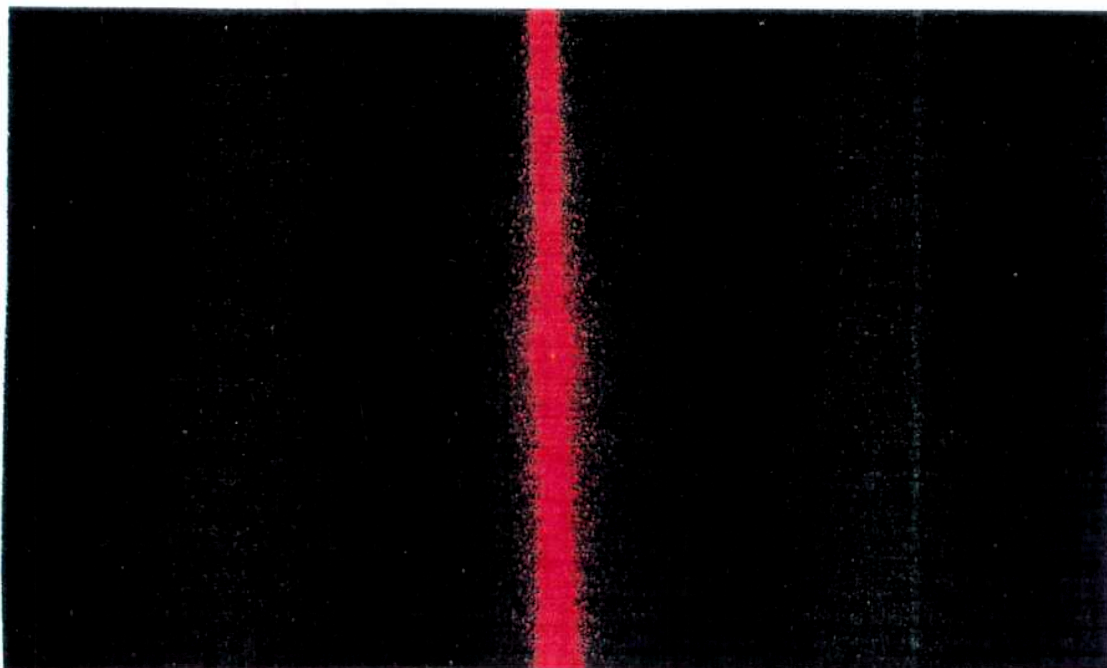


Figura 47. Figuras de difracción vistas en una pantalla ubicada a 80 cm. del microscopio. Las líneas producidas por el desbaste mecánico en una probeta de Cinc se encuentran perpendiculares a la proyección del haz laser sobre la muestra.



Figura 48. Figuras de difracción vistas en una pantalla ubicada a 80 cm. del microscopio. Las líneas producidas por el desbaste mecánico en una probeta de Cinc se encuentran ubicadas a 45° de la proyección del haz laser sobre la muestra.

Resumiendo, cuando las líneas del desbaste mecánico se encuentran ubicadas perpendicularmente a la proyección del haz laser sobre la superficie (máxima intensidad), las líneas en la pantalla se ubican perpendicularmente a la muestra, y cuando las líneas del desbaste mecánico se encuentran ubicadas paralelamente a la proyección del haz laser (mínima intensidad), las líneas en la pantalla se ubican a 90° de las anteriores (ver figura 49). Por lo tanto se puede decir que el objetivo del microscopio capta parte, según su apertura numérica, de la figura de difracción.

Luego, la variación de intensidad lumínica dispersada por la superficie cristalina, en función del ángulo de rotación de la muestra se debe a que la campana o patrón de difracción rota alrededor del haz geoméricamente reflejado, a medida que se rota la muestra en ángulo ϕ . Luego el campo visual del objetivo capta aquella rotación.

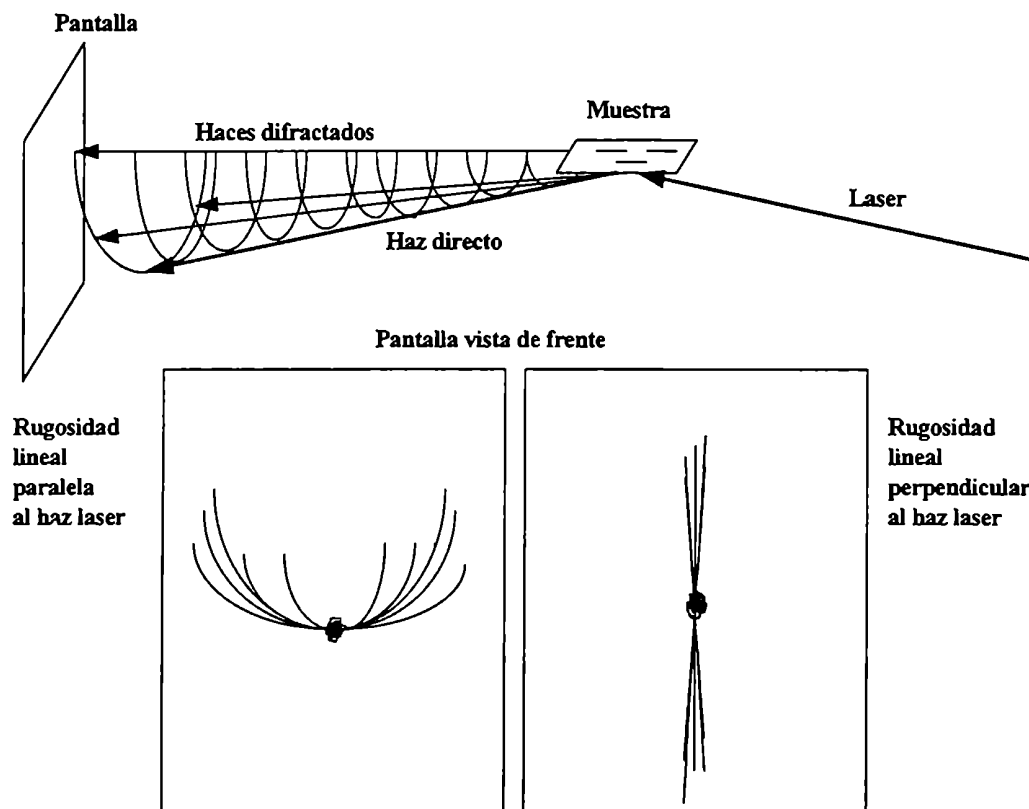


Figura 49. Esquema del dispositivo experimental para la obtención de las figuras de difracción.

Estas observaciones y las correspondientes curvas $I(\varphi)$ me llevaron a la idea de describir a la superficie metálica como una superposición en distintas direcciones de obstáculos o bordes rectos.

La idea básica se fundamenta en los haces difractados de la teoría geométrica de la difracción de J. KELLER [23, 24], en el concepto de los *haces difractados por bordes lineales*. Una premisa fundamental de esta teoría es que la propagación de la luz es enteramente un fenómeno local puesto que la longitud de onda de la luz es pequeña. Esto significa que la forma de propagación en un dado punto está determinado por las propiedades del medio y la estructura del campo en una región arbitrariamente pequeña alrededor del punto. Más aún, todos los campos deben tener la misma estructura local que el de una onda plana. Por lo tanto, todos los campos se propagan de la misma manera. En particular, los campos difractados deben viajar a lo largo de rayos, como en la óptica geométrica ordinaria. Estos son los haces o rayos difractados. Estos rayos provienen de aquellos haces incidentes que golpean bordes o puntas. En el caso de bordes, la hipótesis está relacionada con la idea de THOMAS YOUNG que considera a *la difracción como un efecto de borde*. Esta hipótesis puede ser comprobada matemáticamente en aquellos casos donde el problema de difracción fue resuelto por otros medios. Un caso es el de una onda plana difractada por una pantalla semi-infinita con un borde recto (figura 50). La solución fue obtenida por SOMMERFELD [25] que consideró una onda plana incidente y otra reflejada y una tercera que llamó onda difractada. Cuando la onda incidente se propaga en una dirección normal al borde de la pantalla, la onda difractada es cilíndrica con el borde como su eje. Las líneas rectas ortogonales a los frentes de onda cilíndrica de la onda difractada parecen provenir del borde y pueden ser identificadas como los rayos difractados. Este ejemplo también sugiere que un rayo incidente normal al borde produce rayos difractados, los cuales también son perpendiculares al borde y parten en todas las direcciones. Cuando los rayos incidentes en la dirección de propagación de la onda incidente son oblicuos al borde de la pantalla, la onda difractada en la solución de SOMMERFELD es *cónica*. Esto significa que *los frentes de onda difractados son conos paralelos con el borde como eje común*. Esto sugiere la *ley de difracción del borde*: un rayo difractado y su correspondiente rayo incidente tienen el mismo ángulo con el borde en el punto de difracción, siempre y cuando los dos estén en el mismo medio. Es consecuencia del principio de Fermat modificado, que se denomina principio de Fermat de difracción por

un borde. Un rayo difractado por un borde desde el punto P al punto Q es una curva con camino óptico estacionario entre todas las curvas de P a Q con un punto en el borde.

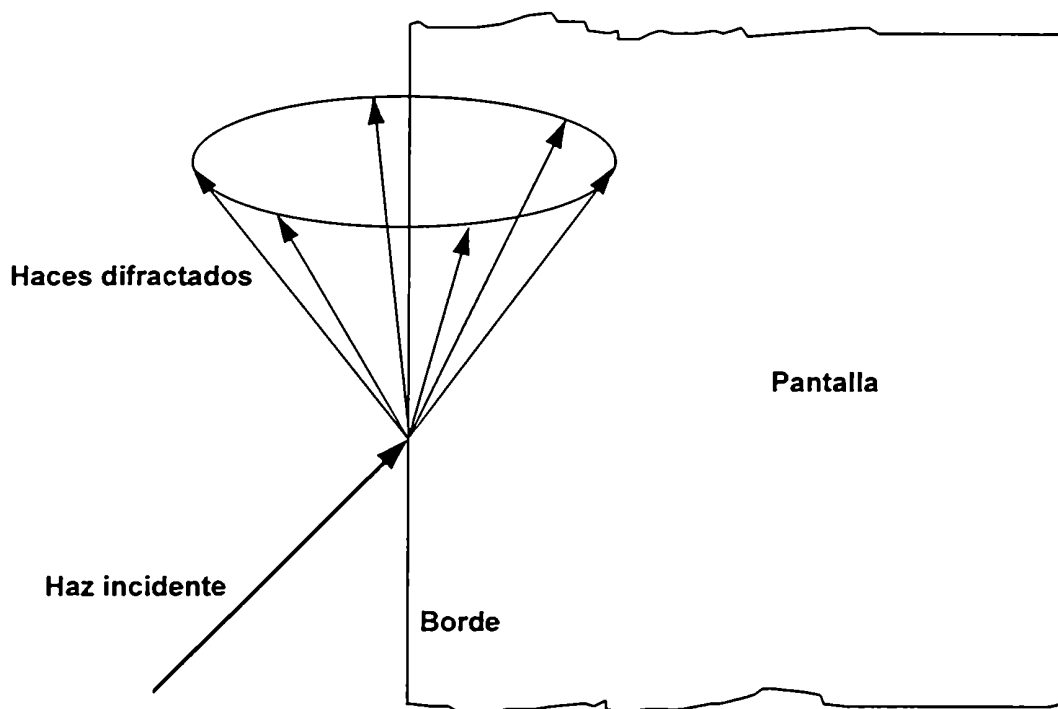


Figura 50. Cono de haces difractados producidos por un borde tras la incidencia oblicua de un haz de luz.

La ley de difracción por un borde ha sido confirmada por varias soluciones aproximadas al problema de difracción por una apertura u obstáculo en una pantalla. Es sabido que el método de KIRCHHOFF representa el campo difractado a través de una apertura como una integral sobre toda la apertura. RUBINOWICZ [26] evaluó esta integral asintóticamente para pequeñas longitudes de onda cuando el campo incidente era una onda esférica, usando la transformación de Maggi. Demostró que el campo difractado en un punto Q consistía en la contribución de un número pequeño de puntos del borde, satisfaciendo la ley de difracción del borde. Otros autores [27, 28] llegaron a los mismos resultados, es decir los puntos correspondientes a partes suaves del borde que contribuyen al campo difractado corresponden a rayos difractados que satisfacen la ley de difracción del borde. Una verificación experimental indirecta de estos rayos difractados por el borde y su respectiva ley están contenida en los resultados de COULSON y BECKNELL [29].

Pasemos a considerar el fenómeno de difracción producido por una ranura o un obstáculo. Es bien sabido que los análisis de difracción por una rendija enseñados en los cursos de óptica, suponen que a todo lo ancho de la rendija la amplitud y la fase de las ondas secundarias son iguales. En otras palabras, se ha despreciado la influencia deterioradora de los bordes de la rendija, lo que es admisible, si el ancho b de la rendija es considerablemente mayor que la longitud de onda λ ($b \gg \lambda$). Uno se ha mantenido dentro de los límites de aplicación del principio de FRESNEL-KIRCHHOFF, y la solución tiene sentido bajo estas condiciones [7, 30, 31].

Qué ocurre si uno trabaja con rendijas cuyo ancho es comparable con la longitud de onda, o menor? Para el caso $b \ll \lambda$, se ha logrado dar una solución rigurosa (RAYLEIGH, 1897). En este caso para la amplitud en lugar del factor $\sin(b \cdot \pi \cdot \sin \theta / \lambda) / (b \cdot \pi \cdot \sin \theta / \lambda)$, donde θ es el ángulo de difracción, se obtiene otra expresión mediante las funciones de BESSEL, el gráfico de la cual posee, en general, una forma parecida a la que observamos en los otros gráficos, pero con una caída más brusca a medida que crece θ , y que difiere en el máximo $b \cdot \pi^2 / 4 \cdot \lambda$ veces del valor dado por la teoría de FRESNEL-KIRCHHOFF. Por ejemplo, para $b = \lambda / 10$ la amplitud máxima resulta 4 veces menor. Para los casos intermedios, cuando el ancho de la rendija es comparable con la longitud de onda, la solución general se aproximará más a la obtenida según la teoría de FRESNEL-KIRCHHOFF. Los doctores MORSE y RUBINSTEIN lo demostraron en 1938 [7].

Por lo tanto, considero las siguientes hipótesis para la construcción del modelo:

- 1) *teoría escalar de la difracción,*
- 2) *desarrollo de FRESNEL-KIRCHHOFF y RAYLEIGH-SOMMERFELD*
- 3) *difracción de FRAUNHOFER, pues trabajo con un sistema formador de imágenes.*
- 4) *haz cuasi-monocromático*
- 5) *haces cuasi-paralelos, debido a la alta coherencia espacial del laser.*

En la figura 51 se esquematiza el dispositivo experimental para la obtención de las curvas $I(\varphi)$. La intensidad I de luz laser (λ) dispersada por la superficie metálica es recogida por el objetivo del microscopio, que posee ciertas características como la apertura numérica (AN), la distancia de trabajo (D_t) y el radio del campo visual (r). La incidencia del laser es oblicua, con un cierto ángulo α . El máximo de intensidad lumínica se da en φ_0 .

Cuando el plano π , que representa a la superficie que está siendo analizada, gira un cierto ángulo φ alrededor del eje óptico L, el plano κ , que contiene al haz laser incidente y al reflejado geoméricamente con un ángulo α , gira un mismo ángulo φ alrededor del eje M, es decir alrededor del haz geoméricamente reflejado. Sobre el plano κ se miden los ángulos de difracción θ .

Luego, parte de la luz dispersada por el obstáculo lineal superficial, o si se desea la figura de difracción (como el de la figura 49), barre el campo visual del objetivo en función del ángulo φ . Es el origen de las curvas $I(\varphi)$.

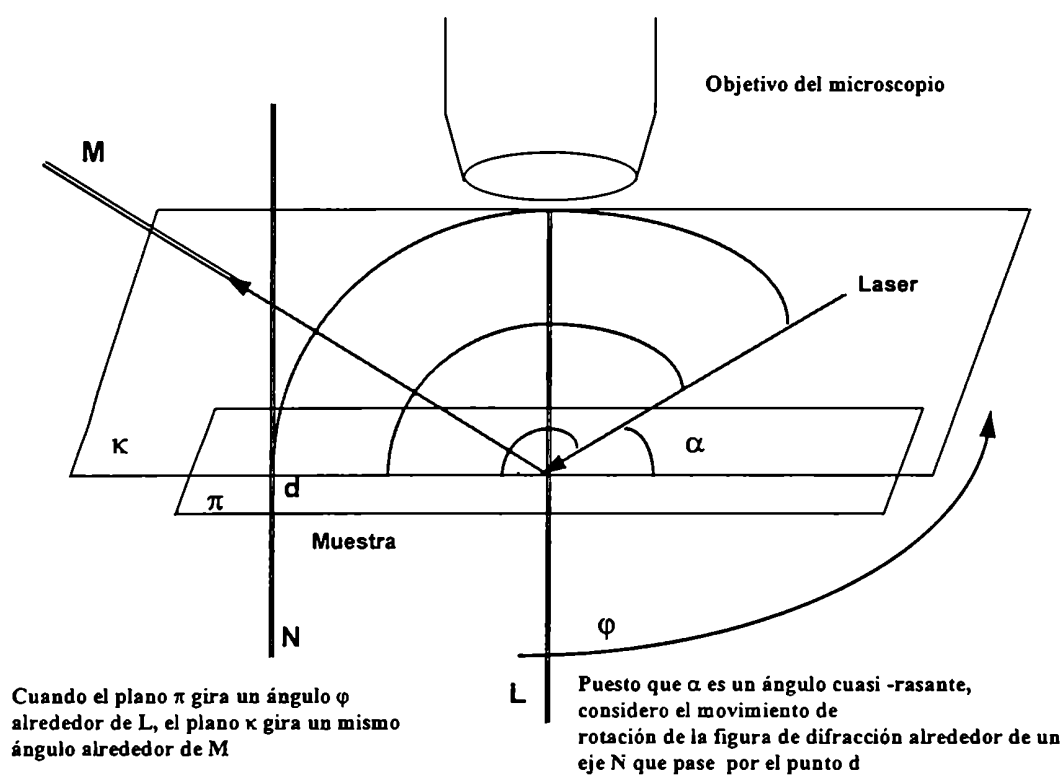


Figura 51. Esquema del dispositivo experimental para la obtención de las curvas $I(\varphi)$.

Debido a que el ángulo de incidencia de haz laser es cuasi-rasante, se puede considerar sin un apreciable error, que la figura de difracción que atraviesa el campo visual, proyectada sobre la superficie de la muestra, gira alrededor de un eje N, ubicado a una cierta distancia d del centro de la circunferencia que determina el campo visual. Esta distancia d es igual a la distancia de trabajo Dt.

Para deducir la intensidad de luz laser que capta el objetivo del microscopio, es decir la porción de la figura de difracción que cae dentro del campo visual del objetivo, aplico las hipótesis para una apertura u obstáculo lineal, es decir una ranura rectangular de largo l y ancho a , tal que $l \gg a$, llegándose a la siguiente expresión para la intensidad lumínica

$$I(\varphi)_n = \int_{\theta_1(\varphi)}^{\theta_2(\varphi)} \left\{ \sin \left\{ \frac{\pi \cdot a}{\lambda} \right\} \left\{ \sin \theta + \sin \alpha \right\} \right\}^2 / \left\{ \frac{\pi \cdot a}{\lambda} \right\} \left\{ \sin \theta + \sin \alpha \right\} \right\}^2 d\theta \quad (0)$$

Es decir, utilizo la descripción matemática más sencilla, a pesar de sus numerosas aproximaciones. Esto no quita que en el futuro se busque una descripción más exacta del problema. Igualmente, el cálculo teórico de la intensidad lumínica vía estas primeras aproximaciones más el concepto de la superposición de obstáculos lineales, explican de una forma factible las curvas experimentales.

Continuando con la ecuación (0) es necesario calcular θ_{1i} y θ_{2i} . Puesto que estos ángulos se miden sobre el plano κ , debo proyectarlos al plano π , es decir al plano del campo visual. Se tiene

$$\theta_i = \arctg \left\{ (x_{2i} - x_{1i})^2 + (y_{2i} - y_{1i})^2 \right\}^{1/2} \quad (1)$$

Los puntos (x_1, y_1) y (x_2, y_2) los hallo de la intersección de la recta, que representa la figura de difracción, con la circunferencia, que representa el campo visual, de la figura 52a.

Se tiene el sistema de ecuaciones siguiente

$$\begin{cases} y_i = (\tg \varphi_i) \cdot x_i + y_{0i} \\ y_i^2 = r^2 - x_i^2 \end{cases}$$

con $y_{0i} = (\tg \varphi_i) \cdot Dt$

Luego de los reemplazos se obtiene

$$x_i^2 \cdot (1 + (\tg \varphi_i)^2) + 2 \cdot (\tg \varphi_i)^2 \cdot x_i + \{(\tg \varphi_i)^2 \cdot Dt^2 - r^2\} = 0$$

Se resuelve la ecuación de segundo grado, obteniéndose dos valores x_{1i} y x_{2i} .

Reemplazando estos valores en la ecuación de la circunferencia se obtienen y_{1i} e y_{2i} .

$$\begin{aligned} y_{1i} &= \{r^2 - x_{1i}^2\}^{1/2} \\ y_{2i} &= \{r^2 - x_{2i}^2\}^{1/2} \end{aligned}$$

Volviendo a la ecuación (1) y considerando la aproximación $|\theta_{1i}| = |\theta_{2i}|$, se tiene

$$\theta_{1i} = (\pi/2 - \alpha) - \theta_i$$

$$\theta_{2i} = (\pi/2 - \alpha) - \theta_i$$

Por lo tanto ya tenemos los límites de integración de la ecuación (0). Está claro que estos últimos dependen de φ .

Por comprobación experimental la figura de difracción desaparece del campo visual del objetivo cuando

$$\sin \varphi_m = r / Dt$$

Según el valor de φ_m medido, se verifica que

$$\sin \varphi_m = A.N.(obj)$$

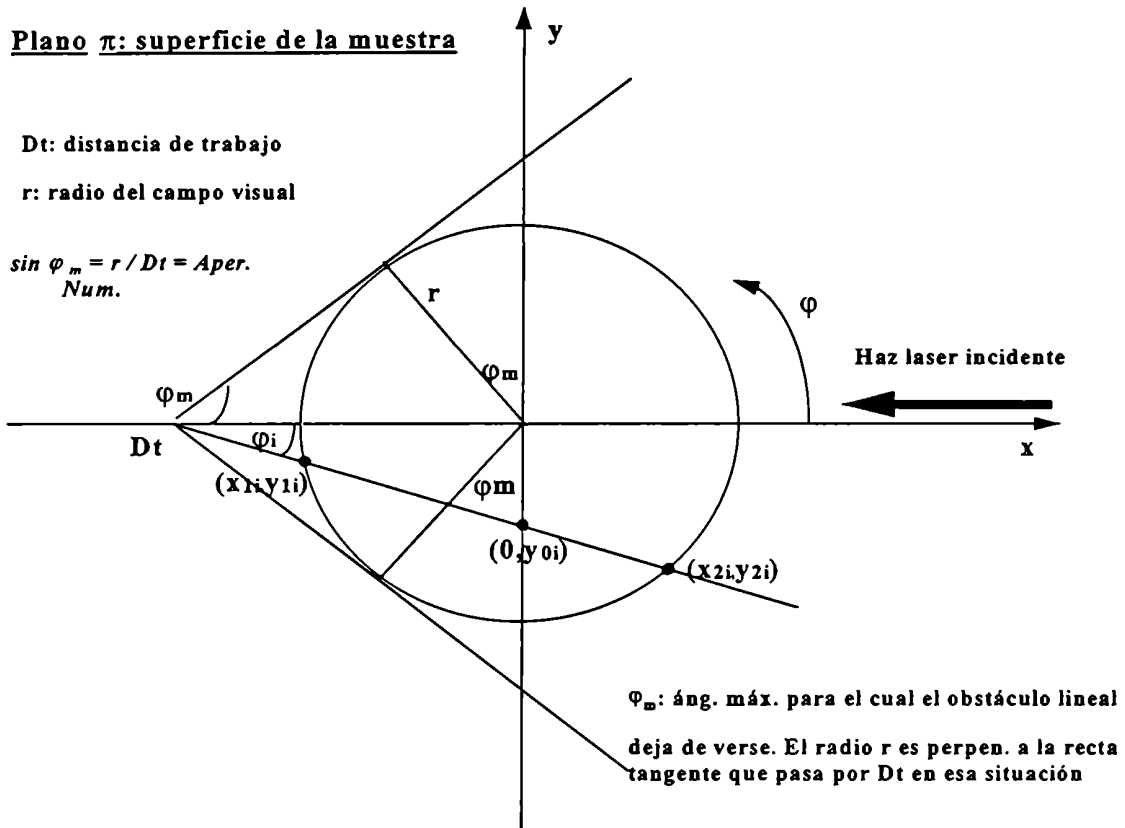


Figura 52a. Plano correspondiente a la superficie de la muestra.

Considerar a la figura de difracción como una línea recta es una aproximación. En primer lugar la figura es rectilínea para φ cercanos a 0° (ver figura 52b). A medida que se acerca a φ_m , la figura se curva hacia fuera del campo visual. El error en la aproximación es menor para objetivos de menor apertura numérica, puesto que el diámetro del campo visual en estos casos es menor para una misma distancia de trabajo (Dt).

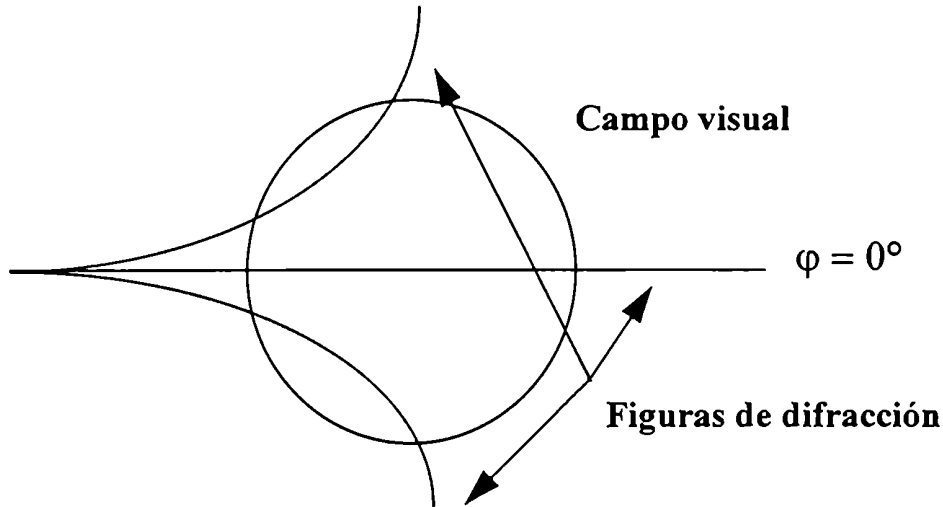


Figura 52b. La figura de difracción se curva hacia afuera del campo visual a medida que φ aumenta (la curvatura está exagerada).

En el cálculo llevado a cabo hasta el momento considero a la figura de difracción como si fuera una línea en el sentido matemático. Físicamente esto no es así, por lo tanto debo agregar a los cálculos algún factor que considere el ancho de la figura, el cual está relacionado con el ancho del haz laser en este caso. Teniendo en cuenta que el diámetro de salida del haz laser es de 2 mm., cuando incide sobre la muestra con un ángulo de 10° con respecto a la superficie de la muestra forma una elipse con un diámetro mayor de aproximadamente 11 mm. y un diámetro menor de 2 mm. Igualmente la experiencia mostró que el diámetro menor del haz a considerar en la superficie era de aproximadamente de 3.5 mm. Volviendo a la figura 52 planteamos las ecuaciones siguientes:

$$\gamma = \arcsin\{1 - \{(2.Dt.tg\theta_i)^2 / 2.r^2\}\}$$

siendo γ el ángulo que subtiende la cuerda con el centro de la circunferencia, cuya longitud es la distancia entre los puntos (x_{2i}, y_{2i}) y (x_{1i}, y_{1i}) . Esta ecuación surge del teorema del coseno. El valor r representa el radio del campo visual.

Luego, el área del sector es

$$\text{Area} = \{r^2 / 2\} \cdot \{\gamma - \sin\gamma\}$$

Por lo tanto, el factor de área a considerar es el siguiente:

$$\text{F.A.} = \pi \cdot r^2 - \text{Area} = A_{cv} \cdot (1 - p), \quad 0 \leq p \leq 1 \quad (2)$$

Este planteo es aproximado. No tiene en cuenta que la densidad de flujo es idealmente gaussiana sobre la sección transversal del haz en el modo TEM_{00} (modo transversal eléctrico). Es decir, se supone constante.

Puesto que los radios de las lentes utilizados en los cálculos fueron:

$$r(8x) = 2.3 \pm 0.4 \text{ mm.}$$

$$r(16x) = 1.9 \pm 0.3 \text{ mm.}$$

se observa que para un aumento de 8x se deben hacer ciertas modificaciones a la última ecuación, ya que para ángulos ϕ cercanos 0° el área iluminada por el haz casi no varía. Puesto que estas modificaciones no influían en forma significativa, en los cálculos referidos al objetivo de 8x no se las tuvo en cuenta.

Los estudios experimentales fueron llevados a cabo esencialmente con objetivos de 8x y 16x, siendo las respectivas aperturas numéricas de 0.15 y 0.25. El poder resolutivo (P.R.) de dichos objetivos [32] es el siguiente:

$$\text{P.R.}(8x) = 0.6 \lambda / (A.N.)_{obj} \approx 2.5 \mu\text{m}$$

$$\text{P.R.}(16x) = 0.6 \lambda / (A.N.)_{obj} \approx 1.5 \mu\text{m}$$

Estas fórmulas no son las que uno debería aplicar en el caso de la iluminación ULOI, puesto que ésta es externa al microscopio. Por lo tanto sería más apropiado usar la siguiente fórmula:

$$\text{P.R.} = \lambda / ((A.N.)_{ilum} + (A.N.)_{obj})$$

Luego

$$\text{P.R.}(8x) \approx 0.56 \mu\text{m}$$

$$\text{P.R.}(16x) \approx 0.51 \mu\text{m}$$

Es decir, hay un mayor poder de resolución con este tipo de iluminación, y además no se modifica tanto con el cambio de un objetivo de 8x a uno de 16x.

Los anchos de ranura que se consideraron para realizar los cálculos fueron los siguientes:

$$a = 1 \mu\text{m}$$

$$a = 0.7 \mu\text{m}$$

$$a = 0.3 \mu\text{m}$$

y el caso $a \rightarrow 0$ o bien considerar que el integrando de la ecuación 0 es igual a 1, lo cual significa que la intensidad lumínica es constante, por lo tanto la variación de la intensidad en función de φ es un fenómeno de tipo geométrico, simplemente proviene del hecho de desplazar la figura de difracción. Este último caso produjo una serie de resultados coincidentes con los obtenidos con $a = 0.3 \mu\text{m}$.

Estos valores que están por debajo del poder resolutivo de los objetivos (considerando campo claro) usados para la obtención de las curvas $I(\varphi)$, surgieron de la observación de las superficies analizadas en la experimentación utilizando, ya sea, objetivos de mayor aumento en el microscopio óptico o bien el microscopio electrónico de barrido (SEM). Valores en promedio un poco mayores o iguales al micrón corresponden a maclas de deformación en cinc, tomadas como rectángulos aunque si bien tienen forma de agujas. Valores cercanos a $0.7 \mu\text{m}$ corresponden al ancho de una línea de la red de difracción, y también en cierto casos a líneas producidas por ciertos reactivos en muestras de hierro. Valores alrededor de $0.3 \mu\text{m}$ corresponden en promedio al ancho de una cresta o valle en muestras de aluminio luego de un anodizado o en muestras de cinc luego de un ataque químico prolongado con el reactivo A.

En las figuras 53 y 54, se indican las curvas teóricas obtenidas para los tres anchos de ranura, en un caso para un objetivo de 8x y en el otro para un objetivo de 16x.

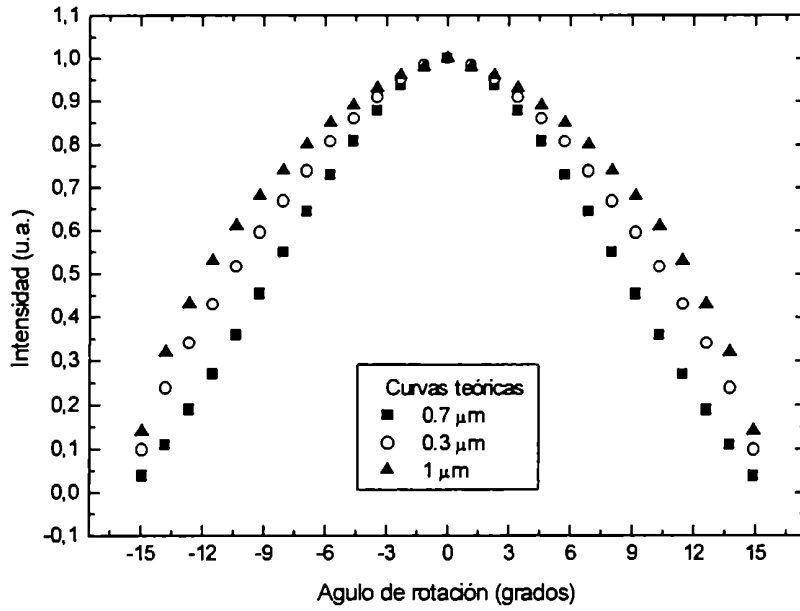


Figura 53: Curva teórica para el objetivo de 16x.

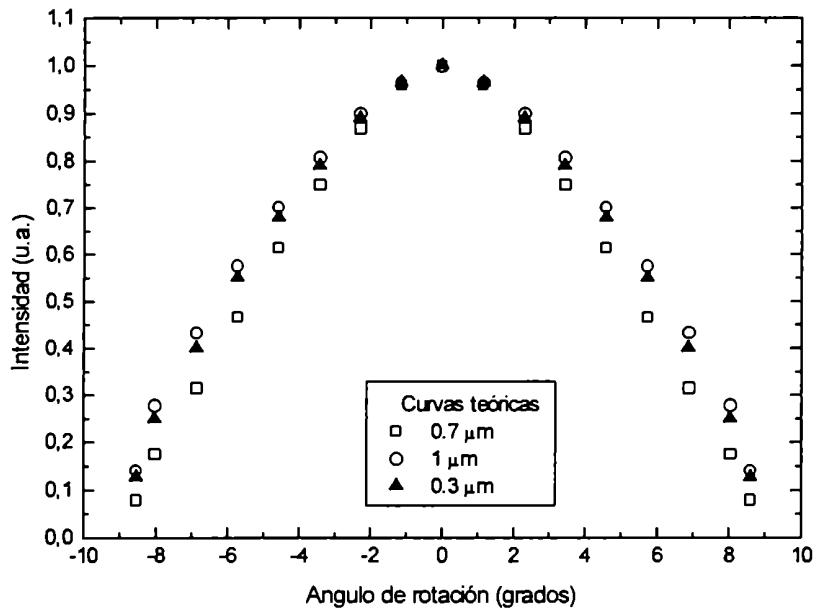


Figura 54: Curva teórica para el objetivo de 8x.

Las curvas teóricas no se continúan más allá de un cierto valor φ_m , valor condicionado por la A.N. del objetivo utilizado.

Resumiendo, cada una de estas curvas teóricas $I_{Teo}(\varphi)$ es producto de la ecuación 0, es decir la integral de difracción de una ranura u obstáculo recto que a partir de este momento llamaré “línea” o “borde recto” de un cierto largo l , por el factor de área, que resulta de considerar el área del campo visual y el ancho del haz laser que barre dicha superficie:

$$I_{Teo}(\varphi) = I(\varphi)_n \cdot FA(\varphi) = \begin{cases} K1, a = 0.7 \mu m \\ K2, a = 0.3 \mu m \\ K3, a = 1.0 \mu m \end{cases}$$

Estas funciones se encuentran normalizadas, y corresponden a la intensidad lumínica producida por un sola línea que tiene una dada dirección sobre la muestra, digamos por ejemplo en la dirección L_1 (ver figura 55).

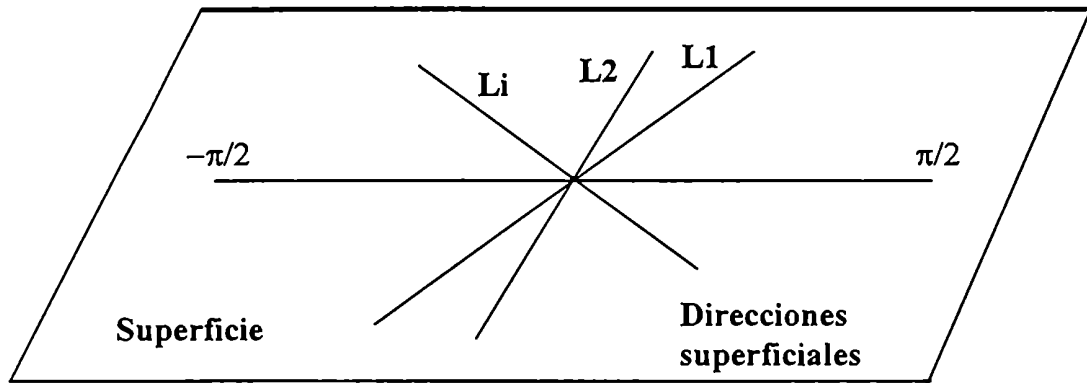


Figura 55. Las direcciones superficiales L_i entre $-\pi/2$ y $\pi/2$.

Pero debe considerarse también la existencia de otras líneas en otras direcciones superficiales. Por lo tanto denominaré N_{L_i} al número de líneas o densidad lineal de bordes rectos en la dirección L_i .

Luego, la curva total de intensidad lumínica será la suma sobre todas las direcciones superficiales de $I_{teo}(\varphi)$ multiplicada por la densidad lineal de bordes rectos en cada dirección:

$$I_{Total}(\varphi) = \sum_{L_i = -\pi/2}^{\pi/2} N_{L_i} \cdot I_{Teo}(\varphi) = M$$

Esta función teórica total es la que se coteja con los datos experimentales, datos que responden a curvas de tipo gaussiana, siendo ω_Σ la dispersión de dicha curva (ancho del pico a mitad de altura):

$$I_{exp}(\varphi) = \exp(-2(\varphi - \varphi_0)^2 / \omega_\Sigma^2)$$

El paso siguiente es plantear que tipo de función sigue la densidad lineal de obstáculos rectos N_{Li} . Postulo inicialmente que sigue una distribución gaussiana por lo dicho en el párrafo anterior. Es decir, la envolvente de las curvas $I_{Teo}(\varphi)$ es gaussiana. Luego de ciertos cálculos numéricos se puede comprobar que la función M es también una función que se ajusta muy bien con una función gaussiana (ver figura 56).

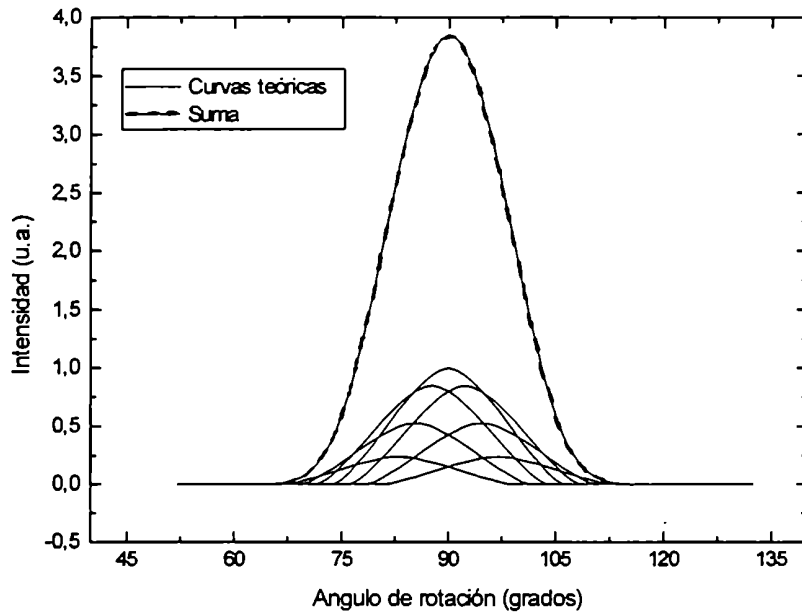


Figura 56: Sumatoria de curvas teóricas K1 de parámetro igual a $0.7 \mu\text{m.}$, desplazadas en el eje de las abscisas y multiplicadas por factores que decaen según una curva gaussiana.

Es suficiente que los datos experimentales respondan a una gaussiana como para postular que la envolvente de las curvas $I_{Teo}(\varphi)$ sea una función gaussiana? En primer lugar no hay nada que establezca a priori qué función elegir. Se probó también con funciones lineales. El ajuste de la función M a una curva gaussiana fue en este caso peor. El mejor ajuste se consigue si la envolvente es una función lineal como el

de la figura 57. Claramente se nota que es una aproximación a la función gaussiana. Es importante agregar que es deseable físicamente que la densidad lineal de obstáculos, en una palabra la rugosidad, decaiga suavemente para direcciones alejadas de la dirección predominante o principal (máximo de la curva $I(\varphi)$). La función lineal no tiene esa propiedad. Por supuesto que este parte del modelo puede y debe ser revisada en un futuro.

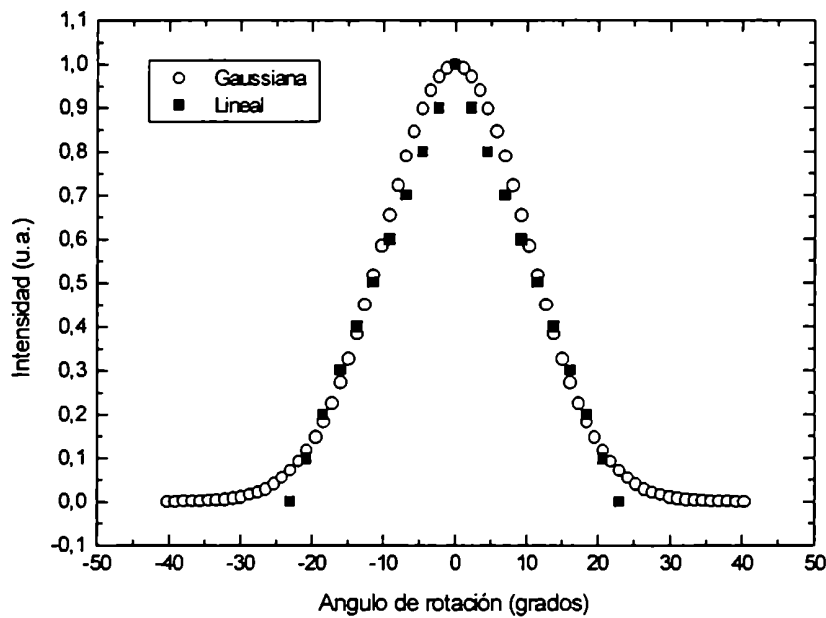


Figura 57: Comparación entre la variación de la densidad lineal de obstáculos rectos siguiendo una función gaussiana o bien una función lineal.

A continuación y trabajando con una envolvente gaussiana para las curvas $I_{teo}(\varphi)$ del tipo:

$$N_L = \exp(-2.(\varphi_i - \varphi_0)^2 / \omega_d^2)$$

se tiene, por cálculo numérico, los valores ω_z en función de los ω_d para cada objetivo (ver figuras 58 y 59). La función teórica utilizada fue:

$$I_{teo}(\varphi) = K I$$

Es decir,

$$I_{Exp}(\varphi_i) = \sum_{\varphi_j} (\exp(-2(\varphi_j - \varphi_0)^2 / (\omega_d)^2) \cdot I^{Teo}_{\varphi_j}(\varphi_i))$$

donde la sumatoria se extiende para los valores de φ_j comprendidos entre $|\varphi_j - \varphi_i| < \varphi_m$, con $\varphi_m = \arcsin(A.N.)$, siendo A.N. la apertura numérica del objetivo utilizado para la adquisición de la curva experimental. φ_0 es el ángulo correspondiente al valor máximo de la curva experimental. $I^{Teo}_{\varphi_j}(\varphi_i)$ denota la curva teórica evaluada en φ_i , cuyo valor máximo se da en φ_j .

Se observa que ω_Σ tiende a ω_d medida que este último aumenta. Es decir, para un ω_d mayor que 20° , en el caso del objetivo de 16x, se puede establecer dentro de un error no mayor de 5° , que ω_Σ es aproximadamente ω_d . Para el caso del objetivo de 8x, se puede considerar algo semejante para un ω_d mayor de 10° . Es decir, para un objetivo de menor aumento, el concepto de que la densidad lineal de bordes rectos sigue una función gaussiana cuyo ω_d es el ω_Σ medido experimentalmente tiene un rango de aplicación mayor en cuanto a las direcciones superficiales.

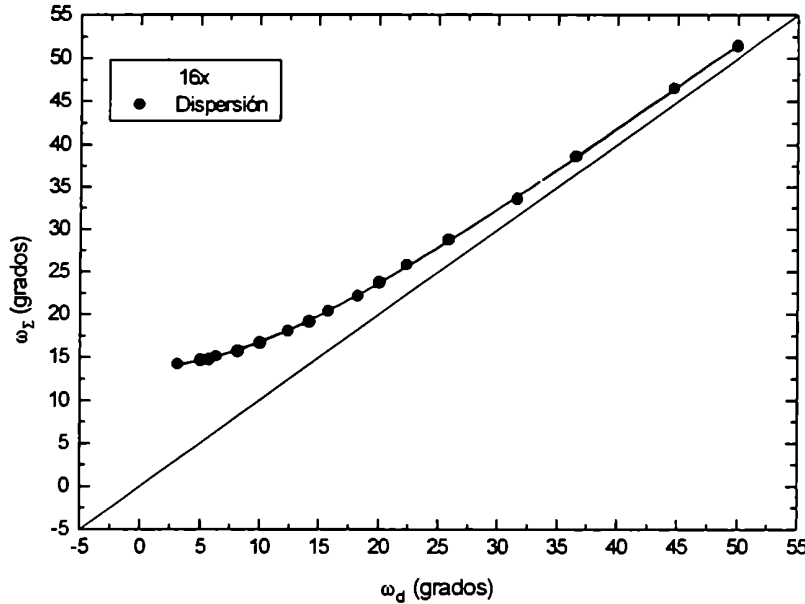


Figura 58: $\omega_\Sigma(\omega_d)$ para un objetivo de 16x.

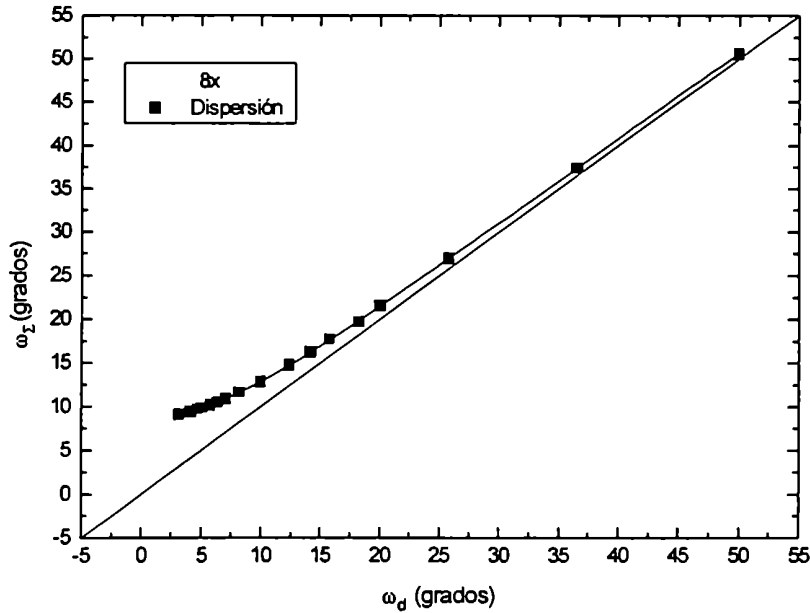


Figura 59: $\omega_{\Sigma}(\omega_d)$ para un objetivo de 8x.

Se realizó un ajuste de las curvas de las figuras 58 y 59 por un polinomio de grado 5, dando un factor de correlación en ambos casos de 0.9999. Los ajustes fueron los siguientes:

$y = 14.42 - 0.21x + 0.06x^2 - 0.0017x^3 + 10^{-5}x^4 - 10^{-7}x^5$, para la curva del objetivo de 16x.

$y = 8.76 - 0.06x + 0.07x^2 - 0.0021x^3 + 10^{-5}x^4 - 10^{-7}x^5$, para la curva del objetivo de 8x.

Se puede ver que el término independiente del polinomio es aproximadamente igual al $\arcsin$ (A.N.).

Si se hubiera utilizado a K2 o K3 como curva teórica, el término independiente hubiera sido levemente diferente. Entre 1° o 2° mayor que el obtenido con K1, según el cálculo numérico, valores que están dentro del error experimental.

Habiendo planteado el modelo, uno está en condiciones de describir la rugosidad una dada superficie metálica que ha sido sometida a un procedimiento

metalográfico específico, por ejemplo un ataque químico para revelar hidruros, como composición de bordes rectos en distintas direcciones. Conociendo el valor ω_Σ de la curva experimental y aplicando el modelo se obtiene el valor ω_d . Es decir, se puede conocer N_{Li} , el número de líneas o densidad lineal de bordes rectos en la dirección Li. El valor φ_0 determina la dirección principal L_0 , dirección que representa el máximo valor de la densidad lineal de bordes rectos.

Para realizar estos estudios conviene hacer los gráficos de la siguiente manera: plantear como eje de las abscisas a ω_Σ y como eje de ordenadas a ω_d , puesto que en primer lugar se calcula experimentalmente ω_Σ . Según se haya utilizado en el modelo la curva teórica K1, K2 o K3, tendremos dos valores para ω_Σ , tanto para el objetivo de 16x (figura 60) como para el de 8x (figura 61). En estos gráficos se observa en forma clara que para el objetivo de 8x no hay una diferencia apreciable entre utilizar una u otra función teórica. En el caso del objetivo de 16x la divergencia es mayor. La divergencia aparece fundamentalmente para valores de ω_Σ menores que 20° .

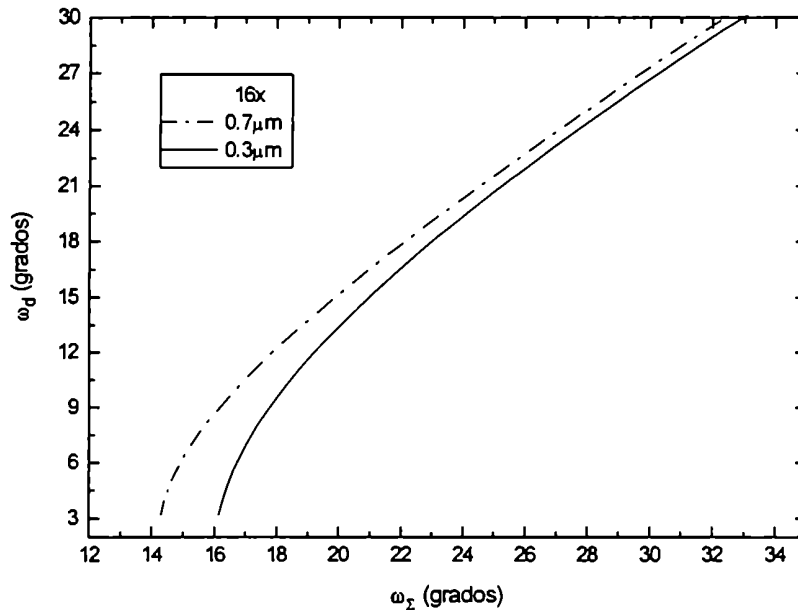


Figura 60: $\omega_d(\omega_\Sigma)$ para un objetivo de 16x.

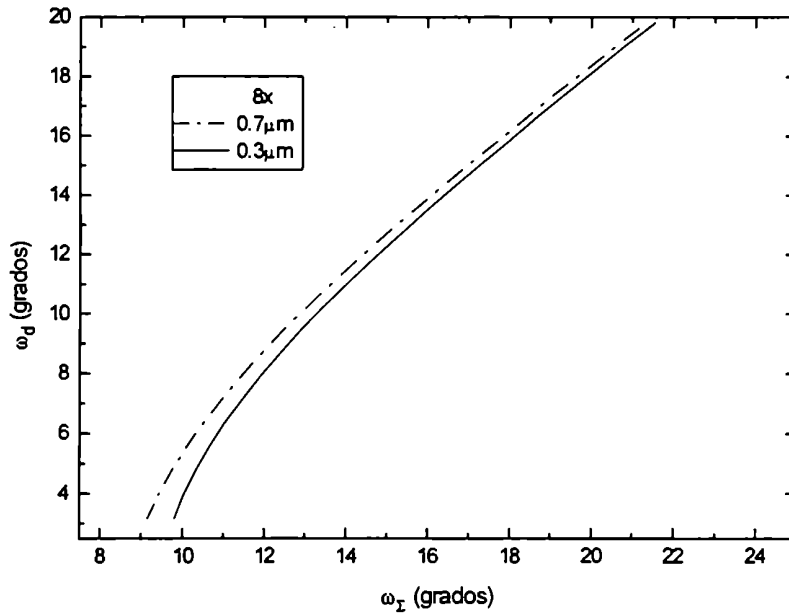


Figura 61: $\omega_d (\omega_s)$ para un objetivo de 16x.

Para el planteo del modelo se consideró principalmente el fenómeno de difracción por una ranura u obstáculo rectangular, lo cual es coincidente con la experiencia. Tanto maclas de deformación, líneas de desbaste o pulido, figuras de corrosión o todo relieve superficial que se podía visualizar a través del microscopio respondían en forma independiente a la iluminación laser. Igualmente con una red de difracción, cuando, por ejemplo, se realizaba una traslación de la red, se observaba como se desplazaban las ranuras. No era la situación cuando se captaba un máximo principal de la red. Este no sufría desplazamiento alguno. Hago referencia a este punto puesto que hubo casos, como se ha visto en el capítulo 3 (págs. 39-41), de superficies metálicas que después de un ataque químico específico aparecían como espejadas con la iluminación de campo claro y con ULOI se obtenía una nítida curva $I(\varphi)$ como respuesta a una rugosidad que estaba por debajo del poder de resolución del objetivo. Esto me llevó a considerar a dicha superficie como una red de difracción. Recordemos que ésta es un conjunto repetitivo de elementos difractores de una onda emergente, bien sean aberturas u obstáculos, los cuales tienen el efecto de producir alteraciones periódicas en la fase, amplitud o ambas [30, 31, 33].

La ecuación matemática que define una red de difracción es la siguiente:

$$I = (\sin(\delta) / \delta)^2 \cdot (\sin(N\beta) / \sin\beta)^2$$

siendo $\delta = \pi \cdot a \cdot (\sin\theta + \sin\alpha) / \lambda$ y $\beta = \pi \cdot d \cdot (\sin\theta + \sin\alpha) / \lambda$

con a y d parámetros de la red, α ángulo de incidencia del haz y N el número de ranuras.

Este tipo de red esparce la energía disponible sobre un número de órdenes espectrales de baja irradiancia, es decir la mayor parte de la luz incidente sufre reflexión especular al igual que un espejo plano.

Como es sabido, LORD RAYLEIGH sugirió en 1888 que era posible desplazar la energía fuera del inútil orden cero hacia uno de los espectros de mayor orden. En una palabra, una red de difracción con resplandor. Las posiciones angulares de los órdenes diferentes de cero, los valores θ_m , están determinados por a , λ y θ_i (ángulo del haz incidente). Pero θ_m y θ_i se miden desde la normal al plano de la red y no con respecto a las superficies individuales de los surcos. Por otro lado la ubicación del máximo en el patrón de difracción de una faceta simple corresponde a la reflexión especular en esa cara, de cada surco. Es gobernada por el ángulo de resplandor γ y se puede variar independientemente de θ_m .

Se puede argüir que estos análisis están lejos de explicar el fenómeno óptico real, puesto que las "redes de difracción" formadas por la "rugosidad" de la superficie cristalina no son perfectas. Recordemos que los errores que producen las irregularidades en las redes pueden ser de tres tipos:

- a) Errores azarosos, producen una iluminación de fondo en el espectro.
- b) Errores progresivos, un error progresivo en el espaciado de la red causa que las líneas espectrales sean más agudas en planos distintos al focal del sistema óptico.
- c) Errores periódicos, causan la aparición de líneas satélites a los costados del máximo principal verdadero de la red.

Se realizaron los cálculos para una red con parámetros $a = 0.3\mu\text{m}$ y $d = 0.3\mu\text{m}$. Los resultados no fueron sustancialmente diferentes de los ya vistos. Esto estaría de acuerdo con el hecho conocido de que una pantalla difractora con un gran número de objetos difractores idénticos (aberturas u obstáculos), distribuidos en una forma completamente al azar sobre la superficie difractora, con la condición de que todos y cada uno de los objetos difractores estén orientados similarmente, produce una figura

de difracción semejante al de una sola abertura u obstáculo. La figura 62 muestra lo explicado anteriormente (la estructura fibrosa radial aparece por la naturaleza estadística del proceso) [33, 34]. Este tipo de red aparenta ser un buen modelo para visualizar una dada dirección L_i de la descomposición de la rugosidad.

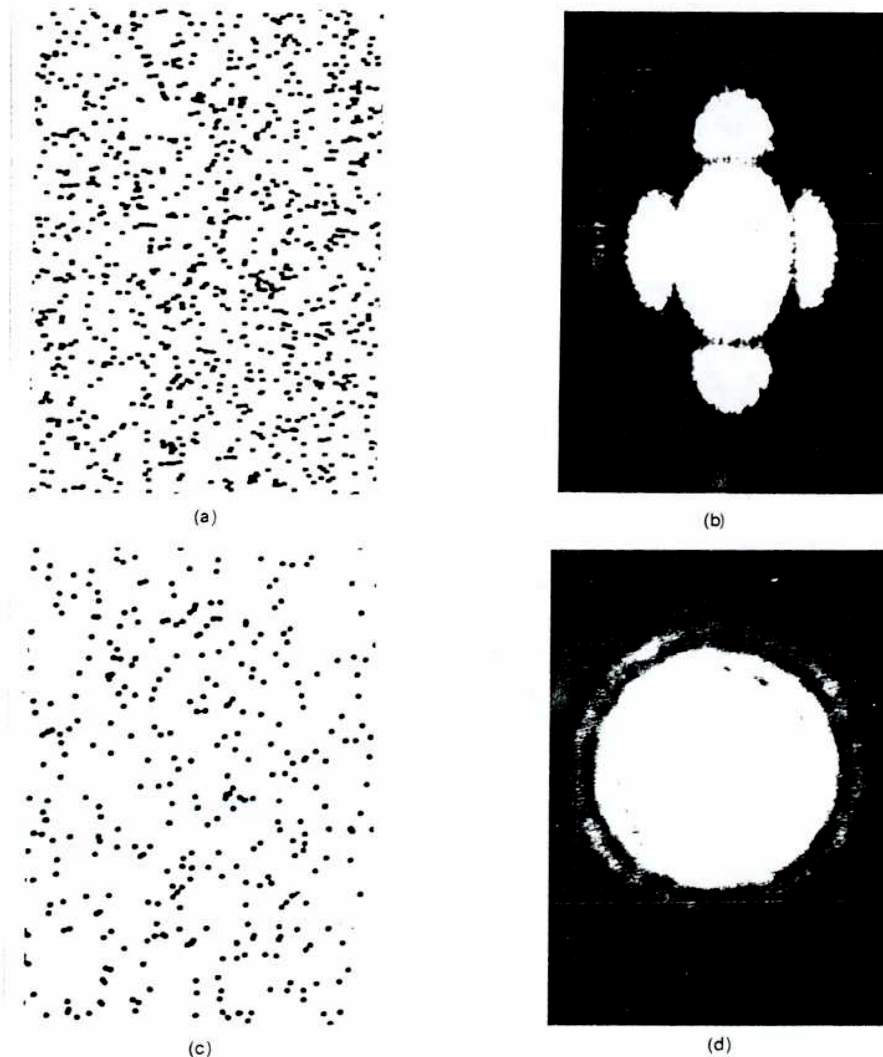


Figura 62. a) Un conjunto al azar de aberturas rectangulares. b) El patrón de Fraunhofer de luz blanca resultante. c) Un conjunto al azar de aberturas circulares. d) El patrón de Fraunhofer de luz blanca resultante.

En la figura 63, cada pequeño elemento difractor se comporta como una fuente coherente. Debido a la periodicidad regular de la red de emisores, cada onda

emergente tiene una relación de fase fija con respecto a las otras. La imagen difractada es efectivamente la superposición de dos patrones de red perpendiculares entre sí. Conforme aumenta el número de aberturas u obstáculos, habrá una tendencia a que el punto central se haga tan brillante que oscurezca el resto del patrón. Todo lo dicho se aplica cuando los objetos difractores se iluminan completa y coherentemente, es decir la densidad de flujo difractado estará determinado por el grado de coherencia.

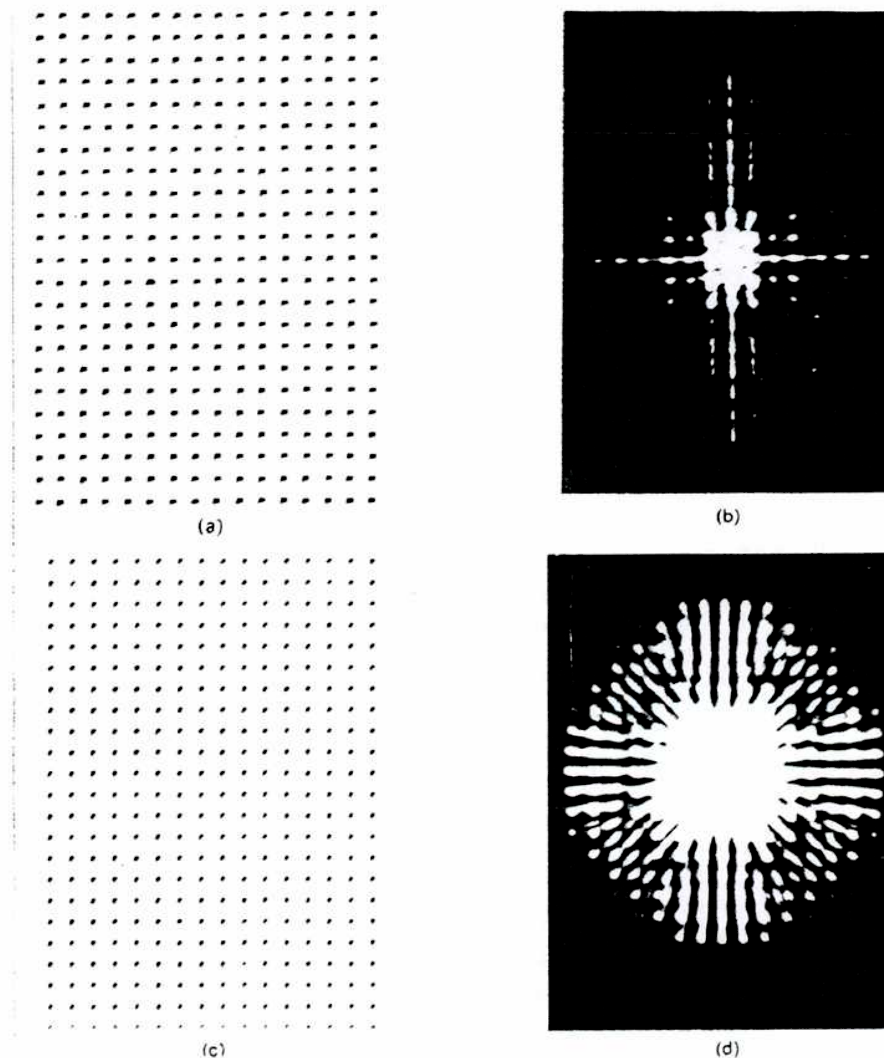


Figura 63. a) Un conjunto ordenado de aberturas rectangulares. b) El patrón de Fraunhofer de luz blanca resultante. c) Un conjunto ordenado de aberturas circulares. d) El patrón de Fraunhofer de luz blanca resultante.

CAPITULO 5

Discusión

A los comienzos de toda discusión conviene fijar lo que ha de quedar fuera de la disputa; y quien la emprenda, antes de decir lo que se propone probar, ha de decir lo que no desea probar.

CHESTERTON

Un jovenzuelo aspirante a músico pidió en cierta ocasión a Mozart que le dijera cómo había de componer una sinfonía.

- Eres muy joven - le contestó Mozart - Por qué no comienzas con baladas?
- Vos compusisteis sinfonías a la edad de diez años.
- Sí - contestó Mozart -, pero yo no pregunté cómo se hacía.

MOZART

El talento es algo bastante corriente; no escasea la inteligencia, sino la constancia.

DORIS LESSING

5-1 Función error

Se ha visto que los datos experimentales se aproximan bien por una curva gaussiana. Como se dijo anteriormente considero que la variación de densidad de bordes rectos superficiales siguen una función gaussiana, cuyo ω_d se obtiene de las figuras 58 y 59, dependiendo de los objetivos con que se trabaje. Ajustando los datos experimentales con una curva gaussiana se obtiene ω_Σ . Luego yendo a la figura 60, por ejemplo, vemos que para ese valor de ω_Σ se tiene un valor dado de ω_d . Por lo tanto logramos obtener la dispersión de bordes lineales alrededor de la dirección principal, según lo establece el modelo. Por supuesto que la densidad de bordes lineales alrededor del máximo va a depender de la función teórica que se utilice, es decir, por ejemplo, si es la función K1 o la función K2. Se puede calcular el error que se cometería si se considera una u otra función de la siguiente manera: para un dado valor de ω_Σ se tienen dos valores de ω_d , puesto que hay una función K1 y una función K2 (figura 60 o 61); conociendo estos dos valores creo las dos funciones gaussianas con la misma media y las dos dispersiones respectivas, resto ambas y esta diferencia nos indica el error, siendo éste variable según las distintas direcciones superficiales. En la figura 64 observamos, para un $\omega_\Sigma = 16.13^\circ$, la diferencia entre las dos funciones gaussianas, creada una con la función K1 y la otra con la función K2, para un aumento de $16x$. Es claro que la mayor discrepancia se obtiene alrededor de la dirección predominante, hasta un rango de aproximadamente 10° , luego del cual la diferencia es menor al 10%. El error máximo se da en los 4° y equivale a un 70%.

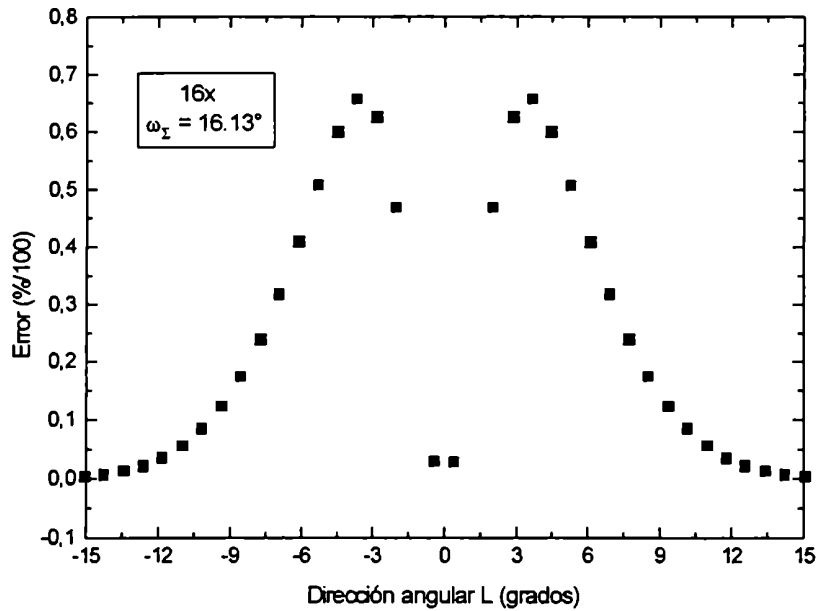


Figura 64: Función error entre las gaussianas construidas a partir de K1 y K2, tal que $\omega_{\Sigma} = 16.13^{\circ}$. Objetivo de 16x.

Estas funciones error dependen del ω_{Σ} que surge del ajuste gaussiano de los datos experimentales para un dado aumento. A medida que aumenta ω_{Σ} disminuye el error, particularmente para ω_{Σ} mayor que 20° el error es menor que un 10% para todas las direcciones superficiales (ver figura 65). Es decir, se puede considerar tanto la función K1 como la función K2 para construir la función M con divergencias no mayores que el 10%. Entre los 11° y 12° se obtiene la diferencia máxima (9%). Más allá de los 20° , el error cae por debajo del 2%.

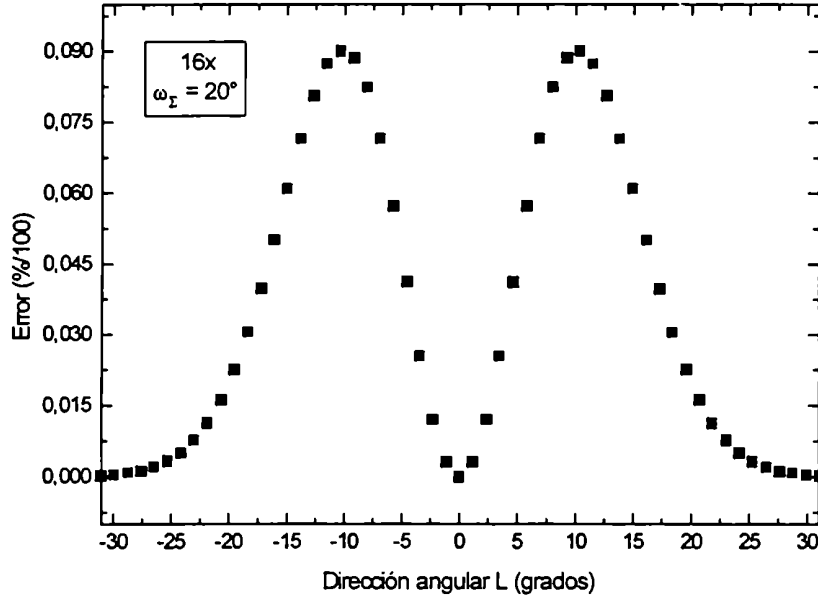


Figura 65: Función error entre las gaussianas construidas a partir de K1 y K2, tal que $\omega_{\Sigma} = 20^{\circ}$. Objetivo de 16x.

El mismo tipo de estudio se puede realizar con el objetivo de 8x. En este caso el error es más pequeño, para ω_{Σ} chicos, que en el caso de 16x. Por ejemplo, para un valor de $\omega_{\Sigma} = 9.8^{\circ}$, el error supera el 10% hasta los 6° alrededor de la dirección predominante, llegando a ser máxima la discrepancia (35%) en los 3° . Más allá de los 9° , la diferencia es menor que el 2% (ver figura 66). Para un $\omega_{\Sigma} = 12^{\circ}$ la discrepancia máxima se obtiene alrededor de los 7° y es menor que el 7%. Más allá de los 13° el error cae por debajo del 1% (ver figura 67).

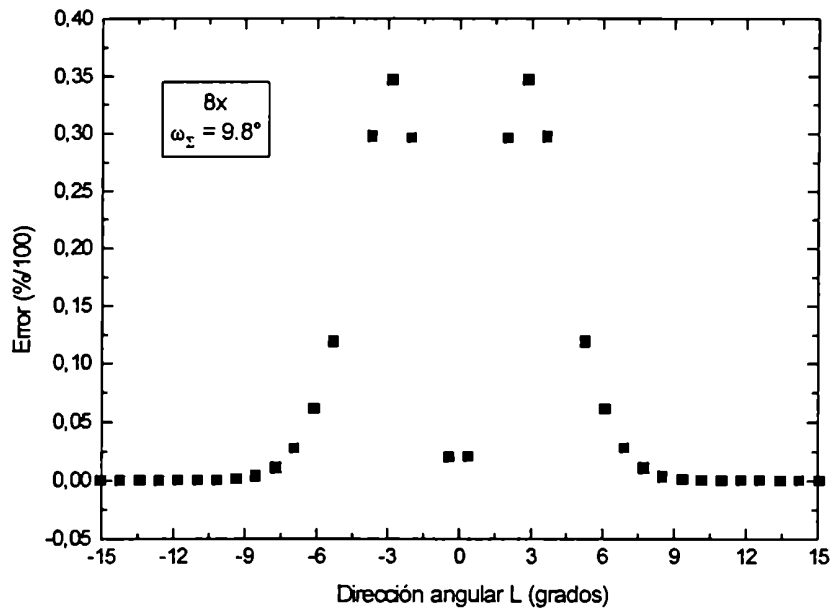


Figura 66: Función error entre las gaussianas construidas a partir de K1 y K2, tal que $\omega_\Sigma = 9.8^\circ$. Objetivo de 8x.

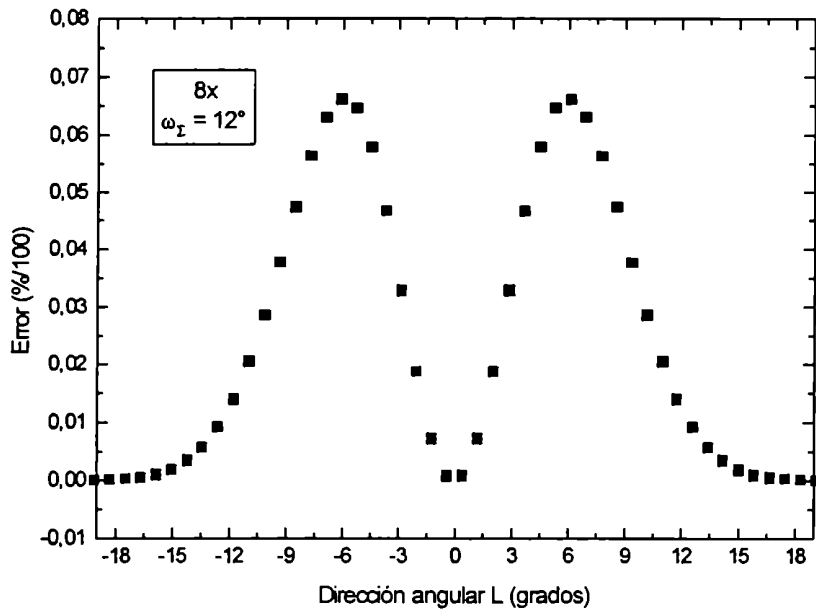


Figura 67: Función error entre las gaussianas construidas a partir de K1 y K2, tal que $\omega_\Sigma = 12^\circ$. Objetivo de 8x.

5-2 Comparación entre los datos teóricos y experimentales

Comparemos a continuación los datos experimentales con los datos teóricos que surgen de aplicar el modelo de bordes rectos o rugosidad lineal.

En primer lugar analicemos las curvas para el desbaste mecánico, tanto para 8x (figura 68) como para 16x (figura 69). Es clara la semejanza en ambas. La densidad de obstáculos lineales, para el objetivo de 8x, sigue una función gaussiana con $\omega_d = 9.5^\circ$. En esta ocasión para generar la función M se usó la función K1, debido a que la observación microscópica de la superficie desbastada mecánicamente permitía considerar un parámetro $a \approx 0.7 \mu\text{m}$.

Para el caso de 16x, la función tiene un $\omega_d = 15.8^\circ$. La discrepancia mayor ocurre en la base de la función gaussiana. Esto puede subsanarse si considero en el modelo la existencia de una constante y baja densidad de líneas, dependerá en cada caso del valor de la base, para direcciones superficiales alejadas de la dirección predominante.

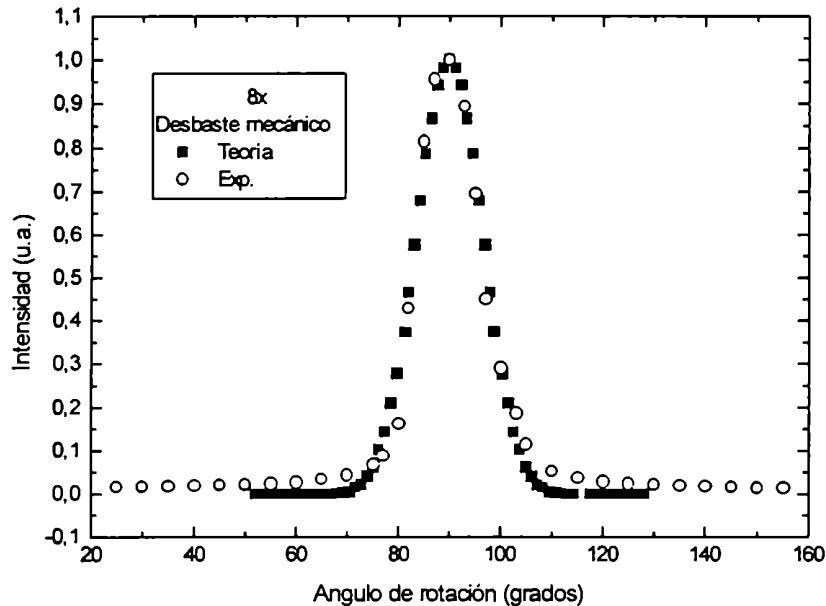


Figura 68: Muestra de Zn desbastada mecánicamente en una dirección. Comparación entre los datos experimentales y teóricos, usando para estos últimos un $\omega_d = 9.5^\circ$, para un aumento de 8x.

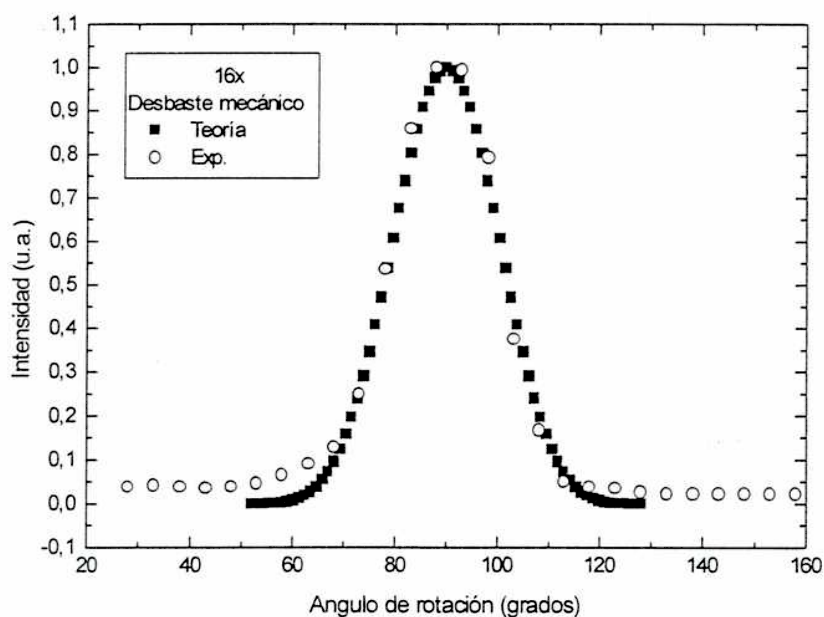


Figura 69: Muestra de Zn desbastada mecánicamente en una dirección. Comparación entre los datos experimentales y teóricos, usando para estos últimos un $\omega_d = 15.8^\circ$, para un aumento de 16x.

Para los datos obtenidos con el objetivo de 8x, la red de difracción por transmisión de 100 l/mm. también puede considerarse como una distribución de obstáculos lineales, cuya densidad lineal sigue una gaussiana con $\omega_d = 5.5^\circ$ (ver figura 70). Debo aclarar que para generar la función M se utilizó, también, la función K1, puesto que se obtenía de la observación microscópica un valor de $a \approx 0.7 \mu\text{m}$. Además, las ranuras de la red de difracción eran las principales contribuyentes a la curva $I(\varphi)$, tal como lo indicaba la observación directa. Hago hincapié en este punto puesto que uno puede preguntarse si no existía también una contribución debida a otros relieves no deseados de la red. En realidad había otros aportes a la intensidad lumínica (ver figura 23), pero no tenían una dirección definida.

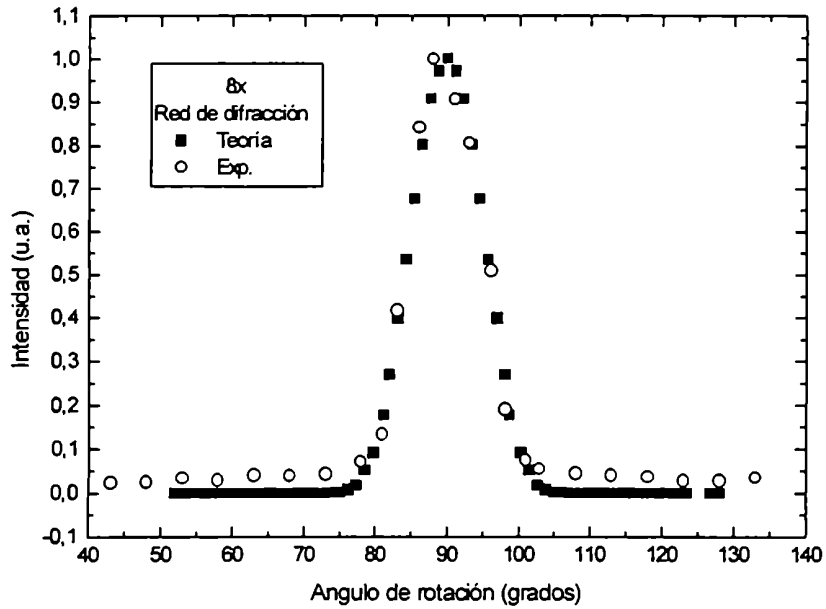


Figura 70: Red de difracción por transmisión de 100 l/mm. Comparación entre los datos experimentales y teóricos, usando para estos últimos un $\omega_d = 5.5^\circ$, para un aumento de 8x.

Para el mismo tipo de análisis con el objetivo de 16x se arriba a una conclusión semejante (ver figura 71). En este caso la densidad de obstáculos lineales rectos sigue una función gaussiana con $\omega_d = 11^\circ$. Nuevamente en esta oportunidad la mayor discrepancia se observa en la base de la curva. La altura de esta última, es decir su intensidad lumínica de fondo, puede variar según qué zona de la red de difracción estemos analizando, debido a imperfecciones en su construcción. En cambio, es mínima la variación en cuanto a la ubicación del máximo (φ_0) para diferentes zonas. Para esta red de transmisión las ranuras son cuasi perfectas, no así las zonas ubicadas entre ellas.

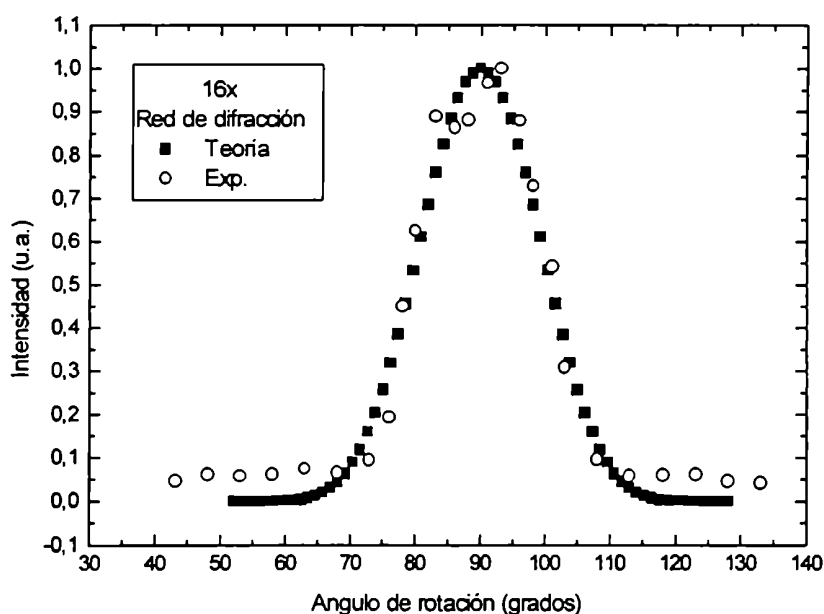


Figura 71: Red de difracción por transmisión de 100 l/mm. Comparación entre los datos experimentales y teóricos, usando para estos últimos un $\omega_d = 11^\circ$, para un aumento de 16x.

Pasemos ahora a analizar los datos para la muestra de Hierro tras un ataque químico con el reactivo Klemm, obtenidos con el objetivo de 16x (figura 72). Puesto que los datos experimentales se ajustan bien con una función gaussiana cuya dispersión es $\omega_z = 25^\circ$, no cometo un error apreciable si construyo la función M con la función K1 o la función K2. Luego, trabajando con la función generatriz K1, obtenemos que la dispersión de obstáculos lineales es $\omega_d = 21.5^\circ$.

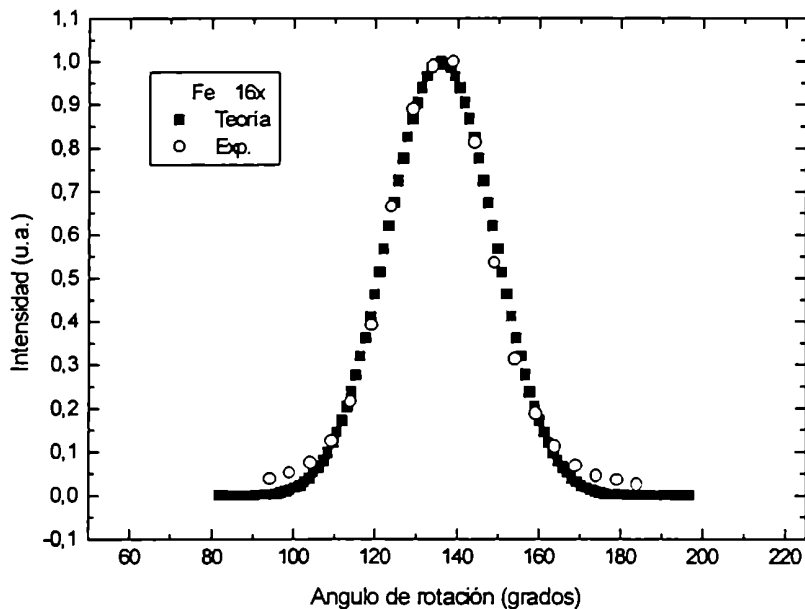


Figura 72: Muestra de Fe atacada con el reactivo Klemm. Comparación entre los datos experimentales y teóricos, usando para estos últimos un $\omega_d = 21.5^\circ$, para un aumento de 16x.

Analicemos ahora los datos obtenidos con Cinc luego de ataque químico prolongado con el reactivo A. Por lo observado, principalmente en las figuras 35 y 36 correspondientes al grano A, los ajustes no son tan buenos como en los casos anteriores. Esto es debido a lo siguiente:

- 1) El ajuste es simétrico aunque la curva experimental no lo sea.
- 2) La base o fondo de la curva experimental a un lado del máximo o dirección preponderante tiene un valor mayor, es decir existe una mayor densidad lineal de bordes rectos. Esto contribuye a la asimetría de la curva.

Igualmente se decidió como primer paso realizar el ajuste simétrico y comparar los datos teóricos con el ajuste, llegándose a similares conclusiones a lo visto en Hierro. Para un estudio más detallado y preciso habría que dividir la curva en dos mitades alrededor del máximo, y ajustar por separado cada una de ellas.

Es necesario comentar que pueden existir casos en que los datos experimentales tengan el mismo fondo pero que la forma de la función no sea simétrica. Luego, hay que considerar el sesgo de la distribución [35]. Si hay una

“cola” más larga a la derecha del máximo central que a la izquierda, se dice que la distribución está sesgada a la derecha o que tiene sesgo positivo. Si es al contrario, se dice que está sesgada a la izquierda o que tiene sesgo negativo. Como medidas se pueden utilizar entre otras, al primer y segundo coeficientes de PEARSON.

Estudiemos hipotéticamente el siguiente caso, cuando con un dado aumento se adquiere la curva $I(\varphi)$ de una superficie espejada, que aparenta ser tal según la observación hecha con ese aumento e iluminación tradicional (como en el caso del Zn luego de un ataque prolongado con el reactivo A). La curva se ajusta con una función gaussiana, tras lo cual y aplicando el modelo se obtiene una dada densidad lineal de bordes rectos. Por ejemplo, se tienen dos muestras A y B (pueden ser dos granos cristalinos) tal que a bajo aumento y con la iluminación de campo claro se observa, tanto en la muestra A como en la muestra B, una superficie espejada. De las dos superficies se obtienen sendas curvas $I(\varphi)$ tal que $\{I(\varphi)\}_A = \{I(\varphi)\}_B$, con la iluminación ULOI.

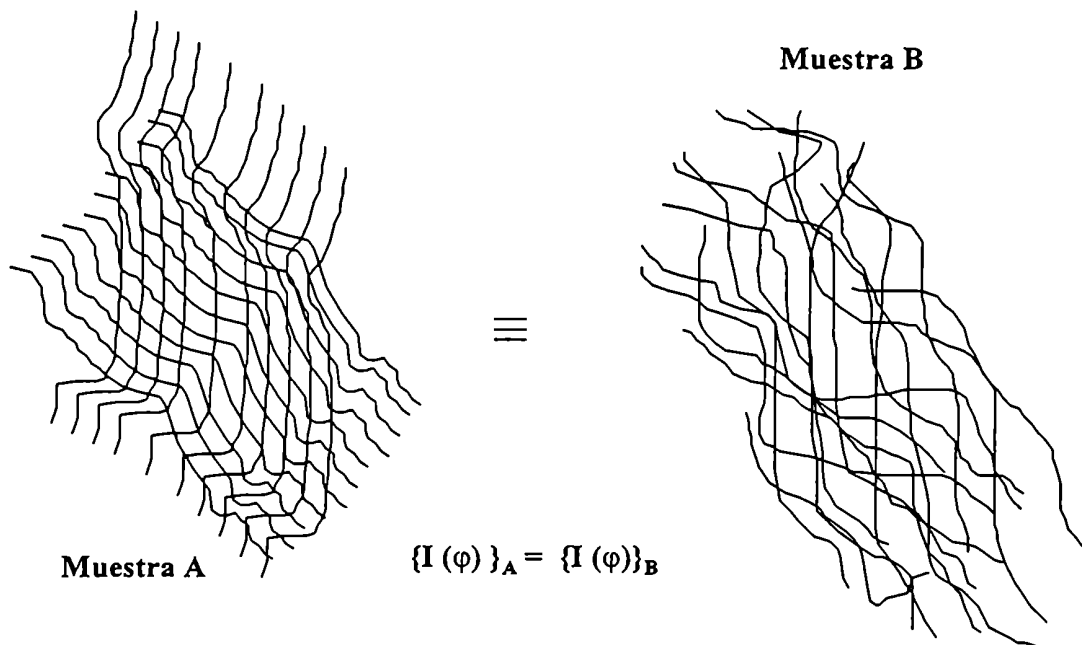


Figura 73. Esquema de dos superficies equivalentes en cuanto a su respuesta a la iluminación laser oblicua y unidireccional.

Pero si se observa la superficie a alto aumento, y en muchas ocasiones es necesario recurrir al SEM, se distingue una superficie corrugada (ver figura 73),

siendo diferente en ambas muestras A y B. Esta topografía está por debajo del poder resolutivo del objetivo utilizado para levantar las curvas $I(\varphi)$. Por supuesto que esta descripción de la superficie dependerá del sistema de iluminación que se está utilizando, y puesto que se ha usado el SEM en modo emisor (electrones secundarios) en la mayoría de los metales analizados, la iluminación puede ser considerada desde el punto de vista óptico como una iluminación difusa y el eje de observación perpendicular a la muestra (ver figura 74).

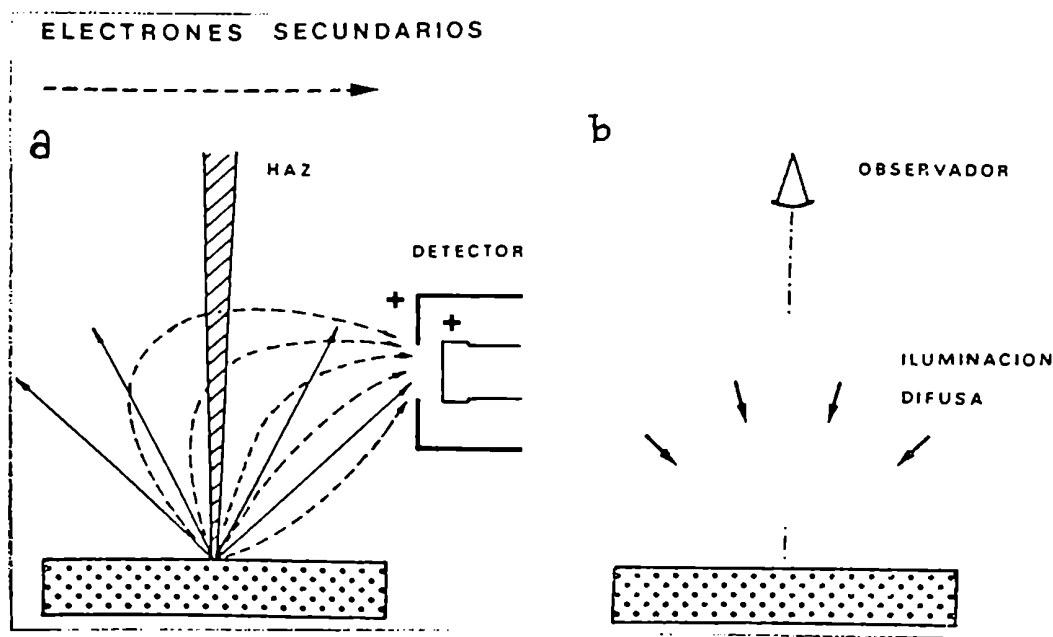


Figura 74. SEM en modo emisor: a) Debido al campo eléctrico aplicado entre el detector y la muestra, todos los electrones secundarios emitidos por la muestra llegan al detector. b) Los efectos de luz y sombra de la imagen correspondiente son más bien difusos, sin sombras muy marcadas.

Por lo tanto este tipo de análisis no permite aseverar que las topografías de dos superficies sean físicamente iguales, ya sea ante observaciones hechas con el microscopio electrónico de barrido o con la iluminación de campo claro del microscopio óptico, por ejemplo, sino que las dos superficies analizadas son equivalentes en cuanto a su respuesta a la técnica ULOI. Es decir, poseen según el modelo planteado una misma distribución superficial de obstáculos lineales rectos.

5-3 Orden de linealidad superficial

A continuación describiré el concepto de invariancia del diagrama de rugosidad lineal u orden de linealidad superficial.

El análisis de la dispersión ω , que surge de la curva $I(\varphi)$, de una superficie cualquiera en función del aumento utilizado en el microscopio permitiría ver si existen variaciones del diagrama de rugosidad lineal en distintas zonas de la superficie muestral.

Analicemos el parámetro ω para dos aumentos distintos de objetivos S y T. Siendo S: 8x, Apert. Num. 0.15 y T: 16x, Apert. Num. 0.25.

El cambio de menor a mayor aumento trae aparejado un ensanchamiento de la curva $I(\varphi)$ debido a que se varía la apertura numérica. Además podría existir una variación debido a una modificación del diagrama de rugosidad lineal, puesto que el área del campo visual de T es una parte del área del campo visual de S. Por lo tanto es necesario conocer en primer lugar cuál es el ensanchamiento debido solamente al cambio de aumento. Para ello se debe tener una superficie muestral tal que la superficie a analizar en los respectivos campos visuales tenga el mismo diagrama de rugosidad lineal.

Se procedió en forma empírica estudiando dos superficies:

- i) Una y solo una macla de deformación de una muestra de cinc en el campo visual. El resto de la superficie altamente espejada.
- ii) Una de las redes de difracción por transmisión (100 l/mm). Las curvas fueron normalizadas debido a que el cambio de aumento variaba la cantidad de líneas observadas en el campo visual, lo que a su vez incidía en el valor máximo de la curva experimental (págs. 36 y 37).

Los resultados obtenidos demostraron en ambos casos que la razón $\omega(S)/\omega(T)$ era aproximadamente 0.6. A su vez, la razón entre las aperturas numéricas era también 0.6. Por lo tanto, en ambos casos se obtuvo que

$$\Gamma_{\text{exp}} \equiv \omega(S) / \omega(T) = \text{Ap.Num.}(S) / \text{Ap.Num.}(T) \equiv \Gamma_{\text{teo}}$$

relación Γ_{exp} que denominaremos *grado de invariancia del diagrama de rugosidad lineal según diferentes aumentos u orden de linealidad superficial*.

Esta relación se verificó también con el objetivo de 8x.

Se aplicó esta noción a un grano de la muestra de Hierro, tras atacarlo químicamente con el reactivo Klemm. En la superficie del grano se distinguían claramente un diagrama de líneas (como el de la figura 38). Con el objetivo S se analizaron 5 zonas distintas del grano y con el aumento T 3 zonas. El resultado promedio fue

$$\Gamma_{\text{exp}} \approx 0.8 \approx 24^\circ/30^\circ,$$

siendo el $\Gamma_{\text{teor}} = 0.6$.

Luego, el diagrama de rugosidad lineal no era invariante. Para tener invariancia de diagrama deberíamos haber tenido un $\omega(S)$ de 40° , o bien un $\omega(T)$ de 18° . En ambos casos significa que con un mayor aumento (es decir una superficie a analizar más pequeña) la densidad de líneas en la dirección principal es decididamente mayor que en las direcciones contiguas o vecinas.

Esto da una idea, debido al promedio tomado, de lo que ocurre en el grano en general. También se podría tomar una zona y no hacer un desplazamiento alguno cuando se cambia de aumento. Usando esto último en 3 zonas se obtuvo lo siguiente:

a) $\Gamma_{\text{exp}} \approx 0.83$, b) $\Gamma_{\text{exp}} \approx 0.74$ y c) $\Gamma_{\text{exp}} \approx 0.81$

Claramente se tiene algo semejante a lo anterior.

Los resultados obtenidos con Cinc (págs. 42 y 43, los valores de ω se obtuvieron con el ajuste simétrico) muestran que para los granos A y B se tiene, en promedio, lo siguiente:

$$\text{Grano A: } \Gamma_{\text{exp}} = \omega(8x) / \omega(16x) \approx 41.6^\circ / 43.8^\circ \approx 0.95$$

$$\text{Grano B: } \Gamma_{\text{exp}} = \omega(8x) / \omega(16x) \approx 44.6^\circ / 49.3^\circ \approx 0.90$$

Luego

$$\Gamma_{\text{exp}}(A) \approx 0.95 > 0.90 \approx \Gamma_{\text{exp}}(B)$$

El paralelismo de la rugosidad lineal es mayor en el caso de la muestra de Hierro con su respectivo proceso metalográfico que en este último (la dispersión es menor en la muestra de Hierro).

Además, en la muestra de Cinc, la rugosidad del grano A es más dispersa que la del grano B, hecho que se comprueba observando y comparando las figuras 31 y 32.

Otra posibilidad, semejante a la vista en primer término, es obtener la curva $I(\varphi)$ de una región, llamémosle A, utilizando el objetivo de menor aumento, y luego, con un objetivo de mayor aumento, las curvas $I_i(\varphi)$ de distintas regiones A_i que

constituyen la región A (ver figura 75) y comparar, primero, cómo varía el diagrama de rugosidad lineal entre las distintas regiones A_i , y segundo, cómo varían con respecto a la región A.

Es decir, se pueden realizar distintas combinaciones según lo que se desea analizar.

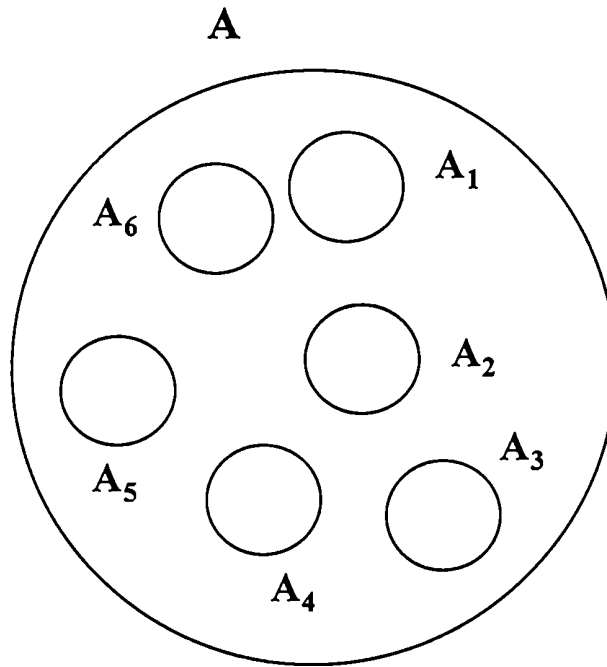


Figura 75. La región A corresponde al campo visual de un objetivo de un dado aumento. Las regiones A_i ($0 < i < 7$) corresponden a los campos visuales de un objetivo de mayor aumento, el cual ha sido desplazado por distintas zonas de la región A.

Por lo tanto el cociente Γ_{exp} nos permite concluir, siempre y cuando al cambiar el aumento del objetivo no se realice traslación alguna o en todo caso manteniéndose dentro del campo visual del objetivo de menor aumento, cómo se distribuyen las líneas alrededor de una dirección principal en distintas zonas de una superficie.

Resumiendo:

Si $S < T$ y $\Gamma_{exp} > \Gamma_{teor}$, entonces en la zona captada con el aumento T hay una mayor densidad de líneas en la dirección angular del máximo.

Si $S < T$ y $\Gamma_{exp} = \Gamma_{teor}$, entonces no se tiene una variación del diagrama de rugosidad lineal.

No es posible tener, con $S < T$, $\Gamma_{exp} < \Gamma_{teor}$.

Un ejemplo en que el factor Γ_{exp} ha sido aproximadamente igual a 0.6, fue en el caso, además del de las redes de difracción, del cinc desbastado mecánicamente (figuras 20 y 21). Igualmente, este resultado se dió en algunas zonas, lo cual no aparenta ser relevante.

CAPITULO 6

Aplicación a la Metalografía

“Deseo apasionadamente esconderme en algún rincón durante cinco años y obligarme a un trabajo detallado y arduo. Tengo que aprenderlo todo desde el principio pues, como escritor, soy un ignorante total. Debo escribir concienzudamente, no a razón de cinco cuadernillos por mes sino de uno cada cinco meses.”

“En enero cumpliré treinta años. Salud, mi vieja soledad, salud mi querida vida inútil!”
CHEJOV, cartas de 1889.

“Civilizados! Estáis orgullosos de no comer carne humana. Pero si os encontrarais en una balsa, lo haríais ... Y sin embargo, todos los días coméis el corazón de vuestro vecino.”

GAUGUIN, cuaderno de escritos.

“Dios mío! Sólo un momento de bienaventuranza! Pero, acaso es poco para toda una vida humana?”

DOSTOYEVSKI, Noches Blancas.

6-1 Cálculo de orientaciones cristalinas en aluminio

Cuando los metales y las aleaciones son atacados por ciertos reactivos, dicho ataque tiene lugar en puntos específicos dentro del grano, zonas de alta densidad de dislocaciones según consideran ciertos autores [36], en vez de un ataque general o usual de la superficie. Este ataque localizado, que produce figuras rectilíneas según planos cristalográficos definidos, se denomina comúnmente etch pitting. Los ángulos entre las aristas de las figuras de corrosión (etch pits) están relacionados con la orientación del grano en el cual se forman [37, 38], lo que permite mediante el estudio del etch pit calcular la orientación cristalina del grano. Para ello es necesario tener etch pits perfectamente determinados, bien espaciados en cada grano, bien grandes y con aristas rectas, lo cual requiere un pulido determinado y una técnica de ataque dada. Por ejemplo, para el aluminio es conveniente realizar un pulido electrolítico y luego un ataque con el reactivo D (Tucker).

Luego, uno de mis principales objetivos era saber si analizando las curvas de intensidad lumínica características de cada grano uno podía inferir la orientación de aquél, sin necesidad de un análisis visual del etch-pit. Es decir, encontrar una aplicación al estudio de las curvas $I(\varphi)$ desde el punto de vista de la ciencia de los materiales. Esto me llevó a realizar algunas investigaciones en policristales y monocristales de aluminio. Se estudió el comportamiento de las curvas $I(\varphi)$ para distintos granos utilizando el reactivo KELLER y el reactivo TUCKER. Se obtuvieron las curvas $I(\varphi)$ para el reactivo TUCKER con y sin pulido electrolítico.

Los resultados obtenidos confirmaron, en buena medida, que las curvas $I(\varphi)$ dependen del ataque generalizado y que el análisis de las curvas permite encontrar los ángulos entre las aristas internas proyectadas sobre la superficie del grano de los etch pits triangulares (planos del tipo $\{111\}$), que a su vez nos indican la orientación cristalina, sin necesidad de, primero, realizar sobre la superficie del material un pulido electrolítico previo y, segundo, obtener una buena imagen fotográfica para realizar las mediciones angulares. El parámetro de la curva $I(\varphi)$ que se tuvo en cuenta para el estudio fue φ_0 , puesto que se halló que la separación angular entre los máximos se relacionaba directamente con el ángulo entre las aristas. Cada grano cristalino tiene su curva característica con uno o más máximos en una rotación de 360° .

En la tabla I se especifican las orientaciones cristalinas de los granos estudiados.

Orientación cristalina	Indices de Miller
$h = 0.63; k = 0.40 \text{ y } l = 0.67$	(323)
$h = 0.53; k = 0.33 \text{ y } l = 0.79$	(325)
$h = 0.12; k = 0.86 \text{ y } l = 0.49$	(174)
$h = 0.02; k = 0.75 \text{ y } l = 0.67$	(011)
$h = 0.23; k = -0.97 \text{ y } l = 0.06$	$(0 \bar{1} 0)$

Tabla I. Orientación cristalina de los granos analizados.

Se analizaron los granos (011), (174) y (323) empleando el reactivo Tucker y el reactivo Keller. Conviene resaltar que si bien los dos reactivos tienen los mismos componentes químicos, el reactivo TUCKER tiene una mayor proporción ácida, lo que determina que el ataque sea más enérgico. Con este reactivo se forman etch pits y un pitting usual como se puede observar en las figuras 76, 77, 78, 79, 80 y 81. En la tabla II se comparan las posiciones de los máximos entre los dos reactivos empleados.

Plano	Reactivo KELLER			Reactivo TUCKER		
(011)	84°	254°		85°	254°	
(174)	59°	139°	248°	62°	127°	254°
(323)	104°	204°	319°	83°	204°	332°

Tabla II. Comparación entre los reactivos KELLER y TUCKER.

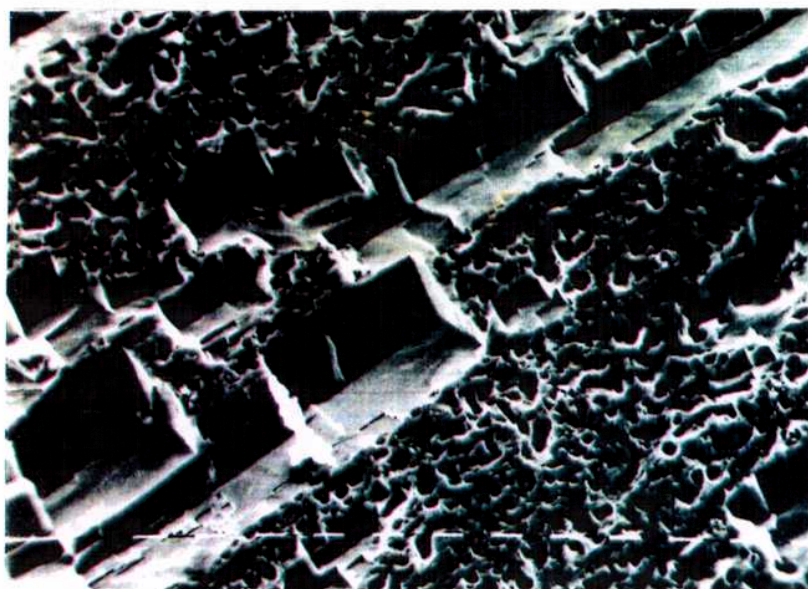


Figura 76. Aluminio. Plano (011). Reactivo Tucker. SEM. Aumento: 400x.

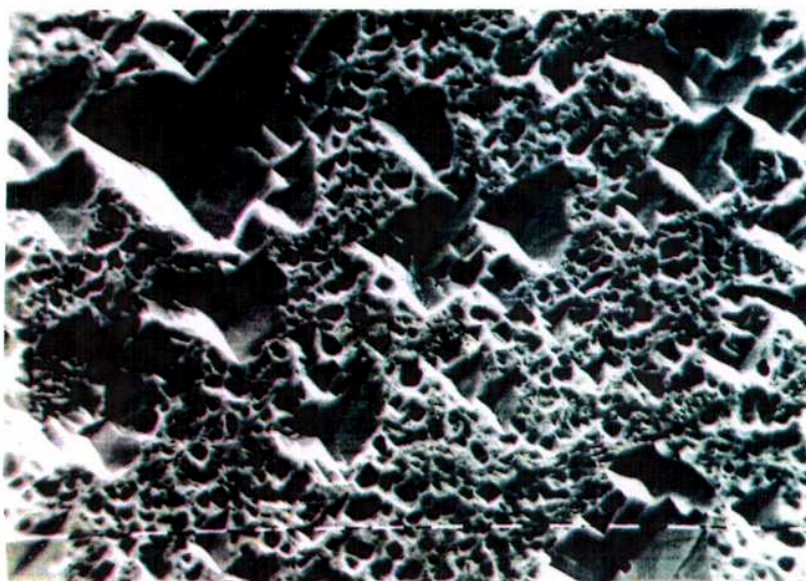


Figura 77. Aluminio. Plano (114). Reactivo Tucker. SEM. Aumento: 400x.

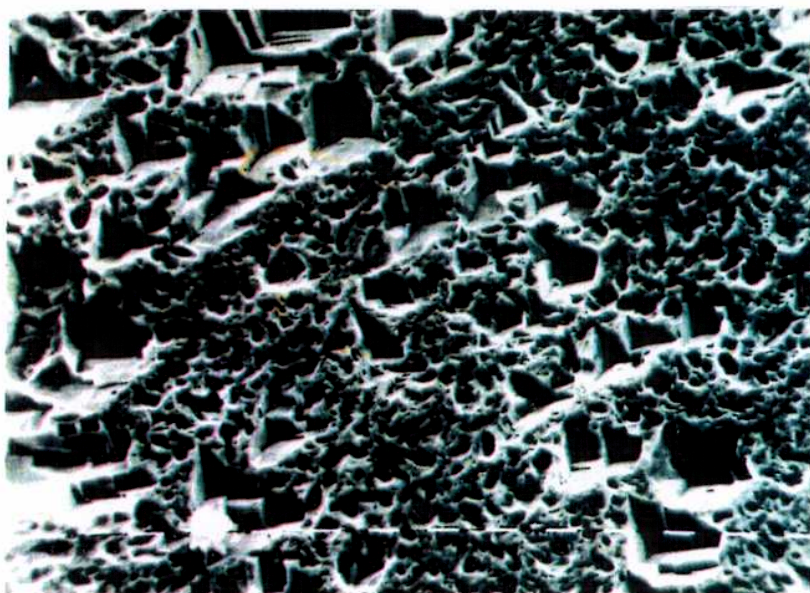


Figura 78. Aluminio. Plano (323). Reactivo Tucker. SEM. Aumento: 400x.

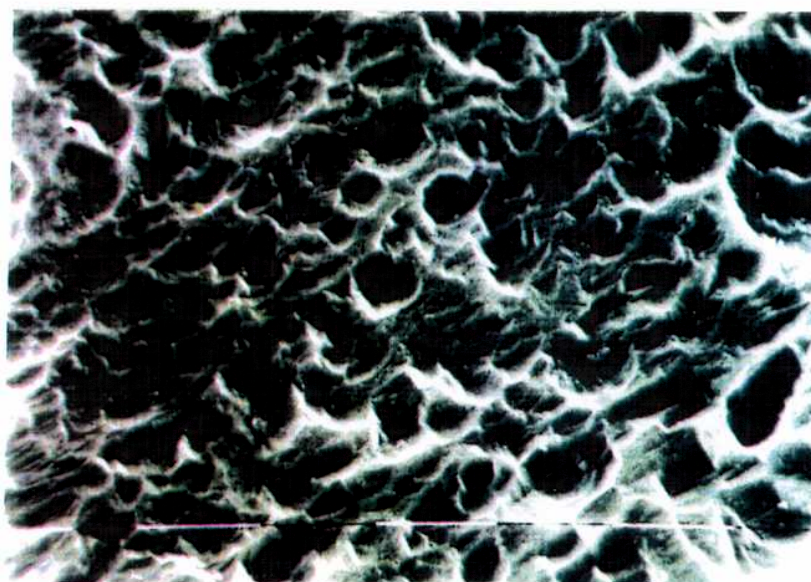


Figura 79. Aluminio. Plano (011). Zona intermedia entre figuras de corrosión bien definidas. Reactivo Tucker. SEM. Aumento: 1600x.



Figura 80. Aluminio. Plano (011). Figura de corrosión. Reactivo Tucker. SEM.

Aumento: 1600x.

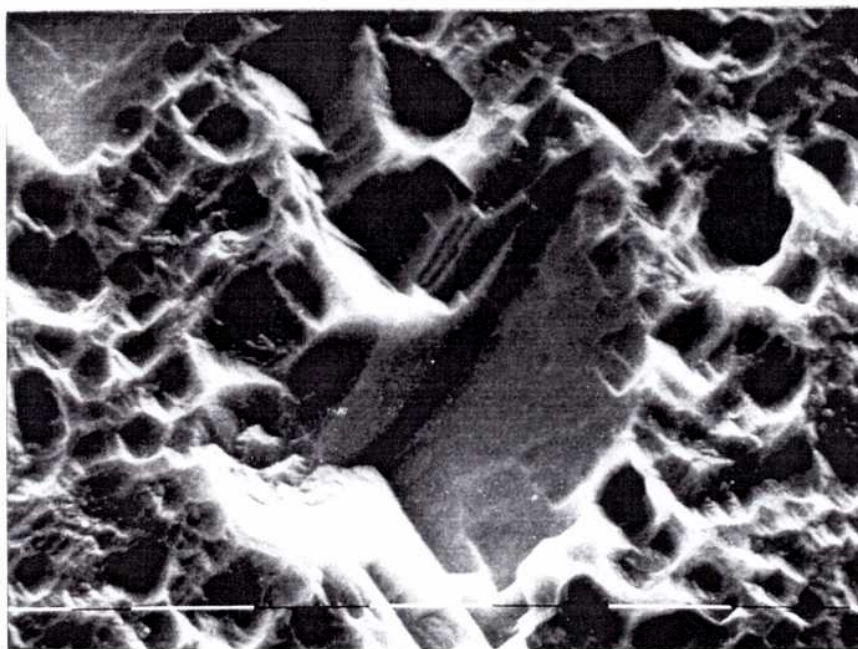


Figura 81. Aluminio. Plano (174). Figura de corrosión y zona intermedia. Reactivo Tucker. SEM. Aumento: 1600x.

También fueron analizados dos monocristales, cuyos planos eran (001) y (032). En el caso del primero se encontraron 4 máximos separados en 90° ; en el segundo se hallaron dos máximos separados en alrededor de 180° , utilizando los dos tipos de reactivos. Las figuras 82 y 83 muestran la superficie del grano (032), ya sea tras la acción del reactivo KELLER como del reactivo TUCKER. Se marcan en mayor medida las figuras de corrosión con este último reactivo.

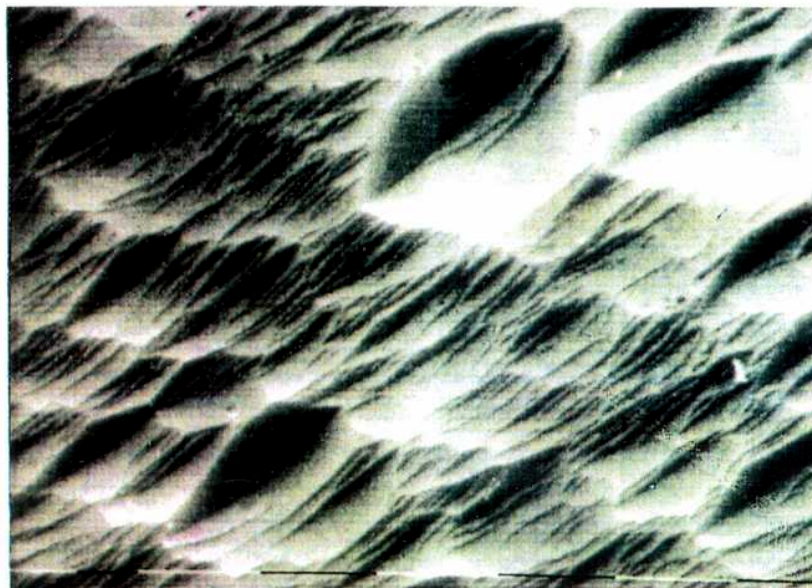


Figura 82. Aluminio. Grano (032). Keller. SEM. Aumento: 1600x.

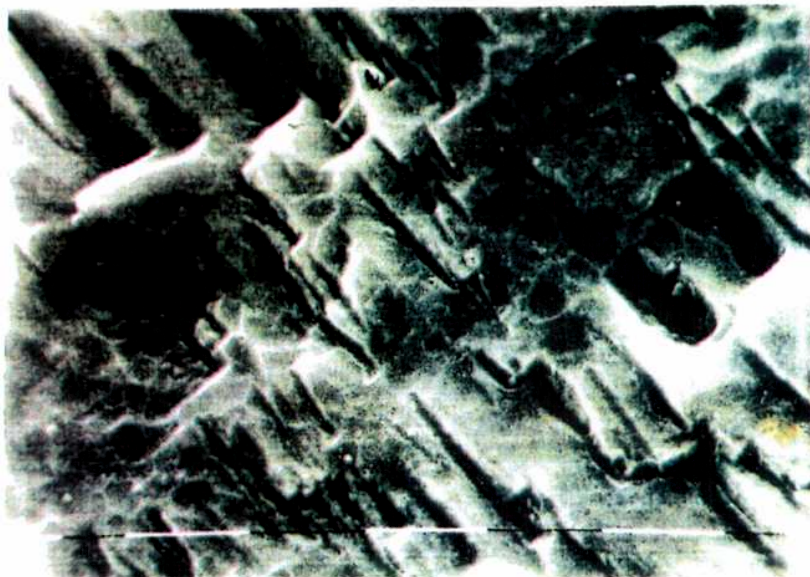


Figura 83. Aluminio. Grano (032). Tucker. SEM. Aumento: 1600x.

Las probetas analizadas sólo tenían un desbaste mecánico como paso previo al ataque químico. En la bibliografía [38, 39, 40] se menciona que los etch pits quedan perfectamente determinados si, previo al ataque químico, se realiza un pulido electrolítico para extraer las capas superficiales deformadas del material. En otro policristal se analizaron dos granos cristalinos, con las orientaciones $(3\ 2\ 5)$ y $(0\ \bar{1}\ 0)$. En la tabla III se comparan los resultados obtenidos cuando se realizó un pulido electrolítico antes del ataque químico con el reactivo TUCKER y cuando, como en los casos anteriores, no se realizó pulido electrolítico alguno. El plano cuya orientación era $(3\ 2\ 5)$ presentaba tres máximos y en la figura 84 se puede observar que tiene un etch pit triangular, mientras que el plano cuya orientación era $(0\ \bar{1}\ 0)$ presentaba cuatro máximos y en la figura 85 se puede observar que los etch pits son cuadrados.

Plano	Sin Pulido Electrolítico				Con Pulido Electrolítico			
(325)	45°	160°	300°		45°	160°	300°	
$(0\ \bar{1}\ 0)$	20°	120°	220°	310°	20°	115°	205°	310°

Tabla III. Reactivo TUCKER. Comparación con y sin pulido electrolítico.

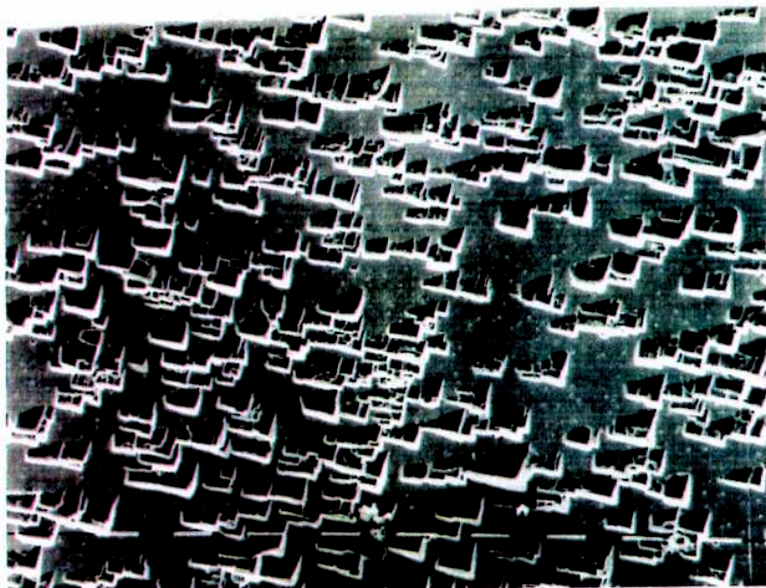


Figura 84. Aluminio. Plano (325) . Pulido Electrolítico y reactivo Tucker. SEM.

Aumento: 50x.

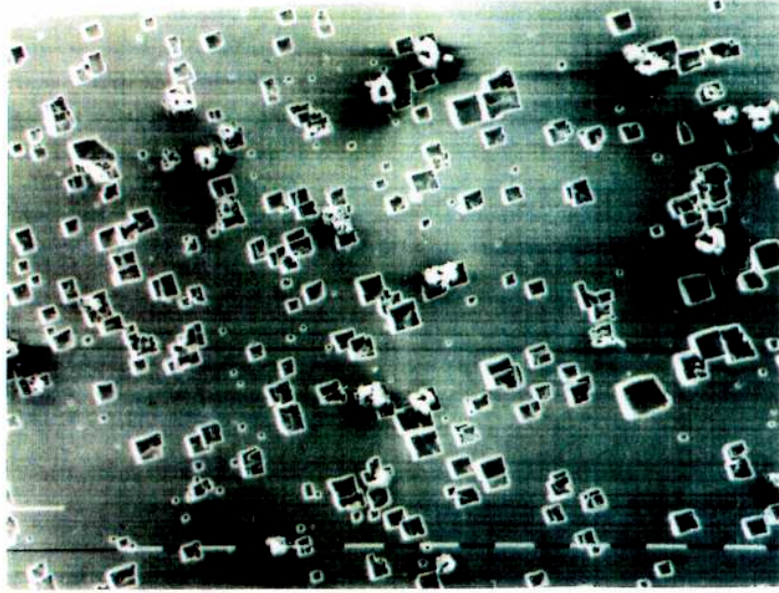


Figura 85. Aluminio. Plano $(0 \bar{1} 0)$. Pulido Electrolítico y reactivo Tucker. SEM.

Aumento: 50x.

En [37] se deduce la orientación cristalina por medio de los ángulos entre las aristas internas proyectadas de las figuras de etch pits triangulares, mediante las siguientes fórmulas

$$\cos \alpha_{12} = -\frac{|b \cdot k|}{\sqrt{(b^2 + l^2) \cdot (k^2 + l^2)}}; \quad \cos \alpha_{13} = -\frac{|b \cdot l|}{\sqrt{(b^2 + k^2) \cdot (k^2 + l^2)}} \quad \text{y}$$

$$\cos \alpha_{23} = -\frac{|k \cdot l|}{\sqrt{(b^2 + k^2) \cdot (b^2 + l^2)}}$$

siendo α_{ij} el ángulo entre las aristas i y j proyectadas sobre la superficie de la muestra (ver figura 86), y h , k y l los índices de Miller del plano superficial.

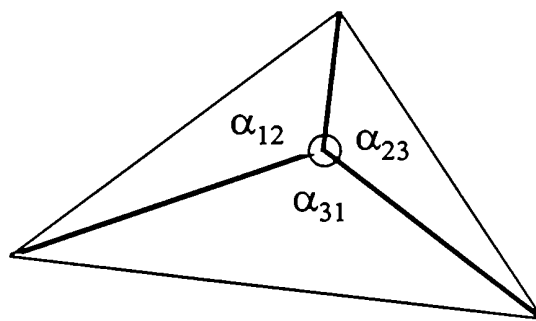


Figura 86: Esquema de la figura de corrosión triangular. α_{ij} son los ángulos entre la proyección de las aristas internas i y j sobre la superficie de la muestra.

Si aplicamos dichas fórmulas podemos observar en la tabla IV una coincidencia entre ángulos de las aristas internas proyectadas y las distancias entre los máximos hallados a través de las curvas $I(\varphi)$. Los ángulos se calcularon con los valores verdaderos (primera columna de la tabla I).

Plano	Ángulos entre la aristas internas			Distancia entre máximos		
(323)	110,56°	136,46°	112,98°	106°	138°	116°
(325)	102,40°	141,56°	116,04°	105°	140°	115°
(174)	101,93°	93,92°	164,15°	104°	89°	167°

Tabla IV. Comparación entre los ángulos de las aristas internas proyectadas de etch pits triangulares y la distancia entre máximos de las curvas $I(\varphi)$.

Del análisis de las curvas $I(\varphi)$ para cada grano cristalino, dentro de un policristal, se desprende que la ubicación angular de sus respectivos máximos varía con la orientación cristalográfica. Conviene resaltar que las curvas $I(\varphi)$ se obtuvieron para distintas zonas de un mismo grano cristalino.

Una comparación entre los ataques KELLER y TUCKER sin pulido electrolítico previo, tabla II, muestra que si bien el número de máximos para cada grano cristalino se mantiene constante no ocurre lo mismo con la distancia entre dichos máximos, excepto para el grano con la orientación (011). Una explicación factible es la diferencia morfológica que se produce con dichos reactivos entre los etch pits. En efecto el reactivo KELLER produce etch pits con bordes curvos, mientras que el reactivo

TUCKER lo hace con etch pits bien definidos. Además, cuando se realiza un pulido electrolítico la densidad de etch pits producida por el reactivo KELLER es menor que cuando se emplea el reactivo TUCKER.

Con la técnica ULOI no se aprecian diferencias en la ubicación de los máximos cuando, previo al ataque químico, se realiza un pulido electrolítico (tabla III). Las curvas generadas se deben a la luz laser difractada por todos los etch pits y al pitting usual que están presentes en el campo visual del microscopio, esto tiene por ventaja que no se mide un sólo etch pit sino varios, así posibles imperfecciones en algunos etch pits son compensadas por otros.

Por último, si aplicamos las fórmulas arriba citadas para etch pits del tipo triangular podemos deducir la orientación de un grano cristalino teniendo en cuenta la distancia entre los máximos de las respectivas curvas $I(\varphi)$. Con este método no es necesario tener una superficie libre de capas deformadas. Es decir, luego de un desbaste mecánico seguido de un ataque con el reactivo TUCKER hallaremos los mismos resultados que si hubiéramos intercalado un pulido electrolítico entre el desbaste mecánico y el ataque.

Por lo tanto, tras el análisis de la curva $I(\varphi)$ de un grano (sin necesidad de visualizar un etch-pit) se puede concluir lo siguiente:

- a) Si el gráfico posee dos máximos (separados en 180°), el grano es de la familia $\{110\}$;
- b) Si el gráfico posee cuatro máximos (separados 90° cada uno), el grano es del tipo $\{100\}$ y
- c) Si el gráfico posee tres máximos, el grano es del tipo $\{111\}$, pudiéndose en este caso calcular su orientación.

CAPITULO 7

Conclusión

"Me basta un solo recuerdo para comprender la crueldad del tiempo."

"En mi barco de locura navego hacia la isla del silencio, mientras oigo proveniente de la costa, la verborragia indolente de los cuerdos."

"Me ofrecieron el olvido ... y ahora no sé quién soy."

"Cierra el grifo, mujer ... que me estoy desangrando."

"Quise quitar una pequeñísima mancha ... tras lograrlo comprendí que había borrado mi vida ..."

"Fractal destino el mío. Viví varias muertes, pero sólo una se ha de llevar las mil vidas mías."

"Moliendo huesos, el Gran Titiritero acaba su función."

WELSCH

La obtención de la curva $I_{exp}(\varphi_i)$ y su posterior análisis utilizando el modelo propuesto permite enfocar de una forma distinta el estudio de la rugosidad cristalina, considerando a la topografía como combinación lineal ponderada de bordes rectos en diferentes direcciones superficiales, siendo los factores de peso las densidades lineales de los bordes respectivos. Es decir,

$$I_{Exp}(\varphi_i) = \sum_{\varphi_j} (\exp(-2(\varphi_j - \varphi_0)^2 / (\omega_d)^2) \cdot I^{Teo}_{\varphi_j}(\varphi_i))$$

siendo I^{Teo} la intensidad debida a un borde recto (ver pág. 68).

Si la descomposición de la superficie en distintas direcciones se realiza en forma continua, se puede considerar la integral en vez de la sumatoria.

A esta manera de considerar la topografía del material, se la denominó **rugosidad lineal**.

Permítaseme plantear con un ejemplo abstracto el concepto básico de la descomposición de la curva $I_{exp}(\varphi)$: tomemos y separemos una cresta de la rugosidad observada en la figura 32 (pág. 41). El perfil de dicha cresta, a la que denominaré **rugosidad unitaria**, se puede representar en general como una línea curva continua, y a su vez derivable en casi toda su extensión. Es decir, cada punto de la curva tiene su tangente. Considero a dichas tangentes como líneas rectas de un cierto largo l , igual en todos los casos y para todas las direcciones angulares. Estas juegan el papel de los bordes rectos (ver figura 87). Luego cada curva que representa la rugosidad unitaria es equivalente, desde el punto de vista de la técnica ULOI, a una serie de tangentes

$$Curva_{Rug.Unit} = \sum_i (tg)_i$$

siendo i los puntos de la curva. Esto es para una rugosidad unitaria, si se tienen j rugosidades en el campo visual, entonces

$$\sum_j Curva_{Rug.Unit_j} = \sum_j \left(\sum_i (tg)_i \right)_j$$

Puesto que el campo visual es circular, no todas las rugosidades unitarias pueden descomponerse en la misma cantidad de puntos (las longitudes no son iguales).

El concepto de rugosidad unitaria se presenta para simplificar el razonamiento anterior. Definirla no es fácil, se complica cuando se combinan distintos relieves. Se necesitaría realizar observaciones de la superficie a distintos aumentos, o bien con algún método que describa la topografía lo más exactamente posible. Luego, fijar un criterio

de selección. Por ejemplo, una línea curva cerrada podría describir una impureza o una inclusión en la superficie del material. En un caso semejante, la curva $I_{\text{exp}}(\varphi)$ sería una constante si la distribución de las rugosidades unitarias fuesen al azar (figura 62). Tendría máximos si la distribución fuese ordenada (figura 63).

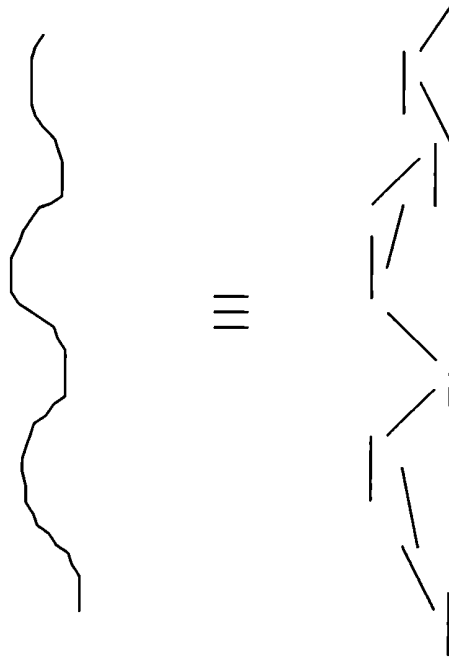


Figura 87. Esquema simplificado de la descomposición de la rugosidad unitaria en una serie de bordes lineales rectos.

El modelo presentado debe ser mejorado, aunque como primera aproximación responde bien a los resultados experimentales. Las correcciones a tener en cuenta son:

- 1) *Es necesario trabajar con una curva $I_{\text{teo}}(\varphi)$ más exacta, sin tantas aproximaciones, y comprobar si realmente las diferencias son importantes cuando se trabaja ya sea con una intensidad de la figura de difracción que varíe dentro del campo visual para un dado φ o bien que sea constante para todo φ y la variación sea un fenómeno ligado al movimiento de rotación de la figura, con lo cual se tendría una sola función K .*
- 2) *Tener en cuenta la curvatura de la figura de difracción a medida que barre el campo visual del objetivo utilizado, haciéndose más notoria la curvatura en los puntos extremos del campo visual (para φ alejados de φ_0).*

- 3) Considerar una mayor cantidad de funciones para la envolvente de las curvas $I_{teo}(\varphi)$, que ayude a encontrar una mejor descripción de la topografía.
- 4) Considerar la densidad de flujo de la sección transversal del haz laser incidente como gaussiana.
- 5) Realizar un análisis más detallado cuando la curva $I_{exp}(\varphi)$ es asimétrica.
- 6) Mejorar el sistema instrumental, ya sea para trabajar con un rango mayor de aumentos. Cuando se utiliza un mayor aumento, la distancia de trabajo del objetivo disminuye, lo que provoca a partir de un determinado aumento, la imposibilidad de iluminar la superficie con el laser.

En todas las observaciones es importante lograr lo siguiente: que el eje de rotación de la platina coincida con el eje del sistema óptico del microscopio, puesto que si la zona observada no se mantiene exactamente igual a largo de una rotación, la aparición o desaparición, por ejemplo, de alguna protuberancia superficial puede modificar la intensidad lumínica.

El cociente $\Gamma_{exp} \equiv \omega(S) / \omega(T)$, siendo $S < T$ dos aumentos distintos, permite estudiar el grado de paralelismo del diagrama de rugosidad lineal, comparándolo con el cociente $\Gamma_{teo} \equiv A.N.(S) / A.N.(T)$. Luego, para una dada zona superficial, se puede concluir que

1. Si $S < T$ y $\Gamma_{exp} > \Gamma_{teo}$, entonces en la zona captada con el aumento T hay una mayor densidad de líneas en la dirección angular del máximo.
2. Si $S < T$ y $\Gamma_{exp} = \Gamma_{teo}$, entonces no se tiene una variación del diagrama de rugosidad lineal.
3. No es posible tener, con $S < T$, $\Gamma_{exp} < \Gamma_{teo}$.

También se puede agregar que si dos zonas analizadas con el mismo aumento tienen el mismo parámetro ω , que surge del análisis de las respectivas curvas experimentales $I(\varphi)$, entonces el diagrama de rugosidad lineal de ambas zonas es el mismo.

Se ha visto que la iluminación ULOI es muy semejante al DFI o al método de Schlieren ² [41], lo que implica trabajar con los haces difractados. Por lo tanto, la incidencia oblicua de la luz sobre la superficie a analizar y en una sola dirección es lo que permite desarrollar el modelo de la rugosidad lineal. Para lograr este tipo de iluminación y poder ver las muestras con nitidez en el microscopio metalográfico, es necesario contar con una fuente de luz con una alta densidad de energía por unidad de superficie. Por ejemplo, un laser de He-Ne con una potencia cien mil veces menor que el de una lámpara de Hg, posee una luminosidad espectral de al menos 10 veces la luminosidad espectral de la lámpara de Hg. Un laser de 1 mw de potencia, en 1 milliradian (0.8×10 sterorad.), tiene una intensidad de 1.25×10 w/sterorad. Para obtener una misma intensidad con una lámpara omnidireccional, deberá tener ésta una potencia de alrededor de 16kw. Recordemos que se logra un haz más direccional a medida que la fuente se hace más pequeña. Luego, a luminosidad constante, la fuente tiene menor intensidad. Por lo tanto, el laser cumple con los requisitos pedidos. Es decir, su alta coherencia es de fundamental importancia. Por supuesto que si se desea observar con objetivos de aumentos mayores que 60x, es necesario modificar y mejorar el mecanismo de iluminación, debido a que la proximidad del objetivo a la muestra hace difractar el laser, impidiendo la correcta iluminación sobre la zona deseada. Aunque a este nivel de aumentos, es probable que este método ya no tenga aplicación práctica, debido a que las superficies cristalinas deben estar lo más espejadas posibles.

El hecho de tener una sola dirección de iluminación permite tener una mejor resolución de la curva $I(\varphi)$ en cuanto a su parámetro ω y por ende una mejor descripción de la rugosidad lineal.

Se me ha sugerido en varias ocasiones que tratase de eliminar el speckle para tener buenas observaciones de las superficies. Los resultados en tal sentido fueron negativos. Igualmente el hecho de la alta coherencia no era desfavorable, tal como se vió en párrafos anteriores. Más aún, el análisis del speckle [42] a nivel microscópico sería otra forma de estudiar la rugosidad superficial del grano cristalino.

² Es una palabra en alemán que significa rayas o estrías. A. Toepler introdujo este procedimiento en 1864 para examinar defectos en lentes.

Mediante el análisis de la curva $I(\varphi)$ se puede caracterizar la rugosidad lineal de la zona analizada, que bien puede ser un grano o una gran cantidad de ellos, dependiendo del tamaño de los mismos como del aumento del objetivo utilizado para el estudio. La posibilidad de describir la rugosidad de una amplia zona, aun cuando las dimensiones características de la rugosidad estén por debajo del poder resolutivo del objetivo.

Los resultados obtenidos indican una fuerte dependencia de las curvas $I(\varphi)$ con la orientación y estructura cristalina, siendo el parámetro φ_0 (ubicación del máximo de intensidad lumínica) el más sensible a esta condición. Este tipo de análisis podría ser aplicado al estudio de la textura de un material. Acaso construyendo un mecanismo semejante al stereogoniómetro de TAYLOR [43] se pueda medir la orientación cristalina sin la necesidad de tener granos grandes y realizar estudios de textura. Se ha visto que en el caso específico del Aluminio el análisis de la curva $I(\varphi)$ de un grano cristalino permite concluir lo siguiente:

1. Si el gráfico posee dos máximos (separados en 180°), el grano es de la familia $\{110\}$;
2. Si el gráfico posee cuatro máximos (separados 90° cada uno), el grano es del tipo $\{100\}$ y
3. Si el gráfico posee tres máximos, el grano es del tipo $\{111\}$, pudiéndose en este caso calcular su orientación.

Por lo tanto, es posible realizando los estudios convenientes que se puedan extender los resultados logrados en Aluminio a otros materiales.

La acción de distintos reactivos químicos en el material (no sólo en cuanto a su composición sino también en cuanto a la concentración de los constituyentes) puede ser analizado con este método (ver figuras 88, 89, 90, 91, 92, 93, 94 y 95), como así también la topografía de los óxidos que se forman. Es decir, comparar las curvas respectivas e inferir cómo se modifica la rugosidad lineal. Además podría ser útil como herramienta para el estudio del ataque térmico (thermal etching) [44], como para conocer la distribución de las figuras de corrosión debido a un ataque químico dado.

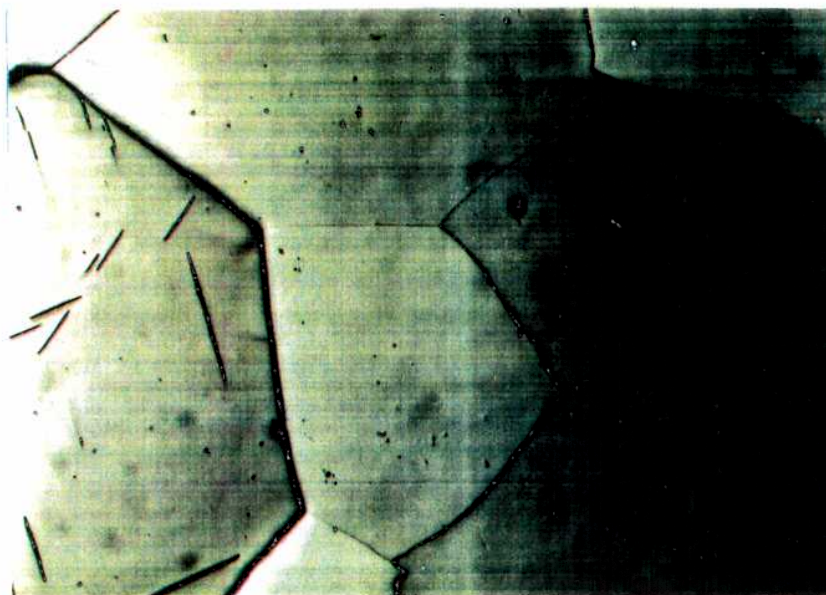


Figura 88. Cinc. Reactivo A. BFI. Aumento: 100x.

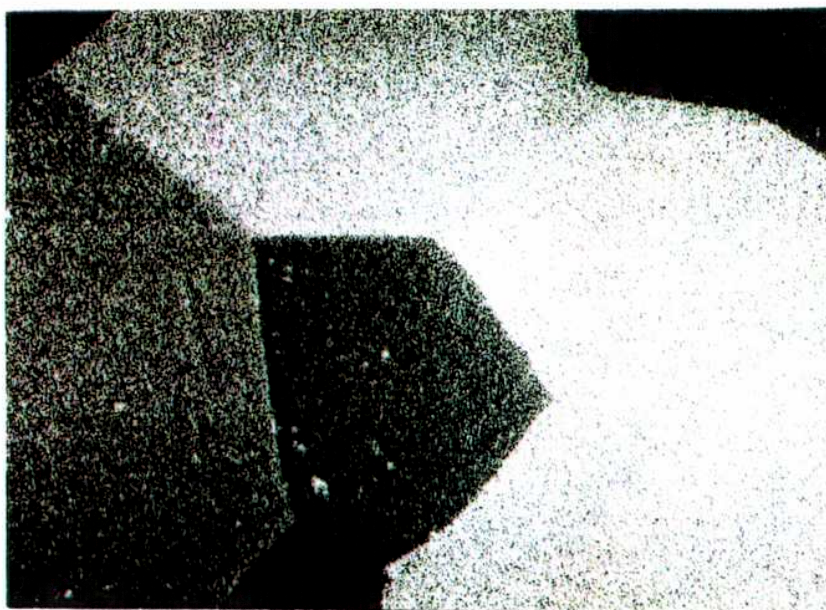


Figura 89. Cinc. Misma zona de la figura 88. Reactivo A. ULOI. Aumento: 100x.

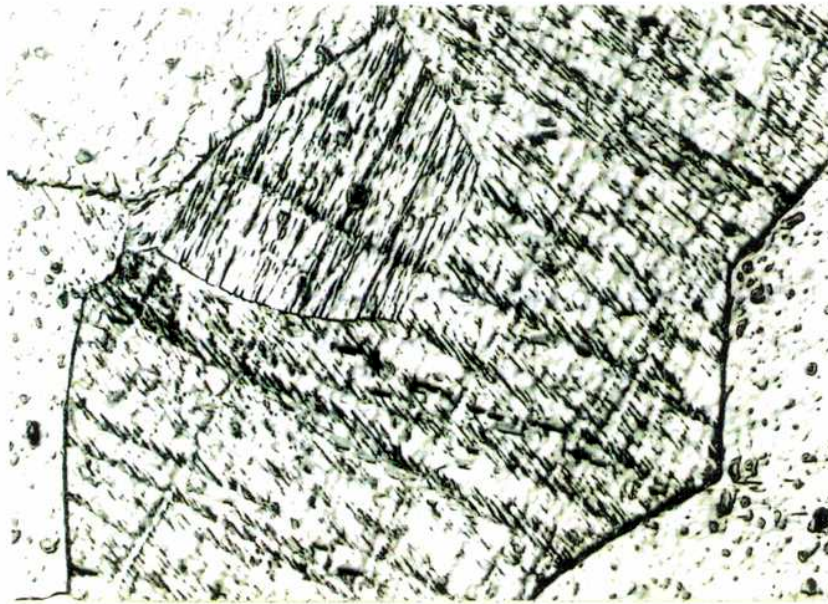


Figura 90. Cinc. Misma zona de la figura 88. Reactivo B. BFI. Aumento: 100x.



Figura 91. Cinc. Misma zona de la figura 88. Reactivo B. ULOI. Aumento: 100x.

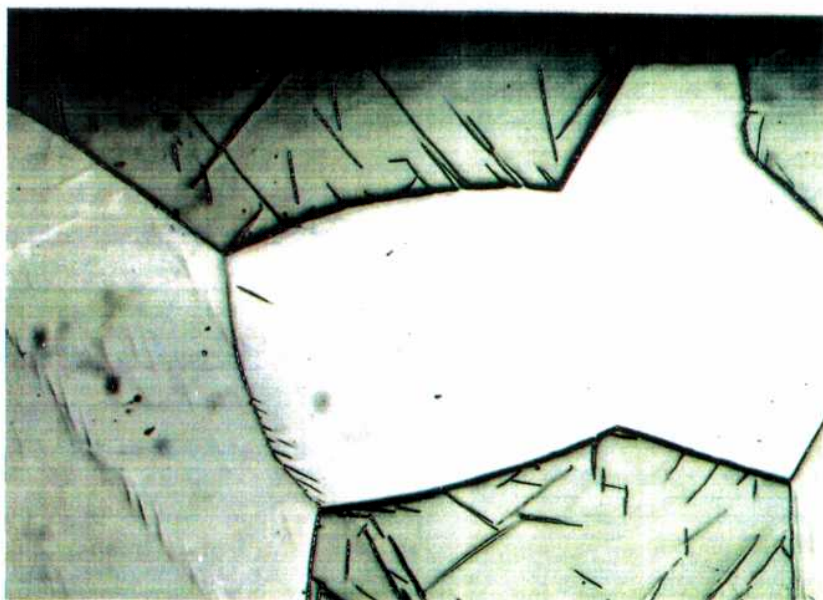


Figura 92. Cinc. Reactivo A. BFI. Aumento: 100x.

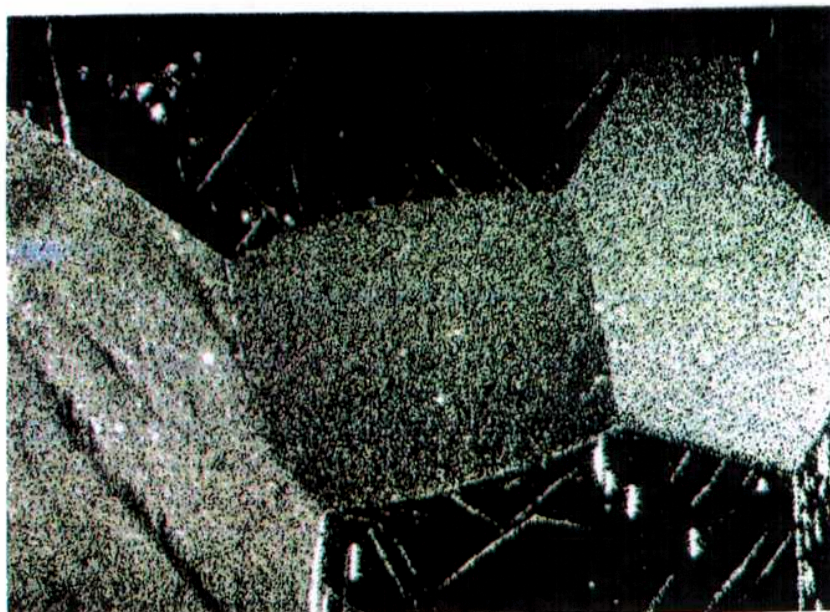


Figura 93. Cinc. Misma zona de la figura 92. Reactivo A. ULOI. Aumento: 100x.

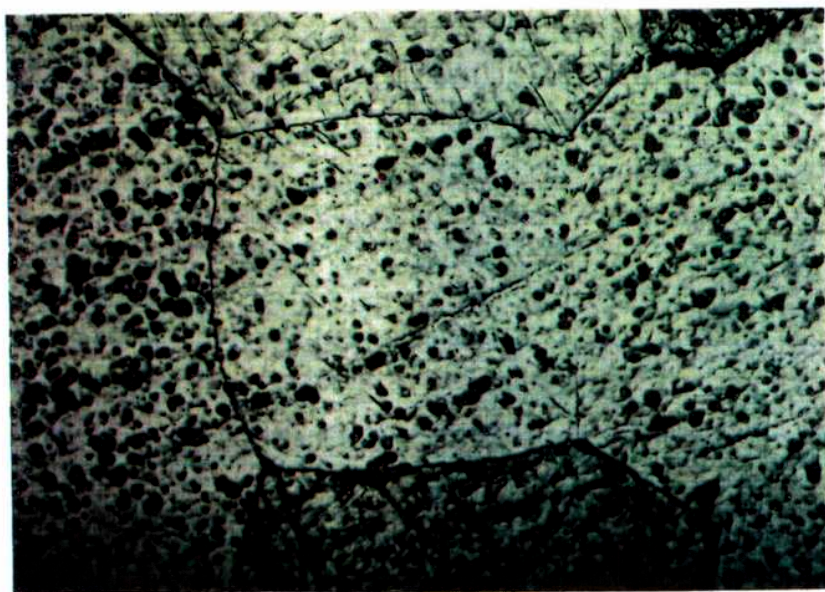


Figura 94. Cinc. Misma zona de la figura 92. Reactivo B. BFI. Aumento: 100x.

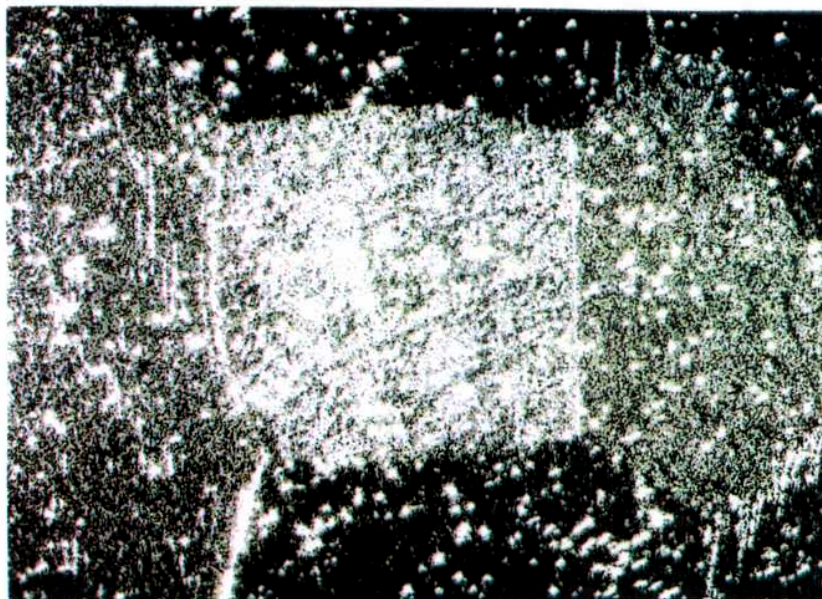


Figura 95. Cinc. Misma zona de la figura 92. Reactivo B. ULOI. Aumento: 100x.

Otro posible campo de aplicación es la microscopía de polímeros [45], en materiales para los cuales la iluminación BFI no es la más conveniente, como en materiales compuestos para estudiar la distribución de fibras.

La idea de la invariancia del diagrama de rugosidad lineal tendría conexión con el concepto de fractalidad, estudio que se está llevando a cabo actualmente [46, 47]. Por ejemplo, la figura 96 muestra una superficie de Aluminio que fue atacada químicamente con el reactivo Keller. Se aprecia una similitud de las figuras de corrosión a distintas escalas. Es en este punto donde adquiere importancia el hecho de poder trabajar con diferentes aumentos. Aparentemente, el parámetro Γ tendría aplicación en estos estudios.

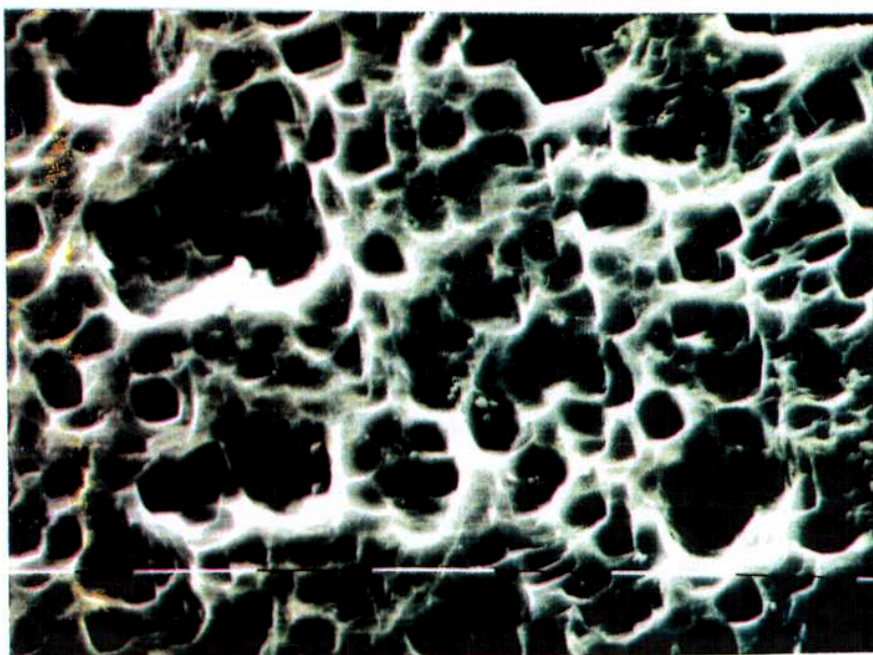


Figura 96. Superficie de Aluminio. Reactivo Keller. SEM. Aumento: 1600x.

Todo tema relacionado con la distribución de relieves [48], la percepción visual de texturas, con sus estadísticas de primer, segundo y tercer orden, pueden ser encaradas, quizás, con este método [49].

Es decir, cualquier fenómeno que de alguna forma modificara la superficie del material podría ser estudiado con esta técnica.

Actualmente se está estudiando cuan útil puede llegar a ser esta técnica para cuantificar la concentración de hidruros en una muestra de Zr-Nb. El razonamiento aplicado es que a una mayor concentración de hidruros se tiene una mayor intensidad

lumínica. Existe una mayor cantidad de centros dispersores o bordes lineales rectos. Los primeros resultados han mostrado que las curvas $I(\varphi)$ medidas tienen una fuerte componente debida a la estructura propia del material que se revela por el compuesto químico utilizado. Por lo tanto, se está tratando mediante algún pulido mecánico específico de disminuir el efecto de la estructura luego del ataque químico sin afectar los hidruros. Se ha visto teóricamente que si la curva $I(\varphi)_{\text{est}}$ debida solamente a la estructura tiene un ω diferente al de la curva $I(\varphi)_{\text{hid}}$ propia de los hidruros, entonces la curva $I(\varphi)$ medida, que es suma de las dos anteriores, tendrá un ω que será función de la concentración. Es decir, no hay necesidad de trabajar con la variable intensidad.

El modelo establece que las curvas $I(\varphi)$ son producto de la difracción del haz laser incidente producida por la topografía, la cual es presentada como una **rugosidad lineal**, que a su vez es una composición de **rugosidades unitarias**. Este modelo es fenomenológico. Explica las curvas experimentales, pero no define precisamente qué es la rugosidad lineal. Quizás, con investigaciones futuras y nuevas ideas se obtenga un modelo mejorado o bien se explique físicamente el concepto de rugosidad unitaria o lineal, lo cual me lleva a recordar la teoría de F. LONDON y H. LONDON para explicar la superconductividad con el concepto de "electrones superconductores". Era una teoría fenomenológica que describía la ausencia de resistencia a la corriente continua y el efecto MEISSNER-OKSENFELD, pero no daba respuesta a qué eran los "electrones superconductores".

Resumiendo, es probable que este nuevo tipo de iluminación implementado en el microscopio óptico metalográfico y la adquisición de las curvas $I(\varphi)$ permita analizar en forma rápida y sencilla observaciones metalográficas, que de otra manera requerirían de técnicas más específicas [50] y, además, que la aplicación del modelo planteado sirva como herramienta teórica para describir, en una primera aproximación, la topografía de la superficie cristalina.

APENDICES

Cuando mis amigos son tuertos, los miro de perfil.

COURBET

No puedo perder el tiempo en ganar dinero.

AGASSIZ

Desear la inmortalidad es desear la perpetuación de un gran error.

SCHOPENHAUER

Viendo las muchas cosas que se vendían en el mercado, solía exclamar: Cuánto hay que no necesito!

SOCRATES

Complace a todos y no complacerás a nadie.

ESOPO

A I

Formación de imágenes - Abbe

La luz que ilumina el objeto incide sobre la lente del microscopio, experimentando difusión (difracción) por los detalles del objeto de manera que la estructura del haz luminoso depende del aquél. Veamos el caso cuando la iluminación es realizada por un haz paralelo (difracción de Fraunhofer) y el objeto tiene una forma simple, por ejemplo, constituye una red perfecta [31, 51]. Precisamente el período d de la red es en este caso una característica del detalle, mientras que el poder separador del microscopio define la posibilidad de diferenciar una red más o menos menuda, es decir, el valor mínimo de d .

La difracción del haz paralelo en la estructura observada da en el plano focal FF del objetivo una serie de máximos principales, las distancias angulares entre los cuales dependen del período de la red (figura II). Si los haces incidentes son normales a la superficie del objeto y están dirigidos a lo largo del eje del sistema, entonces la posición de estos máximos se obtiene de la condición

$$d \cdot \sin \varphi = m \cdot \lambda$$

donde m es el número entero que define el orden de los máximos.

Así tenemos todos los máximos A_0 , A_1 , A_1' , A_2 , A_2' , etc. Debido a que todos estos máximos de difracción responden a rayos coherentes, detrás del plano focal del objetivo estos rayos al encontrarse deberán interferir entre sí dando en el plano P2P2, que es conjugado del plano del objeto P1P1 con respecto al objetivo OO, la imagen del mismo objeto. De esta manera tanto el conjunto de máximos de difracción en el plano FF, como el cuadro resultante, dado por el objetivo en el plano P2P2, dependen del objeto y sirven como su imagen.

ABBE denominó al cuadro en FF *imagen primaria*, al cuadro en P2P2 *imagen secundaria*. También se las denominan *espectro* e *imagen*, respectivamente.

No es difícil ver que para obtener una imagen correcta del objeto es necesario que la imagen en el plano P2P2 se forme como resultado de la interacción de los rayos que vienen desde todos los máximos. En efecto, supongamos que algún obstáculo retuvo todos los rayos, excepto la luz de A_0 . En este caso la imagen en la pantalla P2P2

debería de representar tal objeto, cuyo espectro de difracción se reduzca a un solo máximo central. Pero este caso puede tener lugar solamente si el haz paralelo no ha experimentado ninguna difracción en el objeto, es decir, si el objeto está ausente, y en el plano P2P2 se obtendrá una iluminación homogénea sin ninguna imagen. Si detuviésemos todos los máximos de difracción de orden impar, entonces la imagen secundaria correspondería a aquella primaria que constara de A_0 y de los órdenes pares, es decir del conjunto de máximos que sería originado por la presencia en P1P1 de una red con un periodo dos veces menor (una red más tupida).

Sólo el conjunto completo de máximos de difracción dará la imagen secundaria en correspondencia con el objeto. Además, el conjunto de máximos dispuestos a un solo lado del centro (por ejemplo, m positivos), es suficiente para transmitir todos los detalles, ya que los demás solamente intensifican la luminancia, sin variar los pormenores del cuadro. Un significado particular tienen los máximos de los primeros órdenes dispuestos bajo pequeños ángulos y que son originados por los detalles más grandes y generalmente más importantes de la estructura y que básicamente predeterminan la forma del objeto real. Los máximos que se encuentran bajo grandes ángulos se definen principalmente por los detalles más pequeños del objeto, los cuales pueden ser también muy característicos.

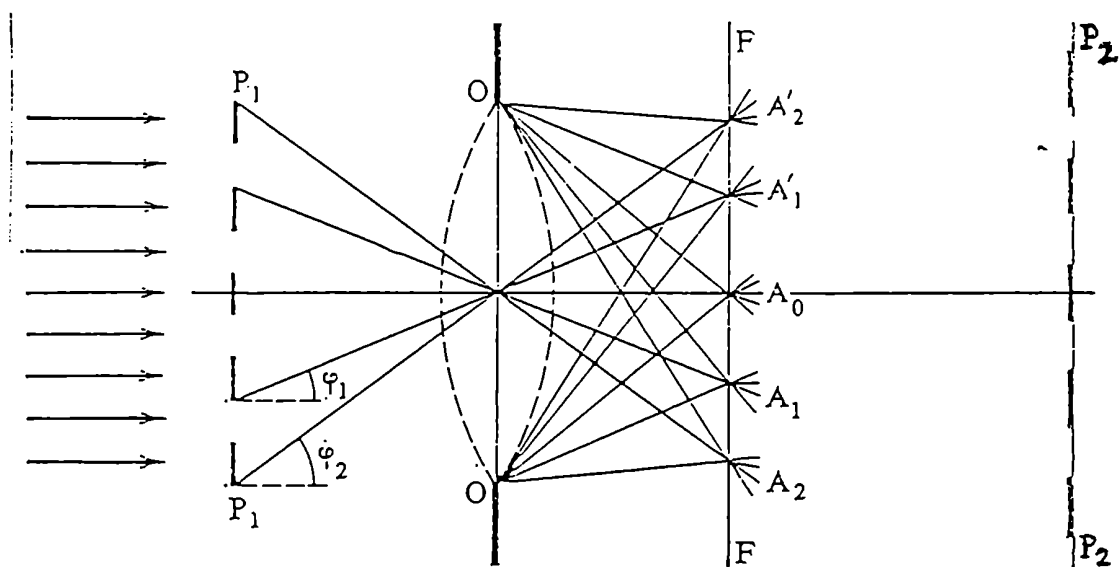


Figura 11. Teoría de difracción del microscopio de Abbe.

Si el haz iluminador va bajo un ángulo α con respecto al eje del microscopio y se difracta bajo un ángulo α_0 , entonces la condición de máximos será

$$\sin \alpha_0 - \sin \alpha = m\lambda/d$$

llegando a

$$d \geq (0.5 \lambda) / (n \sin u)$$

Por lo tanto, para los objetos iluminados como para los autoluminosos, el poder separador del microscopio depende de la *apertura numérica* (figura I2).

El método de Abbe no sólo permite hallar el valor del poder separador para los objetos iluminados, sino que muestra también que los resultados de la observación en el microscopio pueden depender fuertemente de las condiciones de observación.

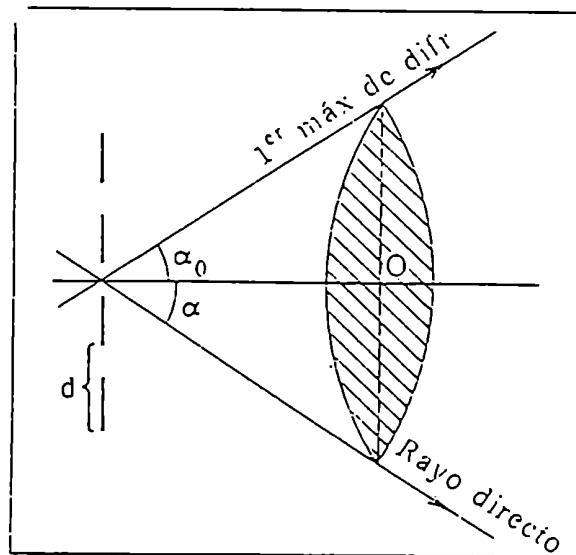


Figura I2. Importancia de los haces oblicuos para aumentar el poder separador del microscopio.

En el caso de un objeto iluminado no siempre se tiene una coherencia completa. Los puntos del objeto iluminado envían una luz completamente coherente sólo en el caso, si las dimensiones angulares de la fuente son tan pequeñas, que el ángulo, bajo el cual ésta se ve desde el lugar donde está situado el objeto, es pequeño en comparación con λ/d , donde d es la distancia entre los puntos iluminados del objeto. En este caso las ondas que llegan desde distintos puntos de la fuente hasta los puntos iluminados poseen una diferencia de fase pequeña en comparación con 2π , de manera que la interferencia de ondas difundidas por los puntos objeto dará prácticamente un mismo efecto

independiente del punto de la fuente, del cual venga la onda iluminadora (coherencia). Cuando las dimensiones angulares de la fuente son grandes en comparación con λ/d , entonces la luz que llega a los puntos iluminados desde diferentes puntos de la fuente tendrá todas las posibles diferencias de fase desde cero hasta 2π , y por lo tanto las ondas difundidas por los puntos objeto podrán dar los más variados cuadros de interferencia (incoherencia). En condiciones reales la iluminación del objeto en el microscopio se efectúa con anchos haces de rayos, y por lo general, no tiene lugar una coherencia completa.

La dimensión de la región de coherencia en el plano del objeto iluminado es

$$2l_{\text{coh}} = \lambda/\theta$$

donde θ es la dimensión angular de la fuente. Si la dos veces la longitud de coherencia es menor que el intervalo mínimo discernible d , entonces tendremos una iluminación incoherente, en el caso contrario la iluminación será coherente.

A II

Crecimiento de monocristales

La extracción de un cristal de un material fundido se logra utilizando una semilla de monocristal [52, 53]. Muchas veces no se cuenta con una semilla monocristalina, por lo tanto se utilizan algunas con diversos cristales.

Generalmente la obtención del cristal del material fundido se realiza en una atmósfera inerte o en vacío. En ciertos casos, cuando el material fundido tiene una presión de vapor alta, se debe hacer uso de un gas inerte (ejemplo Ar) con presión mayor que la atmosférica.

La estabilidad de la fundición es, sin embargo, la mayor limitación de este método de crecimiento. Hoy día es aceptado que para la perfección del cristal, fluctuaciones térmicas y mecánicas deben ser evitadas. Estas fluctuaciones causan crecimiento irregular y la inclusión de imperfecciones en el cristal [53].

Es muy importante también que la interfase cristal-fundición (sólido-líquido) sea plana. Esto reduce los esfuerzos mecánicos que ocurren durante el enfriamiento y evita la deformación cuando el cristal está en estado plástico.

Las fluctuaciones térmicas pueden ser eliminadas con un control exacto de la temperatura de fusión. El grado de control de ésta requerida para el crecimiento del cristal depende en gran medida del material, su punto de fusión, conductividad térmica, etc. La rapidez del crecimiento depende del gradiente de temperatura en la interfase. Cuanto más abrupto el gradiente, mayor velocidad de crecimiento es permitido. Las velocidades típicas varían entre 4 y 0.1 cm/h. Aunque cuanto más lento es el crecimiento, más perfecto es el cristal final.

Asumiendo un alto grado de control térmico y mecánico, lo único que puede afectar la imperfección del cristal es la pureza del material. Cuanto más puro, mejor.

Digamos también que es usual, cuando se hace crecer un cristal, mantener la temperatura inicialmente por sobre el punto de fusión, para permitir una completa fusión del material.

Bajo estos principios se compone el METODO DE BRIDGMAN-STOCKBARGER, donde el crecimiento se realiza en un horno con gradiente de temperatura en su interior. Las velocidades de crecimiento son de alrededor de 10 y 1 mm/h. Es fundamental que el movimiento del material dentro del horno sea lo más lento posible, para permitir que el calor de la cristalización sea conducido hacia abajo a través del cristal. Luego la interfase sólido-líquido se mantiene plana y horizontal. Si el descenso es muy rápido, el enfriamiento puede ocurrir desde los costados produciendo un crecimiento de cristales espúreos y una muestra policristalina.

Este método de crecimiento de monocristales se basa especialmente en lo que se denomina fusión zonal. Esta data de los trabajos de BRIDGMAN de 1926. El mostró que cuando un pedazo de material se solidifica desde una punta, las impurezas son rechazadas por el sólido en crecimiento y se acumulan en el líquido. Cuando se completa la solidificación tenemos una distribución de impurezas a lo largo del mismo. Seleccionando las partes del material que solidificaron primero, el proceso vuelve a repetirse hasta obtener una considerable purificación. Este procedimiento recibe por nombre " congelamiento normal " (normal freezing). Además de utilizarse en el crecimiento de monocristales y purificación de materiales, se emplea para preparar junturas p-n, n-p-n, materiales homogéneos con una concentración conocida de impurezas, compuestos intermetálicos inestables o aleaciones peritéticas.

El mayor avance se registró en 1952 cuando PFANN observó que si sólo una pequeña sección de la muestra era fundida, esta zona fundida podía pasarse repetidamente a través del material, llevándose impurezas consigo a cada paso. Este procedimiento recibe por nombre " fusión por zona " (zone melting).

El procedimiento descubierto por PFANN se utiliza muy a menudo para el crecimiento de monocristales. Se coloca una semilla de cristal en uno de los extremos del crisol, que a su vez contiene el mismo material policristalino. Una pequeña zona del mismo es fundida. Esta zona se mueve lentamente hacia la semilla hasta obtener la fusión total del material. Luego se invierte la dirección de movimiento y la semilla comienza a crecer.

Las posibles causas que impidan la obtención de un monocristal pueden ser, entre otras, las siguientes:

- a) Excesiva masa de material y una inadecuada velocidad de avance del frente de solidificación, causa esencial para la formación de centros de nucleación en los bordes. Perdidas de calor en dirección transversal al frente de avance.*
- b) Crisol demasiado grande.*
- c) Material demasiado impuro.*

A III

Métodos de difracción por rayos X

Los procedimientos usuales para el cálculo de orientaciones cristalinas se basan en la difracción de rayos X [54, 55, 56]. Difracción ocurre siempre que la ley de BRAGG se satisface:

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

siendo λ la long. de onda, d el parámetro de la red y θ el ángulo de incidencia.

Esta ecuación pone condiciones sobre λ y θ para cualquier cristal.

Existen tres métodos principales de difracción:

Método	λ	θ
Laue	Variable	Fijo
Rotación	Fijo	Variable (en parte)
Debye-Scherrer	Fijo	Variable

Método de Laue

Se ilumina en forma fija un cristal con un haz de radiación blanca, es decir el espectro continuo de cualquier tubo de rayos X. El ángulo θ de BRAGG es por lo tanto fijo para cualquier conjunto de planos en el cristal. Cada haz difractado tiene una longitud de onda diferente.

Existen dos variaciones del método de Laue, dependiendo de la posición relativa de la fuente, cristal y película. En cada caso, la película es plana y se ubica en forma perpendicular al haz incidente.

En el método de transmisión (método original de LAUE), la película se coloca detrás del cristal, de manera de recoger los haces difractados de avance.

En el método de reflexión, la película se ubica entre el cristal y la fuente de rayos X.

Los haces difractados forman manchas (spots) en la película. Estas manchas descansan sobre ciertas curvas. Estas son generalmente elipses o hipérbolas para los

diagramas de transmisión e hipérbolas para los diagramas de reflexión. Las manchas que forman una curva son las reflexiones de los planos pertenecientes a una zona. Las posiciones de las manchas en la película, para las dos variaciones de este método, dependen de la orientación del cristal relativo al haz incidente.

Si el cristal está deformado, las manchas van a aparecer distorsionadas y alargadas.

Estos dos hechos mencionados explican los principales usos del método de Laue:

- a) Determinación de la orientación cristalina
- b) Verificación de la perfección cristalina

Método de rotación

En este caso el cristal se monta con uno de sus ejes, o una dirección cristalográfica importante, en forma normal al haz monocromático de los rayos X. Una película cilíndrica se ubica alrededor, y el cristal es rotado alrededor de la dirección elegida. El eje de la película coincide con el eje de rotación del cristal.

A medida que el cristal rota, un conjunto particular de planos van a formar, por un instante, el ángulo de BRAGG correcto para la reflexión del haz incidente, y ese es el momento en que se forma el haz reflejado.

El principal uso de este método es la determinación de la estructura de cristales desconocidos, o de las estructuras cristalinas desconocidas.

Método de Debye-Scherrer (Powder method)

En este caso, el cristal a ser examinado se reduce a un polvo muy fino. Cada partícula del polvo es un pequeño cristal orientado al azar con respecto al haz incidente. Algunas partículas van a estar orientadas para que sus planos (100), por ejemplo, puedan reflejar el haz incidente. Otras correctamente orientadas para los planos (110), y así siguiendo. El resultado es que cada conjunto de planos cristalinos va a ser capaz de reflejar. La masa del polvo es equivalente a un cristal rotado, pero no alrededor de un eje, sino de todos los posibles.

En este método, una cinta fina de película se ubica en un cilindro corto, con la muestra colocada en su eje y el haz incidente dirigido en forma perpendicular a este eje. Los conos de la radiación difractada intersecan la película formando líneas.

Midiendo la posición de una línea de difracción en la película, θ puede ser determinada y conociendo λ , podemos calcular d de los planos cristalinos reflectantes que causan la línea.

Este método es especialmente útil para determinar parámetros de red con una alta precisión, y para la identificación de fases.

A IV

a) Construcción del fotómetro

Puesto que el fotómetro del microscopio metalográfico Reichert no era lo suficientemente sensible a las intensidades de luz laser observadas, se decidió construir uno [57]. Para ello se consiguió un fototransistor TIL 78, un multímetro digital, una resistencia y una fuente de alimentación.

El fototransistor se ubicó en un tubo opaco de plástico, cuyo diámetro era levemente superior al diámetro de uno de los oculares del microscopio. Como fuente de alimentación se utilizó una pila de 9 voltios. El valor de la resistencia, sobre la cual se midió la caída de tensión, fue de 450 k Ω . Para determinar estos dos valores fue necesario realizar una serie de pruebas con distintos valores de tensión y resistencia, puesto que la idea era trabajar en la zona lineal de la curva del fototransistor.

b) Medición del ángulo de incidencia

Para medir el ángulo de incidencia (α) del haz laser sobre la muestra, se procedió de la siguiente manera: se captó el haz geoméricamente reflejado en la muestra, sobre una pantalla ubicada a una distancia D del objetivo del microscopio metalográfico. Posteriormente, tras quitar la muestra de la trayectoria del haz laser, se captó el haz en la pantalla, ubicándose a una distancia L del punto imagen geoméricamente reflejado.

Luego despejando α de la ecuación

$$\text{tg } \alpha = L/2D$$

se obtiene el ángulo de incidencia del haz laser [57].

Referencias

- [1]- C. S. Smith, "A History of Metallography", Chicago Press, USA, (1960)169-185.
- [2]- F. Povolo, E. Favret y A. Canzian, Actas de las Jornadas'90 de la Sociedad Argentina de Metales, Huerta Grande, Córdoba, (1990)305.
- [3]- A. Canzian, E. Favret y F. Povolo, Actas de las Jornadas'93 de la Sociedad Argentina de Metales, Bariloche, Río Negro, (1993)225.
- [4]- E. Favret, F. Povolo y A. Canzian, Actas de las Jornadas'93 de la Sociedad Argentina de Metales, Bariloche, Río Negro, (1993)229.
- [5]- R. C. Gifkins, "Optical Microscopy of Metals", Sir Isaac Pitman & Sons, London, (1970)47-58.
- [6]- M. Pluta, "Advanced Light Microscopy", Elsevier, Amsterdam, Vol 2, (1989)105.
- [7]- G. Landsberg, "Optica", Ed. Mir, Primer Tomo, (1984)370-382, 387-389.
- [8]- A. Canzian, E. Favret y F. Povolo, Actas de las Jornadas'93 de la Sociedad Argentina de Metales, Bariloche, Río Negro, (1993)221.
- [9]- O. Jones, Phil. Mag., 48(1924)207.
- [10]- Conn and Bradshaw, "Polarized Light in Metallography", Academic Press, London, (1952)70-87.
- [11]- E. Perryman and J. Lack, Nature, 167(1951)479.
- [12]- D. Woodward, Trans. Amer. Inst. Min., 185(1949)722.
- [13]- D. McLean, A. Tate and M. Farmer, Nature, 165(1950)75.
- [14]- D. Vassallo y S. Comas, "Introducción a la Metalurgia", Gerencia de Desarrollo, CNEA, Buenos Aires, (1987)40-49.
- [15]- Y.M. Lajtin, "Metalografía y Tratamiento térmico de los Metales", MIR, Moscú (1973)102-112.
- [16]- D. Clark and W. Varney, "Physical Metallurgy for Engineers", van Nostrand Company, (1966)104-111.
- [17]- G. Kehl, "Fundamentos de la Práctica Metalográfica", Ed. Aguilar, Madrid, (1954)3-28.
- [18]- Metals Handbook, Vol. 9, ASM, Materials Park (1985)62-63, 139-142.
- [19]- H. Klemm, Prakt. Metallogr., 5(1968)163.
- [20]- G.F. Vander Voort, Acta Microscopica, 5(B)(1996)52.

- [21]- G. Petzow, V. Carle and U. Täffner, Workshop Color Etching, 31st Annual IMS Convention, July 26-29, 1998, Ottawa, Canada.
- [22]- W. Schatt, Prakt. Metallogr., 4(1967)620.
- [23]- J. Keller, J. Optical Soc. Am., 52(1962)116.
- [24]- J. Keller, J. Appl. Phys., 28(1957)426.
- [25]- A. Sommerfeld, "Optics", Academic Press, New York, (1964)247-272,311-312.
- [26]- A. Rubinowicz, Ann. Physik., 53(1917)257, 73(1924)339.
- [27]- N.G. van Kampen, Physica, 14(1949)575.
- [28]- J.B. Keller, R.M. Lewis and B.D. Seckler, J. Appl. Phys., 28(1957)570.
- [29]- J. Coulson and G. Becknell, Phys. Rev., 20(1922)594, 20(1922)607.
- [30]- F. Jenkins and H. White, "Fundamentals of Optics", McGraw Hill, 2 Ed. (1950) 283-286, 297-299.
- [31]- Max Born and E. Wolf, "Principles of Optics", Pergamon Press, 6 Ed., (1980)370-407, 418-428.
- [32]- G. Vander Voort, "Metallography, Principles and Practice", McGraw Hill (1984)282-309.
- [33]- E. Hecht and A. Zajac, "Optica", Addison-Wesley Iberoamericana, (1974)385-388.
- [34]- R. Hoover, Am. J. Phys., 37(1969)871.
- [35]- M.R. Spiegel, "Teoría y Problemas de Estadística", Compendios Serie Schaum, Mc Graw Hill, (1969)89-92.
- [36]- R.W.Cahn, J. Inst. Metals, 79(1951)144.
- [37]- E.Horn, U.Lotter, Prakt. Metallogr., 22(1985)439.
- [38]- G.E.G.Tucker, P.C.Murphy, J. Inst. Metals, 8(1952-53)235.
- [39]- E.Horn, U.Lotter, Prakt. Metallogr., 22(1985)397.
- [40]- P.Lacombe, L.Beaujard, J. Inst. Metals, 74(1948)1.
- [41]- W. Lauterborn, T. Kurz and M. Wiesenfeldt, "Coherent Optics", Springer Verlag, Berlin, (1995)166-169.
- [42]- R. Erf, "Speckle Metrology", Academic Press, New York, (1978)11-47 .
- [43]- A. Taylor, J. Sci. Instru., 25(1948)301.
- [44]- "Metallography 1963", Sorby Centenary Conference, The Iron and Steel Institute, Sheffield, Inglaterra, (1964)93-100.

- [45]- D.A. Hemsey, "Applied Polymer Light Microscopy", Elsevier Applied Science, London, (1990)39-40.
- [46]- E. Hornbogen, Inter. Mat. Reviews, 34(1989)277.
- [47]- C. Allain and M. Cloitre, Physical Review B, 33(1986)3566.
- [48]- B.D. Ripley, "Spatial Statistics", John Wiley & Sons. USA, (1981)1-8.
- [49]- B. Julesz, Scientific American, February 1965, 38.
- [50]- R. Smallman and K. Ashbee, "Modern Metallography", Pergamon Press, (1966)29-52.
- [51]- J. Goodman, "Introduction to Fourier Optics", McGraw Hill, (1968)103-105.
- [52]- D. Lawson and S. Nielsen, "Preparation of Single Crystals", Butterworths Scientific Publications, London, (1958)10-31.
- [53]- A.N. Holden, "Preparation of Metal Single Crystals", Transactions of the ASM, 42(1950)319.
- [54]- B. Cullity, "Elements of X-Ray Diffraction", Addison-Wesley, (1959)89-96.
- [55]- J. B. Cohen, "Diffraction Methods in Materials Science", The MacMillan Company, New York, (1966)148-225.
- [56]- A. Taylor, "X-Ray Metallography", John Wiley & Sons, USA, (1961)120-139.
- [57]- E.A. Favret, Tesis de Licenciatura en Ciencias Físicas, Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, UBA, (1992)104-105.

Agradecimientos

La lista es amplia, tanto como quiera la memoria. Desde un consejo murmurado al pasar hasta discusiones con colegas que devoraron la paciencia del tiempo. Creo no equivocarme si digo que *agradecer* es un verbo olvidado en las alforjas de la virtud. No me diferenciaré de mis congéneres y comenzaré agradeciendo a mi familia, qué duda cabe! No existen las palabras, los adjetivos, que esbocen lo que siente mi corazón, tan acostumbrado a vagar en soledad. A mi madre, a mis hermanas, ellas son la esencia de mi historia. A mi amigo y colega Adrian Canzian, el profesor de púberes, con quien tuve conversaciones de lo más variadas, salpicadas a veces de ciencia, desde un existencialismo kierkegaardiano alimentado por una escondida neurastenia y una angustia latente hasta comprender que los dolores del alma se apaciguan con la embriaguez de contemplar lo bello, llámese arte o mujer, si al fin y al cabo son sinónimos! Al Dr. Francisco Povolo, por permitirme investigar en un tema que tanto me apasiona y señalar con su experiencia los rumbos a seguir. A Ramón Castillo Guerra, el discípulo de Hefesto venido del altiplano, por disponer de una gran paciencia, vaya mi más sincero “gracias” ... y me quedo corto ... A Ricardo Montero, quien su prolija y delicada manera de usar los vocablos castellanos hizo que mis trabajos en el microscopio estuvieran sazonados por una bella música de fondo. A Elida Hermida, por estar siempre tan bien predispuesta a responder mis tontas preguntas. A Hugo Mosca, el inquieto amigo del cacareo, por sus simpáticos e interesantes diálogos. No debo olvidarme de Patricia Bozzano, Gustavo Vigna, Tulio Palacios, Gerardo Rubiolo, Daniel Hermida, Edgardo Cabanillas, Oscar Carpineta, Alberto Sepúlveda (Tito), entre otros, por lograr que uno se sintiera a gusto de ir a trabajar. Todos estos años de compartir horas con los nombrados deben haber dejado en mí alguna huella, una metamorfosis pronta a estallar, seguramente muy distinta a la de Gregor Samsa, eso espero. A todos “mil gracias”.

Eduardo Favret