

00382

1
19

"ESTUDIO DE FENOMENOS DE
DIFRACCION DE ELECTRONES.
EN PARTICULAS PEQUEÑAS".

00382

S. a

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL GRADO DE
DOCTOR EN FISICA
P R E S E N T A :
M EN C GUSTAVO ADOIFEO VAZQUEZ POJO.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

INDICE

Introducción	1
CAPITULO I	
"BASES MATEMATICAS DE LA TEORIA CINEMATICA"	
Aproximación cinemática	4
Dispersión de electrones por átomos	5
Dispersión de electrones desde el átomo	7
Aproximación de Born	12
Espacio real y recíproco	14
Relación entre red recíproca y esfera de Ewald	16
Cálculo de la intensidad en función de la profundidad..	19
CAPITULO II	
"PATRONES DE DIFRACCION Y ALGORITMO COMPUTACIONAL"	
Dispersión de electrones por celda unidad	22
Patrones de difracción	25
Programa computacional	27
Interpretación del patrón de difracción	31
CAPITULO III	
"APLICACIONES"	
Análisis del patrón de difracción de una estructura cúbica	33
Análisis del patrón de difracción de estructuras piramidales	58
Gráfica de intensidades relativas	72
Análisis del patrón de difracción de un cuboctaedro ..	73
Patrones de difracción de una estructura icosaedra ..	103
Conclusiones	129
Bibliografía	133

I N T R O D U C C I O N

INTRODUCCION

Todos los modelos a través de los cuales los físicos tratan de entender la naturaleza y su comportamiento, deberán, en última instancia, ser justificados por la teoría. Sobre todo si la información experimental que se tiene está a la vanguardia en esa rama de la investigación, como es el caso de la obtención de patrones de micro-micro-difracción realizados con las nuevas técnicas de microscopía de transmisión de electrones, las cuales apenas empiezan a desarrollarse y han asumido gran importancia por que de ellas se puede obtener información de la estructura cristalográfica (1,2) a una resolución espacial comparable a la de la microestructura de la muestra.

En trabajos recientes (3) se há reportado la posibilidad de que la microscopía de transmisión de electrones pueda ser una herramienta poderosa para estudiar la cristalografía, morfología y tamaño de partículas metálicas pequeñas. El propósito de este trabajo es el de adelantarnos a los resultados experimentales y predecir de antemano las observaciones que se hagan y dar su posible explicación, ya que ésto puede ser aplicado entre otras cosas al estudio del desarrollo de las reacciones catalíticas. Puesto que en trabajos recientes (4,5) se há reportado que el problema para interpretar dichas reacciones está en conocer la naturaleza de los diferentes planos cristalográficos y el tamaño de las partículas con el cual se inicia la reacción. El uso del microscopio electrónico de transmisión para caracterizar la estructura y el tamaño de partículas usando las técnicas convencionales (6), no se aplica para espesores menores de 300 Å.

La técnica alternativa propuesta por Yacamán y Ocaña (7) llamada campo oscuro de alta resolución topográfica, si bien da resultados satisfactorios sobre la topografía, su precisión está limitada para partículas pequeñas por el hecho de que al estar presentes muchos haces con igual intensidad no se puede determinar con precisión la condición exacta de Bragg.

La opción que se presenta aquí, es hacer micro-micro-difracción de un solo haz. Para hacer ver la conveniencia de esta opción, se simuló en forma computacional el experimento de micro-micro-difracción haciendo uso de la teoría cinemática, puesto que al ser las partículas de espesor pequeño, los efectos de absorción se consideran despreciables.

En los patrones de difracción así obtenidos, se muestra la existencia de puntos de difracción "extras" que se interpretan como reflexiones de planos fraccionarios y enteros los cuales no aparecerían si los patrones de difracción fueran de estructuras cristalográficas macroscópicas.

La importancia de la existencia de estos puntos "extras", está en que aparte de dar un rango de aplicabilidad a la ley de Bragg, pueden dar información sobre la orientación, forma y espesor de la pequeña estructura, con solo conocer su posición dentro del patrón de difracción y su intensidad relativa al haz incidente.

Estos resultados muestran que la técnica de micro-micro-difracción puede ser una herramienta poderosa para la caracterización de partículas pequeñas.

CAPITULO I

APROXIMACION CINEMATICA.

El cálculo de la difracción de electrones por un volumen dispersor utilizando la aproximación cinemática considera la incidencia de una onda plana monocromática sobre la muestra produciéndose una onda secundaria en cada elemento de volumen, la amplitud de esta onda dispersada será proporcional al poder dispersor de cada elemento de volumen, el que a su vez, será proporcional a su potencial $V(r)$. El movimiento de los electrones dentro del material está descrito por la ecuación de Schrödinger independiente del tiempo, y su solución la representamos inicialmente como la suma de una onda incidente ψ_0 y una onda dispersada ψ' .

$$\psi = \psi_0 + \psi'$$

Sustituyendo la solución propuesta en la ecuación de Schrödinger se obtiene, como se hará ver posteriormente,

$$\psi'(r) \sim \int \{ V(r') [\psi_0(r') + \psi'(r')] \} \frac{e^{i \cdot k R}}{R} d^3 r'$$

lo que implica que la onda dispersada es generada por las ondas que viajan a través del potencial dispersor $V(r_1)$ que son ψ_0 la onda inicial y $\psi'(r')$ la onda dispersada en un paso anterior.

La condición básica de la aproximación cinemática radica en suponer en ésta última ecuación, que solamente la onda inicial ψ_0 produce nuevas ondas y que las ondas secundarias representadas por ψ' son insignificantes. Esta forma de solución de la ecuación de Schrödinger se conoce también como la primera aproximación de Born (3). Un hecho -

importante de esta última ecuación una vez despreciada $\psi(r)$ — es que matemáticamente representa una transformada de Fourier, como se hará ver mas adelante, de tal manera que la Teoría Cinemática de la dispersión de electrones puede ser obtenida a partir del potencial del objeto dispersor con la ayuda de las transformadas de Fourier.

DISPERSION POR ATOMOS.

La difracción es un efecto que depende de la relación de fase entre ondas dispersadas, si la difracción es coherente. Se puede considerar que dos o más átomos excitados por el mismo haz emitan ondas dispersadas con un relación de fase constante. Si consideramos una hilera de átomos sobre los cuales inciden rayos paralelos a un ángulo θ como está representado en la figura 1 y medimos a una distancia D la amplitud de la radiación para un ángulo φ esta amplitud de radiación será la suma de todas las ondas dispersadas, por su parte las fases deberán diferir en función de las diferentes trayectorias recorridas por cada onda, por lo cual se tiene:

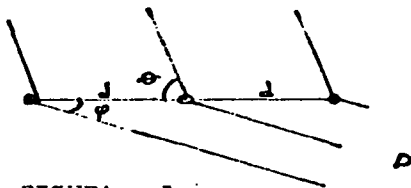


FIGURA 1

$$\text{diferencia de trayectoria} = d (\cos \varphi - \cos \theta)$$

Por la condición de Laue se establece que la interferencia constructiva ocurre cuando la diferencia de trayectoria es un múltiplo entero de la longitud de onda del haz incidente

$$d_1 (\cos \varphi_1 - \cos \theta_1) = n \lambda \quad 1$$

como no es necesario que el haz incidente y el difractado esten en el mismo plano la ecuación 1 define un cono de rayos difractados para cada ángulo θ siendo la hilera de átomos su eje, la situación se puede generalizar a tres dimensiones dando;

$$d_2 (\cos \varphi_2 - \cos \theta_2) = k \lambda \quad 2$$

$$d_3 (\cos \varphi_3 - \cos \theta_3) = l \lambda \quad 3$$

siendo d_2 y d_3 la separación entre los átomos en las otras dos direcciones respectivamente. En el caso tridimensional se requiere que para que se lleve a cabo la interferencia constructiva, las tres ecuaciones de Laue 1,2,3 anteriores se satisfagan simultaneamente, esto implica que para que se produzca difracción los tres conos deben intersectarse a lo largo de la misma línea y para obtener esto a una longitud de onda constante es necesario variar los ángulos.

Como la forma de escoger la hilera de átomos y los planos atómicos para que se cumpla la condición de Laue no es única, podemos escoger planos cuya normal bisecte el ángulo entre el haz incidente y el difractado como se muestra en la figura 2

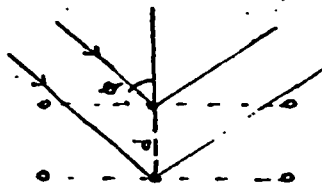


FIGURA 2

Esto hace que cualquier punto sobre el mismo plano tenga - la misma diferencia de fase, en cambio si consideramos átomos situados en diferentes planos se encontrará diferencia de fase entre éstos y estará dada por;

$$\text{diferencia de trayectoria} = 2 d \text{ sen } \phi$$

donde d ahora implica la separación entre los planos, para planos que dispersan en fase, tenemos como antes la ecuación;

$$2 d \text{ sen } \phi = n \lambda$$

4

la cual se le conoce como la condición de Bragg para la difracción. La condición de Bragg es equivalente a la condición de Laue, la diferencia está en que mientras en la condición de Laue los ejes se definen como ejes del cristal - en la condición de Bragg se escoge una serie de planos separados una distancia d .

La ventaja de usar la condición de Bragg está en la representación de planos ya que como se mostrará posteriormente los planos se pueden describir por la red recíproca como - puntos en un patrón de difracción, lo cual permite identificarlos directamente con los planos cristalinos.

DISPERSIÓN DE ELECTRONES DESDE EL ATOMO. (9)

Hasta aquí hemos considerado solo la interacción del haz de electrones con un arreglo de puntos suponiendo que cada uno de ellos se comporta como una fuente de ondas esféricas secundarias de amplitud independiente al ángulo de dispersión cuando el haz incidente los perturba. Esta forma de ver el problema es sólo una aproximación, puesto que el tamaño atómico y la longitud de onda del haz de electrones son de orden de magnitud pequeña, esto hace que los elec-

trones del haz interaccionen con el nucleo y con la nube electrónica a través de fuerzas coulombianas intensas. La expresión para la amplitud de la onda dispersada que fué calculada por Born (8,9) parte de considerar la ecuación de Schrödinger independiente del tiempo para estados estacionarios:

$$-\frac{\hbar^2}{2m} \nabla^2 \psi - (E - V) \psi = 0 \quad 5$$

Si consideramos potenciales de rango finito, esto es, potenciales que decrecen mucho más rápidamente que lo hace r^{-1} , entonces la energía total E del sistema, se hace equivalente a la energía cinética de la partícula para distancias grandes donde ($V \approx 0$), de tal manera que la energía estaría dada por:

$$E = \frac{\hbar^2 k^2}{2m} \quad 6$$

En la representación del momento donde k es la medida del momento en unidades \hbar . Sustituyendo la ecuación 6 en 5 se tiene que la ecuación de Schrödinger puede reescribirse como:

$$(\nabla^2 + k^2) \psi(r) = \frac{2m}{\hbar^2} V(r) \psi(r) \quad 7$$

como solo se considerará dispersión elástica k se interpretará como la magnitud del momento de la onda ya sea la incidente o dispersada. Una solución particular de la ecuación 7 que cumpla con las condiciones asintóticas sería:

$$\psi_k(r) = A e^{i\mathbf{k} \cdot \mathbf{r}} + f(\theta, \varphi) \frac{e^{ikr}}{r} \quad 8$$

El comportamiento asintótico de la ecuación 8 muestra que

para distancias r grandes medidas desde el centro dispersor la solución es una superposición de una onda plana de momento K propagándose en la dirección que corresponde al haz incidente y una onda esférica saliente con amplitud angular $f(\theta, \varphi)$ y momento K que corresponde al haz difractado.

En la ecuación 7 hay que hacer notar que el producto $V\psi$ es igual a cero en todo el espacio menos en una región muy -- cercana al punto dispersor el cual tomaremos como centro de origen de coordenadas. Consideremos el lado derecho como un término inhomogeneo de la ecuación homogenea de Schrodinger;

$$(\nabla^2 + k^2) \psi(r) = 0$$

9

considerando formalmente

$$\rho(r) = -\frac{2m}{\hbar^2} V(r) \psi(r)$$

e interpretando a ρ como una función fuerte en el contexto de la función de Green.

Por lo anterior la solución de la ecuación 7 se puede representar por medio de una ecuación integral equivalente;

$$\psi(r) = A e^{iK \cdot \vec{r}} - \frac{2m}{\hbar^2} \int G(r-r') V(r') \psi(r') d^3r' \quad 10$$

en la cual el primer sumando es una solución arbitraria de la ecuación homogenea 9 y G del segundo sumando es la función de Green del operador diferencial que satisface la -- ecuación

$$(\nabla^2 + k^2) G(r) = -\delta(r-r')$$

11

para hacer ver que la función $\psi(r')$ de la ecuación 10 es solución de la ecuación de Schrodinger le aplicamos el opera

donde $(\nabla^2 + k^2)$

$$(\nabla^2 + k^2) \psi = -A k^2 e^{ik \cdot r} + A k^2 e^{ik \cdot r} - \frac{2m}{\hbar^2} \int (\nabla^2 + k^2) G(r, r') V(r') \psi(r') d^3 r'$$

sustituyendo la ecuación 11

$$(\nabla^2 + k^2) \psi = \frac{2m}{\hbar^2} \int \delta(r - r') V(r') \psi(r') d^3 r'$$

$$(\nabla^2 + k^2) \psi = \frac{2m}{\hbar^2} V(r) \psi(r)$$

que es exactamente la ecuación 7.

Para obtener la forma de la función $G(r, r')$ recordemos -- que la ecuación de Poisson es

$$\nabla^2 \frac{1}{r} = -4\pi \delta(r)$$

de la relación

$$\nabla^2 \frac{e^{ikr}}{r} = e^{ikr} \nabla^2 \frac{1}{r} - k^2 \frac{e^{ikr}}{r}$$

obtenemos

$$(\nabla^2 + k^2) \frac{e^{ikr}}{r} = e^{ikr} \nabla^2 \frac{1}{r} = -4\pi \delta(r) e^{ikr}$$

de la propiedad de la función delta

$$g(r) \delta(r) = (g(0) \delta(r))$$

para cualquier $g(r)$ entonces

$$(\nabla^2 + k^2) \frac{e^{ikr}}{r} = -4\pi \delta(r)$$

corriendo el origen al punto r' se tiene

$$(\nabla^2 + k^2) \frac{e^{ik|r-r'|}}{4\pi|r-r'|} = -\delta(r-r')$$

comparando 12 con 11 se tiene

$$G(r, r') = \frac{e^{ik|r-r'|}}{4\pi|r-r'|}$$

que sustituyendo en la ecuación 13 se obtiene la solución

equivalente de la ecuación de Schrodinger como;

$$\psi(r) = e^{ik \cdot r} - \frac{m}{2\pi\hbar^2} \int \frac{e^{ik \cdot (r-r')}}{|r-r'|} V(r') \psi(r') d^3r' \quad 13$$

Ahora solo falta verificar que la solución asintótica de la ecuación 13 realmente tiene la forma de la ecuación 8. Esto se puede hacer ver sin resolver 13. En primer lugar, el primer sumando tiene la forma deseada como se hizo ver antes para $r \rightarrow \infty$. El segundo sumando debe ser el producto de una onda esférica saliente $\frac{e^{ikr}}{r}$ por una amplitud angular -- independiente de r , para hacer ver eso se introduce un vector unitario en la dirección de \vec{r} y se desarrolla la exponencial y $\frac{1}{|r-r'|}$ en potencias de r^2

$$|r-r'| = \sqrt{r^2 - 2r r' \cos \theta + r'^2} = r - r' \cos \theta + \frac{1}{2r} (r')^2 + \dots$$

$$\frac{e^{ik \cdot (r-r')}}{|r-r'|} = \frac{e^{ik \cdot \hat{n} r - r'} + \dots}{r - r' \cos \theta} = \frac{e^{ikr}}{r} e^{ik \cdot \hat{n} \cdot r'} + O\left(\frac{1}{r^2}\right)$$

\hat{n} un vector unitario en la dirección r . Ya que $V(r)$ cae -- más rápido con r que $\frac{1}{r}$ se desprecia el término cuadrático de la exponencial y también el término r^2 en el denominador, con lo cual el segundo término de 13 para r grande -- será;

$$\frac{e^{ikr}}{r} \int e^{-ik \cdot \hat{n} \cdot r'} V(r') \psi(r') d^3r'$$

con lo cual la forma asintótica de la ecuación 13, para r grande será;

$$\psi(r) = e^{ik \cdot \hat{n} r} - \frac{m}{2\pi\hbar^2} \frac{e^{ikr}}{r} \int e^{-ik \cdot \hat{n} \cdot r'} V(r') \psi(r') d^3r' \quad 14$$

y comparando con la ecuación 8 vemos que la amplitud de -- dispersión es;

$$f(\theta, \varphi) = -\frac{m}{2\pi\hbar^2} \int e^{-ik \cdot \hat{n} \cdot r'} V(r') \psi(r') d^3r' \quad 15$$

ya que k depende de la dirección pero no de la magnitud de r , $f(\theta, \varphi)$ es verdaderamente una amplitud angular, pero es una función implícita para f en términos de ψ puesto que - para resolver $f(\theta, \varphi)$ debe primero resolverse la ecuación integral de dispersión (14).

En una notación más general se puede expresar $f(\theta, \varphi)$ como un elemento de matriz de potencial;

$$f(\theta, \varphi) = -\frac{1}{\sqrt{\pi}} \langle \varphi_n | V | \varphi_k \rangle$$

donde φ_n representa una solución de onda plana para la ecuación de Schrodinger que corresponde a una partícula con mo momento k que viaja en la dirección \bar{r} mientras que φ_k es la solución del problema de dispersión que corresponde a una partícula que experimenta el efecto del potencial dispersor V pero la cual asintóticamente se comporta como una onda - esférica saliente.

APROXIMACION DE BORN Y FACTOR DE DISPERSION ATOMICA. (9)

Un método para resolver la ecuación integral 13 es el método de aproximaciones sucesivas conocido como "Aproximación de Born" que consiste en despreciar en la aproximación cero el término integral de la ecuación 13 haciendo

$$\psi^0(r) = e^{ikr}$$

El segundo paso es sustituir esta aproximación cero en la $\psi(r')$ de la ecuación para de esta manera calcular la primera aproximación, teniéndose;

$$\psi^1(r) = e^{ik \cdot r} - \frac{m}{2\pi\hbar^2} \int \frac{e^{ik(r-r')}}{|r-r'|} V(r') e^{ik \cdot r'} d^3r' \quad 16$$

después se inserta $\psi^1(r)$ en la integral de la ecuación 13 para tener así la aproximación a segundo orden y así suce-

sivamente, siendo la n-esima aproximación

$$\psi^n(r) = e^{i\vec{k} \cdot \vec{r}} - \frac{m}{2\pi\hbar^2} \int \frac{e^{i\vec{k}' \cdot \vec{r} - r'}}{|\vec{r} - \vec{r}'|} V(r') \psi^{n-1}(r') d^3r'$$

Si nos detenemos a considerar la primera aproximación de Born obtenida en la ecuación 16 y tomamos los límites asintóticos como se hizo en el caso exacto, se tiene

$$\psi(r) = e^{i\vec{k} \cdot \vec{r}} - \frac{m}{2\pi\hbar^2} \frac{e^{i\vec{k} \cdot \vec{r}}}{r} \int e^{-i\vec{k}' \cdot \vec{r}'} V(r') e^{i\vec{k} \cdot \vec{r}'} d^3r'$$

$$\psi(r) = e^{i\vec{k} \cdot \vec{r}} + f(\theta, \varphi) e^{i\vec{k} \cdot \vec{r}}$$

$\vec{k}\hat{n}$ es el vector final de momento que podemos llamar \vec{k}^1 con lo cual la primera aproximación de Born la amplitud de dispersión queda como

$$f(\theta, \varphi) = -\frac{m}{4\pi\hbar^2} \int e^{i(\vec{k} - \vec{k}^1) \cdot \vec{r}'} V(r') d^3r' \quad 17$$

donde $\vec{\Delta K} = (\vec{k} - \vec{k}^1)$ es justamente la diferencia de fase entre la onda dispersada en el punto 1 relativo a la dispersada en el origen. Si consideramos que la dispersión es de naturaleza elástica, entonces la magnitud de $|\vec{k}^1| = |\vec{k}|$ entonces

$$(\vec{\Delta K})^2 = \vec{k}^2 - 2\vec{k} \cdot \vec{k}^1 + \vec{k}^2 = 2k_0^2 (1 - \cos\theta)$$

$$\vec{q} = \Delta K = 2k_0 \sin \frac{\theta}{2}$$

donde θ es el ángulo entre los dos vectores, finalmente la amplitud de dispersión

$$f(\theta, \varphi) = -\frac{m}{2\pi\hbar^2} \int e^{i\vec{q} \cdot \vec{r}'} V(r') d^3r'$$

puede ser ahora interpretada como una función proporcional a la transformada de Fourier del potencial dispersor, además como $V(r)$ solo depende de la distancia r y no de la dirección, la integral solo dependerá del ángulo θ través de \vec{q} , por lo tanto el factor de dispersión atómica que da;

$$F(r) = -\frac{m}{2\pi\hbar^2} \int e^{i\vec{q}\cdot\vec{r}'} v(r') d^3r' \quad 18$$

por lo tanto la solución de la ecuación de Schrodinger para un fenómeno dispersivo en general usando la aproximación cinemática es;

$$\psi(r,0) = e^{i\vec{k}\cdot\vec{r}} - \frac{m}{2\pi\hbar^2} \frac{e^{i\vec{k}\cdot\vec{r}}}{r} \int e^{i\vec{q}\cdot\vec{r}'} v(r') d^3r'$$

$$\psi(r,0) = e^{i\vec{k}\cdot\vec{r}} - F(r) \frac{e^{i\vec{k}\cdot\vec{r}}}{r} \quad 19$$

la particularización de esta solución para el caso de una estructura cristalina la haremos en el capítulo II.

ESPACIO REAL Y RECIPROCO. (2)

Un plano en una red contiene un arreglo bidimensional de puntos, si escogemos un par de ellos y los representamos por vectores con un origen común definimos de esta manera un paralelogramo el cual encierra una determinada area, sea \vec{s} y $\vec{\tau}$ los vectores y ϕ el ángulo formado entre ellos, vectorialmente el area se expresa como;

$$\vec{s} \times \vec{\tau} = |\vec{s}| |\vec{\tau}| \sin \phi$$

El producto vectorial es un vector normal a ambos cuya magnitud es el area del paralelogramo, si los vectores \vec{s} y $\vec{\tau}$ se escogen de tal manera que definen una base de celda unitaria primitiva, el vector $(\vec{s} \times \vec{\tau})$ se puede normalizar --- dividiendo el volumen de la celda unidad V , definiendo de

esta manera un vector característico del plano en términos de la altura de la celda primitiva

$$\frac{\vec{s} \times \vec{t}}{d \cdot (\vec{s} \times \vec{t})} = \frac{\vec{s} \times \vec{t}}{V} = \vec{g}$$

20

este vector característico \vec{g} es llamado vector recíproco y en sistemas no cúbicos es más fácil de obtener que \vec{d} . Para obtener la expresión de \vec{g} considere un plano arbitrario — que intersecta a los ejes en los puntos pa , qb , y rc con p , q , r , enteros. Figura 3

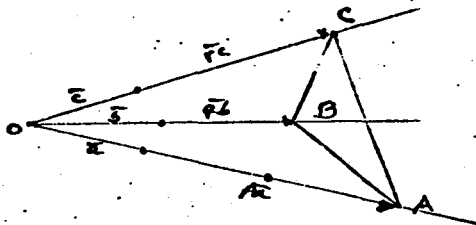


FIGURA 3

a , b , c son los vectores base de la celda unidad. Los vectores \overline{AB} , \overline{BC} y \overline{CA} se localizan en el plano que estamos considerando y valen;

$$\overline{AB} = qb - pa; \quad \overline{BC} = rc - qb; \quad \overline{CA} = pa - rc$$

el vector \vec{g} característico del área de este plano está dado por el producto de cualquiera dos de ellos;

$$g = \overline{AB} \times \overline{BC} / V = (qb - pa) \times (rc - qb) / V$$

$$g = \overline{BC} \times \overline{CA} / V = (rc - qb) \times (pa - rc) / V \quad 21$$

$$g = \overline{CA} \times \overline{AB} / V = (pa - rc) \times (qb - pa) / V$$

cualquiera de las tres expresiones nos da el mismo resultado. escojamos por ejemplo la segunda;

$$g = \frac{r p (\vec{c} \times \vec{a}) + q r (\vec{b} \times \vec{c}) - a p (\vec{b} \times \vec{a})}{V}$$

como p, q, r son enteros arbitrarios definimos

$$h = qr \quad k = pr \quad l = pq$$

con lo cual;

$$\vec{g} = \frac{h(\vec{b} \times \vec{c})}{V} + \frac{k(\vec{c} \times \vec{a})}{V} + \frac{l(\vec{a} \times \vec{b})}{V}$$

como $V = \vec{a} \cdot (\vec{b} \times \vec{c})$

$$g = h \frac{1}{|\vec{a}|} + k \frac{1}{|\vec{b}|} + l \frac{1}{|\vec{c}|}$$

$$\vec{g} = h \vec{a}^* + k \vec{b}^* + l \vec{c}^*$$

22

23

donde $|\vec{a}^*| \perp$ al plano bc $|\vec{b}^*| \perp$ al plano ca y $|\vec{c}^*| \perp$ al plano ab este nuevo conjunto de vectores son los vectores recíprocos de la red que forman una base nueva. Por lo tanto el análisis de la representación de un plano arbitrario hace ver que los vectores recíprocos forman una red con una base nueva. Esta nueva red llamada red recíproca es una nueva descripción de la red original en la cual ahora cada punto representa un plano.

RELACION ENTRE LA RED RECÍPROCA Y LA ESFERA DE Ewald.

Los vectores de onda K_0 y K del haz incidente y difractado respectivamente satisfacen la condición de difracción de Bragg

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

24

ya que el vector \vec{g} definido en la ecuación 22 es perpendicular a la familia de planos de la red con índices de Miller (h,k,l) y su longitud es múltiplo del recíproco de la distancia interplanar d_{hkl} como se vió en la sección anterior.

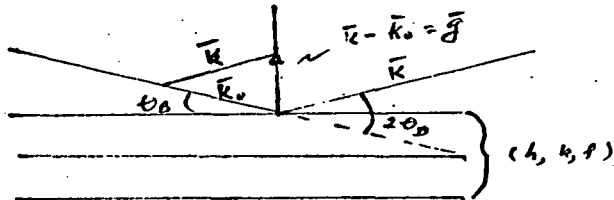


FIGURA 4

De la figura 4 se observa que la relación $K - K_0 = g$ expresa que las partículas en el haz K pueden ser consideradas como provenientes por reflexión sobre los planos de la red (h, k, l) . Las reflexiones sobre los planos sucesivos de la familia de planos tiene que estar en fase y este caso se da si el ángulo del haz incidente y el plano de la red es igual al ángulo de Bragg.

$$|K - K_0|^2 = k^2 + k_0^2 - 2k \cdot k_0 = g^2$$

como $k = \frac{h}{\lambda}$, $g = \frac{g}{2d_{hkl}}$

$$\frac{1}{\lambda^2} (2 - 2 \cos 2\theta_B) = \left(\frac{h}{d_{hkl}} \right)^2 \frac{1}{\lambda^2} \cos^2 \theta_B = \left(\frac{h}{d_{hkl}} \right)^2 \cos^2 \theta_B$$

$$\sin^2 \theta_B = \frac{h^2 \lambda^2}{2 d_{hkl}^2} = \frac{g^2}{2 k_0^2} \quad 25$$

Como se vé, la ecuación 25 es igual a la condición de difracción de Bragg dada en la ecuación 24. De la ecuación 25 se puede ver que para que la difracción pueda ocurrir es necesario que

$$\lambda < 2 |d_{hkl}|_{\max}$$

lo cual le pone un límite superior a la longitud de onda, por lo tanto la condición exacta de difracción de Bragg puede expresarse como

$$K - K_0 = g$$

La ecuación 25 sugiere una construcción geométrica natural conocida como esfera de Ewald, como se muestra en la figura 5

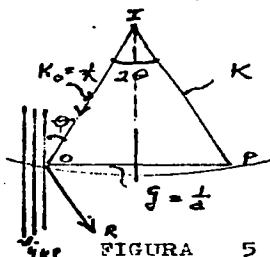


FIGURA 5

en la cual se considera que sobre un conjunto de planos se separados una distancia d incide un haz de electrones a un ángulo θ . La esfera de Ewald se dibuja con su centro en el punto I sobre el haz incidente y radio $\frac{\lambda}{2}$, desde I se dibuja una línea paralela al haz difractado OR que cruza a la esfera en el punto P . De la geometría de la esfera de Ewald se tiene;

$$\overline{OP} = |K - K_0| = \mathcal{G} = \frac{2 \sin \theta}{\lambda}$$

usando la ley de Bragg se obtiene que

$$\overline{OP} = \mathcal{G} = \frac{1}{d}$$

lo que implica que P representa un punto en la red recíproca el cual tiene a O como su origen para el conjunto de planos con distancia interplanar d . Por lo tanto siempre que un vector de la red recíproca esté sobre la esfera de Ewald la ecuación de Bragg se satisface. Como el radio de la esfera de Ewald es grande comparado con el espaciamiento entre los puntos de la red recíproca sobre todo para haces incidentes de electrones de alta energía (10 KeV) se puede considerar a la región de la esfera de Ewald cer-

cana al origen O de la red recíproca como aproximadamente un plano.

ERROR DE EXCITACION . (2)

La intensidad de los haces difractados puede aún ser apreciable aún cuando se desvíe un poco de la condición de -- Bragg (ecuación 26) Por lo cual para describir adecuadamente esta desviación se define un parámetro S_E llamado error de excitación que mide la distancia que hay entre un punto G de la red recíproca y la esfera de Ewald en dirección perpendicular a la superficie (figura 6)

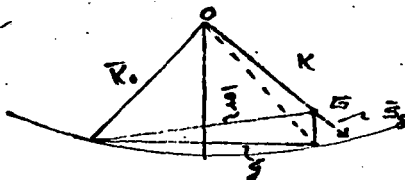


FIGURA 6

Si $S_E > 0$ el haz difractado cae dentro de la esfera

Si $S_E = 0$ implica que la condición de Bragg se satisface

Si $S_E < 0$ el haz difractado cae fuera de la esfera

CALCULO DE LA INTENSIDAD DE LA ONDA DIFRACTADA EN FUNCION DE LA PROFUNDIDAD . (2)

Consideremos un haz difractado que esté ligeramente fuera de la condición de Bragg y calculemos la intensidad de este haz sobre el n -esimo plano situado a una profundidad Z figura 7

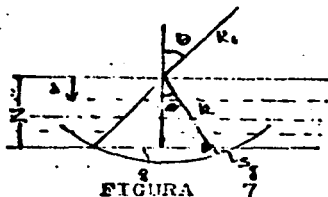


FIGURA 7

Consideremos que solamente ocurren difracciones débiles lo cual implicará que la cantidad de intensidad perdida por el haz difractado en cada elemento de volumen es insignificante, si el espesor es muy delgado esperamos que sobre todo el plano más profundo la pérdida de la intensidad incidente es muy pequeña.

La dispersión por el cristal la expresemos como;

$$\psi = \psi_0 \sum_{i=1}^M \sum_{j=1}^N f_j e^{i(\bar{s} + \bar{s}_j) \cdot \bar{r}_{ij}}$$

tomemos en cuenta que \bar{r}_{ij} desde el origen puede expresarse como;

$$\bar{r}_{ij} = \bar{r}_i + \bar{r}_j$$

\bar{r}_i nos dá la posición al origen de la i -ésima célula unidad y \bar{r}_j el vector desde ese origen al j -ésimo átomo, por lo cual;

$$\psi = \psi_0 \sum_{i=1}^M \sum_{j=1}^N f_j e^{i(\bar{r}_i + \bar{r}_j) \cdot (\bar{s} + \bar{s}_j)}$$

separando los exponentiales y haciendo la suma se tiene;

$$\psi = \psi_0 F \sum_{i=1}^M e^{i\bar{r}_i \cdot (\bar{s} + \bar{s}_j)}$$

27

Donde F es el factor de estructura. Para ángulos pequeños \bar{s} se puede considerar casi paralelo a los planos por lo tanto es perpendicular al vector que caracteriza la distancia interplanar \bar{u} y \bar{s}_j es casi paralelo a \bar{u} . La componente de \bar{r}_i vertical que nos mide la profundidad es:

$$\bar{z} = n \bar{d}$$

$$\psi = \psi_0 \sum_{n=0}^M F e^{i(\xi_0 + n\delta)} e^{i(5.4n\delta)} = \psi_0 \sum_{n=0}^M F e^{i(5.4n\delta)}$$

pero $5.4n\delta = nsd \cos \theta = 5\pi \epsilon n\delta$
 como d es pequeña y s también la exponencial varía lentamente de celda a celda por lo tanto se puede reemplazar $n\delta$ por la variable continua z y convertir la sumatoria en integral con respecto a z sobre la profundidad

$$p = Md$$

$$\psi = \psi_0 \int_0^p F e^{i5z \cos \theta} dz = \psi_0 \frac{iF}{5 \cos \theta} (e^{i5p \cos \theta} - 1)$$

$$I = \psi \psi^* = \frac{F^2}{5^2 \cos^2 \theta} \text{sen}^2 \left(\frac{5p}{2} \right)$$

28

En la ecuación 28 se hace evidente que la intensidad del haz difractado oscila con respecto al espesor ϵ de la muestra tal como se vé en la figura 3 para una muestra cuyo borde termine en forma de rampa.



FIGURA 3

las oscilaciones de la intensidad se ven al microscopio electrónico como franjas conocidas como franjas de espesor cuya periodicidad es de (λ/ϵ)

CAPITULO II

DISPERSION DE ELECTRONES POR CELDA UNIDAD. FACTOR DE ESTRUCTURA. (2)

La aproximación cinemática calculada en el capítulo anterior y cuya solución está representada en la ecuación 19 no se aplica solo a la dispersión producida por un sólo átomo aislado sino que puede aplicarse a una estructura periódica formada por una colección de ellos. Para tener una expresión más acorde a la realidad de una estructura cristalina debemos considerar la dispersión de todos los átomos que constituyen la celda unidad del cristal, para hacer esto suponemos que el potencial cristalino se puede aproximar como la suma del potencial de cada átomo

$$V(r) = \sum_{\text{átomos}} V_{\text{átomo}}(r - r_i)$$

29

siendo r' la posición de la celda y r_i la del átomo. Sustituyendo ésta aproximación por el potencial $V(r')$ de la ecuación 18 que en este caso representará el factor de estructura. se tiene en unidades atómicas

$$F(\epsilon) = \sum_{\text{átomos}} \int V_{\text{átomo}}(r' - r_i) e^{i\vec{q} \cdot r'} dr'$$

Cambiando de variable

$$\begin{aligned} \text{--- } r' &= r' - r_i \\ F(\epsilon) &= \sum_{\text{átomos}} \int V_{\text{átomo}}(r) e^{i\vec{q} \cdot r'} e^{i\vec{q} \cdot r_i} dr \\ F(\epsilon) &= \sum_{\text{átomos}} e^{i\vec{q} \cdot r_i} \int V_{\text{átomo}}(r) e^{i\vec{q} \cdot r} dr \end{aligned}$$

la integral representa la contribución a la dispersión por cada átomo, término conocido como la dispersión atómica y que para cada elemento ya se encuentra tabulado su valor (10)

$$F(h) = f(h) \sum_j e^{i f \cdot \vec{r}_j}$$

30

sustituyendo esta expresión en la ecuación 19 nos queda -- que la intensidad del haz de electrones difractado por el cristal es;

$$I = \psi \psi^* = f(h) \left| \sum_j e^{i \vec{f} \cdot \vec{r}_j} \right|^2$$

31

Desde el punto de vista cristalografico es conveniente expresar la ecuación 30 en función de las posiciones de los planos cristalograficos dados por los índices de Miller -- (h, k, l).

Para que cada punto del patrón de difracción nos represente ahora un plano cristalografico como se explicó en el capítulo anterior y se sintetizó en la ecuación 23. por lo cual se tiene

$$F(h, k, l) = f(h) \sum_j e^{2\pi i (h a^* x_j + k b^* y_j + l c^* z_j)}$$

32

Dependiendo del número de átomos y de sus posiciones, la sumatoria será cero o diferente de cero lo que implica la falta de reflexiones de ciertos planos o la existencia de ellas.

Hay que hacer notar que toda la teoría hasta aquí desarrollada, estrictamente hablando, se aplica a cristales infinitos cuyas dimensiones son de 500 Å o más, y en donde cada plano en cualquier dirección está formado por un número considerable de átomos. Sin embargo en este trabajo vamos a aplicarla a estructuras con dimensiones entre 12 Å y 200 Å

para tratar de reproducir computacionalmente patrones de Microdifracción de electrones ya que en la actualidad, con los microscopios modernos esta técnica experimental empieza a ser desarrollada. Por lo tanto esperamos que los patrones aquí obtenidos muestren reflexiones que en muestras muy grandes no se manifiestan.

Para hacer evidente este fenómeno se calcularon patrones de difracción para diferentes estructuras con un programa computacional que en este capítulo se detalla.

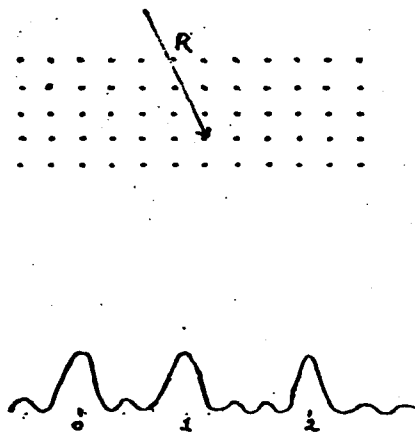


FIGURA 9

PATRONES DE DIFRACCION

Para un haz incidente de ondas planas que choca sobre una muestra es conveniente considerar la distribución del haz difractado no en función del ángulo de dispersión sino en función de los parámetros de la red recíproca, para esto - modificamos la ecuación de Bragg (4) haciendo uso de la ecuación (2)

$$2d \sin \theta = \lambda \quad ; \quad g = \frac{1}{d} \Rightarrow \lambda g = 2 \sin \theta$$

donde g como se vió en el capítulo anterior es un vector de la red recíproca que está sobre la esfera de Ewald. Si consideramos electrones de alta energía (~ 100 Kev) su longitud de onda es pequeña ($\sim .04 \text{ \AA}$) lo que hace que el radio de la esfera de Ewald sea mucho mayor que la separación entre puntos de la red recíproca (~ 5 veces mayor para 100 Kev), por lo cual cuando un haz de electrones incide a lo largo de un eje de Zona, un plano de la red recíproca que sea perpendicular a este eje y sea tangente a la esfera de Ewald producirá una difracción permitida, punto 2 de la figura 8, conforme la separación entre la esfera de Ewald y los puntos de la red recíproca de este plano medidos desde 2 aumenta, las reflexiones van disminuyendo hasta que finalmente no ocurren. Sucesivas intersecciones de la esfera de Ewald con otros planos de la red recíproca no generará otro círculo diferente de reflexión. La representación sobre un patrón de difracción de estos planos que difractan está dado por puntos sobre círculos concéntricos, si los átomos tienen un arreglo periódico dentro del cristal.

La intensidad de estos puntos es proporcional al cuadrado del factor de dispersión atómico. Como se vió en el capítulo anterior y vá disminuyendo gradualmente con el ángulo de dispersión (figura 9).

La posición de las intensidades en el patrón de difracción depende de varios factores pero el fundamental es el espaciamiento entre los planos a lo largo de la dirección del haz, espaciamiento que a su vez depende del eje de observación escogido de la estructura cristalina y del material de la muestra.

De tal manera que si de antemano orientamos la dirección del haz en dirección de un eje de zona y se conoce la separación interplanar podemos identificar a cada punto del patrón de difracción con sus correspondientes índices de Miller que representarán los planos con la red real.

Para un sistema cúbico los índices de Miller están por (11)

$$h^2 + k^2 + l^2 = \frac{A_0^2}{d^2}$$

28

donde A_0 es el parámetro de red y d la distancia interplanar. El valor de la distancia interplanar se calcula a través del patrón de difracción sabiendo el ángulo de Bragg que caracteriza a cada punto de intensidad máxima, usando la ecuación de Bragg. (4)

$$d = \lambda / 2 \sin \theta_0$$

Como en el presente trabajo los patrones de difracción son obtenidos computacionalmente el cálculo del ángulo de Bragg está en función del algoritmo del programa y para entender cómo se calcula, primero revisaremos el programa computacional.

PROGRAMA COMPUTACIONAL.

La base del programa está en calcular la distribución de intensidades, la cual como se analizó anteriormente es proporcional al cuadrado de la amplitud dada por la ecuación 32.

$$I = f^2(u) / \sum e_i^{2\pi i (ha^2 + kb^2 + lc^2) \cdot r_i}$$

donde \bar{E} se sustituye por su representación en la red recíproca con índices de Miller h, k, l .

Para analizar el programa en la figura 10 tenemos un diagrama de bloques del mismo, el cual desarrolla de la siguiente manera;

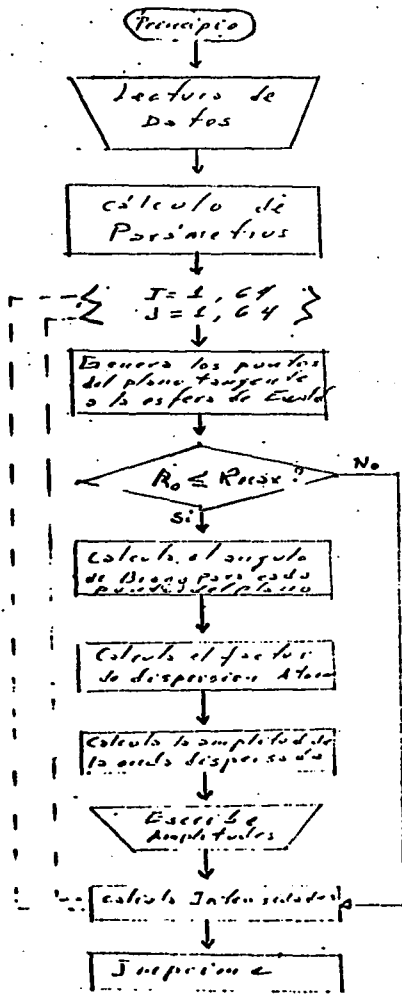


Fig 10

1.- Lectura de datos: aquí se tiene N_0 que es el número de átomos de la estructura a la que se le desea sacar su patrón de difracción y la cual es generada a través de un programa aparte que calcula las posiciones de cada uno de los átomos se lee T_{max} que es el ángulo entre el haz incidente y difractado y vale $T_{max} = 2\theta_3$ como puede verse en la figura 5 que en general se considera pequeño ($\sim 5^\circ$), como que representa el contraste y que permite observar efectos alrededor de la intensidad máxima es utilizado en el subprograma que imprime la intensidad y opera de la siguiente manera: a la intensidad máxima del haz central se le divide entre el valor de CONT y a la intensidad que queda de este cociente se le divide en siete tonos de gris y todas las intensidades que están comprendidas entre cero y este valor son las que se imprimen.

Lo que representa la longitud de onda del haz incidente la cual depende de la energía de haz (.037 Å para 100 KeV) y que en el programa se modifica porque el parámetro de red de la estructura que se genera se considera la unidad.

Para el oro que es un sistema cristalino cúbico centrado en la cara y cuyo parámetro de red es 4.08 Å, la distancia entre planos compactos es

$$d = \frac{\sqrt{2} a}{2}$$

si en el programa se consideró $d=1$ entonces para 100 KeV el haz debe considerarse con una longitud de onda de .037 Å ya que;

$$.037 \text{ Å} : \frac{4.08 \sqrt{2}}{2} \therefore 10 : 1$$

2.- El siguiente paso es calcular R_{\max} que es el radio máximo de la apertura para el patrón circular y $3C$ que representa un factor de escala y que relaciona R_{\max} con el número de puntos que sobre el eje horizontal la impresora va a poner.

3.- Este DO sobre I, J nos representa la superficie total - del patrón de difracción, el valor máximo de I, J dependerá del tipo de impresora.

4.- Esta parte del programa calcula las componentes del vector \vec{E} en el espacio recíproco normalizándolas con el tamaño del patrón.

5.- En esta parte del programa se representa el efecto de apertura preguntando si \vec{E} es mayor que el tamaño de la - - apertura, si es así la intensidad la hace cero si no pasa al siguiente bloque.

6.- Se calcula aquí el ángulo de Bragg para cada haz difractado.

7.- Con el ángulo anteriormente calculado saca el valor -- del factor de dispersión $f(\theta)$ el cual está tabulado para un determinado número discreto de ángulos, si θ tiene un - valor no comprendido en los de antemano tabulados usa un - método iterativo para aproximar el valor de $f(\theta)$

8.- En esta parte del programa saca el valor de la fase -- $2\pi f \cdot \vec{r}$ para cada punto (I, J) y separa la parte real e imaginaria de la exponencial y hace el proceso de suma ya que va acumulando el valor anterior a cada punto.

9.- Calcula la amplitud multiplicando las componentes real e imaginaria de la fase por el factor de dispersión atómica.

10.- En esta parte eleva al cuadrado las amplitudes, las - suma y a través de un subprograma imprime las intensidades.

INTERPRETACION DEL PATRON DE DIFRACCION.

En la figura 11 tenemos el patron de difracción de una estructura de cuboctaedro con la cual se hace incidir el haz de electrones en la dirección del eje de zona (111).

Para sacar las posiciones de los planos en el patron de difracción se procede de la siguiente manera. Como el ángulo de difracción T max con el que se corrió el programa es 3° entonces el ángulo de Bragg será de 1.5° .

$$\theta_0 = T_{max} / 2$$

escogemos la intensidad central como el plano (0,0,0). Todos los puntos que se encuentren sobre el mismo círculo corresponden a planos de la misma familia.

Si escogemos el círculo exterior, su radio será proporcional al ángulo de Bragg de 1.5° y usando la ley de Bragg se tiene que la distancia interplanar será de

$$d = .7067 \text{ \AA}$$

donde se tomó en cuenta la longitud de onda de $.037 \text{ \AA}$ correspondiente a un haz de electrones de 100 Kev de energía. Como la estructura que tratamos de representar es de un grupo de 13 átomos de oro cuyo sistema cristalino es cúbico centrado en la cara y cuyo parámetro de red es $a = 4.08 \text{ \AA}$ podemos calcular los índices (h,k,l) que caracterizan al plano a través de la ecuación;

$$d^2 = \frac{a^2}{h^2 + k^2 + l^2}$$

por lo que haciendo el cálculo da

$$h^2 + k^2 + l^2 \approx 33$$

los únicos valores enteros que elevados al cuadrado están cerca de ese valor son 4,4,0 por lo tanto la intensidad en el punto A representa un plano de la familia

$$(4, 4, 0)$$

Procediendo de la misma manera para los otros puntos tenemos que la familia de planos que representan son:

Punto B un plano de la familia (2, 2, 4)

Punto C un plano de la familia (2, 2, 0)

Punto D un plano de la familia (1, 1, 0)

Punto E un plano de la familia $\frac{1}{3}(2, 2, 0)$

Etiquetando tres puntos con estos planos y usando suma vectorial podemos finalmente indexar todo el patrón de difracción.

El perfil de intensidades está dado en la figura 12 en donde los puntos A, C y E representan los planos (4,4,0), (2,2,0) y $\frac{1}{3}(2,2,0)$ respectivamente.

En la figura 13 está el perfil de intensidad de los puntos B y D que representa los planos (2,2,4) y (1,1,0). Como podrá observar en este ejemplo particular del cuboctaedro

aparecen puntos extras como son la familia (1,1,0) que son prohibidas para una estructura F.C.C, en el modelo cinemático y la familia de puntos fraccionarios $\frac{1}{3}(2,2,0)$ este efecto, como lo veremos posteriormente, posiblemente es debido al tamaño finito y pequeño del cristal lo que hace que no de tiempo a las ondas de Bragg a cancelarse.

PASCO : 3,060GRADES LONGITUD DE O.C.A : 0,01306° ANGLETHRS "CO,TRACTE" 1000

SUBJECT-EMIN DE 1 CASAS Y 13 ATOMOS APERTUR. DE 3,060GRADES CENTRADA EN (0,000 0,000
EJE DE ZONA (1,1,1)

CADA PUNTO VALE: EN EL EJE HORIZONTAL 0,037 GRADOS Y 0,047 GRADOS EN EL VERTICAL

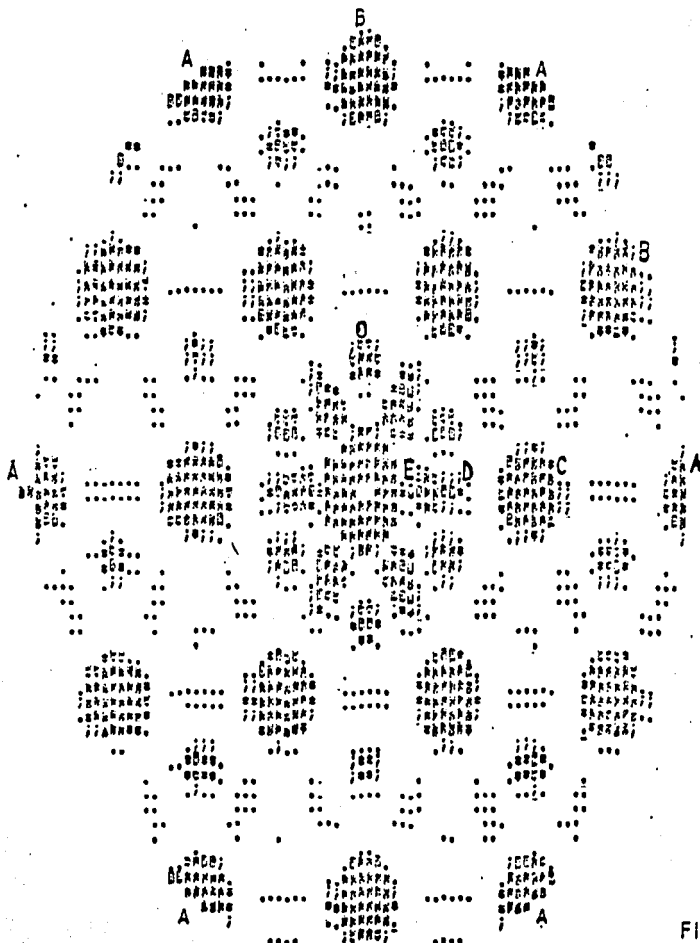


FIG II

PARCQ : 3.000GRADOS LONGITUD DE OI.PA : 0.013000 ANGSTROMS CONTRASTE= 100

CONDUCTALORO EC 1 CAPAS Y 13 ATOMOS AMERTURA DE 3.000GRADOS CENTRADA EN C 0.000 0.
EJE DE ZONA (1,1,1)

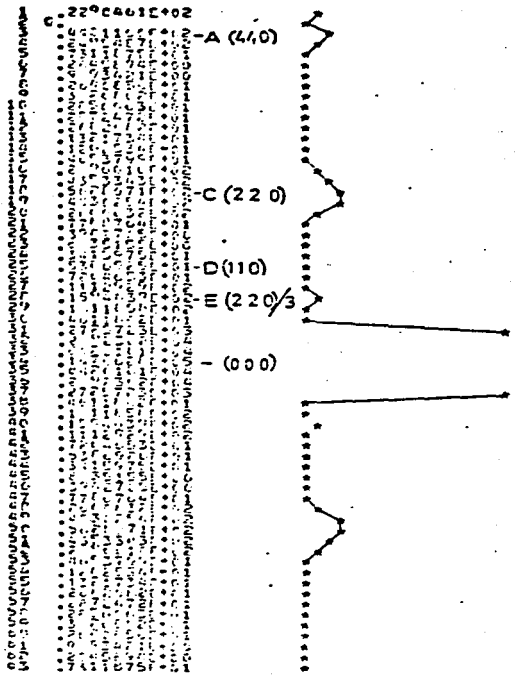


FIG 12

CAPITULO

III

ANALISIS DEL PATRON DE DIFRACCION DE UNA ESTRUCTURA CUBICA

Como una primera aplicación de la aproximación cinemática analizada anteriormente y para hacer ver el efecto que, debido al tamaño tan pequeño de la muestra, se reflejará en el factor de estructura obtenido en la ecuación 32, sacaremos el patrón de difracción para una estructura en forma de cubo la cual se creció en forma sucesiva átomo a átomo y por cada átomo que se añadía se calculó el patrón de difracción. En la figura 14 está representada la estructura y los números indican el orden y la posición de aplicación de cada átomo, la base de la estructura tiene un eje de zona $\langle 1, 0, 0 \rangle$.

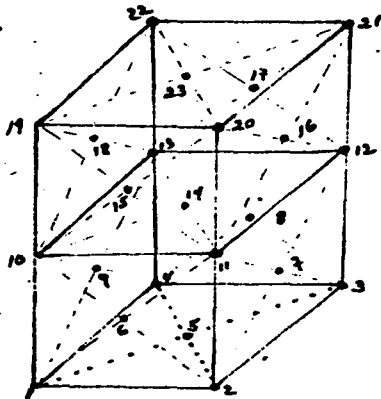


FIGURA 14

Los patrones se calcularon para un ángulo de Bragg de 1.5° y con el propósito de tener máxima información se consideró un contraste de 500, con objeto de comparar los patrones de difracción de las diferentes agrupaciones de átomos dibujamos letras sobre cada punto de difracción de los correspondientes planos que difractan en el siguiente orden;

A	{0 1 1}	F	{4 1 1}	M	{3 1 0}
B	{0 2 2}	G	{0 3 3}	N	{0 0 1}
C	{2 1 0}	H	{4 2 0}	O	{0 4 4}
D	{2 2 2}	I	{0 0 2}	P	{0 0 3}
E	{3 1 0}	K	{0 0 4}	S	{0 0 1}

De la observación de los patrones se tiene lo siguiente;

- Con solo cuatro átomos el patrón muestra con igual intensidad, difracciones pares e impares representando el centro la simetría del plano.

- Cuando se colocó un quinto átomo en el centro formando la cara de un cubo F. C. C. empieza a disminuir la intensidad de C, D, P, F es decir la familia {2 1 0}, {2 2 2}, {0 0 3} y {4 1 1} además el centro crece y pierde definición haciendo imposible definir la familia {0 0 1}

- Agregando el sexto átomo se sigue manifestando el fenómeno anterior, desaparece por completo D la familia {2 2 2} y se manifiesta una ligera asimetría en la parte central del patrón debido a la forma asimétrica de la estructura.

- Para siete átomos sigue la asimetría central, sigue sin aparecer D {2 2 2} y desaparece P {0 0 3}

- Con ocho átomos se manifiesta la situación anterior y baja en intensidad M {3 1 0} y E que es de la misma familia.

- Con nueve y diez átomos se manifiesta la situación anterior.

- Con once átomos aumentan en intensidad y aparecen dos familias que desaparecieron antes siendo más definidas las intensidades con 12 átomos.

- Con trece átomos la situación se conserva.

- Con catorce átomos que forman un cubo centrado en la

cara, desaparece $D \{2\ 2\ 2\}$, $P \{0\ 0\ 3\}$, disminuye --
 $E \{3\ 1\ 0\}$; $F \{4\ 1\ 1\}$, $M \{3\ 1\ 0\}$.

- Con quince átomos solo quedan bien definidos las familias $B \{0\ 2\ 2\}$, $O \{0\ 4\ 4\}$, $I \{0\ 0\ 2\}$, $H \{4\ 2\ 0\}$ $K \{0\ 0\ 4\}$ disminuyendo $A \{0\ 1\ 1\}$ y desapareciendo las demás.

- De diez y seis átomos hasta veintiuno sólo aparecen las familias B , O , I , H , el centro tiende a definirse más su forma conforme crece el número de átomos y empieza a ser perceptibles las intensidades de las otras familias.

- Con veintidos y veintitres átomos tenemos la situación anterior donde están perfectamente definido $B \{0\ 2\ 2\}$, $O \{0\ 4\ 4\}$, $I \{0\ 0\ 2\}$, $H \{4\ 2\ 0\}$, que son los planos de difracción que caracterizan a un cristal infinito cuando los electrones inciden en el eje de zona $\{100\}$ como es el presente caso pero además existen dos reflexiones en este caso particular en que la estructura es pequeña y finita que son $A \{0\ 1\ 1\}$ y $S \{0\ 0\ 1\}$ que no deberían existir para un cristal infinito.

En la gráfica de la figura 15 están representadas las intensidades de los planos $A \{0\ 1\ 1\}$, $B \{0\ 2\ 2\}$, $O \{0\ 4\ 4\}$ y vemos que con respecto al haz central la intensidad de esa difracción extra es 10^{-2} veces menos intensa y por lo tanto en principio es posible observarse experimentalmente. El efecto que se observa de las diferentes intensidades está definido analíticamente en el factor de estructura y no es mas que el reflejo de la ley de Bragg, ya que el patrón de intensidades se obtiene para un valor bien definido λ , θ y d y esto hace que las ondas dispersadas por los diferentes átomos dentro de la estructura tengan un frente de onda común pero la longitud de la trayectoria

no y las que difieren un múltiplo de la longitud de onda - estarán en fase que sumados nos darán una amplitud máxima como se muestra en la figura 16 en A, las que no estan en fase unas tendrán amplitudes positivas y otras negativas - que para un cristal infinito la suma tiende a ser cero (B) y en el caso de un cristal finito la suma de las ondas de fachadas no se cancela totalmente.

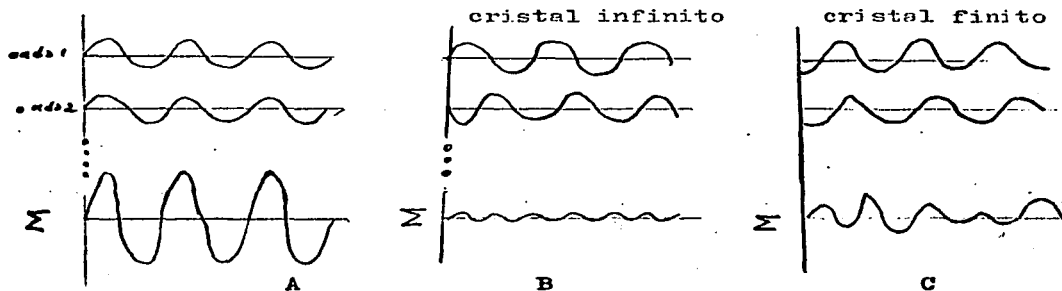
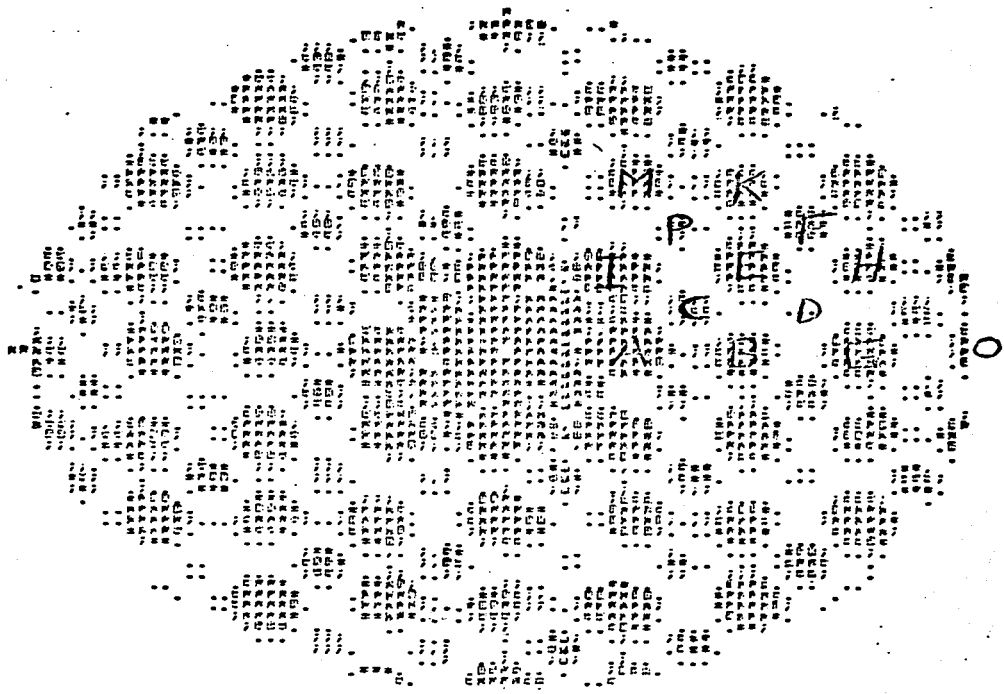


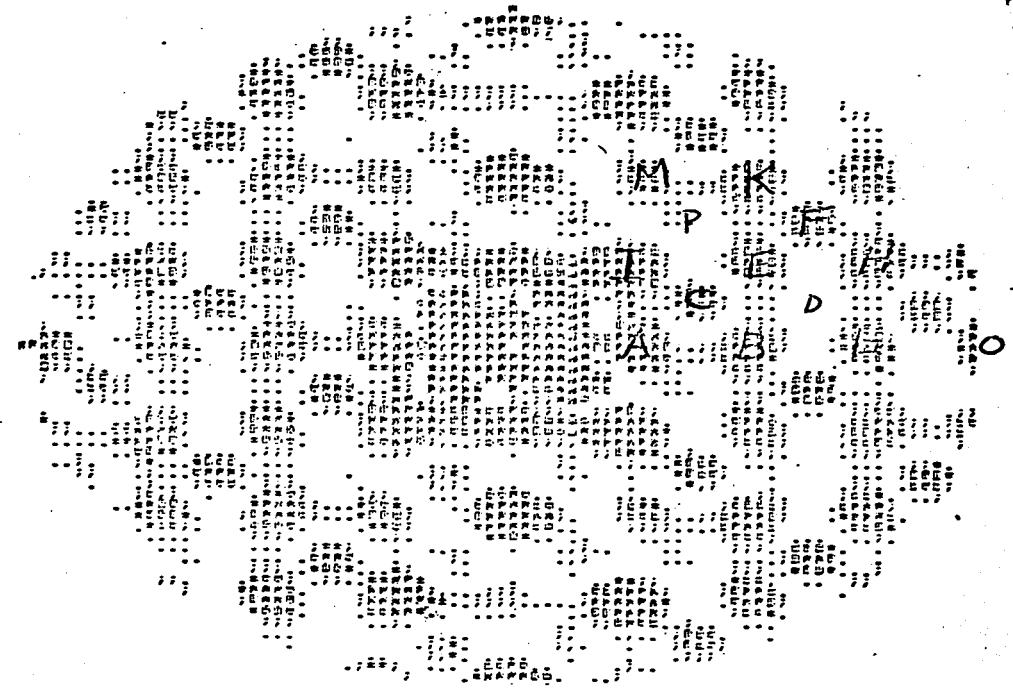
FIGURA 16

Este calculo se realiza para ilustrar los principios generales de la difracción pasaremos ahora a casos mas interesantes, en donde la forma geométrica de las estructuras que vamos a considerar se dan en la naturaleza y han sido observadas experimentalmente en espesores grandes (600 \AA) -- por medio del microscopio electrónico, nuestro interes -- ahora radica en espesores pequeños ($\sim 10 \text{ \AA}$ a $\sim 200 \text{ \AA}$) con el propósito de interpretar lo que se obtendría en un patrón de microdifracción.

PALCO 2 3.000GRADOS LONGITUD DE ORO 0.013000 ANOSTRUM COLTRASTE= 500
 FIDUCIA DE C PLANO Y 6 ATOMOS ADENTRA DE 3.000GRADOS CENTRAL EN C 0.000 0.000
 CADA PUNTO VALE EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.007 GRADOS EN EL VERTICAL



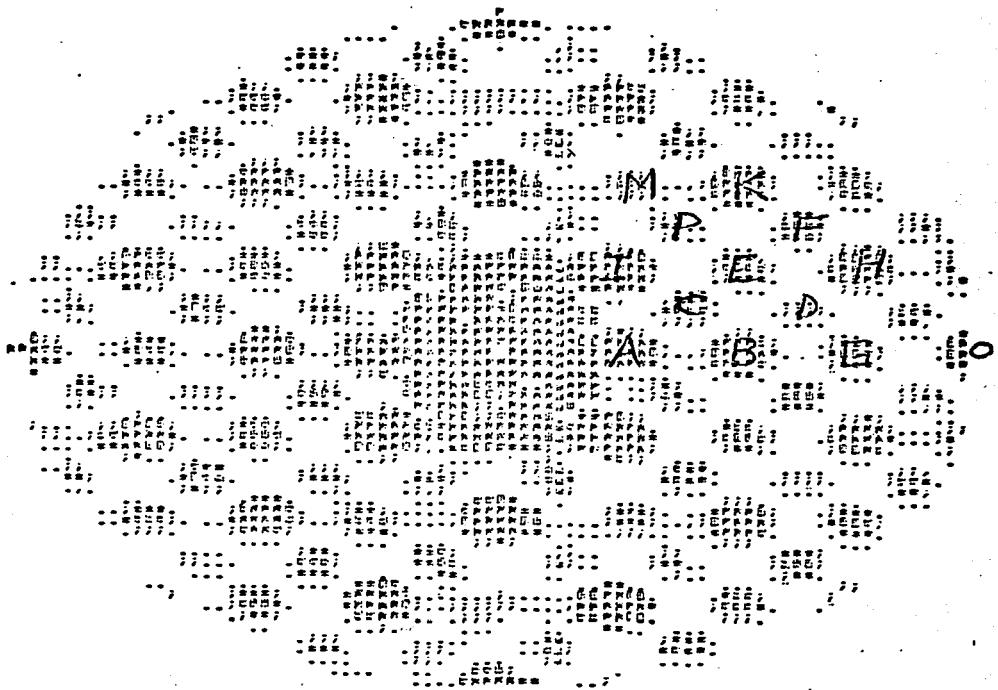
PANEL 2 3.600 PALOS LONGITUD DE OIDA = 0.013000 ANGLESTONE CONTRASTE 500
DIFERENCIA DE PLAZO Y 7 ATOMOS ABERTURA DE 3.600 PALOS CENTRALA DE 0.000 0.000
CADA PUNTO VALE EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 UNIDADES Y 0.047 UNIDADES EN EL VERTICAL



PANOS : 3.00000000 LONGITUD DE ONDA : 0.013000 ANGSTROMS CONTRASTE = 500

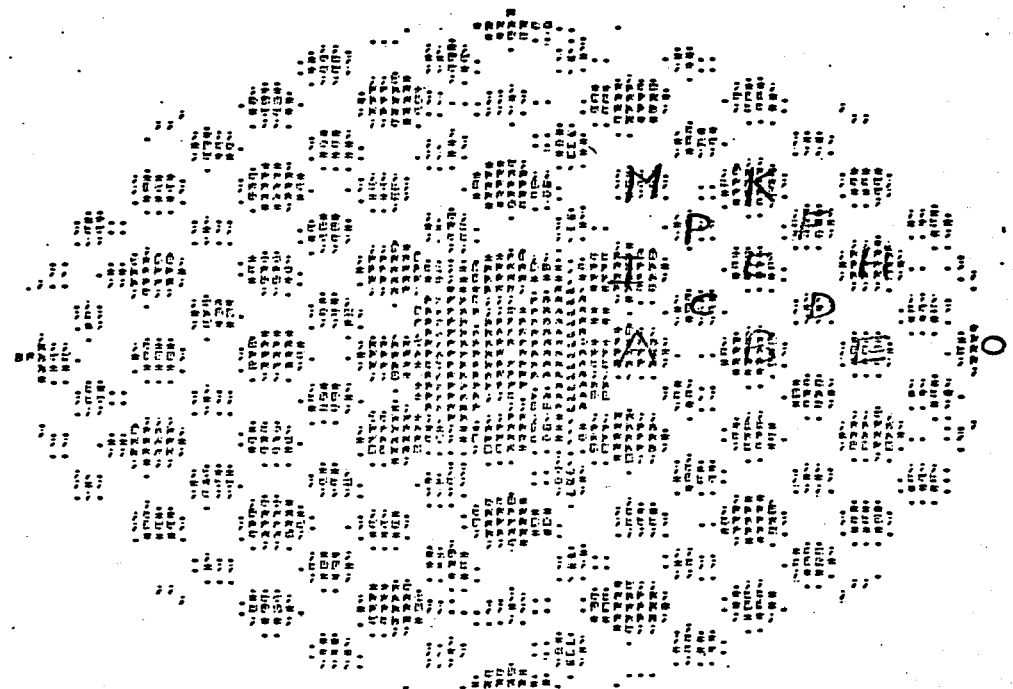
DIPAZIONE DE 5 PLANOS Y 33 ATOMOS ALTURA DE 3.00000000 CENTRADA EL 0 0.000 0.000

CADA PUNTO VALE EN EL EJE HORIZONTAL 0.007 GRADOS Y 0.007 GRADOS EN EL VERTICAL



AA

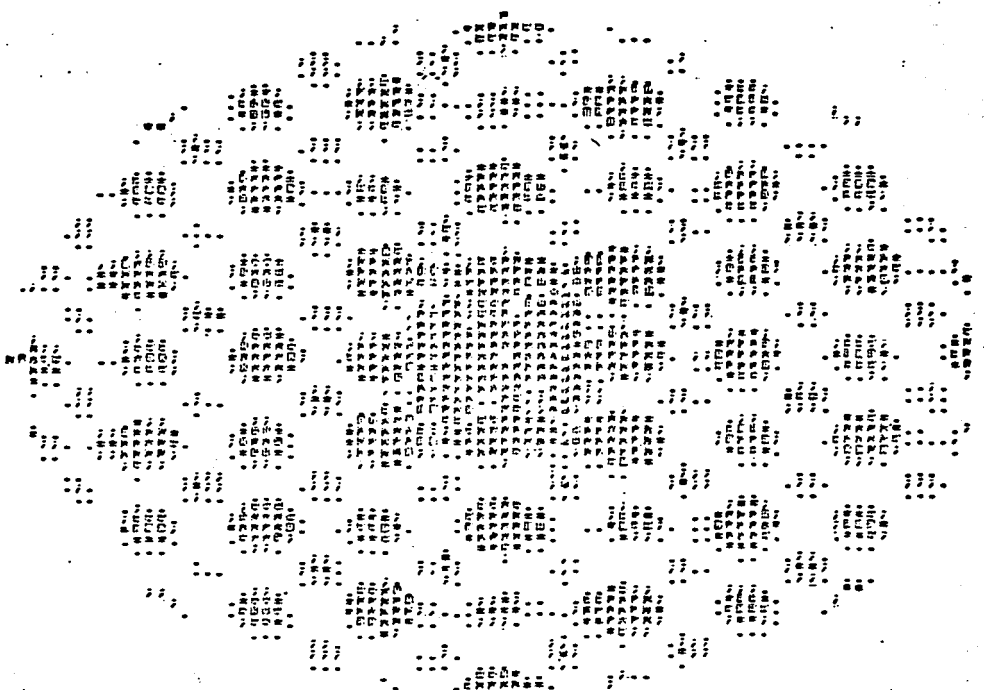
PANEG 3 3.0000000000000000 LONGITUD DE ONDA 0.013060 ANOSTICOS CENTRALES= 500
MEDIAS DE 5 PULSOS Y 12 ATOMOS ABERTURA DE 3.0000000000000000 CENTRALA EN C 0.000 0.000
CADA PUNTO VALES EN EL EJE HORIZONTAL 0.0037 GRADOS Y 0.0047 GRADOS EN EL VERTICAL



PAPER 2 3.00000000 LONGITUD DE OBIA 2 0.01300000 ANGSTROMS CONTRASTE 500

DIMENSIONE DI PIASTRA 13 ANGOSTS APERTURA DI 3.00000000 ULTRADRADA ED C 0.000 0.000

CADA PUNTO VALE 10 CL EN EL HORIZONTAL 0.007 GRADOS Y 0.007 GRADOS EN EL VERTICAL



P-10

RANGO : 3.300 GRADES LONGITUD DE ONDA : 0.01300 ANCHURAS CONTRAER 500

PERIODO DE 0.100 Y 14 ATOMOS AMPLITUD DE 3.000 GRADES CONTRAER EN 0.000 0.000

CADA PUNTO VALE EN EL EJE HORIZONTAL 0.007 GRADES Y 0.047 GRADES EN EL VERTICAL

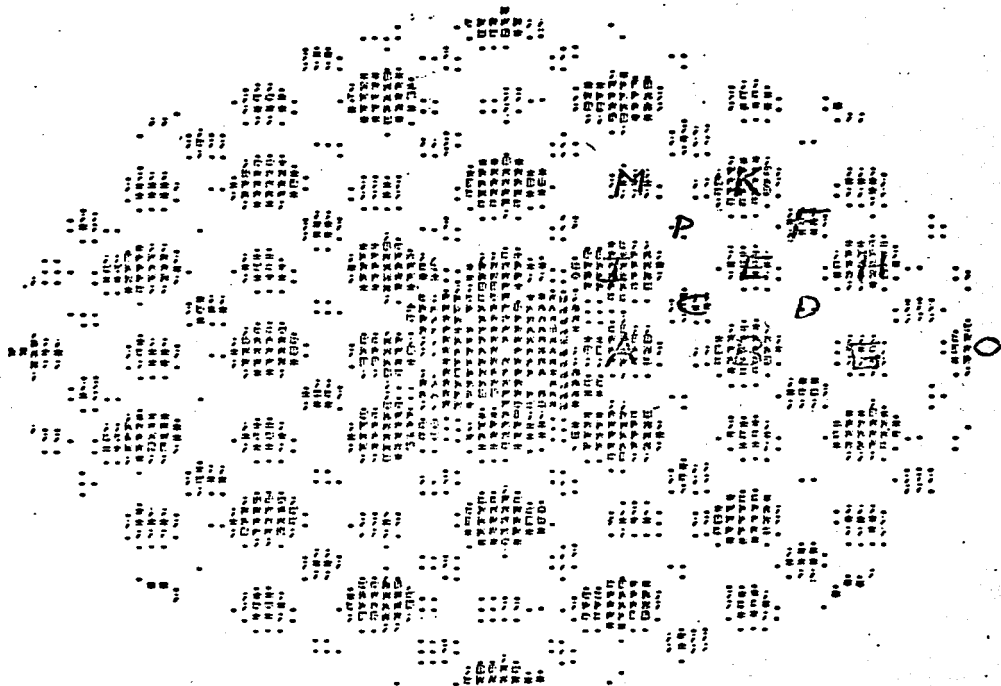
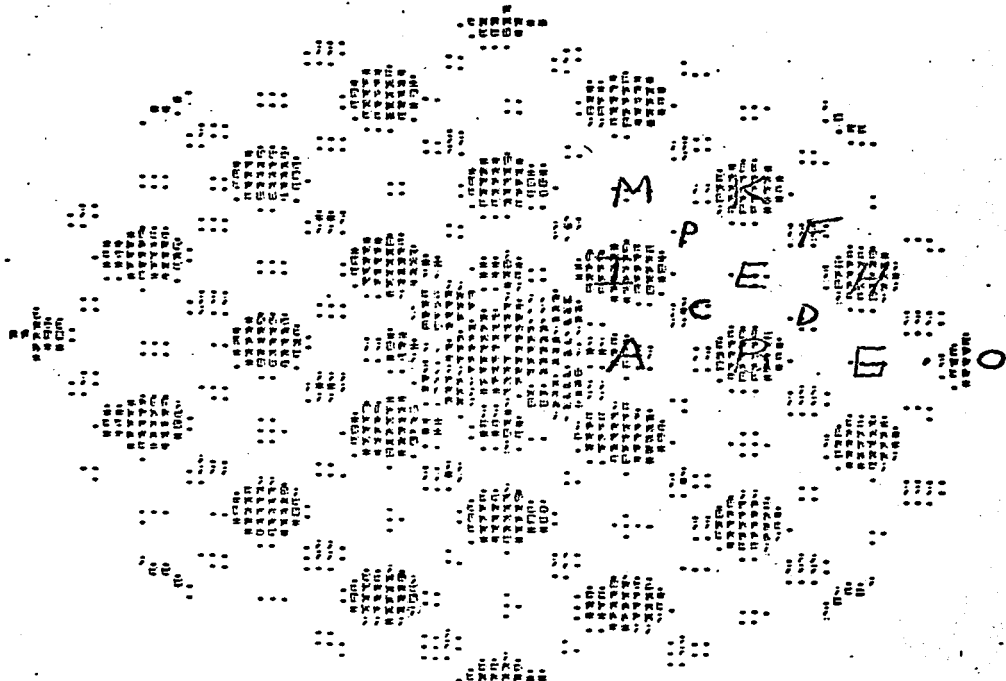


TABLA 1. SOLUCIONES. LUGAR DE OROA = 0.01300 ANOSTROE CILINDRICE 500

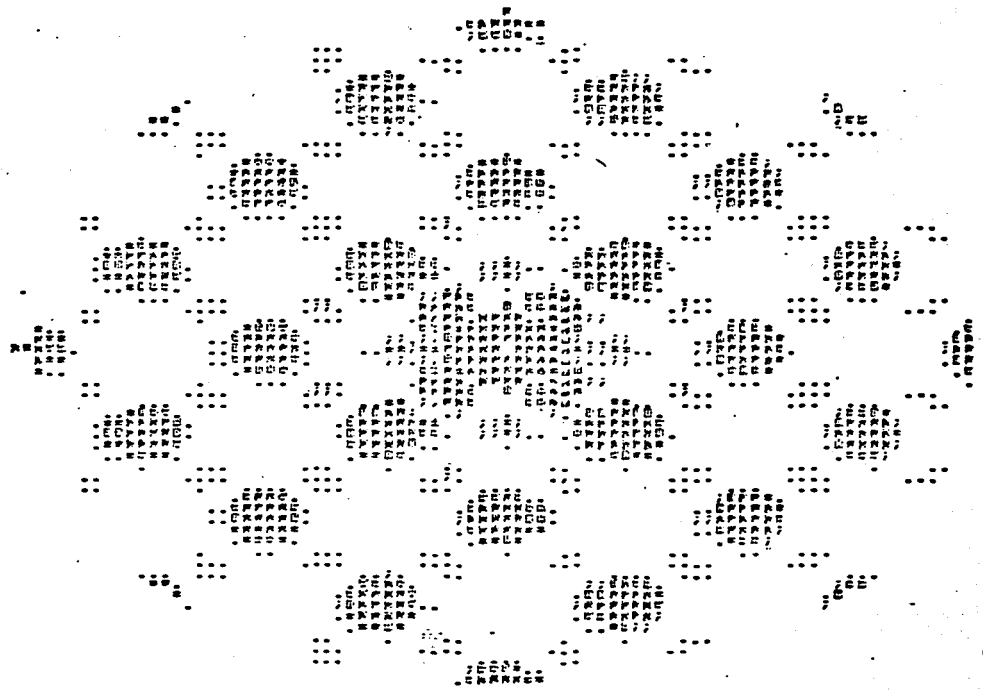
DEFINIDA DE 1. PUNTO Y 15 ALTERNOS. APLICACION DE 3. COORDINADO CENTRAL EN C. 0.000 0.000
CADA PUNTO VALE EN EL EJE HORIZONTAL 0.007 UNIDADES Y 0.007 UNIDADES EN EL VERTICAL



48

PIEZOMETRO DE 16 ATOMOS ALTITUD DE 3000140000 CONTRACTA EL C 0.000 0.000

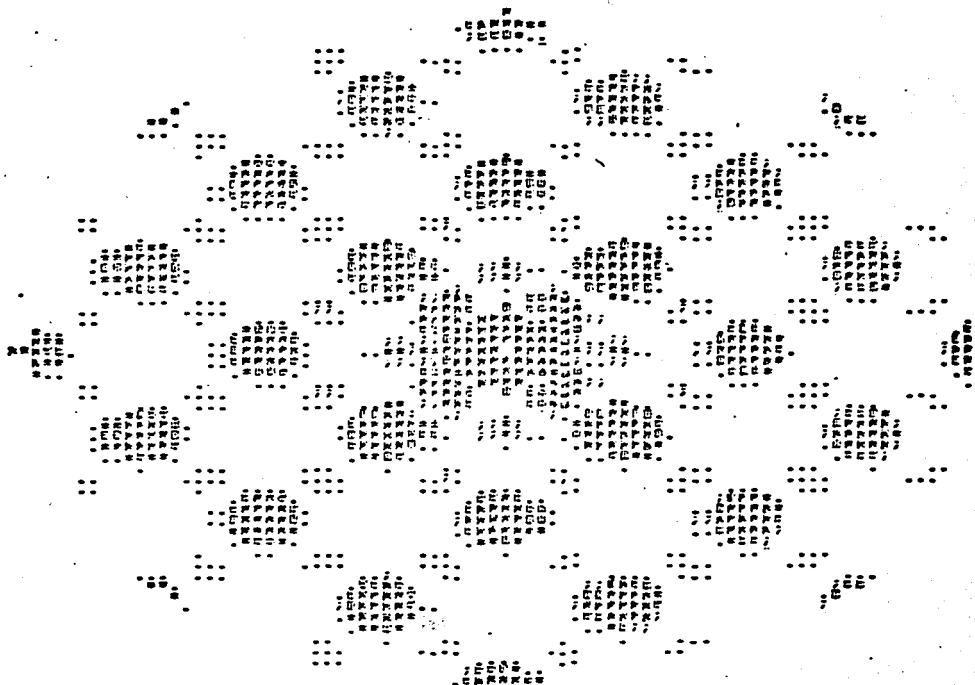
CADA PUNTO VALE EN EL EJE HORIZONTAL 0.007 GRADES Y 0.047 GRADES EN EL VERTICAL



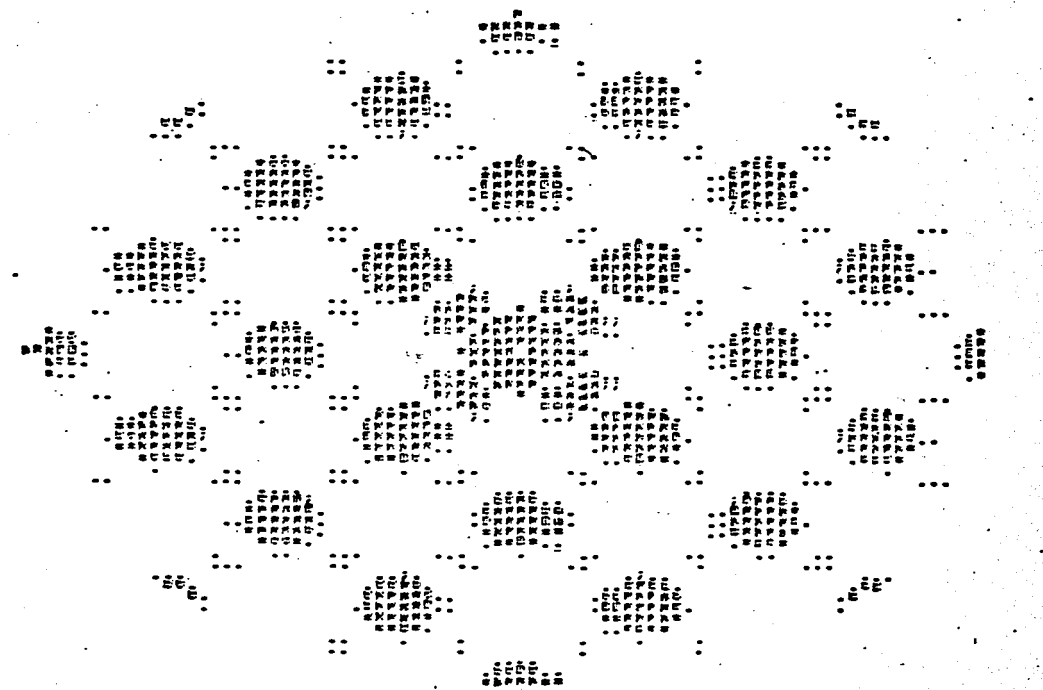
PABLO S. SANCHEZ PABLO S. SANCHEZ PABLO S. SANCHEZ PABLO S. SANCHEZ PABLO S. SANCHEZ

16 ABRIL 1968 16 ABRIL 1968 16 ABRIL 1968 16 ABRIL 1968 16 ABRIL 1968

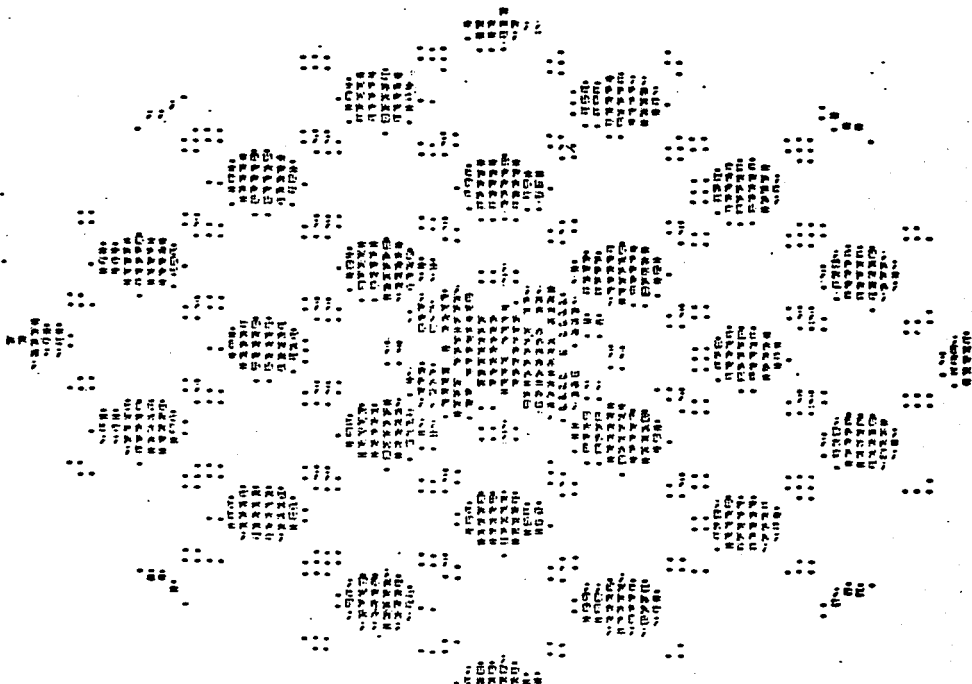
6.037 GRADES Y 6.047 GRADES EN EL VERTICAL



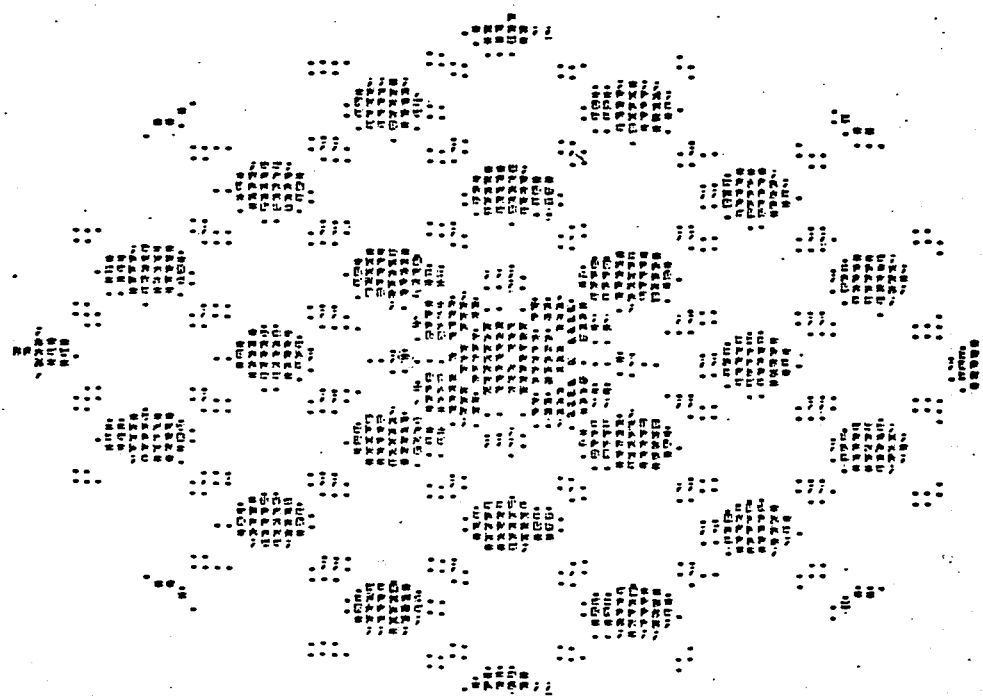
PAPER 11 3.000 GRADES 0.000
 PAPER 11 3.000 GRADES 0.000
 PAPER 11 3.000 GRADES 0.000



PANOR : 3.60000000 LONGITUD DE OROA : 0.013000 ANGLETONS CONTRACTIL = 500
DIRECCION DE : 20 ALTIUDS APERTURA DE : 3.00000000 CENTRALA EN : 0.000 0.000
DATA D'ENTRADA VALS AL EL 200 HORIZONTA : 0.037 GRADES Y 1.047 GRADES EN EL VERTICAL



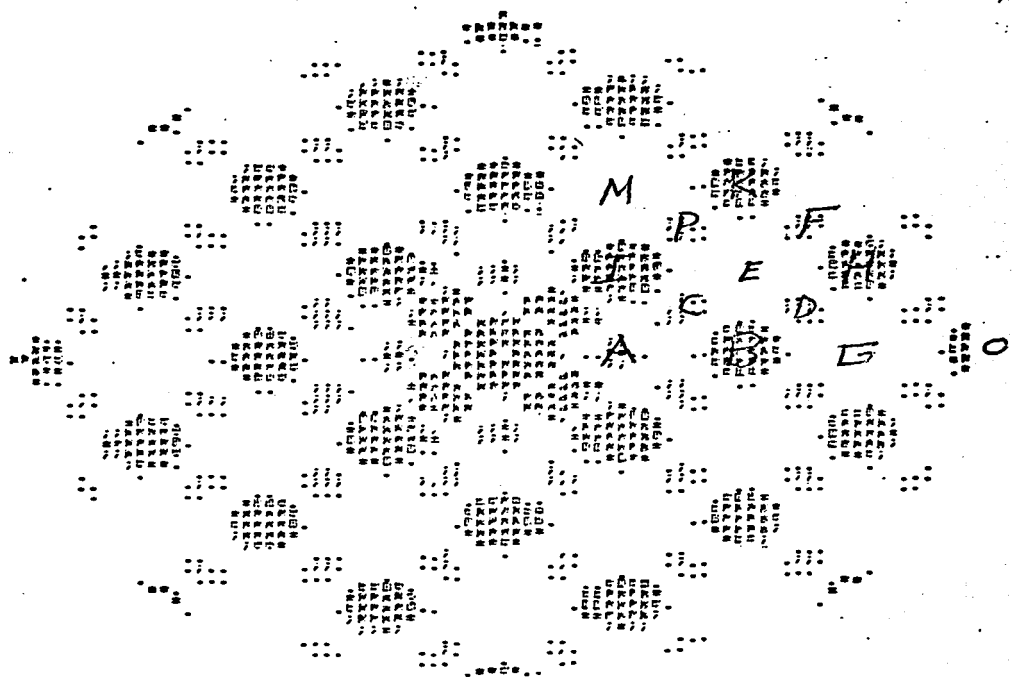
PAGE : 3.00000000 LONGITUD DE ORO : 0.01300000 ANGSTROMS CONTRASTE = 500
ESPESOR DE PLACA Y 214 ATOMOS APLICADA DE 3.00000000 CONTRASTE EN C 0.000 0.000
CADA PUNTO VALE EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL



PANGO = 3.00012605 LONGITUD DE OIDA = 0.013660 ANGSTROMS DISTANCIA = 500

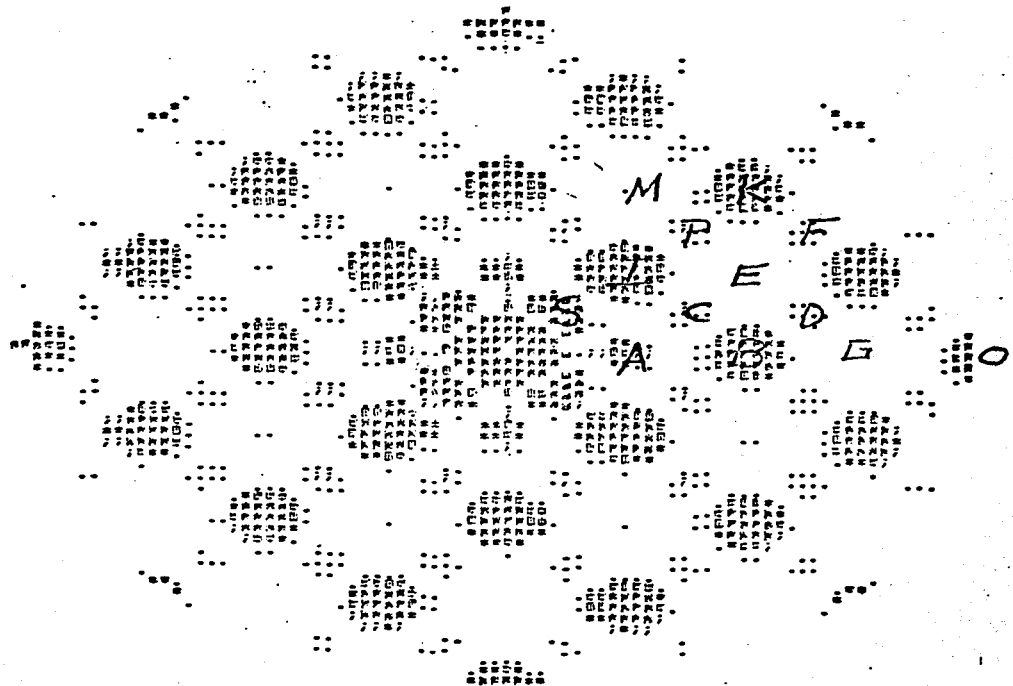
PIRMIER DE 5 PLANS Y 22: ATENOS ALTERNIA DE 3.00012605 CENTRALA ES: C 0.000 0.000

CADA PUNTO VALES EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL



P-19

CARTE 5: 3.000 GALLES LONGITUD DE OIDA : 0.013600 ANCHURAS CONTRASTE = 500
ESPACIO DE 6 PLAZAS Y 23 ATORNILLADO APTITUD DE 3.000 GALLES CENTRALA EN C 0.075 0.000
CADA PUNTO VALE EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADES Y 0.047 GRADES EN EL VERTICAL



57

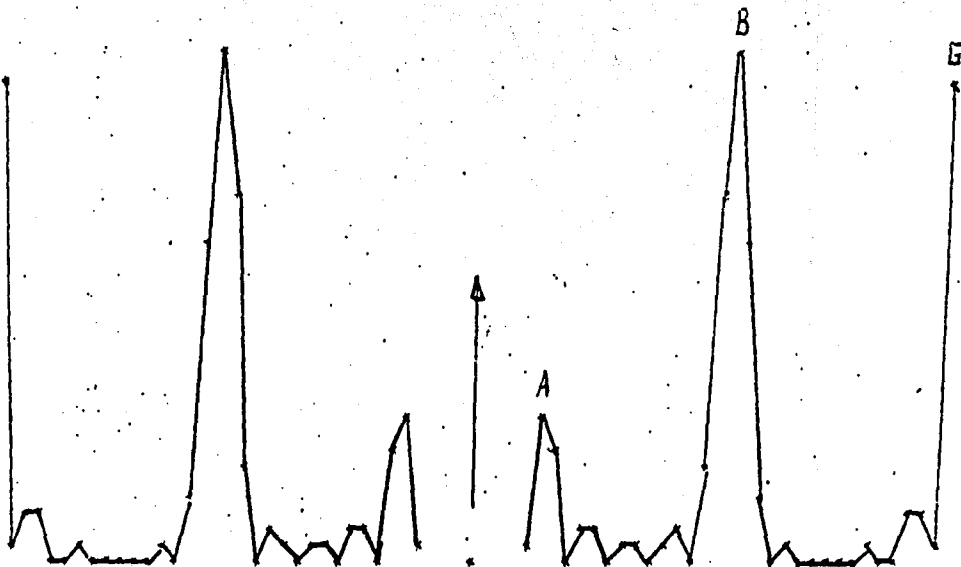


FIGURA 15

42 43 44 45 46 47 48 49 50 51 52 53 54 55 56 57 58 59 60 61 62 63 64 65 66 67 68 69 70 71 72 73 74 75 76 77 78 79 80 81 82 83 84 85 86 87 88 89 90 91 92 93 94 95 96 97 98 99 100

ANÁLISIS DEL PATRÓN DE DIFRACCIÓN DE ESTRUCTURAS PIRAMIDALES DE BASE CUADRADA CON RED UNITARIA F.C.C. Y EJE DE ZONA $\langle 100 \rangle$.

En los patrones de difracción anteriormente analizados se encontraron difracciones que no deberían aparecer en este eje de zona como son las familias $\{110\}$ y $\{310\}$ nos preguntamos si su presencia es debido al efecto de la forma o del espesor, para analizar esto se buscaron patrones de difracción de pirámides con base cuadrada completas y truncadas con espesores entre 15 Å y 300 Å.

- Pirámide con base de 5×5 átomos y 5 planos, el patrón está representado en p-21 y muestra las difracciones normales de un eje de zona $\langle 100 \rangle$ F.C.C. que son B $\{220\}$, I $\{200\}$, H $\{420\}$, X $\{400\}$, O $\{440\}$ y $\frac{1}{3}\{110\}$, además se notan diagonales del centro a los planos B $\{220\}$.

Si la base no es simétrica y la hacemos de 5×6 átomos se observa que estas diagonales sufren un desdoblamiento como muestra p-22. Si la pirámide es truncada, se pierden las radiales y queda definido un patrón F.C.C. $\langle 100 \rangle$ con los fraccionados p-23. Si formamos un escalón la simetría se refleja en el patrón alargándose en la dirección 110 en que está el escalón como lo muestra p-24.

- Si se sigue incrementando el número de planos se tiene como muestra p-25 para 10 planos, la zona central definida como antes pero además se definen reflexiones en planos A $\{110\}$, G $\{330\}$ y M $\{310\}$.

- De 20 planos en adelante se pierden las radiales a sean los planos que podrían identificarse como fraccionarios.

- A partir de 50 planos queda un patrón F.C.C. $\langle 100 \rangle$ y además la reflexión $\{110\}$ como se muestra en p-27.

- A partir de aproximadamente 100 planos desaparece la reflexión $\{110\}$ quedando un patrón típico F.C.C. con eje

de zona $\langle 100 \rangle$ como se muestra en p-28 para 120 planos. Si hacemos un análisis de las intensidades de difracción de los diferentes planos que aparecen en esta estructura y que están representada en la figura 17, encontremos lo siguiente.

- Para el plano 220 la intensidad varía entre 10^{-1} la intensidad de haz central hasta 60 capas, bajando de 10^{-2} de 70 capas en adelante. Si tomamos en cuenta la limitación real de las placas fotográficas de revelar intensidades del orden de no más allá de 10^{-3} veces la intensidad del haz incidente llegamos a la conclusión que la reflexión de este plano se mostrará en espesores grandes, como era de esperarse.

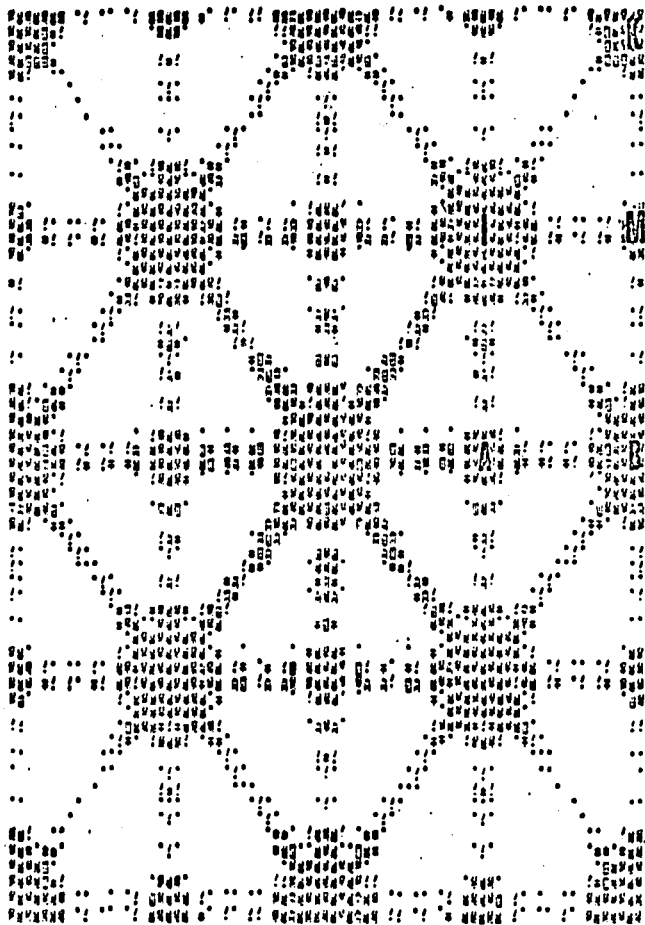
- Para el plano {440} tenemos que también se mostrará en muestras de espesores grandes.

- Para el plano 330 se observa que en 15 capas ($\sim 40 \text{ \AA}$) la intensidad tiene su máximo valor. A partir de ahí la intensidad va disminuyendo hasta al tener espesores de 25 capas ($\sim 70 \text{ \AA}$) donde su valor es de 10^{-3} veces el del haz incidente, por lo tanto usando el mismo criterio anterior se espera que a partir de este espesor ya no se detectará en la placa fotográfica.

- Para el plano {110} se tiene un valor máximo para espesores de ($\sim 40 \text{ \AA}$) disminuyendo hasta (120 \AA) y aumentando para 50 capas a (150 \AA) a partir de ahí decrece y para ($\sim 260 \text{ \AA}$) tiene un valor de 10^{-3} veces la intensidad del haz central y no se manifestaría experimentalmente.

Por lo anterior tenemos que los puntos que podrían interpretarse como planos fraccionarios sólo aparecen en estructuras muy pequeñas están relacionados con la forma de la estructura y que estando la pirámide completa están bien de-

finidos y cuando está truncada se hacen indefinidos y son debidos al traslape de las amplitudes de onda del haz central con las amplitudes de difracción vecinas. Los planos $\{330\}$ y $\{110\}$ son debidos al espesor que al no ser infinito no hay una cancelación completa de las ondas que están fuera de la condición de Bragg y su presencia nos puede dar una idea del orden de magnitud de la estructura.

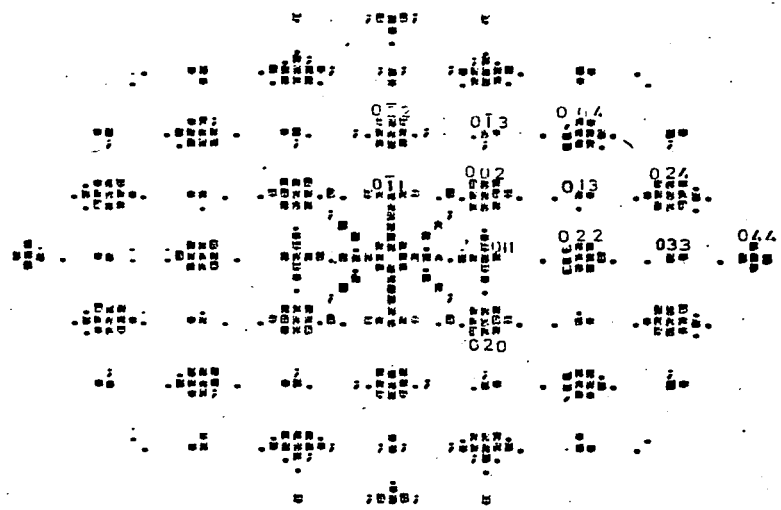


A 1101
B 1220
I 1200
K 1400
M 1310

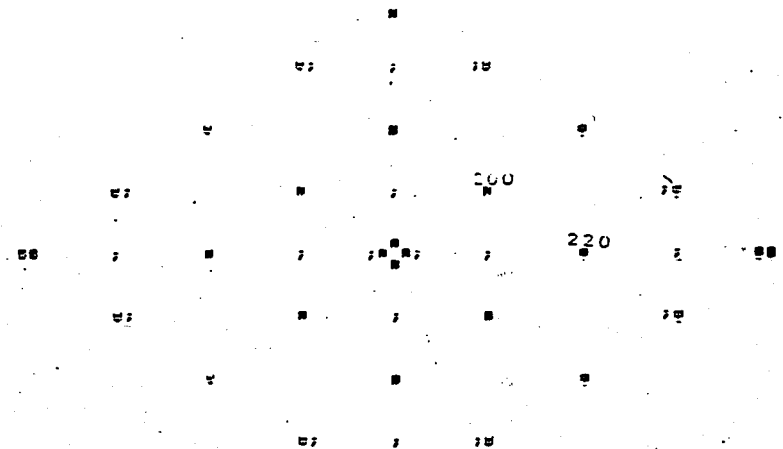
10
11
12

13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60
61
62
63
64
65
66
67
68
69
70
71
72
73
74
75
76
77
78
79
80
81
82
83
84
85
86
87
88
89
90
91
92
93
94
95
96
97
98
99
100
101
102
103
104
105
106
107
108
109
110
111
112
113
114
115
116
117
118
119
120
121
122
123
124
125
126
127
128
129
130
131
132
133
134
135
136
137
138
139
140
141
142
143
144
145
146
147
148
149
150
151
152
153
154
155
156
157
158
159
160
161
162
163
164
165
166
167
168
169
170
171
172
173
174
175
176
177
178
179
180
181
182
183
184
185
186
187
188
189
190
191
192
193
194
195
196
197
198
199
200
201
202
203
204
205
206
207
208
209
210
211
212
213
214
215
216
217
218
219
220
221
222
223
224
225
226
227
228
229
230
231
232
233
234
235
236
237
238
239
240
241
242
243
244
245
246
247
248
249
250
251
252
253
254
255
256
257
258
259
260
261
262
263
264
265
266
267
268
269
270
271
272
273
274
275
276
277
278
279
280
281
282
283
284
285
286
287
288
289
290
291
292
293
294
295
296
297
298
299
300
301
302
303
304
305
306
307
308
309
310
311
312
313
314
315
316
317
318
319
320
321
322
323
324
325
326
327
328
329
330
331
332
333
334
335
336
337
338
339
340
341
342
343
344
345
346
347
348
349
350
351
352
353
354
355
356
357
358
359
360
361
362
363
364
365
366
367
368
369
370
371
372
373
374
375
376
377
378
379
380
381
382
383
384
385
386
387
388
389
390
391
392
393
394
395
396
397
398
399
400
401
402
403
404
405
406
407
408
409
410
411
412
413
414
415
416
417
418
419
420
421
422
423
424
425
426
427
428
429
430
431
432
433
434
435
436
437
438
439
440
441
442
443
444
445
446
447
448
449
450
451
452
453
454
455
456
457
458
459
460
461
462
463
464
465
466
467
468
469
470
471
472
473
474
475
476
477
478
479
480
481
482
483
484
485
486
487
488
489
490
491
492
493
494
495
496
497
498
499
500
501
502
503
504
505
506
507
508
509
510
511
512
513
514
515
516
517
518
519
520
521
522
523
524
525
526
527
528
529
530
531
532
533
534
535
536
537
538
539
540
541
542
543
544
545
546
547
548
549
550
551
552
553
554
555
556
557
558
559
560
561
562
563
564
565
566
567
568
569
570
571
572
573
574
575
576
577
578
579
580
581
582
583
584
585
586
587
588
589
590
591
592
593
594
595
596
597
598
599
600
601
602
603
604
605
606
607
608
609
610
611
612
613
614
615
616
617
618
619
620
621
622
623
624
625
626
627
628
629
630
631
632
633
634
635
636
637
638
639
640
641
642
643
644
645
646
647
648
649
650
651
652
653
654
655
656
657
658
659
660
661
662
663
664
665
666
667
668
669
670
671
672
673
674
675
676
677
678
679
680
681
682
683
684
685
686
687
688
689
690
691
692
693
694
695
696
697
698
699
700
701
702
703
704
705
706
707
708
709
710
711
712
713
714
715
716
717
718
719
720
721
722
723
724
725
726
727
728
729
730
731
732
733
734
735
736
737
738
739
740
741
742
743
744
745
746
747
748
749
750
751
752
753
754
755
756
757
758
759
760
761
762
763
764
765
766
767
768
769
770
771
772
773
774
775
776
777
778
779
780
781
782
783
784
785
786
787
788
789
790
791
792
793
794
795
796
797
798
799
800
801
802
803
804
805
806
807
808
809
810
811
812
813
814
815
816
817
818
819
820
821
822
823
824
825
826
827
828
829
830
831
832
833
834
835
836
837
838
839
840
841
842
843
844
845
846
847
848
849
850
851
852
853
854
855
856
857
858
859
860
861
862
863
864
865
866
867
868
869
870
871
872
873
874
875
876
877
878
879
880
881
882
883
884
885
886
887
888
889
890
891
892
893
894
895
896
897
898
899
900
901
902
903
904
905
906
907
908
909
910
911
912
913
914
915
916
917
918
919
920
921
922
923
924
925
926
927
928
929
930
931
932
933
934
935
936
937
938
939
940
941
942
943
944
945
946
947
948
949
950
951
952
953
954
955
956
957
958
959
960
961
962
963
964
965
966
967
968
969
970
971
972
973
974
975
976
977
978
979
980
981
982
983
984
985
986
987
988
989
990
991
992
993
994
995
996
997
998
999
1000

PANORAMA : 3.000GRADOS LONGITUD DE ORO : 66.03000 ALTITUD : 1000
PIRAMIDE DE EL PLANO Y 2405 METROS APERTURA DE 3.000GRADOS CENTRADA EN C 0.000 0.000 3
CADA PUNTO VALE EN EL EJE HORIZONTAL 0.047 GRADOS Y 0.003 GRADOS EN EL VERTICAL 20X 20

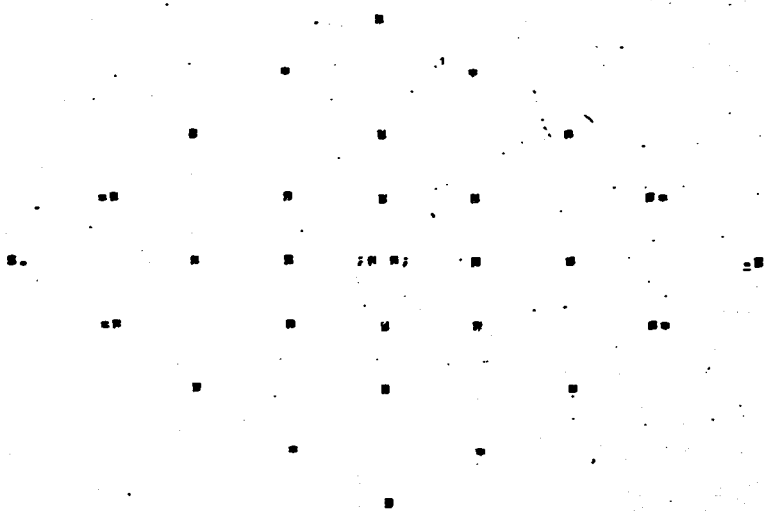


DARGO : 3.2000000000000000 ANGSTROMS CONTRASTE 1000
THERMOCOPYING CENTER UNIVERSITY OF CALIFORNIA AT BERKELEY 3.2000000000000000 0.000 0.000



1-27

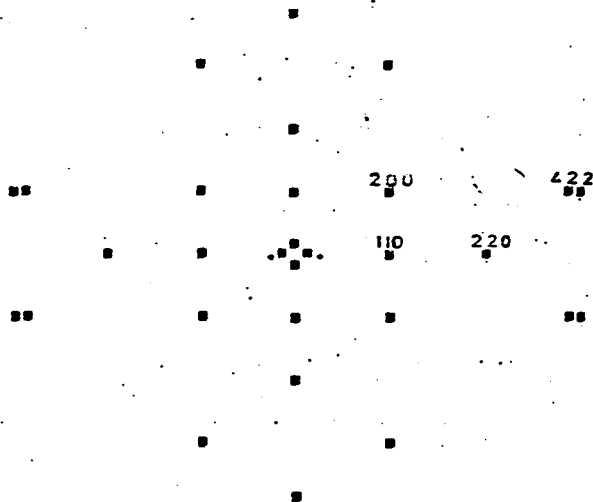
TAMAÑO : 3000000000 LARGITUD DE ORO : 0011000 ANCHURAS CANTIDAD 1000
 PARTID. F.CIF. DE SO PLANO Y 113925 ATOMOS - APERTURA DE 3,0000000000 CERTIFICA EN C 0,000 0,0



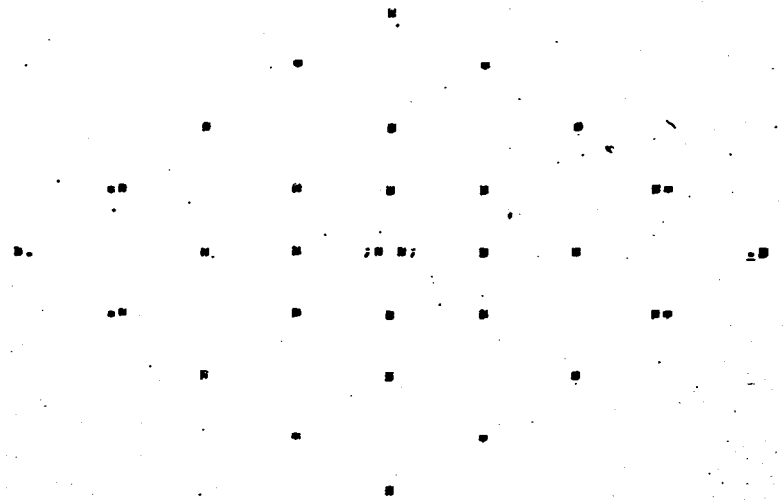
ANCHO : 3.000GRADOS LONGITUD DE ONDA : 0.013000 ANGSTROMS CONTRASTE= 1000

PIRAMIDE BIC.C. DE 76 PLANO Y 11/795 ATUROS APERTURA DE 3.000GRADOS CENTRADA EN : 0.000 0.

CADA PUNTO VALE EN EL EJE HORIZONTAL 0.047 GRADOS Y 0.063 GRADOS EN EL VERTICAL



PAPEL : 5000 10x14 1/2 LEJITIVO DE CUBA : 00113000 ANOSTIGOS CONTRASTE 1000
DIMENSIONES: 11.50 PLANO Y 42925 ATOMOS APERTURA DE 3.000GRADOS CENTRADA EN 0.000 0.



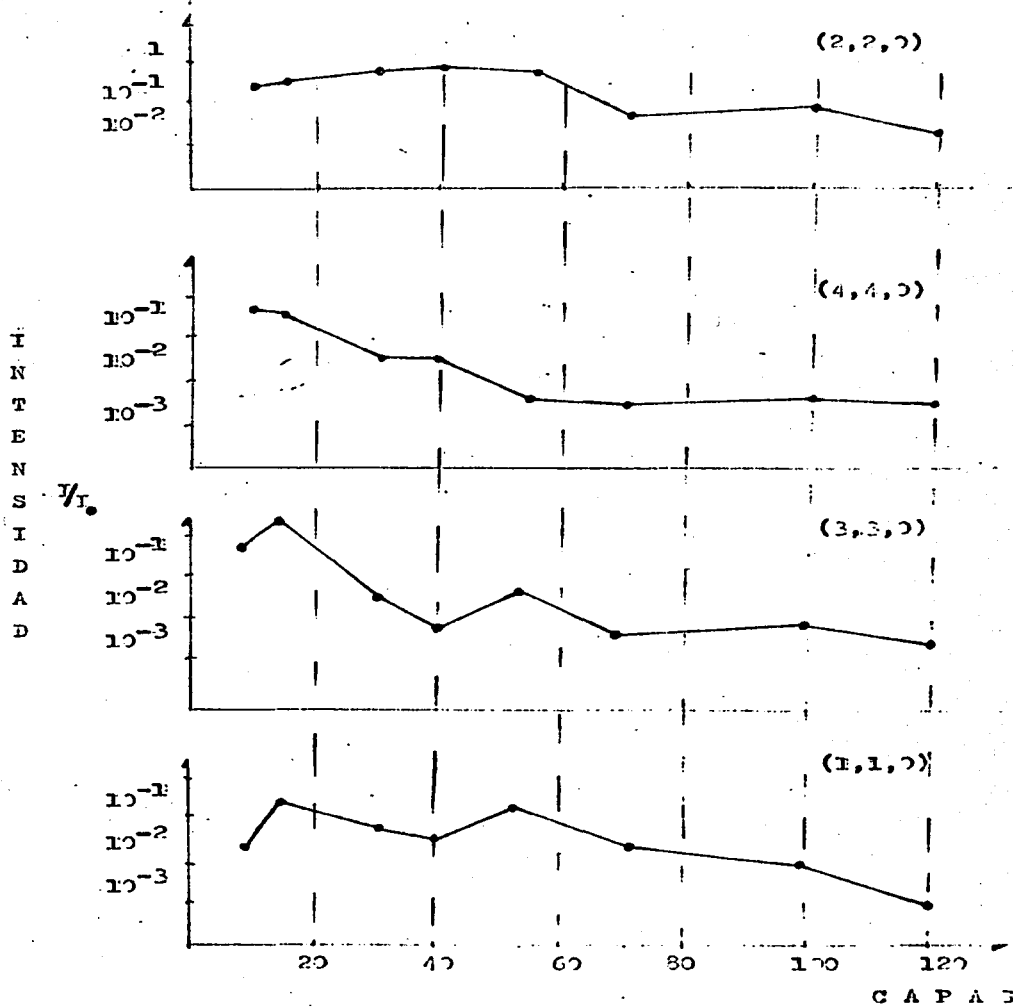


FIGURA 17

ANÁLISIS DE LOS PATRONES DE DIFRACCIÓN DE UN CUBOSTAEDRO.

Suponiendo que las partículas por analizar a través del --
microscopio electrónico tienen una estructura cubo-octaédrica nos interesamos en conocer la forma del patrón de difracción que producirían alrededor de sus tres ejes de zona --
principales los cuales están representados en la figura 18

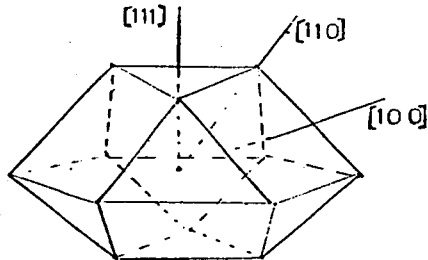
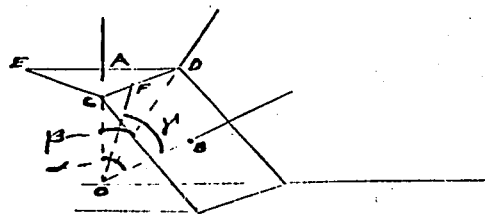


FIGURA 18

El ángulo que existe entre las direcciones [111] y [110] es $\beta = 35.26^\circ$ y entre [111] y [100] es $\alpha = 54.73^\circ$ como se muestra en el siguiente análisis



Suponiendo que la distancia entre cada uno de los átomos --
es la unidad se tiene

$$\overline{OA} = (\overline{OD}^2 - \overline{AD}^2)^{1/2}$$

$$\overline{OA} = .8165 \quad \overline{CD} = \overline{OD} = \overline{CE} = \overline{ED} = 1 \quad \overline{AD} = .5773$$

$$\beta = \cos^{-1} \frac{\overline{OD}}{\overline{OA}} = 35.264^\circ$$

$$\overline{OP} = (\overline{OA}^2 + \overline{AF}^2)^{1/2} = .8660 \quad \overline{OS} = (\overline{OF}^2 - \overline{FS}^2)^{1/2} \quad \overline{FS} = .500 = .70$$

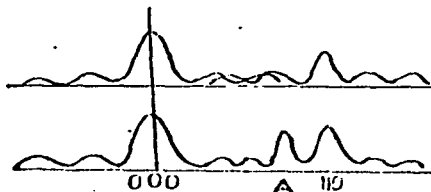
$$\gamma = \cos^{-1} \frac{\overline{OF}}{\overline{OS}} = 35.264^\circ \quad \delta = \cos^{-1} \frac{\overline{OF}}{\overline{OA}} = 19.471^\circ$$

$$\alpha = \gamma + \delta = 54.735^\circ$$

Se consideraron estructuras desde una capa con 13 átomos -- hasta 7 capas constando de 1415 átomos que equivale a 15 -- planos con un espesor total de aproximadamente 50 Å. Se sacó el patrón de difracción para un cuboctaedro más grande.

CUBOCTAEDRO CON EJE DE ZONA $\langle 111 \rangle$

Para la mínima estructura formada por 13 átomos correspondiendo a 3 planos finitos normales al haz de electrones representada en p-29, se observan 6 formas alargadas alrededor del centro, las cuales se deben a la intersección de 2 amplitudes, la exterior producida por el plano A (110) y la interior que es la suma del desfasamiento de las intensidades del plano (110) y la de la intensidad central.



que da origen a la aparente reflexión de un plano fraccionario correspondiendo en este caso al $w \frac{1}{3}$ (220).

Si comparamos el patrón con la posición en el espacio real del cuboctaedro en la figura 19

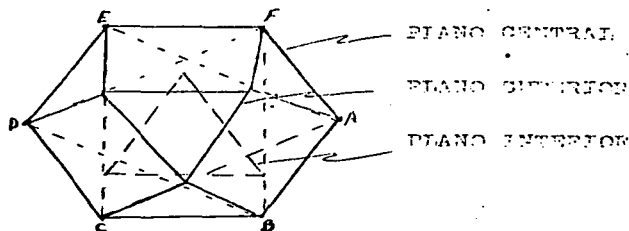


FIGURA 19

se observa que las formas alargadas coinciden con la posición de los vértices A...F del plano central.

La familia de planos $T \frac{1}{3}$ (422) coincide con las aristas del hexágono del plano central conforme va creciendo la partícula y por consiguiente se van teniendo más planos normales al haz incidente van desapareciendo la familia de planos prohibidos correspondientes a ángulos superiores de $.7^\circ$ tales como D (222), Q $\frac{2}{3}$ (422) y Z (211). Bajan en intensidad los planos A (110) y $T \frac{1}{3}$ (422) y desaparece el fraccionario $w \frac{1}{3}$ (220) hasta 4 capas equivalente a 9 planos en donde sólo quedan A (110) y se hace indefinida la parte central, para 5 capas equivalente a 11 planos y 561 átomos, comienzan a definirse planos prohibidos que aparecen en la estructura más pequeña cuyo intensidad aumenta para 13 planos siendo evidente que las posiciones que guardan en el patrón los planos Z (211) que los que tienen igual intensidad representan la forma geométrica de los planos superior e inferior del cuboctaedro puesto que están localizados en los vértices de esos planos triangulares.

Para 15 planos el patrón está más definido en la intensidad de los puntos, puesto que no hay tanto desperarrame.

para 25 planos se define con claridad la parte central que por simetría en las intensidades se vé que la familia de planos A (110) representan planos que pasan por las aristas del triángulo FBD y ECA. Por lo tanto la familia T (110) considerando la mínima estructura representa 4 planos paralelos por cada par de vértices del plano central opuestos. Por ejemplo en la dirección \overline{DA} los 4 planos son los que pasan por A, F B, E C, D.

Para la familia $T\frac{1}{3}$ (422) los planos son para la mínima estructura los que pasan por BA, DE y los del vértice y la arista correspondientes de los planos superior e inferior en A, D solo hay un átomo por plano en Ba y DE, solo hay 2 átomos por plano en Fb y EC, hay 4 átomos por plano, uno en F otro en B y uno por cada vértice correspondiente en el plano superior o inferior.

Como se vé, los planos A (110) tienen más átomos y forman parte de la estructura geométrica del cristal, en cambio los planos $T\frac{1}{3}$ (422) son planos incompletos, por esa razón dentro de los prohibidos la intensidad de la familia A (110) prevalece sobre los demás.

Comparando los patrones aquí obtenidos con el obtenido por P. Larroque, M. Brieu (12) para el cuboctaedro en la dirección (111) ya que para las otras direcciones ellos no la calculan. Se vé que son coincidentes lo que permite concluir que el haz incidente cae normalmente al plano superior y por lo tanto no existen puntos dentro del mismo plano que está fuera de la esfera de Ewald.

Todo parece indicar que estos puntos que reflejan la sime-

tría y por lo tanto la forma de la estructura tiene su origen en el tamaño finito y muy pequeño del cristal del orden de 12 Å a 100 Å que hace que las ondas difractadas no recorran suficiente espesor para que las interferencias destructivas las cancelen.

EJE DE ZONA $\langle 110 \rangle$ DEL CUBOCTAEDRO.

Para la misma estructura de 13 átomos y 3 planos es un patrón típico de un F.C.C. con eje de zona 110 así en la región central aparecen los prohibidos N (100), A (110) y $W \frac{1}{3}$ (220) como se muestra en p-37, conforme crece se van definiendo más los picos de intensidad apareciendo para una estructura de 9 planos o sean 4 caras en p-38, un patrón bien definido F.C.C. $[110]$ pero aparece claramente la familia de planos fraccionarios $\frac{1}{2}$ (111), representada por 4 puntos de la simetría que presentan esos puntos comparados con la geometría de la partícula se puede ver de la figura 20

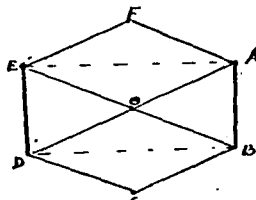


FIGURA 20

que las posiciones de los puntos fraccionados corresponden a los vértices A B D E que forman un rectángulo como están en forma diagonal entonces la familia de planos $\frac{1}{2}$ (111) representa a los planos normales a las diagonales del rectángulo. Por ejemplo en la diagonal E B, los planos de esa familia sería el que pase por B, por CA, por C por D F y el que pase por E. Todos estos planos son de forma geométrica

de la estructura como se vé en la figura 20 del cuboctaedro en ese eje de zona.

A partir de 11 planos equivalente a un espesor de aproximadamente 45 Å de una estructura de 5 capas y 561 átomos se observa que en lugar de puntos bien definidos existen líneas en una dirección preferente como si los puntos de difracción sufrieran alargamientos en esa dirección. Para explicarlo observemos la simetría de los patrones que es equivalente a la de la figura 21 y p-40

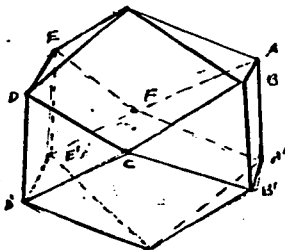


FIGURA 21

cuya vista superior esté dada en la figura 20 los planos que pasan por A B, F C y D E son los que están en la dirección de los alargamientos, estos son los de mayor número de átomos y por lo tanto en el patrón se manifiestan con mayor intensidad cuyo derrame interaccionará con el de los puntos prohibidos produciendo una línea continua, línea que comienza a desaparecer cuando la estructura crece en tamaño y que entonces las intensidades de los prohibidos disminuyen y no se traslapa con la función de intensidad de los puntos permitidos como puede verse que empieza a suceder esto en el patrón de 12 capas equivalente a 25 planos y espesor aproximado de 100 Å (p-43)

ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA

CUBOCTAEDRO CON EJE DE ZONA [100]

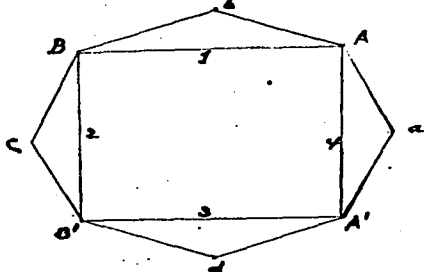
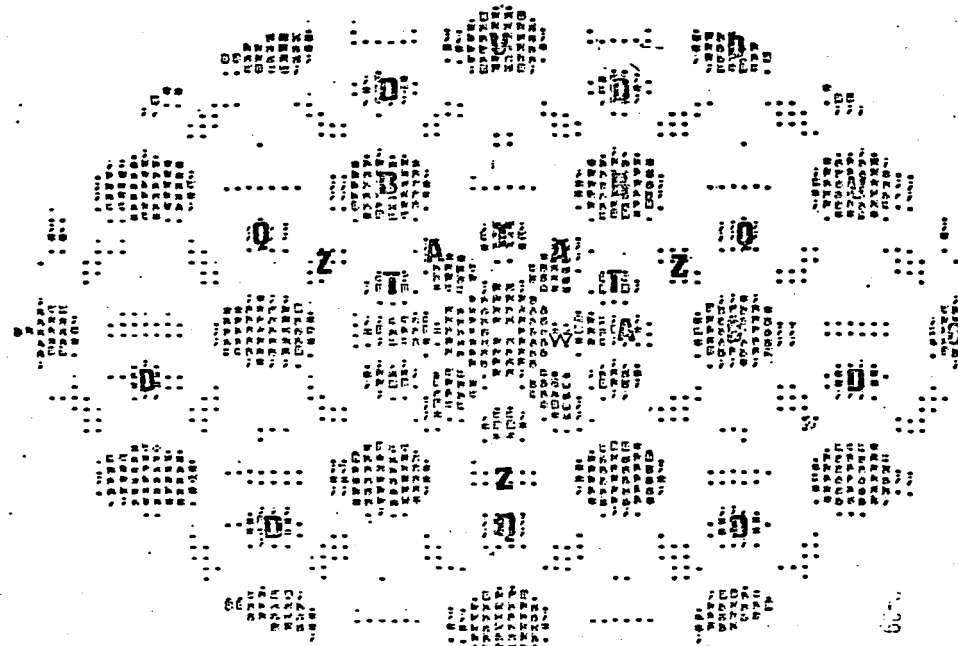


FIGURA 22

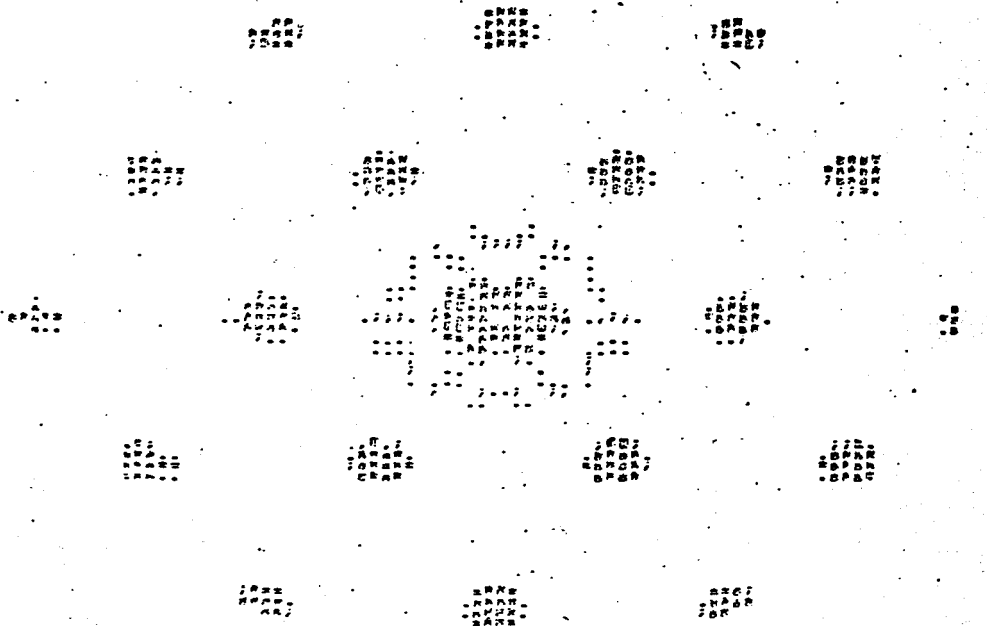
La difracción en este eje de zona sigue el mismo patrón -- que ha caracterizado a los dos ejes anteriores, esto es; -- si la estructura es pequeña formada por 13 átomos el patrón representa una indexación característica del [100] además la familia de planos $A\{110\}$ y $N\{100\}$ que coincide -- con los vértices exteriores de los planos triangulares el primero y con los vértices del cubo los segundos. Si consideramos la suposición que hemos hecho para estos planos -- que reflejan la existencia de planos internos del cristal que no pertenecen a la superficie geométrica y que siguen la simetría del cristal de la figura 22 se vé que los planos son 1, 2, 3, 4, que en la figura 21 equivalen a ABDE, -- BDD'B', D'BA'E' y A'AE'E' respectivamente, para la familia $A\{110\}$ y para la familia $N\{100\}$ los planos son a, b, bc, cd y da que consta del mismo número de átomos que los planos de la familia $A\{110\}$ que son 4 para la estructura mas pequeña. Los puntos de planos fraccionarios se consideran como antes, debido al traslape de las intensidades de los planos prohibidos y en este caso con la familia $I\{200\}$.

14.00 : 200 000000 000 000000 000000 000000 000000 000000 000000 000000 000000
 CAPACITANCIA DE LAS PLACAS Y 13 400000 000000 000000 000000 000000 000000 000000 000000 000000
 CAPA PUNTO VALES EN EL EJE HORIZONTAL 0.057 UNIDADES Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL

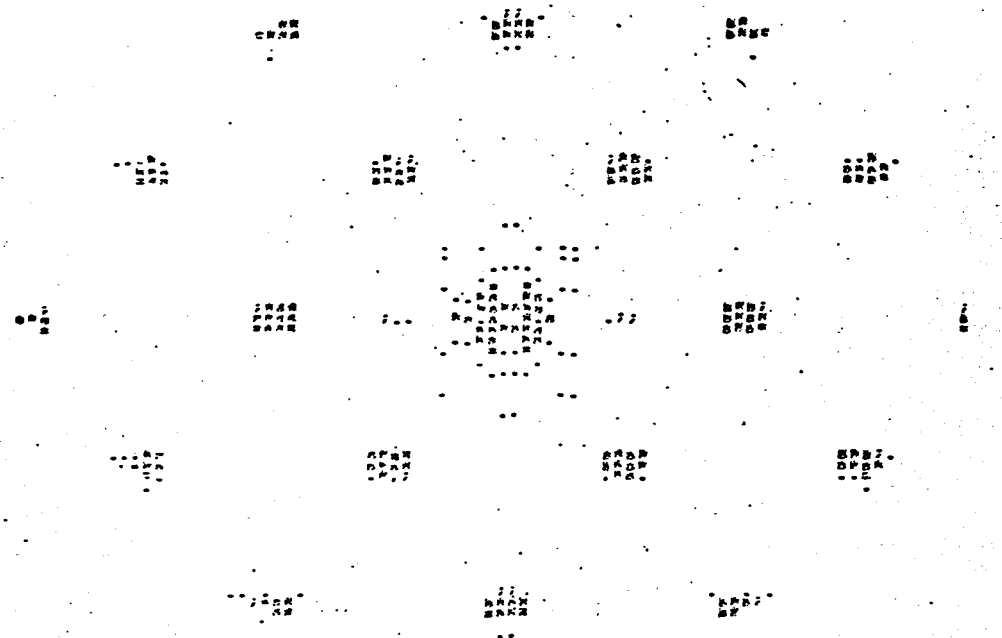


- A (110)
- B (220)
- D (222)
- Q 2/3 (4 2 2)
- T 1/3 (4 2 2)
- V (4 2 2)
- W 1/3 (2 2 0)
- Z (2 1 1)
- C (4 4 0)

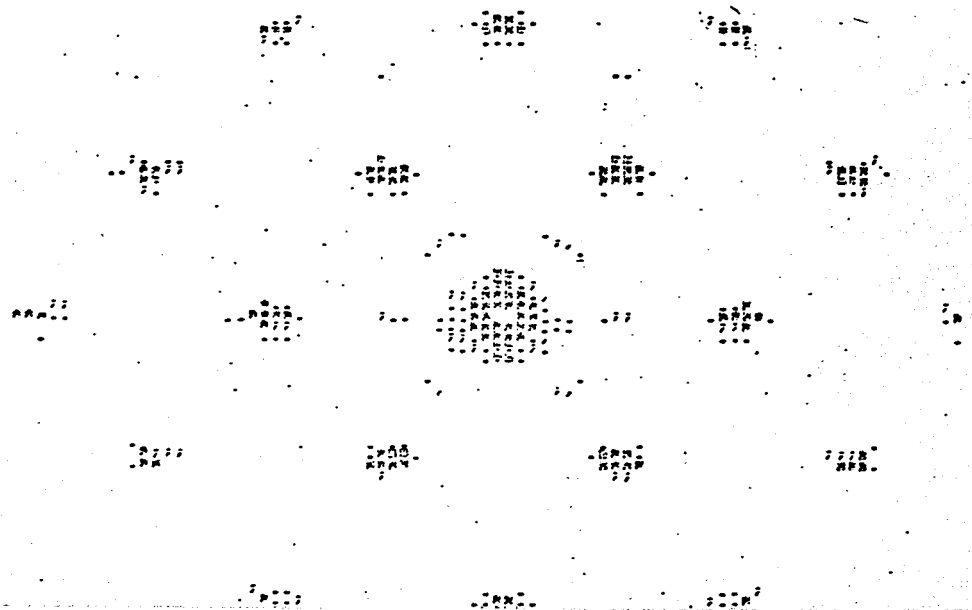
ESTACIONAMENTO DE LOS AVIONES EN EL PUERTO DE LA ZONA CENTRAL DE 1960
PROYECTO DE PUERTOS Y ESTACIONES AERIOAS DE 3.100 GRADOS CENTRALES EN C 0.000 0.000
EJE DE ZONA (1,1,1)
CADA PUERTO VALDRA EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL



PAUSE : 000 000000 000000 000000 000000 000000 000000 000000 000000 000000 000000
CORRECCION EN X Y 147 000000 000000 000000 000000 000000 000000 000000 000000
EJE DE ZONA (1,1,1)
CADA PUNTO VALE 100000 HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL



VALOR : 3.000.000.000, LARGITUD DE Onda : 0.012000 ANOSTRONS CONTRASTE 1000
ENCUENTRADO EN : 4.0000 Y 300.000000 APTERKA DE 3.0000000000 CENTRADA EN C 0.000 0.000
CALA EN LA MANO : EN EL ANGULO HORIZONTAL 0.0000 GRADOS Y 0.0000 GRADOS EN EL VERTICAL



CONDUCTORES DE CABLES Y 25 PUNOS APUNTA DE 3.000 GRADOS CENTRADA EN EL 0000

CADA PUNTO CALA EN EL 100 HORIZONTAL 0.007 GRADOS Y 0.007 GRADOS EN EL VERTICAL (///)

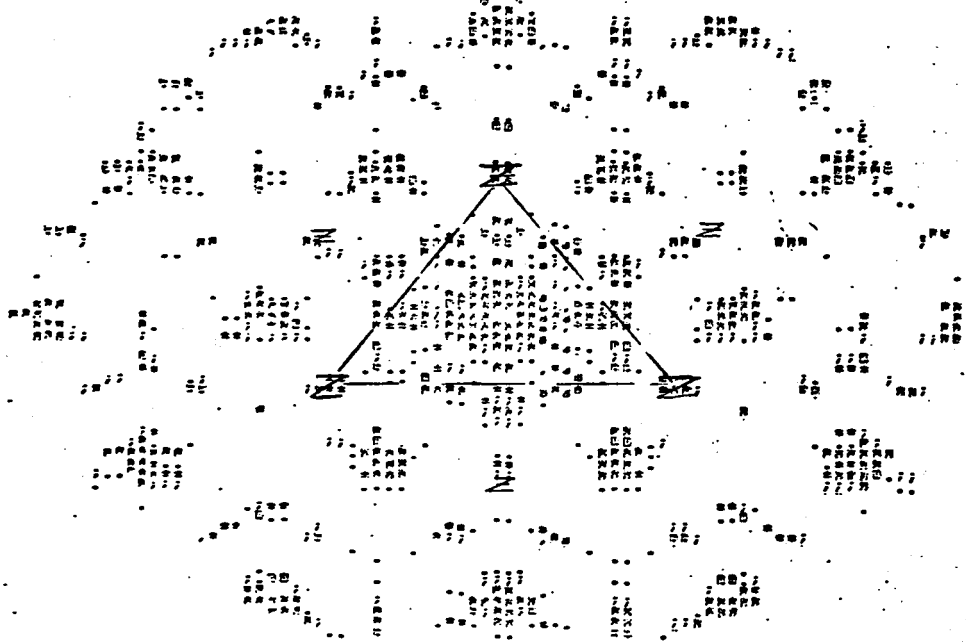
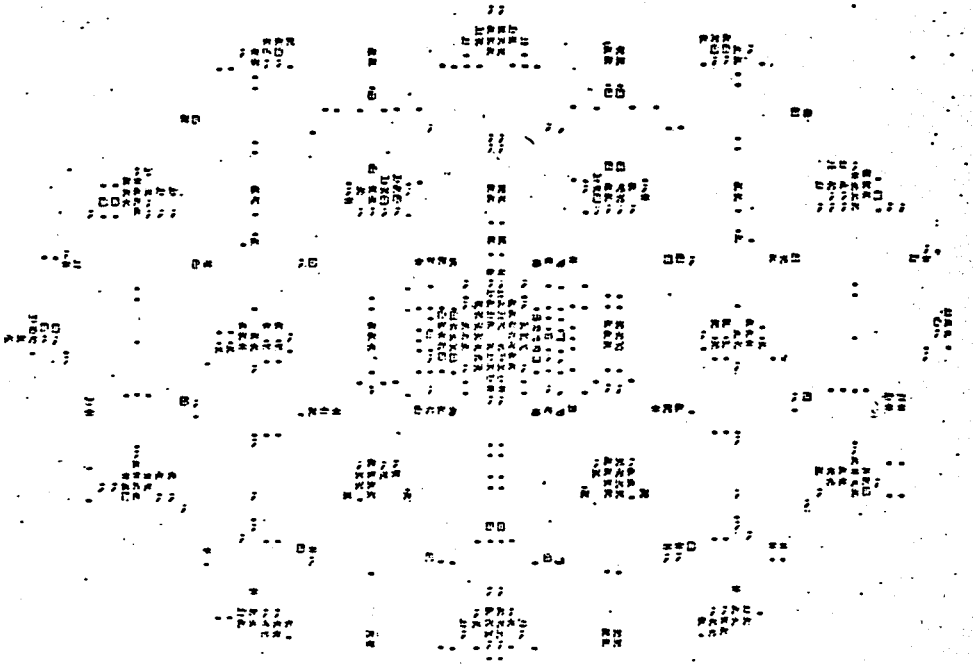


TABLE : 3-DIMENSIONAL ELECTRODE DATA FOR 1950 CONTRACTS 1000
CORRECTED BY 7 JULY 1950 APPROX. DEPTH IN FEET 3,000 GRADES CENTERED IN E 0.000 0.000
EACH POINT VALUE IS LL FOR HORIZONTAL 0.007 GRADES Y 0.047 GRADES IN PL VERTICAL

511

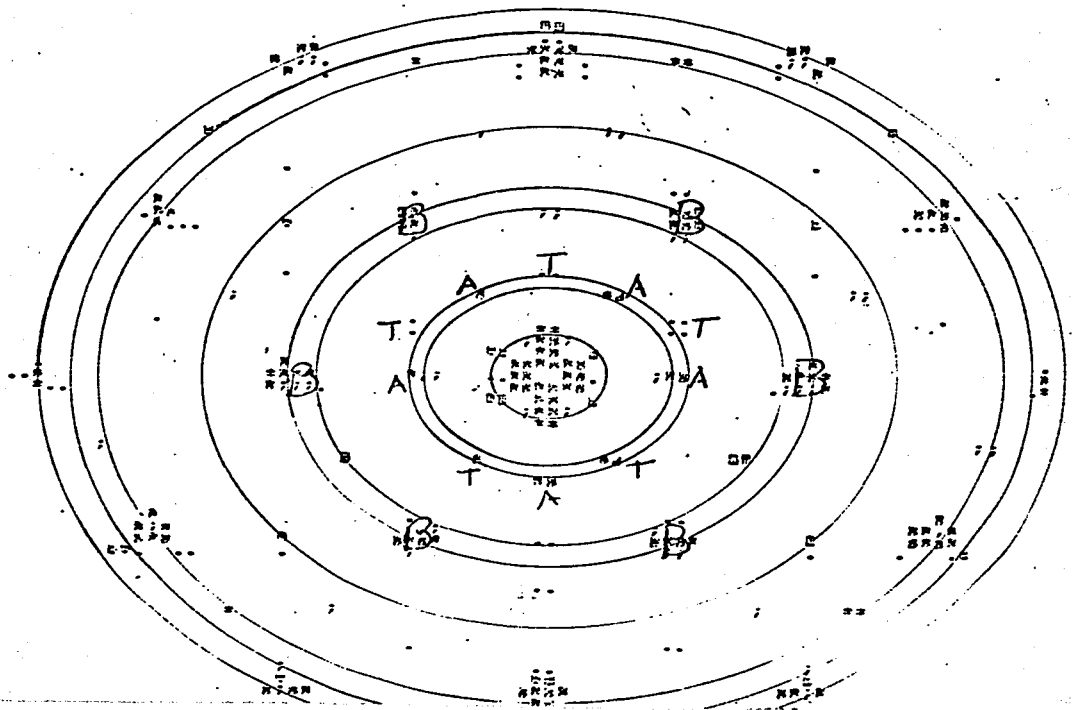


LONGITUD DE ONDA : 0.013000 ANGSTROMS CONTRASTE = 1000

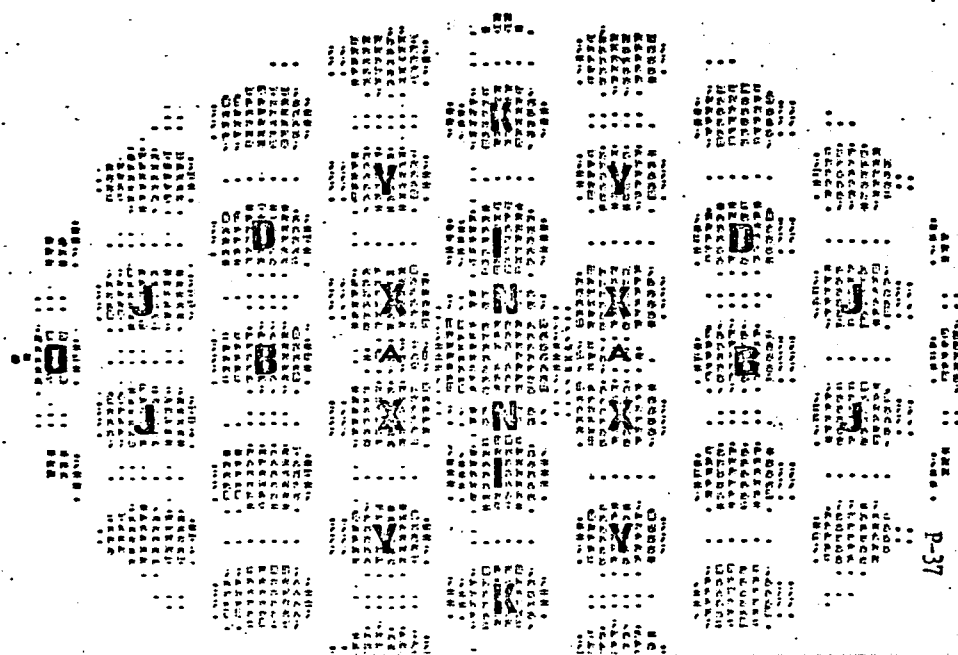
CONCENTRACION DE 12 CAPAS Y 625 ATOMOS APERTURA DE 3.000 GRADOS CENTRO EN C 0.000 0.000

CADA PUNTO VALE 10 EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL

///



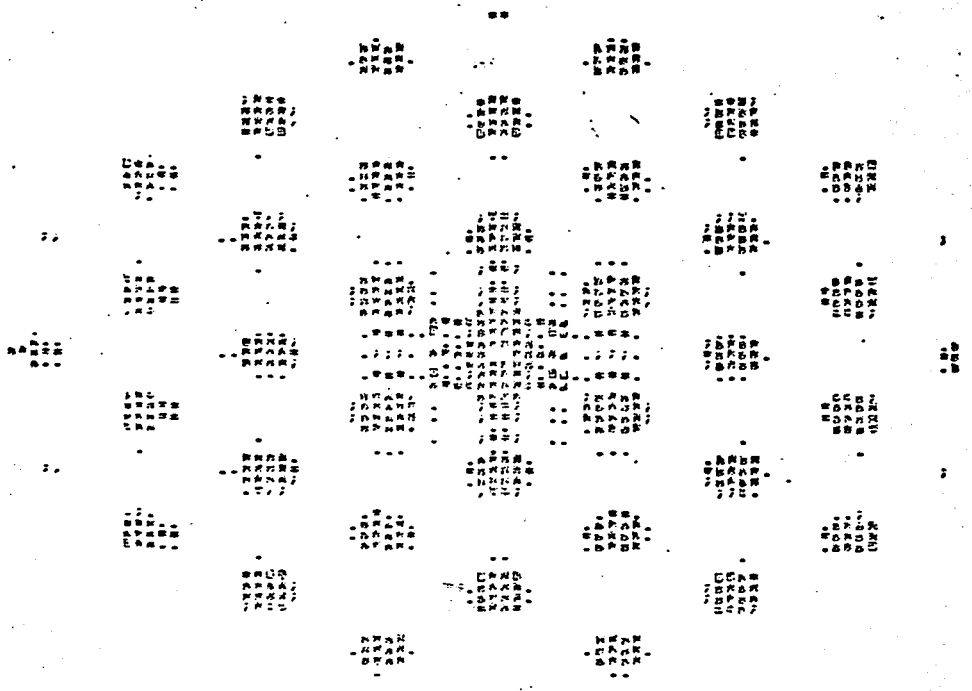
ANCHO = 3.000 GRADOS LONGITUD DE Onda = 0.013000 ANGSTROMS CONTRASTE = 1000
 CUBICULAR DE 7 CAPAS Y 13 ATOMOS APEERTURA EL 3.000 GRADOS CENTRAZ EN C 0.000 0.000
 EJE DE ZONA (1,1,0)
 CAD. PUNTO VALES EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL



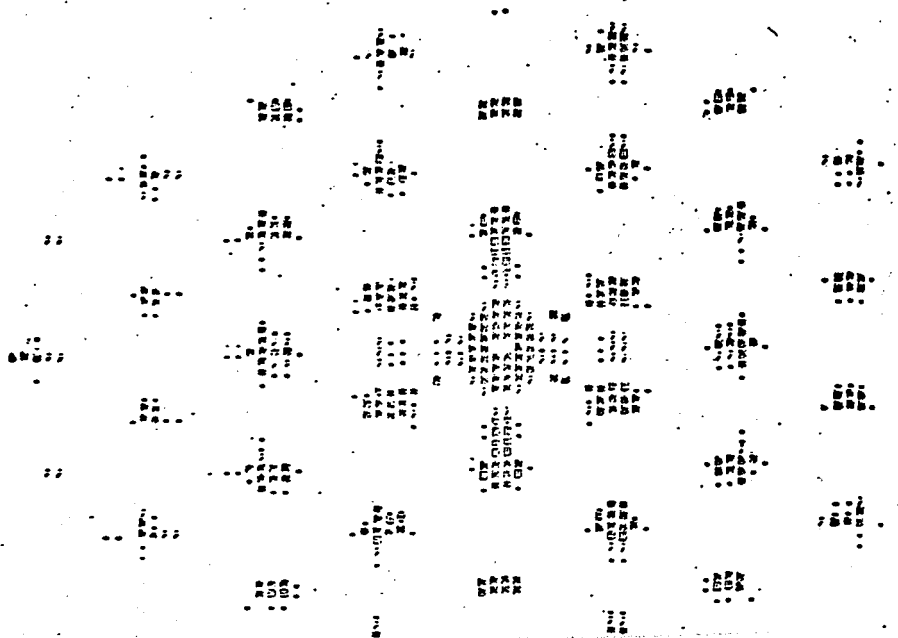
A {110}
 B {220}
 D {222}
 I {200}
 J {331}
 K {400}
 N {100}
 O {440}
 X {111}
 Y {113}

CONTRAST= 1000
SUPERIOR IL 3000000000 CLMP.LL LH 0 0.000 0.000
OFF IL ZONA (1,100)

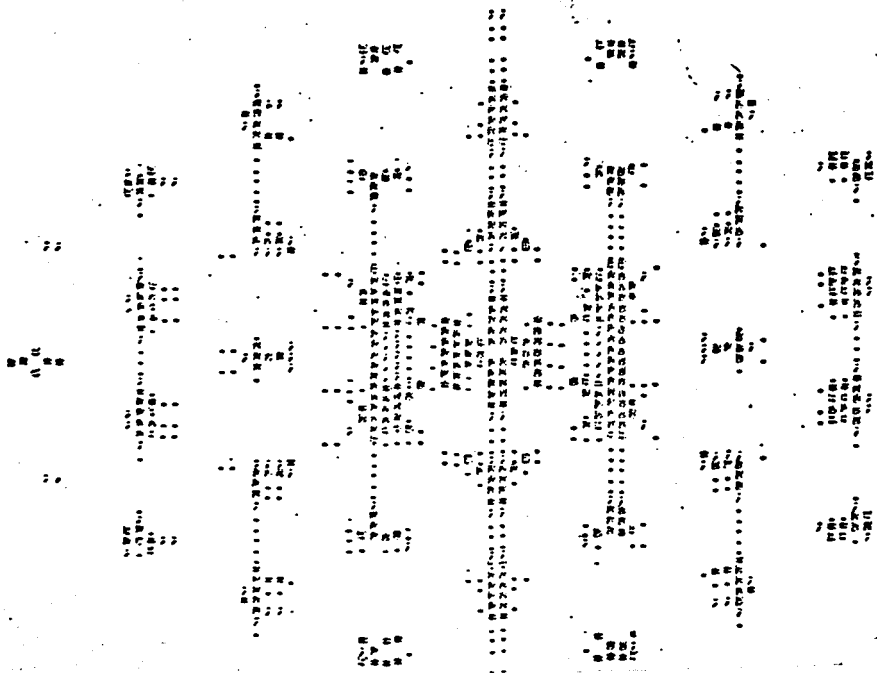
0007 GRALCS Y 00047 GRALCS LL IL VERTICAL



MARCO : 3.000 GRADOS - LONGITUD DE OCEANO : 0.013000 ANGLETONS CONTRASTE 1000
 CUCOTALPÁN EL 8 CAPAS Y 369 ATOMOS APERTURA DE 3.000 GRADOS CENTRADA EN (0.000 0.000
 EJE DE ZONA (1,1,0)
 CADA PUNTO VALE 10 EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL



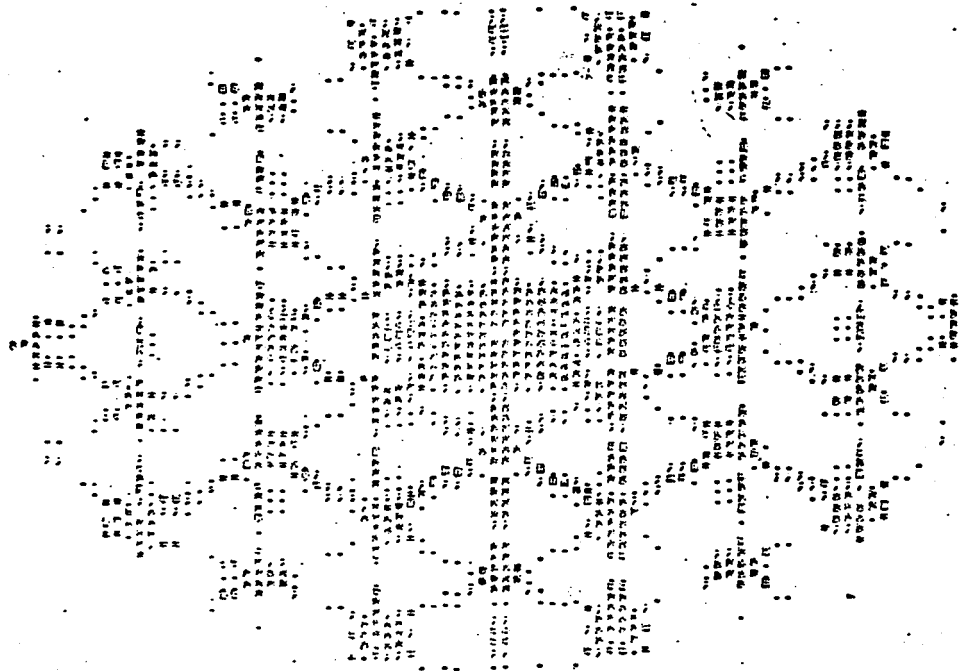
PANEL 3 3.000GRADOS LONGITUD DE OIDA : 0.013000 ANGLETONS CONTRASTE 100%
 CONDUCTORES DE 5 CAPAS Y 501 ATOMOS APEPTUR. DE 3.000GRADOS CENTRADA EN C 0.000 0.000
 EJE DE ZONA (1,1,0)
 CAP. PUNTO VILFA EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL



PARTE : 300000000 LONGITUD DE ZONA : 6.01300 ANOSTROS CONTRASTE = 1000

CORRECCION DE 0.0125 Y 0.0100 APORTA EL 3.000000000 CENTRA EN (0.000 0.000

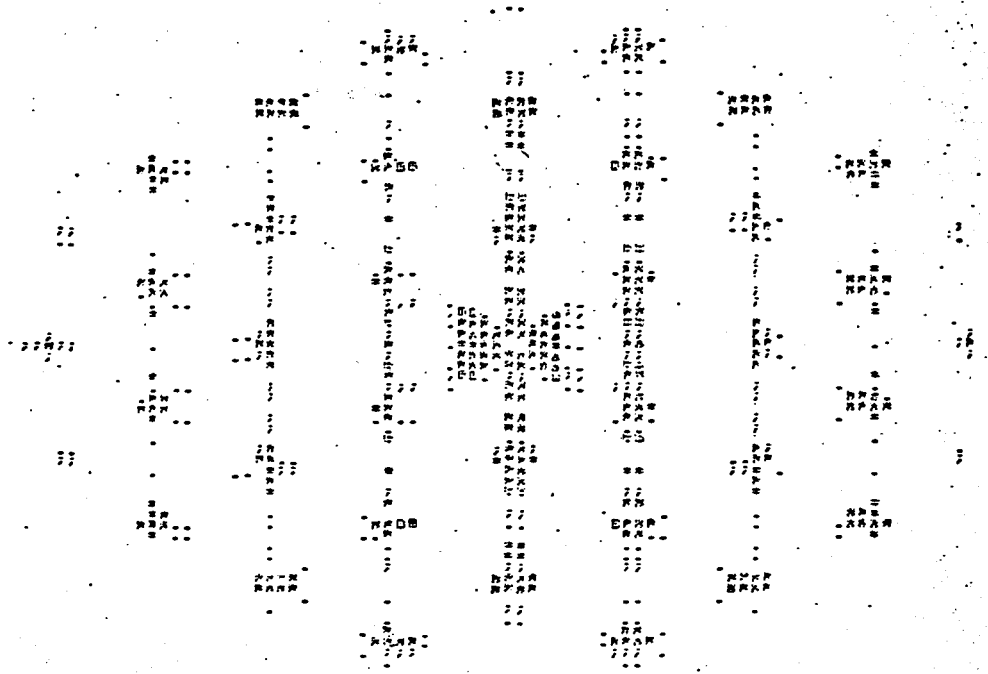
EL PUNTO VALE 0.000 EN EL HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL



110
 CONSTRUCCION DE OBRAS DE 9.913000 ANOSTRONS CONTRASTE 1000
 CONSTRUCCION DE 7 CASAS Y 1410 ATORNOS APTORNA DE 3.0000000000 CONTRASTA EN C 0.000 0.000
 CADA UNO DE VALOR EN EL EJE HORIZONTAL 0.0037 GRADOS Y 0.0047 GRADOS EN EL VERTICAL

ot

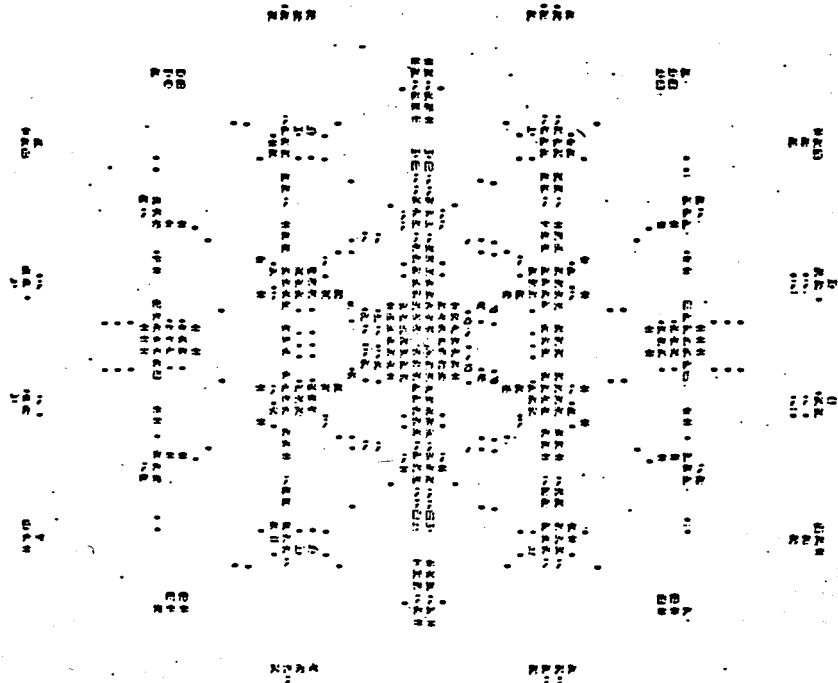
+
+
+



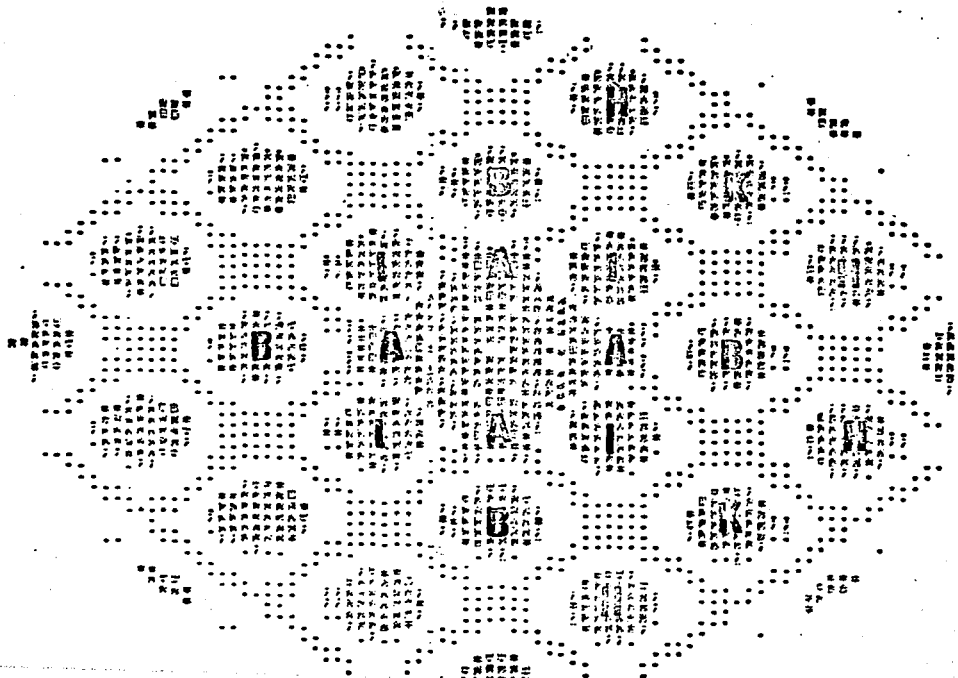
CORRECTADO DE 12 CIUDAD Y 6655 ATENOR AMERTON, DE 3.00667105 CLITRADA EN C 0.000 0.000

CADA PUNTO VALEZ EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL

110

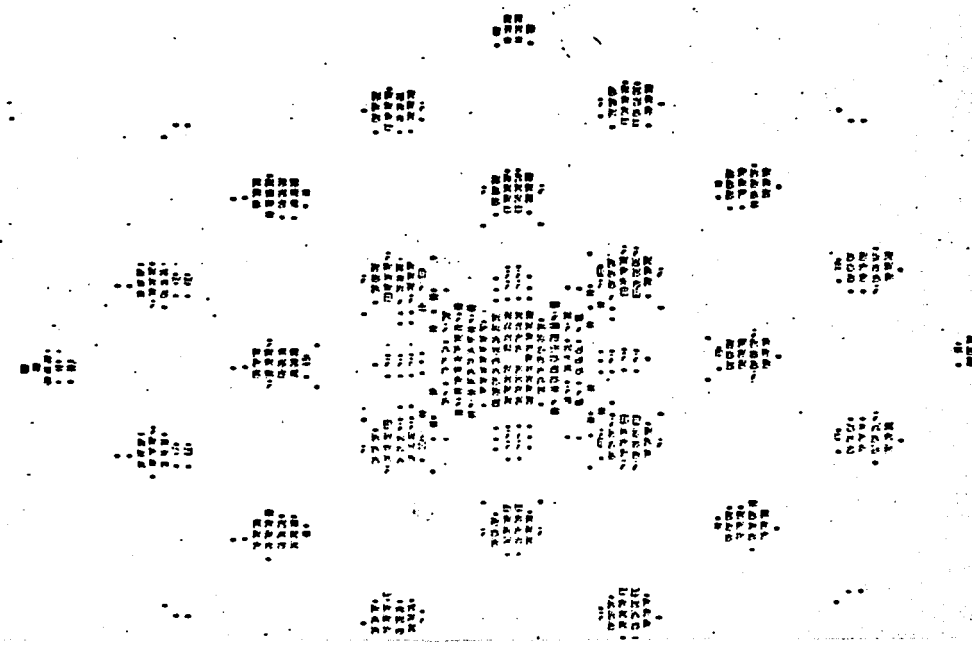


RANGO : 3.000GRADOS LONGITUD DE ONDA : 0.013000 ANGSTROMS CONTRASTE: 1000
CAPACITANCIA DE 1 CAPAS Y 13 ATOMO APERTURA DEL 3.000GRADOS CENTRADA EN C 0.000 - 0.000
EJE DE ZONA (1,0,0)
CADA PUNTO VALE EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL



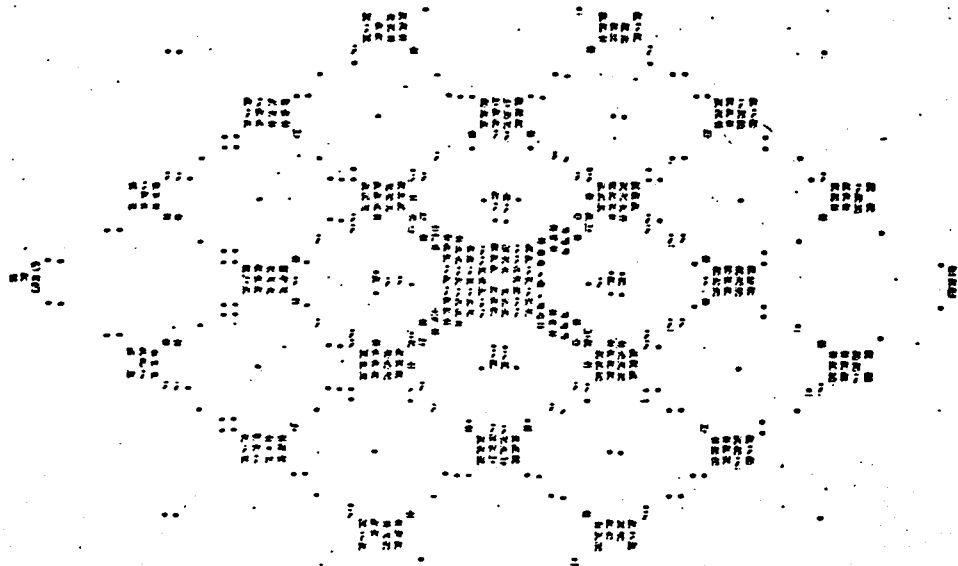
A {111}
B {220}
H {420}
K {400}

RANGO : 3.000GRADOS LONGITUD DE ONDA : 0.013000 ANGSTROMS CONTRASTE 1000
CORRECCION DE 2 CASAS Y 55 MICRONS APERTURA DE 3.000GRADOS ENTRADA EN : 0.060 0.060
EJE DE ZONA (1,0,0)
CADA PUNTO VALE EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL



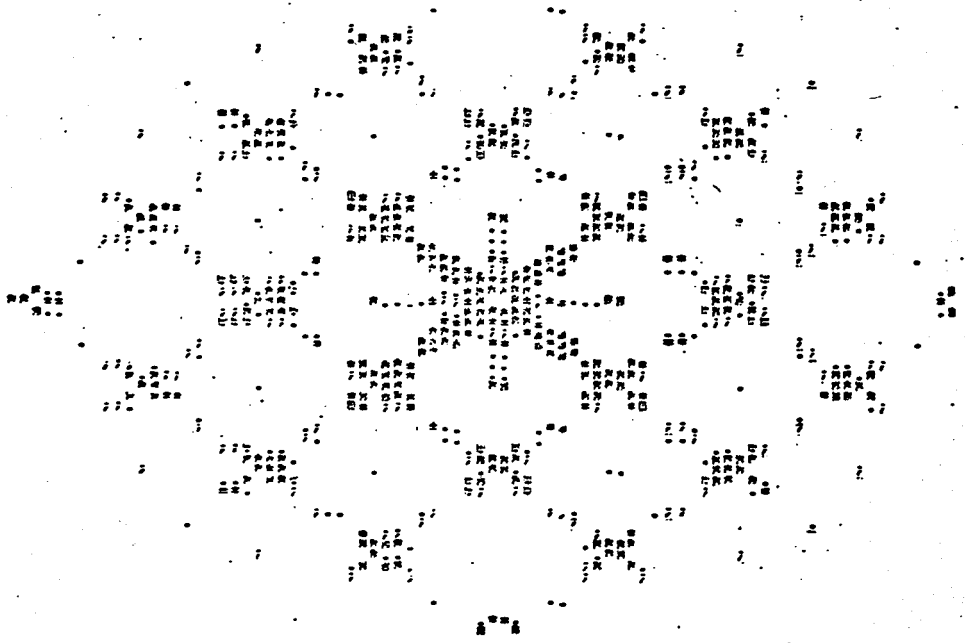
DATE: 2 23 1950 LIMITED RANGE: 0.013000 QUESTIONS CONTRACTS: 1000

CONTRACTS: 1000 5 CARS Y 501 VEHIC. ADJUSTA DE 3.000GRADOS CENTADA EN 0 0.000 0.000 2
CADA PUNT. VAL; DE EL US HORIZONTAL 0.007 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL (100)
BRAD



END

PROYECTADO EN 60000 Y 023 ATENOR ABERTURA DE 3.000GRADOS CENTRADA EN C 0.000 0.000 2
CADA UNO DE VALOR EN EL EJE HORIZONTAL 0.007 GRADOS Y 0.007 GRADOS EN EL VERTICAL (100)



PATRONES DE DIFRACCION DE UNA ESTRUCTURA ICOSAEDRAL CON --
RESPECTO A SUS TRES EJES DE ZONA PRINCIPALES.

El icosaedro es una estructura geométrica formada por la u
nión de 20 tetraedros que si son F.C.C. y no cierran perfec-
tamente para formar un sólido continuo sino que queda un -
espacio sin llenar. Si consideramos que todos los lados --
del tetraedro valen la unidad, para hacer una estructura
continua se puede proceder de dos maneras; suponer que los
dimensiones de los lados de las caras exteriores se dilata-
tan un cierto porcentaje o bien que los radios vectores --
que tienden al centro del icosaedro se acortan ese mismo -
porcentaje, esta última consideración fué analizada por --
Yang et. al. (13) y calculó que para que exista un emp-
quetamiento cerrado en un icosaedro regular es necesario --
contraer al radio vector un porcentaje de 5.15% y en este
caso cada unidad del icosaedro es un tetraedro con estruc-
tura romboedral

Los ejes de zona principales se muestran en la figura 23 en
notación F.C.C..

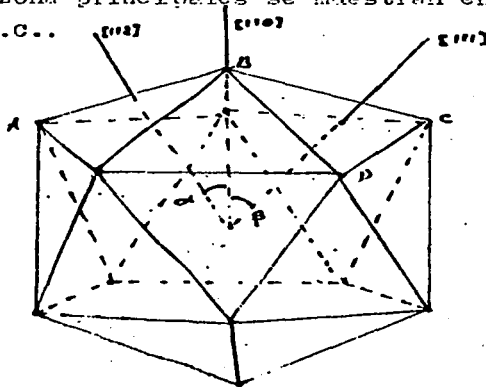


FIGURA 23

en donde también se muestran los ángulos entre ellos que se calcularon bajo la suposición de Yang () de una contracción de 5.15% en la dirección radial. Con esa suposición - se tiene, considerando la distancia entre átomos como la - unidad, lo siguiente;

$A B = B C = C D = A D = 1$ $A D = B C = C D = D C = .9113$
y el ángulo entre los ejes de zona $\langle 110 \rangle$ y $\langle 11\bar{0} \rangle$,

$\langle 110 \rangle$ y $\langle 111 \rangle$ serán respectivamente

$$\alpha = 31.71^\circ \quad \beta = 37.37^\circ$$

EJE DE ZONA $\langle 111 \rangle$.

Debido a la simetría tan compleja de esta estructura para indexarla, observamos primero patrones de estructura grandes y notamos que existen reflexiones de diferentes planos muy cercanas unas de otras que en el patrón para una cara se observa como un solo punto por ejemplo en p-53 para 213 planos se observan las reflexiones separadas las cuales se han marcado con círculos y se nota las familias X $\{111\}$ B $\{220\}$ D $\{222\}$ R $\{333\}$ de esta manera se indexa el patrón de difracción, hay que hacer notar que esta estructura en particular no es una P.C.C. genuina por la configuración que hay que imponer para que cierre la estructura mencionada al principio, por lo tanto no es de esperarse que la indexación del patrón de difracción se comporte vectorialmente.

Para estructuras de 10 planos en adelante solo quedan las familias de planos mencionados en el ejemplo.

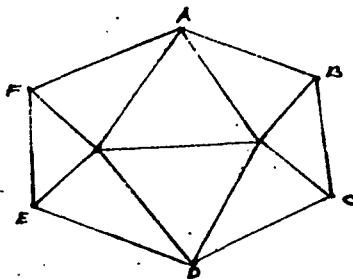
EJE DE ZONA $\langle 112 \rangle$.

FIGURA 24

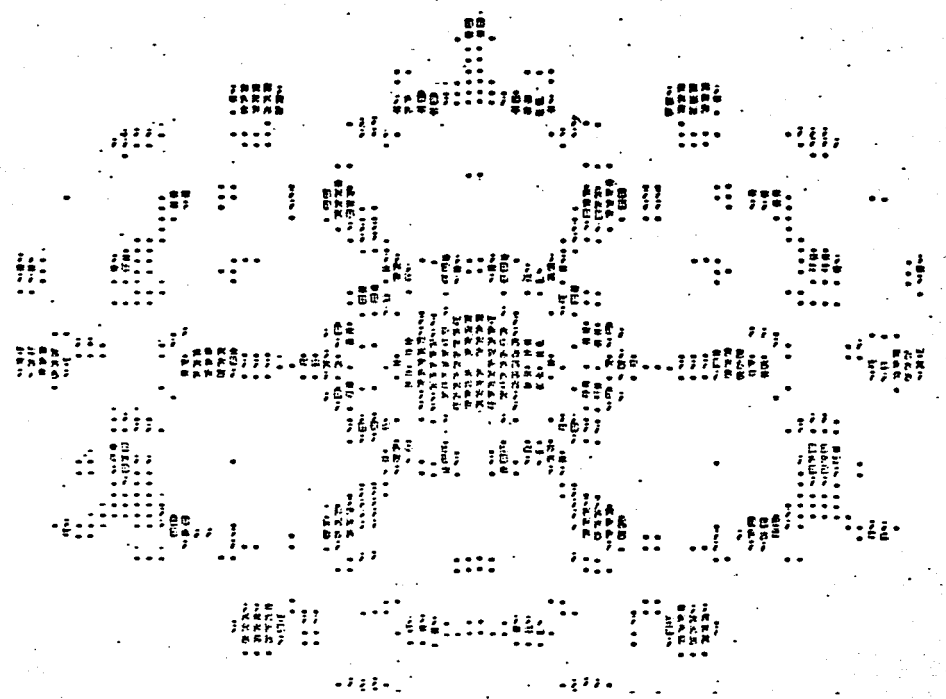
En este ejemplo de zona en particular se puede comparar — mejor la simetría del patrón con la simetría de la estructura geométrica. Una vista superior de la misma está dada en la figura 24, las dos radiales en forma de equis que se observa en P-61, tiene una la dirección correspondiente a los planos que pasan por \overline{DB} y \overline{EA} , y el otro la dirección — de los planos que pasan por \overline{AC} y \overline{FD} y el alargamiento que en general presenta el patrón y se manifiesta en todo el — crecimiento de la estructura está en las direcciones \overline{BC} , — \overline{AD} y \overline{FE} . Por lo tanto es manifiesta otra vez que las radiales se producen en estructuras pequeñas por reflexiones de los planos internos de la estructura y que tienen mayor número de átomos se identifican con más intensidad la familia de planos X $\{111\}$ V $\{420\}$ D $\{222\}$ R $\{333\}$ — — P $\{300\}$ y Y $\{311\}$.

EJE DE ZONA $\langle 110 \rangle$.

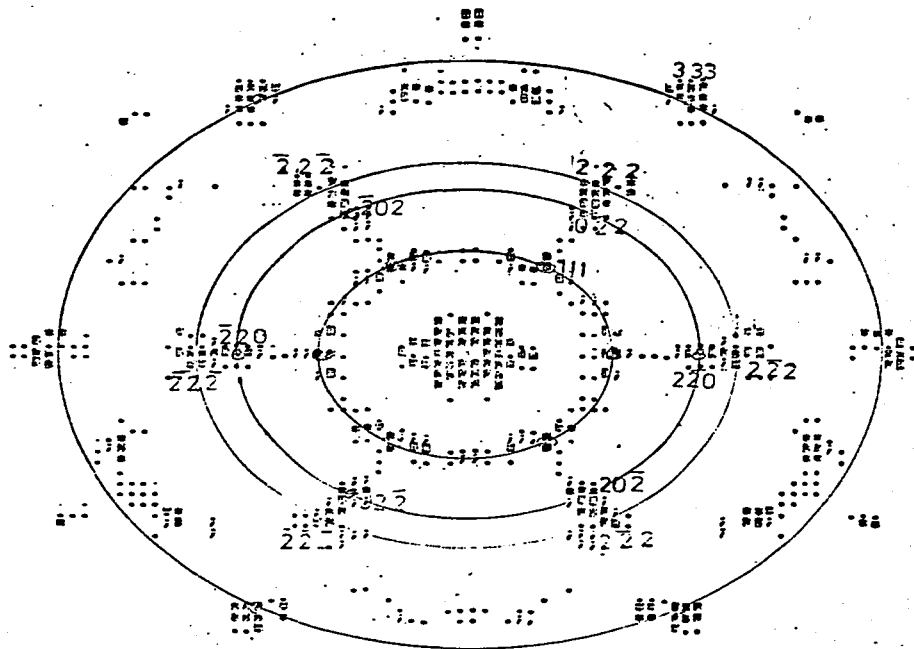
En este eje de zona tambien se refleja claramente la simetría de la estructura en P-74 que es para 13 planos se muestran claramente los planos de reflexión escalar que la familia de planos que en este eje de zona que tienen más intensidad son; K (111), L (220), O (222), N (330) y R (333).

Para la estructura más pequeña de 3 planos se traspasa los ondas dando una intensidad continua y siendo difícil identificar las reflexiones de 3 capas en adelante si se definen claramente.

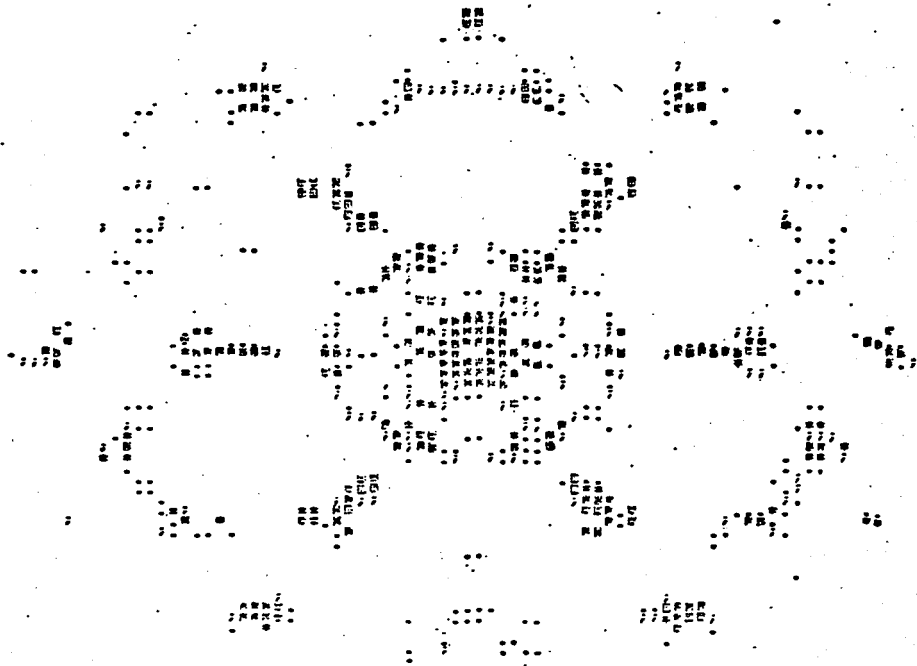
FIGURA 2: 3.0000000000000000 ANGSTROMS CONTRASTE= 1000
TECNOLOGIA DE 2 CAPAS Y 55 ATOMOS ACEPTUR. EL 3.0000000000000000
EJE DE ZONA (1,1,1)
CADA PUNTO VALE EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL



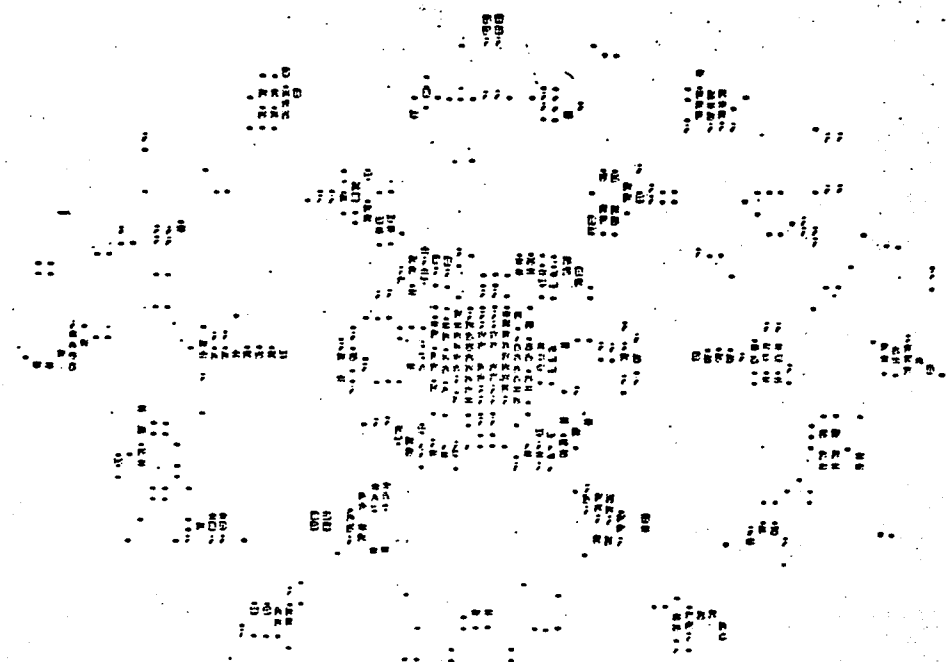
RADIO : 3.0000000 LONGITUD DE ONDA : 0.013000 ANCHURAS CONTRASTE= 1000
 ICCALDRO DE 3 CAPAS Y 147 ATOMOS APERTURA DE 3.0000000 GRADOS CENTRADA EN C 0.000 0.000
 EJE DE ZONA (1,1,1).
 CADA PUNTO VALES EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL



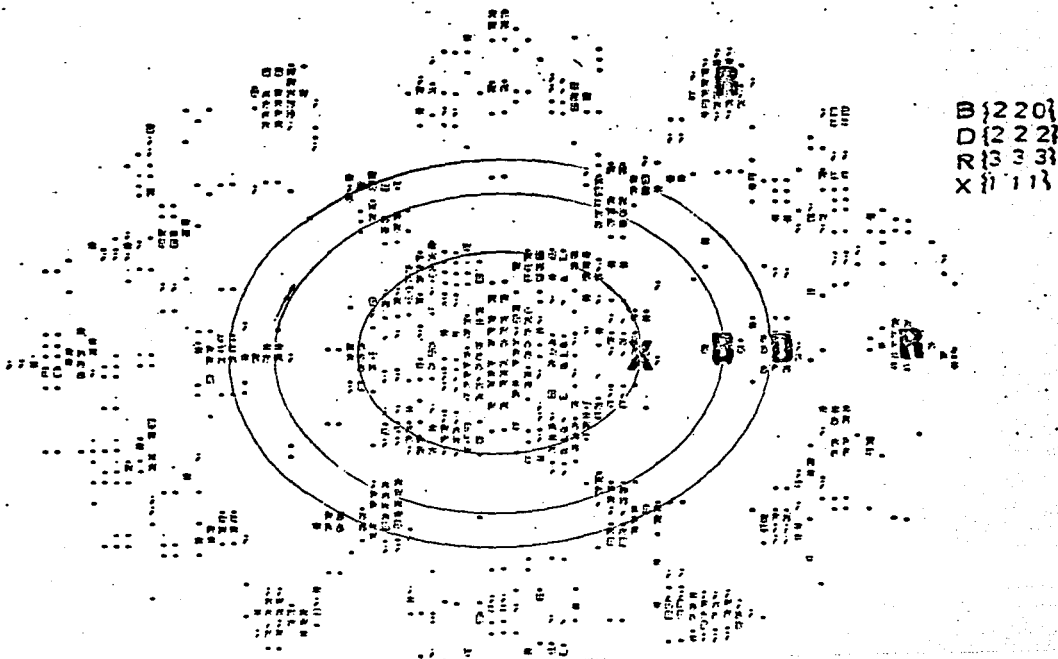
PARCELA : 3.000 GRADOS LATITUD DE ORO : 0.013000 LONGITUD DE ORO : 0.013000
INCLINACION DE 4 CAPAS Y 309 ATOMOS APEERTURA DE 3.000 GRADOS CLINTADA EN C 0.000 0.000
EJE DE ZONA (1,1,1)
CADA PUNTO VALE: EN EL EJE HORIZONTAL 0.0037 GRADOS Y EN EL VERTICAL 0.0047 GRADOS



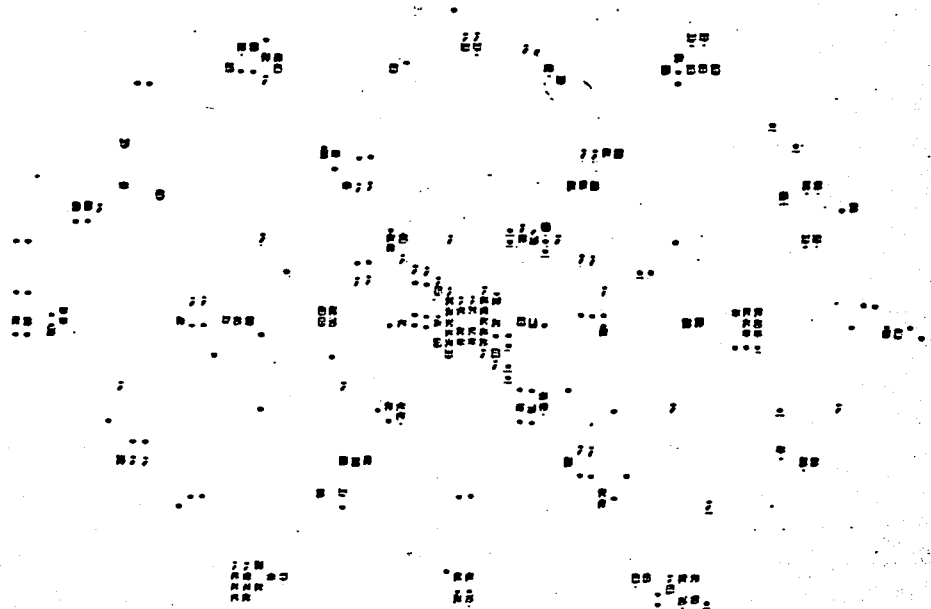
EXPOS: 3.000000000 LONGITUD DE ONDA: 0.013000 ANGSTROMS CONTRASTE: 1000
CUBIENDO DE 5 CAPAS Y 562 ATOMOS APERTURA DE 3.000000000 CENTRA EN C 0.000 0.000
EN EL ZONA (1,1,1)
CADA PUNTO VALE EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL



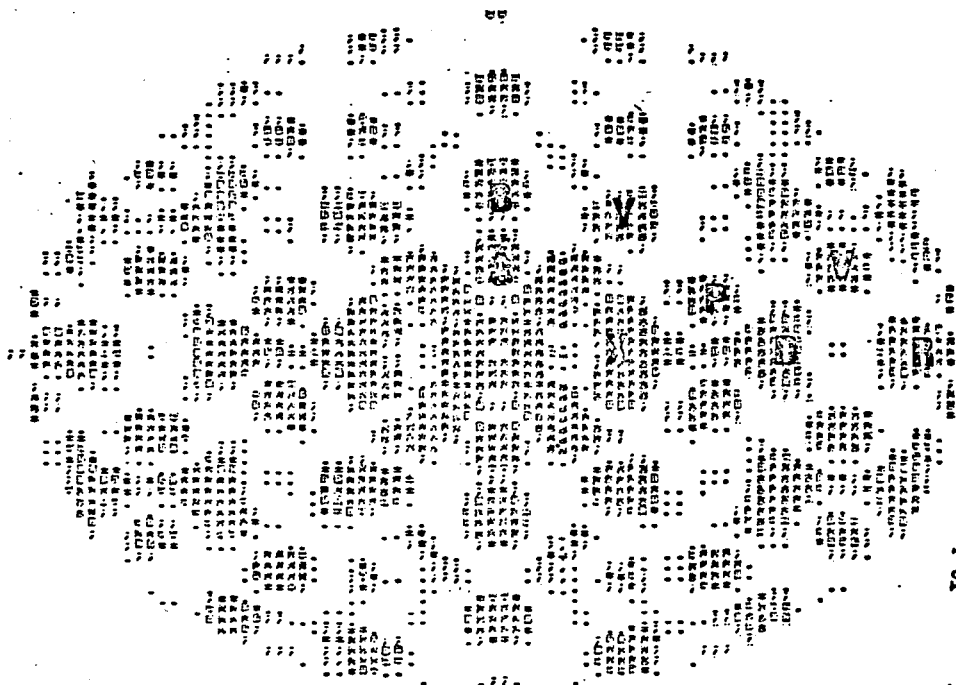
RANGO : 3.000GRADOS LONGITUD DE Onda : 0.01500 ANGSTROMS CONTRASTE: 1000
 TENSADION DE 6 CAPAS Y 923 ATOMOS APERTURA DE 3.000GRADOS CENTRADA EN C 0.000 0.000
 EJE DE ZONA (1,1,1)
 CAD. PUNTO VALES EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL



PARFO : 3.000 GRADOS LONGITUD DE ONDA : 0.013000 ANGSTROMS CONTRASTE# 500
INCIDENCIA DE 17 GRADOS Y 78 P.S ATOMO APERTURA DE 3.000 GRADOS CENTRADA EN C 0.000 0.000
EJE DE ZONA (1,1,1)
CADA PUNTO VALE EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL

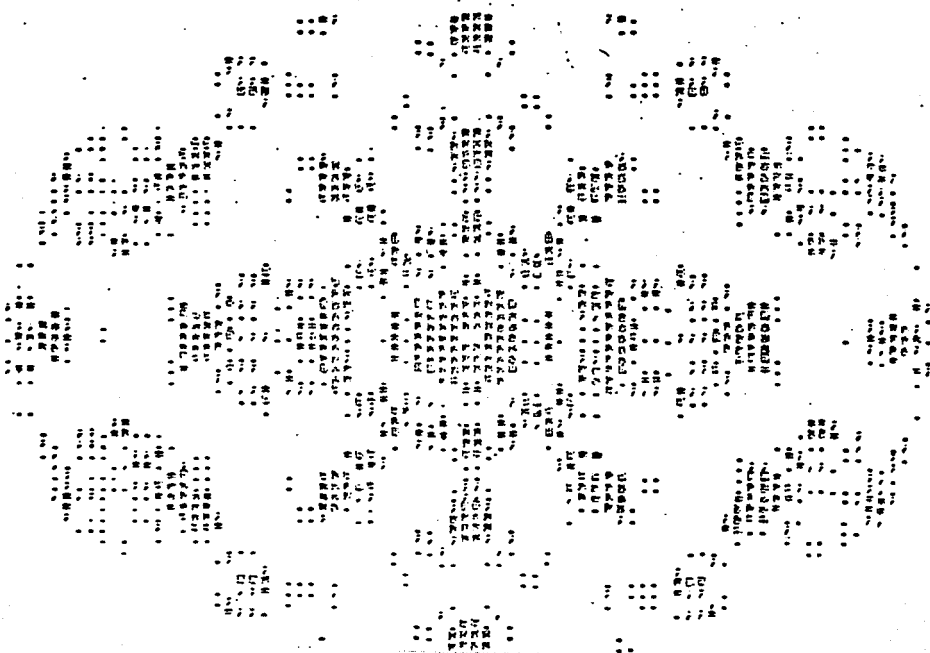


PÁG. 1 3.066GRADOS LONGITUD DE ORO 1.0013000 ALTITUD 1000 CONTRASTE= 1000
 ICOSALONO DE 1 CAPAS Y 13 LÍNEAS APERTURA DE 3.066GRADOS CENTRADA EN C 0.000 0.000
 (EJE DE ZONA (1,1,2))
 CADA PUNTO VALE: EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL

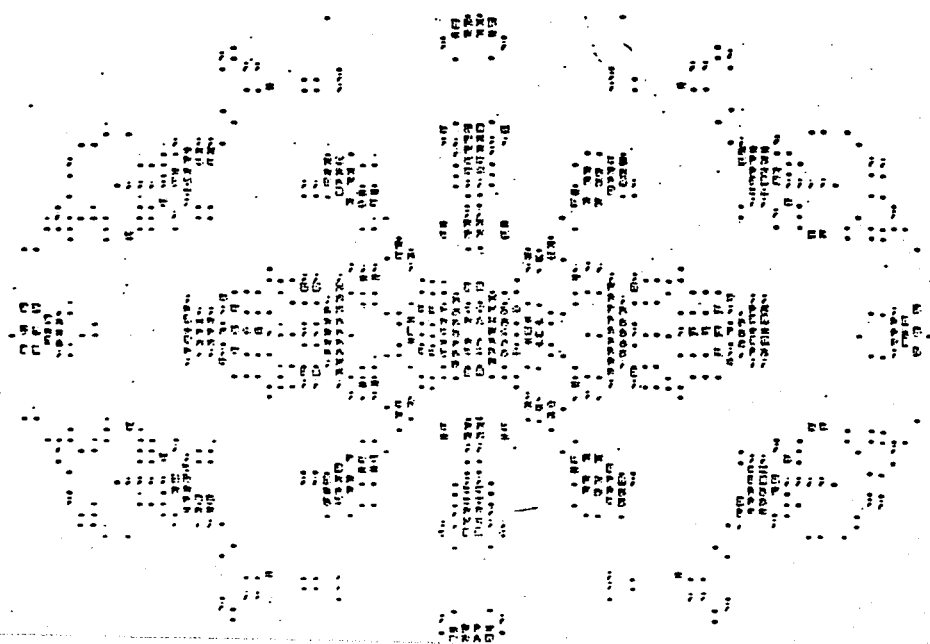


A {1 10}
 B {2 20}
 D {2 22}
 R {3 33}
 P {3 00}
 V {4 20}
 X {1 11}
 Y {3 11}

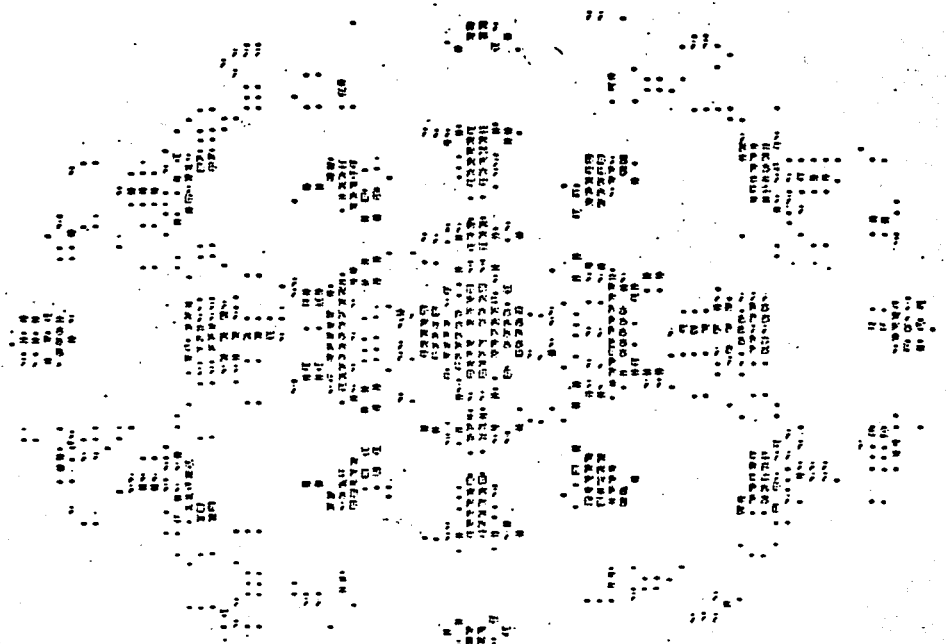
PANGO : 3.000GRADOS LONGITUD DE OREA : 0.013000 ANCHURAS CONTRASTES 1000
 ICOSALDIO DE 2 CAPAS Y 55 ATOMOS APEXURAS EL 3.000GRADOS CENTRAL EN (0.000 0.000
 EJE DE ZONA (1,1,2)
 CADA PUNTO VALI EN EL EJE HORIZONTAL 0.007 GRADOS Y 0.007 GRADOS EN EL VERTICAL



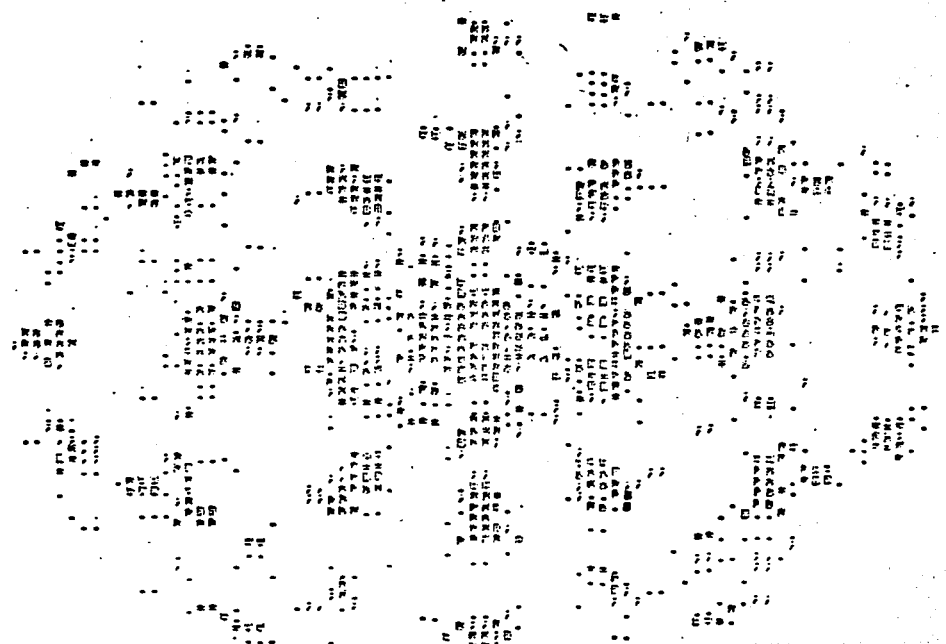
R.A.C. 3.000000000 LEJITUD DE ORDA : 0000000 ANGSTIONS CONTRASTE 1000
 TOSALCLO EN 3 CAP.S Y 107 ATOMOS APERTURA DE 3.000000000 CENTRAL EN C 0.000 0.000
 FUE DE ZONA (1,1,2)
 CADA FUENTE VALES EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL



ANCHO: 3.000GRADOS LONGITUD DE ONDA: 0.013000 ANGSTROMS CONTRASTE: 1000
 INCIDENCIA DE: 4 CAPAS Y 309 ATOMOS APERTURA DE: 3.000GRADOS CENTRADA EN: 0.000 0.000
 EJE DE ZONA (1+1+2)
 CADA PUNTO VALE EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL



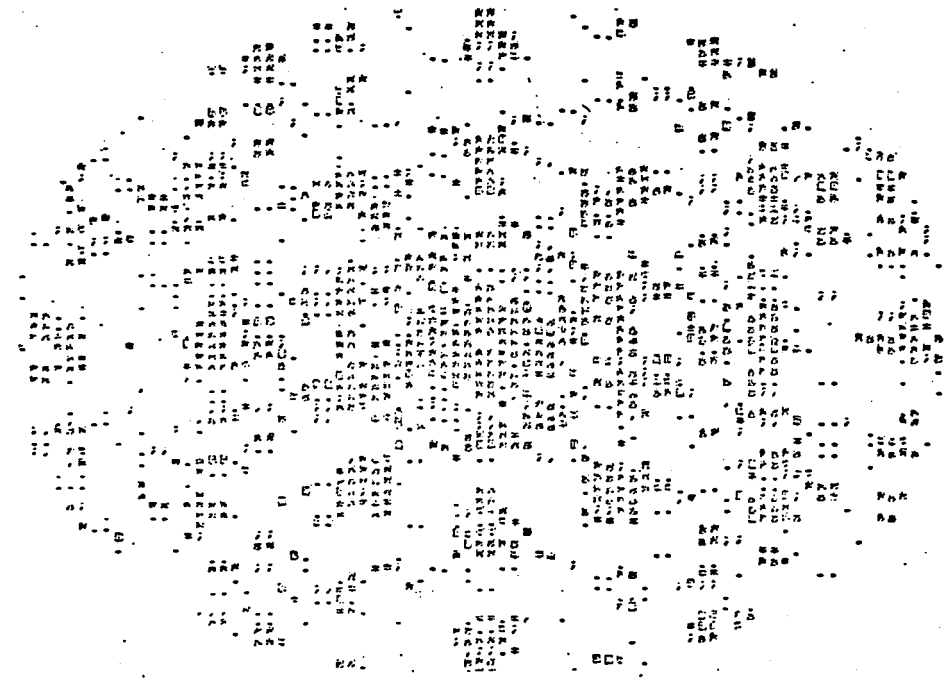
PUNTO : 3.000GRADOS LONGITUD DE ONDA : 0.013000 ANGUSTIENS CONTRASTE 1000
 ESCALERA DE 5 CAPAS Y 561 ATINOS APTUR. PL 3.000GRADOS CENTRAL L1 (0.000 0.000
 EJE DE ZONA (1:1:2) EJE DE ZONA (1:1:2)
 CADA PUNTO VALE EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL



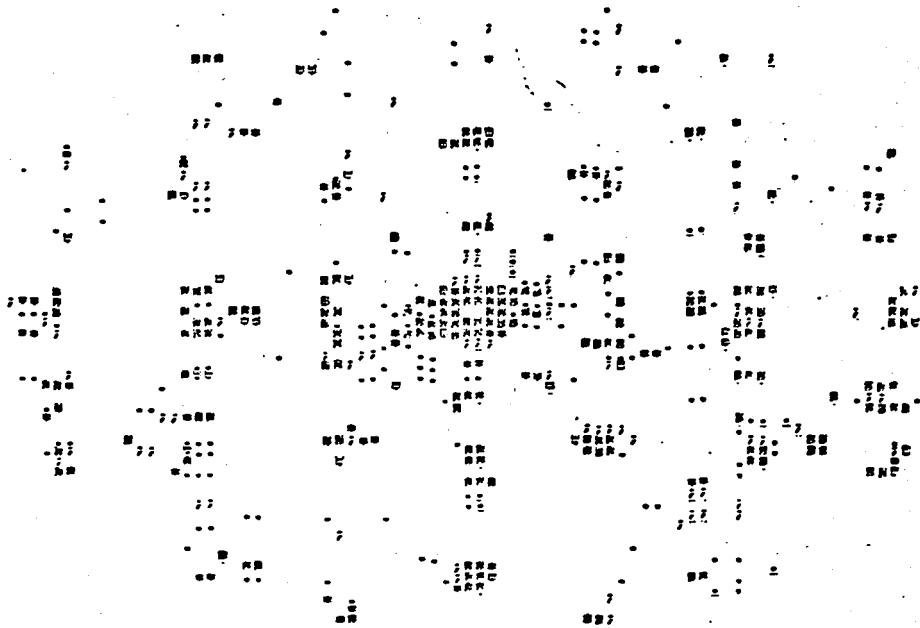
SECCION DE INGENIERIA DE PUERTOS Y OBRAS DE PUERTO ANOSTIMO CONTRACTO 1001

CONCRETO DE PULVERIZADO MORTERO APORTADO DE 3.000 GRAMOS CEMENTO EN C 0.000 0.000
LUC DE ZONA (1:1:2)

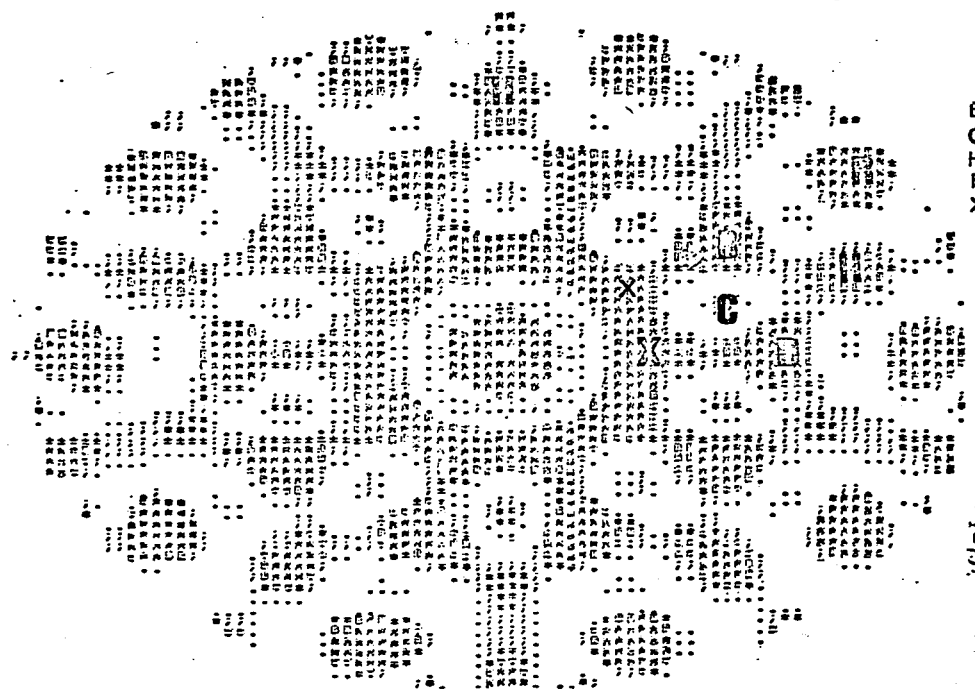
CAPA FINAL VALIZ EN EL LUC HORIZONTAL 0.037 GRAMOS Y 0.047 GRAMOS EN EL VERTICAL



PARCO 2 3.000GRADOS LEJITUD DE OJEA 0.0013000 ANGSTROMS CONTRASTE# 500
ICOSAEDRO DE 17 CAPAS Y17005 ATOMOS APERTURA DE 3.000GRADOS CENTRADA EN C 0.000 0.000
EJE DE ZONA (1,1,2)
CADA PUNTO VALE EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL



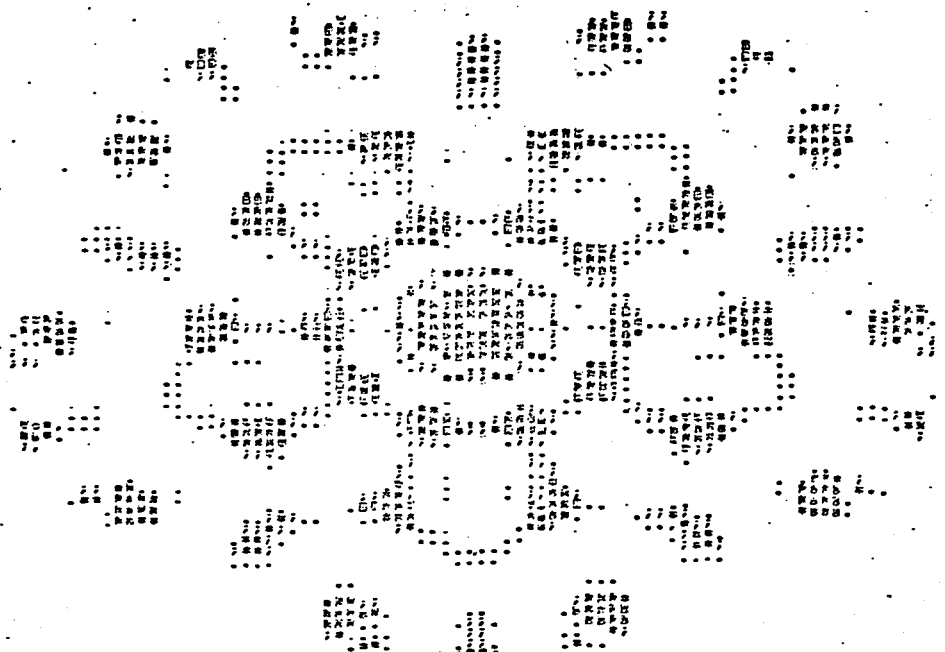
RANGO : 3.00000000 LONGITUD DE OLA : 0.013000 ANULACIONE CONTRASTE 1000
 ESCALADO DE 3 CAPAS Y 13 ATORNOS APERTURA DE 3.00000000 CENTRADA EN 0 0.000 0.000
 EJE DE ZONA (1,1,0)
 CADA PUNTO VALE EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.037 GRADOS EN EL VERTICAL



B 122 07
 C 121 07
 H 12 07
 R 133 37
 X 11 17

P-701

PAVCO : 3.000PASCOS LONGITUD DE ONDA : 0.013005 AJUSTACIONES CONTRASTE= 1000
 ESCALADO DE 2 CASAS Y 55 ATORNILLOS APERIURA EL 3.000PASCOS CENTRADA EN C 0.000 0.000
 EJE DE ZONA (1,1,0)
 CADA PUNTO VALE: EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL



ALCANTARILLO DE 4 CAPAS Y 307 ATOMOS

ALCANTARILLO DE 5.000 ATOMOS

ELIMINADA LA

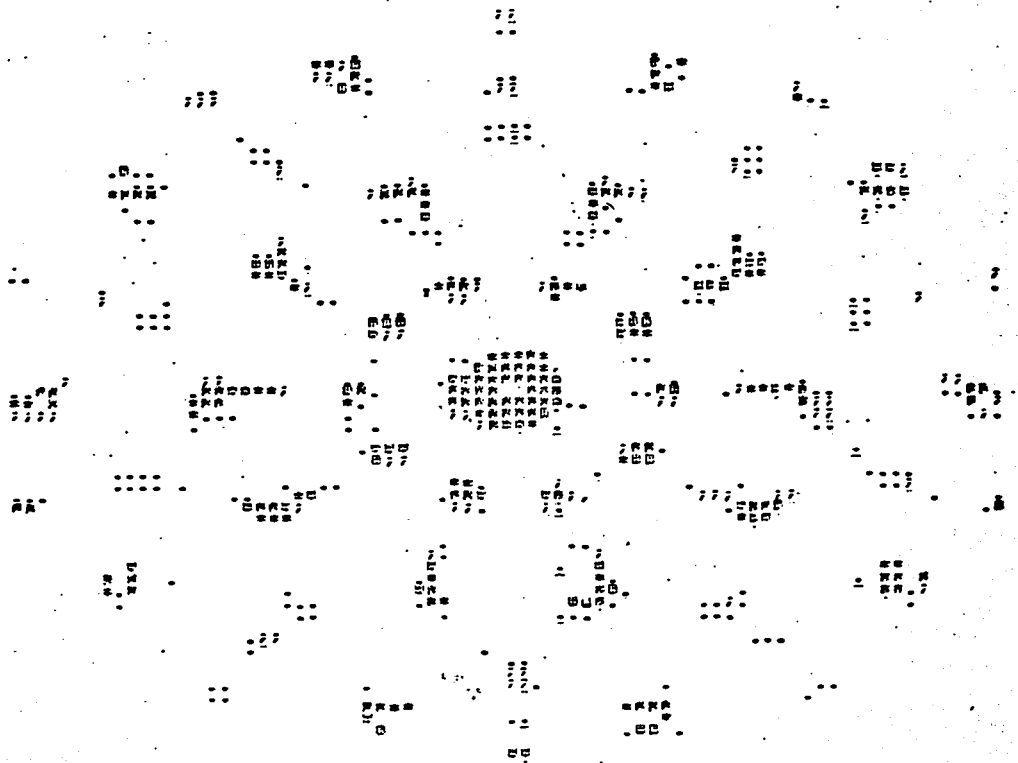
000 000

EJE DE ZONA (1,1,0)

CADA PUNTO VALOR EN EL EJE HORIZONTAL

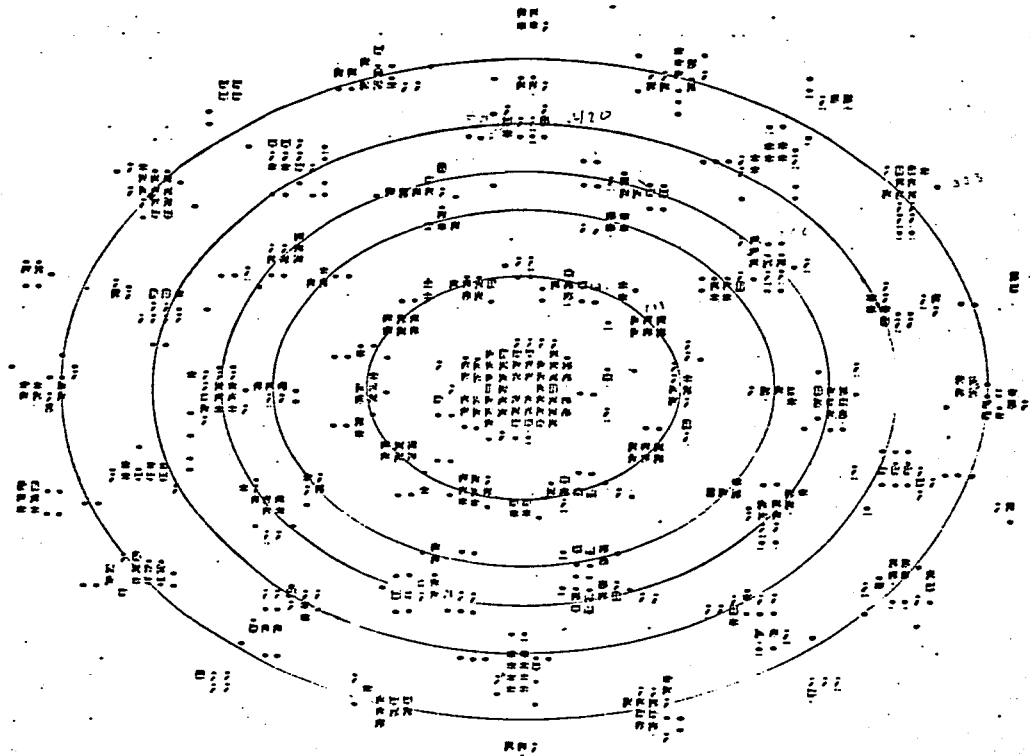
0.037 GRADOS Y

0.047 GRADOS EN EL VERTICAL

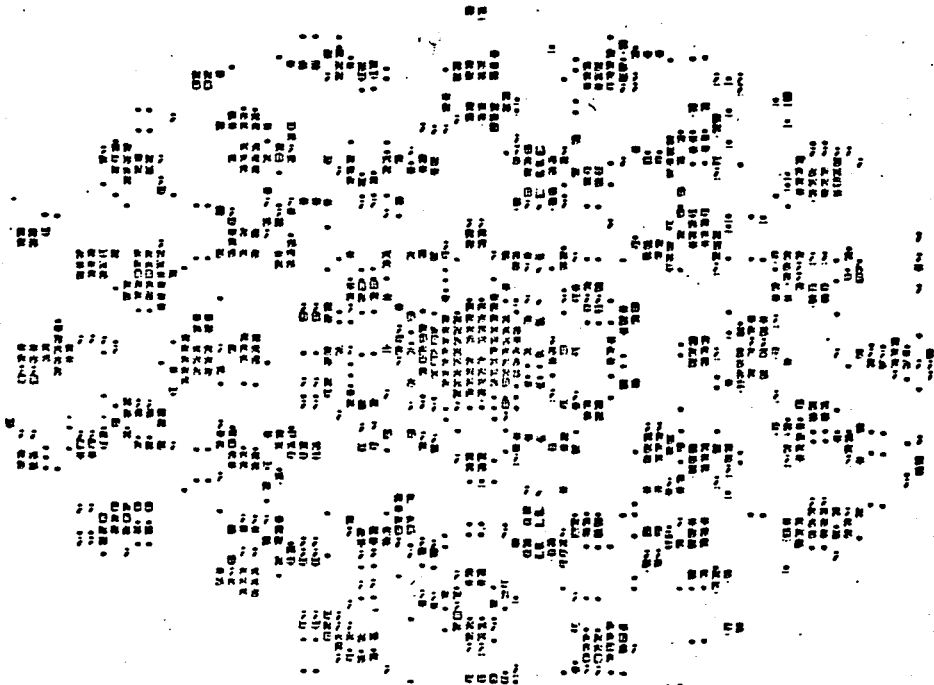


DESCARDO DE 6 CAPAS Y 923 ÁTOMOS · APEPTURA DE 3.000 GRADOS · CENTRADA EN C. 0.000 0.000
EJE DE ZONA (1,1,0)

CADA PUNTO VALE: EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL



PAPEL : 3.000GRADOS LONGITUD DE ORO : 0.013000 ARGUMENTOS CONTRASTE 1000
ICCSAESTRO DE 13 CAPAS Y 8217 ATOMOS APERTURA DEL 3.000GRADOS CENTRADA EN C 0.000 0.000
EJE DE ZONA (1,1,0)
CADA PUNTO VALE EN EL EJE HORIZONTAL 0.037 GRADOS Y 0.047 GRADOS EN EL VERTICAL



CONCLUSIONES.

En cristales pequeños pueden existir reflexiones prohibidas, es decir, reflexiones extras a las que sobrecerían en un patrón característico de un cristal infinito con determinado eje de zona, estas reflexiones extras representan planos enteros o fraccionarios las cuales han sido reportadas en la literatura dando lugar a una gran polémica sobre su origen (14) se han atribuido a defectos de doble difracción, escalones superficiales, apilamientos A B C incompletos, etc. El presente trabajo indica que las reflexiones fraccionarias son producidas también por efectos de forma, las reflexiones extras que representan planos enteros son efecto del tamaño pequeño de las partículas. Los cálculos dan además un límite de validez para la ley de Bragg cuando ésta se aplica a patrones de microdifracción, puesto -- que cuando el espesor es menor de aproximadamente 350 \AA se producen reflexiones extras.

En la dirección $\langle 110 \rangle$ del cuboctaedro aparecen alargamientos en el patrón, efecto que solo se ha apreciado en espesores grandes, es decir, que el efecto descrito en la literatura de elongación de los puntos de la red perpendicular a una zona delgada implica un cristal relativamente grueso y no puede aplicarse a patrones de partículas muy pequeñas. La interpretación que se da aquí es por efecto de forma -- puesto que todos los planos que mayor número de átomos tienen están en esa dirección.

Tanto en el icosaedro como en el cuboctaedro, la parte central del patrón donde están los planos fraccionarios es -- producida por reflexiones de planos internos de la estructura que mayor número de átomos tenga, también este efecto se puede observar en la pirámide.

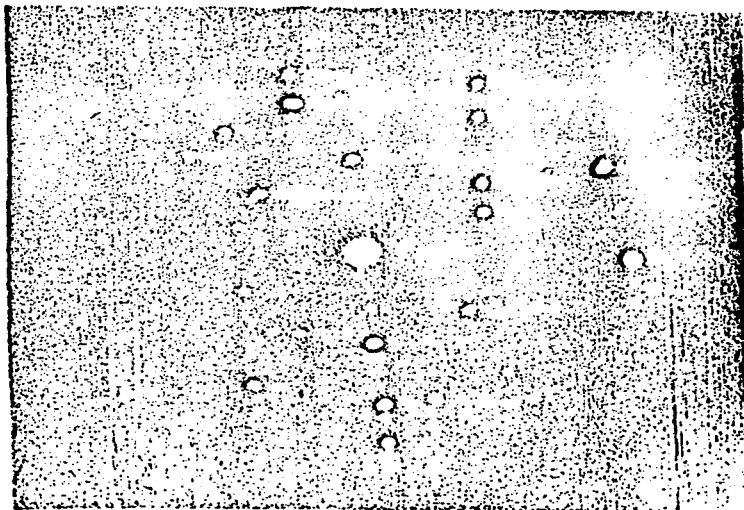
Otro hecho que hay que hacer notar es que la estructura fina de los puntos es muy sensible a defectos tales como falta de átomos, presencia de escalones y asimetría de la estructura (15). Esto hace de la microdifracción una técnica muy poderosa para el estudio de dichos defectos.

La presencia de puntos extras de planos completos parece ser producida por efecto del tamaño pequeño de la muestra, puesto que en el caso de las pirámides observamos, como se mostró en la gráfica de la figura 17, que las intensidades de las reflexiones normales $(2\ 2\ 0)$ y $(4\ 4\ 0)$ se mantienen constantes para espesores de más de 300 Å. No así las reflexiones extras $(3\ 3\ 0)$ y $(1\ 1\ 0)$ que decaen a 10^{-3} la intensidad del haz normal para espesores de 120 Å la primera y 270 Å la segunda, fenómeno que puede ser utilizado como un procedimiento para conocer aproximadamente el tamaño de la muestra.

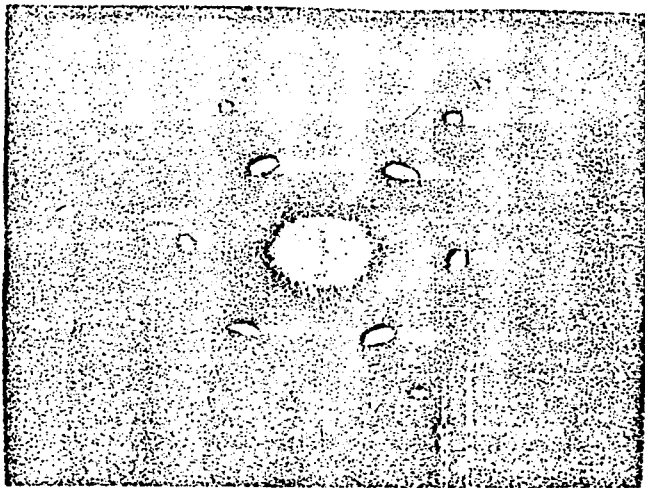
Patrones obtenidos experimentalmente para partículas en forma de icosaedro para las direcciones $\langle 1\ 1\ 2 \rangle$ y $\langle 1\ 1\ 1 \rangle$ se ven en las figuras 25 y 26, que comparando con los patrones P-53 y P-62 obtenidos computacionalmente se nota una plena correspondencia.

En resumen; el tamaño pequeño de las estructuras origina efectos de difracción que modifican el patrón de un cristal infinito produciendo intensidades máximas de puntos extras bien definidos, y alrededor de la parte central del haz incidente produce una distribución continua de intensidades entre los regiones de esos máximos siguiendo una forma igual a la de la estructura. Estos efectos son de interés no sólo como una indicación de la limitación de la ley de Bragg, sino para el análisis estructural de particu-

las pequeñas en fenómenos de catálisis. Por lo tanto para el futuro deberán desarrollarse técnicas experimentales -- para detectar intensidades pequeñas y de esta manera poder definir los puntos extras, sustituyendo la emulsión fotográfica de las placas o bien sustituir éstas por un micro-fotomultiplicador por ejemplo.



ICOSÁEDRO CON EJE DE ZONA
<112>



ICOSAEDRO CON EJE DE ZONA
<111>

FIG. 26

BIBLIOGRAFIA

- 1) R. H. Geiss
Appl. Phys. Letters. 27 174 1978
- 2) P.B. Hirsch
"Electron Microscopy of Thin Crystals"
(Butlerworths, London 1965)
- 3) M.J. Yacamán, A. Gómez, D. Romeu
Kynam 2 303 1980
- 4) K. Foger, J. Anderson
Jour. Catal. 54 318 1978
- 5) A. P. Karnavkhov
Kinet. Katal 12 (6) 1520 1971
- 6) A. G. Cullies, D. M. Maher
Phil. Mag. 30 447 1974
- 7) M. J. Yacamán, T. Ocaña
Phys. Stat. Sol. A42 571 1977
- 8) M. Born
Z. Phys. 38 803 1926
- 9) D.S. Saxon
"Elementary Quantum Mechanic"
(Holden-Day 1968)
- 10) Tables for X ray Crystallography. Vol. 3
- 11) Ch. Kittel
"Introduction to Solid State Physics"
(John Wiley 1971)
- 12) P. Larroque, M. Brieu
Acta Crystallographica A34 853 1978
- 13) C. Y. Yang, M. J. Yacamán, K. Heinemann
Jour. Crystal Growth 47 2 282 1979
- 14) M. Brieu, P. Jarroque, J. Lafourcade
Acad. Sci. Ser. B. 284 189 1977
- 15) G. Vazquez Polo, D. Romeu, M. J. Yacamán
Appl. Phys. Lett. 38 12 990 1981