

RECONSTRUCCIÓN TRIDIMENSIONAL DE UN ARREGLO NOVEDOSO DE FRONTERAS DE GRANO EN MONOCRISTALES DE NaCl:Eu²⁺.

A. E. Cordero-Borboa¹

J. H. Montes-Aragón

Instituto de Física, Universidad Nacional Autónoma de México, A.P. 20-364, México D.F. 01000

¹E-mail: cordero@fisica.unam.mx

Esta investigación fue apoyada por la Dirección General de Asuntos del Personal Académico (PAPIIT- IN117506) y la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional Autónoma de México.

Introducción. La microscopía óptica epi-fluorescente es una técnica que ha sido tradicionalmente aplicada [1], usando una gran variedad de fluorocromos, para estudiar sistemas biológicos. Desde hace pocos años hasta la fecha, esta técnica y la metodología de re-construcción tri-dimensional de objetos a partir de imágenes de microscopía epi-fluorescente han estado siendo adecuadas, por nuestro grupo de investigación, para aplicarse al estudio de las singularidades estructurales existentes en materiales cristalinos transparentes. Para estas adecuaciones, se han aprovechado los conocimientos actuales sobre la influencia que tienen los diferentes estados de agregación-precipitación de la impureza iónica Eu²⁺ sobre las propiedades ópticas de este ión en diversos cristales [p. ej. 2,3] y soluciones sólidas [p. ej. 4,5] de halogenuros alcalinos. Tales adecuaciones se iniciaron [6] trabajando con el sistema mono-cristalino más conocido de todos (NaCl) una vez sometido a diversos tratamientos térmicos, y usando como fluorocromo la impureza iónica Eu²⁺. En las imágenes obtenidas, partículas precipitadas de la fase secundaria ortorrómbica EuCl₂ [7] se observaron como puntos brillantes de dos tamaños diferentes (menores a 0.28μm y entre 0.28 y 0.45μm). Los más pequeños estaban distribuidos masivamente (4.0×10^{11} partículas/cm³) dentro de la matriz cristalina, mientras que los más grandes estaban distribuidos preferentemente (1.2×10^4 partículas/cm) en ciertas singularidades estructurales lineales de la matriz. En las re-construcciones tri-dimensionales hechas a partir de tales imágenes, la configuración espacial de estas singularidades fue determinada, evidenciándose que tendían a agruparse paralelamente entre sí hasta formar arreglos bi-dimensionales de singularidades lineales con periodicidad unidimensional. La periodicidad de estos arreglos sugirió que éstos y las singularidades lineales que los forman eran fronteras de grano y dislocaciones de borde, respectivamente. Un periodo traslacional del orden de 2.2μm fue medido, correspondiendo este valor a una desorientación entre dominios cristalinos vecinos de aproximadamente 0.9 segundos de arco, lo que permitió concluir que las fronteras de grano observadas eran en realidad sub-fronteras de grano. Las adecuaciones técnicas y metodológicas continuaron avanzando al trabajar después con el sistema de solución sólida binaria KCl:KBr:Eu²⁺ [8]. En las imágenes de microscopía óptica epi-fluorescente correspondientes a este sistema, se observaron los ya conocidos [4, 9,10] precipitados meta-estables de Eu²⁺ en la forma de cuerpos esféricos de dos tamaños diferentes (menores a 0.08μm y de diámetro promedio de 0.17μm). Los menores estaban distribuidos homogéneamente (2.84×10^{12} precipitados/cm³) dentro de la matriz, aunque algunos de ellos formaban grupos de dos o tres (de conformación lineal o triangular), y los mayores se localizaban principalmente (2.9×10^4

precipitados/cm) a lo largo de singularidades estructurales lineales de la matriz. En las re-construcciones tri-dimensionales correspondientes, se encontró que las configuraciones espaciales de estas singularidades eran tales que en conjunto formaban una maraña tri-dimensional de singularidades lineales (2.0×10^6 singularidades/cm²). Dentro de esta maraña, algunas singularidades iniciaban y terminaban en superficies libres del cristal mientras que la mayoría se encontraban entre sí en nodos triples formando una red tri-dimensional de singularidades lineales. La existencia de terminaciones libres y nodos triples sugirió que tal red y las singularidades lineales que la forman eran la famosa red de Frank [11] y dislocaciones de borde, respectivamente. Además, ya en aquellos trabajos se veía la potencialidad resolutive de la metodología en desarrollo ya que desde entonces fue posible seguir la evolución espacial de la forma de las secciones transversales de las dislocaciones conforme corrían dentro del cristal. Esta potencialidad animó a nuestro grupo de investigación a proseguir perfeccionando la adecuación de la técnica de la microscopía óptica epi-fluorescente, y también de la metodología de la re-construcción tri-dimensional de objetos a partir de sus imágenes de epi-fluorescencia, para estudiar las configuraciones espaciales de las singularidades estructurales presentes en cristales transparentes. Se adquirió entonces la infraestructura necesaria, y se procedió a la preparación de jóvenes técnicos y futuros investigadores en el área. En la actualidad, el proyecto de investigación tiene como objetivo conocer las influencias que tienen la estructura y la textura cristalográficas de la matriz en la topografía de defectos estructurales existentes en dos familias nuevas de materiales: soluciones sólidas sustitucionales azarosas de más de dos halogenuros alcalinos, y compositos espacialmente coherentes constituidos por nano-cristalitos de varias de tales soluciones sólidas. En el entendimiento de tales influencias, las sales de halogenuros alcalinos simples juegan un papel primordial como sistemas comparativos.

En el presente trabajo, después de exponer un compendio de los resultados arriba mencionados, se reporta con detalle la configuración tri-dimensional de un agrupamiento novedoso de dislocaciones de borde y fronteras de grano en la matriz cristalina más estudiada: NaCl.

Objetivo. Determinar con detalle la configuración geométrica espacial de un agrupamiento novedoso de dislocaciones cristalinas en el sistema NaCl:Eu²⁺, a partir de la re-construcción tri-dimensional de tal agrupamiento realizada electrónicamente a partir de imágenes de microscopía óptica epi-fluorescente.

Metodología. Se usan, como materiales transparentes, monocristales de cloruro de sodio, y, se usa, como fluorocromo óptico, el ión Eu²⁺. El sistema NaCl:Eu²⁺ se crece por la técnica de Czochralski. Antes de su estudio, los cristales se tratan térmicamente para que el fluorocromo adopte, a lo largo de las singularidades estructurales de la matriz, los estados requeridos de agregación-precipitación. La dinámica de precipitación secundaria y su evolución luminiscente se siguen por espectrometría de Bragg y espectrometría óptica. Una vez decorado, el cristal se observa con un microscopio óptico de epi-fluorescencia y las imágenes de sus diferentes secciones ópticas se registran digitalmente. Las imágenes se tratan digitalmente para reforzar las señales del fluorocromo y atenuar el brillo generalizado que proviene del resto del bulto cristalino. Ya tratadas, las imágenes se apilan electrónicamente usando una estación computacional de trabajo con el fin de obtener los correspondientes mapas tridimensionales de las singularidades estructurales decoradas. En estos mapas, se determinan tanto la distribución espacial general como también las configuraciones espaciales individuales que adoptan las singularidades estructurales presentes, entre

éstas, dislocaciones, fronteras y sub-fronteras de grano. Estas distribuciones y configuraciones son entonces estudiadas geoméricamente en el espacio con la ayuda de la estación computacional de trabajo.

Resultados. Primero se encontró, como se esperaba, que las partículas de la fase secundaria ortorrómbica EuCl_2 precipitan preferentemente a lo largo de ciertas singularidades estructurales lineales de la matriz del sistema monocristalino NaCl:Eu^{2+} , las cuales tienden a agruparse paralelamente entre sí de tal manera que forman arreglos bi-dimensionales de periodicidad uni-dimensional de singularidades lineales. Sin embargo, un resultado sorprendente fue que algunos de estos arreglos se vieron a su vez agrupados entre sí de tal manera que constituyen complejos con forma parecida a la de un biombo cuyas hojas son los arreglos bi-dimensionales periódicos de singularidades estructurales lineales. Los ángulos formados por estos arreglos en los biombos han sido medidos, encontrándose que, con la resolución experimental usada, son rectos. Los autores no conocen trabajos anteriores en los cuales se haya reportado la existencia de este tipo de “biombos” formados por fronteras de grano en halogenuros alcalinos.

Conclusiones. La periodicidad uni-dimensional observada en los arreglos bi-dimensionales de singularidades estructurales lineales sugiere que tales singularidades y arreglos son dislocaciones de borde y fronteras de grano, respectivamente. Los valores medidos para los ángulos formados entre fronteras de grano adyacentes en un complejo tipo biombo concuerdan con los valores esperados para los ángulos que se formarían en la intersección de direcciones definidas por las aristas de un cubo. Esta concordancia sugiere que los biombos observados no son otra cosa que los lugares geométricos de las uniones de los diferentes cristallitos que forman la estructura de mosaico del sistema estudiado.

- [1] B. Herman, *Fluorescence Microscopy and Fluorescent Probes*, edited by J. Slavik (New York: Plenum Press), 1996, chapter 1, pp. 1-14.
- [2] H. Murrieta S., J. Hernández A. and J. Rubio O., *Kinam*, 5 (1983) 75-121.
- [3] J. Rubio O., *J. Phys. Chem. Solids*, 52 (1991) 101.
- [4] Aguilar, A.M., Benitez, F., H. Verdiguél, G. Aguilar, S., E. Camarillo, J. Hernandez A., E. Cabrera B. and H. Murrieta S., *Rad. Eff. and Def. in Sol.*, 145 (1998) 233.
- [5] R. R. Mijangos, A. Cordero-Borboa, E. Camarillo, H. Riveros and V. M. Castaño, *Phys. Lett. A* 245 (1998) 123.
- [6] A.E. Cordero-Borboa and L.F. Jiménez-García, *Phil. Mag. Letters*, 83 (2003) 4, 241.
- [7] A.E. Cordero-Borboa, O. Cano-Corona, A. Clavel-Hernández and E. Orozco, *J. Phys. C, Solid State Phys.*, 19 (1986) 7113.
- [8] A.E. Cordero-Borboa and L.F. Jiménez-García, *Phil. Mag. Letters*, 85 (2005) 7, 345-357.
- [9] A. Clark, R. Pérez, R. Aceves, J. Hernández and J. Rubio, *Cryst. Latt. Def. and Amorph. Mat*, 14 (1987) 91.
- [10] E. Pedrero N., J. Hernandez A., E. Orozco M., and H. Murrieta, S., *Rad. Eff. and Def. in Sol.*, **138** (1996) 277.
- [11] J.M. Hedges, and J.W. Mitchell, *Phil. Mag.*, 44 (1953) 223.