Universidad Nacional Autónoma de México

FACULTAD DE CIENCIAS

TEORIA Y APLICACION DE LA TECNICA DE LOS PATRONES DE KOSSEL PARA UN MICROSCOPIO ELECTRONICO DE BARRIDO

TESIS PROFESIONAL

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE

F I S I C O

P R E S E N T A

Tuchee Lillian Gordillo de Anda

MEXICO, D. F. 1975

A mis Padres:

Con mi gratitud por haberme brindado siempre el oportuno consejo y apoyo, necesarios para continuar adelante.

A mis hermanos:

Por el éxito en su futuro.

Por su inteligente y amplio asesoramiento así como por su ayuda eficaz, mi franco y sincero reconocimiento al M. en C. Enrique Cabrera.

Agradezco al Dr. Hector Riveros y al Dr. David Dingley, por sus orientaciones y consejos durante el desarrollo de este trabajo.

A los Investigadores y Profesores: Dr. Eduardo Muñoz Picone, Dr. Leonel Cota Araiza y Fis. Ma. Cristina Piña de Noyola, mi agradecimiento por sus atinadas críticas y consejos en este trabajo.

Mi reconocimiento al Grupo de Estado Sólido del Instituto de Física, por su ilimitada cooperación para la realización de este trabajo.

I N D I C E.

INTRODUCCION.

Los primeros trabajos de microscopía electrónica de barrido fueron realizados antes de la segunda guerra mundial, pero fué hasta 1948 en Cambridge, Inglaterra cuando se logró producir bajo la dirección de C.W. Oatley, el primer microscópio electrónico de barrido (MEB) en la forma como se conoce actualmente. Desde esa fecha se han venido realizando diversas investigaciones con el fin de obtener información cristalográfica de la muestra en observación, lo que es posible por la interacción del haz electrónico fino con la muestra. Actualmente existen tres técnicas para la obtención de información cristalográfica de áreas muy pequeñas en un MEB; la técnica de difracción de rayos X ó técnica de Kossel (Dingley, 1971[1]), la técnica de difracción de electrones de área selecta (Van Essen el al, 1971[2]) y finalmente la técnica de electrones retrodispersados (Venables and Harland, 1973[3]). Los patrones de difracción obtenidos por estas técnicas, se abrevian en inglés como KDP (Kossel Diffraction Pattern) Patrones de Kossel, SACP (Selected Area Channeling Pattern) Patrones de canalización de área selecta y EBSP (Electron Back Scattered Pattern) Patrones de electrones re trodispersados. Esta última técnica es muy reciente, ha sído poco estudiada y aún no se pueden valorar sus ventajas ó desventajas. En cuanto a las otras dos, la primera consiste en la aplicación de una técnica de rayos X bien conocida (Kossel et al, 1935 [4], Kossel & Voges, 1935 [5]), al caso de un volúmen reducido que es el perturbado por el haz electrónico en un MEB y la segunda técnica sólo se puede desarrollar en el MEB, debido a la oscilación del haz en un punto.

Con estas tres técnicas es posible obtener, con mayor ó menor efectividad, la información cristalográfica necesaria de áreas muy pequeñas.

Los patrones de SACP se obtienen al hacer incidir el haz de electrones a diferentes ángulos, sobre un punto de la muestra de aproximadamente una micra de diámetro. Fig.0-1. Los electrones reflejados son colectados por un centellador y su señal es amplificada en una pantalla de un tubo de rayos catódicos (TRC); formándose así los patrones de difracción de electrones, llamados también patrones de Pseudo-Kikuchi, por su semejanza con los patrones de Kikuchi obtenibles en un microscópio electrónico de transmisión, (MET). Debido a la observación dinámica de dicho patrón es posible una rápida orientación del cristal. No obstante, al introducir irregularidades en la red (Dingley, 1973[6]), estos patrones se hacen cada vez más confusos. Otro de los incovenientes de la técnica de los patrones de difracción de electrones, es que la precisión con la que se pueda calibrar dicho patrón es baja en relación con los fines prácticos que se persiguen, esto se debe a la proyección de una esfera sobre la pantalla del TRC, porque la dependencia no es lineal entre distancias en la pantalla y ángulos en la incidencia del haz sobre la muestra.

Los patrones de Kossel son producidos por rayos X de una longitud de onda característica λ, que divergen de una fuente puntual en un cristal.[7] Dicha fuente se obtiene de la interacción de los electrones del haz incidente con la muestra a medida que los electrones se van retrodispersando a través de ésta. Si la energia del haz incidente es suficientemente grande, habrá generación de radiación característica y siempre que se cumpla la ley de Bragg se obtendrá un cono de rayos reflejados con un eje normal al plano del cristal que da origen a la reflección y con un semiángulo de $\pi/2 - \theta$, donde θ es el ángulo de Bragg, Fig. 0-2. El patrón generalmente es registrado en una placa fotográfica, en la que los conos al intersectar forman líneas de secciones cónicas llamadas líneas de Kossel ó cónicas de Kossel. Sin embargo, la placa fotográfica deberá llevar un orificio en su centro, que permita el paso del haz electrónico para incidir en la muestra. Para la determinación del patrón de difracción es necesario determinar previamente dos parámetros: el centro del patrón y la distancia de la fuente de rayos X a la placa fotográfica, Fig. 0-3. De ahí que la precisión con que puedan determinarse los parámetros de la red y su orientación cristalográfica, estará intimamente relacionada con la precisión con que se determinen dichos parámetros.

En este trabajo se presentan las diferentes formas que se han sugerido para la determinación de los parámetros mencionados, se analizan las ventajas y desventajas de cada una de ellas y se propone una nueva variante. Dicha variante es aplicada a resultados experimentales y se realiza por vez primera una evaluación de los errores del método. Por último se discuten los requisitos que deberán cumplirse para que los resultados sean óptimos.

La presentación del trabajo se ha distribuido en-cuatro capítulos: en el primero se presenta el material de - los patrones de Kossel y los principios en que se basa; en - el segundo capítulo se presentan los métodos de cómputo con- los que se procesa la teoria; en el tercero se describe el - experimento y finalmente en el cuarto Capítulo se analizan - los resultados.

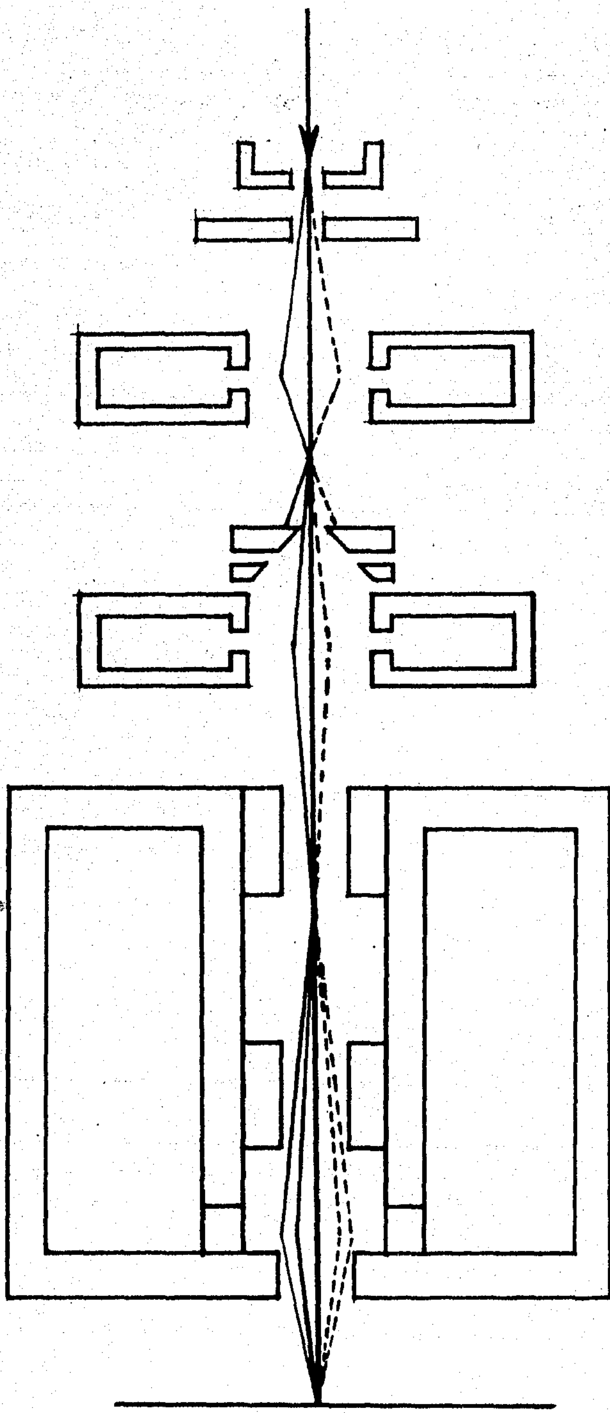


Fig.0-1.- Trayectoria de los electrones en un MEB para la obtención de los patrones SACP.

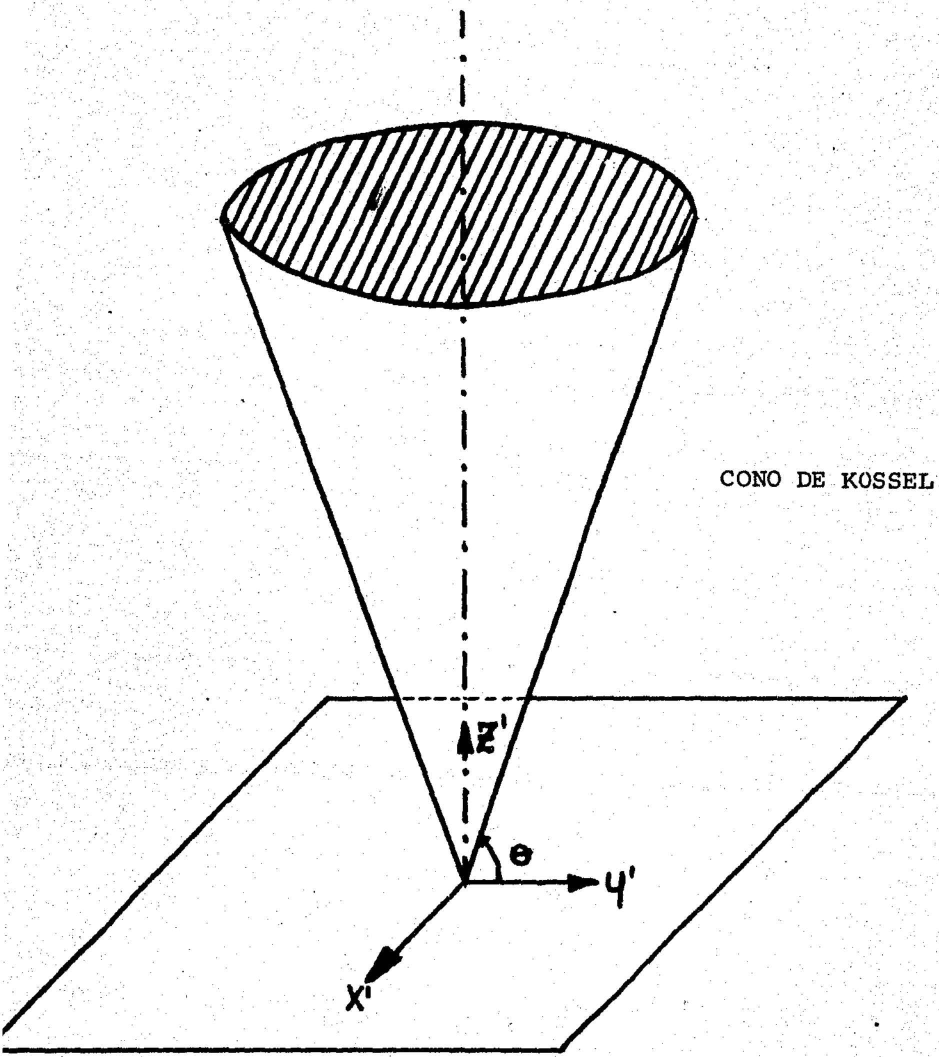


Fig. 0-2.- Obtención de un cono de rayos X reflejados con un eje normal al plano del cristal, que da origen a la reflección con un semiángulo $\pi/2 - \theta$, donde θ es el ángulo de Bragg.

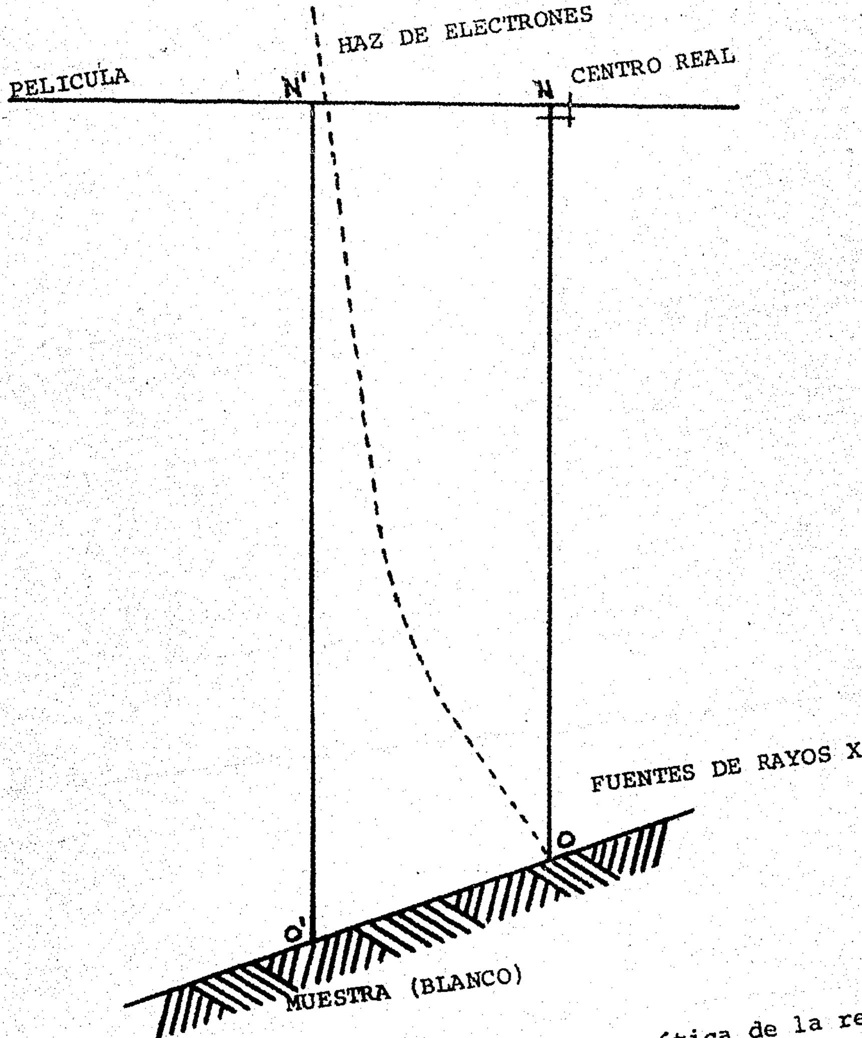


Fig 0-3.- Representación esquemática de la relación entre una película de rayosX, la muestra y la fuente de rayos X, así como la distancia real de la muestra a la película ON y la distancia aparente de la mestra a la película O'N'.

CAPITULO I

METODO DE KOSSEL.

En un microscopio electrónico de transmisión (MET) ó de barrido (MEB), debido a la interaracción del haz electrónico con la muestra cristalina y a la disposición del sistema de lentes (en un MEB) es posible colimar un haz de electrones mediante variaciones en las corrientes de las bobinas de dicho sistema, obteniéndose así los diferentes tipos de patrones, tanto de electrones como de rayos X.

La técnica de rayos X conocida también como técnica de Kossel, permite caracterizar, como se verá más adelante, a la red cristalina con una precisión muy superior a la lograda en técnicas de difracción de electrones. Las ventajas de la técnica de Kossel, empiezan a vislumbrarse desde los años de 1935 por Kossel y Vogues.[5]

Los patrones son generados por los rayos X, excitados por el haz incidente difractado de electrones, cuando éste es retrodispersado ó reemerge de la muestra, Fig.I-1.Si la energía es suficientemente alta, la radiación característica se genera y la intensidad se verá reforzada cuando la ecuación de Bragg se satisfaga.

Una vez que los rayos X emergen de la fuente virtualmente puntual (de una micra de diámetro), los conos de los rayos difractados se producen; cada plano da lugar a un cono y los ejes de los conos son normales a los planos difractados. Aquellos planos cuyos puntos en la red recíproca están contenidos dentro de una esfera centrada en el origen y de radio $1/\lambda$, producen un cono difractado.

El patrón de Kossel es entonces, la traza origindada de la intersección de un conjunto de conos con una película fotográfica, colocada arriba de la muestra. De esta manera el patrón de Kossel, así producido, tiene la misma simetria del cristal del cual fué originado.

La técnica de patrones de difracción de rayos X, está seriamente limitada por el diseño del microscópio, más que por ella misma. Al establecer las condiciones bajo las cuales se obtienen, a partir de un haz electrónico incidente conos de Kossel, se tiene que la intensidad de la radiación característica de un blanco (señal) de espesor suficiente, mayor que la penetración de los electrones primarios, puede ser representada aproximadamente por:

$$I = k(E - E_c)^f$$

donde k es una constante; E es el potencial de aceleración de los electrones que golpean a la muestra; Ec es el potencial de ionización apropiado y como se ha encontrado experimentalmente f es igual a 1.65.[8]

Por otro lado la intensidad integrada de radiación blanca (ruido) es aproximadamente proporcional a E^2, de donde para optimizar la razón señal-ruido se requiere:

$$\frac{d}{dE} = \frac{(E - E_c)^f}{E^2} = 0$$

ó bien

$$E = \frac{E_c}{2 - f} \simeq 2.4\ E_c$$

por lo tanto un valor de 2.4 Ec, es el óptimo, lo cual lleva a una de las limitaciones fundamentales de la aplicación del aparato (para el MEB, S-600, el máximo potencial de aceleración que se obtiene es de 25 KeV, esto conduce al empleo de elementos con un número atómico menor de 30). Tabla I-1. Por otro lado es necesario el empleo de filtros metálicos - para proteger a la película de la radiación de los electrones retrodispersados, así como de posibles emisiones de luz debi das a las excitaciones de los átomos. Dichos filtros son hechos de un material, cuyos bordes de absorción K, estan entre K_α y K_β de la muestra "blanco", por lo que tal material tendrá un número atómico, uno ó dos menor que el de la muestra. Por lo tanto un filtro así seleccionado, absorberá la línea K_β más que la componente K_α, debido al cambio brusco en su coeficiente de absorción entre estas dos longitudes de onda.

Varios investigadores propusieron una serie de técnicas con el fin de obtener entre otros datos, el centro del patrón de difracción, necesario para el cálculo cuantitativo de los patrones.

Entre esos métodos se debe mencionar el estudio basado en la simetria de los elementos de difracción del material para la interpretación del patrón. Esta técnica está intimamente relacionada con el método de proyección estereográfica (Lonsdale, 1947[9]) y consiste en la preparación de proyecciones estandares de los círculos de Kossel cercanos al ángulo de Bragg θ para un cristal y longitud de onda dadas.

Desde 1966 Frazer, Morris y Yakowitz[10] han abierto la posibilidad del uso de técnicas de cómputo con el fin de obtener mapas de los patrones de difracción, gracias a los cuales la identificación de las líneas resulta bastante sencilla y puede realizarse a simple vista.

Entre los años de 1967 y 1969, Pitch[11] propone un nuevo método, conocido como método del radio de curvatura, basado en que el mínimo radio de curvatura ρ de una línea de Kossel se puede calcular de la siguiente relación:

$$\rho = l \tan(\pi/2 - \theta)$$

donde θ es el ángulo de Bragg correspondiente y l es la distancia de la fuente de rayos X a la película.

En la práctica, este método va conjugado con el anteriormente mencionado ya que las reflexiones de Bragg pueden ser dibujadas en un papel transparente y comparadas con el mapa del patrón correspondiente.

Como se puede deducir de lo expuesto anteriormente dichos métodos no permiten la determinación del parámetro de la red con una gran precisión , ya que son proyecciones geométricas, por lo que Bevis y E.B. Crellin, 1970[12] propo--

nen un nuevo método para la interpretación de patrones de -- rayos X, que permite la determinación del parámetro de la red con una precisión de una parte en 10^5 (según evaluación de - los autores).

Dicho método se basa en que la ecuación del cono- de Kossel, en un sistema de coordenadas (x', y', z') tal que el eje z' está orientado sobre el eje del cono y el plano x'. y' pertenece al plano cristalino, la cual esta dada por:

$$X x'^2 + X y'^2 - (1-X) z'^2 = 0 \qquad \text{I-1}$$

donde

$$X = \text{sen}^2\theta = \lambda^2/4d^2 \quad \text{Ley de Bragg.} \qquad \text{I-2}$$

Debe hacerse notar, sin embargo, que dicha ecua-- ción es válida unicamente en el caso de un sistema de coordenadas rectangulares como se describieron anteriormente. En - el caso en que el sistema de coordenadas esté orientado arbitrariamente, se debe proceder a una rotación del sistema primo según las ecuaciones siguientes:

$$
\begin{aligned}
x' &= x\cos\alpha_1 + y\cos\alpha_2 + z\cos\alpha_3 \\
y' &= x\cos\beta_1 + y\cos\beta_2 + z\cos\beta_3 \\
z' &= x\cos\gamma_1 + y\cos\gamma_2 + z\cos\gamma_3
\end{aligned}
\qquad \text{I-3}
$$

donde α_1, α_2, α_3 son los ángulos entre los ejes x', y', z' con el eje x respectivamente; β_1, β_2, β_3 son los ángulos - entre los ejes x', y', z' con el eje y respectivamente; γ_1, γ_2, γ_3 son los ángulos entre los ejes x', y', z' con el eje z respectivamente.

Al sustituir I-3 en I-1 tenemos:

$$
\begin{aligned}
& x^2\left\{\chi(\cos^2\alpha_1+\cos^2\beta_1)-(1-\chi)\cos^2\gamma_1\right\}+y^2\left\{\chi(\cos^2\alpha_2+\right. \\
& \left.+\cos^2\beta_2)-(1-\chi)\cos^2\gamma_2\right\}+z^2\left\{\chi(\cos^2\alpha_3+\cos^2\beta_3)-(1-\chi)\cos^2\gamma_3\right\}+ \\
& +2\left\{xy\left[\chi(\cos\alpha_1\cos\alpha_2+\cos\beta_1\cos\beta_2)-(1-\chi)\cos\gamma_1\cos\gamma_2\right]+xz\left[\chi(\cos\alpha_1\right.\right. \\
& \left.\cos\alpha_3+\cos\beta_1\cos\beta_3)-(1-\chi)\cos\gamma_1\cos\gamma_3\right]+yz\left[\chi(\cos\alpha_2\cos\alpha_3+\cos\beta_2\right. \\
& \left.\left.\cos\beta_3)-(1-\chi)\cos\gamma_2\cos\gamma_3\right]\right\}=0
\end{aligned}
\qquad \text{I-4}
$$

Debido a que ambos sistemas coordenados son ortogonales, se debe de cumplir:

$$\cos^2\alpha_i + \cos^2\beta_i + \cos^2\gamma_i = 1 \qquad \begin{array}{l} i = 1,2,3 \\ j = 1,2,3 \end{array}$$

$$\cos\alpha_i \cos\alpha_j + \cos\beta_i \cos\beta_j + \cos\gamma_i \cos\gamma_j = 0 \qquad i \neq j$$

Haciendo uso de estas relaciones se tiene finalmente:

$$x^2(X - \cos^2\gamma_1) + y^2(X - \cos^2\gamma_2) + z^2(X - \cos^2\gamma_3) - 2\{xy \cos\gamma_1 \cos\gamma_2 + xz \cos\gamma_1 \cos\gamma_3 + yz \cos\gamma_2 \cos\gamma_3\} = 0 \qquad \text{I-5}$$

que es la ecuación general de un cono de Kossel para un sistema coordenado arbitrario.

Si se considera una placa fotográfica situada a una altura $z = t$, cuyo plano es paralelo al plano (x, y) entonces la ecuación de la línea de segundo orden que se obtendrá sobre la película, como el producto de la intersección del cono con ésta, vendrá dada por:

$$(X - \cos^2\gamma_1)x^2 + (X - \cos^2\gamma_2)y^2 - 2(\cos\gamma_1 \cos\gamma_2\, xy + xt \cos\gamma_1 \cos\gamma_3 + t \cos\gamma_2 \cos\gamma_3\, y) + (X - \cos^2\gamma_3)t^2 = 0 \qquad \text{I-6}$$

En la práctica, se tiene una serie de secciones cónicas sobre la película de rayos X, provenientes de diferentes conos de Kossel, que a su vez responden a diferentes planos del cristal en estudio.

Se trata primero de determinar la ecuación de una línea de Kossel, por ejemplo la línea 1 de la Fig. I-2 con - respecto a dos ejes coordenados pertenecientes al plano de - la película y que pueden ser los ejes de un microscópio via- jero de precisión. Para esto se requiere de una serie de N - mediciones de puntos de la línea y de una técnica de mínimos cuadrados para ajustar los valores experimentales con una -- ecuación general de segundo grado:

$$S(x,y) = A_1x^2 + A_2y^2 + A_3xy + A_4x + A_5y + 1 = 0 \quad \text{I-7}$$

Una vez obtenidos los coeficientes de I-7 para -- todas las líneas de Kossel, se procede al cálculo de los ejes focales de las figuras y del punto (x_0 , y_0) en que se inter sectan los ejes focales de las figuras y que es la proyección normal de la fuente a la película[13].

Cada una de las cónicas puede ser expresada ahora en un sistema coordenado con centro en el punto (x_0 , y_0) y ejes paralelos al sistema coordenado del microscópio viajero. Obteniéndose así:

$$S(x,y) = C_1x^2 + C_2y^2 + 2C_3xy + 2C_4x + 2C_5y + C_6 = 0 \quad \text{I-8}$$

donde:

$$C_1 = A_1 \,,\quad C_2 = A_2 \,,\quad C_3 = A_3 \,,\quad C_4 = A_4 + x_0 A_1 + y_0 A_3 \,,$$
$$C_5 = A_5 + A_2 y_0 + A_3 x_0 \quad \text{y} \quad C_6 = 1 + A_1 x_0^2 + A_2 y_0^2 + 2A_3$$
$$x_0 y_0 + 2A_4 x_0 + 2A_5 y_0 \qquad \text{I-9}$$

Igualando los coeficientes de I-8 con los de I-6- se obtienen las siguientes relaciones:

$$X - \cos^2\gamma_1 = C_1 \qquad -\cos\gamma_1 \cos\gamma_2 = C_3$$
$$X - \cos^2\gamma_2 = C_2 \qquad -\cos\gamma_1 \cos\gamma_3 t = C_4$$
$$t^2 (X - \cos^2\gamma_3) = C_6 \qquad -\cos\gamma_2 \cos\gamma_3 t = C_5$$
$$\cos^2\gamma_1 + \cos^2\gamma_2 + \cos^2\gamma_3 = 1 \qquad \text{I-10}$$

De estas relaciones es posible determinar:

$$\cos^2\gamma_1 = C_3 C_4 / C_5 \qquad t = -C_4 / \cos\gamma_1 \cos\gamma_3$$
$$\cos\gamma_2 = \cos\gamma_1 C_5 / C_4 \qquad X = C_6 / t^2 - \cos^2\gamma_3$$
$$\cos^2\gamma_3 = 1 - \cos^2\gamma_1 - \cos^2\gamma_2 \qquad \text{I-11}$$

Para definir univocamente los valores de I-11 se toma que:

$$\cos\gamma_1 > 0 \qquad \text{I-12}$$

lo que define el signo del cos γ_2. Haciendo que t $>$ 0 se define el signo de cos γ_3.

Dada la definición de X en la ecuación I-2 y conociendo la longitud de onda λ, se determina el valor del espaciado interplanar d:

$$d = SQR(\lambda^2/4X) \qquad \text{I-13}$$

La orientación del plano queda determinada en función de los cosenos directores con respecto a la vertical, al plano de la película.

El ángulo φ_{ij} formado entre el plano de la línea i y el de la línea j puede obtenerse facilmente de la relación geométrica:

$$\cos\varphi_{ij} = \cos\gamma_{1i}\cos\gamma_{1j} + \cos\gamma_{2i}\cos\gamma_{2j} + \cos\gamma_{3i}\cos\gamma_{3j} \qquad \text{I-14}$$

Dados los espaciados interplanares, de la Tabla I-2 se pueden determinar de manera fácil los índices de los planos. Con esto queda finalizada la caracterización del cristal.

La evaluación de las ecuaciones aquí expuestas se realiza mediante técnicas de cómputo, así como la evaluación de los errores involucrados en la determinación de los coe--

ficientes de la ecuación I-7. En el siguiente capítulo se detalla dicho proceso así como los listados de los diferentes bloques del programa.

TABLA I-1

VOLTAJES DE ACELERACION (E) Y DE IONIZACION (Ec).
(elementos de número atómico del 11 al 32).

	E (KeV)	Ec (KeV)
11) Sodio	1.0410	3.01
12) Magnesio	1.2536	3.60
13) Aluminio	1.4862	4.30
14) Silicio	1.7393	4.10
15) Fósforo	2.0127	5.80
16) Azufre	2.3066	6.70
17) Cloro	2.6207	7.60
18) Argón	2.9556	8.60
19) Potasio	3.3110	9.60
20) Calcio	3.6880	10.70
21) Escadnio	4.0861	11.80
22) Titanio	4.5048	13.00
23) Vanadio	4.9446	14.32
24) Cromo	5.4055	15.40
25) Manganeso	5.8876	17.10
26) Fierro	6.3908	18.50
27) Cobalto	6.9153	20.10

28) Niquel	7.4008	21.50
29) Cobre	8.0278	23.30
30) Zinc	8.6157	25.00
31) Galio	9.2248	26.70
32) Germanio	9.8553	28.60

LAS ARISTAS DEL CRISTAL SON:
A= 4.668 B= 3.417 C= 5.118

EL ANGULO BETA ES DE 99.48 GRADOS

(H	K	L)	D	(H	K	L)	D
				2	0	0	2.29932
0	0	1	5.118	2	0	1	2.09736
0	0	2	2.559	2	0	2	1.71532
0	0	3	1.706	2	0	3	1.37[illegible]
0	1	0	3.37055	2	1	0	2.3[illegible]
0	1	1	2.81495	2	1	1	1.[illegible]
0	1	2	2.03814	2	1	2	1.6[illegible]
0	1	3	1.52213	2	1	3	1.31[illegible]
0	2	0	1.68528	2	2	0	1.4[illegible]
0	2	1	1.60073	2	2	1	1.[illegible]
0	2	2	1.41747	2	2	2	1.2[illegible]
0	2	3	1.19393	2	2	3	1.11[illegible]
0	3	0	1.12350	2	3	0	1.[illegible]
0	3	1	1.09739	2	3	1	1.[illegible]
0	3	2	1.00373	2	3	2	.9[illegible]
0	3	3	.933316	2	3	3	.[illegible]
1	0	0	4.59563	3	0	0	1.5[illegible]
1	0	1	3.49[illegible]	3	0	1	1.4[illegible]
1	0	2	2.[illegible]361	3	0	2	1.[illegible]
1	0	3	1.59[illegible]	3	0	3	1.14[illegible]
1	1	0	2.[illegible]	3	1	0	1.4[illegible]
1	1	1	2.[illegible]	3	1	1	1.4[illegible]
1	1	2	1.9[illegible]	3	1	2	1.[illegible]
1	1	3	1.[illegible]	3	1	3	1.1[illegible]
1	2	0	1.57[illegible]	3	2	0	1.3[illegible]
1	2	1	1.[illegible]	3	2	1	1.[illegible]
1	2	2	1.[illegible]	3	2	2	1.11[illegible]
1	2	3	1.1[illegible]	3	2	3	1.[illegible]
1	3	0	1.1[illegible]	3	3	0	.937[illegible]
1	3	1	1.1[illegible]	3	3	1	.[illegible]
1	3	2	1.[illegible]	3	3	2	.[illegible]
1	3	3	.[illegible]	3	3	3	.[illegible]

TABLA 2. Espaciados interplanares para un cristal monoclínico de CuO en función de los índices de Miller (h,k,l).

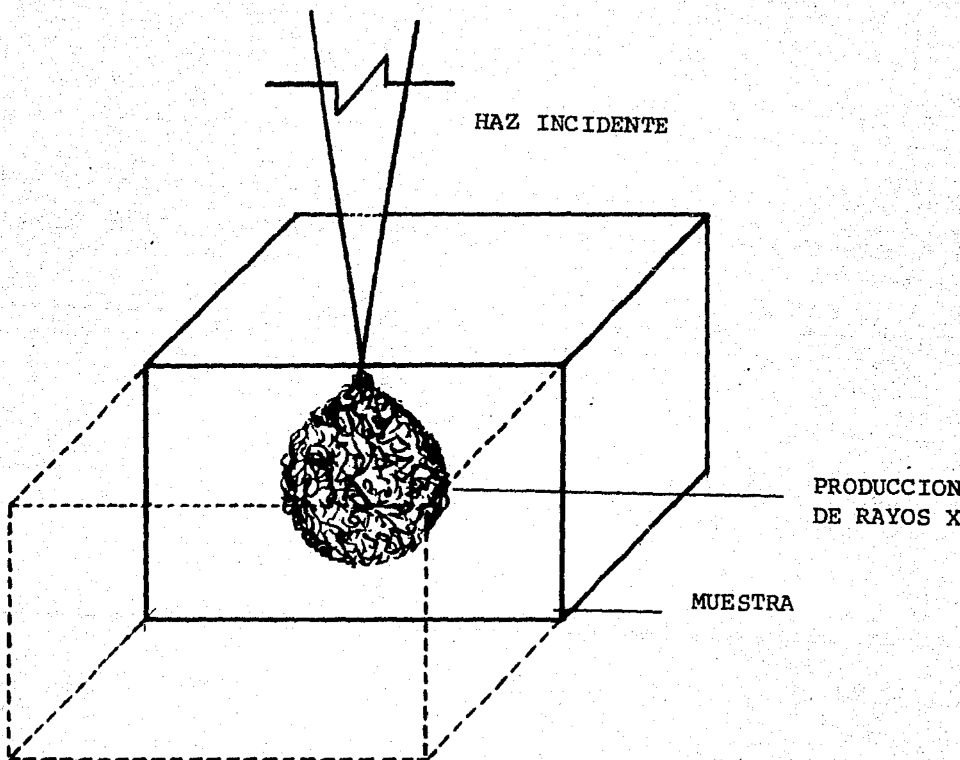


Fig. I-1.- Representa un corte transversal en la muestra en el que se observa la generación de rayos X.

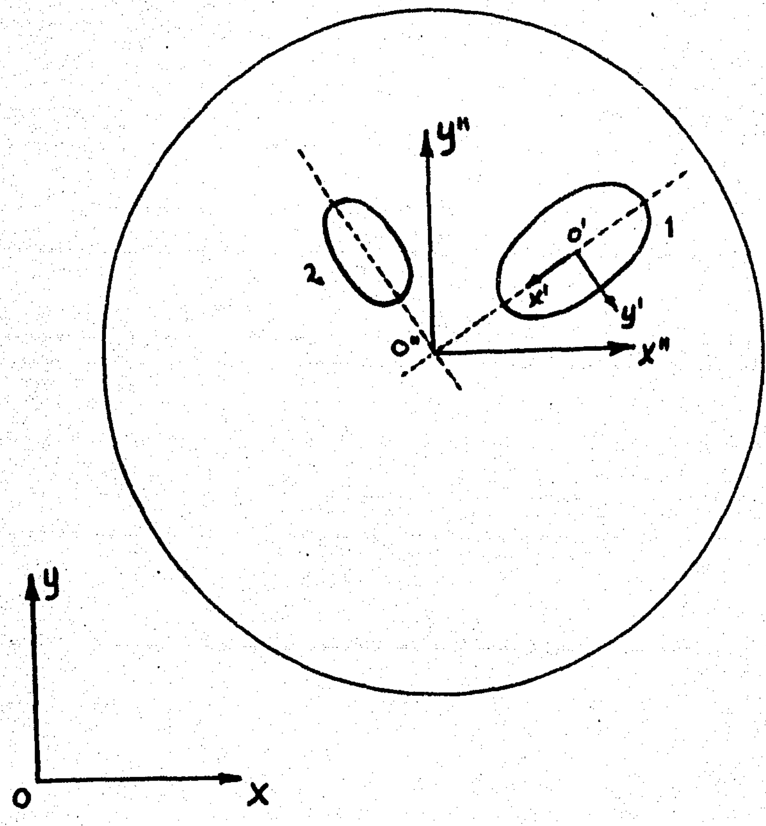


Fig. I-2.- Diagrma esquemático que ilustra como se determina la ecuación de una línea de Kossel (línea 1 ó 2) con respecto a un sistema de ejes coordenados, pertenecientes al plano de la película, éstos pueden ser los del MOV.

CAPITULO II.

PROGRAMACION.

El número de líneas provenientes del patrón de Kossel en la placa fotográfica, es almacenado en la computadora mediante la variable N_2, con una capacidad declarada de 10 curvas, además organiza los ciclos de entrada para N_2 por medio de H_1, a través del bloque II.1

Se miden N puntos sobre las curvas de los patrones de Kossel, mediante un microscópio óptico "viajero" donde "x" y "y" van de 0 a 7.999 cm., el cual permite mediciones con una precisión de $\pm$ 5 x 10^{-3} mm. Una vez que se obtienen las coordenadas de dichos puntos, éstos son compilados en el bloque del programa designado como entrada de datos, los cuales son arreglados en cuatro puntos por cada tarjeta, bloque II.1-a

Debido a que el microscópio óptico "viajero" presenta un ángulo de $\alpha = 90.018°$, entre sus ejes, los datos son procesados para obtener las coordenadas en un sistema de ejes ortogonales, por medio del bloque II.1-b (Fig. II-1), considerando las siguientes ecuaciones:

$$x_0' = x_0 - y_0 \operatorname{sen} \sigma$$
$$y_0' = y_0 \cos \sigma$$

Las cónicas, de las cuales se obtienen los datos experimentales, son el resultado de la intersección de los conos de Kossel con el plano de la placa fotográfica, en donde la ecuación general de segundo grado:

$$S(x,y) = E_1 x^2 + E_2 y^2 + E_3 xy + E_4 x + E_5 y + 1 = 0 \qquad \text{II-1}$$

se ajusta a dichos datos, empleando el método de mínimos cuadrados. Los valores de los coeficientes Ei, los cuales minimizan a S(x,y), son obtenidos resolviendo las ecuaciones diferenciales:

$$T_i = \sum_{j=1}^{N} \frac{\partial^2 S(x_j, y_j)}{\partial E^2(i)} = 0 \qquad i = 1, \ldots, 5 \qquad \text{II-2}$$

Sustituyendo la expresión para S(x,y) de II-1 en II-2 se obtiene:

$$\begin{bmatrix} \Sigma(x)^4 & \Sigma(x)^2(y)^2 & \Sigma(x)^3 y & \Sigma(x)^3 & \Sigma(x)^2 y \\ \Sigma(x)^2(y)^2 & \Sigma(y)^4 & \Sigma x(y)^3 & \Sigma x(y)^2 & \Sigma(y)^3 \\ \Sigma(x)^3 y & \Sigma x(y)^3 & \Sigma(x)^2(y)^2 & \Sigma(x)^2 y & \Sigma x(y)^2 \\ \Sigma(x)^3 & \Sigma x(y)^2 & \Sigma(x)^2 y & \Sigma(x)^2 & \Sigma(x) y \\ \Sigma(x)^2 y & \Sigma(y)^3 & \Sigma x(y)^2 & \Sigma x(y) & \Sigma(y)^2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_1 \\ E_2 \\ E_3 \\ E_4 \\ E_5 \end{bmatrix} = - \begin{bmatrix} \Sigma(x)^2 \\ \Sigma(y)^2 \\ \Sigma(x) y \\ \Sigma(x) \\ \Sigma(y) \end{bmatrix}$$

lo anterior se puede expresar en forma abreviada como:

$$A(I,J) * E(J) = D(I) \qquad \text{II-3}$$

donde: $A(I,J)$

$$\begin{bmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} & a_{14} & a_{15} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} & a_{24} & a_{25} \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} & a_{34} & a_{35} \\ a_{41} & a_{42} & a_{43} & a_{44} & a_{45} \\ a_{51} & a_{52} & a_{53} & a_{54} & a_{55} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \sum x^4 & \sum x^2y^2 & \sum x^3y & \sum x^3 & \sum x^2y \\ \sum x^2y^2 & \sum y^4 & \sum xy^3 & \sum xy^2 & \sum y^3 \\ \sum x^3y & \sum xy^3 & \sum x^2y^2 & \sum x^2y & \sum xy^2 \\ \sum x^3 & \sum xy^2 & \sum x^2y & \sum x^2 & \sum xy \\ \sum x^2y & \sum y^3 & \sum xy^2 & \sum xy & \sum y^2 \end{bmatrix} \qquad \text{II-4}$$

es la matriz de coeficientes numéricos,

$$E(I) = \begin{bmatrix} e_{11} \\ e_{21} \\ e_{31} \\ e_{41} \\ e_{51} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} E_1 \\ E_2 \\ E_3 \\ E_4 \\ E_5 \end{bmatrix}$$

es el vector de incognitas y

$$D(I) = \begin{bmatrix} d_{11} \\ d_{21} \\ d_{31} \\ d_{41} \\ d_{51} \end{bmatrix} = - \begin{bmatrix} \sum (X)^2 \\ \sum (Y)^2 \\ \sum X(Y) \\ \sum (X) \\ \sum (Y) \end{bmatrix}$$

es el vector de términos independientes.

En la práctica el uso de un vector auxiliar $F_i(k)$:

$$F_i(k) = \begin{bmatrix} x_i^2 \\ y_i^2 \\ x_i y_i \\ x_i \\ y_i \end{bmatrix}$$

facilita generar la matriz A(I,J) como:

$$A[IJ] = \sum_{i=1}^{N} F_i[I] * F_i[J] \qquad \text{II-4a}$$

y el vector independiente D(I) como:

$$D[I] = \sum_{i=1}^{N} F_i[I] \qquad \text{II-4b}$$

esto se muestra en el bloque II-2.

Dicho sistema de ecuaciones II-3, se puede resolver por varios métodos: método de inversión de matrices[14], bloque II.3-a, el método de sustitución directa[15], bloque II.3-b y el método de cofactores[16] Bloque II.3-c.

1. Método de inversión de matrices.

Gracias a que la computadora está capacitada para trabajar con operaciones de matrices (suma, resta, multiplicación, inversión, etc.) este método es muy sencillo de programar y basta tan solo determinar la matriz B como:

B = INV (A)

para que

E(I) = B * D

2. Método por sustitución directa.

En el bloque II.3-b se muestra la solución al sistema II-3, en el cual la matriz A(I,J) es triangularizada y se resuelve por sustitución directa.

Dicho método consiste en despejar la primera incógnita de la primera ecuación II-3:

$$E_1 = \frac{1}{a_{11}} [d_{11} - (a_{21}E_2 + a_{31}E_3 + a_{41}E_4 + a_{51}E_5)]$$

obteniéndose un nuevo sistema de 4 x 4 donde:

$$A' [I,J] = A[I,J] / A[I,K] - A[K,J] / A[K K]$$

$$K = 1 \ldots 4$$
$$I = 2 \ldots 5$$
$$J = 2 \ldots 5$$

Analogamente se despeja la incógnita de X_2 del sistema de 4 x 4 y se obtiene un sistema de 3 x 3. Siguiendo este mismo procedimiento, se obtiene una matriz triangularizada.

La solución entonces se obtiene de abajo hacia arriba como:

$$E[J] = [A[J] - S] \;/\; A[J,J] \qquad J = 5, 4 \ldots 1$$

donde:

$$S = \sum_{S\phi = N\phi}^{N\phi - S} A(J - S\phi) * E(S\phi)$$

3. Método de cofactores.

Otro método utilizado para la solución del sistema II-3 es el llamado método de cofactores, que consiste en obtener primero el término denominado cofactor B_{ij}, definido como el resultado de cambiar el signo de el menor* i + j veces.

---

* El menor de cualquier coeficiente se difine como el valor del determinante del arreglo cuadrado, obtenido al suprimir- la columna j y el renglón i del arreglo del coeficiente.

Ahora bien si cada elemento de cualquier columna de A(I,J) de II-4 es multiplicado por su cofactor, la suma de esos cinco productos es el valor del determinante D, de A(I,J) pero si - cada elemento de cualquier columna es multiplicado por el cofactor correspondiente del elemento de cualquier otra columna entonces la suma de estos cinco productos es igual a cero. Esto permite la eliminación directa de todas las incógnitas -- excepto la seleccionada de antemano, sea esta E_k de II-3; se multiplica cada ecuación por el cofactor del coeficiente E_k- y se suma el resultado, obteniéndose:

$$DE_k = B_1 A_{1k} + B_2 A_{2k} + \ldots\ldots\ldots + B_J A_{Jk} \qquad \text{II-6}$$

ó bien escrito en forma abreviada:

$$DE_k = \sum_{J=1}^{5} A_{Jk} B_J \qquad k = 1 \ldots 5$$

donde D es el determinante de A(I,J) y si D es diferente de- cero entonces la ecuación II-3 tiene una solución, la cual - es única y cada E_k (k = 1 ...5) se obtiene de II-6, dividiéndola entre D.

La matriz de cofactores B_{ij} y el vector independiente a esta matriz, se obtienen facilmente de las siguientes ecuaciones:

$$a)\ B_{ij} = A_{ij} - \sum_{k=1}^{j-1} B_{ik} B_{kj} \qquad i \geq j$$

$$b)\ B_{ij} = \frac{1}{B_{ii}} \left[A_{ij} - \sum_{k=1}^{i-1} B_{ik} B_{kj} \right] \qquad i < j$$

$$c)\ D_i = \frac{1}{B_{ii}} \left[D_i - \sum_{k=1}^{i-1} B_{ik} D_k \right]$$

dando como resultado:

(bloque II.3-c) $$E_i = D_i - \sum_{k=i+1}^{N} B_{ik} E_k$$

Dichas ecuaciones se deducen del método de Reducción de Crout[17] .

Con el fin de hacer un chequeo rápido del programa y de los conceptos en él utilizados, se elaboró un bloque especial para que generara datos teóricos con una precisión equivalente a la experimental, bloque II.4.

En la Tabla II-3 se muestran, en forma comparativa los tres métodos anteriores, aplicando éstos en una ecuación teórica conocida.

CALCULO DE ERRORES E ITERACION.

El sistema de ecuaciones, resuelto por cualquiera de los métodos mencionados anteriormente, no garantiza que dicha ecuación de la curva sea la exacta, por lo que se necesita que los puntos pertenecientes a una curva optimizada, pasen por un bloque denominado iteración, mediante el cual la máquina descartará aquellos puntos que no cumplan con el criterio de precisión que en seguida se explica; nuevamente la máquina vuelve a procesar los datos óptimos con lo que finalmente llega a una solución del sistema de ecuaciones, que es la más cercana a la exacta.

Si consideramos una función $S(x_i, y_i)$, donde $\{x_i, y_i\}$ es el conjunto de puntos obtenidos de cada curva, la evaluación de dicha función será entonces diferente de cero, es decir:

$$R_i = | S(x_i, y_i) | \qquad \text{II-7}$$

Pero si consideramos que las abcisas x_i son exactas y se calculan a partir de éstas las $\bar{y}_i$, resulta que la función $S(x_i, y_i)$ es igual a cero:

$$S(x_i, \bar{y}_i) = 0 \qquad \text{II-8}$$

El error que se tiene que determinar es en la va riable y, ó sea:

$$\delta y^2 = \sum_i (\bar{y}_i - y_i)^2 \qquad \text{II-9}$$

Desarrollando tanto la ecuación II-7 como la II-8 para todos los puntos:

$$\sum_i a x_i^2 + \sum_i b y_i + \ldots\ldots + N = R$$

$$\sum_i a x_i^2 + \sum_i b \bar{y}_i^2 + \ldots\ldots + N = 0$$

y restando la última de la primera, nos queda la siguiente - ecuación:

$$\sum_i b(\bar{y}_i^2 - y_i^2) + \sum_i c(x_i\bar{y}_i - x_i y_i) + \sum_i d(\bar{y}_i - y_i) = -R$$

De aquí se tiene:

$$\sum_i b(\bar{y}_i + y_i)(\bar{y}_i - y_i) + \sum_i c x_i(\bar{y}_i - y_i) + \sum_i d(\bar{y}_i - y_i) = -R$$

ó bien

$$\sum_i \left\{ (\bar{y}_i - y_i)\left[b(\bar{y}_i + y_i) + c x_i + d \right] \right\} = -R \qquad \text{II-10}$$

pero por definición se sabe que $\sum_i |\bar{y}_i - y_i| = \delta y$, entonces:

$$\sum_i (\bar{y}_i + y_i) = \sum_i y_i + \sum y_i + \delta y = 2\sum_i y_i + \delta y \simeq 2\sum y_i$$

si $2\sum_i y_i \gg \delta y$ entonces la ecuación II-10 queda:

$$\sum_i [(\bar{y}_i - y_i)(2by_i + cx_i + d)] = -R \Rightarrow \sum_i (\bar{y}_i - y_i) = -R / \sum_i [2by_i + cx_i + d]$$

elevando al cuadrado la expresión:

$$\sum_i (\bar{y}_i - y_i)^2 = \left[\frac{R}{\sum_i [2by_i + cx_i + d]} \right]^2 \quad \text{II-11}$$

ó bien

$$\delta y^2 = \sum_i (\bar{y}_i - y_i)^2 = \left[\sum_i S(x_i, y_i) \Big/ \sum_i \partial S(x_i, y_i)/\partial y_i \right]^2$$

$$\text{II-12}$$

entonces la ecuación II-9 puede ser calculada por la expresión II-11, bloque II.5, este hecho elimina dos posibles problemas al calcular directamente la $\delta y2$, que son los siguientes:

a) Dado que no se consideran errores involucrados en la variable x_i, el valor de ésta puede no pertenecer al dominio D ($x_i \pm \delta x_i \in D$, pero $x_i \notin D$), en el caso en que x_i esté cercana al vértice, por lo que se obtendría una y_i imaginaria.

b) Si se encuentra x_i, cercana a la frontera del dominio D ($x_i \in D$, pero $x_i \notin D \pm \delta D$), entonces ocurre que los valores tanto para y_{i+} como para y_{i-} son bastante similares de tal suerte quw no pueden ser distinguidos por la computadora.

El cálculo de II-12 se realiza mediante la variable S1:

$$S_1 = \left| \sqrt{\sum_i \left(\frac{S(x_i, y_i)}{\frac{\partial S(x_i, y_i)}{\partial y_i}} \right)} \right|$$

obteniéndose:

$$|\delta y| = S_1 \qquad \text{II-13}$$

Ahora bien el criterio que se sigue para determinar si un punto es "bueno", se hace a través de la comparación - entre:

$$R_i^2 = \left(\frac{S(x_i, y_i)}{\frac{\partial S(x_i, y_i)}{\partial y_i}} \right)^2 \quad \text{y} \quad 4 S_1^2$$

exigiendo que:

$$R_i^2 < 4 S_1^2 \qquad \text{II-14}$$

si esto ocurre la máquina imprime "+", de lo contrario un "0" y a través de una variable M1, cuenta los datos descartados,- de tal suerte que el número de puntos totales será N - M1, haciendo que la matriz que almacena los datos, se corra un lu--

gar hacia arriba a partir del renglón i, correspondiente al - punto descartado, bloque II-6.

Si el número de puntos descartados es igual a cero la máquina declara: "Estar en los límites de precisión", - de lo contrario el nuevo número de datos será N' = N - M1. - Si N' es mayor que seis (requisito que se obtiene de tener - que evaluar cinco coeficientes[18]), regresa al bloque de mínimos cuadrados para calcular una nueva matriz A(I,J) (con los N' datos) y después entra en el bloque que resuelve este sistema, para que finalmente entre en el bloque de iteración, - haciéndose este ciclo cada vez que por la condición impuesta en II-14, sea requerido. Pero si el número de datos N', no - es mayor de 6 imprime: "No tengo suficientes datos para seguir iterando", pasando al siguiente bloque de cálculo de -- errores en los coeficientes.

Un hecho importante en lo que a cálculo de errores se refiere, lo constituye la determinación del error en cada uno de los coeficientes, bloque II-7.

Dichos errores pueden ser evaluados calculando la derivada del sistema II-3:

$$[A \cdot E]_{,y} = [D]_{,y}$$

de donde:

$$[A + A_{,y}][\delta E] = [D]_{,y} - [A]_{,y} \cdot [E]$$

Definiendo:

$$A' = [A] + [A]_{,y}$$
$$D' = [D]_{,y} + [A]_{,y}[E]$$

obtenemos un nuevo sistema por resolver:

$$A' \cdot \delta E = D' \qquad \text{II-14}$$

efectuándose de la manera siguiente:

Cálculo de la matriz derivada. Al derivar la ex-- presión II-14 obtenemos:

$$|A|_{,y} = \begin{bmatrix} 0 & 2x^2y & x^3 & 0 & x^2 \\ 2x^2y & 4y^3 & 3xy^2 & 2xy & 3y^2 \\ x^3 & 3xy^2 & 2x^2y & x^2 & 2xy \\ 0 & 2xy & x^2 & 0 & x \\ x^2 & 3y^2 & 2xy & x & 2y \end{bmatrix} \qquad \text{II-15}$$

la cual puede ser calculada mediante la ayuda de una matriz-de coeficientes numéricos, bloque II.8

$$Bl_{IJ} = \begin{bmatrix} 0 & 2 & 1 & 0 & 1 \\ 2 & 4 & 3 & 2 & 3 \\ 1 & 3 & 2 & 1 & 2 \\ 0 & 2 & 1 & 0 & 1 \\ 1 & 3 & 2 & 1 & 2 \end{bmatrix} \qquad \text{II-16}$$

y una matriz Al_{IJ} de manera similar a A_{IJ} (ver II-a), bloque II.9:

$$Al_{IJ} = (A_{IJ}/|y|) * \delta y = \sum Bl[IJ] * \sum_i F_i[I] * F_i[J] * Sl/|y_i| \qquad \text{II-17}$$

Esta se genera nuevamente con ayuda de los vectores F(I) y F(J), multiplicando cada componente (I,J) de Bl por el correspondiente de Al.

Analogamente podemos obtener:

$$Dl = \sum_i Bl[I,I] * F_i[I] * Sl/|y_i| \qquad \text{II-18}$$

donde las nuevas matrices del sistema II-14 se obtienen:

$$\left.\begin{aligned} A_{IJ} &= A_{IJ} - Al_{IJ} \\ D_i &= Dl_i - S \end{aligned}\right\} \quad \text{II-19}$$

[illegible]

$$[illegible] \quad \text{II-}[illegible]$$

[illegible]

[illegible]

[illegible] de la ecuación II-1 [illegible] la impresión de los datos óptimos y los [illegible] E_1, E_2, E_3, E_4 y $E_5 = 1$; así como del - [illegible] y el error en cada uno de los coeficientes (blo- que II.11-a). En el bloque II.11-b se da un resumen de los - parámetros encontrados para todas las figuras.

METODO DE CANONIZACION Y CLASIFICACION.

Dado que en este punto ya se tiene la ecuación por analizar, así como los errores involucrados en ésta, el si-- guiente paso consiste en la clasificación y canonización de- las curvas procedentes del patrón (bloque II.12), ya que cosiendo

$$S = \sum_{J=1}^{Nd} AI_{IJ} \cdot E_J \qquad \text{II-20}$$

Este sistema (bloque II.10) puede ser resuelto, de manera análoga al sistema II-3.

Una vez realizado el cálculo de los errores en los coeficientes, se pasa al bloque de salida de datos intermedios.

Con el objeto de tener una curva simétrica (ya que de este hecho nos valdremos más adelante para su canonización) los coeficientes E_3, E_4 y E_5 de la ecuación II-1 son divididos entre dos, pidiéndose la impresión de los datos óptimos y los nuevos coeficientes: E_1, E_2, E_3, E_4 y $E_6 = 1$; así como del error RMS, S1 y el error en cada uno de los coeficientes(bloque II-11-a). En el bloque II.11-b se da un resumen de los parámetros encontrados para todas las figuras.

METODO DE CANONIZACION Y CLASIFICACION.

Dado que en este punto ya se tiene la ecuación por analizar, así como los errores involucrados en ésta, el siguiente paso consiste en la clasificación y canonización de las curvas procedentes del patrón (bloque II.12), ya que como se vió, Capítulo 1, para resolver el problema de Kossel - es indispensable conocer los ejes focales de dichas figuras. Además este bloque es verificativo de los datos suministra-- dos, ya que al determinar el tipo de curva, facilmente se -- puede distinguir si se trata de una figura degenerada (lo que no puede ser): rectas, puntos ó imaginarias, la cual elimina ó bien si los datos se ajustan a una curva, con la que puede trabajar.

Para efectuar el proceso de canonización se sigue el criterio de las figuras con centro de simetria ó sea que - se cumpla:

$$S(x,y) = S(-x,-y)$$

Se efectua una traslación al punto de simetria - (x_0, y_0) por lo que los coeficientes E_4' y E_5' son igualados- a cero quedando las siguientes ecuaciones por resolver:

$$\begin{aligned} E_1 x_0 + E_2 y_0 + D_1 &= 0 \\ E_3 x_0 + E_2 y_0 + D_2 &= 0 \end{aligned} \qquad \text{II-21}$$

la solución si el determinante de los términos de orden supe rior es diferente de cero, será:

$$\delta = \begin{bmatrix} E_1 & E_3 \\ E_3 & E_2 \end{bmatrix} = E_1E_2 - E_3^2 \neq 0 \quad \text{II-22}$$

bajo este criterio, las figuras que se tienen son de tipo - elíptico (si $\delta > 0$) ó hiperbólico (si $\delta < 0$), donde las curvas de tipo parabólico tienen un determiante igual a cero - (dado que la precisión con la que se está trabajando es de - cinco cifras significativas, se exige que en los productos - E_1E_2 y E_3^2 , sus cinco primeros dígitos significativos sean - iguales entre si, para que la difernecia sea interpretada como un cero).

Para los dos primeros casos, la ecuación con la - que se trabaja es la siguiente:

$$E_1x^2 + E_2y^2 + E_3xy + E_6 = 0 \quad \text{II-23}$$

a la que se le aplica una rotación y se obtiene :

$$E_1'x^2 + E_2'y^2 + E_6' = 0 \quad \text{II-24}$$

Efectuando un análisis de signos en los coeficientes se llega a la forma:

$$\frac{x^2}{a^2}+\frac{y^2}{b^2}=1 \quad \text{(elipse)}$$

ó bien

$$\frac{x^2}{a^2}-\frac{y^2}{b^2}=1 \quad \text{(hiperbola)}$$

Por otro lado se analiza el valor de los coeficientes, es decir si uno ó más de éstos son igual a cero, se trata entonces de una figura degenerada (la cual es descartada).

En el caso de que el determinante II-22 sea igual a cero se tiene una curva de tipo parabólico, en donde la ecuación:

$$E_1'x^2+E_2'y^2+E_3'xy+E_4'x+E_5'y+E_6=0 \qquad \text{II-25}$$

solamente puede ser rotada. Efectuada dicha rotación, el coeficiente E_3' es igual a cero y uno de los coeficientes: E_1' ó E_2' debe ser igual a cero para entonces llegar a las ecuaciones:

$$y^2=ax+by+c \quad \text{ó} \quad x^2=ax+by+c$$

a partir de las cuales se encuentra el vértice de la figura (x_0, y_0) y se analiza si no existe degeneración en la figura. En caso de que E_1' y E_2' sean diferentes de cero, la máquina imprime: "datos dudosos" y entonces se analiza si se trata -

de elípses ó hipérbolas.

En cada caso, seal el de una elipse, hipérbola ó - bien parábola (siendo en los dos primeros el centro de simetria y en el último, vértice), con el punto (x_0, y_0) y el ángulo $R = \tan \varphi$ se puede determinar la ecuación del eje focal:

$$y = Rx + c$$

donde:

$$c = Rx_0 + y_0$$

y se almacena en el bloque II.12-a.

METODO DE INTERSECCIONES.

El paso que sigue, consiste en la determinación de las intersecciones de los ejes focales, que como se vió en el Capítulo I, son el punto donde precisamente cae la proyección normal del centro de emisión a la placa fotográfica.

Las intersecciones se obtienen al resolver el sistema de ecuaciones:

$$\begin{aligned} y_i &= R_i x + c_i \\ y_j &= R_j x + c_j \end{aligned} \qquad \text{II-25.a}$$

$$i = 1 \ldots\ldots N_3 - 1$$
$$j = i + 1 \ldots N_3$$

siendo $N_3 = N_2 - M$, el número de figuras no descartadas, donde dichas combinaciones dan lugar a todas las posibles intersecciones entre si.

Ahora bien si el ángulo entre dos intersecciones es menor que 5.7° se descarta mediante la siguiente relación:

$$R = (R_i + R_j)/(1 + R_i R_j) < 0.1$$

donde $R = \tan \varphi$. es el ángulo entre el eje de la línea i y el de la línea j.

debido a la imprecisión en cuanto a la determinación de la intersección a bajos ángulos, (bloque II.13-a).

Una vez que se han obtenido todas las intersecciones posibles, se calcula el centro de masa como:

$$X = \frac{\sum x_k}{N_0} \quad , \quad Y = \frac{\sum y_k}{N_0} \quad k = 1 \ldots N_0$$

donde N_0 es el número de intersecciones útiles, (bloque II.13 -b).

Ahora bien se utiliza un criterio de precisión para establecer si el punto de intersección puede ó no ser con siderado, de la siguiente relación:

$$R^2 = \sum_i [(x - x_k)^2 + (y - y_k)^2]^2$$

donde R^2 es la suma de las distancias entre el centro y los diferentes puntos,

donde para cada punto:

$$R_k^2 = (x - x_k)^2 + (y - y_k)^2$$

donde R_k^2 es la distancia al cuadrado del centro a la intersección k, entonces si:

$$R_k < 2R$$

es um punto "bueno" de lo contrario se descarta, (bloque II. 13) formando así un ciclo iterativo.

Calculado entonces el punto de intersección de los ejes focales, las ecuaciones de las curvas son trasladadas al centro del patrón, es decir la ecuación:

$$S(x,y) = E_1 x^2 + E_2 y^2 + E_3 xy + E_4 x + E_5 y + 1 = 0$$

se transforma en

$$S'(x,y) = C_1 x^2 + C_2 y^2 + C_3 xy + C_4 x + C_5 y + C_6 = 0$$

como se vió en el Capítulo I, (bloque II-14).

CONSTANTE DE KOSSEL.

Para poder emplear el Método de Kossel, primero es preciso determinar la constante k , que afecta a las ecuaciones de Kossel.

Si la curva S'(x,y) representa la familia de conos matemáticos con vértice en el eje z, el cono físico (cono de Kossel) debe de satisfacer las ecuaciones I-10 en el Capítulo I, ó sea que debe de existir una k tal que: II-26

$$\text{a) } X-\cos^2\gamma_1 = kC_1 \qquad \text{d) } -\cos\gamma_1\cos\gamma_3 t = kC_4$$

$$\text{b) } X-\cos^2\gamma_2 = kC_2 \qquad \text{e) } -\cos\gamma_2\cos\gamma_3 t = kC_5$$

$$\text{c) } -\cos\gamma_1\cos\gamma_2 = kC_3 \qquad \text{f) } (X-\cos^2\gamma_3)t^2 = kC_6$$

de donde entonces:

$$\cos^2\gamma_1 = kC_3C_4/C_5 \qquad t = -kC_4/\cos\gamma_1\cos\gamma_3$$

$$\cos\gamma_2 = \cos\gamma_1 C_5/C_4 \qquad X = kC_6/t^2 - \cos^2\gamma_3$$

$$\cos^2\gamma_3 = 1-\cos^2\gamma_1-\cos^2\gamma_2 \qquad \text{II-27}$$

Siendo un requisito que se cumplan las ecuaciones a) y b) de II-26. Ahora sustituyendo II-27 en a) y b) de II-26 se tiene:

i) Sustituyendo en a):

$$K_a = \frac{C_4 C_5 (C_3 C_6 - C_4 C_5)}{C_3 C_4 C_5 (2C_4^2 + C_5^2) - C_3^2 C_6 (C_4^2 + C_5^2) - C_1 C_4^2 C_5^2}$$

ii) Sustituyendo en b):

$$K_b = \frac{C_4 C_5 (C_3 C_6 - C_4 C_5)}{C_3 C_4 C_5 (C_4^2 + C_5^2 2) - C_3^2 C_6 (C_4^2 + C_5^2) - C_2 C_4^2 C_5^2}$$

iii) Sustituyendo en la suma de las ecuaciones a) y b):

$$K_0 = \frac{2 C_4 C_5 (C_3 C_6 - C_4 C_5)}{(C_4^2 + C_5^2)(3C_3 C_4 C_5 - 2C_3^2 C_6) - C_4^2 C_5^2 (C_1 + C_2)}$$

donde $k_a = k_b = k_0$ lo que implica que:

$$\frac{C_4^2 - C_5^2}{C_1 - C_2} = \frac{C_4 C_5}{C_3} \qquad \text{II-28}$$

si se toma la diferencia entre las ecuaciones a) y b) se tiene la misma condición dada en II-28. El hecho de que esta condición se cumpla garantiza que el vértice del cono se encuentra sobre el eje z.

Entonces una vez evaluada la constante K, ésta es multiplicada por la ecuación S'(x,y) dando como resultado -- (bloque II.14):

$$C_1' x^2 + C_2' y^2 + C_3' xy + C_4' x + C_5' y + C_6' = 0$$

$$\text{II-29}$$

donde:

$$C_i' = k\,C_i \qquad i = 1 \ldots 6$$

Debido a las ΔE_i, la constante k tiene una Δ k, por lo que se selecciona el intervalo que contiene el valor - de la k mínima y él de la k máxima y con esta información se procede al cálculo del método de Kossel.

METODO DE KOSSEL"

En este bloque II.15 se calculan los parámetros - (distancia interplanar, los cosenos directores y la distan-- cia entre la película y la muestra) del cristal en estudio.

Dado el sistema de ecuaciones:

$$\begin{array}{ll} X - l_1^2 = C_1' & -l_2 l_3 t = C_5' \\ X - l_2^2 = C_2' & (X - l_3^2)t^2 = C_6' \qquad \text{II-30} \\ -l_1 l_2 = C_3' & l_1^2 + l_2^2 + l_3^2 = 1 \\ -l_1 l_3 t = C_4' & \end{array}$$

donde $l_i = \cos \gamma_i$ $\qquad$ $i = 1..3$ y $X = \lambda^2/4d^2$

se analizan los siguientes casos singulares(bloque II.16):

1) Si $C_3' \neq 0$, $C_4' \neq 0$ y $C_5' \neq 0$, los parámetros se calculan como se indica en las ecuaciones I-11, Capítulo I. Pero sustituyendo C_i por C_i'.

2) Si $C_3' \neq 0$, $C_4' = 0$ y $C_5' = 0$ se tiene con -- esto que $\cos \gamma_3 = 0$ y entonces los parámetros se calculan:

$$X = 1/2\,(C_1' + C_2' + 1) \qquad l_1 = \sqrt{C_1' - X} \qquad \text{II-31}$$

$$t = \sqrt{C_6' / X} \qquad l_2 = \sqrt{1 - l_1^2}$$

3) Si $C_4' \neq 0$, $C_5' = 0$ y $C_3' = 0$ entonces se tie ne que el $\cos \gamma_2 = 0$ en donde:

$$X = C_2' \qquad l_3 = \sqrt{1 - l_1^2} \qquad \text{II-32}$$

$$l_1 = \sqrt{X - C_1'} \qquad t = -C_4' / l_1 l_3$$

4) Si $C_5' \neq 0$, $C_3' = 0$ y $C_4' = 0$ entonces el - $\cos \gamma_1 = 0$ y:

$$\text{II-33} \qquad X = C_1' \qquad l_3 = \sqrt{1 - l_2^2}$$

$$l_2 = \sqrt{X - C_2'} \qquad t = -C_5' / l_2 l_3$$

5) Si $C_3' = 0$, $C_4' = 0$ y $C_5' = 0$ se tiene que los $\cos \gamma_1 = 0$ y $\cos \gamma_2 = 0$ y $\cos \gamma_3 = 1$ entonces:

$$X = C_1' \qquad t = \sqrt{C_6' / X - 1} \qquad \text{II-34}$$

Debido al intervalo de k se obtiene un intervalo para todos y cada uno de los parámetros de Kossel. Finalmente el intervalo de t puede ser minimizado en base a que la fuente de emisión debe ser común a todas las líneas ó sea que:

$$\left[T_{\text{mín}}, T_{\text{máx}}\right]_{\text{efectivo}} = \bigcap_{i=1}^{N_2} \left[t_{\text{mín}}, t_{\text{máx}}\right]_i$$

(el intervalo efectivo es igual a la intersección de los intervalos t_i).

Donde T se toma como:

$$T = \frac{T_{\text{máx}} + T_{\text{mín}}}{2}$$

y

$$\Delta T = \left|\frac{T_{\text{máx}} - T_{\text{mín}}}{2}\right|$$

Con este intervalo se procede a calcular los restantes parámetros de Kossel y sus intervalos minimizados, según las siguientes ecuaciones:

$$l_3 = \frac{T^2 . E_3^2}{E_5^2} + \frac{T^2 . E_3^2}{E_4^2} + 1$$

$$l_2 = T . l_3 . E_3 / E_4$$

$$l_1 = T \cdot l_3 \cdot E_3 / E_5$$

$$X = E_1 \cdot l_2^2 - E_2 \, l_1^2 / E_1 - E_2$$

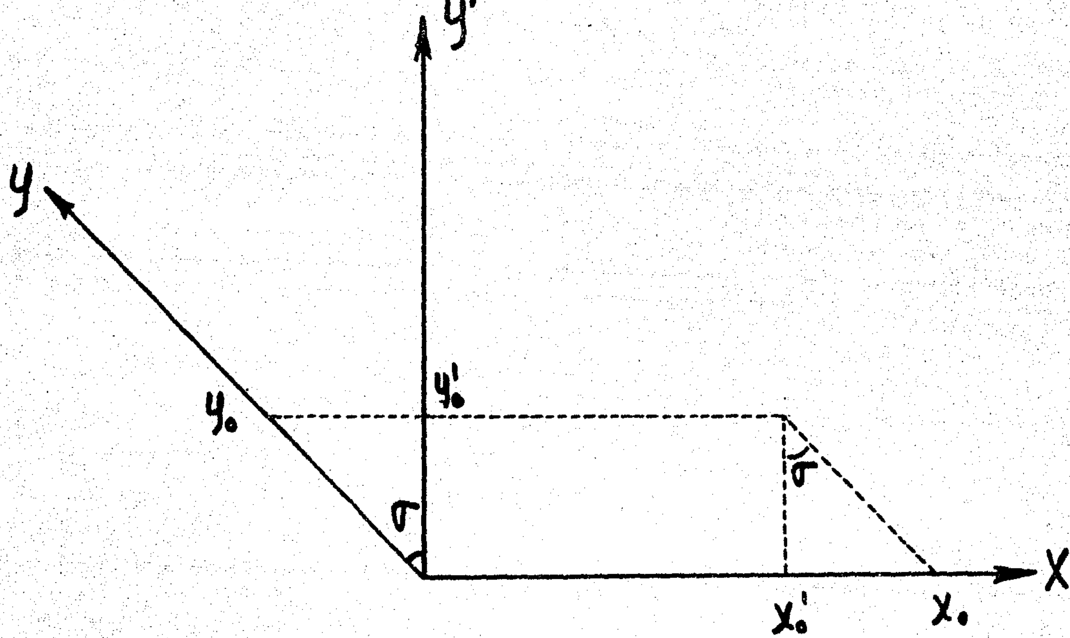
Finalmente en el bloque II.17, se calculan los án gulos interplanares de las líneas, $N_2 - M_1$.

	COEFICIENTES					
	E1	E2	E3	E4	E5	E6
ECUACION TEORICA	-1.2500000000	-2.000000000	2.000000000	0.000000000	0.00000000	1
INVERSION DE MATRICES	-1.2500023969	-1.999880746	1.999880746	4.96120262E-5	2.6716407E-12	1
SUSTITUCION DIRECTA	-1.2500023969	-1.999880746	1.999880746	4.96120269E-5	2.4760603E-12	1
COFACTORES	-1.2500023969	-1.999880746	1.999880746	4.96120267E-5	2.3682960E-12	1

	INVERSION DE MATRICES	SUSTITUCION DIRECTA	COFACTORES
DESVIACION	2.57522685E-5	2.57522683E-5	2.57522689E-5

TABLA II-3 Resultados obtenidos por los diferentes métodos de solución del sistema para la ecuación :

$$-1.25x^2 - 2y^2 + 2xy + 1 = 0$$



$$x'_0 = x_0 - y_0 \,\mathrm{sen}\, \sigma$$

$$y'_0 = y_0 \cos \sigma$$

Fig. II-1.- Determinación de las coordenadas de los puntos a partir de las coordenadas en el MOV y el ángulo σ .

```
2 REM BLOQUE DE DECLARACION [illegible]TOS
3 DIM C(150,2), A(5,5), A1(5,5), B(5,5), B1(5,5)
4 DIM D(5,1), D1(5.1), F(5), E(5,1), E1(5.1)
5 DIM Z(10,5), Z1(10,5), Z2(10,3)
```

BLOQUE II.0 Declaración de las diferentes matrices a utilizar durante la ejecución del programa.

```
30 REM ORGANIZACION DEL CICLO DEL PROGRAMA
35 REM N2 ES EL NUMERO DE LINEAS (CAPACIDAD DECLARADA 10)
34 REM M1 ES EL NUMERO DE FIGURAS DEGENERADAS
36 REM H1 ORGANIZA EL CICLO DE LINEAS
38 INPUT N2,NO
39 INPUT V1,V2
40 PRINT " N2= ";N2;"NO=";NO
41 PRINT "SENO= ";V1,"COSENO= ";V2
42 LET M1=0

44 FOR H1=1 TO N2
```

BLOQUE II.1 Organización de los ciclos de lectura de las líneas de Kossel.

```
62 LET N1=4*INT((N-1)/4+1)
64 FOR K=1 TO N1 STEP 4
66 LET U=K+1
68 LET V=K+2
70 LET W=K+3
72 INPUT C(K,1),C(K,2),C(U,1),C(U,2),C(V,1),C(V,2),C(W,1),C(W,2)
74 NEXT K
```

BLOQUE II.1-a Entrada de datos de cada línea y su almacenamiento en la matriz C(I,J).

```
50 REM ENTRADA DE DATOS
52 REM N ES EL NUMERO DE DATOS (CAPACIDAD DECLARADA 150
54 REM C(I,J) ES LA MATRIZ DE DATOS
56 REM N1 ORGANIZA LA LECTURA DE LAS TARJETAS
58 INPUT N
60 PRINT "N=";N
62 LET N1=4*INT((N-1)/4+1)
64 FOR K=1 TO N1 STEP 4
65 INPUT U1,U2,U3,U4,U5,U6,U7,U8
66 LET C(K,1)=U1-U2*V1
67 LET C(K,2)=U2*V2
68 LET C(K+1,1)=U3-U4*V1
69 LET C(K+1,2)=U4*V2
70 LET C(K+2,1)=U5-U6*V1
71 LET C(K+2,2)=U6*V2
72 LET C(K+3,1)=U7-U8*V1
73 LET C(K+3,2)=U8*V2
74 NEXT K
```

BLOQUE II.1-b Entrada de datos de cada línea con corrección por el ángulo θ entre los ejes del MOV, donde:

$V1=\cos(\theta)$, $V2=\sin(\theta)$ y $\nabla=90°-\theta$

```
[illegible]
[illegible]
[illegible]
[illegible]
[illegible]
[illegible]
[illegible]
[illegible]
[illegible] FOR [illegible]
[illegible] LET [illegible]
[illegible] LET [illegible]
[illegible] LET [illegible]
[illegible] LET [illegible]
[illegible] LET [illegible]
[illegible] FOR I=1 TO 3
[illegible] FOR J=1 TO 3
[illegible] LET A(I,J)=A(I,J)+F(I)*F(J)
[illegible] NEXT J
[illegible] LET [illegible]
[illegible] NEXT I
[illegible] NEXT [illegible]
```

FIGURA II.2 Generación del sistema de ecuaciones II-3, por el método de mínimos cuadrados de la función II-1.

```
75 REM METODO DE MINIMOS CUADRADOS
77 REM F(I) ES EL VECTOR GENERADOR
79 REM A(I,J) ES LA MATRIZ DEL SISTEMA
81 REM NO ES LA DIMENSION DEL SISTEMA
83 REM D(I,1) ES EL VECTOR DE TERMINOS INDEPENDIENTES
85 MAT A= ZER
90 MAT D= ZER
95 MAT B=ZER
97 FOR K=1 TO N
99 LET F(1)=C(K,1)*C(K,1)
101 LET F(2)=C(K,2)*C(K,2)
103 LET F(3)=C(K,1)*C(K,2)
105 LET F(4)=C(K,1)
110 LET F(5)=C(K,2)
115 FOR I=1 TO NO
120 FOR J=1 TO NO
125 LET A(I,J)=A(I,J)+F(I)*F(J)
130 NEXT J
135 LET D(I,1)=D(I,1)-F(I)
140 NEXT I
145 NEXT K
```

BLOQUE II.2 Generación del sistema de ecuaciones II-3, por el método de mínimos cuadrados de la función II-1.

```
150 REM METODO DE INVERSION DE MATRICES
152 REM B(I,J) ES LA MATRIZ INVERSA
154 REM E(I,1) ES EL VECTOR SOLUCION
160 MAT B= INV(A)
165 MAT E=B*D
170 PRINT
```

BLOQUE II.3-a Solución del sistema de ecuaciones II-3 por el método de inversión de matrices.

```
200 REM SOLUCION POR SUSTITUCION DIRECTA

202 REM A(I,J) PARA I>=J ES LA MATRIZ TRIANGULAR
203 REM D(I) ES EL VECTOR INDEPENDIENTE TRIANGULADO
204 REM F(I) ES EL VECTOR SOLUCION
205 DIM F(5)
207 FOR K=1 TO NO-1
210 FOR I=1+K TO NO
215 FOR J=K+1 TO NO
220 LET A(I,J)=A(I,J)/A(I,K)-A(K,J)/A(K,K)
225 NEXT J
230 LET D(I)=D(I)/A(I,K)-D(K)/A(K,K)
235 NEXT I
240 NEXT K
245 FOR J=NO TO 1 STEP -1
250 LET S=0
255 IF J=NO THEN 280
260 FOR I=1 TO NO-J
265 LET SO=NO-I+1
270 LET S=S+A(J,SO)*E(SO)
275 NEXT I
280 LET F(J)=(D(J)-S)/A(J,J)
285 NEXT J
290 PRINT "A1=";E(1),"A2=";E(2),"A3=";E(3)
295 PRINT "A4=";E(4),"A5=";E(5),"A6=";1
```

BLOQUE II.3-b Solucion del sistema de ecuaciones II-3 por el método de sustitución directa.

```
145 REM METODO DE COFACTORES
150 FOR L=1 TO 5
155 LET J=L
160 FOR I=L+0 TO 5
165 LET S=0
170 IF 1 GT J-1 THEN 190
175 FOR K=1 TO J-1
180 LET S=S+B(I,K)*B(K,J)
185 NEXT K
190 LET B(I,J)=A(I,J)-S
195 NEXT I
200 LET I=L
205 IF L EQ 5 THEN 250
210 FOR J=L+1 TO 5
215 LET S=0
220 IF 1 GT I-1 THEN 240
225 FOR K=1 TO I-1
230 LET S=S+B(I,K)*B(K,J)
235 NEXT K
240 LET B(I,J)=(A(I,J)-S)/B(I,I)
245 NEXT J
250 LET S=0
255 IF 1 GT L-1 THEN 275
260 FOR K=1 TO L-1
265 LET S=S+B(L,K)*D(K)
270 NEXT K
275 LET D(L)=(D(L)-S)/B(L,L)
280 NEXT L
```

```
285 FOR J=1 TO 5
290 LET I=6-J
295 LET S=0
300 IF 5 LT I+1 THEN 320
305 FOR K=I+1 TO 5
310 LET S=S+B(I,K)*E(K)
315 NEXT K
320 LET E(I) = D(I) -S
325 NEXT J
```

BLOQUE II.3-c Solución del sistema de ecuaciones II-3 por el método de cofactores.

```
21 FOR K=1 TO 28 STEP 4
22 LET X=INT(X0*P+0.5)/P
24 LET C(K.1)=X
26 LET C(K+1,1)=X
28  LET R1=SQR(1-1.5*X)**2-2*X*X+5*X+1)
30 LET Y=1.5*X-1+R1
32 LET C(K,2)=INT(Y*P+0.5)/P+(INT(9*RND(L)+1)-5)/(10*P)
34 LET Y=1.5*X-1-R1
36 LETC(K+1,2)=INT(Y*P+0.5)/P+(INT(9*RND(L)+1)-5)/(10*P)
38 LET X=INT(X1*P+0.5)/P
40 LET C(K+2,1)=X
42 LET C(K+3,1)=X
44 LET R1=SQR((1-1.5*X)**2-2*X*X+5*X+1)
46 LET Y=1.5*X-1+R1
48 LET C(K+2,2)=INT(Y*P+0.5)/P+INT(9*RND(L)+1)-5)/(10*P)
50 LET Y=1.5*X-1-R1
52 LET C(K+3,2)=INT(Y*P+0.5)/P+(INT(9*RND(L)+1)-5)/(10*P)
54 LET X0=X0-G0
56 LET X1=X1+G0
70 NEXT K
```

BLOQUE II.4 Generación de datos teoricos con una cifra al azar en la "P" posición para simular errores experimentales en la lectura de datos.

```
200 REM CALCULO DE ERRORES
202 REM S1 ES EL ERROR RMS EN Y
205  LET S=0
210 FOR I=1 TO N
215 LET X= C(I,1)
220 LET Y=C(I,2)
225 LET R=E(1,1)*X**2+E(2,1)*Y**2+E(3,1)*X*Y
230 LET R=(R+E(4,1)*X+E(5,1)*Y+1)**2
235  LET S=S+R/((2*E(2,1)*Y+E(3,1)*X+E(5,1))**2)
240 NEXT I
245 LET S1=SQR(S/N)
250 PRINT "S1= "; S1
255 PRINT
```

BLOQUE II.5 Determinación del valor Σy^2 a partir de la ecuación II-11.

```
280 REM METODO DE ITERACION
282 REM M ES EL NUMERO DE DATOS DESCARTADOS
284 LET M=0
290 FOR I=1 TO N
295 LET K=I-M
300 LET X=C(K,1)
305 LET Y=C(K,2)
310 LET R=E(1,1)*X*X+E(2,1)*Y*Y+E(3,1)*X*Y+E(4,1)*X+E(5,1)*Y+1
315 LET R=(R/(2*E(2,1)*Y+E(3,1)*X+E(5,1)))**2
320 IF R LT 4*S1*S1 THEN 360
325 PRINT "O";
330 LET M=M+1
335 FOR J=K TO N-M
340 LET C(J,1)=C(J+1,1)
345 LET C(J,2)=C(J+1,2)
350 NEXT J
355 GOTO 365
360 PRINT "+";
365 NEXT I
370 PRINT
375 IF M EQ 0 THEN  400
380 LET N=N-M
385 IF N GT 6 THEN 75
390 PRINT " NO TENGO SUFICIENTES DATOS PARA SEGUIR ITERANDO "
395 GOTO 403
400 PRINT " ESTOY EN LOS LIMITES DE PRECISION "
```

BLOQUE II.6 Método de iteración para los puntos de las curvas en base a la condición II-14.

```
403 IF S1 LT 0.01  THEN 415
406 LET M1=M1+1
409 PRINT " PRESICION INSUFICIENTE EN LA FIGURA ";H1
411 GOTO 660
```

BLOQUE II.6-a Bloque comparativo de la desviación RMS calculada para cada línea con una precisión fijada de antemano (0.01), que garantiza la precisión de tres cifras significativas en los coeficientes de la ecuación II-1.

```
560 REM SOLUCION DEL SISTEMA DERIVADO
562 REM E1(I,1) ES LA MATRIZ DE ERRORES EN LOS COEFICIENTES
570 MAT E1=B*D
575 PRINT
```

BLOQUE II.7 Cálculo de errores en los coeficientes E_i.

```
10 REM CALCULO DE COEFICIENTES DE LA MATRIZ DERIVADA
12 REM B1(I,J) ES LA MATRIZ DE COEFICIENTES
14 FOR I=1 TO 5
16 READ B1(I,1)
18 LET B1(I,2)=B1(I,1)+2
20 LET B1(I,3)=B1(I,1)+1
22 LET B1(I,4)=B1(I,1)
24 LET B1(I,5)=B1(I,1)+1
26 NEXT I
28 DATA 0, 2, 1, 0, 1
```

BLOQUE II.8 Generación de los coeficientes de la matriz derivada A1(I,J).

```
415 REM CALCULO DE MATRICES DERIVADAS
417 REM A1(I,J) ES LA MATRIZ A(I,J) DERIVADA
419 REM D1(I,1) ES LA MATRIZ D(I,1) DERIVADA

425 MAT A1=ZER
430 MAT D1=ZER
435 FOR K=1 TO N
440 LET X=C(K,1)
445 LET Y=C(K,2)
450 LET F(1)=X*X
455 LET F(2)=Y*Y
460 LET F(3)=X*Y
465 LET F(4)=X
470 LET F(5)=Y
475 FOR I=1 TO NO
480 FOR J=1 TO NO
485 LET A1(I,J)=A1(I,J)+B1(I,J)*F(I)*F(J)/ABS(Y)
490 NEXT J
500 LET D1(I,1)=D1(I,1)-B1(I,1)*F(I)/ABS(Y)
503 NEXT I
505 NEXT K
```

BLOQUE II.9 Cálculo de la matriz derivada A1(I,J) a partir de la ecuación II-15.

```
510 REM CALCULO DE L NUEVO SISTEMA
515 FOR I=1 TO NO
520 LET S=0
525 FOR J=1 TO NO
535 LET S=S+A1(I,J)*E(J,1)
540 NEXT J
545 LET D(I,1)=(D1(I,1)-S)*S1
550 NEXT I
```

BLOQUE II.10 Generación del nuevo sistema II-20 para la determinación de los errores en los coeficientes E_i.

```
580 REM SALIDA DE RESULTADOS
585 PRINT " LOS DATOS OPTIMOS SON : "
590 FOR I=1 TO N
595 PRINT I, C(I,1), C(I,2)
600 NEXT I
605 PRINT
610 FOR J=3 TO 5
612 LET E(J,1)=E(J,1)/2
613 LET E1(J,1)=E1(J,1)/2
614 NEXT J
616 PRINT "EL ERROR MINIMO ES DE: ";S1
618 PRINT
620 FOR I=1 TO NO
622 PRINT "EL COEFICIENTE E (";I;") =";E(I,1);" CON UN ERROR DE : ";
623 PRINT ABS(E1(I,1))
624 NEXT I
```

BLOQUE II.11-a Salida de los datos óptimos, el error $|\delta y|$,

los coeficientes E_i y sus errores $|\delta E_i|$.

```
2000 FOR I=1 TO N2-M1
2003 PRINT " LA ECUACION PARA EL EJE FOCAL DE LA FIGURA ";I
2005 PRINT "ES:(";Z2(I,1);")X + (";Z2(I,2);")Y + (";Z2(I,3);") = 0"
2022 PRINT
2023 NEXT I
2025 PRINT " LOS COEFICIENTES DE LAS FIGURAS A USAR SON : "
2030 MAT PRINT Z
2035 PRINT "CON LOS CORRESPONDIENTES ERRORES:"
2040 MAT PRINT Z1
2045 LET N3=N2-M1
```

BLOQUE II.11-b Impresión del listado de los coeficientes de las figuras, errores y sus ejes focales a manera de compilación.

```
1000 REM METODO DE CLASIFICACION Y CANONIZACION
1010 LET E6=1
1012 LET M2=H1-M1
1014 FOR J=1 TO 5
```

```
1016 LET Z(H2,J)=E(J,1)
1017 LET Z1(H2,J)=F1(J,1)
1018 NEXT J
1020 LET R=0
1025 PRINT
1030 PRINT"ANALISIS: TIPO DE CANONICA"
1040 PRINT "A*X**2 + B*Y**2 + 2*C*X*Y + 2*D*X + 2*E*Y + 1 = 0"
1045 PRINT " DONDE LOS COEFICIENTES A,B,C,D,E SON RESPECTIVAMENTE : "
1050 MAT PRINT E
1060 LET G1=E(1,1)*E(2,1)
1065 LET G2=E(3,1)**2
1070 LET G= G1-G2
1075 PRINT " G= ";G
1077 IF G2 EQ 0 THEN    1084
1080 IF ABS(1-G1/G2) LE G1/G2*(E-5) THEN 1515
1082 GO TO 1090
1084 IF G1 EQ 0 THEN 1515
1090 IF G LT 0 THEN 1120
1100 PRINT "LA CURVA ES DE TIPO ELIPTICA"
1105 PRINT
1110 GO TO 1130
1120 PRINT "LA CURVA ES DE TIPO HIPERBOLICA"
1125 PRINT
1130 PRINT"TRASLADANDO EL SISTEMA DE CORDENADAS AL CENTRO DE SIMETRIA '
1140 LET XO=(E(3,1)*E(5,1)-E(4,1)*E(2,1))/G
1150 LET YO=(E(3,1)*E(4,1)-E(1,1)*E(5,1))/G
1160 PRINT "XO=";XO,"YO=";YO
1165 PRINT
1170 LET E6=1+E(4,1)*XO+E(5,1)*YO
1310 LET E(4,1)=0
1315 LET E(5,1)=0
```

```
1317 PRINT " LA ECUACION SE REDUCE A : "
1320 PRINT E(1,1);"X**2+2(";E(3,1);")*X*Y+(";E(2,1);")*Y**2+(";E6;")=0"
1323 PRINT
1325 IF E(3,1) EQ 0 THEN 1350
1330 LET R=(E(2,1)-E(1,1))
1333 LET R=(R+SQR(R**2+4*E(3,1)**2))/(2*E(3,1))
1335 LET R1=(E(1,1)+2*E(3,1)*R+E(2,1)*R**2)/(1+R**2)
1340 LET R2=(E(1,1)*R**2-2*E(3,1)*R+E(2,1))/(1+R**2)
1345 LET E(1,1)=R1
1350 LET E(2,1)=R2
1355 LET E(3,1)=0
1357 PRINT " HACIENDO ROTAR EL SISTEMA DE COORDENADAS OBTENEMOS : "
1360 PRINT E(1,1);"X**2+(";E(2,1);")*Y**2+(";E6;")=0"
1363 PRINT
1365 IF E(1,1)*E(2,1) GT 0 THEN 1465
1370 IF E(1,1)*E(2,1) LT 0 THEN 1385
1375 PRINT "LA SOLUCION SON DOS PUNTOS"
1377 LET M1=M1+1
1380 RETURN
1385 IF E(1,1) GT 0 THEN 1405
1390 LET E(1,1)=-E(1,1)
1395 LET E(2,1)=-E(2,1)
1400 LET E6=-E6
1405 IF E6 LT 0 THEN 1425
1410 IF E6 GT 0 THEN 1445
1415 PRINT "LA SOLUCION SON DOS RECTAS"
1417 LET M1=M1+1
1420 RETURN
1425 PRINT "LA SOLUCION ES UNA HIPERBOLA PARALELA A OX"
1430 PRINT "X**2/A**2 - Y**2/B**2 = 1 DONDE"
1432 LET E7=-E6/E(1,1)
```

```
1434 LET E8=E6/E(2,1)
1436 PRINT "A**2=";E7," B**2=";E8
1438 RETURN
1445 PRINT "LA SOLUCION ES UNA HIPERBOLA PARALELA A OY"
1450 PRINT "Y**2/B**2 - X**2/A**2 = 1 DONDE"
1452 LET E7=E6/E(1,1)
1454 LET E8=-E6/E(2,1)
1455  PRINT "A**2=";E7,"B**2=";E8
1456 LET R=-1/R
1458 RETURN
1465 IF E(1,1)*E6 LT 0 THEN 1495
1470 IF E6 EQ 0 THEN 1485
1475 PRINT " LA SOLUCION ES UNA ELIPSE IMAGINARIA "
1477 LET M1=M1+1
1480 RETURN
1485 PRINT " LA SOLUCION ES UN PUNTO "
1487 LET M1=M1+1
1490 RETURN
1495 PRINT " LA SOLUCION ES UNA ELIPSE "
1496 LET E7=-E6/E(1,1)
1498 LET E8=-E6/E(2,1)
1500 PRINT "X**2/A**2 + Y**2/B**2 = 1  DONDE"
1502  PRINT "A**2=";E7,"B**2=";E8
1504 IF E7 >= E8 THEN 1508
1506 LET R=-1/R
1508 RETURN
1515 PRINT " LA CURVA ES DE TIPO PARABOLICO "
1520 IF E(3,1) EQ 0 THEN 1620
1525 LET R=E(2,1)-E(1,1)
1527 LET R=(R+SQR(R**2+4*E(3,1)**2))/(2*E(3,1))
1530 LET R1=(E(1,1)+2*E(3,1)*R+E(2,1)*R**2)/(1+R**2)
```

```
1535 LET R2=(E(1,1)*R**2-2*E(3,1)*R+E(2,1))/(1+R**2)
1540 LET R3=(E(4,1)+E(5,1)*R)/SQR(1+R**2)
1545 LET R4=(E(5,1)-E(4,1)*R)/SQR(1+R**2)
1550 LET E6=1-E(4,1)**2/E(1,1)-E(5,1)**2/E(2,1)
1555 LET E(1,1)=R1
1560 LET E(2,1)=R2
1565 LET E(3,1)=0
1570 LET E(4,1)=R3
1575 LET E(5,1)=R4
1577 PRINT " HACIENDO ROTAR EL SISTEMA DE COORDENADAS OBTENEMOS : "
1578 MAT PRINT E



1580 IF E(1,1)*E(2,1) EQ 0 THEN 1620
1585 PRINT " DATOS DUDOSOS"
1590 LET X0=-E(4,1)/E(1,1)
1595 LET Y0=-E(5,1)/E(2,1)
1600 LET E(4,1)=0
1605 LET E(5,1)=0
1607 LET E6=E6-(E(1,1)*X0*X0+E(2,1)*Y0*Y0)
1610 PRINT "X0=";X0,"Y0=";Y0
1615 GO TO 1360
1620 IF E(2,1) EQ 0 THEN 1660
1625 IF E(4,1) EQ 0 THEN 1775
1627 PRINT " LA SOLUCION ES UNA PARABOLA PARALELA A OX"
1630 PRINT " X = A*Y**2 + B*Y + C  DONDE "
1635 LET A=-E(2,1)/(2*E(4,1))
1640 LET B=-E(5,1)/E(4,1)
1645 LET C=-E6/(2*E(4,1))
1646 LET X1=C - B*B/(4*A)
1647 LET Y1=-B/(2*A)
```

```
1646 LET X0=(X1-Y1*R)/SQR(1+R*R)
1649 LET Y0=(X1*R+Y1)/SQR(1+R*R)
1650 PRINT "A=";A,"B=";B,"C=";C
1653 PRINT " Y VERTICE EN :(";X0;",";Y0;")"
1655 RETURN
1660 IF E(1,1) EQ 0 THEN 1745
1665 IF E(5,1) EQ 0 THEN 1705
1670 PRINT " LA SOLUCION ES UNA PARABOLA PARALELA A OY"
1675 PRINT "Y = A*X**2 + B*X + C  DONDE  "
1680 LET A=-E(1,1)/E(5,1)/2
1685 LET B=-E(4,1)/E(5,1)
1690 LET C=-E6/(2*E(5,1))
1692 LET X1=-B/(2*A)
1694 LET Y1=C - B*B/(4*A)
1697 LET X0=(X1-Y1*R)/SQR(1+R*R)
1698 LET Y0=(X1*R+Y1)/SQR(1+R*R)
1699 LET R=-1/R
1700 PRINT "A=";A,"B=";B,"C=";C
1701 PRINT " Y VERTICE EN :(";X0;",";Y0;")"
1703 RETURN
1705 IF E(4,1)**2-E(1,1) GT 0 THEN 1736
1710 IF E(4,1)**2-E(1,1) LT 0 THEN 1725
1714 PRINT "UNA SOLA FIGURA"
1717 LET H1=H1+1
1720 RETURN
1725 PRINT " DOS FIGURAS IMAGINARIAS DE PRIMER ORDEN "
1727 LET H1=H1+1
1730 RETURN
1736 PRINT " DOS FIGURAS REALES DE PRIMER ORDEN "
1737 LET H1=H1+1
1740 RETURN
```

```
1745 IF E(4,1) NE 0 THEN 1755
1747 IF E(5,1) EQ 0 THEN 1751
1748 PRINT " UN PUNTO "
1749 LET M1=M1+1
1750 RETURN
1751 PRINT " EXISTE CONTRADICCION "
1752 LET M1=M1+1
1753 RETURN
1755 IF E(5,1) EQ 0 THEN 1760
1757 PRINT " UNA RECTA "
1758 LET M1=M1+1
1759 RETURN
1760 PRINT "UN PUNTO"
1763 LET M1=M1+1
1765 RETURN
1775 IF E(5,1)*E(5,1)-E(2,1)*E6 GT 0 THEN 1736
1780 IF E(5,1)*E(5,1)-E(2,1)*E6 LT 0 THEN 1725
1785 GO TO 1714
1800 LET M1=M1+1
1805 RETURN
```

BLOQUE II.12 Método de canonización y clasificación de los paytrones de Kossel para la determinación de las ecuaciones de los ejes focales.

```
635 REM BLOQUE DE ALMACENAMIENTO
640 REM Z2(I,J) ES LA MATRIZ DE COEFICIENTES DE LOS EJES FOCALES
645 LET Z2(M2,1)=R
650 LET Z2(M2,2)=-1
655 LET Z2(M2,3)=Y0-R*X0
```

BLOQUE II.12-a Almacenamiento de las ecuaciones de los ejes focales para el cálculo de sus intersecciones.

```
2050 REM METODO DE INTERSECCIONES

2053 LET N=0
2055 LET X8=1E+10
2057 LET X9= -1E+10
2059 LET Y8=1E+10
2061 LET Y9= -1E+10
2063 PRINT
2065 PRINT
2067 FOR I=1 TO N3 - 1
2070 FOR J=I+1 TO N3
2071 LET R=(Z2(I,1)-Z2(J,1)) /(1-Z2(I,1)*Z2(J,1))
2072 IF ABS(R) LT 0.1 THEN 2165
2073 LET N=N+1
2075 LET G=Z2(I,1)*Z2(J,2) - Z2(J,1)*Z2(I,2)
2080 IF G EQ 0 THEN 2165
2090 LET X1=(Z2(I,2)*Z2(J,3)-Z2(I,3)*Z2(J,2))/G
2095 LET C(N,1)=X1
2100 LET Y1=(Z2(I,3)*Z2(J,1)-Z2(I,1)*Z2(J,3))/G
2105 LET C(N,2)=Y1
2110 PRINT "LA INTERSECCION ENTRE LA CANONICA";I;"Y LA CANONICA";J
2120 PRINT " ES (";X1;",";Y1;")"
2122 PRINT
2125 IF X1 GT X8 THEN 2135
2130 LET X8 = X1
2135 IF X1 LT X9 THEN 2145
2140  LET X9 = X1
2145 IF Y1 GT Y8 THEN 2155
2150 LET Y8 = Y1
2155 IF Y1 LT Y9 THEN 2165
2160 LET Y9 = Y1
2165 NEXT J
2170 NEXT I
```

```
2175 PRINT " EL PARALELOGRAMO DE MENOR DIMENSION ES : "
2180 PRINT "A(X1,Y1),B(X1,Y2),C(X2,Y2),D(X2,Y1) DONDE "
2185 PRINT " X1= ";X8, "X2= ";X9
2190 PRINT " Y1= ";Y8, "Y2= ";Y9
2195 LET X0=(X9-X8)/2 + X8
2200 LET Y0=(Y9-Y8)/2 + Y8
2205 PRINT " CON CENTRO EN : (";X0;",";Y0;")"


2210 LET H2= SQR((X9-X0)**2 + (Y9-Y0)**2)
2215 PRINT " CON UN RADIO DE CONFUSION IGUAL A ";H2
2217 PRINT
```

BLOQUE II.13-a Cálculo de las interseccióńes entre los diferentes pares de ejes focales, según el sistema II-25.a y del paralelogramo que circunscribe a todos los puntos.

```
2220 REM CALCULO DEL CENTRO DEL PATRON COMO CENTRO DE MASA
2225 LET X1=0
2230 LET Y1=0
2235 FOR I=1 TO N
2240 LET X1=X1+C(I,1)/N
2245 LET Y1=Y1+C(I,2)/N
2250 NEXT I
```

BLOQUE II.13-b Cálculo del.centro del patrón a partir de los puntos de intersección, como el centro de masa.

```
2253 REM CALCULO DE ERRORES E ITERACION
2255 LET S=0
2260 LET M=0
2265 FOR K=1 TO N
2270 LET I=K-M
2275 LET S=S+((X1-C(I,1))**2 + (Y1-C(I,2))**2)/N
2280 NEXT K
2285 FOR I=1 TO N
2290 LET S1=(X1-C(I,1))**2 + (Y1-C(I,2))**2
2295 IF S1 LT 4*S THEN 2325
2300 LET M=M+1
2305 FOR J=1 TO N

2310 LET C(J,1)=C(J+1,1)
2315 LET C(J,2)=C(J+1,2)
2320 NEXT J
2325 NEXT I
2330 IF M EQ 0 THEN 2345
2335 LET N=N-M
2340 IF N GE 3 THEN 2225
2345 PRINT " EL CENTRO DEL PATRON "
2350 PRINT " ESTA EN : (";X1;",";Y1;")"
2355 PRINT "CON UNA DESVIACION PROMEDIO DE : ";SQR(S)
```

BLOQUE II.13-c Cálculo de los errores e iteración de los puntos de intersección de los ejes focales en función del centro de masa.

```
2430 REM TRASILACION AL CENTRO DEL PATRON
2433 PRINT
2435 LET X=X1
2440 LET Y=Y1
2445 FOR H1=1 TO N3
2447 PRINT "ANALISIS DE LA FIGURA ";H1
2450 FOR I=1 TO 5
2455 LET E(I,1)=Z(H1,I)
2460 NEXT I
2465 LET E6=1+E(1,1)*X*X+E(2,1)*Y*Y+2*E(3,1)*X*Y
2467 LET E6=E6+2*E(4,1)*X+2*E(5,1)*Y
2470 LET E(5,1)=E(5,1)+E(2,1)*Y+E(3,1)*X
2475 LET E(4,1)=E(4,1)+E(1,1)*X+E(3,1)*Y
2480 PRINT "TRASLADANDO EL SISTEMA DE COORDENADAS AL CENTRO"
2485 PRINT "OBTENEMOS LA ECUACION :"
2490 PRINT " A*X*X + B*Y*Y + 2C*X*Y + 2D*X + 2E*Y + F = 0   DONDE "
2495 PRINT "A=";E(1,1),"B=";E(2,1),"C=";E(3,1)
2500 PRINT "D=";E(4,1),"E=";E(5,1),"F=";E6
```

BLOQUE II.14 Cálculo de la ecuación I-8 a partir de la ecuación I-7 y el centro de masa (Xo,Y0).

```
2503 REM CALCULO DE LA CONSTANTE DE KOSSEL
2505 LET E1=E(1,1)
2510 LET E2=E(2,1)
2515 LET E3=E(3,1)
2520 LET E4=E(4,1)
2525 LET E5=E(5,1)
2530 LET K1=E4*E5*(E3*E6-E4*E5)
2535 LET K2=K1
2540 LET K0=2*K1
2545 LET K3=E3**2*E6*(E4**2+E5**2)
2550 LET K1=K1/(E3*E4*E5*(E5**2+2*E4**2)-K3-E1*(E4*E5)**2)
2555 LET K2=K2/(E3*E4*E5*(E4**2+2*E5**2)-K3-E2*(E4*E5)**2)
2560 LET K3=(3*E3*E4*E5-2*E3**2*E6)*(E4**2+E5**2)
2565 LET K0=K0/(K3-(E1+E2)*(E4*E5)**2)
2570 PRINT "LOS FACTORES DE KOSSEL SON: "
2575 PRINT "K0= ";K0,"K1= ";K1,"K2= ";K2
2580 LET K3=(K0+K1+K2)/3
2630 FOR I=1 TO N0
2635 LET E(I,1)=K3*E(I,1)
2640 NEXT I
2645 LET E6=K3*E6
2650 PRINT "USANDO LA MENOR K= ";K3,"TENEMOS : "
2655 PRINT "A= ";E(1,1),"B= ";E(2,1),"C= ";E(3,1)
2660 PRINT "D= ";E(4,1),"E= ";E(5,1),"F= ";E6
```

BLOQUE II.15 Cálculo de la ecuación I-8 a partir de la constante de Kossel (K) que implica la satisfacción del sistema II-26.

```
2665 REM METODO DE KOSSEL
2670 IF E(3,1) EQ 0 THEN 2765
2675 IF E(4,1) EQ 0 THEN 2895
2680 LET L1=-E(3,1)*E(4,1)/E(5,1)
2685 IF L1 GT 0 THEN 2715
2690 FOR I= 1 TO N0
2695 LET E(I,1)=-E(I,1)
2700 NEXT I
2705 LET E6=-E6
```

```
2710 GOTO 2560
2715 LET L1=SQR(L1)
2720 LET L2=L1*E(5,1)/E(4,1)
2722 LET L3=1-L1*L1-L2*L2
2724 IF L3 LT 0 THEN 2985
2725 LET L3=SQR(L3)
2730 LET T=-E(4,1)/(L1*L3)
2735 IF T GT 0 THEN 2750
2740 LET L3=-L3
2745 LET T=-T
2750 LET L0=E6/T**2+L3*L3
2760 GOTO 2920
2765 IF E(4,1) EQ 0 THEN 2815
2770 LET L2=0
2775 LET L0=E(2,1)
2780 LET L1=SQR(L0-E(1,1))
2785 LET L3=SQR(1-L1*L1)
2790 LET T=-E(4,1)/(L1*L3)
2795 IF T GT 0 THEN 2810
2800 LET L3=-L3
2805 LET T=-T
2810 GOTO 2920
2815 IF E(5,1) EQ 0 THEN 2865
2820 LET L1=0
2825 LET L0=E(1,1)
2830 LET L2=SQR(L0-E(2,1))
2835 LET L3=SQR(1-L2*L2)
2840 LET T=-E(5,1)/(L2*L3)
2845 IF T GT 0 THEN 2860
2850 LET L3=-L3
2855 LET T=-T
```

```
2860 GOTO 2920
2865 LET L1=0
2870 LET L2=0
2875 LET L3=1
2880 LET L0=E(1,1)
2885 LET T=SQR(E5/(L0-1))
2890 GOTO 2920
2895 LET L3=0
2900 LET L0=(E(1,1)+E(2,1)+1)/2
2905 LET T=SQR(E6/L0)
2910 LET L1=SQR(E(1,1)-L0)
2915 LET L2=SQR(1-L1*L1)
2920 PRINT
2925 PRINT "OBTENIENDOSE ASI LOS COSENOS DIRECTORES :"
2930 PRINT "L1= ";L1,"L2= ";L2,"L3= ";L3
2935 PRINT
2937 IF L0 LT 0 THEN 2950
2940 LET L0=SQR(L0)
2945 PRINT "LA RAZON LAMBDA SOBRE DOS D ES :"
2950 PRINT "X= ";L0
2955 PRINT
2960 PRINT "Y LA DISTANCIA ENTRE LA MUESTRA Y LA PELICULA = ";T
2965 PRINT
2970 LET Z3(H1,1)=L1
2975 LET Z3(H1,2)=L2
2980 LET Z3(H1,3)=L3
2985 NEXT H1
2990 PRINT
```

BLOQUE II.16 Cálculo de los parámetros de la red cristalina (cosenos directores y espaciado interplanar), así como la distancia T entre la película y el centro de emisión.

```
2995 REM CALCULO DE ANGULOS INTERPLANARES
3000 PRINT " FIGURA             FIGURA            ANGULO"
3005 FOR I=1 TO N3-1
3010 FOR J=I+1 TO N3
3015 LET K0=Z3(I,1)*Z3(J,1)+Z3(I,2)*Z3(J,2)+Z3(I,3)*Z3(J,3)
3020 PRINT I, J, K0
3025 NEXT J
3030 NEXT I
3035 PRINT
3040 PRINT "HA TERMINADO LA EJECUCION DEL PROGRAMA DE KOSSEL"
```

BLOQUE II.17 Determinación de los ángulos interplanares para las diferentes líneas del patrón de Kossel.

CAPITULO III.

DESCRIPCION DEL EXPERIMENTO.

Para la aplicación de la técnica de Kossel, fué - necesario diseñar y construir unaplatina portadora de pelícu la especial para rayos X, que pudiera ser introducida en el - S-600. Debido a la geometria de la cámara de muestras, prime ro se optó por emplear una de las entradas laterales, lo cual obliga a que la película entre aproximadamente a dos centíme tr s abajo de su posición de trabajo, además de tener que re ducir mucho el tamño de la película, con el fin de dar lugar al mecanismo que la coloca en la posición adecuada para ser- expuesta, Fig.III.1-a. Esto condujo al empleo de otra platina que eliminara los inconvenientes anteriores*, la cual se in- troduce por la entrada principal de la cámara de muestras, - Fig. III.1-b y c.

---

* Dicha platina fué proporcionada por el Dr. D. Dingley en su visita a México en Feb-Mar. de 1974 y tuvo que ser adaptada a la geometria de la cámara de muestras del S-600.

Con este sistema es posible colocar una placa fotográfica de cinco centímetros de diámetro por debajo de la tercera lente (dicha posición es la óptima de su trabajo), con un pequeño orificio que permite el paso de los electrones y una placa protectora, cuyo objetivo, es el de no exponer a la película hasta el momento requerido. Además este mecanismo permite el empleo de la técnica conocida como de doble exposición.

Por otro lado, la platina así diseñada, permite el empleo de porta-películas, que contienen a la película y filtros metálicos, los últimos son usados con el objeto de que absroban parte de la radiación blanca, Fig. III-2.

Debido a la variedad limitada de películas para rayos X en México, no fué posible utilizar la película Kodak Industrex D (empleada por el Dr. Dingley, para trabajos de Kossel). Por lo tanto se buscó la que más se le pareciera, en sensibilidad y tamaño de grano. Kodak Mexicana proporcionó para este fin, película Medical X-Ray Film for Mammography en hojas de 20.3 x 25.4 cm. y Kodak Industress AA de grano fino, en tiras de 9 x 4.3 cm. (con superficies sensibles en ambos lados). La primera resultó ser altamente sensible al filtro Kodak Wratten OA (ambar claro) que se debía de uti lizar para la preparación de la película en discos de cinco-centímetros de diámetro, con un orificio de aproximadamente - tres milímetros, para permitir el paso de los electrones y - para su manipulación al ser montadas en el porta-película y- en su introducción al MEB. El uso de un filtro más oscuro, ó de color verde no hubiera resuelto el problema por completo, pués en la manipulación final, al introducirla al MEB, el pa nel de éste permanece encendido a media intensidad, lo que - velaría parcialmente la película. Esto limitó al empleo de - un solo tipo de película, la Kodak Industress AA con la que- hubo de determinarse los parámetros de procesamiento óptimos para el trabajo a realizar.

Ya que no es posible obtenr un alto contraste entre los patrones de Kossel y el fondo, es preciso utilizar - reveladores de muy alto contraste, con este fin se utilizó - el revelador D-11 de Kodak, cuyas características aparecen - en la gráfica III.1-a y b. De dicha gráfica se puede observar que el tiempo de revelado para obtener la saturación del negativo es de 6 min. (a 20° C), sin embargo en la práctica se obtuvo que elcontraste era máximo, si se revelaba solamente- 4 min., debido a que la intensidad de exposición (determinada experimentalmente) esta cercana a la parte superior de la región lineal y el tiempo de procesado se vuelve crítico en - esta zona de trabajo(para no afectar al contraste), gráfica-III.2, por otro lado se tiene un margen de seguridad en cuanto a la temperatura se refiere.

La acción rápida del revelador D-11, implica el empleo de un fijador también rápido ó de un baño detenedor, por lo que se utilizó el fijador ácido de Kodak por un período de 1.5 a 2 minutos.

Antes de la observación microscópica de una muestra metálica, la superficie de ésta debe estar adecuadamente preparada, para ésto las muestras deben pasar dos etapas. Siendo la primera un ataque térmico y la segunda un ataque químico, asegurándose con ésto la cristalinización y la mejor - detección de los granos del cristal.

La muestra empleada para este trabajo fué de cobre la cual fué cristalinizada en un horno de inducción de RF, en atmósfera inerte de Argón, calentándola hasta la fusión de la misma y enfriándola haciendo uso de la inercia térmica del - sistema; posteriormente la muestra antes de ser introducida al MEB, fué sujeta a una limpieza previa para remover partída experimentalmente) esta cercana a la parte superior de la región lineal y el tiempo de procesado se vuelve crítico en - esta zona de trabajo(para no afectar al contraste), gráfica- III.2, por otro lado se tiene un margen de seguridad en cuanto a la temperatura se refiere.

La acción rápida del revelador D-11, implica el empleo de un fijador también rápido ó de un baño detenedor, por lo que se utilizó el fijador ácido de Kodak por un período de 1.5 a 2 minutos.

Antes de la observación microscópica de una muestra metálica, la superficie de ésta debe estar adecuadamente preparada, para ésto las muestras deben pasar dos etapas. Siendo la primera un ataque térmico y la segunda un ataque químico, asegurándose con ésto la cristalinización y la mejor - detección de los granos del cristal.

La muestra empleada para este trabajo fué de cobre la cual fué cristalinizada en un horno de inducción de RF, en atmósfera inerte de Argón, calentándola hasta la fusión de la misma y enfriándola haciendo uso de la inercia térmica del - sistema; posteriormente la muestra antes de ser introducida al MEB, fué sujeta a una limpieza previa para remover partículas que producirían efectos de carga en la superficie de la misma.

Ya que en el MEB, intervienen varios parámetros para la obtención de patrones de Kossel (corriente del haz en la muestra y tiempo de exposición para una distancia dada), se utilizó el Método Comparativo ó Series de Pruebas "Ring-Around", que consiste en obtener una serie de patrones para diferentes tiempos de exposición y diferentes corrientes, Tabla III-4. Para poder variar dicha corriente, dado que el MEB tiene solo un control por pasos de la corriente fué necesario construir un control fino*, el cual permite barrer la corriente desde 3×10^{-7} hasta una corriente menor de 1×10^{-12} amp. (límite de detección del nanoamperímetro). Finalmente se obtuvo que los valores óptimos para dichos parámetros son: una corriente de 5×10^{-8} amp. y un tiempo de exposición de 1 min. Otro parámetro que interviene en la obtención de los KDP, es el filtro metálico. Este filtro según la teoría (Capítulo I) debería de ser níquel, pero por no haber en existencia (en Mé

---

* Diseñado y construido por E. Cabrera y R. Espejel.

xico) del espesor requerido, se emplearon filtros de aluminio con espesores de 7 μm. , 14 μm., 22 μm., 44 μm.y 100 μm. Encontrándose que los filtros que mejor operan son los de -- 22 μm. y 44 μm..

Una vez obtenidos los patrones de Kossel, el paso siguiente consiste en efectuar la lectura del mismo. Para es te proceso se empleó un microscópio óptico "viajero" (MOV),- el cual permite obtener las coordenadas de los puntos en las curvas con una precisión de ± cinco milésimas de milímetro,- tanto en la abcisa x como en la ordenada y. El MOV empleado, no tiene sus ejes de coordenadas ortogonales,y dado que para poder procesar los datos, éstos deben de estar contenidos en un sistema de ejes rectángulares (Capítulo I), se tuvo que - determinar el ángulo existente entre sus ejes.

Debido al contraste obtenido entre las líneas y el dondo, para la mejor detección de éstas, el MOV fué iluminado por luz tenue, cuya intensidad se variaba según se requería, en función de la intensidad de fondo.

Cabe hacer notar que las líneas fueron seguidas - por el MOV, en una sola dirección, primero para no confundir ña ñínea y segundoevitar un posible "brinco" por desajustes en los engranes, dado al mecanismo de movimiento del MOV.

Para determinar elángulo entre los dos ejes se procedió de la manera siguiente:

En un negativo se trazaron dos rectas, las cuales se intersectan; dichas rectas fueron producidas empleando una navaja (en la cara de acetato de celulosa del negativo) sobre una placa metálica para evitar el corte total en el negativo.

Se construyó un triángulo rectángulo (con las dos rectas) y por trigonometria se determinó el ángulo entre las mismas (β):

$$\tan \beta = \frac{x_0}{y_0} \qquad \text{III-1}$$

Por otro lado se determinaron las coordenadas de varios puntos de cada recta, empleando el MOV y por el método de mínimos cuadrados se determinaron los coeficientes de las ecuaciones de las dos rectas:

$$y = a_i x + b_i \qquad i = 1,2$$

así mismo se calculó la desviación RMS para dichos coeficientes:

$$|\delta y| = \sqrt{\sum_i (\bar{y} - y_i)^2}$$

determinándose el ángulo entre las rectas como:

$$\tan\varphi = a_2 - a_1 / 1 - a_1 a_2 \qquad \text{III-2}$$

por otro lado (Fig. III-3) tenemos que:

$$\tan\alpha = y_0 \cos\sigma / x_0 - y_0 \operatorname{sen}\sigma \quad \text{III-3}$$

de donde sustituyendo III-1 en III-3:

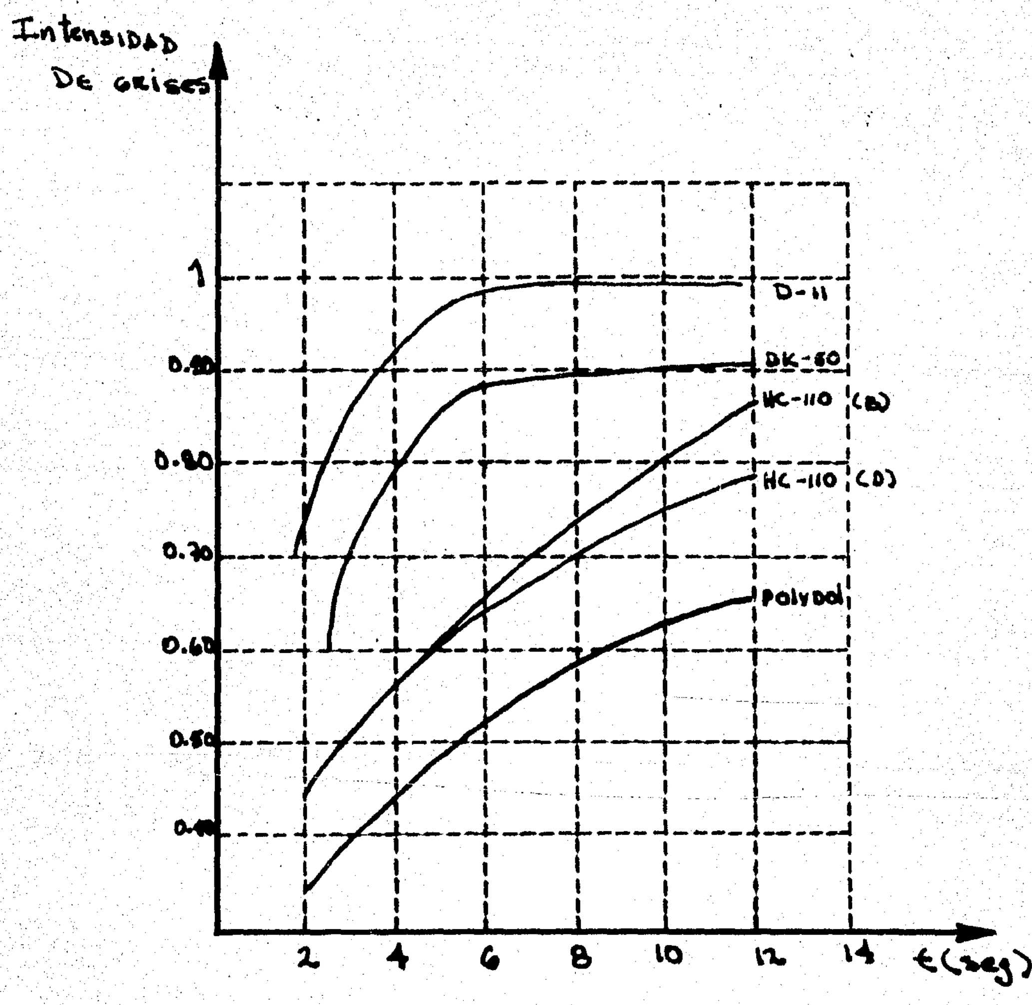
$$\tan\alpha = \frac{x_0 \tan\beta\cos\sigma}{x_0(1-\tan\beta\operatorname{sen}\sigma)} = \frac{\tan\beta\sqrt{1-\operatorname{sen}^2\sigma}}{1-\tan\beta\operatorname{sen}\sigma} \qquad \text{III-4}$$

despejando sen σ se obtiene:

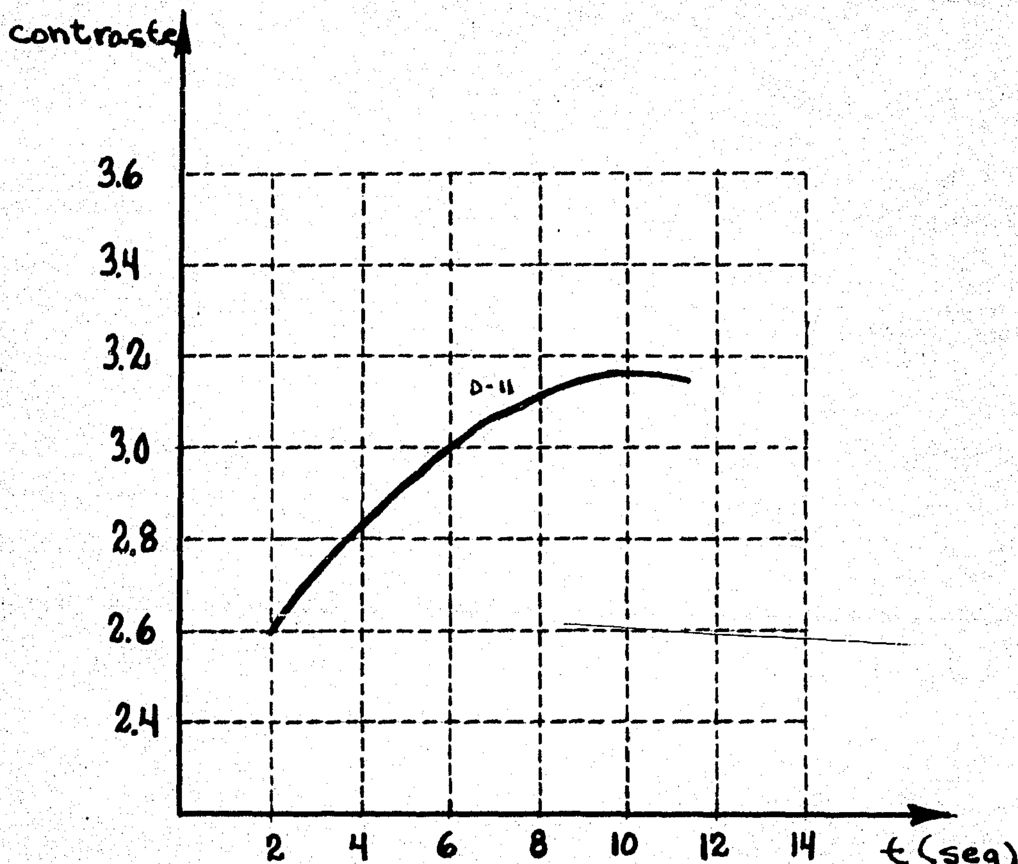
$$\operatorname{sen}\sigma = \frac{\tan^2\sigma \pm \sqrt{\tan^2\alpha\tan^2\beta - \tan^2\alpha + \tan^2\beta}}{\tan\beta(1+\tan^2\alpha)} \qquad \text{III-5}$$

En donde finalmente el ángulo entre los ejes del MOV es de:

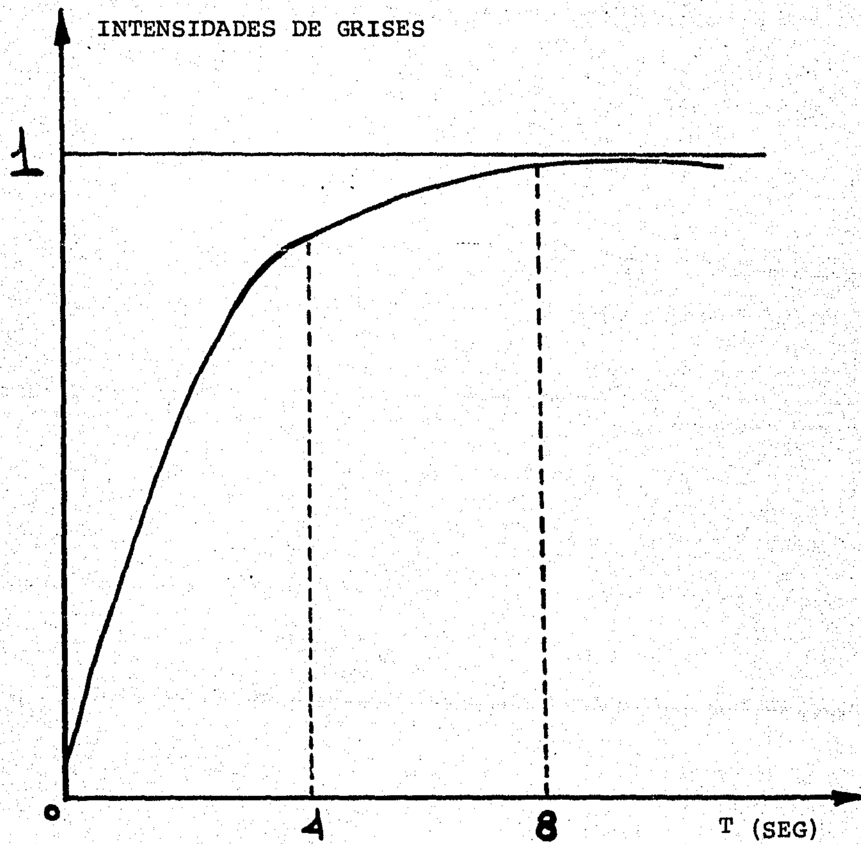
$$\theta = 90° + \sigma$$



Gráfica III-1.a.- Intensidades relativas de gris, obtenidas con la película Kodak Industrex AA, para tiempos diferentes y reveladores. La película fué expuesta a la luz diurna.



Gráfica III-1.b.- Indices de contraste obtenidos para la película expuesta a la luz diurna y procesada con el revelador D-11.



Gŕafica III-2.- Curva de saturación de grises para la película expuesta a los rayos X durante un minuto con un filtro de aluminio (Revelador D-11).

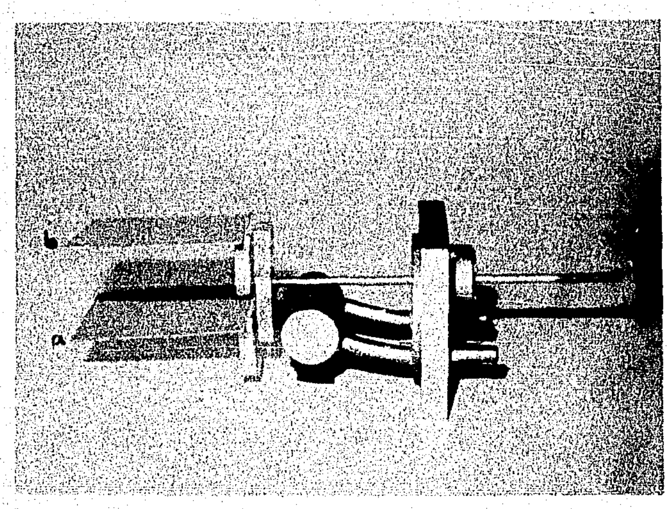
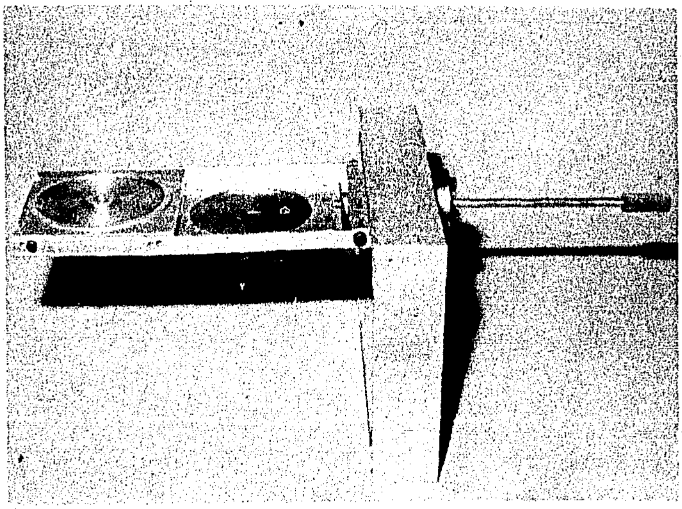


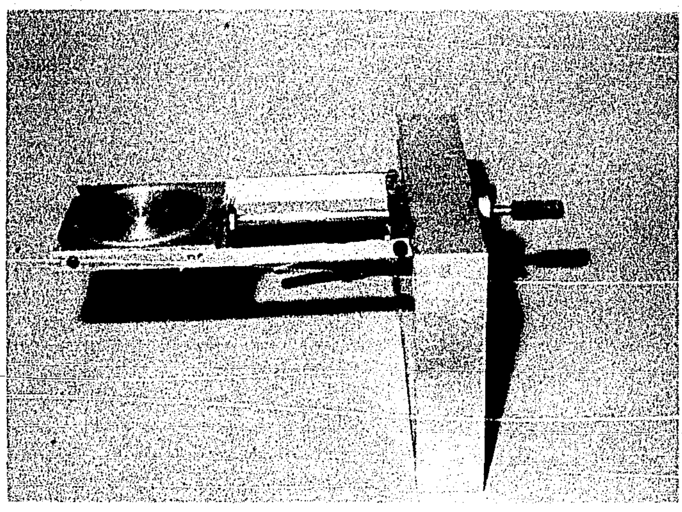
Figura III.1-a.- Primer porta-películas empleado en la obtención de patrones de Kossel:

a) Posición de entrada.

b) Posición de trabajo.



b) Pocisión de trabajo.



c) Posición cerrada.

Figura III-1 (b y c).- Porta-cassette emplea-

do en la obtención de patrones de Kossel.

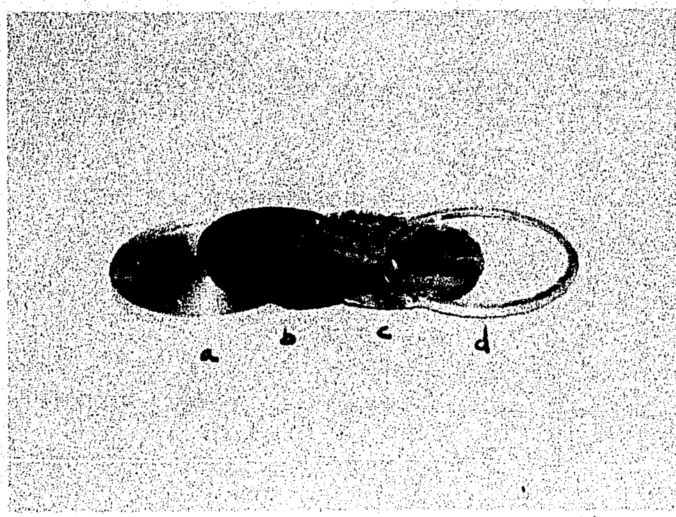


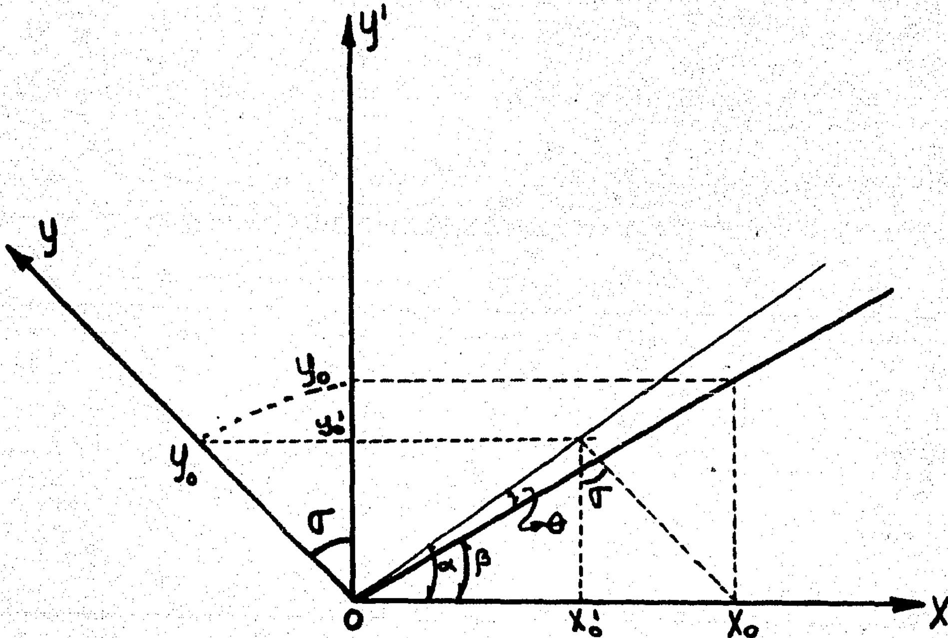
Figura III.2.- Esta fotografia muestra al cassette con sus diferentes componentes, en el or-- den de empleo:

a) Cassette (base)

b) Película

c) Filtro

d) Aro de sostén



$$\operatorname{sen}\sigma = \frac{\tan^2\alpha \pm \sqrt{\tan^2\alpha\tan^2\beta - \tan^2\alpha + \tan^2\beta}}{\tan\beta\,(1+\tan^2\alpha)}$$

Fig. III-3.- Construcción geométrica para la determinación del ángulo σ en donde X0Y son los ejes del MOV y X0Y' son ejes cartesianos.

t = 30" I = 3e-8	t = 60" I = 3e-8	t = 120" I = 3e-8
t = 30" I = 4e-8	t = 60" I = 4e-8	t = 120" I = 4e-8
t = 30" I = 5e-8	t = 60" I = 5e-8	t = 120" I = 5e-8
t = 30" I = 6e-8	t = 60" I = 6e-8	t = 120" I = 6e-8
t = 30" I = 7e-8	t = 60" I = 7e-8	t = 120" I = 7e-8
t = 30" I = 8e-8	t = 60" I = 8e-8	t = 120" I = 8e-8

Tabla III-4.- Plan seguido para la serie de exposición de prueba ó "Ring-Around" para un filtro de 22 μm. de espesor de aluminio, variando el tiempo de exposición - (seg) y la corriente del haz en la muestra (amp.).

CAPITULO IV.

A) ANALISIS DE RESULTADOS.

Una vez desarrollada la parte teórica del método de Kossel, se pasó al estudio de una muestra metálica cristalina, preparada como se indicó en el Capítulo III.

El patrón de rayos X obtenido en un negativo presentaba una serie de líneas, de las cuales se escogieron al-azar 10 de ellas (en función de su intensidad relativa con - el ruido del fondo). Para evitar posibles confusiones al seguir la línea con el MOV, se procedió a marcar cada línea con una serie de puntos (hechos con una aguja, ver Fig. IV.1). - Las mediciones de las coordenadas de varios puntos de cada - línea, se realizó en las cercanias de los puntos guías.

Los datos así obtenidos fueron procesados por el-programa descrito en el Capítulo II. Dicho programa tuvo que ser ejecutado primero en forma parcial y después de una selección de líneas en función de sus intersecciones, se ejecutó-en su totalidad.

La primera ejecución del programa abarca desde el bloque denominado "entrada de datos", hasta el bloque designado "método de intersecciones de los ejes mayores". Dentro de este conjunto de bloques, los puntos primero y las líneas posteriormente, fueron sujetos a las eliminaciones siguientes en diferentes pasos intermedios: a) en el bloque II.6 se hace un cálculo de la desviación de cada punto con respecto a la curva calculada.

b) en el bloque II.6-a se compara la mínima desviación RMS con una precisión fijada de antemano de 0.01. Cabe mencionar que aún cuando se pudieron dar cinco cifras (con un error de 0.0005 cm.) para cada punto de las diferentes curvas, al ser procesados los datos por la computadora, se detectó un error en la tercera cifra ($|\delta y| \leq 0.01$). La causa posible de este resultado puede ser debida a que exista un juego en el punto de apoyo de los relojes micrométricos en el MOV, por lo que se requiere el empleo de otro MOV, el cual garantice que el número de dígitos leidos para cada punto sean precisos.

c) en el bloque II.12 se analiza la línea desde un punto de vista geométrico, descartando a aquellas que presenten algún tipo de degeneración. Debido a que el eje mayor de cada figura intersecta con los ejes mayores de las figuras restantes, en el bloque II.13-a se descartan aquellas intersecciones que presentan un ángulo menor de 5.7° entre si. Sin embargo, solo un análisis lógico de los puntos de intersec--

ción puede llevar a descartar una línea de los puntos del -- conjunto; es por esto que el programa debe ser detenido en - esta etapa para después ejecutarse con las líneas no descartadas por los criterios antes mencionados.

Una vez que se evaluaron las constantes k_0, k_1 y- k_2, en el bloque II.14 se procedió al cálculo de las incertidumbres en las constantes, a partir de las incertidumbres en los coeficientes (Tabla IV-5) para obtener el intervalo donde estan contenidas las k ó sea el intervalo en donde la ecuación II-29 se satisface.

Evaluando lo anterior se está en condiciones para determinar los cosenos directores Li (i = 1 ...3) y sus incertidumbres ΔLi, así como la distancia de la muestra a la película fotográfica (t) y su incertidumbre (Δt), para cada línea.

Partiendo de que la fuente de emisión es común a- las líneas, se determinó la distancia efectiva de trabajo como la intersección de los intervalos para las t_i de cada línea, ó sea que para una t dada y su incertidumbre, se calculan los demás parámetros y sus incertidumbres respectivas minimizadas.

Dada una longitud de onda λ, característica del material en estudio, se evaluó el parámetro de la red (d), - designado en el bloque de método de Kossel (de manera implícita) por la variable X donde $X = \left(\frac{\lambda}{4d}\right)^2$ y así también la evaluación de la incertidumbre ΔX y por lo tanto Δd.

Las tablas IV-6.a y b contienen la información de las cinco figuras que prevalecieron a los criterios antes -- mencionados. En la tabla IV-6.b en la columna ocho, se dan - los espaciados interplanares, los cuales fueron evaluados para un compuesto de óxido de cobre cuyos parámetros son:

a = 4.662, b = 3.417, c = 5.118 y β = 99.29

(siendo un cristal monoclínico), a través de la siguiente relación:[19]

$$\left[d^2_{hkl}\right]^{-1} = \frac{\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{2hk\cos\beta}{ab}}{\operatorname{sen}^2\beta} + \frac{l^2}{c^2}$$

B) CONCLUSIONES.

1) Como se puede observar de los resultados obtenidos el método funciona con una precisión en la cuarta cifra- en el cálculo de los coeficientes y en la tercera cifra significativa en el cálculo de la distancia interplanar; por otro lado se hace notar que mediante los criterios estableci-

dos, el programa elimina a aquellas líneas que no los satisfacen para finalmente observar que se llega a resultados físicos a través de las líneas no descartadas.

2) La imprecisión en la determinación del centro del patrón nos conduce a la eliminación de um gran número de líneas. Es por esta razón que el programa no puede ejecutarse en su totalidad de la primera corrida (Tabla IV-7).

3) Dado a la precisión del método es factible la aplicación del mismo para estudios en la deformación de la red, debidos a procesos de tensión* y flexión* en tres puntos de la muestra (para lo cual previamente se diseñaron y construyeron platinas).

C) ESTUDIOS FUTUROS.

1) Como resúmen de lo anterior, los resultados obtenidos nos conducen primero a la obtención de datos con mayor precisión, es decir en el criterio pre-establecido en la

---

* El Dr. Dingley de la Universidad de Bristol, Inglaterra ha reportado trabajos en estos estudios, con la técnica de Kossel.

mínima desviación RMS considerada en el bloque II.6-a de 0.01 (garantizando la validez de tres cifras significativas) reducirla a aporximadamente a 0.0005 (con lo que se garantiza la validez de cinco cifras significativas en los coeficientes). Para lo cual se requiere la ejecución de lo siguiente:

a) Como se mencionó anteriormente, se requiere de un MOV que no presente juego en sus sistemas de medición, así como que sus ejes formen un ángulo de 90° entre sí.

b) Una vez demostrada la validez de la técnica, es necesario el uso de los filtros apropiados (de níquel) para la optimización de los resultados, lo cual implica un estudio de la exposición de la película para las nuevas condiciones.

c) Si se modifica el porta-película para aumentar el área en el negativo, se podrá tener en exposición un mayor porcentaje de la curva.

d) Con el objeto de precisar la determinación del centro del patrón se sugieren los siguientes métodos:

i)desarrollar las ecuaciones para los ejes focales planteadas por P.T. Clarke, así mismo establecer una condición para que en el momento del cálculo de las intersecciones se consideren siempre los ejes mayores y no los menores.

ii) el método de intersecciones de áreas delimitadas por las diferentes intersecciones al considerar los errores en los coeficientes (empleando de manera similar en la determinación de t).

2) Cuando se evaluaron los parámetros se observó que el espaciado interplanar (d) no correspondia a los del cobre puro (FCC, a = 3.6150) como se suponía, entonces se sugirió la idea(dado a que la muestra estuvo en contacto con el medio ambiente) de que era factible la presencia de óxido de cobre depositado en la superficie de la muestra. No obstante se esperaria que algunas de las líneas correspondieran al cobre puro, pero de la Tabla IV.6-b se puede observar que al menos las cinco líneas que se tienen pertenecen al CuO.

Este hallazgo nos indica la necesidad de estudiar técnicas que no permitan la oxidación de la muestra en observación, antes de la obtención de los patrones.

Por otro lado sugiere la necesidad de un estudio de la capa de óxido de cobre que incluya:

i) análisis del espesor de la capa de óxido en función del coeficiente de difusión para una temperatura y tiempo dadas (el tiempo en relación con la exposición con el me--

dio ambiente).

ii) un estudio de la penetración del haz electrónico en el óxido de cobre así como de la penetración de los rayos X generados en el Cu, a través del CuO para ser recolectados en la película fotográfica, con el objeto de determinar el espesor crítico del óxido para tener excitación y líneas del Cu.

iii) reforzando los puntos i) y ii) seguiria el estudio de la acción de filtro del CuO para las líneas características del Cu. Dicho análisis relacionaría por un lado, la acción de apantallamiento del CuO y por otro la relación de intensidades de las líneas de rayos X del Cu y de su óxido.

Una vez cumplidas las condiciones de precisión del MOV y realizando los estudios anteriormente mencionados, se estaria en posibilidades de realizar una serie de investigaciones bajo la aplicación de la técnica de Kossel.

D) INVESTIGACIONES FUTURAS.

1) En la actualidad se cuenta con una platina *

* Diseñada y construida por E. Cabrera y F. Castro.

que permite variar la temperatura de la muestra desde la tem peratura del aire líquido hasta 1000° C. En combinación con - la técnica de doble exposición de Kossel, consiste en tomar - en un negativo dado, los patrones de un mismo punto de la -- muestra, se está en posibilidades de realizar estudios de di latación térmica de la red para diferentes materiales (Tabla IV-8).

2) Por otro lado se ve la posibilidad de aplicar - la técnica de Kossel para cristales de alogenuros alcalinos. Dicha investigación contendria dos etapas fundamentales:

i) la técnica para la obtención de los patrones -- ya que en estos materiales existe el inconveniente del fenóme no de carga superficial.

ii) el estudio de la relación del parámetro de la red en función de diferentes impurezas implantadas en la red. Para la realización de la investigación anterior se requiere de una alta precisión en la determinación de los parámetros- de la red, la cual se espera alcanzar a partir de los estu-- dios antes mencionados.

3) Ya que es factible colocar en un MEB, a la muestra practicamente paralela al haz electrónico, se sugiere la posibilidad del estudio de la técnica de Kossel para electrones razantes, lo que a su vez permite el estudio del estado superficial de la muestra debido al bajo poder de penetración de los electrones a ángulos de incidencia muy pequeños.

4) Finalmente un estudio de gran importancia en base de la técnica de Kossel, es el de los modelos de estructura de la frontera de grano a partir de las orientaciones que presentan los cristales en ambos lados de la frontera. Cabe recalcar que gracias a que se pueden obtener las orientaciones espaciales de los diferentes planos del cristal, este estudio de ninguna manera estaria limitado a estudios bidimensionales, para éste fin se utilizarian métodos de computadora que dieran las estructuras de la frontera de grano, vistas desde diferentes ángulos en el espacio.

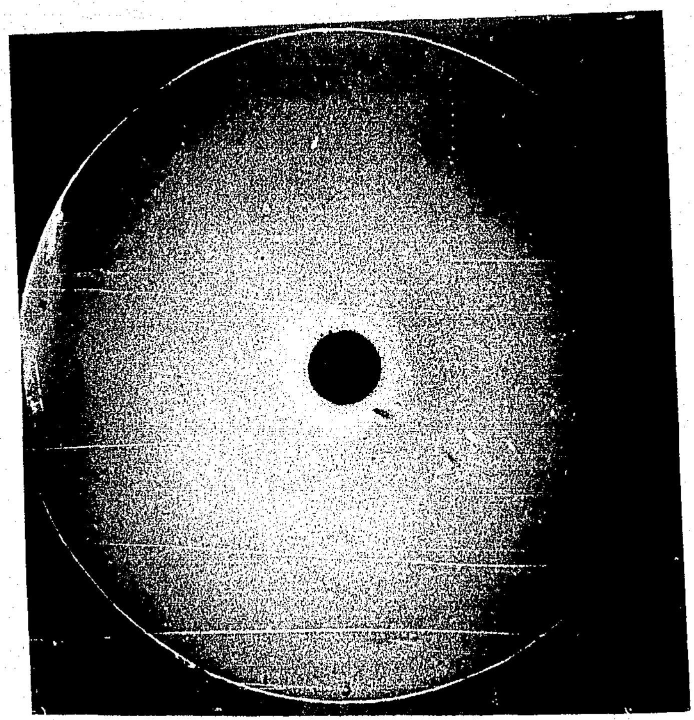


FIGURA IV.1 Amplificación del negativo, mostrando las diez líneas utilizadas en el programa de Kossel.

E_1	$\|\Delta E_1\|$	E_2	$\|\Delta E_2\|$
6464e-5	6.5e-5	10669e-5	72e-5
-3857e-5	1.1e-5	13922e-5	2.8e-5
16206e-5	3.5e-5	28931e-5	64e-5
6562e-5	24e-5	2273e-5	4.3e-5
-4353e-5	50e-5	1568e-5	19e-5
E_3	$\|\Delta E_3\|$	E_4	$\|\Delta E_4\|$
-3383e-5	21e-5	11215e-5	30e-5
21746e-5	48e-5	-93109e-5	49e-5
-4665e-5	10e-5	75822e-5	71e-5
14831e-5	63e-5	-12803e-5	39e-5
4117e-5	48e-5	1.069e-5	23e-5
E_5	$\|\Delta E_5\|$	E_5	$\|E_5\|$
-3293e-5	11e-5	-15790e-5	25e-5
-54204e-5	60e-5	-28956e-5	86e-5
2 013e-5	23e-5		

Tabla IV-5.- Muestra los coeficientes evaluados y sus incertidumbres respectivas de las figuras no descartadas.

TABLA IV-6.a.

Valores obtenidos para los cosenos directores de las cinco figuras no descartadas.

Figura	L1	ΔL1	L2	ΔL2	L3	ΔL3
1	-0.24041	5.3e-4	0.7998	1.8e-3	-0.5500	2.8e-3
2	0.3968	1.4e-3	0.5911	2.1e-3	-0.7023	2.6e-3
3	0.1224	5.7e-3	-0.3791	1.8e-2	-0.9170	8.1e-3
4	0.1270	7.6e-4	-0.3933	2.4e-3	-0.9106	1.1e-3
5	0.6913	1.7e-3	-0.4241	1.1e-3	-0.5850	2.8e-3

Figura	X	ΔX	$d_{k\alpha}$	$\Delta d_{k\alpha}$	$d_{k\beta}$	$\Delta d_{k\beta}$	d	(hkl)
1	0.15076	3.1@-4	5.122	1.2@-2	---	---	5.1180	(001)
2	0.4455	1.6 @-3	---	---	1.536	6.2@-3	1.5329	(300)
3	0.6972	6.1@-3	1.1076	9.6 @-3	---	---	1.10851	(131)
4	0.4776	2.9@-3	1.6168	9.9 @-3	---	---	1.6069	(212)
5	0.5085	1.3 @-3	1.5.86	1.6 @-2	---	---	1.5221	(013)

Tabla IV-6.b Evaluación de los parámetros obtenidos, los cuales pertenecen al CuO para una distancia de la película a la muestra de T = 1.868 cm. y una ΔT = 1.4 @-3 cm.

TABLA IV-7.

Muestra las coordenadas del centro del patrón y la precisión obtenida para éste.

El paralelograma de menor dimensión es:

$A(x_1, y_1)$, $B(x_1, y_2)$, $C(x_2, y_2)$, $D(x_2, y_1)$ donde:

$x_1 = 2.0230928438$ $\qquad$ $x_2 = 3.1177444620$

$y_1 = 2.2324417996$ $\qquad$ $y_2 = 2.9459087541$

con centro en: 2.5704186529 , 2.5892112768

con un radio de confusión: 0.65333758593

El centro del patrón está en:

(2.3652133629 , 2.4813979022)

con una desviación media de: o.39478702740

TABLA IV-7.

Muestra las coordenadas del centro del patrón y la precisión obtenida para éste.

El paralelogramo de menor dimensión es:

$A(x_1,y_1)$, $B(x_1,y_2)$, $C(x_2,y_2)$, $D(x_2,y_1)$ donde:

$x_1 = 2.0230928438$ $\qquad$ $x_2 = 3.1177444620$

$y_1 = 2.2324417996$ $\qquad$ $y_2 = 2.9459087541$

con centro en: 2.5704186529 , 2.5892112768

con un radio de confusión: 0.65333758593

El centro del patrón está en:

(2.3652133629 , 2.4813979022)

con una desviación media de: o.39478702740

TABLA IV- 8.

Material	Expansión térmica ϵ = Lf-Lo / Lo *	Temperatura final.
Cu	137×10^{-4}	800° K
Al	1411×10^{-5}	"
Fe	7.39×10^{-3}	"
KBr	3212×10^{-5}	700° K
KCl	3192×10^{-5}	"
LiF	7274×10^{-5}	"
NaCl	3492×10^{-5}	"

* Lo está dada a una temperatura de 293° K.

REFERENCIAS.

1) Dingley D. Proceedings of the 25th Anniversary Meeting of the electron microscopy, 29 June - 1 July, (1971), 296-9.

2) Van Essen et al, Nature Lond, 225, 847, (1970).

3) Venables J.A. and Harland C.J., Phil. Mag., 27, 1193, (1973).

4) Kossel el al, Ann. Phys. 23, 677, (1935).

5) Kossel W. y Voqnes H., Ann Phys. Lpz. 23. 677, (1935)

6) Dingley D. y Biggin S., Scanning electron microscopy: systems and applications, (1973), 308.

7) Ibid, 309-10.

8) Steeds J. y Dingley D. (1973). Comunicación privada, (artículo próximo en publicación).

9) Lonsdale K., Phil. Trans, A 240, 219, (1947).

10) Yakowitz H., J. Appl. Phys. 37 , 4455, (1966).

11) Helbig H., Kelser H. y Pitch W., Acta Met. 15, 1894, (1967).

12) Crellin E.B, y Bevis M., Phys. Stat. Sol. (a), 3 k 25, (1970).

13) Bevis M. , Fearon E.O. y Rowlands P.C., Phys. Stat. Sol. (a) 1, 655, (1970).

14) Hildebrand F.B., Introduction to numerical Analysis

R E F E R E C I A S.

1) Dingley D. Proccedings of the 25th Anniversary Meeting of the electron microscopy, 29 June - 1 July, (1971), 206-9.

2) Van Essen et al, Nature Lond, 225, 847, (1970).

3) Venables J.A. and Harland C.J., Phil. Mag., 27, 1193, (1973).

4) Kossel el al, Ann. Phys. 23, 677, (1935).

5) Kossel W. y Voques H., Ann Phys. Lpz. 23. 677, (1935)

6) Dingley D. y Biggin S., Scanning electron microscopy: systems and applications, (1973), 308.

7) Ibid, 309-10.

8) Steeds J. y Dingley D. (1973). Comunicación privada. (artículo próximo en publicación).

9) Lonsdale K., Phil. Trans, A 240, 219, (1947).

10) Yakowitz H., J. Appl. Phys. 37 , 4455, (1966).

11) Halbig H., Kelser H. y Pitch W., Acta Met. 15, 1894, (1967).

12) Crellin E.B. y Bevis M., Phys. Stat. Sol. (a), 3 k 25, (1970).

13) Bevis M. , Fearon E.O. y Rowlands P.C., Phys. Stat. Sol. (a) 1, 655, (1970).

14) Hildebrand F.B., Introduction to numerical Analysis

McGraw-Hill, Cap 10, (1956), 424-26.

15) Ibid, 428

16) Ibid, 431

17) Ibid , 429

18) Ibid, Cap. 7, 268

19) Dominguez Esquivel José Manuel, Tesis Profesional, Facultad de Ciencias, 8, (1973).