



Elektronová mikroskopie a její aplikace při studiu mechanických vlastností pevných látek

RNDr. J. Buršík, DSc., bursik@ipm.cz, 532 290 473
Prof. Mgr. T. Kruml, CSc., kruml@ipm.cz, 532 290 379



Úzká souvislost MV a mikrostruktury, role EM
Specifika SEM a TEM při studiu mikrostruktury.

Lidské vidění a optické přístroje pro jeho zdokonalení.

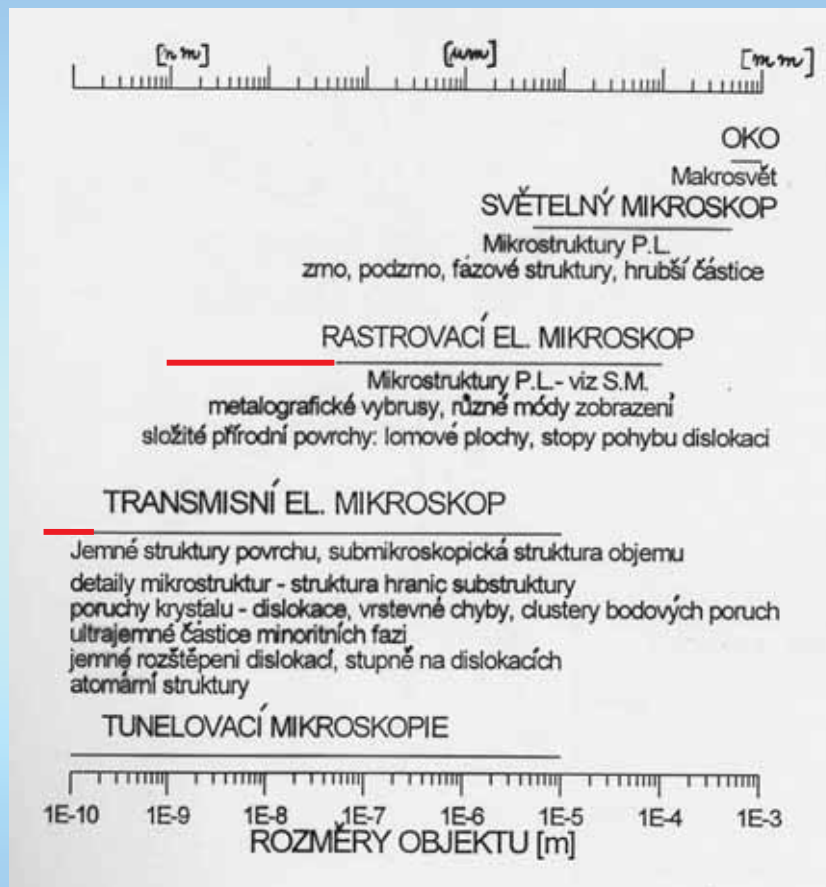
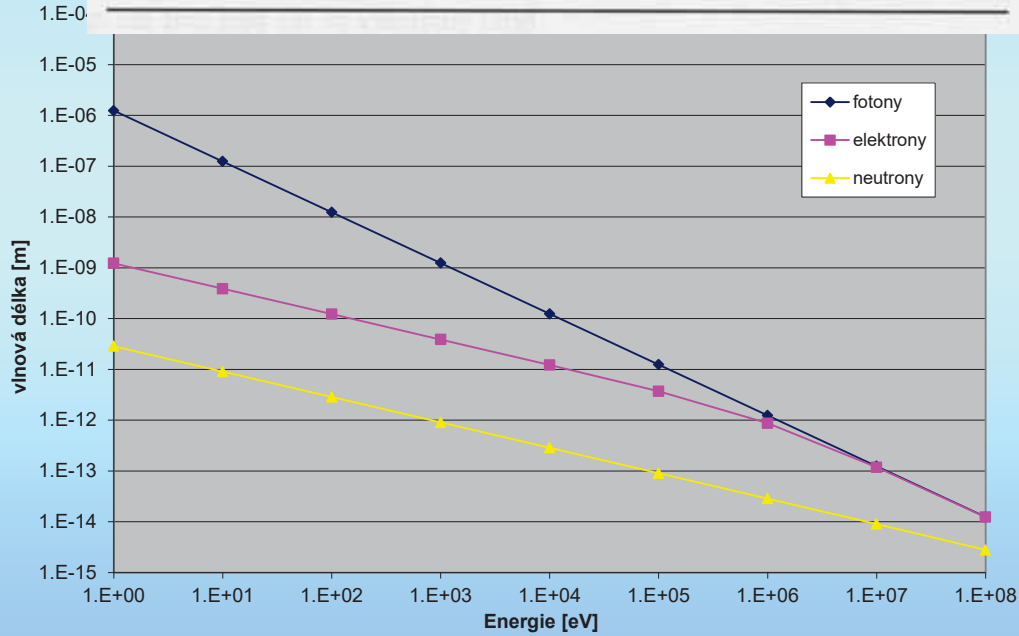
Zásadní omezení rozlišovací schopnosti: vlnová délka světla.

Řešení:

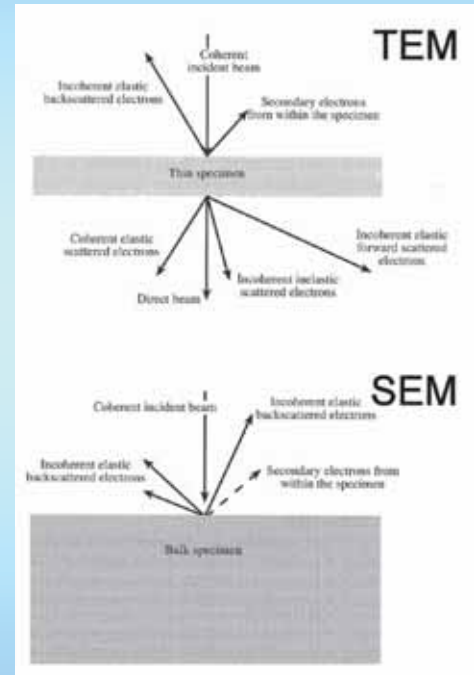
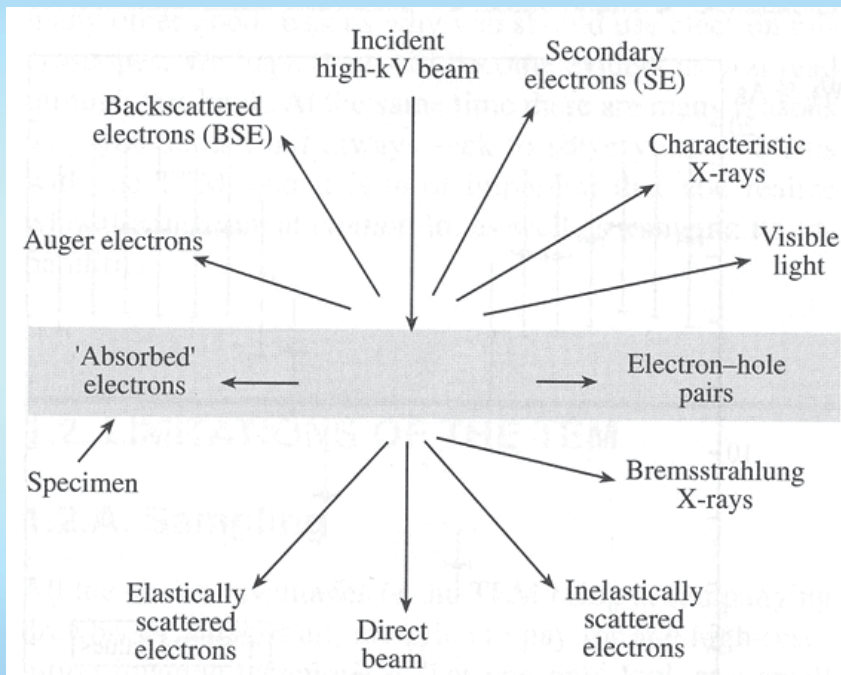
větší rozsah vlnových délek, náhrada světla jinou sondou.

Table Electron Properties as a Function of Accelerating Voltage

Accelerating voltage (kV)	Nonrelativistic wavelength (nm)	Relativistic wavelength (nm)	Mass ($\times m_0$)	Velocity ($\times 10^8$ m/s)
100	0.00386	0.00370	1.196	1.644
120	0.00352	0.00335	1.235	1.759
200	0.00273	0.00251	1.391	2.086
300	0.00223	0.00197	1.587	2.330
400	0.00193	0.00164	1.783	2.484
1000	0.00122	0.00087	2.957	2.823



Interakce elektronů s pevnou látkou – přehled



Historie:

první TEM: 1932 (Knoll a Ruska, Nobelova cena 1986)

1949: Heidenreich ztenčuje kovové fólie

50. léta: pozorování čarových a plošných defektů krystalové mřížky, rozvoj mikroanalytických metod, vysokovoltážní a *in situ* mikroskopie, řádkovacích módů, rozlišení ~ 0.4 nm

1956: atomové roviny (lattice fringes) v pthalokyaninech (Menter)

1957: Cowley, Moodie: základy teorie a simulace HREM obrazu

zlepšení teplotní stability, mechanické stability, kvality vakua, elektronické stability, designu čoček (CS korektory, energiové filtry), nové typy katod

+

zlepšení možnosti reprodukovatelné přípravy kvalitních tenkých fólií

rozlišovací schopnost ~ 0.1 nm



1931:
16x
2 čočky

1933:
12000x
Rozlišení lepší než
světelný mikroskop

Figure 1.1. The electron microscope built by Ruska and Knoll in Berlin in the early 1930s.

Elektronové mikroskopy

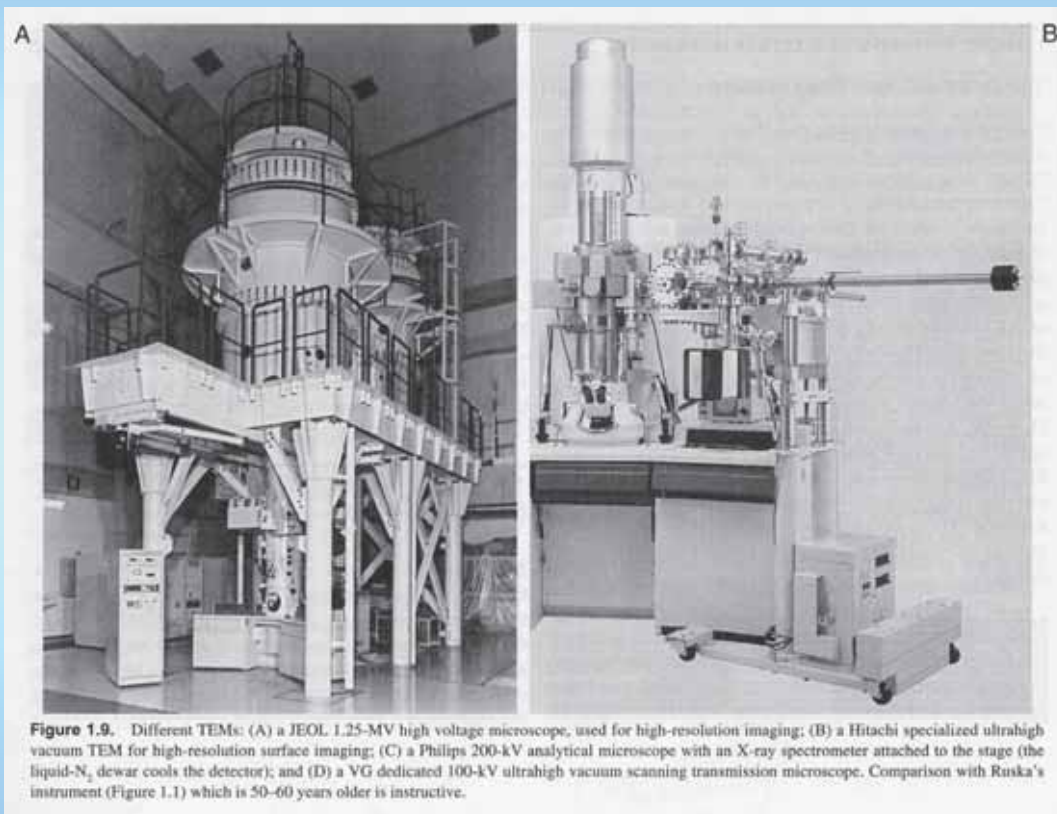


Figure 1.9. Different TEMs: (A) a JEOL 1.25-MV high voltage microscope, used for high-resolution imaging; (B) a Hitachi specialized ultrahigh vacuum TEM for high-resolution surface imaging; (C) a Philips 200-kV analytical microscope with an X-ray spectrometer attached to the stage (the liquid-N₂ dewar cools the detector); and (D) a VG dedicated 100-kV ultrahigh vacuum scanning transmission microscope. Comparison with Ruska's instrument (Figure 1.1) which is 50-60 years older is instructive.



Ukázka SEM:



Research Grade SEMs

Specifications	JSM-5510	New! JSM-6060	JSM-6360	New! JSM-6460
Resolution	3.5nm	3.5nm	3.0nm	3.0nm
Accelerating Voltage	0.5 to 30kV	0.5 to 30kV	0.5 to 30kV	0.3 to 30kV
Magnification	x18 to 300,000	x5 to 300,000	x5 to 300,000	x5 to 300,000
Stage	X=20mm, Y=10mm	X=20mm, Y=10mm	X=80mm, Y=40mm	X=125mm, Y=100mm

Low Vacuum SEMs

Specifications	JSM-5510LV	New! JSM-6060LV	New! JSM-6360LV	New! JSM-6460LV
HV Resolution	3.5nm	3.5nm	3.0nm	3.0nm
LV Resolution	4.5nm	4.0nm	4.0nm	4.0nm
Accelerating Voltage	0.5 to 30kV	0.5 to 30kV	0.5 to 30kV	0.3 to 30kV
Magnification	x18 to 300,000	x5 to 300,000	x5 to 300,000	x5 to 300,000
Stage	X=20mm, Y=10mm	X=20mm, Y=10mm	X=80mm, Y=40mm	X=125mm, Y=100mm

Analytical Field Emission SEMs

Specifications	JSM-6335E	JSM-6500F
Gun Type	cold cathode	in-lens-thermal
Resolution	1.5nm 5.0nm (1kV)	1.5nm 5.0nm (1kV)
Accelerating Voltage	0.5 to 30 kV	0.5 to 30kV
Magnification	x10 to x500,000	x10 to x500,000
Type I Stage	X=50mm, Y=70mm	X=70mm, Y=50mm
Type II Stage	N/A	X=110mm, Y=80mm

Parametry TEM:

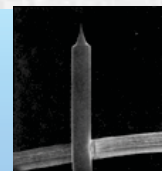
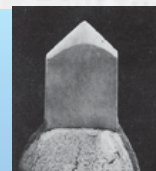
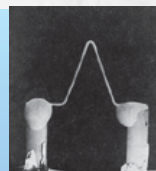


Configuration*	UHR	HT	HR
Resolution			
Lattice image	0.1nm	0.1nm	0.1nm
Point image	0.19nm	0.25nm	0.23nm
Accelerating voltage			
Range	80-200kV		
Variable steps	50 V min.		
Stability	2 ppm/min.		
Magnification (steps)			
MAG mode	x2,000-1,500,000 (30)	x1,500-1,200,000 (30)	x2,000-1,500,000 (30)
Low MAG mode	x50-6,000 (20)	x50-6,000 (20)	x50-6,000 (20)
SA MAG mode	x8,000-800,000 (21)	x6,000-600,000 (21)	x8,000-800,000 (21)
Camera length (steps)			
SA DIFF (15)	80-2,000mm (15)	100-2,500mm (15)	80-2,000mm
HD DIFF (14)	4-80mm (14)	4-80mm (14)	4-80mm (14)
HR DIFF**	333mm	333mm	333mm
Objective lens			
Polepiece	EM-20012	EM-20040	EM-20021
Focal length	1.9mm	2.7mm	2.3mm
Spherical aberration coefficient	0.5mm	1.4mm	1.0mm
Chromatic aberration coefficient	1.1mm	1.8mm	1.4mm
Minimum focal step	1.0nm	1.8nm	1.5nm
Exciting current stability	1 ppm/min.		
Specimen chamber			
Specimen stage	Microactive goniometer stage		
Number of specimens per load	1	1	1
Specimen tilt angle (X axis)	±30°	±45°	±35°
Specimen movements			
X direction	2.0mm	2.0mm	2.0mm
Y direction	2.0mm	2.0mm	2.0mm
Z direction	0.8mm (±0.4mm)	0.8mm (±0.4mm)	0.4mm (±0.2mm)

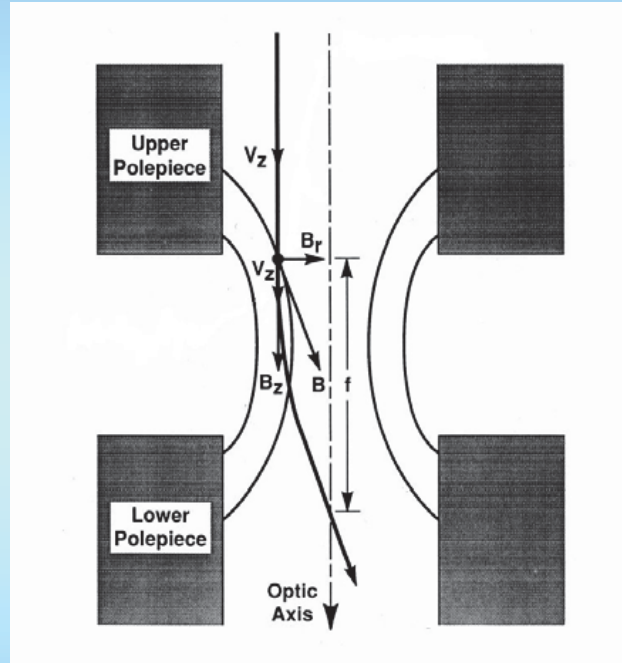
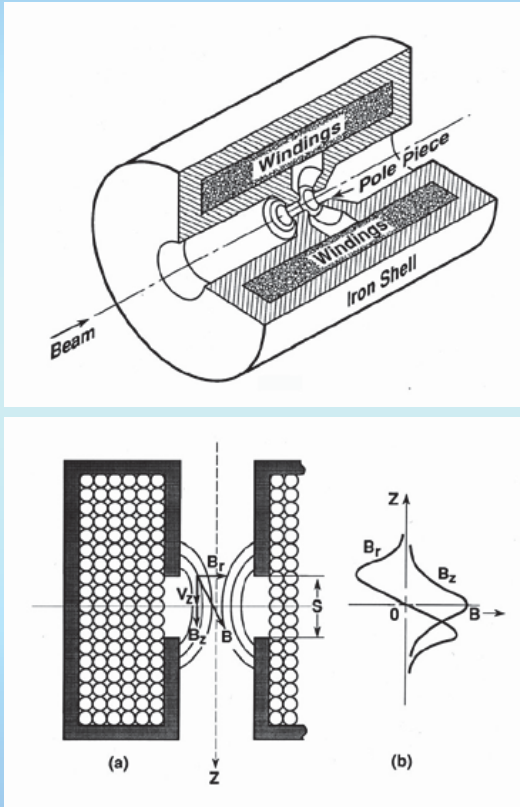
Vlastnosti elektronových zdrojů - porovnání

TABLE 5.1. Characteristics of the Three Principal Sources Operating at 100 kV

	Units	Tungsten	LaB ₆	Field Emission
Work function, Φ	eV	4.5	2.4	4.5
Richardson's constant	A/m ² K ²	6×10^5	4×10^5	
Operating temperature	K	2700	1700	300
Current density	A/m ²	5×10^4	10^6	10^{10}
Crossover size	μm	50	10	<0.01
Brightness	A/m ² sr	10^9	5×10^{10}	10^{13}
Energy spread	eV	3	1.5	0.3
Emission current stability	%/hr	<1	<1	5
Vacuum	Pa	10^{-2}	10^{-4}	10^{-8}
Lifetime	hr	100	500	>1000



Elektromagnetická čočka:

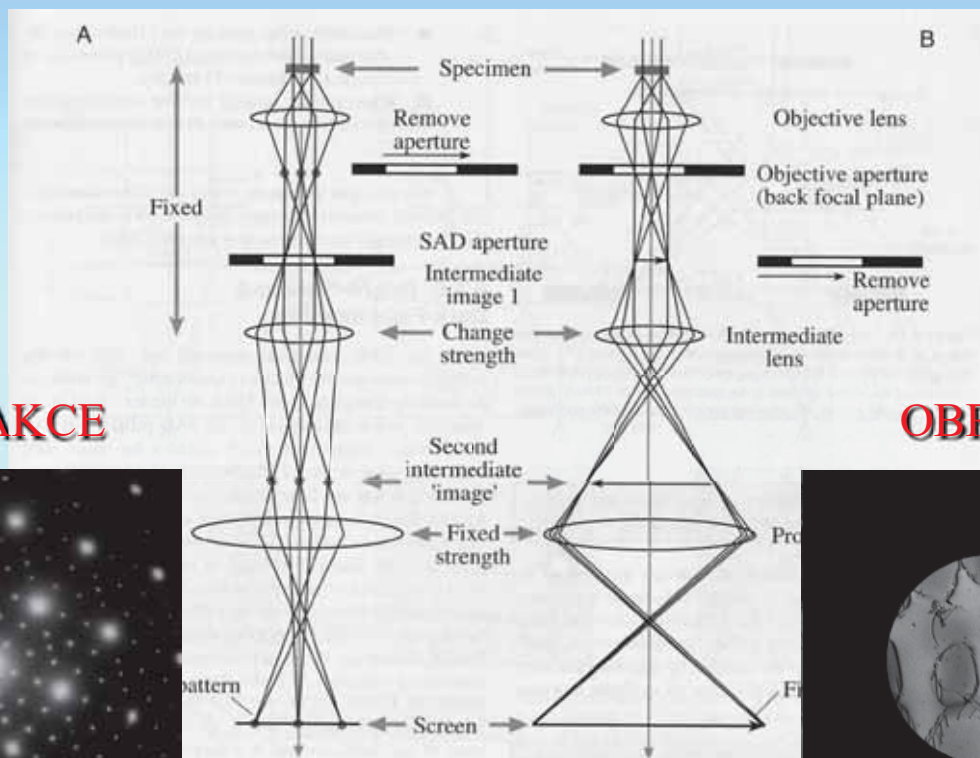


$$F = -e\mathbf{v} \times \mathbf{B}$$

$$F_{\theta in} = -V_z \times B_r$$

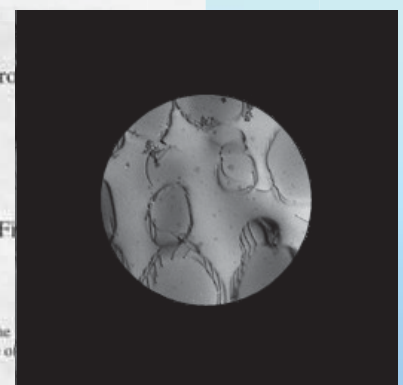
$$F_r = -V_{\theta in} \times B_z$$

Schéma chodu elektronového svazku v TEM



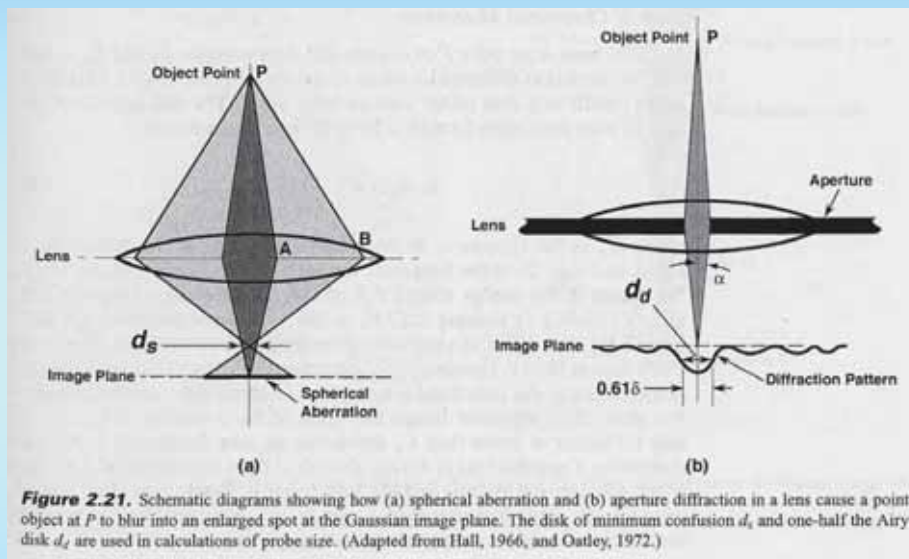
DIFRAKCE

OBRAZ



The basic operations of the TEM imaging system involve (A) projecting the diffraction pattern on the screen. In each case the intermediate lens selects either the back focal plane or the image plane of the objective lens.

Vady čoček v EM: sférická vada a efekt difrakce na cloně



$$d_s = C_s \alpha^3$$

$$C_s = 1 \div 2 \text{ mm}$$

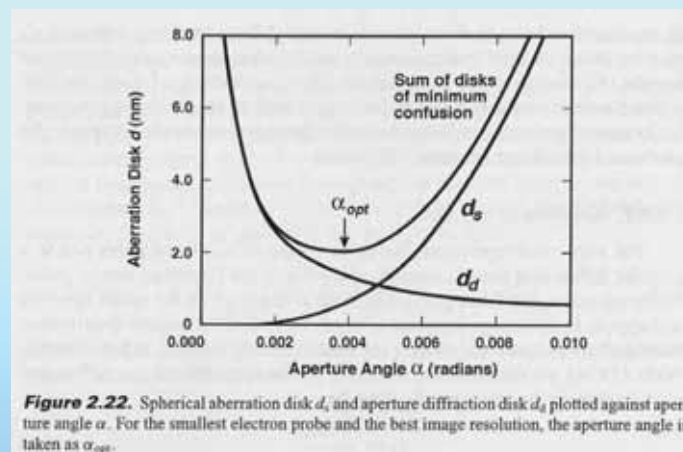
$$d_d = 0.61 \lambda / \alpha$$

Abbe, Airy

Vady čoček v EM: vliv na rozlišovací schopnost EM

$$d = \sqrt{d_d^2 + d_s^2} = \sqrt{(0.61\lambda / \alpha)^2 + (C_s \alpha^3)^2}$$

$$\frac{\partial d}{\partial \alpha} = 0 \Leftrightarrow \alpha_{opt} \doteq 0.77 \frac{\lambda^{1/4}}{C_s^{1/4}}, \quad d_{min} \doteq 0.91 (C_s \lambda^3)^{1/4} \approx 0.15 \text{ nm}$$



Z historie korekcí vad čoček v EM:

Otto Scherzer (1936): teorém o vadách rotačně symetrických čoček

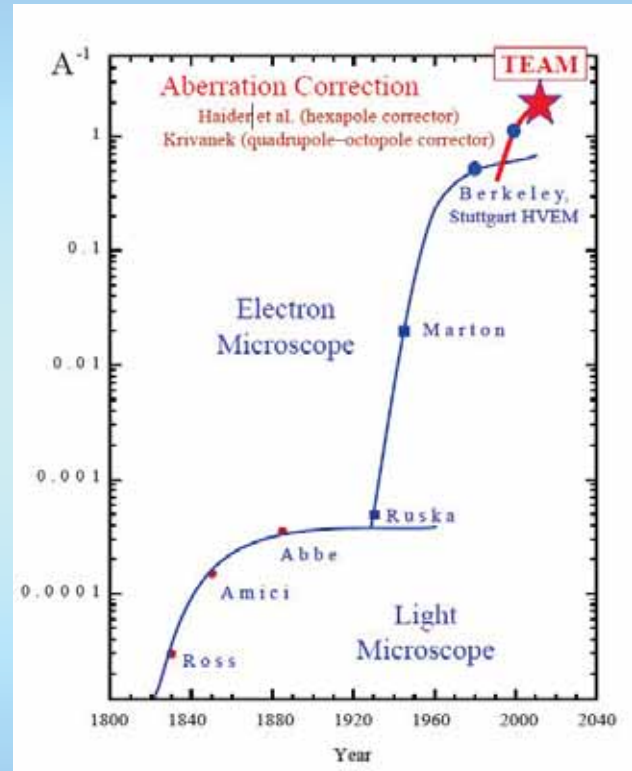
$$d \geq 100 \lambda$$

$$U \leq 300 \text{ kV} \Rightarrow \lambda \geq 2 \text{ pm}$$

Otto Scherzer (1947): o možnosti korekce vad zařazením sad rotačně nesymetrických čoček (multipólů)

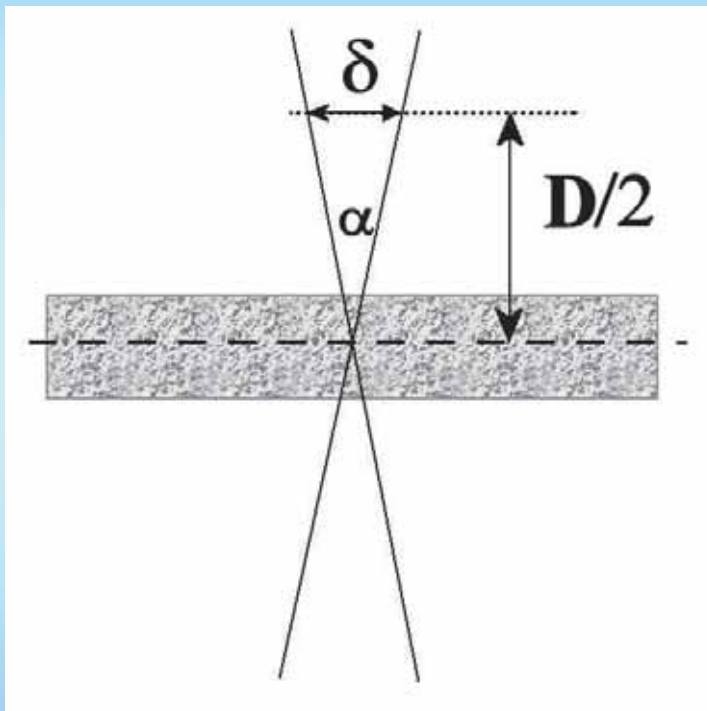


Harald H. Rose, projekt TEAM



Titan G2 60-300	Energy spread	Point resolution	Information limit	STEM resolution
Image corrector	0.7 to 0.8 eV**	80 pm	80 pm	136 pm
Probe corrector	0.7 to 0.8 eV**	200 pm	< 100 pm	80 pm
Monochromator + X-FEG	0.2 to 0.3 eV*	200 pm	80 pm	136 pm

Hloubka pole (D) a hloubka ostrosti (D'):



$$D = \frac{2\delta}{\alpha}$$

Příklad TEM:

Pro $\delta \approx 2\text{nm}$, $\alpha \approx 6\text{mrad}$ je $D \approx 700\text{nm} >$ tloušťka vzorku.

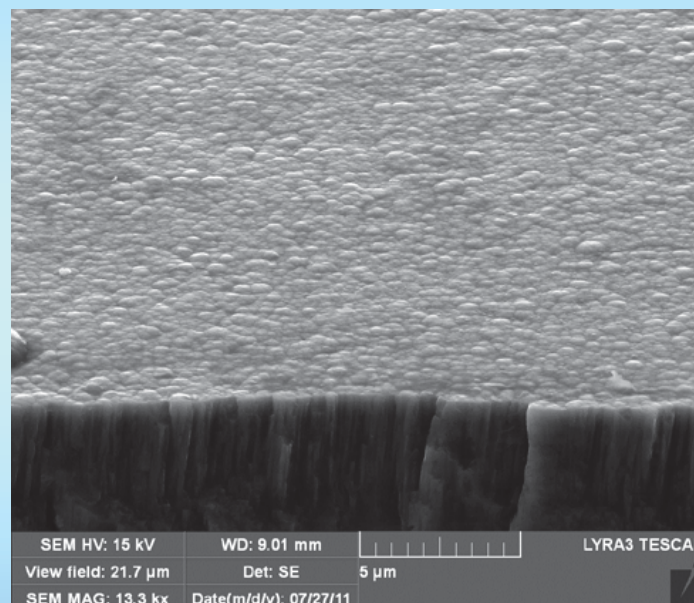
Na stínítku pak

$$D' = D \cdot M^2,$$

pro $M = 53000$ je $D' \approx 2\text{km!}$

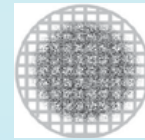
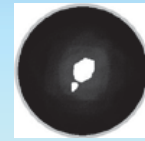
(pro $\delta \approx 0.1\text{nm}$ je $D' \approx 100\text{m}$)

Hloubka pole (D) a hloubka ostrosti (D'):
povrch vzorku skloněný 70°



Příprava vzorků pro TEM

- tenké fólie (ztenčení, důlek, finální úprava elektrolyticky nebo iontovým ztenčováním)
- repliky povrchu
- extrakční repliky
- prášky aj. na uhlíkové blance (+Cu mřížka)
- FIB v SEM



Stejně jako u konvenční SEM základní požadavek: vodivost vzorku (+C, Au)

replika povrchu

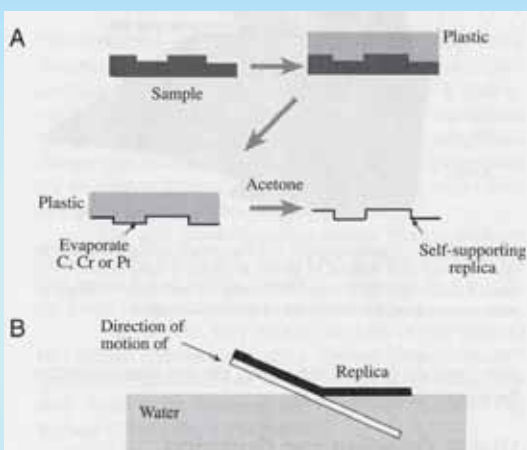


Figure 10.15. (A) Replication of a surface by the two-step method: spray acetone on the surface to be replicated before pressing a plastic (usually cellulose acetate) onto the surface which softens in contact with the acetone; the plastic is removed from the surface when it has hardened and a C, Cr, or Pt film is evaporated onto the replicated plastic surface; the plastic is then dissolved with acetone and the evaporated film retains the original topography. (B) Alternatively, the direct carbon replica of a metal surface may be floated off on distilled water after scratching the carbon and etching to free the film, which may subsequently be shadowed obliquely to enhance the topography.

extrakční replika

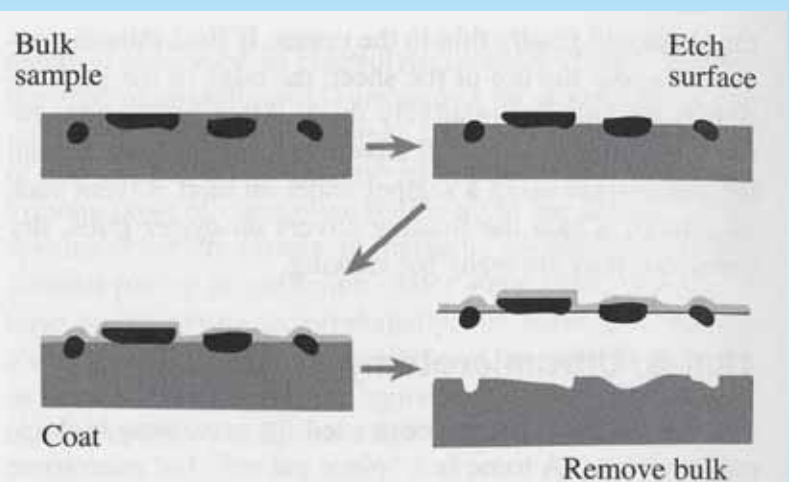
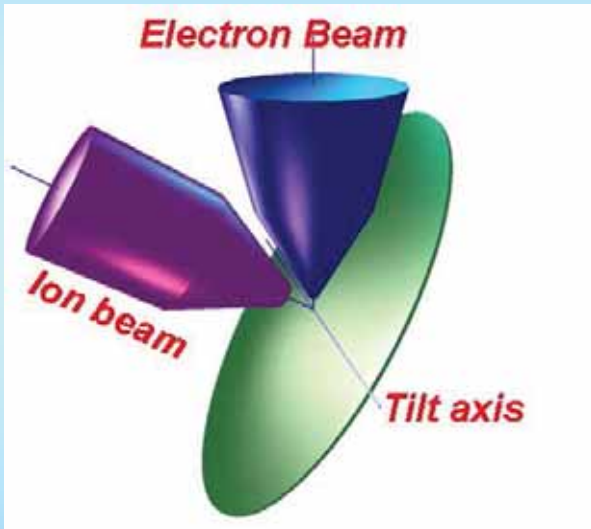
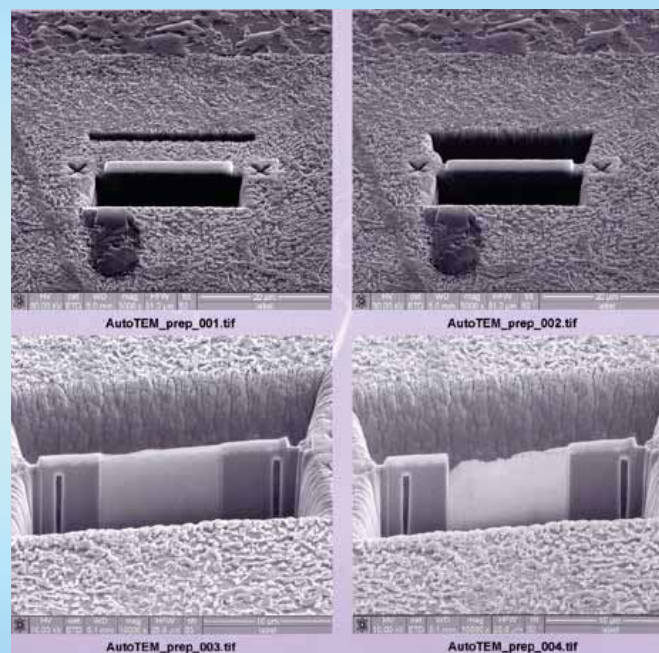


Figure 10.16. Extraction replication: particles embedded in a matrix are revealed by etching the matrix, which leaves the particles standing proud of the surface; a thin amorphous carbon film is evaporated over the particles, then the rest of the matrix is etched away leaving the particles adhering to the carbon film.

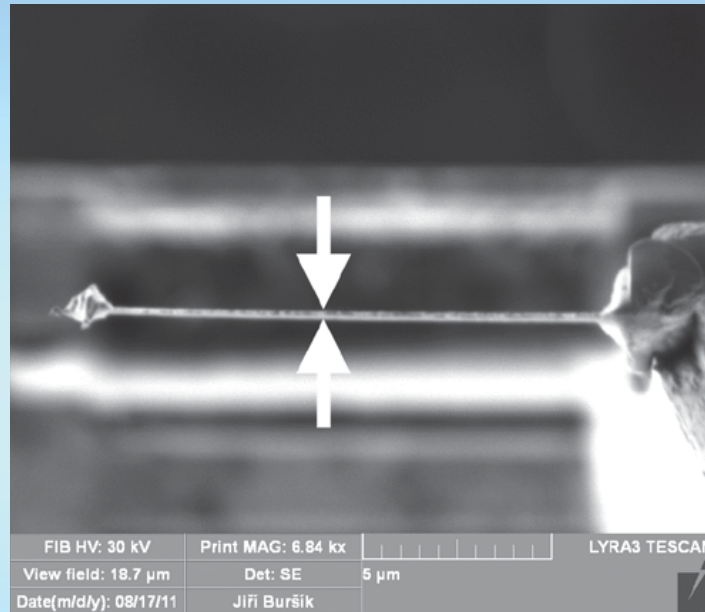
Moderní doplněk SEM: technika přípravy fólií pro TEM z míst vybraných na základě pozorování v SEM (FIB – focused ion beam)



Přesný výběr oblasti vzorku pro TEM (cca 50 nm!)



Příprava lamelky pro TEM pomocí FIB:



Pt ochranná vrstva $12 \times 2 \mu\text{m}$, tloušťka Pt $1 \div 2 \mu\text{m}$

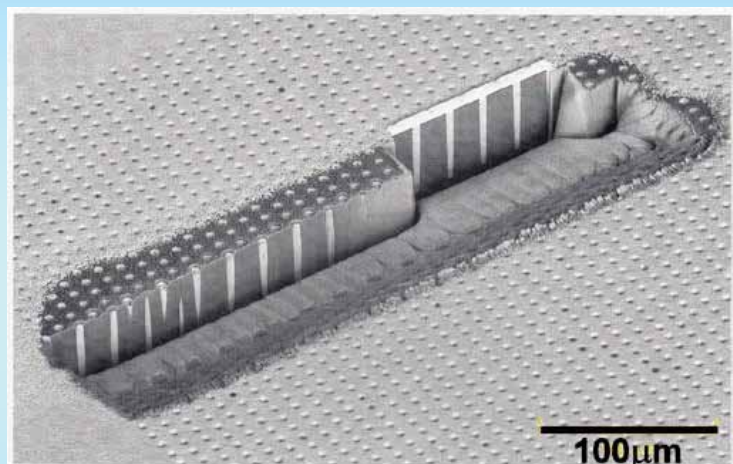
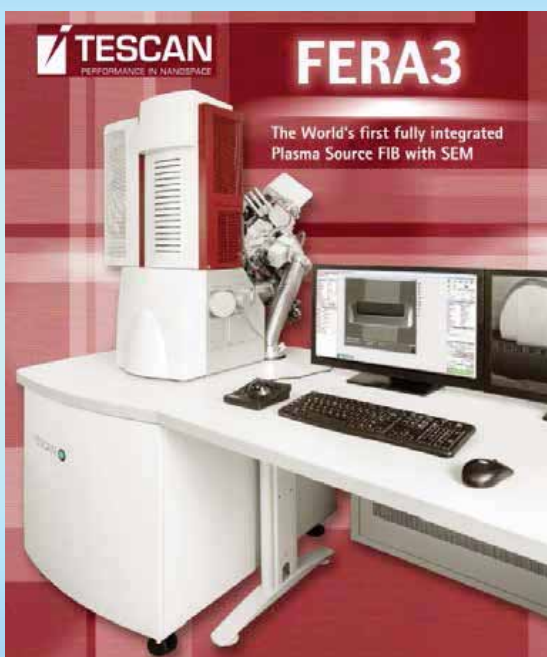
FIB: 30 kV, proudy $16 \text{ nA} \rightarrow 4 \text{ nA} \rightarrow 900 \text{ pA} \rightarrow 300 \text{ pA}$

Doležťování s náklonem $\pm 2^\circ$ nebo $\pm 1^\circ$

Finální rozměry lamely cca $10 \mu\text{m} \times 8 \mu\text{m} \times 100 \text{ nm}$

(diskuse artefaktů)

Novinka v přístrojovém vybavení FIB: plasmový zdroj iontů



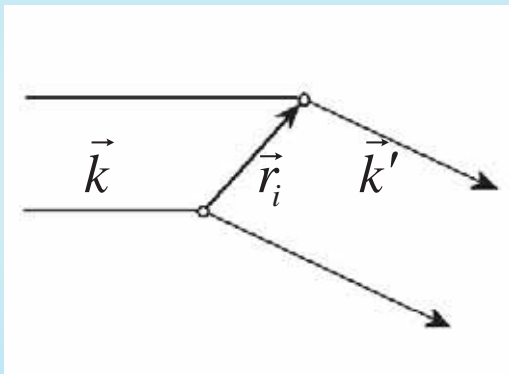
TSV cross section was milled 45 minutes, using Xe beam at 30 kV, 2 μA . Its dimensions are 400 microns long, 100 microns wide and 50 microns deep. Deep fine polishing of 4 vias took 30 minutes. Using ion beam would need approximately 40 hours for rough milling and another at least 10 hours fine polishing.

Pojem elektronové difrakce

vychází z vlnového pojetí elektronu. Letící elektron je ovlivněn potenciálovým polem atomu, změní směr (popř. i rychlost při nepružné srážce).

Rozptyl elektronů na elementární buňce:

Krystal = elementární buňka periodicky opakovaná v prostoru a obsazená atomy (3 délky, 3 úhly, 3N souřadnic atomů)



$$\psi_s(r) = \frac{\exp(2\pi i \vec{k} \cdot \vec{r})}{r} \times \sum_i f_i(\mathcal{G}) \exp\left[2\pi i (\vec{k}' - \vec{k}) \vec{r}_i\right]$$

↑↑
strukturní faktor

K maximální interferenci dochází tehdy, je-li fázový rozdíl

$$2\pi (\vec{k}' - \vec{k}) \vec{r}_i = 2\pi n$$

Vektor v krystalové mřížce s translační periodicitou je

$\vec{r} = n_1\vec{a} + n_2\vec{b} + n_3\vec{c}$, kde \vec{a} , \vec{b} , \vec{c} jsou základní mřížkové vektory (báze krystalové mřížky).

Podmínka interference

$$(\vec{k}' - \vec{k})\vec{r} = n$$

je splněna právě tehdy, když

$$\boxed{\vec{k}' - \vec{k} = \vec{g}}$$
, kde \vec{g} je vektor tzv. reciproké mřížky.

Pomocí vektorové báze v reálném prostoru $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$

definujeme vektorovou bázi v reciprokém prostoru vztahy

$$\vec{a}^* = \frac{\vec{b} \times \vec{c}}{V}, \quad \vec{b}^* = \frac{\vec{c} \times \vec{a}}{V}, \quad \vec{c}^* = \frac{\vec{a} \times \vec{b}}{V}, \quad \text{kde } V = \vec{a} \cdot \vec{b} \times \vec{c}$$

Vlastnosti:

- platí $\vec{a} \cdot \vec{a}^* = \vec{b} \cdot \vec{b}^* = \vec{c} \cdot \vec{c}^* = 1$, ostatní $\square \cdot \square^* = 0$
- transformace je reciproká
- speciální případy bází s vyšší symetrií (viz další strana)
- je snadné ukázat, že skutečně pro každý vektor reciproké mřížky

$$\vec{g}^* = m_1\vec{a}^* + m_2\vec{b}^* + m_3\vec{c}^*$$

platí
$$\vec{g} \cdot \vec{r} = (n_1\vec{a} + n_2\vec{b} + n_3\vec{c}) \cdot (m_1\vec{a}^* + m_2\vec{b}^* + m_3\vec{c}^*) \in \mathbb{Z}$$

V triklinické (monoklinické) soustavě je reciproká mřížka opět triklinická (monoklinická).

Ortorombická, tetragonální a kubická mřížka:

$$\begin{aligned}
 a^* &\parallel a & b^* &\parallel b & c^* &\parallel c \\
 a^* &= 1/a & b^* &= 1/b & c^* &= 1/c \\
 \alpha^* &= \beta^* = \gamma^* & & & &= \pi / 2
 \end{aligned}$$

Hexagonální (a trigonální):

$$\begin{aligned}
 c^* &\parallel c & a^* &\text{ and } b^* &\in (a, b) \\
 a^* &= b^* = 2 / (a\sqrt{3}) & c^* &= 1/c \\
 \alpha^* &= \beta^* = \pi / 2 & \gamma^* &= \pi / 3
 \end{aligned}$$

Braggův vztah

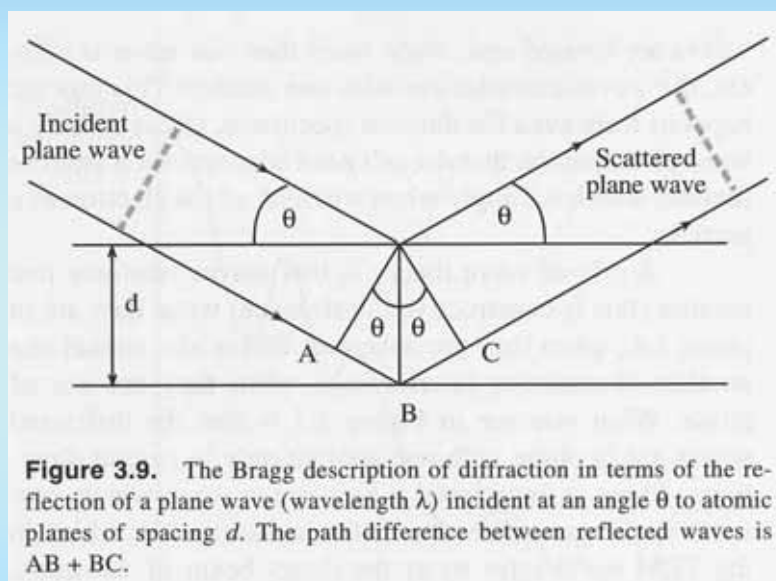
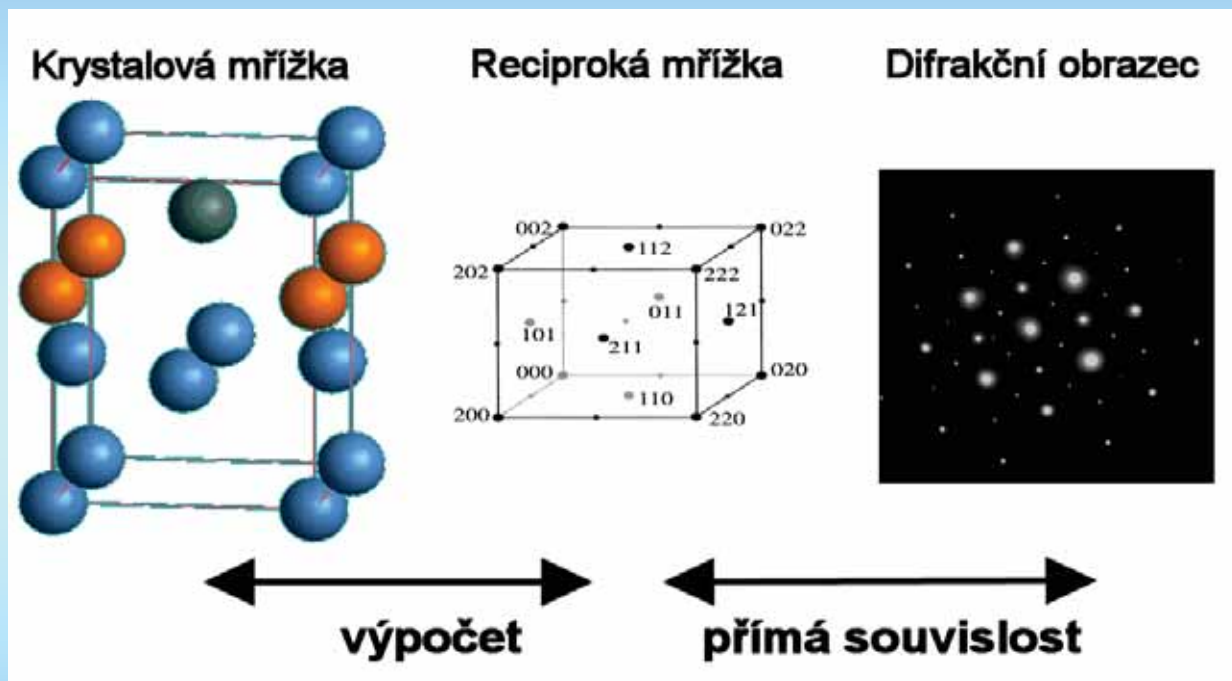
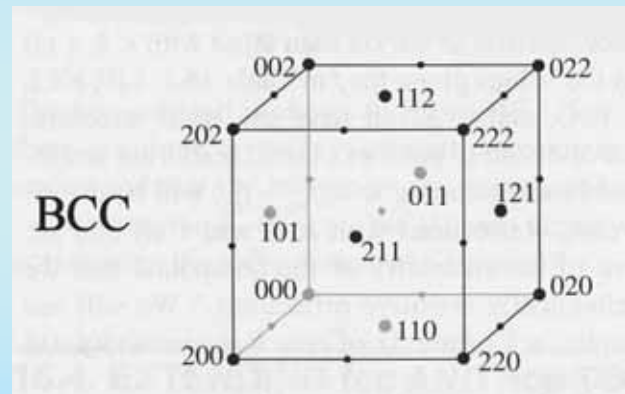
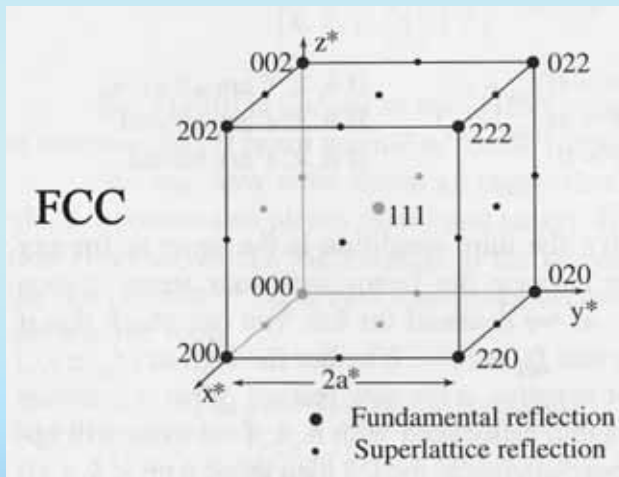


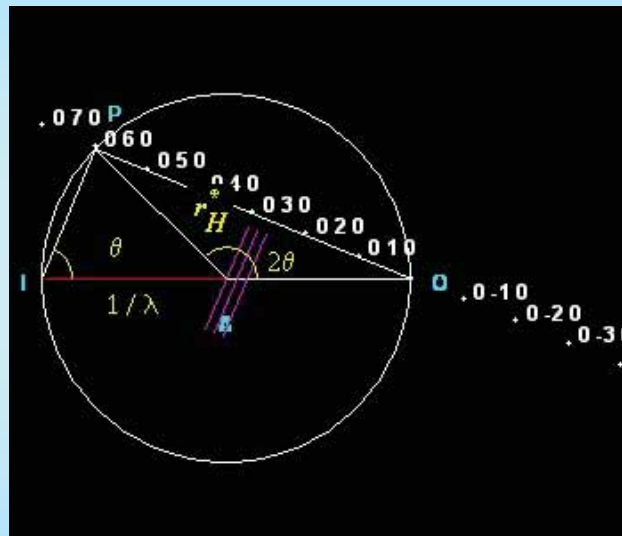
Figure 3.9. The Bragg description of diffraction in terms of the reflection of a plane wave (wavelength λ) incident at an angle θ to atomic planes of spacing d . The path difference between reflected waves is $AB + BC$.

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda$$

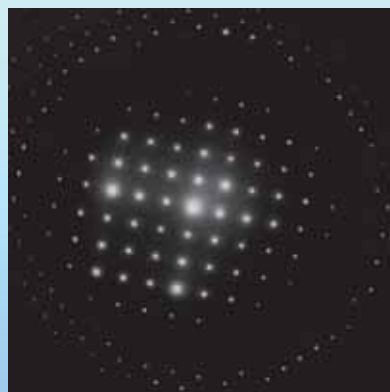
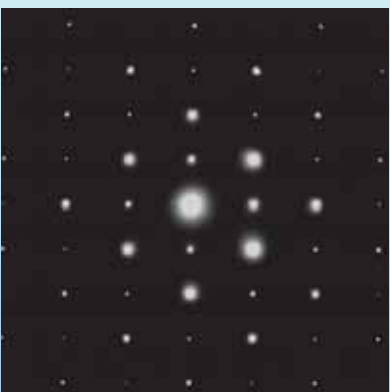
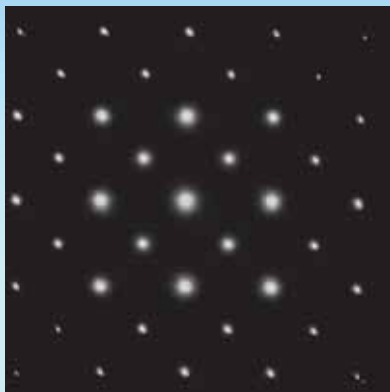
Z popisu krystalu (mřížkové parametry a rozmístění atomů v elementární buňce) jednoznačně vyplývá rozložení a intenzita „bodů“ v reciprokém prostoru.



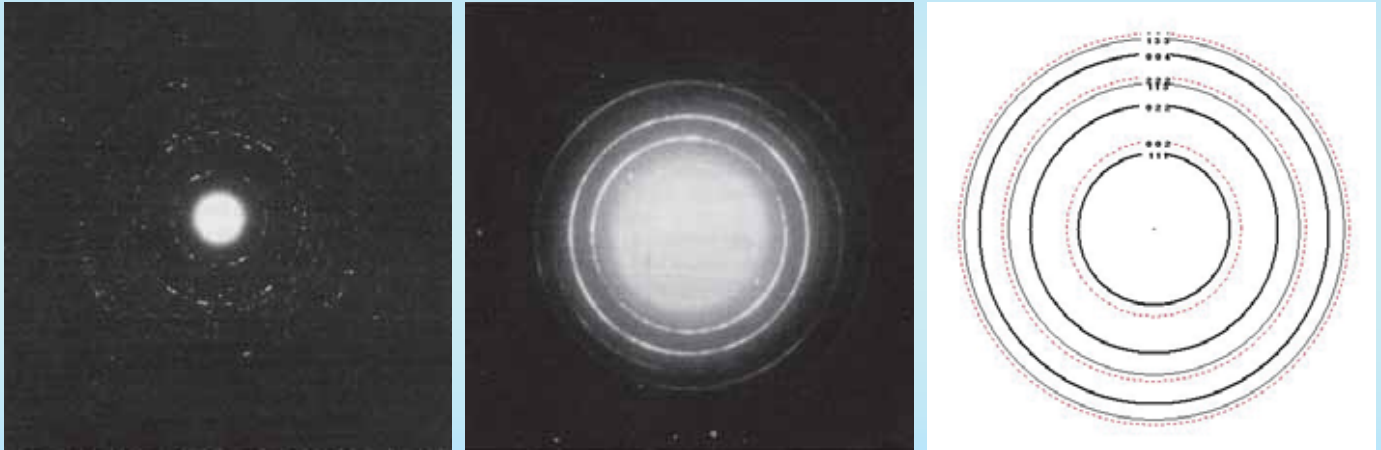
Ewaldova konstrukce



Bodový difraktogram z monokrystalu je *rovinný* řez reciprokou mřížkou (Laueova difrakce).



Na jemnozrnném polykrystalickém vzorku vzniká **kruhový difraktogram** (Debyeova difrakce).



Na **amorfním vzorku** vzniká kruhově symetrický difraktogram se spojitým rozdělením intenzity v radiálním směru:

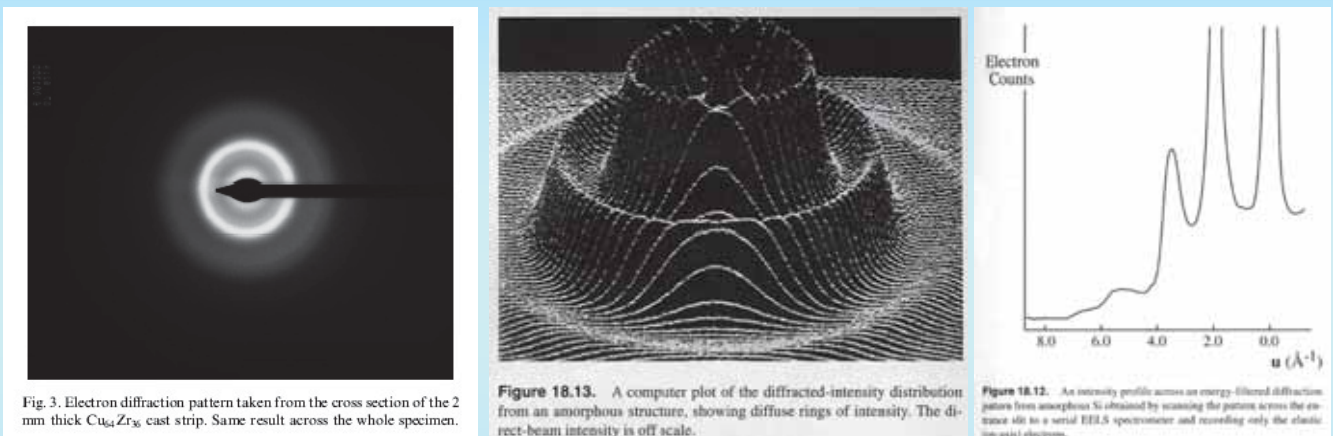


Fig. 3. Electron diffraction pattern taken from the cross section of the 2 mm thick $\text{Cu}_{64}\text{Zr}_{36}$ cast strip. Same result across the whole specimen.

Figure 18.13. A computer plot of the diffracted-intensity distribution from an amorphous structure, showing diffuse rings of intensity. The direct-beam intensity is off scale.

Figure 18.12. An intensity profile across an energy-filtered diffraction pattern from amorphous Si obtained by scanning the pattern across the entrance slit to a serial EELS spectrometer and recording only the elastic (in-axis) electrons.

Průběh radiální distribuce (zejména poloha prvního maxima difraktované intenzity) poskytuje informaci o průměrném počtu nejbližších sousedů a jejich vzdálenosti.

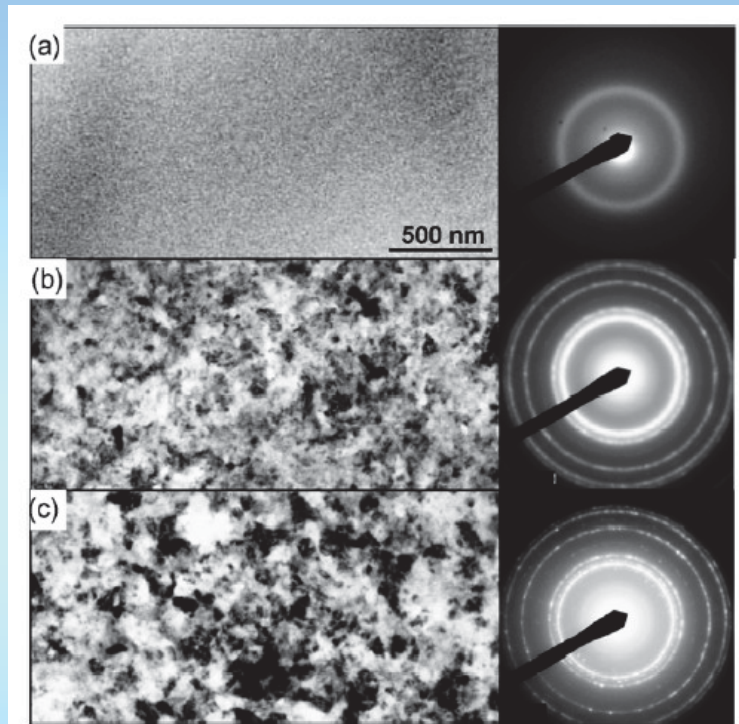


Fig. 3. Plan view transmission electron micrographs (bright field) and corresponding electron diffraction patterns obtained from $Ti_{37}Al_{63}$ thin films (a) as-deposited, (b) annealed at 500 °C, and (c) annealed at 700 °C, in vacuum for 1 h.

Kikuchiovy linie v difrakčních obrazcích

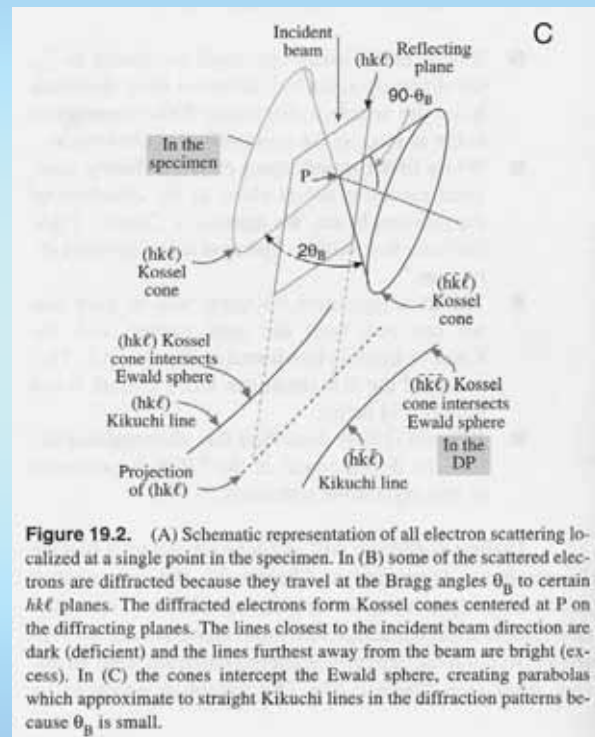
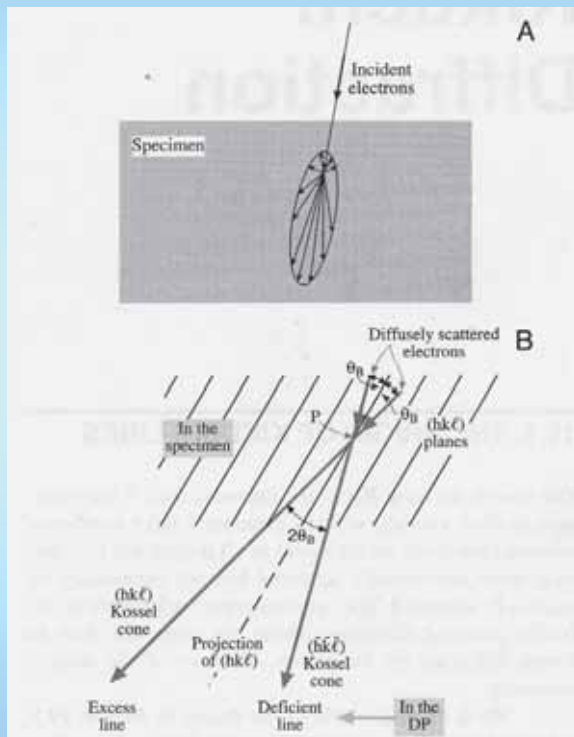
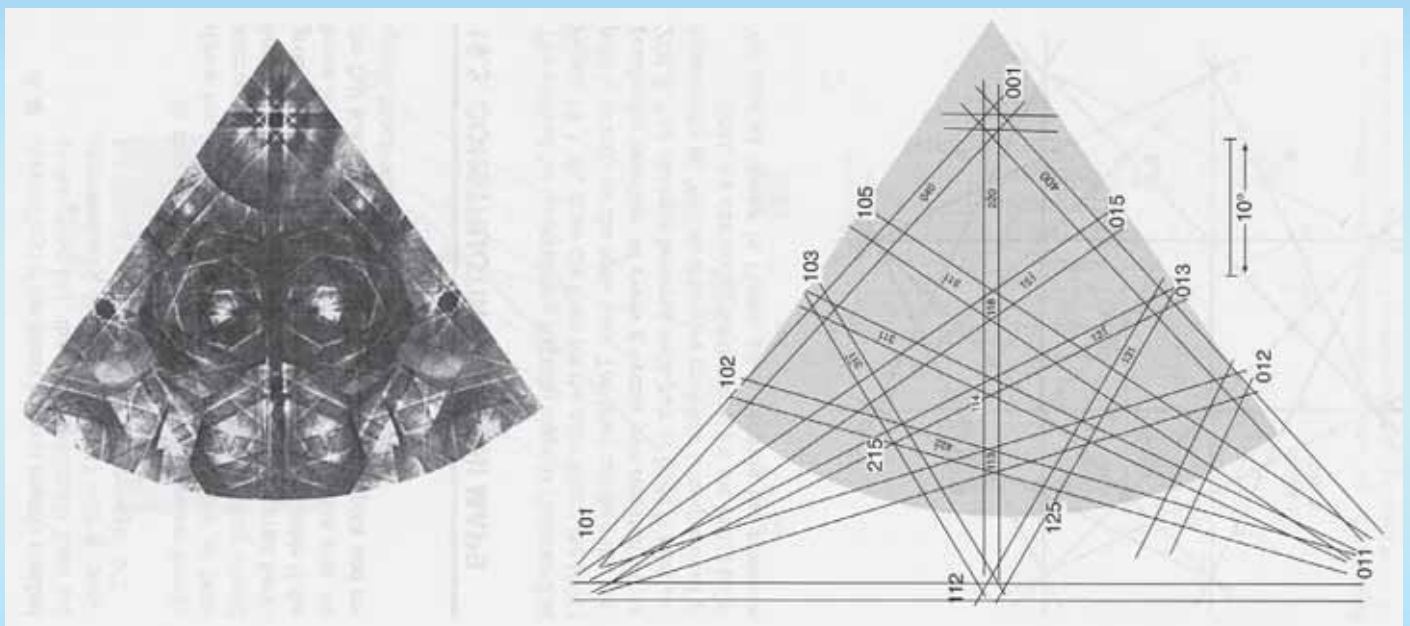
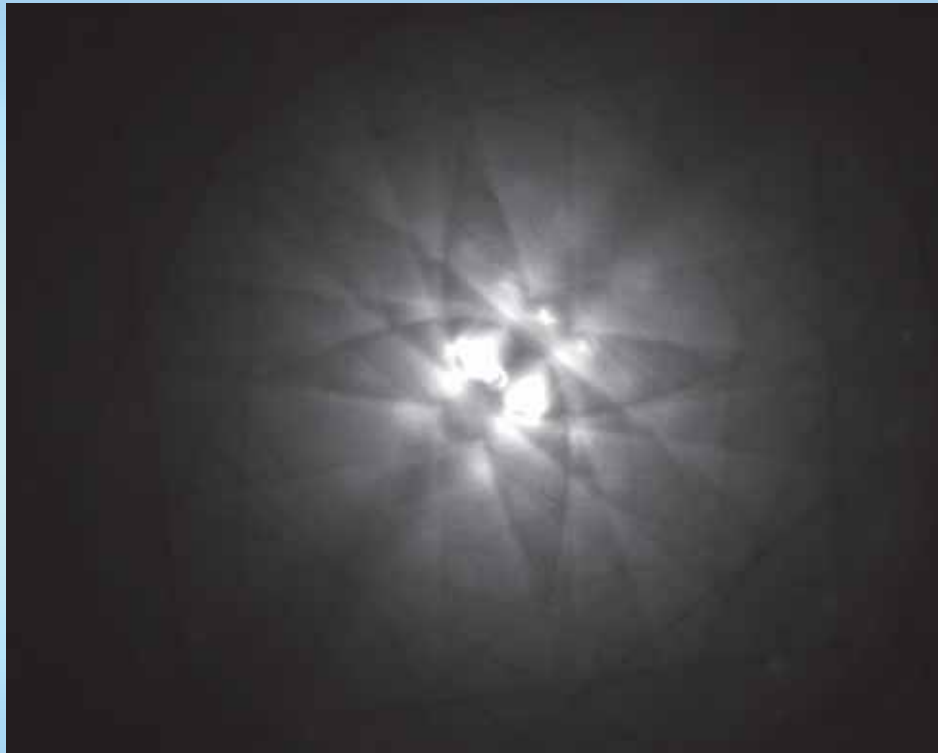
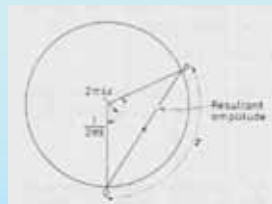
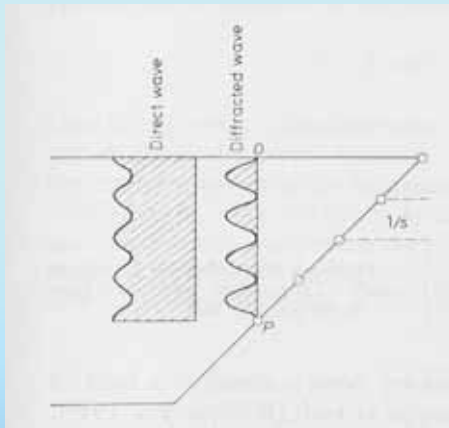


Figure 19.2. (A) Schematic representation of all electron scattering localized at a single point in the specimen. In (B) some of the scattered electrons are diffracted because they travel at the Bragg angles θ_B to certain hkl planes. The diffracted electrons form Kossel cones centered at P on the diffracting planes. The lines closest to the incident beam direction are dark (deficient) and the lines furthest away from the beam are bright (excess). In (C) the cones intercept the Ewald sphere, creating parabolas which approximate to straight Kikuchi lines in the diffraction patterns because θ_B is small.



Kinematická teorie kontrastu v TEM

zavádí tzv. **extinkční hloubku** (délku) a ukazuje, že intenzita je periodickou funkcí tloušťky krystalu.



Amplitudově – fázový diagram

$$\text{Intenzita } I_g \propto \frac{\sin^2(\pi t s_g)}{(s_g \xi_g)^2}$$

t...tloušťka

s_g ...lokální orientace krystalu

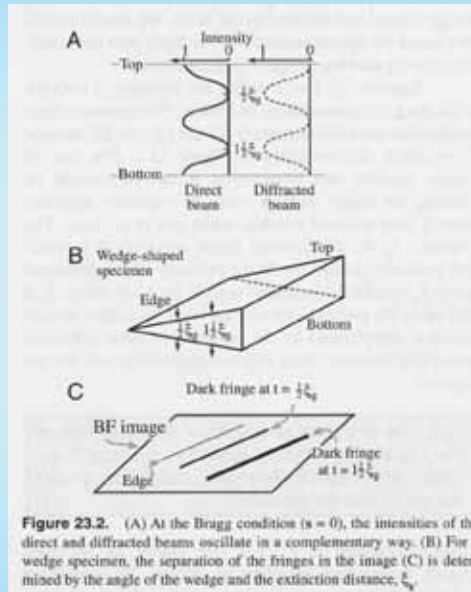
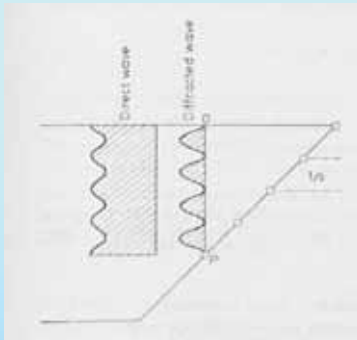
Obrazy ve světlem a tmavém poli jsou v kin. přiblížení komplementární, tj. $I_{BF} = I_{TOT} - I_{DF}$.

V **neporušeném krystalu** jsou názornou demonstrací závěru kinematické aproximace tzv. **tloušťkové extinkční kontury** (**tloušťkové proužky**), často pozorované na okrajích tenké fólie.

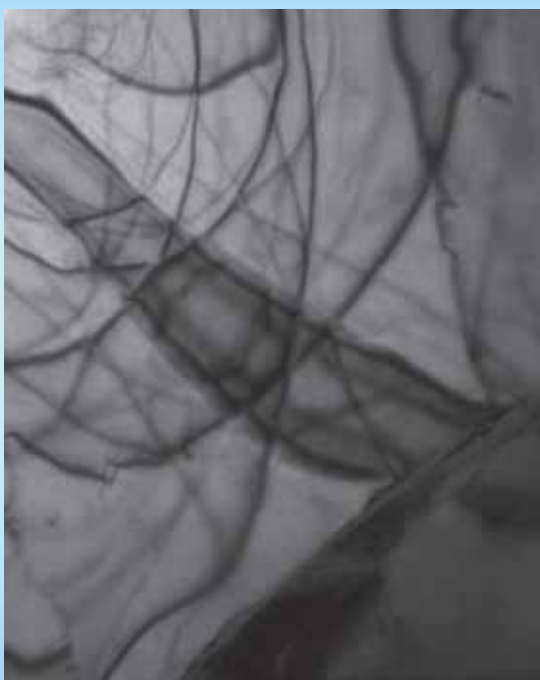
Dále lze na lokálně ohnuté tenké fólii pozorovat tzv. **ohybové extinkční kontury**.

Tloušťkové extinkční kontury

$$I_g \propto \frac{\sin^2(\pi t s_g)}{(s_g \xi_g)^2}$$



Ohybové extinkční kontury



$$I_g \propto \frac{\sin^2(\pi t s_g)}{(s_g \xi_g)^2}$$

Při $t = \text{konst.}$ lze očekávat periodické změny intenzity s orientací. Periodicita je $1/t$. Hlavní kontura spojuje místa kde $s_g = 0$. Další kontury ukazují vedlejší maxima intenzity.

Kontrast na krystalu s poruchami – obecná úvaha

Porucha krystalu: $\vec{r}_n \rightarrow \vec{r}_n + \vec{R}_n \equiv \vec{r}'_n$

$$\frac{d\Phi_g}{dz} = \frac{i\pi}{\xi_g} \exp[2\pi i(\vec{g} + \vec{s}) \cdot (\vec{r} + \vec{R})] = \frac{i\pi}{\xi_g} \exp[2\pi i(\vec{g} \cdot \vec{R} + sz)]$$

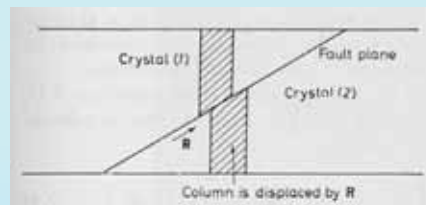
$$\Phi_g = \frac{i\pi}{\xi_g} \int_0^t \exp(2\pi i \vec{g} \cdot \vec{R}) \exp(2\pi i sz) dz; \quad 2\pi \vec{g} \cdot \vec{R} \equiv \alpha$$

α ... změna fáze difraktované vlny způsobená poruchou

(Pro výpočet intenzity je podstatné i to, v jaké hloubce krystalu porucha leží.)

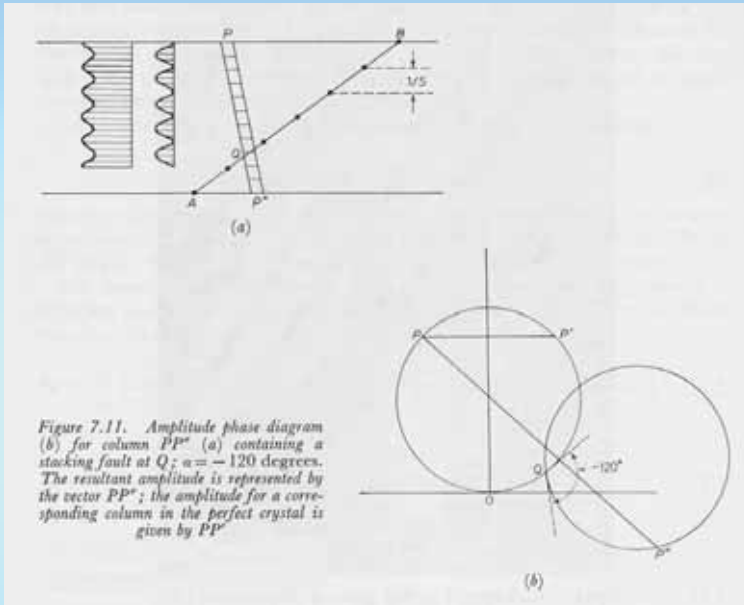
Kontrast na vrstevné chybě

Fcc mřížka je tvořena vrstvením těsně uspořádaných rovin $\{111\}$ ve sledu ABCABC... Vynecháním (přidáním) roviny vytvoříme tzv. intrinsic (extrinsic) vrstevnou chybu popsanou vektorem posunutí $\vec{R} = \pm \frac{a}{3}[111]$ v části krystalu.



$$\Phi_g = \frac{i\pi}{\xi_g} \left[\int_0^{t_1} \exp(-2\pi i sz) dz + \int_{t_1}^t \exp(-2\pi i \vec{g} \cdot \vec{R}) \exp(-2\pi i sz) dz \right]$$

$$I_D = \frac{1}{(\xi_g s)^2} \left[\sin^2 \left(\pi t s + \frac{\alpha}{2} \right) + \sin^2 \frac{\alpha}{2} - 2 \sin \frac{\alpha}{2} \sin \left(\pi t s + \frac{\alpha}{2} \right) \cos 2\pi s \left(\frac{t}{2} - t_1 \right) \right]$$



Pruhy jsou symetrické podle středu fólie, v kinematickém přiblížení je symetrická i intenzita. Opět $I_{BF} = I_{TOT} - I_{DF}$.

Kontrast na šroubové dislokaci

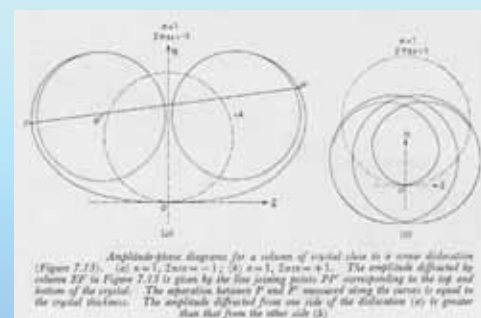
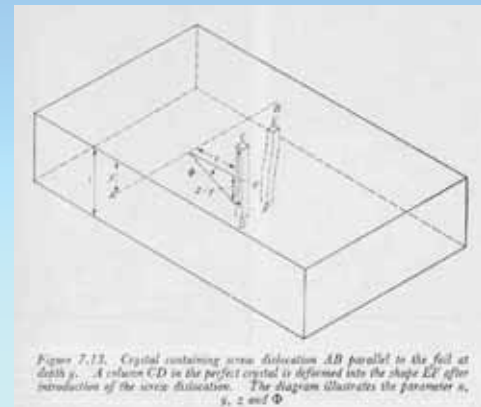
Posunutí R v bodě $P[x, z]$:

$$\vec{R} = \frac{\vec{b}}{2\pi} \arctg \frac{z - z_0}{x}$$

(\vec{b} ... Burgersův vektor dislokace)

$$\Phi_g = \frac{i\pi}{\xi_g} \int_0^t \exp(i \vec{g} \cdot \vec{b} \arctg \frac{z - z_0}{x}) \exp(2\pi i s z) dz$$

Pro $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ kontrast vymizí.



Pro $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ kontrast vymizí:

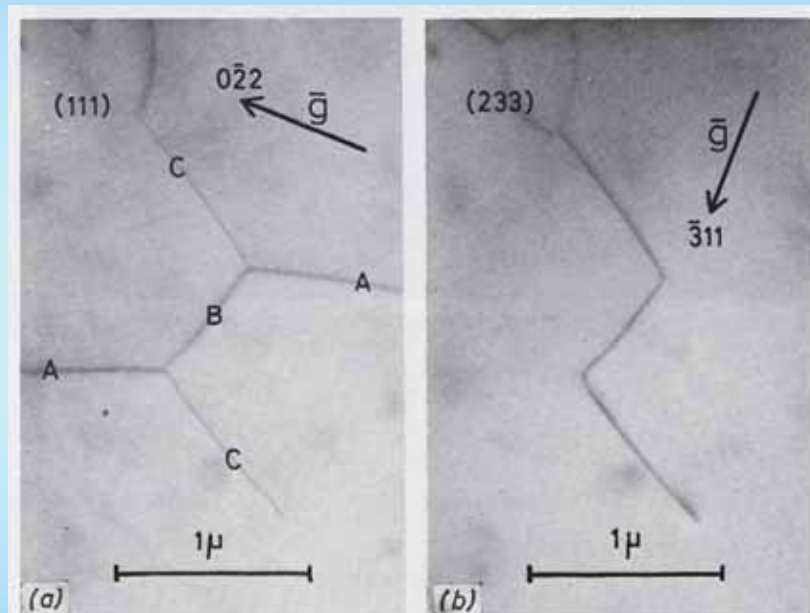


Figure 7.14. Network of dislocations with nearly pure screw character, in Si, lying approximately in a (111) plane. In (a), taken in 022, the dislocations A, B, C are all visible; in (b), taken in 311, the image of dislocations A vanishes, which is consistent with a screw dislocation with Burgers vector $\frac{1}{2}[0\bar{1}1]$. Using other reflections dislocations B and C were also found to be nearly screws with Burgers vectors $\frac{1}{2}[101]$ and $\frac{1}{2}[\bar{1}10]$

Kontrast na hranové dislokaci

Složitější vztah pro R, schematicky

$$\vec{R} = \vec{b} \cdot A(\Phi) + \vec{b} \times \vec{u} \cdot B(r, \Phi)$$

$$\alpha = 2\pi[\vec{g} \cdot \vec{b} \cdot A(\Phi) + \vec{g} \cdot \vec{b} \times \vec{u} \cdot B(r, \Phi)]$$

Podmínky vymizení kontrastu:

$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ vymizení hlavního kontrastu

$\frac{1}{8} \vec{g} \cdot \vec{b} \times \vec{u} \leq 0.08$ prakticky mizí vedlejší, zbytkový kontrast

($\vec{g} \cdot \vec{b} \times \vec{u} = 0$, je-li skluzová rovina \parallel rovina fólie)

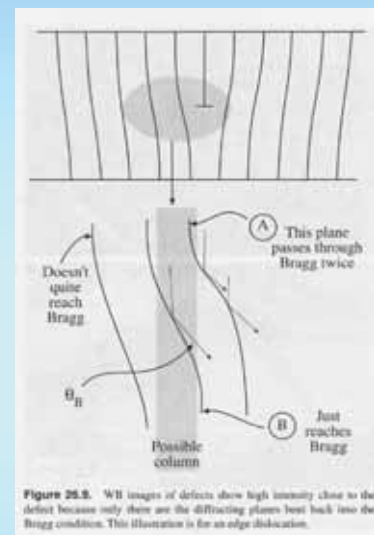
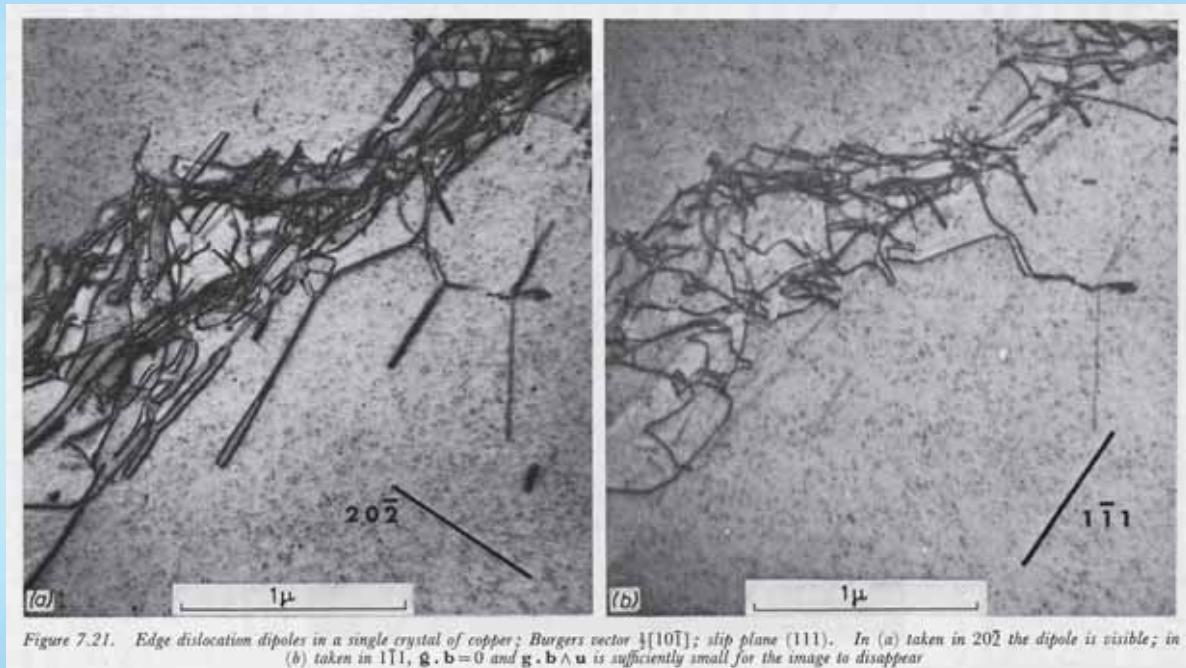


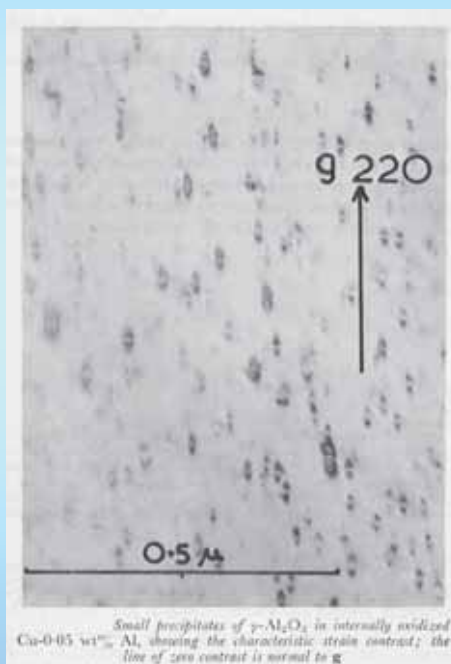
Figure 28.8. WB images of defects show high intensity close to the defect because only there are the diffracting planes bent back into the Bragg condition. This illustration is for an edge dislocation.

Příklad analýzy charakteru dislokací



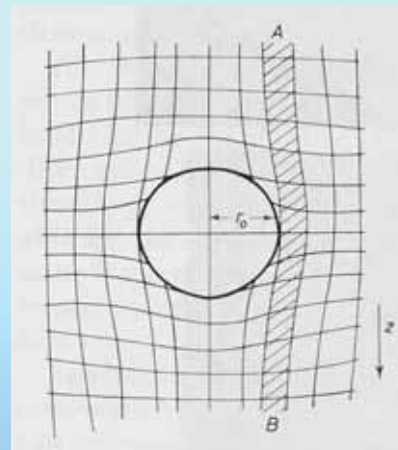
Kontrast na precipitátech

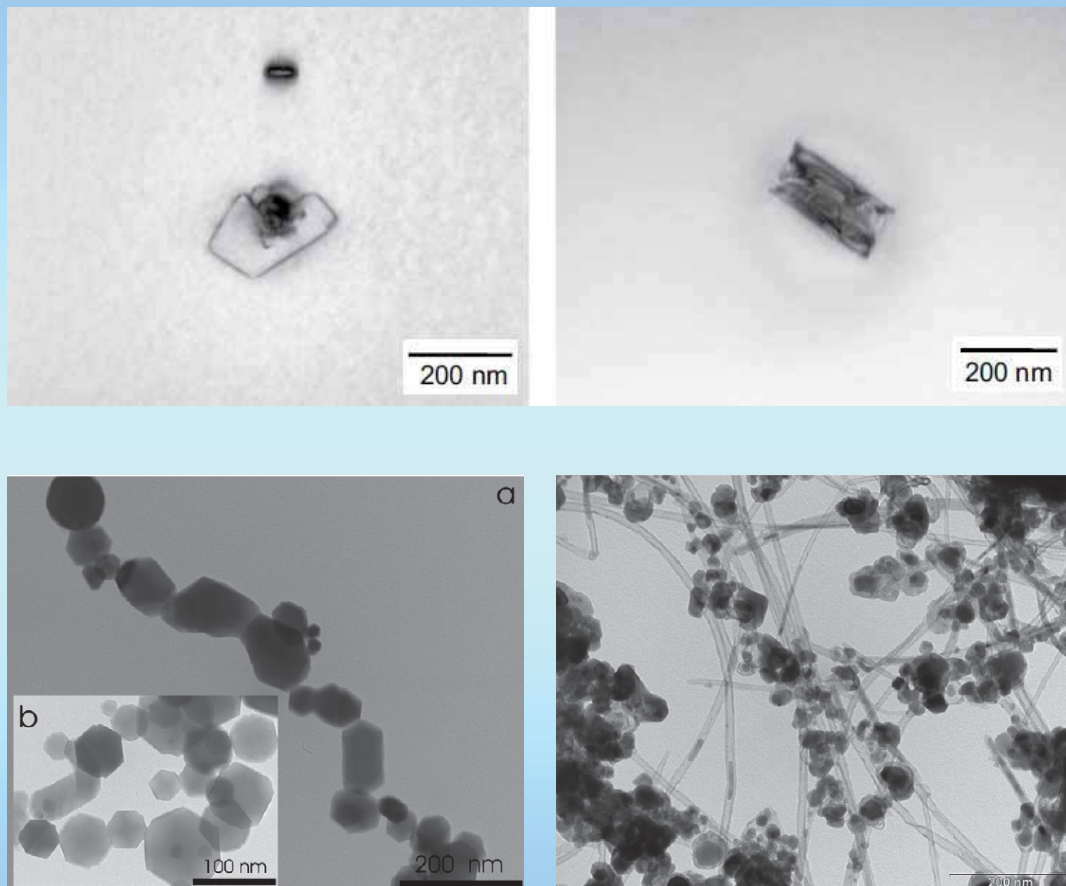
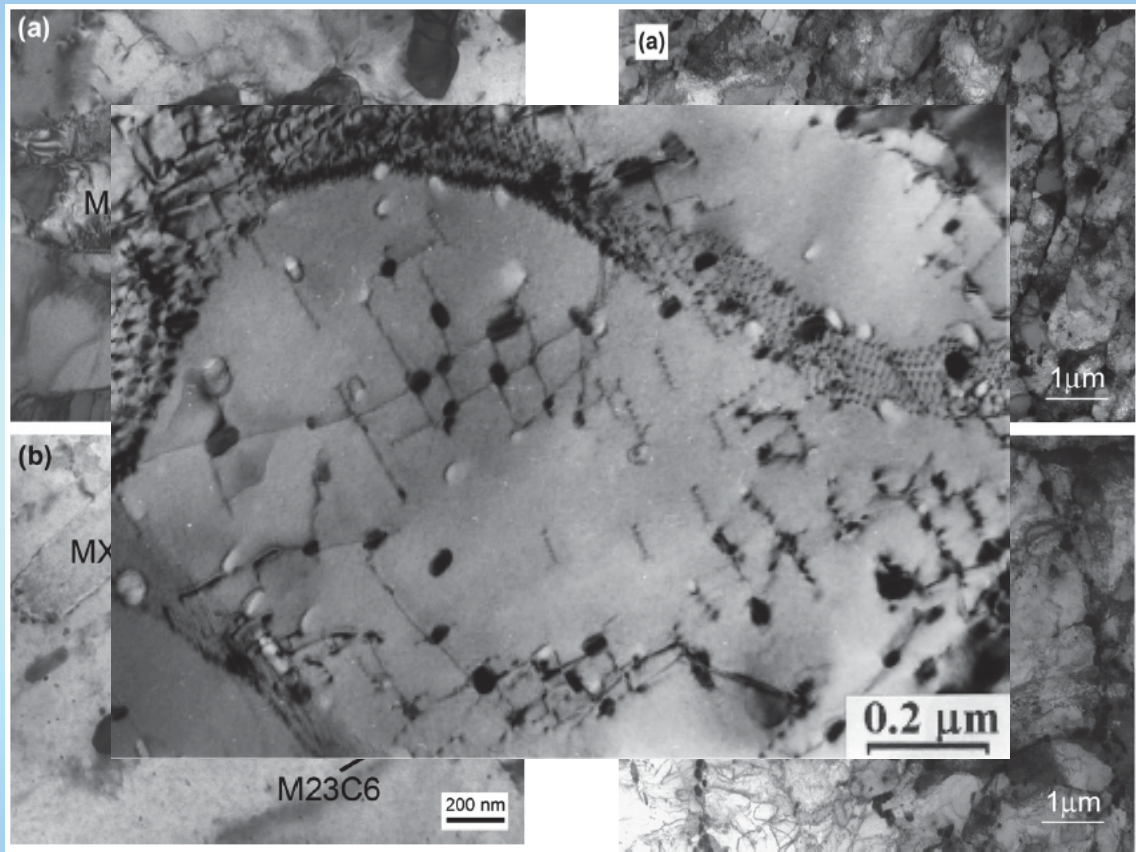
Sférická částice \gg radiální posunutí $R = \epsilon r_0^3 / r^2$, $r \geq r_0$



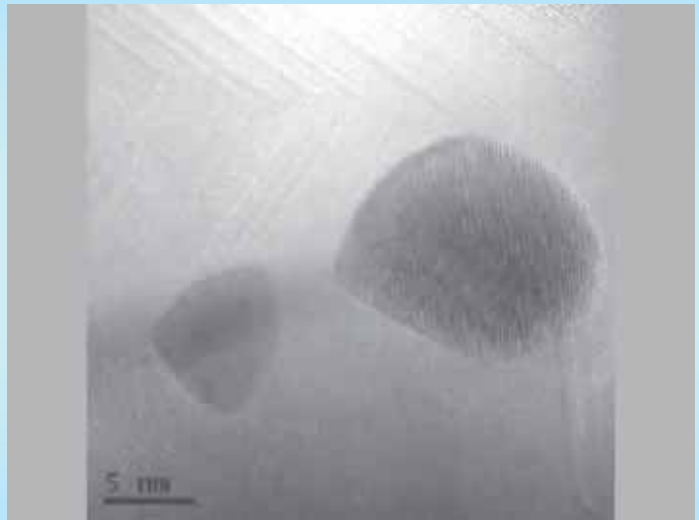
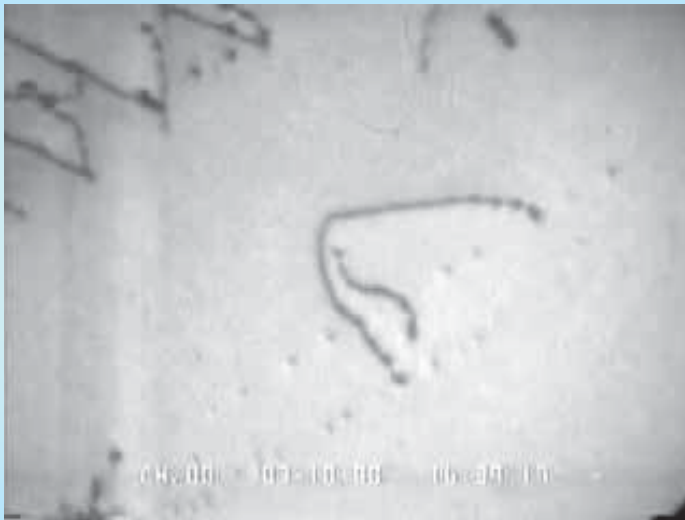
$$\alpha = 2\pi \mathbf{g} \cdot \mathbf{R} = 2\pi \epsilon g r_0^4 (r_0^2 + z^2)^{-3/2}$$

$$\Delta I = 4\pi^2 \epsilon g r_0^2 / (\xi_g^2 s)$$



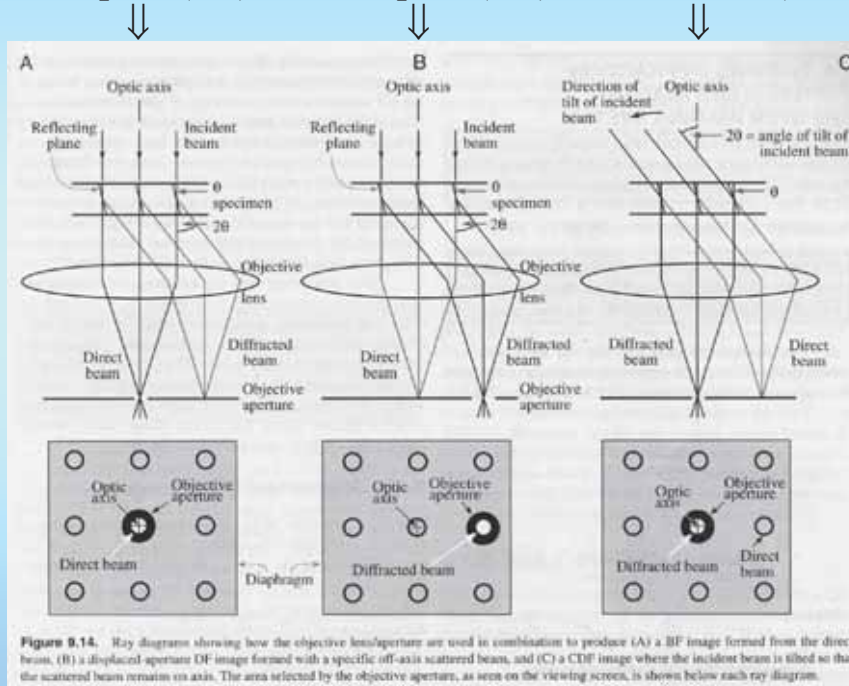


In situ TEM: speciální držáky pro deformaci, pro ohřev vzorku, ...



Zobrazení v tmavém poli (Dark Field)

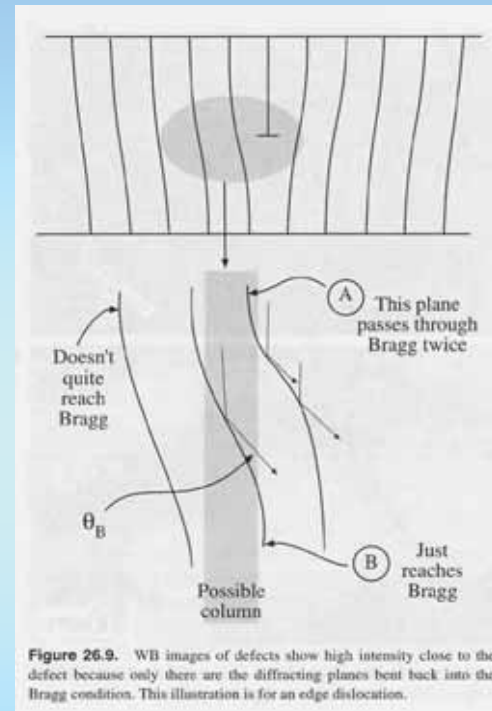
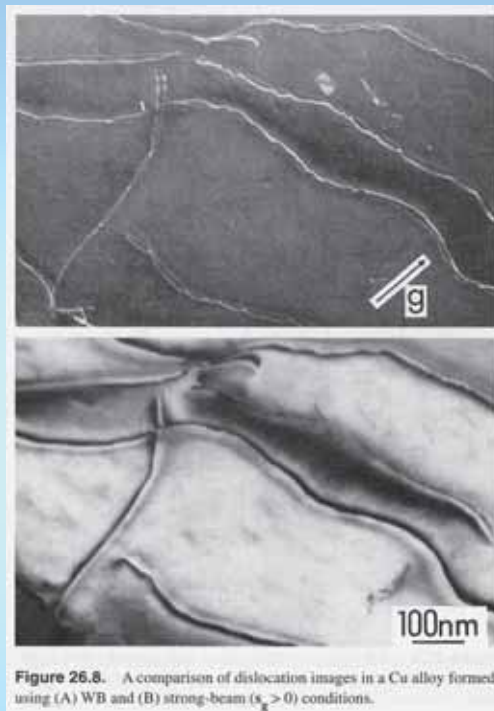
světlé pole (BF) tmavé pole (DF) středěné DF (CDF)



Výhoda (C)DF:

obecně nižší intenzita, ale lepší kontrast obrazu

Možnost pozorování např. rozštěpení dislokací, dislokačních interakcí, konfigurace hustých dislokačních spleteí.



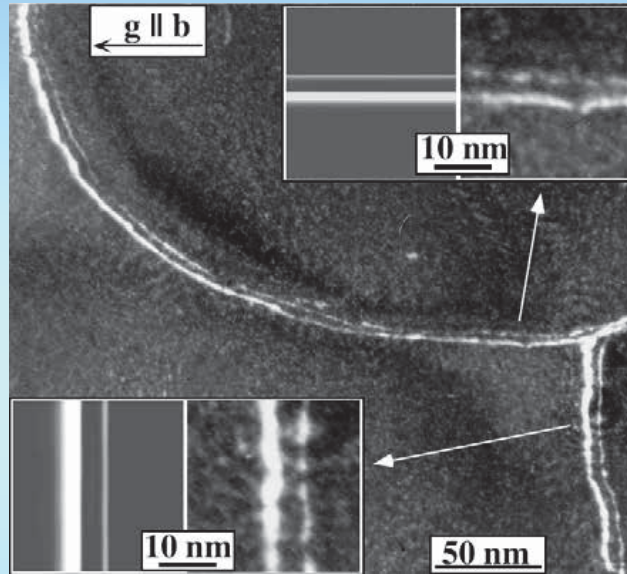
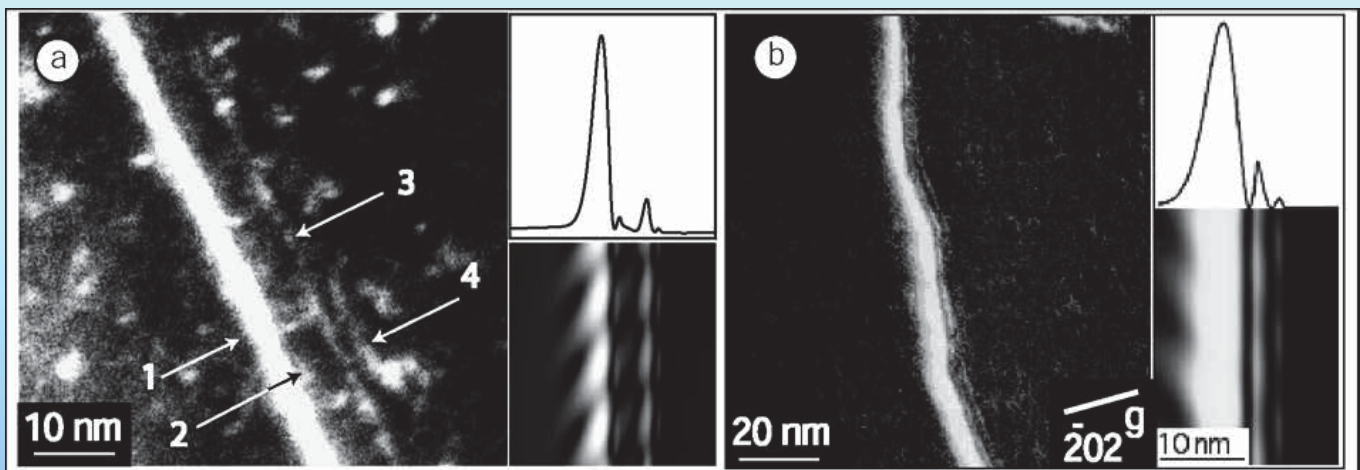
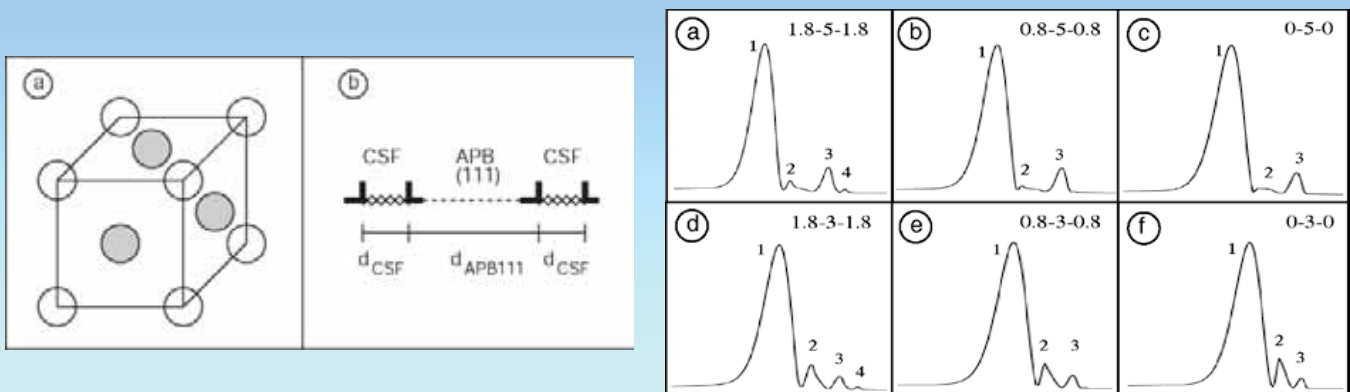
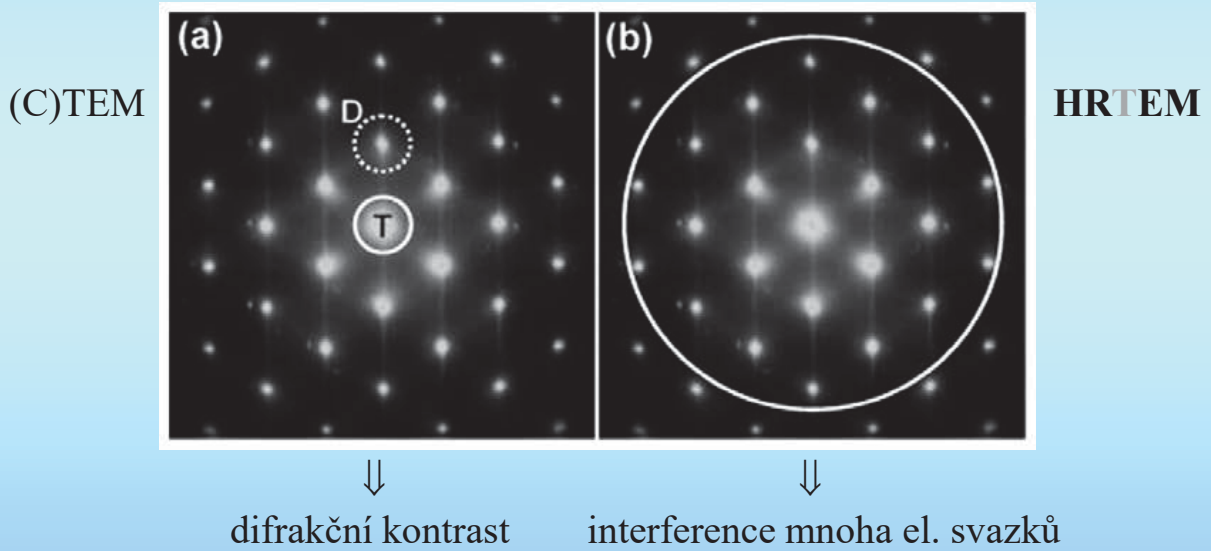


Fig. 2.5 $\text{Ni}_3(\text{Al,Hf})$, (010) plane, beam direction [151], $g = \bar{2}02$, $g(3.8g)$, deformation temperature 683K.
Rozštěpení dislokací: 5.2 nm

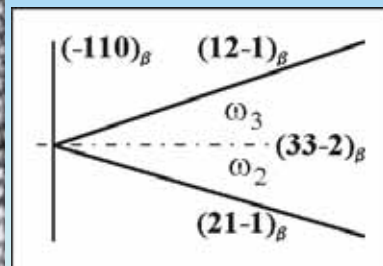


Vysokorozlišovací elektronová mikroskopie (HREM).

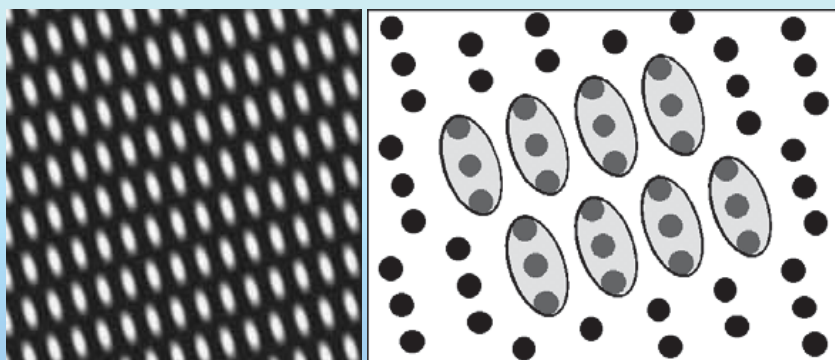
Velikost objektivové clony:



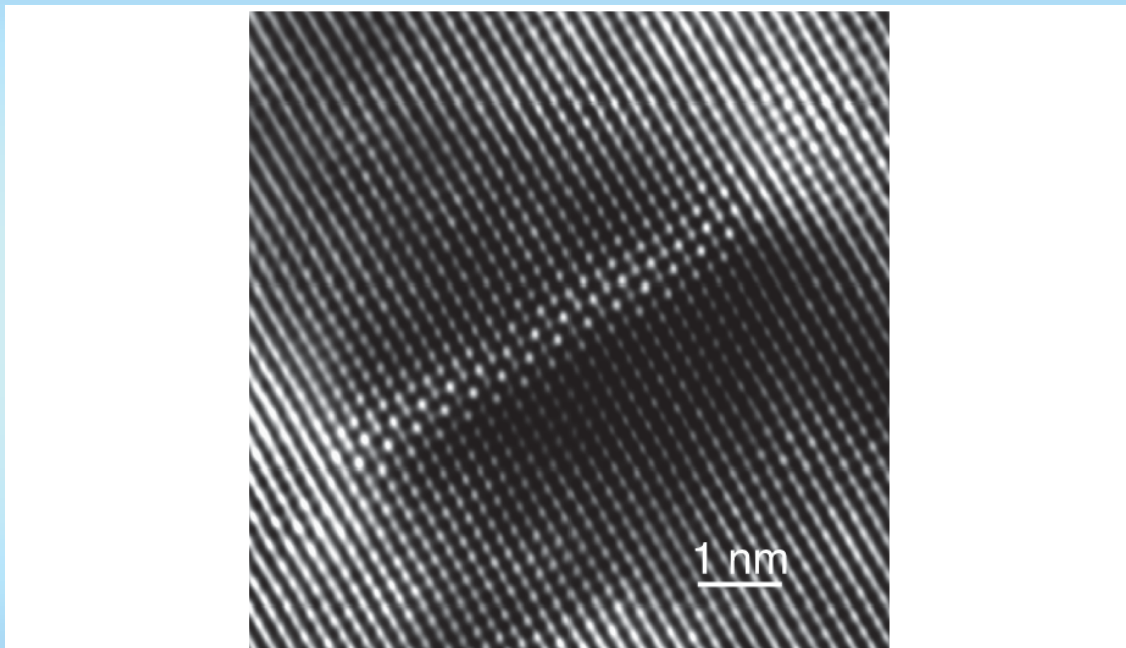
(pokrač.)



simulace obr.

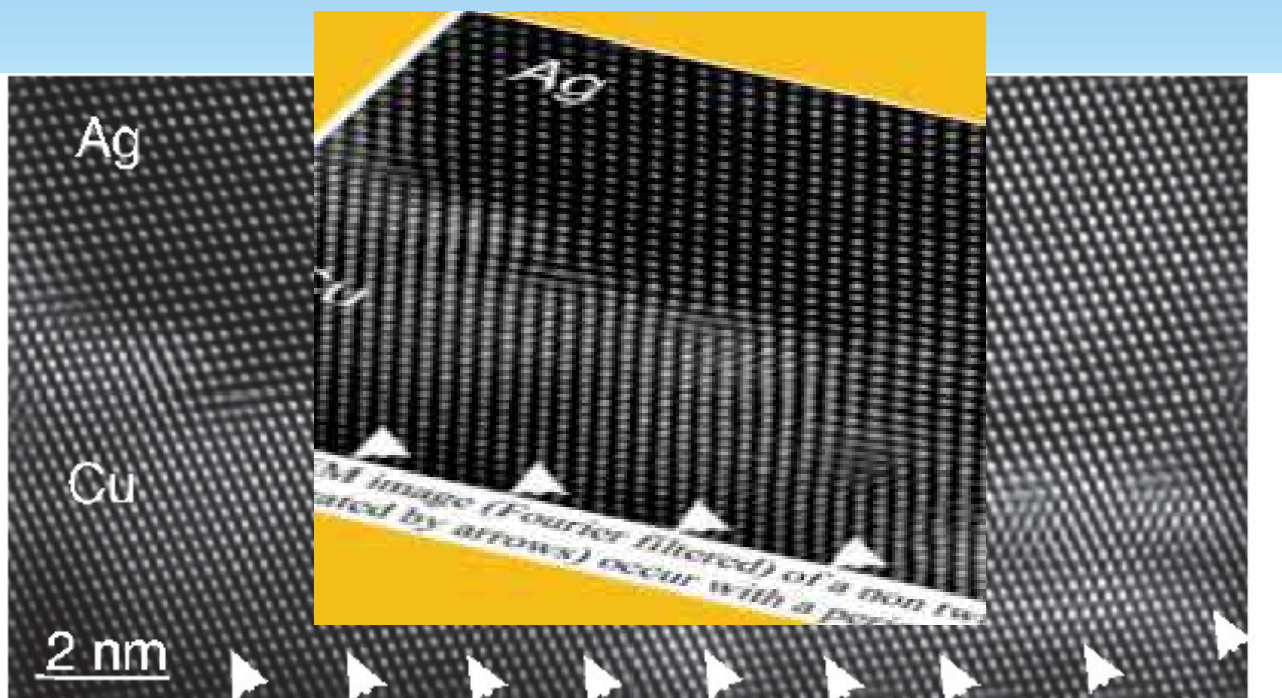


Velmi tenký precipitát (3-4 atomové vrstvy) v Al matrici:



HRTEM image (Fourier filtered) of a MgSi precipitate formed during 8 days of RT ageing in an Al matrix; it consists of 3-4 monolayers of MgSi.

Pole hranových 'misfitových' dislokací na rozhraní fází:



HRTEM image (Fourier filtered) of a non twinned interface; periodically arranged misfit dislocations (indicated by arrows) occur with a periodicity of about 9 atomic spacings; $BD = [110]$.

Pozorování migrace hranice zrn na atomární úrovni!

