

# Praktické úlohy TEM

## Stanovení parametrů mikroskopu

## Metoda slabých svazků

## Kvalitativní úlohy TEM využívající kontrastu:

- Burgersův vektor dislokací (velikost, směr, smysl)
- energie vrstevné chyby

## Kvantitativní úlohy TEM (stereologie):

- tloušťka fólie
- hustota dislokací
- topologické parametry sekundárních fází

## Stanovení parametrů mikroskopu

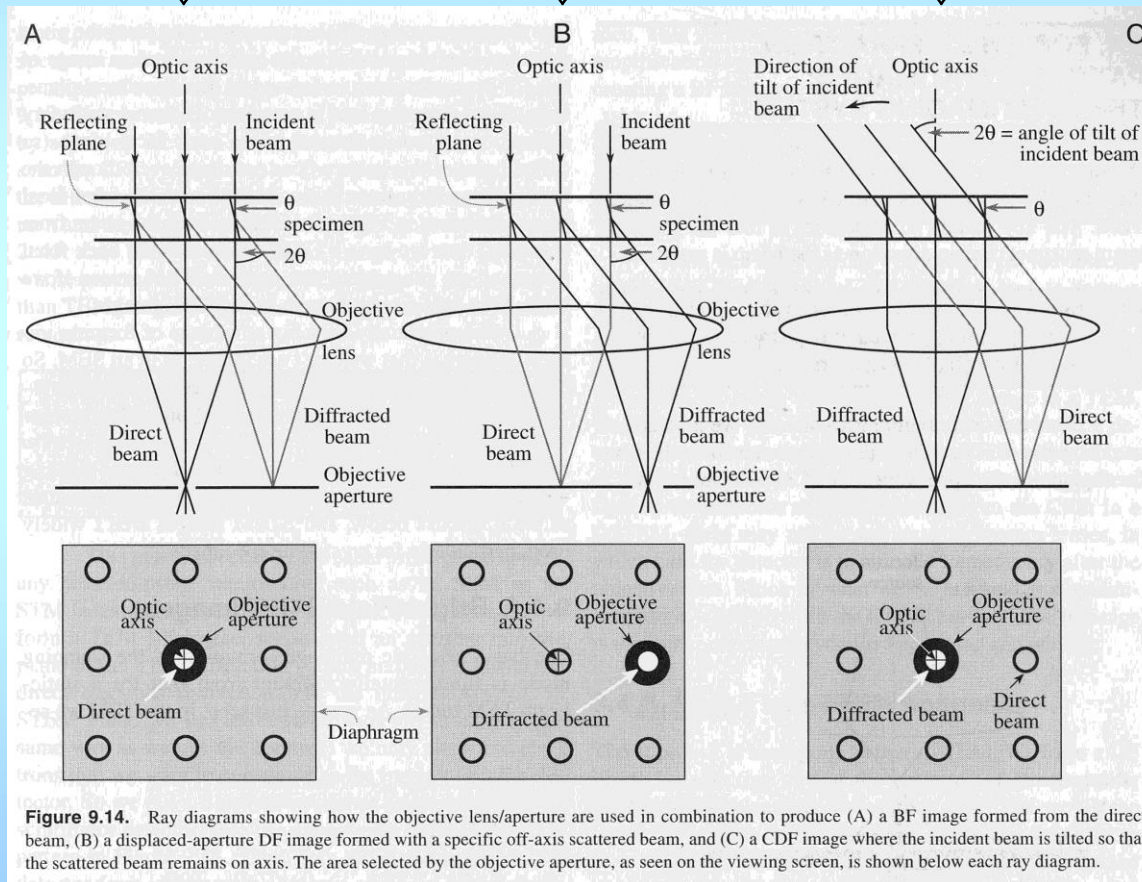
Kalibrace zvětšení: na různých standardech (Cu, Ni nebo Au sítkách, polymerových kuličkách přesného průměru, latexových kuličkách, uhlíkových replikách s mřížkami), pro vysoká zvětšení lze použít snímky HREM materiálů známých mřížkových parametrů (Crocidolite, grafit, Au).

Kalibrace délky kamery (L) v difrakčním módu: na standardech (napařené vrstvy Au či Al).

Kalibrace vzájemného stočení obrazu a difrakce: např. na malých krystalech  $\text{MoO}_3$  (ortorombická soustava, rovné fazety kolmé na [100]) (\*)

# Zobrazení v tmavém poli (Dark Field)

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

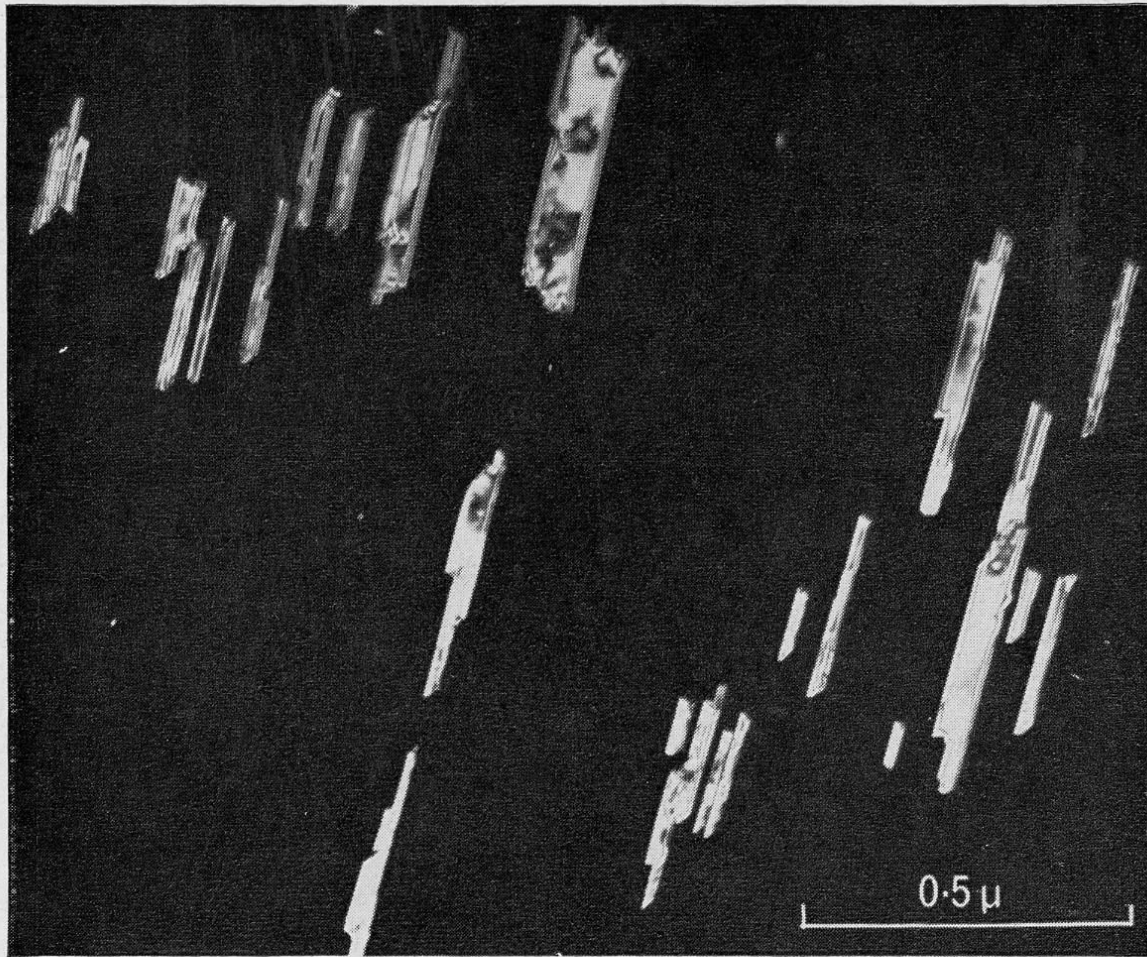


**Figure 9.14.** Ray diagrams showing how the objective lens/aperture are used in combination to produce (A) a BF image formed from the direct beam, (B) a displaced-aperture DF image formed with a specific off-axis scattered beam, and (C) a CDF image where the incident beam is tilted so that the scattered beam remains on axis. The area selected by the objective aperture, as seen on the viewing screen, is shown below each ray diagram.

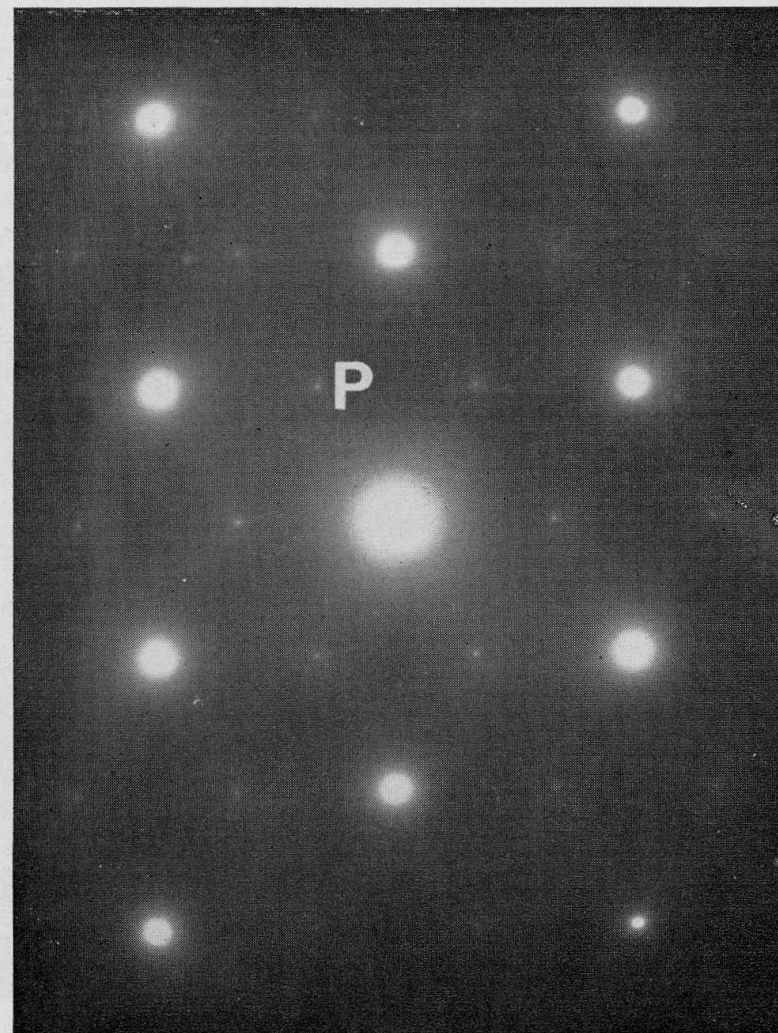
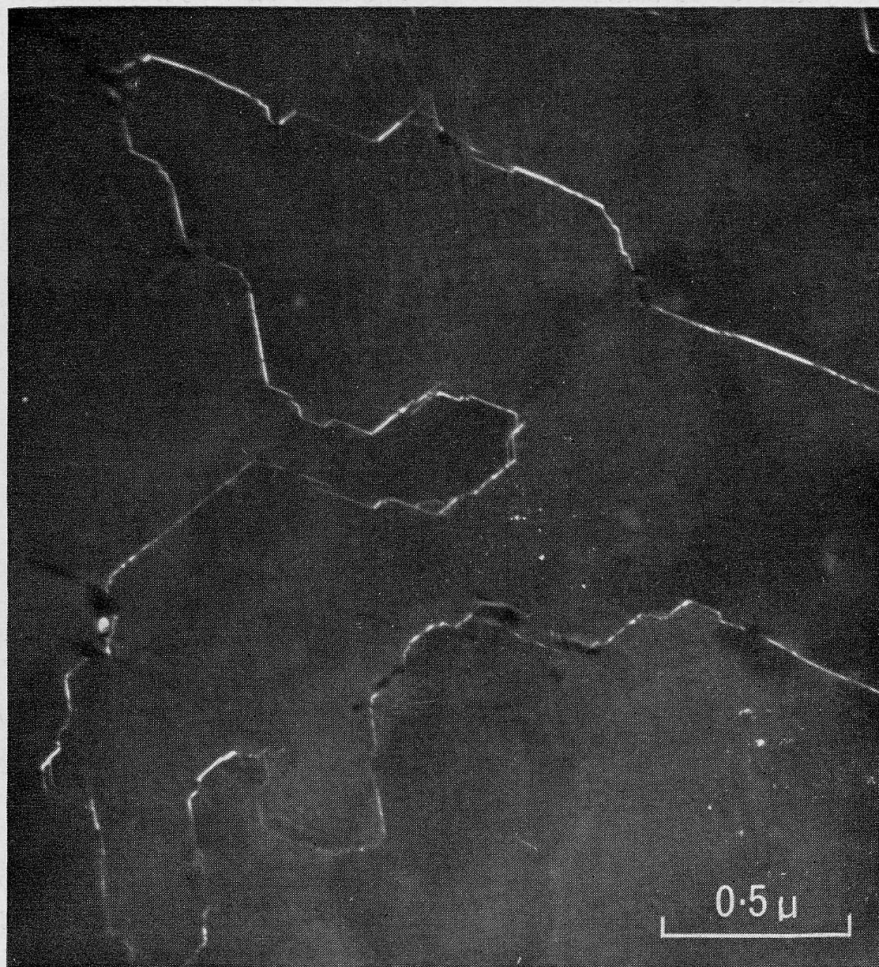
CDF má oproti DF výhodu menšího vlivu optických vad (používá axiální chod elektronů pod vzorkem).

### Účel použití (C)DF:

- vizualizace oblastí stejné orientace (např. větších precipitátů sekundární fáze, dvojčat) (\*)
- přiřazení strukturních objektů vybrané difrakční stopě (přesnější než v BF, odstraňuje možnou odchylku mezi místem vybraným clonou a místem difraktujícím) (\*)
- vizualizace velikosti malých krystalitů druhé fáze, **obecně nižší intenzita, ale lepší kontrast obrazu**
- kombinace obrazů (C)DF + BF je někdy potřebná ke stanovení povahy objektu (vrstevné chyby, dislokační smyčky apod.)



*Tilted dark-field image of (111) twins in an evaporated single crystal gold film*



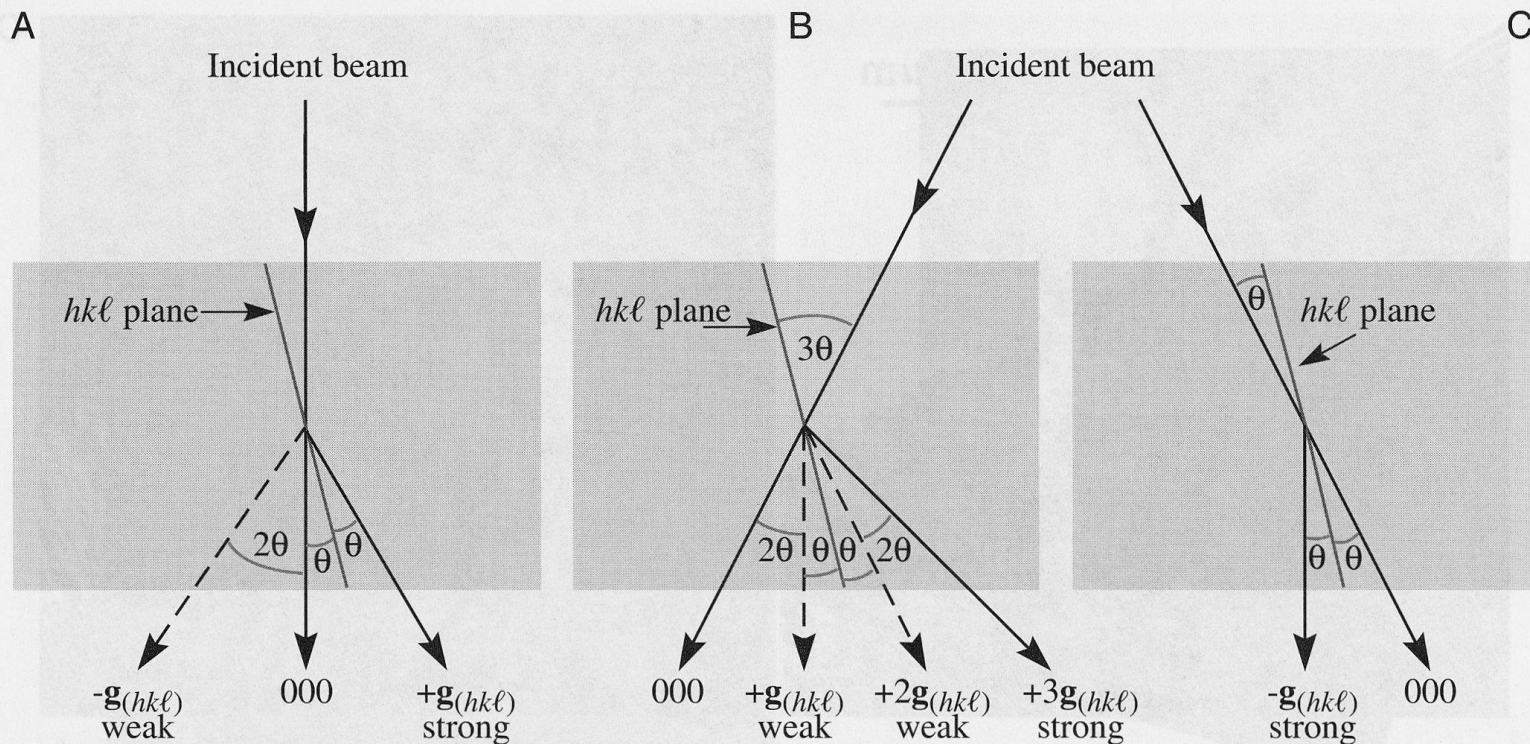
*Double positioning boundaries in a (111) gold film, shown in a dark-field image formed by spot P of Figure 13.11*

# Metoda slabého svazku (Weak Beam)

BF  
⇓

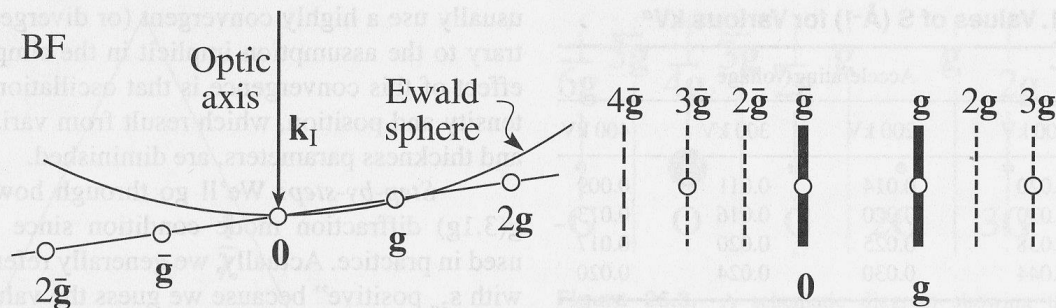
WB DF  
⇓

strong beam CDF  
⇓

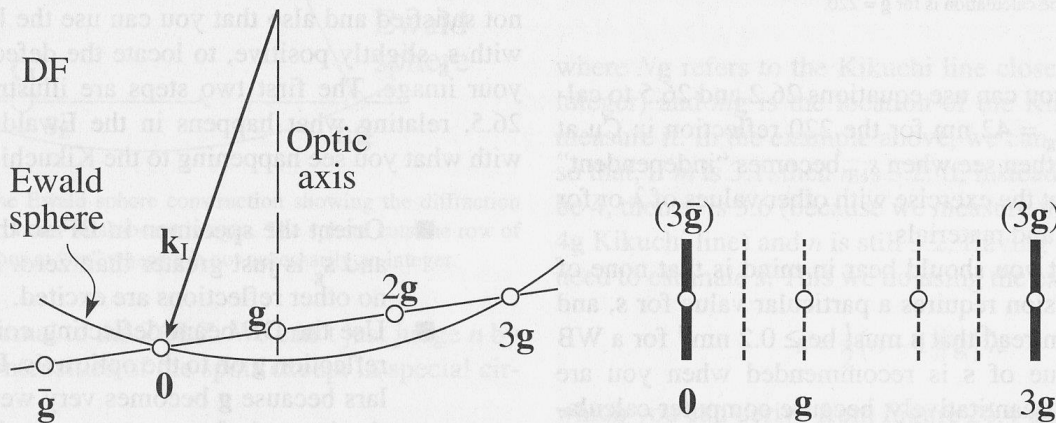


**Figure 22.18.** (A) Standard two-beam conditions involve the  $000$  spot and the  $hkl$  spot bright because one set of  $hkl$  planes is exactly at the Bragg condition. (B) When the incident beam is tilted through  $2\theta$  so that the excited  $g_{hkl}$  spot moves onto the optic axis, the  $g_{hkl}$  intensity decreases because the  $g_{3h3k3l}$  spot becomes strongly excited. (C) To get a strong  $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$  spot on axis for a CDF image, it is necessary to set up a strong  $g_{hkl}$  condition first of all, then tilt the initially weak  $g_{\bar{h}\bar{k}\bar{l}}$  spot onto the axis.

BF:



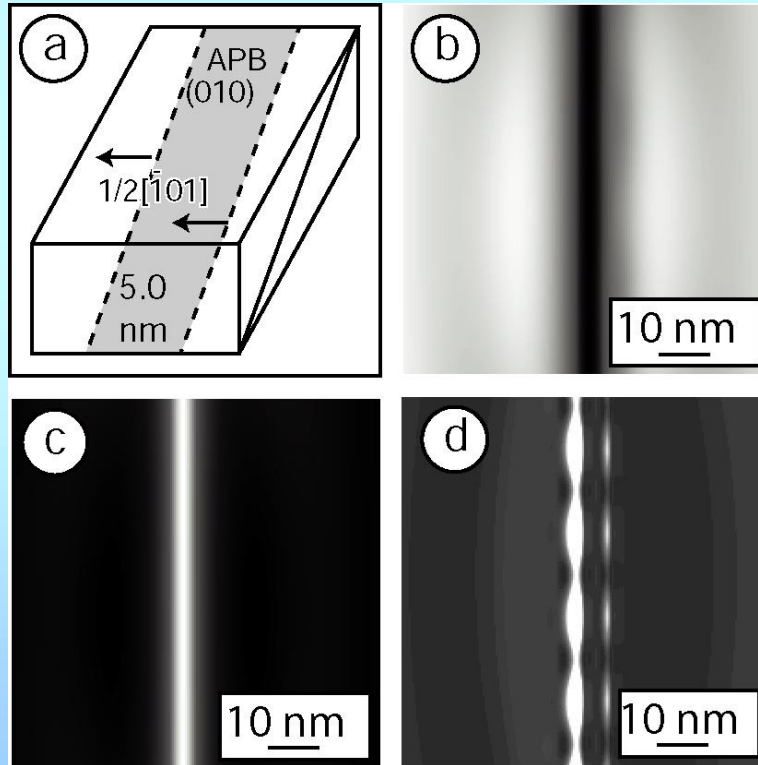
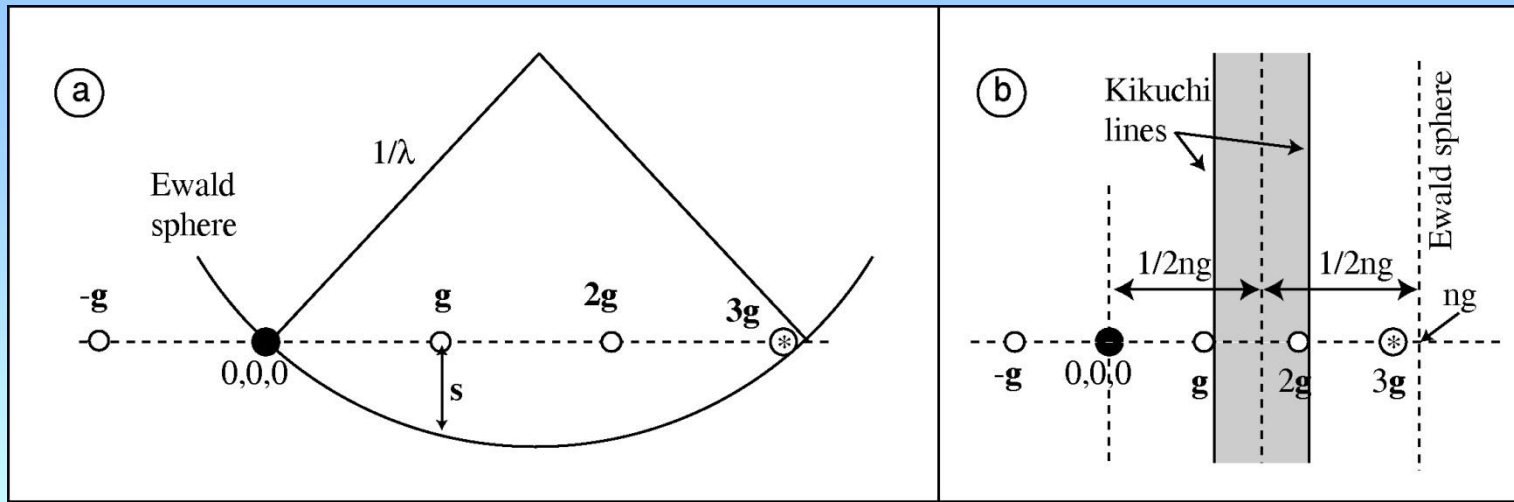
WB:



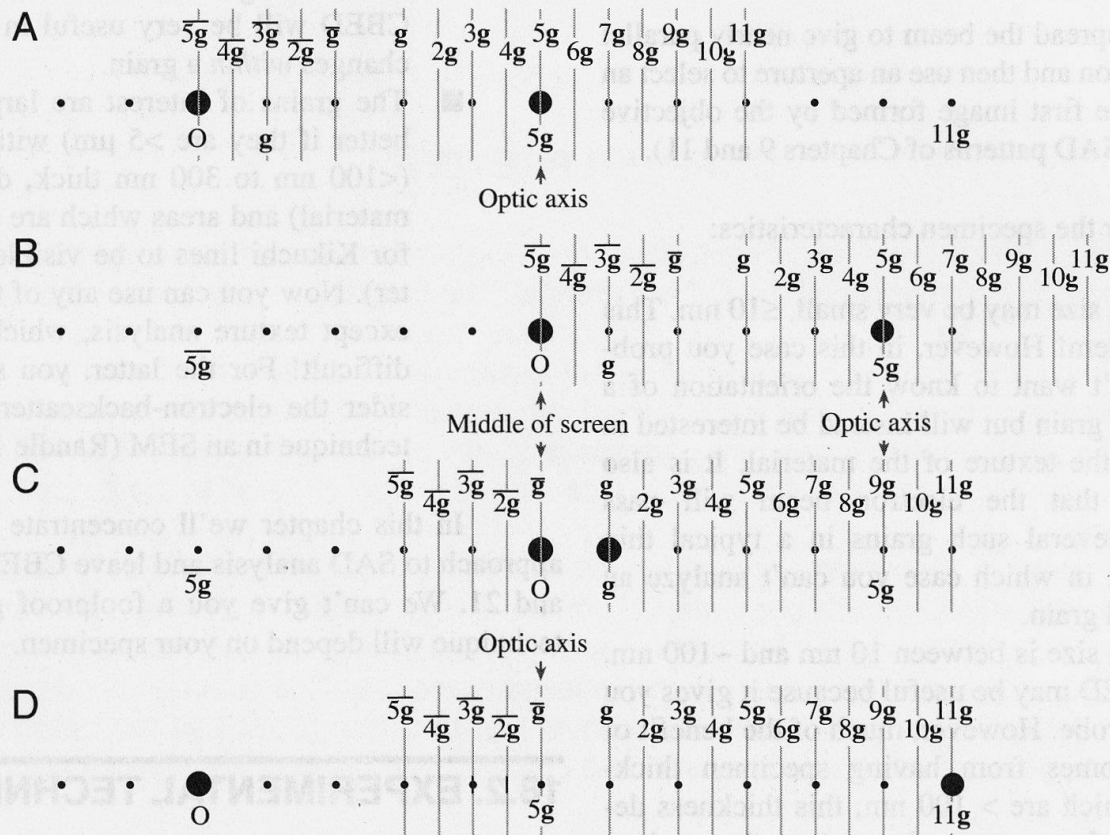
**Figure 26.5.** Relationship between the orientation of the Ewald sphere and the position of the Kikuchi lines for the  $0(g)$  (upper) and  $g(3g)$  (lower) diffraction conditions. The two pairs of diagrams are related by tilting the beam; the specimen has not tilted so the position of the Kikuchi lines is unchanged.

velká odchylna  $s_g \Rightarrow$  slabá reflexe





# Jiný příklad – postup nastavení WB 5g(11g):



náklon svazku

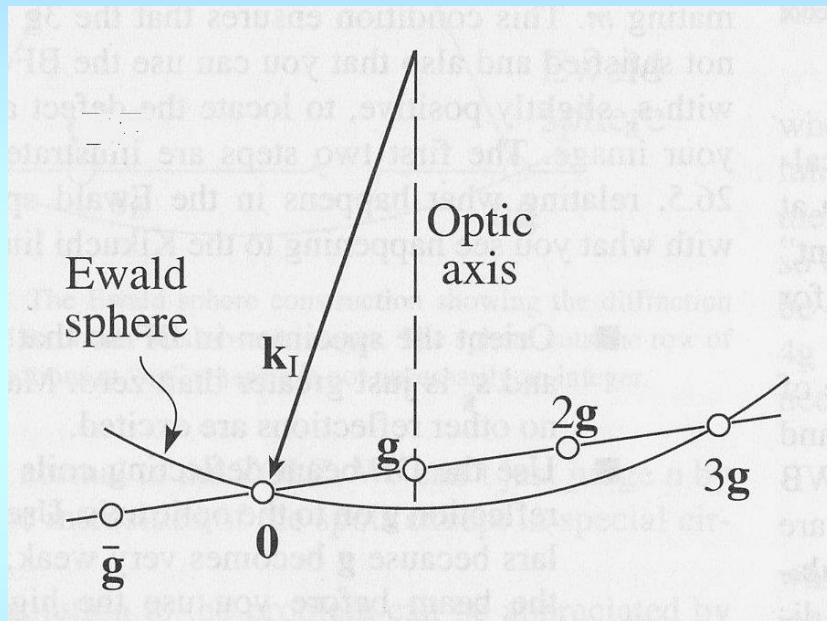
posunutí obrazce

náklon vzorku

náklon svazku

**Figure 18.1.** The steps used to excite a high-order reflection. (A) Tilt the beam so 5g is on axis and strongly excited. (B) Translate the pattern so O is in the middle of the screen. (C) Tilt the specimen to excite g (the Kikuchi lines move). (D) Tilt the beam so that 5g is back on axis and 11g is strong.

## Weak Beam: určení odchyšky od Braggovy polohy



Zde  $s_g=0$  pro  $\mathbf{0}$  a pro  $\mathbf{3g}$ .  
 Obecně necht' prochází Ewaldova koule  $\mathbf{0}$  a  $\mathbf{ng}$ . Potom pro reflexi  $\mathbf{ig}$  je odchyška

$$s_{ig} = \frac{(n-i)ig^2\lambda}{2}$$

**znaménko:  $s>0$  uvnitř koule**

Jako podmínka pro WB se často uvádí  $s_g \geq 5/\xi_g$ , tedy  $w = |s_g \xi_g| \geq 5$ .

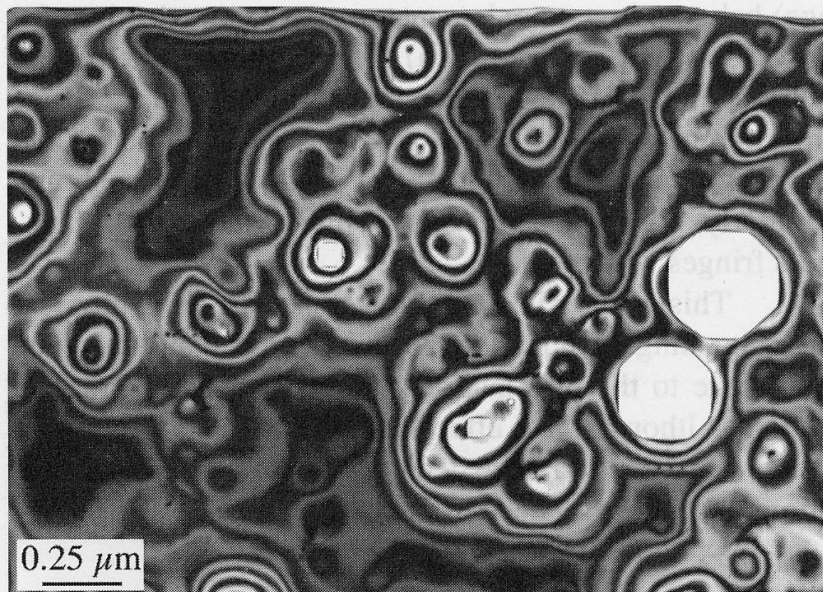
## Proč dvoupaprskový případ:

- přímočará interpretace ← omezení dynamických jevů
- vhodné pro studium vlastností defektů

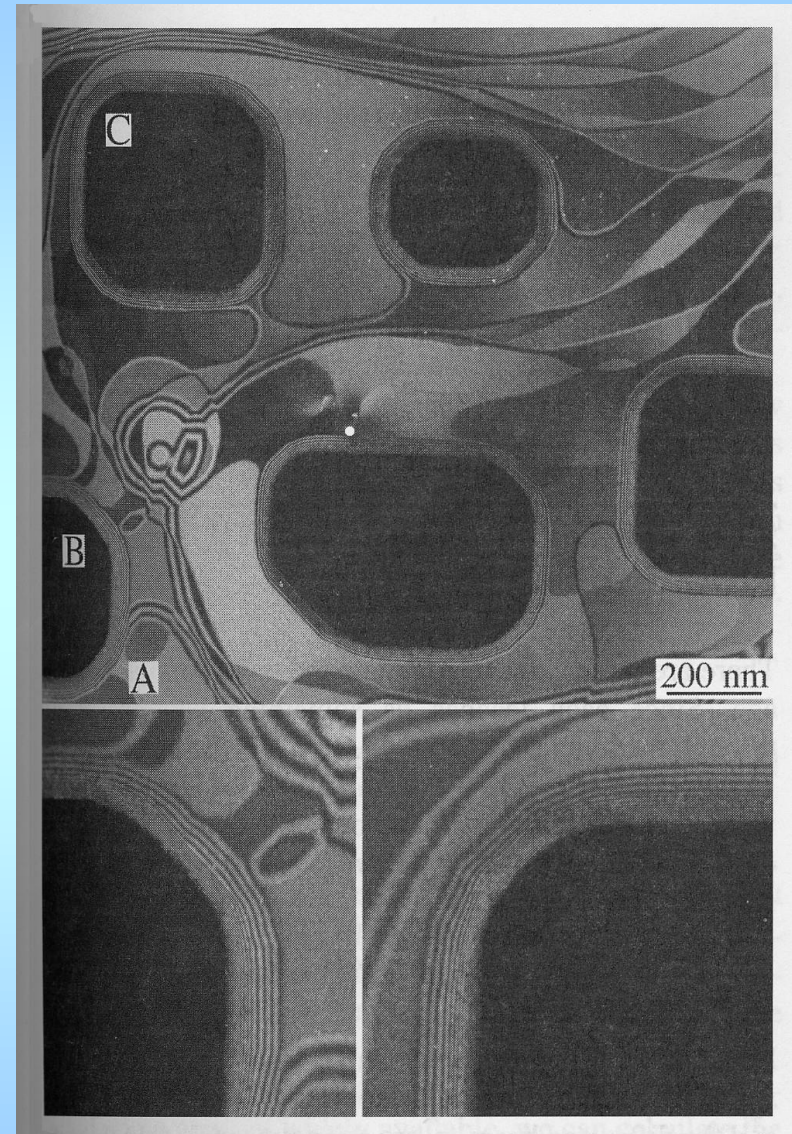
## Proč slabý svazek:

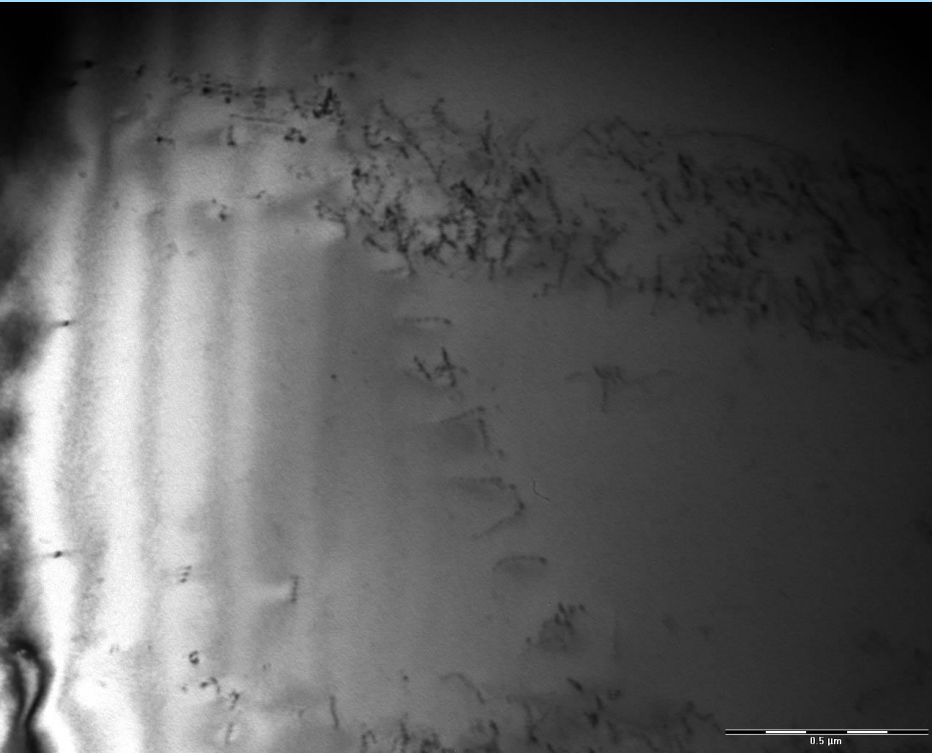
vhodné zejména u studiu dislokací: úzké ( $\sim 1/s_g$ ) dislokační čáry, málo vzdálené od skutečné polohy jádra dislokace, obraz méně citlivý na malé změny orientace, vyšší kontrast (ale nižší celková intenzita obrazu, jsou potřebné delší expoziční časy), 'kinematický' obraz (zejména neprochází-li Ewaldova koule žádným bodem rcp. mřížky)

## Porovnání obrazu tloušťkových kontur: dole BF, vpravo WB

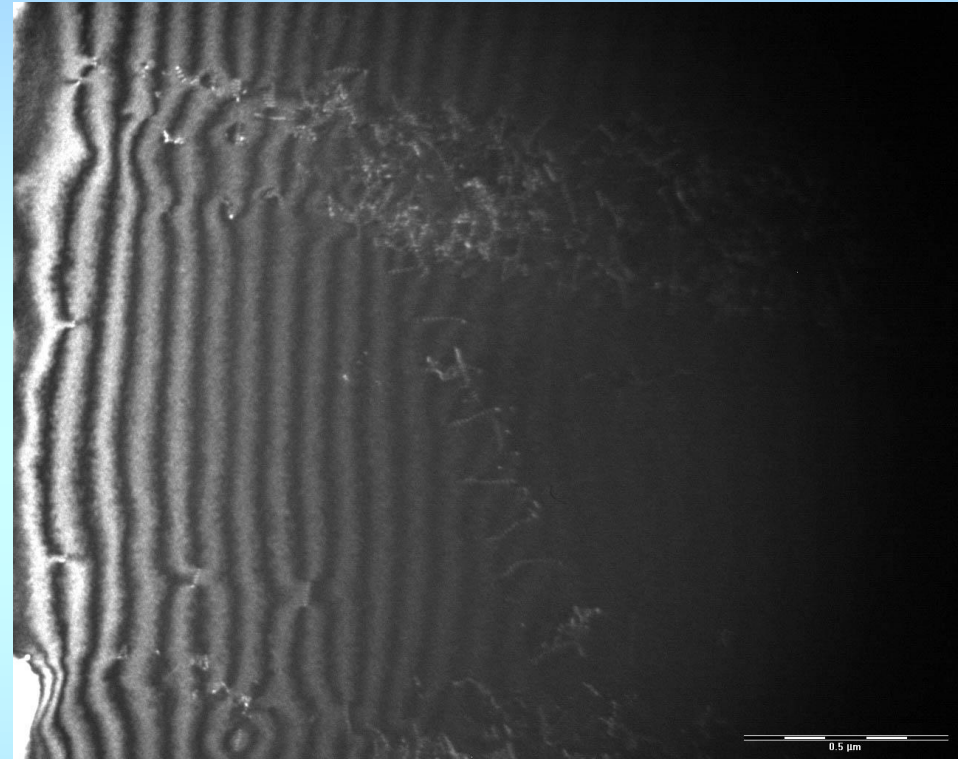


BF image of a chemically etched thin film of MgO. The white regions in (C) are holes in the specimen.

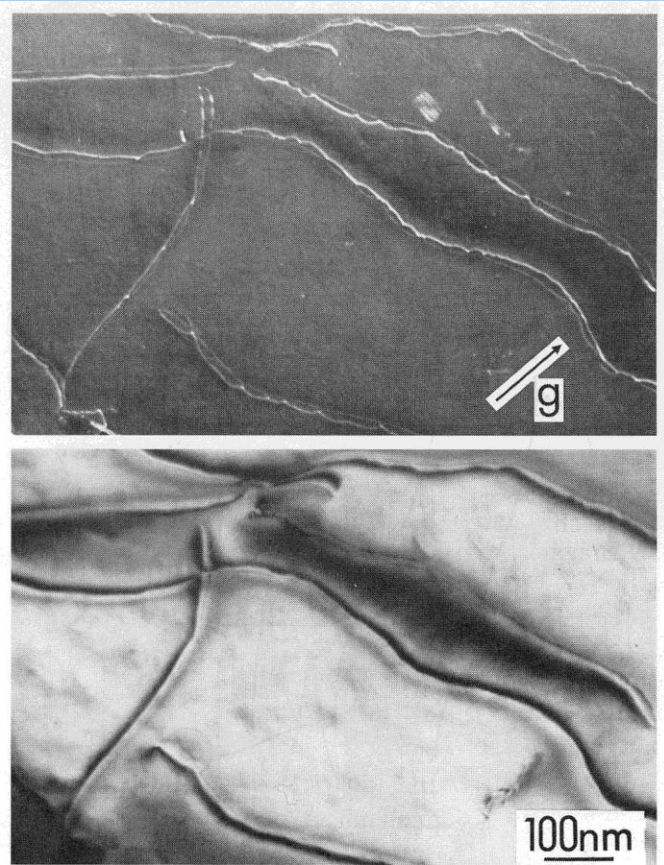




BF



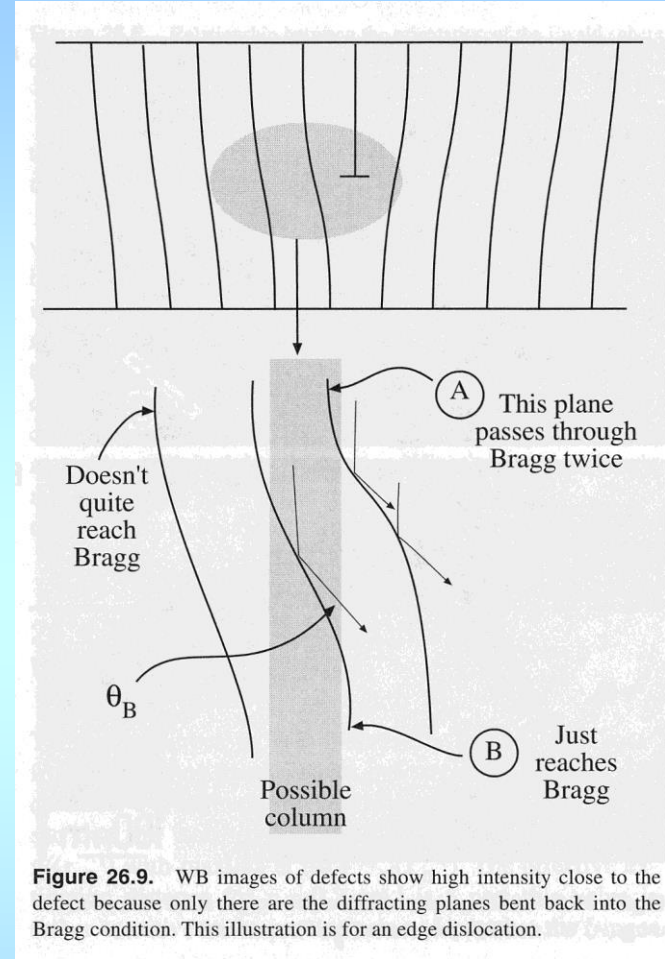
WB



WB

BF

**Figure 26.8.** A comparison of dislocation images in a Cu alloy formed using (A) WB and (B) strong-beam ( $s_g > 0$ ) conditions.



**Figure 26.9.** 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.

WB: možnost pozorování rozštěpení dislokací, dislokačních interakcí, konfigurace hustých dislokačních spleteí.

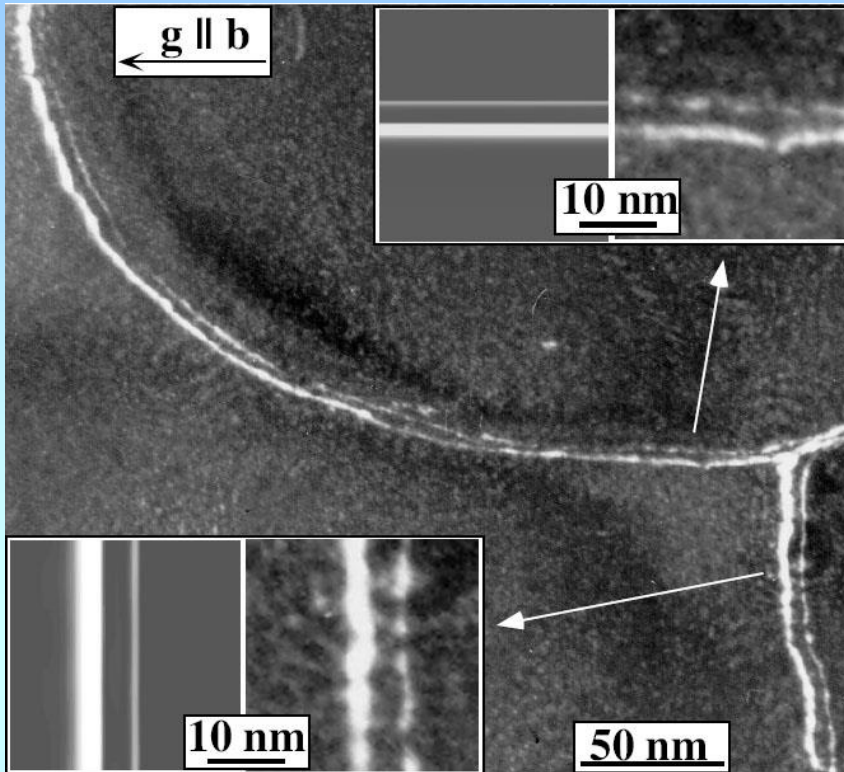
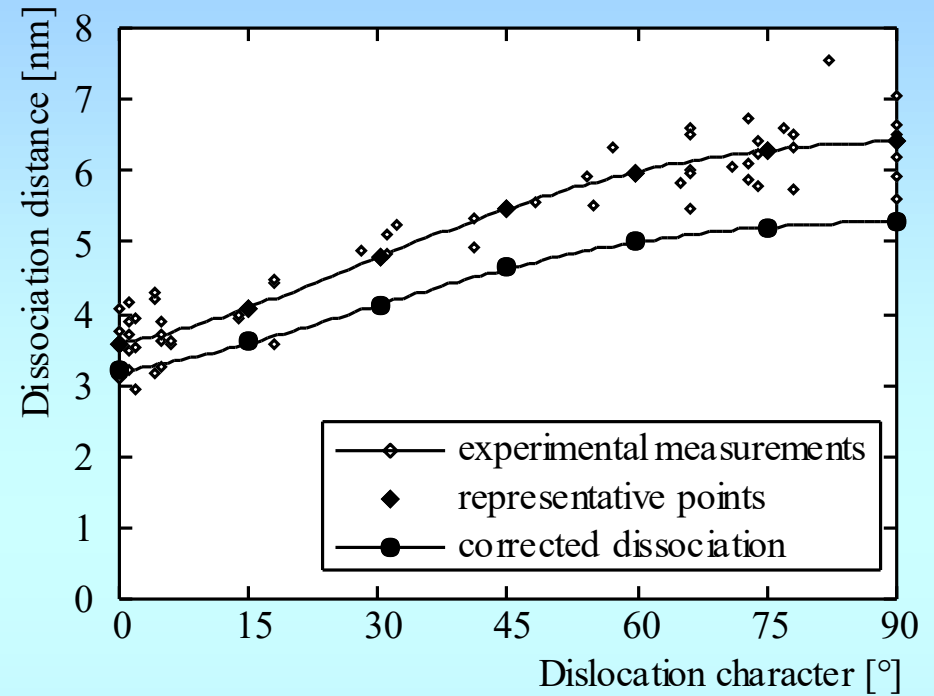
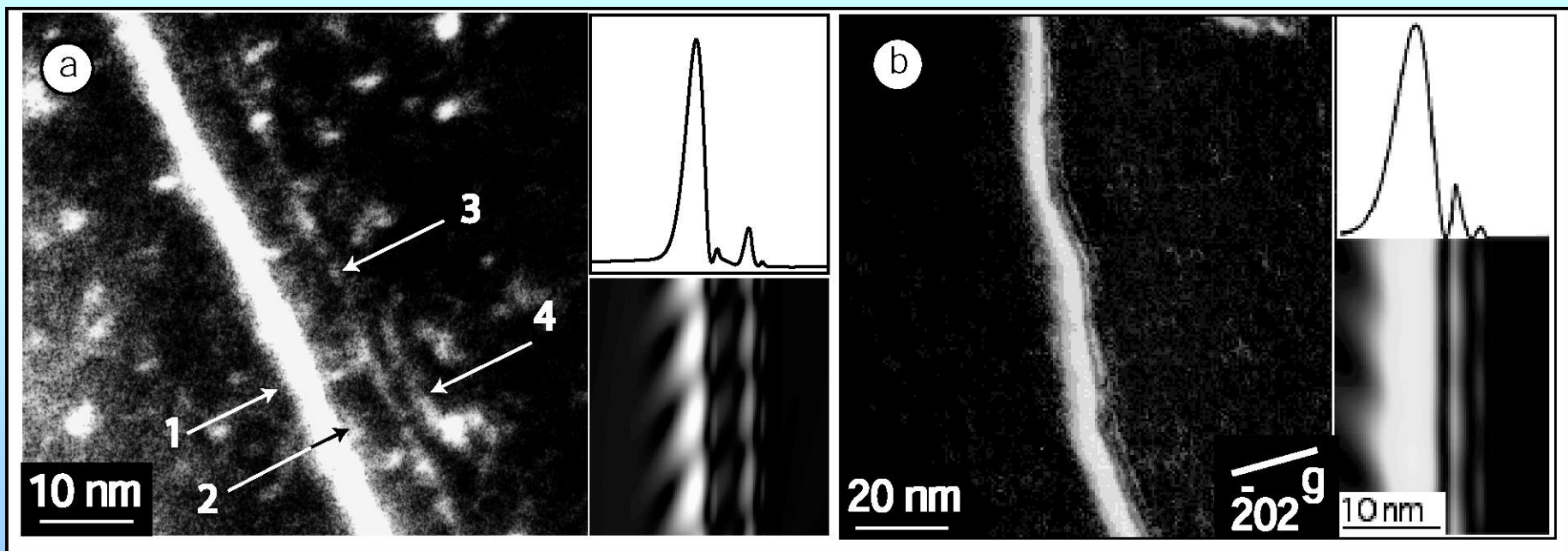
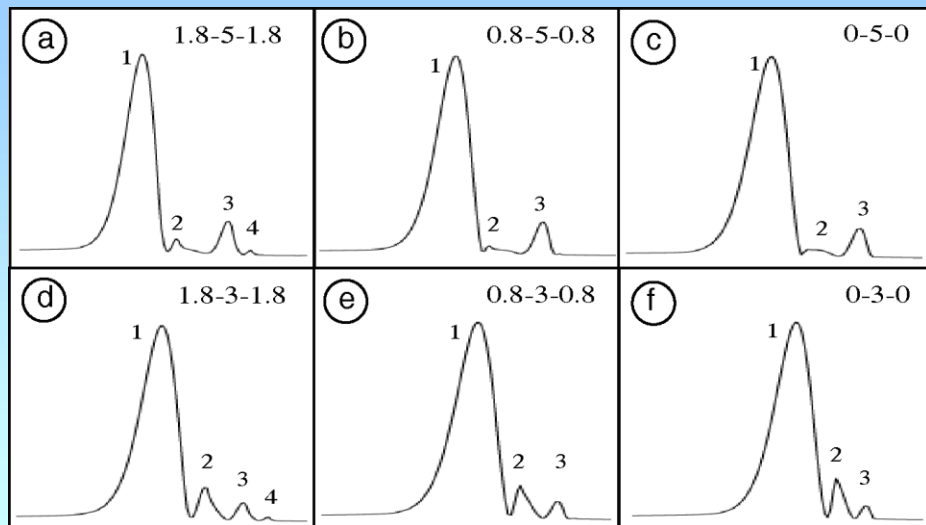
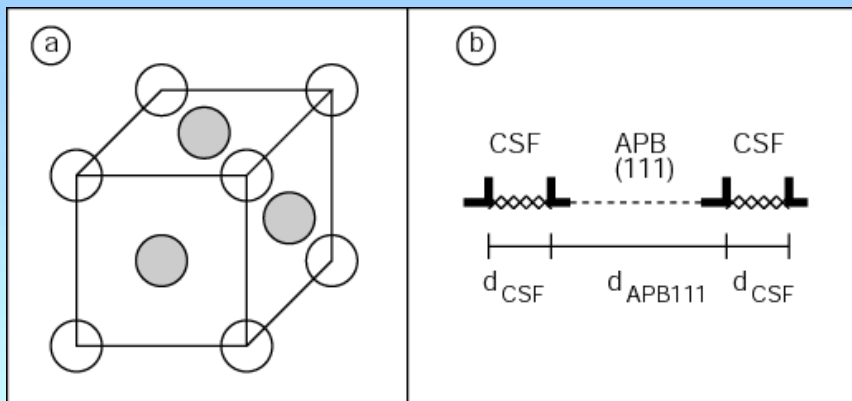


Fig. 2.5  $\text{Ni}_3(\text{Al,Hf})$ , (010) plane, beam direction  $[151]$ ,  
 $\mathbf{g} = \bar{2}02$ ,  $g(3.8g)$ , deformation temperature 683K.  
 Rozštěpení dislokací: 5.2 nm



Je vždy nutné srovnat experimentální obraz s výsledky  
 simulace: program Cufour (Schaublin, Stadelman)





## Kvalitativní úlohy TEM

### Krystalografická orientace tenké fólie:

- a) vyhodnocení bodového difraktogramu známé mřížky
- b) přesnější vyhodnocení obecné orientace z polohy Kikuchiho linií

ad a)

Vztahem  $R_{hkl} d_{hkl} = L\lambda$  převádíme vzdálenosti R měřené v difraktogramu na mezirovinné vzdálenosti. Ty pak souvisí s mřížkovými parametry (vzorce v L02).

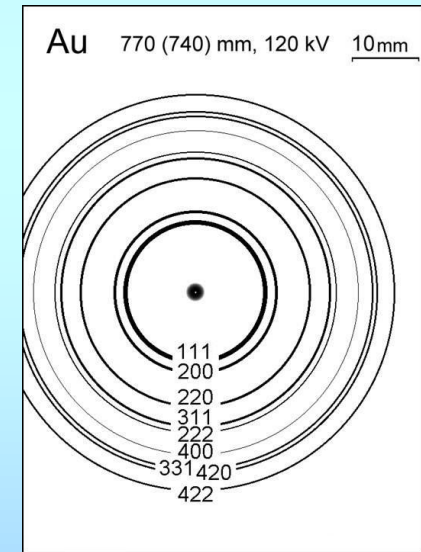
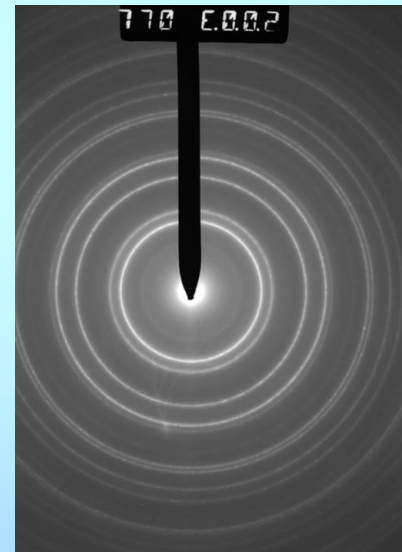
V nejjednodušším případě (kubické mřížky) uspějeme s jednoduchými úvahami a výpočty, případně se souborem nákrešů nízkoindexových pólů (fcc, bcc, hcp mřížky).

# Kubická mřížka:

$$R_{hkl} = L\lambda / a\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

**Table The Selection Rules for Cubic Crystal Structures**

bcc		fcc		Diamond cubic	
$h^2 + k^2 + l^2$	$hkl$	$h^2 + k^2 + l^2$	$hkl$	$h^2 + k^2 + l^2$	$hkl$
2	110				
		3	111	3	111
4	200	4	200	4	200
6	211				
8	220	8	220	8	220
10	310				
		11	311	11	311
12	222	12	222		
14	321				
16	400	16	400	16	400
18	411				
	330				
		19	331	19	331
20	420	20	420		
22	332				
24	422	24	422	24	422
26	431				
		27	511	27	511
		27	333	27	333
30	521				
32	440	32	440	32	440

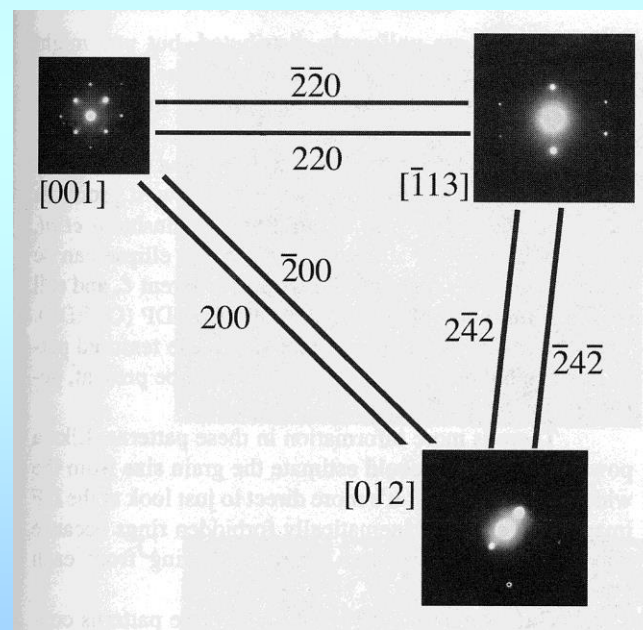


## Ověření správnosti indexování:

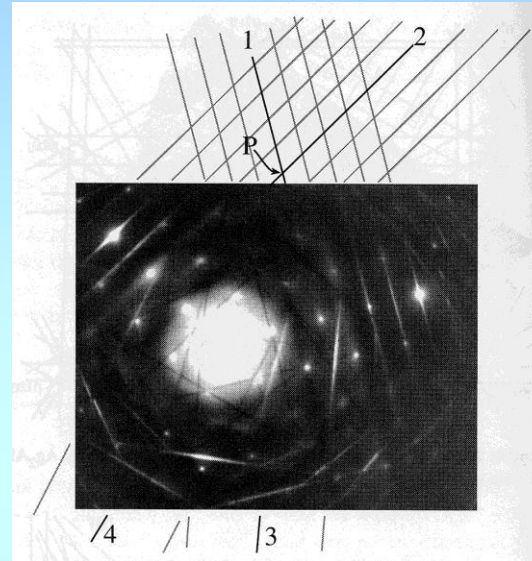
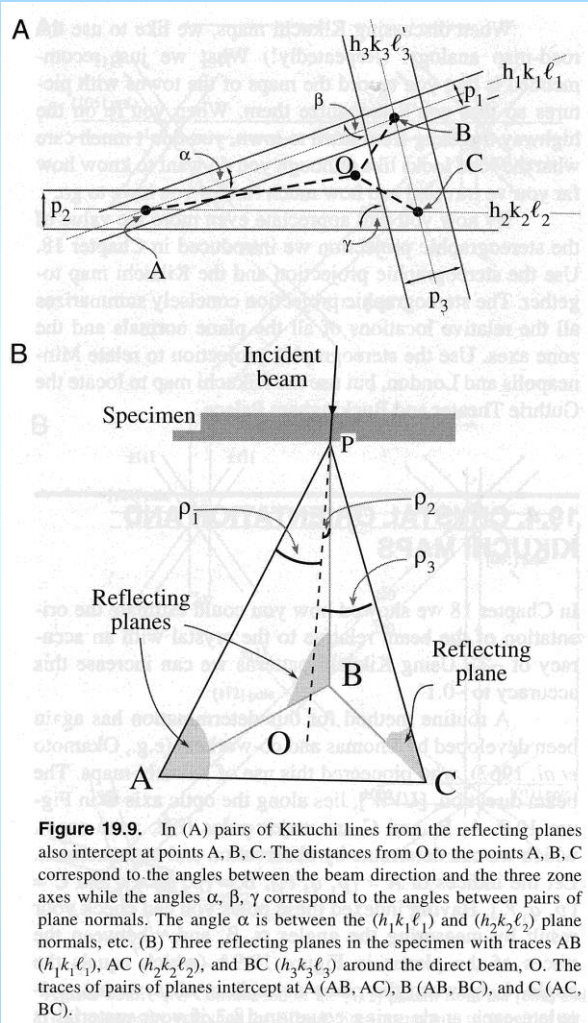
- splnění požadavků translační symetrie
- správné úhlové vztahy mezi vektory  $g$  v difrakčním obrazci
- porovnání se simulací (nutné u složitějších mřížek)

Zonální osa  $\vec{B} \equiv [uvw] = \vec{g}_1 \times \vec{g}_2$   
(přesnost  $\sim 3^\circ$ )

Několik difrakčních obrazců  
v různém naklopení: ověření  
úhlových vztahů mezi vektory  $B$ .



# Ad b) orientace z Kikuchiho linií:



Identifikujeme osy zón A, B, C.  
 Změříme z difrakčního obrazce úhly OA, OB, OC a použijeme vztahy z analytické geometrie.  
 (přesnost až  $0.1^\circ$ )

## Vztahy mezi reálným a reciprokým prostorem, metrika:

metrický tenzor  $\vec{M}$ :  $M_{ij} = \vec{a}_i \cdot \vec{a}_j$  vystupuje v základních výrazech:

velikost vektoru  $|u|^2 = \sum_{ij} u_i u_j M_{ij}$

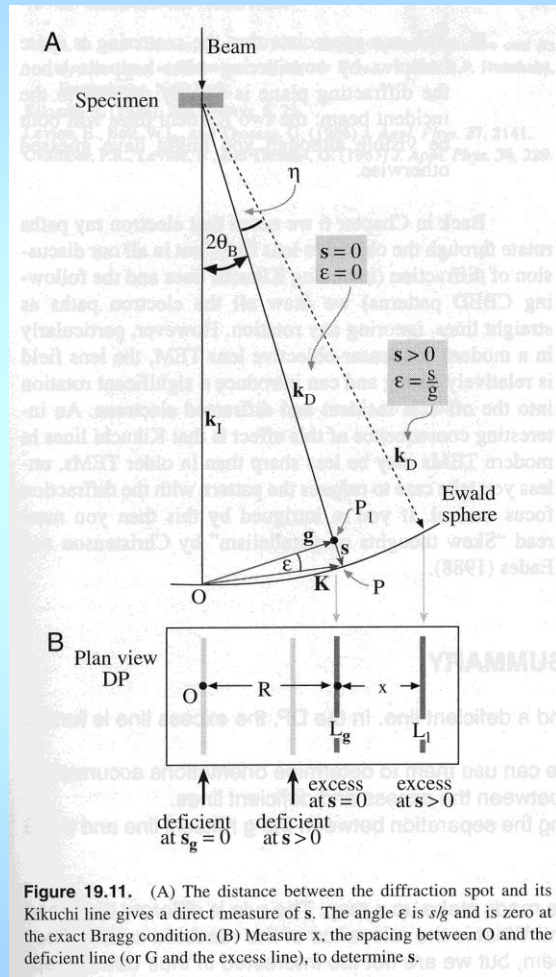
úhel mezi vektory  $\angle (\vec{u}, \vec{v}) = \left( \sum_{ij} u_i v_j M_{ij} \right) / \sqrt{|u||v|}$

Analogicky v recipročném prostoru, ale s tenzorem  $\vec{M}^{-1}$

Pro rovnoběžné vektory z reálného (u) a rcp (h) prostoru platí

$$h_i = \sum_j u_j M_{ij}$$

# Přesné určení odchylky od Braggovy polohy:



**Figure 19.11.** (A) The distance between the diffraction spot and its Kikuchi line gives a direct measure of  $s$ . The angle  $\epsilon$  is  $s/g$  and is zero at the exact Bragg condition. (B) Measure  $x$ , the spacing between  $O$  and the deficient line (or  $G$  and the excess line), to determine  $s$ .

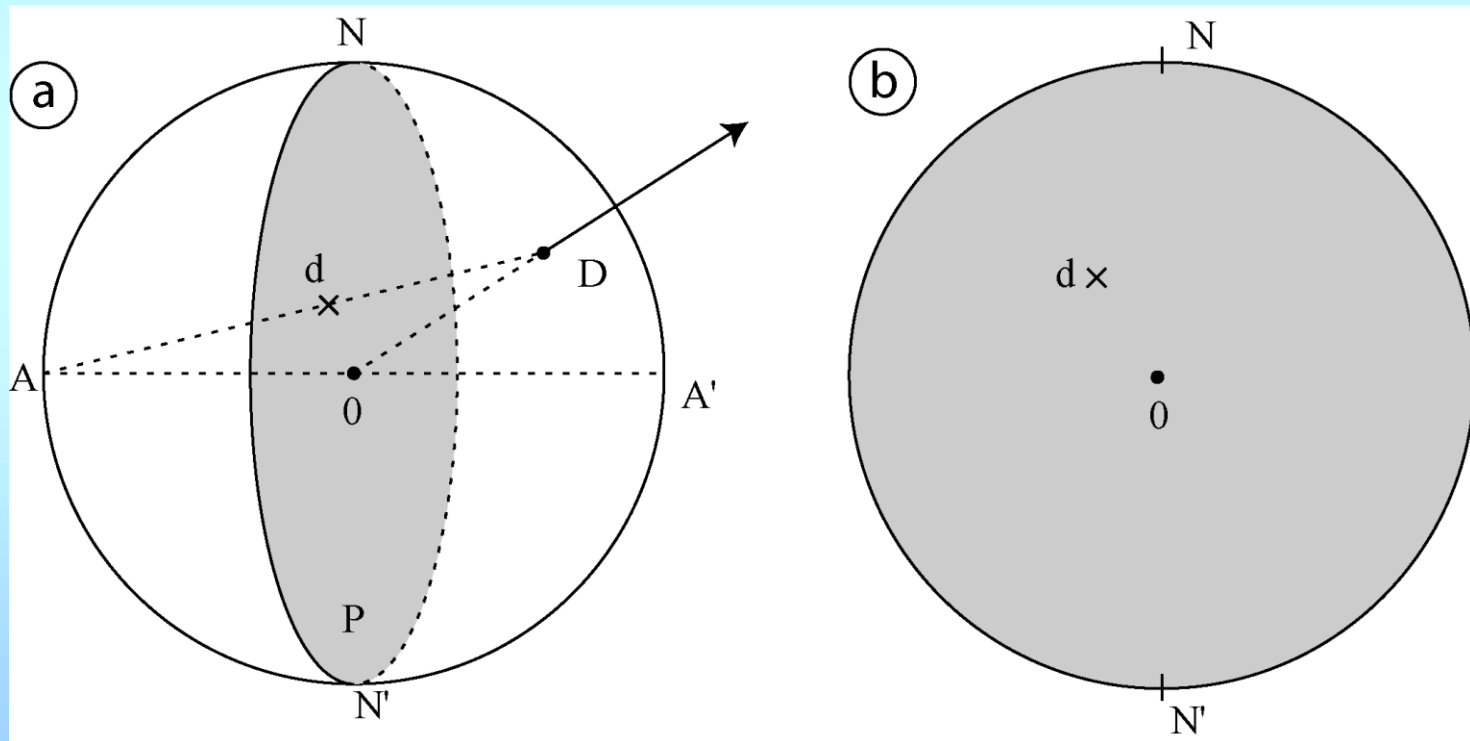
Využívá polohy Kikuchiho linií.  
Platí:

$$\frac{s}{g} = \epsilon = \frac{x}{L}$$

$$s = g\epsilon = g \frac{x}{L} = g \frac{x\lambda}{Rd} = \frac{x}{R} \lambda g^2$$

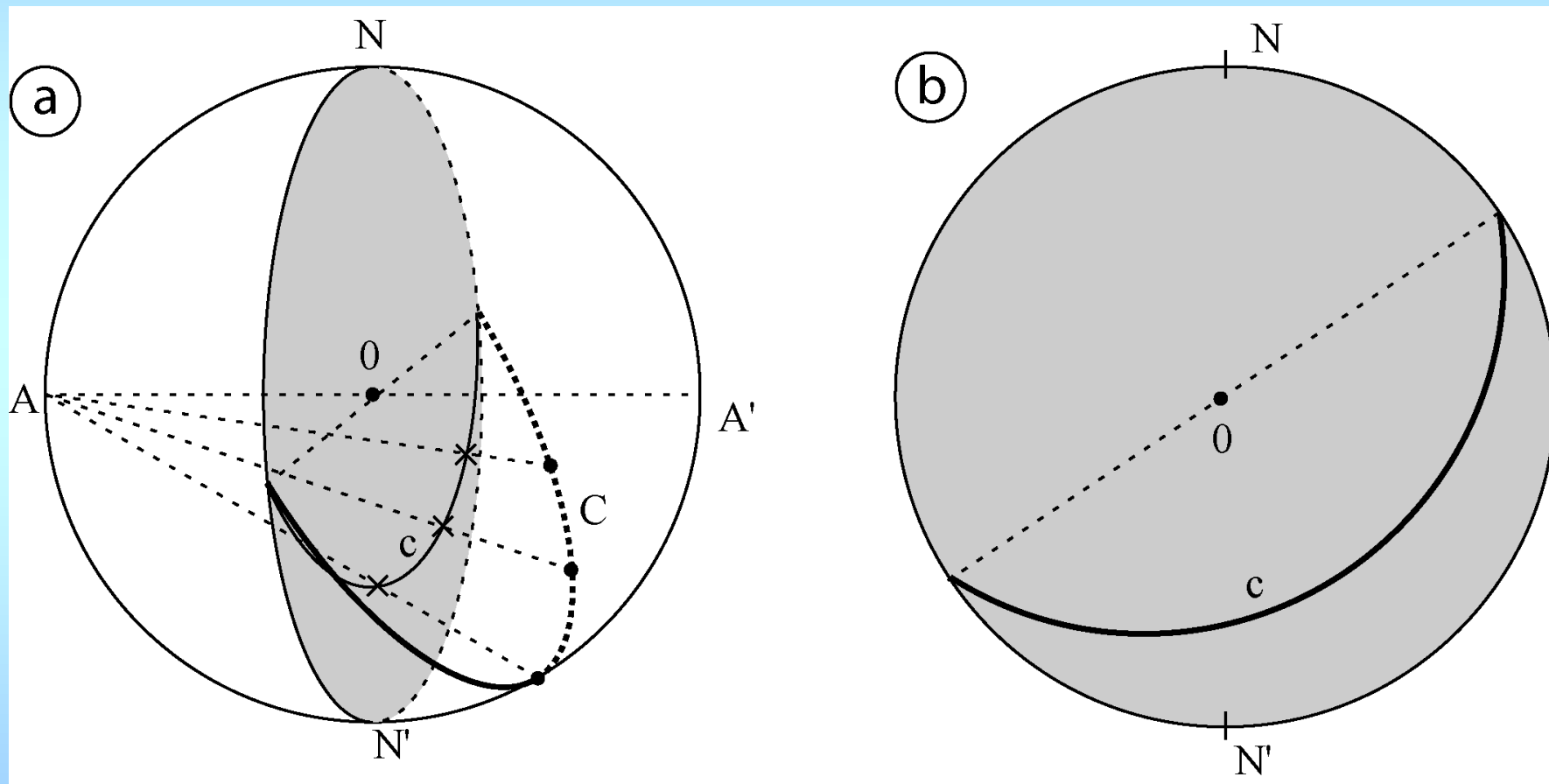
Pro snazší orientaci v úhlových vztazích při práci s naklápěním vzorku apod. slouží stereografická projekce:

### 1. Projekce směru procházejícího počátkem





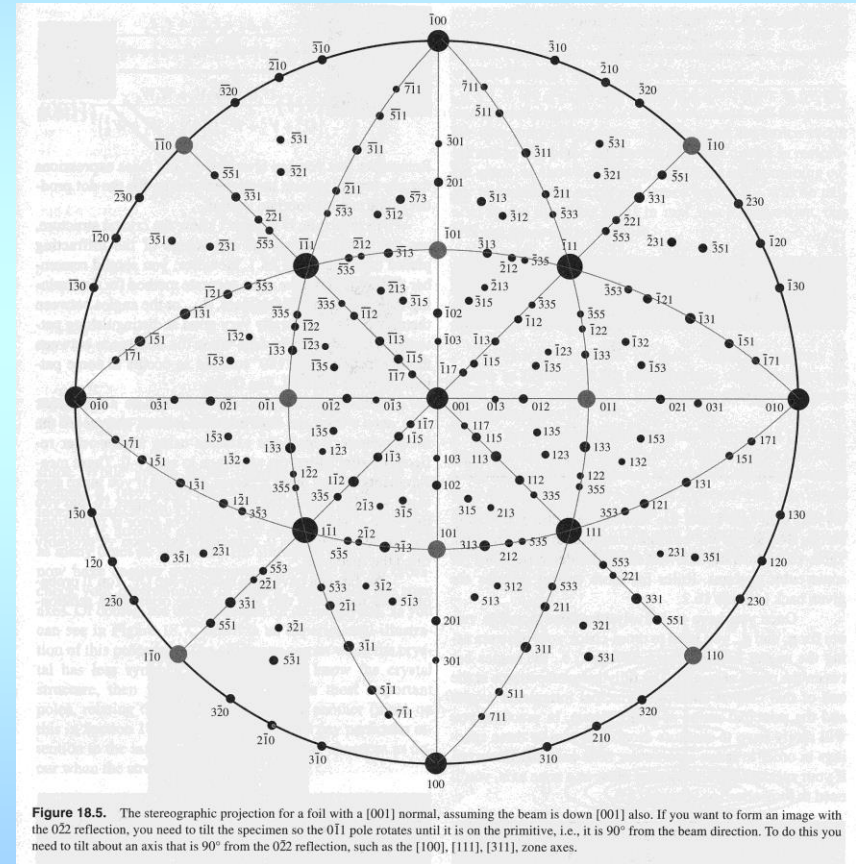
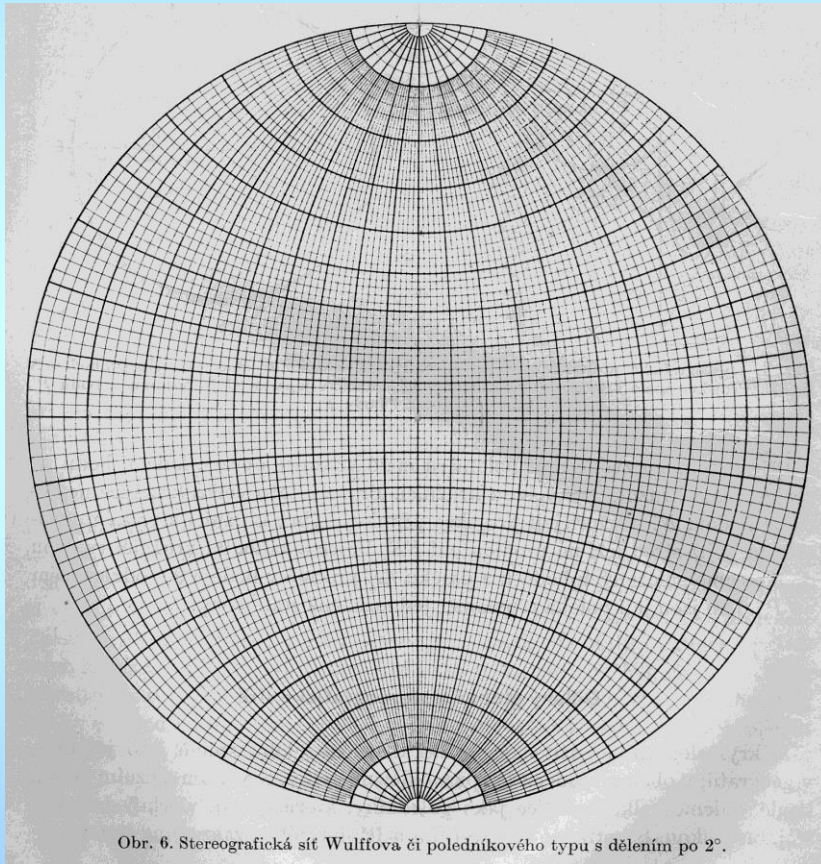
## 2. Projekce roviny procházejí počátkem



# Vlastnost stereografické projekce: zachovává úhly

Wulffova síť

standardní kubická projekce [001]



## Burgersův vektor dislokací:

Najdeme-li dvě různé difrakční podmínky  $g_1$  a  $g_2$ , kde dojde k vymizení kontrastu (viz L03), je pak  $b \parallel g_1 \times g_2$ .

Někdy lze k určení součinu  $\vec{g} \square \vec{b}$  využít existence dvojitého kontrastu.

Velikost b: z profilu kontrastu, který je určen součinem  $\vec{g} \square \vec{b}$

Orientace b: pomocí znaménka vektoru  $(\vec{g} \square \vec{b})\vec{s}$  a polohy maxima kontrastu vzhledem k dislokaci (viz disl. smyčky).

Velikost energie vrstevné chyby: vrstevná chyba se může vyskytovat jako pás ohraničený dvojicí neúplných dislokací vzniklých disociací  $\frac{a}{2}[110] \rightarrow \frac{a}{6}[211] + \frac{a}{6}[1\bar{2}\bar{1}]$

Energetická bilance:  $\frac{1}{2} Ga^2 = \frac{1}{6} Ga^2 + \frac{1}{6} Ga^2 + \gamma_{(\bar{1}\bar{1}\bar{1})}$

## Stanovení tloušťky fólie:

důležité pro interpretaci kontrastu i pro správné určení většiny kvantitativních údajů.

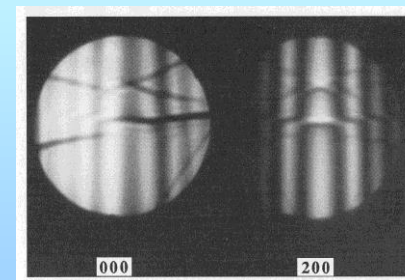
A) Využití stop na povrchu fólie (většinou nutná znalost krystalografie nějaké charakteristické poruchy)

B) Využití tloušťkových proužků:

$$t = \frac{n}{S_{ef}} = \frac{n\xi_g}{\sqrt{1 + (s\xi_g)^2}}$$

Obecně lze podobným způsobem využít i jiných poruch, zejména rovinných vnitřních povrchů, jejichž intenzita se periodicky mění s hloubkou ve vzorku.

C) Využití CBED (nejpřesnější) – z hustoty proužků v difrakčním disku



Hustota dislokací: definuje se jako celková délka dislokačních čar ( $L$ ) v jednotce objemu (plocha snímku  $A$ , tloušťka fólie  $t$ ):

$$\rho = \frac{L}{V} = \frac{L}{A \cdot t} \quad [\text{m}^{-2}]$$

Metoda leptového obrazu: každá dislokační čára protne oba povrchy fólie, počet průsečíků na jednotkové ploše je mírou  $\rho$ .

Průsečíková metoda: na snímku vedeme systém náhodných čar a počítáme průsečíky ( $N$ ) obrazů dislokací s čarami, pak

$$\rho = \frac{2N}{Lt}$$

Jiná varianta: 2 systémy rovnoběžných čar o délkách  $L_1$  a  $L_2$ :

$$\rho = \left( \frac{N_1}{L_1} + \frac{N_2}{L_2} \right) \frac{1}{t}$$

Je potřeba dobrá statistika. Přesnost je pak dána zejména přesností určení tloušťky fólie.

## Parametry disperse minoritních fází:

- počet částic v jednotkovém objemu:  $N_V$  [ $m^{-3}$ ]
- střední průměr částic  $d$  (popř. distribuce velikosti částic)
- tvarové charakteristiky částic
- střední mezičásticová vzdálenost
- objemový podíl fáze, ...

Některé vztahy:

$N_V = N_A / (t + d)$ ,  $N_A$  ... počet obrazů částic na ploše

$d = N_L / N_A$ ,  $N_L$  ... počet průsečíků se systémem náhodných čar

vzdálenost středů částic  $D = N_V^{-1/3}$  v prostoru,  $D = \xi(N_V d)^{-1/2}$  v rovině

objemový podíl fáze:  $f = \frac{\pi}{6} d^3 N_V$

Stereologie: stanovení charakteristik v 3D prostoru z 2D projekcí nebo řezů. Matematicky propracovaná a ucelená teorie. Praxe je obtížnější (překryv objektů v obraze, vliv povrchu na strukturu, nepřesnost stanovení tloušťky, vliv přípravy fólie na strukturu, selektivní viditelnost ...)