

Kinematická teorie kontrastu v TEM.

Extinkční hloubka (vzdálenost, délka).

Světlé a tmavé pole.

Extinkční a ohybové kontury.

Kontrast na poruchách krystalové mřížky (vrstevné chyby, šroubové a hranové dislokace, precipitáty, fázová rozhraní).

Extinkční hloubka (vzdálenost, délka)

Zatím jsme předpokládali:

- amplituda dopadající vlny ψ_0 je stejná ve všech bodech krystalu
- intenzita difraktovaného svazku je zanedbatelná ve srovnání s primárním svazkem

Jaká je tloušťka krystalu, pro kterou tato přiblížení platí?

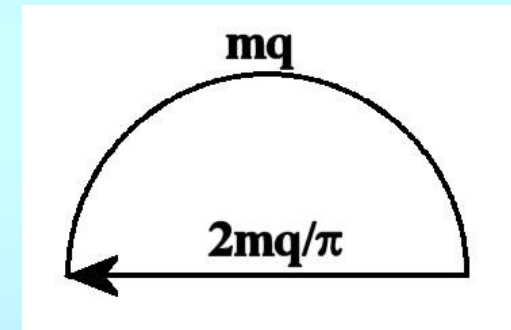
V Braggově (silně reflektující poloze) je difraktovaná amplituda na jedné atomové rovině

$$d\psi_g = i\lambda \frac{F_g n}{\cos \theta} e^{2\pi i \vec{k} \cdot \vec{r}} \equiv q$$

n ... počet elementárních buněk na jednotku plochy. Pro typické hodnoty $F_g \sim 10^{-9} m$, $n \sim 10^{19} m^{-2}$ je $q = 4 \times 10^{-2}$ a po cca 25 rovinách je primární svazek zcela difraktován.

Je tedy možné zanedbat úbytek intezity primárního svazku jen pro velmi tenké krystaly nebo při orientacích mimo Braggovu polohu. K vytvoření jednotkové amplitudy difraktovaného svazku musí přispět $m=\pi/(2q)$ atomových rovin. Dvojnásobek odpovídající tloušťky krystalu nazýváme extinkční vzdáleností a platí pak

$$\xi_g = \frac{\pi V_c \cos \theta}{\lambda F_g} = \frac{h^2 |\vec{k} + \vec{g}| \cos \vartheta}{2m_0 e} \cdot \frac{1}{V_g}$$

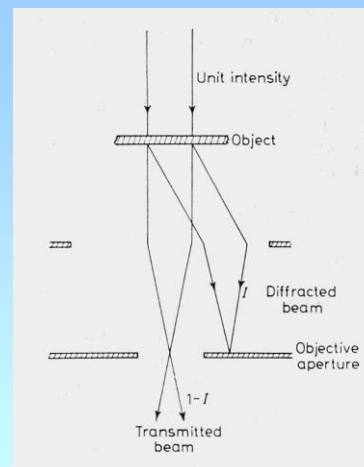


Tento parametr bude důležitý v dynamické teorii kontrastu. Typické hodnoty jsou tabelovány (*). Přesnost určení je dána přesností F_g (~jednotky procent).

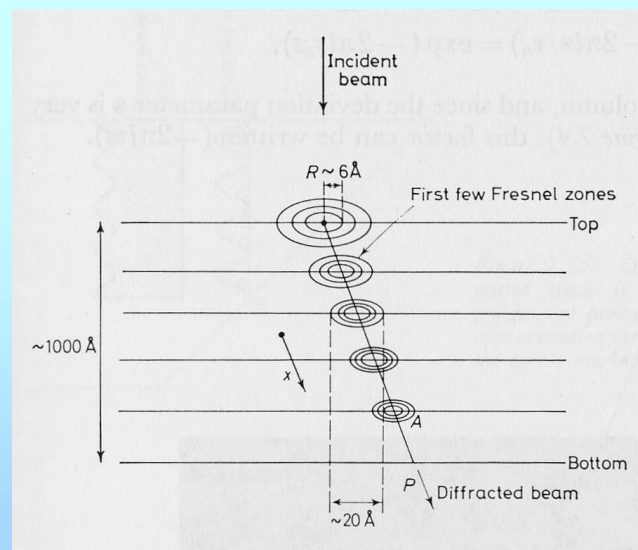
Table 13.2. Examples of Extinction Distances (in nm)

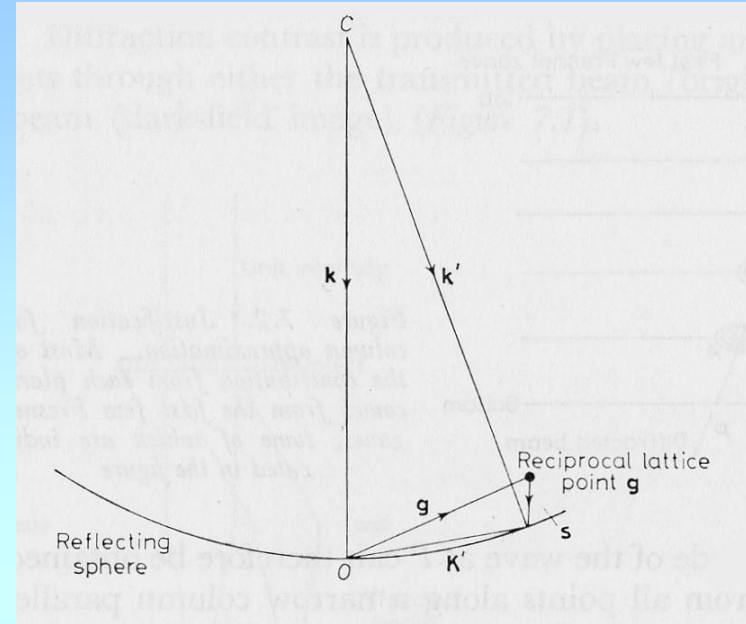
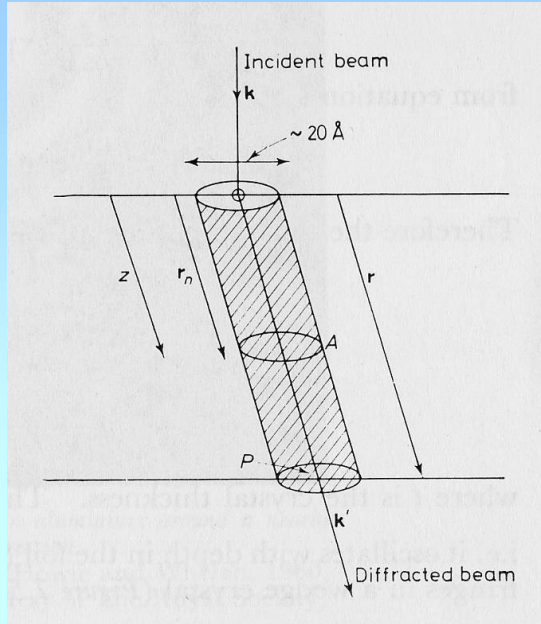
Material <i>hkl</i> =	110	111	200	220	400
Al	-	56.3	68.5	114.4	202.4
Cu	-	28.6	32.6	47.3	76.4
Au	-	18.3	20.2	27.8	43.5
MgO	-	272.6	46.1	66.2	103.3
Fe	28.6	-	41.2	65.8	116.2
W	18.0	-	24.5	35.5	55.6
Diamond	-	47.6	-	66.5	121.5
Si	-	60.2	-	75.7	126.8
Ge	-	43.0	-	45.2	65.9

K výpočtu difrakčního kontrastu potřebujeme zjistit rozdělení intenzity (v přímém nebo difraktovaném svazku) na spodní straně vzorku.



Základní myšlenkou kinematické teorie kontrastu je tzv. sloupcová aproximace: většina příspěvku intenzity v bodu P pochází z několika prvních Fresnelových zón tvořících sloupec kolem difraktovaného svazku:





$$d\Phi_g = \frac{i n \lambda F_g}{\cos \theta} \exp(-2\pi i \vec{K}' \cdot \vec{r}_n) \exp(2\pi i \vec{k}' \cdot \vec{r})$$

$$\exp(-2\pi i \vec{K}' \cdot \vec{r}_n) = \exp(-2\pi i (\vec{g} + \vec{s}) \cdot \vec{r}_n) = \exp(-2\pi i s_z z)$$

$$d\Phi_g = \frac{i \lambda F_g}{V_c \cos \theta} \exp(-2\pi i s_z z) = \frac{i \pi}{\xi_g} \exp(-2\pi i s_z z)$$

$$\Phi_g = \int_0^t d\Phi_g = \frac{i\pi}{\xi_g} \frac{\sin(\pi t s_g)}{\pi s_g} \exp(-\pi i s_g t), \quad \text{Intenzita } I_g \propto \frac{\sin^2(\pi t s_g)}{(s_g \xi_g)^2}$$

Z výsledného vztahu plyne:

- Intenzita je periodickou funkcí tloušťky krystalu.
- Intenzita se mění s lokální orientací krystalu (s_g).

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

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** (*).

Interferencí prošlého a difraktovaného svazku mohou vznikat tzv. **lattice fringes** (*).

Tloušťkové extinkční kontury

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

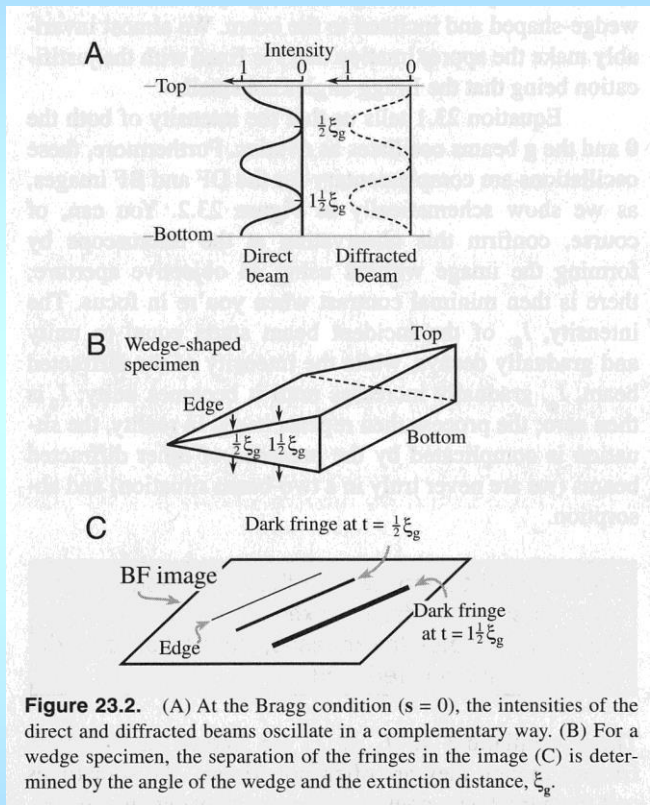
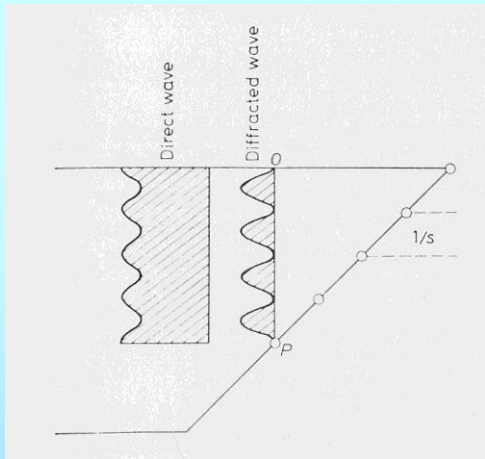
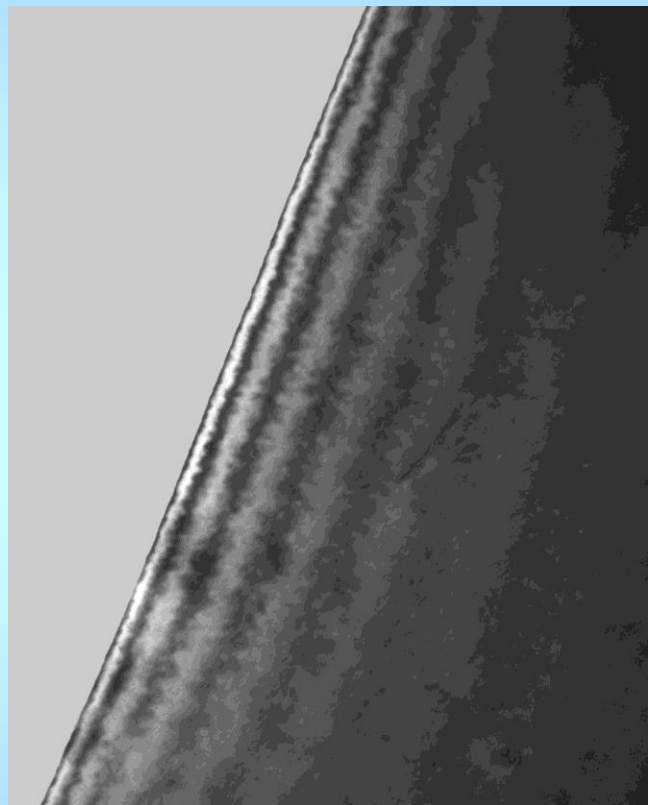
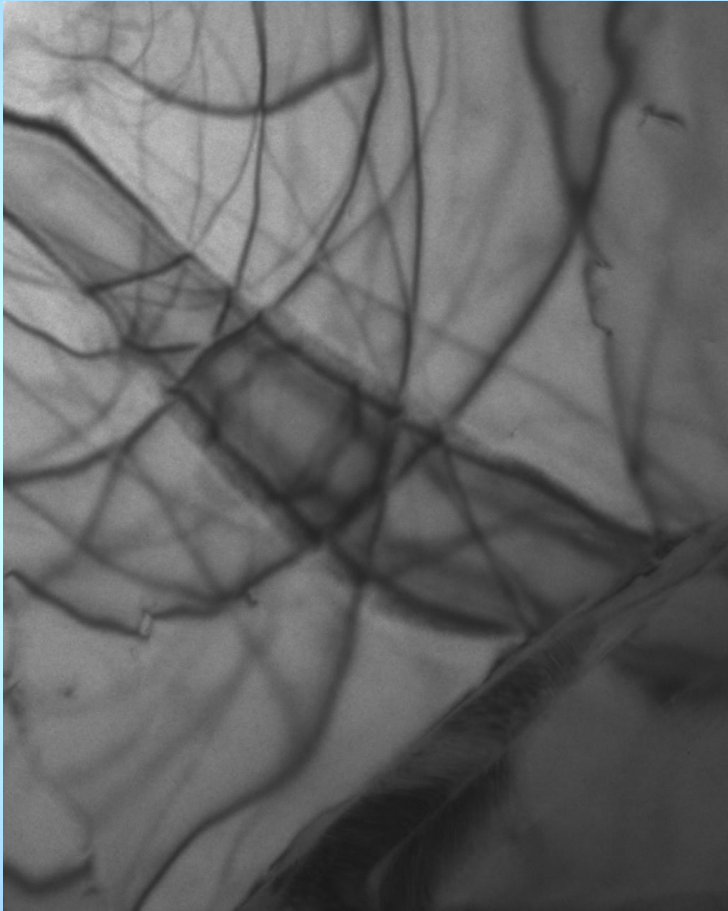


Figure 23.2. (A) At the Bragg condition ($s = 0$), the intensities of the direct and diffracted beams oscillate in a complementary way. (B) For a wedge specimen, the separation of the fringes in the image (C) is determined by the angle of the wedge and the extinction distance, ξ_g .



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.

Effect průchodu obou svazků (průchozího i difraktovaného) clonou objektivu: interference, vznik „lattice fringes“

$$\Psi = \exp(2\pi i \vec{k} \cdot \vec{r}) + \Phi_g \exp(2\pi i \vec{k}' \cdot \vec{r}) = \exp(2\pi i \vec{k} \cdot \vec{r}) [1 + \Phi_g \exp(2\pi i \vec{g} \cdot \vec{r})]$$

$$\text{Ozn. } \Phi_g = R \exp(i\delta), \text{ pak } I = 1 + R^2 + 2R \cos(2\pi \vec{g} \cdot \vec{r} + \delta), \quad R = \frac{\pi}{\xi_g} \frac{\sin(\pi t s)}{\pi s}$$

$$\Rightarrow I = 1 + R^2 - 2R \sin\left(\frac{2\pi x}{d} - \pi s t\right)$$

Vzniká tedy modulace intenzity s periodicitou d_g . Viditelnost proužků se ale mění s orientací a tloušťkou.

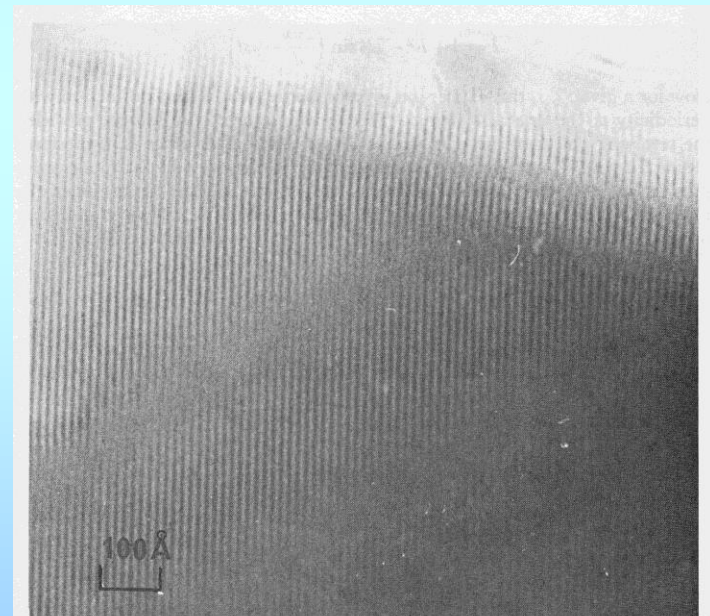


Figure 7.7b. (111) lattice fringes in sodium faujasite crystal (spacing 14.4 Å). Note the displacements, bending and intensity variations of the fringes near the edge

Kontrast na krystalu s poruchami – obecná úvaha

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

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

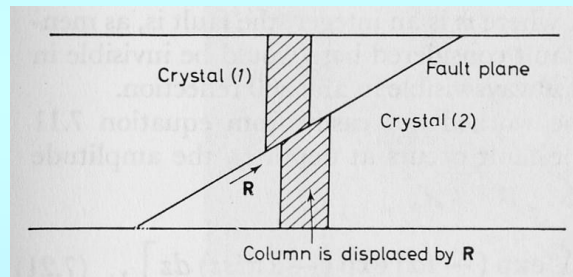
$$\Phi_g = \frac{i\pi}{\xi_g} \int_0^t \exp(2\pi i\vec{g} \cdot \vec{R}) \exp(2\pi isz) dz; \quad 2\pi \vec{g} \cdot \vec{R} \equiv \alpha$$

α ... změna fáze difraktované vlny způsobená poruchou

Pro výpočet intenzity je podstatné, v jaké hloubce krystalu porucha leží. Následují konkrétní jednodušší příklady.

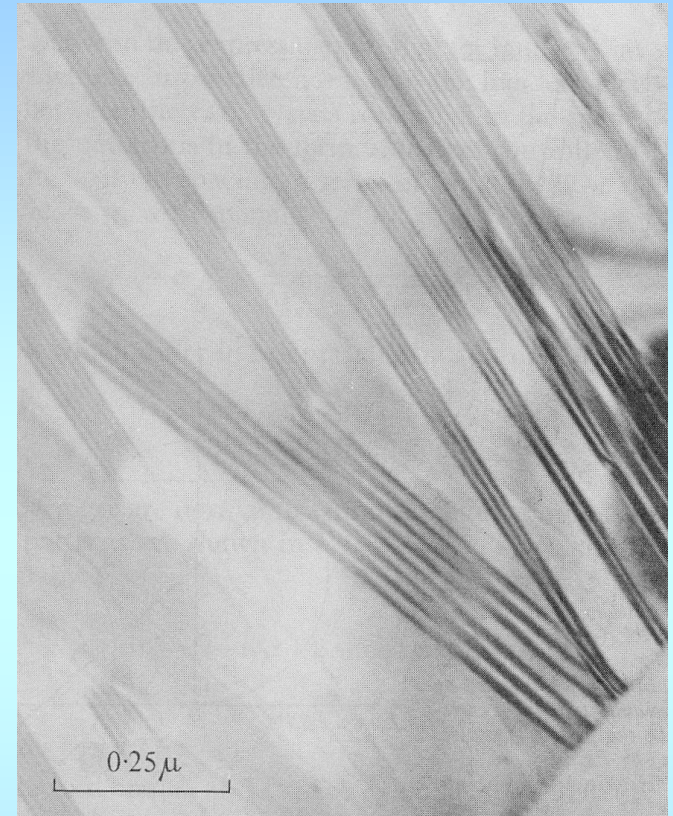
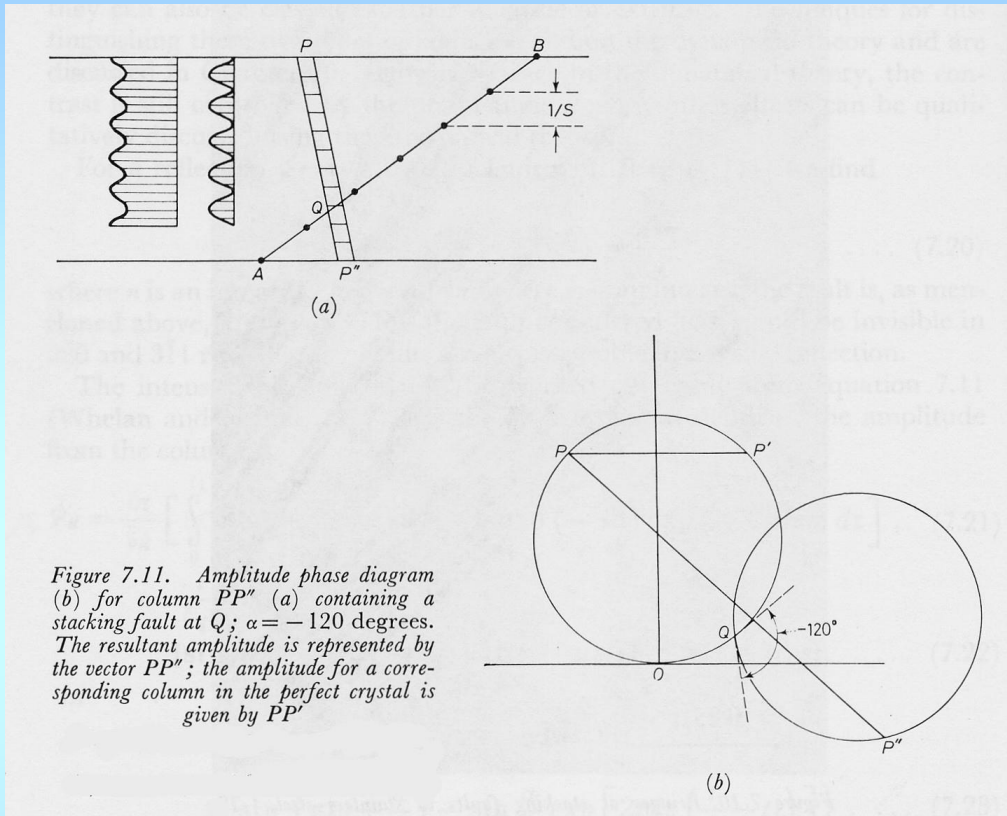
Kontrast na vrstevné chybě

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.



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

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



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

Kontrast na šroubové dislokaci

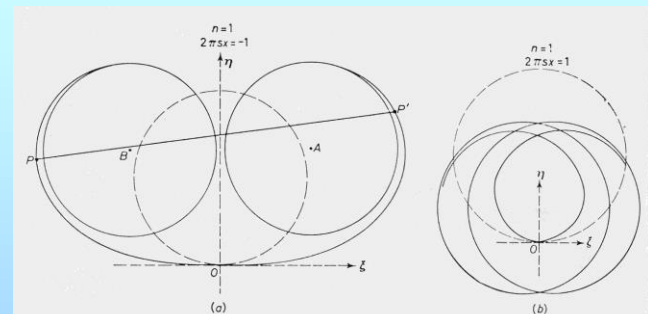
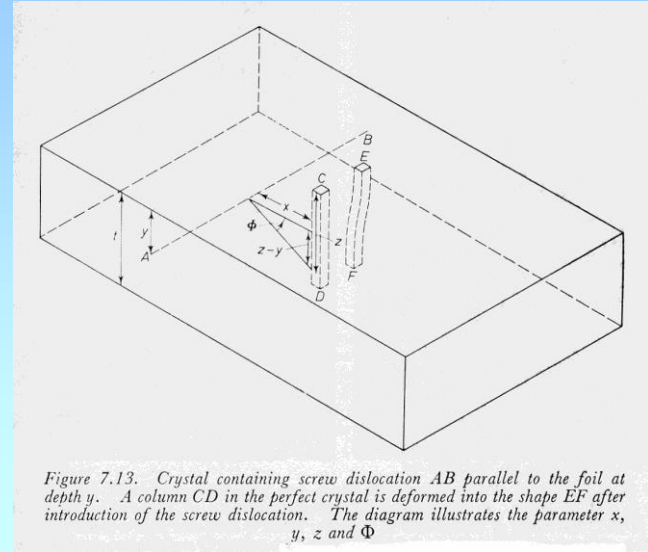
Posunutí R v bodě $P[x,z]$:

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

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

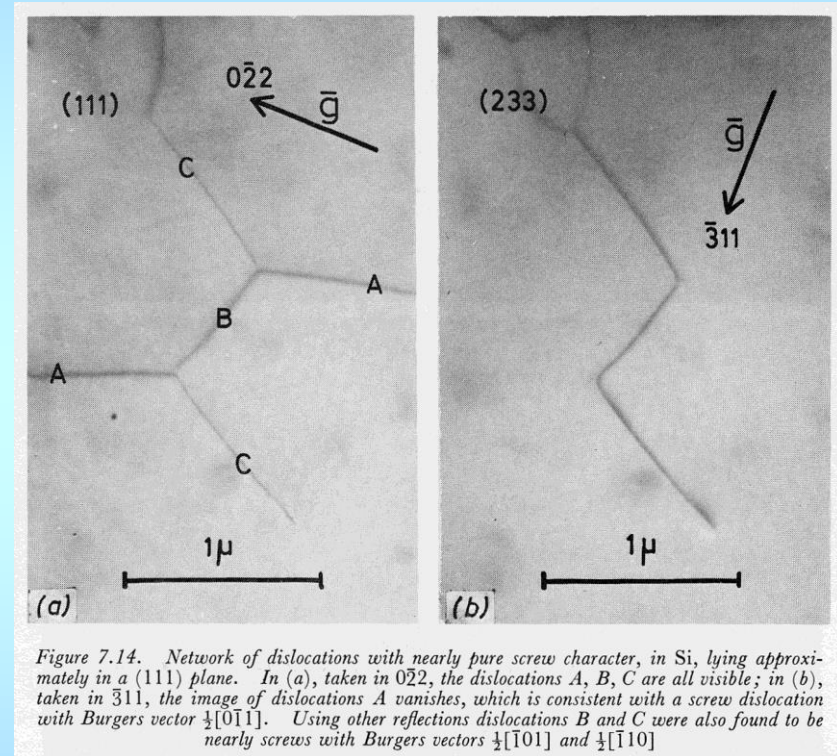
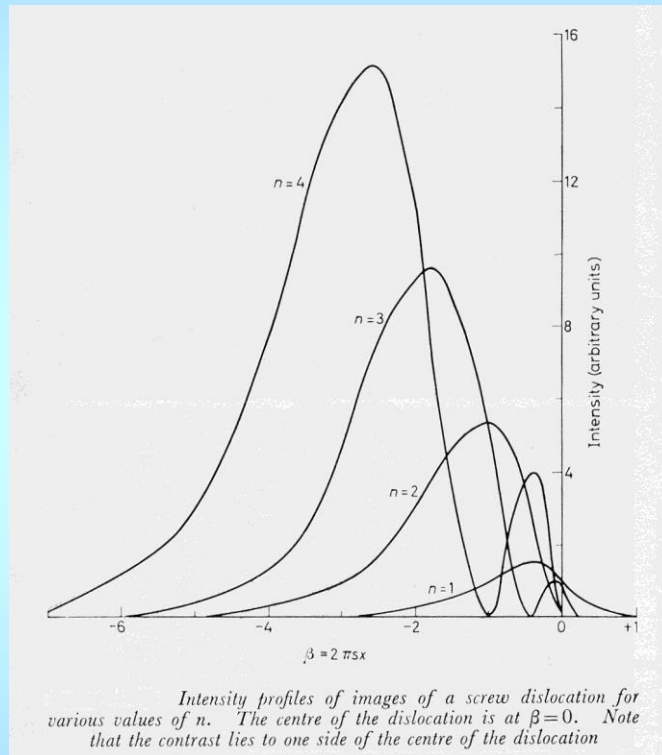
$$\Phi_g = \frac{i\pi}{\xi_g} \int_0^t \exp\left(i \vec{g} \cdot \vec{b} \operatorname{arctg} \frac{z - z_0}{x}\right) \exp(2\pi i s z) dz$$

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



Amplitude-phase diagrams for a column of crystal close to a screw dislocation (Figure 7.13). (a) $n=1, 2\pi s x = -1$; (b) $n=1, 2\pi s x = +1$. The amplitude diffracted by column EF in Figure 7.13 is given by the line joining points P and P' corresponding to the top and bottom of the crystal. The separation between P and P' measured along the curves is equal to the crystal thickness. The amplitude diffracted from one side of the dislocation (a) is greater than that from the other side (b).

Pro $\vec{g} \cdot \vec{b} \neq 0$ (=n pro úplné dislokace) je obraz nesymetrický, poloha maxima kontrastu neodpovídá přesně poloze dislokace.



Sklonění šroubové dislokace ve fólii: užší profil a oscilace kontrastu s proměnnou hloubkou.

Kontrast na hranové dislokaci

Složitější vztah pro R, schematicky

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

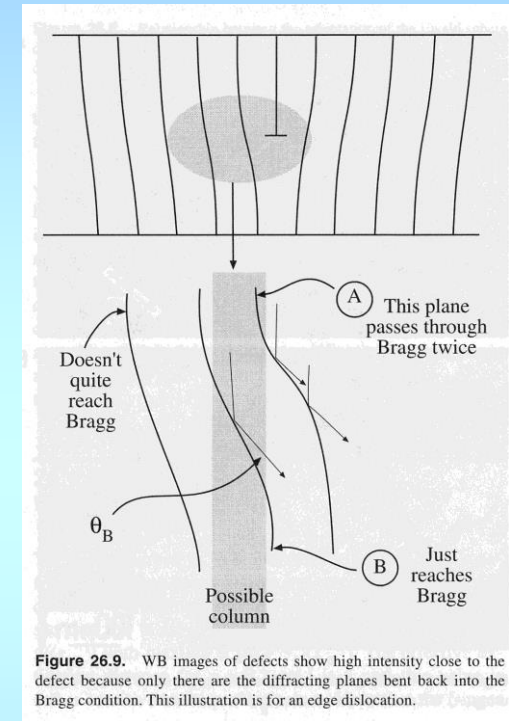
$$\alpha = 2\pi[\vec{g} \cdot \vec{b} \cdot A(\Phi) + \vec{g} \cdot \vec{b} \times \vec{u} \cdot B(r, \Phi)]$$

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

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



Příklad analýzy charakteru dislokací

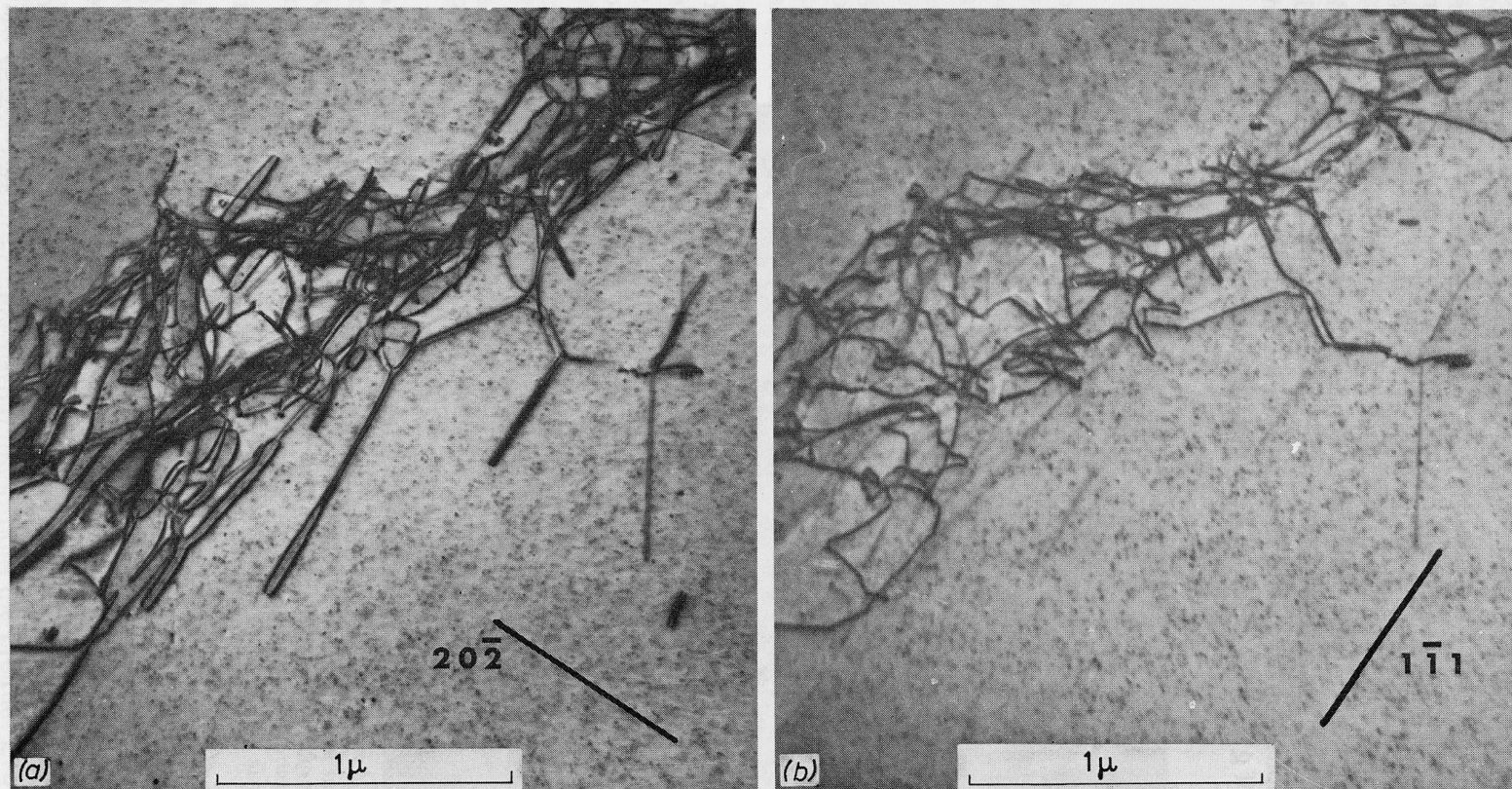
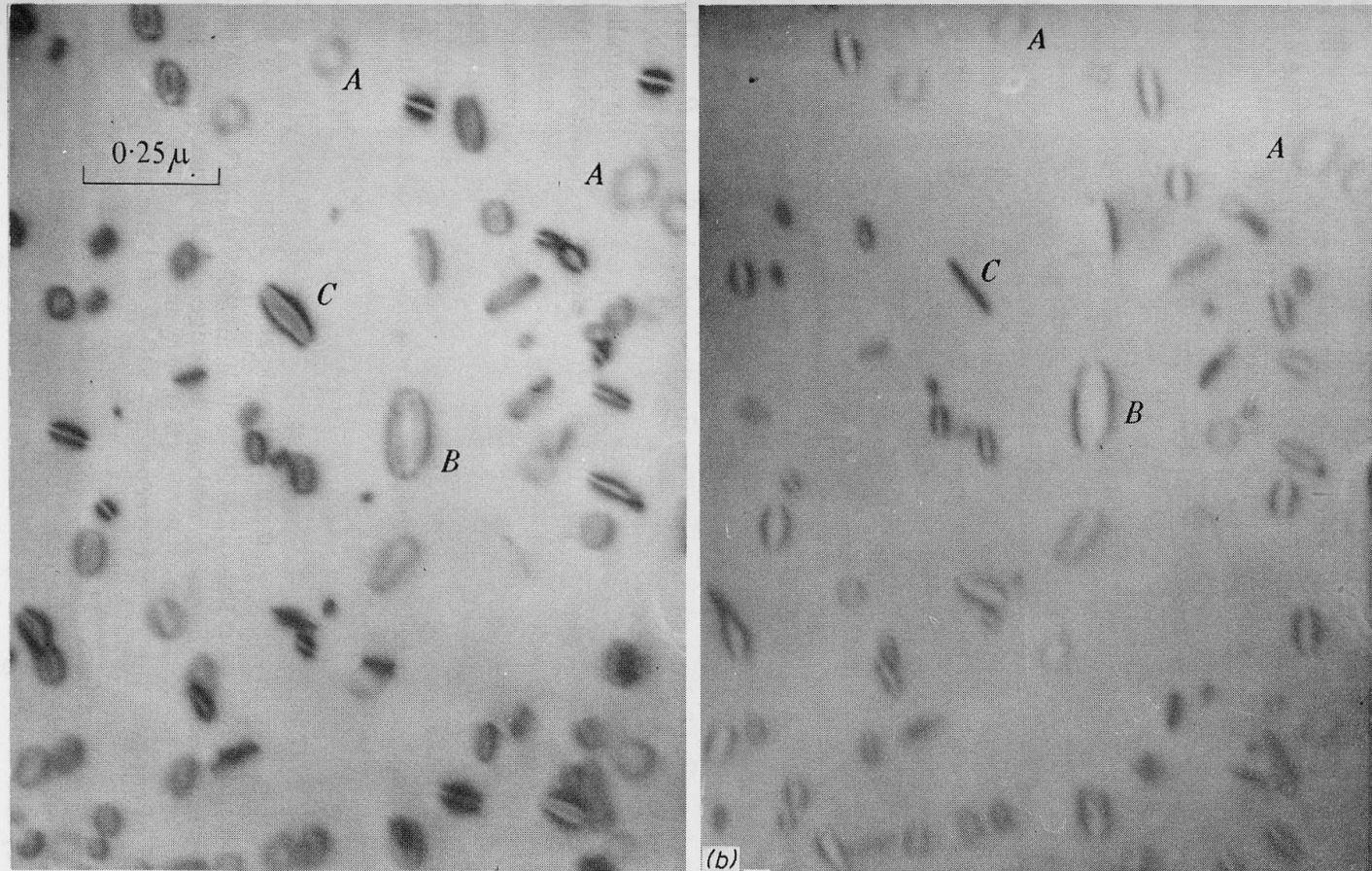


Figure 7.21. Edge dislocation dipoles in a single crystal of copper; Burgers vector $\frac{1}{2}[10\bar{1}]$; slip plane (111). In (a) taken in $20\bar{2}$ the dipole is visible; in (b) taken in $1\bar{1}1$, $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ and $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \wedge \mathbf{u}$ is sufficiently small for the image to disappear.

Kontrast na dislokačných smyčkách



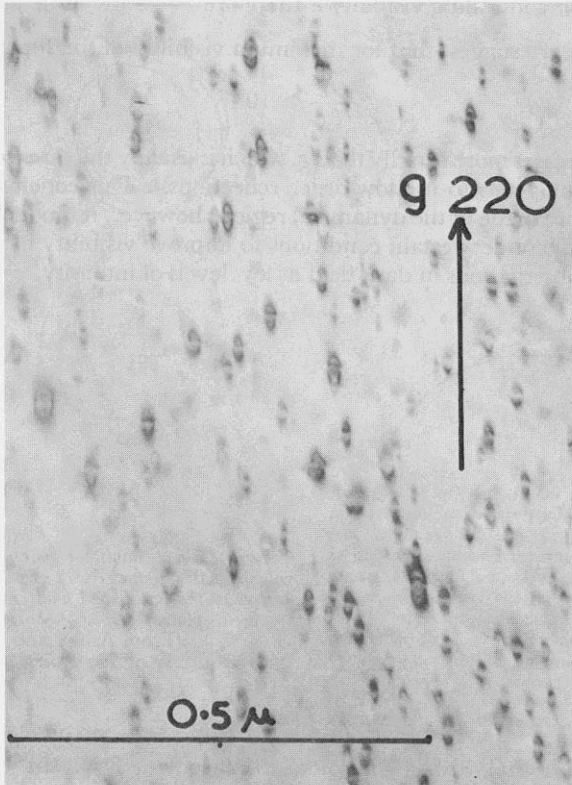
Dislocation loops in quenched aluminium. (a) Taken with two reflections operating (b) after tilting, only one reflection operating. The loops A are nearly parallel to the foil and show reasonably uniform contrast. Most of the other loops are more steeply inclined and show little contrast along the short, most steeply inclined parts of the dislocation. Loops B and C in (a) show double images which disappear when one reflection only operates (b). Loop C is very nearly perpendicular to the plane of the foil in (b)

Kontrast na precipitátech

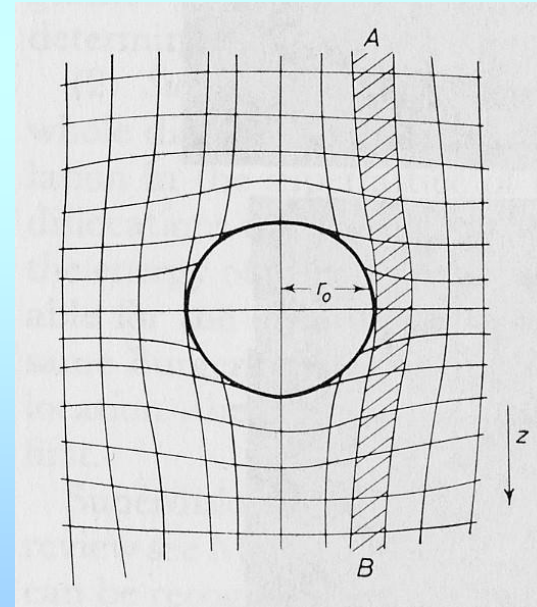
Sférická částice \gg radiální posunutí $R = \varepsilon r_0^3 / r^2$, $r \geq r_0$

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

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



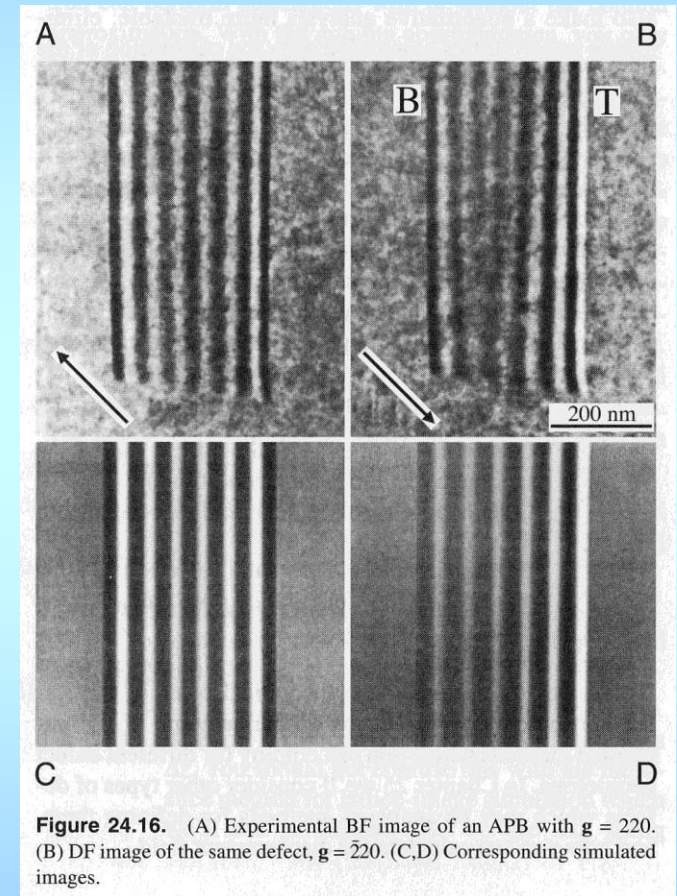
Small precipitates of $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ in internally oxidized Cu-0.05 wt% Al, showing the characteristic strain contrast; the line of zero contrast is normal to g



Podobný kontrast jako vrstevné chyby dávají také:

- hranice zrn (orientované šikmo k povrchu fólie)
- mezifázová rozhraní (pokud jde o velké útvary a není nutno brát v úvahu kontrast vyvolaný pružnými deformacemi v okolí rozhraní)

antifázové rozhraní



Shrnutí kinematické teorie kontrastu v TEM:

Kinematická teorie postačuje ke kvalitativnímu výkladu některých jevů kontrastu. Často ale není schopna vysvětlit některé jevy či detaily kvantitativně.

Kinematická teorie je omezená na případy, kdy $\Phi_g \ll \Phi_0$. To se ale dá očekávat jen při velmi malých tloušťkách fólie ($t < \xi_g$) nebo pro velké odchylky (s) od Braggovy polohy.

(Nedostatky odstraňuje složitější, dynamická teorie.)