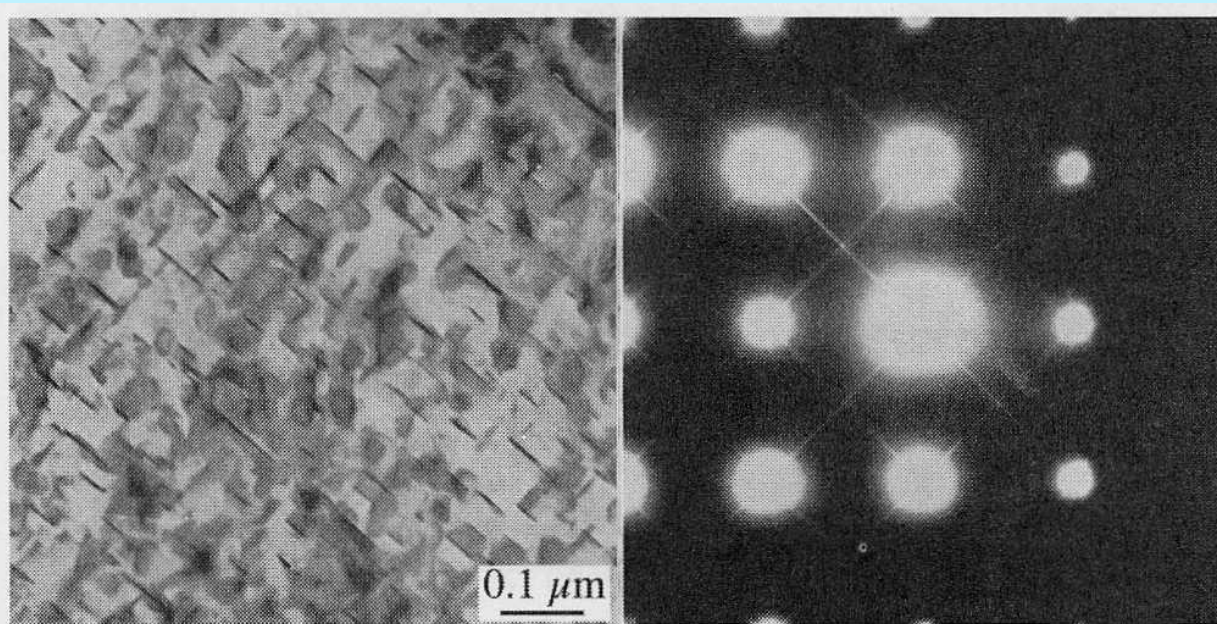


## Difrakční metody v TEM

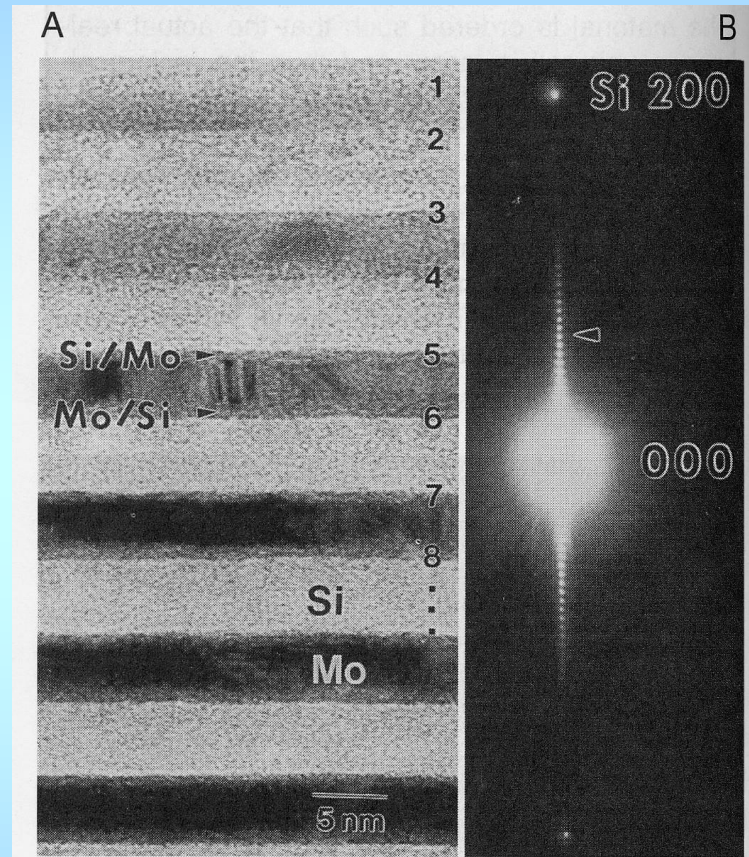
- Jemná struktura difrakčních obrazců.
- Difrakce na vícefázových materiálech, na uspořádaných strukturách, na kvazikrystalech.
- Práce s krystalografickými tabulkami, databázemi a specializovaným softwarem.
- Pokročilejší metody elektronové difrakce:
  - mikrodifrakce
  - difrakce v konvergentním svazku (CBED)
  - precesní difrakce

Už jsme uváděli příklad tenkých precipitátů, destiček v rovinách  $\{100\}$  fcc mřížky. Jak vypadá rozložení intenzity v reciprokém prostoru, jaké typy difrakčních obrazců mohou vznikat při různém náklonu?



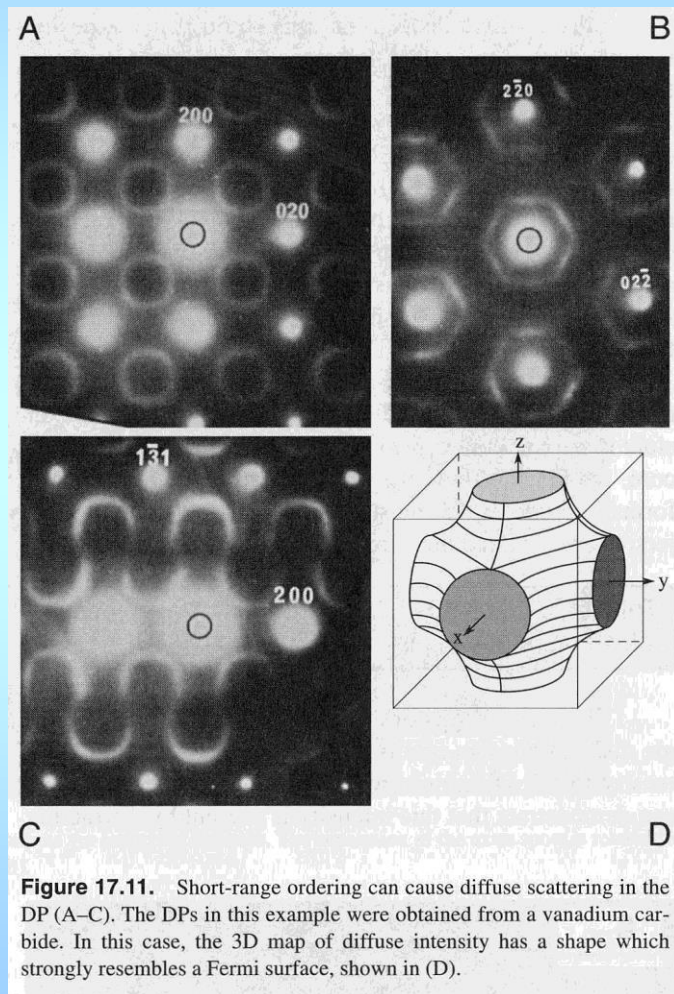
**Figure 17.10.** Very thin plate-like precipitates (A) cause long streaks in the DP (B). In this example, the precipitates are GP zones in an Fe-2.9 at % Mo alloy.

# „Supermřížky“ připravené střídáním tenkých vrstev:



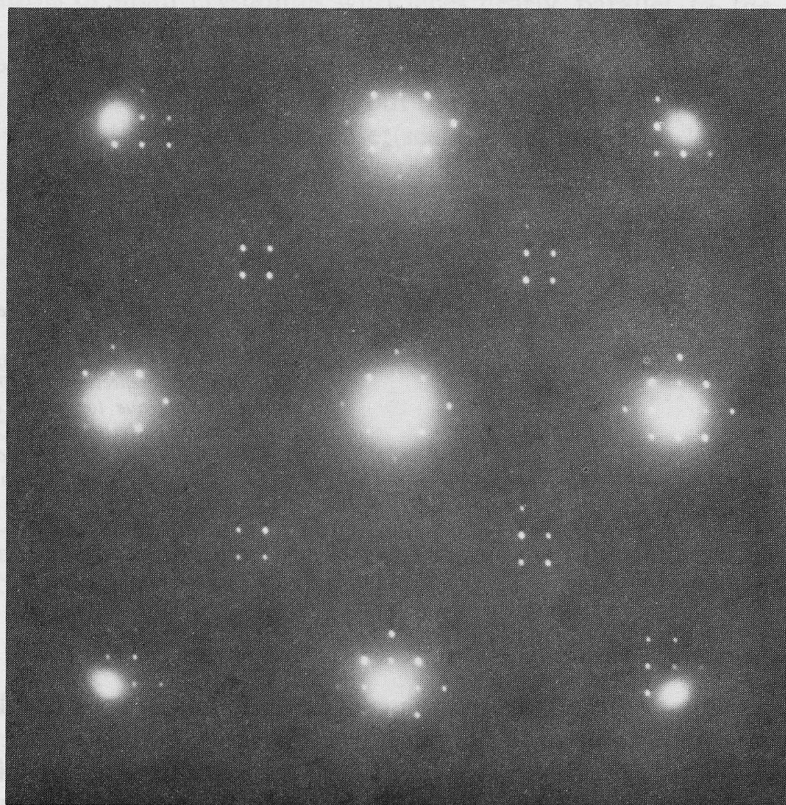
(A) Artificial superlattice of Si and Mo layers ~5 nm thick (B) Expanded DP around 000 showing many superlattice spots (arrowed). The large spacing of the superlattice in real space results in very small spacing of the superlattice reflections in the DP in reciprocal space.

# Spojité difúzní rozdělení intenzity v reciprokém prostoru: vliv uspořádání na krátkou vzdálenost.

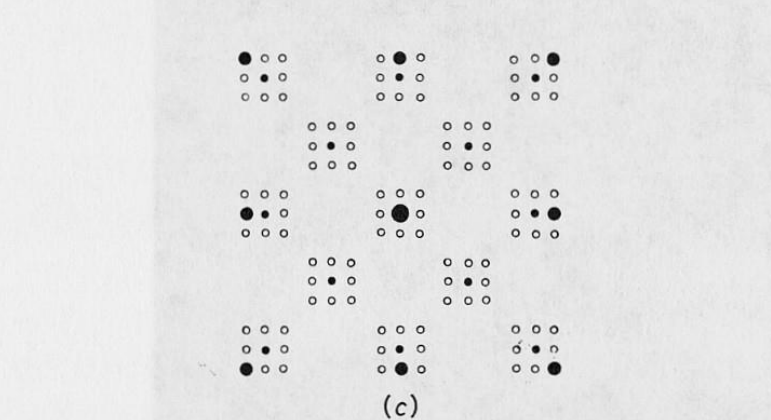
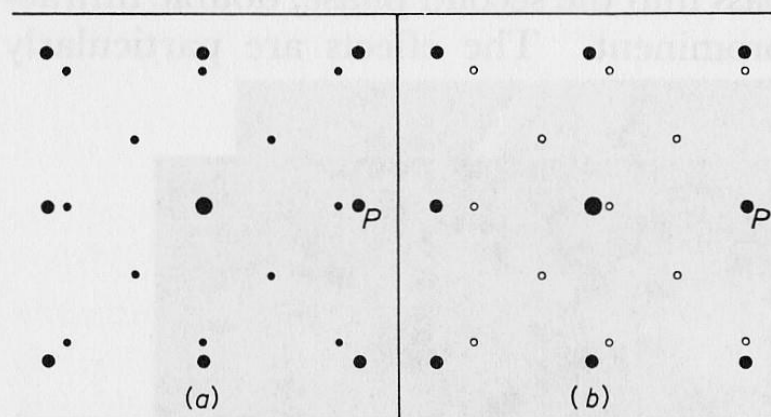


Tvar plochy spojující lokální maxima intenzity připomíná Fermiho plochu.  
Z parametrů plochy je možné vyhodnotit parametry uspořádání (SRO – short range ordering).

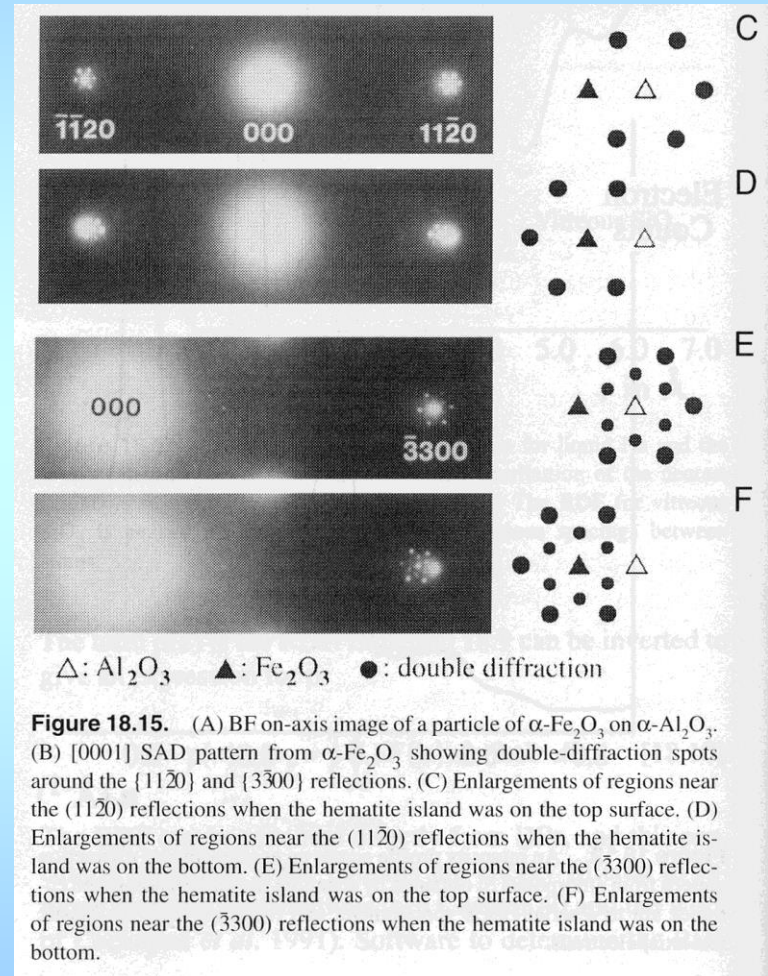
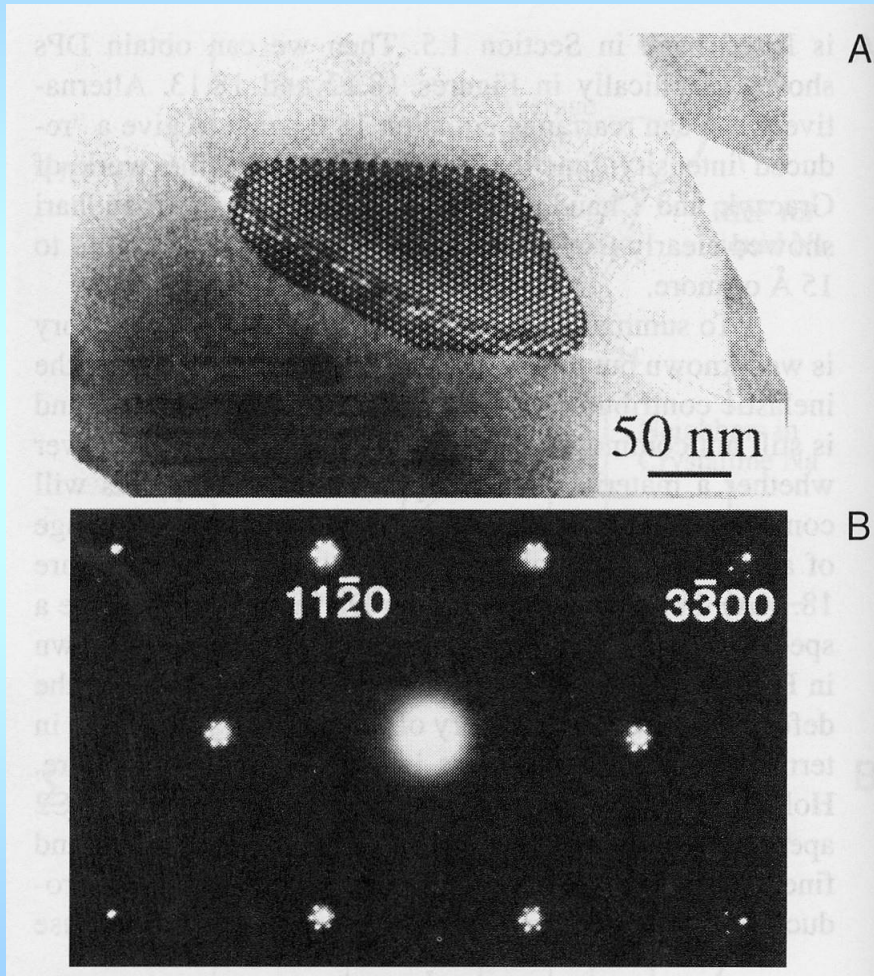
# Dvojitá difrakce – obrazec a jeho interpretace



*Electron diffraction pattern from a platelet of  $Mg_2Si$  in an aluminium matrix in (001) orientation*



# Dvojitá difrakce a vliv polohy precipitátu v matrici



**Figure 18.15.** (A) BF on-axis image of a particle of  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  on  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ . (B) [0001] SAD pattern from  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  showing double-diffraction spots around the  $\{11\bar{2}0\}$  and  $\{3\bar{3}00\}$  reflections. (C) Enlargements of regions near the  $\{11\bar{2}0\}$  reflections when the hematite island was on the top surface. (D) Enlargements of regions near the  $\{11\bar{2}0\}$  reflections when the hematite island was on the bottom. (E) Enlargements of regions near the  $\{3\bar{3}00\}$  reflections when the hematite island was on the top surface. (F) Enlargements of regions near the  $\{3\bar{3}00\}$  reflections when the hematite island was on the bottom.

## Kvazikrystaly – struktura a difrakce

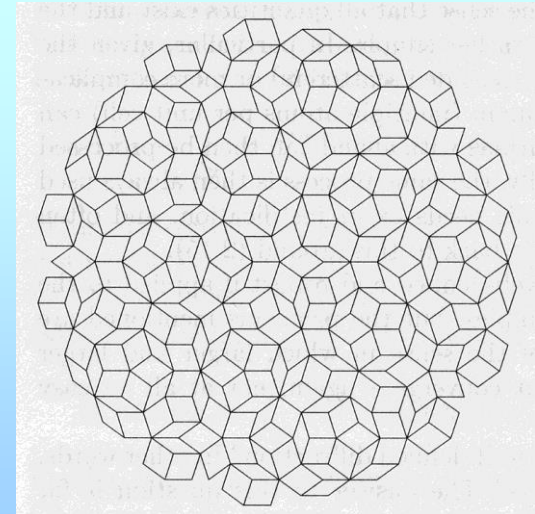
Obsahují osy symetrie, které jsou nepřijatelné z hlediska klasické definice krystalických materiálů s translační symetrií.

Běžné krystaly: jen osy 2, 3, 4 a 6-četné.

Kvazikrystaly: i 5, 8, 10, 12-četné osy.

Pravidelnost (LRO) bez translační symetrie? Ano, viz R. Penrose a jeho „Penrose tiling“:

1-D, 2-D a 3-D kvazikrystaly.





Výskyt QC:  
ve složitějších systémech ( $\geq 3$  složek),  
často s Al, úzké koncentrační rozmezí.

Table Stable quasicrystal phases

Typical composition	Icosahedral quasilattice respectively approximate c-axis parameters [nm]
---------------------	--

Icosahedral quasicrystals

$\text{Al}_{57}\text{Cu}_{10.8}\text{Li}_{32.2}$	0.504
$\text{Al}_{43}\text{Mg}_{43}\text{Pd}_{14}$	0.513
$\text{Ga}_{20}\text{Mg}_{43}\text{Zn}_{37}$	0.509
$\text{Ni}_{17}\text{Ti}_{41.5}\text{Zr}_{41.5}$	0.516
$\text{Mg}_{42}\text{RE}_8\text{Zn}_{50}$ <sup>1)</sup>	0.104
$\text{Al}_{62}\text{Cu}_{25}\text{TM}_{13}$ <sup>2)</sup>	0.89 to 0.905
$\text{Al}_{70}\text{Mn}_9\text{Pd}_{21}$	0.912
$\text{Al}_{70}\text{Pd}_{21}\text{Re}_9$	0.920

Decagonal quasicrystals

$\text{Al}_{64}\text{Co}_{16}\text{Cu}_{20}$ <sup>3)</sup>	0.8 (also 0.4)
$\text{Al}_{71.5}\text{Co}_{14}\text{Ni}_{14.5}$ <sup>3)</sup>	0.8 (also 0.4)
$\text{Al}_{71}\text{Fe}_5\text{Ni}_{24}$	0.4
$\text{Mg}_{20}\text{SE}_{10}\text{Zn}_{70}$ <sup>4)</sup>	0.51
$\text{Al}_{69.8}\text{Mn}_{12.1}\text{Pd}_{18.1}$	1.2
$\text{Al}_{40}\text{Fe}_{15}\text{Ge}_{20}\text{Mn}_{25}$	1.2
$\text{Al}_{70}\text{Pd}_{17}\text{TM}_{13}$ <sup>2)</sup>	1.6
$\text{Al}_{74}\text{Ni}_{15}\text{Ru}_{11}$ <sup>2)</sup>	1.6 (also 0.4)
$\text{Al}_{72}\text{Cr}_{16}\text{Cu}_{12}$	3.6

Dodecagonal quasicrystals

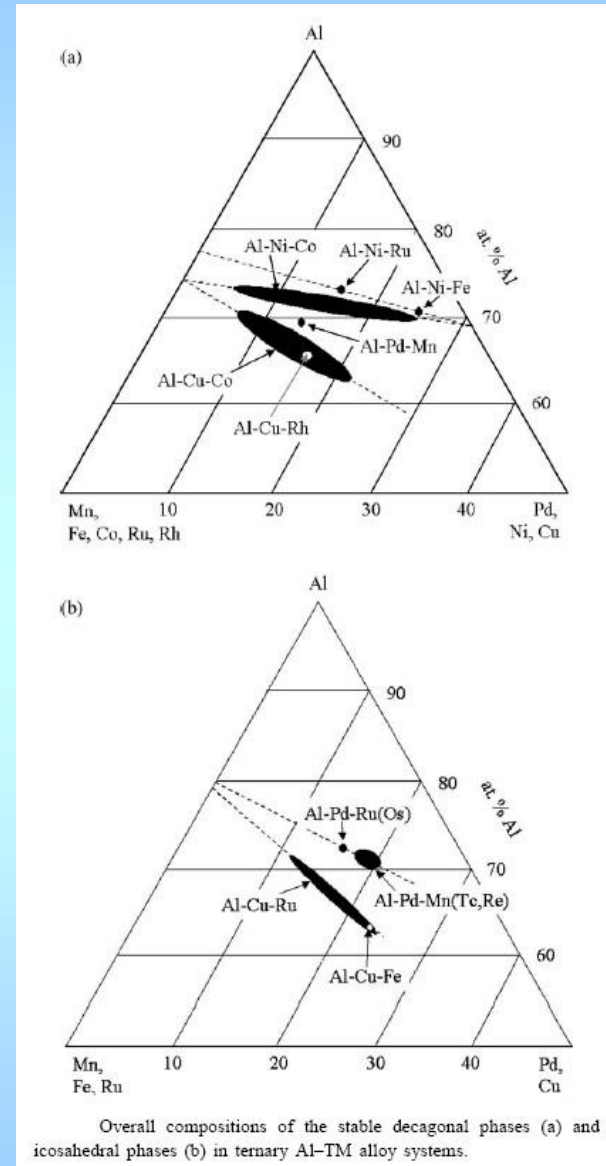
$\text{Ta}_{1.6}\text{Te}$	2.0
----------------------------	-----

<sup>1)</sup> RE = Y, Gd, Tb, Dy, Ho, Er

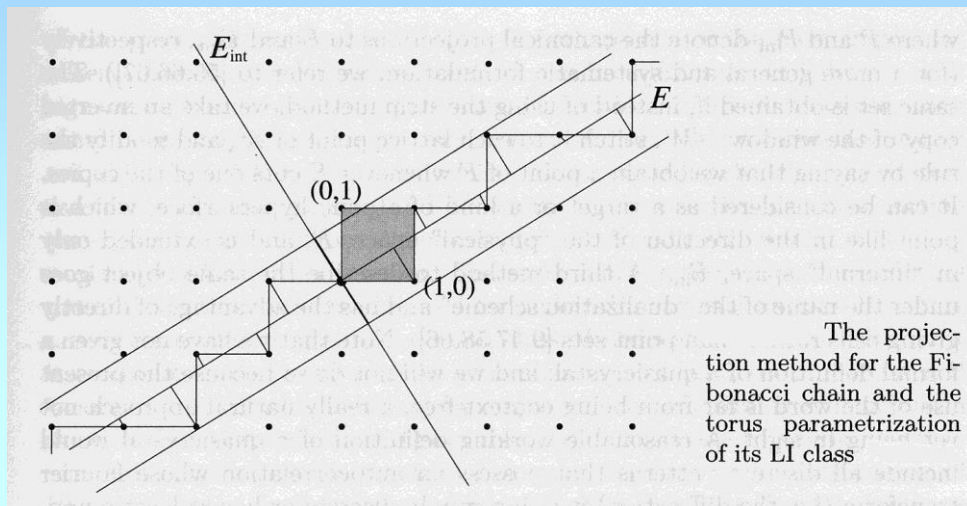
<sup>2)</sup> TM = Fe, Ru, Os

<sup>3)</sup> rather wide range of existence

<sup>4)</sup> SE = Dy, Ho



## Konstrukce neperiodické 1-D sekvence:

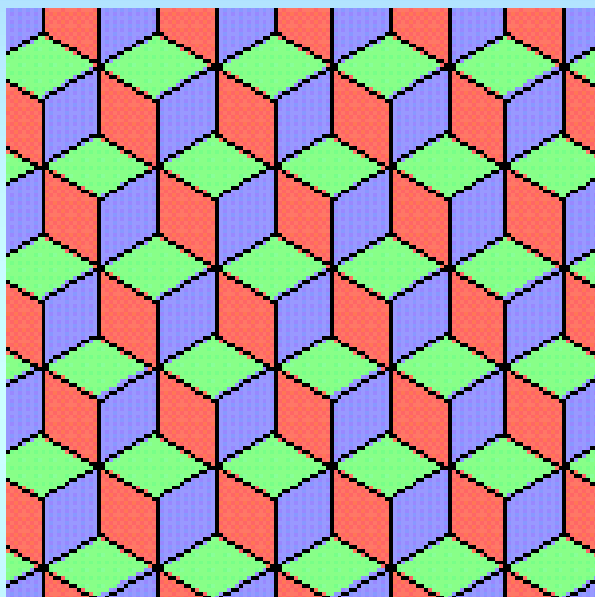


Požadavek: iracionální  
směrnice přímky, např.  
 $1/\tau$ , kde  $\tau = (1 + \sqrt{5})/2$

Stejný výsledek dá tzv. Fibonacciho posloupnost vytvořená substitucemi  $\{S \rightarrow L, L \rightarrow LS\}$  z výchozího řetězce, např.

$w_0 = S$	$w_4 = LSLLS$
$w_1 = L$	$w_5 = LSLLSLSL$
$w_2 = LS$	$w_6 = LSLLSLSLLS$
$w_3 = LSL$	$w_7 = LSLLSLSLLSLS$ atd.

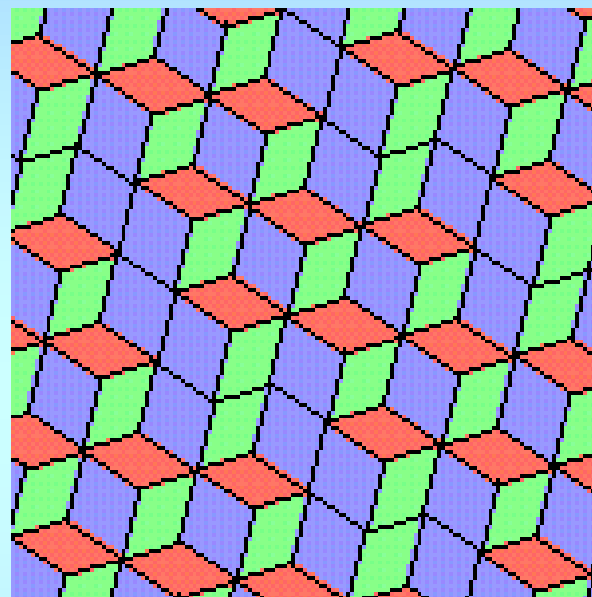
## Konstrukce 2-D pokrytí:



racionální indexy roviny



translační symetrie



iracionální indexy roviny



bez translační symetrie

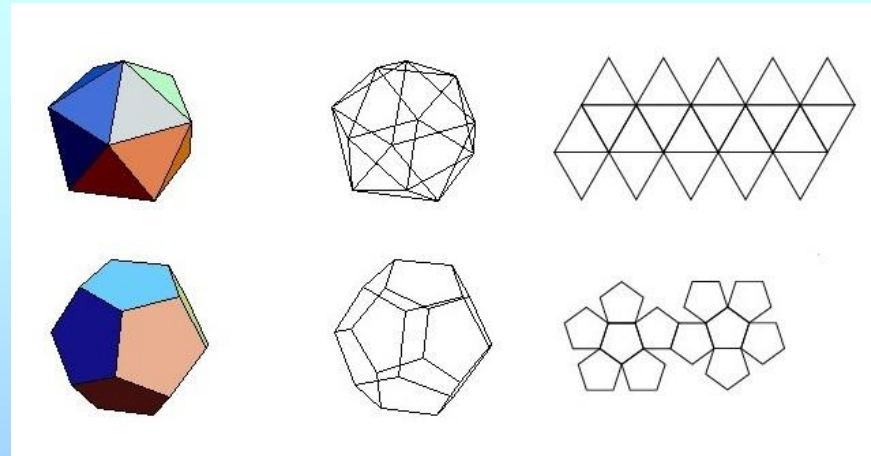
Pokračování analogie v 3-D prostoru: neperiodické vyplnění prostoru lze vygenerovat jako projekci periodické struktury ve vyšší dimenzi:

Dekagonální kvazikrystaly: projekce 5-D do 3-D

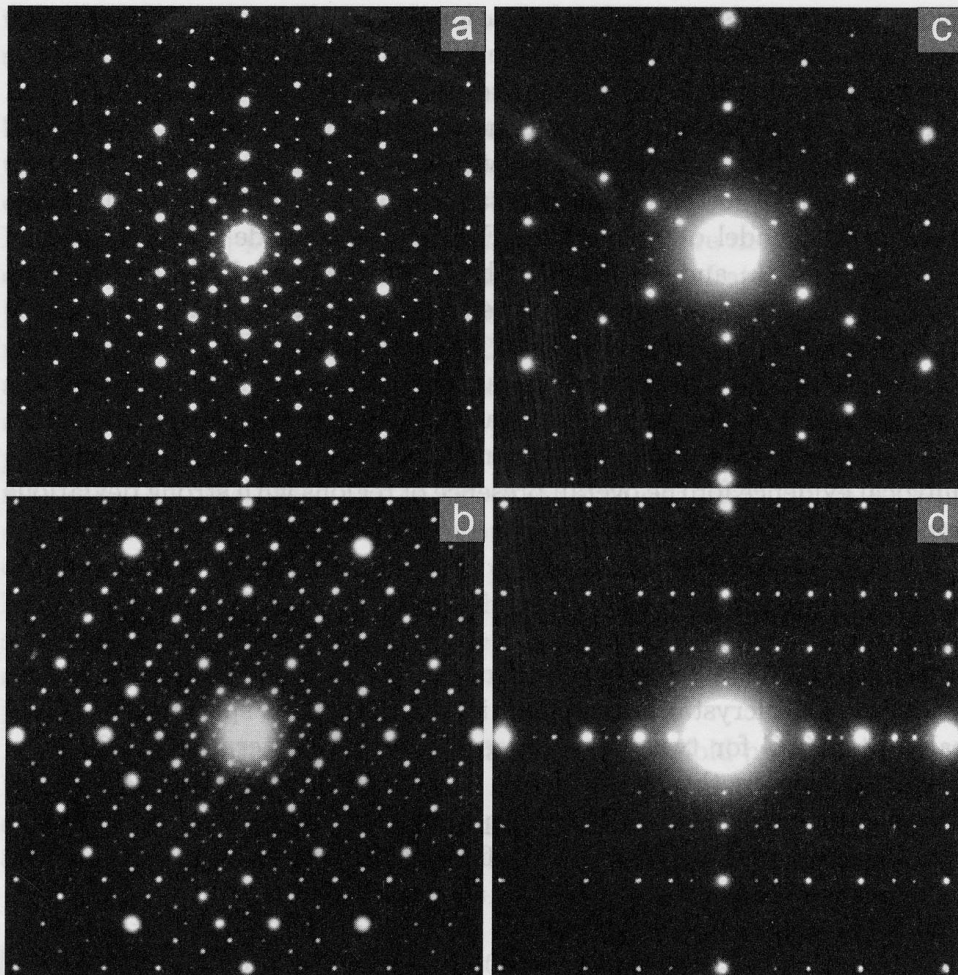
Ikosaedrální kvazikrystaly: projekce 6-D do 3-D

Tento postup se používá i k simulaci a interpretaci difrakčních obrazců kvazikrystalů.

(geometrie, symetrie, názvosloví – viz např. [mathworld.wolfram.com](http://mathworld.wolfram.com))



# Difrakční obrazce kvazikrystalů



SAED patterns of  $i\text{-Al}_{70}\text{Mn}_9\text{Pd}_{21}$  in the 5-fold (a), 2-fold (b), and 3-fold projection direction (c), and a direction normal to a mirror plane (d)

**QuaRef v1.0**  
(C) JCrystalSoft, 2002

<http://www.jcrystal.com/steffenweber>  
<http://www.jcrystal.com>

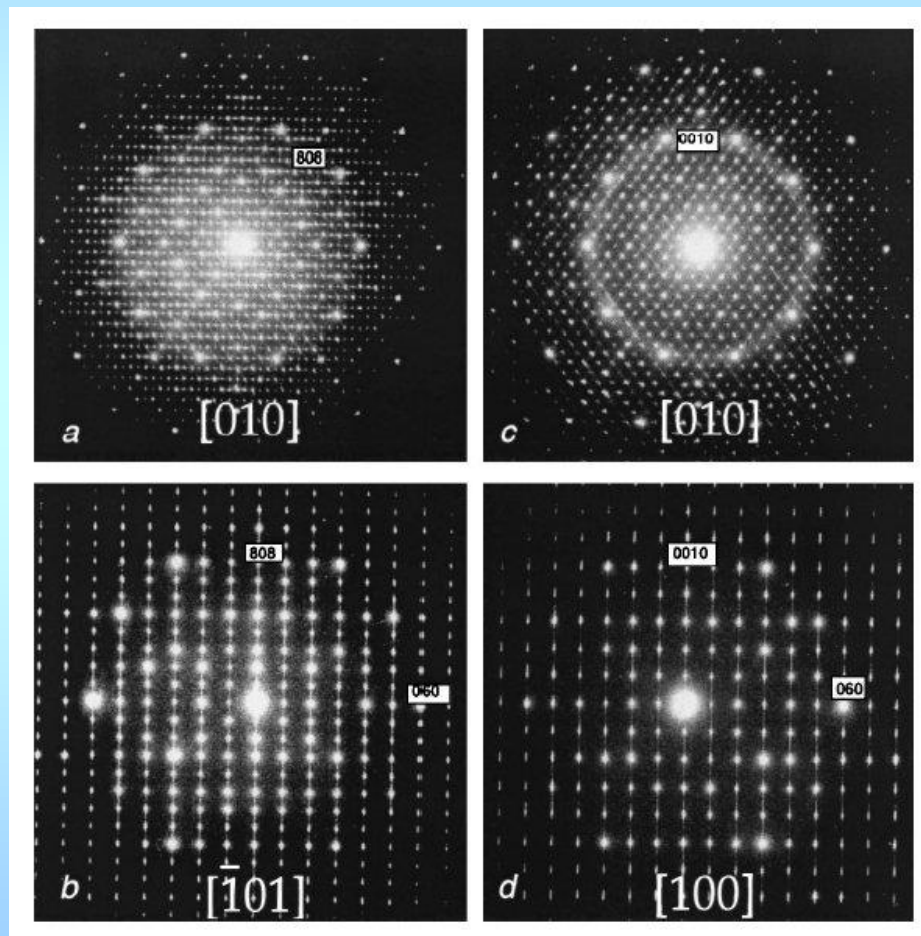
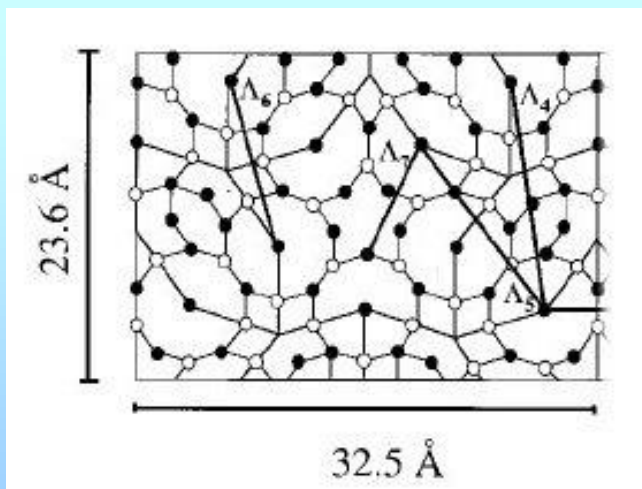
**References**

A.Yamamoto: Acta Cryst., A52, (1996), 509-560  
W.Steurer: Zeitschrift f.Krist., 190, (1990), 179-234  
Rabson, Mermin, Rokhsar, Wight: Rev.Mod.Phys., Vol.63, No.3, (1991)

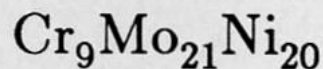
OK

Kvazikrystalické aproximanty: struktury s translační periodicitou a velkými mřížkovými parametry. Difrakční obrazce připomínají difrakce z kvazikrystalů.

Příklad: ortorombická mřížka  
fáze Al-Cr-Fe



# Databáze krystalových struktur



Structure Type  
 $\text{Cr}_9\text{Mo}_{21}\text{Ni}_{20}$

Pearson Symbol  
 $oP56$

Space Group  
 $Pnma$

No.  
62

$a = 1.6983(6)$  nm

$b = 0.4752(2)$  nm

$c = 0.9070(3)$  nm

Atom	Site	Occupancy	x	y	z	occ.
M1	4c	.m.	$x = 0.1134$	$y = 1/4$	$z = 0.0737$	occ. = 1
M2	4c	.m.	$x = 0.2547$	$y = 1/4$	$z = 0.1363$	occ. = 1
M3	4c	.m.	$x = 0.1578$	$y = 1/4$	$z = 0.3257$	occ. = 1
M4	4c	.m.	$x = 0.1819$	$y = 1/4$	$z = 0.6058$	occ. = 1
M5	4c	.m.	$x = 0.3253$	$y = 1/4$	$z = 0.6650$	occ. = 1
M6	4c	.m.	$x = 0.4536$	$y = 1/4$	$z = 0.4746$	occ. = 1
M7	4c	.m.	$x = 0.4047$	$y = 1/4$	$z = 0.1988$	occ. = 1
M8	4c	.m.	$x = 0.0780$	$y = 1/4$	$z = 0.8152$	occ. = 1
M9	4c	.m.	$x = 0.3650$	$y = 1/4$	$z = 0.9383$	occ. = 1
M10	4c	.m.	$x = 0.0355$	$y = 1/4$	$z = 0.5202$	occ. = 1
M11	8d	1	$x = 0.5375$	$y = 0.9986$	$z = 0.2504$	occ. = 1
M12	8d	1	$x = 0.2883$	$y = 0.0008$	$z = 0.3868$	occ. = 1

Miscellaneous:  $d_m = 9.064$  g/cm<sup>3</sup>,  $d_x = 9.28$  g/cm<sup>3</sup>

Diffraction data: Single crystal, Weissenberg, Mo, 200 reflections,  $R = 0.166$

Comments: Authors gave structure in cab setting; M1-M12= distribution of the atoms on the different point-sets see publication

Reference: D.P. Shoemaker, C.B. Shoemaker and F.C. Wilson, "The Crystal Structure of the P Phase, Mo-Ni-Cr. II. Refinement of Parameters and Discussion of Atomic Coordination." ACTA CRYSTALLOGRAPHICA, 10, 1-14 (1957)

# Krystalografické tabulky

## INTERNATIONAL TABLES FOR X-RAY CRYSTALLOGRAPHY

VOL. I. SYMMETRY GROUPS  
VOL. II. MATHEMATICAL TABLES  
VOL. III. PHYSICAL AND CHEMICAL TABLES

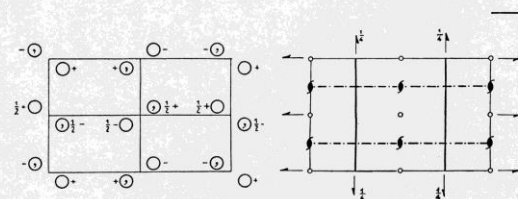
Published for  
THE INTERNATIONAL UNION OF CRYSTALLOGRAPHY  
by  
THE KYNOCH PRESS  
BIRMINGHAM, ENGLAND  
1952

Orthorhombic  $m m m$

$P 2_1/n 2_1/m 2_1/a$

No. 62

$P n m a$   
 $D_{2h}^{16}$



Origin at  $\bar{1}$

Number of positions,  
Wyckoff notation,  
and point symmetry

Co-ordinates of equivalent positions

Conditions limiting  
possible reflections

8  $d$   $\bar{1}$   $x, y, z; \frac{1}{2} + x, \frac{1}{2} - y, \frac{1}{2} - z; \bar{x}, \frac{1}{2} + y, \bar{z}; \frac{1}{2} - x, \bar{y}, \frac{1}{2} + z;$   
 $\bar{x}, \bar{y}, \bar{z}; \frac{1}{2} - x, \frac{1}{2} + y, \frac{1}{2} + z; x, \frac{1}{2} - y, z; \frac{1}{2} + x, y, \frac{1}{2} - z.$

General:

$hkl$ : No conditions  
 $Ok$ :  $k+l=2n$   
 $h0l$ : No conditions  
 $hk0$ :  $h=2n$   
 $h00$ :  $(h=2n)$   
 $Ok0$ :  $(k=2n)$   
 $00l$ :  $(l=2n)$

4  $c$   $m$   $x, \frac{1}{2}, z; \bar{x}, \frac{1}{2}, \bar{z}; \frac{1}{2} - x, \frac{1}{2}, \frac{1}{2} + z; \frac{1}{2} + x, \frac{1}{2}, \frac{1}{2} - z.$

Special: as above, plus  
no extra conditions

4  $b$   $\bar{1}$   $0, 0, \frac{1}{2}; 0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}; \frac{1}{2}, 0, 0; \frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0.$

4  $a$   $\bar{1}$   $0, 0, 0; 0, \frac{1}{2}, 0; \frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}; \frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}.$

$hkl$ :  $h+l=2n; k=2n$

Symmetry of special projections

(001)  $pgm$ ;  $a' = a/2, b' = b$

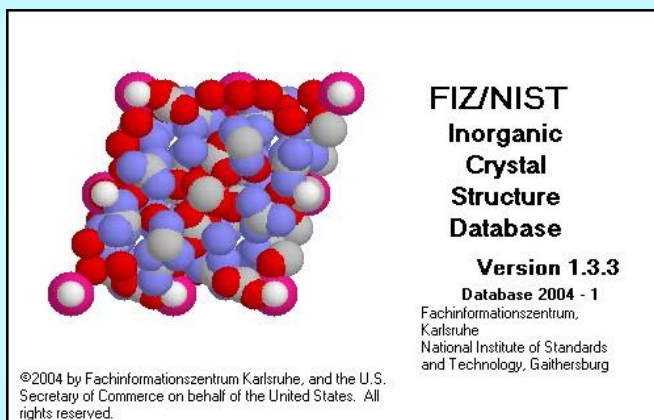
(100)  $cmm$ ;  $b' = b, c' = c$

(010)  $pgg$ ;  $c' = c, a' = a$



## Softwarové nástroje (příklady)

ICSD (počítačová databáze)  
+ vyhledávací software



SpaceGroup Explorer

Search

International Tables Vol.A (1983)  
 International Tables Vol.I (1965)  
 Hall

Debug

Info

Space Group 225  $Fm\bar{3}m$

Hall symbol: -F 4 2 3  
Point group: m-3m  
Laue group: m-3m  
Crystal system: Cubic  
Lattice symbol: F - centered  
Extra info: None

Seminvariant vectors  $(h+k+l) \text{ mod } (2)$

## Mikrodifrakce

Běžná technika difrakce v TEM používá výběr difraktující oblasti pomocí selekční clony (SAD). Nejmenší difraktující oblast je pak v řádu desetin  $\mu\text{m}$ .

Chceme-li vybrat oblast menší, lze toho docílit zkoncentrováním dopadajícího svazku do velikosti řádu desítek či jednotek nm. Pak se ale konvergence svazku (původně velmi malá, cca 0.05 mrad) zvyšuje na hodnoty srovnatelné s Braggovým úhlem a difrakční stopy se mění v disky.

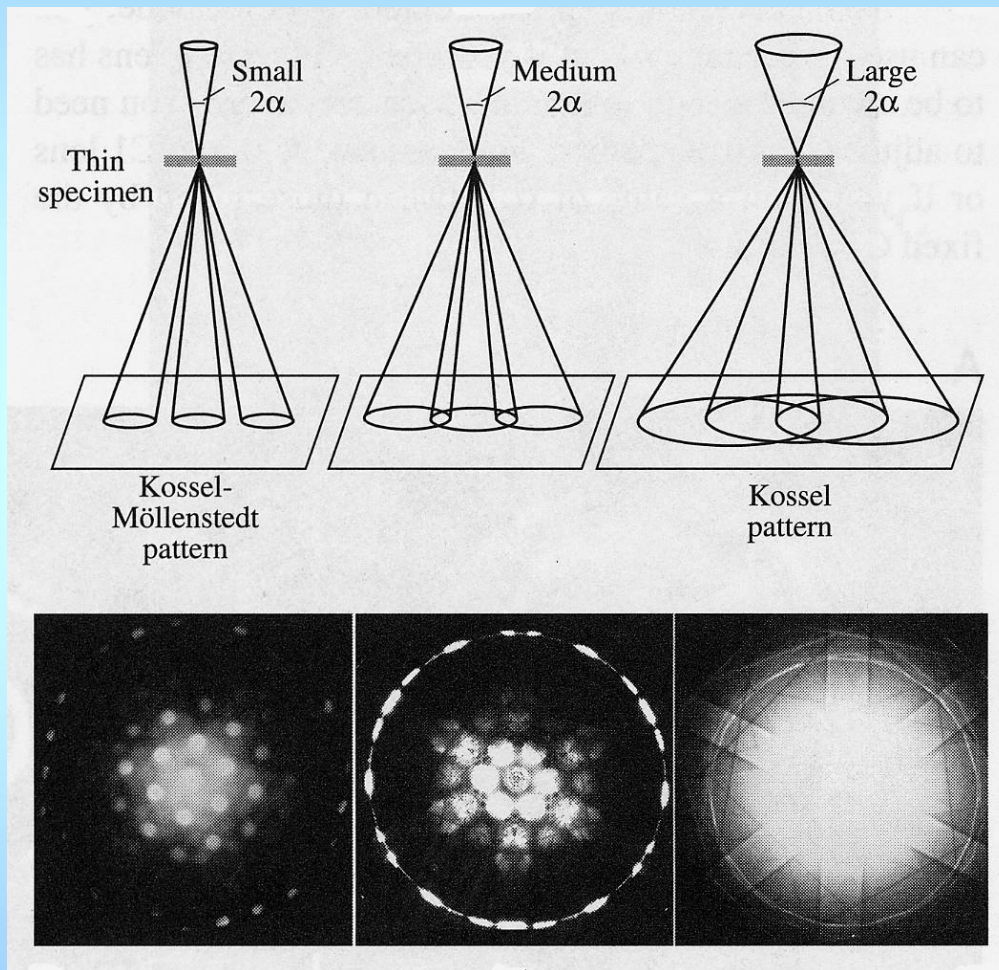
Mluvíme o difrakci v konvergentním svazku (CBED).

Jinou možností realizace zmenšení difraktující oblasti je tzv. metoda rotujícího svazku („rocking-beam“), umožněná konstrukcí STEM. Dopadající svazek tvoří kužel s určitým vrcholovým úhlem, registruje se intenzita světlého pole.

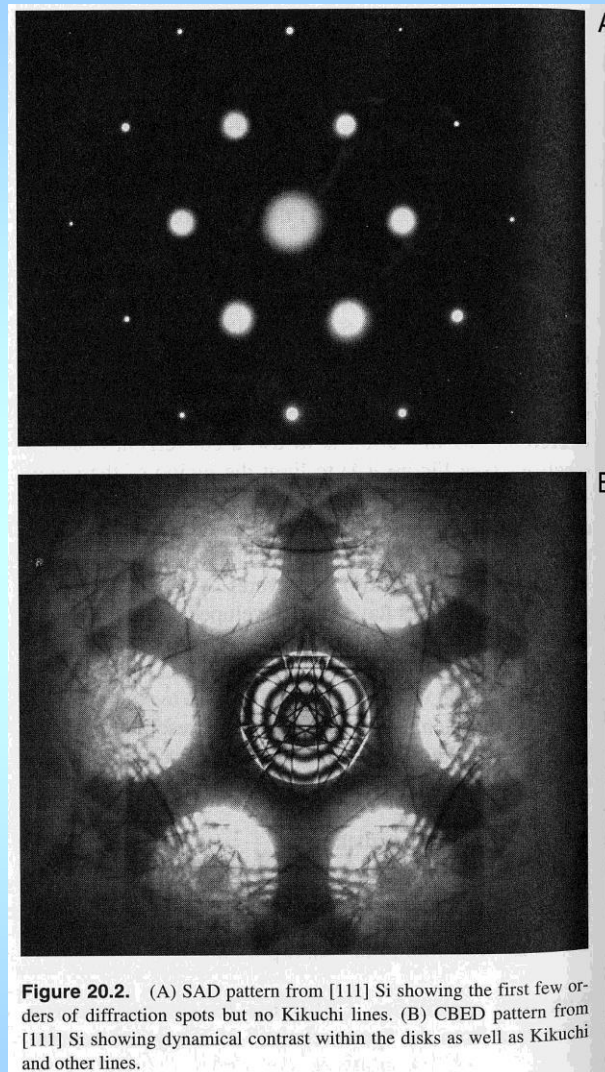
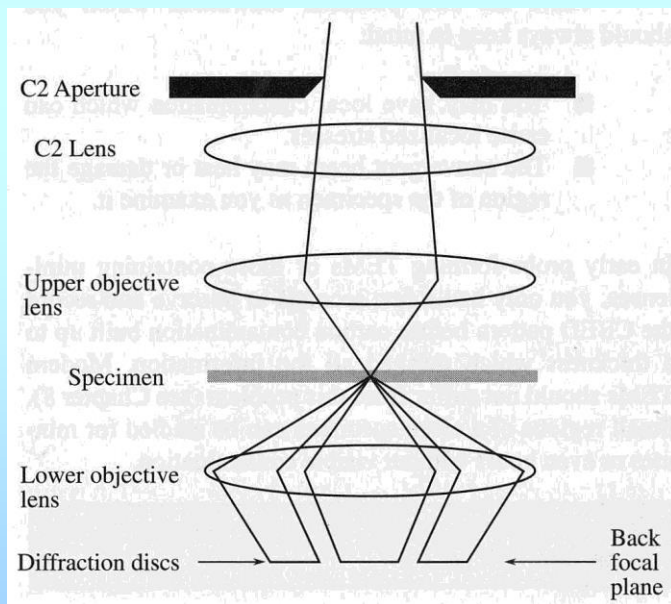
Další možností je zařazení třetího kondenzoru, který provádí zmenšení obrazu kondenzorové clony na vzorku a tím výběr malé oblasti s paralelním svazkem (nanoprobe).

**Obecná poznámka:** souvislost lokalizace v reálném a recipročním prostoru.

# Typy CBED obrazců



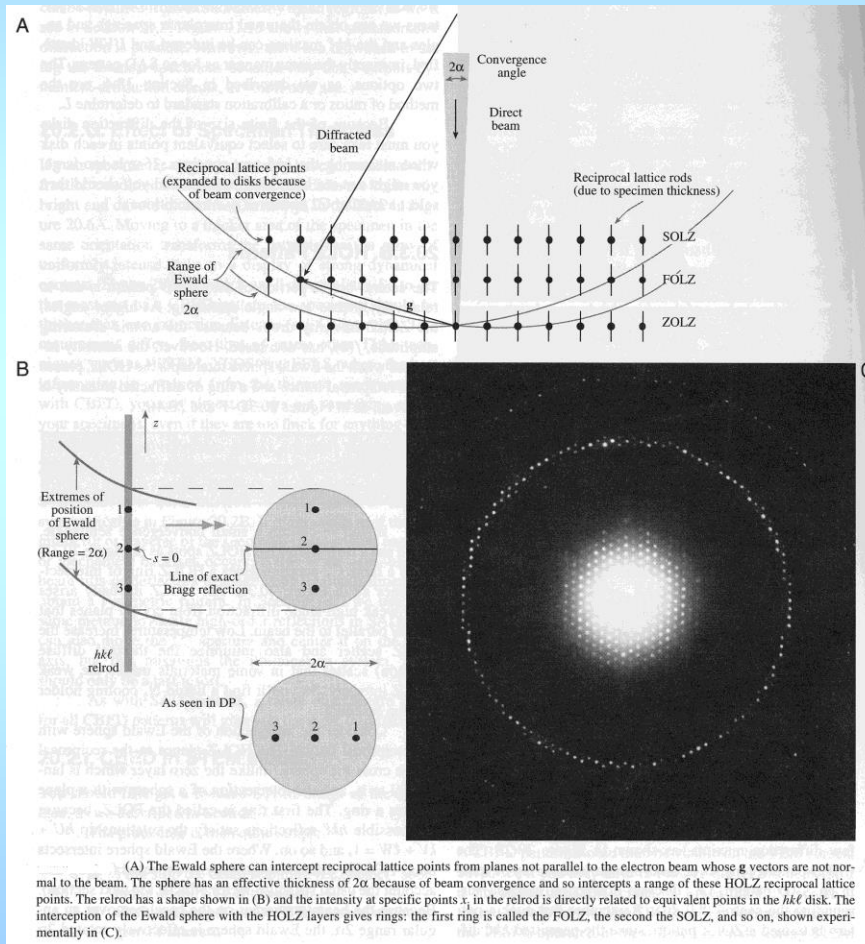
# Srovnání SAD a CBED:



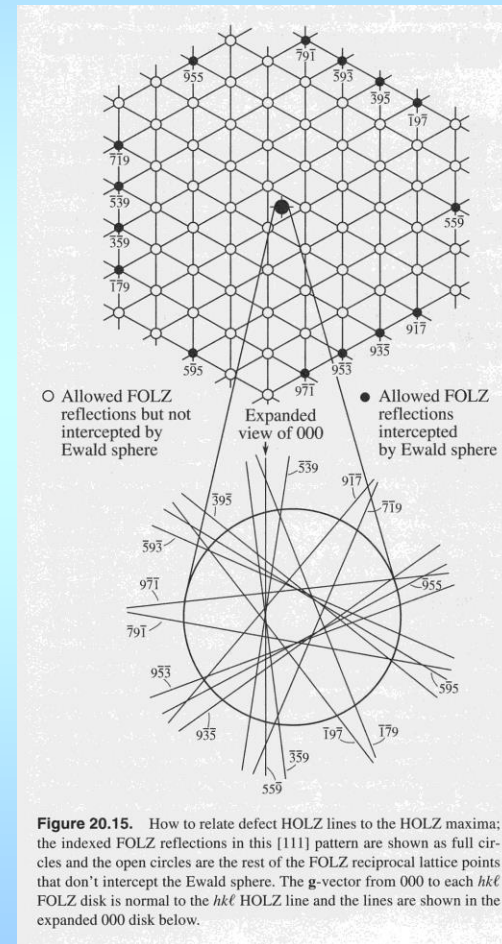
**Figure 20.2.** (A) SAD pattern from [111] Si showing the first few orders of diffraction spots but no Kikuchi lines. (B) CBED pattern from [111] Si showing dynamical contrast within the disks as well as Kikuchi and other lines.

# Detaily v centrálním disku CBED: HOLZ linie

(High Order Laue Zone lines, analogické Kikuchiho liniím)

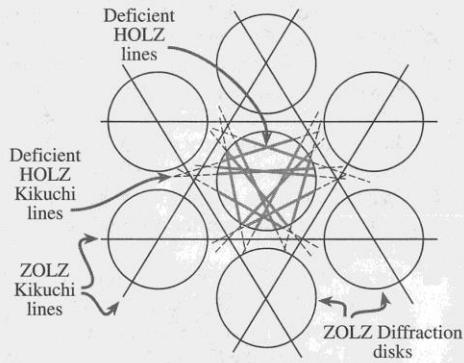


(A) The Ewald sphere can intercept reciprocal lattice points from planes not parallel to the electron beam whose  $g$  vectors are not normal to the beam. The sphere has an effective thickness of  $2\alpha$  because of beam convergence and so intercepts a range of these HOLZ reciprocal lattice points. The reloid has a shape shown in (B) and the intensity at specific points  $s$  in the reloid is directly related to equivalent points in the  $hkl$  disk. The interception of the Ewald sphere with the HOLZ layers gives rings; the first ring is called the FOLZ, the second the SOLZ, and so on, shown experimentally in (C).

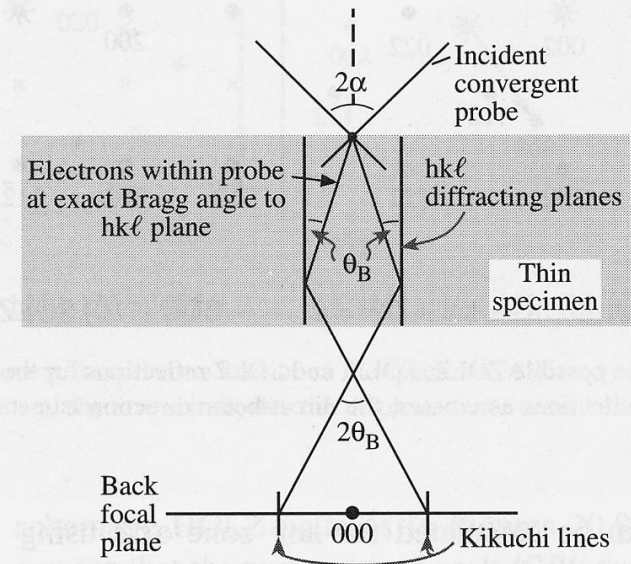
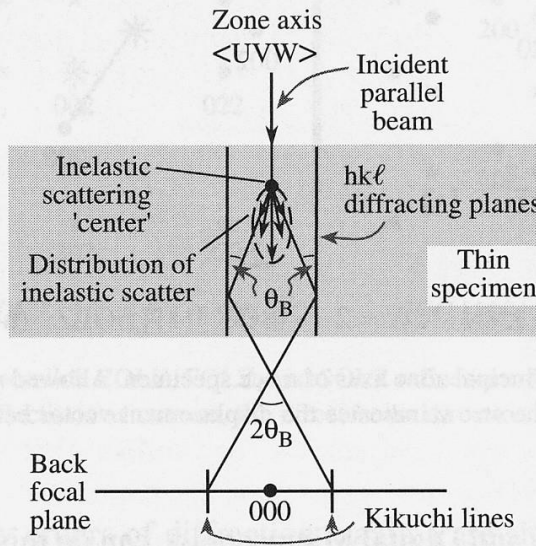


**Figure 20.15.** How to relate defect HOLZ lines to the HOLZ maxima; the indexed FOLZ reflections in this [111] pattern are shown as full circles and the open circles are the rest of the FOLZ reciprocal lattice points that don't intercept the Ewald sphere. The  $g$ -vector from 000 to each  $hkl$  FOLZ disk is normal to the  $hkl$  HOLZ line and the lines are shown in the expanded 000 disk below.

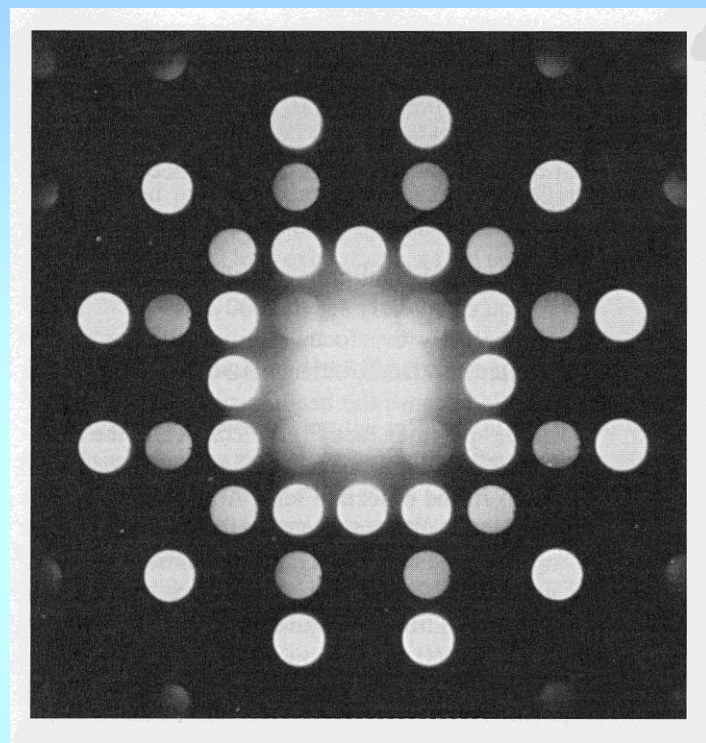
# Kikuchiho line kontra HOLZ line (mechanismus vzniku)



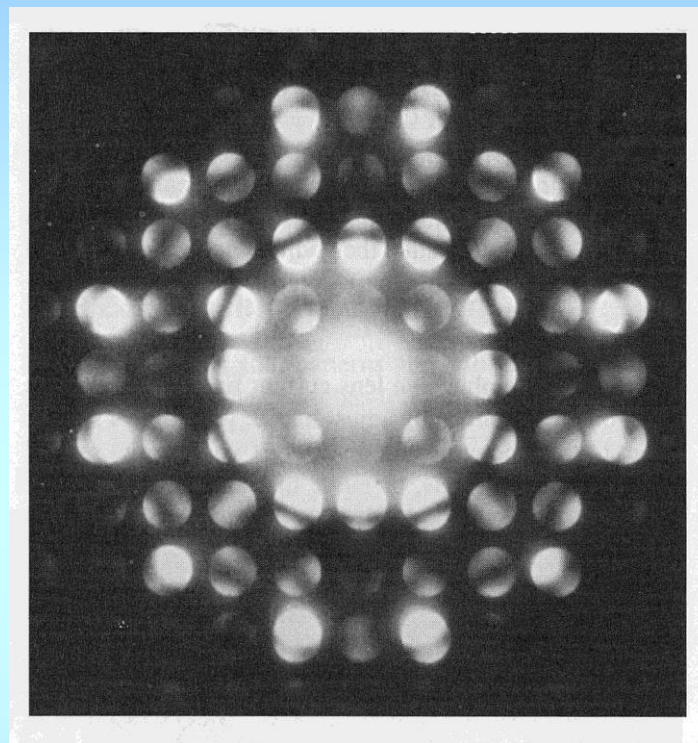
**Figure 20.13.** The relationship between Kikuchi lines and HOLZ lines is shown in this schematic of a [111] CBED pattern from an fcc crystal. The three principal pairs of  $2\bar{2}0$  110 ZOLZ Kikuchi lines show sixfold symmetry and bisect the  $\mathbf{g}$ -vectors from 000 to the  $2\bar{2}0$  ZOLZ disks. The inelastic HOLZ defect Kikuchi lines are shown in the region between the ZOLZ diffraction disks and the elastic HOLZ defect lines are present within the 000 disk only. Compare this schematic with the experimental pattern back in Figure 20.2B.



## Informace obsažená v CBED obrazcích



mikrodifrakce z tenké oblasti



mikrodifrakce z tlustší oblasti, kde hrají roli dynamické efekty

CBED obsahuje 3-D informaci, oproti SAD udává navíc symetrii intenzity uvnitř disků, která odráží symetrii krystalu.



Metoda CBED může být využita k jednoznačnému stanovení bodové grupy a dokonce i prostorové grupy krystalu (používá se informace o symetrii celého obrazce, centrálního disku i difraktovaných disků).

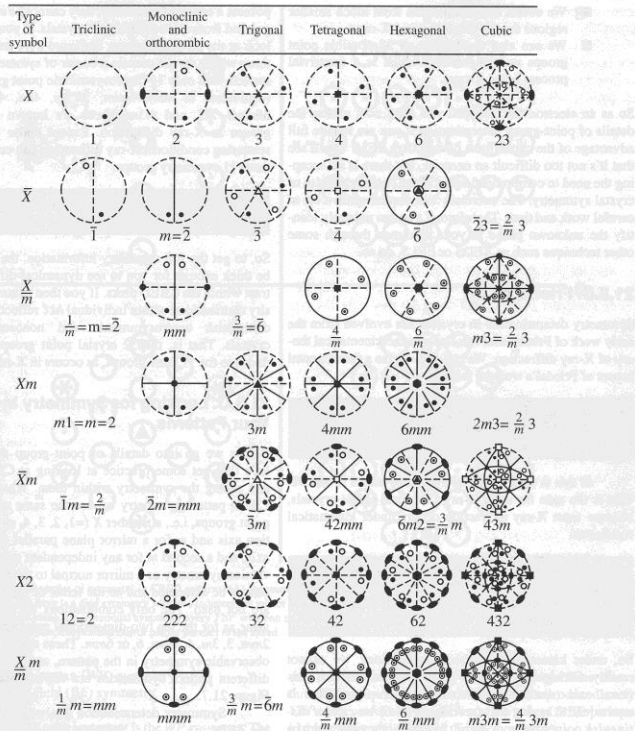


Figure The 32 crystal point groups represented by stereograms showing the operation of rotational, mirror, and inversion symmetry elements on a general pole  $hkl$ . The international notation describing the point groups is given under each of the stereograms.

Table CBED Pattern Symmetries

Diffraction Group	Bright Field	Whole Pattern	Dark Field		$\pm G$		Projection-Diffraction Group
			General	Special	General	Special <sup>a</sup>	
1	1	1	1	none	1	none	1 <sub>R</sub>
1 <sub>R</sub>	2	1	2	none	1	none	1 <sub>R</sub>
2	2	2	1	none	2	none	2 <sub>1R</sub>
2 <sub>R</sub>	1	1	1	none	2 <sub>R</sub>	none	2 <sub>1R</sub>
2 <sub>1R</sub>	2	2	2	none	2 <sub>1R</sub>	none	2 <sub>1R</sub>
m <sub>R</sub>	m	1	1	m	1	m <sub>R</sub>	m <sub>1R</sub>
m	m	m	1	m	1	m	m <sub>1R</sub>
m1 <sub>R</sub>	2mm	m	2	2mm	1	m <sub>1R</sub>	m <sub>1R</sub>
2m <sub>R</sub> m <sub>R</sub>	2mm	2	1	m	2	—	2mm1 <sub>R</sub>
2mm	2mm	2mm	1	m	2	—	2mm1 <sub>R</sub>
2 <sub>R</sub> mm <sub>R</sub>	m	m	1	m	2 <sub>R</sub>	—	2mm1 <sub>R</sub>
2mm1 <sub>R</sub>	2mm	2mm	2	2mm	2 <sub>1R</sub>	—	2mm1 <sub>R</sub>
4	4	4	1	none	2	none	4 <sub>1R</sub>
4 <sub>R</sub>	4	2	1	none	2	none	4 <sub>1R</sub>
4 <sub>1R</sub>	4	4	2	none	2 <sub>1R</sub>	none	4 <sub>1R</sub>
4m <sub>R</sub> m <sub>R</sub>	4mm	4	1	m	2	—	4mm1 <sub>R</sub>
4mm	4mm	4mm	1	m	2	—	4mm1 <sub>R</sub>
4 <sub>R</sub> mm <sub>R</sub>	4mm	2mm	1	m	2	—	4mm1 <sub>R</sub>
4mm1 <sub>R</sub>	4mm	4mm	2	2mm	2 <sub>1R</sub>	—	4mm1 <sub>R</sub>
3	3	3	1	none	1	none	3 <sub>1R</sub>
3 <sub>1R</sub>	6	3	2	none	1	none	3 <sub>1R</sub>
3m <sub>R</sub>	3m	3	1	m	1	m <sub>R</sub>	3m <sub>1R</sub>
3m	3m	3m	1	m	1	m	3m <sub>1R</sub>
3m1 <sub>R</sub>	6mm	3m	2	2mm	1	m <sub>1R</sub>	3m <sub>1R</sub>
6	6	6	1	none	2	none	6 <sub>1R</sub>
6 <sub>R</sub>	3	3	1	none	2 <sub>R</sub>	none	6 <sub>1R</sub>
6 <sub>1R</sub>	6	6	2	none	2 <sub>1R</sub>	none	6 <sub>1R</sub>
6m <sub>R</sub> m <sub>R</sub>	6mm	6	1	m	2	—	6mm1 <sub>R</sub>
6mm	6mm	6mm	1	m	2	—	6mm1 <sub>R</sub>
6 <sub>R</sub> mm <sub>R</sub>	3m	3m	1	m	2 <sub>R</sub>	—	6mm1 <sub>R</sub>
6mm1 <sub>R</sub>	6mm	6mm	2	2mm	2 <sub>1R</sub>	—	6mm1 <sub>R</sub>

<sup>a</sup>Where a dash appears, the special symmetries can be deduced from columns 5 and 6 of this table (or from Table 1 in Buxton *et al.* 1976).

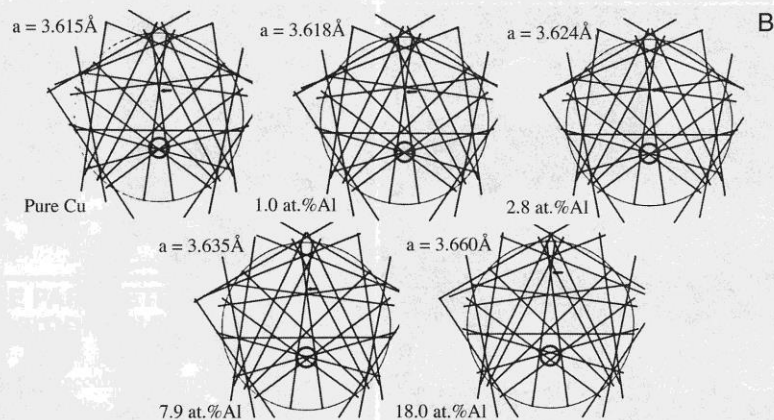
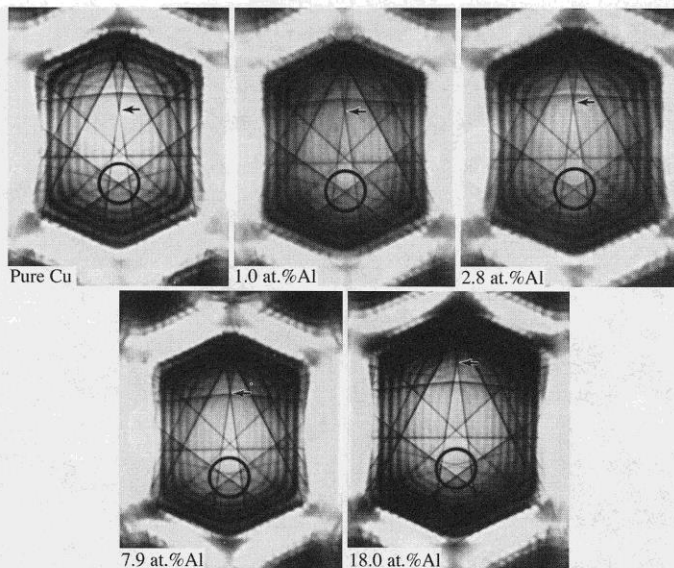
## Další použití metody CBED

$$|\vec{g}| = \frac{1}{d}, \quad |\Delta\vec{g}| = -\frac{\Delta d}{d^2}$$

Čím menší  $d$ , tím větší  $|\Delta\vec{g}|$  při stejném  $|\Delta d|$ .

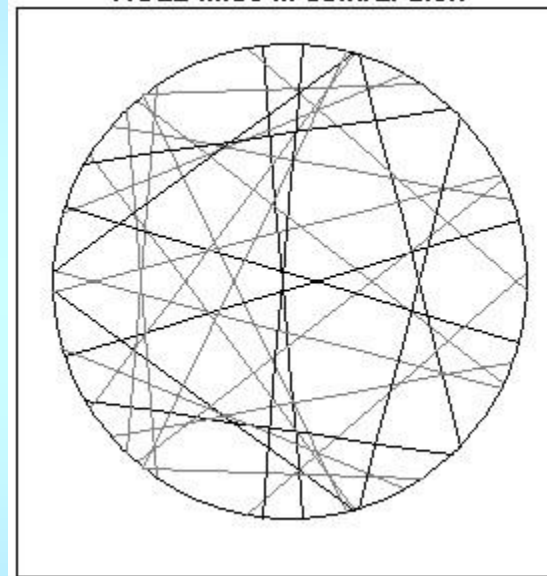
Citlivost pozice HOLZ linií na malé změny mřížkových parametrů umožňuje měřit:

- mřížkové parametry, zejména jejich lokální relativní změny
- mřížkový misfit (semi)koherentních fází
- lokální distorze mřížky (vliv pnutí, uspořádání atomů, změny lokálního chemického složení)

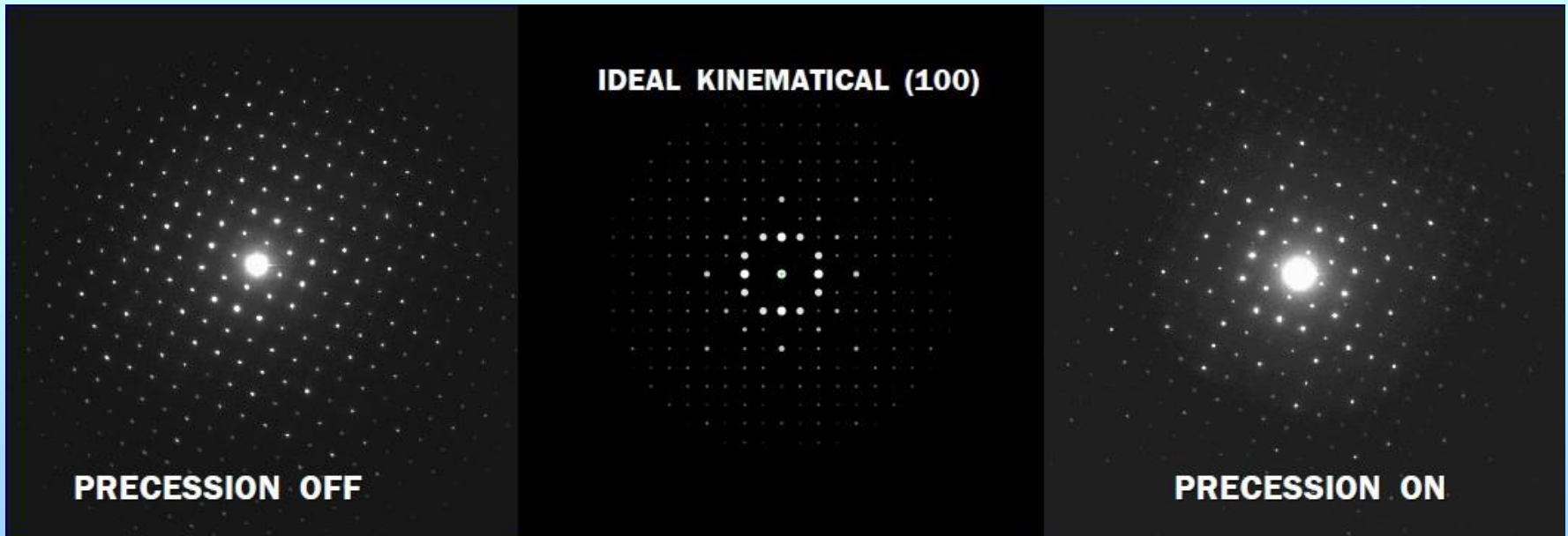
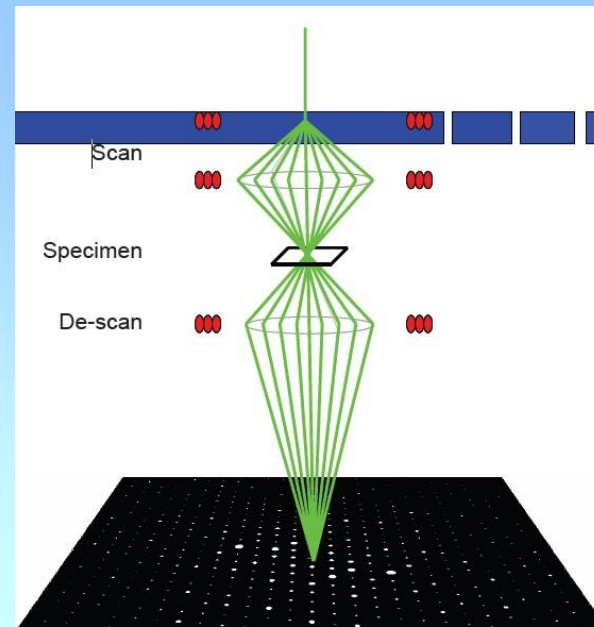


ukázka simulací

HOLZ lines in central disk



# Precesní difrakce: omezení silných dynamických efektů



# 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

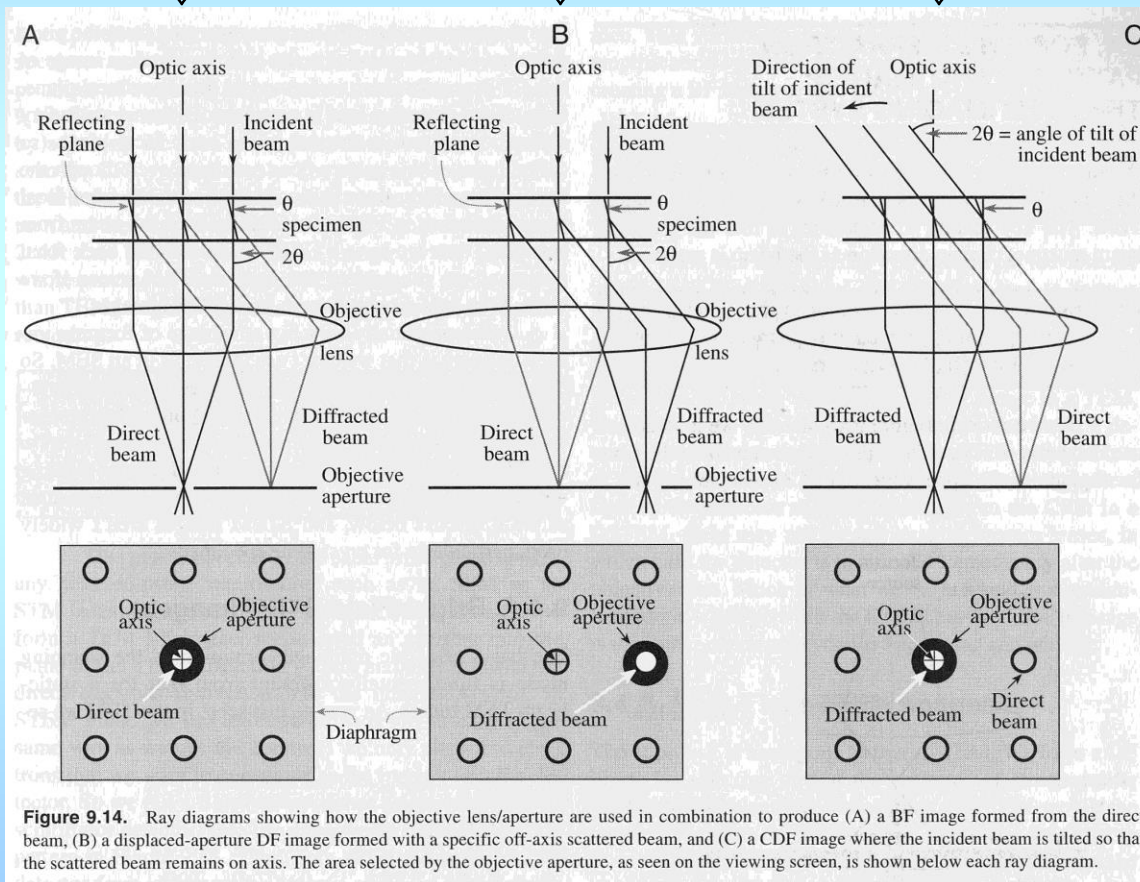
Kalibrace zvětšení: na různých standardech (Cu, Ni nebo Au sítkách, polymerových kuličkách přesného průměru, latexových kuličkách, uhlíkových replikách s mřížkami), pro vysoká zvětšení lze použít snímky HREM materiálů známých mřížkových parametrů (Crocidolite, grafit, Au).

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)



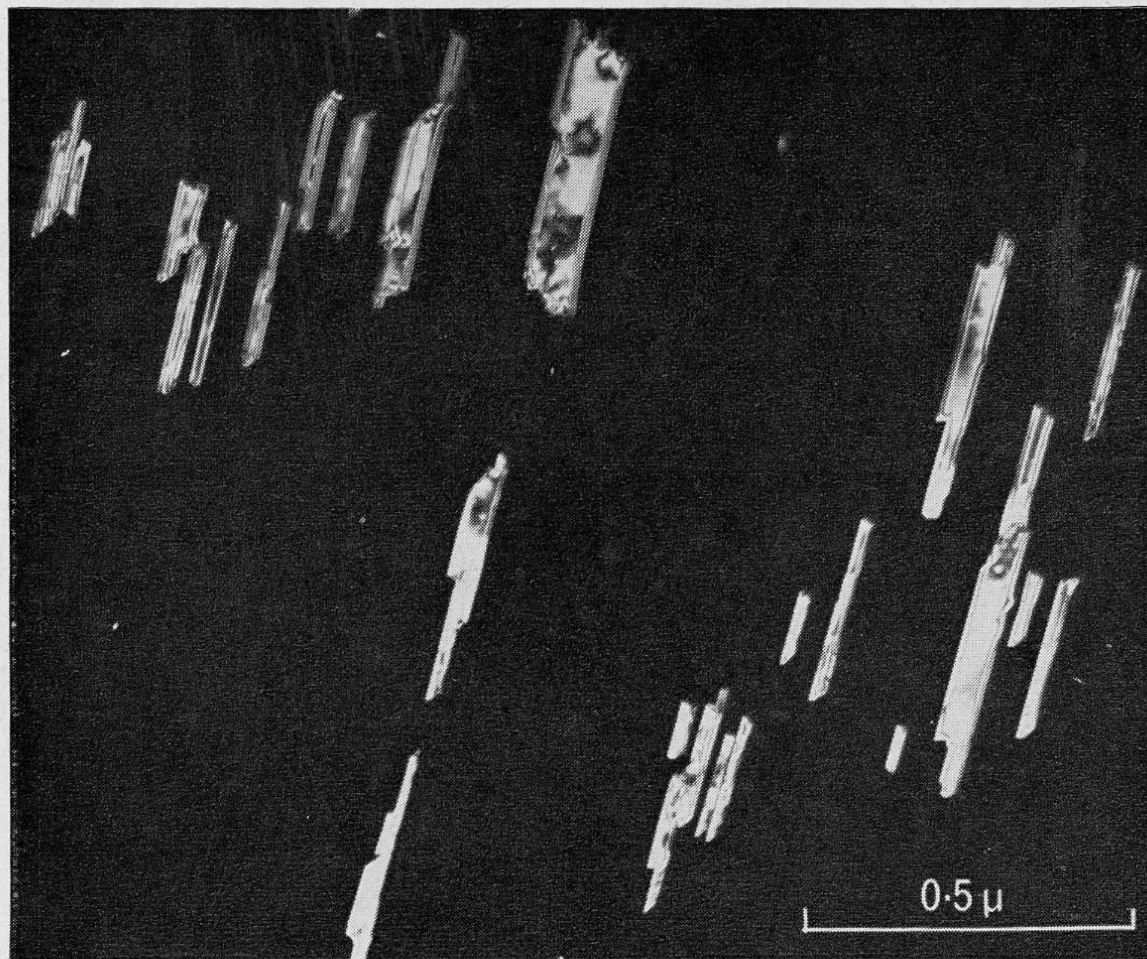
**Figure 9.14.** Ray diagrams showing how the objective lens/aperture are used in combination to produce (A) a BF image formed from the direct beam, (B) a displaced-aperture DF image formed with a specific off-axis scattered beam, and (C) a CDF image where the incident beam is tilted so that the scattered 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).

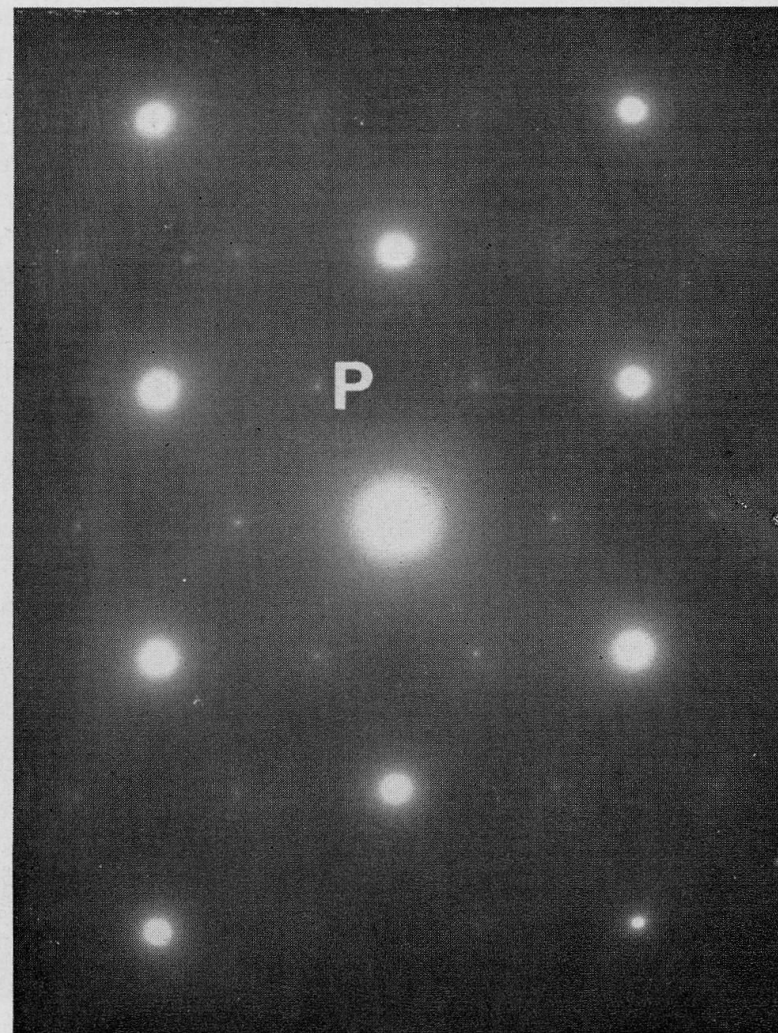
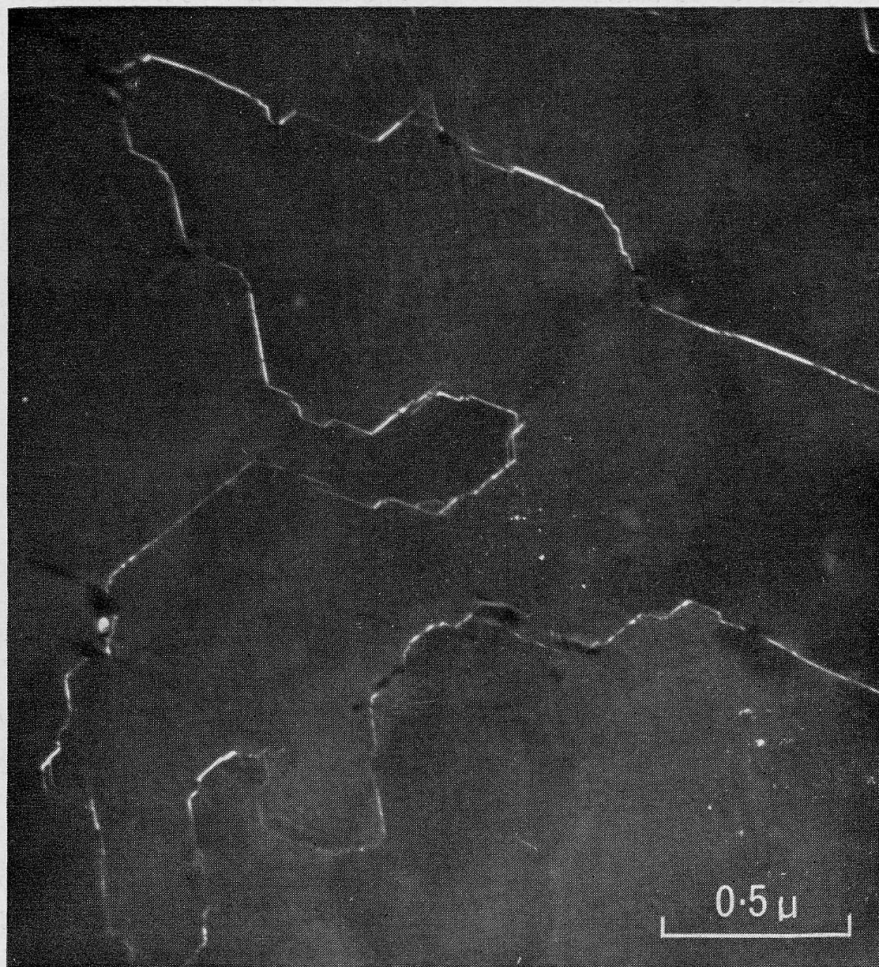
### Účel použití (C)DF:

- 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*



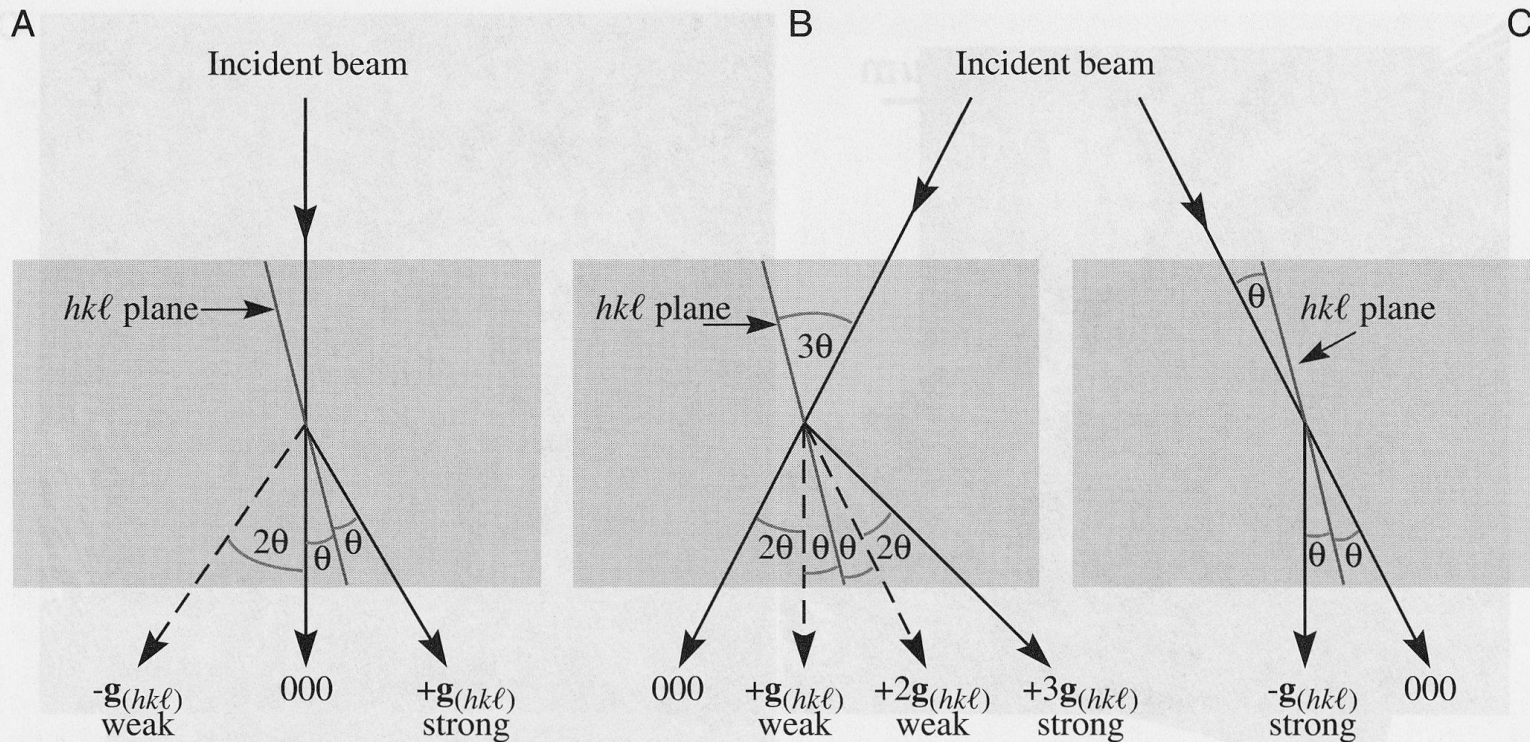
*Double positioning boundaries in a (111) gold film, shown in a dark-field image formed by spot P of Figure 13.11*

# Metoda slabého svazku (Weak Beam)

BF  
↓

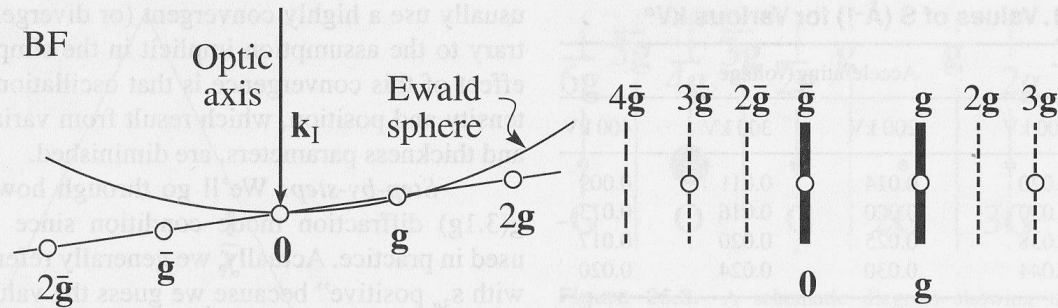
WB DF  
↓

strong beam CDF  
↓

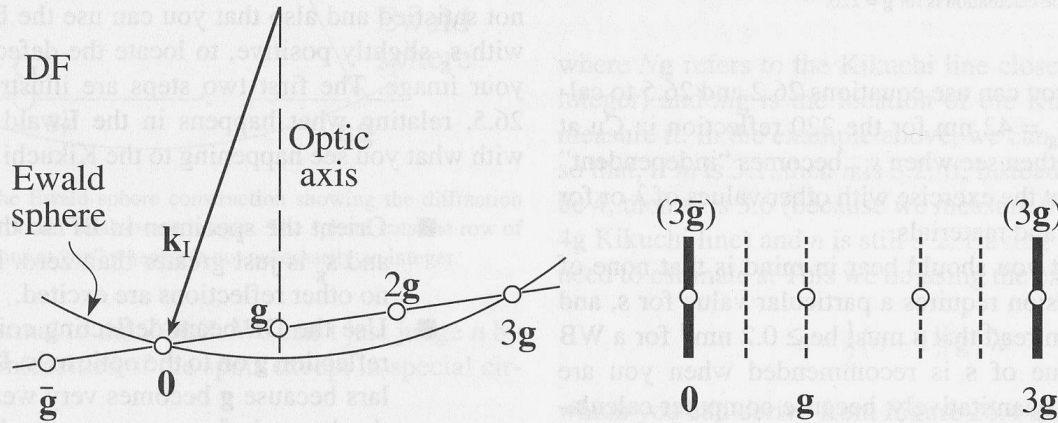


**Figure 22.18.** (A) Standard two-beam conditions involve the  $000$  spot and the  $hkl$  spot bright because one set of  $hkl$  planes is exactly at the Bragg condition. (B) When the incident beam is tilted through  $2\theta$  so that the excited  $g_{hkl}$  spot moves onto the optic axis, the  $g_{hkl}$  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:

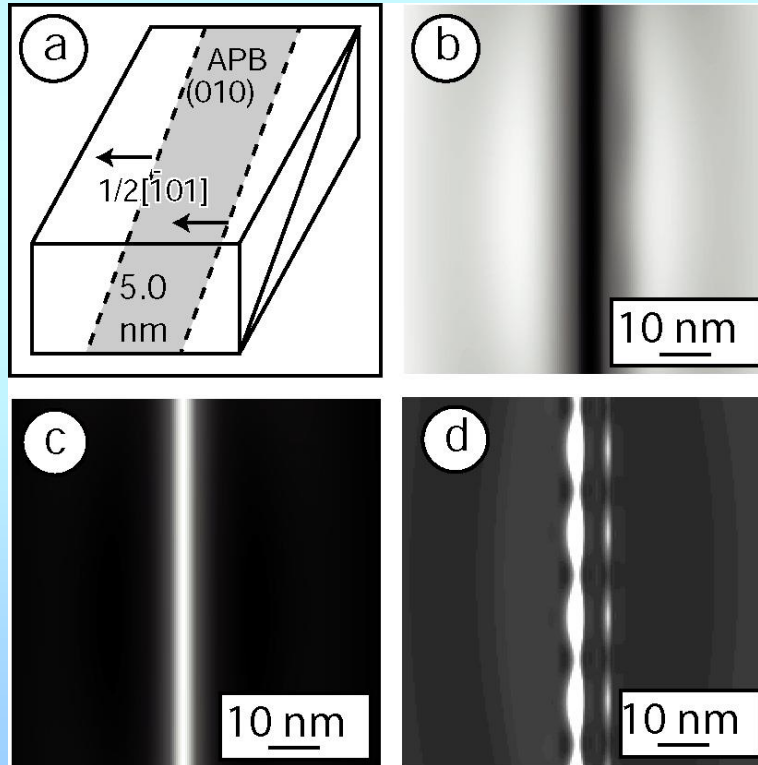
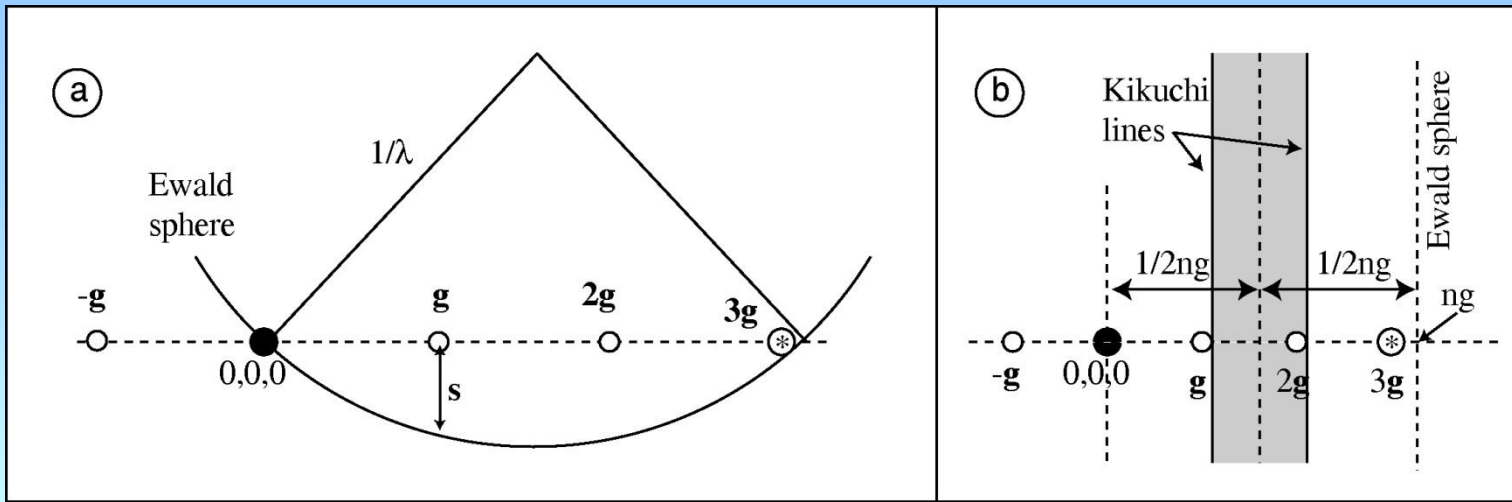


WB:



**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



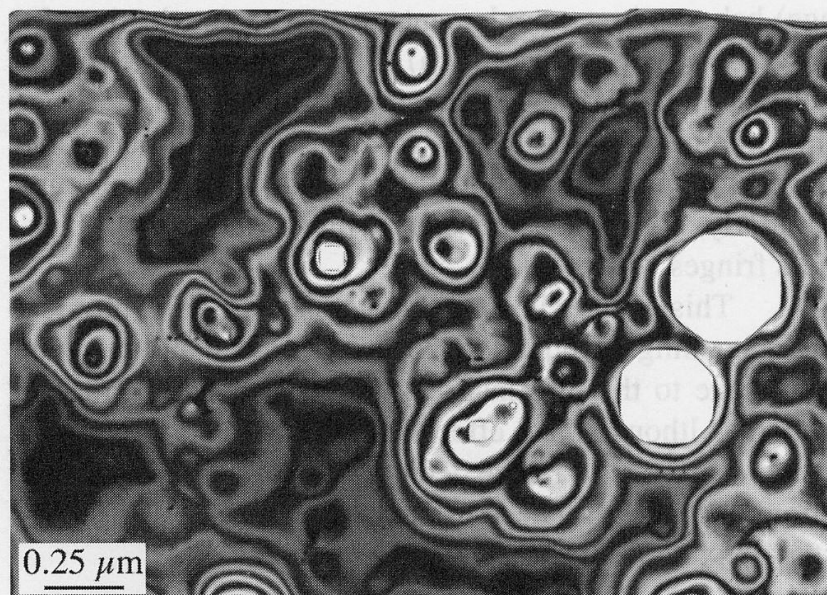
## Proč dvoupaprskový případ:

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

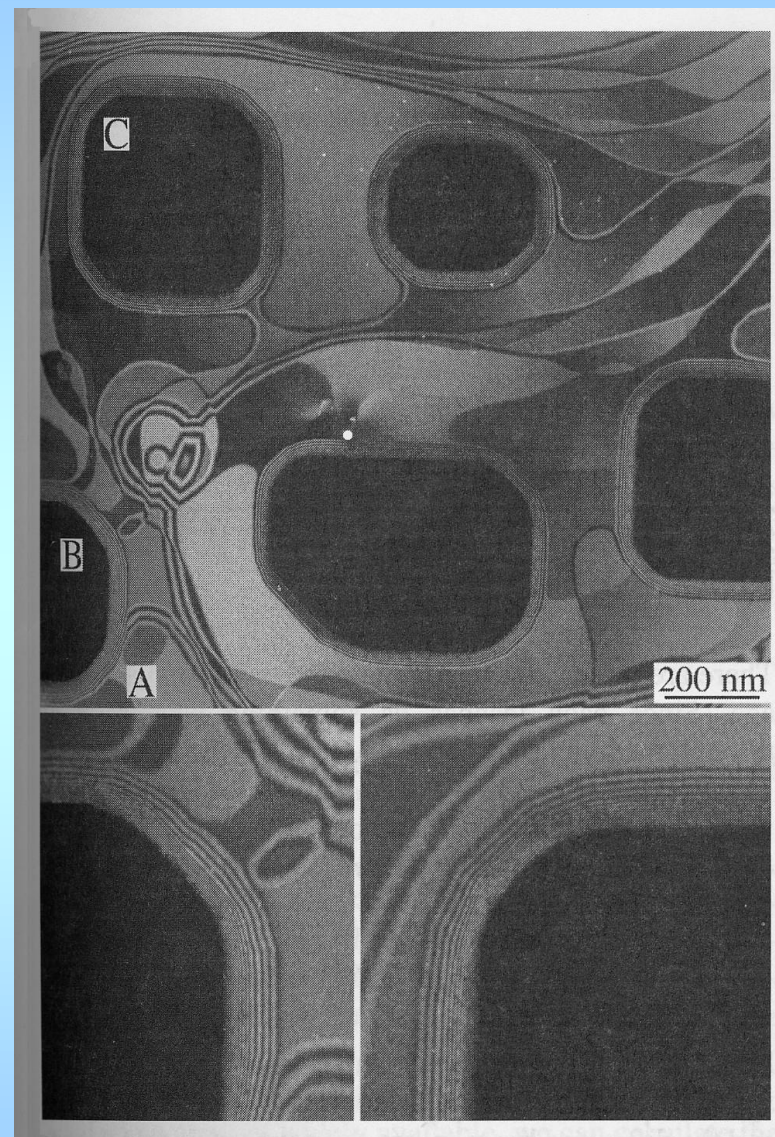
## Proč slabý svazek:

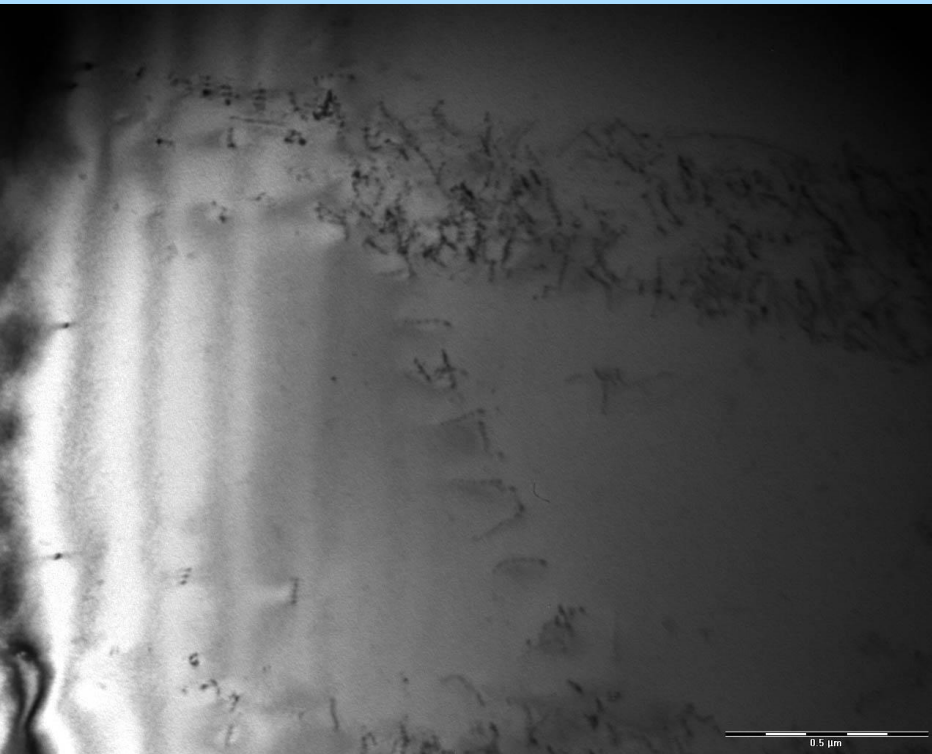
vhodné zejména u studiu dislokací: úzké ( $\sim 1/s_g$ ) dislokační čáry, málo vzdálené od skutečné polohy jádra dislokace, obraz méně citlivý na malé změny orientace, vyšší kontrast (ale nižší celková intenzita obrazu, jsou potřebné delší expoziční časy), 'kinematický' obraz (zejména neprochází-li Ewaldova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

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

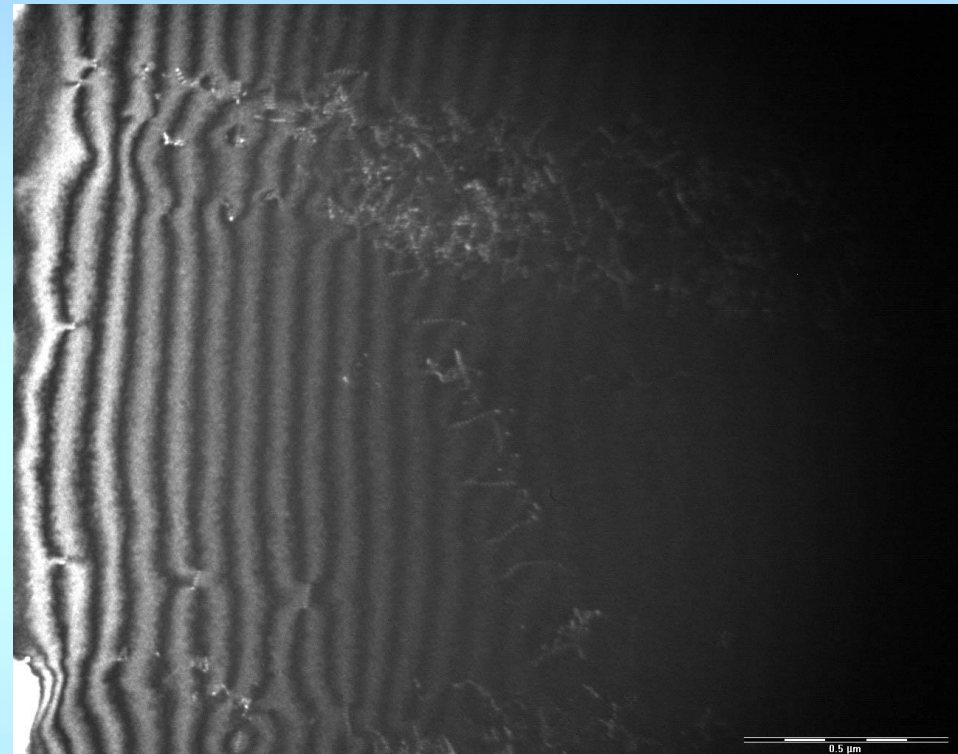


BF image of a chemically etched thin film of MgO. The white regions in (C) are holes in the specimen.





BF



WB



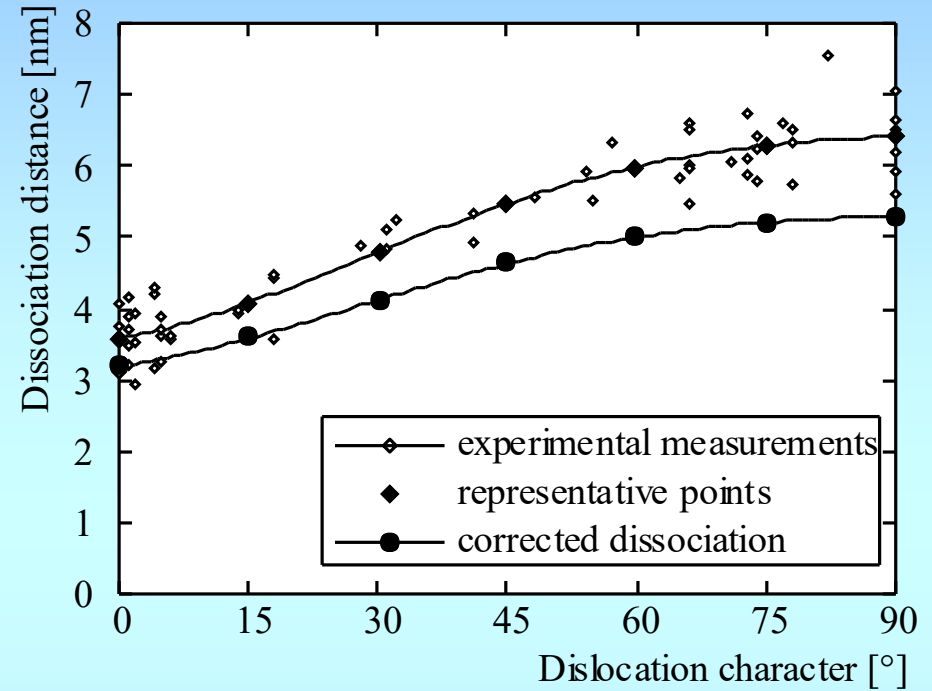
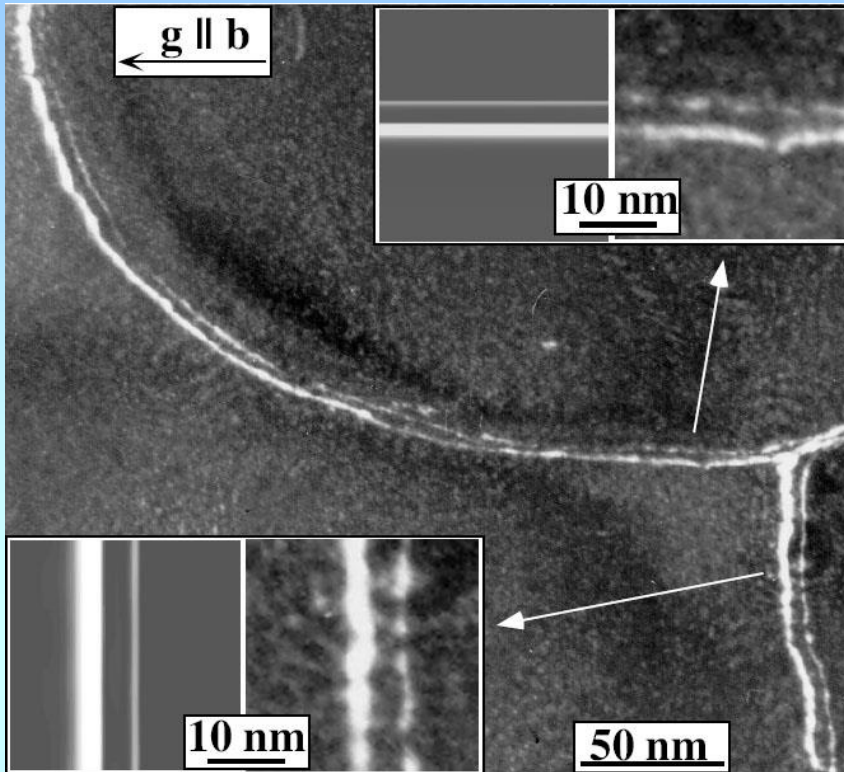
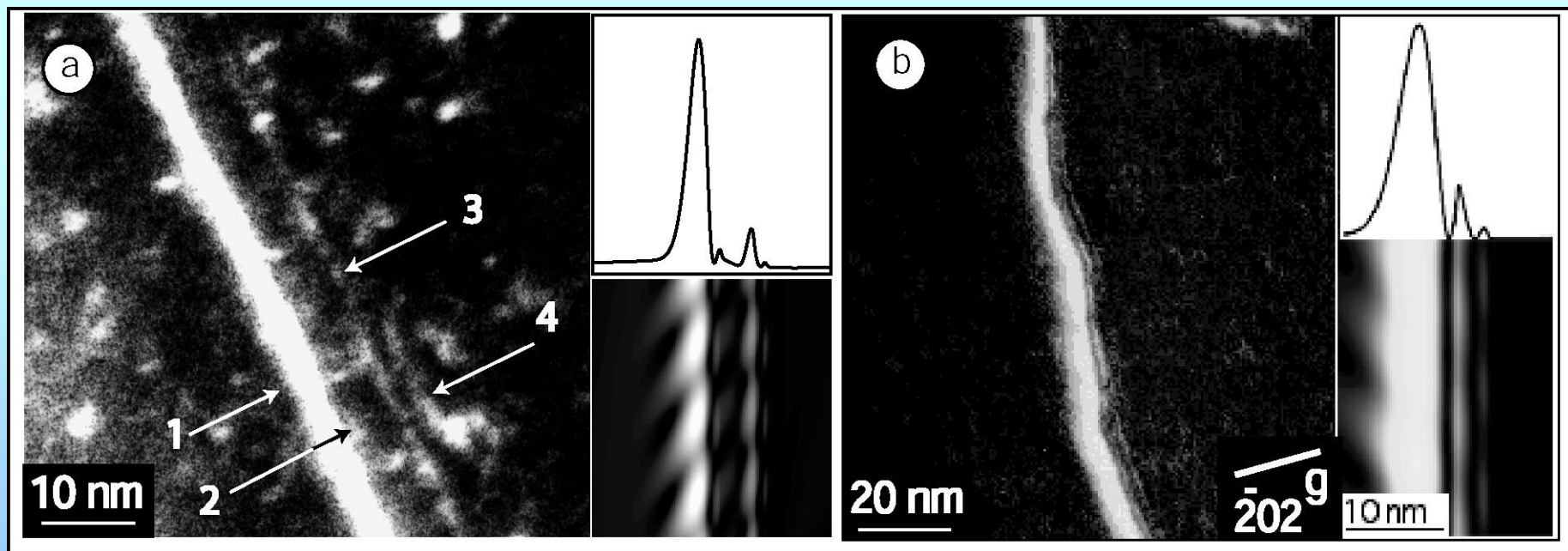
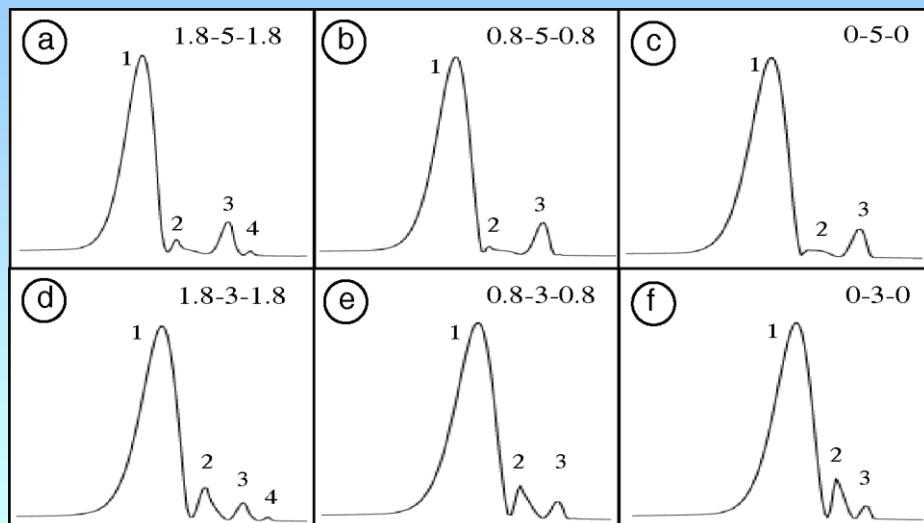
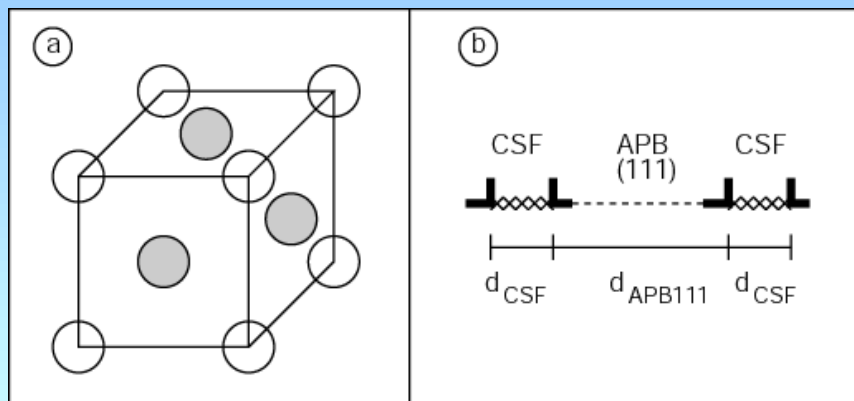


Fig. 2.5  $\text{Ni}_3(\text{Al,Hf})$ , (010) plane, beam direction  $[151]$ ,  $\mathbf{g} = \bar{2}02$ ,  $g(3.8g)$ , deformation temperature 683K.  
 Rozštěpení dislokací: 5.2 nm

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).

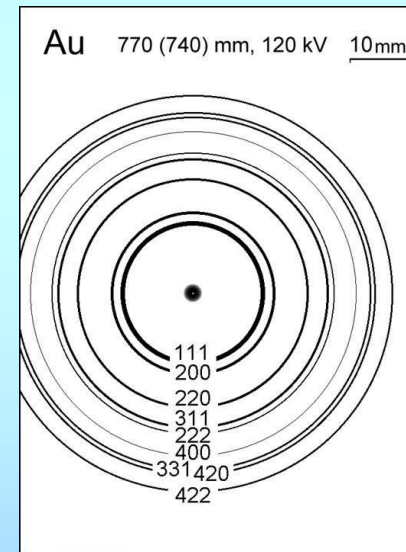
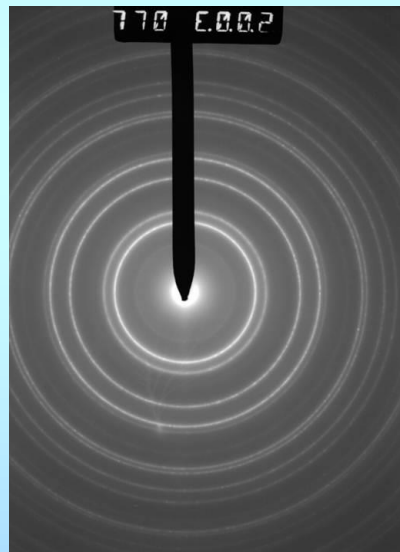
V nejjednodušším případě (kubické mřížky) uspějeme s jednoduchými úvahami a výpočty, případně se souborem nákrešů nízkoindexových pólů (fcc, bcc, hcp mřížky).

# 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

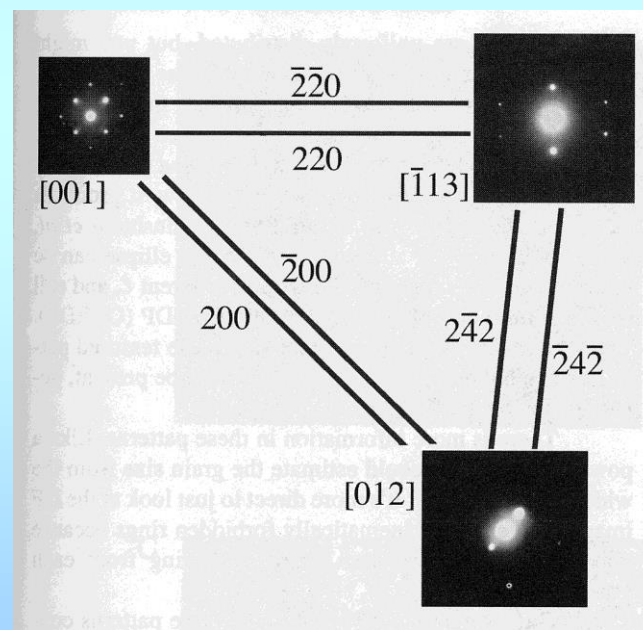


## Ověření správnosti indexování:

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

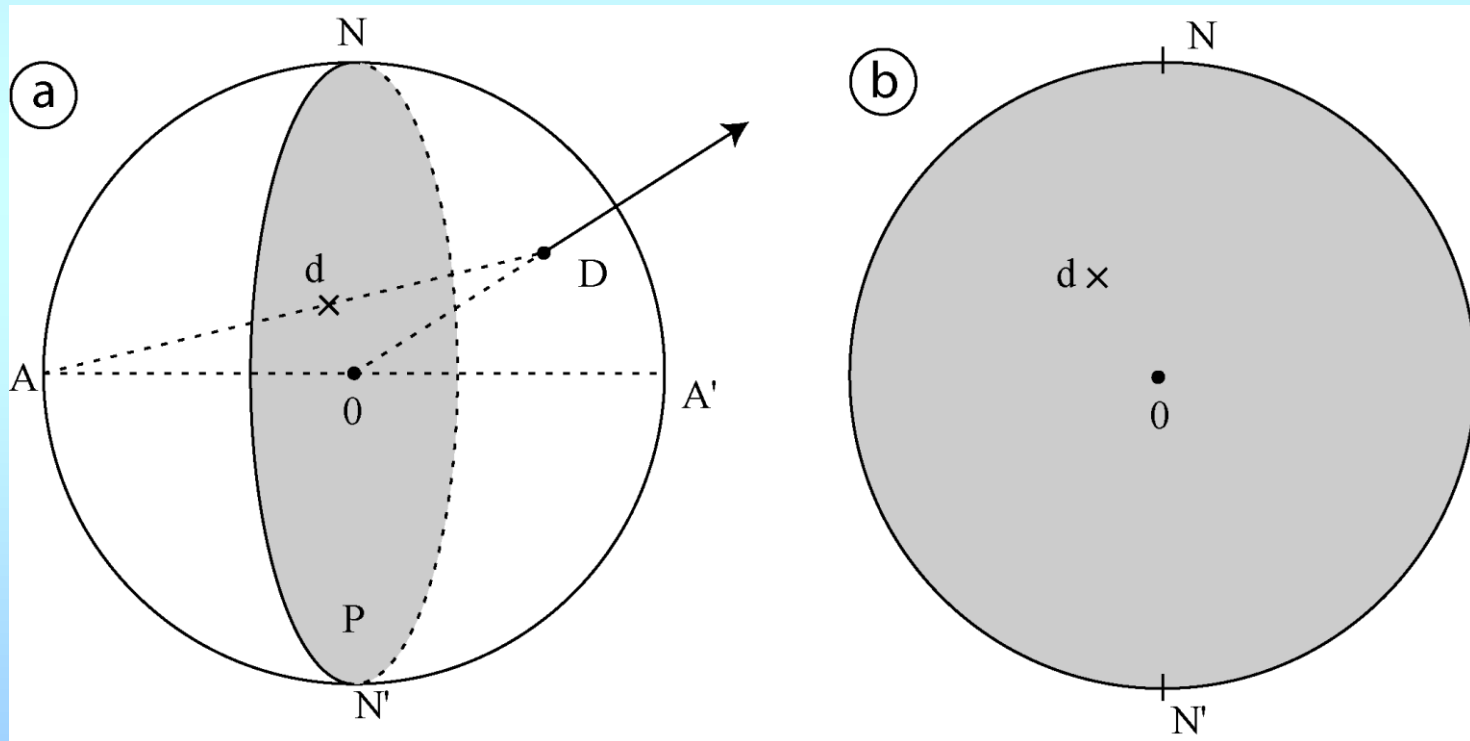
Zonální osa  $\vec{B} \equiv [uvw] = \vec{g}_1 \times \vec{g}_2$   
(přesnost  $\sim 3^\circ$ )

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

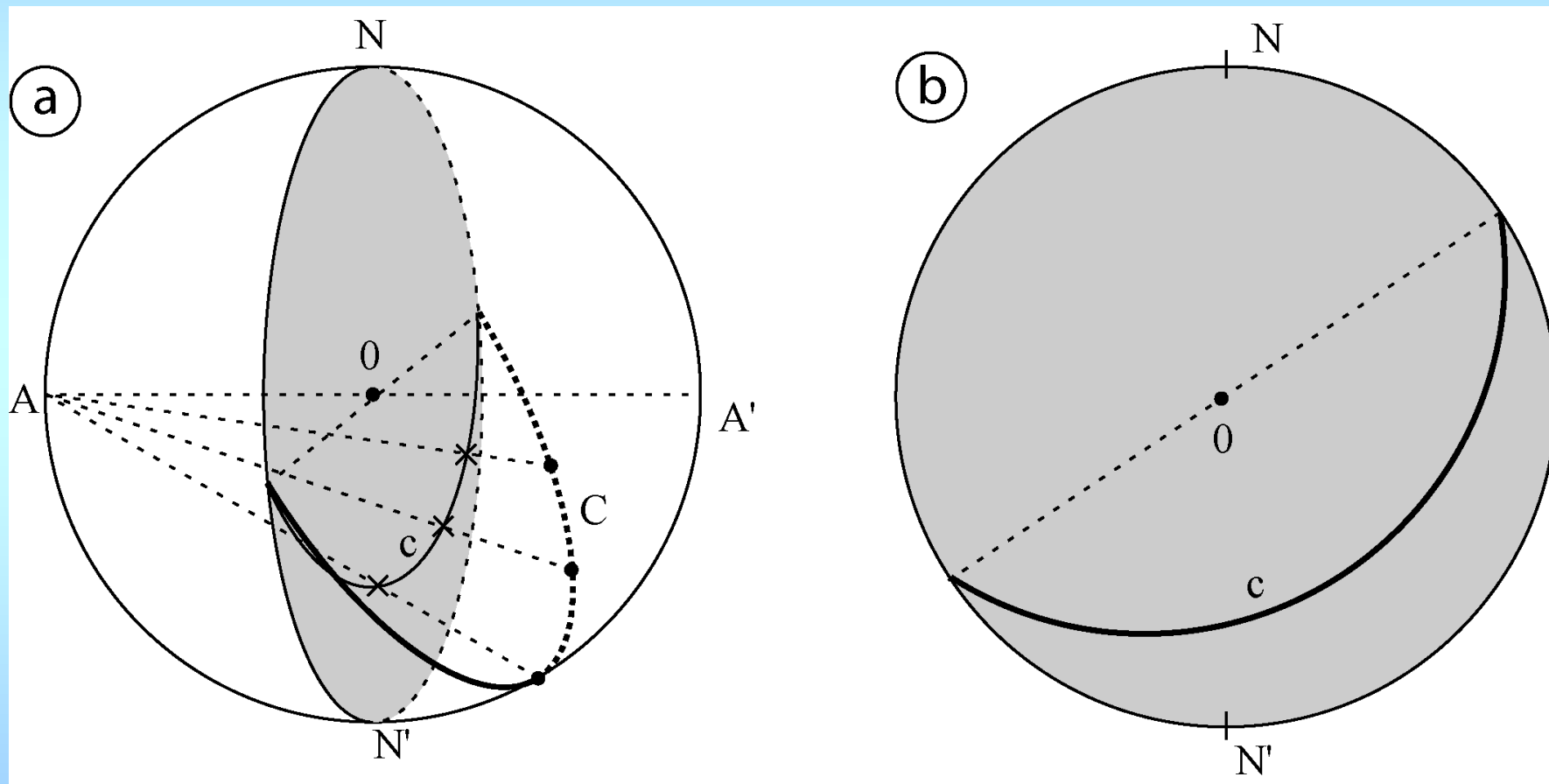


Pro snazší orientaci v úhlových vztazích při práci s naklápěním vzorku apod. slouží stereografická projekce:

### 1. Projekce směru procházejícího počátkem



## 2. Projekce roviny procházejí počátkem







## 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  $\frac{a}{2}[110] \rightarrow \frac{a}{6}[211] + \frac{a}{6}[12\bar{1}]$

Energetická bilance:  $\frac{1}{2} Ga^2 = \frac{1}{6} Ga^2 + \frac{1}{6} Ga^2 + \gamma_{(\bar{111})}$

## Stanovení tloušťky fólie:

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

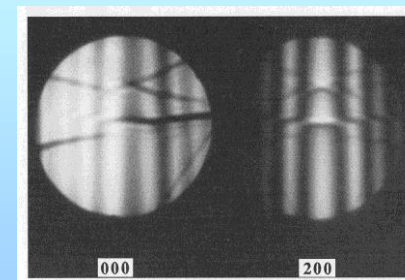
A) Využití stop na povrchu fólie (většinou nutná znalost krystalografie nějaké charakteristické poruchy)

B) Využití tloušťkových proužků:

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

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  $t$ ):

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

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.