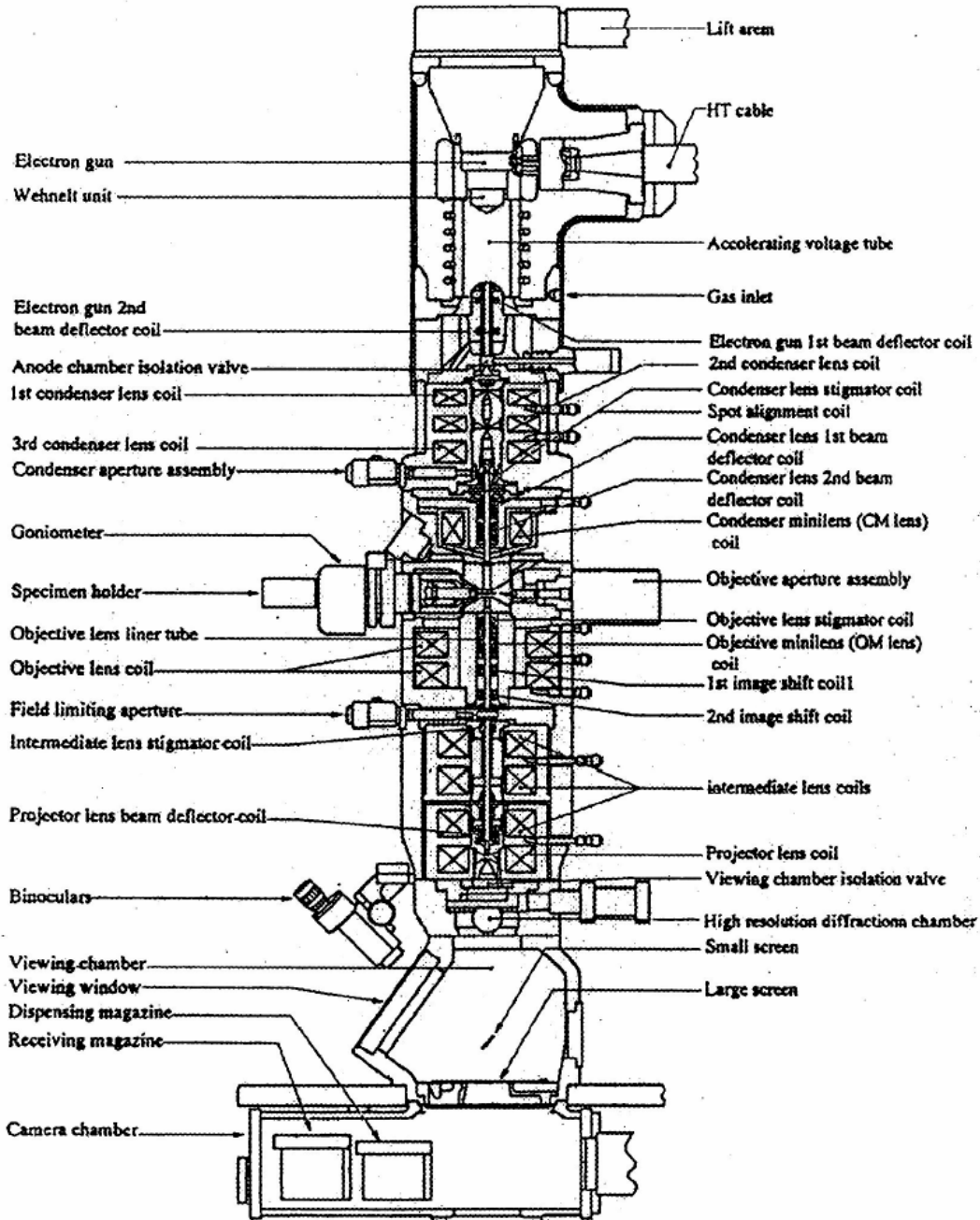


Andelka Tonejc

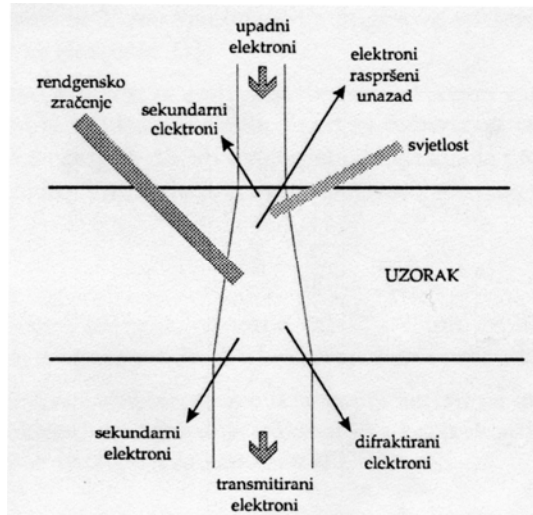
TRANSMISIJSKA ELEKTRONSKA MIKROSKOPIJA I DIFRAKCIJA



1. UVOD

1.1 Interakcija elektrona s materijom

Za razumijevanje rada elektronskog mikroskopa i informacija koje on predočava potrebno je razumjeti moguće interakcije između visokoenergetskih elektrona i dijelova mikroskopa. Proces koji se javlja pri interakciji upadnih elektrona s uzorkom, shematski su prikazani na slici 1 [1].



Slika 1. Proces koji nastaju pri upadu elektrona na uzorak

Elastično raspršenje proces je koji, iako može promijeniti smjer upadnog elektrona, ne mijenja njegovu energiju. To tzv. Rutherfordovo raspršenje rezultat je Coulombove interakcije između upadnog elektrona i jezgre i elektrona u atomu uzorka, a daje karakterističnu raspodjelu raspršenih elektrona. Elastično raspršenje vrlo je važno u transmisivskoj elektronskoj mikroskopiji, jer je to glavni mehanizam skretanja elektrona, odnosno glavni doprinos difrakcijskoj slici [1].

Neelastično raspršenje opisuje sve procese pri kojima elektron gubi primjetan iznos energije ΔE , a ta se energija prenosi na elektrone ili atome uzorka. Ti procesi su odgovorni za zaustavljanje elektrona u materijalu, što znači da se gotovo sva kinetička energija upadnog elektrona pretvori u toplinu uzorka, dok se mali dio energije oslobađa kao rendgensko zračenje.

Od tri karakteristična procesa relaksacije pobuđenih atoma - katodoluminiscencija (kad se emitira foton vidljive svjetlosti jer je pobuđen elektron vanjske ljuske), karakteristično rendgensko zračenje i emitiranje karakterističnog Augerovog elektrona (kada se relaksira elektron unutrašnje ljuske) - dva posljednja se koriste u analitičkoj elektronskoj mikroskopiji. Nama je od interesa emitiranje rendgenskog zračenja koje je osnova EDS-a (*Energy Dispersive X-ray Spectrometry*). Augerova spektroskopija se koristi samo za lake elemente [1]. Rendgensko zračenje se emitira kada jedan elektron vanjske ljuske preskoči u prazninu u unutrašnje ljuske. Energija dobivenog rendgenskog zračenja je razlika energija ΔE tih dvaju pobuđenih stanja i karakteristična je za određeni atom. Valna duljina dobivenog rendgenskog zračenja λ računa se prema

$$\lambda = \frac{hc}{\Delta E} \quad (1.1)$$

Dakle, mjerenjem energija, odnosno valnih duljina, emitiranog rendgenskog zračenja, moguće je odrediti koji su elementi prisutni u uzorku [1].

U transmisijskoj elektronskoj mikroskopiji koriste se transmitirani i difraktirani elektroni za dobivanje mikrografija i difrakcijskih slika, a emitirano rendgensko zračenje za kemijsku analizu.

1.2. Mogućnosti ispitivanja elektronskim mikroskopom (TEM, ED, HRTEM)

Elektronsko mikroskopska ispitivanja posebno mikroskopija visokog razlučivanja (HRTEM) su od velikog interesa u fizici čvrstog stanja (ČS), kemiji ČS, fizici materijala, zbog važnosti ispitivanja odnosa mikrostrukture i svojstava čvrstog tijela posebno utjecaj defekata strukture na makroskopska svojstva i ponašanje čvrstog tijela. HRTEM se koristi također u mineralogiji, biologiji i medicini ("life science"). O tome što se sve može ispitivati HRTEM metodom [2] govori slijedeća lista:

- strukturna analiza kristalnih i amornih materijala
- karakterizacija realne strukture, posebno strukturnih defekata
- analiza međupovršina odnosno "interfacea"
- ispitivanja strukture dislokacija
- fazna analiza (informacije o lokalnom kemijskom sastavu)
- otkrivanje superrešetki
- analiza faznih prijelaza i transformacija
- otkrivanje prijelaza red-nered
- strukturna ispitivanja nestehiometrijskih spojeva
- ispitivanje dinamičkih procesa (opažanje rasta kristala, grijanje, deformacija)
- oslikavanje atoma i atomskih klastera
- otkrivanje točkastih defekata i nakupina

U kristalografiji je značajno da HRTEM i elektronska difrakcija (ED) sa kristalografskim procesiranjem slike (CIP) može pod izvjesnim uvjetima riješiti neku nepoznatu kristalnu strukturu.

Prva struktura riješena pomoću ED je 1949.g.

1986. su pomoću CIP-a određeno koordinate atoma metal u oksidima do točnosti od 0.01 nm.

1992. je riješena struktura minerala staurolita. U trodimenzionalnoj mapi atomi Fe, Si, Al, O su bili jasno razlučeni pri rezoluciji instrumenta od 0.138 nm.

Sa daljnjim razvojem elektronskih mikroskopa, sada je moguće odrediti nepoznatu kristalnu strukturu do točnosti 0.002 nm u položaju atoma. Zadnjih godina sve više i više struktura je riješeno pomoću HRTEM i ED.

Što zapravo možemo razlučiti u HRTEM slici? Sada za mikroskope od 200 kV rezolucija je ispod 0.2 nm, dok u "atomic resolution" microscopu (Stuttgart) [3]. koji radi pri 1250 kV približavamo se strukturnoj rezoluciji od 0.1 nm.

HRTEM daje direktnu evidenciju o lokalnoj strukturi i njenim nepravilnostima na atomskom nivou. HRTEM u uvjetima aproksimacije slabog faznog objekta pri Scherzerovom defokusu predstavlja (oslikava) projicirani potencijal kristala i može se koristiti za određivanje nepoznate strukture kristala.

Elektronska kristalografija ima dvije važne prednosti pred rendgenskom kada se određuju atomski položaji u kristalnoj strukturi: kristalografske faze se mogu direktno odrediti iz HRTEM slike i uzorci veličine $(0.1)^3 \mu\text{m}^3$ se mogu analizirati čak do veličine 10 jediničnih ćelija. Za rendgensku strukturnu analizu kristali trebaju biti veći od $(100)^3 \mu\text{m}^3$.

1.3. Elektronska difrakcija- kinematički pristup

Rezultat valne prirode elektrona je difrakcija na kristalu uzorka. Do difrakcije dolazi uvijek kada neki objekt uzrokuje promjenu faze ili amplitude upadnog vala elektrona[4]. Da bi se mogla opisati dobivena difrakcijska slika, potrebno je izračunati amplitude i faze difraktiranih elektrona na izlazu iz uzorka, odnosno njihove intenzitete i angularnu distribuciju. Difraktirani elektroni sadrže informaciju o uzorku - informaciju o strukturi i orijentaciji kristaliničnog uzorka.

1.3.1. Braggov zakon

Kad snop elektrona upada na uzorak, bit će difraktiran u smjerovima za koje vrijedi točno određeni odnos između smjerova upadnog snopa, difraktiranog snopa i orijentacije kristalne ravnine. Valni vektor \mathbf{k} upadnog i \mathbf{k}' raspršenog snopa moraju zadovoljavati Braggov zakon

$$\mathbf{k} - \mathbf{k}' = \mathbf{g} \quad (1.3.1)$$

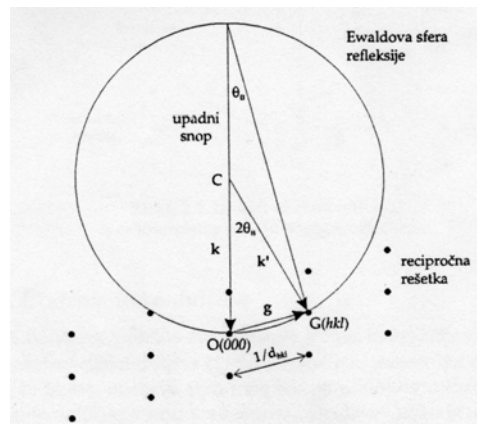
gdje je \mathbf{g} vektor recipročne rešetke kristala uzorka. [5]

$$|\mathbf{k}| = |\mathbf{k}'| = \frac{1}{\lambda}, \quad (1.3.2)$$

a λ je valna duljina upadnih elektrona.

1.3.2. Ewaldova sfera refleksije

Kinematička teorija vodi do Braggova uvjeta i do pristupa kako jedinična ćelija i vanjski oblik kristala utječe na difraktirane amplitude. Braggov zakon geometrijski se interpretira pomoću Ewaldove sfere refleksije polumjera $|\mathbf{k}|=1/\lambda$. (slika 2) Kristal na kojem dolazi do difrakcije, opisuje se recipročnom rešetkom. Elektronski snop ima smjer \mathbf{k} , paralelnim upadnom smjeru elektrona, a završava u ishodištu recipročne rešetke O. Centar sfere C postavljen je tako da je $CO=|\mathbf{k}|$ [5].



Slika 2. Konstrukcija Ewaldove sfere

Difrakcija će se desiti kada Ewaldova sfera siječe neki čvor recipročne rešetke (npr. G). Kut između \mathbf{k} i \mathbf{k}' je $2\theta_B$. Iz relacije (1.3.1.) lako je izračunati uobičajeni oblik Braggovog zakona

$$2d_{hkl} \sin \theta_B = n\lambda, \quad (1.3.3)$$

gdje je d_{hkl} razmak mrežnih ravnina kristala, obrnuto proporcionalan iznosu vektora recipročne rešetke \mathbf{g} , $|\mathbf{g}|=1/d_{hkl}$.

U prvoj aproksimaciji, za male kuteve difrakcije, dio Ewaldove sfere se može opisati ravninom, pa se difrakcijska slika može promatrati kao presjek kroz recipročnu rešetku.

2. OPĆA RAZMATRANJA O ELEKTRONSKOM MIKROSKOPU I VISOKOM RAZLUČIVANJU

2.1 Vrste kontrasta u elektronskom mikroskopu

Postoje dva važna mehanizma koja stvaraju kontrast slike u elektronskom mikroskopu:

i) *Difrakcijski ili ogibni kontrast:*

Difraktirani elektroni koji napuštaju izlaznu površinu kristaliničnog uzorka su zaustavljeni objektivnom dijafragmom i ne doprinose stvaranju slike. Samo neki difraktirani snopovi stvaraju sliku. Kontrast slike je proizveden promjenom apsorpcijskog koeficijenta od jednog do drugog dijela uzorka.

ii) *Fazni kontrast:* Neki difraktirani snopovi napuštajući uzorak interferiraju i stvaraju sliku, tako da je razlika faza prisutna na izlazu iz uzorka takova da se prenosi u razliku intenziteta u slici. Fazni kontrast proizlazi iz interferencije valova uključenih u objektivnu aperturu, a ravnine koje njima odgovaraju mogu se kontrolirati preciznim fokusiranjem kako bi proizveli kontrast [1].

Difrakcijski kontrast je dominantan mehanizam koji oslikava detalje objekta većih od 1.5 nm u kristalnim uzorcima. Mnogo se koristio za istraživanje kristalnih defekata [6].

Fazni kontrast je dominantan mehanizam za detalje objekta manje od 1 nm i interesantan za visoko razlučivanje, u ranom stadiju ispitivanja uređenja kratkog doseg, te amorfnih materijala. Fazni kontrast je osnovni mehanizam koji opisuje stvaranje slike u mikroskopiji visokog razlučivanja.[2,5,7].

Rješenje Schrödinger ove jednadžbe u vakuumu za elektrone u elektronskom mikroskopu je:

$$\psi_0(\mathbf{r}) = \exp i \mathbf{k}_0 \mathbf{r}$$

Općenito rješenje Schrodinger-ove jednadžbe (energije elektrona $E \gg e\phi(r)$) u Bornovoj aproksimaciji periodičnog potencijala $\phi(\mathbf{r})$ je:

$$\psi(\mathbf{r}) = \sum_l A_l \exp [i \phi_l + i (\mathbf{k}_0 + \mathbf{g}_l) \mathbf{r}]$$

A_l su amplitude, ϕ_l su faze transmitiranih i difraktiranih elektronskih snopova, \mathbf{g}_l je vektor recipročne rešetke l -tog snopa, gdje $l \neq 0$ je red difraktiranog snopa, a $l=0$ je transmitirani snop.

Valna funkcija na izlaznoj površini uzorka, u tom prikazu [9], se smatra sintezom raznih l -komponenata difraktiranih snopova .

Sada možemo preći na formiranje slike u elektronskom mikroskopu.

Amplitudni (difrakcijski) kontrast rezultira zbog procesa filtriranja gdje neki raspršeni elektroni iz upadnog snopa ne stižu u ravninu slike- ne sudjeluju u stvaranju slike.

U slici svjetlog polja, pri niskom razlučivanju, jedino direktan elektronski snop se dozvoljava ($l=0$) da stigne u ravninu slike, svi ostali elektroni su isključeni objektivnom aperturom. U mikroskopskoj slici tamnog polja, direktan elektronski snop je isključen iz ravnine slike, te samo jedan ili više odabranih snopova određenog \mathbf{g}_l dozvoljeno je da prođu kroz aperturu objektivne leće. Odabir raspršenih snopova je proveden tiltanjem direktnog snopa ili pomicanjem aperture tako da se direktan snop blokira.

Za visoko razlučivanje potrebno je dobiti što je moguće više informacija o uzorku (iz elektronske difrakcije odgovarajuće HRTEM slike). To znači dozvoliti što većem broju difraktiranih snopova \mathbf{g}_l , (maksimalnom broju snopova) da prođu u aperturu leće objektivna, kako bi stvarali sliku u ravnini slike (Vidi Sl. 3. b, c, d, e.). Dalje pojašnjenje će biti dano u odsječku o stvaranju slike u elektronskom mikroskopu 2.3).

2.2. Aproksimacija objekta slabe faze

Neke aproksimacije pojednostavljaju matematičko opisivanje raspršenja elektrona na kristalima.

U ovoj aproksimaciji pretpostavljamo da je kristal čisti fazni objekt, odnosno da elektroni shvaćeni kao valovi, prolazeći kroz kristal dobivaju samo fazni pomak, bez gubitka energije. Ovaj uvjet je ostvaren za velike energije elektrona i tanke objekte. Aproksimacija faznog objekta zahtjeva da elektroni budu samo elastično raspršeni, a energija elektrona je tako velika da raspršeni elektronski val gotovo paralelan upadnom valu.

Ima li elektronski snop smjer osi z fazni pomak $\Delta\Phi(x,y)$ na izlazu iz uzorka, koji ima debljinu $t = cN_z$, (N_z je broj jediničnih ćelija u smjeru z), je izražen kao:

$$\Delta\Phi(x,y) = 2\pi m e \lambda h^{-2} N_z \varphi(x,y) = \sigma N_z \varphi(x,y)$$

Konstanta interakcije $\sigma = 2\pi m e \lambda / h^2$, gdje su m , e , λ , masa, elektronski naboj i valna duljina elektrona. Valna duljina elektrona je $\lambda = h/mv = h/(2meV)^{1/2}$, gdje je V (u voltima) napon ubrzanja. Za $V = 200$ kV, $\lambda = 0.002508$ nm. $N_z =$ je broj jediničnih ćelija u z-smjeru.

Konstanta interakcije σ , predstavlja jakost interakcije elektrona i materije.

σ pada kad raste napon ubrzanja V . Pomak u fazi $\Delta\Phi(x,y)$ ovisi o naponu ubrzanja i oslikava projicirani potencijal kristala u x-y ravnini.

Valna funkcija na izlaznoj površini kristala može se pisati kao:

$$\psi_{ex} = \exp(-i\sigma N_z \varphi(x,y))$$

Ovaj val se može razviti u Taylor-ov red:

$$\psi_{ex}(x,y) = 1 - i\sigma N_z \varphi(x,y) - \sigma^2 (N_z \varphi(x,y))^2 / 2 + \dots$$

Kada vrijedi aproksimacija objekta slabe faze, amplituda valne funkcije elektrona $\psi_{ex}(x,y)$ na izlaznoj površini je proporcionalna amplitudi strukturnog faktora kristala, dok je faza valne funkcije na izlazu $\psi_{ex}(x,y)$ pomaknuta za $(-\pi/2)$ s obzirom na strukturni faktor $F(x,y)$. Detaljan pristup dan je u referencama [10,11].

2.3. Stvaranje slike visokog razlučivanja

U procesu stvaranja slike, kada elektronski snop prolazi mikroskopom, razlikujemo slijedeće fenomene (Vidite sliku 3.a)

- Fenomen difrakcije u ravnini objekta
- Stvaranje slike u zadnjoj žarišnoj ravnini leće objektiva
- Interferencija difraktiranih snopova u ravnini slike leće objektiva

Valna funkcija $\psi_{ex}(r)$ elektrona, na izlasku iz uzorka se razmatra kao planarni izvor sfernih valova, prema Huygensovom principu, a dana je kao rješenje Schrodingerove jednadžbe. Amplitude difraktiranih valova u smjeru danim recipročnim vektorom \mathbf{g} , povezane su s funkcijom objekta $\psi(r)$ (uzorka) Fourier-ovim transformatom funkcije objekta:

$$\psi(\mathbf{g}) = \mathfrak{F}_{\mathbf{g}} \psi(\mathbf{r})$$

Distribucija intenziteta u difrakcijskom uzorku bit će dana kao $|\psi(\mathbf{g})|^2$ u zadnjoj fokalnoj-žarišnoj ravnini leće objektiva.

$$|\psi(\mathbf{g})|^2 = |\mathfrak{F}_g \psi(\mathbf{r})|^2$$

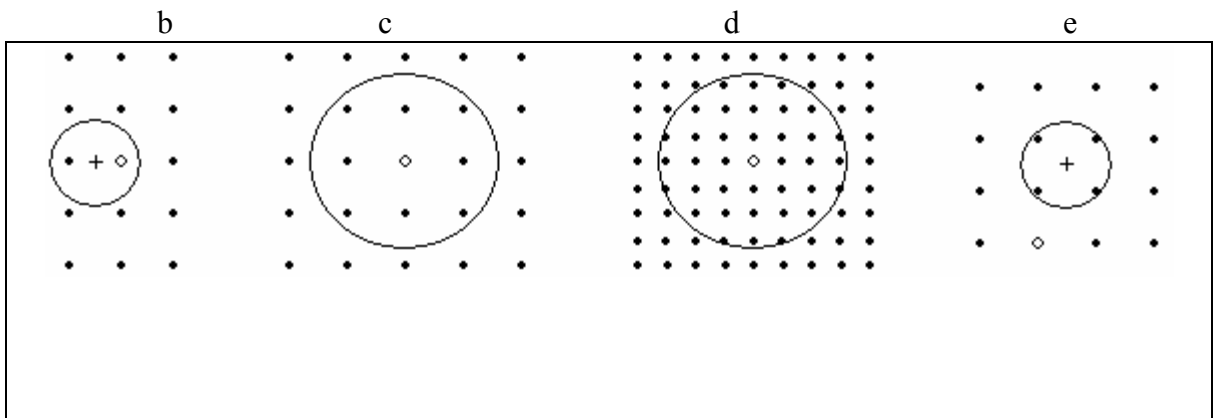
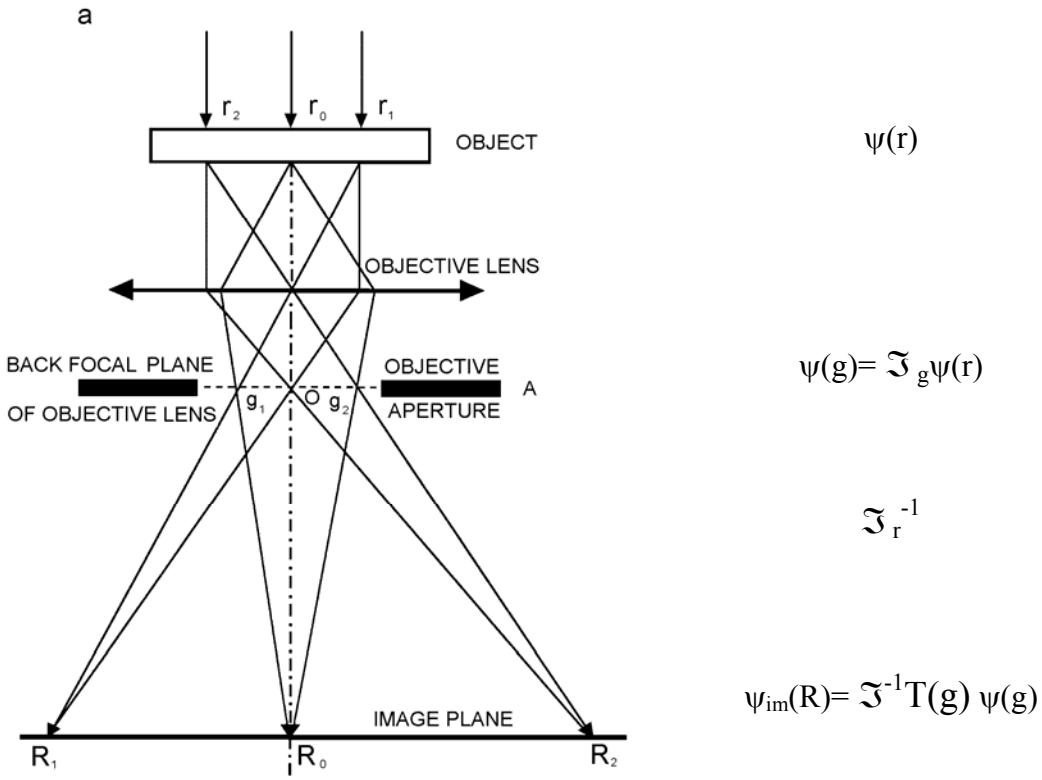
Imamo li periodičan objekt, difrakcijski uzorak (kvadrat FT valne funkcije objekta će se sastojati od oštih točaka.

U drugom stupanju procesa stvaranja slike zadnja žarišna ravnina djeluje kao skup Huygensovih sfernih valova (difrakcijski uzorak) koji interferiraju kroz sistem leća u ravninu slike. Ovaj stupanj procesa stvaranja slike je opisan inverznim Fourier- ovim transformatom koji rekonstruira povećanu v. f. objekta $\psi(\mathbf{R})$. Intenzitet u ravnini slike je dan, kao kvadrat te valne funkcije $|\psi(\mathbf{R})|^2$.

U drugom stupnju formiranja slike koji je opisan inverznim Fourierovim transformatom, elektronski snop –valna funkcija elektrona dobiva pomak u fazi $\chi(\mathbf{g})$ u odnosu na transmitirani snop. Fazni pomak je uzrokovan sfernim aberacijama, i defokusom. Postoji također prigušenje zbog kromatske i sferne aberacije koje je opisano nekoherentnom krivuljom prigušenja $D(\alpha, \Delta, \mathbf{g})$, tako da je v. f. $\psi_{im}(\mathbf{R})$ u ravnini slike konačno dana:

$$\psi_{im}(\mathbf{R}) = \mathfrak{F}^{-1} T(\mathbf{g}) \psi(\mathbf{g}) \quad (2.3.1)$$

gdje je $T(\mathbf{g})$ funkcija prijenosa kontrasta (CTF) tankog faznog objekta.



Slika 3(a) Stvaranje slike u elektronskom mikroskopu; (b, c, d, e) shematski prikaz difrakcijskog uzorka i aperture A pri stvaranju raznih modova slike u EM, (+) – optička os, o - nedifraktirani snop, O - objektivna apertura A kako je smještena u slici (a)

$T(g)$ sadrži $D(\alpha, \Delta, g)$ i fazni pomak $\chi(g)$:

$$\chi(g) = \pi \varepsilon \lambda g^2 + \pi C_s \lambda^3 g^4 / 2 \quad T(g) = D(\alpha, \Delta, g) \exp[i \chi(g)]$$

α je kut konvergencije upadnog snopa, Δ je poluširina raspršenja defokusa ε , koji potječe od kromatskih aberacija. Za detalje treba pogledati druge reference i eksperimentalni dio [2,10,11].

Difraktirani elektroni tvore sliku, koja se opisuje Fourierovim transformatom produkta valne funkcije difrakcijske slike i transfer funkcije. Promatra li se inverzni Fourierov transformat transfer funkcije $T(r) = \mathcal{F}^{-1} T(g)$, v. f. u ravnini slike ima oblik konvolucije produkta: (To je drugačije pisana relacija (2.3.1)).

$$\psi_{im}(R) = \psi(r) \otimes T(r)$$

Glavne eksperimentalne tehnike, koje se općenito koriste na polju konvencionalne elektronske mikroskopije, u faznom kontrastu, su dane na slikama 3. b, c, d, e, f. Razni modovi stvaranja slike su određeni veličinom i geometrijskim položajem objektivne aperture u zadnjoj žarišnoj ravnini leće objektiva. Dobivaju se pruge rešetke ("lattice fringe image"), ako samo jedan ili nekoliko difraktiranih snopova interferira s neraspršenim snopom (slučaj apertura b). Period pruga odgovara razmaku mrežnih ravnina pobuđenih snopova. Korištenjem tipa aperture c, opaža se slika mnogo snopova. Za tanke kristale koji imaju veliku jediničnu ćeliju, pod eksperimentalnim uvjetima korištenjem tipa apertura d, može se dobiti slika strukture ("structure image"), tada se mikrografija može direktno interpretirati kao projekcija atomskog rasporeda kristalne strukture. Slika tamnog polja pruga kristalne rešetke ("dark-field lattice image") se dobija ako određeni difraktirani snop od interesa, interferira a ostali su isključeni; tip apertura e.

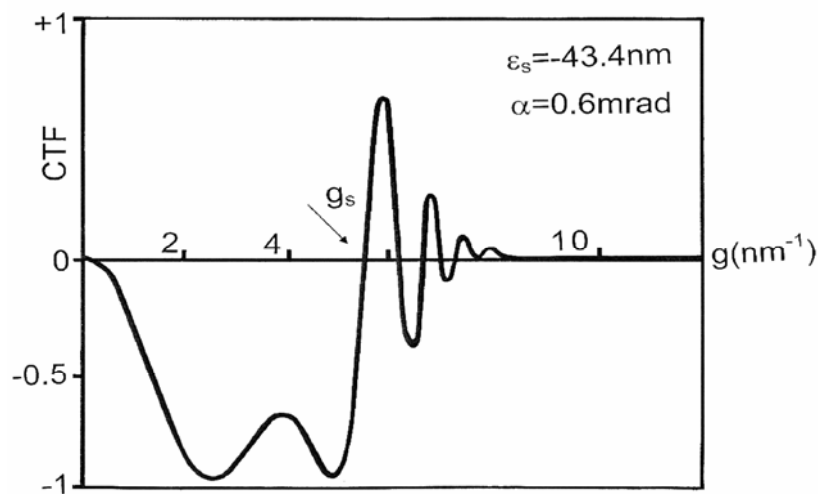
2.4. Funkcija prijenosa kontrasta (CTF)

Funkcija prijenosa kontrasta (Contrast transfer function) karakterizira svojstva elektronsko-optičkog sistema i neovisna je o uzorku. Ova funkcija opisuje fazni pomak elektronskog vala uzrokovanog sfernim aberacijama i defokusom leće objektiva.

U aproksimaciji objekta slabe faze funkcija prijenosa kontrasta (CTF) je

$T(g) = \exp(i\chi(g))$ kada treba biti $\sin \chi(g)=1$ and $\cos \chi(g)=0$, $\chi(g)=n\pi/2$ za sve recipročne vektore \mathbf{g} .

Pod tim uvjetom raspodjela intenziteta će biti slika projiciranog potencijala, a dvostruko raspršeni elektroni su eliminirani i ne doprinose stvaranju slike [10,11].



Slika 4. CTF Funkcija prijenosa kontrasta JEOL JEM 2010 200 kV elektronskog mikroskopa Scherzer fokus $\epsilon_s = -43,4\text{nm}$; $\alpha = 0.6\text{mrad}$

Funkcija $\sin \chi(g)$ opisuje kako elektronski mikroskop modificira (utječe) na elektronski snop koji izlazi iz uzorka u ovisnosti o promjeni \mathbf{g} . Ovisi o vrijednosti parametara:

λ (valna duljina elektrona), C_s (konstanta sferne aberacije) i ϵ (vrijednost defokusa).

Moguće je naći takav defokus ϵ koji djelomično kompenzira sferne aberacije, dovodeći $\sin \chi(g)$ na vrijednost -1, u širokom intervalu valnih vektora \mathbf{g} . Ova vrijednost podfokusa, dakle negativna vrijednost ϵ , je Scherzer-ov uvjet fokusiranja. Ovaj uvjet fokusiranja je najbolja moguća aproksimacija idealnog slučaja fokusiranja i optimalno centriranje / fokusiranje za oslikavanje strukture uz korektan kontrast.

U ovim uvjetima, projicirani kontrast je proporcionalan negativnoj vrijednosti intenziteta, dakle tamna mjesta na HRTEM pozitivu (slab intenzitet) odgovaraju atomima (visokom potencijalu). Na slici 4 dana je funkcija prijenosa kontrasta (CTF) mikroskopa visokog razlučivanja, JEOL JEM 2010 UHR koji radi pri naponu od

200 kV, za Scherzerov fokusirajući uvjet $\epsilon = -43.4$ nm.

CTF određuje rezoluciji i interval d- vrijednosti (međumrežnih razmaka) koji se prenose elektronskim mikroskopom pri određenim uvjetima fokusiranja mikroskopa, a određena je samim instrumentom i eksperimentalnim uvjetima fokusiranja.

2.5. Razlučivanje

Kada govorimo o razlučivanju razlikujemo:

a) točkasto razlučivanje ili razlučivanje slike strukture. To je mjera sposobnosti odgovarajućeg mikroskopa da vjerno reproducira strukturu uzorka koja je projicirana u smjeru upadnog snopa

b) pod linijskim razlučivanjem (razlučivanje pruga) smatra se najmanji razlučiv razmak između pravilno razmaknutih pruga. Takve pruge su nastale kao rezultat interferencije dvaju difrakcijskih maksimuma (spotova) i nemaju jednostavnu korelaciju s kristalnom strukturom osim što opisuju periodičnost okomitu na jedan kristalografski smjer (vidi sliku 3.b).

Općeniti izraz za razlučivanje d_s , za točkasto razlučivanje u slici svijetlog polja je:

$$d_s = 0.67 \lambda^{3/4} C_s^{1/4} \quad (2.5.1)$$

gdje je λ valna duljina elektrona, a C_s je koeficijent sferne aberacije leće objektiva. [10]. Poboljšanje razlučivanja može se postići smanjivanjem valne duljine i sferernih aberacija, dakle C_s . Povećanje napona ubrzanja, smanjuje valnu duljinu λ , ali uzrokuje druge probleme povezane s izvorom napona i njegovom nestabilnošću.

Drugi način kako se može definirati rezolucija je preko transfer funkcije, tj. funkcije prijenosa kontrasta koja je opisana i predložena u **slici 4**, tako da je relacija (2.5.1) za razlučivanje, recipročna vrijednost vektora \mathbf{g} prve nultočke transfer funkcije, tj. $d_s = 1/|\mathbf{g}_s|$.

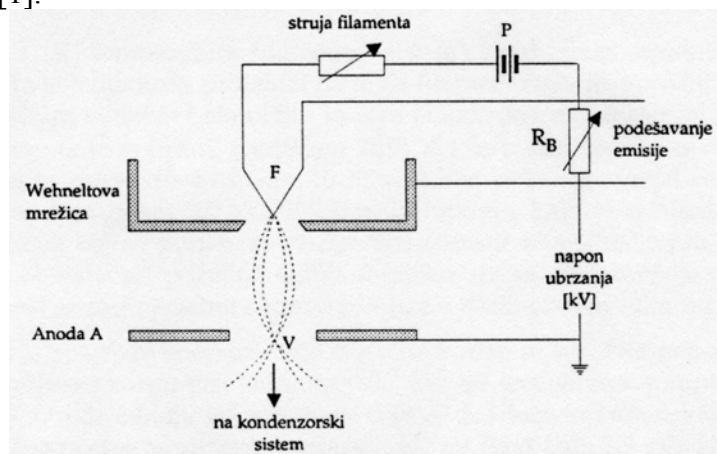
3. EKSPERIMENTALNI DIO

Shema elektronskog mikroskopa prikazana je na slici na naslovnoj strani. Elektroni su emitirani iz volframove niti (katode) koja se nalazi na negativnom potencijalu (100 kV, 200 kV) i učvršćena je u keramički izolatorski nosač unutar Wehneltova cilindra. Elektroni su ubrzani u odnosu na potencijal zemlje. Pomoću sistema od dvije ili više kondenzorskih leća, sa pripadnim aperturama, elektroni su fokusirani na uzorak, smješten na nosaču između polova leće objektiva. Slika i difrakcijska slika uzorka dobiva se na fluorescentnom ekranu, lećama za stvaranje slike (objektiv, intermedijarna i projektorska leća). Kontrast slike se može poboljšati pomoću objektivne aperture, a određeni dio slike se može izdvojiti pomoću dijafragme za selektivnu difrakciju.

3.1. Termionski elektronski top

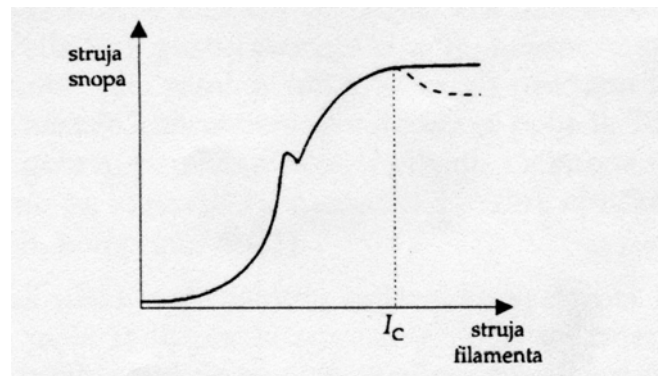
Izvor snopa elektrona u elektronskom mikroskopu je termionski elektronski top [1]. On koristi termionsku emisiju s grijane niti-filamenta, a shematski je prikazan na slici 5.

Filament, obično nit od volframa, djeluje kao katoda. On se zagrijava prolaskom struje iz izvora P, a nalazi se na velikom negativnom potencijalu prema anodi A. Termionski emitirani, visoko energetske elektroni s filameta eksitiraju se prema anodi i kroz kružnu rupu u njezinu centru ulaze u kolonu mikroskopa. Wehnelov cilindar, koji se nalazi na malo negativnijem naponu od filameta, omogućava kontrolu površine filameta s koje se emitiraju elektroni. Time Wehnelov cilindar djeluje kao mrežica u triodi, pa se top naziva triodnim. Emitirani elektroni fokusiraju se u virtualnom izvoru V, a njegove dimenzije (nekoliko μm), efektivno su dimenzije izvora elektrona mikroskopa, iako elektroni zapravo dolaze s mnogo veće površine filameta (stotinu μm). Promjer konačnog snopa može se kontrolirati razlikom potencijala između filameta i mrežice, tj. pomoću vrijednosti promjenjivog otpora R_B . Dakle, iz virtualnog izvora V u kolonu mikroskopa ulazi snop elektrona kontrolirane energije i poznate valne duljine [1].



Slika 5. Shematski prikaz termoionskog elektronskog topa

Rad elektronskog topa kontroliraju tri činitelja - struja filameta, napon mrežice i visoki akcelerirajući napon. Kvalitetan izvor elektrona treba emitirati maksimalni broj emitiranih elektrona sa što manje površine filameta. To se postiže zasićenjem struje filameta do točke kad struja snopa više ne raste (slika 6.). Triodni krug elektronskog topa ima tzv. samopodešavajući (*autobias*) mehanizam koji ograničava struju emitiranog snopa elektrona. S porastom struje filameta povećava se i struja emitiranog snopa, a s njom raste i razlika potencijala između filameta i mrežice koja ometa dalju emisiju elektrona. Iznad određene vrijednosti kritične struje filameta I_C dolazi do zasićenja. Stabilan rad elektronskog topa je za struje $I > I_C$.



Slika 6. Krivulja elektronske emisije za triodni elektronski top

Važan parametar kvalitete elektronskog topa u kontekstu elektronske mikroskopije je svjetlina dobivenog snopa elektrona B , definirana kao gustoća struje snopa po jedinici prostornog kuta. Svjetlina B je, dakle, mjera broja elektrona koji u sekundi upadnu na danu površinu uzorka, odnosno, za snop gustoće struje j_c [Am^{-2}] i kuta konvergencije α iznosi

$$B = \frac{j_c}{\pi\alpha^2} \quad (3.1.1)$$

Za termionski top, svjetlina se može izračunati prema jednakosti

$$B = 2 \cdot 10^5 \cdot T V e^{-\frac{\Phi}{kT}} \quad [\text{Am}^{-2}\text{sr}^{-1}] \quad (3.1.2)$$

gdje je T [K] temperatura filameta, a Φ [eV] rad izlaza materijala filameta. Iz te jednakosti proizlazi da je za filament najbolje koristiti materijal s visokim talištem i što nižim radom izlaza. Najčešći se koristi za izradu filameta volfram, s talištem 3653 K i radom izlaza ≈ 4.5 eV. Svjetlina se povećava za faktor 10 ili veći ako se kao materijal upotrijebi LaB_6 , s radom izlaza 3.0 eV. Elektronski topovi s LaB_6 uobičajeni su kod mikroskopa koji se koriste za visoko razlučivanje ili analitički rad, budući da je u oba slučaja poželjna velika svjetlina snopa. Podešavanje svjetline snopa vrši se promjenama napona mrežice - Wehneltova cilindra. [1]

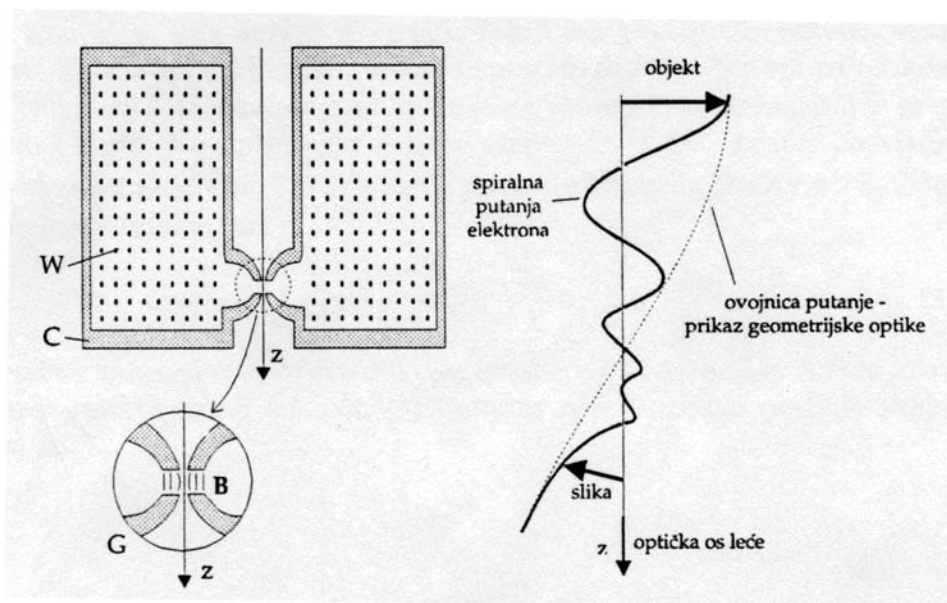
Ako je potreban snop još veće svjetline koristi se tzv. *field emission gun* (FEG), koji zahtjeva mnogo viši vakuum (10^{-7} Pa) od termionskog topa (10^{-2} - 10^{-3} Pa). On daje bolju koherentnost snopa. Kod termionskog izvora postoji raspršenje u energiji 1-2 eV, kod LaB_6 katode 1.5 eV, a kod FEG-a 0.5 eV [1]

3.2 Elektromagnetske leće

Osnova rada elektromagnetske leće je sila koja djeluje na elektron koji se giba u magnetskom polju. Giba li se elektron brzinom \mathbf{v} u magnetskom polju jakosti \mathbf{B} , osjeća silu $\mathbf{F} = e(\mathbf{B} \times \mathbf{v})$ koja je okomita na smjer polja i na smjer brzine.

Shematski prikaz tipične elektromagnetske leće dan je na slici 7 [9]. Zavojnica sadrži veliki broj gustih namotaja žice W , unutar omotača od mekog željeza C . Omotač ima samo jedan vrlo mali i precizno izrađeni procjep G duž kojeg nastaje koncentrirano magnetsko polje \mathbf{B} . To magnetsko polje \mathbf{B} ima smjer gotovo paralelan smjeru gibanja elektrona u koloni mikroskopa i možemo ga rastaviti na aksijalnu B_z (duž optičke osi mikroskopa) i radijalnu B_r komponentu [1].

Na elektron koji ulazi u aksijalnom smjeru, komponenta B_z isprva ne djeluje. No, zbog male radijalne komponente polja, on osjeća slabu silu iznosa $B_r v$. Zbog te sile elektron se počinje gibati spiralno duž optičke osi mikroskopa. Time brzina dobiva obodnu komponentu v_c , pa elektron osjeća dodatnu silu $B_z v_c$ u radijalnom smjeru. Tada spiralna putanja slijedi sve manje radijuse i efekt je taj da paralelni snop elektrona koji ulaze u takvu elektromagnetsku leću, konvergira u točku (slika 8.). Ovojnica takve putanje elektrona odgovara zruci svjetlosti u konvencionalnom optičkom dijagramu, osim što elektron dok prolazi kroz elektromagnetsku leću još dodatno rotira oko optičke osi leće za iznos koji ovisi o jačini struje leće. Kod modernih TEM-a, kombinacijama leća taj se efekt kompenzira [9].



Slika 7.

Shematski prikaz tipične elektromagnetske leće

Slika 8.

Paralelni snop elektrona koji ulazi u elektromagnetsku leću konvergira u točku

Dakle, kada kroz namote elektomagnetske leće protječe električna struja, stvara se magnetsko polje. Leće u mikroskopu konstruirane su tako da to magnetsko polje djeluje samo na kratkoj udaljenosti duž optičke osi mikroskopa, pa se leća ponaša kao “tanka” i za nju vrijede zakoni geometrijske optike. Promjenom struje kroz zavojnicu, mijenja se jakost magnetskog polja, a time i fokalna duljina, odnosno, jakost leće. Dakle, promjenom jakosti struje elektromagnetske leće mogu jednostavno kontinuirano mijenjati svoje karakteristike.

3.2.1. Idealne leće

Idealne leće fokusiraju snop elektrona sa bilo koje točke objekta u jedinstvenu točku slike. Optički sistem utječe na amplitudu i na fazu valne funkcije elektrona koji tvore sliku, a taj utjecaj opisuje (transfer funkcija $t(r, \theta)$ ne ovisi o r), rotacijska simetrija ($t(\theta) = t(-\theta)$) i nepostojanje atenuacije ($|t(\theta)|=1$). Ako su ti uvjeti zadovoljeni, valna ploha na izlazu iz optičkog sustava je sferna. U realnom se sustavu, međutim, javljaju se aberacije [9].

3.2.2. Utjecaj defokusa

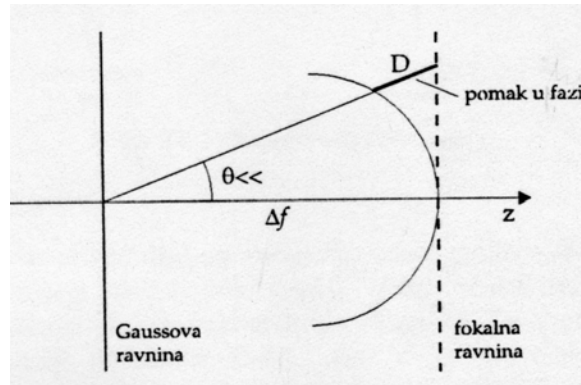
U geometrijskoj optici, u Fresnelovoj aproksimaciji, sfere valnih fronti aproksimiraju se ravninama. To je, u slučaju visokoenergetskih elektrona, kakvi se koriste u elektronskoj mikroskopiji, dobra aproksimacija. Valne duljine takvih elektrona su male, a mali su i kutevi raspršenja.

Kad ne bi bilo aberacije, optički fokus bio bi dan Gaussovom ravninom. Zbog pojave aberacije, fokus se pomiče duž optičke osi za određeni Δf (slika 9.). U fokalnoj ravnini se sfera valne fronte aproksimira ravninom i to dovodi do optičke razlike puteva $D = \Delta f(1 - \cos\theta)$. Za visoko energetske elektrone, θ je vrlo mali, pa se aproksimira

$D = \Delta f \theta^2/2$. Odgovarajući pomak u fazi je

$$\Delta\gamma = -\frac{2\pi}{\lambda} D = -\frac{2\pi}{\lambda} \Delta f \frac{\theta^2}{2} \quad (3.2.1)$$

Prema tome, defokus Δf dovodi do pomaka u fazi $\Delta\gamma$, koji je u Fresnelovoj aproksimaciji manji od $\pi/4$. [9] Defokus $\Delta f < 0$ opisuje podfokusirajuće uvjete.



Slika 9. Geometrijski prikaz defokusa

3.2.3. Leće s aberacijama

U realnim sistemima, fokusiranje slike nije idealno - dolazi do aberacije. Efekt svih aberacija je iskrivljivanje slike objekta na odrađeni način, a to dovodi do gubitka kvalitete i razlučivanja slike. Aberacije kod elektromagnetskih leća nije moguće ukloniti, pa ih je , zbog njihova velika utjecaja na sliku potrebno smanjiti.

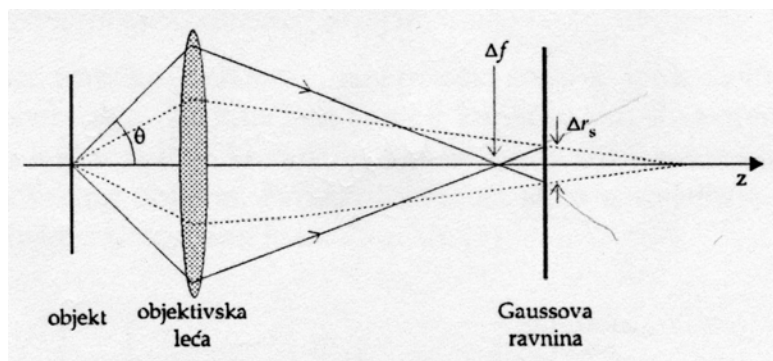
Elektronski snop nikada nije savršeno koherentan, pa dolazi do divergencije snopa i do kromatskih aberacija. Kao rezultat geometrije i nehomogenosti leća javljaju se akromatske aberacije, astigmatizam, aberacija kome ili distorzija.

- **Sferne aberacije**

Sferne aberacije su vrsta monokromatskih aberacija, do kojih dolazi zbog razlike u optičkim putevima različitih zraka koje od objekta dolaze do slike. To rezultira pojavom kruga umjesto točke u ravnini slike (slika 10.). Radijus tog kruga ovisan je o kutu koji, s opričkom osi, zatvara upadna zraka: $\Delta r_s = C_s \theta^3$, gdje je C_s konstanta sferne aberacije, tipično 1-2 mm za objektivsku leću [6]. Ta konstanta, dakle uvodi pomak u fazi

$$\Delta\gamma = -\frac{2\pi}{\lambda} C_s \frac{\theta^4}{4} \quad (3.2.2)$$

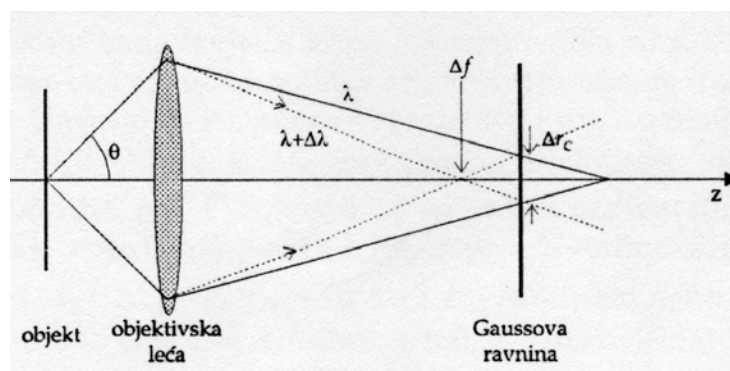
U slučaju sferne aberacije rotaciona simetrija i izoplanatičnost su sačuvane[9]. Sferne aberacije nije moguće ukloniti, a efekt se minimizira korištenjem zraka blizu optičke osi (što zapravo znači korištenje elektronskih leća s vrlo malim aperturama), smanjivanjem procjepa između polova leće ili povećanjem jakosti magnetskog polja.



Slika 10 Prikaz sfernih aberacija

- **Kromatske aberacije**

Kromatske aberacije rezultat su varijacije valne duljine, odnosno energija elektrona upadnog snopa, koja nastaje zbog nestabilnosti elektronskog izvora i interakcija elektronskog snopa i uzorka. Te aberacije odražavaju utjecaj fluktuacija defokusa. Dakle, ako je upadni elektronski snop samo djelomično vremenski koherentan, elektroni različitih valnih duljina fokusiraju se u različite točke duž optičke osi. Umjesto točke, kao najbolje rješenje dobiva se krug najmanje difuzije radijusa $\Delta r_c = C_c \Delta E / E$, gdje je C_c konstanta kromatske aberacije (slika 11) [6].



Slika 11. Prikaz kromatskih aberacija

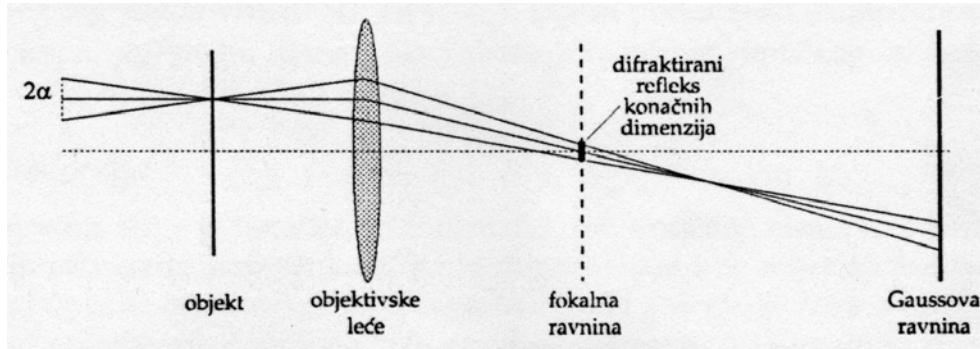
Varijacije u energiji elektrona snopa rezultat su električkih nestabilnosti napona visokog ubrzanja (ΔU), napona filameta elektronskog topa (ΔV) i struje leće objektiva (ΔI). Zato se za standardnu devijaciju defokusa δf , preko koeficijenta kromatske aberacije leće C_s dobiva [9]

$$\delta f = C_c \sqrt{\left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2 + \left(\frac{\Delta U}{U}\right)^2 + \left(\frac{\Delta I}{I}\right)^2} \quad (3.2.3)$$

Kromatske aberacije svode se na minimum korištenjem monokromatskih elektrona, što je omogućeno velikom stabilnošću modernih izvora napona i konstrukcijom elektronskog topa. Međutim, pri prolasku elektrona kroz uzorak, neminovno dolazi do neelastičnih interakcija, koje dovode do gubitka energije elektrona. Iz toga proizlazi da je smanjenje efekta kromatskih aberacija donekle moguće korištenjem što tanjih uzoraka ili radom na višem naponu ubrzanja.

• **Divergencija elektronskog snopa**

U realnom optičkom sistemu, elektronski snop je ipak djelomično prostorno nekoherentan. To znači da postoji konačan kut divergencije upadnog snopa α koji rezultira konačnim dimenzijama slike, odnosno difrakcijske slike točkastog objekta. Prikaz dobivanja slike u uvjetima divergentnog elektronskog snopa dan je na slici 12. [9]

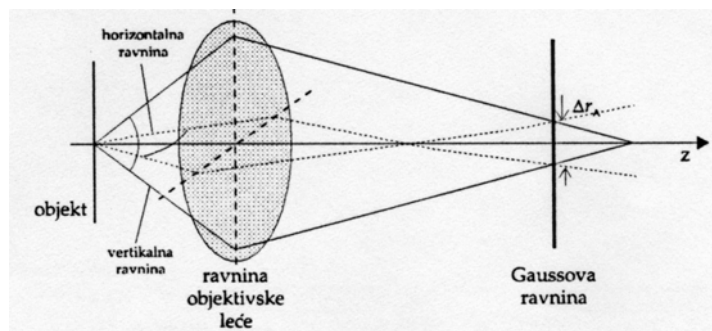


Slika 12. Prikaz efekta divergencije elektronskog snopa

• **Astigmatične aberacije**

Astigmatizam se javlja kad polje leće nije savršeno simetrično s obzirom na optičku os, tj. kada ne postoji rotaciona simetrija. To rezultira izduživanjem slike u različitim smjerovima van fokalne ravnine., odnosno neoštom slikom kad izgleda točno fokusirana. Na slici 13. prikazan je efekt leće koja ima različita optička svojstva u horizontalnom i vertikalnom smjeru. Umjesto točke, ponovno se dobiva krug minimalne difuzije, radijusa $\Delta r_A = \Delta f_A \theta$, gdje je Δf_A maksimalno odstupanje zarišne duljine zbog astigmatizma. Defokusi x i y smjera su različiti ($\Delta z_x \neq \Delta z_y$), a za pomake u fazi vrijedi: $\gamma(k_x) \neq \gamma(k_y)$, $\gamma(k_x) = \gamma(-k_x)$. Astigmatizam je definiran kao $a_z = (\Delta z_1 - \Delta z_2)/2$, gdje su Δz_1 i Δz_2 žarišne daljine koje odgovaraju dvjema osima eliptične distribucije transfer funkcije [9].

Astigmatizam se kod elektronskih mikroskopa pojačava onečišćenjem kolone i apertura, jer se nevodljive prljavštine nabijaju i iskrivljuju magnetsko polje leće. Zato se u kolonu postavljaju korekcijske, kvadrupolne ili oktopolne, elektromagnetske zavojnice koje, umjesto kružno simetričnog, daju kompenzirajuće ovalno polje. Njime se djeluje suprotno asimetričnom polju, pa elektronski snop ponovo dobiva rotacionu simetriju. Korekcija astigmatizma je vrlo bitna jer astigmatizam kondenzorske leće reducira koherentnost snopa, dok astigmatizam objektivske leće bitno smanjuje razlučivanje.



Slika 13. Prikaz astigmatizma

Ukoliko se pokvari centriranost mikroskopa, tj. snop elektrona nije više podešen duž optičke osi, javlja se tzv. osna koma. Za pomak u fazi zbog tog efekta vrijedi $\gamma(k_x) \neq \gamma(-k_x)$. Dobra podešenost (centriranost) mikroskopa je, s toga, dana rotacijskom simetrijom optičkog sistema $\gamma(k, \theta) = \gamma(k, -\theta)$, gdje je θ kut azimuta [9].

- **Distorzija**

Distorzija slike je rezultat neizoplanatičnosti optičkog sistema, a često se javlja na niskim povećanjima. Kada se povećanje leće mijenja za zrake dalje od optičke osi, moguća su dva efekta. Kada povećanje raste s udaljenosti od optičke osi, dolazi do “*pin-cushion*” distorzije (pin-cushion, engl. jastučić za igle), a kada se udaljenosti od optičke osi povećava smanjenje, javlja se “*barrel*” distorzija (barrel, engl. bačva).

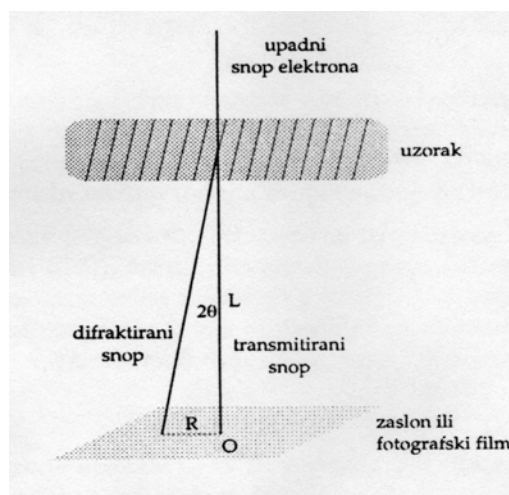
3.3. Određivanje razmaka mrežnih ravnina d iz difrakcijske slike

Difrakcija se dešava samo na ravninama kristala koje su gotovo paralelne upadnom snopu. Dio elektrona kroz uzorak prolazi bez interakcija, a dio, koji zadovoljava Braggov uvjet $2d_{hkl}\sin\theta = \lambda$, difraktiran je za kut θ . Razmak mrežnih ravnina povezan je s vektorom recipročne rešetke, $d_{hkl} = 1/|g_{hkl}|$.

Pri promatranju geometrije difrakcije u elektronskom mikroskopu, utjecaj leća može se zanemariti, jer one samo uvećavaju difrakcijsku sliku dobivenu na uzorku. Pojednostavljeni prikaz formiranja difrakcijske slike dan je na slici 14. Nedifraktirani elektroni formiraju centralni refleks O, na zaslonu ili fotografskom filmu na udaljenosti L od uzorka, a oni difraktirani za kut θ , na udaljenosti R od centralnog refleksa. Za male kuteve difrakcije θ , kakvi se i koriste u elektronskoj mikroskopiji, dobiva se relacija

$$\frac{R}{L} = \frac{\lambda}{d'} \quad (3.3.1)$$

gdje je λ valna duljina upadnih elektrona, a L fiktivna udaljenost koja ovisi o upotrebljenom povećanju leće korištenog mikroskopa [1].



Slika 14. Geometrija formiranja difrakcijske slike

Uobičajeno je da se, umjesto R , mjeri udaljenost centralno simetričnih refleksa $D = 2R$, pa se razmak mrežnih ravnina d računa prema relaciji

$$d = \frac{2\lambda L}{D}. \quad (3.3.2)$$

jednostavno izračunati iz razmaka refleksa D izmjerenog na difrakcijskoj slici. Produkt λL naziva se konstanta kamere.

Korišten je mikroskop napona ubrzanja 200 kV, za koji se dobiva valna duljina upadnog elektronskog snopa $\lambda=2.51 \cdot 10^{-12}$ m. Korištena je duljina kamere $L = 1000$ mm, pa relacija, koja je upotrebljavana za izračunavanje d -ova u našim mjerenjima, ima oblik

$$d[nm] = \frac{5.02[nm \cdot mm]}{D[mm]} \quad (3.3.3)$$

Iz te relacije se procjenjuje pogreška dobivenih razmaka mrežnih ravnina $\Delta d = -5.02\Delta D/D^2$. Pogreška korištene mjerke je $\Delta D = \pm 0.1$ mm. Dobiva se relacija

$$\Delta d[nm] = \frac{-5.02[nm \cdot mm]}{D^2[mm^2]} \quad (3.3.4)$$

koja ukazuje na činjenicu da se veća točnost mjerenja dobiva za refleksive višeg reda (većeg razmaka R). Veća preciznost se dobiva očitavanjem dijametara sa skeniranih negativa korištenjem računalnih programa za obradu slike.

3.3.1 Indeksiranje točkaste difrakcijske slike

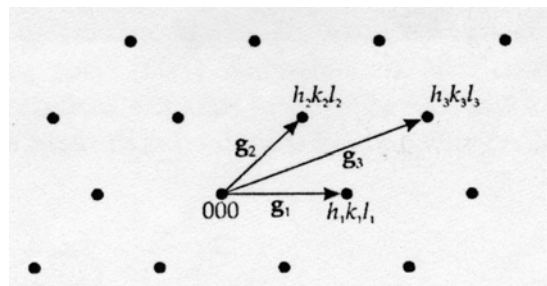
U opisu difrakcijske slike koriste se Millerovi indeksi - formalni sustav koji opisuje točke, ravnine i smjerove u kristalu. Svakoj porodici mrežnih ravnina s razmakom d odgovaraju određeni Millerovi indeksi, pomoću kojih će se, dalje, moći odrediti orijentacija kristala promatranog uzorka.

Prema jednakosti (3.3.3) izračunati d -ovi za određenu difrakcijsku sliku uspoređivani su s odgovarajućim tabličnim vrijednostima za promatrani uzorak poznate strukture i parametra rešetke. U toj je fazi, međutim, mnogo ekvivalentnih načina indeksiranja svakog refleksa.

Daljnji postupak je slijedeći. Odaberu se tri refleksa, koji zajedno s centralnim refleksom (000), formiraju paralelogram (slika 15). Millerovi indeksi dobiveni ih usporedbe mjerenih i tabličnih d -ova se, u skladu s dozvoljenim permutiranjem indeksa i mijenjanjem njihovih predznaka (što je određeno strukturom uzorka), određuju tako da zadovoljavaju uvjet vektorskog zbrajanja

$$(h_3k_3l_3) = (h_1k_1l_1) + (h_2k_2l_2). \quad (3.3.5)$$

Nakon što se odrede indeksi prva tri refleksa, svi ostali indeksiraju se jednostavnim vektorskim zbrajanjem. [12]



Slika 15. Indeksiranje difrakcijske slike

3.3.2. Određivanje osi zone

Orijentacija promatranog kristaliničnog uzorka opisuje se pomoću osi zone. Os zone zone definirana je kao normala ravnine recipročne rešetke (uvw), smjera $[uvw]$ paralelnog smjeru upadnog snopa elektrona.

Os zone promatrane difrakcijske slike (slika 15) određuje se pomoću indeksa dvaju refleksija $h_1k_1l_1$ i $h_2k_2l_2$, koji leže u promatranoj ravnini (uvw) i zadovoljavaju uvjete $h_1u+k_1v+l_1w=0$ i $h_2u+k_2v+l_2w=0$. Iz toga se za smjer osi zone $[uvw]$ dobiva

$$[uvw] \equiv \left(\begin{array}{c|c|c} k_1 & l_1 & l_1 \\ \hline k_2 & l_2 & l_2 \end{array} \middle| \begin{array}{c|c|c} h_1 & h_1 & h_1 \\ \hline h_2 & h_2 & h_2 \end{array} \middle| \begin{array}{c|c} k_1 & k_1 \\ \hline k_2 & k_2 \end{array} \right) = (k_1l_2 - l_1k_2, l_1h_2 - h_1l_2, h_1k_2 - k_1h_2). \quad (3.3.6)$$

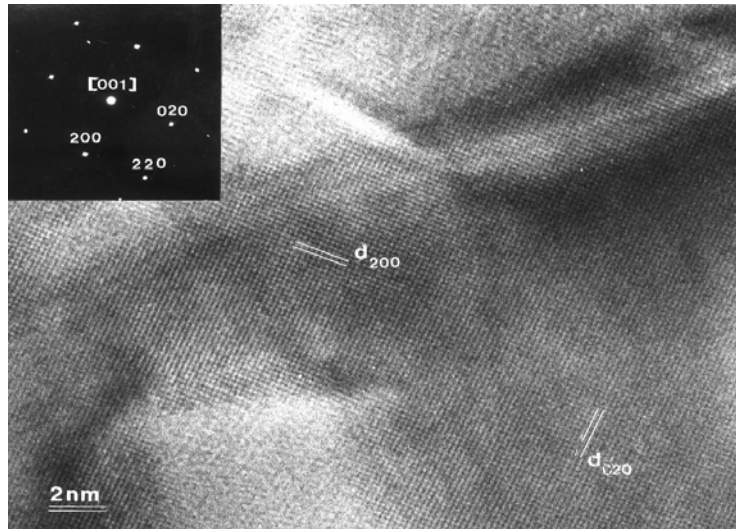
3.3.3. Testiranje tehnike visokog razlučivanja

Za testiranje visokog razlučivanja (HRTEM) korišten je monokristalni film zlata s ravninom filma (100). Takav test uzorak, općeniti, mora biti vrlo tanak (3-4 nm) s niskom gustoćom defekata. Tako tanak film dobiva se naporavanjem materijala (zlata) u vakuumu. Na temperaturi 450°C, na svježije odrezan {100} substrat kamene soli (NaCl), naporava se sloj srebra debljine 3-4 nm, pri istoj temperaturi. Tako dobiveni film se, nakon ispiranja destiliranom vodom, stavlja u 50% dušičnu kiselinu koja otopi srebro. Film se ponovo ispere u destiliranoj vodi, a zatim montira na mrežicu.

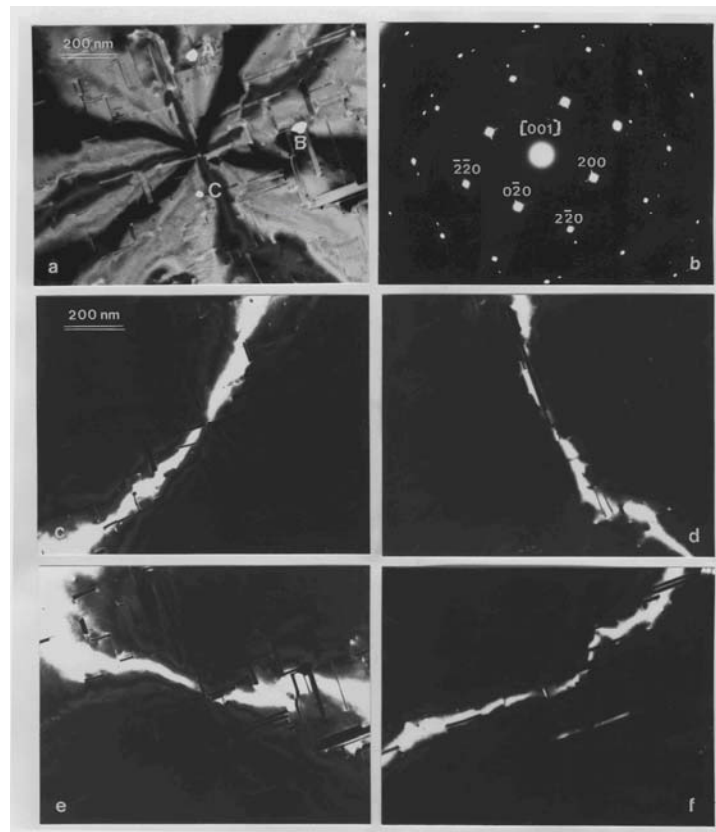
Zlato kristalizira u plošno centriranoj kubičnoj strukturi (FCC) s parametrom rešetke $a = 0.40780\text{nm}$.

Na slici 17 prikazane su slike svijetlog polja (a), slika difrakcije (b) i slika tamnog polja nastale u refleksima (200) (c), (220) (d), (020) (e), (220) (f), pri niskom povećanju. Taj niz daje jasan uvid u pojavljivanje konture zakrivljenja na slici tamnog polja, ovisno o korištenom refleksu. Na slici svijetlog polja vidljiva je lamelarna struktura i konture koje odgovaraju refleksima na slici difrakcije. U sjecištu kontura nalazi se centar zakrivljenosti kojem odgovara zona [001], dobivena na slici difrakcije 17.b. Deformacija (*streaking*) refleksa rezultat je lamelarne strukture. Bijela točke (A,B,C) na slici 17a su rupe na uzorku.

Pri visokom povećanju dobivena je slika visokog razlučivanja (HRTEM) (slika 16) i odgovarajuća slika difrakcije (u insertu). Na slici visokog razlučivanja dobiveno je dvodimenzionalno razlučivanje na presjeku porodica ravnina (200) i (020), kojima odgovara razmak mrežnih ravnina $d_{200} = 0.2039\text{nm}$. Os zone je [001].



Slika 16. Test uzorak zlata - slika visokog razlučivanja u zoni [001].
Razlučene su ravnine (200), $d_{200}=0.2039\text{nm}$.



Slika 17: a) Test uzorak zlata - slika svijetlog polja (povećanje $4 \cdot 10^4$),
b) odgovarajuća difrakcijska slika [001] zona. Slika tamnog polja uzorka
zlata sa slike (a) u refleksijama: c) (200) ; d) ($2\bar{2}0$) ; e) ($0\bar{2}0$) ; f) ($\bar{2}\bar{2}0$)

ZADATCI:

1. Na danim mikrografijama, izmjerite srednju veličinu zrna danog uzorka, snimljenim metodama

- a) slike svijetlog polja
- b) slike tamnog polja
- c) slike visokog razlučivanja

Treba mjeriti veličine kristalita (zrna), u određenom smjeru. Treba očitati barem $N=100$ zrna. Odredite srednju veličinu kristalita i distribuciju. Razmotrite izgled distribucije za razne logične širine razreda. Za "fitovanje" eksperimentalnih podataka na teorijsku krivulju koristite raspodjele: Gaussovu (normalnu), log normalnu, Gama raspodjelu, koristeći programe iz kompjutorske učionice!

2. Analizirajte pogreške mjerenja! Kolika je točnost određivanja srednje veličine kristalita (zrna) ovisna o snimljenoj mikrografiji, o preciznosti mjerke (lupa, ravnalo), širina razreda!

LITERATURA

- [1] P.J. Goodhew, F.J. Humphreys, **Electron Microscopy and Analysis**, Taylor & Francis, London 1988.
- [2] W. Neumann, R. Hillebrand, P. Werner, **Electron Microscopy in Solid State Physics**; Elsevier, Amsterdam, 1987. 97- 142.
- [3] F. Phillipp, R. Höschen, M. Osaki, G. Möbus, M. Rühle, **Ultramicroscopy**, 1994, 56, 1-10.
- [4] M. Paić, **Osnove fizike 4**, Sveučilišna naklada Liber, 1983.
- [5] M. Rühle and M. Wilkens, **Electron Microscopy**, in R.W. Cahn and P. Haasen, eds. **Physical Metallurgy**; fourth, revised edition, Elsevier Science BV, 1996
- [6] A. J. W. Edington, **Monographs in Practical Electron microscopy in Materials Science**; Univ. Cambridge, England, 1975. Vol 2 i 3, 1-75.
- [7] L. Reimer, **Transmission Electron Microscopy. Physics of Image Formation and Microanalysis**, Springer- Verlag, Berlin, 1984.
- [8] Y. C. H. Spence, **Experimental High- Resolution Electron Microscopy**, Claredon Press, Oxford, 1981.
- [9] J. Thibault, **High Resolution Electron Microscopy**, ESMAT, Oleron-France, 1992.
- [10] J.M. Cowley, **Electron Diffraction Techniques**, Oxford University Press, Oxford 1993.
- [11] L. Kihlborg, **Phase Contrast and High- Resolution Electron Microscopy**, Depart. Inorg. Chemistry, Stockholm University, 1995.
- [12] P.B. Hirsch, A. Howie, R.B. Nickolson, D.W. Pashley, M.J. Whelan, **Electron Microscopy of Thin Crystals**, Butterworths, London 1965.