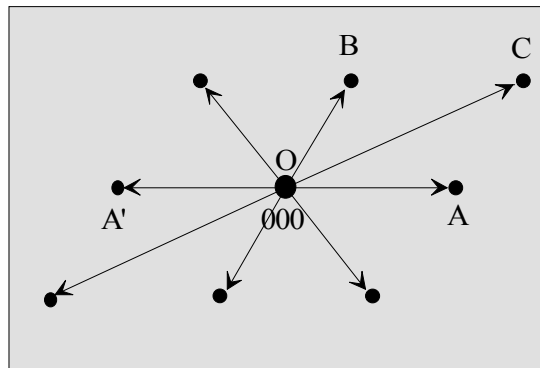


Wskaźnikowanie elektronogramów

Jan A. Kozubowski



Wydział Inżynierii Materiałowej P.W.
Warszawa, 2000

Spis treści:

1. Podstawy dyfrakcji elektronów

1.1 Falowa natura elektronów

1.2 Prawo Bragga

1.3 Geometria dyfrakcji elektronów

2. Wskaźnikowanie obrazów dyfrakcyjnych mono- i polikryształów

2.1 Stała kamery

2.2 Wskaźnikowanie obrazów dyfrakcyjnych pochodzących od monokryształów (pojedynczych ziaren)

2.3 Wskaźnikowanie obrazów dyfrakcyjnych pochodzących od polikryształów

3. Przykłady wskaźnikowania elektronogramów

3.1 Elektronogram ziarna aluminium

3.2 Elektronogram polikrystalicznej warstewki złota

4. Wykorzystanie komputera do wskaźnikowania

1. Podstawy dyfrakcji elektronów

1.1 Falowa natura elektronów

Dyfrakcja elektronów jest doświadczalnym dowodem ich własności falowych. Pierwsze doświadczenia z dyfrakcją elektronów wykonali G.P. Thompson w Anglii i C. J. Davisson oraz L. H. Germer w Stanach Zjednoczonych w końcu lat 20-tych, za co dostali Nagrodę Nobla w 1937 roku. Długość fali elektronów można określić z zależności Louisa de Broglie'a

$$\lambda = \frac{h}{p} \quad (1)$$

gdzie h jest stałą Plancka, a p - pędem elektronów określonym przez napięcie przyspieszające V

$$p = \sqrt{2meV} \quad (2)$$

bo elektrony przyspieszane w polu o różnicy potencjałów V mają energię kinetyczną

$$\frac{1}{2}mv^2 = eV \quad (3)$$

gdzie e jest ładunkiem elektronu.

Korzystając z powyższych zależności można podać przybliżoną zależność dla długości fali elektronu

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meV}} \cong \sqrt{\frac{150}{V}} \cdot 10^{-1} \quad [\text{nm}] \quad (4)$$

wyrażonej w nanometrach (gdy napięcie wyrażone jest w woltach).

Jest to zależność nierelatywistyczna, dla wyższych napięć (powyżej 50 kV) należy stosować zależność relatywistyczną. Przykładowe wielkości długości fali elektronów podano poniżej

Napięcie [V]	Długość fali [nm]	Zakres stosowności
1	1.226	
100	0.122	Dyfrakcja powolnych elektronów
1 000	0.038	Mikroskop skaningowy
30 000	0.007	j.w.
100 000	0.0037	Mikroskop transmisyjny
300 000	0.00197	j.w.
1 000 000	0.000871	j.w.

1.2 Prawo Bragga

Podczas przechodzenia wiązki elektronów przez kryształ zostaje ona ugięta w określonym kierunku (podlega dyfrakcji) gdy spełnione są jednocześnie trzy warunki Lauego

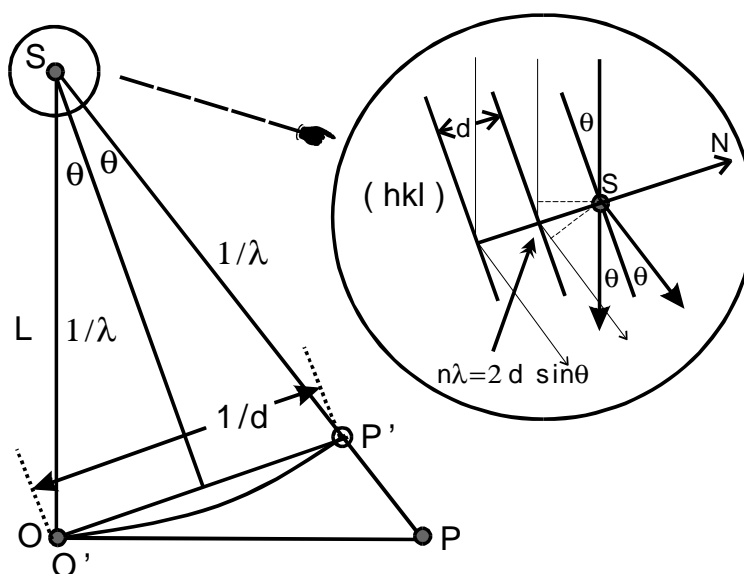
$$\begin{aligned} a(\cos \alpha_1 - \cos \alpha_2) &= n_1 \lambda \\ b(\cos \beta_1 - \cos \beta_2) &= n_2 \lambda \\ c(\cos \gamma_1 - \cos \gamma_2) &= n_3 \lambda \end{aligned} \quad (5)$$

gdzie a, b, c - są parametrami komórki elementarnej kryształu, a n_1, n_2, n_3 - liczbami całkowitymi. Cosinusy kątów określają kierunki wiązki padającej (1) i ugiętej (2). Interesująca jest geometryczna interpretacja zależności (5): każde z równań określa stożek o rozwartości α_2, β_2 lub γ_2 . Każdy ze stożków określa warunki dyfrakcji na liniowym układzie centrów rozpraszających. Wiązki ugięte na kryształach (trójwymiarowym układzie centrów rozpraszających) mogą się pojawić tylko w takich kierunkach, które są określone przez linie jednoczesnego przecięcia wszystkich trzech stożków.

Innym zapisem warunków dyfrakcji (mniej ogólnym) jest prawo Bragga określające warunki odbicia wiązki elektronów od wybranej rodziny płaszczyzn (hkl)

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (6)$$

Gdzie d_{hkl} jest odległością międzypłaszczyznową dla wybranej rodziny płaszczyzn (hkl), a kąt θ , zwany kątem Bragga, jest kątem padania wiązki promieniowania na płaszczyzny (hkl). Geometrię dyfrakcji zilustrowano na rys. 1



Rys.1 Geometria dyfrakcji na monokryształach (prawo Bragga). Dla większej czytelności na rysunku pokazano duże kąty Bragga (jak dla dyfrakcji prom. rtg. raczej niż elektronów).

Rysunek ten wymaga komentarza, bo złożony jest z kilku rysunków nałożonych jeden na drugi.

Fragment rysunku wokół punktu S (wskazany strzałką w kształcie rączki) obrazuje odbicie fali od zespołu płaszczyzn o wskaźnikach Millera hkl . Fala pada na nie pod kątem θ i odbija pod tym samym kątem, jeśli różnica dróg fali odbitych od dwu sąsiednich płaszczyzn równa jest wielokrotności długości fali (prawo Bragga). Jak widać, kąt pomiędzy wiązką przechodzącą, a wiązką ugiętą (grubsze strzałki) równy jest 2θ .

Trójkąt SOP możemy odnaleźć w geometrii doświadczenia dyfrakcyjnego: SO jest odległością L od kryształu do śladu wiązki nieugiętej przechodzącej przez kryształ, SP jest odległością od kryształu do śladu wiązki ugiętej na obrazie dyfrakcyjnym, natomiast OP jest odległością śladu wiązki ugiętej od śladu wiązki przechodzącej przez kryształ (jest to odległość od środka obrazu dyfrakcyjnego do „refleksu” - śladu wiązki odbitej pod kątem Bragga od płaszczyzn (hkl)).

Trójkąt SO'P' jest specyficzną geometryczną interpretacją prawa Bragga. Narysowany jest w przestrzeni, której wymiarem jest [długość]⁻¹, zwanej **przestrzenią odwrotną**, której chętnie używają fizycy ciała stałego i krystalografowie w metodach dyfrakcyjnych. Umożliwia ona zbudowanie konstrukcji geometrycznej zwanej konstrukcją Ewalda, opartej o prawo Bragga ale będącej ogólnym, wektorowym zapisem warunków dyfrakcji.

Jeśli prawo Bragga zapisać inaczej, jako

$$1/2 \ 1/d = 1/\lambda \sin\theta \quad (7)$$

to trójkąt SO'P' składa się z dwu identycznych trójkątów prostokątnych, w których przeciwprostokątną jest $1/\lambda$ - długość wektora falowego, a krótszym bokiem połowa $1/d$ - odcinek, który można traktować jako połowę wektora prostopadłego do płaszczyzn odbijających mającego długość $1/d$. Wektor taki nazywamy wektorem sieci odwrotnej, t.j. takiej sieci punktowej, której punkty wyznaczone są przez wektory normalne do wszystkich płaszczyzn sieciowych (hkl) kryształu jeśli im przypisać długość $1/d_{hkl}$. Można zatem powiedzieć, że prawo Bragga równoważne jest spełnieniu warunku wektorowego, który można zapisać jako

$$\vec{k} - \vec{k}_0 = \vec{g}_{hkl} \quad (8)$$

gdzie wektory k i k_0 są wektorami falowymi wiązki ugiętej i wiązki padającej, zaś wektor g_{hkl} jest wektorem zdefiniowanej powyżej sieci odwrotnej. Uogólnieniem tej sytuacji jest konstrukcja Ewalda: jeśli ze środka sieci odwrotnej (umieszczamy go w punkcie O') wyznaczyć punkt określony przez wektor $-k_0$ (minus k_0) i z tego punktu zakreślić w sieci odwrotnej sferę o promieniu $1/\lambda$, to warunki Bragga będą spełnione dla tych wszystkich płaszczyzn, którym odpowiadają wektory sieci odwrotnej wskazujące punkty leżące na sferze.

Dla dyfrakcji szybkich elektronów (a takimi są elektrony używane w transmisyjnym mikroskopie elektronowym) mamy sytuację szczególną: długość fali elektronów (rzędu 0.004 nm) jest znacznie mniejsza od odległości międzypłaszczyznowych w kryształach (rzędu 0.2 nm), w związku z czym kąty Bragga są bardzo małe (rzędu jednego stopnia) i punkty P i P' na Rys. 1 praktycznie biorąc pokrywają się (pamiętajmy jednak, że trójkąt SO'P' narysowany jest w „przestrzeni odwrotnej”, aby go narysować na kartce musimy jednostce nm⁻¹ przypisać określoną długość - wybrać skalę odwzorowania).

Jeśli refleks (ślad wiązki ugiętej) leży na obrazie dyfrakcyjnym w odległości r, OP na Rys. 1, (mierzonej w cm lub mm) od śladu wiązki przechodzącej (środku obrazu dyfrakcyjnego), to możemy napisać następującą proporcję (prawdziwą jedynie dla małych kątów Bragga)

$$L/r = (1/\lambda)/(1/d) = d/\lambda \quad (9)$$

a stąd

$$d = L\lambda/r \quad (10)$$

Co to oznacza? Otóż, jeśli znamy wielkość $L\lambda$ (jest to dla danego eksperymentu wielkość stała, zwana **stałą kamery**), to wystarczy zmierzyć odległość refleksu od środka obrazu dyfrakcyjnego, aby znaleźć odległość międzypłaszczyznową odpowiedzialnych za to odbicie płaszczyzn w kryształach.

2. Wskaźnikowanie obrazów dyfrakcyjnych

Wskaźnikowaniem obrazów dyfrakcyjnych nazywamy procedurę, w wyniku której możemy powiedzieć od jakich płaszczyzn pochodzą pierścienie, czy refleksy obserwowane na zdjęciu dyfrakcyjnym. W przypadku materiału polikrystalicznego (gdy na zdjęciu dyfrakcyjnym mamy pierścienie) wskaźnikowanie sprowadza się do określenia typu płaszczyzn odbijających ($\{hkl\}$ - w notacji krystalograficznej), natomiast w przypadku refleksów pochodzących od pojedynczego ziarna trzeba uwzględnić relacje geometryczne wzajemnych położenia refleksów, co prowadzi do podania jednego z wielu możliwych (krystalograficznie równoważnych) opisów wskaźnikowania zdjęcia.

Największe ograniczenia narzuca wskaźnikowanie serii zdjęć uzyskanych przy nachylaniu tego samego ziarna. Trzeba tu dodatkowo uwzględnić relacje geometryczne wynikające z nachylania. Wskaźnikowanie serii zdjęć jest zwykle krystalograficznie jednoznaczne, ale trudniejsze.

Ten przypadek nie będzie omawiany w niniejszym opracowaniu.

2.1 Określenie stałej kamery

Używa się do tego celu najczęściej zdjęć dyfrakcyjnych materiału polikrystalicznego o dostatecznie drobnym ziarnie (wiele refleksów tworzy wówczas prawie ciągłe pierścienie). Takie zdjęcie dyfrakcyjne cienkiej folii złota uzyskanej przez odparowanie złota w próżni i kondensację par na kryształach NaCl (który się następnie rozpuszcza w wodzie uwalniając warstewkę złota) przedstawiono na rys. 2.

Widoczny jest na nim układ koncentrycznych pierścieni. Każdy z tych pierścieni pochodzi od konkretnej rodziny krystalograficznie równoważnych płaszczyzn różnie zorientowanych w różnych ziarnach, z których zbudowana jest warstewka złota. Dla materiału o strukturze regularnej odległość międzypłaszczyznowa płaszczyzn (hkl) określona jest zależnością

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} = \frac{a}{\sqrt{N}} \quad (11)$$

gdzie a jest parametrem komórki elementarnej (długością boku elementarnego sześcianu, w tym przypadku), natomiast h, k, l są wskaźnikami Millera danej rodziny płaszczyzn, w związku z czym N jest dodatnią liczbą całkowitą.

Aby refleks odbicia od płaszczyzn (hkl) miał natężenie różne od zera jego **czynnik strukturalny** F_{hkl} musi być różny od zera :

$$F_{hkl} = \sum_i f_a(hkl) \cdot \exp 2\pi i (hx_i + ky_i + lz_i) \quad (12)$$

gdzie $f_a(hkl)$ jest czynnikiem atomowym rozpraszania pod kątem Bragga dla płaszczyzn (hkl). Czynniki atomowe są stabelaryzowane, silnie maleją wraz z kątem rozpraszania. Sumowanie zachodzi po wszystkich atomach przypadających na komórkę elementarną. Dla struktur układu regularnego z jednoatomową **bazą** będą to atomy umieszczone w następujących położeniach:

0 0 0	dla sieci RP
0 0 0 ; $\frac{1}{2}$ $\frac{1}{2}$ 0 ; $\frac{1}{2}$ 0 $\frac{1}{2}$; 0 $\frac{1}{2}$ $\frac{1}{2}$	dla sieci RSC
0 0 0 ; $\frac{1}{2}$ $\frac{1}{2}$ $\frac{1}{2}$	dla sieci RPC

Dla struktury diamentu (sieć RSC) z dwuatomową bazą 0 0 0 i $\frac{1}{4}$ $\frac{1}{4}$ $\frac{1}{4}$:

0 0 0 ; $\frac{1}{4}$ $\frac{1}{4}$ $\frac{1}{4}$;	$\frac{1}{2}$ $\frac{1}{2}$ 0 ; $\frac{1}{2}$ 0 $\frac{1}{2}$; 0 $\frac{1}{2}$ $\frac{1}{2}$
	$\frac{3}{4}$ $\frac{3}{4}$ $\frac{1}{4}$; $\frac{3}{4}$ $\frac{1}{4}$ $\frac{3}{4}$; $\frac{1}{4}$ $\frac{3}{4}$ $\frac{3}{4}$

Płaszczyzny mające niezerowe czynniki strukturalne dla kilku struktur regularnych zebrano w Tabeli 2:

Tabela 2

N	sieć RP	sieć RSC	sieć RPC	struktura diamentu
1	100	-	-	-
2	110	-	110	-
3	111	111	-	111
4	200	200	200	-
5	210	-	-	-
6	211	-	211	-
7	-	-	-	-
8	220	220	220	220
9	300	-	-	-
10	310	-	310	-
11	311	311	-	311
12	222	222	222	-

Jak widać, dla struktury regularnej prostej możliwe są odbicia kolejno od wszystkich płaszczyzn o malejących odległościach międzypłaszczyznowych (z wyjątkiem N=7, bo nie ma takiej trójki liczb całkowitych, dla których suma kwadratów byłaby równa 7).

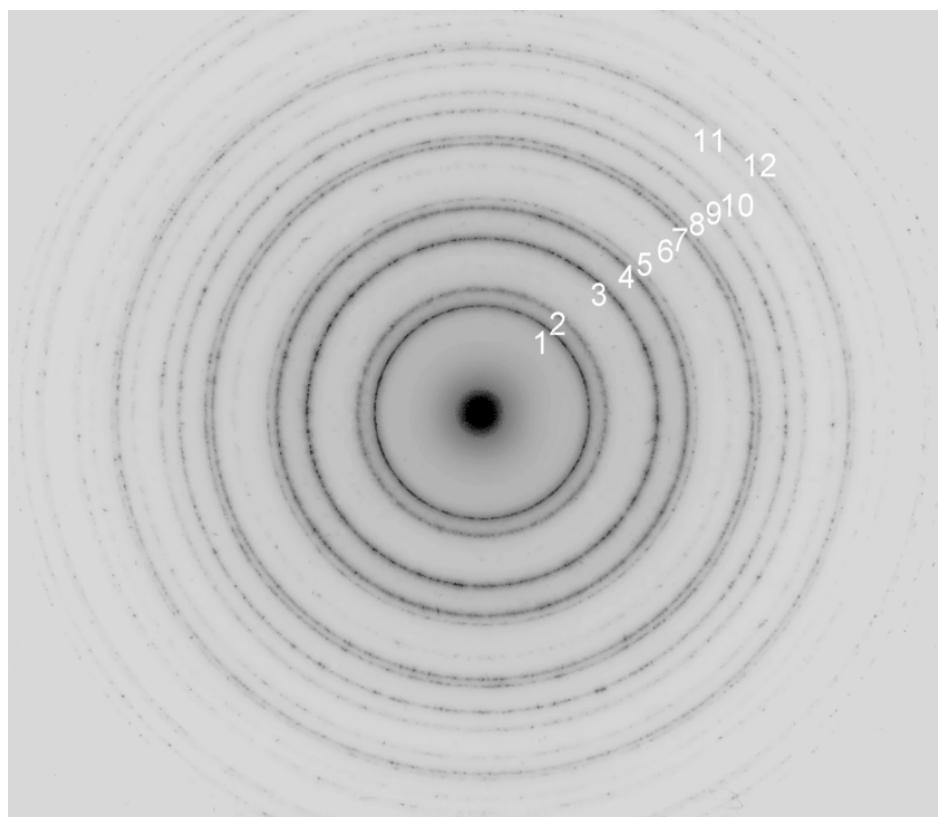
Dla struktury regularnej ściennie centrowanej możliwe są odbicia tylko od takich płaszczyzn, których wskaźniki Millera są albo trójką liczb parzystych, albo trójką liczb nieparzystych. Odbicia od płaszczyzn z mieszanymi wskaźnikami mają zerowe czynniki struktury.

Dla struktury regularnej przestrzennie centrowanej możliwe są tylko odbicia od takich płaszczyzn dla których suma wskaźników Millera jest parzysta.

Dla materiałów o strukturze diamentu (krzem, german) zbudowanej na sieci RSC dochodzą jeszcze dodatkowe wygaszenia.

Złoto ma strukturę opartą na sieci RSC, a więc możliwe są odbicia od płaszczyzn $\{111\}$, $\{200\}$, $\{220\}$ itd., kolejno, w miarę rosnących kątów Bragga.

Mierząc średnice kolejnych pierścieni $2r_i$ i mnożąc je przez odpowiadające im odległości międzypłaszczyznowe złota (stała sieci $a=0.4078$ nm) dostajemy szereg oszacowań dla stałej kamery $2(L\lambda)_i$.



Rys. 2 Obraz dyfrakcji elektronów na polikrystalicznej warstwie złota (zaznaczono na nim numery kolejno zmierzonych pierścieni).

Dla obrazu dyfrakcyjnego zamieszczonego na Rys. 2 takie postępowanie prowadzi do:

Nr pierścienia (i)	Średnica [mm]	d_{hkl} dla złota [Å]	$2(L\lambda)_i$ [mmÅ]
1	28	$d_{111} = 2.355$	65.94
2	33	$d_{200} = 2.039$	67.28
3	45.7	$d_{220} = 1.442$	65.89
4	54	$d_{311} = 1.230$	66.42
5	56	$d_{222} = 1.177$	65.91
6	65	$d_{400} = 1.020$	66.30
7	71	$d_{331} = 0.936$	66.45
8	72.5	$d_{420} = 0.912$	66.12
9	79.5	$d_{422} = 0.832$	66.14
10	84.5	$d_{333,115} = 0.785$	66.33
11	92	$d_{440} = 0.721$	66.33
12	96.5	$d_{531} = 0.689$	66.49

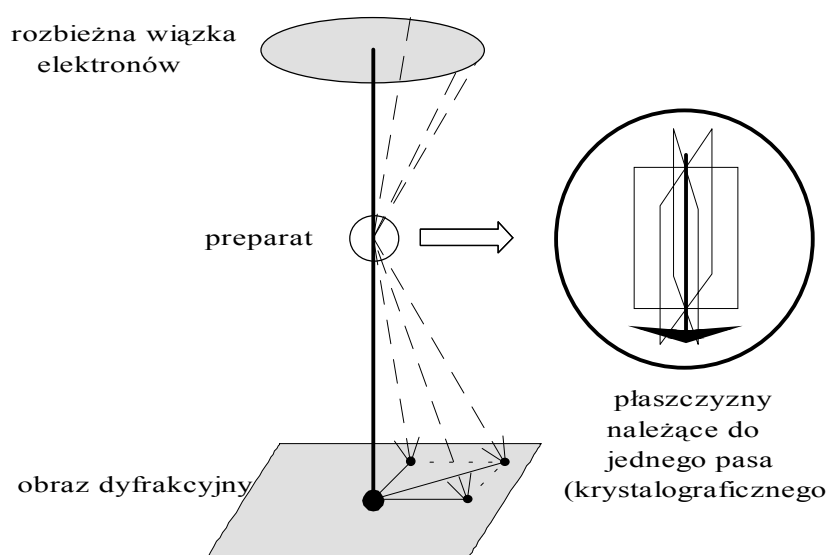
co daje średnią wartość $2(L\lambda)_i = 66.30$ mm Å z odchyleniem standardowym 0.4 mm Å.

Mając wyznaczoną w ten sposób stałą kamery $L\lambda$ (czasem posłużyć się możemy dla jej wyznaczenia zdjęciem dyfrakcyjnym uzyskanym od znanego monokryształu - takim

wzorcem jest zwykle osnowa w przypadku materiału z wydzieleniami) możemy zmierzonym w milimetrach odległościom refleksów od środka obrazu dyfrakcyjnego przyporządkować odległości międzypłaszczyznowe wyrażone w angstromach (lub nanometrach, jeśli użyjemy dziesięciokrotnie mniejszej skali kamery).

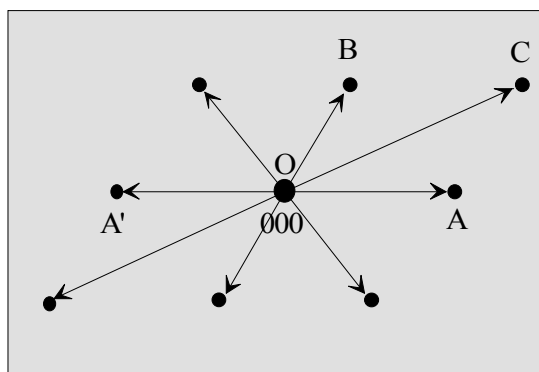
2.2 Wskaźnikowanie obrazów dyfrakcyjnych pochodzących od monokryształów (pojedynczych ziaren)

Zacznijmy od oszacowania kątów Bragga dla odbicia elektronów o długości fali 0.004 nm spotykanej w mikroskopach elektronowych o napięciu przyśpieszającym 100 kV. Dla typowej odległości międzypłaszczyznowej bliskiej $d = 0.2$ nm (płaszczyzny gęstego ułożenia w metalach) sinus kąta Bragga będzie bliski 0.01, a to oznacza, że kąt mierzony w radianach (mierze łukowej) będzie bliski 0.01 radiana, czyli ok. 0.5 stopnia! Jest to niewielki kąt. Można powiedzieć, że elektrony spełniające prawo Bragga prawie „ślizgają się” po płaszczyznach atomowych i nieznacznie tylko odchylają się od wiązki przechodzącej. Taką sytuację dla monokryształu pokazano na Rys. 3 (znacznie powiększając kąty).



Rys. 3 Refleksy punktowe na obrazie dyfrakcyjnym pochodzącym od cienkiego kryształu są wynikiem odbicia od płaszczyzn należących do jednego pasa krystalograficznego

Popatrzmy na schemat takiego obrazu dyfrakcyjnego (Rys. 4)



Rys. 4 Schemat elektronogramu pochodzącego od cienkiego kryształu

Refleks A (ślad wiązki ugiętej) można w dosyć grubym uproszczeniu traktować jako wynik „przesunięcia” śladu wiązki pierwotnej z O do punktu A. Co można powiedzieć o wektorze tego przesunięcia? Jak wynika z Rys. 3 musi on być prostopadły do pewnej płaszczyzny odbijającej ($h_1k_1l_1$) natomiast jego długość będzie zależna od skali odwzorowania – długości kamery $L\lambda$. Podobnie refleksy B i C można traktować jako wynik przesunięcia wiązki elektronów z O do punktów B i C, prostopadle do płaszczyzn ($h_2k_2l_2$) i ($h_3k_3l_3$). Wektory OA, OB i OC reprezentują zatem na obrazie dyfrakcyjnym wektory normalne do odpowiednich płaszczyzn, kąty między nimi są takie jak kąty pomiędzy odpowiednimi płaszczyznami, a ich długości są proporcjonalne do długości wektorów normalnych (które dla materiałów o strukturze regularnej mają składowe takie jak wskaźniki Millera odpowiednich płaszczyzn).

Z zależności (10) również wynika, że

$$\begin{aligned} OA = r_1 &= L\lambda/d_1 = L\lambda/a (h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)^{1/2} \\ OB = r_2 &= L\lambda/d_2 = L\lambda/a (h_2^2 + k_2^2 + l_2^2)^{1/2} \\ OC = r_3 &= L\lambda/d_3 = L\lambda/a (h_3^2 + k_3^2 + l_3^2)^{1/2} \end{aligned}$$

Czynnikiem skalującym odwzorowanie wektorów normalnych na wektory „przesunięć” jest więc czynnik $L\lambda/a$.

Pomiar odległości r_i , przy znanej skali $L\lambda$, pozwala znaleźć odległości międzypłaszczyznowe d_i , takie same odległości ma jednak wiele płaszczyzn, jak to wynika z zależności (11). Dla struktur regularnych kolejność wskaźników i ich znaki nie wpływają na wielkość d . Wybrane trzy refleksy nie pochodzą jednak od zupełnie dowolnych płaszczyzn – normalne do tych płaszczyzn leżą w jednej płaszczyźnie. Są to więc płaszczyzny należące do jednego **pasa krystalograficznego**, czyli takie, które mają wspólny kierunek przecięcia zwany **osią pasa**.

Jak znaleźć takie trzy płaszczyzny? Spośród rodzin krystalograficznie równoważnych płaszczyzn $\{h_1k_1l_1\}$, $\{h_2k_2l_2\}$, $\{h_3k_3l_3\}$ musimy wybrać trzy takie, które będą spełniać warunek sumowania wektorów

$$[h_1k_1l_1] + [h_2k_2l_2] = [h_3k_3l_3] \quad (13)$$

równoważny warunkowi wybrania trzech wektorów normalnych leżących w jednej płaszczyźnie.

Można to zrobić na wiele krystalograficznie równoważnych sposobów, co będzie odpowiadało znalezieniu wielu krystalograficznie równoważnych osi pasa. Dla wskaźnikowania pojedynczego zdjęcia nie ma znaczenia, którą z nich wybierzemy.

Jak można wywskaźnikować zdjęcie dyfrakcyjne znanego kryształu jeśli nie znamy stałej $L\lambda$?

Można w tym celu posłużyć się tablicą stosunków odległości międzypłaszczyznowych. Dla struktur o niższej symetrii trzeba taką tablicę zrobić indywidualnie, dla struktur regularnych takie tablice są uniwersalne (są to po prostu odpowiednio zestawione tablice stosunków pierwiastków z liczb całkowitych – wzór (11)). Początkowe fragmenty takich tablic dla struktur opartych na sieciach RSC i RPC podano w Tabelach 3 i 4. Wystarczają one dla większości przypadków.

Następnie na zdjęciu dyfrakcyjnym identyfikujemy trzy refleksy wyznaczające komórkę charakterystyczną dla sieci refleksów. Mierzymy ich odległości od środka: r_1 , r_2 , r_3 .

Obliczamy stosunki r_2/r_1 i r_3/r_1 odnosząc je do najkrótszego z wektorów, a potem próbujemy w **jednej z kolumn** odpowiedniej tablicy znaleźć zbliżone do nich liczby. Pozwala nam to zidentyfikować trzy rodziny płaszczyzn: jedną bierzemy z nagłówka kolumny, dwie pozostałe z odpowiednich wierszy w pierwszej kolumnie. Należy przy tym starać się znaleźć rozsądne dopasowanie poczynając od drugiej kolumny. Zmniejszanie błędów dopasowania poprzez poszukiwania w dalszych kolumnach prowadzi zwykle do błędnej identyfikacji, nie można wówczas spełnić warunku sumowania wektorów normalnych dla trzech wybranych, konkretnych płaszczyzn, albo jeśli taki warunek udaje się spełnić, to kąty pomiędzy wektorami r_i zmierzone na zdjęciu nie odpowiadają kątom pomiędzy wybranymi płaszczyznami.

Tabela 3 Stosunki odległości międzypłaszczyznowych dla sieci **RSC**

	111	200	220	311	331	420
111	1					
200	1.15	1				
220	1.63	1.41	1			
311	1.92	1.66	1.17	1		
222	2.00	1.73	1.22	1.04		
400	2.31	2.00	1.42	1.21		
331	2.52	2.18	1.54	1.31	1	
420	2.58	2.23	1.58	1.35	1.03	1
422	2.85	2.45	1.73	1.48	1.12	1.09
511	3.00	2.60	1.84	1.57	1.19	1.16
440	3.27	2.83	2.00	1.74	1.30	1.22
531	3.42	2.96	2.09	1.78	1.36	1.32
442	3.46	3.00	2.12	1.81	1.38	1.34
620	3.66	3.16	2.24	1.91	1.45	1.42
533	3.79	3.28	2.32	1.98	1.50	1.47
622	3.82	3.32	2.34	2.00	1.52	1.48
444	4.00	3.47	2.45	2.09	1.59	1.55

Tabela 4 Stosunki odległości międzypłaszczyznowych dla sieci **RPC**

	110	200	211	310	222	321
110	1					
200	1.41	1				
211	1.73	1.22	1			
220	2.00	1.41	1.15			
310	2.23	1.58	1.20	1		
222	2.45	1.73	1.41	1.09	1	
321	2.64	1.87	1.53	1.18	1.08	1
400	2.83	2.00	1.63	1.26	1.15	1.07
411,330	3.00	2.12	1.73	1.34	1.22	1.13
420	3.16	2.23	1.82	1.41	1.29	1.19
332	3.31	2.34	1.91	1.48	1.35	1.25
422	3.46	2.45	2.00	1.55	1.41	1.31
510,431	3.60	2.55	2.08	1.61	1.47	1.36
521	3.87	2.74	2.23	1.73	1.58	1.46
440	4.00	2.83	2.31	1.70	1.63	1.51
530,433	4.12	2.91	2.38	1.84	1.68	1.56
600,442	4.14	3.00	2.45	1.89	1.73	1.60

Ostatecznym sprawdzianem prawidłowego wyboru płaszczyzn spełniających warunek sumowania wektorowego jest obliczenie kąta pomiędzy dwiema wybranymi płaszczyznami i porównanie go z kątem pomiędzy odpowiednimi wektorami na zdjęciu dyfrakcyjnym.

Kąt pomiędzy płaszczyznami $(h_1k_1l_1)$ i $(h_2k_2l_2)$ w kryształach o strukturze regularnej znajdujemy z zależności

$$\cos\theta = \frac{h_1 \cdot h_2 + k_1 \cdot k_2 + l_1 \cdot l_2}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2} \cdot \sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}} \quad (14)$$

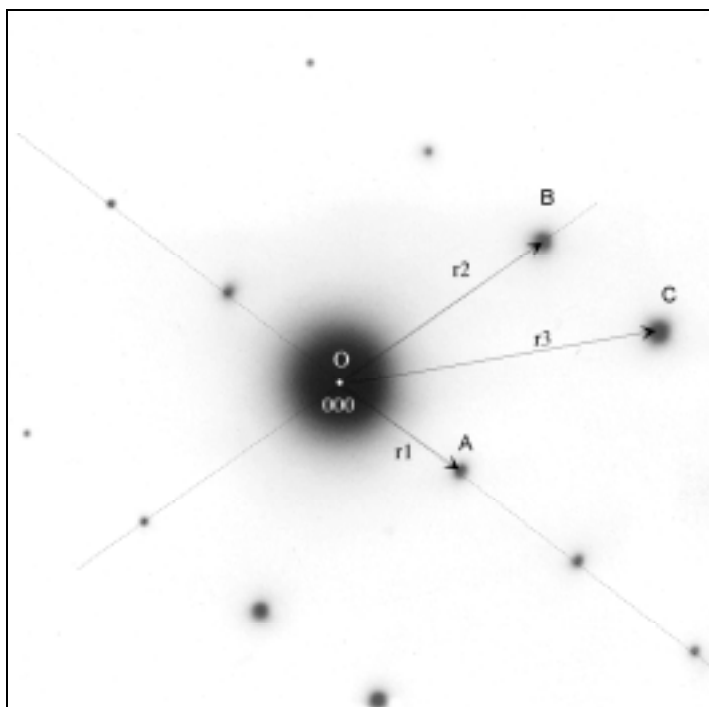
2.3 Wskaźnikowanie obrazów dyfrakcyjnych pochodzących od polikryształów

Postępowanie jest podobne jak w przypadku 2.2, z tą różnicą, że kończy się identyfikacją rodziny krystalograficznie równoważnych płaszczyzn mających tę samą odległość międzypłaszczyznową, wszystkie one bowiem dają refleksy leżące na tym samym pierścieniu. Posługiwać się możemy stałą $L\lambda$, jeśli ją znamy, albo tablicami stosunków odległości d .

2. Przykłady wskaźnikowania zdjęć dyfrakcyjnych

3.1 Obraz dyfrakcyjny ziarna aluminium (Rys.5)

Na obrazie dyfrakcyjnym wybieramy w sieci refleksów charakterystyczną dla nich komórkę (zwykle mającą ostry kąt pomiędzy wektorami r_1 i r_2). Mierzymy długości wektorów r_1 , r_2 , r_3 (środek obrazu dyfrakcyjnego znajdujemy korzystając z dwu przecinających się szeregów refleksów). Dla negatywu przedstawionego na Rys. 5 dostajemy następujące wartości:



Rys. 5 Negatyw obrazu dyfrakcyjnego pojedynczego ziarna aluminium

$$\begin{aligned} OA &= 97 \text{ mm} / 5 = 19.4 \text{ mm} \\ OB &= 64.5 \text{ mm} / 2 = 32.2 \text{ mm} \\ OC &= 84 \text{ mm} / 2 = 42 \text{ mm} \end{aligned}$$

Jeśli znamy przybliżoną wielkość stałej kamery $L\lambda$, to możemy skorzystać z zależności (10) dla obliczenia odległości międzypłaszczyznowych dla płaszczyzn, od których odbicia dają refleksy A, B i C.

Dla $L\lambda = 39 \text{ mm}$ ł dostajemy: dla OA - $39/19.4 = 2.01$ ł, co jest bliskie $d_{200} = 2.025$ ł dla Al, dla OB - $39/32.2 = 1.21$ ł, co jest bliskie $d_{311} = 1.221$ ł dla Al i dla OC - $39/42 = 0.93$ ł, co jest bliskie $d_{331} = 0.929$ ł dla Al.

Możemy więc powiedzieć, że refleks A pochodzi od płaszczyzn typu $\{200\}$, refleks B od płaszczyzn typu $\{311\}$, a refleks C od płaszczyzn typu $\{331\}$. Poszukując trzech płaszczyzn należących do jednej osi pasa możemy wybrać jedną z możliwości w rodzaju:

$$\begin{aligned} [2\ 0\ 0] + [1\ 3\ 1] &= [3\ 3\ 1] \\ [0\ 0\ 2] + [1\ 3\ 1] &= [1\ 3\ 3] \\ [0\ 2\ 0] + [-1\ 1\ 3] &= [-1\ 3\ 3] \end{aligned}$$

.....

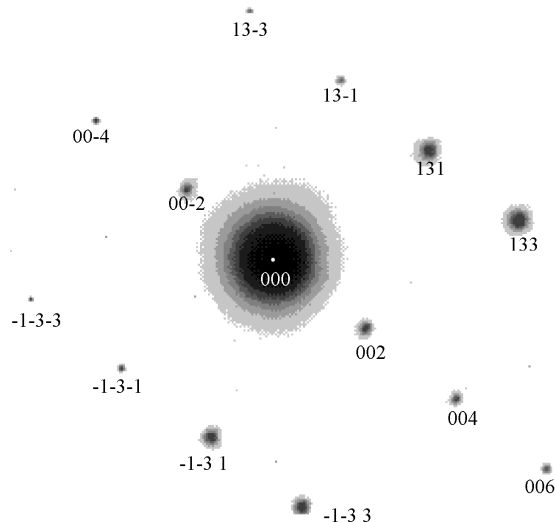
Dla drugiej z nich obliczamy kąt pomiędzy wektorami $[0\ 0\ 2]$ i $[1\ 3\ 1]$. Wynosi on 72.45° , a kąt zmierzony na zdjęciu pomiędzy OA i OB bliski jest 72 stopniom, co można uznać za wystarczająco dobrą zgodność.

Kierunek osi pasa znajdujemy obliczając iloczyn wektorowy dwu spośród wybranych trzech wektorów.

$$[0\ 0\ 2] \times [1\ 3\ 1] = [-6\ 2\ 0] \quad (\text{kierunek równoległy do } [-3\ 1\ 0])$$

Wskaźnikowanie pozostałych refleksów uzyskujemy wykorzystując wektorową arytmetykę: refleks znajdujący się na tej samej linii, co A, ale w dwukrotnie większej odległości od środka będzie miał wskaźniki $[0\ 0\ 4]$; refleks położony symetrycznie do A, ale znajdujący się z drugiej strony względem środka obrazu dyfrakcyjnego będzie miał wskaźniki $[0\ 0\ -2]$ i tak dalej, z wykorzystaniem wektorowego dodawania.

W rezultacie takiego postępowania znajdujemy wskaźniki płaszczyzn odbijających dla wszystkich refleksów zdjęcia dyfrakcyjnego z Rys. 5:



Rys.6 Wszystkie płaszczyzny odbijające należą do jednego pasa $[-3 \ 1 \ 0]$

Gdybyśmy nie znali stałej kamery, to po zmierzeniu odcinków OA, OB i OC obliczylibyśmy stosunki $OB/OA = 1.66$ i $OC/OA=2.16$. Poszukując podobnych liczb w Tabeli 3 znaleźlibyśmy je w trzeciej kolumnie (pod 200) jako 1.66 i 2.18, co pozwoliłoby nam zidentyfikować refleksy jako pochodzące od płaszczyzn $\{200\}$, $\{311\}$ i $\{331\}$. Dalsze postępowanie byłoby takie samo jak wyżej i polegało na znalezieniu trzech płaszczyzn należących do jednej osi pasa.

3.2 Obraz dyfrakcyjny polikrystalicznej warstewki złota

Przykład został omówiony w punkcie 2.1. Gdyby posłużyć się zmierzonymi tam średnicami pierścieni, to dla stosunków wielkości średnic odniesionymi do pierwszego pierścienia otrzymalibyśmy następujący szereg liczb:

r_i/r_1	d_{111}/d_i z Tabeli 3
1.18	1.15
1.63	1.63
1.93	1.92
2.00	2.00
2.32	2.31
2.54	2.52
2.59	2.58
2.84	2.85
3.02	3.00
3.29	3.27
3.45	3.46

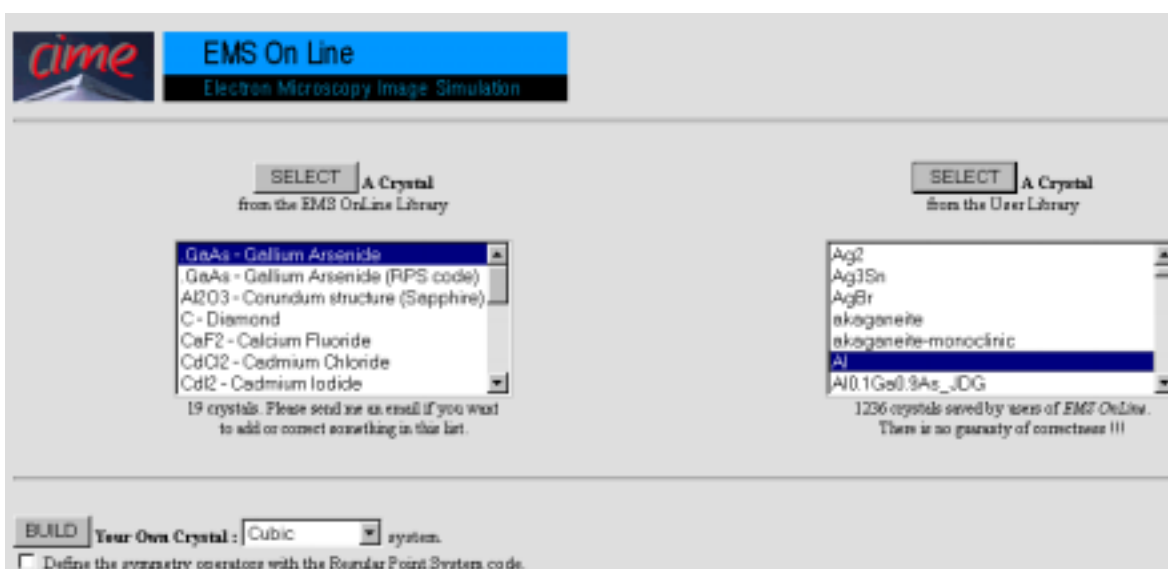
Na podstawie tego szeregu liczb możemy wnosić, że badany preparat ma strukturę opartą na sieci RSC i możemy określić wskaźniki płaszczyzn dających refleksy leżące na kolejnych pierścieniach.

2. Wykorzystanie komputera do wskaźnikowania

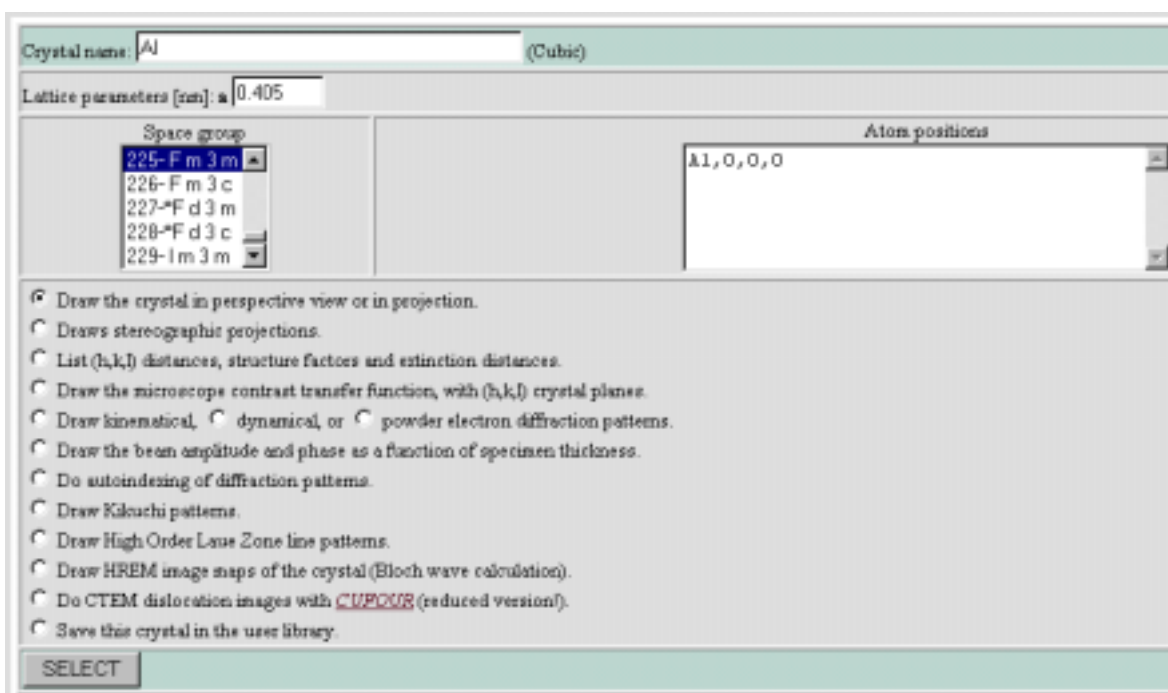
Jak widać z powyższych rozważań wskaźnikowanie elektronogramów jest wdzicznym zadaniem dla komputera – trzeba w nim porównywać dane otrzymane z pomiarów z jakimiś zbiorami danych, a komputer robi to znacznie szybciej niż człowiek.

Opracowano wiele programów do wskaźnikowania. Jako przykład można się tu posłużyć programem P. Stadelmana udostępnionym przez niego w Internecie na serwerze Międzywydziałowego Centrum Mikroskopii Elektronowej Politechniki w Lozannie (<http://cimewww.epfl.ch/>).

Pierwszym krokiem postępowania jest określenie materiału próbki, co pozwala wprowadzić do programu dane dotyczące komórki elementarnej kryształu i jego struktury.



Gdy wybraliśmy aluminium, to możemy przejść do następnego kroku (jeśli badanego przez nas materiału nie ma na liście, to trzeba jego dane strukturalne do programu wprowadzić).



Następnie musimy wybrać z listy funkcji oferowanych przez program „Do autoindexing of diffraction pattern” – funkcję, którą chcemy użyć:

1 - Crystal name: *Al* - Crystal system: *Cubic*.

SELECT additional crystals after choosing the acceleration voltage (kV): 300

Camera length (mm): 2000 +/- 100

Precision in the diffraction measurement (%): distance: 5, angle: 2.5

Autoindex with two spots (with increasing distances):
 distances of spot (mm) 1: 19.4, 2: 32.2, angle (deg): 72

Autoindex with three spots (with increasing distances):
 distances of spot (mm) 1: , 2: , 3:
 angles between them (deg): <12>: , <13>: , <23>:

Draw the diffraction patterns.

DISPLAY

Do tej tabelki musimy wstawić dane odnoszące się do naszego zdjęcia dyfrakcyjnego, a także określić margines błędu tych danych. Dane wzięto z przykładu omawianego w punkcie 3.1. Określenie zbyt małego marginesu błędów może sprawić, że komputer nie znajdzie żadnego rozwiązania. Podanie zbyt dużego marginesu błędów powoduje znalezienie przez komputer wielu prawdopodobnych rozwiązań i trzeba potem jedno z nich wybrać kierując się najlepszą zgodnością z danymi doświadczalnymi.

Dla podanych wartości r_1 i r_2 uzyskano tylko jedno rozwiązanie

Indexing of spots pattern using file : Al with 377 (h,k,l) sets

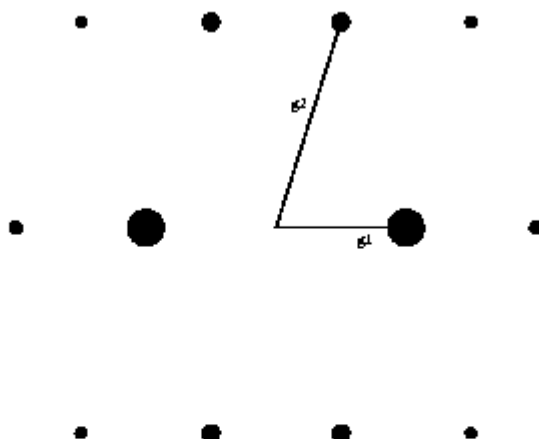
```
*****
solution : 1
=====
accelerating voltage [kv] 300.
expected camera length [mm] 1900. <= c1 <= 2100.

+++++
+ selected solution [ 1, 0, 3] +
+++++

Zone [ 1, 0, 3]
Camera length [mm] : 1996

g1 ( 0, 2, 0) 7.8808 [v]
g1 ( 0, 2, 0) 19.4000 meas. 19.4056 comp. [mm]
g2 (-3, 1, 1) 3.7717 [v]
g2 (-3, 1, 1) 32.2000 meas. 32.1806 comp. [mm]
Angle 12 72.0000 [deg] meas., 72.4516 [deg] comp.
```


i odpowiadający mu wydruk schematu obrazu dyfrakcyjnego



$$g_1 : (0, 2, 0) / g_2 : (-3, 1, 1) / \text{zone axis} : [1, 0, 3]$$

Komputer wybrał tu dwa możliwe wektory sieci refleksów $[0\ 2\ 0]$ i $[-3\ 1\ 1]$ i określił oś pasa jako $[1\ 0\ 3]$. Jest to jeden z wielu krystalograficznie równoważnych opisów wskaźnikowania zdjęcia dyfrakcyjnego omawianego w punkcie 3.1.

Pewnego komentarza wymaga wielkość stałej kamery. Zwykle korzystamy z wielkości $L\lambda$ i wtedy nie musimy wiedzieć jaka była długość fali elektronów (napięcie przyspieszające). W programie Stadelmanna te wielkości są rozdzielone i wartość L jest pewną „sztuczną” odległością odpowiadającą prostemu eksperymentowi dyfrakcyjnemu, w którym wiązka elektronów przechodząca przez preparat tworzyłaby na kliszy fotograficznej obraz dyfrakcyjny bez udziału mikroskopu elektronowego (bez powiększenia tego obrazu).