

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего образования
«Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет
им. Н.И. Лобачевского»

Рассеяние ускоренных электронов на атомной структуре

Практикум

Рекомендован методической комиссией физического факультета
для студентов ННГУ, обучающихся по направлениям подготовки
28.03.01 «Нанотехнологии и микросистемная техника» и
11.03.04 «Электроника и микроэлектроника»

Нижегород
2020

УДК 539.2(076)
ББК В379я73-4 + В371.21я73-4
Р 24

Рассеяние ускоренных электронов на атомной структуре : практикум /сост.:
А.А. Сушков, Д.А. Павлов - Н. Новгород : Изд-во ННГУ, 2020. – 56 с.

Составители: аспирант А.А. Сушков;
зав. каф. ФПЭН, д. ф.-м. н., проф. Д.А. Павлов.

Рецензент: зав. каф. ТФ, д. ф.-м. н., доц. В.А. Бурдов.

Пособие посвящено основам теории дифракции ускоренных электронов на кристаллах и ее применению для изучения структуры твердых тел. Данная лабораторная работа предназначена для студентов физического факультета ННГУ и является частью лабораторного практикума по курсу «Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия».

Ответственный за выпуск:
председатель методической комиссии физического факультета ННГУ,
к. ф.-м. н., доцент Перов А.А.

© А.А. Сушков, Д.А. Павлов, 2020
© Нижегородский государственный
университет им. Н.И. Лобачевского, 2020

Содержание

Основные особенности дифракции электронов.....	4
Понятие обратной решетки.....	5
Дифракция электронов на идеальном кристалле.....	6
Индексы интерференции	8
Формирование изображения атомного разрешения и дифракционной картины	9
Вывод основной формулы электронографии.....	11
Типы электронограмм.....	12
Точечные электронограммы.	14
Образование точечных электронограмм	14
Индексирование точечных электронограмм	15
Электронограммы от поликристалла	18
Электронограммы с Кикучи-линиями	21
Программная обработка изображений атомного разрешения и дифракционной картины	23
Контрольные вопросы	27
Задания к лабораторной работе	28
Требования к отчету.....	33
Литература	34
Приложения	35
Приложение 1. Эталонные электронограммы для кубического кристалла	35
Приложение 2. Расчет межплоскостного расстояния	36
Приложение 3. Фурье-преобразование и индексирование электронограммы.....	44

Основным проявлением волновых свойств электронов является их дифракция. Дифракционной решеткой для электронов, так же, как и для рентгеновских лучей, может служить кристалл. При этом оказывается, что кинематическая теория рассеяния рентгеновских лучей на кристаллах применима и для электронов с поправками на природу взаимодействия и более короткую длину волны.

Основные особенности дифракции электронов

1. Электроны рассеиваются электростатическим потенциалом кристаллической решетки, в то время как рентгеновские лучи рассеиваются электронами атомов.

2. Электроны сильнее взаимодействуют с веществом, чем рентгеновские лучи. За силу взаимодействия можно принять отношение интенсивности когерентно рассеянного луча к интенсивности начального. Это отношение зависит от квадрата атомной амплитуды. Атомные амплитуды составляют 10^{-11} см и 10^{-8} см соответственно для рентгеновских и электронных волн, таким образом, отношение для электронов будет на шесть порядков больше, чем для рентгеновских волн. Именно большая сила взаимодействия позволяет наблюдать электронную дифракцию на флюоресцирующем экране, экспозиции в электронографии составляют несколько секунд. Эта особенность обуславливает и более высокую чувствительность электронографии по сравнению с рентгенографией: малые порции вещества можно зарегистрировать с помощью электронографического метода. Однако это накладывает определенные ограничения на толщину образца: она должна быть не более 10^{-5} см (100 нм).

3. Малая длина волны электронов. Согласно гипотезе де-Бройля, длина волны электронов:

$$\lambda = \frac{h}{m \cdot v},$$

$h = 6.626 \cdot 10^{-27}$ эрг · сек – постоянная Планка,

$m = 9.109 \cdot 10^{-28}$ г – масса электрона,

v – скорость электрона, которая зависит от величины ускоряющего потенциала U .

При величине ускоряющего потенциала до 100 кВ можно не учитывать зависимость массы от скорости электрона, при потенциале выше 100 кВ пренебрежение этой зависимостью вносит значительную ошибку, поэтому необходимо вводить релятивистскую поправку. С ее учетом длина волны запишется:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_0 \cdot U \cdot e \cdot \left(1 + \frac{U \cdot e}{2m_0 \cdot c^2}\right)}},$$

$e = 4.803 \cdot 10^{-10}$ аб. ед. CGSE – заряд электрона,

$m_0 = 9.109 \cdot 10^{-28}$ г – масса покоя электрона.

Более простая формула получается, если пренебречь релятивистской поправкой и вместо h , m , e – подставить их значения:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m \cdot U \cdot e}} = \frac{12.25}{\sqrt{U}} \text{ \AA}, U - \text{ в вольтах.}$$

В таблице 1 приведены значения длин волн электронов для наиболее часто применяемых значений ускоряющего потенциала. Видно, что длина волны электронов на два порядка меньше длины волны рентгеновских лучей.

Таблица 1. Длины волн электронов для наиболее часто применяемых значений ускоряющего потенциала.

U (кВ)	50	80	100	150	200
λ (Å)	0.0536	0.0418	0.0370	0.0316	0.0276

Понятие обратной решетки

Важную роль в теории дифракции на кристалле как рентгеновских, так и электронных волн играет понятие обратной решетки.

В курсе «Кристаллография» понятие обратной решетки формализовано и вводится через векторы элементарных трансляций \mathbf{a} , \mathbf{b} , \mathbf{c} прямой решетки [1].

$$\mathbf{a}^* = \frac{[\mathbf{bc}]}{V}, \mathbf{b}^* = \frac{[\mathbf{ac}]}{V}, \mathbf{c}^* = \frac{[\mathbf{ab}]}{V},$$

где $V = (\mathbf{a}[\mathbf{bc}])$ – объем параллелепипеда, построенного на этих трансляциях.

Построив на векторах \mathbf{a}^* , \mathbf{b}^* , \mathbf{c}^* с общим началом координат (000) множество векторов вида:

$$\mathbf{H}_{hkl} = h \cdot \mathbf{a}^* + k \cdot \mathbf{b}^* + l \cdot \mathbf{c}^*,$$

где h , k , l – целые числа, получим решетку, которую называют **обратной решеткой**, \mathbf{H}_{hkl} – вектор обратной решетки, hkl – узлы обратной решетки, (000) – начальный узел обратной решетки.

Между прямой и обратной решетками можно установить следующие соответствия:

1. $(\mathbf{aa}^*) = (\mathbf{bb}^*) = (\mathbf{cc}^*) = 1.$

2. Произведения типа $(\mathbf{a}^* \mathbf{b}) = (\mathbf{a}^* \mathbf{c}) = (\mathbf{a} \mathbf{b}^*) = (\mathbf{a} \mathbf{c}^*) = (\mathbf{b} \mathbf{c}^*) = (\mathbf{b}^* \mathbf{c}) = 0$. Это означает, что разноименные векторы прямой и обратной решетки взаимно перпендикулярны.

3. Объем элементарной ячейки равен смешанному произведению осевых векторов: $V = (\mathbf{a}[\mathbf{b}\mathbf{c}])$, учитывая положение 1, получим:

$$\mathbf{a}^* = \frac{[\mathbf{b}\mathbf{c}]}{V}, \mathbf{b}^* = \frac{[\mathbf{c}\mathbf{a}]}{V}, \mathbf{c}^* = \frac{[\mathbf{a}\mathbf{b}]}{V}, \mathbf{a} = \frac{[\mathbf{b}^* \mathbf{c}^*]}{V^*}, \mathbf{b} = \frac{[\mathbf{c}^* \mathbf{a}^*]}{V^*}, \mathbf{c} = \frac{[\mathbf{a}^* \mathbf{b}^*]}{V^*}.$$

4. Вектор обратной решетки \mathbf{H}_{hkl} перпендикулярен к плоскости (hkl) прямой решетки и по своей абсолютной величине обратно пропорционален межплоскостному расстоянию d_{hkl} : $|\mathbf{H}_{hkl}| = \frac{1}{d_{hkl}}$.

Дифракция электронов на идеальном кристалле

Как было отмечено ранее, электронное излучение взаимодействует, главным образом, с электростатическими потенциальными полями, создаваемыми ядрами исследуемого вещества. Тем самым ядро атома в любом веществе будет являться центром рассеяния электронного излучения. При этом, если электронное излучение рассеивается от неперiodического объекта, например, отдельного атома или молекулы, то рассеяние с той или иной интенсивностью возможно в любом направлении. Иначе дело обстоит с рассеянием от кристаллов. Пусть на кристалл, который можно представить состоящим из семейства параллельных атомных плоскостей, находящихся на одинаковом межплоскостном расстоянии d , под углом θ падает параллельный монохроматический электронный пучок с длиной волны λ (рис. 1). Отраженные от атомных плоскостей под тем же углом θ , параллельные лучи I и II интерферируют, то есть усиливают или ослабляют друг друга в зависимости от разности хода между ними. Если разность хода $\Delta = (AB + BC) - AD$ равна целому числу n длин волн λ , то наблюдается интерференционный максимум.

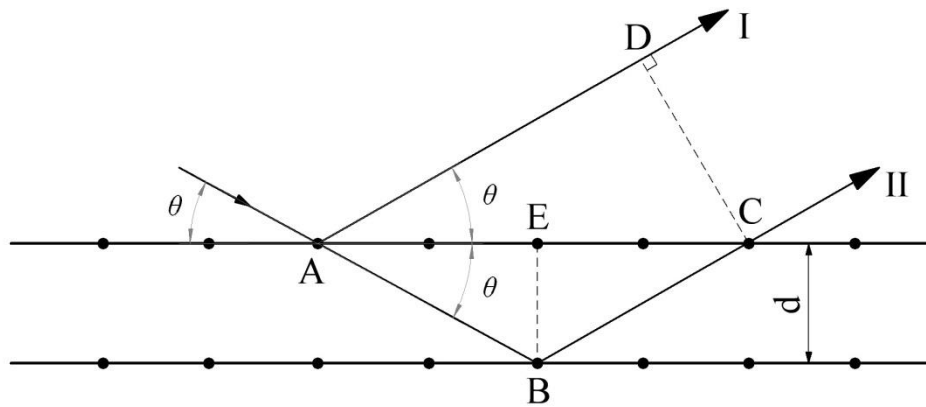


Рис. 1. Иллюстрация к формуле Вульфа-Брэгга.

Это имеет место, когда выполняется **условие Вульфа-Брэгга**:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta.$$

При этом возможны лишь некоторые определённые направления интерференционных лучей, которые определяются соотношением:

$$\vec{H} = \frac{\vec{S} - \vec{S}_0}{\lambda},$$

где \vec{S}_0 и \vec{S} – направляющие косинусы падающего и отраженного лучей соответственно. Это соотношение называют **интерференционным уравнением трехмерной решетки**. Используя интерференционное уравнение, можно путем геометрического построения обратной решетки и сферы Эвальда определять направление интерференционных лучей и индексы семейств плоскостей, которые находятся в отражающем положении. Подробный вывод представлен в [2, стр. 59].

В электронографии, учитывая, что длина волны электрона на два порядка меньше длин волн рентгеновских лучей, радиус сферы отражения велик и с достаточной степенью точности участок сферы отражения, соответствующий малому интервалу углов Вульфа-Брэгга, можно считать плоским. Таким образом, **электронограмма является плоским сечением сферой Эвальда обратной решетки**. Это определение применимо для всех типов электронограмм и существенно упрощает рассмотрение их геометрии.

Кроме этого не все узлы обратной решетки связаны с брэгговским отражением. Для некоторых узлов (в зависимости от симметрии кристалла) так называемый **структурный фактор** равен нулю и, следовательно, брэгговское отражение не происходит. Структурный фактор равен квадрату **структурной амплитуды** F_{hkl} . Выражение для структурной амплитуды имеет вид:

$$F_{hkl} = \sum_{j=1}^N f_j \cdot \exp[2 \cdot \pi \cdot i \cdot (h \cdot x_j + k \cdot y_j + l \cdot z_j)],$$

где x_j, y_j, z_j – координаты j -го базисного атома в ячейке, f_j – атомный рассеивающий фактор j -го атома, N – число базисных атомов.

На структурной амплитуде чрезвычайно сильно сказываются кристаллографические особенности кристаллической структуры: ее элементы симметрии, тип решетки, пространственная группа симметрии.

Рассчитывая структурную амплитуду разных типов решеток, можно для них определять интегральный закон погасания. Для структуры с объемно-центрированной решеткой интегральный закон погасания, следующий: все отражения hkl с нечетной суммой индексов гаснут. А в гранецентрированных решетках гаснут все отражения hkl со смешанными индексами. Вывод этих законов представлен в [2, стр. 64]. Формулы F_{hkl} и правила погасания для каждой пространственной федоровской группы симметрии приведены в известных таблицах Лонсдейл [Lonsdale K. Simplified structure Factor tables for 230 Space Groups of Mathematical Crystallography. London, 1936].

Индексы интерференции

В формуле Вульфа–Брэгга число n , называемое порядком отражения, показывает, какое число длин волн составляет разность хода падающих и отраженных лучей.

Преобразуем уравнение Вульфа–Брэгга $n \cdot \lambda = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin \theta$ и, разделив его обе части на n , получим:

$$\lambda = 2 \cdot \left(d_{hkl} / n \right) \cdot \sin \theta.$$

В этой формуле множитель d_{hkl} / n можно рассматривать, как межплоскостное расстояние новой системы (HKL) плоскостей. Эти плоскости реально могут и не существовать, но они должны удовлетворять условию:

$$d_{hkl} / n = d_{HKL},$$

где H, K, L – индексы фиктивной плоскости.

Индексы плоскости, как известно, обратно пропорциональны отрезкам, отсекаемым на осях координат и, следовательно, обратно пропорциональны межплоскостному расстоянию. Используя коэффициент пропорциональности p , запишем:

$$h = \frac{1}{p \cdot d_{hkl}},$$

$$H = \frac{1}{p \cdot d_{HKL}} = \frac{n}{p \cdot d_{hkl}} = n \cdot h,$$

аналогично $K = nk$, $L = nl$.

Индексы H , K , L новой системы плоскостей называются индексами интерференции. Для системы (HKL) уравнение Вульфа–Брэгга запишем как:

$$\lambda = 2 \cdot d_{HKL} \cdot \sin \theta.$$

В последнем виде формула очень часто используется при индентификации электронограмм. Индексы интерференции используются при обозначении рефлексов на электронограммах.

Пользуясь соотношением $\lambda = 2 \cdot d_{HKL} \cdot \sin \theta$, всегда следует помнить, что межплоскостное расстояние в этой формуле может отвечать некоторой фиктивной плоскости (HKL) , индексы которой (индексы интерференции) всегда имеют общий множитель n . Реально же отражение происходит от плоскостей с индексами в n раз меньше и при разности хода в n раз больше.

Например, пусть разность хода между плоскостями (001) с межплоскостным расстоянием d_{001} равна $4 \cdot \lambda$. Тогда $2 \cdot d_{001} \cdot \sin \theta = 4 \cdot \lambda$ или $(2 \cdot d_{001}/4) \cdot \sin \theta = \lambda$. Заменяя индексы реальных плоскостей (001) индексами интерференции, получим $2 \cdot d_{004} \cdot \sin \theta = \lambda$. Таким образом, отражение от плоскости (001) с разностью хода, равной $4 \cdot \lambda$, можно рассматривать условно как отражение от плоскости с индексами (004) и разностью хода λ . Индексы содержат общий множитель, равный 4.

Формирование изображения атомного разрешения и дифракционной картины

Кристаллы с учетом дискретного атомного строения – это вещества, в которых составляющие их частицы (атомы, молекулы) расположены строго периодически, образуя геометрически закономерную кристаллическую структуру. Структура кристалла – это физическая реальность. Когда говорят о структуре кристалла, то имеют в виду конкретное расположение частиц (например, центров масс атомов) в кристаллическом пространстве.

Процесс формирования изображения от структуры кристалла в просвечивающем электронном микроскопе подобен получению изображения объекта с периодическим строением в оптическом микроскопе и хорошо описывается теорией Аббе. В данном разделе кратко описан процесс формирования изображения, в том числе и дифракционной картины в просвечивающем электронном микроскопе (рис. 2). Почти параллельный падающий пучок электронов рассеивается образцом. В кристаллическом материале эти рассеянные электроны формируют один или более брэгговских дифрагированных пучков, образующих с падающим пучком малые углы (1 или 2 градуса). Объективная линза в своей задней фокальной

плоскости фокусирует эти пучки в виде электронной дифракционной картины. Стоит отметить, что **распределение интенсивности в фокальной плоскости линзы представляет собой с точностью до множителя пространственное Фурье-преобразование поля**, падающего на линзу. Полученные дифракционные максимумы в фокальной плоскости линзы можно рассматривать как систему когерентных источников излучения (вторичных источников). Далее волны от вторичных источников начинают перекрываться, возникает интерференция, в результате которой на определенном расстоянии от плоскости источников (от фокальной плоскости линзы) образуется первое промежуточное изображение (при определенных условиях оно представляет собой картину атомного разрешения образца). Если в просвечивающем электронном микроскопе промежуточная и проекционная система линз сфокусированы на плоскость изображения объективной линзы, то на экране просвечивающего электронного микроскопа мы видим увеличенное первое промежуточное изображение, а если на заднюю фокальную плоскость объективной линзы, то – дифракционную картину. Более детальное описание механизма формирования контраста на изображении, полученном в просвечивающем электронном микроскопе представлено в [3].

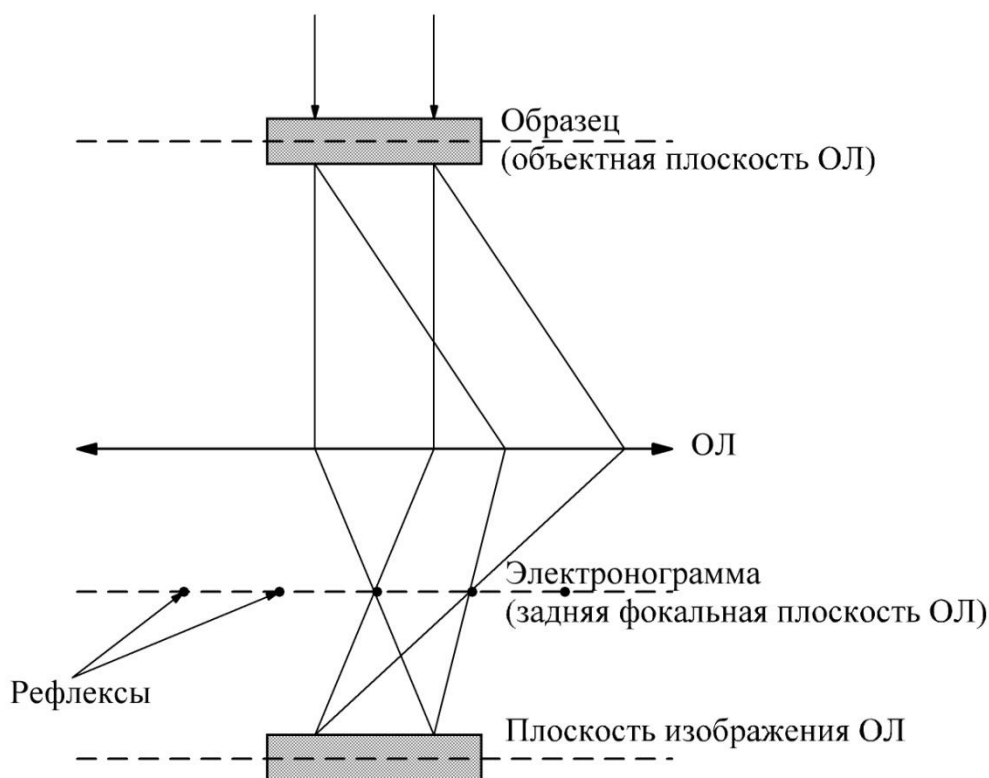


Рис. 2. Механизм формирования изображения в просвечивающем электронном микроскопе (ОЛ – объективная линза).

Вывод основной формулы электронографии

На рисунке 3 представлена схема получения дифракционной картины в приборе (электронографе или просвечивающем электронном микроскопе, когда он работает в режиме электронографа).

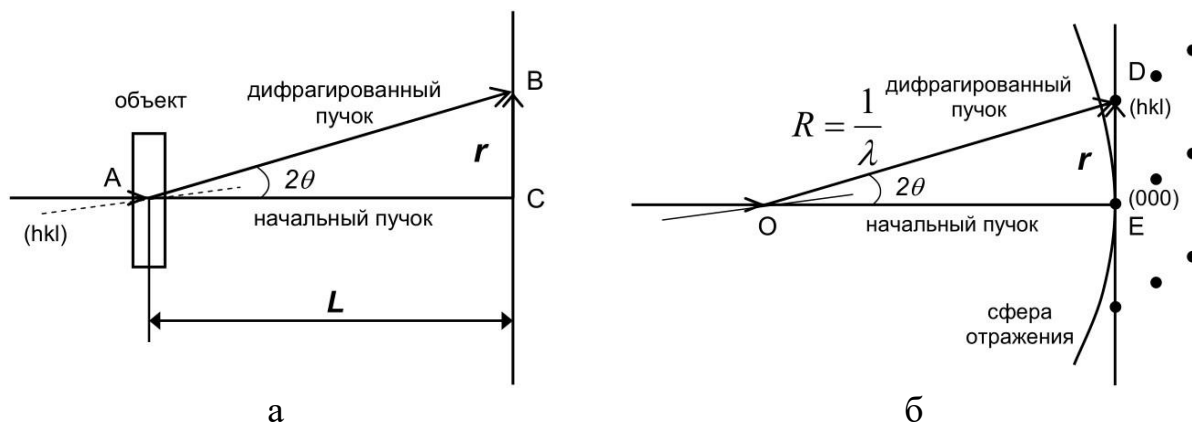


Рис. 3. К выводу основной формулы электронографии.

L – расстояние от объекта до фотопластины.

r – расстояние на фотопластине от следа начального пучка до дифрагированного.

(hkl) – индексы отражающей плоскости.

θ – угол Вульфа-Брэгга.

\mathbf{H}_{hkl} – вектор обратной решетки.

Сферу отражения заменяют плоскостью. Треугольники ABC и ODE подобны, отсюда:

$$\frac{|\mathbf{H}_{hkl}|}{1/\lambda} = \frac{r}{L},$$

$$r = |\mathbf{H}_{hkl}| \cdot L \cdot \lambda.$$

Из последней записи видно, что электронограмма представляет собой сечение обратной решетки, проходящее через начальный узел (000) , в масштабе $L \cdot \lambda$.

Используя свойство вектора обратной решетки $|\mathbf{H}_{hkl}| = \frac{1}{d_{hkl}}$ можно записать основную формулу электронографии:

$$2 \cdot r \cdot d_{hkl} = 2 \cdot L \cdot \lambda.$$

На практике удобно измерять $2 \cdot r$, поэтому вводят множитель 2.

$2 \cdot L \cdot \lambda$ является константой прибора при данной величине ускоряющего потенциала. Поскольку длина волны в электронографии строго не определена (зависит от ускоряющего потенциала, его стабилизации), то в случае точных измерений $2 \cdot L \cdot \lambda$ вычисляется для каждой электронограммы.

Это возможно благодаря использованию эталонного вещества с известным набором межплоскостных расстояний d_{hkl} . В качестве эталонов могут быть использованы вещества: NaCl, MgO, NH₄Cl. В таблице 2 приведены значения межплоскостных расстояний для применяемых эталонов.

Таблица 2. Значение индексов интерференции и межплоскостные расстояния для используемых эталонов.

NaCl		MgO		NH ₄ Cl	
hkl	$d_{hkl}(\text{Å})$	hkl	$d_{hkl}(\text{Å})$	hkl	$d_{hkl}(\text{Å})$
111	3.25	111	2.42	100	3.85
200	2.815	200	2.10	110	2.72
220	1.99	220	1.485	111	2.22
311	1.695	311	1.266	200	1.92
222	1.626	222	1.213	210	1.72
400	1.408	400	1.05	211	1.57
331	1.29	331	0.963	220	1.37
420	1.26	420	0.940	300	1.288
422	1.15	422	0.937	310	1.221
		511, 333	0.860	311	1.165
		440	0.854	222	1.115

Типы электронограмм

В зависимости от характера съемки различают два вида электронограмм – электронограммы на прохождение – когда используемый объект просвечивается электронным лучом и электронограммы на отражение – когда электронный луч почти скользит вдоль исследуемой поверхности образца. В том и другом случае в отражающее положение попадают атомные плоскости почти параллельные падающему пучку электронов.

Различают следующие типы электронограмм:

1. **Электронограммы поликристалла** – концентрические кольца получаются от беспорядочно расположенных на подложке кристалликов (рис. 4).

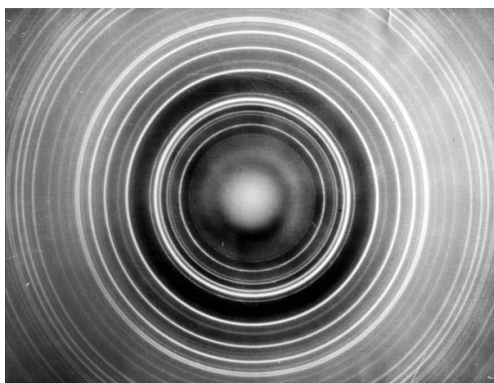


Рис. 4. Электронограмма поликристалла.

2. **Точечные электронограммы с рефлексами в виде пятен.** Получаются от монокристаллов или монокристаллических сростков («мозаика») с угловым разбросом блоков порядка $2-3^\circ$.

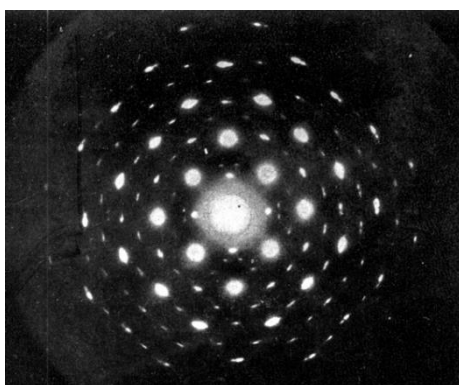


Рис. 5. Электронограмма от мозаичного монокристалла.

3. **Электронограммы от текстур с рефлексами в виде колец или дуг** получаются от закономерно ориентированных на подложке кристалликов, у которых определенная грань параллельна подложке, но сами они беспорядочно распределены по азимуту (рис. 6).

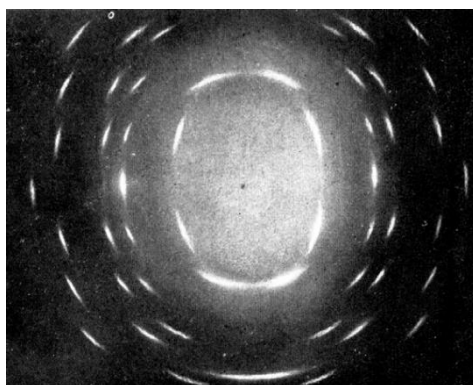


Рис. 6. Электронограмма от текстуры.

4. **Электроннограммы с Кикучи-линиями** получаются от совершенных монокристаллов с большим размером блоков и малой разориентацией (рис. 7).

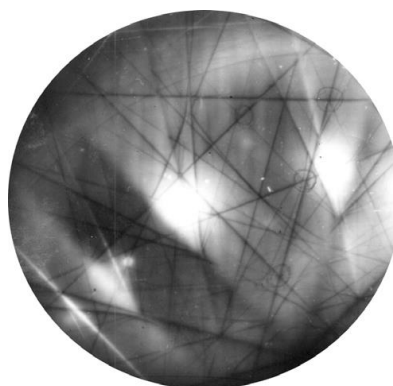


Рис. 7. Электроннограммы с Кикучи-линиями.

Часто получаются электроннограммы, являющиеся комбинацией вышеперечисленных.

Точечные электроннограммы. Образование точечных электроннограмм

Обратная решетка идеального монокристалла представляет собой правильную периодическую трехмерную систему узлов. В идеальном случае плоской монохроматической волны и точечной обратной решетки вероятность попадания узлов обратной решетки на сферу отражения очень мала. Однако, по причинам, имеющим значение в реальных условиях опыта и приводящим к изменению, как строения обратной решетки, так и самой сферы отражения, возможно возникновение сразу многочисленных отражений. Эти причины следующие:

1. Конечная величина кристалликов, что приводит к превращению узлов обратной решетки из точек в области определенного размера и формы.
2. Наличие в образце набора кристалликов с той или иной расстройкой в ориентации, то есть мозаичность образца, что вызывает соответствующую угловую расстройку узлов обратной решетки.
3. Конечная угловая ширина начального пучка.

На рис. 8 схематически изображено действие каждого фактора в отдельности.

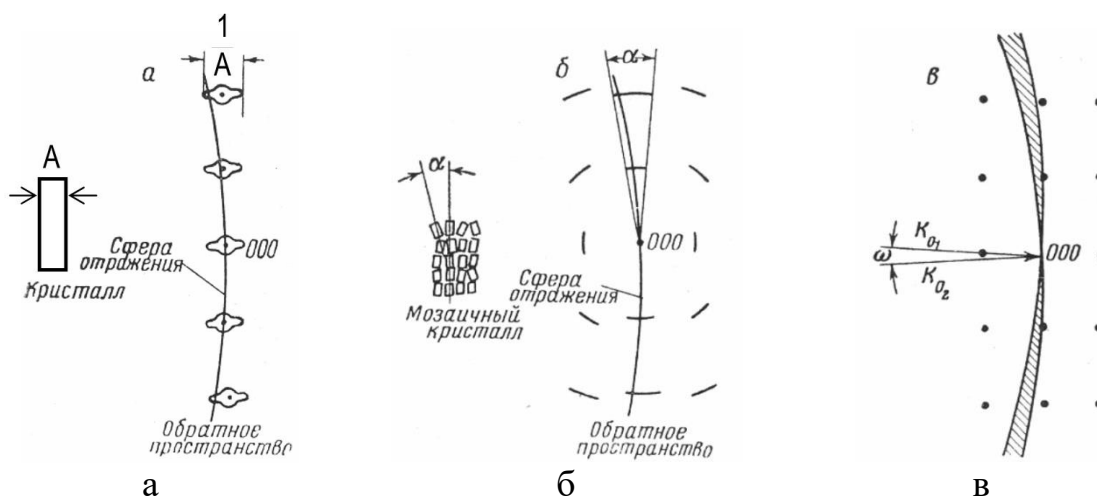


Рис. 8. Факторы, влияющие на образование точечных электронограмм. Расширение интерференционных областей: а) вследствие конечных размеров кристаллов, б) вследствие мозаичности кристаллов; в) влияние расходимости первичного пучка.

Подробнее о действии каждого фактора изложено в [1, стр. 32-37].

Индексирование точечных электронограмм

Точечные электронограммы в настоящее время используются в структурной электронографии и физическом материаловедении, чаще для пленочного состояния вещества, а также в просвечивающей электронной микроскопии. В первом случае они служат для определения кристаллической структуры вещества, для нахождения элементарной ячейки. В других случаях исследователь чаще всего имеет дело с объектом, структура которого известна, хотя не исключено и появление новых фаз. Во всех случаях исследователь, прежде всего, сталкивается с индексированием электронограмм.

Как известно обратная решетка кристалла представляет собой трехмерную периодическую систему узлов, каждый из которых характеризуется вектором $\mathbf{H}_{hkl} = h \cdot \mathbf{a}^* + k \cdot \mathbf{b}^* + l \cdot \mathbf{c}^*$, где \mathbf{a}^* , \mathbf{b}^* , \mathbf{c}^* – осевые векторы, h , k , l – индексы (координаты) узла.

Точечная электронограмма представляет собой определенную плоскость обратной решетки, обязательно проходящую через начало координат, то есть узел (000). Удобнее всего обозначать точечную электронограмму общим символом расположенных на ней рефлексов, например, $(hk0)$, $(0kl)$. Если плоскость является координатной (то есть выбрана за таковую), то вследствие того, что в ней всегда лежит узел (000), один из индексов обязательно равен нулю. Плоскость обратной решетки, то есть двумерная система точек, описывается всегда двумя независимыми индексами. Однако если плоскость не координатная, то все три ее индекса (hkl) не равны нулю, но они должны быть комбинацией двух независимых

индексов h и k (или k и l , h и l), например: $H = h + 2 \cdot k, K = k, L = \bar{h}$, что можно записывать прямо как $(h + 2 \cdot k, k, \bar{h})$, причем h и k принимают любые значения. Этой плоскости принадлежат, например, рефлексы $31\bar{1}$ ($h=1, k=1$), 432 ($h = \bar{2}, k=3$) и так далее.

Плоскость обратной решетки hkl содержит отражения от определенной зоны плоскостей кристалла, поскольку каждый вектор обратной решетки отвечает соответствующей кристаллографической плоскости. Если ось зоны имеет индексы $[uvw]$, то связь (hkl) и $[uvw]$ определяется соотношением:

$$h \cdot u + k \cdot v + l \cdot w = 0.$$

Например, если осью зоны является $[001]$, то по формуле получим $l=0$, h и k – любые, то есть плоскость $(hk0)$. Для $[310]$ l – любое, но $k = -3h$, то есть плоскость $(h, 3 \cdot \bar{h}, l)$.

Индексирование электрограмм определяется выбором на ней осей и наименованием их (рис. 9). Если электрограмма отвечает координатной плоскости (исследуется известный кристалл) или выбрана за такую (исследуется новая, неизвестная структура), то ее осями являются две из трех осей обратной решетки $\mathbf{a}^*, \mathbf{b}^*, \mathbf{c}^*$. Выбор осей производится в согласии с симметрией данной сетки по установленным в кристаллографии правилам [4, 5]. Иногда, вследствие возможных только на данной сетке погашений, в дальнейшем может оказаться необходимым уменьшить в кратное число раз принятые первоначально оси обратной решетки или выбрать их по-другому.

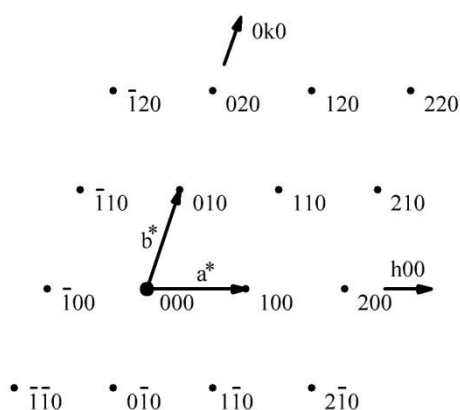


Рис. 9. Индексирование электрограммы, представляющей координатную плоскость обратной решетки. Периоды \mathbf{a}^* и \mathbf{b}^* выбирают так, чтобы длина их была наименьшей, а угол между ними был наиболее близок к прямому.

Оси, как и плоскости, удобно обозначать общим символом расположенных на них рефлексов. Например, для плоскости $(hk0)$ осями являются $[h00]$ и $[0k0]$. Вообще любая прямая, проходящая через узел 000 , может описываться индексами первого встреченного узла hkl , то есть

обозначаться символом $[HKL]$, причем ясно, что хотя бы один из индексов не равен нулю. Понятно, что следующие встреченные узлы будут иметь индексы $[2 \cdot H, 2 \cdot K, 2 \cdot L]$, $[3 \cdot H, 3 \cdot K, 3 \cdot L]$ и так далее, что отвечает последовательному увеличению вектора \mathbf{H}_{hkl} в 2, 3, ..., h раз. При этом вся совокупность узлов будет описываться изменением некоторого независимого индекса $h = -2, -1, 0, 1, 2, \dots$ при фиксированных значениях H, K, L . Например, если $H = 2, K = 1$ и $L = -3$, то все узлы рассматриваемой прямой имеют индексы $[2 \cdot h, h, 3 \cdot \bar{h}]$.

Индицирование рефлексов электронограмм некоординатных плоскостей легко проводить, пользуясь следующим простым правилом: если известны индексы каких-либо двух узловых прямых, лежащих в данной плоскости – $[H, K, L]$ и $[H_1, K_1, L_1]$, то пользуясь этими любыми прямыми как координатными осями, находим индексы любого рефлекса как сумму индексов соответствующих координатных узлов (рис. 10). При этом, поскольку индексы узлов, лежащих вдоль прямой, могут быть получены умножением фиксированных величин H, K, L и H_1, K_1, L_1 соответственно на одну независимую, то любой рефлекс плоскости опишется как комбинация двух независимых индексов, как это и следует для плоскости. Например, пусть $[H, K, L] = [2 \cdot k, k, 0]$ и $[H_1, K_1, L_1] = [h, 2 \cdot \bar{h}, h]$. Тогда рефлекс, соответствующий на рис. 10 третьему порядку по первой оси и второму – по второй, будет иметь индексы: $6 + 2, 3 + \bar{4}, 0 + 2 = 8\bar{1}2$. Конечно, всегда надо учитывать знаки индексов.

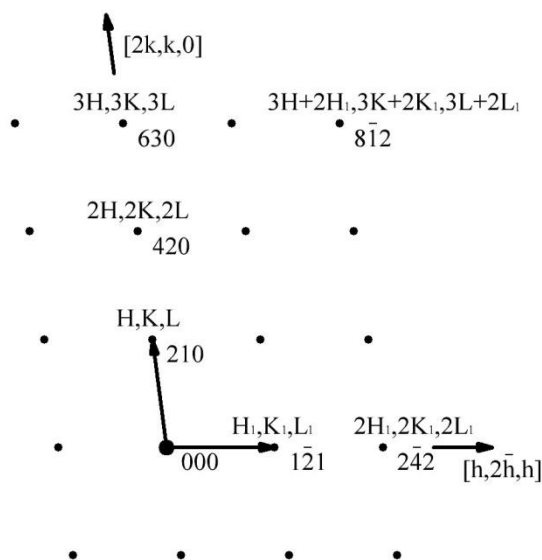


Рис. 10. Индицирование электронограммы, соответствующей некоординатной плоскости обратной решетки.

Сопоставление различных точечных электронограмм данного кристалла позволяет установить трехмерную систему осей в обратной решетке, то есть полностью решить задачу определения обратной элементарной ячейки и индицирования всех снимков. Для этого достаточно

иметь две электронограммы и знать угол между отображенными на них сечениями обратной решетки, либо иметь три электронограммы, не обладающие общей для всех трех узловых прямой. Это сопоставление электронограмм, то есть плоскостей обратной решетки, облегчается следующим простым правилом: любые два сечения обратной решетки имеют какую-либо общую узловую прямую, то есть на любых двух точечных электронограммах данного кристалла имеются некоторые одинаковые рефлексы, расположенные на прямой. Тогда, если выбраны оси $[h00]$ и $[0k0]$ на первой электронограмме, и она проиндексирована, то известны индексы и этой прямой, то есть известны индексы одной из осей на второй электронограмме, и можно выбирать на ней третью ось. Если известен еще угол пересечения этих двух плоскостей, то тем самым уже зафиксирована трехмерная система координат. Если угол пересечения отображенных на электронограммах плоскостей неизвестен, то достаточно любой третьей электронограммы, не проходящей через ту же общую ось первых двух электронограмм, чтобы полностью выбрать трехмерную систему координат, так как пересечение третьей электронограммы с первой определяет одну ось на ней, а со второй – другую, то есть индцирование будет проведено полностью на основе выбранных на двух первых снимках осей.

Электронограммы от поликристалла

Учитывая, что электронограмма – плоское сечение обратной решетки, необходимо выяснить какой геометрический образ будет иметь обратная решетка поликристалла. Поскольку поликристалл представляет собой совокупность беспорядочно ориентированных кристалликов, его обратная решетка, в результате вращения обратной решетки монокристалла (трехмерная периодическая система точек – узлов hkl) вокруг узла (000) во всех направлениях, представляет собой систему концентрических сфер, вложенных друг в друга. Центр сфер – узел (000) (рис. 11).

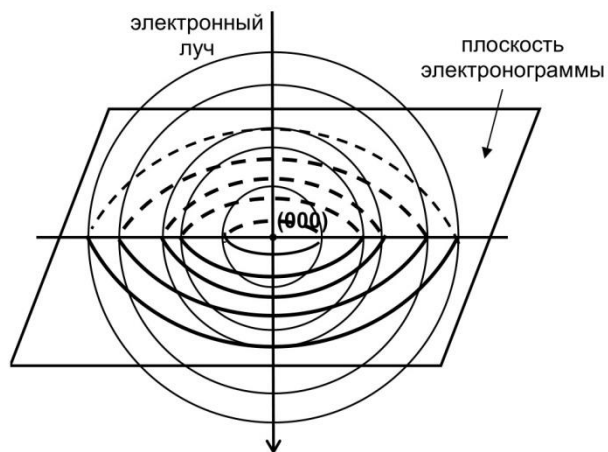


Рис. 11. К объяснению геометрического образа обратной решетки поликристалла.

Таким образом, электронограмма от поликристалла – сечение системы сфер плоскостью, проходящей через узел (000) и перпендикулярно падающему пучку, то есть система концентрических окружностей. При изменении угла наклона образца к пучку электронограмма не изменяется. Каждое кольцо электронограммы соответствует определенному вектору обратной решетки \mathbf{H}_{hkl} , который теряет все признаки пространственного расположения относительно других таких же векторов. Таким образом, электронограмма поликристалла характеризуется набором \mathbf{H}_{hkl} , то есть набором межплоскостных расстояний $\{d_{hkl}\}$, присущих данной кристаллической решетке.

Электронограммы поликристалла применяются как в структурном анализе (определение атомной структуры неизвестных кристаллов), так и в физическом материаловедении. Особенно информативным является их применение для тонких пленок.

Перечислим некоторые задачи, для решения которых используются электронограммы поликристалла:

1. Идентификация вещества, фазовый анализ. Решение этой задачи основано на том, что каждому веществу, фазе свойственен свой набор межплоскостных расстояний. Используя основную формулу электронографии, определяют набор $\{d_{hkl}\}$ неизвестного вещества, и, сравнивая его с табличными значениями, определяют вещество (фазу).

Таблицы межплоскостных расстояний большого количества веществ приведены в справочнике по рентгеноструктурному анализу поликристалла М.И. Миркина [6].

2. Измеряя полуширину линий и проводя ее анализ, можно определить размеры кристалликов, то есть изучать субструктуру.

3. В случае кристаллов высокой симметрии – кубических кристаллов – по электронограммам можно определять тип решетки Бравэ. Как известно, трем типам кубических решеток (примитивная, гранецентрированная, объемно-центрированная) соответствуют три типа соотношений, определяемые законом погасаний. В таблице 3 представлены индексы интерференции первых десяти линий электронограмм для наиболее важных кристаллических решеток.

Таблица 3. Индексы интерференции первых десяти линий электрограмм.

№ линии	Кубические решетки							
	Простая (К6)		Объемно-центрированная (К8)		Гранецентрированная (К12)		Типа алмаза (К4)	
	$h^2 + k^2 + l^2$	(hkl)	$h^2 + k^2 + l^2$	(hkl)	$h^2 + k^2 + l^2$	(hkl)	$h^2 + k^2 + l^2$	(hkl)
1	1	100	2	110	3	111	3	111
2	2	110	4	200	4	200	8	220
3	3	111	6	211	8	220	11	310
4	4	200	8	220	11	311	16	400
5	5	210	10	310	12	222	19	331
6	6	211	12	222	16	400	24	422
7	8	220	14	321	19	331	27	333, 511
8	9	300, 221	16	400	20	420	32	440
9	10	310	18	411, 330	24	422	35	531
10	11	311	20	420	27	333, 511	40	620

Из квадратичной формы для кубической сингонии следует, что отношения квадратов межплоскостных расстояний для разных колец электрограммы должны быть равны соответствующему отношению сумм квадратов индексов и, следовательно, отношению целых чисел, то есть

$$\frac{d_{h_a k_a l_a}}{d_{h_b k_b l_b}} = \frac{h_b^2 + k_b^2 + l_b^2}{h_a^2 + k_a^2 + l_a^2} = Q.$$

Из данных, приведенных в таблице 3, следует, что ряд отношений Q для всех колец электрограммы в порядке убывания межплоскостных расстояний, где d_b и d_1 соответственно межплоскостные расстояния для b -ого и первого кольца, должен представлять собой строго определенный ряд чисел, различный для решеток Браве разного типа.

Таблица 4. Ряд Q для кубических решеток.

Тип решетки	$Q_b = \frac{h_b^2 + k_b^2 + l_b^2}{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2}$
Примитивная (К6)	1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, 9, 10, 11
Объемноцентрированная (К8)	1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10
Гранецентрированная (К12)	1, 1.33, 2.66, 3.67, 4, 5.33, 6.33, 6.67, 8, 9
Типа алмаза (К4)	1, 2.66, 3.67, 5.33, 6.33, 8, 9, 10.67, 11.67, 13.33

Задача индирования сводится к тому, чтобы найти значения d_{hkl}^2 для всех колец электрограммы и ряд отношений $\frac{d_1^2}{d_b^2} = Q_b$, а затем

сопоставить Q_b с данными, приведенными в таблице 3. Значения индексов (h_b, k_b, l_b) этого кольца определяют по сумме $(h_b^2 + k_b^2 + l_b^2)$. При этом $h_b^2 + k_b^2 + l_b^2 = Q_b \cdot (h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)$, где сумма $h_1^2 + k_1^2 + l_1^2$ в соответствии с индексами для различных решеток имеет различные значения, указанные в таблице 5.

Таблица 5. Ряд $h_1^2 + k_1^2 + l_1^2$ для кубических решеток.

Тип решетки	$h_1^2 + k_1^2 + l_1^2$	(h_1, k_1, l_1)
Примитивная (К6)	1	(100)
Объемноцентрированная (К8)	2	(110)
Гранецентрированная (К12)	3	(111)
Типа алмаза (К4)	3	(111)

На первый взгляд существует известная неопределенность для решеток (К6) и (К8). Действительно, ряд отношений Q_b совпадает для решеток обоого типа и поэтому остается неясно, что принимать за сумму $(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)$ – единицу или двойку.

Эту неопределенность легко устранить, применив один из следующих способов:

1. Относительная интенсивность линий электрограммы с близкими d_{hkl} определяется, прежде всего, их множителем повторяемости P . Для линий (100) и (200), с одной стороны, и (110), с другой, множитель P равен соответственно 6 и 12. Таким образом, для решетки К6 из первых двух линий на электрограмме более интенсивной должна быть вторая, а для решетки К8 – первая. Сравнив, таким образом, на электрограмме интенсивность первых двух колец, можно однозначно определить тип решетки Браве.

2. Если для седьмого кольца по счету со стороны больших межплоскостных расстояний Q_7 оказалось равным 7, то сумма $(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)$ должна быть равна 2 (а не 1) и $(h_1 k_1 l_1) = (110)$, так как $(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)$ не может быть равно 7. Следовательно, решетка является кубической объемно-центрированной. Если Q_7 равно 8, то решетка примитивная кубическая и $(h_1 k_1 l_1) = (100)$.

Электрограммы с Кикучи-линиями

Электрограммы с Кикучи-линиями образованы обычно парами линий, темных и светлых, причем темная линия обычно лежит ближе к центру (рис. 7).

Появление на электронограммах Кикучи-линий свидетельствует о совершенстве монокристаллического образца – о малой разориентации блоков и величине последних порядка $5 \cdot 10^{-5} \div 10^{-4}$ см. Рассеяние приобретает динамический характер. Это проявляется в ослаблении центрального пучка. Рассмотрим объяснение образования Кикучи-линий, основанное на элементарном рассмотрении динамического рассеяния. Вследствие сильного взаимодействия электронов с веществом создаются условия для очень сильного рассеяния падающего пучка электронов. Значительная часть электронов в результате многократных неупругих столкновений с атомами решетки теряют энергию на возбуждение электромагнитного излучения атомов, ионизацию и так далее. Эти электроны образуют фон, который отличается почти равномерной интенсивностью на пластинке. Однако, некоторая часть падающих электронов взаимодействует с веществом без существенного обмена энергией, более или менее значительно меняя, первоначальное направление (упруго рассеянные электроны). Такие рассеянные электронные пучки могут в дальнейшем в результате правильного Вульфа-Брэгговского отражения вновь уже закономерно изменить свое направление на фоне неупруго рассеянных электронов, то есть создать соответственно пониженную и повышенную интенсивность. На рис. 12 представлена схема такого взаимодействия электронного пучка с веществом.

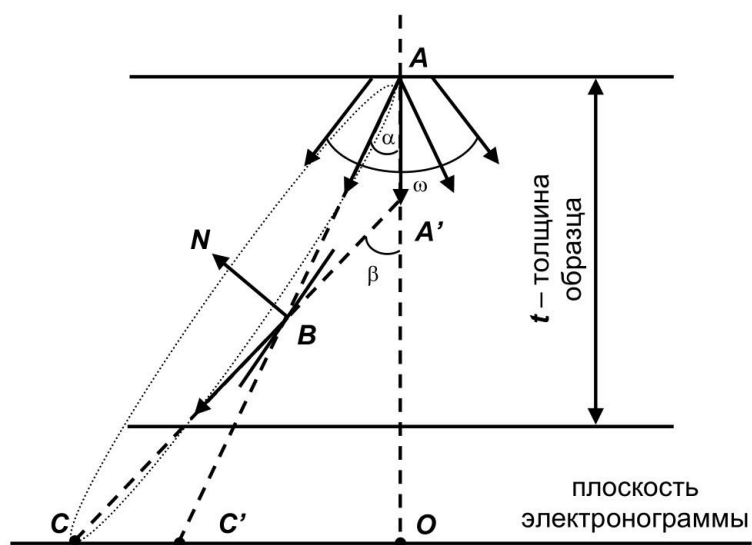


Рис. 12. Схема формирования Кикучи-линий.

АО – направление падающего пучка, ω – угловой интервал упругого рассеяния электронов. Последние на электронограмме образуют равномерный фон. АВ – электронный луч, оказавшийся под углом Вульфа-Брэгга по отношению к плоскости (hkl). ВС – отраженный луч. В точках С и С' создается соответственно повышенная и пониженная интенсивность фона. Вообще говоря, отраженные лучи СВ расположены по конусу, ось которого перпендикулярна плоскости (hkl). Плоскость электронограммы пересечет

конус отраженных лучей по гиперболической кривой малой кривизны, почти прямой. Поэтому на электронограмме, наблюдают прямые линии темные S' ближе к центру (точка O) и светлые S . В угловом интервале ω могут оказаться лучи $A'B$, которые также как и AB падают к плоскости (hkl) под углом Вульфа-Брэгга. Тогда отраженный луч BC' , соответствующий падающему $A'B$ скомпенсирует недостаток электронов в точке S' . Однако этого не происходит, так как интенсивность луча $A'B$ меньше AB , так как угол $\alpha < \beta$, а интенсивность упруго рассеянных электронов быстро падает с увеличением угла рассеяния.

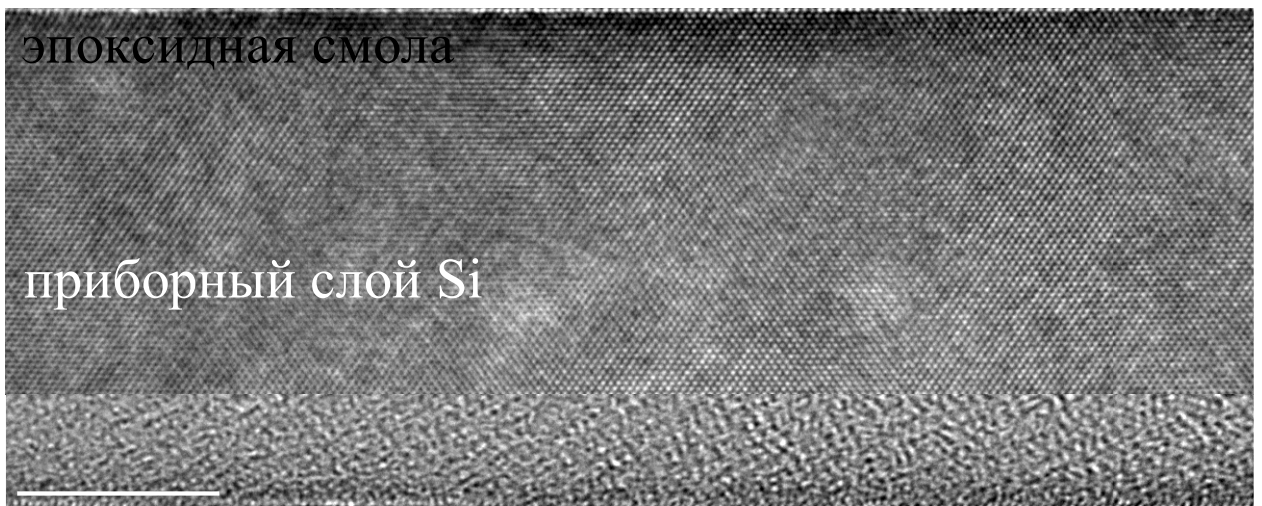
Как видно из приведенной схемы, каждая пара светлая и темная Кикучи-линии соответствует определенной плоскости (hkl) . Проиндицировав линии на электронограммах, можно определить ориентацию образца по отношению падающего пучка. Причем точность в определении ориентации превышает точность при использовании точечных электронограмм. Электронограммы с Кикучи-линиями используются для контроля над степенью кристаллического совершенства поверхности. В электронной микроскопии электронограммы с Кикучи-линиями используются для:

1. Калибровки угла наклона гониометра.
2. Определения дифракционных условий контраста, в частности, определения знака параметра g , характеризующего отклонение от точного выполнения Вульфа-Брэгговского отражения.

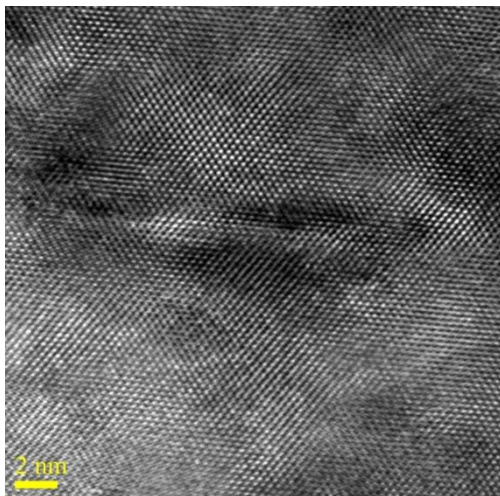
Широкое применение электронограммы с Кикучи-линиями находят в микроэлектронике: для определения степени кристаллического совершенства тонких пленок, а также в процессе подготовки подложек для эпитаксии.

Программная обработка изображений атомного разрешения и дифракционной картины

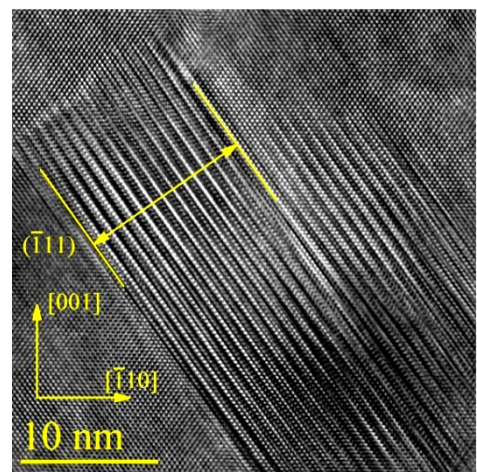
Картина атомного разрешения или по-другому изображение, полученное с помощью высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии (ВРПЭМ-изображение), представляет собой фазовый контраст. Фактически мы видим фазовый контраст всякий раз, когда в изображение дает вклад не один, а больше пучков. **Фазовый контраст появляется как результат присутствия разницы в фазе выходящих из образца электронных волн.** Так как эта разница очень чувствительна к небольшим изменениям во многих факторах: толщина, структура, состав образца, фокус, астигматизм в оптической системе микроскопа и так далее, то это создает определенные трудности в интерпретации и может приводить к ошибочным выводам. Тем не менее, картина атомного разрешения отражает реальную структуру образца. Если в образце присутствуют какие-либо дефекты, включения новой фазы, то они отражаются и на фазовом контрасте (рис. 13).



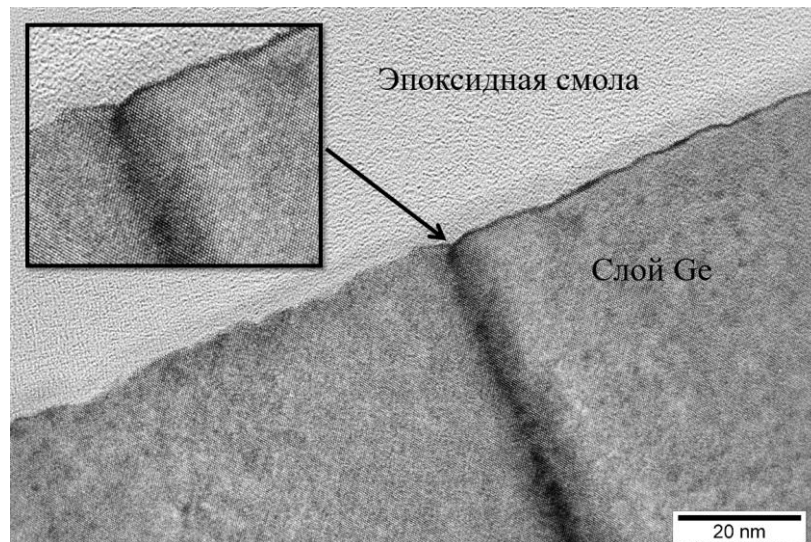
а



б



в



г

Рис. 13. ВРПЭМ изображения поперечного среза (а) поверхности приборного слоя Si в гетероструктуре «кремний на изоляторе» (б) микротрещины вблизи поверхности дефектного слоя Si, характерного для структуры «кремний на изоляторе» на промежуточном этапе производства; (в) области Si с гексагональной фазой в Si/A₂O₃ (1 $\bar{1}$ 02) гетероструктуре; (г) дислокация, выходящая на поверхность слоя Ge в Ge/Si/SiO₂/Si (100) гетероструктуре.

Так, например, на рисунке 13 (а) отсутствует какой-либо контраст, связанный с дефектами, в отличие от рисунков 13 (б-г). На рисунке 13 (б) присутствует микротрещина в слое Si структуры «кремний на изоляторе». Ее появление связано с имплантацией ионов водорода и последующим специфическим, проходящим в три стадии, отжигом структуры. Микротрещина имеет продолговатую в латеральном направлении форму. Это объясняется тем, что в процессе отжига расширению микротрещины в ростовом направлении препятствуют силы упругой деформации кремниевой пластины, усиленные пленкой SiO₂. В то же время по бокам полости силы связи ее противоположных сторон ослаблены из-за пассивации водородом. В результате развитие микротрещин в этом направлении происходит с минимальными затратами энергии. На рисунке 13 (в) видна область кремния, в которой сформировалась гексагональная фаза на гетерогранице Si/A₂O₃ (1 $\bar{1}$ 02). Предположительно ее появление обусловлено механическими напряжениями, возникающими в процессе роста слоя Si на подложке A₂O₃ (1 $\bar{1}$ 02) из-за рассогласования параметров решеток данных материалов, которое составляет 6%. На рисунке 13 (г) наблюдается контраст от дислокации, которая зародилась на гетерогранице Ge/Si и распространилась к поверхности слоя Ge в Ge/Si/SiO₂/Si (100) гетероструктуре.

Очень часто интерпретация ВРПЭМ-изображений требует компьютерного моделирования или их обработки в специализированном программном обеспечении. Например, для того чтобы расшифровать новую фазу в известной матрице, необходимо рассчитать межплоскостное расстояние. Это можно сделать как по изображению атомного разрешения (рис. 14 (а)), так и по дифракционной картине (рис. 14 (б)) в программном обеспечении Gatan Digital Micrograph (см. Приложение 2). В первом случае необходимо построить профиль интенсивности поперек контуров интересующих нас плоскостей на изображении (рис. 14 (в)). **Важно понимать, что контуры плоскостей – не есть прямое изображение структуры, они лишь дают информацию о межплоскостном расстоянии.** И дальше поделить отрезок равный целому числу периодов на число периодов. Полученное значение и будет межплоскостным расстоянием соответствующего семейства плоскостей. Во втором случае необходимо провести профиль интенсивности через два рефлекса симметричных относительно центрального рефлекса и ближайших к нему на картине дифракции. Эти рефлексы должны соответствовать семейству плоскостей, межплоскостное расстояние которых необходимо померить. Чтобы получить искомое значение нужно поделить полученное расстояние между центрами рефлексов пополам и перевести из нм⁻¹ в нм. Похожая задача разобрана в Приложении 2.

Как упоминалось ранее в разделе «Формирование изображения атомного разрешения и дифракционной картины» **дифракционная картина – это Фурье-преобразование над изображением атомного разрешения.** С помощью операции Фурье-преобразования в программном обеспечении

Gatan Digital Micrograph можно смоделировать картину дифракции от области с новой фазой на изображении атомного разрешения. Это также очень удобно, если необходимо выяснить ростовое или любое другое направление на картине атомного разрешения от известного материала. Но для этого нужно проиндексировать, полученную с помощью Фурье-преобразования картину дифракции. Это можно сделать в программном обеспечении JEMs. Подробная последовательность действий для получения картины дифракции с помощью Фурье-преобразования в Gatan Digital Micrograph, а также для индексирования картины дифракции в JEMs описана в Приложении 3.

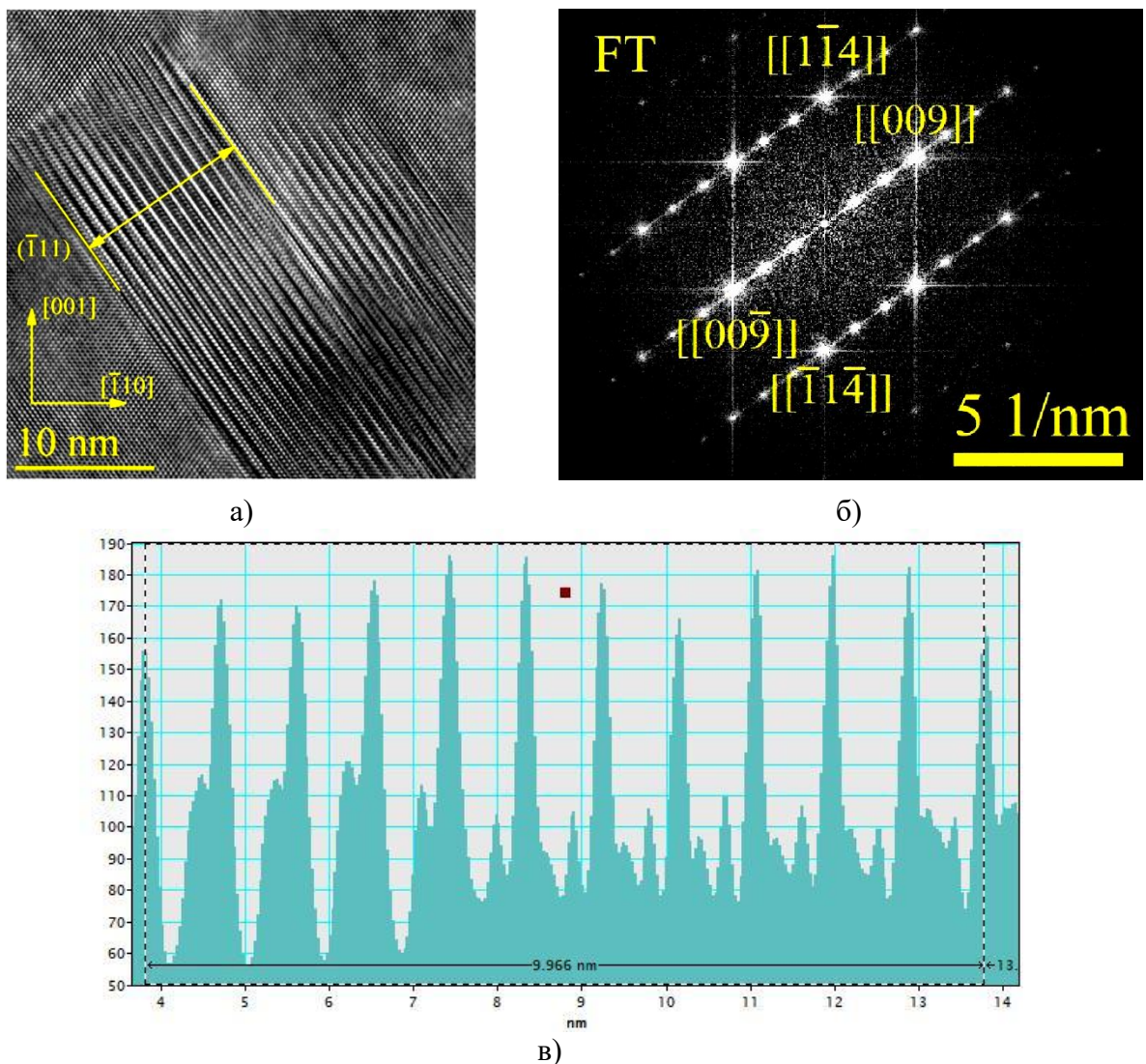


Рис. 14. а) ВРПЭМ-изображение поперечного среза области Si с гексагональной фазой в структуре Si/A₂O₃(1 $\bar{1}$ 0₂); б) Фурье-преобразование (FT) от области на изображении а); в) профиль интенсивности, проведенный по стрелке, указанной на изображении а).

Контрольные вопросы

1. Основные особенности дифракции электронов по сравнению с дифракцией рентгеновских лучей.
2. Понятие обратной решетки.
3. Вывод условия Вульфа-Брэгга, понятие интерференционного уравнения трехмерной решетки, понятие структурного фактора, определение электронограммы через обратную решетку и сферу Эвальда.
4. Краткое описание процесса формирования изображения от структуры кристалла в просвечивающем электронном микроскопе.
5. Вывод основной формулы электронографии.
6. Типы электронограмм; информация, которую они представляют о строении объекта.
7. Объяснение геометрии основных типов электронограмм (точечные, от поликристалла) исходя из трактовки дифракции в свете обратной решетки и сферы Эвальда. Объяснение правомерности замены сферы Эвальда плоскостью.
8. Факторы, влияющие на образование точечных электронограмм.
9. Описание процесса индицирования электронограмм.
10. Понятие геометрического образа электронограмм от поликристалла, расшифровка электронограмм от поликристалла (фазовый анализ, определение типа решетки Бравэ).
11. Электронограммы с Кикучи-линиями. Причины их появления на электронограммах, применение.
12. Что представляет собой картина атомного разрешения, понятие фазового контраста, какую информацию о материале дает картина атомного разрешения и дифракционная картина.

Задания к лабораторной работе

1 вариант

Задание №1

Расчет межплоскостного расстояния

Дано:

Изображение поперечного среза гетерограницы слоев Ge и Si с направлением роста [001] (ось зон – [110]), полученное на высокоразрешающем просвечивающем электронном микроскопе JEM-2100F (200 кВ), и дифракционная картина от слоя Ge (рис. 1).

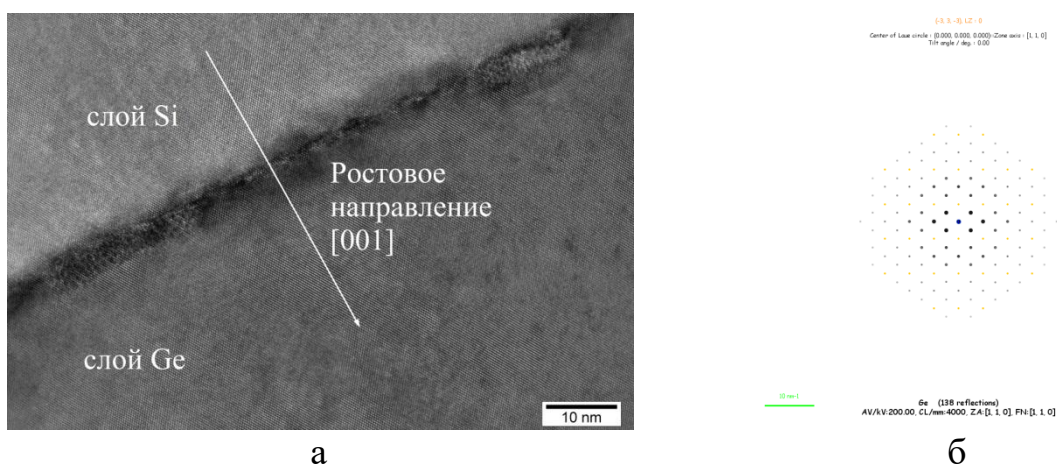


Рис. 1. а) ВРПЭМ-изображение поперечного среза гетерограницы слоев Ge и Si с направлением роста [001], ось зон – [110]; б) дифракционная картина от слоя Ge.

Задание:

Определить межплоскостное расстояние d_{110} Ge с помощью программного обеспечения Gatan Digital Micrograph по картине атомного разрешения и по дифракционной картине. Для проверки воспользуйтесь формулой расчета межплоскостных расстояний, зная, что параметр решетки Ge равен 0.566 нм.

Задание №2

Фурье-преобразование и индцирование электронограммы

Дано:

Изображение «вид сверху» Si (001) (ось зон – [001]), полученное на высокоразрешающем просвечивающем электронном микроскопе JEM-2100F (200 кВ) (рис. 2).

Задание:

Получить с помощью программного обеспечения Gatan Digital Micrograph Фурье-преобразование от Si. С помощью программного обеспечения JEMs расшифровать рефлексы.

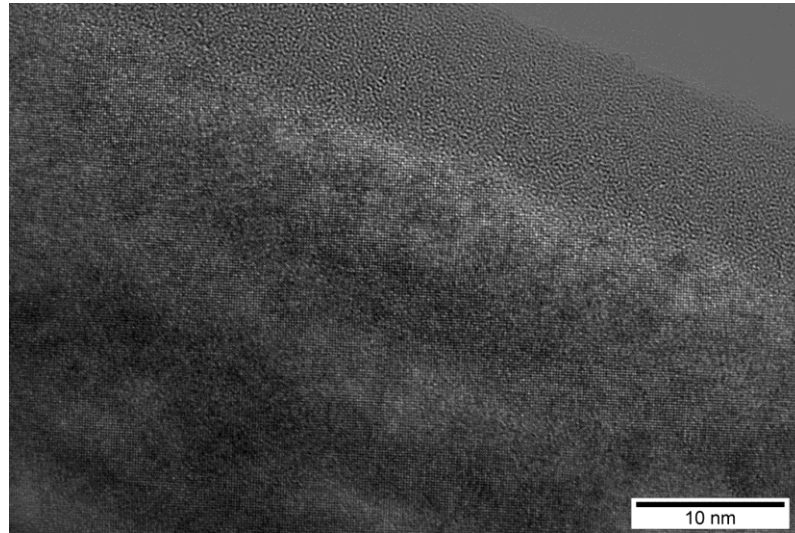


Рис. 2. ВРПЭМ-изображение «вид сверху» Si (001), ось зон [001].

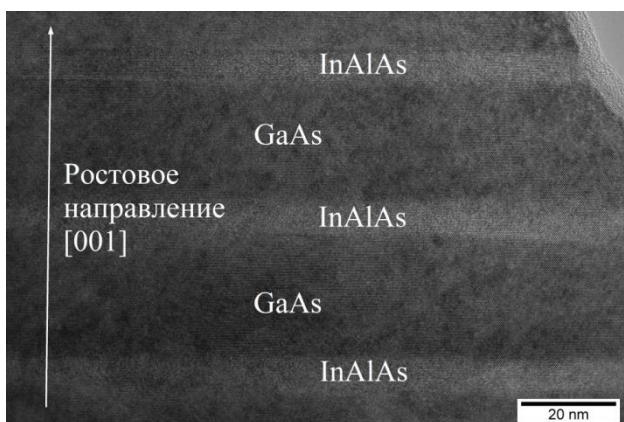
2 вариант

Задание №1

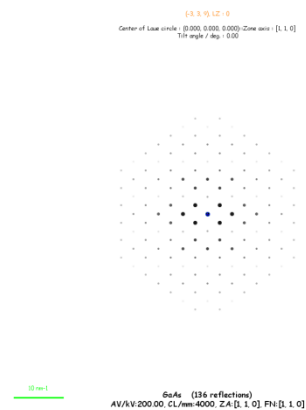
Расчет межплоскостного расстояния

Дано:

Изображение поперечного среза чередующихся слоев InAlAs/GaAs с направлением роста [001] (ось зон – [110]), полученное на высокоразрешающем просвечивающем электронном микроскопе JEM-2100F (200 кВ), и дифракционная картина от слоя GaAs (рис. 3).



а



б

Рис. 3. а) ВРПЭМ-изображение поперечного среза чередующихся слоев InAlAs/GaAs с направлением роста [001], ось зон – [110]; б) дифракционная картина от слоя GaAs.

Задание:

Определить межплоскостное расстояние d_{111} GaAs с помощью программного обеспечения Gatan Digital Micrograph по картине атомного разрешения и по дифракционной картине. Для проверки воспользуйтесь формулой расчета межплоскостных расстояний, зная, что параметр решетки GaAs равен 0.565 нм.

Задание №2

Фурье-преобразование и индцирование электронограммы

Дано:

Изображение поперечного среза гетерограниц GaAs/AlAs/Ge с направлением роста $[112]$ (ось зон – $1\bar{1}0$), полученное на высокоразрешающем просвечивающем электронном микроскопе JEM-2100F, (200 кВ) (рис. 4).

Задание:

Получить с помощью программного обеспечения Gatan Digital Micrograph Фурье-преобразование от Ge. С помощью программного обеспечения JEMs расшифровать рефлексy.

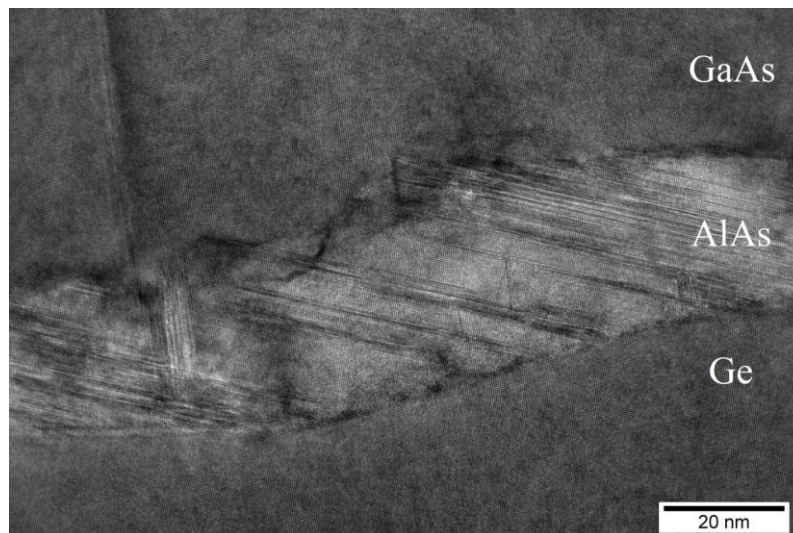


Рис. 4. ВРПЭМ-изображение гетерограниц GaAs/AlAs/Ge с направлением роста $[112]$, ось зон – $[1\bar{1}0]$.

3 вариант

Задание №1

Расчет межплоскостного расстояния

Дано:

Изображение поперечного среза гетерограницы слоев Ge и Si с направлением роста [001] (ось зон – [110]), полученное на высокоразрешающем просвечивающем электронном микроскопе JEM-2100F (200 кВ), и дифракционная картина от слоя Si (рис. 5).

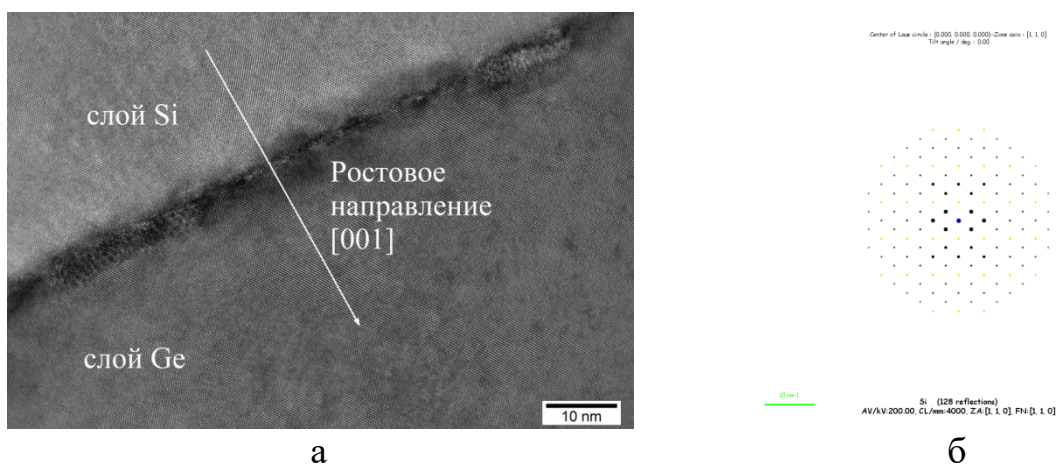


Рис. 5. а) ВРПЭМ-изображение поперечного среза гетерограницы слоев Ge и Si с направлением роста [001], ось зон – [110]; б) дифракционная картина от слоя Si.

Задание:

Определить межплоскостное расстояние d_{110} Si с помощью программного обеспечения Gatan Digital Micrograph по картине атомного разрешения и по дифракционной картине. Для проверки воспользуйтесь формулой расчета межплоскостных расстояний, зная, что параметр решетки Si равен 0.543 нм.

Задание 2

Фурье-преобразование и индицирование электронограммы

Дано:

Дано изображение поперечного среза гетерограницы слоев Ge и Si с направлением роста [001] (ось зон – [110]), полученное на высокоразрешающем просвечивающем электронном микроскопе JEM-2100F, работающем при ускоряющем напряжении 200 кВ (рис. 6).

Задание:

Получить с помощью программного обеспечения Gatan Digital Micrograph Фурье-преобразование от Ge. С помощью программного обеспечения JEMs расшифровать рефлекссы.

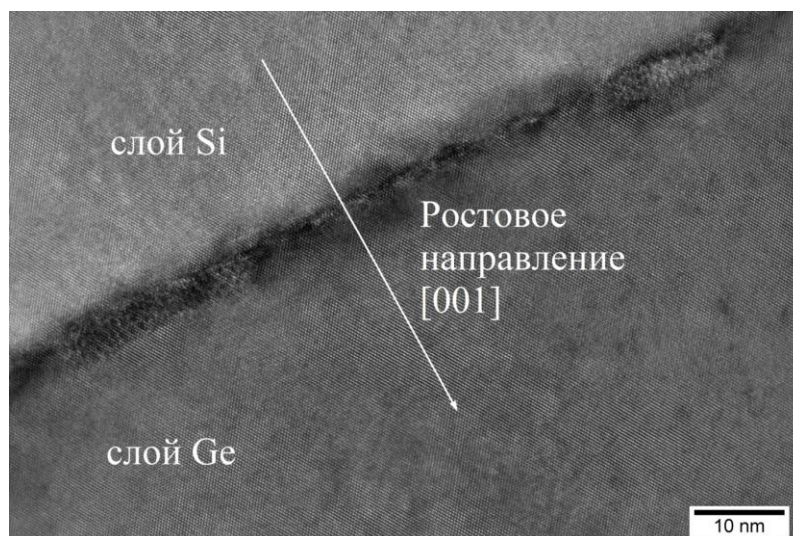


Рис. 6. ВРПЭМ-изображение поперечного среза гетерограницы слоев Ge и Si с направлением роста [001], ось зон – [110].

Требования к отчету

К первому заданию нужно привести в отчете следующие данные:

- 1) Повернутое ПЭМ изображение с указанием области, по которой проводились расчеты (см. приложение 2, рис. 8).
- 2) Профиль интенсивности и область на ПЭМ изображении, от которой был получен профиль интенсивности (см. приложение 2, рис. 8).
- 3) Дифракционную картину и профиль интенсивности (см. приложение 2, рис. 17).
- 4) Результаты расчетов и проверки в виде таблицы.
- 5) Формулу для расчета межплоскостных расстояний, подходящую для исследуемого материала.

Ко второму заданию нужно привести в отчете следующие данные:

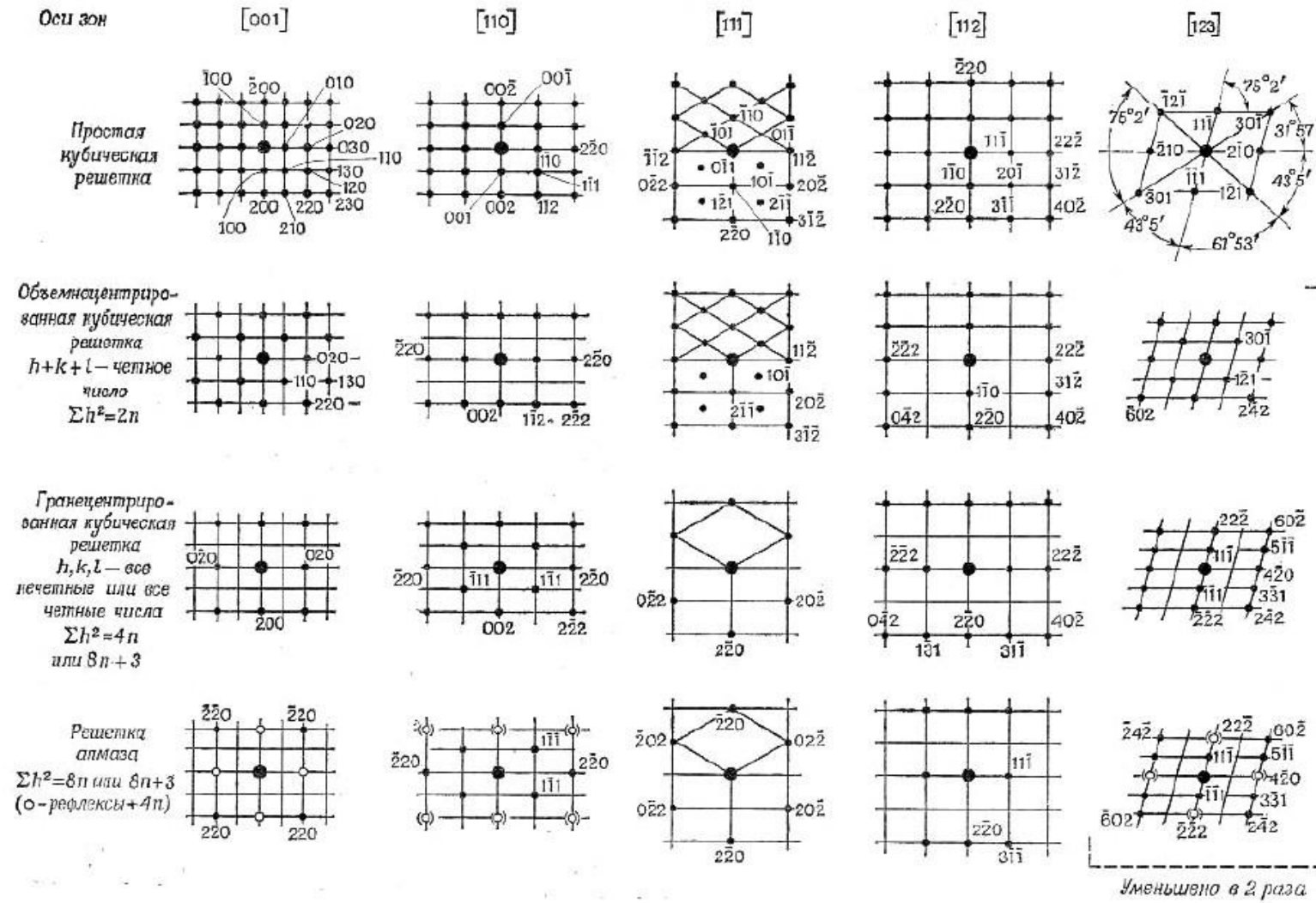
- 1) Повернутое ПЭМ изображение с указанием вырезанной области (см. приложение 3, рис. 8).
- 2) Вырезанную область с Фурье-преобразованием (см. приложение 3, рис. 12).
- 3) Фурье-преобразование совмещенное с картиной дифракции, смоделированной в программе JEMs (см. приложение 3, рис. 22).
- 4) Результаты индицирования (см. приложение 3, рис. 23).

Литература

1. Вайншейн Б.К. / Структурная электронография / Вайншейн Б.К. // Москва. – 1956. – 314 с.
2. Павлов П.В. / Физика твердого тела / Павлов П.В., Хохлов А.Ф. // Нижний Новгород: Нижегородский госуниверситет. – 1993. – 490 с.
3. Хирш П. / Электронная микроскопия тонких кристаллов / Хирш П., Хови А., Николсон Р., Пэшли Д. Уэллан М. // Москва: Мир. – 1968. – 574 с.
4. Китайгородский А.И. / Рентгеноструктурный анализ / Китайгородский А.И. // Москва. – 1950. – 651 с.
5. Белов Н.В. / Структурная кристаллография / Белов Н.В. // Москва: Академия наук СССР. – 1951. – 88 с.
6. Миркин Л.И. / Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов / Миркин Л.И. // Москва: Физ-мат. лит. – 1961. – 863 с.
7. Горелик С.С. / Рентгенографический и электроннооптический анализ / Горелик С.С., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А. // Москва: Металлургия. – 1970. – 91 с.

Приложения

Приложение 1. Эталонные электронограммы для кубического кристалла



Приложение 2. Расчет межплоскостного расстояния

Дано:

Изображение поперечного среза поверхности слоя Ge с направлением роста [001] и дифракционная картина от слоя Ge (рис. 1), полученные на высокоразрешающем просвечивающем электронном микроскопе JEM-2100F (200 кВ).

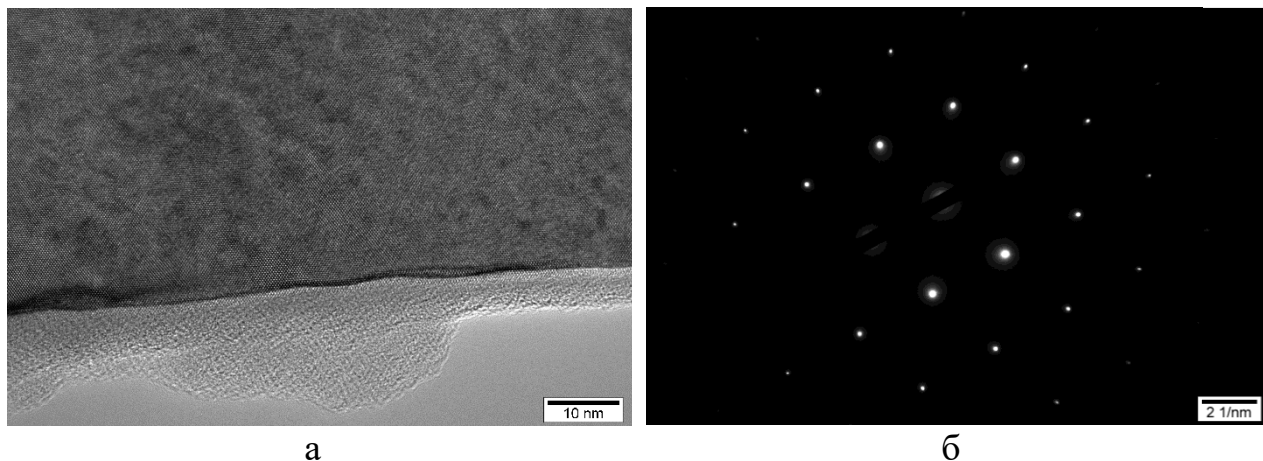


Рис. 1. а) ВРПЭМ-изображение поперечного среза поверхности слоя Ge с направлением роста [001]; б) дифракционная картина от слоя Ge.

Задание:

Определить межплоскостное расстояние d_{111} Ge с помощью программного обеспечения Gatan Digital Micrograph по картине атомного разрешения и по дифракционной картине. Для проверки воспользуйтесь формулой расчета межплоскостных расстояний, зная, что параметр решетки Ge равен 0.566 нм.

1. Последовательность действий для расчета межплоскостного расстояния по картине атомного разрешения:

1) Откройте изображение поперечного среза поверхности слоя Ge формата TIFF в программе Gatan Digital Micrograph.

2) Проведите калибровку изображения следующим образом: «Microscope» → «Calibrate Image...» (рис. 2) → совместите появившуюся красную линию с калибровочной шкалой на изображении (рис. 3) → в появившемся окне нажмите «ОК» → выберите единицы измерения и введите длину калибровочной шкалы, которая указана на исходном изображении (рис. 4) → нажмите «ОК».

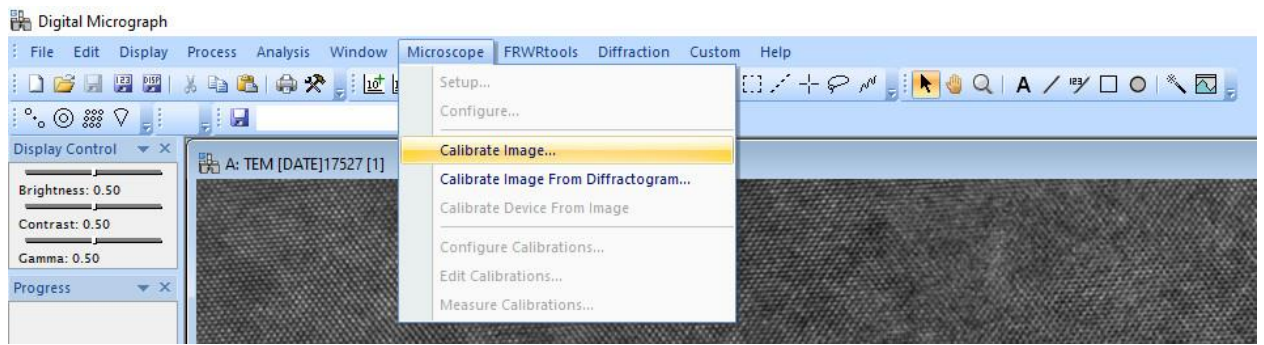


Рис. 2.

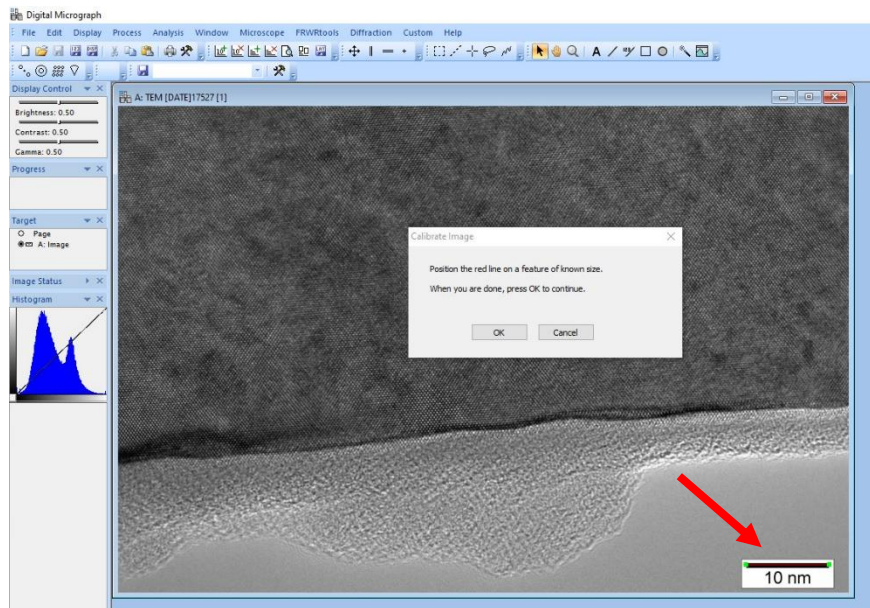


Рис. 3.

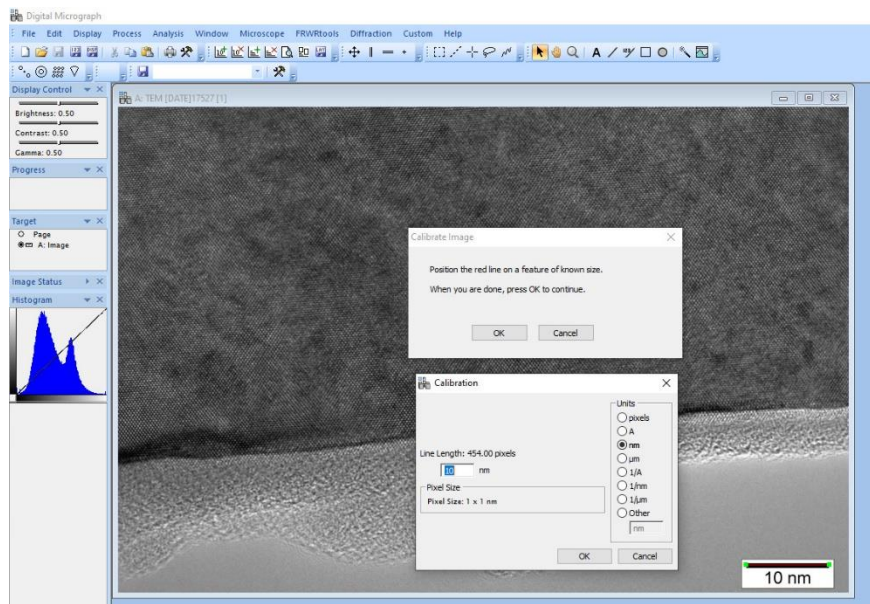


Рис. 4.

3) Поверните изображение таким образом, чтобы поверхность слоя Ge была строго горизонтальна: выделите изображение → «Process» → «Rotate...»

(рис. 5) → выделите нужное направление поворота и выберите угол (рис. 6)
→ нажмите «ОК».

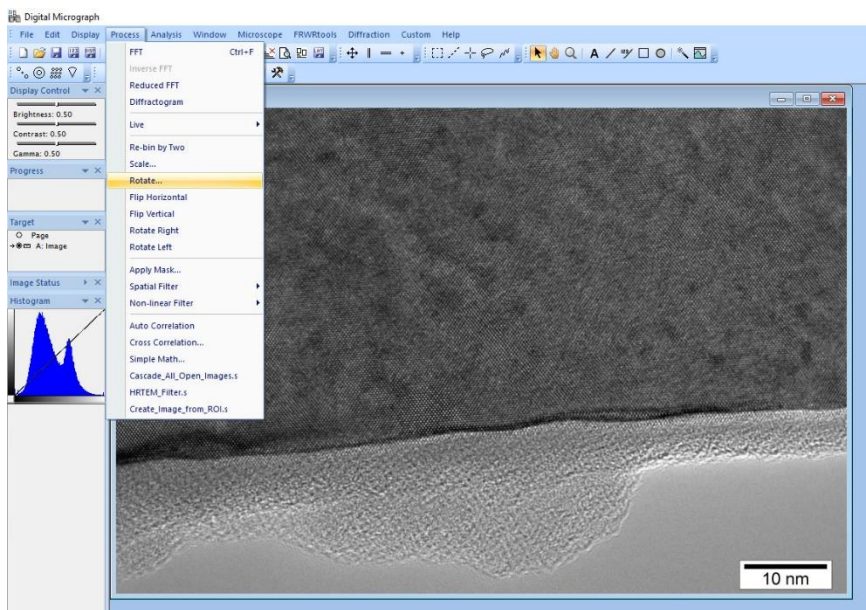


Рис. 5.

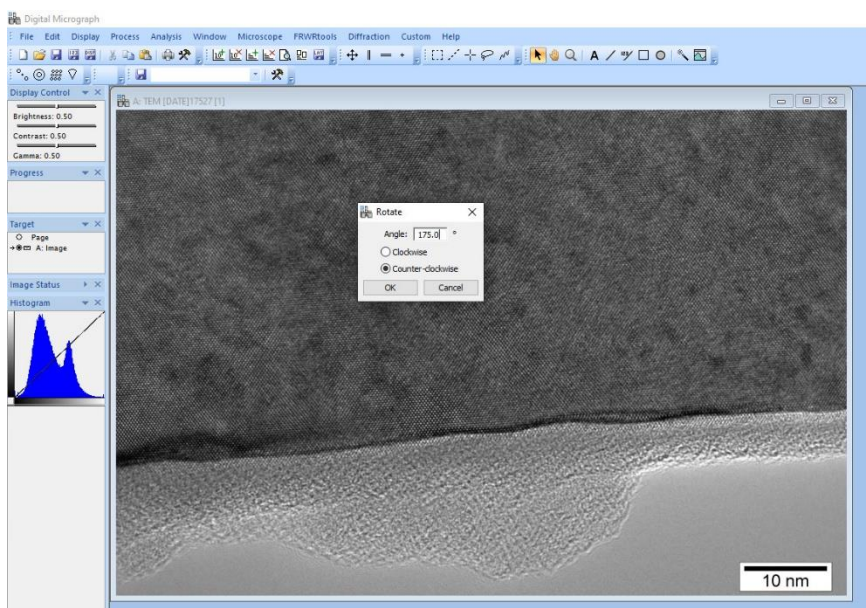


Рис. 6.

4) Вырежьте область изображения, где контуры плоскостей Ge наиболее четко проявляются: «Rectangle» (рис. 7) → выделите необходимую область (рис. 8) → «Process» → «Create_Image_from_ROI.s» (рис. 9) → в появившемся окне нажмите «ОК». В вырезанном изображении автоматически появляется масштабная шкала, у которой вы можете поменять шрифт, цвет и другие параметры: выделите масштабную шкалу → нажмите на нее правой кнопкой мыши (рис. 10).

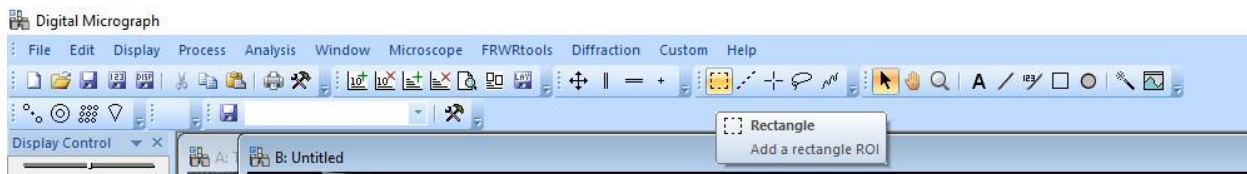


Рис. 7.

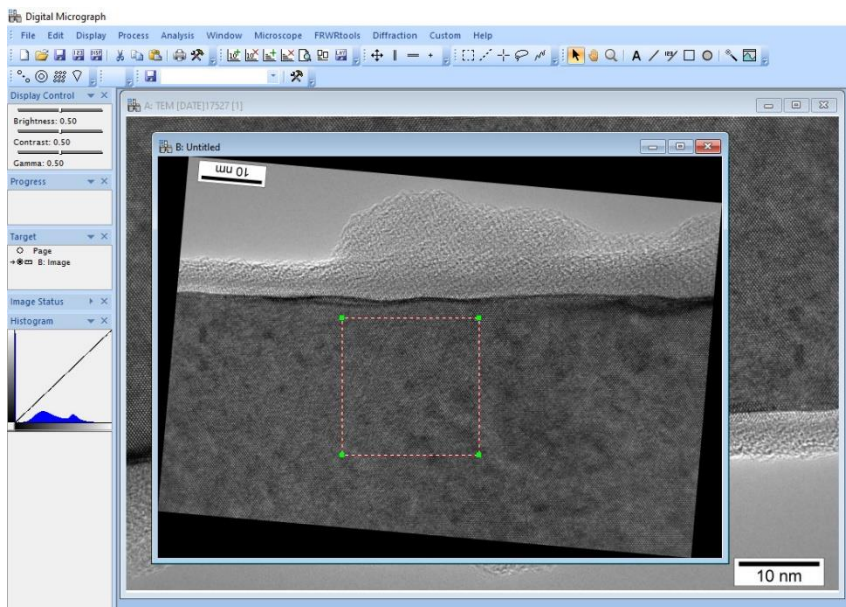


Рис. 8.

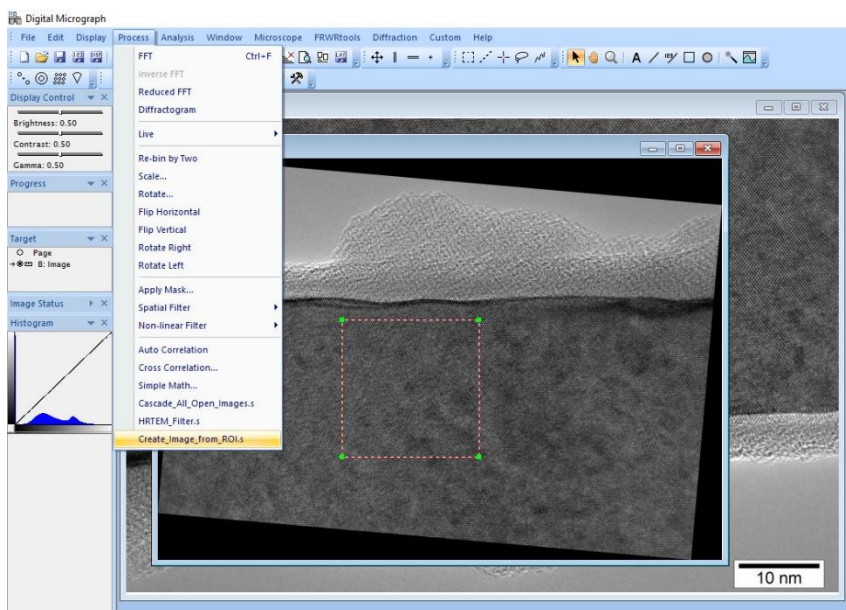


Рис. 9.

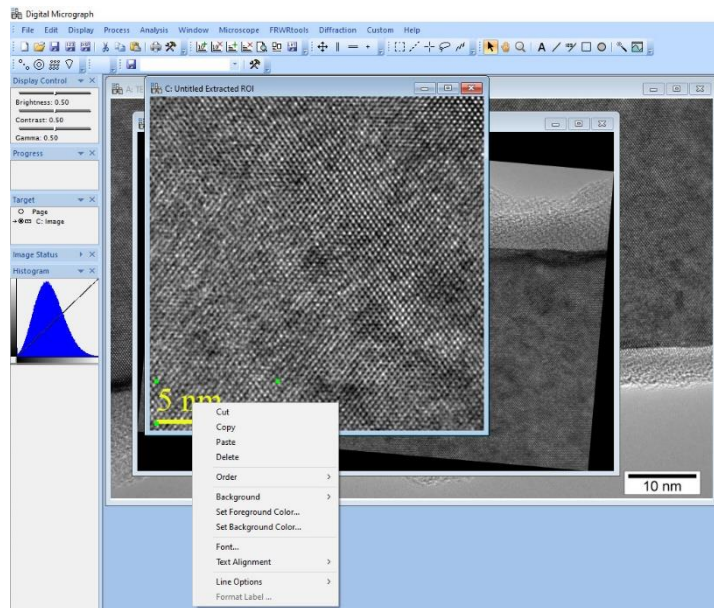


Рис. 10.

5) Воспользуйтесь Приложением 1 и определите, где расположены контуры от плоскостей типа (111).

6) Постройте профиль интенсивности через плоскости типа (111): нажмите «Profile» (рис. 11) → проведите профиль интенсивности примерно перпендикулярно контурам того семейства плоскостей, межплоскостное расстояние которого нужно определить (рис. 12) → расширьте профиль для усреднения с помощью клавиши «+» и поправьте его, чтобы он был точно перпендикулярен семейству плоскостей (рис. 13).

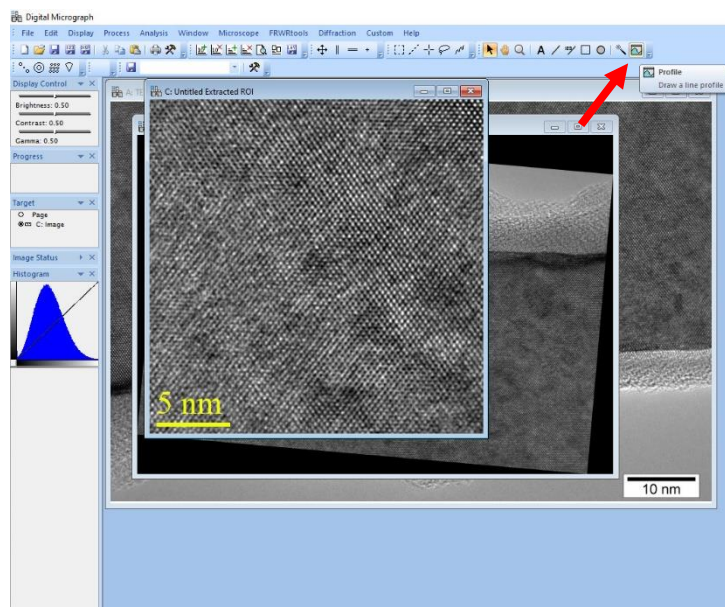


Рис. 11.

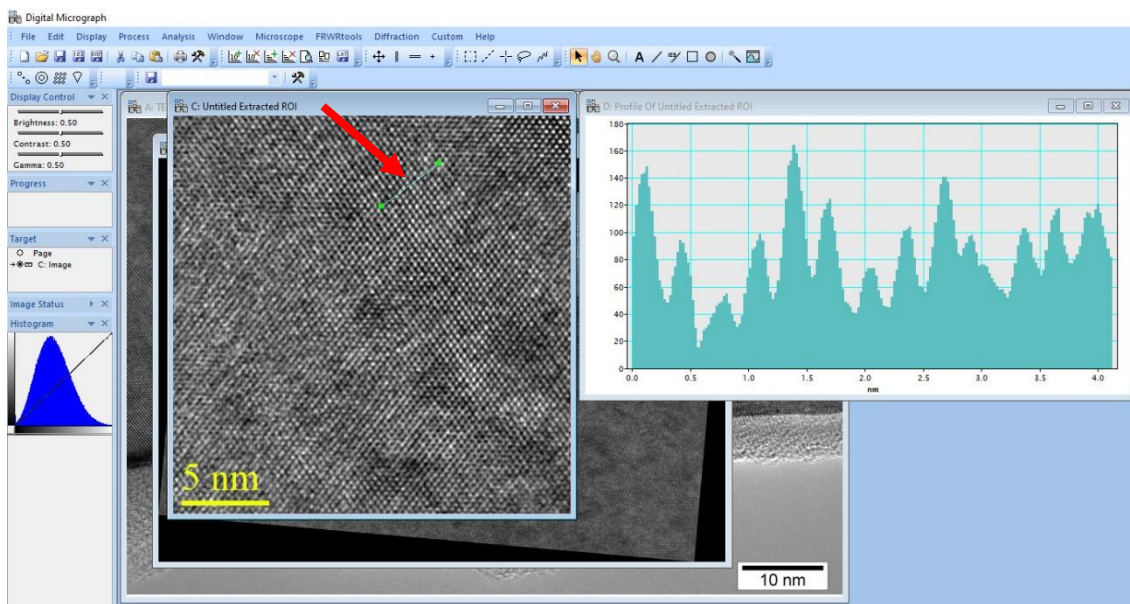


Рис. 12.

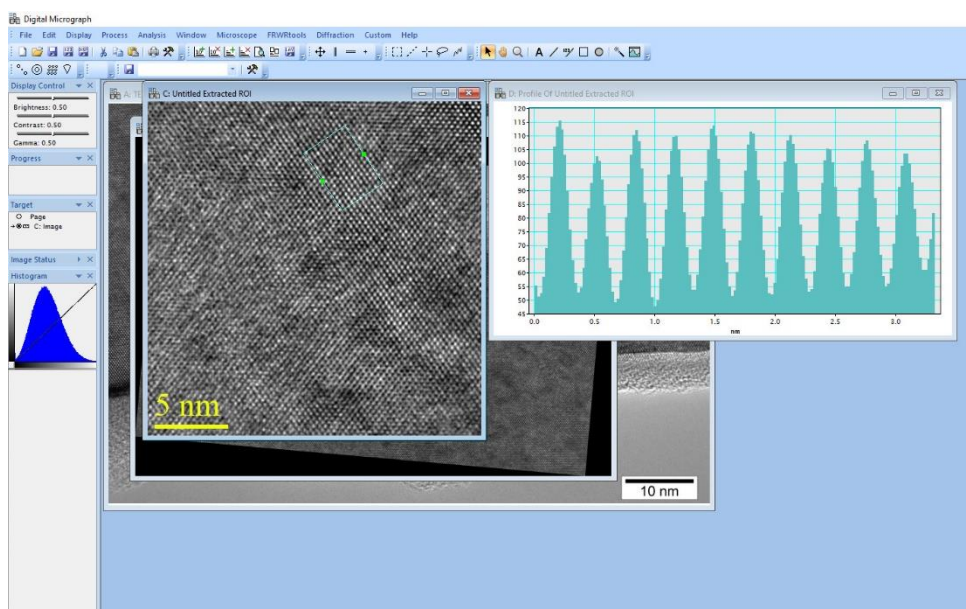


Рис. 13.

7) Определите межплоскостное расстояние. Для этого в окне «Profile Of Untitled Extracted ROI» нажмите левой кнопкой мыши (ЛКМ) на максимум крайнего левого пика, удерживайте ЛКМ и проведите мышкой до максимума крайнего правого пика. В нижней части окна «Profile Of Untitled Extracted ROI» будет указано расстояние, между максимумами крайних пиков (рис. 14). Поделите это значение на число промежутков между крайними пиками. Полученное значение и будет межплоскостным расстоянием семейства плоскостей типа (111) слоя Ge. В данном случае получилось 0.324 нм.

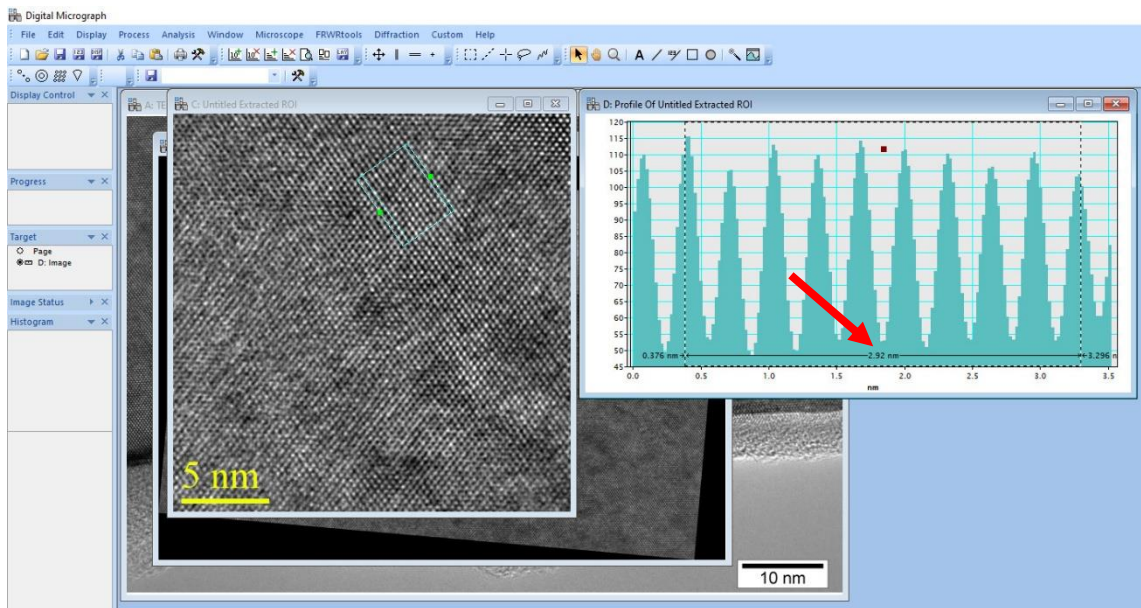


Рис. 14.

2. Последовательность действий для расчета межплоскостного расстояния по дифракционной картине:

1) Откройте дифракционную картину слоя Ge формата TIFF в программе Gatan Digital Micrograph.

2) Проведите калибровку изображения следующим образом: «Microscope» → «Calibrate Image...» → совместите появившуюся красную линию с калибровочной шкалой на изображении → в появившемся окне нажмите «ОК» → выберите единицы измерения 1/нм и введите длину калибровочной шкалы в единицах 1/нм, для этого надо поделить 1 на длину калибровочной шкалы в единицах 1/нм (рис. 15) → нажмите «ОК».

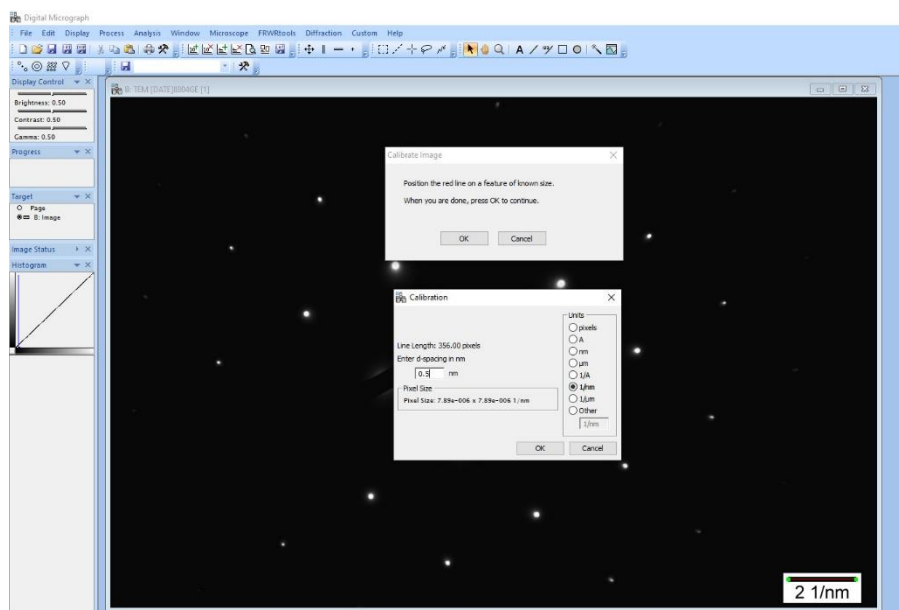


Рис. 15.

3) Постройте профиль интенсивности через середины рефлексов, отвечающих семейству плоскостей типа (111) и расширьте его (рис. 16).

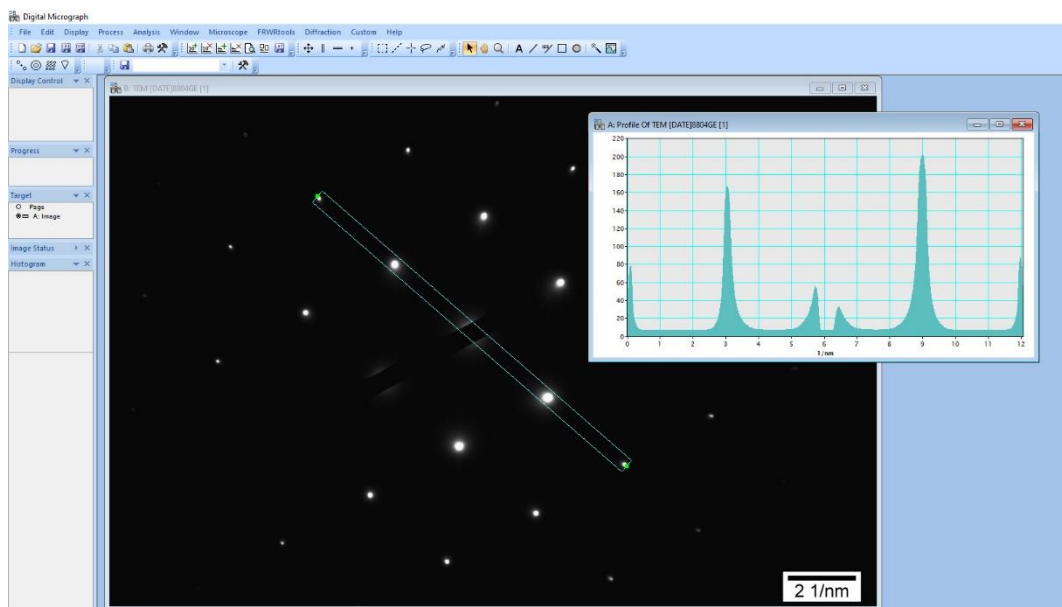


Рис. 16.

4) Определите расстояния между центрами рефлексов. В данном случае оно равно 5.97 1/нм (рис. 17). Межплоскостное расстояние семейства плоскостей типа (111) слоя Ge будет равно 0.33 нм.

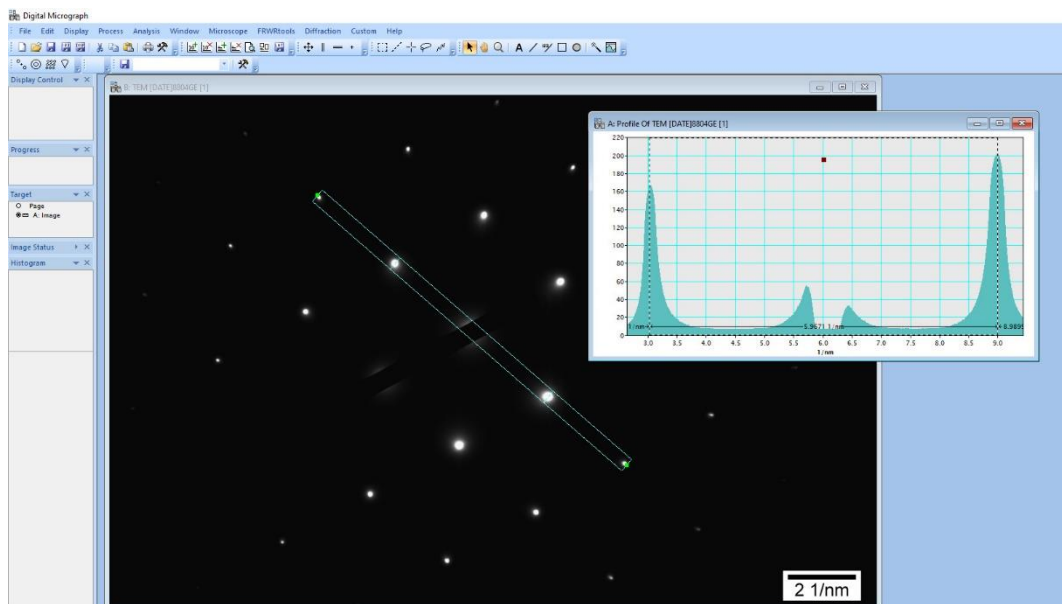


Рис. 17.

Приложение 3. Фурье-преобразование и индицирование электронограммы

Дано:

Изображение поперечного среза гетерограницы пленки SiO_2 и подложки Si (001), полученное на высокоразрешающем просвечивающем электронном микроскопе JEM-2100F (200 кВ).

Задание:

Получить с помощью программного обеспечения Gatan Digital Micrograph Фурье-преобразование от подложки Si. С помощью программного обеспечения JEMs расшифровать рефлексы.

Последовательность действий:

1) Откройте изображение поперечного среза гетерограницы пленки SiO_2 и подложки Si с ориентацией (001) формата TIFF в программе Gatan Digital Micrograph.

2) Проведите калибровку изображения следующим образом: «Microscope» → «Calibrate Image...» (рис. 1) → совместите появившуюся красную линию с калибровочной шкалой на изображении (рис. 2) → в появившемся окне нажмите «ОК» → выберите единицы измерения и введите длину калибровочной шкалы, которая указана на исходном изображении (рис. 3) → нажмите «ОК».

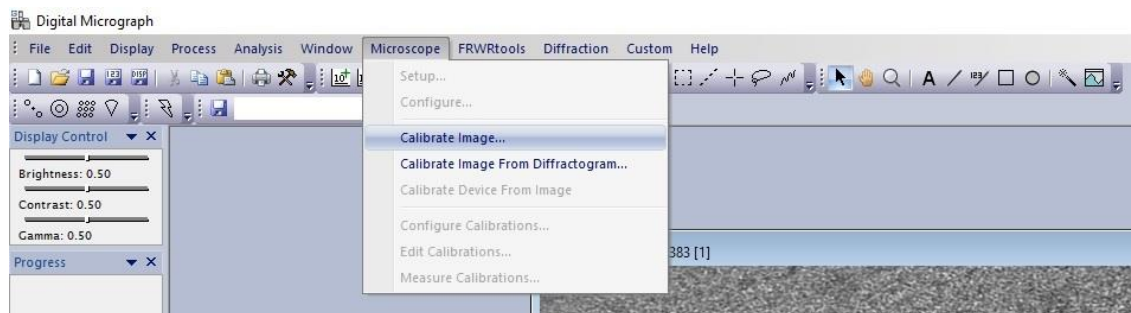


Рис. 1.

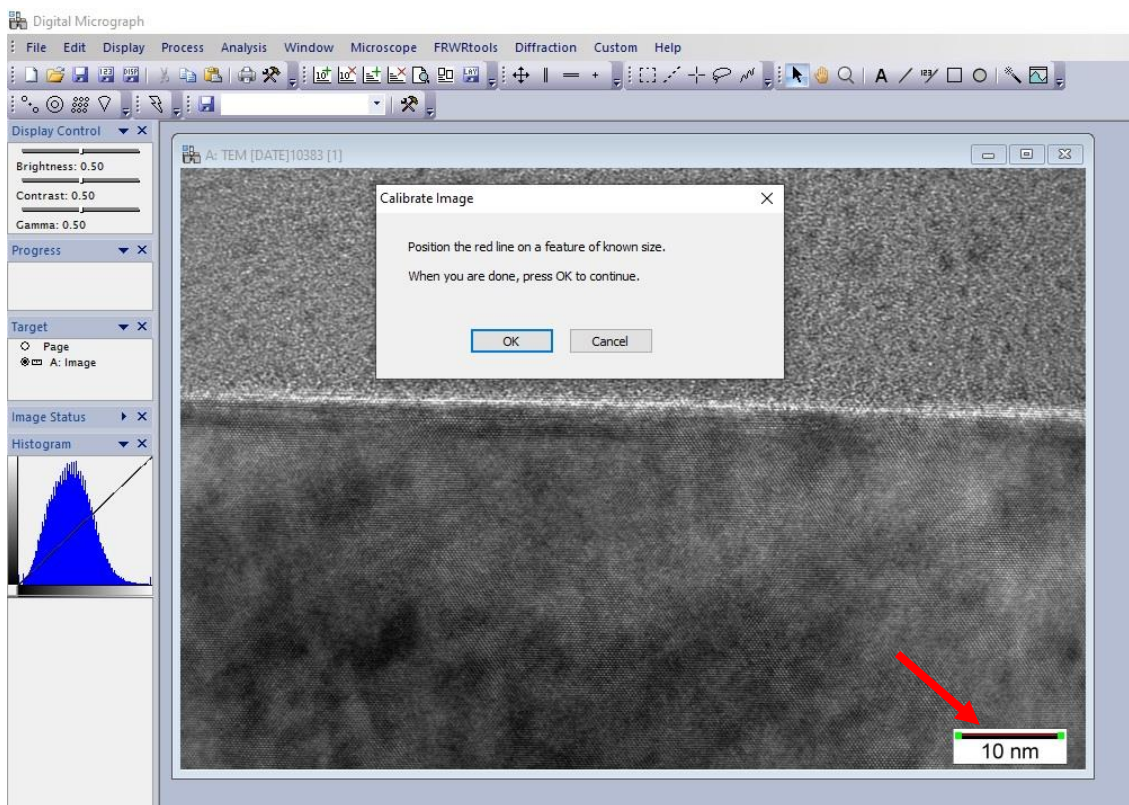


Рис. 2.

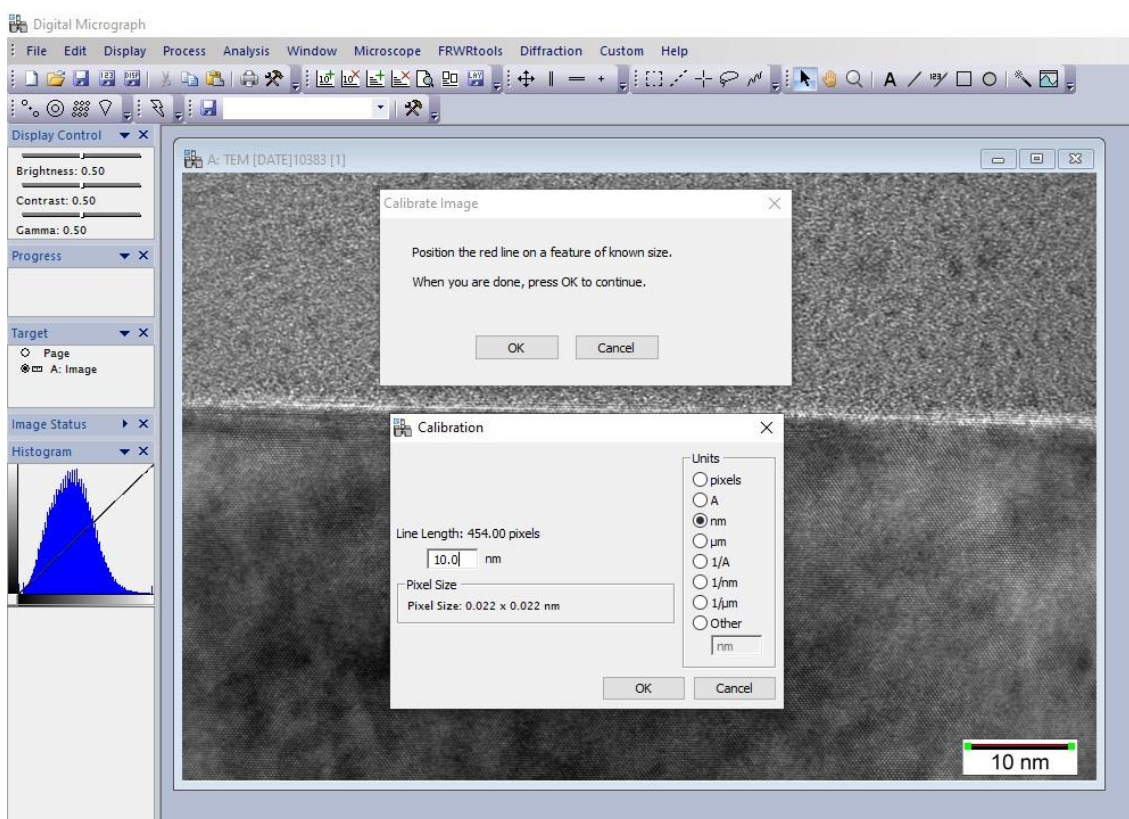


Рис. 3.

3) Поверните изображение таким образом, чтобы гетерограница была строго горизонтальна: выделите изображение → «Process» → «Rotate...» (рис.

4) → выделите нужное направление поворота и выберите угол (рис. 5) → нажмите «ОК».

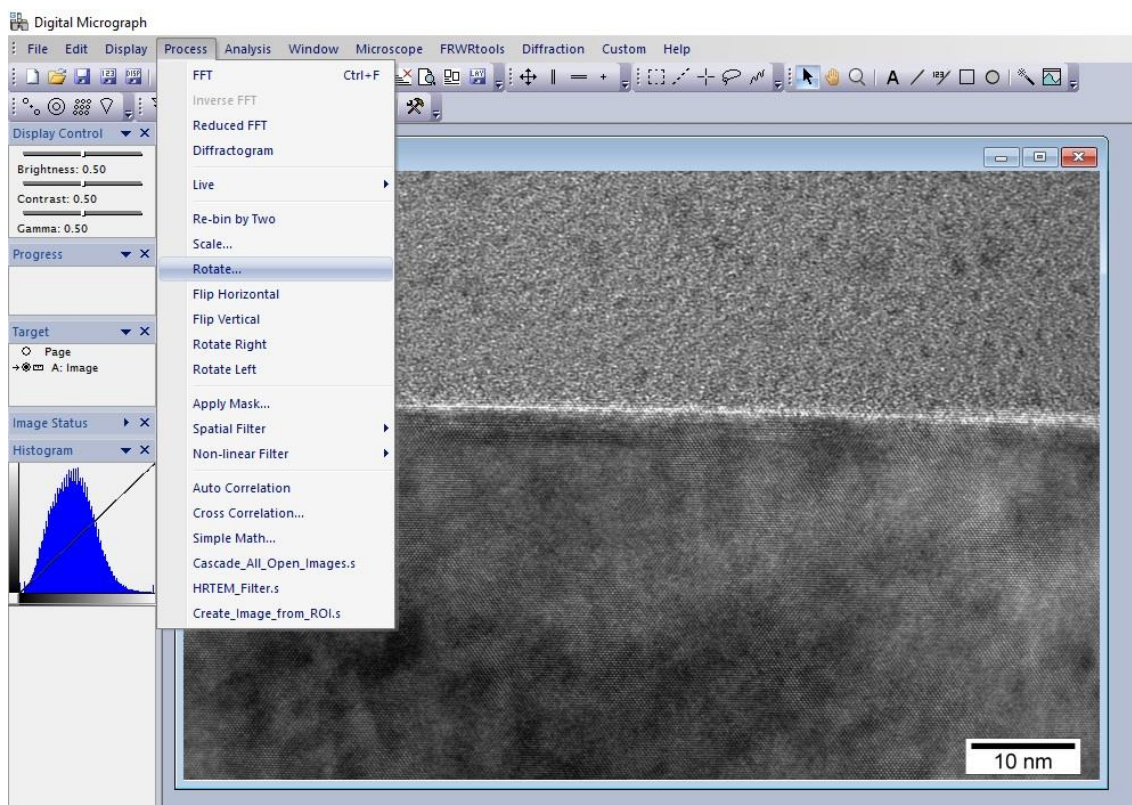


Рис. 4.

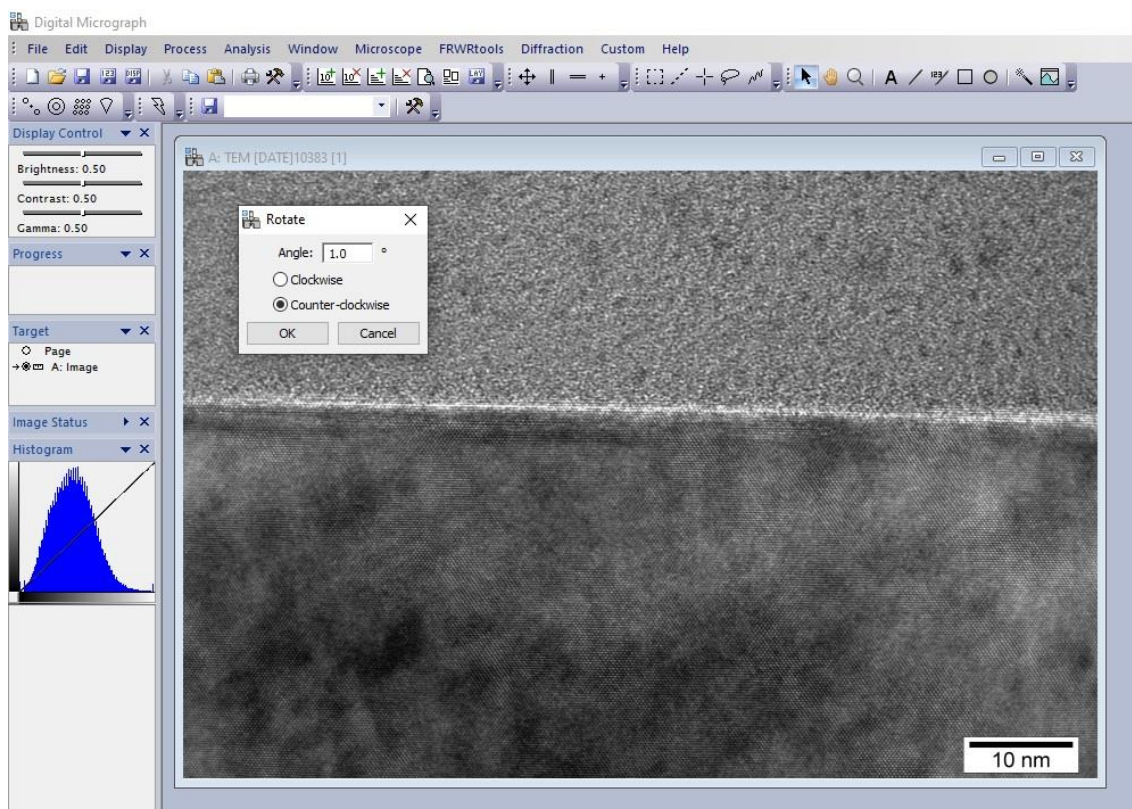


Рис. 5.

4) Вырежьте область изображения, от которой необходимо получить Фурье-преобразование: «Rectangle» (рис. 6) → выделите необходимую область (рис. 7) → «Process» → «Create_Image_from_ROI.s» (рис. 8) → в появившемся окне нажмите «ОК». В вырезанном изображении автоматически появляется масштабная шкала, у которой вы можете поменять шрифт, цвет и другие параметры: выделите масштабную шкалу → правой кнопкой нажмите на нее (рис. 9).

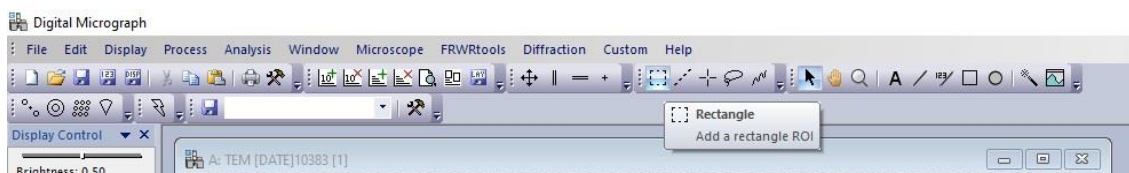


Рис. 6.

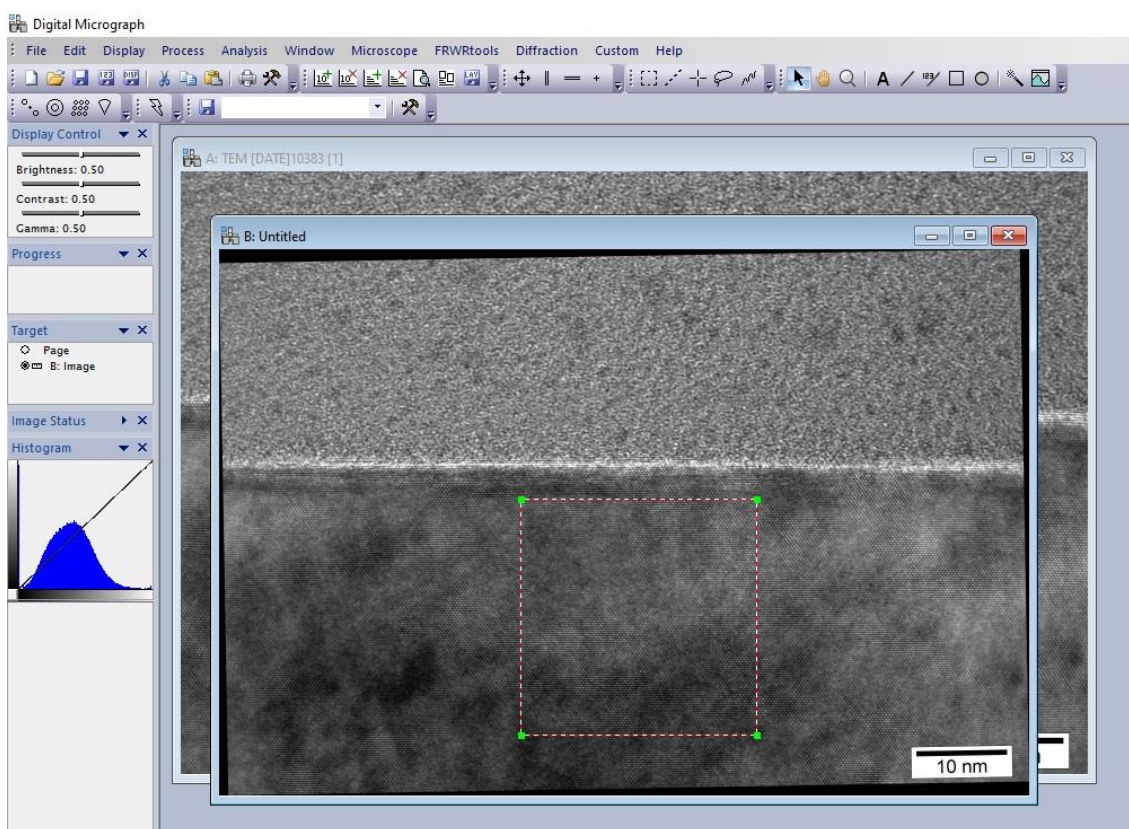


Рис. 7.

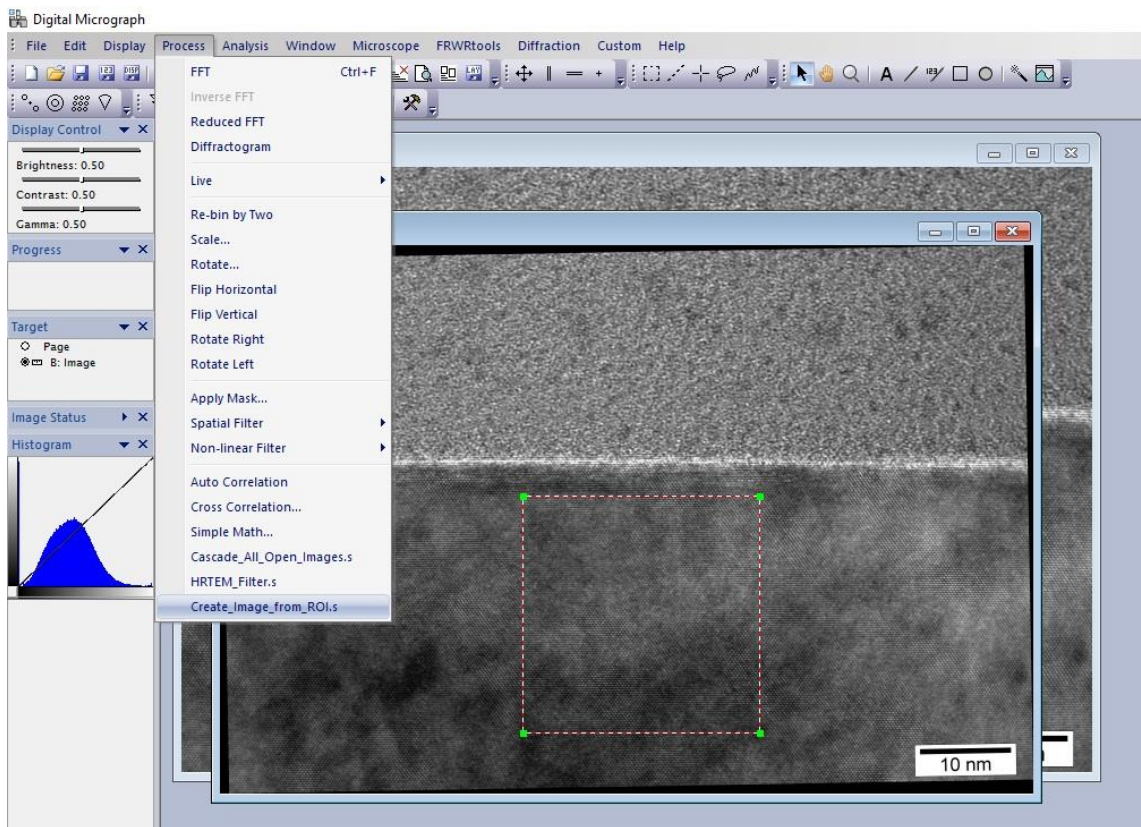


Рис. 8.

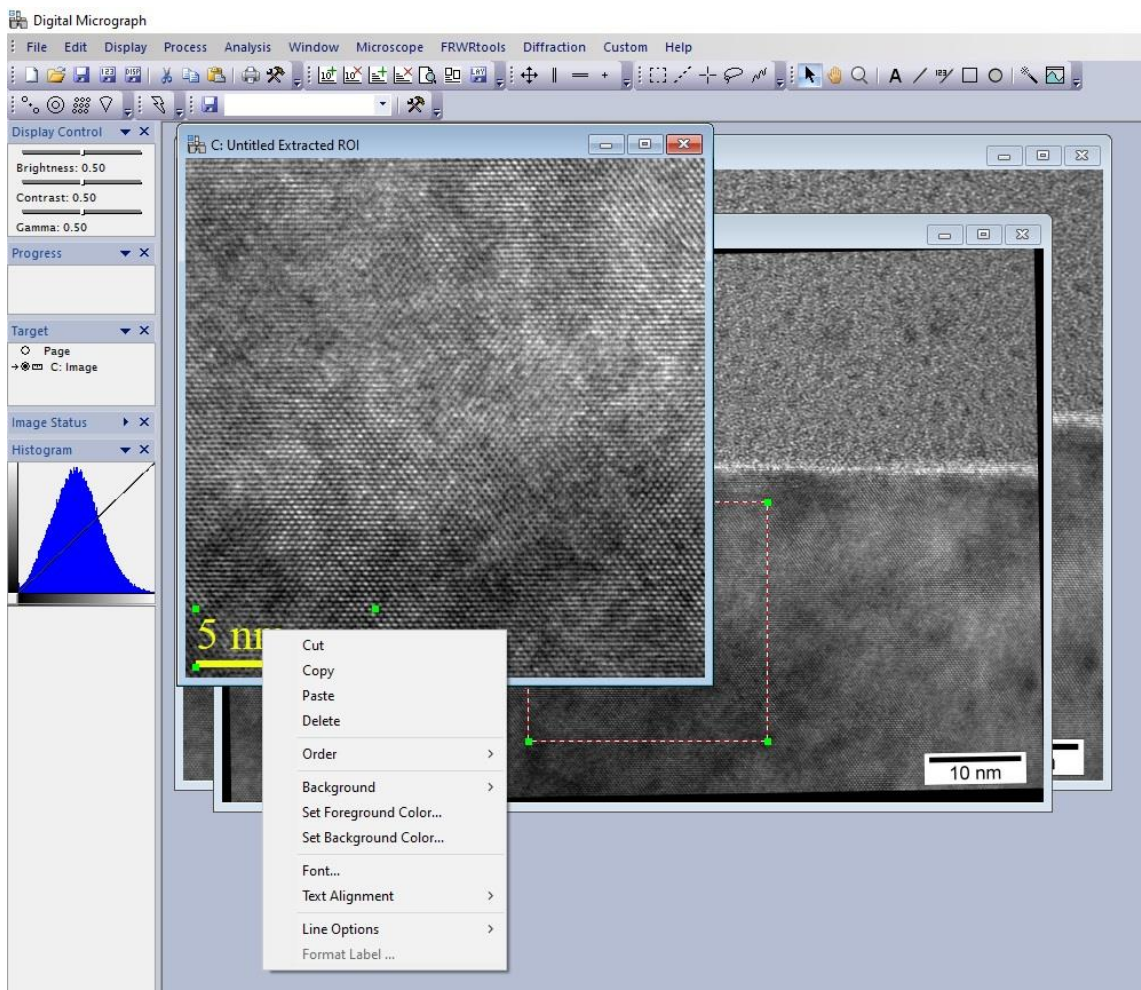


Рис. 9.

5) Сделайте Фурье-преобразование вырезанной области: выделите вырезанное изображение → «Process» → «FFT» (рис. 10) → выделите Фурье-преобразование → «Add new scale-mark» (рис. 11) → «File» → «Save Display as ...» → выберите путь для сохранения Фурье-преобразования → нажмите «Сохранить» → в открывшемся окне поставьте галочки на «Include Annotation» и «Actual Resolution» (рис. 12) → нажмите «ОК».

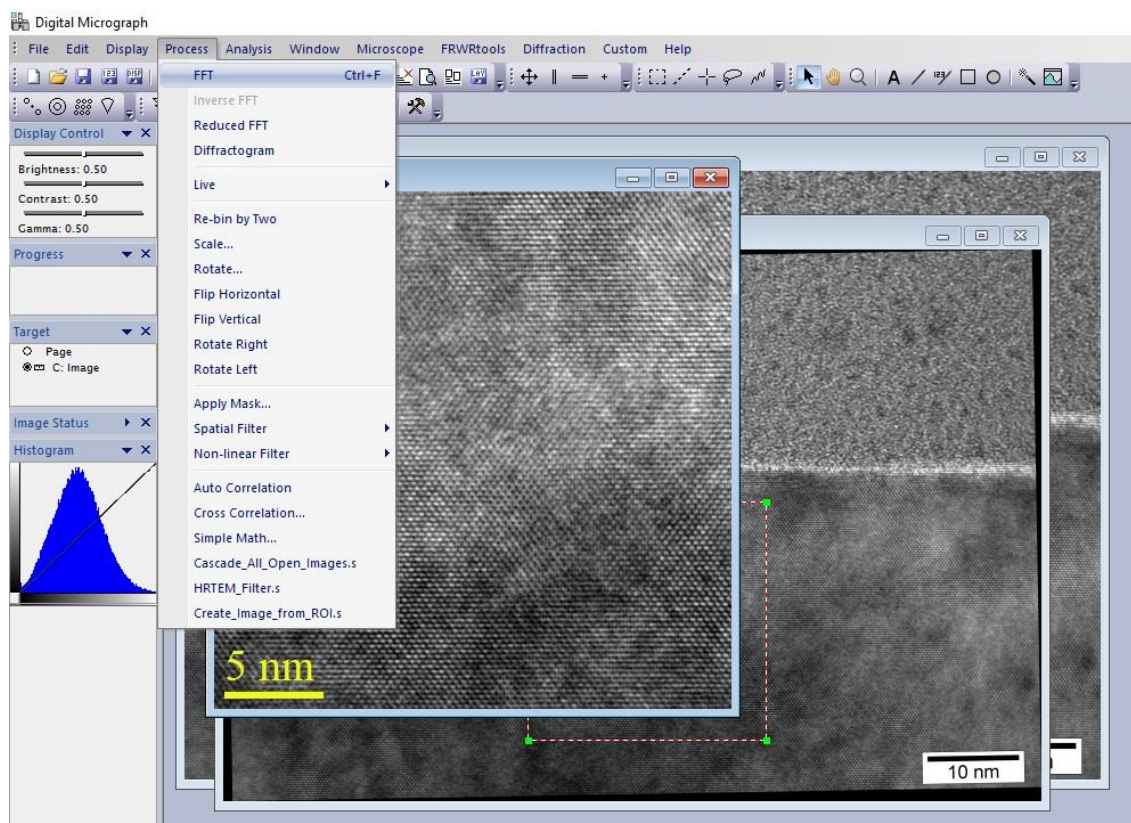


Рис. 10.

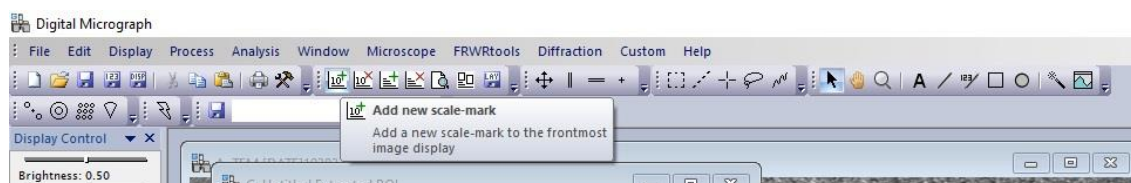


Рис. 11.

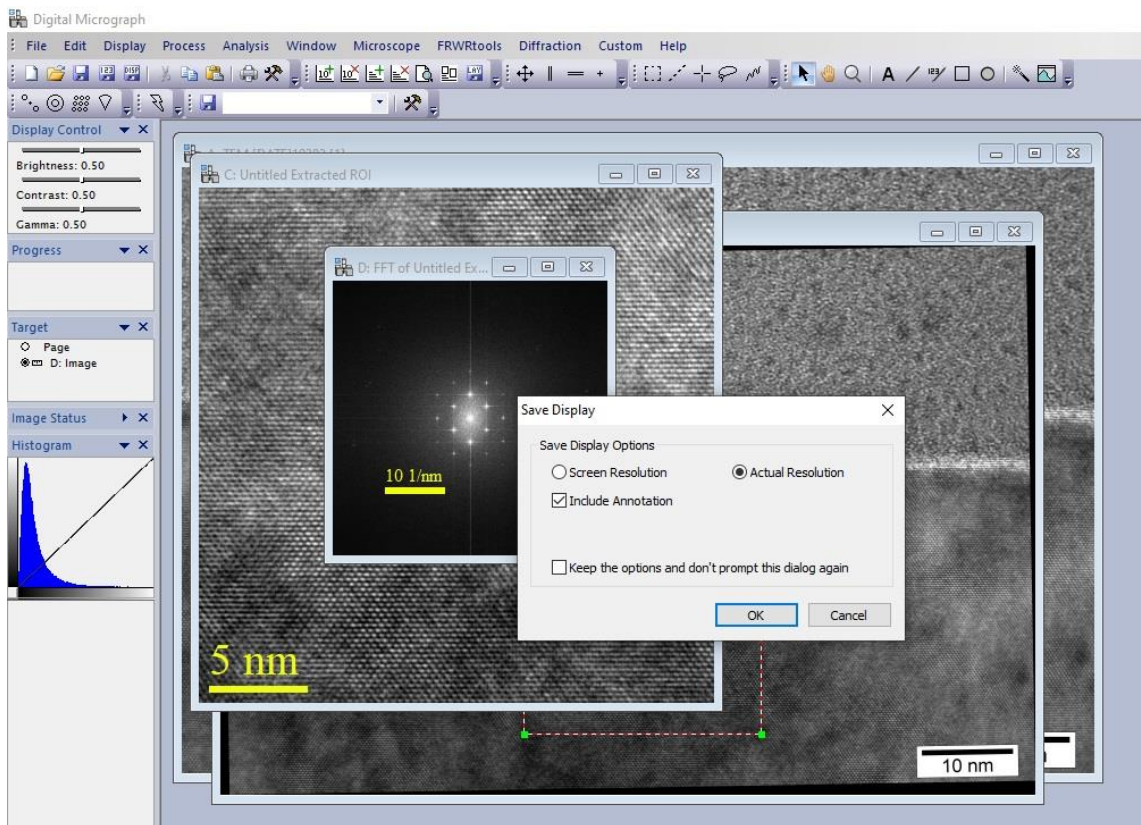


Рис. 12.

6) Откройте программу JEMs → «Open crystal file» (рис. 13) → Откройте папку «Cubic», которая расположена в папке с программой JEMs → выберите файл «Si.txt» (рис. 14) → нажмите «Open» → «Define specimen orientation» (рис. 15) → введите индексы оси зон (рис. 16) → нажмите клавишу «Enter» на клавиатуре → нажмите «ОК» → «Draw diffraction pattern» (рис. 17.) → откройте вкладку «Options» → поставьте галочку на «Double diff.» (рис. 18).

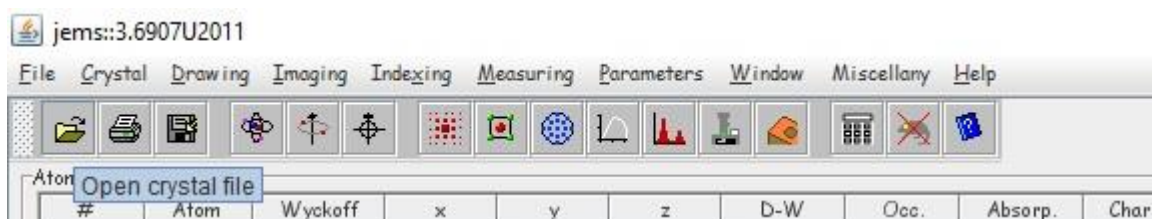


Рис. 13.

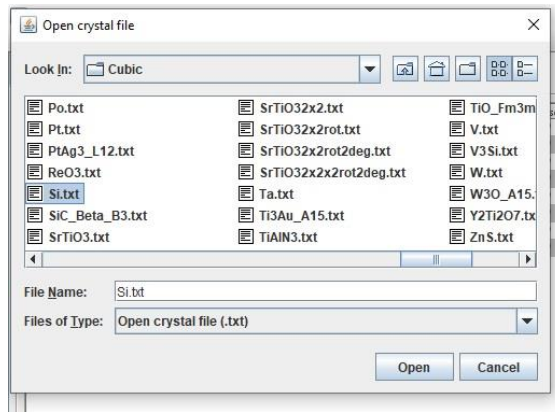


Рис. 14.

jems::3.6907U2011

File Crystal Drawing Imaging Indexing Measuring Parameters Window Miscellany Help

Define specimen orientation

Atom(s) in the unit cell

#	Atom	Wyckoff	x	y	z	D-W	Occ.	Absorp.	Charge	AFF
0	Si	a	0.000	0.000	0.000	0.0049	1.000	0.029	Def	0
1	Si	a	0.250	0.250	0.250	0.0049	1.000	0.029	Def	0
2	Si	a	0.500	0.500	0.000	0.0049	1.000	0.029	Def	0
3	Si	a	0.000	0.500	0.500	0.0049	1.000	0.029	Def	0
4	Si	a	0.500	0.000	0.500	0.0049	1.000	0.029	Def	0
5	Si	a	0.750	0.750	0.250	0.0049	1.000	0.029	Def	0
6	Si	a	0.250	0.750	0.750	0.0049	1.000	0.029	Def	0
7	Si	a	0.750	0.250	0.750	0.0049	1.000	0.029	Def	0

Рис. 15.

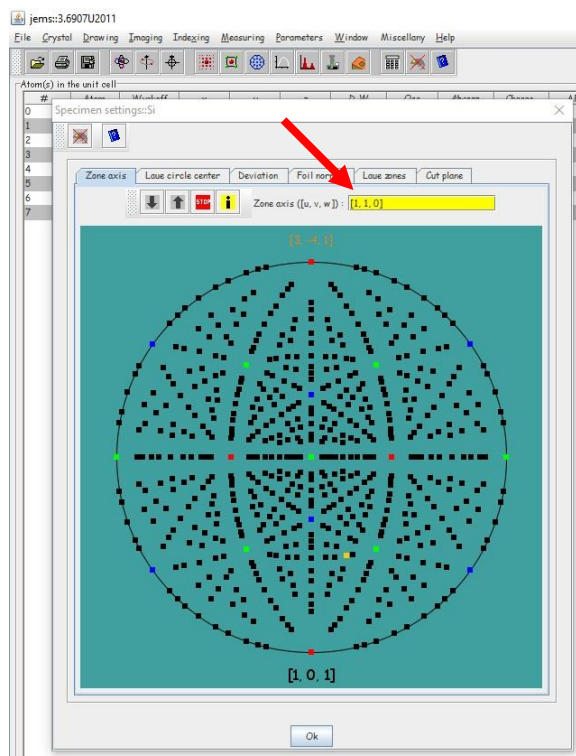


Рис. 16.

jems::3.6907U2011

File Crystal Drawing Imaging Indexing Measuring Parameters Window Miscellany Help

Draw diffraction pattern

Atom(s) in the unit cell

#	Atom	Wyckoff	x	y	z	D-W	Occ.	Absorp.	Charge	AFF
0	Si	a	0.000	0.000	0.000	0.0049	1.000	0.029	Def	0
1	Si	a	0.250	0.250	0.250	0.0049	1.000	0.029	Def	0
2	Si	a	0.500	0.500	0.000	0.0049	1.000	0.029	Def	0
3	Si	a	0.000	0.500	0.500	0.0049	1.000	0.029	Def	0
4	Si	a	0.500	0.000	0.500	0.0049	1.000	0.029	Def	0
5	Si	a	0.750	0.750	0.250	0.0049	1.000	0.029	Def	0
6	Si	a	0.250	0.750	0.750	0.0049	1.000	0.029	Def	0
7	Si	a	0.750	0.250	0.750	0.0049	1.000	0.029	Def	0

Рис. 17.

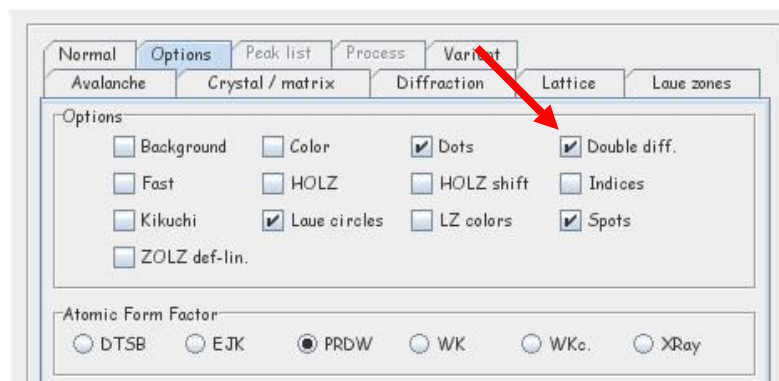


Рис. 18.

7) Поверните дифракционную картину так, чтобы направление, соответствующее направлению роста, исследуемого слоя было направлено вверх: откройте вкладку «Normal» → введите нужное угловое положение или воспользуйтесь ползунком (рис. 19).

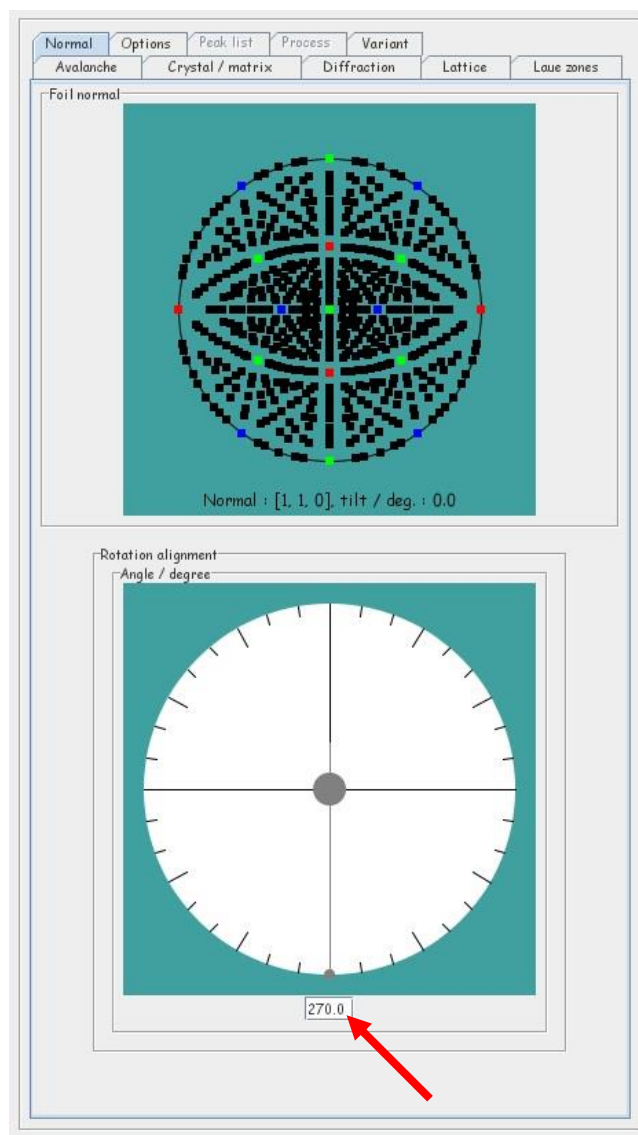


Рис. 19.

8) Совместите Фурье-преобразование с картиной дифракции, смоделированной в программе JEMs: «Load experimental diffraction pattern (рис. 20) → укажите путь к изображению с Фурье-преобразованием → нажмите «Open» → совместите левые концы масштабных шкал от Фурье-преобразования и от картины дифракции, смоделированной в программе JEMs (рис. 21) → откройте вкладку «Diffraction» → двигая ползунок «Change calibration», требуется выровнять масштабные шкалы (рис. 22).



Рис. 20.

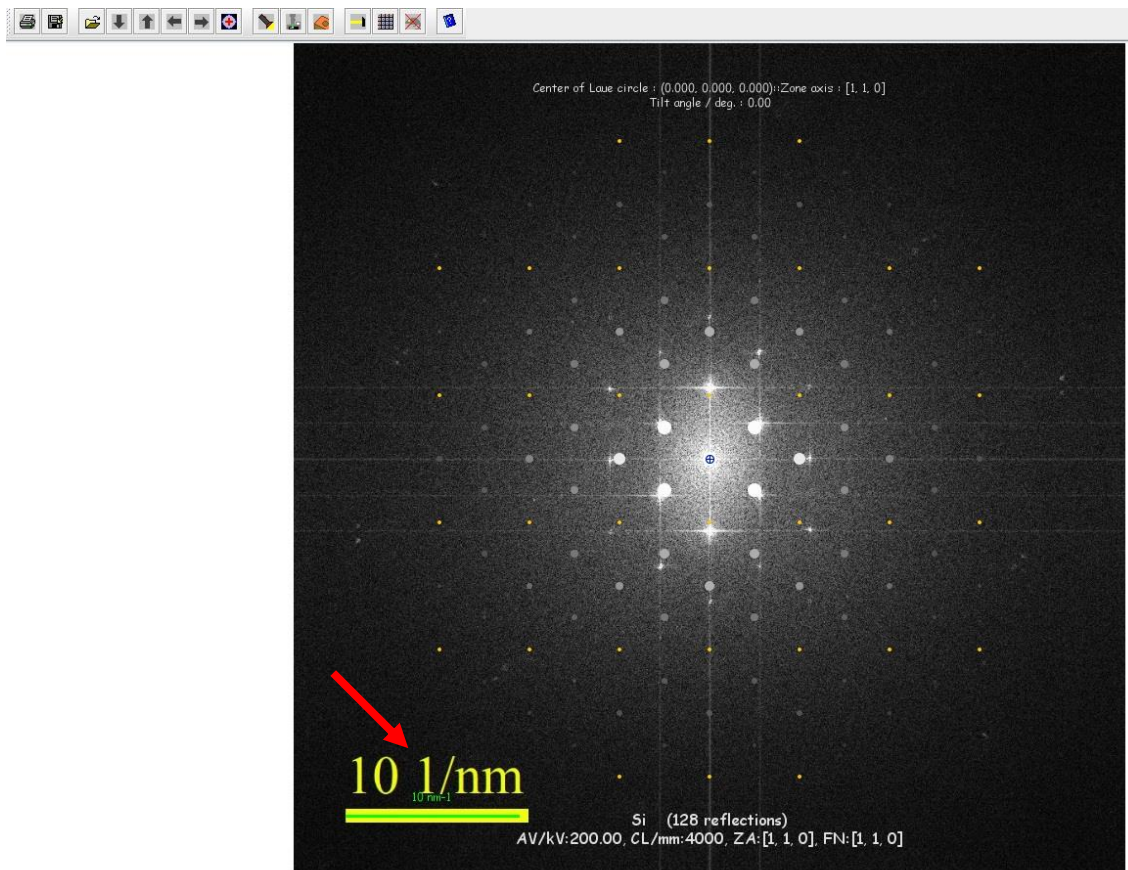


Рис. 21.

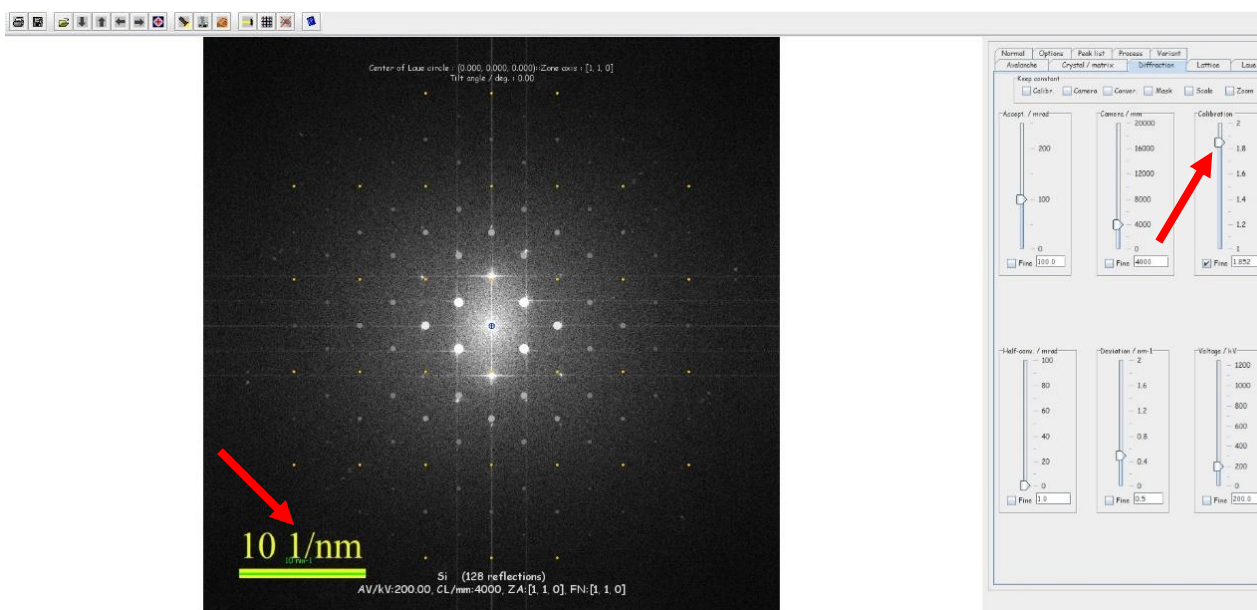


Рис. 22.

9) Расшифруйте рефлексы на Фурье-преобразование: откройте вкладку «Options» → поставьте галочку на «Indices» (рис. 23). Над каждым рефлексом появятся соответствующие индексы. Индексы любого рефлекса можно также определить, если навести на него курсор мыши. В таком случае вверху изображения с дифракционной картиной оранжевыми цифрами будут отображаться соответствующие индексы.

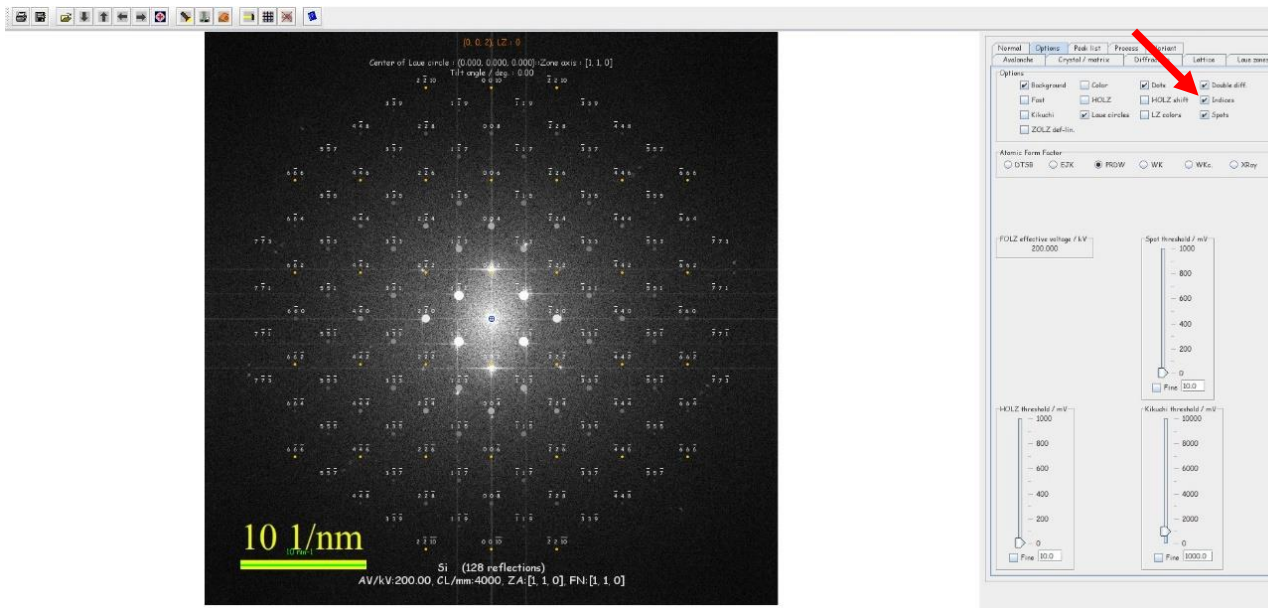


Рис. 23.

Сушков Артем Александрович
Павлов Дмитрий Алексеевич

**РАСSEЯНИЕ УСКОРЕННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ
НА АТОМНОЙ СТРУКТУРЕ**

Практикум

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«Национальный исследовательский Нижегородский государственный
университет им. Н.И. Лобачевского»
603950, Нижний Новгород, пр. Гагарина, 23