

# Difrakce elektronů v krystalech, zobrazení atomů

T. Sýkora<sup>1</sup>, M. Lanč<sup>2</sup>, J. Krist<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Gymnázium Českolipská, Českolipská 373, 190 00 Praha 9, tomas.sykora@email.cz

<sup>2</sup> Gymnázium Otokara Březiny a SOŠ Telč, Hradecká 235, 588 56 Telč, aris.haf@centrum.cz

<sup>3</sup> Mendelovo gymnázium Opava, Komenského 5, 746 01 Opava, SO2@seznam.cz

## Abstrakt

V předkládané práci je popsán způsob určení typu kubické mřížky z difraktogramů polykrystalů (konkrétně vzorků Al, Ni,  $\alpha$ -Fe a TiCl) pořízených transmisí elektronovou mikroskopií (TEM). Dále byl z difraktogramů určován směr dopadajícího elektronového svazku na monokrystal zlata (struktura kubická plošně centrovaná - fcc).

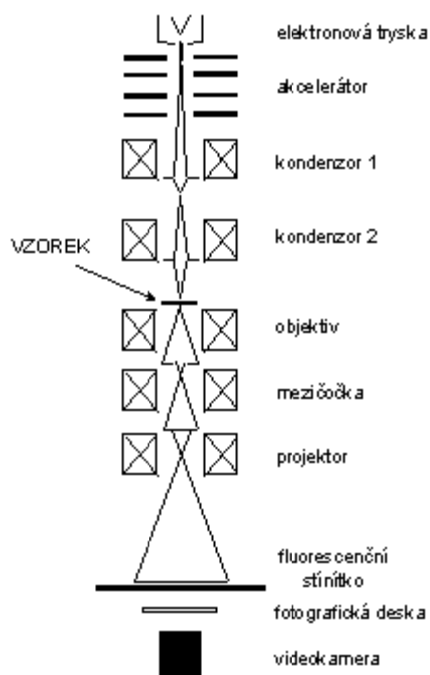
## 1. Úvod

Transmisí elektronová mikroskopie umožňuje zobrazit mikrostrukturu uvnitř materiálu v měřítku od několika mikronů až po zlomky nanometrů, určit symetrii krystalové mříže pomocí elektronové difrakce a pokud je mikroskop vybaven příslušnými spektrometry, provést navíc lokální analýzu chemického složení. Proto se stala cenným nástrojem materiálového výzkumu [1].

## 2. Teoretická část

### 2.1. Transmisí elektronový mikroskop

Transmisí (prozařovací) elektronový mikroskop (TEM) využívá k zobrazení preparátu svazek elektronů. Ten je většinou emitován z wolframové katody a urychlován vysokým napětím. Dále je fokusován magnetickými čočkami a vysokou rychlostí dopadá na vzorek (Obr. 1). Při urychlovacím napětí 200 kV je rychlost elektronů až  $0,7c$  a při konstrukci čoček se tak musí počítat i s relativistickými efekty. Magnetické čočky mají stejné druhy vad jako čočky optické, ale nedají se kompenzovat. Po průchodu elektronů vzorkem je obraz pozorován na fluorescenčním stínítku nebo snímán CCD kamerou. Aby nedocházelo k rozptylu elektronů na molekulách plynu, je v elektronovém mikroskopu udržováno vysoké až ultravysoké vakuum. Vzorek v TEM musí být dostatečně tenký, aby jím elektrony prošly (10 - 200nm) [2].

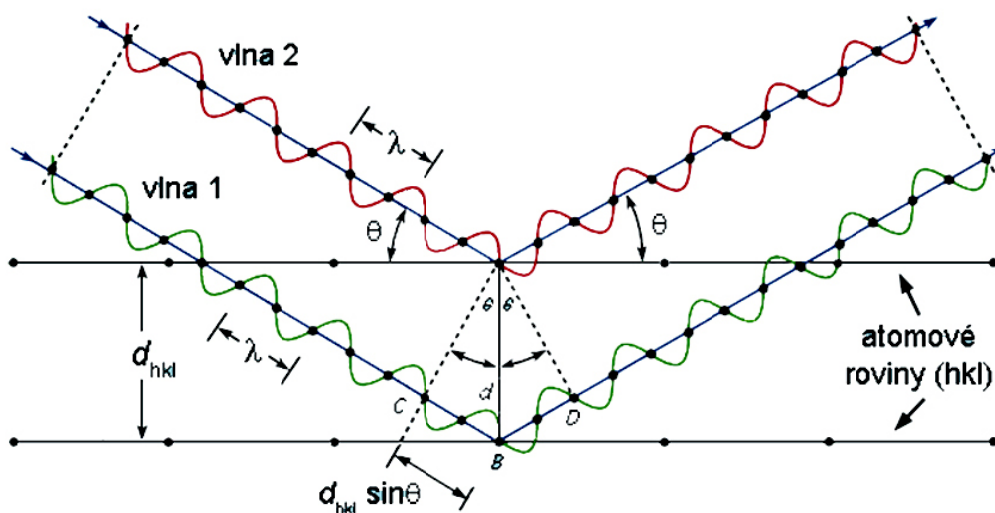


Obr 1. Schéma elektronového mikroskopu

## 2.2. Braggův zákon difrakce

Krystalové roviny o vzdálenosti  $d_{hkl}$  difraktují dopadající záření o vlnové délce  $\lambda$  pod úhlem  $\theta$ ,  $n$  značí řád interference (reflexe) [2]:

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



Obr 2. Schéma Braggova zákona difrakce.

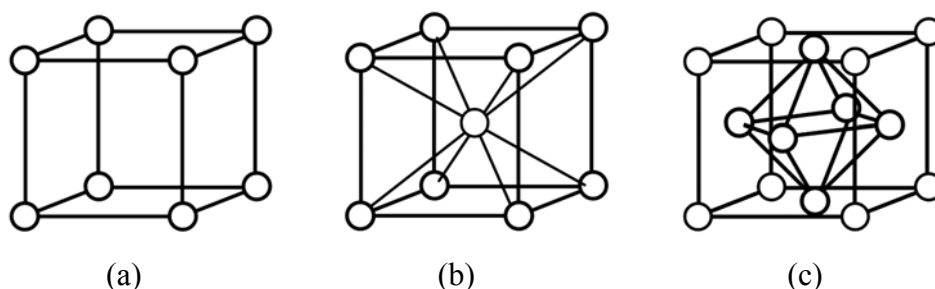
Při průchodu paprsku monokrystalem vytvářejí difrakční obrazce síť bodů, při průchodu polykrystalem to jsou soustředné kružnice.

## 2.3. Strukturní faktor

Strukturní faktor uvádí velikost výsledné amplitudy vlny vzniklé interferencí na elementární buňce. Každý typ kubické mřížky má jiný strukturní faktor.

## 2.4. Kubické krystalové mřížky

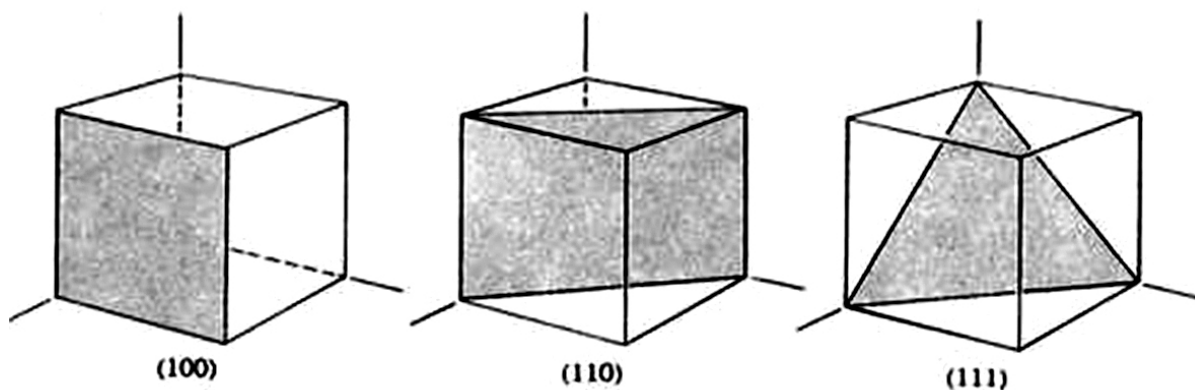
Existují tři typy kubických krystalových mřížek – prostá (*anglicky simple cubic – sc*), prostorově centrovaná (*body centered cubic – bcc*) a plošně centrovaná (*face centered cubic – fcc*) - obr. 3.



Obr. 3. Kubické mřížky: (a) prostá, (b) prostorově centrovaná, (c) plošně centrovaná.

## 2.4. Krystalové roviny

Millerovy indexy krystalových rovin získáme takto: pokud rovina prochází počátkem souřadného systému, posuneme ji mimo něj a určíme délky úseků, které rovina vytíná na osách definovaných základními vektory mřížky. Je-li rovina rovnoběžná s některou z os, je příslušný úsek na této ose roven  $\infty$  a převrácená hodnota  $1/\infty = 0$ . Příklady některých nízkoindexových rovin v kubické mřížce jsou na obrázku 4.



Obr. 4. Příklady indexování krystalových rovin

## 2.5. Postup indexování kroužkových difraktogramů

Svazek elektronů dopadá na polykrystalický vzorek a je difraktován na krystalových rovinách. Podle typu mřížky dochází ke konstruktivní (vlny mají stejnou fázi) nebo destruktivní interferenci (vlny mají opačnou fázi), což se projeví v počtu soustředných kružnic ve vzniklém difraktogramu. Každé kružnici odpovídá jedna krystalová rovina. Využitím Braggova zákona a strukturního faktoru lze odvodit, které roviny přispívají k difrakci a které reflexe (kroužky) se v důsledku destruktivní interference nezobrazí.

U prosté kubické mřížky k destruktivní interferenci nedochází a všechny roviny  $hkl$  (100, 110, 111, 200, 210, 211, 220, 221, 222, 300, 311, 321, 400, 311, ...) se v difraktogramu zobrazí.

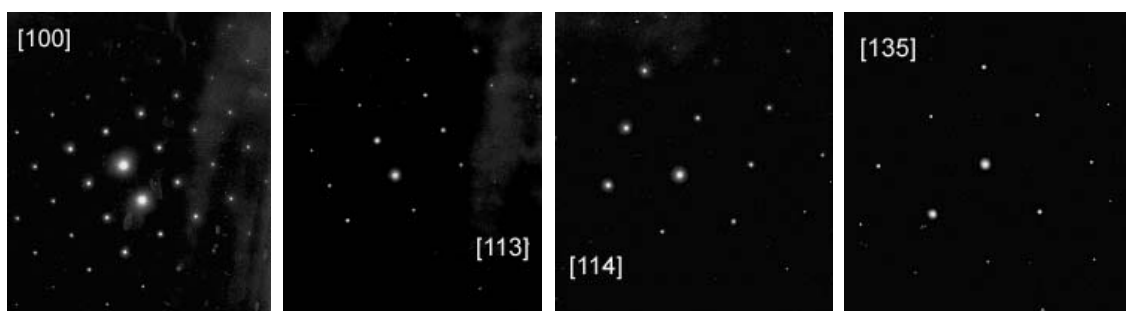
U prostorově centrované kubické mřížky difraktují pouze roviny, pro něž je součet indexů  $hkl$  sudé číslo. Reflexe, jejichž součet indexů  $h,k,l$  je lichý, jsou zakázané.

U plošně centrované mřížky v difraktogramu chybí zakázané reflexe, pro které platí, že jejich indexy  $h,k,l$  jsou kombinace lichých a sudých čísel.

## 3. Praktická část

### 3.1. Monokrystal

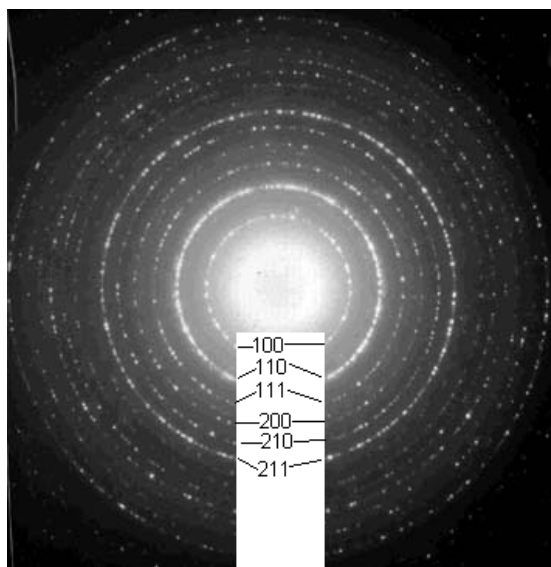
Úkolem bylo přiřadit k jednotlivým difraktogramům monokrystalu zlata (struktura fcc) směr dopadajícího elektronového svazku ( $B=z$ ). Změřením úhlů mezi jednotlivými interferenčními maximy a vzdálenostmi mezi nimi byly na základě tabulek [3] přiřazeny směry [100], [113], [114] a [135] – Obr. 5.



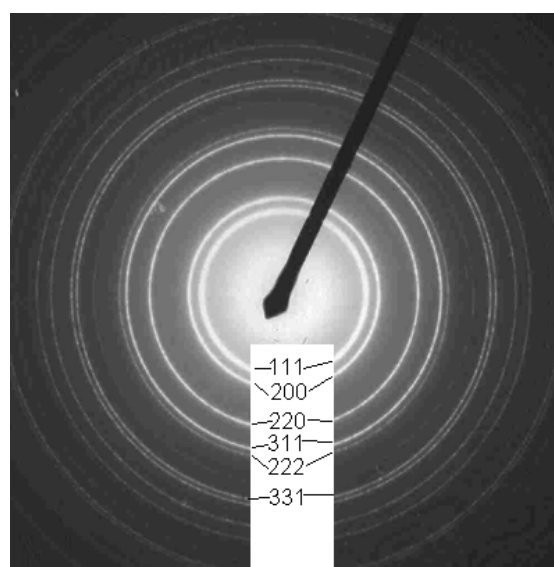
Obr. 5. Difraktogramy různě natočených monokrystalů zlata; krystalové směry jsou vyznačeny na obrázku.

### 3.1. Polykrystaly

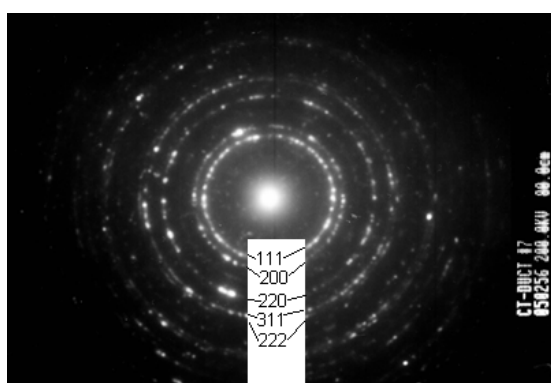
Na základě poloměrů soustředných kružnic na difraktogramech a jejich zpracováním jsme oindexovali 4 různé kroužkové difraktogramy (Obr. 6).



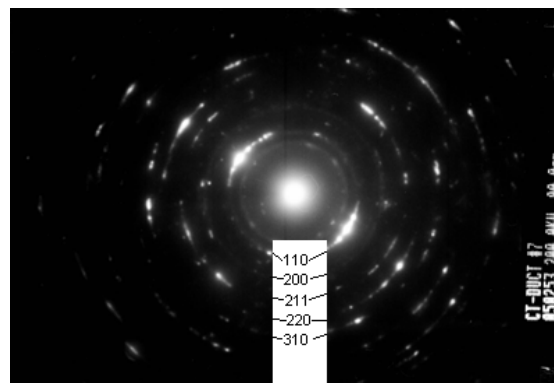
TiCl<sub>3</sub> (sc – primitivní)



Al (fcc – kubická plošně centrovaná)



Ni (fcc – kubická plošně centrovaná)



$\alpha$ -Fe (bcc – kubická prostorově centrovaná)

Obr. 6. – Kroužkové difraktogramy.

### 4. Závěr

Měli jsme možnost prohlédnout si 200 kV transmisní elektronový mikroskop, který katedra materiálů FJFI ČVUT využívá na MFF UK. Kromě různých krystalů vhodných pro demonstraci difrakce elektronů jsme na mikroskopu pozorovali i vlastní vzorky nanočástic Ag. Fotodokumentace z tohoto pozorování bohužel nebyla ihned k dispozici (vyvolávání negativů mokrou cestou), a proto jsme ji nemohli v tomto příspěvku využít. Seznámili jsme se se základními typy kubických krystalových mřížek, indexováním krystalových rovin, Braggovým zákonem difrakce a použitím TEM pro zobrazování krystalových poruch a atomové struktury materiálů.

## Poděkování

Rádi bychom poděkovali všem organizátorům Fyzikálního týdne na FJFI ČVUT v Praze. Zvláštní dík patří doc. RNDr. Miroslavu CIESLAROVÍ, CSc. Z katedry fyziky materiálů MFF UK, který obsluhoval TEM, Ing. Ondřeji ŠIMKOVÍ, Dr.- Ing. Petru HAUŠILDOVI a doc. Dr. RNDr. Miroslavu KARLÍKOVÍ za pomoc se zpracováním výsledků měření a grafickou úpravou posteru a příspěvku do sborníku.

## Reference:

- [1] KARLÍK, M., Transmisní elektronová mikroskopie: pohled do nitra materiálů, *Čs.čas.fyz.* **55**, 2005, 457-464.
- [2] KITTEL, CH.: *Úvod do fyziky pevných látek*, Academia, 1985, 21, 73
- [3] SMOLA, B.: *Transmisní elektronová mikroskopie ve fyzice pevných látek* Státní pedagogické nakladatelství Praha, 1983, Tabulka IV 158-159.