

Určování krystalové mřížky pomocí difrakce elektronů

T. Urban; O. Švihnos
SPŠ Chemická, Brno; Gymnázium Děčín
ttomas.urban@gmail.com; ondrej.svihnos@seznam.cz

Abstrakt

Pomocí transmisního (prozařovacího) elektronového mikroskopu jsme sledovali měděnou síťku s nánosem hliníku a okraje tenké fólie ze slitiny Fe-28 at.% Al připravené elektrolytickým leštěním. Poté jsme mikroskop zaostřili na jednotlivá zrna polykrystalického materiálu a sledovali jsme difrakční obrazce. V následující teoretické části přiblížíme principy difrakce a způsob určení krystalové struktury z difrakčních obrazců.

1 Úvod

Nejdříve definujme klíčové pojmy. Difrakce elektronů je jev, kdy je elektromagnetické vlnění ohýbáno za překážku. Nastává v okamžiku, kdy je rozměr překážky v řádech vlnové délky difraktujících elektronů. Tento jev dokazuje vlnovou povahu e^- . Druhým důležitým termínem je krystalová mřížka, jíž se zabývá krystalografie. Kovy - předmět našeho zkoumání - mají v pevném skupenství atomy uspořádané do struktur, které se v prostoru periodicky opakují. Stačí tedy popsat jeden úsek, tzv. elementární buňku. Krystaly dělíme podle pravidelnosti a symetrie do několika soustav.

2 Praxe

- **Příprava vzorku** Používáme prozařovací mikroskop, tedy potřebujeme dostatečně tenký a prozářitelný vzorek. Jeden ze způsobů přípravy spočívá v elektrolytickém leštění dvou kulových ploch, které se v okamžiku perforace indikované průchodem světla zastaví (obr. 1a - otvor v terčíku). Tímto způsobem vznikne vzorek s různými tloušťkami materiálu. Jiné vzorky lze připravit magnetronovým naprašováním nebo napařováním.
- **Nastavení mikroskopu** Zdrojem elektronů je W tryska, poté jsou urychleny na 100 až 400 kV. Dále je jejich proud fokusován solenoidy a může být omezen clonami. Po průchodu vzorkem je další solenoid (projektiv) promítne na stínítko. V mikroskopu musí být vysoké vakuum (okolo 10^{-5} Pa), které zajišťuje systém vývěv. Vzorek je pohyblivý nejen kolmo na směr promítání, ale také rotačně podél osy ukotvení. Tento pohyb je zásadní, neboť nám umožňuje dosáhnout úhlu vhodného pro difrakci.

3 Dokumentace

Digitální fotografie při různých zvětšeních

Difrakční obrazce

4 Teorie

- **Difrakce** Předpokládejme, že vlny difraktuji se stejnou fází a že všechny atomy jsou ozářeny stejnou intenzitou. Difraktované vlny se šíří v podobě kulových ploch a v určitých směrech (s celočíselným poměrem dráhového rozdílu a vlnové délky) vznikají svazky interferenčních maxim. Krystaly mají prostorový charakter a podle vzájemné polohy krystalových rovin dochází k destruktivním nebo konstruktivním interferencím. Destruktivními interferencemi vznikají tzv. zakázané reflexe. Pokud sledujeme krystal o více prvcích, mohou být zakázané reflexe nahrazeny tzv. reflexemi nadstruktury. Výstupem v mikroskopu je difraktogram, který může mít podobu soustředných kružnic (polykrystaly, malá zrna) nebo bodů (monokrystaly, velká zrna).
- **Čtení z difrakčních obrazců** Bodové difraktogramy lze analyzovat porovnáním s tabulkami, podle úhlů a poměru vzdáleností jednotlivých bodů.

5 Shrnutí

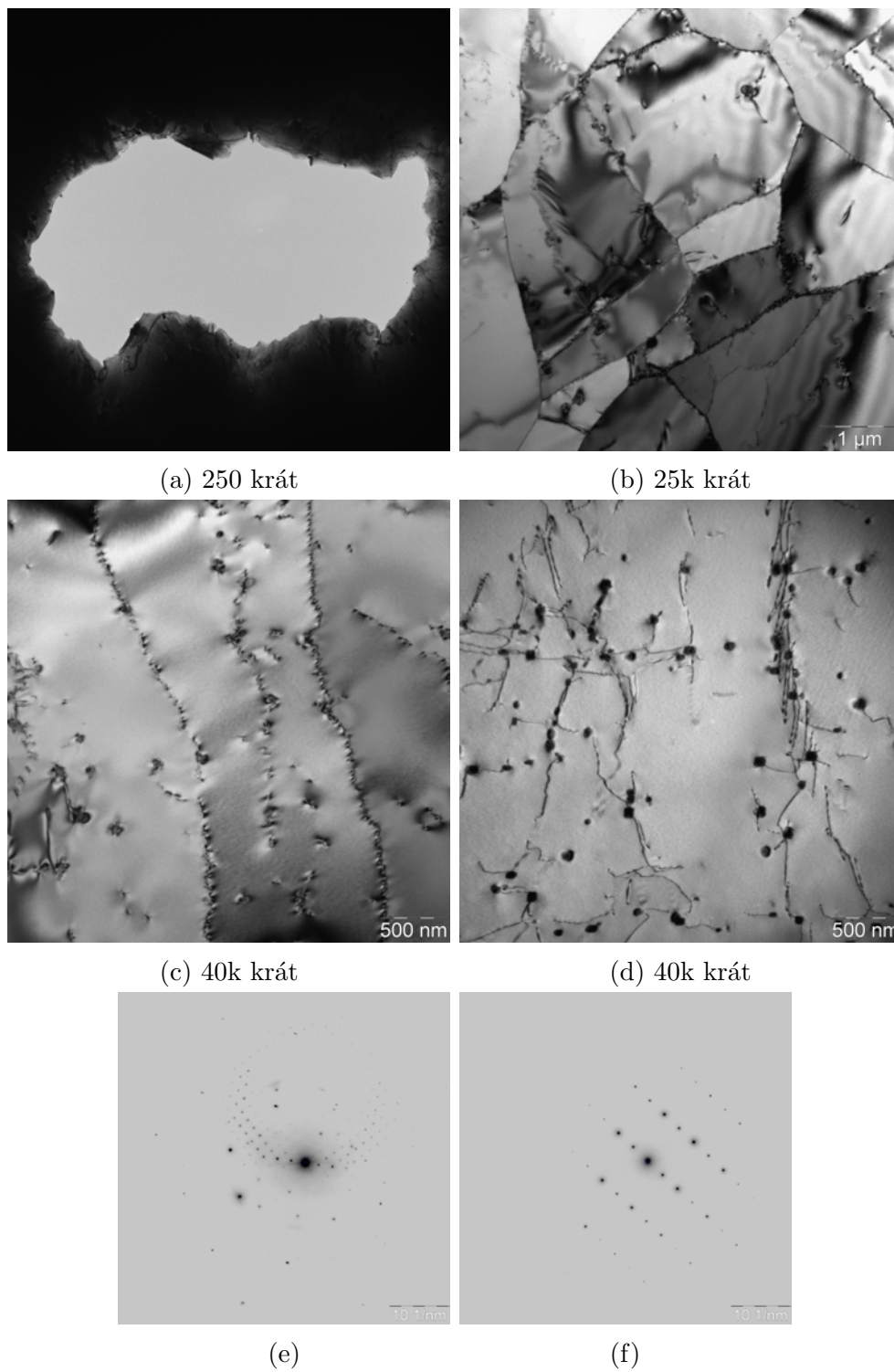
Transmisní elektronová mikroskopie se může významně podílet na materiálovém výzkumu. Lze pomocí ní určit mimo jiné krystalovou strukturu materiálů, zjistit lokální chemické složení pomocí energiově disperzní spektroskopie charakteristického RTG záření či zobrazovat krystalovou mřížku v atomovém rozlišení.

Poděkování

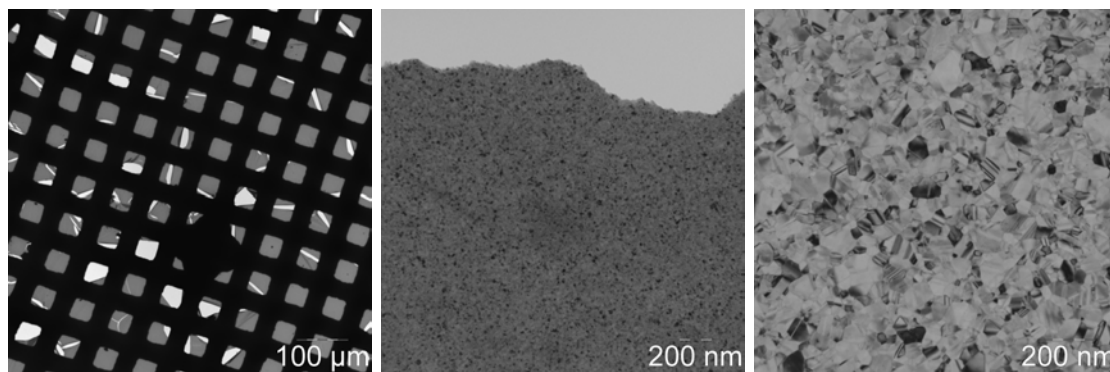
Děkujeme FJFI ČVUT a MFF UK za poskytnutí prostoru a materiálů po celou dobu miniprojektu, děkujeme prof. Dr. RNDr. Miroslavu Karlíkovi za odborné vedení a organizátorům TV@J.

Reference

- [1] H. J. Greenberg. *A Simplified Introduction to L^AT_EX*. <https://mirrors.nic.cz/tex-archive/info/simplified-latex/simplified-intro.pdf>. 2010.
- [2] M. Karlík. *Úvod do transmisní elektronové mikroskopie*. Praha: ČVUT v Praze, 2011. ISBN 978-80-01-04729-3



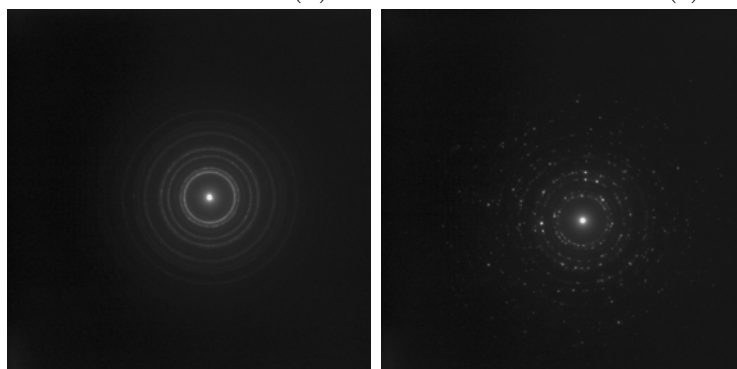
Obrázek 1: Vzorek slitiny Fe - 28 at. % Al, perforace terčíku (a), mikrostruktura slitiny (b - d), difraktogramy částice (e) a matrice slitiny (f).



(a) 200 krát

(b) 100k krát

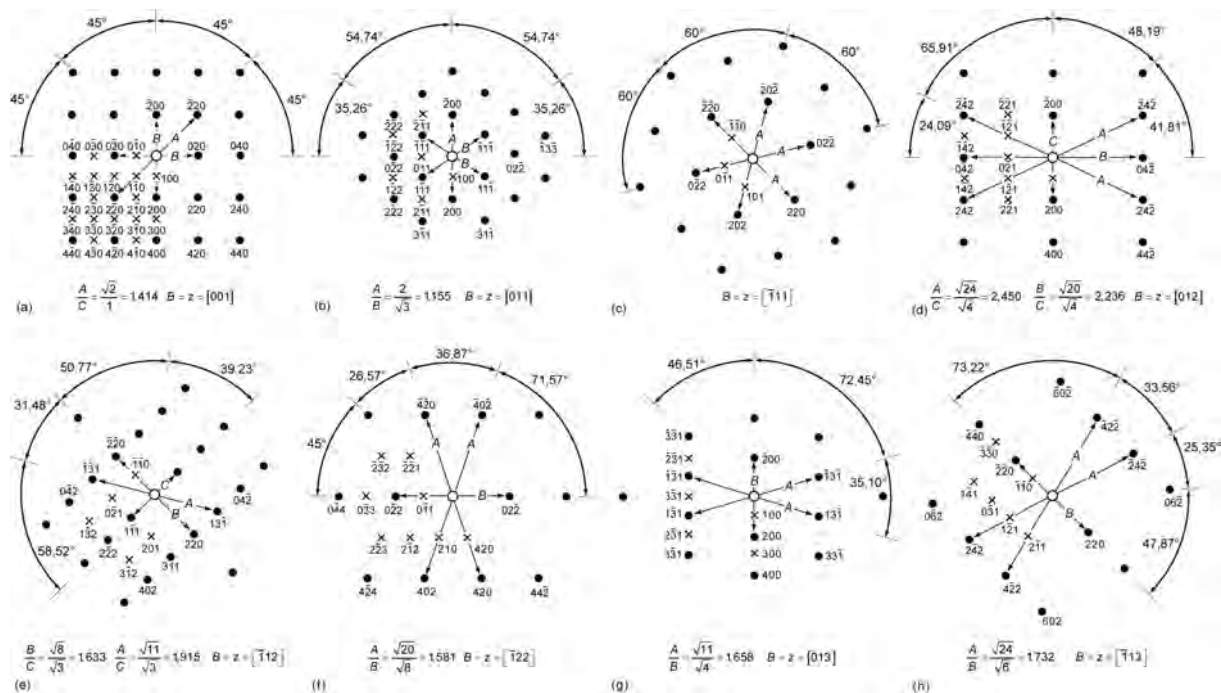
(c) 100k krát



(d)

(e)

Obrázek 2: Obrázky napařené hliníku (a - c), difraktogramy hliníku s různou hrubostí zrna: d) kolem 10 nm, e) řádově 100 nm.



Obrázek 3: Tabulka bodových difraktogramů pro plošně centrovanou krystalovou mřížku (např. Al)