

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
“ХАРКІВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ”

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

до лабораторних робіт
«Обробка електронограм від монокристалічних плівок»
з дисципліни «Електронографія»
для студентів спеціальності 6.090102 «Фізичне матеріалознавство»

Затверджено
редакційно-видавничою
радою університету,
протокол № від .10.05

Харків НТУ «ХПІ» 2005

Методичні вказівки до лабораторних робіт «Обробка електроніграм від монокристалічних плівок» з дисципліни «Електроніграфія» для студентів спеціальності 6.090102 «Фізичне матеріалознавство»/ Укладачі Б.Т. Бойко, В.І. Шкалето, А.В. Меріуц. Харків НТУ «ХП», 2005. – 52 с.

Укладачі: Б.Т. Бойко
В.І. Шкалето,
А.В. Меріуц

Рецензент проф. С.М. Грігоров

Кафедра Фізичного матеріалознавства для електроніки та
геліоенергетики

ВСТУП

Методичні вказівки до лабораторних робіт з дисципліни «Електронографія» до розділу «Обробка електронограм від монокристалічних плівок» містять чотири лабораторні роботи: «Ознайомлювальна», «Визначення орієнтації монокристалічної плівки відносно первинного пучка», «Визначення на електронограмі зайвих рефлексів від ненульових Лауе зон», «Визначення на електронограмі зайвих рефлексів від двійників».

Реальне передбачення фізичних властивостей твердих тіл базується на експериментальних даних про взаємозв'язок між складом, структурою і фізичними властивостями, та на їхньому теоретичному аналізі та узагальненні. У зв'язку з цим важливою задачею сучасної фізики твердого тіла та матеріалознавства є вивчення структури твердих тіл, причому не тільки ідеальної, але і реальної, яка враховує наявність та розподіл дефектів в твердому тілі. Якщо зв'язок між структурою і властивостями відомий, то можна розробити методи зміни структури таким чином, щоб отримати необхідні властивості. Одним з методів дослідження будови твердих тіл є електронографія. Цей метод, разом з іншими дифракційними методами (рентгенографією, нейтронографією і електронною мікроскопією) дозволяє достатньо надійно визначати будову кристалічних і некристалічних тіл.

Перша із запропонованих лабораторних робіт знайомить студента з обладнанням, роботою на ньому та з основними типами електронограм. Кожна наступна лабораторна робота містить стислі теоретичні дані про відповідні методи обробки електронограм та необхідні формули. Але методичні вказівки не призначені для їхнього окремого використання без спеціальної літератури.

Після вивчення теоретичної частини робіт та отримання індивідуального завдання, яке визначає викладач, студент має приступати до виконання лабораторної роботи згідно з пунктом «Порядок дій». Всі числові обрахунки рекомендується виконувати за допомогою програми «Excel». Після завершення роботи студент складає звіт, зміст якого визначено у відповідному пункті, та захищає його, відповідаючи на запитання викладача.

Методичні вказівки призначені для студентів матеріалознавчих спеціальностей.

ОЗНАЙОМЛЮВАЛЬНА

Мета роботи – ознайомитися з будовою і принципом роботи електронографа, режимами зйомки та типами електронограм.

1.1. Електронограф мало кутовий реєструючий ЕМР-100М

Електронограф мало кутовий реєструючий ЕМР-100М призначений для дослідження структури речовин методом дифракції електронів.

У електронографі застосована мало кутова лінза, що дозволяє досліджувати речовини з міжплощинними відстанями 60 нм. Використання додаткової лінзи за фільтром електронів збільшує чутливість при безпосередній реєстрації, тому що знижує рівень власного шуму фільтра електронів.

Вивід інформації з електронографа можливий на перфторатор або цифро друкуючу машину.

Зовнішній вигляд електронографа зображено на рисунку 1.1.

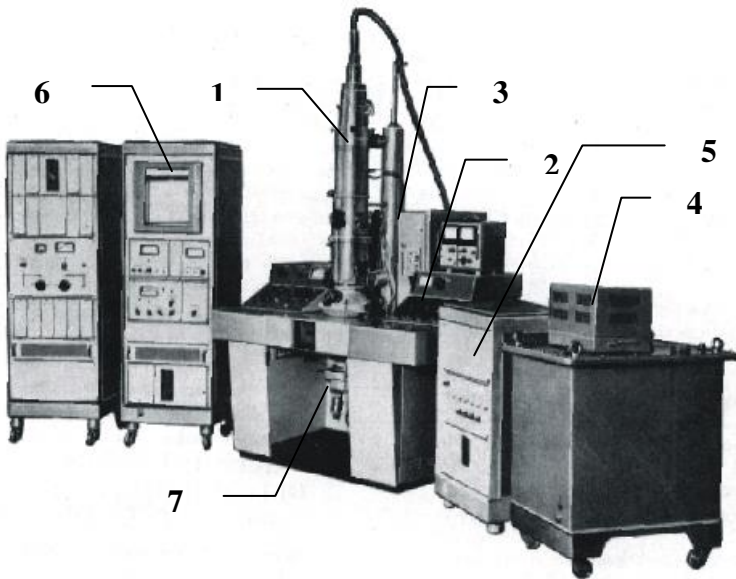


Рисунок 1.1 – Електронограф мало кутовий реєструючий ЕМР-100М.

1.1.1. Основні частини ЕМР-100М та їхнє призначення.

1. Колона електроннографа призначена для розміщення у ній електронної гармати, яка створює первинний пучок прискорених електронів, системи конденсорних лінз, які фокусують первинний пучок, системи реєстрації (фотографічної чи автоматичної електронної), а також тримача зразка, що дозволяє вибирати місце для дослідження й орієнтувати зразок відносно первинного пучка.

2. Пульти керування електроннографом призначені для розміщення органів керування відкачуючою системою, електронною гарматою, струмами конденсорних лінз і системою реєстрації дифракційної картини.

3. Вакуумна система електроннографа призначена для створення у колоні електроннографа вакууму не гірше 10^{-5} мм рт. стовпчика (10^{-3} Па).

4. Високовольтний блок живлення електроннографа призначений для створення стабілізованої постійної напруги 25, 50, 75 і 100 кВ, яка прискорює, і струму розжарення катода, що живить електронну гармату електроннографа.

5. Блок живлення електроннографа призначений для живлення стабілізованим постійним струмом системи конденсорних лінз і інших допоміжних систем електроннографа.

6. Система електронної реєстрації дифрактограм призначена для обробки даних, що поступають з датчика реєстрації дифрактограм.

7. Датчик електронної реєстрації дифрактограм призначений для перетворення струму продифрагованих електронів у дані про інтенсивності тих чи інших точок на дифрактограмі.

1.1.2. Принцип роботи електроннографа. Найпростіша схема, яка ілюструє принцип роботи електроннографа, це схема електроннографа з однією конденсорною лінзою. Вона зображена на рисунку 1.2 а).

Джерело електронів – електронна гармата - складається з катода 1, що розжарюється і циліндра Венельта 2 (обоє знаходяться під високим потенціалом прискорюючої напруги). Анод 3 заземлений. Після анода електрони летять по інерції. Прискорені електрони за допомогою конденсорної лінзи 4 фокусуються на екран 6. Пройшовши досліджуваний зразок 5, електрони попадають на екран 6, де крім первинного пучка 7 спостерігаються також і дифраговані пучки 8. Діаметр первинного пучка на екрані ~ 100 мкм.

Принципова схема та основні системи трьох-лінзового електроннографа ЕР-100М зображена на рисунку 1.2 б). Трьох-лінзовий електроннограф ЕР-100М складається з наступних основних систем: освітлювальної системи, яка призначена для створення колімованого монохроматичного пучка високоенергетичних електронів; системи зміни об'єкта дослідження, що складається зі шлюзової камери, тримача зразків і системи переміщення

та нахилу об'єкта; системи проектування зображення на екран; системи

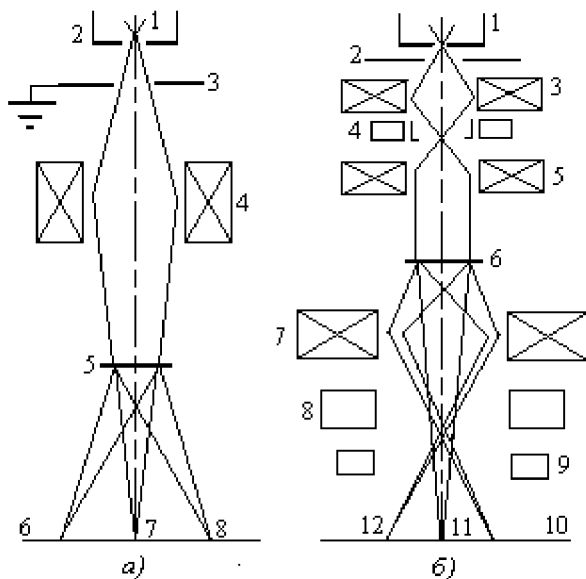


Рисунок 1.2 - Принципові схеми:

- а) електроннографа з однією конденсорною лінзою;
 б) трьохлінзового електроннографа ЕМР-100М

електронів, і фокусуючого електрода (циліндра Венельта). Різниця потенціалів між катодом і циліндром визначає силу струму первинного пучка електронів.

2 – Заземлений анод. За допомогою напруги 25, 50, 75, 100 кВ між гарматою й анодом електрони прискорюються. Після анода електрони летять по інерції.

3 - 5 – Конденсорна система магнітних лінз.

3 – Короткофокусна конденсорна лінза. Вона формує зменшене зображення катода.

4 – Верхня юстовочна лінза призначена для юстування зображення катода на екрані. Усередині її знаходиться колектор немонохроматичних і непараксильних електронів, що видаляє їх з первинного пучка.

5 – Длінофокусна лінза переносить зображення катода, сформоване лінзою 3 на екран 10.

6 – Досліджуваний об'єкт.

Проходячи через конденсорну систему первинний пучок електронів попадає на досліджуваний об'єкт 6, у якому відбувається дифракційне

реєстрації електронів (фотографічна чи фотоелектронна); вакуумна система і система електроживлення електроннографа.

Розглянемо деякі з цих систем докладніше.

У верхній частині колони трьохлінзового електроннографа ЕР-100М міститься освітлювальна система. До неї входять (див. рис.1.2 б):

1 – Електронна гармата, що складається з вольфрамового катода прямого розжарення, що створює завдяки термоелектронній емісії потік

розсіювання електронів. Система переміщення об'єкта дозволяє вибрати місце на зразку для проведення мало кутових дифракційних досліджень, а також здійснювати нахил зразка під різними кутами до первинного пучка.

7 - 9 — Система проектування зображення дозволяє вивчати об'єкт у режимі електронного мікроскопа з метою вибору місця на зразку від якого можна отримати дифракційну картину в режимі мало кутової дифракції.

7 — Проекційна лінза дає 200-кратне збільшення. Поблизу її переднього фокуса розташовується зразок. Нижче зразка (на рис. непоказана) розташовується діафрагма, що обмежує ділянку зразка, від якого утворюється картина мало кутової дифракції.

8 — Котушки, які можуть відхиляти електронний пучок, призначені для сканування зображення при фотоелектронній реєстрації дифрактограм.

9 — Нижня юстовочна котушка.

Візуальне спостереження електронogram здійснюється за допомогою люмінесцентного екрана 10, на якому можна спостерігати як первинний пучок 11, так і дифраговані пучки 12.

Фотографічна система реєстрації електронogram дозволяє здійснювати зйомку електронogram на фотопластинки, розташовані в магазині під люмінесцентним екраном.

При фотозйомці екран піднімається і відкриває доступ електронним пучкам до чергової фотопластинки. Після зйомки експонована пластинка переміщується, а на її місце з магазину подається наступна. Ємність магазину 24 фотопластинки.

Фотоелектронна реєстрація проходить наступним чином (див. рис. 1.3).

Електрони, пройшовши через діафрагму в екрані 10 попадають у фокусуючий електрод 13 і проходять через коригувальні котушки 14 і 15 системи відхилення. Діафрагма 16, на яку подається прискорююча напруга, разом з електродами 13 і 17

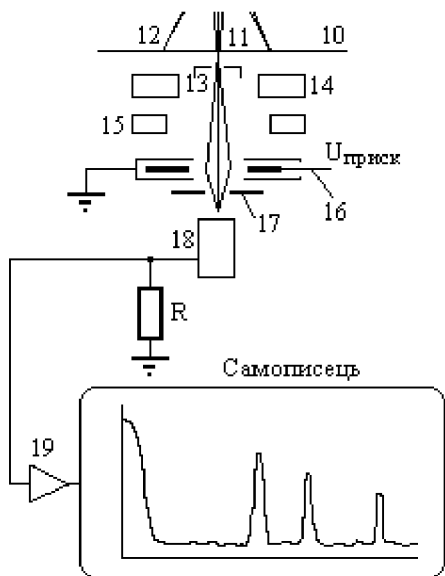


Рисунок 1.3 - Схема електронної реєстрації

фільтрує непружно розсіяні електрони. Пройшовши фільтр, електронний

пучок, з якого вилучені непружно розсіяні електрони, попадає на кристал-сцинтилятор 18, що знаходиться на вхідному вікні ФЕУ. Сигнал з виходу фотопомножувача знімається з опору навантаження R, підсилюється підсилювачем 19 і реєструється за допомогою само пишучого пристрою або подається на вхід аналізатора електронних сигналів (на рис. не показаний).

Існують три способи фокусування пучка в електроннографії. Хід променів у електроннографі при різних способах фокусування зображено на рисунку 1.4.

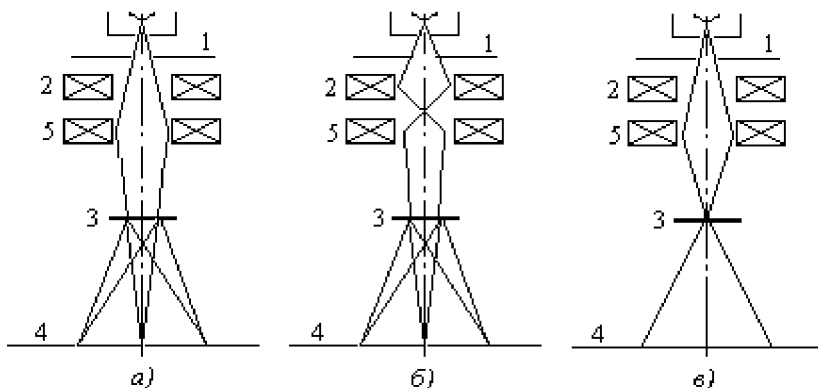


Рисунок 1.4 - Способи фокусування променя в електроннографі
1- електронна гармата; 2,5- конденсорні лінзи; 3- зразок; 4- екран

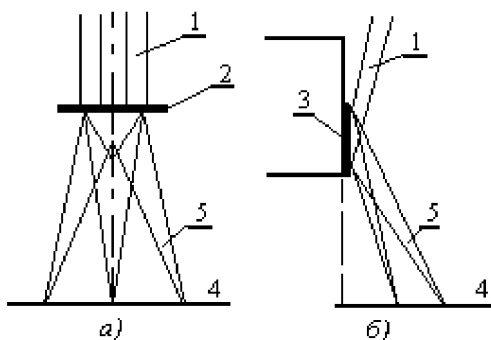


Рисунок 1.5 - Способи зйомки електроннограм
а) на просвіт; б) на відбиття

- 1- первинний пучок; 2- плівковий зразок;
- 3- масивний об'єкт; 4- екран;
- 5- дифраговані пучки

масивних об'єктів використовується зйомка на відбиття – рисунку 1.5 б).

Хід променів при роботі з однією конденсорною лінзою ілюструє рисунок 1.4 а), при роботі з двома конденсорними лінзами – рисунок 1.4 б), та при використанні електроннографа в якості тіньового електронного мікроскопа – рисунок 1.4 в).

Існує також два способи зйомки електроннограм для вивчення різних об'єктів. Так, для вивчення плівкових об'єктів використовується зйомка на просвіт – рисунок 1.5 а), а для

1.2. Приклади електронограм від об'єктів різного типу.

Природньо, що електронограми від різних об'єктів мають різний вигляд. Нижче, для знайомства, наведені деякі приклади електронограм, отриманих від різних об'єктів при різних способах зйомки, з попереднім аналізом.

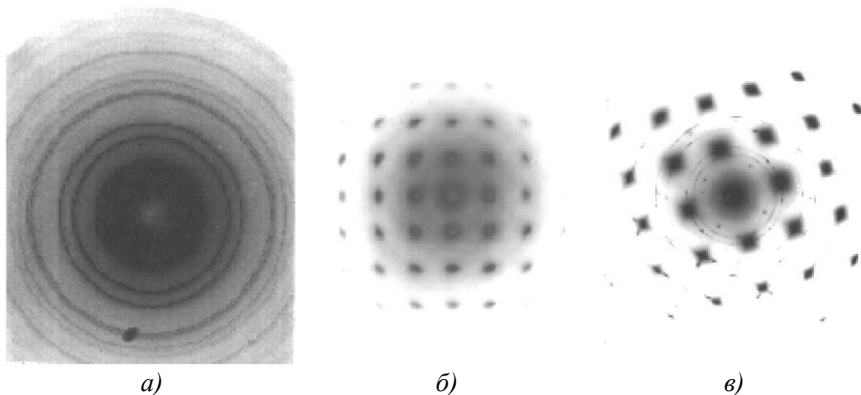


Рисунок 1.6 – Вид електронограм від *a)* полікристалічної плівки, *б)* монокристалічної плівки Sm, вирощеної на KCl, *в)* двохфазної монокристалічної плівки.

На рисунках наведені електронограми від наступних об'єктів:

- На рисунку 1.6 *a)* наведена електронограма полікристалічної плівки, знятої на просвіт. По співвідношенню між діаметрами інтенсивних кілець на електронограмі можна стверджувати, що плівка має ГЦК структуру. Усередині темної центральної плями і поза його можна розрізнити слабкі кільця, що належать іншій фазі, очевидно – окисній фазі речовини з ГЦК- структурою. Більш точну інформацію можна одержати після розшифровки електронограм.
- На рисунку 1.6 *б)* наведена електронограма монокристалічної плівки Sm, яка була вирощена на KCl. (Зйомка на просвіт.). Аналіз відстаней між рефлексами і їхнє взаємне розташування на електронограмі дозволяє стверджувати, що плівка має структуру сфалериту, типову для напівпровідникових сполук типу A_2B_6 . Плівка орієнтована напрямком [100] паралельно первинному пучку. Більш точну інформацію можна одержати після розшифровки електронограм.
- На рисунку 1.6 *в)* наведена електронограма складного об'єкту – двохфазної монокристалічної плівки, знятої на просвіт. Можна зробити попередні висновки, що плівка містить сфалеритну і вюрцитну

модифікації структури, типові для напівпровідникових сполук типу A_2B_6 . Форма рефлексів на електронограмі свідчить про те, що сфалеритна і вюрцитна фази являють собою тонкі пластинки. Більш точну інформацію можна одержати після розшифровки електронограм.

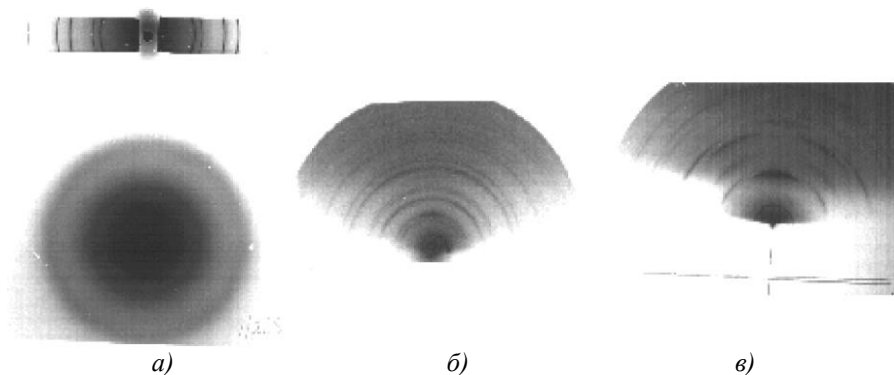


Рисунок 1.7 – Вид електронограм від *a)* аморфної плівки, *б)* сплаву Co-Fe, *в)* твердого розчину Co-Ni.

- На рисунку 1.7 *a)* наведена електронограма аморфної плівки знятої на просвіт. У верхній частині електронограми приведена електронограма полікристалічної плівки з ГЦК- структурою для визначення масштабу електронограми (еталон). Після проведення фотометрування можливе визначення ближнього порядку в аморфній плівці.
- На рисунку 1.7 *б)* наведена електронограма сплаву Co-Fe, отримана в режимі зйомки на відбиття. Co має ГПУ- структуру; а Fe - ОЦК. Електронограма полікристала має зайві лінії, що обумовлено двофазною структурою сплаву. Більш точну інформацію можна одержати після розшифровки електронограм.
- На рисунку 1.7 *в)* наведена електронограма твердого розчину Co-Ni, отримана в режимі зйомки на відбиття. Co має ГПУ- структуру; а Ni - ГЦК. Сегменти кілець на електронограмі свідчать про те, що структура плівки Co-Ni являє собою текстуру. Більш точну інформацію можна одержати після розшифровки електронограм.
- На рисунку 1.8 *a)* наведена електронограма двошарової монокристалічної структури PbTe/Pb, знятої на просвіт. На електронограмі спостерігаються зайві рефлекси, обумовлені подвійною дифракцією. Дифраговані у верхній плівці промені слугують первинними пучками для дифракції в нижній плівці. Більш точну інформацію можна одержати після розшифровки електронограм.

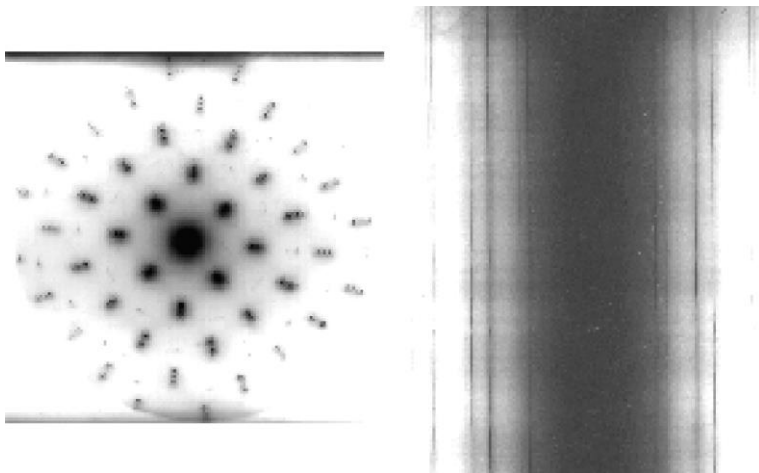


Рисунок 1.8 – Вид електронограм від а) аморфної плівки, б) сплаву Co-Fe.

– На рисунку 1.8 б) наведена електронограма полікристалічної плівки, яка одержана при кінематичній зйомці на просвіт. На фотопластинку знімається не вся електронограма, а вирізана шторками її центральна частина. Під час зйомки фотопластинка рухається синхронно з розтягом об'єкта або з ростом температури плівки. Попередній аналіз: У процесі нагрівання нових фаз у плівці не виявлено. Зміна діаметрів кілець дозволяє визначити температурний коефіцієнт розширення плівки.

1.3. Порядок виконання роботи

1.3.1. Порядок дій. Під керівництвом викладача ознайомитися з устроєм електронографа, порядком підготовки його до зйомки, та порядком зйомки електронограм.

Запустити на виконання програму “EIDiffraction.exe”, виконуючи її вказівки повторити засвоєні відомості про устрій, принципи роботи електронографа, та типи електронограм. Після цього відповісти на контрольні питання, що генерує програма.

1.3.2. Зміст звіту. У звіті повинні бути представлені наступні дані:

1. Ціль роботи.
2. Перелік основних частин електронографа та їхнє призначення.
3. Схеми, які ілюструють принцип роботи електронографа.
4. Схеми способів фокусування електронного пучка в електронографі та способів зйомки.
5. Приклади електронограм від різних об'єктів та при різних режимах зйомки.

1.4. Питання для самоперевірки

1. Яку послідовність елементів електроннографа повинен пройти пучок електронів, щоб отримати прискорення?
2. Які елементи трьох-лінзового електроннографа входять до освітлювальної системи?
3. Які елементи трьох-лінзового електроннографа входять до конденсорної системи?
4. Яку послідовність елементів можуть проходити непружно розсіяні електрони після проходження діафрагми в екрані?
5. Якою лінзою і куди фокусується пучок електронів при роботі електроннографа в режимах: а) з однією конденсорною лінзою, б) з двома конденсорними лінзами, в) при роботі в якості тіньового мікроскопу?
6. Які елементи входять в схему фотоелектронної реєстрації?

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 2

ВИЗНАЧЕННЯ ОРІЄНТАЦІ МОНОКРИСТАЛІЧНОЇ ПЛІВКИ ВІДНОСНО ПЕРВИННОГО ПУЧКА

Мета роботи – навчитися стоїти теоретичні електроннограми монокристалічних плівок по різному орієнтованих до первинного пучка; визначити орієнтацію заданої монокристалічної плівки по її електроннограмі; визначити за допомогою еталона постійну електроннографа; навчитися визначати індекси на електроннограмах від монокристалічних плівок та визначати вісь зони відбиваючих площин.

2.1 Загальні відомості

Електроннограма – плоский перетин оберненої ґратки. Якщо вузли (hkl) оберненої ґратки попадають на площину, яка перпендикулярна первинному пучку і проходить через початок координат (000) в оберненому просторі, то ці вузли і дадуть рефлекси на електроннограмі.

Якщо первинний пучок проходить вздовж вісі зони площин, то всі площини цієї зони дадуть рефлекси.

Зона площин зображена на рисунку 2.1. Щоб з'ясувати що являє собою зона площин в оберненому просторі для кожної площини потрібно поставити перпендикуляр і відкласти на ньому відрізок рівний $1/d$.

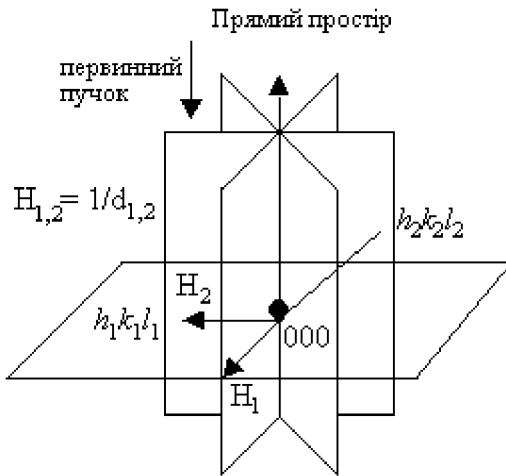


Рисунок 2.1 - Зображення зони площин.

достатньо знати індекси двох рефлексів $(h_1k_1l_1)$ і $(h_2k_2l_2)$. Оскільки векторний добуток двох векторів, що виходять з початку координат (000) в точки $(h_1k_1l_1)$ і $(h_2k_2l_2)$, дає перпендикуляр до їх площини, тобто дає вісь зони $[uvw]$:

$$[uvw] = (h_1k_1l_1) \times (h_2k_2l_2), \quad (2.1)$$

або перепозначивши $[uvw]$ через \mathbf{R} можна записати:

$$\mathbf{R} = \mathbf{r}_1 \times \mathbf{r}_2.$$

Знаючи хоча б два вектори, що лежать у площині можна визначити $[uvw]$ у наступний спосіб. Записавши двічі в одному рядку координати векторів \mathbf{r}_1 і \mathbf{r}_2 отримаємо мнемонічне правило для обчислення векторного добутку:

$$\mathbf{R} = \begin{bmatrix} h_1 & k_1 & l_1 & h_1 & k_1 & l_1 \\ h_2 & k_2 & l_2 & h_2 & k_2 & l_2 \end{bmatrix} = \left[\begin{pmatrix} k_1 & l_1 \\ k_2 & l_2 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} l_1 & h_1 \\ l_2 & h_2 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} h_1 & k_1 \\ h_2 & k_2 \end{pmatrix} \right]. \quad (2.2)$$

Тоді координати векторного добутку будуть дорівнювати значенням відповідних детермінантів 2-го порядку, тобто:

$$\begin{aligned} u &= k_1l_2 - k_2l_1 \\ v &= l_1h_2 - l_2h_1 \\ w &= h_1k_2 - h_2k_1 \end{aligned} \quad (2.3)$$

Таким чином, знаючи всього два індекси, ми можемо визначити вісь зони, тобто всі інші індекси.

2.2. Визначення орієнтації монокристалічної плівки по електронограмі

2.2.1. Порядок визначення індексів електронограм монокристалів

Якщо є 2 рефлекси з відомими індексами $(h_1k_1l_1)$ і $(h_2k_2l_2)$, то можна визначити індекси і інших рефлексів виконавши наступні дії:

1) Вибираємо на електронограмі початок координат (000) у місці падіння первинного пучка (див. рис. 2.2).

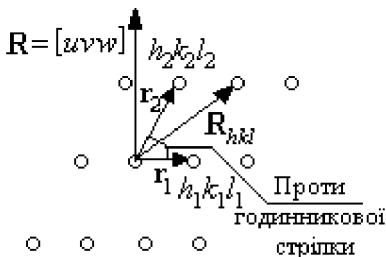


Рисунок 2.2 - Визначення індексів електронограм

сумою виду:

2) Від цієї точки відкладаємо два основних вектори $(h_1k_1l_1)$ і $(h_2k_2l_2)$, визначені по методу описаному нижче.

3) Вісь зони $[uvw]$ визначиться тоді, як векторний добуток цих векторів

$$\mathbf{R} = \mathbf{r}_1 \times \mathbf{r}_2.$$

4) Будь який інший рефлекс на електронограмі буде тоді векторною

$$\mathbf{R} = m\mathbf{r}_1 \times n\mathbf{r}_2, \quad (2.4)$$

де m і n – цілі числа.

2.2.2. Алгоритм визначення орієнтації плівки по електронограмі.

Для визначення орієнтації плівки по електронограмі треба:

1. Знати тип ґратки та параметри ґратки ($a, b, c, \alpha, \beta, \gamma$, та сингонію) плівки.
2. Визначити постійну електронографа $L\lambda$ (використовуючи еталон).
3. По формулі Вульфа-Брегга для електронографії $rd = L\lambda$ визначити після виміру r значення d .
4. Для кожного з обраних рефлексів визначають форми $\{hkl\}$ площин.
5. а) Підбираючи індекси для рефлексів форм (підбором знаків і перестановкою індексів) знаходимо індекси рефлексів так, щоб вони задовольняли співвідношенню $[h_1k_1l_1] + [h_2k_2l_2] = [h_3k_3l_3]$.
б) Вимірюючи кути φ між векторами рефлексів, вибравши $(h_1k_1l_1)$, знаходять $(h_2k_2l_2)$ за допомогою співвідношення (2.7)
6. Знаходимо вісь зони $[uvw]$ (як перпендикуляр до площини плівки).

2.2.3. Приклад визначення орієнтації плівки по електронограмі.

Дано:

1) електронограма; 2) відомий матеріал, тобто тип ґратки: Au; 3) параметр ґратки $a = 4.05\text{Å}$; 4) тип ґратки - ГЦК.

Визначити: $[uvw]$ – орієнтацію плівки.

Рішення:

Нехай відома постійна електронографа $L\lambda$ (або її визначають за допомогою еталона). На електронограмі вимірюються радіуси r трьох рефлексів.

По співвідношенню $2rd = 2L\lambda$ знаходимо d – міжплощинні відстані. Для ГЦК чи ОЦК ґратки міжплощинні відстані зв'язані з індексами площин за допомогою співвідношення:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2}{a^2}. \quad (2.5)$$

По $h_1^2 + k_1^2 + l_1^2$ і таблицях міжплощинних відстаней визначаємо форму площин $\{hkl\}$ для 3-х рефлексів: $\{h_1k_1l_1\}$; $\{h_2k_2l_2\}$; $\{h_3k_3l_3\}$.

Перший спосіб:

Для векторів, що відповідають рефлексам на електронограмі повинне задовольнятися співвідношення:

$$[h_1k_1l_1] + [h_2k_2l_2] = [h_3k_3l_3] \quad (2.6)$$

Приклад:

Нехай ми визначили форми:

$\{hkl\}$	$h_1^2 + k_1^2 + l_1^2$
$\{h_1k_1l_1\} = \{111\}$	3
$\{h_2k_2l_2\} = \{311\}$	11
$\{h_3k_3l_3\} = \{400\}$	16

Тоді, для приведеного розташування рефлексів, можна за формою площин підібрати індекси рефлексів:

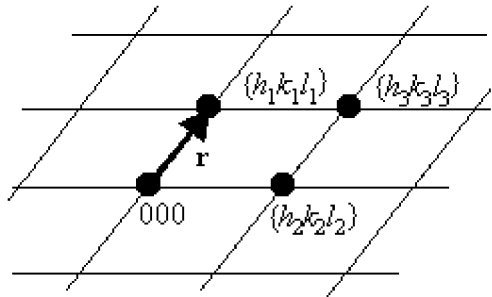


Рисунок 2.3 - Електронограма на якій визначаються індекси

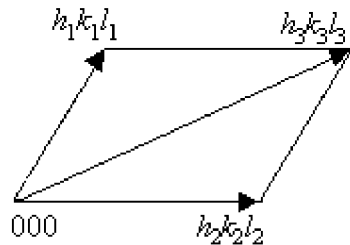


Рисунок 2.4 - Визначення індексів рефлексів (спосіб 1)

$$[1 \bar{1} \bar{1}] + [311] = [400]$$

При цьому можливе деяке сваволя у виборі індексів. Наприклад, наступні індекси також задовольняють співвідношенню (2.5):

$$[\bar{1} \bar{1} 1] + [\bar{3} \bar{1} \bar{1}] = [\bar{4} 0 0]$$

Другий спосіб:

У цьому випадку необхідно вимірювати кути між рефлексами і можна скористатися співвідношенням:

$$\cos \varphi = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2} \sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}} \quad (2.7)$$

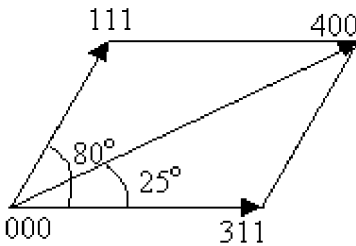


Рисунок 2.5 - Визначення індексів рефлексів (спосіб 2)

Відповідно до форми площин задаємося індексами рефлексу (311), тоді

$$\cos \varphi = \cos 25^\circ = \frac{3h_3 + k_3 + l_3}{\sqrt{11}\sqrt{16}} \approx 0.9.$$

Відкіля визначаємо:

$$3h_3 + k_3 + l_3 = 11.9 \approx 12 \quad (2.8).$$

З форми {400} треба вибрати рефлекс, що задовольняє співвідношенню (2.8). Це може бути тільки [400], тому що $3 \cdot 4 + 0 + 0 = 12$. Для іншого рефлексу аналогічно одержуємо:

$$\cos 80^\circ = \frac{3h_2 + k_2 + l_2}{\sqrt{11}\sqrt{3}} \approx 0.174. \text{ Відкіля } 3h_2 + k_2 + l_2 = 0.9 \approx 1.$$

Отже, з форми площин {111} вибрати треба $[1 \bar{1} \bar{1}]$, тому що ніякий інший рефлекс не підходить.

Знаходимо вісь зони $[uvw] = [h_1 k_1 l_1] \times [h_2 k_2 l_2]$ по відомому мнемонічному правилу обчислення векторного добутку (дивись (2.2), (2.3)):

$$3 \begin{vmatrix} 1 & 1 & 3 & 1 \\ 1 & \bar{1} & \bar{1} & \bar{1} \end{vmatrix} \frac{1}{1} \text{ одержуємо: } [uvw] = [0 \ 1 \ \bar{1}]$$

2.3. Алгоритм побудови теоретичної електронограми плівки

Вихідні дані для побудови теоретичної електронограми плівки – тип структури плівки і вісь зони площин, що відбивають, $[uvw]$. Як приклад

побудуємо теоретичну електронограму, коли первинний пучок антипаралельний вісі зони [012], а плівка має ОЦК структуру.

1) *Побудувати осі координат.* Побудувати прямокутну систему координат, як показано на рисунку 2.6. Вибрати масштаб.

2) *Знайти перший рефлекс.* Для пошуку першого рефлексу складемо систему рівнянь. У цю систему будуть входити: 1) рівняння зони, 2) закон загасання (для ГЦК – всі індекси однакової парності; для ОЦК – сума індексів – парна) і 3) принцип мінімальності суми квадратів індексів рефлексу:

$$\left\{ \begin{array}{l} h_1 u + k_1 v + l_1 w = 0, \text{ рівняння зони} \\ \text{закон загасання} \\ \min(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2) \end{array} \right. \quad (2.9)$$

Для розглянутого приклада маємо:

$$\left\{ \begin{array}{l} 0 * h_1 + 1 * k_1 + 2 * l_1 = 0, \text{ рівняння зони} \\ \text{закон загасання : Сума } h_1 + k_1 + l_1 - \text{ парна (ддл ОЦК)} \\ \min(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2) \end{array} \right.$$

Рішення цієї системи дає для першого рефлексу $(h_1 k_1 l_1)$: $\rightarrow (200)$.

3) *Побудувати перший рефлекс.* З рівняння Вульфа-Брегга для електронографії і співвідношення (2.5) можна одержати вираження для радіуса r – положення рефлексу на електронограмі.

$$r = \frac{L\lambda}{d} = \frac{L\lambda}{a} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} = \text{const} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}, \quad (2.10)$$

відкля впливає, що положення рефлексу на електронограмі пропорційно $\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$.

Відкладіть в обраному масштабі відстань, пропорційну $\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2}$, на правій частині осі x .

Для розглянутого приклада (структура ОЦК, вісь зони [012]) $r_{200} = 2$ див (див. рис.2.6).

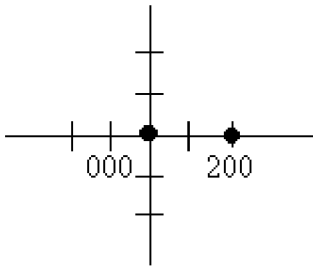


Рисунок 2.6 - Побудова теоретичної електронограми. Перший рефлекс структура ОЦК, вісь зони [012].

4) *Пошук другого рефлексу.* Будемо шукати другий рефлекс на перпендикулярній осі електронограми. Тоді для пошуку другого рефлексу складемо систему рівнянь. У цю систему будуть входити: 1) рівняння зони, 2) рівняння перпендикулярності першого і другого рефлексів (тому що вони розташовані на перпендикулярних осях координат електронограми) і 3) закон загасання. Ця система координат буде мати вигляд:

$$\begin{cases} h_1 u + k_1 v + l_1 w = 0, \text{ рівняння зони} \\ h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2 = 0, \text{ перпендикулярність рефлексів} \\ \text{закон загасання} \end{cases} \quad (2.11)$$

Для розглянутого приклада (структура ОЦК, вісь зони [012]) будемо мати:

$$\begin{cases} 0 * h_1 + 1 * k_1 + 2 * l_1 = 0, \text{ рівняння зони} \\ 2 * h_2 + 0 * k_2 + 0 * l_2 = 0 \\ \text{закон загасання : Сума } h_2 + k_2 + l_2 - \text{ парна (ддл ОЦК)} \end{cases}$$

Рішення цієї системи дає для першого рефлексу ($h_2 k_2 l_2$): $\rightarrow (0 \ 4 \ \bar{2})$.

5) *Перевірити рівняння зони.* Припустимо, що другий рефлекс розташований на верхній частині осі Y обраної системи координат. У цьому випадку векторний добуток першого рефлексу на другий повинно дати вектор осі зони (2.1):

$$[uvw]_{\text{пров}} = [h_1 k_1 l_1] \times [h_2 k_2 l_2]$$

Використовуючи мнемонічне правило (2.2), (2.3) отримаємо значення u , v , та w .

Якщо отримане значення $[uvw]_{\text{пров}}$ збігається з заданим в умові, то другий рефлекс розташований на верхній частині вісі y , у протилежному випадку він повинний бути поміщений на нижній частині вісі y .

У розглянутому прикладі маємо:

$$[uvw] = \begin{vmatrix} 0 & 0 & 2 & 0 \\ 4 & \bar{2} & 0 & 4 \end{vmatrix} \begin{vmatrix} 0 \\ 0 \\ \bar{2} \end{vmatrix} \Rightarrow \begin{aligned} u &= \begin{vmatrix} 0 & 0 \\ 4 & \bar{2} \end{vmatrix} = (0 \cdot \bar{2} - 0 \cdot 4) = 0 - 0 = 0 \\ v &= \begin{vmatrix} 0 & 2 \\ \bar{2} & 0 \end{vmatrix} = (0 \cdot 0 - 2 \cdot \bar{2}) = 0 + 4 = 4 \\ w &= \begin{vmatrix} 2 & 0 \\ 0 & 4 \end{vmatrix} = (2 \cdot 4 - 0 \cdot 0) = 8 - 0 = 8 \end{aligned}$$

Отже, $[uvw]_{\text{пров}} = [048]$ чи після скорочення на найбільший загальний множник $[uvw]_{\text{пров}} = [012]$, що збігається з заданим в умові. Це означає, що другий рефлекс потрібно розташувати на верхній половині вісі у.

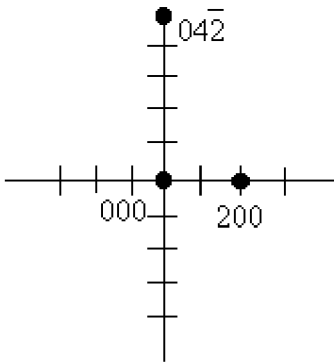


Рисунок 2.7 - Побудова теоретичної електронограми. Перші два рефлекси структура ОЦК, вісь зони $[012]$.

6) Відкласти другий рефлекс на вісі у. У залежності від результатів перевірки, виконаної в п. 2.3.5 відкласти на вісі у другий рефлекс на відстані $r_2 = \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$ від початку координат.

На рис 2.7 показано положення двох знайдених рефлексів ($r = \sqrt{0 + 4^2 + \bar{2}^2} = \sqrt{20} = 4.47$ см) для розглянутого приклада: структура ОЦК, вісь зони $[012]$.

7) Побудувати рефлекси основного ряду. Будь який рефлекс (hkl) на електронограмі можна побудувати, знаючи положення двох інших рефлексів за допомогою співвідношення (2.4). Розглядаючи рефлекси як вектори з координатами $\mathbf{r}_1 = \{h_1 k_1 l_1\}$, $\mathbf{r}_2 = \{h_2 k_2 l_2\}$ для індексів рефлексу одержимо співвідношення:

$$\begin{aligned} h &= mh_1 + nh_2 & k &= mk_1 + nk_2 & (2.12) \\ l &= ml_1 + nl_2 \end{aligned}$$

Використовуючи співвідношення (2.12) можна побудувати всі рефлекси основного ряду.

Крім того, можна використовувати властивості симетрії кристалічних

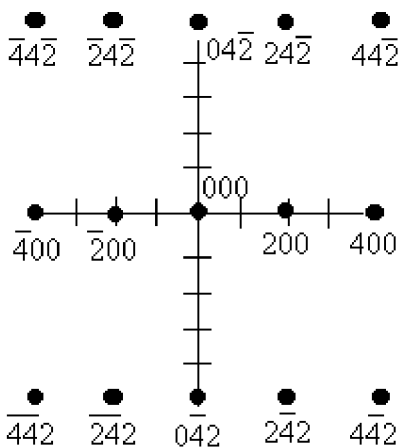


Рисунок 2.8 - Побудова теоретичної електронограми. Основна сітка рефлексів

відстань від рефлексу з індексами $(2\ 4\ \bar{2})$ до (000) , і має, отже, індекси:

$$(hkl) = (2\ 4\ \bar{2})/2 = (1\ 2\ \bar{1}).$$

Проміжні рефлекси можуть лежати на половині, третині і т.п. частинах відстаней від рефлексів основної сітки до початку координат.

Після того, як знайдений хоча б один проміжний рефлекс, інші знаходяться за допомогою співвідношення, аналогічного співвідношенню (2.4).

Побудова одного з проміжних рефлексів показане на рис. 2.9 а) для розглянутого приклада: структура ОЦК, вісь зони $[012]$.

9) *Виділити «мотив» електронограми.* Після того, як побудовані всі проміжні рефлекси, на електронограмі виділяється «мотив». «Мотив» являє собою набір рефлексів, розташованих ближче усього до початку координат і включає в себе стільки рефлексів, щоб повторенням «мотиву» з будь-якого рефлексу можна було б побудувати всю електронограму. Крім того, «мотив» містить всі елементи симетрії, характерні для даного розташування рефлексів на електронограмі, тобто характеризує симетрію вісі зони площин, що відбивають.

На рисунку 2.9 б) приведено зображення побудованої теоретичної електронограми для структури ОЦК, вісь зони $[012]$, на якому містяться як всі проміжні рефлекси, так і визначено «мотив» електронограми.

гат. Зокрема, при інверсії індекси рефлексів змінюють знаки на протилежні.

Побудова рефлексів приведена на рис 2.8 для розглянутого приклада: структура ОЦК, вісь зони $[012]$.

8) *Перевірити наявність проміжних рефлексів.* Не всі рефлекси лежать на основній прямокутній сітці рефлексів. Частина рефлексів може лежати в проміжних положеннях.

У розглянутому прикладі маються рефлекси, що лежать у проміжних положеннях. Наприклад, один з них лежить у

крапці, що поділяє навпіл

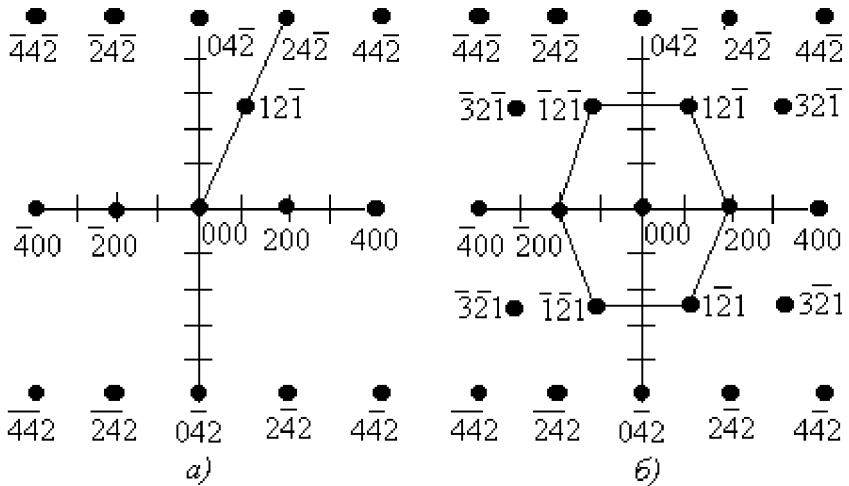


Рисунок 2.9 - Побудова теоретичної електронограми.
 а) проміжний рефлекс
 б) теоретична електронограма з визначенням "мотивом"

2.4. Порядок виконання роботи

2.4.1. Завдання для виконання роботи. Визначити вісь зони площин, що відбивають, і визначити індекси двох електронограм монокристалічних плівок матеріалів із ГЦК і ОЦК структурою.

2.4.2. Порядок дій.

1. Уключити електронограф чи запустити на виконання моделюючу програму (Робота з програмою, що моделює роботу електронографа, описана в ознайомлювальній лабораторній роботі).

2. Поки йде відкачка вакуумної системи електронографа, підготуйте зразок для проведення електронографічних досліджень. При роботі з моделюючою програмою виберіть матеріал плівки й інші параметри згідно даним варіанта завдання, зазначеного нижче. Виконуйте вказівки рядка стану і текстових коментарів програми. При необхідності потрібні данні занесіть у звіт по лабораторній роботі.

3. Після підготовки зразка приступайте до юстування електронографа. Встановіть напругу, що прискорює, у межах 50 - 100 кВ, струм розжарення катода в межах 75 - 100 мА, струм первинного пучка в діапазоні 0,05 - 1,0 мА і сфокусуйте первинний пучок на юстовочному екрані. Після чого приступайте до шлюзування об'єкта досліджень.

4. Коли об'єкт досліджень (монокристалічна плівка відомої речовини з полікристалічною плівкою Al – еталоном) встановлений в область розміщення зразків електронографа, приступайте до юстування зображення електронограми. Регулюючи струм первинного пучка, і вибираючи місце на зразку, доможіться чіткого зображення кілець еталона і рефлексів монокристалічної плівки на електронограмі.

5. Проведіть зйомку електронограми на фотопластинку. Після зйомки електронограми на фотопластинку, витягніть останню з електронографа і проявіть її в стандартному проявнику, зафіксуйте зображення в закріплювачі і висушіть. (При роботі з моделюючою програмою створена ЕОМ модельна електронограма повинна бути роздрукована на принтері.)

6. Після одержання електронограми (за допомогою моделюючої програми чи електронографа) приступайте до обробки результатів – визначенню орієнтації монокристалічної плівки і ініціюванню рефлексів на електронограмі. Цю роботу рекомендується виконувати за допомогою книги MS Excel, що знаходиться у файлі “EGmono.xls”.

7. Відкрийте книгу на листі MOX чи MXX. Заповніть у відповідні комірки всі дані про електронограму: «Досліджувана речовина», параметр ґратки, тип ґратки, прискорююча напруга. Переіменуйте лист так, щоб після “М” стояв номер вашого варіанта. Збережіть книгу у своїй папці під яким-небудь іншим ім'ям.

8. Визначите постійну електронографа $2L\lambda$ для даної електронограми по еталону. Для цього треба скористатися співвідношення $2L\lambda = 2r \cdot d_{hkl}$. Для визначення $2r$ прикладете лінійку до електронограми так, щоб вона проходила через центр, і вимірюйте положення кілець еталона ліворуч і праворуч від центра (не змінюючи положення лінійки), див. рис. 2.10. Дані занесіть у таблицю 2.1.

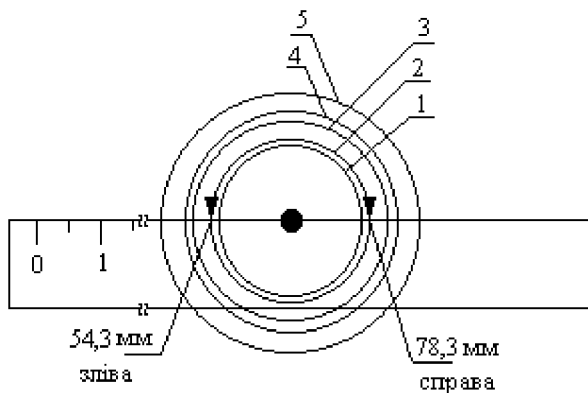


Рисунок 2.10 - Схема вимірювання положення кілець на електронограмі

Таблиця 2.1. Визначення постійної електронографа $2L\lambda$.

Розшифровка електронограм монокристалічних плівок						
Еталон -	Al	$a =$	4,0494	$U =$	75	кВ
№ кільця	г зліва	г справа	$2r$	{hkl}	d_{hkl}	$2L$
1	56,2	76,7	20,5	111	2,33	47,765
2	54,3	78,3	24	200	2,02	48,480
3	49,7	83,1	33,4	220	1,43	47,762
4	46,6	86	39,4	311	1,219	48,029
5	45,8	86,8	41	222	1,168	47,888
6	42,9	90,1	47,2	400	1,011	47,719
7	40,5	92,2	51,7	331	0,928	47,978
8	40	92,5	52,5	420	0,905	47,513
					$2L_{\text{сп}}$	47,892

Увага! Заповнювати можна тільки не зафарбовані комірки книги MS Excel, тому що в зафарбованих комірках містяться розрахункові формули. Номера кільця відраховуються від внутрішнього до зовнішнього. У цьому випадку індекси hkl у таблиці будуть відповідати кільцям на електронограмі, радіуси яких записуються у відповідні рядки таблиці. Обчислення $2L\lambda_{\text{порівн}}$ виробляються автоматично по формулах, записаним в осередках книги MS Excel.

9. Виберіть на електронограмі три пари найближчих до центральної плями рефлексів, що не лежать на однійі прямої (див. рис. 2.3), і позначте їх цифрами 1,2 і 3. Проведіть через пари рефлексів прямі. Виміряйте відстані $2r$ між рефlekсами в обраних парах. Дані занесіть у таблицю 2.2.

Таблиця 2.2. Визначення індексів рефлексів у перший спосіб.

Досліджуваний зразок		r	$a =$	3,8312	ГЦК					
№ пари	$2r$	d_{hkl}	$(h^2+k^2+l^2)^{1/2}$ експ.	$(h^2+k^2+l^2)$ експ.	{hkl}	$(h^2+k^2+l^2)^{1/2}$ теор.	$(h^2+k^2+l^2)$ теор.	h	k	l
	1	25	1,9157	1,9999	4	200	2,000	4	0	2
2	55,5	0,8629	4,4399	20	420	4,472	20	-4	0	-2
3	61,3	0,7813	4,9038	24	422	4,899	24	-4	2	-2

10. Виміряйте за допомогою транспортира кути між відповідними прямими, що проходять через пари рефлексів. Дані занесіть у таблицю 2.3.

Таблиця 2.3. Визначення індексів рефлексів у другий спосіб.

№ пари	$\varphi_{\text{вим}}$	$\cos(\varphi_{\text{вим}})$	$\cos(\varphi_{\text{теор}})$	$\varphi_{\text{теор}}$	Рівняння	число:	Перевірка:
1 - 2	90	0,0000	0,0000	90,0000	$h_1 * h_2 + k_1 * k_2 + l_1 * l_2 =$	0	0
2 - 3	23	0,9205	0,9129	24,0948	$h_2 * h_3 + k_2 * k_3 + l_2 * l_3 =$	20	20
1 - 3	67	0,3907	0,4082	65,9052	$h_1 * h_3 + k_1 * k_3 + l_1 * l_3 =$	4	4

11. За значеннями $h^2 + k^2 + l^2$, обчисленим за обміряними значеннями $2r$ і розрахованої постійній електроннографа $2L\lambda_{\text{порівн}}$ та приведеним у стовпці « $h^2+k^2+ l^2$ (Э)», за допомогою даних з таблиці, що міститься на аркушах книги MS Excel «ГЦК» чи «ОЦК», визначити форму площин $\{hkl\}$ і занести їх у таблицю 2.2, а в стовпець « $h^2+k^2+ l^2$ (Т)» вставити відповідні значення для обраних сімейств площин.

Увага! При виборі форми площин $\{hkl\}$ врахуйте, що індекси відповідних рефлексів складаються за правилами векторної алгебри, відповідно до співвідношення (2.6).

12. Визначення індексів обраних рефлексів. *Перший спосіб.* Задайтеся довільно якимись значеннями (hkl) для першого рефлексу з відповідної форми площин. Потім для другого рефлексу підберіть таке сполучення індексів (hkl) , щоб при використанні співвідношення (2.6) для третього рефлексу виходили б значення, що відповідають знайденої для цього рефлексу формі площин $\{hkl\}$.

13. Визначення індексів обраних рефлексів. *Другий спосіб.* Задайтеся довільно якимись значеннями (hkl) для першого рефлексу з відповідної форми площин (у таблиці 2.2). Потім для другого рефлексу підберіть таке сполучення індексів (hkl) , щоб при використанні співвідношення (2.7), у таблиці 2.3 вийшло б значення косинуса кута між відповідними прямими, що проходять через ті ж пари рефлексів, і величина самого кута, що й обмірювані експериментально. Тоді для третього рефлексу індекси можна одержати, скориставшись співвідношенням (2.6).

14. Для перевірки правильності визначення індексів рефлексів електроннограми по першому способу використовуйте таблицю 2.3. У цій таблиці за значеннями (hkl) , знайденим для кожної пари рефлексів, обчислюється значення косинуса кута між відповідними прямими, що проходять через ті ж пари рефлексів, і величина самого кута. Ці значення варто порівняти зі значеннями, отриманими в результаті виміру кутів на електроннограмі.

15. Зі співвідношення (2.7) випливає, що величина $\cos \varphi \sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2} \sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2} = h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2$ є цілим числом. Величина, що знаходиться в лівій частині цього співвідношення у таблиці 2.3

обчислюється за обміряним значенням кутів і обраних форм площин $\{hkl\}$ (стовпець «Число») для кожної пари рефлексів. Значення в правій частині співвідношення розраховується по індексах, що підбираються, (hkl) (стовпець «Перевірка» у таблиці 2.3). Порівняння значень у зазначених вище стовпцях може служити критерієм правильності визначення індексів відповідних рефлексів, а в деяких випадках допомагає підібрати і самі індекси.

16. Якщо правильно визначити індекси обраних на електронограмі рефлексів не вдається, то перевірте правильність виміру усіх відстаней і кутів. Якщо повторні виміри не підтвердилися, то слід ще раз повторити пункти 8 – 15. Якщо повторні виміри підтвердилися, то варто вибрати інші форми площин, для яких значення $h^2 + k^2 + l^2$ на аркушах книги MS Excel «ГЦК» чи «ОЦК», не дуже істотно відрізняються від експериментально визначених значень у 4 і 5 стовпцях таблиці 2.2. Після чого варто повторити пункти 11 – 15.

17. Після визначення індексів обраних рефлексів варто визначити вісь $[uvw]$ зони площин, що відбивають. Для цього в таблиці 2.4, по формулах (2.3) обчислюються індекси вісі зони. Підбравши відповідним чином найбільший загальний дільник можна зменшити значення індексів вісі зони площин, що відбивають.

Таблиця 2.4. Визначення вісі зони площин, що відбивають.

u	V	w	НОД	h	k	l	h	k	l
-4	0	8	4	0	2	0	0	2	0
-1	0	2		-4	0	-2	-4	0	-2

18. Після визначення вісі зони слід визначити індекси усіх рефлексів, що є на електронограмі.

19. Приступити до оформлення звіту.

2.4.3. Зміст звіту. У звіті повинні бути представлені наступні дані:

1. Ціль роботи.
2. Основні співвідношення, які використовуються для визначення індексів електронограм монокристалічних плівок і визначення їхньої орієнтації щодо первинного пучка.
3. Зображення електронограми, що використовувалося для визначення індексів рефлексів і визначення вісі зони площин, що відбивають, параметри матеріалу плівки, параметри зйомки електронограми (прискорююча напруга). На електронограмі повинні бути визначені індекси всіх рефлексів і зазначена вісь зони площин, що відбивають, а також відзначені рефлекси, що використовувалися для визначення орієнтації плівки.
4. Таблиці обробки експериментальних даних (відповідний лист книги MS Excel).

5. Висновки.

2.5. Питання для самоперевірки

1. Що являє собою зворотний простір для монокристала?
2. Які вузли зворотного простору монокристалічної плівки дадуть рефлекси на електронограмі?
3. Що таке зона площин, що відбивають?
4. Що являє собою зона площин у зворотному просторі?
5. Чим зворотний простір монокристалічної речовини відрізняється від зворотного простору полікристала?
6. Як визначаються індекси осі зони площин по індексах площин з цієї зони?
7. Чому дорівнює мінімальна кількість визначених індексів рефлексів, щоб можна було визначити індекси всієї електронограми?
8. За допомогою якого співвідношення можна визначити індекси будь-якого рефлексу на електронограмі, якщо відомі індекси двох рефлексів?
9. Яким співвідношенням користаються при визначенні індексів електронограм по першому способу?
10. Яким співвідношенням користаються при визначенні індексів електронограм по другому способу?
11. Які величини необхідно вимірювати на електронограмі при визначенні індексів електронограм по другому способу?
12. Опишіть послідовність дій при визначенні орієнтації плівки по електронограмі.
13. Яке співвідношення можна використовувати для перевірки правильності визначення індексів рефлексів на електронограмі?

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 3

ВИЗНАЧЕННЯ НА ЕЛЕКТРОНОГРАМІ ЗАЙВИХ РЕФЛЕКСІВ ВІД НЕНУЛЬОВИХ ЛАУЕ ЗОН

Мета роботи – навчитися визначати наявність зайвих рефлексів від ненульових Лауе зон. Навчитися визначати в координатах ненульової Лауе зони координати одного з рефлексів цієї зони та визначати індекси зайвих рефлексів ненульової Лауе зони.

3.1. Загальні відомості

Зайві рефлекси на електронограмі не повинні з'являтися в рамках теорії геометричної електронографії. Однак при зйомці електронограм часто спостерігаються зайві рефлекси, що виникають з кількох причин:

1) *Кривизна сфери Евальда*. Може статися, що при зйомці електронограми кристала уздовж вісі зони з великим періодом ідентичності сфера Евальда перетинає вузли не тільки нульової Лауе зони оберненої ґратки, а і ненульової. Тому виникають рефлекси, що не збігаються з теоретичною електронограмою. На рис. 3.1 а) наведено приклад перетинання сферою Евальда ненульової Лауе зони.

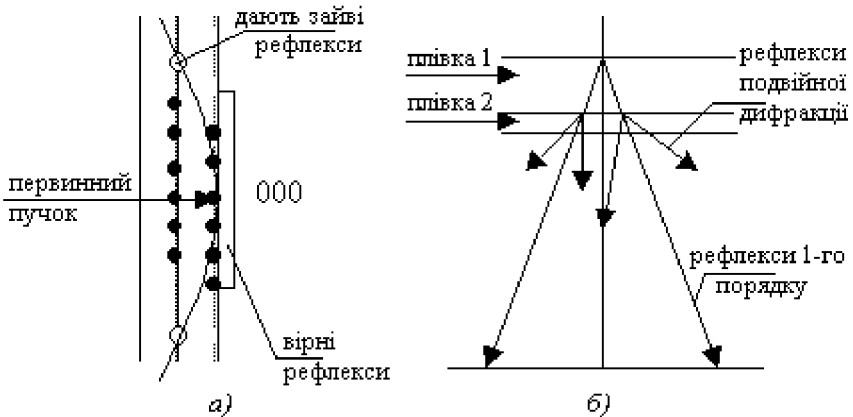


Рисунок 3.1 - Схеми виникнення зайвих рефлексів
а) перетин ненульової Лауе зони, б) подвійна дифракція

2) *Подвійна дифракція*. Рефлекси подвійної дифракції часто виникають при зйомці двошарових плівок, тобто на електронограмі з'являються зайві рефлекси поблизу первинного пучка. Рефлекси подвійної дифракції виникають завдяки тому, що дифрагований у першій плівці промінь, є джерелом (первинним випромінюванням) для другої плівки. На рис. 3.1 б) наведено приклад схеми подвійної дифракції.

3) *Дифракція від кристалографічних двійників*. Якщо в монокристалічній плівці присутні двійники (двійникові прошарки), то в результаті дифракції вони дають зайві рефлекси на електронограмі. При цьому з'являються двійникові рефлекси, що не вписуються в матричну електронограму від кристала.

У даній лабораторній роботі розглянемо зайві рефлекси, які виникають через перетинання сферою Евальда ненульової Лауе зони.

3.2. Розпізнавання та визначення індексів зайвих рефлексів від ненульової Лауе зони

3.2.1. Розпізнавання. Зайві рефлекси від ненульової Лауе зони можна розпізнати, качаючи плівку. При цьому їхня інтенсивність зростає або зменшується в тій чи іншій частині знімка.

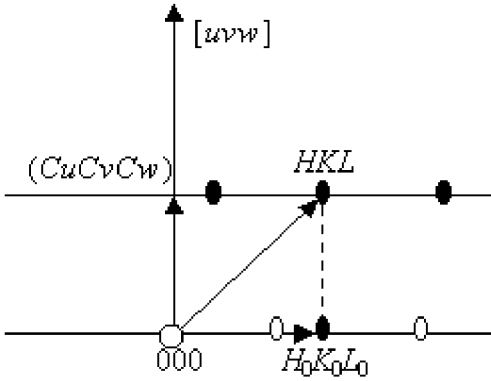


Рисунок 3.2 - Схема визначення розташування рефлексу (HKL) з ненульової Лауе зони на площині нульової Лауе зони

У нульової Лауе зоні умова перпендикулярності нульової площини і вісі зони має вигляд:

$$(hkl)[uvw] = hu + kv + lw = 0$$

Незалежно від типу кристалічної ґратки проекція будь-якого вузла r_{hkl} ненульової Лауе зони на вісь $[uvw]$ має те саме значення (див. схему розташування вузлів у нульової і ненульової Лауе зонах на рис. 3.2):

$$\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \cos \varphi = \frac{(hu + kv + lw)}{\sqrt{u^2 + v^2 + w^2}} = \text{const} = \begin{cases} 0,1,2,3,\dots \\ 0,2,4,6,\dots \end{cases}$$

Значення константи визначається віссю зони $[uvw]$ і законом загасання. Наприклад, для ГЦК ґратки і вісі зони $[111]$ константа може приймати значення: 0,1,2,3, а для вісі зони $[211]$ – 0,2,4,6. У загальному випадку рівняння зони площин, що відбивають, буде мати вид:

$$hu + kv + lw = 0$$

$$hu + kv + lw = N = \begin{cases} 1,2,3,\dots \\ 2,4,6,\dots \end{cases} \quad (3.1)$$

3.2.2. Визначення індексів. Друге питання, що виникає при розгляді електроннограми з зайвими рефлексами, полягає в тому, як визначити індекси цих зайвих рефлексів, якщо ми вже визначили індекси рефлексів нульової Лауе зони.

Розглянемо появу зайвих рефлексів на прикладі ГЦК гратки. Рівняння зони площин з віссю $[111]$ для нульової Лауе має вид:

$$h + k + l = 0 - 0 \text{ зона}$$

Електронोगрама для нульової зони $[111]$ у цьому випадку буде виглядати в такий спосіб (див. рис. 3.3 а):

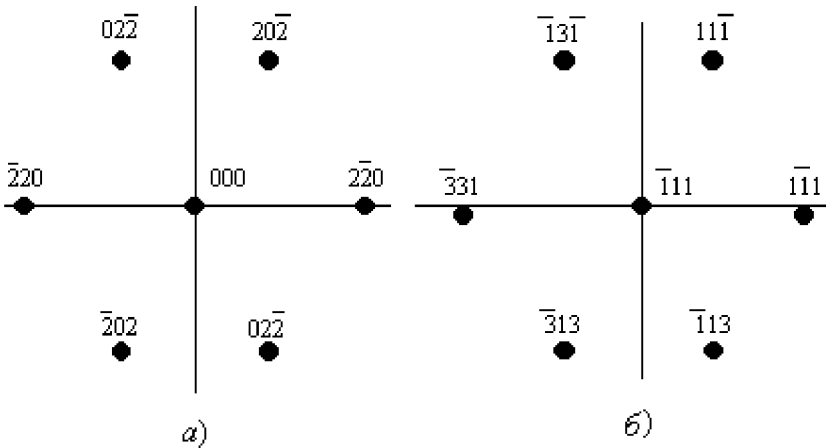


Рисунок 3.3 - Схеми: а) нульової Лауе зони, б) першої Лауе зони

Знайдемо який-небудь рефлекс у ненульовій Лауе зоні. Для першої Лауе зони рівняння буде мати вид:

$$h + k + l = 1 - 1 \text{ зона}$$

Рівняння для першої зони ($N = 1$) дає рішення (підбираються (hkl) які задовольняють рівнянню для першої Лауе зони) для вузла $(\bar{1}11)$, що лежить у першій Лауе зоні.

Навколо знайденого рефлексу $(hkl)_1$ у першій Лауе зоні (у нашому прикладі це рефлекс $(\bar{1}11)$) можна побудувати схему рефлексів 1-ї зони. Якщо до знайденого рефлексу $(hkl)_1$ 1-ї зони додати рефлекси $(hkl)_0$ – 0-ї зони. У результаті одержимо картину, приведену на рисунку 3.3 б). Однак невідомо, де розташовані ці рефлекси відносно 0-ї зони Лауе.

Визначимо положення рефлексу $(hkl)_1$ на площині 0-ї зони. Знайдемо вектор (Cu, Cv, Cw) , що є проекцією будь-якого вектора (HKL) , що лежить у першій Лауе зоні, на вісь зони (див. рис. 3.2). Для скалярний добуток векторів маємо $(HKL)(uvw) = Hu + Kv + Lw = 1$ (для 1-ї зони, де $HKL = CuCvCw$, а

C – частка періоду ідентичності уздовж вісі зони), що рівносильно співвідношенню $C_{uu} + C_{vv} + C_{ww} = 1$ ($= N$ для N -Лауе зони), відкіля для константи C одержуємо:

$$C = \frac{N}{u^2 + v^2 + w^2}, \quad (3.2)$$

де N – номер Лауе зони, яка дає зайві рефлекси.

Для векторного трикутника (див. рис. 3.2) можна записати:

$$[Cu Cv Cw] + (H_0K_0L_0) = (HKL),$$

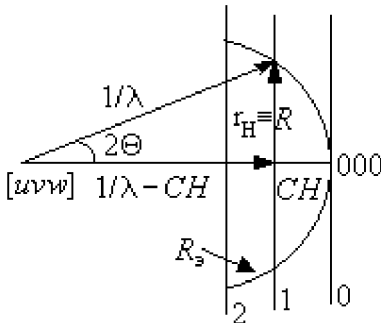
відкіля для індексів $(H_0K_0L_0)$ положення рефлексу (HKL) N -ої Лауе зони в площині нульової зони одержимо:

$$(H_0K_0L_0) = (HKL) - [Cu Cv Cw] \quad (3.3)$$

Тоді координати $H_0K_0L_0$ будуть рівні:

$$H_0 = H - Cu, \quad K_0 = K - Cv, \quad L_0 = L - Cw$$

3.2.3. Визначення місця на електронограмі, де можна очікувати появи зайвих рефлексів. Нехай $r \equiv R$ – радіус окружності перетинання сфери Евальда з ненульовою площиною (див. рис. 3.4). На електронограмі усередині окружності радіуса R зайвих рефлексів бути не може. При зйомці кубічного кристала з віссю зони $[uvw]$ для періоду ідентичності уздовж вісі зони маємо:



$$\frac{1}{d_{uvw}^2} = \frac{u^2 + v^2 + w^2}{a^2}.$$

В оберненому просторі $H = 1/d$. Тоді, із трикутника, приведеного на рисунку 3.4, одержимо для точки перетину сфери Евальда з ненульовою Лауе зоною:

Рисунок 3.4 - Схема утворення рефлексів від ненульової Лауе зони

$$R \equiv r_H = \sqrt{\lambda^{-2} - \left(\lambda^{-1} - CH\right)^2} = \sqrt{\frac{2CH}{\lambda} \left(1 - \frac{CH\lambda}{2}\right)} \quad (3.4)$$

При зйомці електронограми: $H \sim (0.1 \div 1) \text{ \AA}^{-1}$; $\lambda \approx 5 \cdot 10^{-2} \text{ \AA}$; $C < 1$.
Тоді маємо $CH\lambda/2 \ll 1$ і для r одержимо:

$$r_H = \sqrt{\frac{2CH}{\lambda}} \quad (3.5)$$

У прямому просторі $r_{gr} = r \cdot L\lambda$, тоді

$$r_{\Delta z} = r_H L\lambda = L\lambda \sqrt{\frac{2CH}{\lambda}} = L\lambda \sqrt{\frac{2N\sqrt{u^2 + v^2 + w^2}}{(u^2 + v^2 + w^2)a\lambda}} = L\lambda \sqrt{\frac{2N}{a\lambda\sqrt{u^2 + v^2 + w^2}}} \quad (3.6)$$

3.3. Порядок виконання роботи

3.3.1. Завдання для виконання роботи. Визначити вісь зони площин, що відбивають, і визначити індекси електронограм двох монокристалічних плівок матеріалів із ГЦК і ОЦК структурою. Знайти і визначити індекси всіх зайвих рефлексів від ненульової Лауе зони.

3.3.2. Порядок дій.

1. Включити електронограф або запустити на виконання моделюючу програму (Робота з програмою, що моделює роботу електронографа, описана в ознайомлювальній лабораторній роботі).

2. Поки йде відкачка вакуумної системи електронографа, підготуйте зразок для проведення електронографічних досліджень.

При роботі з моделюючою програмою виберіть матеріал плівки й інші параметри згідно даним варіанта завдання, зазначеного нижче. Виконуйте вказівки рядка стану і текстових коментарів програми. При потребі необхідні дані занесіть у звіт по лабораторній роботі.

3. Після підготовки зразка приступайте до юстування електронографа.

Встановіть прискорюючу напругу, струм розжарення катода, струм первинного пучка і сфокусуйте первинний пучок по юстовочному екрані. Після чого приступайте до шлюзування об'єкта досліджень.

4. Коли об'єкт досліджень (монокристалічна плівка відомої речовини з полікристалічною плівкою Al – еталонем) встановлений в область розмі-

щення зразків електроннографа, приступайте до юстування зображення електроннограми. Регулюючи струм первинного пучка, і вибираючи місце на зразку, доможіться чіткого зображення кілець еталона і рефлексів монокристалічної плівки на електроннограмі. Качаючи зразок, доможіться появи рефлексів від ненульової Лауе зони.

5. Проведіть зйомку електроннограми на фотопластинку. Після зйомки електроннограми на фотопластинку, витягніть останню з електроннографа і проявіть її в стандартному проявнику, зафіксуйте зображення в закріплювачі і висушіть. При роботі з моделюючою програмою створена ЕОМ модельна електроннограма повинна бути роздрукована на принтері.

6. Після одержання електроннограми (за допомогою моделюючої програми або електроннографа), приступайте до обробки результатів – визначенню орієнтації монокристалічної плівки, і визначенню індексів рефлексів від ненульової Лауе зони на електроннограмі. Цю роботу рекомендується виконувати за допомогою книги MS Excel, що знаходиться у файлі “EGmono.xls” (Рекомендується використовувати книгу, що використовувалася Вами при виконанні лабораторної роботи №2 «Визначення орієнтації монокристалічної плівки відносно первинного пучка»).

7. Відкрийте книгу на листі L0X або LXX. Заповніть у відповідні ячейки всі дані про електроннограму: «Досліджувана речовина», параметр ґратки, тип ґратки, прискорююча напруга. Переіменуйте лист так, щоб після “L” стояв номер варіанта. Збережіть книгу під своїм ім'ям у своїй директорії.

8. Визначить індекси всіх рефлексів на електроннограмі так, як це було описано в методичних указівках до лабораторної роботи №2.

9. Знайдіть який-небудь рефлекс (hkl) у ненульовій Лауе зоні. Для цього заповнить ячейки «hN», «kN» і «lN» таблиці 3.1.

Таблиця 3.1. Пошук рефлексу в ненульовій Лауе-зоні.

Пошук рефлексу в ненульовій Лауе-зоні						
№ Лауе	hN	kN	lN	Перевірка:	Закон загасання	Підберіть (hN kN lN) для ненульової Лауе-зони
1	0	1	1	1	Виконано	

Увага! Заповнювати ячейки «hN», «kN» і «lN» треба таким чином, щоб індекси були мінімальні, і виконувався б закон загасання. При підборі індексів рефлексу ненульової Лауе зони автоматично визначається номер ненульової Лауе зони за допомогою співвідношення (3.1).

10. Визначить координати ($h_0k_0l_0$) рефлексу (hkl) у нульовій Лауе зоні, для чого використовуйте таблицю 3.2.

Таблиця 3.2. Визначення координат рефлексу ((*hkl*)) в нульовій зоні.

Визначення координат рефлексу (<i>hN kN lN</i>) в нульовій зоні							
	h_0	k_0	l_0	Закон загасання		$h_0^*u + k_0^*v + l_0^*w = 0$	
$c =$	2	4	38	28	Виконано		Підберіть a , якщо порушено закон загасання
	34				$a =$	2	

Увага! При заповненні ячеек « h », « k » і « l » у таблиці 3.1 автоматично в таблиці 3.2 проводяться обчислення координат ($h_0k_0l_0$) у нульовій Лауе зоні рефлексу (hkl) з використанням співвідношень (3.2) – (3.3). При цьому в ячейці, розташованій ліворуч від ячейки з позначенням « $h_0^*u + k_0^*v + l_0^*w =$ », автоматично перевіряється влучення рефлексу ($h_0k_0l_0$) у нульову Лауе зону (виводиться номер Лауе зони). Для виконання закону загасання для рефлексу ($h_0k_0l_0$) необхідно підібрати множник a , величина якого визначає масштабний множник C , при обчисленні якого використовується співвідношення (3.2). Таким чином, координати рефлексу (hkl) у нульовій Лауе зоні будуть рівні: $C^*(h_0k_0l_0)$.

11. Визначити координати рефлексу $C^*(h_0k_0l_0)$ на електронограмі, для чого використовуйте таблицю 3.3.

Таблиця 3.3.

Підберіть m і n , що задовольняють рівнянню: $(h_0k_0l_0) = m^*(hkl)_1 + n^*(hkl)_2$										
	№ рефл.	(hkl)	r , мм		h_0	k_0	l_0	r' , мм		
Вісь X	1	(1-10)	9,75	$m =$	17	4	38	28	-4,9	
Вісь Y	2	(334)	40	$n =$	7	4	38	28	8,2	
	№ рефл.	(hkl)	x , мм	y , мм						
Вісь X	1	(1-10)	9,7	0,0				Вісь X	-4,8	мм
Вісь Y	2	(334)	0,0	39,9				Вісь Y	8,2	мм

Увага! Підберіть числа m і n , що задовольняють рівнянню: $(h_0k_0l_0) = m^*(hkl)_1 + n^*(hkl)_2$. Причому $(hkl)_1$ і $(hkl)_2$ – індекси рефлексів, отримані при визначенні індексів електронограми. При підборі значень чисел m і n в ячейках ліворуч від « $m =$ » і « $n =$ » стежте, щоб у сусідніх трьох ячейках ліворуч з'явилися значення ($h_0k_0l_0$), отримані в таблиці 2. Після підбору значень чисел m і n в ячейках третього і четвертого рядків під ячейкою « r' , мм» з'являться числа, що відповідають відстані в мм від центрального рефлексу (000) до точки $C^*(h_0k_0l_0)$ уздовж напрямків на рефлекси $(hkl)_1$ і $(hkl)_2$, відповідно. Якщо прийняти, що вісі координат X і Y обрані уздовж більшої і меншої вісей електронограми, то в ячейках п'ятого і шостого рядків

ліворуч від ячеєк «Вісь X =>» і «Вісь Y =>» з'являться числа, що відповідають відстані в мм від центрального рефлексу (000) до точки $C^*(h_0k_0l_0)$ уздовж вісей X і Y, відповідно.

12. Знайдіть на електронограмі по координатах, обчислених у таблиці 3, точку $C^*(h_0k_0l_0)$, що відповідає рефлексу (hkl) у нульовій Лауе зоні. Відзначте в цьому місці точку і проставте поруч з нею її індекси (hkl). Проведіть на електронограмі окружність, поблизу якої можлива поява зайвих рефлексів від ненульової Лауе зони. Радіус цієї окружності обчислюється по формулі (3.6) у рядку, наведеному в таблиці 3.4.

Таблиця 3.4. Положення зайвих рефлексів.

Зайві рефлекси знаходяться поблизу гЭГ, мм	45,4	від	центру
		електронограми	

13. Знайдіть зайві рефлекси від ненульової Лауе зони, що розташовані поблизу проведеної на електронограмі окружності. Визначить індекси знайдених зайві рефлексів від ненульової Лауе зони, використовуючи співвідношення:

$$(hkl)_{\text{ненульової Лауе зони}} = (hkl) + i^*(hkl)_1 + j^*(hkl)_2,$$

де i і j – цілі числа.

Увага! Якщо координати рефлексу ($h_0k_0l_0$) не дають можливості знайти індекси зайвих рефлексів, інвертуйте рефлекси (hkl)₁ - (hkl)₃. Після цього при необхідності повторіть пункти 9 – 14.

14. Приступити до оформлення звіту.

3.3.3. Зміст звіту. У звіті повинні бути представлені:

1. Ціль роботи
2. Основні співвідношення, що були використані для визначення індексів зайвих рефлексів від ненульової Лауе зони.
3. Зображення електронограми, яка використовувалася для визначення індексів рефлексів і визначення вісі зони площин, що відбивають, параметри матеріалу плівки, параметри зйомки електронограми (прискорююча напруга). На електронограмі повинні бути визначені індекси всіх рефлексів і показана вісь зони площин, що відбивають, а також відзначені рефлекси, що використовувалися для визначення орієнтації плівки.
4. На електронограмі повинні бути відзначені точка $C^*(h_0k_0l_0)$, що відповідає рефлексу (hkl) у нульовій Лауе зони, номер N ненульової Лауе зони, що дав зайві рефлекси, а також визначені індекси всіх зайвих рефлексів.
5. Таблиці обробки експериментальних даних (відповідний лист книги MS Excel).
6. Висновки.

3.4. Питання для самоперевірки

1. Що може служити причиною появи зайвих рефлексів на електронограмі?
2. У якому місці електронограмі можуть з'являтися рефлекси від ненульової Лауе зони?
3. Який вид має рівняння зони площин, що відбивають, у загальному випадку?
4. Який фізичний зміст константи C , що обчислюється за допомогою співвідношення (3.2)?
5. Якими співвідношеннями і законами потрібно користуватися при пошуках рефлексу в ненульовій Лауе зоні?
6. За допомогою якого співвідношення можна знайти індекси положення рефлексу N -ої Лауе зони в площині нульової зони?
7. Від яких параметрів залежить радіус окружності перетинання сфери Евальда з ненульовою Лауе зоною у зворотному просторі?
8. Як буде змінюватися радіус окружності на електронограмі, поза межами якої можна чекати появи зайвих рефлексів від ненульової Лауе зони, при збільшенні прискорючої напруги?

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 4

ВИЗНАЧЕННЯ НА ЕЛЕКТРОНОГРАМІ ЗАЙВИХ РЕФЛЕКСІВ ВІД ДВІЙНИКІВ

Мета роботи – навчитися визначати наявність зайвих рефлексів від двійників. Навчитися визначати розташування вісі двійникування та визначати індекси зайвих рефлексів від двійників.

4.1. Відбиття від двійникових утворень

Двійник – це дзеркальне відображення кристала в площині двійникування.

Площина двійникування – це одна з найбільш щільно упакованих площин в прямому просторі. При цьому частина кристала виявляється поверненою навколо вісі двійникування $[pqr]$ так, як показано на рис. 4.1. Вісь двійникування перпендикулярна площині двійникування.

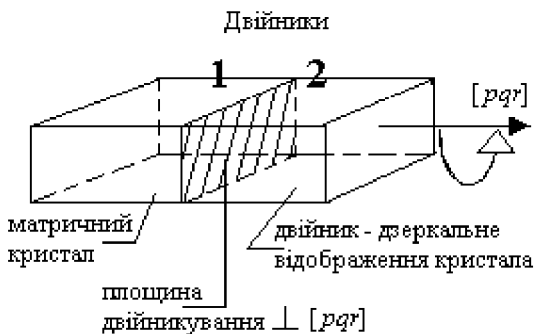


Рисунок 4.1 - Схема двійникування

повернути її на 180° щодо вісі двійникування.

4.2. Визначення індексів двійникових рефлексів.

4.2.1. Вісь двійникування лежить у площині електронограми.

Розглянемо ГЦК кристал, орієнтований площиною (110) до поверхні підкладки. Нехай вісь первинного пучка паралельна площині двійникування. У цьому випадку вісь двійникування лежить у площині електронограми. При двійнуванні рефлекси матричного кристала hkl

переходять у рефлекси двійникового кристала $h'k'l'$, що ілюструється схемою, приведеною на рис. 4.2.

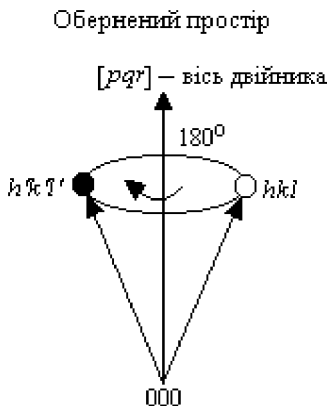


Рисунок 4.2 - Поворот матричного рефлекса hkl на 180° і перехід його в двійникове положення $h'k'l'$

Отже, щоб знайти двійникові рефлекси треба електронограму повернути на 180° відносно вісі двійникування.

Знайдемо зв'язок індексів двійникових рефлексів з індексами рефлексів матричного кристала і віссю двійникування.

Зв'яжемо $h'k'l'$ з hkl і $[pqr]$. З векторного трикутника (див. рис. 4.2)

випливає, що

$$[hkl] + [h'k'l'] = n [pqr].$$

Знайшовши n (частина вектора), можна знайти індекси двійникового рефлексу:

$$h' = np - h, \quad k' = nq - k, \quad l' = nr - l \quad (4.1)$$

Система рівнянь (4.1) справедлива, якщо двійник утвориться шляхом повороту матричного кристала на 180^0 .

Розглянемо, як розрахунковим шляхом визначати індекси двійникових рефлексів. Розгляд почнемо на прикладі кубічних кристалів. У кубічних кристалах напрямку в прямому і зворотному просторах збігаються, крім того, у двійникових площинах однакові міжплощинні відстані. Тоді

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} = \frac{h'^2 + k'^2 + l'^2}{a^2} = \frac{(np - h)^2 + (nq - k)^2 + (nr - l)^2}{a^2}.$$

Отже: $h^2 + k^2 + l^2 = (np - h)^2 + (nq - k)^2 + (nr - l)^2$, і після нескладних перетворень випливає, що:

$$n^2(p^2 + q^2 + r^2) - 2n(ph + qk + rl) = 0$$

Або:

$$n = \frac{2(ph + qk + rl)}{p^2 + q^2 + r^2} \quad (4.2)$$

З (4.1) і (4.2) завжди можна знайти індекси двійникового кристала.

$$\left\{ \begin{array}{l} h' = \frac{2p(ph + qk + rl) - h(p^2 + q^2 + r^2)}{p^2 + q^2 + r^2} = \frac{2p(ph + 2qk + 2rl) - h(q^2 + r^2)}{p^2 + q^2 + r^2} \\ k' = \frac{2p(2ph + qk + 2rl) - h(p^2 + r^2)}{p^2 + q^2 + r^2} \\ l' = \frac{2p(2ph + 2qk + rl) - h(q^2 + p^2)}{p^2 + q^2 + r^2} \end{array} \right. \quad (4.3)$$

Приклад:

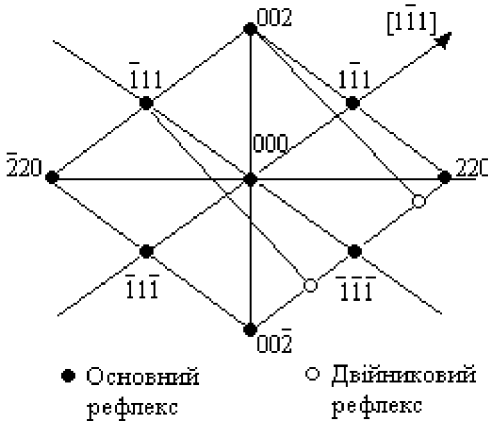


Рисунок 4.3 - Розміщення двійникових рефлексів

одержимо:

$$h' = 1(0 + 0 + 4)/3 = 4/3, \quad k' = -1(0 + 0 + 4)/3 = \bar{4}/3,$$

$$l' = 1(0 + 0 + 4) - 2(1 + 1)/3 = \bar{2}/3$$

Таким чином $(h'k'l') = (4 \bar{4} \bar{2})/3$

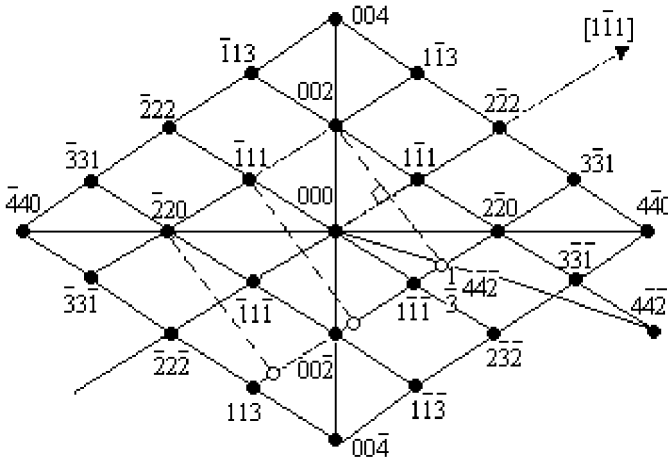


Рисунок 4.4 - Електронограма з двійниковими рефлексами

Варто відзначити, що з побудови, приведеної на рис.4.2, випливає, що

Розглянемо електронограму від ГЦК монокристалічної плівки, площина (110) якої рівнобіжна підкладці. Визначимо положення матричного рефлексу (002) у двійниковому положенні. Електронограма приведена на рисунку 4.3.

Маємо: $(hkl) = (002)$ – матричний рефлекс, $[pqr] = [1 \bar{1} 1]$ – вісь двійникування.

Виконаємо обчислення по формулах (4.3) і

Якщо на електронограмі знайти рефлекс $(4 \bar{4} \bar{2})$ і взяти $1/3$ відстані від цього рефлексу до центра електронограми, то саме в цьому місці і буде знаходитися рефлекс (002) у двійниковому положенні. Проведена операція ілюструється рисунком 4.4.

матричний рефлекс і двійниковий для кубічних кристалів лежать на перпендикулярі до осі двійникування на однакових відстанях від її. Отже, і на електронограмі, якщо вісь двійникування лежить у площині електронограми, то матричний рефлекс і двійниковий для кубічних кристалів лежать на перпендикулярі до осі двійникування на однакових відстанях від її. Це положення ілюструється пунктирними лініями на рис. 4.4.

4.2.2. Вісь двійникування не лежить у площині електронограми.

Нехай відомо, що вісь двійникування $[pqr]$ не лежить у площині електронограми. У цьому випадку варто надходити в такий спосіб. Знайдемо вісь зони площин, що відбивають, для кристала в двійниковому положенні $[uvw]$ двійник. Знайдемо потім які-небудь двійникові рефлекси і визначимо їхнє положення на електронограмі матричного кристала.

Будемо розглядати спосіб визначення індексів зайвих рефлексів для випадку, коли вісь двійникування не лежить у площині електронограми, на прикладі ГЦК структури з віссю зони площин, що відбивають $[123]$, електронограма якої приведена на рис. 4.5.

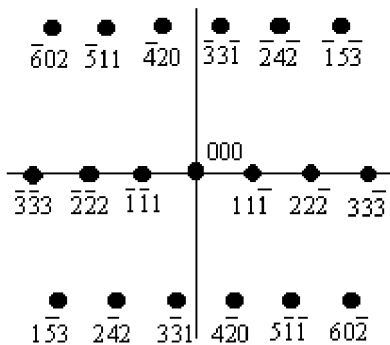


Рисунок 4.5 - Теоретична електронограма матричного кристала (структура ГЦК, вісь зони $[123]$)

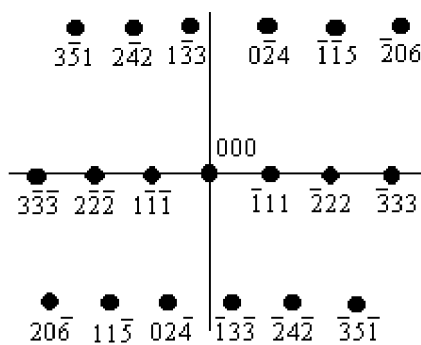


Рисунок 4.6 - Теоретична електронограма двійникового кристала (структура ГЦК, вісь зони $[321]$)

У загальному випадку індекси вісі двійникування невідомі. Тому довільно задамося індексами $[pqr]$ для вісі двійникування. Для розглянутого приклада прийемо $[pqr] = [111]$.

Скориставшись співвідношеннями (4.3), у які замість індексів рефлексу (hkl) підставляємо індекси осі зони площин, що відбивають, $[uvw]$ матричного кристала, знаходимо індекси зони площин кристала, що відбивають, у двійниковому положенні $[uvw]_{\text{двійник}}$. У розглянутому прикладі це буде: $[uvw]_{\text{двійник}} = [321]$.

Побудуємо теоретичну електронограму з віссю зони площин які відбивають $[uvw]_{\text{двійник}}$. Для розглянутого приклада ця електронограма приведена на рис. 4.6.

Виберемо на побудованій електронограмі два яких-небудь рефлекси (hk) , що не лежать на одній прямій, що проходить через центр електронограми, і, за допомогою співвідношень (4.3), знайдемо їхнє положення $h'k'l'$ у матричному кристалі.

У розглянутому прикладі виберемо два рефлекси: $(\bar{1} 1 1)$ і $(\bar{1} \bar{1} 5)$ і знайдемо їхнє положення в матричному кристалі. Обчислення дають наступні їхні координати $(h'k'l')$ у матричному кристалі: $(5 \bar{1} \bar{1})/3$ і $(3 3 \bar{3})$, відповідно.

Положення отриманих рефлексів на електронограмі матричного кристала показане на рис. 4.7 (рефлекси зображені трикутниками).

Далі, знаючи положення двох рефлексів $(h'_1k'_1l'_1)$ і $(h'_2k'_2l'_2)$, можна побудувати всю електронограму двійникового кристала. При цьому індекси $(h'k'l')$ рефлексів двійникового кристала визначаються за допомогою векторної алгебри:

$$(h'k'l') = i * (h'_1k'_1l'_1) + j*(h'_2k'_2l'_2),$$

де i і j – цілі числа.

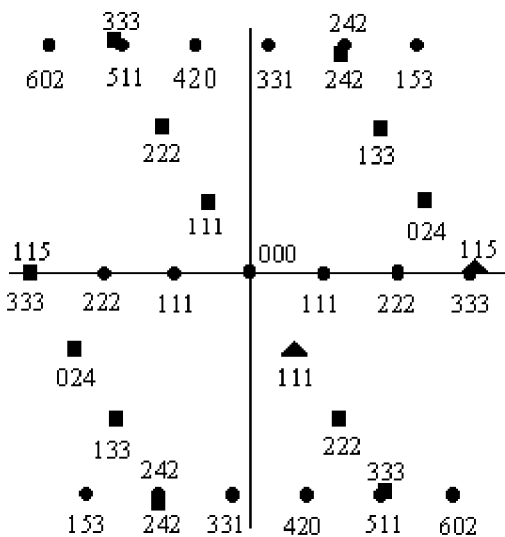


Рисунок 4.7 - Теоретична електронограма матричного кристала (структура ГЦК, вісь зони $[123]$) і двійника з віссю двійникування $[pqr] = [111]$

Для розглянутого приклада електронограми з зайвими рефлексами від двійників на рис. 4.7 рефлекси двійникового кристала зображені у вигляді квадратів на тлі рефлексів матричного кристала, які зображені у вигляді кругів.

Якщо положення побудованих рефлексів двійникового кристала на електронограмі матричного кристала не збігається з положенням зайвих рефлексів на експериментально отриманій електронограмі, то варто вибрати іншу вісь двійникування $[pqr]$ і повторити побудова ще раз.

4.3. Порядок виконання роботи

4.3.1. Завдання для виконання роботи. Визначити вісь зони площин, що відбивають, і визначити індекси рефлексів на електронограмах двох монокристалічних плівок матеріалів із ГЦК і ОЦК структурою. Знайти і визначити індекси усіх зайвих рефлекси від двійникового кристала.

4.3.2. Порядок дій.

1. Увімкнути електронограф або запустити на виконання моделюючу програму (Робота з програмою, що моделює роботу електронографа, описана в ознайомлювальній лабораторній роботі).

2. Поки йде відкачка вакуумної системи електронографа, підготуйте зразок для проведення електронографічних досліджень.

При роботі з моделюючою програмою виберіть матеріал плівки й інші параметри згідно даним варіанта завдання. Виконуйте вказівки рядка стану і текстових коментарів програми. При необхідності потрібні дані занесіть у звіт по лабораторній роботі.

3. Після підготовки зразка приступайте до юстування електронографа. Встановіть прискорюючи напругу, струм розжарення катода, струм первинного пучка і сфокусуйте первинний пучок на юстовочному екрані. Після чого приступайте до шлюзування об'єкта досліджень.

4. Коли об'єкт досліджень (монокристалічна плівка відомої речовини з полікристалічною плівкою Al – еталоном) буде встановлен в тримач зразків електронографа, приступайте до юстування зображення електронограми. Регулюючи струм первинного пучка, і вибираючи місце на зразку, доможіться чіткого зображення кілець еталона і рефлексів монокристалічної плівки на електронограмі. Переміщаючи зразок під пучком, доможіться появи на електронограмі зайвих рефлексів від двійників.

5. Проведіть зйомку електронограми на фотопластинку. Після зйомки електронограми на фотопластинку, витягніть останню з електронографа і проявіть її в стандартному проявнику, зафіксуйте зображення в закріплювачі і висушіть. При роботі з моделюючою програмою створена ЕОМ модельна електронограма повинна бути роздрукована на принтері.

6. Після одержання електронограми (за допомогою моделюючої програми чи електронографа), приступайте до обробки результатів – визначенню орієнтації монокристалічної плівки – матричного кристала і визначення індексів рефлексів від двійників на електронограмі. Цю роботу рекомендується виконувати за допомогою книги MS Excel, що знаходиться у файлі “EGmono.xls” (Рекомендується використовувати книгу, що використовувалася Вами при виконанні лабораторних робіт №2 “Визначення орієнтації монокристалічної плівки стосовно первинного пучка” і №3 “Визначення на електронограмі зайвих рефлексів від ненульових Лауе зон”).

7. Відкрийте книгу на листі D0X або DX. Заповніть у відповідні осередки всі дані про електронограму: “Досліджувана речовина”, параметр ґратки, тип ґратки, прискорююча напруга. Переіменуйте лист так, щоб після “D” стояв номер варіанта. Збережіть книгу під своїм ім'ям у своїй директорії.

8. Визначить індекси електронограми матричного кристала так, як це було описано в лабораторній роботі №2 “Визначення орієнтації монокристалічної плівки стосовно первинного пучка”.

9. Перевірте на електронограмі матричного кристала наявність рефлексів, індекси яких відповідають формі площин із щільним упакуванням і можуть бути площинами двійникування ($\{111\}$ для ГЦК – і $\{211\}$ для ОЦК – структури). При наявності таких рефлексів природно припустити, що вісь двійникування лежить у площині електронограми і проходить через відповідний рефлекс. У цьому випадку варто почати визначення індексів рефлексів двійникового кристала так, як це описано в пункті 10 і далі. У протилежному випадку вісь двійникування не лежить у площині електронограми і варто відразу перейти до пункту 15.

10. У таблиці 4.1 заповніть осередку для передбачуваної вісі двійникування $[pqr]$ і обраного рефлексу (hkl) матричного кристала, щоб визначити його в двійниковому положенні на електронограмі в координатах $(h'k'l')$ матричного кристала.

Таблиця 4.1. Вибір вісі двійникування та рефлексу матричного кристала.

1. Вісь двійникування лежить в площині електронограми							
Матричний кристал:				Оберіть вісь двійникування $[pqr]$ і рефлекс (hkl)			
$\{pqr\}$	l	q	r	$(h$	k	$l)$	Закон загасання для (hkl)
$\{211\}$	-1	-2	1	1	2	-1	Виконано
Закон загасання для (pqr)				$[uvw]$	Рівняння зони для (hkl)		
Виконано				$[3-2-1]$	$h^*u + k^*v + l^*w =$	0	Виконано
Рівняння зони для (pqr) :				Вісь двійникування		$\{211\}$	
$p^*u + q^*v + r^*w =$				0		Вірно лежить в площині електронограми	

Увага! Заповнювати осередок з індексами “p”, “q”, “r”, “h”, “k” і “l” слід таким чином, щоб виконувався закон загасання, і задовольнялося рівняння зони. Перевірка закону загасання і рівняння зони при заповненні осередків з індексами виробляється автоматично по формулах, записаним в осередках книги Excel. Крім того, за допомогою співвідношень (4.3) обчислюються координати двійникового рефлексу $(h'k'l')$, що відповідають обраному рефлексу (hkl) .

11. Підберіть найбільший загальний дільник НОД для узгодження закону загасання і виконання рівняння зони для координат двійникового рефлексу

$(h'k'l)_m$, для чого використовуйте таблицю 4.2.

Таблиця 4.2. Координати двійникового рефлексу $(h'k'l)_m$.

Двійниковий кристал:				НОД	$(h'$	k'	$l')$	m	Підберіть НОД для погодження законів загасання і вісі зони
$(h$	k	$l)$	$c =$	6	1	2	-1		
1	2	-1		6					

12. Визначите координати двійникового рефлексу $(hkl)_\delta$ на електронограмі в координатах матричного кристала: $C^*(h'k'l)_m$, для чого використовуйте таблицю 4.3.

Таблиця 4.3. Координати двійникового рефлексу $(hkl)_\delta$.

Підберіть m та n , які задовольняють рівнянню: $(h'k'l) = m^*(hkl)_1 + n^*(hkl)_2$					Закон загасання для $(h'k'l)_m$		
					Виконано		
					Рівняння зони для $(h'k'l)_m$:		
$m =$	1	1	2	-1	(12-1)	$h^*u + k^*v + l^*w = 0$	Виконано
$n =$	0	1	2	-1	(103)		
Координати рефлекса	Вісь X	11,4	мм	Якщо в цієї точці немає двійникового рефлексу, то або потрібно обрати іншу вісь $[pqr]$, або перейти до пункту 2.			
	Вісь Y	0,0	мм				

Увага! Підберіть числа m і n , щоб задовольнити рівнянню: $(h'k'l)_m = m^*(h_1k_1l_1) + n^*(h_2k_2l_2)$. Причому $(h_1k_1l_1)$ і $(h_2k_2l_2)$ – індекси рефлексів, отримані при визначенні індексів електронограми. При підборі значень чисел m і n в осередках ліворуч від “ $m =$ ” і “ $n =$ ” стежите, щоб у трьох сусідніх ліворуч ячейках з'явилися значення $(h'k'l)_m$, отримані в таблиці 4.2. Тобто необхідно підібрати числа m і n так, щоб числа чорного кольору стали дорівнюють числам синього кольору, розташованим у відповідних осередках над ними. Якщо прийняти, що осі координат X і Y обрані уздовж більшої і меншої осей електронограми, то в осередках п'ятого і шостого рядків праворуч від осередку “Координати рефлексу” і від осередків “Вісь X =” і “Вісь Y =” з'являться числа, що відповідають відстані в мм від центрального рефлексу (000) до крапки $3^*(h'k'l)_m$ уздовж осей X і Y, відповідно.

13. Знайдіть на електронограмі по координатах, обчислених у таблиці 4.3, точку $C^*(h'k'l)_m$, що відповідає координатам двійникового рефлексу $(hkl)_\delta$ у матричному кристалі.

Увага! Якщо в цій точці немає двійникового рефлексу, то або потрібно вибрати іншу вісь $[pqr]$ і перейти до пункту 10, або перейти до пункту 15 для випадку, коли вісь двійникування лежить у площині електронограми. Якщо в точці $C^*(h'k'l)_m$, що відповідає координатам двійникового рефлексу $(hkl)_\delta$ у

матричному кристалі знаходиться рефлекс, то це означає, що вісь двійникування обрана правильно.

14. Знайдіть зайві рефлекси від кристала в двійниковому положенні. Визначить індекси знайдених зайвих рефлексів від кристала в двійниковому положенні. Використовуйте для визначення індексів той факт, що для кубічних кристалів матричний і двійниковий рефлекси лежать на перпендикулярі до вісі двійникування на однакових відстанях від неї (див. рис. 4.4). Після визначення індексів всіх зайвих рефлексів від кристала в двійниковому положенні переходьте до пункту 22.

15. У таблиці 4.4 заповніть осередку для передбачуваної вісі двійникування $[pqr]$ для випадку, коли вісь двійникування не лежить у площині електронोगрамі. (Передбачувані форми для осей двійникування: $\{111\}$ для ГЦК – і $\{211\}$ для ОЦК – структури).

Таблиця 4.4. Вибір вісі двійникування, коли вона не лежить в площині електронोगрамі.

2. Вісь двійникування не лежить в площині електронोगрамі										
1. Оберіть довільно вісь двійникування $[pqr]$										
Матричний кристал:				c=	Вісь зони площин в двійнику, що відбивають:					
$\{pqr\}$	$[p]$	q	r		НОД	$(u$	v	$w)$	д	
$\{211\}$	2	-1	-1		6	3	-1	-2		Підберіть НОД
Закон загасання для (pqr)				6						для вісі зони
Виконано										

Увага! При заповненні осередків книги, що відповідають значенням “ p ”, “ q ”, “ r ” у таблиці 4.4, автоматично по співвідношеннях (4.3) обчислюються значення індексів, що відповідають зоні площин, що відбивають, у двійниковому кристалі $[uvw]$ двійник.

16. У таблиці 4.4 знайдіть НОД (найбільший загальний дільник) такий, щоб значення індексів вісі зони площин, що відбивають, у двійниковому кристалі $[uvw]$ двійник були найменшими цілими числами.

17. Знайдіть два рефлекси $(hkl)_\theta$ у двійниковому кристалі, що відповідають вісі зони площин, що відбивають, $[uvw]$ двійник. Заповніть відповідні осередки в таблиці 4.5 у книзі “EGmono.xls”.

Увага! Заповнювати осередку книги, що відповідають значенням індексів рефлексів двійникового кристала, слід таким чином, щоб виконувався закон загасання, і задовольнялося рівняння зони. Перевірка закону загасання і рівняння зони при заповненні осередків з індексами здійснюється автоматично по формулах, записаним в осередках книги Excel.

Таблиця 4.5. Вибір рефлексу $(hkl)_\delta$, коли вісь двійникування не лежить в площині електронограми.

2. Знайдіть рефлекси в двійнику, що відповідають вісі зони $[uvw]_d$					[3-1-2] _d		
Рефлекс	$(h$	k	$l)_\delta$	Закон загасання	Рівняння зони		
1	2	2	2	Виконано	$h^*u + k^*v + l^*w =$	0	Вірно
2	0	4	-2	Виконано	$h^*u + k^*v + l^*w =$	0	Вірно

18. Визначить координати двох двійникових рефлексів $(hkl)_\delta$ у координатах матричного кристала $C^*(h'k'l')_M$. Значення індексів $(h'k'l')_M$ для двох рефлексів розраховуються автоматично по формулах (3.3), що задані в ячейках книги.

Підберіть значення НОД для коефіцієнта C у таблиці 4.6 книги “EGTmop.xls”, так, щоб виконувалися закони загасання для структури півки і рівняння зони.

Таблиця 4.6. Визначення координат двійникових рефлексів на електронограмі матричного кристалу.

Рефлекс		НОД	$(h'$	k'	$l')_M$	Перевірка	Рівняння зони	
1	$c =$	6	-2	-2	-2	Закон загасання	$h^*u + k^*v + l^*w =$	0
		6				Виконано	Вірно	
2	$c =$	2	-4	-10	8	Закон загасання	$h^*u + k^*v + l^*w =$	0
		6				Виконано	Вірно	

19. Знайдіть положення двох двійникових рефлексів на електронограмі. Для цього використовуйте таблицю 4.7 книги “EGTmop.xls”.

Таблиця 4.7. Визначення положення двійникових рефлексів на електронограмі матричного кристалу.

Підберіть m та n , що задовольняють рівнянню: $(h'k'l') = m^*(hkl)_1 + n^*(hkl)_2$						Координати рефлекса			
Рефлекс		$(h'$	k'	$l')_M$					
1	$m =$	1	-2	-2	-2	(12-1) _M	Вісь X	-7,6	мм
	$n =$	1	-2	-2	-2	(103) _M	Вісь Y	-14,2	мм
2	$m =$	5	-4	-10	8	(12-1) _M	Вісь X	-20,3	мм
	$n =$	1	-4	-10	8	(103) _M	Вісь Y	4,7	мм

Увага! Для кожного з рефлексів підберіть числа m та n , що задовольняють рівнянню: $(h'k'l')_M = m^*(h_1k_1l_1) + n^*(h_2k_2l_2)$, де $(h_1k_1l_1)$ і $(h_2k_2l_2)$ – індекси

рефлексів, отримані при визначенні індексів електронограми. При підборі значень чисел m та n в осередках ліворуч від “ $m =$ ” та “ $n =$ ” стежте, щоб у трьох сусідніх ліворуч осередках з'явилися значення $(h'k'l)_m$, отримані в таблиці 6. Тобто необхідно підібрати числа m і n так, щоб числа чорного кольору стали дорівнюють числам синього кольору, розташованим у відповідних осередках над ними. Якщо прийняти, що осі координат X і Y обрані уздовж більшої і меншої осей електронограми, то в осередках нижче від осередку “Координати рефлексу” і праворуч від осередків “Вісь $X =$ ” і “Вісь $Y =$ ” з'являться числа, що відповідають відстані в мм від центрального рефлексу (000) до точки $C^*(h'k'l)_m$ уздовж осей X і Y , відповідно для кожного з двійникових рефлексів.

20. Перевірте розташування знайдених двійникових рефлексів на електронограмі. Якщо розташування (координати) знайдених рефлексів не збігається з двійниковими рефлексами на електронограмі, то варто вибрати іншу вісь двійникування $[pqr]$ і повторити пошук ще раз, починаючи з пункту 15.

21. Якщо розташування знайдених рефлексів збігається з двійниковими рефлексами на електронограмі, то слід визначити індекси інших двійникових рефлексів, використовуючи знайдені.

Увага! При визначенні індексів інших двійникових рефлексів $(hkl)_\delta$ треба виходити з того, що ці рефлекси повинні задовольняти рівнянню: $(hkl)_\delta = i^*(h_1k_1l_1)_\delta + j^*(h_2k_2l_2)_\delta$, де $(h_1k_1l_1)_\delta$ і $(h_2k_2l_2)_\delta$ – індекси двох двійникових рефлексів, отриманих раніше, а i і j – цілі числа.

22. Приступити до оформлення звіту.

4.3.3. Зміст звіту. У звіті повинні бути представлені наступні дані:

1. Ціль роботи.
2. Основні співвідношення, використовувані для визначення індексів зайвих рефлексів від двійників як для випадку, коли вісь двійникування лежить у площині електронограми, так і для випадку, коли вісь двійникування не лежить у площині електронограми.
3. Зображення електронограм, що використовувалися для визначення індексів рефлексів і визначення вісі зони площин, що відбивають, параметри матеріалу плівки, параметри зйомки електронограм (прискорююча напруга, струм розжарення катода, струм первинного пучка). На електронограмах повинні бути визначені індекси всіх рефлексів (як матричного, так і двійникового кристала), а також зазначені: вісь зони площин, що відбивають, і відзначені рефлекси, що використовувалися для визначення орієнтації плівки.
4. На електронограмах повинні бути зазначені: вісь двійникування, а також приналежність вісі двійникування площині електронограми.

5. Таблиці обробки експериментальних даних (відповідний лист книги MS Excel).

6. Висновки.

4.4. Питання для самоперевірки

1. Що таке двійниковий кристал?

2. Який фізичний зміст вісі двійникування?

3. У якому місці електронограми можуть з'являтися рефлексії від двійникових кристалів?

4. Що може служити причиною появи зайвих рефлексіїв на електронограмі?

5. Якими співвідношеннями зв'язані координати двійникового рефлексіїв в матричному кристалі, індекси рефлексіїв в матричному кристалі й індекси вісі двійникування у випадку, коли вісь двійникування лежить у площині електронограми?

6. За допомогою якої геометричної побудови можна легко визначити індекси двійникових рефлексіїв у випадку, коли вісь двійникування лежить у площині електронограми?

7. Як визначити індекси вісі зони площин, що відбивають, двійникового кристала у випадку, коли вісь двійникування не лежить у площині електронограми?

8. Якими співвідношеннями зв'язані координати двійникового рефлексіїв в матричному кристалі, індекси рефлексіїв в матричному кристалі й індекси вісі двійникування у випадку, коли вісь двійникування не лежить у площині електронограми?

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

- 1.
- 2.
- 3.

ЗМІСТ

ВСТУП.....	3
ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 1. Ознайомлювальна	4
1.1. Електронограф мало кутовий реєструючий EMP-100M.....	4
1.1.1. Основні частини EMP-100M та їхнє призначення	5
1.1.2. Принцип роботи електронографа.....	5
1.2. Приклади електронограм від об'єктів різного типу.....	9
1.3. Порядок виконання роботи.....	11
1.3.1. Порядок дій.....	11
1.3.2. Зміст звіту.....	11
1.4. Питання для самоперевірки.....	12
ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 2. Визначення орієнтації монокристалічної плівки відносно Первинного пучка.....	12
2.1. Загальні відомості.....	12
2.2. Визначення орієнтації монокристалічної плівки по електронограмі.....	14
2.2.1. Порядок визначення індексів електронограм монокристалів.....	14
2.2.2. Алгоритм визначення орієнтації плівки по електронограмі.....	14
2.2.3. Приклад визначення орієнтації плівки по електронограмі.....	15
2.3. Алгоритм побудови теоретичної електронограми плівки.....	16
2.4. Порядок виконання роботи.....	21
2.4.1. Завдання для виконання роботи.....	21
2.4.2. Порядок дій.....	21
2.4.3. Зміст звіту.....	25
2.5. Питання для самоперевірки.....	26
ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 3. Визначення на електронограмі зайвих рефлексів від ненульових Лауе зон.....	26
3.1. Загальні відомості.....	27
3.2. Розпізнавання та визначення індексів зайвих рефлексів від ненульової Лауе зони.....	28
3.2.1. Розпізнавання.....	28
3.2.2. Визначення індексів.....	28
3.2.3. Місце на електронограмі, де можна очікувати появи зайвих рефлексів.....	30
3.3. Порядок виконання роботи.....	31
3.3.1. Завдання для виконання роботи.....	31
3.3.2. Порядок дій.....	31
3.3.3. Зміст звіту.....	34
3.4. Питання для самоперевірки.....	35

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 4. Визначення на електронограмі зайвих рефлексів від двійників.....	35
4.1. Відбиття від двійникових утворень.....	35
4.2. Визначення індексів двійникових рефлексів.....	36
4.2.1. Вісь двійникування лежить у площині електронограми.....	36
4.2.2. Вісь двійникування не лежить у площині електронограми.....	39
4.3. Порядок виконання роботи.....	41
4.3.1. Завдання для виконання роботи.....	41
4.3.2. Порядок дій.....	41
4.3.3. Зміст звіту.....	46
4.4. Питання для самоперевірки.....	47
Список літератури.....	47

Навчальне видання

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
до лабораторних робіт
«Обробка електронограм від монокристалічних плівок»
з дисципліни «Електронографія»
для студентів спеціальності 6.090102 «Фізичне матеріалознавство»

Укладачі: БОЙКО Борис Тимофійович
ШКАЛЕТО Володимир Іванович
МЕРІУЦ Андрій Володимирович

Відповідальний за випуск Б.Т. Бойко

Роботу до видання рекомендував А.Ф. Сук

Редактор О.Ю. Цигіпова

План 2005 р., поз. 15 / _____.

Підписано до друку _____, Формат 60×84 1/16. Папір друк. №2.
Друк – ризографія. Гарнітура Times New Roman. Ум. друк. арк. 2,5
Обл.-вид. 3. Тираж 50 прим. Зам. № _____. Ціна договірна.

Видавничий центр НТУ “ХП”. 61002, Харків, вул. Фрунзе, 21.
Свідоцтво про державну реєстрацію ДК № 116 від 10.07.2000 р.

Друкарня НТУ “ХП”. 61002, Харків, вул. Фрунзе, 21.