ІНДЕКСУВАННЯ ТОЧКОВИХ ЕЛЕКТРОНОГРАМ

Геометрія дифракційної картини та побудова координатних осей

Оскільки електронограма є плоским перерізом оберненої гратки в масштабі $(L\lambda)^{-1}$, то кожний дифракційний максимум на ній відповідає вузлу оберненої гратки з індексом hkl, а відстань між початком координат (центральна пляма) і дифракційним максимумом – вектор оберненої гратки $\vec{H}$ в масштабі $\frac{r}{L\lambda}$, тобто $\left|\vec{H}\right| = \left|\vec{a}^* h + \vec{b}^* k + \vec{c}^* l\right| = \frac{r}{L\lambda}$ (де $L\lambda$ - постійна приладу, r - відстань між центральною плямою і дифракційним максимумом). Прямі, на яких лежать дифракційні максимуми, також вектори оберненої гратки.

Для індексування електронограм, як провило, вибирають прямі, що проходять через центральну пляму і містить максимальне число дифракційних максимумів. Ці прямі називають координатними осями, або ж базовими векторами електронограми.

Якщо електронограма – це переріз по координатній площині оберненої гратки, тобто два базові вектори оберненої гратки лежать у площині перерізу, то операція індексування рефлексів спрощується. У цьому випадку на правильно вибраних координатних осях електронограми один із індексів всіх рефлексів, що лежать на осі, дорівнює нулеві.

Правильний вибір координатних осей полегшується, якщо наперед відомі сингонія кристалу та правила погасання, тобто тип кристалічної гратки. Симетрія кристалу відображається у симетрії розташування дифракційних максимумів, а правила погасання дають змогу встановити можливу комбінацію індексів рефлексів. Наприклад, для зразків кубічної сингонії координатні осі на електронограмах координатних перерізів перетинаються під прямим кутом.

Рефлекси на обраній координатній осі, що лежать поблизу центральної плями, повинні мати якомога нижчі індекси hkl, наступні рефлекси повинні мати індекси $2h$, $2k$, $2l$ і т.д. Для рефлексів іншої координатної осі також мусить справджуватися вказана закономірність.

Далі, якщо площина перерізу оберненої гратки характеризується індексами (uvw) , то дифракційні максимуми, що знаходяться у цій площині і мають індекси (hkl), повинні задовольняти рівняння

$$hu + kv + lw = 0,$$

яке дає змогу перевірити достовірність вибору координатних осей і правильність індексування електронограм. З геометричних міркувань очевидно також, що індекси довільного рефлексу повинні дорівнювати сумі відповідних індексів координатних рефлексів, тобто

$$hkl = \left(h_0^{'} + h_{01}^{''} k_0^{'} + k_{01}^{''} l_0^{'} + l_0^{''}\right).$$

Визначення параметрів елементарної комірки

Якщо переріз оберненої гратки є координатним, то

$$a^* = \frac{r_{h00}}{L\lambda h}, \qquad b^* = \frac{r_{0k0}}{L\lambda k}, \qquad c^* = \frac{r_{00l}}{L\lambda l},$$

де r_{h00}, r_{0k0}, r_{00l} - відстань до відповідних дифракційних максимумів від центральної плями; $L\lambda$ - постійна приладу.

Якщо переріз не координатний, то для визначення параметрів елементарної комірки можна використовувати будь-які рефлекси на електронограмі і відстані між ними. Але в цьому разі для визначення параметрів гратки необхідно розв’язати систему рівнянь.

Побудова площини перерізу (uvw) оберненої гратки

При структурних дослідженнях епітаксіальних і монокристалічних плівок доцільно мати набір еталонних електронограм, що є перерізами оберненої гратки по площинах найбільшої густини точок (див. Додаток).

Для побудови таких еталонних електронограм використовують рівняння

$$uh + vk + wL = 0 .$$

Першим кроком у побудові площини оберненої гратки (uvw) є довільний вибір двох вузлів $h_1k_1l_1$ та $h_2k_2l_2$ з малими індексами, які задовольняють умови рівняння. З геометрії оберненої гратки випливає, що вузли $(h_1 \pm h_2)$ $(k_1 \pm k_2)$ $(l_1 \pm l_2)$ також будуть лежати у площині (uvw).

Величину вектора оберненої гратки $\frac{1}{d}$ одержуємо зі значень міжплощинних відстаней d.

Для кубічних сингоній це спрощується, оскільки вектори оберненої гратки пропорційні $(h^2 + k^2 + l^2)^{1/2}$, тому в паралелограмі ОСАВ точки А, В і С відповідають вузлам $h_1k_1l_1$, $h_2k_2l_2$ і $h_1 - h_2$, $k_1 - k_2$, $l_1 - l_2$, повторення комірки ОСАВ в у усіх напрямках дає двомірну схему оберненої площини. При цьому, по-перше, потрібно усунути всі вузли, поява яких заборонена структурним фактором і, по-друге, перевірити, чи всі дозволені вузли на площині зображені на схемі. Залежно від початкового вибору $h_1k_1l_1$ і $h_2k_2l_2$ багатьох дозволених вузлів може на схемі не бути, але при перевірці це легко виправити. Для кубічних кристалів два початкові вузли потрібно вибирати так, щоб вісь $[h_1k_1l_1]$ була перпендикулярною до $[h_2k_2l_2]$. Це спрощує побудову схеми розміщення плям.

Хід виконання роботи

1. Одержати точкову електронограму.
2. Виміряти відстані до дифракційних максимумів і встановити тип кристалічної гратки.
3. Побудувати координатну сітку і проіндексувати електронограму.
4. Визначити параметри елементарної комірки.

Список літератури

1. Электронная микроскопия тонких кристаллов. “Мир”, 1968. Авт.:П.Хирш, Р. Рикольсон, Д.Пешли, Н.Уэлан.
2. Эндрюс К., Дайсон Д., Кикоун С. Электронограммы и их интерпретация. М., 1971.

Контрольні запитання

1. За яких умов одержуються точкові електронограми?
2. Побудуйте переріз оберненої гратки по площині 110.
3. Як із точкової електронограми можна визначити симетрію кристалу?
4. Напишіть зв’язок між параметрами оберненої гратки a^*, b^*, c^* і параметрами кристалічної гратки a, b, c для гексагональної сингонії.