

## ВИЗНАЧЕННЯ СТАЛОЇ ЕЛЕКТРОНОГРАФА

### *Хвильові властивості частинок*

В 1923 році французький вчений Луї де Бройль (1892-1987) висловив припущення, що мікрочастинки повинні володіти як корпускулярними, так і хвильовими властивостями. Довжина  $\lambda$  і частота  $\nu$  хвилі де Бройля зв'язані з корпускулярними характеристиками відповідної частинки (енергія  $w$  та імпульсом  $p$ ) наступним співвідношеннями:

$$\vec{p} = \frac{2\pi \hbar}{\lambda} = \hbar \vec{k} \quad (1)$$

$$\lambda = \frac{h}{p} = \frac{h}{mV} \quad (2)$$

де  $\vec{k}$  – хвильовий вектор,  $m$  – маса електрона,  $V$  – швидкість електрона,  $h$  – стала Планка.

Частина характеризується повною  $W_w$  і кінетичною  $W_k$  енергіями  $W_{\text{п}}=W_o+W_k$ , однак при русі даної частинки має зміст тільки зміна повної енергії, яка рівна  $\Delta W=\Delta W_k$ . Тому при описанні хвильових властивостей частинок частоту хвиль де Бройля можна визначити з точністю до адитивної сталої, яка не повинна входити в тривіальні вирази, що мають фізичний зміст.

Якщо електрон знаходиться в електричному полі з прискорюючим потенціалом  $V$  (у вольтах), то кінетична енергія його рівна:

$$\frac{mV^2}{2} = eV \quad (3)$$

звідки:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meV}} \quad (4)$$

Підставляючи у вираз (4) значення констант  $h$ ,  $m$ ,  $e$ , та виражаючи  $\lambda$  в ангстремах  $\text{\AA}$ , знайдемо:

$$\lambda = \frac{12,2253}{\sqrt{V}} \text{\AA} \quad (5)$$

З формули (5) випливає, що довжина хвилі де Бройля при 100 В співмірна з довжиною хвилі характеристичного рентгенівського випромінювання  $K_{\alpha}$  для трубки з мідним катодом. При прискорюючій напрузі 100 кВ довжина хвилі де Бройля становить  $\sim 0,04 \text{\AA}$ , що дозволяє будувати електронні мікроскопи з великою роздільною здатністю  $\sim 2\text{\AA}$ .

Однак формула (5) не враховує релятивістської поправки, яка буде більш суттєвою при великих значеннях прискорюючої напруги  $v$ . Згідно з теорією відносності, імпульс частинки залишиться

$$\vec{p} = m\vec{V} = \frac{m_0 \vec{V}}{\sqrt{1 - \frac{V^2}{c^2}}} \quad (6)$$

або для довжини хвилі де Бройля маємо:

$$\lambda = \frac{h\sqrt{1 - V^2/c^2}}{m_0 V} = \frac{h}{\sqrt{2m_0 eV \left(1 + \frac{eV}{2m_0 c^2}\right)}} = \frac{1}{\sqrt{1 + 9.76 \times V \times 10^{-7}}} \cdot \frac{12.2253}{\sqrt{V}} \quad (7)$$

З формули (7) випливає, що релятивістська поправка стає суттєвою при  $V > 10$ В. Такі напруги реалізуються у сучасних електронних мікроскопах і електроннографах.

Експериментальну перевірку гіпотези де Бройля здійснили в 1925 році Девісон і Джермер. Дослід полягав в наступному: пучок повільних електронів  $V=100$ В направлявся на площину (111) монокристала Ni. Відбиті електрони реєструвалися при допомозі фарадеєвого циліндра. Було знайдено, що максимум інтенсивності відбитих електронів спостерігається при певних значеннях кута відбивання, який задовольняє умові Вульфа-Брегга

$$2d \sin\theta = n\lambda \quad (8)$$

де  $n\lambda$  – різниця ходу,  $n$  – порядок відбиття,  $d$  – міжплощинна віддаль

Було встановлено, що крім пружно розсіяних електронів, які утворюють структурні максимуми, є непружно розсіяні електрони, які утворюють фон.

Хейденрайх вважає, що велика кількість електронів тратить свою енергію на збудження плазмових коливань з частотою

$$\omega_p = \left( \frac{4\pi n e^3}{m} \right)^{1/2} \quad (9)$$

де  $n$  – число вільних електронів в одиниці об'єму, а  $e$  і  $m$  – заряд і маса електрона. Енергія плазмового кванту для твердих тіл знаходиться в інтервалі від 8 до 30 В. Так експериментально встановлено, що для алюмінієвої фольги товщиною 1000 Å майже половина падаючих електронів тратить частину своєї енергії на збудження плазмонів з енергією  $E_p=15$ В. Кількість непружно розсіяних електронів збільшується при зменшенні прискорюючої напруги і падає при зменшенні товщини плівки.

Крім того, деяка кількість електронів тратить частину своєї енергії на збудження електронів внутрішніх оболонок атома, на радіаційні пошкодження і нагрівання зразка. Нагрівання зразка може привести до фазових переходів, локального плавлення, відпаду, рекристалізації і сублімації.

### *Заломлення*

При проходженні електронів через речовину потрібно враховувати вплив потенціалу кристалічної ґратки  $V_0$  на довжину хвилі де Бройля.

Рух електронів в кристалі описується рівнянням Шредінґера

$$\nabla^2 \psi + \frac{8\pi^2 m}{h^2} (E + eV) \psi = 0 \quad (10)$$

де  $V_0$  – потенціал кристалічної ґратки,  $E=eV$ ,  $V$  – прискорююча напруга.

Розв'язком цього рівняння є плоска монохроматична хвиля

$$\psi = A e^{i(\vec{k} \cdot \vec{r})} \quad (11)$$

Хвильове число  $\vec{k}$ , яке задовольняє рівняння (11), рівне

$$\vec{k} = \frac{2\pi}{\lambda'} = \frac{2\pi \sqrt{2m(V + V_0)} e}{h} \quad (12)$$

звідки

$$\lambda' = \frac{h}{2m(V + V_0) e} \quad (13)$$

Таким чином, довжина хвилі для електронів у кристалі буде іншою ніж у вакуумі, тобто електронний пучок, проходячи через кристал заломлюється і коефіцієнт заломлення рівний

$$n = \frac{\lambda}{\lambda'} = \frac{2\pi \sqrt{2me(V + V_0)}}{2meV} \quad (14)$$

Потенціал кристалічної ґратки становить  $\sim 10\text{В}$  і показник заломлення для швидких електронів мало відрізняється від одиниці. Це дає можливість в багатьох випадках нехтувати зміною довжини хвилі при проходженні через речовину. Так, якщо прийняти потенціал кристалічної ґратки  $10\text{В}$ , а прискорюючу напругу  $5 \cdot 10^4 \text{В}$ , то зміна довжини хвилі де Бройля при проходженні через кристал не перевершить  $0.01\%$ . Вона стає суттєвою для повільних електронів. Так, коли прискорююча напруга рівна  $5 \cdot 10^2 \text{В}$ , то зміна довжини хвилі складає  $1\%$ .

### *Рівняння Лауе і Вульфа-Бреґа*

Якщо на одномірний атомний ряд з періодом  $a$  падає монохроматичний пучок електронів під кутом  $\alpha_1$ , а відбитий поширюється під кутом  $\alpha_2$ , то максимум

інтерференції буде спостерігатися, коли різниця ходу буде рівна цілому числу хвиль, тобто виконується умова Лауе:

$$a(\cos\alpha_1 - \cos\alpha_2) = n\lambda \quad (15)$$

У випадку кристала, який характеризується в тримірному просторі періодом  $a$ ,  $b$ ,  $c$  максимума інтерференції будуть спостерігатися, якщо одночасно виконуються три умови Лауе:

$$\begin{aligned} a(\cos\alpha_1 - \cos\alpha_2) &= n_1\lambda \\ b(\cos\beta_1 - \cos\beta_2) &= n_2\lambda \\ c(\cos\gamma_1 - \cos\gamma_2) &= n_3\lambda \end{aligned} \quad (16)$$

Тут кути  $\alpha_1, \beta_1, \gamma_1$  і  $\alpha_2, \beta_2, \gamma_2$  визначають напрями падаючого і відбиваючого пучка електронів.

Умови Лауе на випадок кристала були узагальнені Вульфом і Бреггом. Вони розглядали дифракцію рентгенівських променів, які падають на однотипні кристалографічні площини під кутом  $\Theta$ . Якщо віддаль між площинами рівна  $d$ , то умовою появи максимуму інтерференції (рис. 1) буде

$$2d \sin\Theta = n\lambda \quad (17)$$

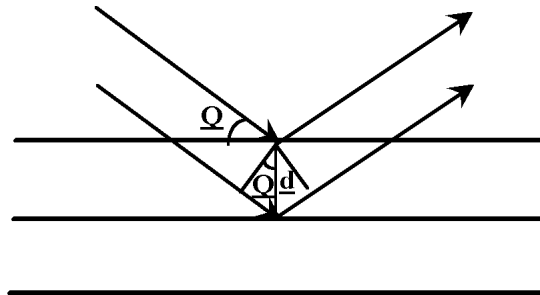


Рис.1 До виводу рівняння Вульфа-Брегга

В електроннографії, як і в рентгенографії, не роблять різниці між відбиттям від першої і паралельної їй площини, тому формулу (17) зручніше записати

$$2d_{hkl} \sin\Theta = \lambda \quad (18)$$

Формула (18) вказує на те, що для міжплосинних віддалей порядок відбиття рівний  $n=1$ , але в цьому випадку кристалографічні індекси  $hkl$  можуть мати множник.

### Основне рівняння електронографії

В електронографії реєстрація дифракційних максимумів проводиться на плоску фотопластинку. Хай  $D$  – віддаль між тотожними дифракційними максимумами на фотопластинці  $L$  – віддаль від зразка до фотопластинки то з рис.2 впливає

$$\frac{D}{2L} = \operatorname{tg} 2\Theta \quad (19)$$

де  $\Theta$  – кут відбивання.

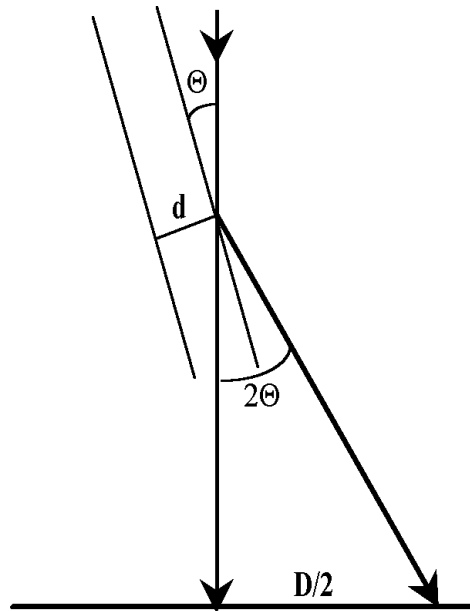


Рис.2 До виводу рівняння Вульфа-Брегга

В зв'язку з малою довжиною хвилі де-Бройля для швидких електронів кут відбиття  $\Theta < 3^\circ$ , що дає право записати:

$$\operatorname{tg} 2\Theta = 2 \sin \Theta \quad (20)$$

Або підставивши значення  $2 \sin \Theta$  із (18) одержимо:

$$Dd_{hkl} = 2L\lambda \quad (21)$$

тут  $L\lambda$  є сталою приладу.

Формула (21) не є точною, але її можна використовувати для багатьох задач структурного аналізу. Більш точна формула матиме такий вираз:

$$Dd_{hkl} = 2L\lambda \left( \frac{\operatorname{tg}2\Theta}{\sin\Theta} \right) \quad (22)$$

Ввівши позначення  $\bar{D} = D \frac{2\sin\Theta}{\operatorname{tg}2\Theta}$  вираз 22 можна записати у вигляді:

$$\bar{D}d_{hkl} = 2L\lambda \quad (23)$$

Якщо  $\sin\Theta$  виразити через тангенс і прийняти до уваги, що  $\operatorname{tg}2\Theta = \frac{D}{2L}$ , то після розкладу в ряд одержимо:

$$\bar{D} = D \left( 1 - \frac{3}{8} \right) \left( \frac{D}{2L} \right)^2 + \frac{37}{128} \left( \frac{D}{2L} \right)^4 - \dots = D(1 - \Delta) \quad (24)$$

де  $\Delta$  – невелика поправка, якою можна нехтувати при  $D < 10$  см, оскільки  $L \sim 70$  см.

Величина  $L\lambda$  є постійною приладу і у випадку електронографії мало змінюється з часом, оскільки віддаль зразок – фотопластинка в електронографії є постійною, а довжина хвилі, внаслідок хорошої стабілізації напруги, змінюється мало. Тому постійну приладу достатньо перевіряти один раз на тиждень. Для перевірки постійної приладу одержують електронограму з речовини для якої з рентгенографічних даних відомі значення міжплощинних віддалей  $d_{hkl}$ . Вимірявши віддаль  $D$  між дифракційними максимумами на електронограмі для відповідних значень  $d_{hkl}$  по (23) визначають постійну приладу.

При роботі на електронному мікроскопі в режимі мікродифракції стала приладу буде залежати не тільки від прискорюючої напруги, а й від величини струму через об'єктивну і проєкційну лінзи. Залежність  $L$  від інструментальних факторів приводиться в роботі [2]. Але для точного визначення  $L\lambda$  більш доцільно проводити одночасне фотографування еталонної і досліджуваної речовини. В тому випадку, коли досліджується монокристалічний об'єкт, а еталонний зразок - полікристал, фотографування можна проводити на одну пластинку. Для точного визначення значень міжплощинних віддалей  $d_{hkl}$  за еталон вибирають таку відому речовину, щоб їх потенціали  $V_0$  були приблизно рівними

### ***Принципова схема та порядок увімкнення електронографа ЭМ-4***

Електронограф – є електронно-оптичним приладом. Він призначений для досліджень структури тонких плівок і поверхні твердих тіл методом дифракції електронів. Крім електронограм, на приладі можна також одержати тіньове електронно-мікроскопічне зображення. Наша промисловість випускає електронографи декількох серій, що відрізняються між собою, наприклад, способом реєстрації дифракційної картини, значенням прискорюючої напруги, тощо. Однак

принципова схема будови та функціонал ний зв'язок між окремими блоками для всіх приладів залишається незмінним.

Технічні параметри та будову електроннографа розглянемо на прикладі приладу ЭМ-4. Прискорююча напруга змінюється дискретно і має наступні значення 30, 35, 40 кВ.

Роздільна здатність приладу дає змогу одержувати у випадку полікристалічних препаратів роздільні максимуми від площин, значення міжплощинних відстаней для яких відрізняється на  $3 \cdot 10^{-4}$  нм. Дифракційна картина фіксується на люмінесцентному екрані або може бути сфотографована на фотопластинку.

Електроннограф ЭМ-4 складається з таких основних частин:

1. Власне електроннограф – колона приладу, що складається по ходу пучка з наступних елементів:
  - електронна гармата – джерело електронів, нитка розжарення якої може переміщуватися в трьох напрямках;
  - подвійної електромагнітної лінзи з набором полюсних наконечників;
  - камери зразків з універсальним столиком;
  - фотографічної камери з катодолюмінесцентними екраном і 12-зарядним магазином фотопластинок.
2. Вакуумної частини, що складається з насосів попереднього і високого вакууму, азотної виморожувальної пастки, вакуумної розподільчої коробки, індикатора вакууму, вакуумних трубопроводів.
3. Блока електричного живлення, що містить у собі джерело високої напруги, та стабілізатора струму до електромагнітної лінзи.

*Порядок включення приладу:*

1. Під'єднати електроннограф до електричної мережі. Перекрити кран для напускання повітря у механічний насос. Подати воду для охолодження паромасляного насоса.
2. Увімкнути пакетник “Форнасос” і провести відкачку механічним насосом у холостому режимі протягом 1 хв.
3. Перевести штурвал розподільчої коробки в положення “Воздух”. триває 15-20хв. За цей час можна провести зміну зразків у камері. Увімкнути пакетник “дифнасос”. Розігрів паромасляного насоса Для цього відгвинчуємо люк камери зразків і, стиснувши фіксатори на кришці люка, відчиняємо камеру. Знімаємо з столика обойму для зразків і вкладаємо в неї досліджувані плівки. Після цього вставляємо обойму в столик, закриваємо кришку люка і загвинчуємо його.
4. Після 15-20хв розігріву паромасляного насоса можна приступати до відкачування повітря з колони електроннографа. Штурвал переводимо в положення “Предварительный вакуум” і після отримання розрідження 6-5 Па поставимо в положення “Высокий вакуум”. Досягнувши вакуум  $1.3 \cdot 10^{-2}$  Па, можна приступати до увімкнення електричних блоків приладу.
5. Увімкнути тумблер “сеть” та тумблер “накал. длительное выключение”. Через 5хв після розігріву кенотронів поставити перемикач ступенів високої напруги в потрібне положення та увімкнути тумблер “высокое напряжение”.
6. Увімкнути тумблер “линза” і тумблер “накал. кратковременное выключение”. Від'юстувати освітлювальну систему. Ввести в поле зору препарат, обертаючи супорт універсального столика. Одержати електроннограму і, якщо потрібно, сфотографувати її.

7. Після закінчення роботи прилад вимикається в такій послідовності: Вимкнути високу напругу та тумблери "накал", вимкнути пакетник "дифнасос" і штурвал розподільчої коробки установити в положення "остановка". Вимкнути пакетник "форнасос" і напустити повітря у механічний насос.

### *Хід роботи*

1. Одержати дифракційну картину від еталону при фіксованому значенні прискорюючої напруги.
2. Виміряти на ИЗО-2 віддалі  $D$  між тотожними дифракційними максимумами (у випадку електроннограми від полікристалу - діаметр дифракційного кільця)
3. Занести дані у таблицю 1 і визначити постійну приладу.
4. Знайти абсолютну і відносну похибку, якщо вважати, що табличні дані  $d_{hkl}$  подаються з точністю  $0,005\text{\AA}$ .

Таблиця 1

№ п/п	$I_{\text{таб}}$	$(d_{hkl})_{\text{таб}}$	$I_e$	$D$	$Dd_{hkl}$	$\Delta(Dd)$	$\frac{\Delta(Dd)}{Dd} \cdot 100\%$
1							
2							
...							
n							
Сер	-	-	-	-			

Примітка:  $I_{\text{таб}}$  – інтенсивність ліній взята із довідника  
 $I_e$  – інтенсивність ліній на електроннограмі

### *Список літератури*

1. Б.Х.Вайнштейн. Структурная електроннография, М.1950
2. К.Эндрюс, Д.Дайсон, С. Киоун. Электроннограммы и их интерпретация. Изд-во "Мир", М., 1971
3. О.Г.Миколайчук, О.М.Когут Практикум із електроннографії, Львів, 1977.

### *Контрольні запитання*

1. Які фізичні явища підтверджують корпускулярні та хвильові властивості електронів?
2. Як залежить довжина хвилі де Бройля від імпульсу електрона?
3. При яких енергіях електронів потрібно враховувати релятивістську поправку?
4. Як визначити максимальний кут відбивання в електроннографії?
5. Для чого необхідно систематично проводити калібрування приладу?
6. Які фізичні та інструментальні фактори можуть призвести до похибки у визначенні величини значень міжплощинних відстаней?
7. Яка точність визначення значень міжплощинних відстаней?
8. З яких основних частин складається електроннограф ЕМ-4?