

ΦΙΛΟΜΗΛΑ ΚΟΜΝΗΝΟΥ

Καθηγήτρια
Τμήμα Φυσικής
Σχολή Θετικών Επιστημών
Α.Π.Θ.

**Δομικός χαρακτηρισμός υλικών με τις τεχνικές
της Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας**

Θεσσαλονίκη 2016

1. Εισαγωγή

Η μικροσκοπία είναι ένας όρος που χρησιμοποιείται διεθνώς και στην πράξη σημαίνει εξετάζω προσεκτικά-παρατηρώ τα μικρά αντικείμενα. Έχει ως βάση την έμφυτη τάση που έχει ο άνθρωπος να προσπαθεί να επεκτείνει τις δυνατότητες των αισθήσεων του. Η προσπάθεια αυτή καταβάλλεται σκοπεύοντας σε δύο κύριους στόχους. Ο πρώτος συνδέεται με την κατασκευή διατάξεων που έχουν ως αποστολή να υποβοηθήσουν ελαττωματικές λειτουργίες των αισθήσεων. Απλό παράδειγμα αποτελούν τα ματογυάλια. Τα μικροσκόπια εντάσσονται στο δεύτερο στόχο που είναι η επιδίωξη της επέκτασης των φυσιολογικών δυνατοτήτων και συγκεκριμένα της διακριτικής ικανότητας.

Ας δούμε ορισμένα κοινά στοιχεία χαρακτηριστικά, όχι φυσιολογικά, των αισθήσεων. Η όραση σχηματίζει εικόνες αναλύοντας ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία. Ο τοπολογικός χαρακτηρισμός της προέλευσής της, δηλαδή η θέση της πηγής, επιτυγχάνεται με τον προσδιορισμό της πορείας των οπτικών ακτίνων. Η ακοή συλλέγει οδεύοντα κύματα σε ελαστικό μέσο και η αφή ανιχνεύει, εκτός των άλλων, θερμικές δονήσεις και μεταβολές πίεσεως-δυνάμεως κατά την επαφή του δέρματος με τα αντικείμενα. Εδώ ο τοπολογικός χαρακτήρας της πηγής μπορεί να επιτευχθεί με τη σμίκρυνση των διαστάσεων του αισθητηρίου.

Από την άποψη λοιπόν της Φυσικής, οι τρεις αυτές αισθήσεις μπορούν να "βλέπουν" τα αντικείμενα του περιβάλλοντος χώρου. Ο άνθρωπος στην προσπάθειά του να επεκτείνει την όραση του έχει μιμηθεί με επιτυχία και τους τρεις μηχανισμούς που χρησιμοποιούν οι αντίστοιχες αισθήσεις. Έτσι, η οπτική και η ηλεκτρονική μικροσκοπία επεξεργάζονται ηλεκτρομαγνητικά κύματα και υλοκύματα αντιστοίχως, των οποίων η αλληλεπίδραση με την ύλη μπορεί να αποτελέσει σημαντική πηγή πληροφοριών. Η παρατήρηση με ακουστικά κύματα γίνεται με τα υπερηχογραφήματα που όμως δεν χρησιμοποιούνται για μικροσκοπικές παρατηρήσεις. Πρέπει να τονίσουμε ότι μεταξύ των αισθήσεων και η όσφρηση χρησιμοποιείται για τοπολογικό προσδιορισμό της πηγής μιας οσμής αλλά, προς το παρόν, δε σχετίζεται με τη μικροσκοπία.

Η ενότητα αυτή έχει ως σκοπό να παρουσιάσει τις **βασικές αρχές περίθλασης ηλεκτρονίων** από την κρυσταλλική ύλη καθώς και τα αντίστοιχα **φαινόμενα φωτεινής αντίθεσης εικόνας** που παρατηρούνται. Για να γίνουν αντιληπτά τα παραπάνω θα αναφέρονται, όπου είναι αναγκαίο, και οι βασικές έννοιες που σχετίζονται με το αντικείμενο.

2. Τα ηλεκτρόνια ως ακτινοβολία

Πριν προχωρήσουμε στην παρουσίαση των στοιχείων από τα οποία αποτελείται ένα ηλεκτρονικό μικροσκόπιο και της αρχής λειτουργίας του θα δούμε πως το ηλεκτρόνιο, με τη δυαδική του φύση, χρησιμοποιείται ως δέσμη φωτισμού του προς παρατήρηση δείγματος.

Το ηλεκτρόνιο ως σωματίδιο έχει αρνητικό φορτίο ίσο με $1,6 \times 10^{-19}$ C και μάζα ηρεμίας m_0 ίση με 9×10^{-31} kg. Αν το ηλεκτρόνιο επιταχυνθεί σε μια μεγάλη διαφορά δυναμικού V, η ταχύτητά του αυξάνει σημαντικά και μπορεί σε πρώτη προσέγγιση να θεωρηθεί ότι πλησιάζει την ταχύτητα του φωτός στο κενό c. Επομένως η μάζα του μεταβάλλεται σχετικιστικά και προσδιορίζεται από τη σχέση

$$m = m_0 / [1 - (v/c)^2]^{1/2} . \quad (1)$$

Αν το ηλεκτρόνιο θεωρηθεί ως υλοκύμα, το μήκος κύματός του καθορίζεται από την ορμή του

$$\lambda = h / p = h / mv, \quad (2)$$

όπου h η σταθερά του Planck. Επιπλέον, η ενέργεια του ηλεκτρονίου σε eV προέρχεται από τη σχετικιστική μεταβολή της μάζας του, επομένως ισούται με

$$eV = (m - m_0)c^2 . \quad (3)$$

Συνδυάζοντας τις (1), (2), (3) καταλήγουμε στον υπολογισμό του μήκους κύματος των ηλεκτρονίων που επιταχύνονται από διαφορά δυναμικού V ίση με την τάση λειτουργίας του μικροσκοπίου

$$\lambda = h / (2eVm_0 + eV^2/c^2)^{1/2} . \quad (4)$$

Αντικαθιστώντας τις τιμές των e, m_0 , c και h προκύπτει ότι

$$\lambda = [1.5 / (V + 10^{-6}V^2)]^{1/2} \text{ nm} . \quad (5)$$

Επομένως, ηλεκτρόνια που επιταχύνονται σε διαφορά δυναμικού 100kV έχουν μήκος κύματος ίσο με 0.0037 nm. Το ιδιαίτερο χαρακτηριστικό της ηλεκτρονικής δέσμης, με τόσο μικρό μήκος κύματος, είναι ότι απορροφάται ταχύτατα ακόμη και από τον αέρα. Γι' αυτό, απαραίτητη προϋπόθεση είναι η στήλη του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου να βρίσκεται σε συνθήκες υψηλού κενού.

Ας δούμε τώρα τα βασικά στοιχεία ενός οπτικού συστήματος. Το γενικό "χαρακτηριστικό" του είναι ότι δίνει την εικόνα ενός αντικειμένου μεγεθυσμένη. Ειδικότερα χαρακτηριστικά του είναι η μεγέθυνση, η διακριτική ικανότητα και το βάθος πεδίου. Τα βασικά μέρη από τα οποία αποτελείται είναι:

- Η πηγή φωτός και το σύστημα φωτισμού του αντικειμένου.
- Το σύστημα μεγέθυνσης.
- Το σύστημα προβολής της εικόνας.
- Το σύστημα καταγραφής της εικόνας.

Στο **οπτικό μικροσκόπιο** ως φως χρησιμοποιείται ακτινοβολία με μήκη κύματος στη φασματική περιοχή του ορατού φωτός δηλαδή οπτικές ακτίνες. Το σύστημα μεγέθυνσης αποτελείται από τους κλασσικούς γυάλινους φακούς.

Στο **ηλεκτρονικό μικροσκόπιο** ως φως χρησιμοποιείται δέσμη ηλεκτρονίων υψηλής ενέργειας, ενώ το σύστημα μεγέθυνσης αποτελείται από μαγνητικούς φακούς. Πρόκειται για πηνία με διαμπερείς κυλινδρικούς πυρήνες σιδήρου που παράγουν μη ομογενή μαγνητικά πεδία.

Για να αντιληφθούμε την αρχή λειτουργίας του **μαγνητικού φακού** περιγράψουμε αρχικά την κίνηση ενός ηλεκτρονίου με φορτίο $-e$, κινούμενο με ταχύτητα \mathbf{v} εντός ομογενούς μαγνητικού πεδίου \mathbf{B} , που δέχεται τη δράση μιας δύναμης \mathbf{F} . Τα τρία διανύσματα \mathbf{F} , \mathbf{v} , \mathbf{B} συνδέονται με τη σχέση

$$\mathbf{F} = -e (\mathbf{v} \times \mathbf{B}). \quad (6)$$

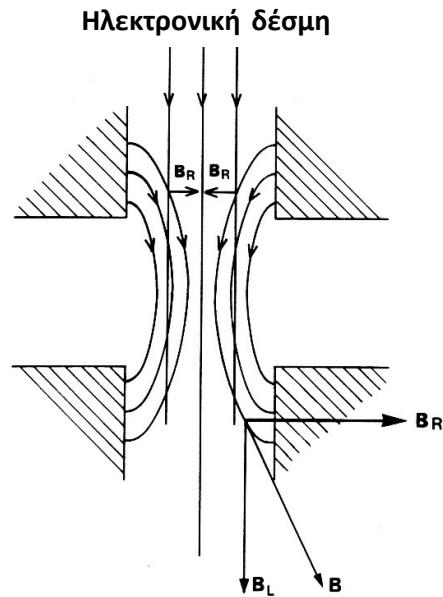
Η φορά τους καθορίζεται από τον κανόνα της δεξιάς χειρός. Επομένως, το μέτρο της δύναμης \mathbf{F} δίνεται από τη σχέση

$$F = Bev \sin \theta, \quad (7)$$

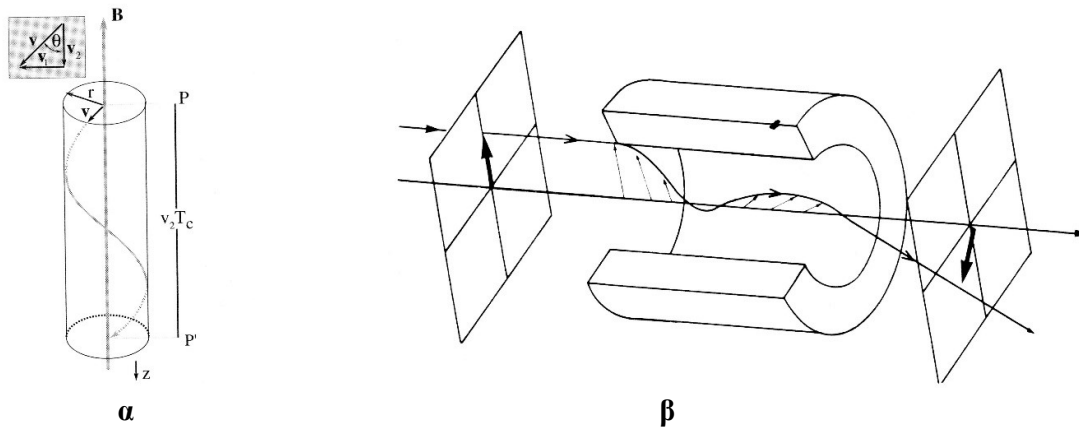
όπου θ η γωνία μεταξύ των \mathbf{B} και \mathbf{v} . Αν η ταχύτητα του ηλεκτρονίου αναλυθεί σε δύο συνιστώσες, την \mathbf{v}_p παράλληλη προς το μαγνητικό πεδίο \mathbf{B} και την \mathbf{v}_o κάθετη σ' αυτό τότε η δύναμη που δέχεται το ηλεκτρόνιο έχει μέτρο $F = Bev_o$, διότι τα διανύσματα \mathbf{B} και \mathbf{v}_p είναι συγγραμικά. Η δράση της δύναμης \mathbf{F} έχει ως αποτέλεσμα την κυκλική κίνηση του ηλεκτρονίου γύρω από το \mathbf{B} . Η τελική τροχιά του ηλεκτρονίου είναι ελικοειδής και προκύπτει ως η συνισταμένη κίνηση της κυκλικής κίνησης του ηλεκτρονίου και της ομαλής κίνησης με διεύθυνση παράλληλη προς τη διεύθυνση του μαγνητικού πεδίου και ταχύτητα \mathbf{v}_p .

Αν αντί για ομογενές χρησιμοποιηθεί ανομοιογενές πεδίο, όπως αυτό που παράγεται από κυλινδρικό μαγνητικό φακό, το αποτέλεσμα της δράσης του σε μια δέσμη ηλεκτρονίων, που τα ηλεκτρόνια κινούνται με ταχύτητα \mathbf{v} , διεύθυνσης παράλληλης προς τον άξονα του μαγνητικού φακού, θα είναι ουσιαστικά η εστίαση της δέσμης. Στην εικόνα 1 παρουσιάζεται γραφικά η τομή κατά μήκος του άξονα ενός τυπικού κυλινδρικού μαγνητικού φακού και το πεδίο του.

Η ένταση του μαγνητικού πεδίου \mathbf{B} μεταβάλλεται κατά μήκος του άξονα του φακού και αναλύεται σε δύο συνιστώσες \mathbf{B}_R και \mathbf{B}_L , η πρώτη κάθετη στον άξονα και η δεύτερη παράλληλη προς αυτόν αντίστοιχα. Ένα ηλεκτρόνιο που εισέρχεται στο φακό αξονικά δε δέχεται τη δράση της δύναμης \mathbf{F}_L επειδή τα διανύσματα \mathbf{v} και \mathbf{B}_L , κατά μήκος του άξονα του φακού, είναι παράλληλα. Αν όμως ένα ηλεκτρόνιο εισέλθει στο μαγνητικό πεδίο του φακού κινούμενο παράλληλα προς τον άξονά του αλλά όχι κατά μήκος αυτού, θα δεχθεί τη δράση του πεδίου λόγω της \mathbf{B}_R συνιστώσας και επομένως η δύναμη που θα αναπτυχθεί θα έχει μέτρο $e v B_R$. Η δύναμη αυτή έχει ως αποτέλεσμα την αλλαγή της διεύθυνσης της κίνησης του ηλεκτρονίου το οποίο τώρα δέχεται τη δράση μιας άλλης δύναμης, μέτρου $e v B_L$, λόγω της \mathbf{B}_L συνιστώσας του πεδίου. Αυτό σημαίνει ότι το ηλεκτρόνιο που αρχικά κινείται παράλληλα προς τον άξονα του φακού, τελικά κινείται διαγράφωντας σπειροειδή τροχιά, εικόνα 2β, γύρω από τον άξονα συγκλίνοντας προς αυτόν ως να εστιάζεται. Οι μαγνητικοί φακοί του τύπου αυτού λειτουργούν πάντα ως συγκλίνοντες φακοί.



Εικόνα 1. Γραφική απεικόνιση κατά μήκος του άξονα ενός τυπικού κυλινδρικού μαγνητικού φακού και το πεδίο που παράγεται από αυτόν.



Εικόνα 2. Γραφική απεικόνιση α) της ελικοειδούς τροχιάς ηλεκτρονίου σε ομογενές μαγνητικό πεδίο, β) της σπειροειδούς τροχιάς ηλεκτρονίου στο μαγνητικό πεδίο ενός κυλινδρικού μαγνητικού φακού.

Δυο είναι οι σημαντικές παράμετροι που χαρακτηρίζουν την τροχιά των ηλεκτρονίων κατά μήκος του φακού : η εστιακή απόσταση f του φακού και η γωνιακή στροφή θ του ειδώλου σε σχέση με το αντικείμενο. Αν το μέτρο της διαμήκουσ συνιστώσας του μαγνητικού πεδίου B_L είναι εντός συγκεκριμένων ορίων, η εστιακή απόσταση του φακού δίνεται από μια σχέση ανάλογη με αυτήν που ισχύει για τους λεπτούς φακούς των οπτικών μικροσκοπίων και η τιμή της εξαρτάται από την ταχύτητα των ηλεκτρονίων και την B_L . Η γωνιακή στροφή θ εξαρτάται επίσης από την B_L το δε ηλεκτρονικό μικροσκόπιο περιλαμβάνει περισσότερους από ένα φακούς που δρουν αθροιστικά. Όμως, τα σύγχρονα μικροσκόπια σχεδιάζονται κατά τέτοιο τρόπο ώστε οι διαδοχικοί φακοί να προκαλούν αντίθετες στροφές έτσι ώστε η $\theta_{ολική}$ να είναι η ελάχιστη δυνατή ή και μηδέν.

Οι μαγνητικοί φακοί όπως και οι γυάλινοι φακοί παρουσιάζουν σφάλματα, δύο από τα οποία είναι τα σημαντικότερα : η **σφαιρική εκτροπή** C_s και η **χρωματική εκτροπή** C_c . Και οι δύο έχουν διαστάσεις μήκους. Η σφαιρική εκτροπή είναι καθοριστική για τη διακριτική ικανότητα του μικροσκοπίου που προσδιορίζεται από τη σχέση

$$d = 0,62 (C_s \lambda^3)^{1/4} , \quad (8)$$

όπου λ το μήκος κύματος των ηλεκτρονίων. Π.χ., για $V = 200$ kV, $\lambda = 0,0025$ nm και $C_s = 2,3$ mm, η διακριτική ικανότητα είναι $d = 0,27$ nm.

Η σφαιρική εκτροπή οφείλεται στο γεγονός ότι για τα ηλεκτρόνια που διέρχονται από το φακό σε μεγάλη απόσταση από τον άξονα του, η εστιακή απόσταση του φακού μειώνεται σε σχέση με αυτήν των ηλεκτρονίων του άξονα. Αυτό συμβαίνει γιατί η εστιακή απόσταση του φακού εξαρτάται από τη διαμήκη συνιστώσα του μαγνητικού πεδίου \mathbf{B}_L , η οποία μεταβάλλεται σε συνάρτηση με την απόσταση από τον άξονα. Η σφαιρική εκτροπή είναι ένα σφάλμα που, ενώ στα οπτικά μικροσκόπια διορθώνεται με τη χρησιμοποίηση πολύ λεπτών φακών, δηλαδή φακών με επιφάνειες μεγάλης ακτίνας καμπυλότητας, στα ηλεκτρονικά μικροσκόπια δεν είναι δυνατό να εξαλειφθεί εντελώς. Η προσπάθεια επικεντρώνεται στην ελαχιστοποίηση της συνεισφοράς της στο σχηματισμό της εικόνας. Αυτό επιτυγχάνεται με τον περιορισμό της δέσμης των ηλεκτρονίων, με τη χρησιμοποίηση ενός διαφράγματος με μικρό άνοιγμα, ώστε να διασχίσουν το φακό αξονικά ηλεκτρόνια. Βέβαια, η χρησιμοποίηση διαφράγματος με μικρό άνοιγμα μειώνει τη διακριτική ικανότητα του μικροσκοπίου αλλά αυξάνει σημαντικά το βάθος πεδίου της παρατήρησης.

Η χρωματική εκτροπή οφείλεται στη μικρή διαφορά στην ταχύτητα των ηλεκτρονίων της δέσμης η οποία οφείλεται σε μικρή αστάθεια της τάσης με την οποία επιταχύνονται τα ηλεκτρόνια. Δηλαδή, μια μικρή διαφορά στην τάση επιτάχυνσης, $V + \Delta V$, προκαλεί αντίστοιχη μεταβολή στην ταχύτητα $v + \Delta v$ και επομένως προκαλείται αύξηση στη χρωματική εκτροπή ανάλογη με τη σχετική μεταβολή της τάσης $\Delta V/V$. Επιπλέον στους μαγνητικούς φακούς απαιτείται καλή σταθερότητα στην ένταση του ρεύματος I που διαρρέει το φακό, επειδή η σταθερότητα του ρεύματος σχετίζεται άμεσα με την ένταση του μαγνητικού πεδίου επομένως και με την εστιακή απόσταση του φακού. Επειδή η εστιακή απόσταση του φακού εξαρτάται και από την ταχύτητα των ηλεκτρονίων, η εικόνα του δείγματος που σχηματίζεται από ηλεκτρόνια διαφορετικής ταχύτητας εμφανίζει ασάφεια λόγω του ότι η εστίαση γίνεται σε διάφορα επίπεδα κάθετα στον άξονα. Έτσι, η εικόνα ενός σημείου του δείγματος είναι δίσκος ακτίνας r που δίδεται από τη σχέση

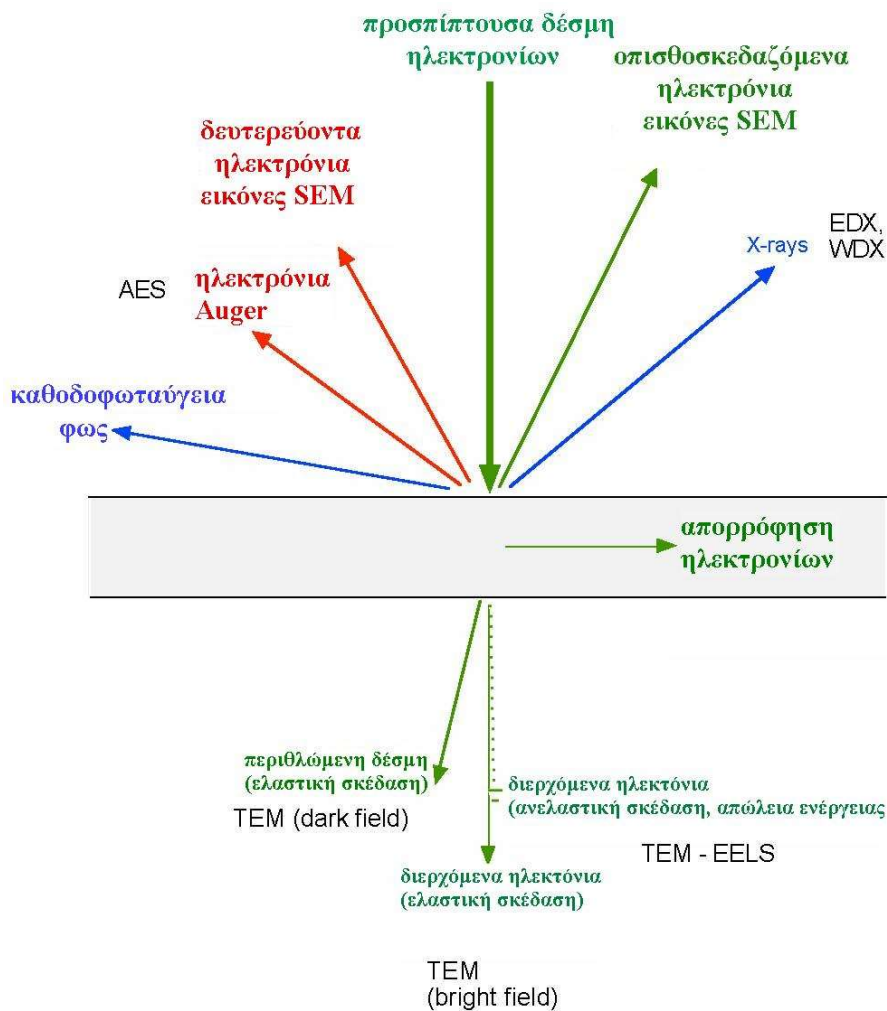
$$r_c = C_c a_0 [(\Delta V/V)^2 + (2\Delta I/I)^2]^{1/2} , \quad (9)$$

όπου a_0 η γωνία του διαφράγματος του φακού.

3. Αλληλεπίδραση ηλεκτρονικής δέσμης και κρυσταλλικής ύλης

Τα ηλεκτρόνια αλληλεπιδρούν με την ύλη παράγοντας διάφορα φαινόμενα διέγερσης με χαρακτηριστικές ακτινοβολίες, οι οποίες αν συλλεχθούν αποτελούν σημαντική πηγή πληροφοριών. Βέβαια το είδος της αλληλεπίδρασης σχετίζεται άμεσα με το πάχος του δείγματος, το οποίο πρέπει να κυμαίνεται από 5 nm μέχρι 1 μm και εξαρτάται από τον τύπο της παρατήρησης που ενδιαφέρει, την ενέργεια των ηλεκτρονίων της ηλεκτρονικής δέσμης και το υλικό.

Όταν σε λεπτή φέτα κάποιου κρυσταλλικού υλικού προσπέσει δέσμη ηλεκτρονίων υψηλής ενέργειας, 100 KeV – 1 MeV, εκπέμπονται διάφορα είδη ηλεκτρονίων και ηλεκτρομαγνητικής ακτινοβολίας, είτε από την επιφάνεια του δείγματος είτε εξέρχονται από την κάτω επιφάνειά του. Οι διάφοροι τύποι κυμάτων που προκύπτουν οφείλονται στην ελαστική και ανελαστική σκέδαση που υφίστανται τα ηλεκτρόνια της δέσμης από τα άτομα της κρυσταλλικής ύλης



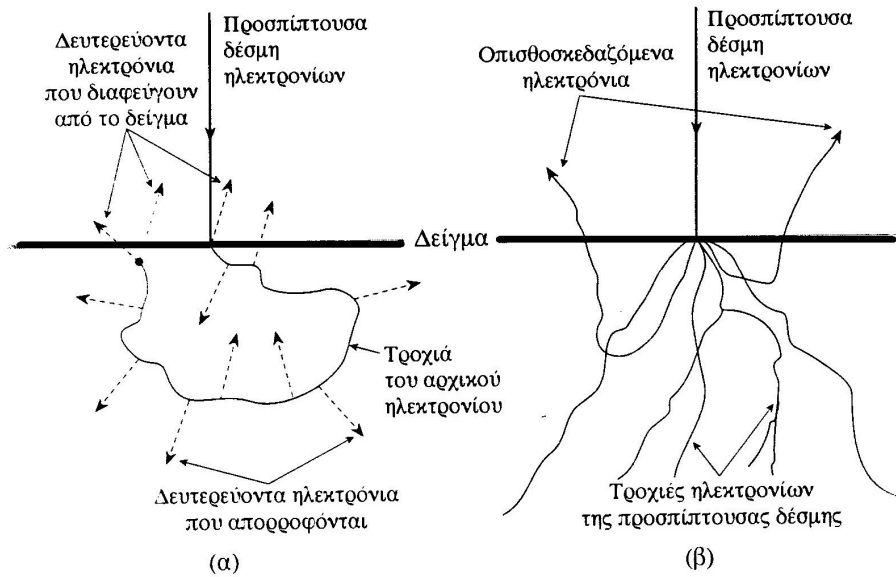
Εικόνα 3. Γραφική απεικόνιση των κυριότερων φαινομένων και σημάτων που παράγονται κατά την αλληλεπίδραση μιας δέσμης ηλεκτρονίων υψηλής ενέργειας με μια λεπτή φέτα κρυσταλλικού υλικού.

Ένα μέρος των ηλεκτρονίων της προσπίπτουσας δέσμης διέρχεται από το δείγμα και εξέρχεται από την κάτω επιφάνεια του χωρίς να υποστεί καμία αλληλεπίδραση. Τα ηλεκτρόνια αυτά αποτελούν τη **διερχόμενη δέσμη**. Ένα άλλο μέρος των ηλεκτρονίων της προσπίπτουσας δέσμης υφίσταται ελαστική σκέδαση από τους θετικούς πυρήνες των ατόμων του υλικού και εξέρχεται από την κάτω επιφάνεια του δείγματος ως **περιθλώμενη δέσμη** ηλεκτρονίων, ικανοποιώντας το νόμο περίθλασης

του Bragg. Η διερχόμενη δέσμη μαζί με τις περιθλώμενες δέσμες χρησιμοποιούνται στη **Συμβατική Ηλεκτρονική Μικροσκοπία διερχόμενης δέσμης** (CTEM - Conventional Transmission Electron Microscopy) και δίνουν πληροφορίες που αφορούν τις δομικές ιδιότητες του δείγματος (δομή, ατέλειες). Ένα τρίτο μέρος των ηλεκτρονίων της προσπίπτουσας δέσμης, ως φορτισμένα σωματίδια, αλληλεπιδρούν με τα ηλεκτρόνια των ατόμων του υλικού και υφίστανται ανελαστική σκέδαση. Αυτό σημαίνει ότι χάνουν ένα μέρος της αρχικής τους ενέργειας και ταυτόχρονα διεγείρουν τα άτομα του υλικού απελευθερώνοντας κάποια ηλεκτρόνια. Έτσι έχουμε τη γένεση των λεγομένων **δευτερευόντων ηλεκτρονίων**. Αν αυτή η αλληλεπίδραση συμβεί κοντά στην επιφάνεια του δείγματος, μέχρι βάθους 50 nm, παρατηρείται εκπομπή δευτερευόντων ηλεκτρονίων (εικ. 4α) από την επάνω επιφάνεια του δείγματος. Αντίστοιχο φαινόμενο παρατηρείται και στα ηλεκτρόνια της προσπίπτουσας δέσμης που σκεδάστηκαν ανελαστικά και περιπλανώνται μέσα στο δείγμα αλλά κοντά στην επιφάνεια του. Όταν η ενέργειά τους είναι αρκετά μεγάλη, είναι δυνατό να διαφύγουν πάνω από το δείγμα. Τα ηλεκτρόνια αυτά ονομάζονται **οπισθοσκεδαζόμενα** και υπάρχουν σε πολύ μικρότερο ποσοστό από ότι τα δευτερεύοντα, εικ. 4β. Η **Ηλεκτρονική Μικροσκοπία σαρωτικής δέσμης** (SEM-Scanning Electron Microscopy) συνθέτει την εικόνα της επιφάνειας του δείγματος, δηλαδή επιτρέπει την τοπογραφική μελέτη των επιφανειών, συλλέγοντας τα δευτερεύοντα και οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια. Βέβαια, όταν η γένεση των δευτερευόντων ηλεκτρονίων συμβεί βαθύτερα μέσα στο δείγμα συνήθως απορροφούνται, όπως συμβαίνει και σε πολλά οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια. Όταν όμως το δείγμα είναι αρκετά λεπτό, ένας μεγάλος αριθμός των ανελαστικά σκεδασθέντων ηλεκτρονίων της προσπίπτουσας δέσμης, που διατηρούν μεγάλο ποσοστό της αρχικής τους ενέργειας, εξέρχεται από την κάτω επιφάνεια του δείγματος. Τα ηλεκτρόνια αυτά συνεισφέρουν στην εικόνα της Ηλεκτρονικής μικροσκοπίας διερχόμενης δέσμης.

Όταν η διέγερση ενός ατόμου του δείγματος γίνεται με την αποδέσμευση ηλεκτρονίου από την εξωτερική του στοιβάδα, η αποδιέγερσή του συνοδεύεται από εκπομπή φωτονίου, ορισμένου μήκους κύματος, χαρακτηριστικού του ατόμου από το οποίο εκπέμπεται. Το φαινόμενο αυτό χαρακτηρίζεται ως **καθοδοφωταύγεια** και η συλλογή των εκπεμπόμενων φωτονίων με ειδικό ανιχνευτή, τοποθετημένο κοντά στην επάνω επιφάνεια του δείγματος, δίνει πληροφορίες που αφορούν τη σύσταση του δείγματος.

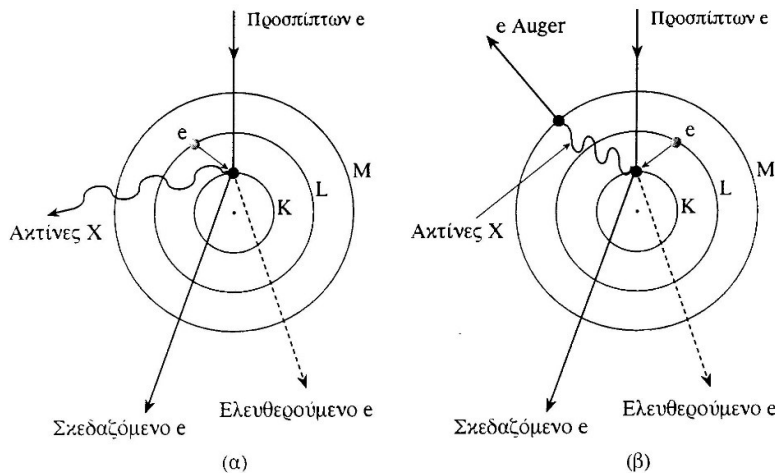
Αν η ενέργεια των ηλεκτρονίων της προσπίπτουσας δέσμης είναι αρκετά μεγάλη ώστε να προκαλέσουν διέγερση ατόμου του δείγματος με απελευθέρωση ηλεκτρονίου από εσωτερική στοιβάδα, π.χ. την K, η αποδιέγερση του ατόμου με πτώση ηλεκτρονίου από την αμέσως επόμενη στοιβάδα π.χ. την L, έχει ως αποτέλεσμα εκπομπή χαρακτηριστικής ακτινοβολίας **ακτίνων-X** γνωστής ως K_{α} , εικ. 5α. Η ενέργεια των εκπεμπόμενων ακτίνων-X, ίση με την ενεργειακή διαφορά των δύο στοιβάδων, είναι χαρακτηριστική του στοιχείου από το οποίο εκπέμπονται και δίνει πληροφορίες για τη σύσταση του δείγματος με τη μέθοδο της **στοιχειακής ανάλυσης ενεργειακής διασποράς** (Energy Dispersive Analysis, EDS). Ορισμένες από τις εκπεμπόμενες χαρακτηριστικές ακτίνες-X απορροφούνται από το άτομο με αποτέλεσμα εκπομπή ηλεκτρονίου από εξώτερη στοιβάδα, γνωστού ως **ηλεκτρονίου Auger**, εικ. 5β, από το όνομα του ερευνητή που τα μελέτησε και αποτελούν αντικείμενο της **φασματοσκοπίας Auger**.



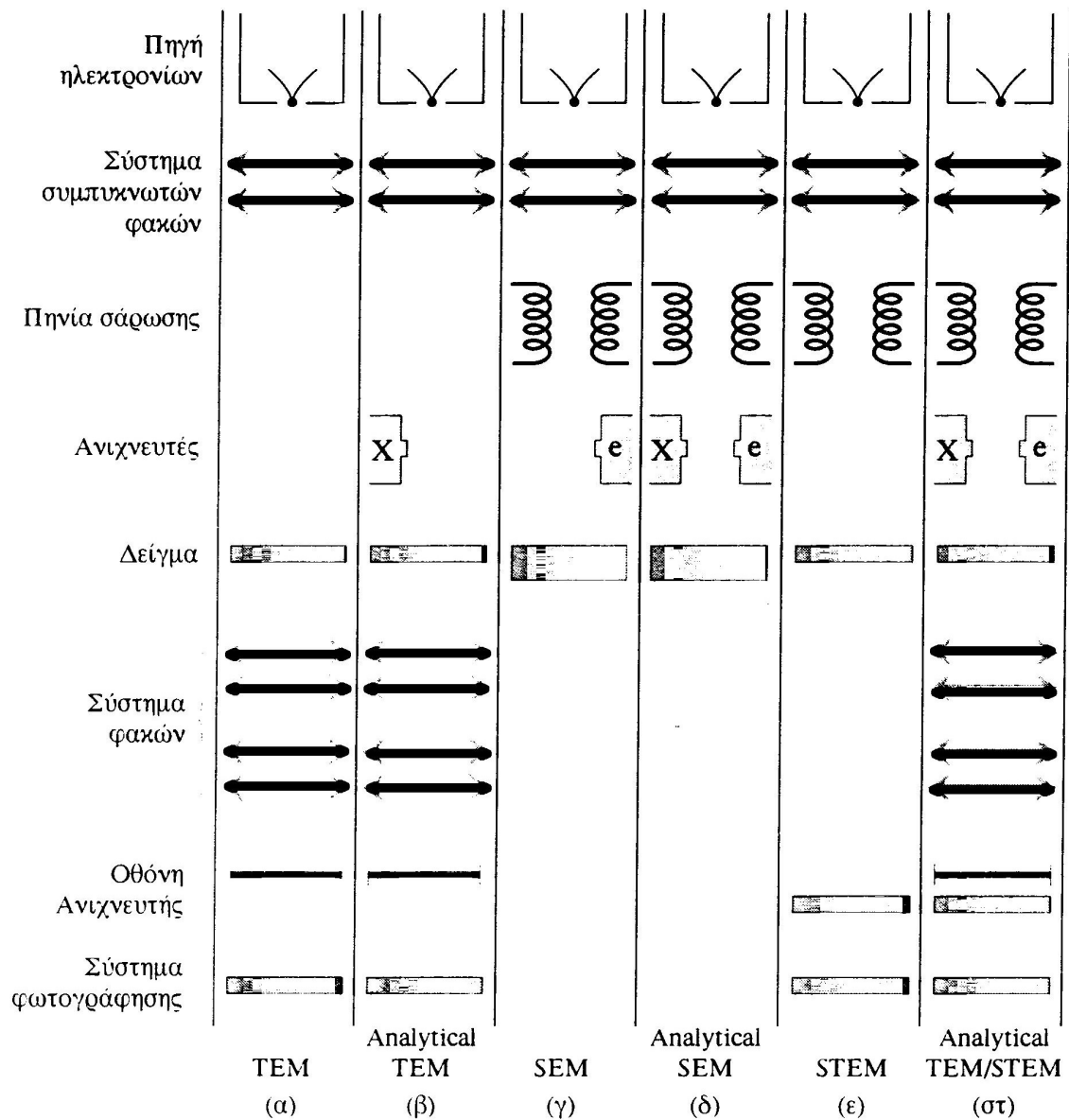
Εικόνα 4. α) Μηχανισμός γένεσης δευτερευόντων ηλεκτρονίων λόγω διαδοχικών συγκρούσεων ενός ηλεκτρονίου της προσπίπτουσας δέσμης με τα άτομα του δείγματος, β) τροχιές των ηλεκτρονίων της προσπίπτουσας δέσμης που σκεδάζονται ανελαστικά.

Η πιθανότητα γένεσης ακτίνων-X με διάφορες ενέργειες από κάποιο στοιχείο καθορίζεται κυρίως από την ενέργεια των ηλεκτρονίων της προσπίπτουσας δέσμης αλλά και από τη δυνατότητα αποδιέγερσης του ατόμου με μετάπτωση ηλεκτρονίων από διάφορες ενεργειακές στάθμες. Έτσι έχουμε την εκπομπή των $K\alpha_1$, $K\alpha_2$, $K\beta$,... χαρακτηριστικών ακτίνων-X, όταν η αποδιέγερση γίνεται με μετάπτωση ηλεκτρονίου από την L_{III} στην K στοιβάδα, από την L_{II} στην K , από την M στην K αντίστοιχα κ.λ.π.

Τα σύγχρονα Ηλεκτρονικά Μικροσκόπια, εικ. 6, είναι εφοδιασμένα με τους κατάλληλους ανιχνευτές και συλλέκτες των διαφόρων τύπων ακτινοβολιών που εκπέμπονται από ένα κρυσταλλικό υλικό όταν αλληλεπιδράσει με δέσμη ηλεκτρονίων υψηλής ενέργειας.



Εικόνα 5. Μηχανισμός αποδιέγερσης ατόμου που έχασε ηλεκτρόνιο από την K στοιβάδα. α) εκπομπή χαρακτηριστικής $K\alpha$ ακτινοβολίας -X, β) εκπομπή χαρακτηριστικού KLM ηλεκτρονίου Auger.



Εικόνα 6. Η στήλη των σύγχρονων ηλεκτρονικών μικροσκοπίων.

4. Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο διερχόμενης δέσμης

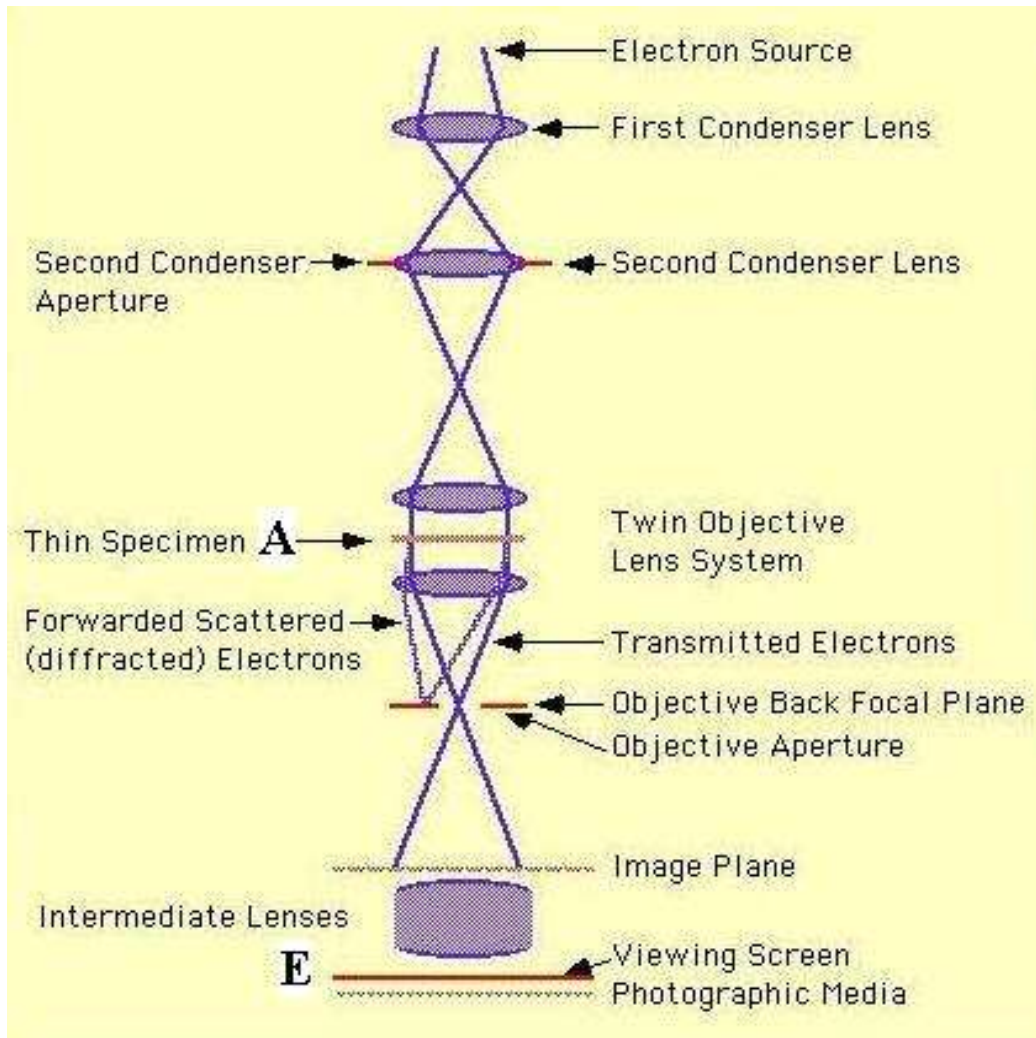
Το Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο διερχόμενης δέσμης (TEM) είναι το μοναδικό εργαλείο της σύγχρονης επιστήμης με το οποίο μπορεί κανείς να “δει” το εσωτερικό ενός υλικού και να μελετήσει τη δομή και τις ατέλειες της δομής του από τη μικροσκοπική έως την ατομική κλίμακα.

Τα βασικά στοιχεία ενός ηλεκτρονικού μικροσκοπίου είναι τρία: **το σύστημα φωτισμού, ο αντικειμενικός φακός και το σύστημα μεγέθυνσης.** Το σύστημα φωτισμού αποτελείται από την πηγή των ηλεκτρονίων και τους συμπυκνωτές φακούς που χρησιμοποιούνται για την εστίαση της δέσμης επάνω στο δείγμα. Ο αντικειμενικός φακός είναι το βασικό τμήμα του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου. Σχηματίζει την εικόνα ενός δείγματος με μεγέθυνση από 50x μέχρι 100x. Το σύστημα μεγέθυνσης αποτελείται συνήθως από τρεις φακούς: τον 1^ο ενδιάμεσο, τον 2^ο ενδιάμεσο και τον προβάλλον φακό αντίστοιχα. Στην πορεία της δέσμης παρεμβάλλονται και διάφορα διαφράγματα. Δια του συστήματος μεγέθυνσης επιτυγχάνεται η τελική μεγέθυνση, που στην TEM μπορεί να φθάσει το

1,5 εκατομμύριο φορές. Η ολική μεγέθυνση του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου υπολογίζεται από τη σχέση

$$M_{ολ} = M_{αντ} \times M_{Iενδ} \times M_{IIενδ} \times M_{προβ}$$

Ο ερευνητής τοποθετεί ή αφαιρεί διαφράγματα για τον καθορισμό των συνθηκών παρατήρησης και ρυθμίζει επίσης την εστιακή απόσταση των φακών. Στην εικόνα 7(α) δίνεται το τυπικό διάγραμμα κατά μήκος της στήλης μικροσκοπίου TEM όπου παρουσιάζονται τα βασικά οπτικά στοιχεία του, ενώ η εικόνα 7(β) απεικονίζει ένα σύγχρονο TEM .





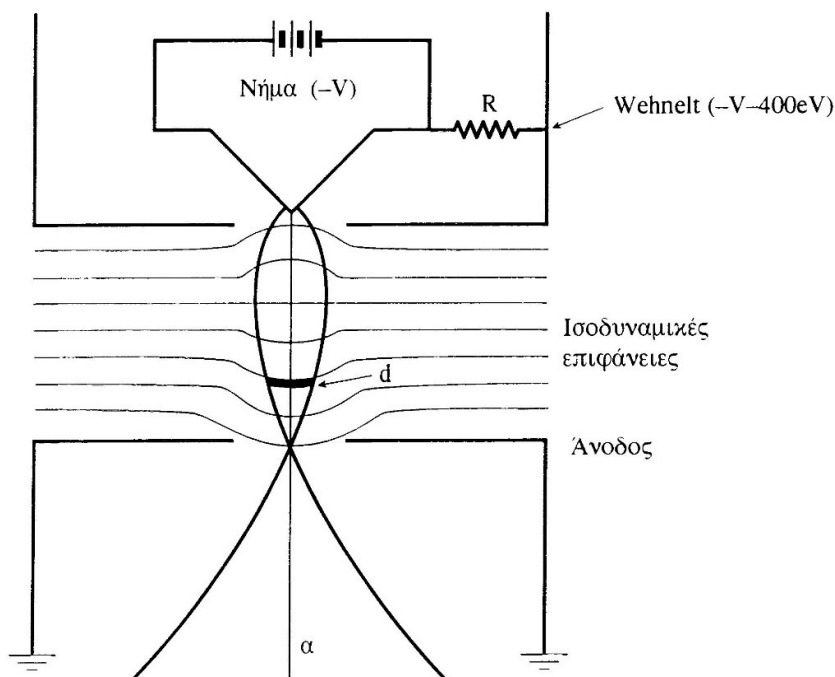
Εικόνα 7. α) Βασικά οπτικά στοιχεία ηλεκτρονικού μικροσκοπίου διερχόμενης δέσμης. Το δείγμα τοποθετείται στη θέση Α και μέσω διαδοχικών ενδιάμεσων ειδώλων σχηματίζεται η τελική εικόνα στη θέση Ε, β) εικόνα σύγχρονου TEM (JEOL 2010F)

Θα περιγράψουμε τώρα τα χαρακτηριστικά των βασικών οπτικών στοιχείων του μικροσκοπίου. Αρχίζοντας από πάνω προς τα κάτω το πρώτο στοιχείο που συναντούμε είναι η **πηγή των ηλεκτρονίων**. Η πηγή είναι ένα τηλεβόλο ηλεκτρονίων που ισοδυναμεί με έναν τρίοδο ηλεκτροστατικό φακό. Αν το τηλεβόλο ηλεκτρονίων είναι νήμα βολφραμίου, έχει τη μορφή **V** και βρίσκεται σε αρνητικό δυναμικό (-V) ίσο με αυτό της υψηλής τάσης λειτουργίας του μικροσκοπίου. Έτσι, το νήμα θερμαίνεται άμεσα, φθάνοντας περίπου στους 2800 K, και εκπέμπει τη δέσμη των ηλεκτρονίων από μία πολύ μικρή περιοχή στη μύτη της φουρκέτας. Η εκπομπή αυτή χαρακτηρίζεται ως θερμιονική εκπομπή. Ένα ηλεκτρόδιο, γνωστό ως ηλεκτρόδιο Wehnelt, περιβάλλει το νήμα και είναι αρνητικά πολωμένο ως προς αυτό (-400 eV). Η αρνητική πόλωση του ηλεκτροδίου Wehnelt ως προς το επίσης αρνητικά πολωμένο νήμα έχει ως αποτέλεσμα τον περιορισμό της περιοχής του νήματος από την οποία εκπέμπεται η δέσμη των ηλεκτρονίων. Τα ηλεκτρόνια της δέσμης επιταχύνονται προς την άνοδο, που είναι γειωμένη και καθώς διέρχονται από την κυκλική οπή που βρίσκεται στο κέντρο της εισέρχονται στη στήλη του μικροσκοπίου. Το αποτέλεσμα της κατασκευής αυτής με την αρνητική πόλωση του ηλεκτροδίου Wehnelt, είναι η συγκέντρωση των ηλεκτρονίων που εκπέμπονται από το νήμα σε μία κυλινδρική δέσμη μικρής διαμέτρου d, λίγο πιο πάνω από την άνοδο, εικ. 8. Δηλαδή η διάταξη λειτουργεί σαν ένας συγκλίνων φακός γι' αυτό και ονομάζεται τρίοδος ηλεκτροστατικός φακός.

Η διάμετρος της διατομής d, που είναι της τάξης των μερικών μm, και η γωνία απόκλισης της δέσμης α, είναι βασικές παράμετροι για τον προσδιορισμό της φωτεινότητας της δέσμης που ορίζεται ως η πυκνότητα του ρεύματος των ηλεκτρονίων ανά μονάδα στερεάς γωνίας. Η φωτεινότητα στην περιοχή του τηλεβόλου δίνεται από τη σχέση

$$\beta = J_0 eV / \pi kT = 4I\beta / \pi^2 d^2 \alpha^2 \text{ Am}^{-2} \text{sr}^{-1} ,$$

όπου J_0 η πυκνότητα του ρεύματος στο νήμα,
 V η υψηλή τάση,
 e το φορτίο του ηλεκτρονίου,
 k η σταθερή του Boltzmann,
 T η θερμοκρασία του νήματος,
 I_β το ρεύμα της δέσμης και
 d, α , παράμετροι που ορίζονται στην εικόνα 8.

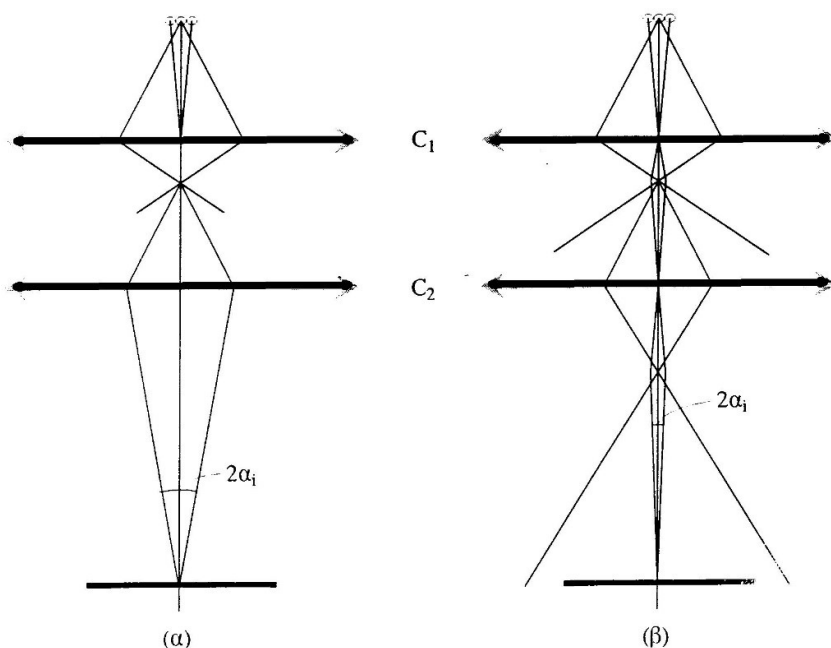


Εικόνα 8. Εγκάρσια διατομή ηλεκτρονικού τηλεβόλου: τα εκπεμπόμενα ηλεκτρόνια συγκλίνουν σχηματίζοντας μια κυλινδρική δέσμη διαμέτρου d πάνω από την άνοδο.

Για παράδειγμα αναφέρονται στοιχεία από τους δυο βασικούς τύπους νημάτων που χρησιμοποιούνται. Το νήμα βολφραμίου, με χρόνο ζωής 30 h σε κενό 10^{-5} Torr, ενέργεια ηλεκτρονικής δέσμης 100 keV με $J_0 = 3 \times 10^4 \text{ A m}^{-2}$, $d=30 \text{ }\mu\text{m}$, $I_\beta = 100 \text{ }\mu\text{A}$ και $\alpha=0,01 \text{ rad}$, η φωτεινότητα είναι $\beta = 4 \times 10^8 \text{ A m}^{-2} \text{ sr}^{-1}$. Το νήμα LaB₆, με χρόνο ζωής 500 h σε κενό 10^{-6} Torr, ενέργεια 100 keV με $J_0 = 25 \times 10^4 \text{ A m}^{-2}$, $d=5 \text{ }\mu\text{m}$, $I_\beta = 200 \text{ }\mu\text{A}$, $\alpha=0,01 \text{ rad}$, έχει φωτεινότητα $\beta = 5 \times 10^{10} \text{ A m}^{-2} \text{ sr}^{-1}$.

Στη στήλη του μικροσκοπίου και κάτω από το τηλεβόλο των ηλεκτρονίων βρίσκεται το σύστημα των συμπυκνωτών φακών. Στα σύγχρονα μικροσκόπια το σύστημα αυτό περιλαμβάνει συνήθως δύο φακούς. Ο συνδυασμός των δύο φακών έχει ως αποτέλεσμα τη μείωση της διαμέτρου d της κυλινδρικής δέσμης των ηλεκτρονίων που εκπέμπεται από το νήμα και τη δυνατότητα μεταβολής του γωνιακού ανοίγματος α του δεύτερου συμπυκνωτή, εικ. 9.

Επομένως, το σύστημα των δύο συμπυκνωτών φακών ουσιαστικά ελέγχει τη φωτεινότητα της ηλεκτρονικής δέσμης επάνω στο δείγμα. Με κατάλληλες αλλαγές των εστιακών αποστάσεων των δυο συμπυκνωτών, το σύστημα μπορεί να εστιάσει τη δέσμη επάνω στο δείγμα ή να σχηματίσει μια σχεδόν παράλληλη δέσμη που θεωρητικά εστιάζεται στο άπειρο, εικ. 9.



Εικόνα 9. Σύστημα δυο συμπυκνωτών φακών α) σε λειτουργία εστίασης επάνω στο δείγμα, β) σε λειτουργία εστίασης στο άπειρο.

Η εικόνα είναι σχεδιασμένη για εποπτικούς λόγους γιατί στην πράξη οι γωνίες α_i , δηλαδή τα γωνιακά ανοίγματα των φακών, είναι πολύ μικρές ($10^{-3} \div 10^{-5}$ rad). Αυτό επιτρέπει να θεωρούμε το μέτρο της α_i σε rad, ίσο με το αριθμητικό άνοιγμα του συμπυκνωτή, $n \sin \alpha_i$ (επειδή ο δείκτης διάθλασης n ισούται με τη μονάδα).

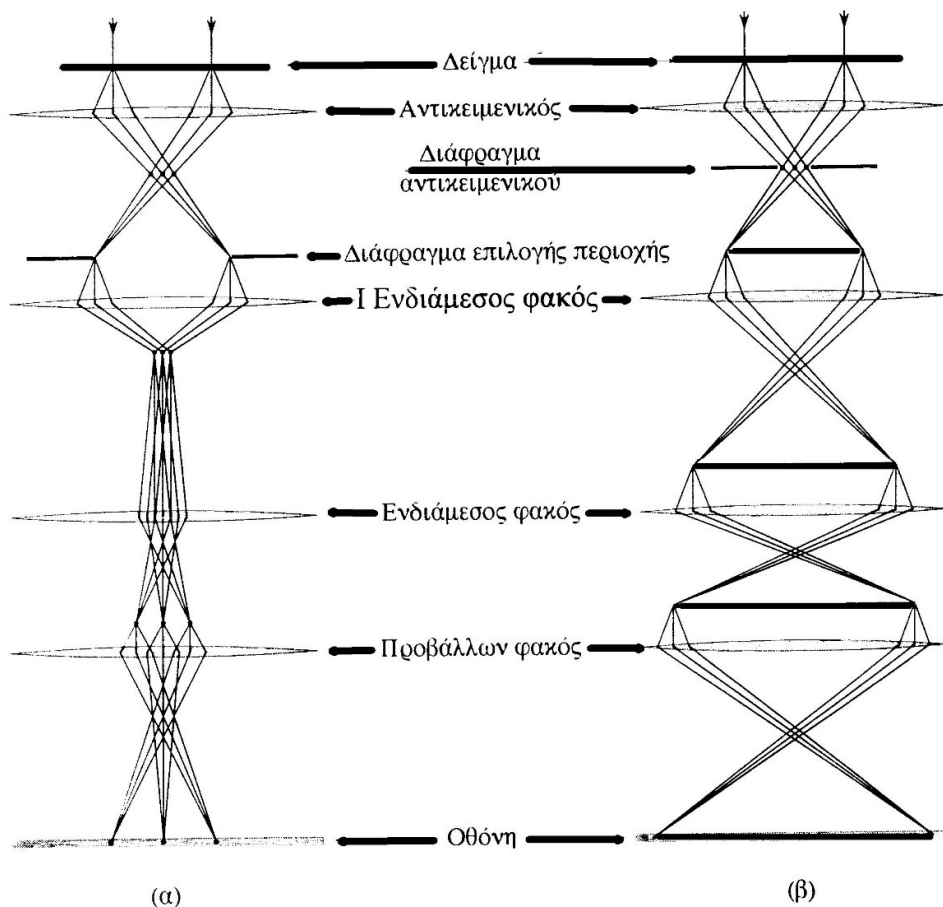
Ο σωστός φωτισμός επιτυγχάνεται με κατάλληλη διέγερση των C_1 και C_2 . Συνήθως ο C_1 ρυθμίζεται έτσι ώστε να έχει μικρή εστιακή απόσταση (ισχυρή διέγερση). Ο C_2 ρυθμίζεται έτσι ώστε να φωτίζει το δείγμα με έναν από τους δύο τρόπους των που φαίνονται στα σχήματα α και β της εικόνας 9, δηλαδή ή να εστιάζει επάνω στο δείγμα, ή στο άπειρο. Με τις παραπάνω συνθήκες εστίασης της δέσμης επιτυγχάνεται ο σωστός φωτισμός του δείγματος ανάλογα με τον τύπο της παρατήρησης.

Η ένταση όμως του φωτισμού δεν είναι το μόνο χαρακτηριστικό της ακτινοβολίας που μας ενδιαφέρει. Πολύ σημαντικό είναι να έχουμε δέσμη που να αποτελείται από ηλεκτρόνια που διαδίδονται με την ίδια φάση, δηλαδή μια δέσμη που να είναι σύμφωνη. Σύμφωνη δέσμη παράγεται από πηγή που είναι σημειακή ενώ από μη σημειακή πηγή η δέσμη είναι ασύμφωνη. Στην πράξη, οι πηγές που χρησιμοποιούμε είναι συνήθως μερικά σύμφωνες.

Το δεύτερο οπτικό στοιχείο του μικροσκοπίου είναι ο **αντικειμενικός φακός**, που είναι και ο βασικός του φακός. Ο φακός αυτός σχηματίζει το είδωλο του δείγματος με μεγέθυνση από $\times 50$ μέχρι $\times 100$. Ένα βασικό στοιχείο συνδεδεμένο με τον αντικειμενικό φακό είναι το διάφραγμα το οποίο εισάγεται από τον παρατηρητή στη στήλη του μικροσκοπίου, στη θέση του πίσω εστιακού επιπέδου του αντικειμενικού. Συνήθως ο χρήστης μπορεί να επιλέξει ένα διάφραγμα μεταξύ τεσσάρων διαφορετικής διαμέτρου, το άνοιγμα των οποίων καθορίζει το ποσοστό των ελαστικά σκεδασθέντων ηλεκτρονίων που θα περάσουν και τα οποία στη συνέχεια θα συνεισφέρουν στο σχηματισμό της εικόνας. Επομένως, η διάμετρος του μεγαλύτερου διαφράγματος του αντικειμενικού φακού είναι εκείνη που ουσιαστικά καθορίζει τη διακριτική ικανότητα του μικροσκοπίου. Για την TEM, ο σπουδαίος ρόλος του διαφράγματος του αντικειμενικού εστιάζεται στον έλεγχο της φωτεινής αντίθεσης της εικόνας.

Το τρίτο οπτικό σύστημα είναι το **σύστημα μεγέθυνσης** που όπως αναφέρθηκε περιλαμβάνει τρεις φακούς που πρέπει να ρυθμιστούν ανάλογα, αφού ρυθμιστεί η θέση λειτουργίας του αντικειμενικού. Συνήθως, ο προβάλλον φακός ρυθμίζεται σε μία κατάλληλη σταθερή εστίαση και η όλη κλίμακα των μεγεθύνσεων λαμβάνεται με ρυθμίσεις του πρώτου και δεύτερου ενδιάμεσου φακού.

Μεταξύ των διαφόρων συνθηκών παρατήρησης οι δύο ακραίες είναι η συνθήκη περίθλασης και η συνθήκη μεγάλης μεγέθυνσης, εικ. 10.



Εικόνα 10. Συνθήκες παρατήρησης α) για λήψη εικόνας περίθλασης β) για λήψη εικόνας μεγέθυνσης

Για να αντιληφθούμε τις δύο συνθήκες παρατήρησης ας δούμε πάλι το σχήμα της εικόνας 7α. Ο αντικειμενικός σχηματίζει την εικόνα περίθλασης στο πίσω εστιακό του επίπεδο, που βρίσκεται στη θέση που έχει τοποθετηθεί το διάφραγμα του αντικειμενικού, και το είδωλο του δείγματος σε ένα χαμηλότερο επίπεδο, που βρίσκεται στη θέση που έχει τοποθετηθεί το διάφραγμα επιλογής περιοχής.

Αν ρυθμίσουμε τον πρώτο ενδιάμεσο φακό ώστε, το επίπεδο του αντικειμένου του να είναι στο επίπεδο του διαφράγματος του αντικειμενικού, που βρίσκεται εκτός της στήλης, μπορούμε με τη βοήθεια του ενδιάμεσου φακού να πάρουμε στην οθόνη την εικόνα περίθλασης μιας περιοχής του δείγματος που επιλέγουμε με τη βοήθεια του διαφράγματος επιλογής περιοχής, εικ. 10α. Αν ρυθμίσουμε τον πρώτο ενδιάμεσο φακό ώστε το επίπεδο του αντικειμένου του να είναι στο επίπεδο του διαφράγματος επιλογής περιοχής, που βρίσκεται εκτός της στήλης, μπορούμε επιλέγοντας, με τη βοήθεια του διαφράγματος του αντικειμενικού, τη διερχόμενη δέσμη ή μία από τις περιθλώμενες να πάρουμε στην οθόνη, με τη βοήθεια του ενδιάμεσου, το τελικό είδωλο του δείγματος μεγεθυμένο, εικ. 10β.

Επομένως, προκύπτει ότι είναι δυνατό με κατάλληλη διέγερση των ενδιάμεσων φακών, να βρούμε τη συνθήκη ώστε το επίπεδο της οθόνης να είναι το συζυγές επίπεδο οποιουδήποτε επιπέδου της στήλης του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου.

5. Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σαρώσεως

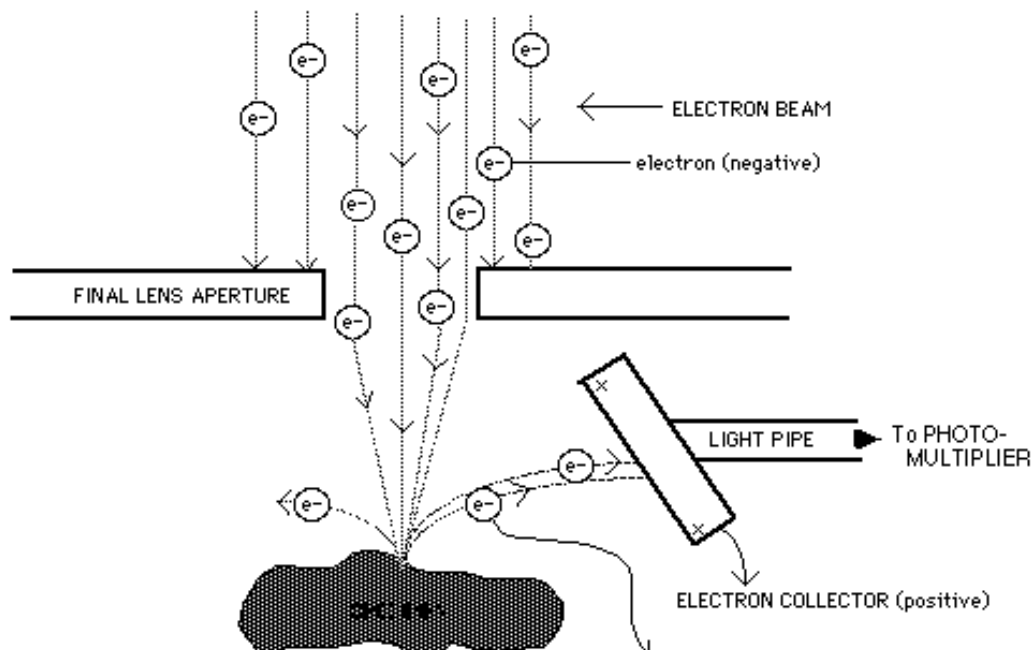
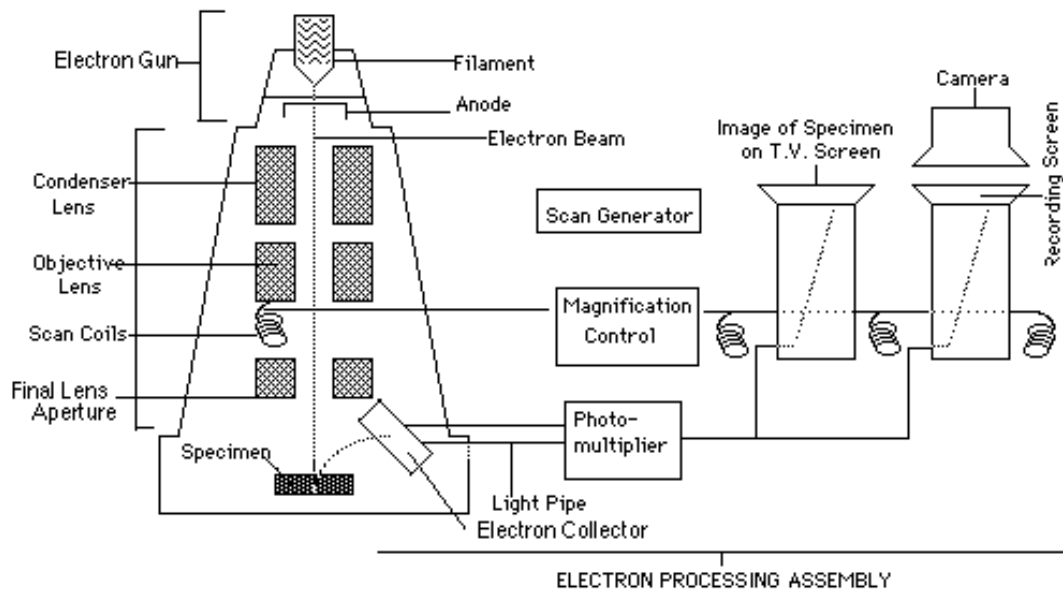
Το Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σαρώσεως είναι μια από τις σημαντικότερες διατάξεις πολλαπλών χρήσεων της σύγχρονης επιστήμης αφού προσφέρει τη δυνατότητα για τη τοπογραφική και μορφολογική μελέτη καθώς και τον προσδιορισμό της σύστασης της έμβιας και άβιας ύλης.

Οι βασικές αρχές λειτουργίας του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σαρωτικής δέσμης είναι ίδιες με τις αντίστοιχες του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου διερχόμενης δέσμης σε ότι αφορά τη χρήση δέσμης ηλεκτρονίων. Οι δύο τεχνικές όμως παρουσιάζουν αρκετές διαφορές. Το πρώτο βασικό οπτικό στοιχείο, που περιλαμβάνει την πηγή των ηλεκτρονίων και το σύστημα των συμπυκνωτών φακών είναι αντίστοιχο. Βέβαια, στην TEM η ηλεκτρονική δέσμη επιταχύνεται από διαφορά δυναμικού 100 kV μέχρι 400 kV, ενώ στην SEM η αντίστοιχη διαφορά δυναμικού κυμαίνεται από 2 kV μέχρι 50 kV. Υπάρχει λοιπόν σημαντική διαφορά στην ενέργεια των ηλεκτρονίων της δέσμης που χρησιμοποιείται στις δύο τεχνικές. Επιπλέον, στην TEM το δείγμα που παρατηρείται πρέπει να είναι πολύ λεπτό ώστε να είναι διαφανές για τα ηλεκτρόνια της δέσμης και έτσι να διέρχονται από αυτό. Αντίθετα στη SEM, το πάχος του δείγματος δεν αποτελεί κρίσιμη παράμετρο επειδή εκείνο που μελετάται είναι η επιφάνεια του παρατηρούμενου δείγματος με λήψη των δευτερευόντων επιφανειακών και οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων. Τέλος, η βασική διαφορά των δύο τεχνικών συνίσταται στον τρόπο σχηματισμού της εικόνας. Η εικόνα στην SEM σχηματίζεται χωρίς τη χρήση μεγεθυντικών φακών, γεγονός που παρουσιάζει δύο πλεονεκτήματα και ένα μειονέκτημα. Το πρώτο πλεονέκτημα είναι ότι αποφεύγονται τα σφάλματα των φακών. Το δεύτερο πλεονέκτημα είναι ότι η εικόνα σχηματίζεται από ηλεκτρικό σήμα και κατά συνέπεια μπορεί να ενισχυθεί ηλεκτρονικά και γενικά να υποστεί οποιαδήποτε ηλεκτρονική επεξεργασία. Το μειονέκτημα που παρουσιάζει η εικόνα είναι η μικρή διακριτική ικανότητα που περιορίζεται από την αδυναμία σχηματισμού δέσμης πολύ μικρής διαμέτρου.

Λόγω του δευτέρου πλεονεκτήματος γίνεται αμέσως αντιληπτό ότι οποιοδήποτε από τα δευτερεύοντα φαινόμενα που παρουσιάστηκαν στην 3η παράγραφο μπορούν να χρησιμοποιηθούν στην SEM. Στην εικόνα 11 παρουσιάζονται τα βασικά στοιχεία λειτουργίας ενός ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σαρώσεως.

Όπως βλέπουμε, η ηλεκτρονική δέσμη σαρώνει την επιφάνεια του παρατηρούμενου δείγματος με τη βοήθεια κατάλληλης διάταξης πηνίων σάρωσης. Ένας ανιχνευτής τοποθετημένος κοντά στο δείγμα, συλλέγει ένα μεγάλο ποσοστό των δευτερευόντων ηλεκτρονίων που εκπέμπονται από την επιφάνεια του δείγματος, μέχρι βάθους περίπου 10 nm, και ένα μικρότερο αριθμό οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (ουσιαστικά όσων η τροχιά κατευθύνεται προς τον ανιχνευτή).

Η πληροφορία που μεταφέρουν τα ηλεκτρόνια μετατρέπεται σε ηλεκτρικό σήμα το οποίο ενισχύεται σε κατάλληλο σύστημα ενισχυτών και διαβιβάζεται στην είσοδο ενός καθοδικού σωλήνα (CRT). Η δέσμη του καθοδικού σωλήνα σαρώνει την οθόνη του και σχηματίζει την εικόνα της επιφάνειας του δείγματος. Η φωτεινότητα της εικόνας διαμορφώνεται ανάλογα με την ένταση του ηλεκτρικού σήματος που φθάνει από τον ενισχυτή. Η διαδικασία αυτή είναι ταχύτατη ώστε η σάρωση της επιφάνειας του δείγματος από τη δέσμη των ηλεκτρονίων και η σάρωση της οθόνης του καθοδικού σωλήνα για τη σύνθεση της εικόνας να θεωρούνται ταυτόχρονες. Η σάρωση της επιφάνειας του δείγματος καθώς και η σάρωση της οθόνης του καθοδικού σωλήνα γίνεται όπως και η σάρωση της οθόνης της τηλεόρασης, δηλαδή κατά μήκος ενός συστήματος οριζοντίων γραμμών που σχηματίζουν ένα πλαίσιο, το οποίο ονομάζεται ράστερ, εικ. 12.

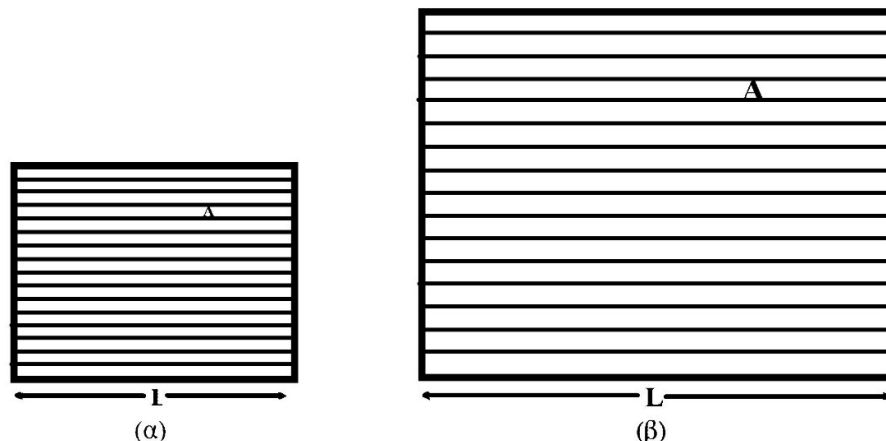


Εικόνα 11. Βασικά στοιχεία λειτουργίας σαρωτικού ηλεκτρονικού μικροσκοπίου.

Έτσι, ο μηχανισμός μεγέθυνσης είναι πολύ απλός και η γραμμική μεγέθυνση της εικόνας υπολογίζεται ως εξής. Αν L είναι το μήκος του ράστερ της οθόνης του CRT και l το μήκος του ράστερ στην επιφάνεια του δείγματος τότε η γραμμική μεγέθυνση δίδεται από το λόγο

$$M = \frac{L}{l}. \quad (10)$$

Για κάθε σημείο του ράστερ στην επιφάνεια του δείγματος υπάρχει το αντίστοιχο σημείο στο ράστερ του CRT, εικ. 12.



Εικόνα 12. α) Ράστερ μήκους l στην επιφάνεια του δείγματος, β) το αντίστοιχο ράστερ μήκους L στην οθόνη του CRT.

Όπως αναφέρθηκε και προηγουμένως, η τάση λειτουργίας ενός SEM κυμαίνεται από 2 kV μέχρι 50 kV, η δε διάμετρος της δέσμης των ηλεκτρονίων που σαρώνει την επιφάνεια του δείγματος είναι από 5 nm μέχρι 2 μm . Η ενεργός διατομή της δέσμης είναι καθοριστική παράμετρος της διακριτικής ικανότητας του SEM. Η γωνία σύγκλισης της δέσμης επάνω στο δείγμα εξαρτάται από τη διάμετρο του τελευταίου διαφράγματος, όπως φαίνεται στην εικόνα 11 και η γωνία αυτή καθορίζει το βάθος πεδίου. Επομένως, το μεγάλο βάθος πεδίου που συνοδεύει την παρατήρηση των δειγμάτων στην SEM, οφείλεται στη δυνατότητα χρήσης μικρής γωνίας σύγκλισης με την εισαγωγή του κατάλληλου διαφράγματος.

Η ηλεκτρονική Μικροσκοπία σαρωτικής δέσμης αποτελεί μια σπουδαία τεχνική για την τοπογραφική μελέτη της επιφάνειας της άμορφης, της κρυσταλλικής και της βιολογικής ύλης, γιατί συνδυάζει τη μεγάλη μεγέθυνση και το μεγάλο βάθος πεδίου, παράγοντες πολύ περιορισμένους στην οπτική μικροσκοπία.

Ένα μικροσκόπιο SEM συνήθως είναι εφοδιασμένο μ' έναν κατάλληλο ανιχνευτή ακτίνων -X ώστε να παρέχεται η δυνατότητα στοιχειομετρικής ανάλυσης του παρατηρούμενου δείγματος. Ένα τέτοιο SEM είναι ένα **αναλυτικό ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σαρώσεως** (analytical SEM), εικ. 6δ.

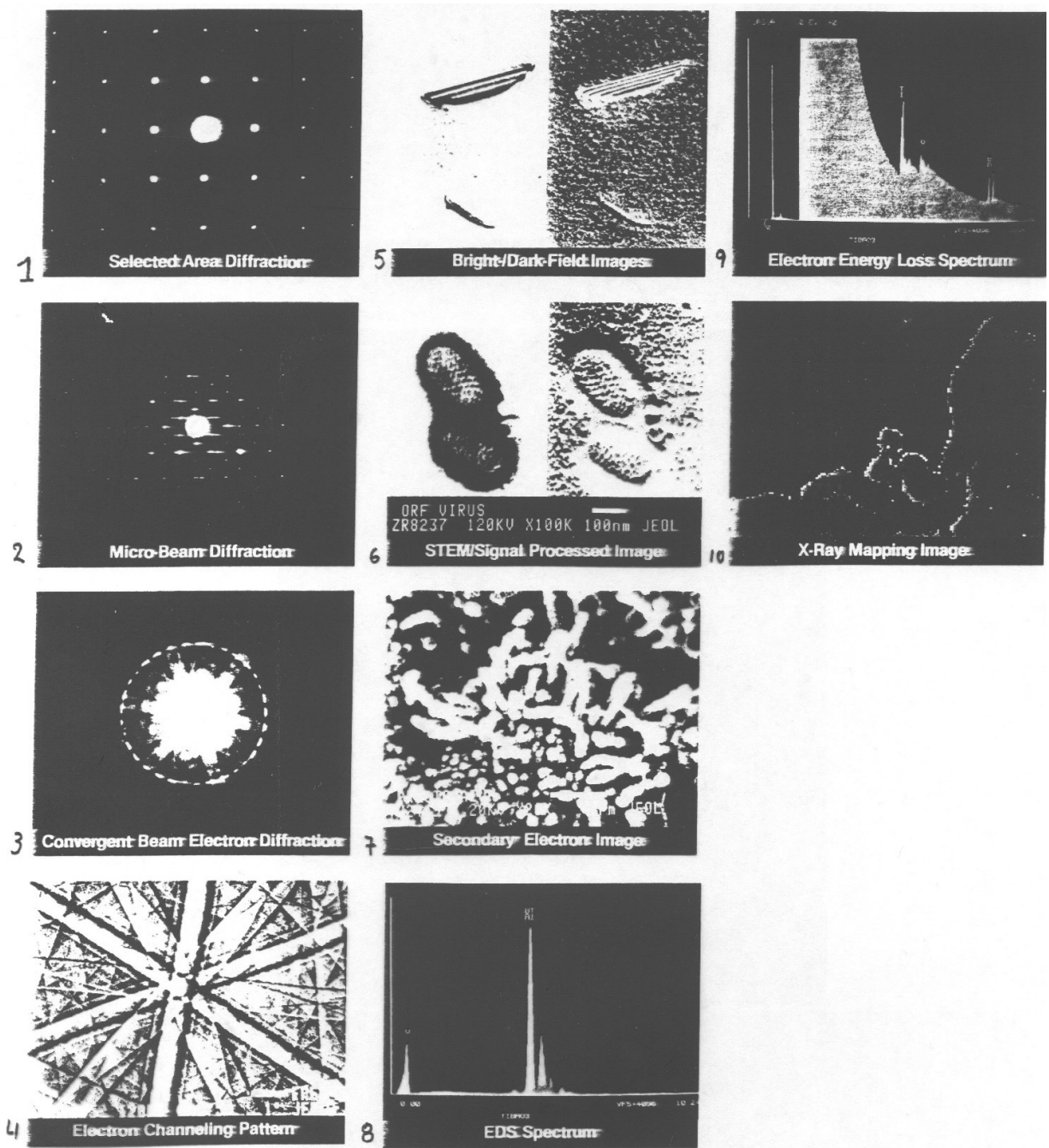
6. Οι τρόποι παρατήρησης στα Ηλεκτρονικά Μικροσκόπια

Ανάλογα με τα σήματα που συλλέγονται καθώς και με τις συνθήκες παρατήρησης (σχετική διέγερση των φακών) επιτυγχάνεται η λήψη διαφόρου τύπου εικόνων και φασμάτων καθένα από τα οποία παρέχει διαφορετική πληροφορία. Μια τυπική συλλογή τέτοιων εικόνων παρουσιάζεται στην εικόνα 13 οι οποίες σχετίζονται με τα εξής:

1) **Selected Area Diffraction**. Σε ηλεκτρονικό μικροσκόπιο TEM, με το διάφραγμα επιλογής περιοχής, επιλέγεται μια μικρή κυκλική περιοχή στο δείγμα, παρόλο που η δέσμη των ηλεκτρονίων φωτίζει μια πολλή μεγαλύτερη περιοχή. Με την κατάλληλη διέγερση του πρώτου ενδιάμεσου φακού, στην οθόνη σχηματίζεται η εικόνα περίθλασης από την περιοχή που επιλέγεται με το διάφραγμα. Με το διάφραγμα αυτό επιλέγεται μια περιοχή σε ενδιάμεσο είδωλο του δείγματος που είναι ήδη μεγεθυμένο. Έτσι, υπάρχει η δυνατότητα αφ' ενός μεν να χρησιμοποιηθεί μεγαλύτερο διάφραγμα επιλογής περιοχής, αφ' ετέρου είναι οπτικά ισοδύναμο με την επιλογή μιας πολύ μικρότερης περιοχής επάνω στο δείγμα. Η ανάλυση των εικόνων περίθλασης οδηγεί στον προσδιορισμό της

φάσης ή των φάσεων ενός κρυσταλλικού δείγματος δηλαδή της κρυσταλλικής δομής του (σταθερές πλέγματα, αποστάσεις ατομικών επιπέδων, διευθύνσεις κλπ).

- 2) **Micro-Beam diffraction.** Για τέτοιου τύπου παρατήρηση, η δέσμη συγκεντρώνεται επάνω στο δείγμα φωτίζοντας ουσιαστικά μια πολύ μικρή περιοχή, ίση με τη διάμετρο της δέσμης, και η εικόνα περίθλασης που λαμβάνεται προέρχεται μόνο από αυτή τη μικρή περιοχή.
- 3) **Convergent Beam Electron Diffraction.** Τέτοια εικόνα περίθλασης μπορεί κανείς να πάρει με τη σύγκλιση (εστίαση) της δέσμης των ηλεκτρονίων επάνω στο δείγμα. Χωρίς άλλο διάφραγμα λαμβάνεται η εικόνα περίθλασης, όπου οι ανακλάσεις είναι δίσκοι. Η ανάλυση της εικόνας αυτής δίνει πληροφορίες που αφορούν το πάχος του δείγματος, την κρυσταλλική δομή (σταθερές πλέγματα κλπ). Όταν η περιοχή του δείγματος από το οποίο σχηματίζεται η εικόνα περίθλασης με συγκλίνουσα δέσμη έχει ομοιόμορφο πάχος και δεν υπάρχουν ατέλειες στη δομή, η ποιότητα της εικόνας είναι πολύ καλή και οι πληροφορίες που συλλέγονται είναι ακριβείς. Επομένως ουσιαστικά απαιτείται η χρησιμοποίηση δέσμης με πολύ μικρή διάμετρο, έτσι ώστε να φωτίζεται μια πολύ μικρή περιοχή του δείγματος, της τάξεως ολίγων εκατοντάδων Å.
- 4) **Electron Channelling Patterns (ECP).** Εικόνες που παίρνουμε στη SEM και χρησιμοποιούνται για τον προσδιορισμό του προσανατολισμού κρυσταλλικών δειγμάτων καθώς επίσης και για τον προσδιορισμό της κρυσταλλικής δομής. Είναι μια τεχνική πολύ χρήσιμη επειδή δίνει πληροφορίες που αφορούν την κρυσταλλική δομή χωρίς καταστροφή του δείγματος. Οι εικόνες αυτές λαμβάνονται από κρυσταλλικά δείγματα, με κλίση της προσπίπτουσας δέσμης γύρω από ένα σταθερό σημείο επάνω στην επιφάνεια του δείγματος. Για το σχηματισμό της εικόνας ECP ανιχνεύονται και συλλέγονται μόνο τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια που πριν την έξοδό τους από το δείγμα έχουν υποστεί ελαστική σκέδαση. Το ποσοστό των οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων που συλλέγονται σχετίζεται άμεσα με τον προσανατολισμό του κρυστάλλου. Όταν η προσπίπτουσα δέσμη είναι παράλληλη σε μια οικογένεια ατομικών επιπέδων του κρυστάλλου, η ένταση των οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων είναι ελάχιστη. Μικρή απόκλιση της προσπίπτουσας δέσμης από τον ακριβή παράλληλο προσανατολισμό, το ποσοστό των οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων που συλλέγονται αυξάνεται. Αυτό σημαίνει ότι οι εικόνες που παίρνουμε είναι αντίστοιχες των εικόνων περίθλασης που λαμβάνονται από παχύτερα δείγματα στην TEM, στις οποίες φαίνονται οι γραμμές Kikuchi. Επιπλέον, όταν η προσπίπτουσα δέσμη είναι παράλληλη σ' έναν άξονα ζώνης του κρυστάλλου, η εικόνα ECP αναδεικνύει τη συμμετρία του κρυστάλλου στη διεύθυνση αυτή. Έτσι, στρέφοντας την προσπίπτουσα δέσμη σε διάφορες γωνίες, και λαμβάνοντας τις εικόνες ECP, είναι δυνατό να προσδιορισθεί η δομή του κρυστάλλου.

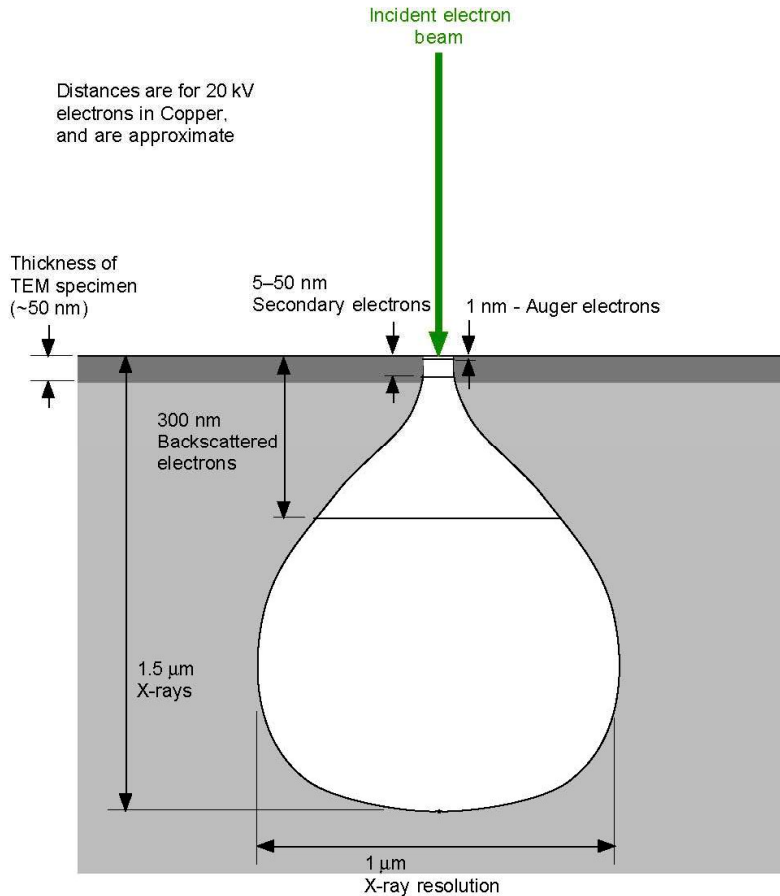


Εικόνα 13. Εικόνες Ηλεκτρονικής μικροσκοπίας διαφόρων συνθηκών παρατήρησης

- 5) **Εικόνα φωτεινού και σκοτεινού πεδίου.** Λαμβάνονται στην TEM. Η εικόνα φωτεινού πεδίου (Bright field BF) σχηματίζεται επιλέγοντας, με το διάφραγμα του αντικειμενικού φακού, μόνο τη διερχόμενη δέσμη των ηλεκτρονίων ενώ η εικόνα σκοτεινού πεδίου (Dark field DF) με την επιλογή μόνο μιας περιθλώμενης δέσμης ηλεκτρονίων, δηλαδή ηλεκτρονίων που έχουν σκεδαστεί ελαστικά σε καθορισμένη διεύθυνση.
- 6) **Εικόνα STEM** που έχει υποστεί επεξεργασία (processed image) και η οποία είναι δυναμική παρατήρηση, αφού ο ανιχνευτής βρίσκεται σε επίπεδο συζυγές με το πίσω εστιακό επίπεδο του αντικειμενικού, εικ. 6ε. Οι υπόλοιποι φακοί μετά τον αντικειμενικό, δεν προκαλούν μεγέθυνση στην εικόνα, αλλά απλά μεταφέρουν την πληροφορία της εικόνας στον ανιχνευτή. Όταν ο ανιχνευτής συλλέξει μόνο τη διερχόμενη δέσμη, η εικόνα που παίρνουμε στην οθόνη του CRT είναι

εικόνα φωτεινού πεδίου. Μπορεί να μας δώσει και εικόνα σκοτεινού πεδίου, όταν ένας ανιχνευτής υπό γωνία συλλέξει τα ηλεκτρόνια μιας περιθλώμενης δέσμης.

- 7) **Εικόνα SEM** με χρήση δευτερευόντων επιφανειακών ηλεκτρονίων. Η εικόνα του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σαρώσεως περιέχει πληροφορίες που βοηθούν στην τοπογραφική και μορφολογική μελέτη των εξεταζόμενων δειγμάτων.
- 8) **Φάσμα ακτίνων-X EDS**. Η παρατήρηση με το μικροσκόπιο μιας πολύ μικρής περιοχής ενός δείγματος και η ταυτόχρονη στοιχειομετρική της ανάλυση ονομάζεται **μικροανάλυση**. Όταν η δέσμη των ηλεκτρονίων προσπίπτει στο δείγμα, ο χώρος μέσα στον οποίο δημιουργούνται ακτίνες - X ονομάζεται **όγκος αλληλεπίδρασης** και έχει τη μορφή που φαίνεται στο σχήμα της εικόνας 14.



Εικόνα 14. Ο όγκος αλληλεπίδρασης της ηλεκτρονικής δέσμης με δείγμα Cu

Οι ακτίνες - X που παράγονται είναι γενικά δύο ειδών. **Ακτίνες χαμηλής ενέργειας** και **ακτίνες υψηλής ενέργειας**. Οι ακτίνες χαμηλής ενέργειας απορροφούνται από το υλικό ενώ οι ακτίνες υψηλής ενέργειας είναι αυτές που θα συλλεγούν για την ανάλυση. Ο όγκος αλληλεπίδρασης είναι της τάξης των μm^3 και είναι ο μεγαλύτερος όγκος από τον οποίο μπορεί να γίνει μικροανάλυση με ακτίνες - X. Σήμερα με τις νέες τεχνικές επιτυγχάνεται ανάλυση σε διατομές της τάξης των 10 Å.

Οι ακτίνες - X που εκπέμπονται είναι επίσης δύο ειδών. **Οι χαρακτηριστικές ακτίνες - X** συλλέγονται με τη βοήθεια ενός ανιχνευτή, που συνήθως είναι τοποθετημένος κοντά στο δείγμα. Στη συνέχεια μετά από επεξεργασία, κατασκευάζεται το διάγραμμα της έντασης για κάθε τιμή της ενέργειας. Το διάγραμμα έντασης - ενέργειας ονομάζεται **φάσμα της ακτινοβολίας - X**, εικ. 13(8). Το φάσμα αποτελείται από ορισμένες περιοχές με απότομες κορυφές, που αντιστοιχούν στις χαρακτηριστικές ενεργειακές "γραμμές" κάθε στοιχείου του δείγματος και οι οποίες

χρησιμοποιούνται για την ανάλυση. **Οι συνεχείς ακτίνες - X** καλύπτουν ένα μεγάλο ενεργειακό φάσμα, είναι μικρής έντασης και δε μεταφέρουν καμία χρήσιμη πληροφορία για το υλικό. Στο φάσμα των ακτίνων - X αντιπροσωπεύουν το υπόβαθρο, που είναι μια συνεχής λευκή ακτινοβολία η οποία διεθνώς ονομάζεται **Bremsstrahlung** (από το γερμανικό: ακτινοβολία πέδησης) και θεωρείται ως θόρυβος.

Για την κατασκευή του φάσματος των ακτίνων - X χρησιμοποιούνται δύο τύπων φασματογράφοι. Ο ένας επιτρέπει την κατασκευή του διαγράμματος έντασης - ενέργειας και ονομάζεται **φασματογράφος ανάλυσης ενεργειακής διασποράς ακτίνων - X** (Energy Dispersive X-ray Spectrometer, EDS) ενώ ο άλλος επιτρέπει την κατασκευή του διαγράμματος έντασης - μήκους κύματος και ονομάζεται **φασματογράφος ανάλυσης διασποράς μήκους κύματος ακτίνων - X** (Wavelength Dispersive X-ray Spectrometer, WDS).

Οι ανιχνευτές πυριτίου - λιθίου (SiLi) που χρησιμοποιούνται στη μέθοδο EDS κατασκευάστηκαν πρόσφατα και τα τελευταία χρόνια τοποθετούνται και σε μικροσκοπία TEM. Το σημαντικότερο πλεονέκτημα των ανιχνευτών EDS είναι η δυνατότητα ταυτόχρονης συλλογής των ακτίνων - X όλου του ενεργειακού φάσματος και επομένως της ανίχνευσης και ανάλυσης όλων των στοιχείων ενός υλικού με ατομικό αριθμό μεγαλύτερο από 11 (νάτριο). Η χρησιμοποίηση υπέρλεπτων παραθύρων (Ultrathin window, UTW) ή ανιχνευτών χωρίς παράθυρο έχει αυξήσει την ανιχνευτική ικανότητα μέχρι τον άνθρακα με $Z=6$. Ένα πρόβλημα που μπορεί να προκύψει είναι η επικάλυψη των ενεργειακών γραμμών ορισμένων στοιχείων οι οποίες βρίσκονται πολύ κοντά.

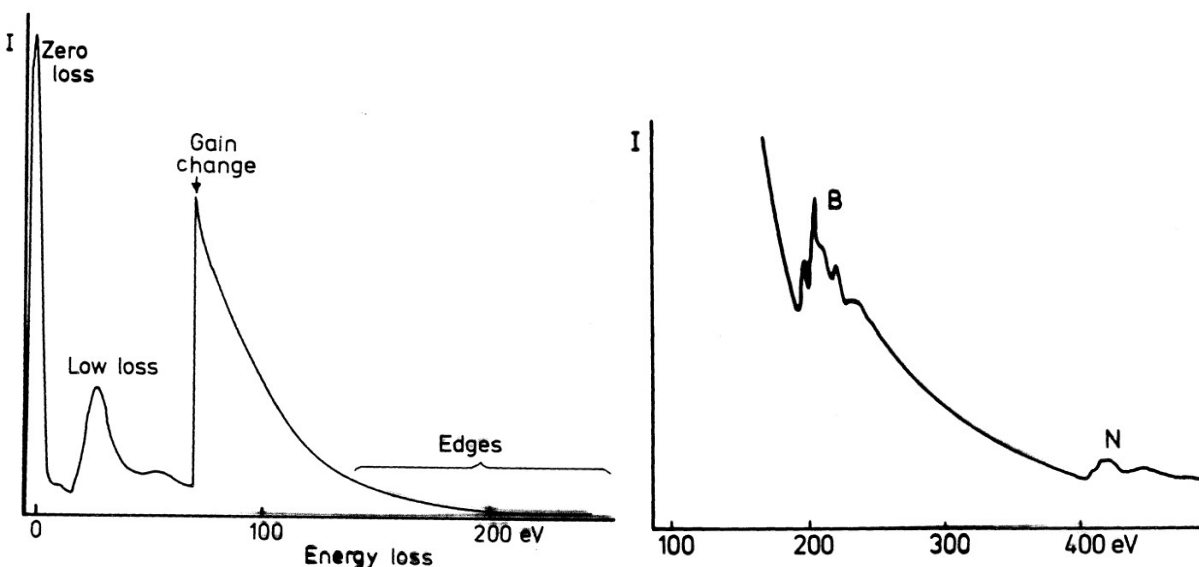
Η αρχή λειτουργίας των WDS φασματογράφων στηρίζεται στο φαινόμενο της περίθλασης των ακτίνων - X. Σ' έναν κρύσταλλο με σταθερά πλέγματος a , οι ακτίνες - X μήκους κύματος λ θα περιθλώνται κατά γωνία θ που δίδεται από το νόμο του Bragg $n\lambda = 2d \eta\mu\theta$. Το εύρος των γραμμών του φάσματος των ακτίνων - X του WDS φασματογράφου είναι πολύ στενότερο από το αντίστοιχο στο φάσμα του EDS και έτσι δεν παρατηρείται επικάλυψη των γραμμών των ακτίνων - X διαφόρων στοιχείων. Επίσης, το υπόβαθρο στο φάσμα WDS είναι πολύ μικρότερης έντασης γι' αυτό ο λόγος ένταση γραμμής / ένταση υποβάθρου είναι κατά 10 μέχρι 50 φορές μεγαλύτερος από τον αντίστοιχο λόγο στο φάσμα EDS. Λόγω των διαστάσεων της διάταξης φασματοσκοπίας WDS, αυτή εγκαθίσταται συνήθως στα μικροσκοπία SEM.

- 9) **Electron Energy Loss Spectrum (EELS)**. Μια τεχνική που επιτρέπει τον προσδιορισμό της σύστασης ενός κρυστάλλου κυρίως όταν αυτός περιέχει ελαφρά στοιχεία όπως He, Li, Be και τη μελέτη των ηλεκτρονικών ιδιοτήτων του υλικού.

Όταν η απώλεια ενέργειας των ανελαστικά σκεδασθέντων ηλεκτρονίων της εξερχόμενης δέσμης σε σχέση με την προσπίπτουσα είναι μεγαλύτερη από 1 eV μπορεί να ανιχνευθεί με ακρίβεια, με τη βοήθεια ενός μαγνητικού φασματόμετρου. Αυτό συνήθως τοποθετείται κάτω από την φθορίζουσα οθόνη ενός ηλεκτρονικού μικροσκοπίου και συλλέγει τα ανελαστικά σκεδασθέντα ηλεκτρόνια, που εξέρχονται κάτω από το δείγμα, και τα οποία εκτρέπονται από το μαγνητικό πεδίο του φασματόμετρου. Έτσι λαμβάνεται το φάσμα EEL το οποίο είναι ένα διάγραμμα έντασης σε συνάρτηση με την απώλεια ενέργειας των ηλεκτρονίων και συνήθως περιλαμβάνει τρεις περιοχές, εικ. 15.

Η πρώτη περιοχή χαρακτηρίζεται ως "**κορυφή μηδενικής απώλειας**" (zero loss peak) και προέρχεται από ηλεκτρόνια που έχασαν ελάχιστη από την αρχική τους ενέργεια, επομένως μπορεί να θεωρηθεί αμελητέα. Τα ηλεκτρόνια αυτά αποτελούν την πλειοψηφία των συλλεγόμενων ηλεκτρονίων μηδενικής απώλειας ενέργειας και δε χαρακτηρίζουν συγκεκριμένο φαινόμενο. Η δεύτερη περιοχή, η "**περιοχή μικρής απώλειας ενέργειας**" (low loss region) προκύπτει από ηλεκτρόνια που έχασαν ενέργεια περίπου έως 50 eV. Η απώλεια αυτή οφείλεται σε μία ανελαστική σκέδαση πλασμονίου (plasmon). Είναι πιθανόν στο φάσμα να παρουσιάζονται περισσότερες από μια τέτοιες κορυφές σε μεγαλύτερες τιμές απώλειας ενέργειας που προέρχονται από ηλεκτρόνια που υπέστησαν δύο ή και περισσότερες σκεδάσεις πλασμονίου πριν βγουν από το δείγμα. Σε δείγματα μικρού πάχους παρατηρείται κυρίως η πρώτη κορυφή πλασμονίου που οφείλεται σε μία μόνο σκέδαση, ενώ σε δείγματα μεγαλύτερου πάχους εμφανίζονται και επιπλέον κορυφές που οφείλονται σε δύο, τρεις ή και περισσότερες σκεδάσεις. Οι κορυφές αυτές δε χρησιμοποιούνται για

την ανάλυση του δείγματος επειδή οι ενέργειές τους δεν είναι χαρακτηριστικές ενός μόνο στοιχείου.



Εικόνα 15. Τυπικό φάσμα EEL που φαίνονται οι τρεις χαρακτηριστικές περιοχές.

Η τρίτη περιοχή του φάσματος περιλαμβάνει τις "χαρακτηριστικές ακμές" (characteristic edges), σε μεγαλύτερες τιμές απώλειας ενέργειας, και είναι εκείνη που χρησιμοποιείται για την ανάλυση. Ο αριθμός των ηλεκτρονίων που έχασαν μεγαλύτερα ποσά ενέργειας και από τα οποία προέρχεται αυτή η τρίτη περιοχή του φάσματος είναι μικρός. Τα ηλεκτρόνια αυτά προκάλεσαν τη διέγερση ατόμων από στοιχεία του δείγματος με εκπομπή ηλεκτρονίου από την K, ή την L ή την M στοιβάδα και επομένως η απώλεια της ενέργειας τους είναι χαρακτηριστική των ατόμων των στοιχείων αυτών, όπως ακριβώς και οι χαρακτηριστικές ακτίνες-X. Επειδή η ένταση των χαρακτηριστικών ακμών είναι πολύ μικρή, συνήθως κατασκευάζεται ένα δεύτερο διάγραμμα της τρίτης περιοχής στο οποίο η κλίμακα της έντασης είναι μεγεθυμένη κατά ένα παράγοντα X100 - X200. Έτσι προσδιορίζεται η ενέργεια των διαφόρων ακμών και συγκρίνεται με τις τιμές απώλειας ενέργειας ηλεκτρονίων που υπάρχουν καταχωρημένες σε πίνακες και χαρακτηρίζουν όλα τα στοιχεία του περιοδικού πίνακα. Επιπλέον, η λεπτή υφή των χαρακτηριστικών ακμών επιτρέπει τον προσδιορισμό των πρώτων γειτόνων του ατόμου δηλαδή το δεσμικό του περιβάλλον.

Παρόλο που οι χαρακτηριστικές ακμές στο φάσμα EEL και οι αντίστοιχες χαρακτηριστικές γραμμές στο φάσμα των ακτίνων-X προκύπτουν από το ίδιο φαινόμενο διέγερσης, γενικά οι τιμές της ενέργειας των χαρακτηριστικών ακμών είναι λίγο μεγαλύτερες από τις αντίστοιχες τιμές των χαρακτηριστικών γραμμών. Η EELS είναι ευρύτερης εφαρμογής και καταλληλότερη για την ανίχνευση των ελαφρών στοιχείων που περιέχονται σε υλικά όπου οι αντίστοιχες ακτίνες -X απορροφούνται, αλλά είναι και η μοναδική τεχνική της TEM που επιτρέπει τη μελέτη των ηλεκτρονικών ιδιοτήτων των υλικών.

- 10) **X-ray mapping**. Είναι μια άλλη τεχνική τοπογραφικής στοιχειακής ανάλυσης των υλικών που χρησιμοποιείται στην SEM και την TEM. Δίνει πληροφορίες για την κατανομή των στοιχείων στο εξεταζόμενο δείγμα, συνθέτοντας την εικόνα των υλικών από τις εκπεμπόμενες ακτίνες-X. Δηλαδή κάθε φορά που ο μετρητής θα ανιχνεύσει ένα χαρακτηριστικό φωτόνιο ακτίνων-X, που προέρχεται από ένα σημείο του δείγματος, το αντίστοιχο σημείο στην οθόνη του CRT σε μικροσκόπιο SEM γίνεται φωτεινό. Επομένως, η εικόνα που λαμβάνεται από την περιοχή του δείγματος που εξετάζεται, αποτελείται από κηλίδες η ένταση των οποίων σχετίζεται με την συγκέντρωση του

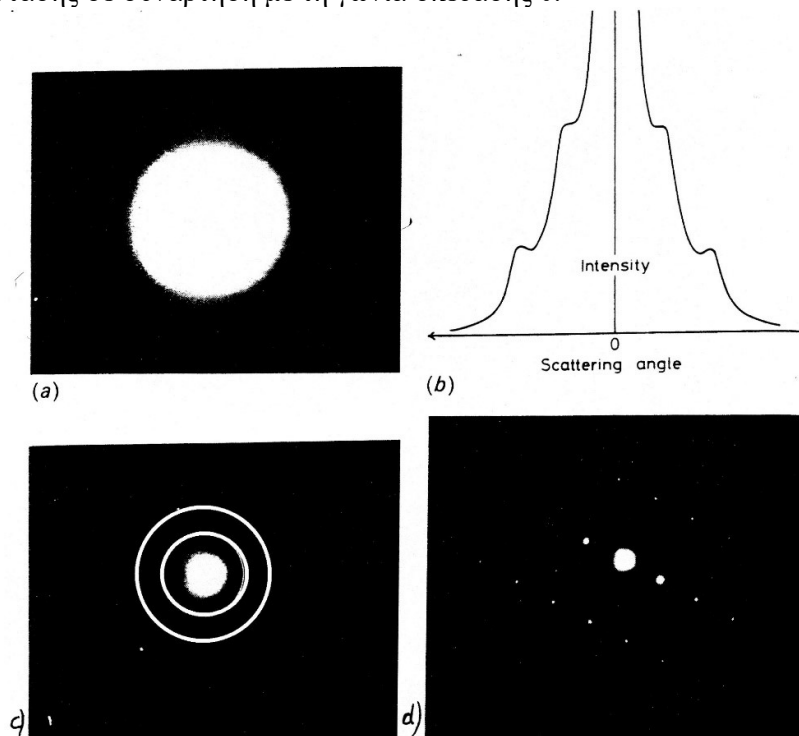
στοιχείου που ερευνάται στην εξεταζόμενη περιοχή και η συχνότητα από το είδος των στοιχείων. Βέβαια μια τέτοια εικόνα που συντίθεται από κηλίδες δεν είναι καλής ποιότητας. Σημαντικά βελτιωμένες εικόνες λαμβάνονται με την ψηφιακή χαρτογράφηση (digital X-ray mapping). Με τη μέθοδο αυτή, η προσπίπτουσα δέσμη ελέγχεται μέσω υπολογιστή και κινείται σ' ένα δίκτυο σημείων σε μια περιοχή του δείγματος. Η δέσμη παραμένει σε κάθε σημείο για προεπιλεγμένο χρονικό διάστημα κατά το οποίο γίνεται η λήψη. Όλες οι μετρήσεις αποθηκεύονται στη μνήμη του υπολογιστή και στη συνέχεια αναπαράγεται στην οθόνη μια εικόνα που ουσιαστικά είναι ένας χάρτης ακτίνων-X του στοιχείου που εξετάζεται στην περιοχή του δείγματος. Η εικόνα αυτή αποτελεί ένα ποιοτικό μέτρο της συγκέντρωσης του συγκεκριμένου στοιχείου στην εξεταζόμενη περιοχή.

7. Περίθλαση ηλεκτρονίων

Τα ηλεκτρόνια της διερχόμενης δέσμης όπως επίσης και τα ελαστικά σκεδαζόμενα ηλεκτρόνια διατηρούν την αρχική τους ενέργεια, δηλαδή την ενέργεια των ηλεκτρονίων της προσπίπτουσας δέσμης, επομένως έχουν και το ίδιο μήκος κύματος. Η ελαστική σκέδαση των ηλεκτρονίων οφείλεται σε αλληλεπιδράσεις Coulomb μεταξύ των ηλεκτρονίων της προσπίπτουσας δέσμης και των πυρήνων των ατόμων και είναι γνωστή ως σκέδαση Rutherford. Αν η ενέργεια ενός ηλεκτρονίου της προσπίπτουσας δέσμης είναι E_0 , η πιθανότητα $p(\theta)$ να υποστεί σκέδαση από ένα άτομο κατά γωνία θ είναι ανάλογη του

$$p(\theta) \sim 1 / (E_0^2 \sin^4\theta), \quad (11)$$

δηλαδή η πιθανότητα να υποστεί σκέδαση μικρής γωνίας είναι πολύ μεγαλύτερη της πιθανότητας να υποστεί σκέδαση μεγάλης γωνίας. Επιπλέον, η πιθανότητα σκέδασης κατά γωνία θ μειώνεται με την αύξηση της ενέργειας των ηλεκτρονίων. Το φαινόμενο γίνεται πιο πολύπλοκο όταν η ελαστική σκέδαση οφείλεται σε σύνολα ατόμων όπως τα δείγματα των υλικών της TEM. Τότε εμφανίζονται φαινόμενα περίθλασης. Οι εικόνες περίθλασης εμφανίζουν σημεία ή περιοχές με μέγιστα έντασης αναλόγως προς το είδος της δομής του υλικού. Επιτρέπουν τον προσδιορισμό της δομής των κρυσταλλικών δειγμάτων καθώς επίσης και τον προσδιορισμό του προσανατολισμού των κρυσταλλιτών σε πολυκρυσταλλικά δείγματα και της εύρεσης της σχετικής στροφής τους. Η εικόνα 16α είναι εικόνα περίθλασης από λεπτό υμένιο άμορφου άνθρακα ενώ η εικόνα 16β δίνει το αντίστοιχο διάγραμμα της έντασης σε συνάρτηση με τη γωνία σκέδασης θ .



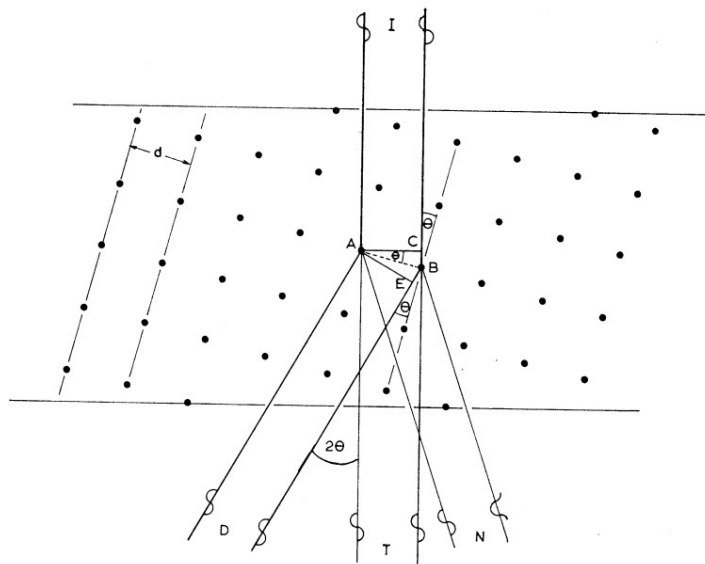
Εικόνα 16. α) εικόνα περίθλασης από λεπτό υμένιο άμορφου άνθρακα, β) το αντίστοιχο διάγραμμα της έντασης σε συνάρτηση με τη γωνία σκέδασης θ , γ) εικόνα περίθλασης από πολυκρυσταλλικό δείγμα, δ) εικόνα περίθλασης από μονοκρυσταλλικό δείγμα.

Φαίνεται λοιπόν ότι, η σκεδαζόμενη ένταση μειώνεται με την αύξηση της γωνίας θ αλλά η μείωση αυτή δεν είναι απλή συνάρτηση της γωνίας εφ' όσον παρατηρούνται και μέγιστα έντασης σε μεγαλύτερες τιμές της γωνίας θ πέρα από το μέγιστο έντασης για $\theta = 0$. Οι εικόνες 16γ,δ είναι εικόνες

περίθλασης από πολυκρυσταλλικό και μονοκρυσταλλικό υλικό αντίστοιχα. Σ' αυτές, οι περιθλώμενες δέσμες αποτυπώνονται σε καθορισμένα σημεία και ονομάζονται **ανακλάσεις** ή **κηλίδες περίθλασης**.

8. Γεωμετρία της περίθλασης των ηλεκτρονίων.

Ας εξετάσουμε μια λεπτή φέτα ενός κρυσταλλικού υλικού, όπως φαίνεται στο σχήμα της εικόνας 17, στην οποία προσπίπτει η ηλεκτρονική δέσμη της TEM. Κάτω από το δείγμα παρουσιάζονται η διερχόμενη και οι περιθλώμενες δέσμες.



Εικόνα 17. Ελαστική σκέδαση των ηλεκτρονίων, κατά τη διέλευση δέσμης ηλεκτρονίων υψηλής ενέργειας από ένα λεπτό δείγμα κρυσταλλικού υλικού, συμβαίνει όταν η γωνία πρόσπτωσης έχει καθορισμένες τιμές.

Η ελαστική σκέδαση των ηλεκτρονίων, που παρατηρείται όταν το δείγμα που εξετάζεται είναι κρυσταλλικό υλικό περιγραφικά ισοδυναμεί με ανάκλαση μέρους της δέσμης από μια σειρά παραλλήλων διαδοχικών ατομικών επιπέδων τα οποία έχουν απόσταση d . Αν θεωρήσουμε την προσπίπτουσα δέσμη των ηλεκτρονίων ως διάδοση κύματος, όπως φαίνεται στο σχήμα της εικόνας 17, όλα τα προσπίπτοντα κύματα είναι σε φάση. Ορισμένα από αυτά υφίστανται ελαστική σκέδαση από τα άτομα του κρυστάλλου, όπως π.χ. στα άτομα A και B. Έτσι προκύπτουν διάφορες σκεδαζόμενες ακτίνες, που όταν είναι σε φάση, συμβάλλουν και δίνουν τελικά στην έξοδο του δείγματος μια περιθλώμενη δέσμη μεγάλης έντασης. Αν όμως είναι εκτός φάσης, η ένταση της περιθλώμενης δέσμης είναι μικρή ή ακόμη και μηδενική. Οι ακτίνες που σκεδαζονται από τα άτομα A, B, κατά γωνία 2θ , θα βρίσκονται σε φάση εφ' όσον η διαδρομή που ακολουθούν μέσα στο δείγμα θα είναι ακέραιο πολλαπλάσιο του μήκους κύματος λ των ηλεκτρονίων. Αυτό σημαίνει ότι η διαφορά πορείας τους θα είναι $CB + BE = n\lambda$, όπου n ακέραιος με τιμές $n = 1, 2, 3, \dots$. Αλλά $BE = CB = d \sin \theta$, επομένως η συνθήκη συμβολής των κυμάτων σε φάση γίνεται

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (12)$$

η οποία είναι γνωστή ως ο **νόμος του Bragg** και χρησιμοποιείται επιπλέον στην περίθλαση των ακτίνων -X. Το n αντιπροσωπεύει την τάξη της περιθλώμενης δέσμης και θ είναι η γωνία πρόσπτωσης της δέσμης επάνω στην οικογένεια των παραλλήλων ατομικών επιπέδων του κρυστάλλου απόστασης d , και ονομάζεται γωνία Bragg. Όταν λοιπόν αναφερόμαστε στην περιθλώμενη δέσμη πρώτης τάξεως, που είναι και η μεγαλύτερης έντασης, $n = 1$ και ο νόμος του Bragg παίρνει τη μορφή

$$2d \sin \theta = \lambda. \quad (13)$$

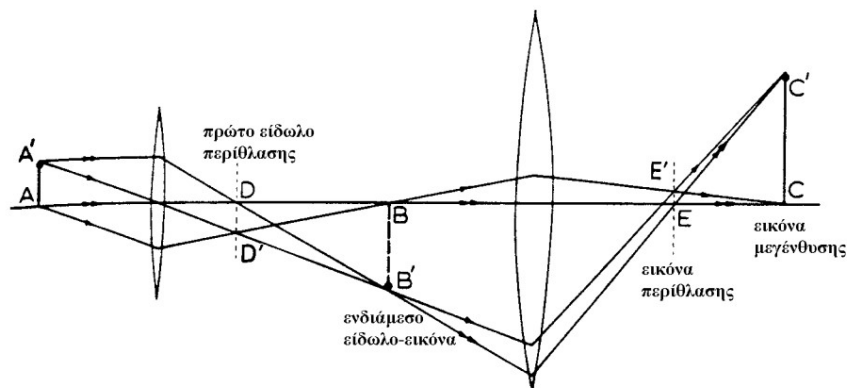
Για τη δεικτοδότηση των επιπέδων και των διευθύνσεων στους κρυστάλλους, συνήθως χρησιμοποιείται ο συμβολισμός Miller, όπου τα επίπεδα συμβολίζονται ως (hkl) ενώ οι διευθύνσεις ως [uvw]. Για παράδειγμα, η απόσταση των ατομικών επιπέδων του τύπου (hkl) σ' έναν κρύσταλλο με κυβική δομή δίδεται από τη σχέση

$$d_{hkl} = a / (h^2 + k^2 + l^2)^{1/2}, \quad (14)$$

όπου a η πλεγματική σταθερά.

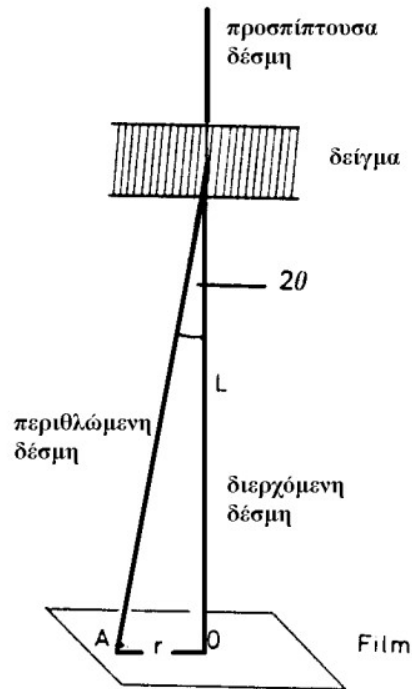
Για να αντιληφθούμε την τάξη μεγέθους της γωνίας Bragg θ για την περίθλαση των ηλεκτρονίων, θα δούμε ένα παράδειγμα. Η απόσταση των επιπέδων του τύπου (111) σε κρύσταλλο πυριτίου είναι $d = 0,313$ nm και το μήκος κύματος των ηλεκτρονίων $\lambda = 0,0037$ nm ($V = 100$ kV). Ο νόμος του Bragg δίνει $\sin\theta = 0,059$ και $\theta = 0,34^\circ$. Επομένως, καταλαβαίνουμε ότι μιλάμε για πολύ μικρές γωνίες σκέδασης και αυτό στην πράξη σημαίνει ότι η προσπίπτουσα δέσμη σκεδάζεται ισχυρά από ατομικά επίπεδα που είναι σχεδόν παράλληλα σ' αυτήν.

Στο διάγραμμα της εικόνας 18 παρουσιάζεται η διαδικασία σχηματισμού της εικόνας περίθλασης, όπου το δείγμα AA' είναι τοποθετημένο πριν από τον αντικειμενικό φακό και το τελικό είδωλο CC' σχηματίζεται μετά τον προβολέα. Στο διάγραμμα της εικόνας οι φακοί σχεδιάζονται ως λεπτοί συγκλίνοντες φακοί για εποπτικούς λόγους και επειδή οι μαγνητικοί φακοί του μικροσκοπίου λειτουργούν ως συγκλίνοντες φακοί. Έτσι, το πρώτο, ενδιάμεσο είδωλο του AA' σχηματίζεται στη θέση BB' μετά τον αντικειμενικό φακό με τη βοήθεια των ακτίνων που εξέρχονται από το δείγμα. Όλες οι ακτίνες που στο διάγραμμα σχεδιάστηκαν με μονό βέλος, πριν φθάσουν στο επίπεδο σχηματισμού του ειδώλου, διέρχονται από το πίσω εστιακό επίπεδο του αντικειμενικού, συγκλίνοντας στο σημείο D ενώ οι ακτίνες με το διπλό βέλος συγκλίνουν στο σημείο D . Το ενδιάμεσο είδωλο BB' είναι το αντικείμενο του δεύτερου φακού ο οποίος δίνει το τελικό είδωλο CC' , δηλαδή την εικόνα του δείγματος μεγεθυσμένη. Αντίστοιχα, το EE' θα είναι το τελικό είδωλο του DD' , δηλαδή η εικόνα περίθλασης.



Εικόνα 18. Διάγραμμα σχηματισμού της εικόνας περίθλασης EE'' και της εικόνας μεγέθυνσης CC' από σύστημα με δυο λεπτούς συγκλίνοντες φακούς.

Η γεωμετρία της εικόνας περίθλασης γίνεται ευκολότερα κατανοητή αν κανείς αγνοήσει την ύπαρξη των φακών, που ουσιαστικά παίζουν το ρόλο του μεγεθυντή, και θεωρήσει μόνο το δείγμα και το επίπεδο λήψης της εικόνας περίθλασης, δηλαδή τη φωτογραφική πλάκα, όπως φαίνεται στο σχήμα της εικόνας 19.



Εικόνα 19. Διάγραμμα σχηματισμού της εικόνας περίθλασης.

Το μεγαλύτερο ποσοστό της προσπίπτουσα δέσμης των ηλεκτρονίων εξέρχεται από το δείγμα διαιρημένη σε δυο δέσμες: τη διερχόμενη και μία περιθλώμενη, κατά γωνία θ από μια οικογένεια παραλλήλων ατομικών επιπέδων απόστασης d . Η διερχόμενη δέσμη αποτυπώνεται στη φωτογραφική πλάκα στη θέση O ενώ η περιθλώμενη στη θέση A , σε απόσταση r από το O . Επειδή η γωνία Bragg είναι πολύ μικρή, $\tan\theta = \theta$ (rad), και επομένως

$$\frac{r}{L} = 2\theta . \quad (15)$$

Λόγω του νόμου του Bragg, $2d\theta = \lambda$, και η (15) γίνεται

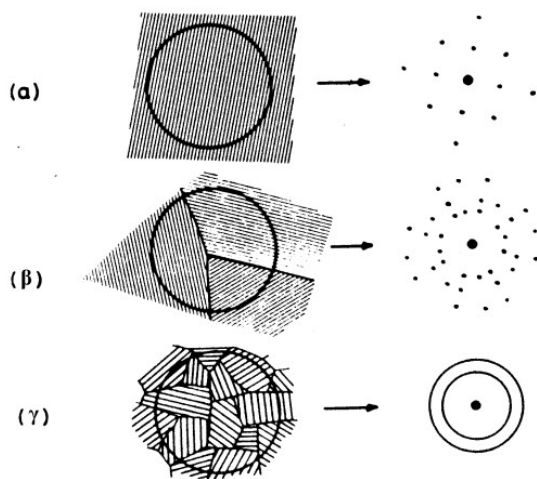
$$\frac{r}{L} = \frac{\lambda}{d} , \quad \text{ή} \quad \mathbf{rd = L\lambda} \quad (16)$$

όπου L η απόσταση του δείγματος από τη φωτογραφική πλάκα που ονομάζεται **φωτογραφικό μήκος** (camera length). Η τιμή του είναι χαρακτηριστική του μικροσκοπίου και της συνθήκης λειτουργίας για λήψη εικόνας περίθλασης.

Επειδή τα L και λ είναι σταθερές που εξαρτώνται από το μικροσκόπιο και όχι από το δείγμα, το γινόμενο $L\lambda$ ονομάζεται **φωτογραφική σταθερά** (camera constant). Επομένως, αν η σταθερά αυτή είναι γνωστή, μετρώντας την απόσταση μιας κηλίδας περίθλασης από την κεντρική (διερχόμενη) επάνω στη φωτογραφική πλάκα, προσδιορίζεται η απόσταση d της αντίστοιχης οικογενείας των ατομικών επιπέδων που περιθλούν.

Όταν το δείγμα που εξετάζεται είναι μονοκρυσταλλός και είναι προσανατολισμένος ώστε ορισμένες οικογένειες ατομικών επιπέδων να ικανοποιούν ταυτόχρονα τη συνθήκη περίθλασης Bragg, η εικόνα περίθλασης θα έχει τη μορφή που φαίνεται στην εικόνα 20α. Δηλαδή αποτελείται από διατεταγμένες σε σειρές κηλίδες περίθλασης που μεταξύ τους σχηματίζουν γωνίες ίσες με τις παραπληρωματικές των διέδρων γωνιών μεταξύ των αντιστοίχων επιπέδων στον κρύσταλλο. Η απόσταση r μεταξύ διαδοχικών κηλίδων περίθλασης σε κάθε σειρά, είναι αντίστροφα ανάλογη της

απόστασης των αντίστοιχων ατομικών επιπέδων στον κρύσταλλο, όπως προσδιορίζεται από τη σχέση (16). Επιπροσθέτως, στον συγκεκριμένο προσανατολισμό, η κοινή τομή των επιπέδων του κρυστάλλου που περιθλούν ταυτόχρονα συμπίπτει με τη διεύθυνση της διερχόμενης δέσμης και αντιστοιχεί σ' έναν **άξονα ζώνης** επιπέδων. Επειδή αυτή η κοινή τομή είναι διεύθυνση του κρυστάλλου συμβολίζεται με τους αντίστοιχους δείκτες $[uvw]$. Επομένως, οι ίδιοι δείκτες χαρακτηρίζουν και τη διεύθυνση της διερχόμενης δέσμης. Κατά συνθήκη, επειδή εργαζόμαστε με τις θετικές φωτογραφίες, ως φορά της δέσμης λαμβάνεται η αντίθετη της φοράς κίνησης των ηλεκτρονίων.



Εικόνα 20. Διάφοροι τύποι εικόνων περίθλασης α) τέλειος μονοκρύσταλλος, β) τρικρύσταλλος, γ) πολυκρύσταλλος

Στην εικόνα 20β παρουσιάζεται η περίπτωση ενός τρικρυστάλλου. Πρόκειται για τρεις κρυστάλλους του ίδιου υλικού στραμμένους μεταξύ τους, και συνεπώς σε διαφορετικό προσανατολισμό που σχηματίζουν τρεις διεπιφάνειες με κοινή τομή. Η αντίστοιχη εικόνα περίθλασης όπως βλέπουμε είναι πιο σύνθετη από τον μονοκρύσταλλο και ουσιαστικά είναι η υπέρθεση των τριών ανεξαρτήτων εικόνων. Επειδή όμως για κάθε υλικό υπάρχει περιορισμός ως προς τον αριθμό των πιθανών επιπέδων d_i που μπορούν να περιθλούν ταυτόχρονα, τελικά οι κηλίδες περίθλασης δεν εμφανίζουν τυχαία κατανομή στη σύνθετη εικόνα περίθλασης αλλά τείνουν να σχηματίσουν δακτυλίους των οποίων η ακτίνα r_i σχετίζεται με την αντίστοιχη απόσταση d_i μέσω της σχέσεως (16).

Η περίπτωση της εικόνας 20γ αφορά ένα πολυκρυσταλλικό δείγμα που περιλαμβάνει πολλούς μικρούς κρυσταλλίτες σε τυχαίους προσανατολισμούς. Στην αντίστοιχη εικόνα περίθλασης οι κηλίδες στους δακτυλίους είναι τόσο κοντά μεταξύ τους που οι δακτύλιοι φαίνονται ως συνεχείς.

9. Αντίστροφο πλέγμα.

Στη προηγούμενη παράγραφο είδαμε το σχηματισμό της εικόνας περίθλασης χρησιμοποιώντας απλή γεωμετρία. Αν θελήσει κανείς να κατανοήσει το φαινόμενο και να καταλάβει καλύτερα τη μορφή των διαφόρων εικόνων περίθλασης ηλεκτρονίων, θα πρέπει να αναφέρεται στο φαινόμενο της περίθλασης σε σχέση με **το αντίστροφο πλέγμα**. Στην εικόνα 21α παρουσιάζεται γραφικά ένα τμήμα ενός κρυσταλλικού πλέγματος, με δύο οικογένειες επιπέδων, αποστάσεων d_1 και d_2 αντίστοιχα, κάθετα στο επίπεδο του χαρτιού. Για την κατασκευή του αντίστροφου πλέγματος ακολουθείται η εξής διαδικασία: Κάθε επίπεδο του κρυσταλλικού πλέγματος αντιστοιχεί σε ένα δεσμό του αντίστροφου πλέγματος που απέχει από την αρχή του O απόσταση ίση με $1/d$ και διεύθυνση κάθετη στο επίπεδο εικ.21β.

Όπως κάθε πλέγμα έτσι και το αντίστροφο περιγράφεται από μια κυψελίδα η οποία ορίζεται με τη βοήθεια της κυψελίδας του κρυσταλλικού πλέγματος. Έτσι, αν η κυψελίδα του πλέγματος έχει διανύσματα βάσεως \mathbf{a} , \mathbf{b} , \mathbf{c} , τα διανύσματα βάσεως στο αντίστοιχο αντίστροφο πλέγμα θα είναι \mathbf{a}^* , \mathbf{b}^* , \mathbf{c}^* και ορίζονται έτσι ώστε

$$\mathbf{a}^* \cdot \mathbf{a} = \mathbf{b}^* \cdot \mathbf{b} = \mathbf{c}^* \cdot \mathbf{c} = 1 \quad (\text{μόνο για τα ορθογώνια πλέγματα}) \quad (17)$$

$$\mathbf{a}^* \cdot \mathbf{b} = \mathbf{b}^* \cdot \mathbf{c} = \mathbf{c}^* \cdot \mathbf{a} = \mathbf{a}^* \cdot \mathbf{c} = \dots = 0$$

Επομένως,

$$|\mathbf{a}^*| = 1/d_a, \quad (18)$$

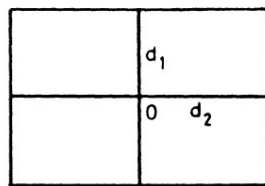
$$|\mathbf{b}^*| = 1/d_b,$$

$$|\mathbf{c}^*| = 1/d_c,$$

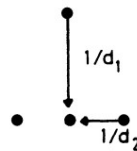
όπου d_a , d_b , και d_c οι αποστάσεις των επιπέδων του κρυσταλλικού πλέγματος που είναι κάθετα στα \mathbf{a} στον \mathbf{b} και στον \mathbf{c} αντίστοιχα.

$$\text{Συνεπώς, } \mathbf{a}^* = (\mathbf{b} \wedge \mathbf{c})/V_c, \quad \mathbf{b}^* = (\mathbf{c} \wedge \mathbf{a})/V_c, \quad \mathbf{c}^* = (\mathbf{a} \wedge \mathbf{b})/V_c, \quad (19)$$

όπου $V_c = \mathbf{a} \cdot (\mathbf{b} \wedge \mathbf{c}) = \mathbf{b} \cdot (\mathbf{c} \wedge \mathbf{a}) = \mathbf{c} \cdot (\mathbf{a} \wedge \mathbf{b})$, ο όγκος της στοιχειώδους κυψελίδας στο κρυσταλλικό πλέγμα.



(α)



(β)

Εικόνα 21. Γραφική απεικόνιση α) τμήματος κρυσταλλικού πλέγματος, β) του αντίστοιχου αντίστροφου πλέγματος.

Για παράδειγμα θα ορισθεί το αντίστροφο πλέγμα ενός FCC πλέγματος που έχει στοιχειώδη κυψελίδα με διανύσματα βάσεως τα:

$$\mathbf{a} = a/2 [110], \quad \mathbf{b} = a/2 [011], \quad \mathbf{c} = a/2 [101].$$

Βάση των σχέσεων (19), το αντίστοιχο αντίστροφο πλέγμα θα έχει διανύσματα τα:

$$\mathbf{a}^* = 1/a [11\bar{1}], \quad \mathbf{b}^* = 1/a [-111], \quad \mathbf{c}^* = 1/a [1-11].$$

Ένα διάνυσμα \mathbf{r} του κρυσταλλικού πλέγματος καταλήγει σ' ένα δεσμό του πλέγματος, που βρίσκεται ένα άτομο ή ομάδα ατόμων και ισούται με $\mathbf{r} = u\mathbf{a} + v\mathbf{b} + w\mathbf{c}$. Ένα διάνυσμα \mathbf{g} του αντίστροφου πλέγματος καταλήγει πάλι σ' ένα δεσμό που αντιπροσωπεύει την ομάδα των επιπέδων του κρυσταλλικού πλέγματος που έχουν δείκτες (hkl) και ισούται με $\mathbf{g} = h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^*$. Το διάνυσμα \mathbf{g} αντιστοιχεί σε μια κηλίδα περίθλασης ή ανάκλαση στην εικόνα περίθλασης με δείκτες h k l και μέτρο ίσο με:

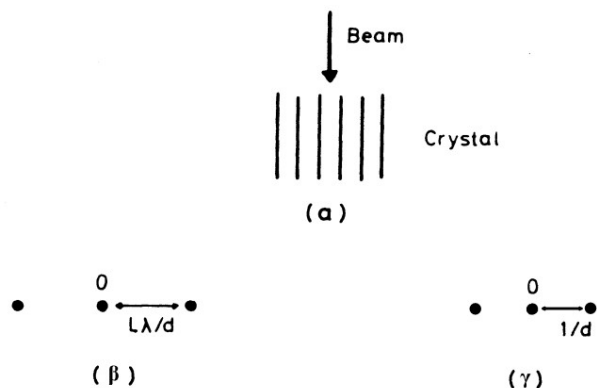
$$|\mathbf{g}_{hkl}| = 1/d_{hkl}. \quad (20)$$

Για να γίνει καλύτερα αντιληπτή η χρησιμότητα του αντίστροφου πλέγματος στις εικόνες περίθλασης των ηλεκτρονίων τονίζονται πάλι τα εξής:

- Περίθλαση συμβαίνει σε ατομικά επίπεδα προσανατολισμένα σχεδόν παράλληλα προς την προσπίπτουσα δέσμη των ηλεκτρονίων, εικ.22α.

- Η εικόνα περίθλασης αποτελείται από κηλίδες των οποίων η απόσταση από την κεντρική κηλίδα είναι ανάλογη του αντίστροφου της απόστασης των αντίστοιχων ατομικών επιπέδων που περιθλούν. Η διεύθυνση των διανυσμάτων αυτών είναι κάθετη στα αντίστοιχα επίπεδα, εικ.22β.

Το διάνυσμα του αντίστροφου πλέγματος που αντιστοιχεί στην ομάδα των ατομικών επιπέδων της εικόνας 22α φαίνεται στην 22γ. Επομένως, βλέπουμε την ομοιότητα της εικόνας περίθλασης και του αντίστροφου πλέγματος. Ουσιαστικά, οι εικόνες περίθλασης δεν είναι τίποτε άλλο παρά διάφορες τομές του αντίστροφου πλέγματος, κατά έναν παράγοντα κλίμακας, κάθετα στη δέσμη. Ο παράγοντας κλίμακας, όπως προκύπτει από τη σχέση (16), είναι ίσος με Lλ δηλαδή ίσος με τη φωτογραφική σταθερά του μικροσκοπίου.



Εικόνα 22. Σχέση μεταξύ εικόνας περίθλασης και αντίστροφου πλέγματος α) ο κρύσταλλος, β) η εικόνα περίθλασης, γ) το αντίστοιχο αντίστροφο πλέγμα.

10. Ανάλυση εικόνας περίθλασης μονοκρυσταλλού.

Η απλούστερη εικόνα περίθλασης, για ανάλυση, είναι εκείνη που λαμβάνεται από ένα γνωστό μονοκρυσταλλικό υλικό. Στην εικόνα 16δ παρουσιάζεται η εικόνα περίθλασης από μονοκρυσταλλο Αργιλίου, με πλεγματική σταθερά $a=0.405$ nm και το ζητούμενο είναι η ανάλυσή της. Αυτό σημαίνει ότι πρέπει να γίνει ο προσδιορισμός των ατομικών επιπέδων που περιθλούν στον συγκεκριμένο προσανατολισμό, δηλαδή η δεικτοδότηση των κηλίδων περίθλασης, καθώς επίσης και η εύρεση του

άξονα ζώνης των επιπέδων, δηλαδή της διεύθυνσης του κρυστάλλου που είναι η κοινή τομή των επιπέδων που ταυτόχρονα περιθλούν. Η διεύθυνση αυτή προσδιορίζει και τη διεύθυνση της δέσμης των ηλεκτρονίων.

Αν η φωτογραφική σταθερά λL είναι γνωστή, η διαδικασία που ακολουθείται για την ανάλυση είναι η εξής:

α) Επάνω στη φωτογραφία μετρώνται οι αποστάσεις r_1, r_2 δύο κηλίδων περίθλασης πρώτης τάξεως με διανύσματα $\mathbf{g}_1, \mathbf{g}_2$, από την κεντρική καθώς και η μεταξύ τους γωνία όπως φαίνεται στο διάγραμμα της εικ.23.

β) Με τη σχέση (16) προσδιορίζονται οι αποστάσεις d_1, d_2 των αντιστοίχων ατομικών επιπέδων.

γ) Με τη βοήθεια της σχέσεως (14) και βάση των επιτρεπτών ανακλάσεων της δομής υπολογίζονται οι αποστάσεις όλων των ατομικών επιπέδων του κρυστάλλου hkl . Έτσι προσδιορίζεται ο τύπος των δεικτών των δύο κηλίδων περίθλασης της εικόνας 16δ οι οποίοι είναι 111 και 220 αντίστοιχα.

δ) Για τον προσδιορισμό των συγκεκριμένων δεικτών, λαμβάνονται αυθαίρετα οι δείκτες μιας κηλίδας περίθλασης, π.χ. της πρώτης κηλίδας ως 111, και στη συνέχεια προσδιορίζονται οι δείκτες της δεύτερης χρησιμοποιώντας ως δεδομένο τη γωνία μεταξύ των δύο κηλίδων. Στη συγκεκριμένη περίπτωση η γωνία αυτή είναι 90° . Επειδή ο τύπος των δεικτών της δεύτερης κηλίδας περίθλασης είναι 220 αυτό σημαίνει ότι οι ακριβείς δείκτες περιλαμβάνονται στη σειρά: 220, $\bar{2}20$, 202, $\bar{2}02$, 022, $0\bar{2}2$.

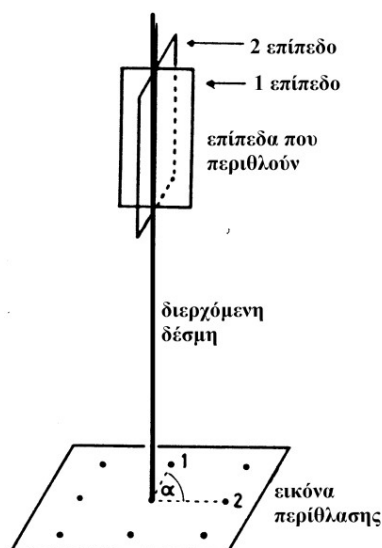
Για την περίπτωση κυβικών κρυστάλλων, όπως το αργίλιο, η γωνία μεταξύ δύο επιπέδων ($h_1k_1l_1$) και ($h_2k_2l_2$) με αποστάσεις d_1 και d_2 αντίστοιχα υπολογίζεται από τη σχέση

$$\cos \theta = \frac{h_1h_2 + k_1k_2 + l_1l_2}{[(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)(h_2^2 + k_2^2 + l_2^2)]^{1/2}} \quad (21)$$

Επομένως, υπολογίζοντας τη γωνία μεταξύ της 111 και όλων των πιθανών ανακλάσεων του τύπου 220, οι δείκτες της δεύτερης ανάκλασης θα μπορούσαν να είναι $\bar{2}20$ ή $\bar{2}02$ ή $0\bar{2}2$ καθώς η γωνία μεταξύ αυτών και της 111 είναι 90° . Για κάθε ένα από τα τρία ζευγάρια ανακλάσεων προκύπτει διαφορετικός άξονας ζώνης, αλλά του ίδιου τύπου.

Η ανάλυση της εικόνας ολοκληρώνεται με την εύρεση της διεύθυνσης του κρυστάλλου που είναι παράλληλη στη δέσμη των ηλεκτρονίων. Η διεύθυνση αυτή προσδιορίζεται από το διανυσματικό γινόμενο $\mathbf{B} = \mathbf{g}_1 \wedge \mathbf{g}_2$, όπου \mathbf{g}_1 και \mathbf{g}_2 τα αντίστοιχα διανύσματα του αντίστροφου πλέγματος τα οποία στο κυβικό σύστημα έχουν τους ίδιους δείκτες με τα αντίστοιχα επίπεδα.

Άρα, για το συγκεκριμένο παράδειγμα, αν $\mathbf{g}_1 = 111$ και $\mathbf{g}_2 = \bar{2}20$, $\mathbf{B} = [\bar{1} \bar{1} 2]$. Αν $\mathbf{g}_1 = 111$ και $\mathbf{g}_2 = \bar{2}02$, $\mathbf{B} = [1 \bar{2} 1]$ ενώ για $\mathbf{g}_1 = 111$ και $\mathbf{g}_2 = 0\bar{2}2$, $\mathbf{B} = [2 \bar{1} \bar{1}]$.



Εικόνα 23. Διάγραμμα σχηματισμού εικόνας περίθλασης από μονοκρύσταλλο.

Στον πίνακα που ακολουθεί παρουσιάζονται τα δεδομένα της παραπάνω διαδικασίας ανάλυσης.

	r	γωνία α	απόσταση d	Γενικοί δείκτες	Συγκεκριμένοι δείκτες	Άξονας ζώνης
κηλίδα 1	6,25 mm	90°	0,234 nm	111	111	$[\bar{1} \bar{1} 2]$ ή $[1 \bar{2} 1]$
κηλίδα 2	10,20 mm		0,143 nm	220	$\bar{2}20$ ή $\bar{2}02$ ή $0\bar{2}2$	ή $[2 \bar{1} \bar{1}]$

11. Κατασκευή της σφαίρας του Ewald.

Η **σφαίρα του Ewald** είναι μια γεωμετρική κατασκευή που επιτρέπει την εποπτική παρουσίαση της σχέσης ανάμεσα στο αντίστροφο πλέγμα και στην εικόνα περίθλασης και παρουσιάζεται στην εικόνα 24. Η σφαίρα αυτή κατασκευάζεται ως εξής:

α) Σχεδιάζεται το αντίστροφο πλέγμα του κρυστάλλου.

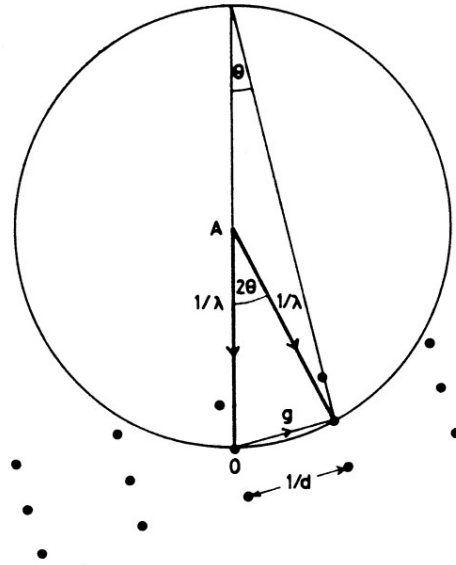
β) Η δέσμη των ηλεκτρονίων παριστάνεται με ένα διάνυσμα κύματος \mathbf{k} μέτρου $1/\lambda$, που καταλήγει στην αρχή O του αντίστροφου πλέγματος. Το διάνυσμα \mathbf{k} σχεδιάζεται παράλληλο προς τη ηλεκτρονική δέσμη και με φορά προς τα κάτω (δηλαδή έχει τη φορά της δέσμης). Λαμβάνεται δηλαδή υπ' όψιν η διεύθυνση της δέσμης ως προς το αντίστροφο πλέγμα.

γ) Η σφαίρα που σχεδιάζεται με κέντρο το A και ακτίνα $1/\lambda$ ονομάζεται σφαίρα του Ewald, διέρχεται από την αρχή του αντίστροφου πλέγματος αλλά ταυτόχρονα μπορεί να διέρχεται και από κάποιους δεσμούς του, ανάλογα με τους σχετικούς προσανατολισμούς του κρυστάλλου.

Στο σχήμα της εικόνας 24 βλέπουμε την προβολή της σφαίρας του Ewald στο επίπεδο. Παρατηρούμε ότι η σφαίρα περνά από ένα δεσμό του αντίστροφου πλέγματος, σε απόσταση $1/d$ από την αρχή και με διάνυσμα κύματος \mathbf{k}' τέτοιο ώστε

$$\mathbf{k}' - \mathbf{k} = \mathbf{g} \quad (22)$$

όπου \mathbf{g} το διάνυσμα του αντίστροφου πλέγματος.



Εικόνα 24. Η σφαίρα του Ewald .

Με απλή γεωμετρία έχουμε

$$\sin \theta = \frac{1/d}{2/\lambda} = \frac{\lambda}{2d} \quad \text{ή} \quad \lambda = 2d \sin \theta \quad (23)$$

δηλαδή με την κατασκευή αυτή ικανοποιείται ο νόμος περίθλασης του Bragg.

Αυτό σημαίνει ότι για μια ορισμένη διεύθυνση της προσπίπτουσας δέσμης, η σφαίρα του Ewald μας επιτρέπει να βρούμε ποιο δεσμός του αντίστροφου πλέγματος διεγείρονται δηλαδή ποια επίπεδα του κρυστάλλου περιθλούν.

Αν διατυπώναμε ξανά τη συνθήκη περίθλασης θα λέγαμε ότι:

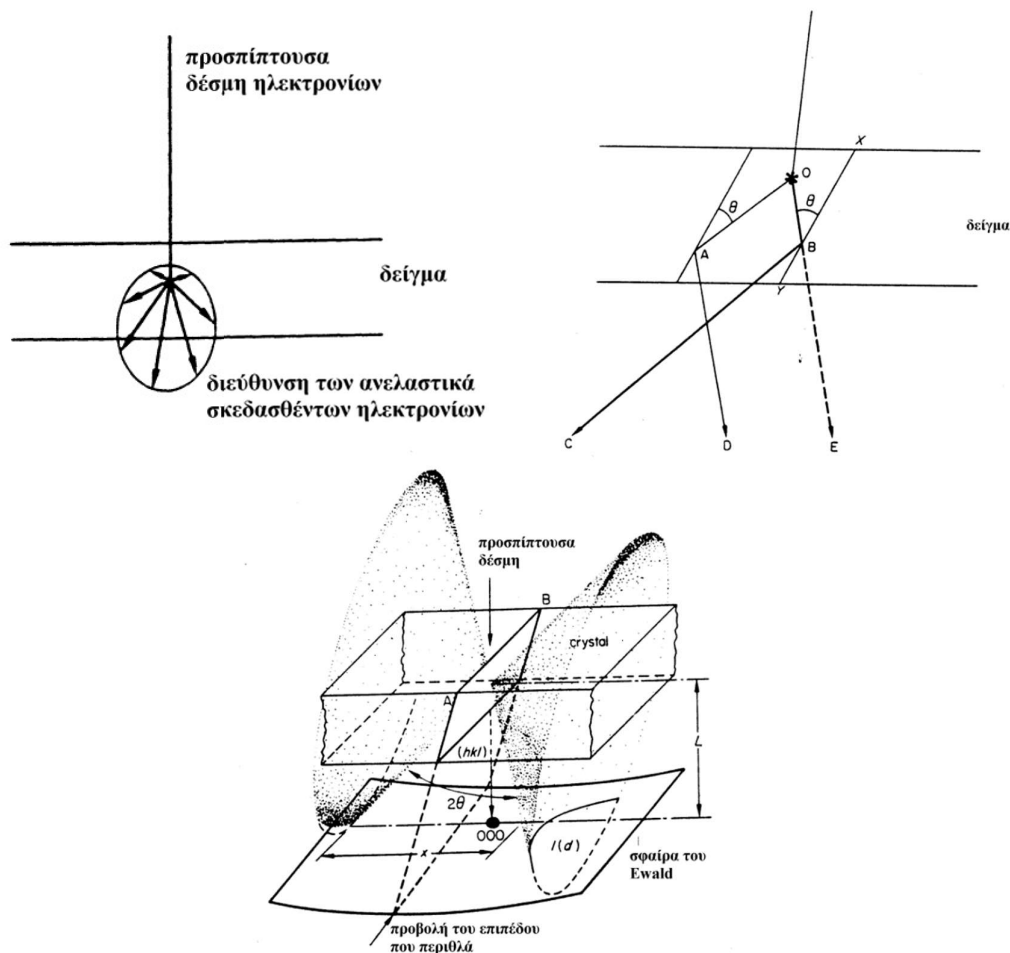
Ένα επίπεδο του κρυστάλλου περιθλά όταν η σφαίρα του Ewald διέρχεται από τον αντίστοιχο δεσμό του αντίστροφου πλέγματος.

Η κατασκευή αυτή ισχύει και για τις ακτίνες - X. Η διαφορά είναι ότι στην περίθλαση των ηλεκτρονίων μια ανάκλαση μπορεί να φαίνεται στην εικόνα περίθλασης χωρίς ο δεσμός του αντίστροφου πλέγματος να τέμνει τη σφαίρα του Ewald. Αυτό συμβαίνει αφ' ενός επειδή η ακτίνα της σφαίρας είναι πολύ μεγαλύτερη για τα ηλεκτρόνια και αφ' ετέρου επειδή η ένταση των ανακλάσεων δεν είναι συγκεντρωμένη σ' ένα σημείο αλλά έχει μια κατανομή στο χώρο του αντίστροφου πλέγματος και παρατηρείται όταν η διεύθυνση της προσπίπτουσας δέσμης αλλάζει λίγο, άρα και η θέση της σφαίρας του Ewald. Για την περιγραφή της κατάστασης αυτής, δηλαδή της μικρής απόκλισης από την ακριβή θέση περίθλασης, έχει εισαχθεί η έννοια "παράμετρος απόκλισης" s_g που η τιμή της μπορεί να είναι θετική, αρνητική ή μηδέν. Θετική είναι όταν ο δεσμός του αντίστροφου πλέγματος βρίσκεται μέσα στη σφαίρα, αρνητική όταν ο δεσμός βρίσκεται έξω από αυτήν και μηδέν όταν ο δεσμός βρίσκεται ακριβώς επάνω, δηλαδή σε ακριβή θέση Bragg. Η φορά του s_g είναι πάντοτε από το g προς τη σφαίρα. Ο ακριβής προσδιορισμός της s_g γίνεται στη φωτογραφική πλάκα και επιτυγχάνεται με τη βοήθεια των γραμμών Kikuchi που εμφανίζονται στις εικόνες περίθλασης και είναι αναπόσπαστα συνδεδεμένες με τις κηλίδες περίθλασης.

12. Γραμμές Kikuchi

Όταν το εξεταζόμενο δείγμα δεν είναι πολύ λεπτό, είναι δυνατόν ηλεκτρόνια της προσπίπτουσας δέσμης που υπέστησαν ανελαστική σκέδαση, εικ. 25α, χάνοντας σχετικά λίγη

ενέργεια, να υποστούν στη συνέχεια ελαστική σκέδαση από τα επίπεδα του κρυστάλλου που περιθλούν, εικ.25β. Επειδή όμως η ανελαστική σκέδαση στέλνει ηλεκτρόνια προς κάθε διεύθυνση, το αποτέλεσμα είναι η δημιουργία δύο κώνων από ηλεκτρόνια σε κάθε επίπεδο του κρυστάλλου που η γενέτειρά τους σχηματίζει γωνία θ_B με τις δύο επιφάνειες του επιπέδου (hkl) ή $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$. Οι τομές των κώνων αυτών, με το επίπεδο της παρατήρησης, και κατ' επέκταση με τη φωτογραφική πλάκα, είναι οι γραμμές Kikuchi που παρουσιάζονται στις εικόνες περίθλασης πάντα σε ζεύγη, εικ.25γ.



Εικόνα 25. Σχηματικό διάγραμμα γένεσης των γραμμών Kikuchi α) κέντρο ανελαστικής σκέδασης ηλεκτρονίων της προσπίπτουσας δέσμης, β) ελαστική σκέδαση των ανελαστικά σκεδασθέντων ηλεκτρονίων από ομάδα επιπέδων του κρυστάλλου, γ) κώνοι Kikuchi και τομή τους με το επίπεδο παρατήρησης.

Η γραμμή που είναι πλησιέστερα στην αντίστοιχη κηλίδα περίθλασης παρουσιάζεται φωτεινότερη σε σχέση με την ένταση του υπόβαθρου. Αυτό εξηγείται από το γεγονός ότι ένα κέντρο ανελαστικής σκέδασης είναι πηγή σφαιρικών κυμάτων όπως φαίνεται στο σχήμα της εικόνας 25α. Έτσι, περισσότερα ηλεκτρόνια θα σκεδαστούν ελαστικά στη διεύθυνση της περιθλώμενης και επομένως η αντίστοιχη γραμμή Kikuchi θα είναι μεγαλύτερης έντασης σε σχέση με το υπόβαθρο. Όταν όμως τα επίπεδα που περιθλούν είναι προσανατολισμένα παράλληλα προς τη δέσμη, τα ζεύγη των γραμμών Kikuchi έχουν την ίδια ένταση, που είναι μεγαλύτερη από την ένταση του υπόβαθρου, και εμφανίζονται στη μέση της απόστασης ανάμεσα στην κεντρική κηλίδα και την αντίστοιχη κηλίδα περίθλασης. Αυτός είναι ο λεγόμενος συμμετρικός προσανατολισμός.

Οι γραμμές Kikuchi έχουν ορισμένες ιδιότητες που τις καθιστούν πολύ χρήσιμες για την ανάλυση των εικόνων περίθλασης, τον ακριβή προσδιορισμό του προσανατολισμού του κρυστάλλου

καθώς επίσης και τον ακριβή καθορισμό της συνθήκης περίθλασης για κάθε ανάκλαση που εμφανίζεται στην εικόνα περίθλασης. Οι ιδιότητες αυτές είναι οι ακόλουθες:

α) Η απόσταση του ζεύγους των γραμμών αντιστοιχεί σε γωνία $2\theta_B$ όσο και η γωνιακή απόσταση ανάμεσα στην κεντρική κηλίδα και την περιθλώμενη. Αυτό σημαίνει ότι μπορούμε να τις χρησιμοποιήσουμε για να βαθμολογήσουμε σε μοίρες την εικόνα περίθλασης επάνω στη φωτογραφική πλάκα.

β) Η γραμμή που είναι παράλληλη σ' αυτές και περνά από το μέσον της απόστασής τους αντιστοιχεί στην τομή του επιπέδου του κρυστάλλου με το επίπεδο της παρατήρησης, εικ.25γ. Επομένως οι γραμμές Kikuchi είναι κάθετες στο αντίστοιχο διάνυσμα του αντίστροφου πλέγματος \mathbf{g}_{hkl} .

γ) Η απόστασή τους είναι ίση με το μέτρο του \mathbf{g}_{hkl} δηλαδή ίση με $1/d_{hkl}$. Όταν μια οικογένεια επιπέδων του κρυστάλλου βρίσκεται σε ακριβή θέση Bragg, δηλαδή η σφαίρα του Ewald τέμνει τον αντίστοιχο δεσμό του αντίστροφου πλέγματος, η αντίστοιχη φωτεινή γραμμή περνά επάνω από την κηλίδα περίθλασης ενώ η σκοτεινή περνά επάνω από την κεντρική. Αυτό σημαίνει ότι η παράμετρος απόκλισης για την κηλίδα αυτή είναι $\mathbf{s}_g = 0$. Μικρή απόκλιση από την ακριβή θέση Bragg σημαίνει μικρή αλλαγή στη διεύθυνση της δέσμης με αποτέλεσμα η σφαίρα του Ewald να μην περνά από το δεσμό του αντίστροφου πλέγματος. Δηλαδή τα αντίστοιχα επίπεδα στον κρύσταλλο έχουν υποστεί την ίδια μικρή στροφή. Επειδή οι γραμμές Kikuchi είναι αναπόσπαστες με τα επίπεδα του κρυστάλλου, η μικρή αυτή στροφή φαίνεται στην εικόνα περίθλασης με τη μικρή μετατόπιση των γραμμών Kikuchi παράλληλα προς την προηγούμενη θέση τους. Έτσι, η θέση των γραμμών Kikuchi στην εικόνα σε σχέση με την κηλίδα περίθλασης προσδιορίζει άμεσα την παράμετρο απόκλισης της αντίστοιχης ανάκλασης από τη θέση Bragg. Αν ο φωτεινός κροσσός είναι έξω από την κηλίδα έχουμε $\mathbf{s}_g > 0$ ενώ αν ο φωτεινός κροσσός είναι μεταξύ της κηλίδας περίθλασης και της κεντρικής έχουμε $\mathbf{s}_g < 0$.

13. Φωτεινή αντίθεση λόγω περίθλασης ηλεκτρονίων (diffraction contrast)

Οτιδήποτε προκαλεί μεταβολή στο πλάτος, επομένως και στην ένταση, της διερχόμενης δέσμης των ηλεκτρονίων και των περιθλώμενων δεσμών, θα προκαλέσει φωτεινή αντίθεση στην εικόνα που θα πάρουμε στο μικροσκόπιο. Αυτό το φαινόμενο είναι γνωστό ως φωτεινή αντίθεση λόγω περίθλασης “diffraction contrast” και οφείλεται σε διάφορες ατέλειες δομής που υπάρχουν στους κρυστάλλους όπως είναι οι εξαρμώσεις (dislocations), τα σφάλματα επιστοιβάσης (stacking faults), οι διεπιφάνειες (Grain Boundaries), οι ετεροφασικές διεπιφάνειες (heterophase interfaces) και άλλα.

Ο μηχανισμός της φωτεινής αντίθεσης λόγω περίθλασης, ερμηνεύεται, σε πρώτη προσέγγιση, με βάση την κινηματική θεωρία περίθλασης, η οποία θεωρεί ότι ο κρύσταλλος είναι πολύ μικρού πάχους ή ότι η περίθλαση είναι πολύ ασθενής και επομένως μικρό ποσοστό της προσπίπτουσας δέσμης σκεδάζεται από τη διερχόμενη δέσμη. Βέβαια αυτό δεν είναι ακριβές επειδή αφ’ ενός μεν τα ατομικά πλάτη σκέδασης (atomic scattering amplitude) για τα ηλεκτρόνια είναι μεγάλα και αφ’ ετέρου μπορεί να συμβεί περίθλαση Bragg σε πολύ λεπτούς κρυστάλλους. Η κινηματική προσέγγιση επιπλέον θεωρεί ότι δεν υπάρχει καμία αλληλεπίδραση μέσα στον κρύσταλλο μεταξύ διερχόμενης δέσμης και περιθλώμενων δεσμών. Στην εικόνα 26α παρουσιάζεται γραφικά το διάγραμμα της ταλάντωσης του πλάτους της διερχόμενης και της περιθλώμενης δέσμης σε συνάρτηση με την απόσταση από την επιφάνεια του δείγματος, όπως προβλέπεται από την προσέγγιση της κινηματικής θεωρίας.

Έστω ότι έχουμε ένα τέλειο κρύσταλλο στον οποίο εισέρχεται η προσπίπτουσα δέσμη ηλεκτρονίων με πλάτος κύματος ίσο με τη μονάδα. Το πλάτος της περιθλώμενης δέσμης στην κάτω επιφάνεια του κρυστάλλου θα είναι

$$\Phi_g \propto \sum \exp [-2\pi i(\mathbf{k}'-\mathbf{k})\cdot\mathbf{r}_j] \quad (24)$$

όπου \mathbf{k} και \mathbf{k}' τα διανύσματα κύματος της διερχόμενης και της περιθλώμενης δέσμης, με $|\mathbf{k}| = |\mathbf{k}'| = 1/\lambda$, ενώ το άθροισμα περιλαμβάνει όλες τις μοναδιαίες κυψελίδες του κρυστάλλου που βρίσκονται σε θέσεις του πλέγματος με διάνυσμα θέσης \mathbf{r}_j . Για απλούστευση του προβλήματος θεωρούμε μόνο ένα άτομο σε κάθε κυψελίδα.

Θέτοντας $\mathbf{k}'-\mathbf{k} = \mathbf{g}+\mathbf{s}$, όπου \mathbf{s} η παράμετρος απόκλισης από την ακριβή θέση Bragg έχουμε:

$$\Phi_g \propto \sum \exp [-2\pi i(\mathbf{g}+\mathbf{s})\cdot\mathbf{r}_j] = \sum \exp [-2\pi i\mathbf{s}\cdot\mathbf{r}_j], \quad (25)$$

διότι \mathbf{g} και \mathbf{r}_j είναι διανύσματα του αντίστροφου και ευθύ χώρου αντίστοιχα και $\mathbf{g}\cdot\mathbf{r}_j$ είναι ακέραιος και επομένως ο όρος αυτός παραλείπεται από το άθροισμα.

Αν το άθροισμα αντικατασταθεί από ολοκλήρωμα και η ολοκλήρωση γίνει σε όλο τον όγκο του κρυστάλλου τελικά προκύπτει, για το πλάτος της περιθλώμενης δέσμης, η ακόλουθη σχέση:

$$\Phi_g = (i\pi/\xi_g) \sin\pi t s/\pi s, \quad (26)$$

όπου t το πάχος του κρυστάλλου και ξ_g ένας παράγοντας με διαστάσεις μήκους που ονομάζεται απόσταση απόσβεσης (extinction distance). Το i δηλώνει την αλλαγή φάσης κατά $\pi/2$. Η απόσταση απόσβεσης σχετίζεται άμεσα με την οικογένεια των ατομικών επιπέδων του κρυστάλλου που περιθλούν και δίδεται από τη σχέση:

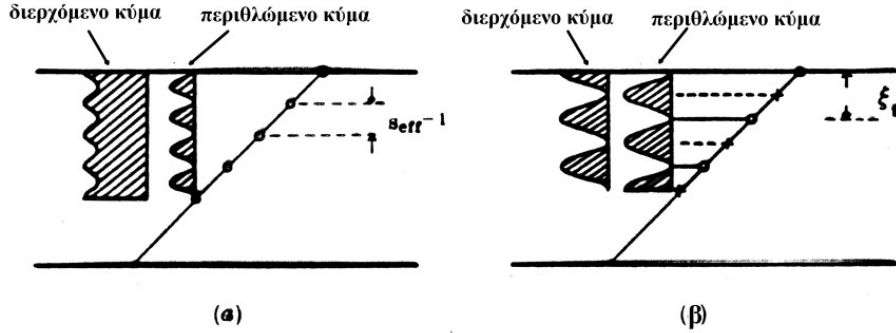
$$\xi_g = \pi k V_c \cos\theta / f, \quad (27)$$

όπου V_c ο όγκος της μοναδιαίας κυψελίδας, f το ατομικό πλάτος σκέδασης (atomic scattering amplitude) και θ η γωνία Bragg. Επομένως το ξ_g είναι μια περιοδική απόσταση μέσα στον κρύσταλλο όπου το πλάτος της περιθλώμενης δέσμης των ηλεκτρονίων μηδενίζεται.

Από την (26) προκύπτει η ένταση της περιθλώμενης δέσμης στην κάτω επιφάνεια του δείγματος και η οποία είναι ανάλογη του

$$I_g = \Phi_g \cdot \Phi_g^* = |\Phi_g|^2 \propto \sin^2 \pi t s / (\xi_g s)^2. \quad (28)$$

Αντίστοιχη σχέση περιγράφει την ένταση της διερχόμενης δέσμης των ηλεκτρονίων.



Εικόνα 26. Διάγραμμα της ταλάντωσης της έντασης της διερχόμενης και της περιθλώμενης δέσμης σε συνάρτηση με την απόσταση από την επιφάνεια του δείγματος. α) προσέγγιση κινηματικής θεωρίας β) προσέγγιση δυναμικής θεωρίας σε θέση περίθλασης Bragg δυο δεσμών.

Μελέτη και χαρακτηρισμός των σφαλμάτων δομής γίνεται με βάση τη ‘δυναμική θεωρία περίθλασης ηλεκτρονίων σε συνθήκες δυο δεσμών’ (two-beam dynamical theory of electron diffraction). Στη δυναμική προσέγγιση θεωρείται ότι η προσπίπτουσα δέσμη των ηλεκτρονίων εισέρχεται στον κρύσταλλο ο οποίος είναι προσανατολισμένος έτσι ώστε μια οικογένεια ατομικών επιπέδων να βρίσκεται σε ακριβή θέση περιθλάσεως Bragg. Έτσι, καθώς η προσπίπτουσα δέσμη διέρχεται από τον κρύσταλλο, γεννιέται μια ισχυρή περιθλώμενη δέσμη αλλά μέχρι την έξοδό τους από την κάτω επιφάνεια του δείγματος μπορεί να συμβεί νέα σκέδαση ηλεκτρονίων από την περιθλώμενη προς τη διερχόμενη και αντίστροφα. Αυτή η δυναμική ανταλλαγή ηλεκτρονίων, δηλαδή η αλληλεπίδραση μεταξύ της περιθλώμενης και της διερχόμενης δέσμης μπορεί να συμβεί πολλές φορές πριν την έξοδό τους από το δείγμα, εφ’ όσον αυτό είναι ικανοποιητικού πάχους, και τελικά η διερχόμενη και η περιθλώμενη δέσμη έχουν την ίδια ένταση. Η συνθήκη αυτή παρουσιάζεται γραφικά στο διάγραμμα της εικόνας 26β. Στην περίπτωση αυτήν η ένταση της περιθλώμενης δέσμης στην κάτω επιφάνεια του κρυστάλλου είναι ανάλογη του

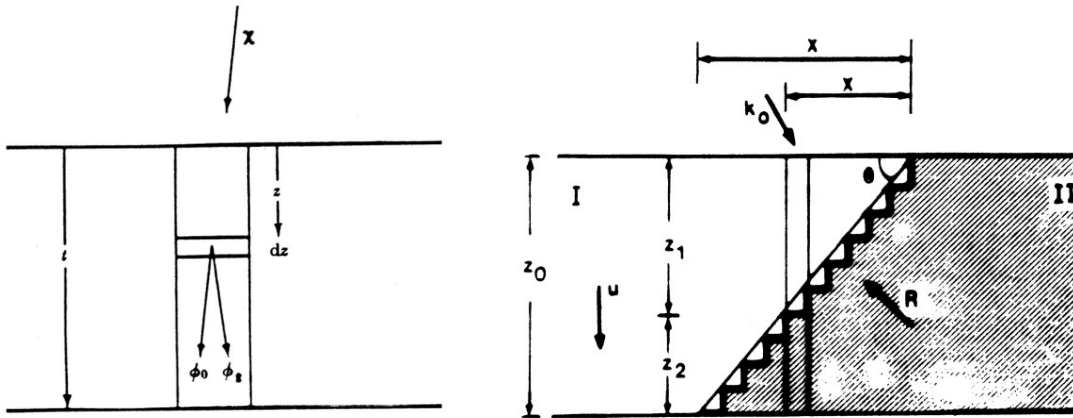
$$I_g \propto \sin^2 \pi t s_{eff} / (\xi_g s_{eff})^2, \quad (29)$$

$$\text{όπου } s_{eff} = (s^2 + \xi_g^{-2})^{1/2}. \quad (30)$$

Το άθροισμα των εντάσεων των δυο δεσμών, περιθλώμενης και διερχόμενης, είναι ίσο με τη μονάδα: $|\Phi_o|^2 + |\Phi_g|^2 = 1$.

Για τη μελέτη των σφαλμάτων στους κρυστάλλους χρησιμοποιείται συνήθως ‘η μέθοδος της προσέγγισης στήλης’ (column approximation) με βάση την οποία ο κρύσταλλος χωρίζεται σε στενές παράλληλες ανεξάρτητες στήλες. Τα πλάτη Φ_o και Φ_g των κυμάτων που περιγράφουν τη διερχόμενη και την περιθλώμενη δέσμη είναι συναρτήσεις της θέσης μέσα στον κρύσταλλο. Μέσα στην κάθε στήλη υπάρχει δυναμική αλληλεπίδραση μεταξύ των Φ_o και Φ_g αλλά δεν υπάρχει καμιά αλληλεπίδραση μεταξύ των διαδοχικών στηλών. Αυτή η προσέγγιση είναι παραδεκτή λόγω της πολύ

μικρής γωνίας περίθλασης Bragg και θεωρείται ότι μέσα σε κάθε στήλη η τιμή του πεδίου μετατόπισης λόγω του σφάλματος είναι η ίδια.



Εικόνα 27. Διάγραμμα της προσέγγισης στήλης σε α) τέλει κρύσταλλο β) σε κρύσταλλο που περιέχει σφάλμα επισοίβασης με διάνυσμα μετατόπισης \mathbf{R} .

Οι εξισώσεις που περιγράφουν τη δυναμική θεωρία περίθλασης δυο δεσμών σε μια στήλη του κρυστάλλου με σφάλμα δομής είναι ένα ζευγάρι διαφορικών εξισώσεων πρώτης τάξεως των Φ_0 και Φ_g ,

$$\frac{d\Phi_0}{dz} = \left(\frac{\pi i}{\xi_0}\right)\Phi_0 + \left(\frac{\pi i}{\xi_g}\right)\Phi_g \exp(2\pi i s z + 2\pi i \bar{g} \cdot \bar{\mathbf{R}}), \quad (\alpha)$$

(31)

$$\frac{d\Phi_g}{dz} = \left(\frac{\pi i}{\xi_0}\right)\Phi_g + \left(\frac{\pi i}{\xi_g}\right)\Phi_0 \exp(-2\pi i s z - 2\pi i \bar{g} \cdot \bar{\mathbf{R}}), \quad (\beta)$$

όπου \mathbf{g} είναι το διάνυσμα του αντίστροφου πλέγματος, το z μετράται κατά τη διεύθυνση της προσπίπτουσας δέσμης των ηλεκτρονίων με φορά προς τα κάτω, \mathbf{R} το διάνυσμα της μετατόπισης σε βάθος z μέσα στη στήλη, s η παράμετρος απόκλισης από την ακριβή θέση Bragg, ξ_0 είναι παράμετρος που αντιπροσωπεύει το ‘mean refractive index’ του κρυστάλλου και ξ_g είναι η απόσταση απόσβεσης.

Οι δυο αυτές εξισώσεις των Howie – Whelan περιγράφουν τη μεταβολή των δυο κυμάτων ως συνάρτηση της θέσης z μέσα στον κρύσταλλο. Ο πρώτος όρος στην α) και ο δεύτερος στην β) αφορά στη σκέδαση από τη διερχόμενη δέσμη ενώ ο δεύτερος όρος στην α) και ο πρώτος στη β) αφορά στη σκέδαση από την περιθλώμενη δέσμη. Βέβαια, επειδή πρέπει να ληφθεί υπ’ όψιν η απορρόφηση των ηλεκτρονίων που οφείλεται κυρίως σε ανελαστική σκέδαση μεγάλης γωνίας, οι παράμετροι ξ_0 και ξ_g πρέπει να αντικατασταθούν από τις σύνθετες παραμέτρους

$$\frac{1}{\xi_0} \rightarrow \frac{1}{\xi_0} + \frac{1}{\xi_0'}, \quad \frac{1}{\xi_g} \rightarrow \frac{1}{\xi_g} + \frac{1}{\xi_g'}$$

Η παράμετρος ξ_0' αναφέρεται στο συντελεστή μέσης απορρόφησης (mean absorption coefficient) στον κρύσταλλο ενώ η παράμετρος ξ_g' αφορά στην ανώμαλη απορρόφηση (anomalous absorption).

Οι εξισώσεις (31) ολοκληρώνονται για όλο το πάχος του κρυστάλλου t έτσι ώστε να προκύψουν τα πλάτη Φ_o και Φ_g στην έξοδο του δείγματος. Τελικά όμως εκείνο που ενδιαφέρει περισσότερο είναι ο υπολογισμός των εντάσεων των κυμάτων που εξέρχονται από την κάτω επιφάνεια του δείγματος επειδή η φωτεινή αντίθεση της εικόνας που αποτυπώνεται στη φωτογραφική πλάκα απεικονίζει τη μεταβολή της έντασης των δεσμών.