

$ZrTiO_4$  پایه ای دچار نقص شد و باعث بوجود آمدن شکاف نقاط که در ماتریس انعکاس قابل مشاهده است، گردید که میکروگراف قراردادی DF آن در (b) مشاهده میگردد. بعلاوه یک زیرساخت از نقاط مستقر در نیمی از فضای  $ZrTiO_4$  عکسبرداری شده است.

نمیشود نقاط گسسته را در این روش نمیتوان به عنوان فاز مشخص نشان داد. با این حال نقاط به گونه ای مرتب کرد که ساختار بلوری مشابه با  $ZrTiO_4$  داشته باشد ولی پارامترهای شبکه آن دو برابر  $ZrTiO_4$  خواهد بود. این نتیجه حاصل شد که ساختار منظم بود ولی شامل مناطق آنتی فاز (APBها) تشکیل شده از ساختارهای نوع دیگری بود.

ذکر این نکته حائز اهمیت است که این زیرساخت در عکس BF قابل رویت نبود. ولی فقط عکس های DF از نواحی محوری آنها تشکیل شده بودند. یک مثال مه آنالیز کردن فاز t در زیرکونیای سرد تقریباً تثبیت یافته میباشد. اینجا t' فقط میتواند در عکس های TEM با کیفیت و در حضور APBها که فقط در عکس های DF قابل رویتند (به خاطر اندازه چهاروجهیشان) قابل شناسایی باشند. خوشبختانه این اغلب نشان میدهد که تمامی ساختار که t' باشد فاکتوریست که در هیچ یک از عکس های BF دیده نمیشود. آنالیزهای مناطق محوری به این دلیل نتوانستند APBها را نمایش دهند که بردار جابجایی در سطوحی که مورد عکسبرداری قرار گرفتند وجود نداشت (این سطوح از مرتب سازی تاثیر نپذیرفته و بدون تغییر باقی ماندند)

(iii) آنالیز بردار برگرز در سیلیکون نیتريد

تخمین جهت بردار، از یک جابه جایی نیازمند ساخت  $g$  می باشد. جدول  $b$  که شامل مقادیر نقاط است محصول  $g$  میباشد، هم  $b$  برای انعکاسهای مناسب در مناطق محوری با شاخص پایین و  $b$  برای جابجایی  $b$ های کاندید را میتوان از این سو و آن سوی اطلاعات حاصل از بلور جمع آوری کرد. البته باید توجه داشت که آنها اغلب بردار کوچکترین شبکه های میباشند. جدول  $3/2$  چنین جدولی است از شانزده ضلعی  $Si_3N_4$  از آنجایی که این بلور شانزده ضلعی است، چهار هادی سیستم میلر - باویس برای توصیف سطوح و جهات به کار میروند ولی برای موارد ساده تر با سیمتری بیشتر نیز همین اصل است. بریا بلورهای مکعبی از سه هادی میلر استفاده میگردد. قبل از استفاده از میکروسکوپ باید جدول  $g, b$ ، نقشه کیکوچی (جهت تسهیل نوسان از یک محور ناحیه به ناحیه دیگر) و شکست محاسبه شده محور ناحیه را مورد آزمایش قرار دهیم تا بدانیم بر اساس کدام محور ناحیه نوسان کنیم، چگونه نمونه را نوسان دهیم که به آنها برسیم، و کدام دو شرایط پرتو لازم است که باعث شود دو شرط  $g \cdot b = \phi$  طلاق کند.

با استفاده از این دانسته نوسات میان محورهای نواحی مختلف، در طول نوارها کیکوچی لازم خواهد بود تا نیاز بودن موارد فوق را تایید نماید. سپس با نوسان به بیرون از محور ناحیه و چند درجه در طول نوارها به سمت شرایط دوپرتویی. عکس و PP میتواند ثبت شود و  $g \cdot b$  تخمین زده شود.

<i>Electron Microscopy</i>												183
<b>Table 3.2</b> Values of $g \cdot b$ for relevant reflections in the hexagonal crystal structure for perfect dislocations												
$b(\times 1/3)$	$g \cdot b$											
	$20\bar{2}0$	$02\bar{2}0$	$2\bar{2}00$	$0002$	$6\bar{3}30$	$3\bar{6}30$	$\bar{3}360$	$0\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	$0\bar{1}11$	$1\bar{3}20$		
$\mp[11\bar{2}0]$	$\mp 2$	$\mp 2$	0	0	$\mp 3$	$\mp 3$	$\mp 6$	$\mp 1$	$\mp 1$	$\mp 2$		
$\mp[1\bar{2}10]$	0	$\mp 2$	$\mp 2$	0	$\mp 3$	$\mp 6$	$\mp 3$	$\mp 1$	$\mp 1$	$\mp 3$		

[www.kandoo.cn.com](http://www.kandoo.cn.com)

مقادیر  $g.b$  برای انعکاس های مناسب در ساختار بلوری 16 ضلعی

در حالت کلی هرچه  $g.b$  بزرگتر باشد، کنتراست روشن تر خواهد بود و  $S$  یا پارامتر انحراف اغلب صفر تنظیم میگردد. نمونه چنین آنالیزی در عکس  $3/32$  برای جا به جایی در  $Si\beta-3N_4$  نمایش داده شده. جا به جایی (با پرتو ضعیف زمینه تاریک عکسبرداری شده) کنتراست شدیدی را در عکسبرداری با بردار  $g=0002$  و  $0111$  در محور ناحیه  $[1010]$  و  $[2110]$  بترتیب می توان شاهد بود. این در حالپست که با  $g=3630$  و  $1320$  در نواحی  $[1010]$  و  $[5140]$  غیرمرئی خواهد بود. آزمایش جدول  $3/2$  تایید میکند که جا به جایی دارای  $\langle 0001 \rangle$  نوع  $b$  است.

(g) پرتو ضعیف تاریک و انعکاس سطح بالای زمینه روشن

عرض عکس کاستن همانند جا به جایی اغلب تحت شرایط دینامیکی عکسبرداری بزرگ می باشند. با توجه به  $b$  عظیم سرامیکها این امر برای جا به جایی آنها نیز تقریباً صدق میکند. پس سطوح تحت فشار خیلی از جابه جایی های معمولی درشت ترند. خصیصه های چیره شده برعکس ارتباط میان شکست و قابلیت انحراف سازی سطح میباشد و به هسته جابجایی مربوط نیست. بعلاوه عکسهای تصادفی و بدون ترتیب

[www.kandoo.cn.com](http://www.kandoo.cn.com)

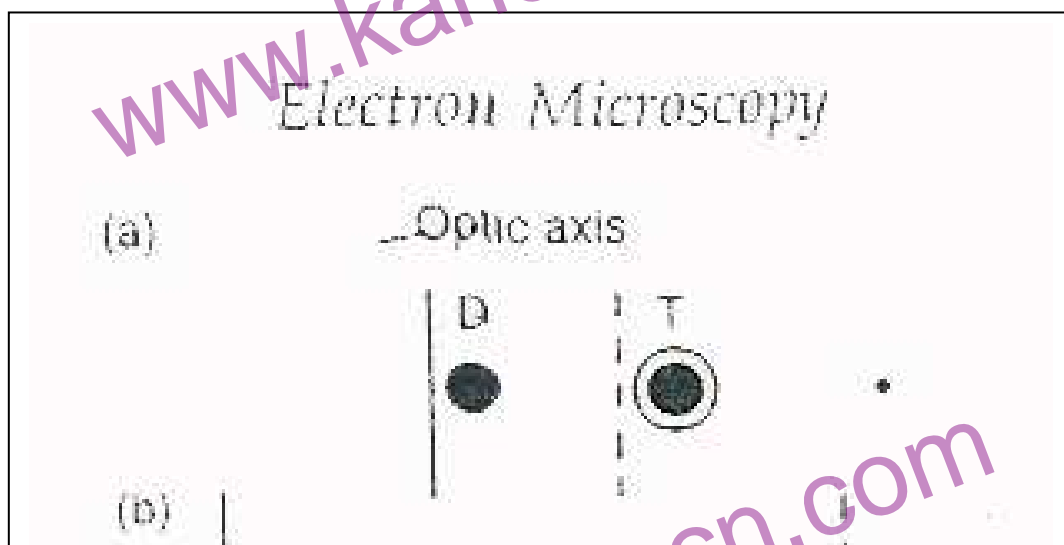
میتوانند باعث این امر شوند، که مثلاً یک جابه جایی ساده میتواند به صورت دو جابه جایی موازی، تحت شرایط  $g \cdot b = 2$  و  $S = 0$ ، ظاهر شود. تصاویر نه تنها میتوانند عریض باشند بلکه تغییرات مختصر در ضخامت میتوانند کنتراست را خراب کند. پس، تا زمانی که شرایط دینامیکی میتوانند عکس های کنتراست بالا به ما بدهند که حاوی اطلاعات کمی زیادی در باره کلیت گسترش خرابی میباشند، نمیتوانند اطلاعات لازمه را در مورد عرض و یا هسته خرابی به ما بدهد. علاوه بر این وقتی که زمینه های فشار در عکس های دینامیکی BF و DF طلاقی میکنند خصوصیات مستقل قابل تشخیص نیست.



آنالیز بردار برگرد نقاط  $B-Si_3N_4$  با استفاده از  $g = 3\bar{6}30$  و  $0002$  از منطقه از منطقه  $[10\bar{1}0]$ ،  $g = 0\bar{1}11$  و  $[2\bar{1}10]$   $g = \bar{1}320$  از  $[5140]$  تمامی جایجایی ها دارای  $b = \langle 0001 \rangle$  می باشد.

دو تکنیک جهت بهبود کیفیت تصویر وجود دارد که در نتیجه تحقیق پیرامون کاستی های ساختار میسر خواهد بود. هر دو تکنیک در عمل بر شکست ضعیف و تحت شرایط شکستن مشخص تکیه میکنند.

اولین آنها که پرکارترین آنها نیز میباشد، تکنیک پرتو ضعیف زمینه تاریک (WBDF) میباشد و شامل تشکیل عکس به واسطه پرتوهای شکسته شده ای است که در آن ها پارامتر انحراف بزرگ و به طبع آن شدت پرتو ضعیف است. شرایط شکست مورد نیاز پرتو ضعیف در شکل  $3/33$  برای حالت پرتو ضعیف  $g$  و  $3g$  نمایش داده شده است. نمونه به گونه ای قرار گرفته که  $g$  در زاویه برگ (Bargg) قرار داشته و به شدت باعث شکست میگردد. برای نوسان  $g$  در محور بهینه از نوسان فنی استفاده میگردد. تحت چنین شرایطی  $3g$  در زاویه Brogg قرار خواهد داشت و در نتیجه قوی خواهد بود، که باعث میشود که مقدار  $S$  زیادی، در  $g$ ، به ما بدهد.



در حالیکه این روش کلاسیک عکسبرداری WBDF میباشد با این حال، از نظر عملی، ساده تر است که از یک شرایط دو پرتوی ایجاد نموده، سپس عکس معمولی DF را تشکیل داده و هنگام نظاره عکس نوسان را اعمال کنیم و بینیم در چه حالتی بهترین جواب را میدهد. سپس DF ها باید بدست آیند تا مطمئن شویم که یک عکس WBDF واقعی حاصل شده.

در شرایط دینامیکی معمول عرض عکس از درجه 4/3 برای شرط  $S=0$  طبیعت میکند. فاصله ناپدیدشدن بسته به سطحی که عکسبرداری شود، تفاوت میکند. برای مثال، فاصله ناپدید شدن در سطح اساسی (0006) از آلومین 320nm است؛ این در حالتیست که برای 1120، 130nm میباشد؛ برای (2024)، 100nm و برای (1126) نیز 88nm میباشد. پس، عرض عکسها به ترتیب مذکور کاهش یافته و به طبع آن کیفیت افزایش می یابد.

برای مقادیر غیر صفر از  $S$ ، فاصله انهدام (ناپدید شدن) موثر باید مورد استفاده قرار گیرد، که بصورت زیر تعریف میگردد:

$$\epsilon_{eff} = 1/s' = [s^2 + (1/\epsilon)^2]^{-1/2}$$

که عرض عکس  $\epsilon_{eff}/3$  حاصل میشود. پس با افزایش  $S$  کاهش یافته و عرض عکس نیز کاهش میابد. کاهش ده برابر عکس امکان دارد، که در مطالعه مواردی که شامل فواصل طولانی میباشد از اهمیت بالایی برخوردار است.

شکل 3/34 محیط ذرات ریز  $\text{Si}_3\text{N}_4$  را که در WBDF عکسبرداری شده اند را نمایش میدهد.

از آنجایی که شکست پرتوها به نیت عکسی ضعیف اعمال شده اند، شدت عکس ضعیف است (این مسئله با کنتراست تصویر که باید با  $\gamma$  باشد مربوط نیست). نتیجه حاصل این است که عکسهای کیفیت بالا اغلب نمیتوانند مستقیماً روی صفحه دیده شوند و در اغلب حالات قابل فوکوس نیستند پس میکروسکوپ باید به شدت تراز باشد که فوکوس کردن در شرایط زمینه روشن میسر باشد و بتوان ارتعاش پرتو را بدون دوباره کاری انجام داد و عکس پرتو را ثبت کرد.

\*شکل 3/34: عکس زمینه تاریک کم نوری، از زاویه پایین، از مرز یک سیلیکون نیتريد.



(نیازمند جهت ثبت

برای بدس میباشیم.

و ضبط یک عکس کم نور واقعی، ایجاد میگردد. پاکیزگی زاویه سنج و فاصله سنج

خیلی مهم است. با اینحال یک مقدار واسط به نام S اغلب مورد استفاده قرار میگیرد تا زمان ثبت و ضبط را کاهش و به طبع آن مشکل مذکور را برطرف نماید، ولی کیفیت نیز به همان میزان کاهش می یابد.

متد انعکاس درجه بالا تکنیک برتری است، که از عکس زمینه روشن استفاده مینماید. نمونه یک بار دیگر در طول ردیف سیستماتیک (قطاری از نقاط جدا از هم که تشکیل یک خط را میدهند) قرار میگیرد. در این حال به جای نقطه تحریک  $+g$ ، یک انعکاس درجه بالاتر مثلاً  $+3g$  اعمال میگردد؛ البته در صورت امکان باید حتی از انعکاس درجه بالاتر از  $+3g$  استفاده نماییم. سپس عکس، همانند روش استفاده در میکروسکوپی BF و L زمان نمایش عکس مشابه با آن، تشکیل میشود. به دلیل حرکتی (Kinematical) بودن عکس در اصل، دارای کنتراست (contrast) پایینی میباشد درحالیکه WBDF قابلیت پشتیبانی از کنتراست های خیلی بالا را دارا میباشد.

(h) شکست الکترون پرتو متقارب

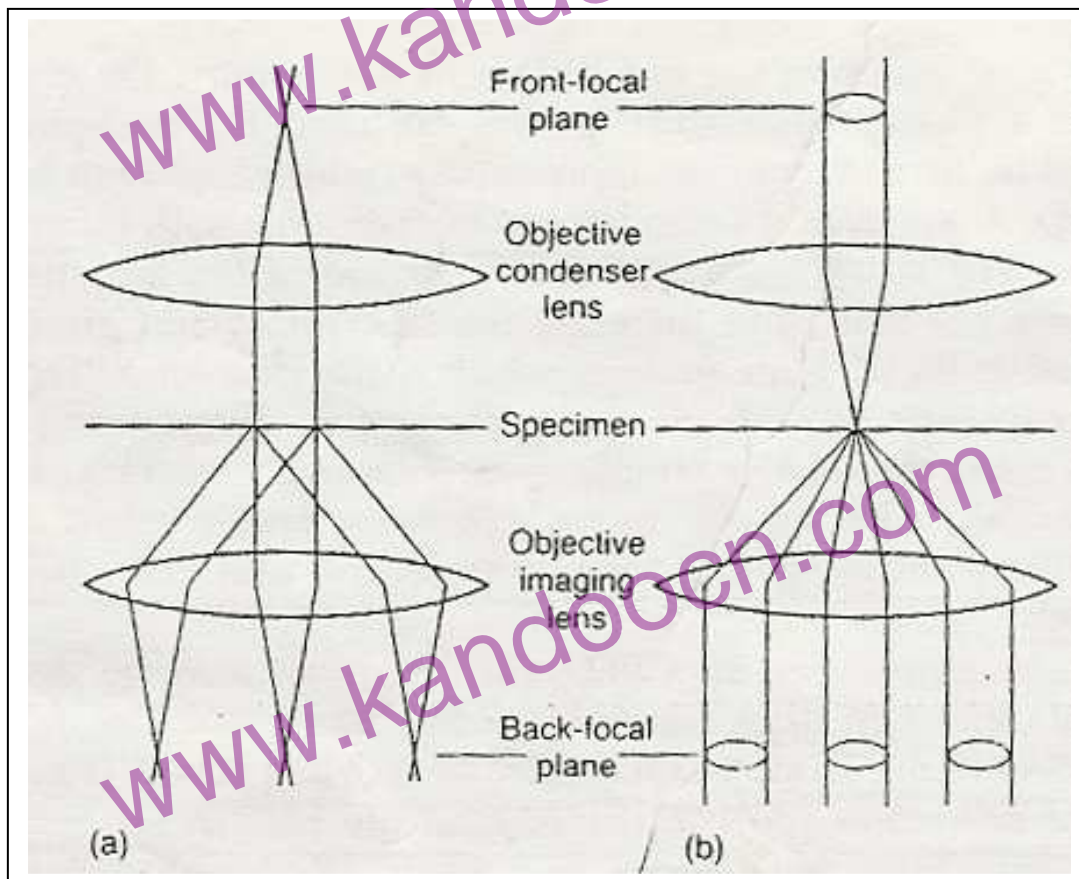
اطلاعات حاصل از محوطه های گسسته انتخابی (SADPها)، تا اندازه مساحت کمینه ای با قطر  $500\text{nm}$  محدود میگردد، که از خیلی از ساختارهای میکروبی مهم بزرگتر میباشد؛ علاوه بر این اطلاعات حاصل از SADP طبیعتاً دو بعدی و وضوح متقارب بوده تا پیوسته و وضوح موازی استفاده شده در SAD (که بسیار موثر بوده است). روش دوم اطلاعات گسسته از شبکه ای سه بعدی، شامل اندازه فاصله های موازی درون نقشه ای در حد شعاع الکتورن میباشد. تجهیزات تحلیلی مدرن قابلیت فوکوس کردن بر روی شعاع متقارب الکترون تا قطر  $1\text{nm}$  را دارا میباشد تا الکترونهاى گسسته بتواند از



طریق ناحیه های 5-10 نانومتری قابل دسترسی باشند. دستیابی به یک کریستالوگرافی تحلیلی با استفاده از CBED به حدی پیچیده میباشد که کسی جرات استفاده از آن را ندارد. تکنیک تجربی نسبتاً مشخص است و کریستالوگرافی داده قدرتمندی، بدون مشکل زیاد، قابل دسترسی است. شکل 3/35 شرایط مورد نیاز جهت دستیابی به نقشه نقطه ای و نقشه CBED را نمایش میدهد.

\*عکس 3/35: دیاگرام پرتو نمایشگر شرایط وضوح پیوسته تشکیل یافته از نقشه نقطه

ای (a) و وضوح فوکوس شده بر روی نمونه تا یک نقشه CBED ارائه نماید.





\* عکس 3/36: هندسه نقشه CBED از  $\alpha$ -alumina- دیسک زمینه روشن

HOLZ -(e SOLZ -(d FOLZ -(c zolzr-(b

استفاده معمول CBED در تخمین ساختار کریستال از یک فاز میباشد. از آنجایی که جستجوی کوچک مورد استفاده قرار میگیرد این تکنیک را مثلاً میتوان جهت آنالیز رسوبهای شیمیایی کوچک که با XRD قابل بررسی نیستند بکار گرفت. جهت تخمین مجموعه نقاط و فضاها از شعاع متقارب استفاده میشود. تکنیک مذکور از مواردی که در قانون فریدل صدق نمیکند، استفاده ویژه مینماید، در نتیجه مجموعه 32 نقطه کریستالی به مقدار یازده گروه Laue کاهش نیابد، که این شرایط مربوط به XRD میباشد. با این حال پیچیدگی اجزای این روش در تخمین گروهبندی فضا، سادگی

بدست آوردن اطلاعات کریستالوگرافی، مثل سیمتری بلور و چه شبکه ساده ما با یک اتم و در یک سلول واحد بدنه و یا نما متمرکز باشد.

حال باید چندین اصطلاح مورد استفاده در آنالیز CBED تعریف شود. دیسک های مرکزی مجزا، که هدسه ای مشابه با SADP ها را داراست. ZOLZ (مناطق Laue سطح صفر) نامیده می شوند.

حلقه نقاط مجزا که در مرز نقشه وجود دارند به عنوان Folz (مناطق Laue سطح یک) نامیده میشوند و در جاهایی که حلقه های بیشتری وجود داشته باشند با نام Solz (مناطق Laue سطح دو) مورد استفاده قرار گرفته و به ازای حلقه های دیگر نیز به همین روش نام گذاری انجام میشود. مناطق بالاتر از Solz به عنوان Holz (مناطق Laue سطح بالتری) نامیده میشوند. مناطق بالای Folz و داخل دیسک های Zolz تقریباً تاریک هستند و خطوط روشن را خطوط Holz میدانند. اینها در پراکنده کردن از زاویه بالا بوجود می آیند و در SADP ها وجود ندارند. خطوط Holz به همچنین میتواند در دیسک های مرکزی فرستاده شده (000) یافته شوند و حاوی اطلاعات سیمتری مهمی میباشند.

در سرتاسر نقشه خطوط کیکوچی، تشکیل یافته از Zolz و Holz پخش شده که میتواند اطلاعات مهمی در باره ساختار بلور به ما بدهد. در پایان حاشیه های دینامیک میتواند در این میان و یا اطراف دیسکهای Zolz ارائه گردند. حل نقشه CBED که شامل اطلاعات قابل استفاده می باشد، جهت کنترل نیاز به تعدادی متغیرهای تجربی دارد. ابتداءً، یک نمونه TEM کیفیت بالا مورد نیاز است. فشار باقیمانده و یا سطح

فیلمها (مثل کربن ساخته شده از پرتو الکترون فوکوس شده) خطوط Holz را از دیسک سفر کاهش داده و یا نابدید مینماید. به صورت مشابه حرارت پرتو الکترونی نیز میتواند تاثیر مشابه را داشته باشد در نتیجه یک خنک نگه دار ممکن است نیاز باشد. اطلاعات Holz توسط زوایای تقریباً بالا، جستجوی تقریباً خوب و ولتاژهای شدت پائین حاصل میشود. (80-120 .KEV). با این حال، خطوط Holz به ضخامت‌های مشخصی حساس میباشند و فقط در دامنه ضخامت محدودی رخ میدهند. رخداد Holz در دیسک (0000) شدیداً به نمونه ضخامت وابسته است. درحالیکه اطلاعات سیمتری باید ثابت باشند. سیمتری در CBED اغلب به دو دسته تقسیم میگردد به نام های سیمتری زمینه روشن (BF)، که به سیمتری مربوط به خطوط Holz در دیسک صفر اشاره دارد (یا طول دوربین بالا عکس برداری میشود)، و سیمتری تمامی نقشه (WP) (که توسط دوربین طول کم عکسبرداری میشود). در هر کدام، سیمتری با تشخیص مرکز چرخش و سطح تراز آینه تخمین زده میشود ولی اطلاعات حاصل از یک سیمتری باید در تخمین سیمتری دیگر نادیده گرفته شوند.

جدول 3/3 ارتباط بیان سیمتری در دیسک BF، WP و گروه پراش ذکر مینماید. گروه پراش سیمتری را در یک نقشه پراش با رفتار مشابه با گروه نقاط تعیین مینماید. عدد به سیمتری چرخش اشاره دارد،  $m$  اعلام حضور سطح افقی بازتابی را میدهد و  $R$  جهت مشخص نمودن چرخش به واحد  $\pi$  در مورد المانی از سیمتری که زیرنویس شده به کار میرود. در جایی که سیمتری بالا وجود داشته باشد، مثل یک بلور مکعب، ممکن اطلاعاتی از چند ناحیه مورد نیاز باشد تا گروه پراش را تخمین بزنیم. اطلاعات

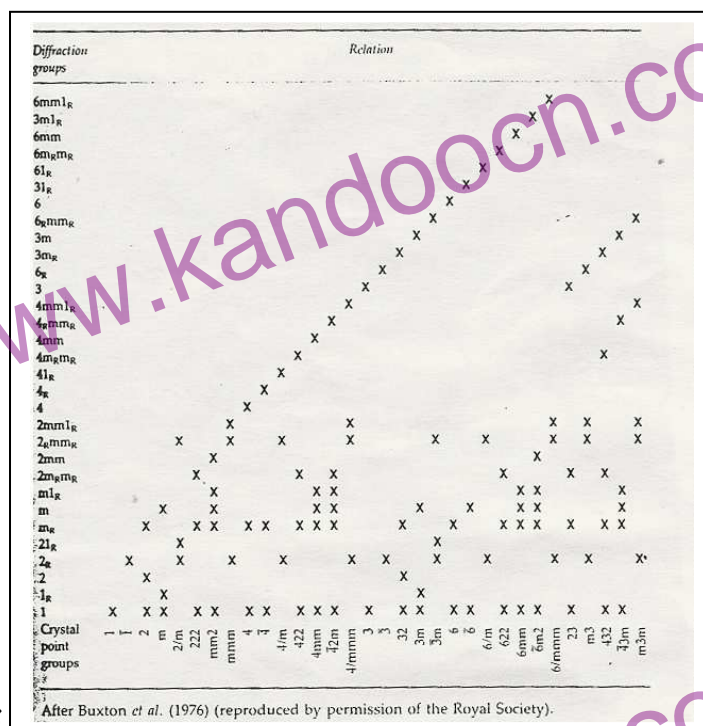
توسط چند سری از نقشه های CBED با اعمال گروه های پراش ممکن است برای یک بلور، به دست می آید. در پایان جدول 3/4 جهت اطلاع از گروه نقاط مورد استفاده قرار میگیرد. نقشه های تولیدی مناسبی مورد استفاده قرار گرفته تا یک تخمین واحدی به دست آید. برچه سیمتری CBED عظیم تر باشد تعداد ناحیه های کمتری باید مورد مطالعه قرار گیرد؛ پس آنالیزهای اولیه باید روی بالاترین ناحیه های سیمتری باشد.

حتی در جایی که یک تخمین کامل گروه نقاطی میسر نباشد، اطلاعات در مورد ساختار بلور خیلی سریع قابل دستیابی است. گروه های نقاط با ساختار بلورها (با توجه به جدول 3/5 شکل 3/37 که از سرامیک  $ZrO_2$  گرفته شده) رابطه دارند. ذرات داخل شکل 3/37(a) شامل یک APB است، و یک SADP که جهت ارتباط با ارترمبیک سیمتری ظاهر شده را بوجود می آورد.

190 Techniques for Characterizing Ceramic Microstructures

Table 3.3 CBED pattern symmetries

Diffraction group	Bright field	Whole pattern	Dark field		$\pm G$		Projection diffraction group
			General	Special	General	Special	
1	1	1	1	none	1	none	1 <sub>R</sub>
1 <sub>R</sub>	2	1	2	none	1	none	
2	2	2	1	none	2	none	21 <sub>R</sub>
2 <sub>R</sub>	1	1	1	none	2 <sub>R</sub>	none	
21 <sub>R</sub>	2	2	2	none	21 <sub>R</sub>	none	
m <sub>R</sub>	m	1	1	m	1	m <sub>R</sub>	m1 <sub>R</sub>
m	m	m	1	m	1	m	
m1 <sub>R</sub>	2mm	m	2	2mm	1	m1 <sub>R</sub>	
2m <sub>R</sub> m <sub>R</sub>	2mm	2	1	m	2	-	2mm1 <sub>R</sub>
2mm	2mm	2mm	1	m	2	-	
2 <sub>R</sub> mm <sub>R</sub>	m	m	1	m	2 <sub>R</sub>	-	
2mm1 <sub>R</sub>	2mm	2mm	2	2mm	21 <sub>R</sub>	-	
4	4	4	1	none	2	none	41 <sub>R</sub>
4 <sub>R</sub>	4	2	1	none	2	none	
41 <sub>R</sub>	4	4	2	none	21 <sub>R</sub>	none	
4m <sub>R</sub> m <sub>R</sub>	4mm	4	1	m	2	-	4mm1 <sub>R</sub>
4mm	4mm	4mm	1	m	2	-	
4 <sub>R</sub> mm <sub>R</sub>	4mm	2mm	1	m	2	-	
4mm1 <sub>R</sub>	4mm	4mm	2	2mm	21 <sub>R</sub>	-	
3	3	3	1	none	1	none	31 <sub>R</sub>
31 <sub>R</sub>	6	3	2	none	1	none	
3m <sub>R</sub>	3m	3	1	m	1	m <sub>R</sub>	3m1 <sub>R</sub>
3m	3m	3m	1	m	1	m	
3m1 <sub>R</sub>	6mm	3m	2	2mm	1	m1 <sub>R</sub>	
6	6	6	1	none	2	none	61 <sub>R</sub>
6 <sub>R</sub>	3	3	1	none	2 <sub>R</sub>	none	
61 <sub>R</sub>	6	6	2	none	21 <sub>R</sub>	none	
6m <sub>R</sub> m <sub>R</sub>	6mm	6	1	m	2	-	6mm1 <sub>R</sub>
6mm	6mm	6mm	1	m	2	-	



توسط طبیعت ناحیه محصور

دوقلویش، میباشد. با این حال بعضی موتوکلینیک ها و اورتومبیکهای SADP های  $ZrO_2$  خیلی به هم شبیه میباشند. زیرا نیاز به اعمال پراش (انکسار) دابل و یک بررسی دارد تا اطمینان محاصل آید که ذرات داخل شکل 3/37 قطعاً اورتومبیک بوده اند.

نقشه پرتوی همگرای حاصل در شکل 3/37 دارای کیفیت پایینی بود، زیرا ناحیه مورد بحث تقریباً قطور بوده و نمونه تحت فشار زیادی بوده است.

*Techniques for Characterizing Ceramic Microstructures*

**Table 3.5** Point groups associated with each of the crystal systems

<i>Triclinic</i>	<i>Monoclinic</i>	<i>Orthorhombic</i>	<i>Rhombohedral</i>
1	2	mm2	3
	m	mmm	3m
	2/m	222	3m
			32
<i>Tetragonal</i>	<i>Hexagonal</i>	<i>Cubic</i>	
4	6	23	
4	6	m3	
4/m	6/m	43m	
4mm	6mm	432	
42m	6m2	m3m	
422	622		
4/mmm	6/mmm		

حداقل دو سطح انعکاسی را میتوان در کل نقشه شناسایی کرد. ساختارهای مونوکلینیک میتواند دارای گروه نقاط  $m$ ، 2 و یا  $\frac{2}{m}$  باشند درحالیکه بلورهای اورترومبیک دارای گروه نقاط 222، mmm و یا mm2 هستند. با نگاه به جدول 3/5 درمی یابیم که نقشه کامل سیمتری mm برای اورترومبیک مجاز است، نه مونوکلینیک. پس با اینکه فاز با دقت مورد مطالعه قرار نگرفته است، با استفاده از آنالیزهای ساده میتوان دریافت که اورترومبیک میباشد. یک نقشه CBED از ذرات مونوکلینیک نزدیک به ذرات اورترومبیک را میتوانید در شکل 3/38 مشاهده نمایید. بررسی های نوسانی انجام شد و CBED ها هرگز شامل سیمتری بیشتری نسبت به سیمتری چرخشی 2 نشد (هیچ سطح انعکاسی پیدا نشد). خطوط Holz داخل دیسک زمینه روشن خیلی غیردقیق تر از آن بودند که اجازه آنالیز کاملی به ما بدهد ولی به نظر میرسد سیمتری مشابهی دارا باشند. پس گروه پراش میتواند 2 و یا 21R باشد. یک گروه پراش 2 شامل گروه نقاط 32 و یا 2 میباشد.



با این حال گروه نقاط 32 سیمتری بیشتری در CBED، برای مناطق سطح بالا، میدهد. نوسان، از ارائه سیمتری بهتر از سیمتری چرخشی 2 عاجز ماند، پس این گروه نقاط را میتوان منسوخ کرد. 21R میتواند با گروه نقاط  $\frac{2}{m}$  و یا 3m برابر باشد. مجدداً، 3m سطح انعکاسی در سطوح بالاتر CBED میدهد و این امر پس از نوسان گسترده دیده نشد. با تجسم دوقلو در ساختار، نقشه به درستی فاز را مونوکلینیک تشخیص داد. تخمین دقیق گروه نقاط نیازمند آنالیز سیمتری در یکی از دیسک های زمینه تاریک میباشد (دیسکهای مجزای سطح صفر)



با این حال اطلاعات  
حلقه Folz میز  
اگر تکرار دیسکها  
گسترش یابد، میتوان بر دو مورد ارزیابی نمود. چه نقطه Folz بالای منطقه Zolz قرار داشته باشد و چه در میانه آن. در حالت معمول، زمانی که دو نقشه با هم اتفاق

بیفتند، ساختار ساده و موقعیت مرکز بدنه و مرکز ظاهر در شکل (b,c) 3/39 نمایش داده شده.

نقشه های CBED اغلب جهت تخمین ضخامت نمونه TEM به کار میرود که برای میکروآنالیزهای کمیتی و محاسبه مقدار خطا مورد استفاده است. با این حال حاشیه دینامیکی قرار گرفته در دیسکهای مجزا به همراه پارامتر شبکه افزایش یافته و به عنوان نتیجه حاشیه ها سخت تر در سرامیک ها و فلزات به چشم می آیند. حاشیه ها در نواحی ضخیم نمونه بهتر از بقیه حالات عکسبرداری میشوند که برای میکروآنالیز کردن کمیتی بیش از ضخیم است.

(i) میکروسکوپی الکترون کیفیت بالا  
میکروسکوپی الکترون کیفیت بالا (HREM) تکبندی است جهت آزمایش میکروساختارها تا حد اندازه های اتمی. بزرگترین شبکه بلور سرامیک و مقایسه اش با شبکه های فلزی برای مطالعه کاربرد زیادی دارد.



مثلاً، HERM در مطالعه مرز ذرات سرامیک، ماتریس رابطهای تقویتی و ساختارهای درون فازی در CMCها و مشاهده مستقیم ساختار گسسته (مجزا) به کار میرود. تصویر کیفیت بالا تحت شرایط مشخص آزمایشگاهی حاصل میشود و اعمال کوچکترین تغییراتی در شرایط آزمایش عکس را رندر (Render) مینماید که نیاز به کامپیوترهای شبیه سازی بسیار قوی دارد. برای تعریف این شرایط آزمایشگاهی، یک مرور مختصری باید روی مکانیسم های تشکیل مورد نیاز است. عکس های کیفیت بالا از یک مکانیسم کنتراست - فاز حاصل میگردد. شیفت فاز نسبت شکست پرتوی بازتاب به پرتوی ارسالی تعریف میگردد که حاوی اطلاعاتی پیرامون اتمهایست که باعث شکست پرتو شده اند. عکسبرداری کنتراست فاز نیازمند این است که پرتوهای شکسته شده با پرتوهای ارسالی ادغام گردند. در عمل این نیازمند استفاده از روزنه منظوری میباشد که به اندازه ای بزرگ باشد که بتواند شامل پرتوی ارسالی و شکست، به صورت شبیه سازی باشد. برای اینکه یک عکس حاوی شیفت فاز شکل بگیرد باید توسط گذرگاه داخل کریستال فاز ثابت بماند، که فعالیتهای پراکنده سازی آینده ممکن باشد. در نتیجه، بلور استفاده شده تصویربرداری HREM باید خیلی نازک باشد (در حالت ایده آل در حدود 10nm).

عکس  $3/40$  یک موج از پرتو ارسال و یک موج از پرتوی شکست را نمایش میدهد. برای ترکیب مجدد دو موج خارج از فاز، جهت ظهورشان، دامنه موج مجموع باید از پرتو ارسالی متفاوت باشد. پرتو ارسالی شدت خیلی بیشتری داشته پس باعث تشکیل زمینه تصویر میگردد. هنگام ترکیب مجدد موج ارسالی و شکست شیفت فاز  $\pi/2$  هیچ

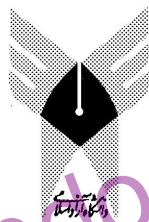
تغییری در زمینه ایجاد نمیکند. بیشترین تغییرات طول موج (و به طبع آن بیشترین کنتراست تصویر) مربوط به زمانیست که پرتوهای ارسالی و شکست نسبت به هم کاملاً داخل فاز و یا خارج از فاز باشند. در حالت مذکور طول موج چنان افزایش می یابد که اتم های مسئول اعمال تغییر فاز از زمینه روشن تر ظاهر میگردند، درحالیکه شرایط برای حالتی که موجها کاملاً خارج از فاز هستند رزرو شده است. متأسفانه، در میکروسکوپ شیفت فازهای بیشتری رخ میدهد که باعث ایجاد تغییرات در ارتباط میان پرتو ارسالی و شکست میگردد و به طبع آن تغییراتی در اطلاعات دریافتی از اتم میگردد. اولین اینها شیفت فاز حاصل از انحراف کروی میباشد. پرتوهای خارج از محور (پرتوهای شکست) نسبت به پرتوهای روی محور (پرتوهای ارسالی) در موقعیت مکانی دیگری فوکوس میگردد و این امر حاصل از انحراف کروی میباشد. بنابراین، HREMها باید دارای ضریب کوچک انحراف کروی، در صورت امکان، باشند. تغییر مکان نقطه کانونی برای پرتوهای خارج محور به صورت  $C_S \theta^3$  نمایش داده میشود که  $\theta$  زاویه پراکندگی و  $C_S$  ضریب انحراف چرخشی میباشد. تغییر مکان نقطه کانونی دیگر نیز در اثر دفوکوس شدن از شیئی رخ میدهد ( $\Delta f$ ) به بیان دیگر دفوکوس شدن لنز شیئی باعث اعمال شیفت فاز بین پرتوهای ارسالی و شکست میگردد.

پس ما سه شیفت فاز داریم، یکی شیفت فاز مرغوب ما که حاوی اطلاعات اتم است و دو مورد دیگر که باعث پوشاندن و اعمال تغییرات در مورد اول میگرددند. فورمول نهایی مجموع شیفت فازها به صورت  $\phi(u)$  ارائه میگردد:

$$\phi(u) = 2\pi / \lambda [C_S (\lambda^4 u^4) / 4 + \Delta f (\lambda^2 u^2) / 2] \quad (3/17)$$

U معکوس بردار شبکه،  $\Delta f$  دفاوکوس  $C_s$  نیز ضریب انحراف کروی عدسی شی ئی  
میباشد.

اختلاف فاز تمام پرتوها به عنوان تابعی از بردار معکوس شبکه [قابل ارائه است].



واحد ساوه

آزمایشگاه آنالیز

استاد:

زری پیرایش

گردآورندگان:

زهرا وقاری - مهدیه ملاحی



[www.kandooch.com](http://www.kandooch.com)

[www.kandooch.com](http://www.kandooch.com)