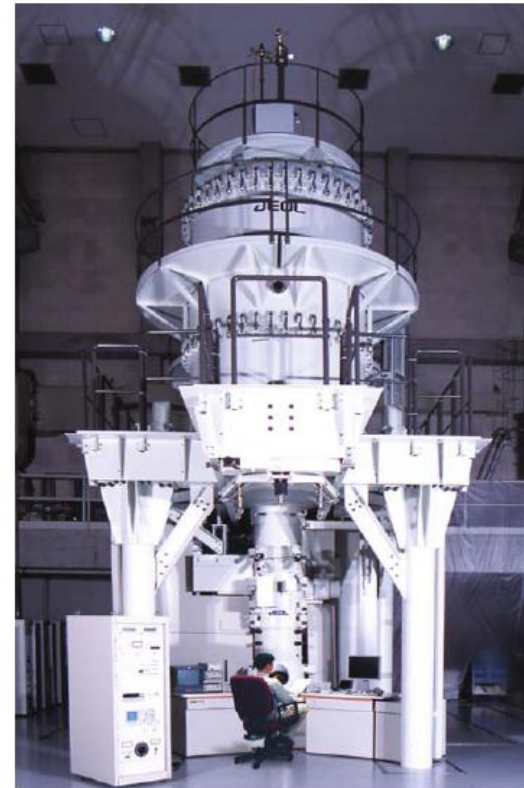
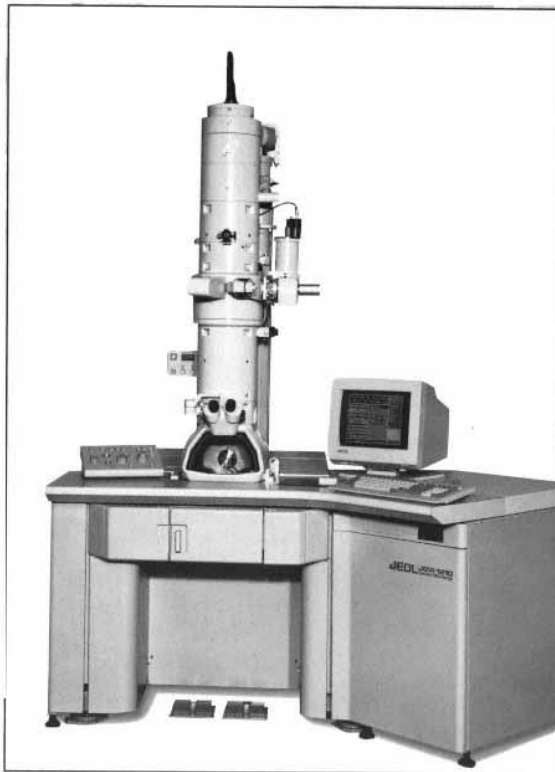


# بسم الله الرحمن الرحيم

روش های آنالیز مواد

میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)



# تاریخچه

- Ernst Ruska

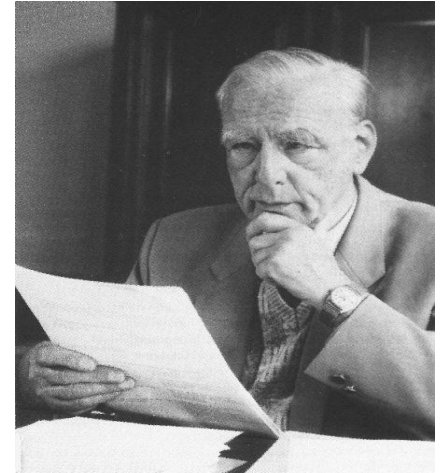
فیزیکدان آلمانی در سال ۱۹۳۲ اولین میکروسکوپ الکترونی را ساخت و برای این کار در سال ۱۹۸۶ جایزه نوبل دریافت کرد.

وی بر اساس دو مفهوم این کار را انجام داد:

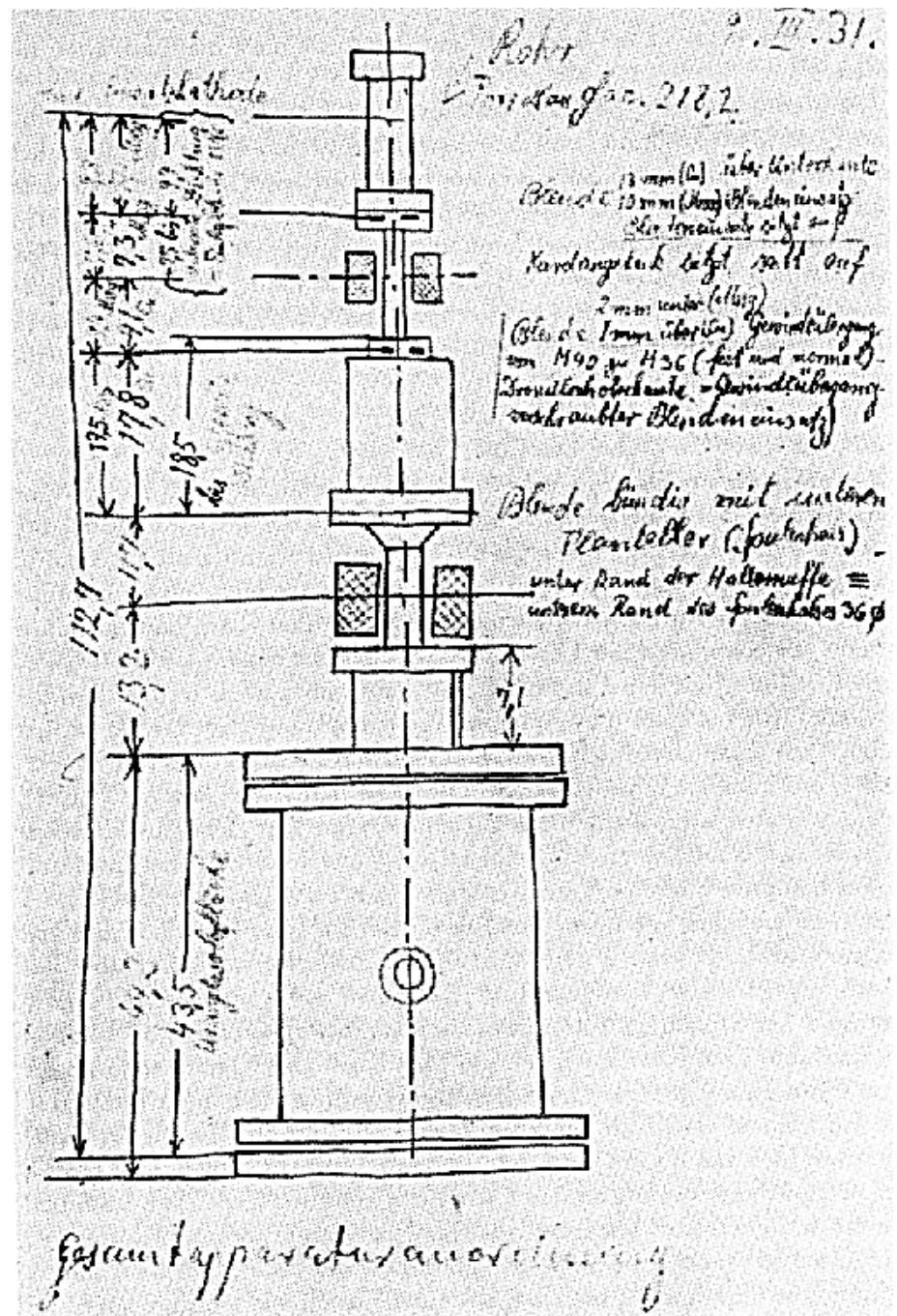
۱- الکترون مانند نور رفتار موجی دارد

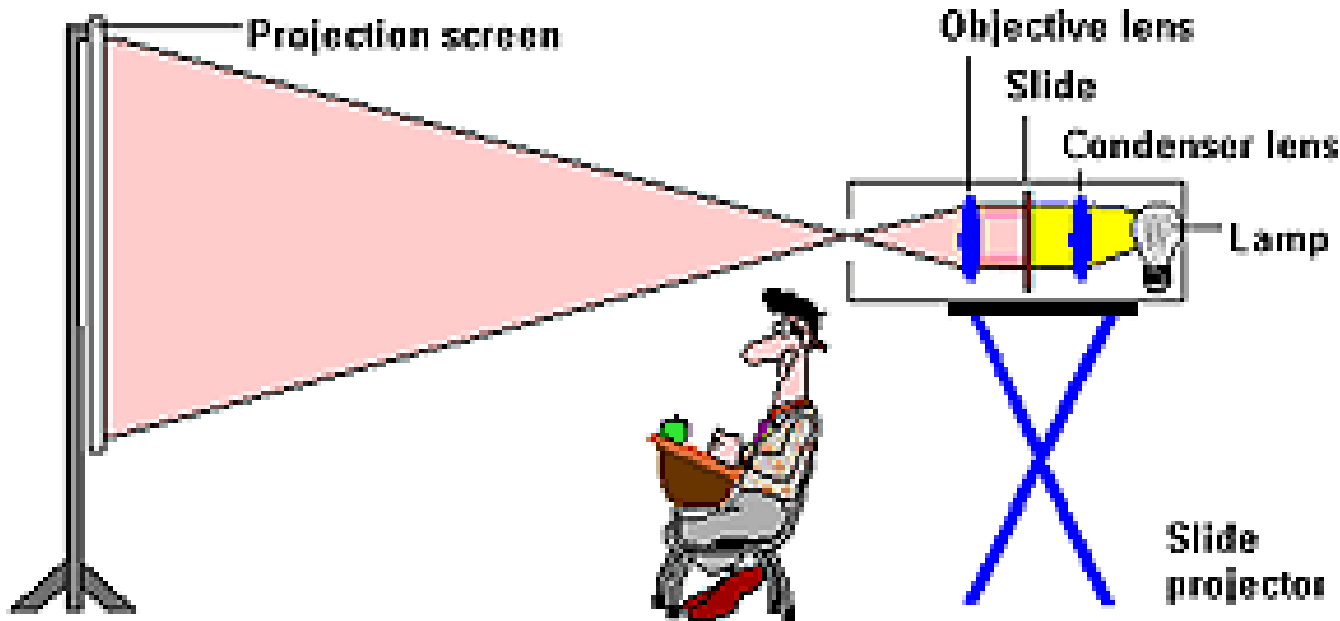
۲- الکترون بوسیله میدان مغناطیسی تحت تاثیر قرار

می گیرد بنابراین همانطور که لنزهای اپتیکی نور را متمرکز می کنند می توان الکترون ها هم را متمرکز کرد.

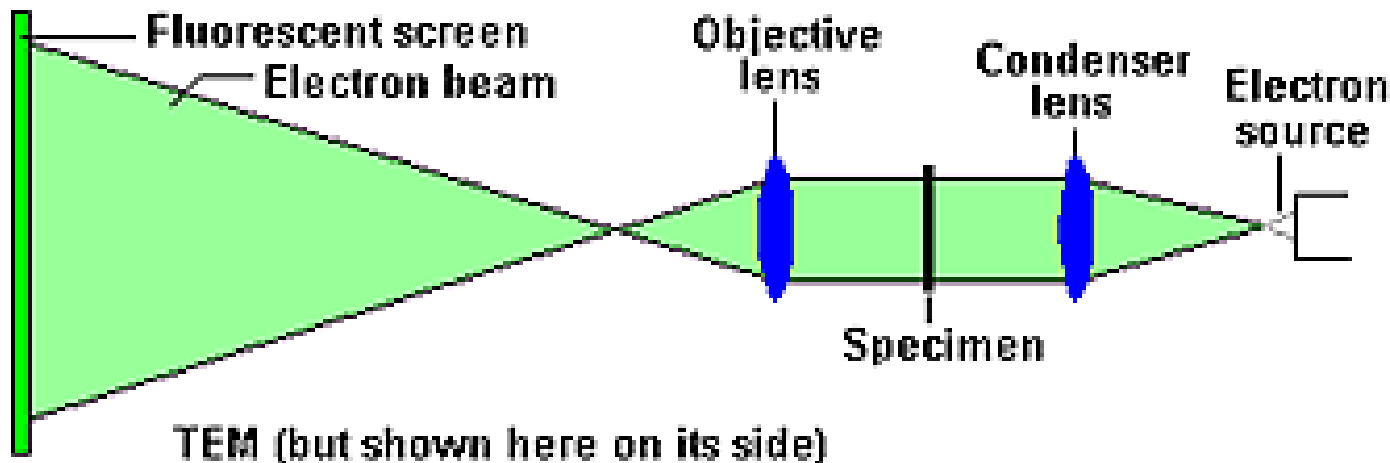


# Ruska's Original Plan



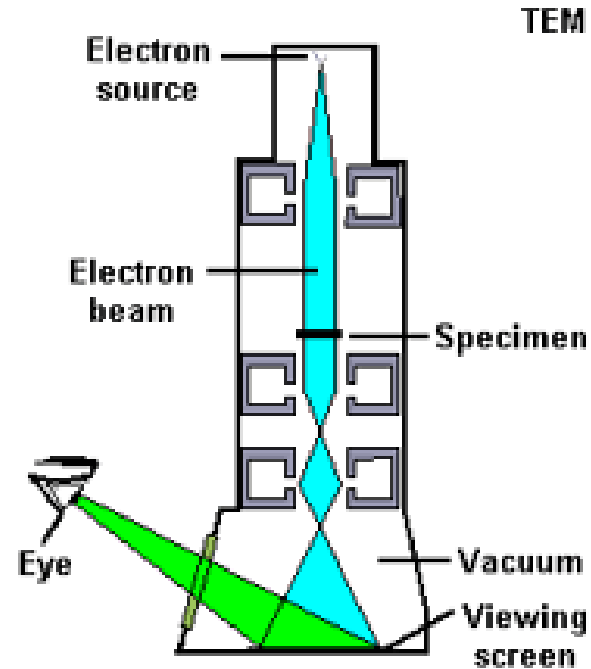
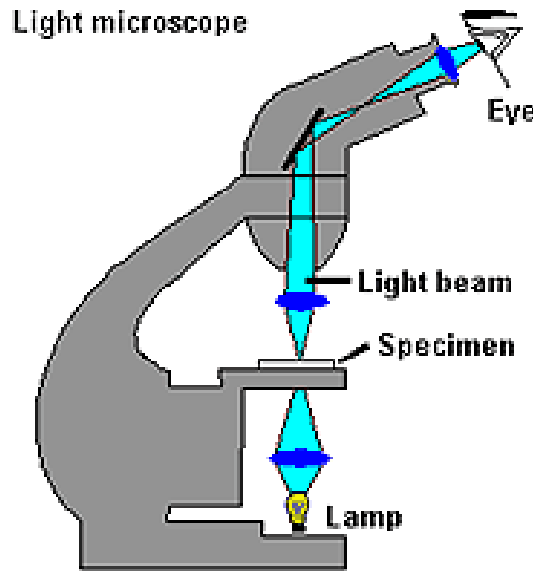


می توان TEM را با یک پروژکتور اسلاید مقایسه کرد.  
 ■ یک منبع نور  
 ■ یک لنز متمرکز کننده که نور را تا حد ممکن بر روی اسلاید متمرکز می کند  
 ■ تصویر اسلاید با لنز دوم بر روی صفحه نمایش بزرگ می شود



■ یک TEM با منبع الکترونی روشن می شود.  
 ■ باریکه الکترونی با یک لنز متمرکز کننده بر روی نمونه متمرکز می شود.  
 ■ بعد از نمونه هم لنز شیئی قرار دارد که تصویر را بزرگ می کند و بر روی صفحه فلورسنت می اندازد

# A better comparison

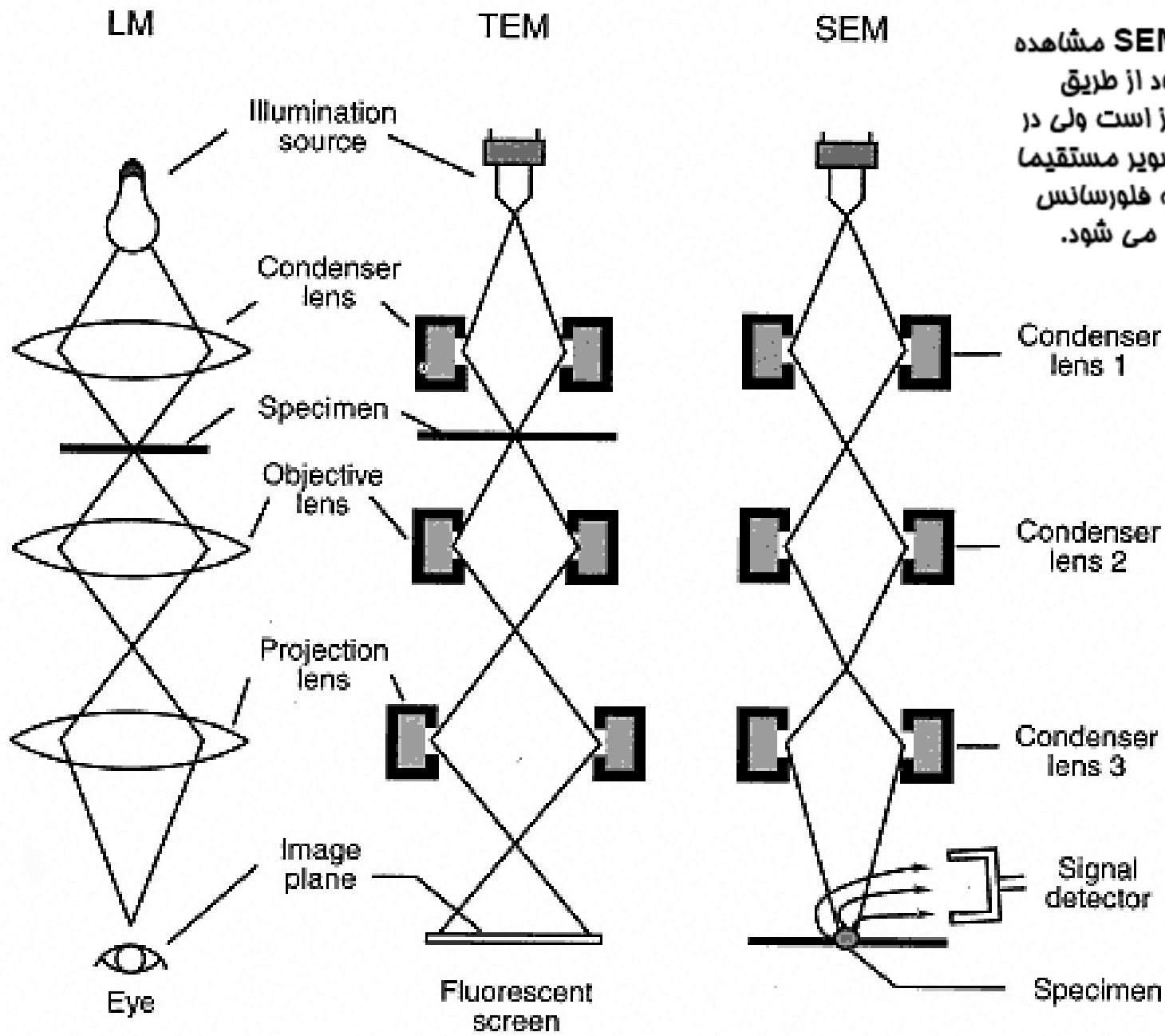


the lamp in the light microscope is at the bottom, the electron source in the TEM at the top  
There are already two significant differences :

1. In the TEM we do not observe the image directly but the electron beam is converted to light by the viewing screen and that light passes through a front window and reaches our eye.
2. The inside of the TEM is in vacuum, not air as the light microscope.

There are also a lot of differences between a light microscope and a TEM:

e.g., instrument weight and size, specimen size, microscope cost, operation easiness, Illumination source, lenses, etc.



آنچه در SEM مشاهده  
 میشود از طریق  
 آشکارساز است ولی در  
 TEM تصویر مستقیماً  
 بر صفحه فلورسانس  
 رویت می شود.

# Some Fundamental Properties of Electrons

- Electron wavelength: based on de Broglie's ideas of wave-particle duality we know  $\lambda = h/p$ , where  $p$  is the electron momentum,  $h$  is Planck's constant, and  $\lambda$  is corresponding wavelength of the electron.
- In the TEM we impart momentum to the electron by accelerating it through a potential drop,  $V$ , giving it a kinetic energy  $eV$ . This potential energy must equal the kinetic energy:

$$eV = \frac{m_0 v^2}{2}$$

$$p = mv = \sqrt{2m_0 eV}$$

$$\lambda(\text{\AA}) = \frac{h}{p} = \frac{h}{\sqrt{2m_0 eV}} = \frac{12.27}{\sqrt{V(\text{volts})}}$$

For nonrelativistic electron wavelength

- However, for electron microscopy, relativistic effect cannot be ignored at 100-keV energies and above because the velocity of the electron become greater than half the speed of light. So the corrected (relativistic effect is considered) electron wavelength is:

$$\lambda = \frac{h}{p} = \frac{h}{\sqrt{2m_0 eV \left(1 + \frac{eV}{2m_0 c^2}\right)}} = \frac{12.27}{\sqrt{V(1 + 0.978 \times 10^{-6} V)}}$$

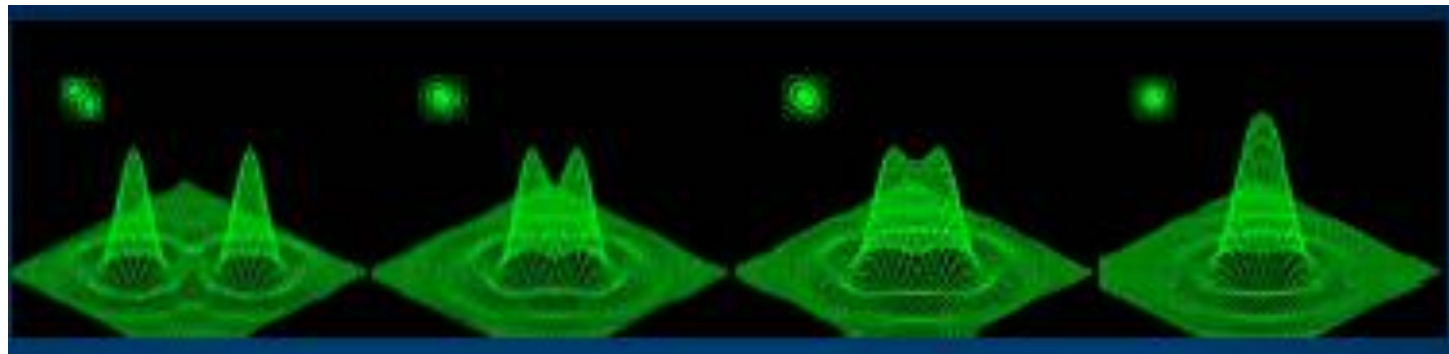
# Resolution

حد تفکیک

Resolution refers to the finest detail that can be distinguished in an image

Resolving power and magnification are NOT the same thing

Ex: enlarge a picture again and again, the magnification will increase but the resolution will decrease because image will blur



## Resolution of an imaging system

$$\rho = \frac{0.6\lambda}{\eta \sin(\alpha)}$$

$\lambda$  = wavelength of the imaging radiation

$\eta$  = index of refraction of the lens

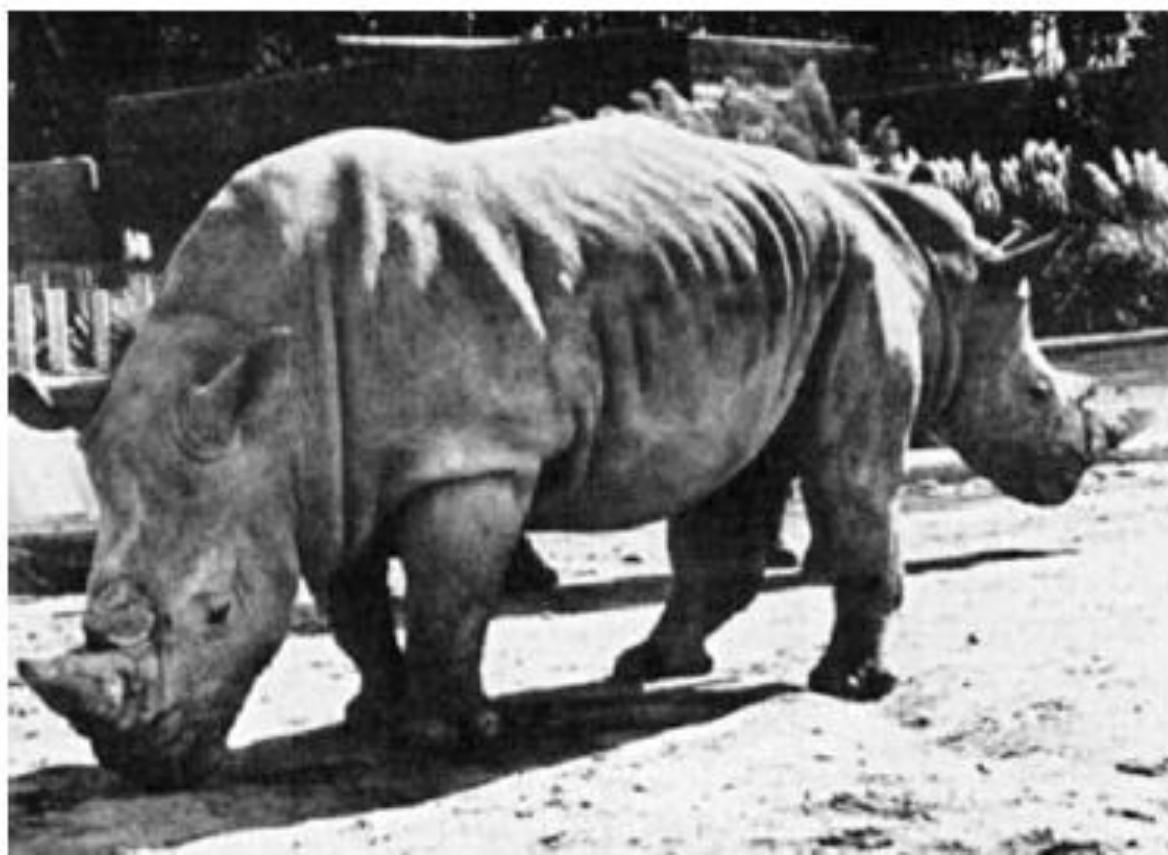
$\alpha$  = illumination semi-angle

Light Microscope	Electron Microscope
$\lambda \sim 0.5 \mu\text{m}$	$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_0eV_0}} = 0.068 \text{ \AA} (30 \text{ kV})$
$\eta = 1.5$ (glass)	$\eta = 1.0$ (Vacuum)
$\alpha \sim 70^\circ$	$\alpha \leq 1^\circ$
$\rho \sim 0.21 \mu\text{m} = 2100 \text{ \AA}$	$\rho \sim 4.1 \text{ \AA}$

# Disadvantages of Electron Microscopes

- Expensive to buy and maintain
- Sensitive to external magnetic fields and vibrations
- Samples have to be viewed in a vacuum (in almost all cases)





**FIGURE 1.7.** Photograph of two rhinos taken so that, in projection, they appear as one two-headed beast. Such projection artifacts in reflected-light images are easily discernible to the human eye but similar artifacts in TEM images are easily mistaken for 'real' features.

# کاربرد های TEM

- تصویر گرفتن از سطوح در بزرگنمایی های ۱۰۰۰ تا ۱،۰۰۰،۰۰۰ برابر و جزئیات ساختاری با قدرت تفکیک ۱ نانومتر

- آنالیز عنصری کیفی و کمی
- ✓ حداقل ناحیه آنالیز شده به قطر ۳۰ نانومتر است
- ✓ حد حساسیت ۰/۵ تا ۱ درصد وزنی

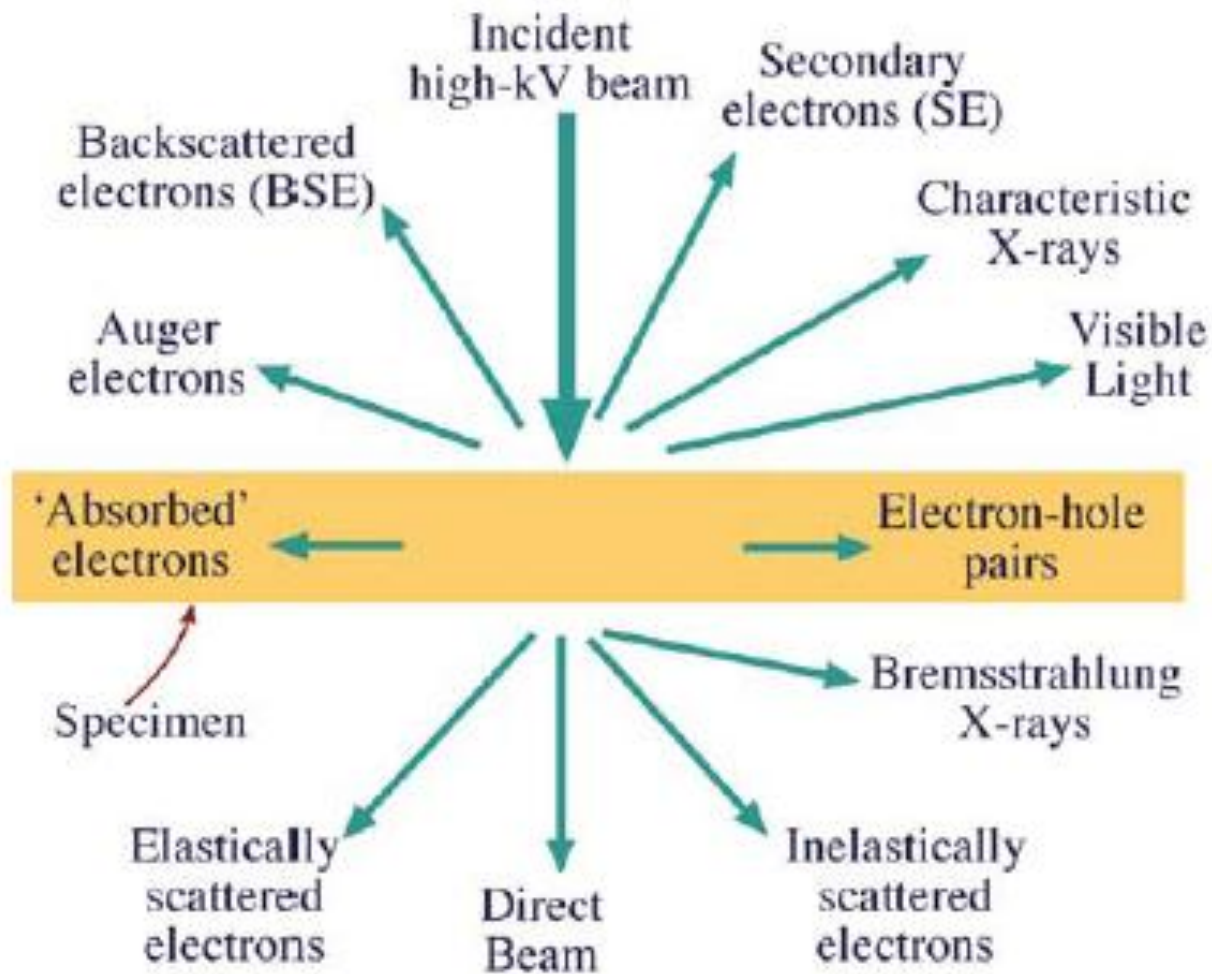
- تعیین ساختار و جهت بلوری اجزایی به کوچکی ۳۰ نانومتر

- بنابر این از TEM می توان برای تعیین خصوصیات ریز ساختاری فلزها ، سرامیک ها و مواد معدنی، پلیمر ها و مواد بیولوژیکی در بزرگنمایی های بسیار زیاد استفاده کرد.

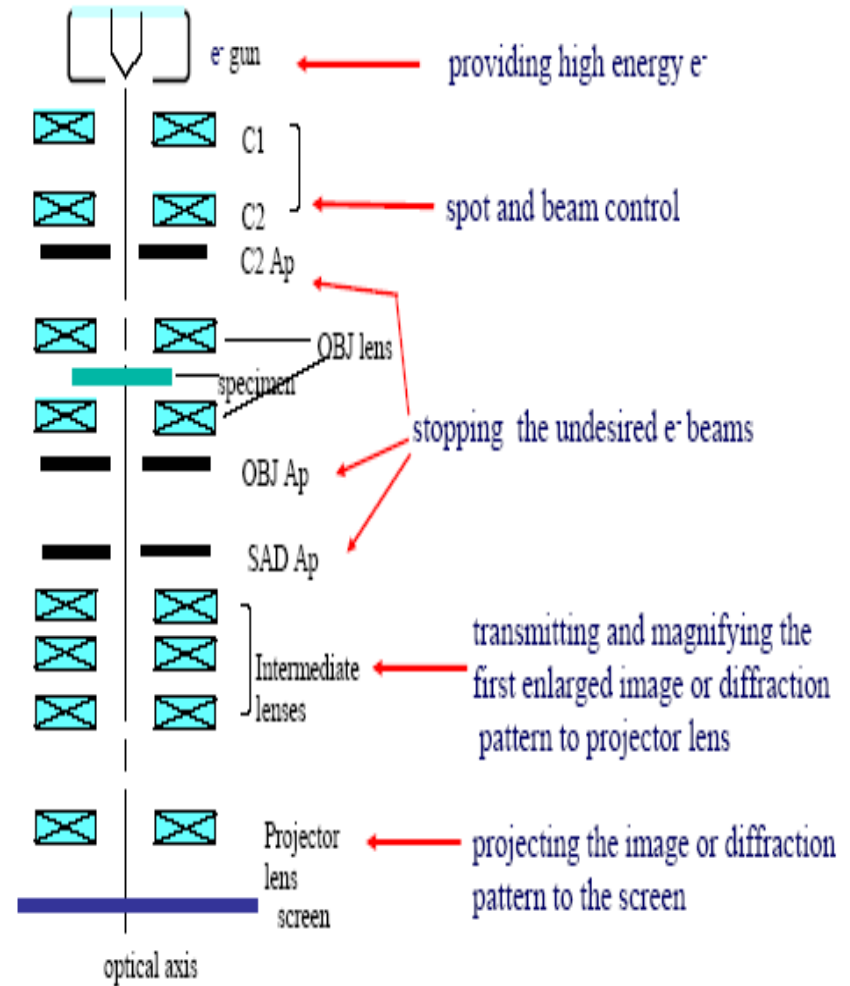
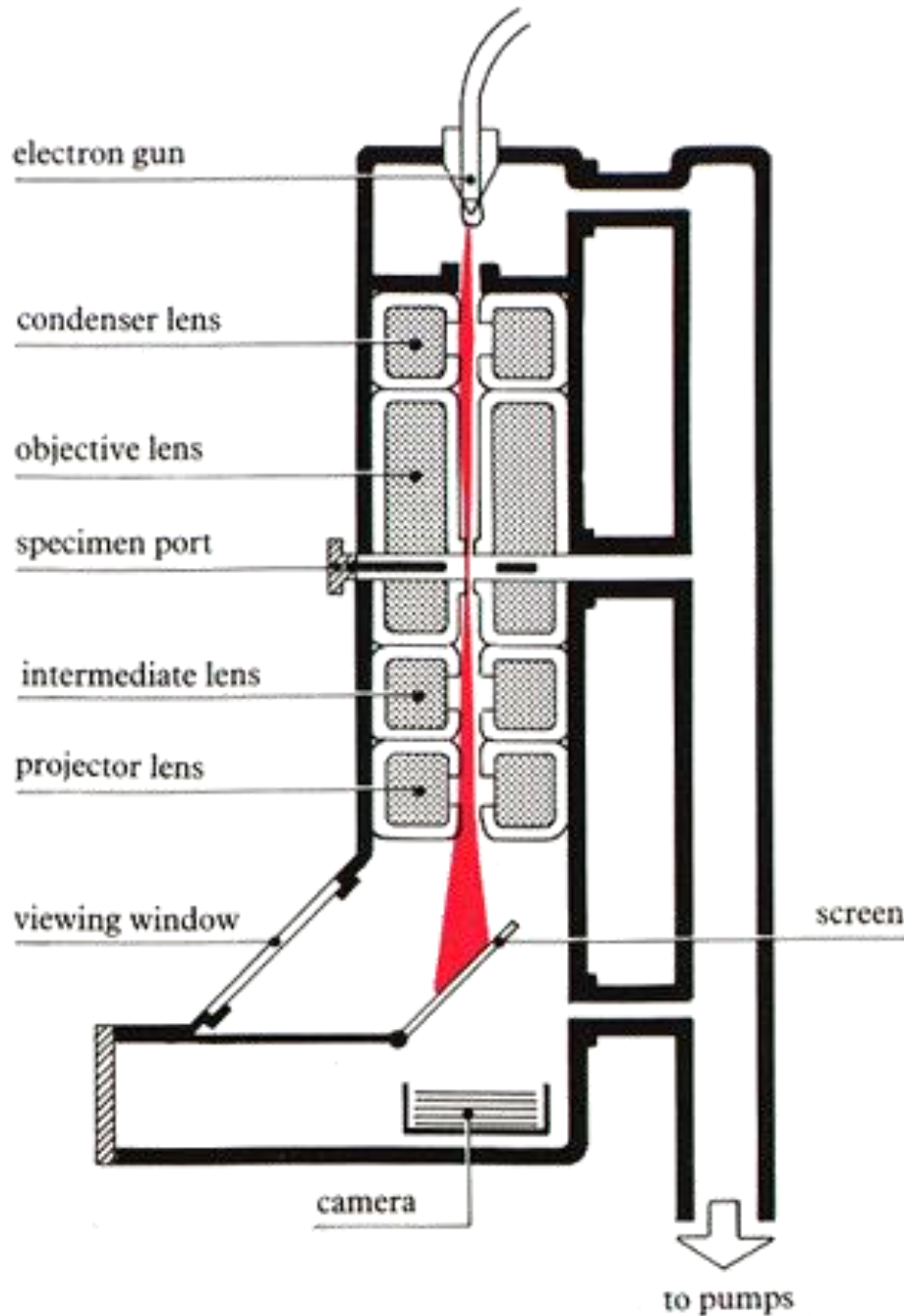
- همچنین امکان شناسایی (ترکیب شیمیایی و ساختار بلوری) فازهای غیر آلی، رسوب ها و آلودگی ها را دارد.

- باید نمونه ای تهیه شود که نسبت به پرتوی الکترونی شفاف باشد و این نوع نمونه ها کمتر از ۱۰۰ نانومتر ضخامت دارند.

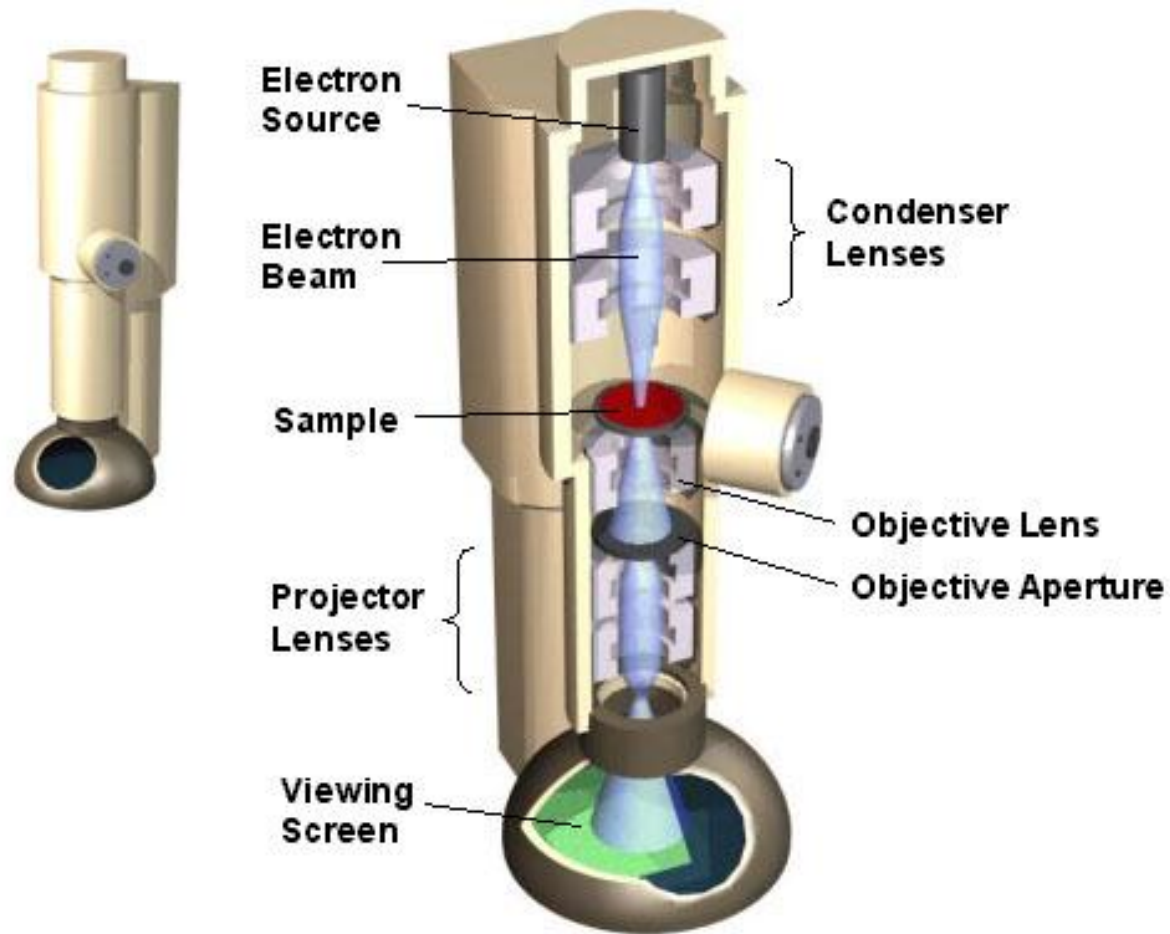
- مکانیزم های جوانه زنی و رشد
- انواع فازها و تحولات فازی مانند استحاله های مارتنزیتی، بینیتی و...
- مطالعه بازیابی و تبلور مجدد
- خستگی و شکست
- خوردگی (جهت یابی شبکه ای نسبی بین فلز و اکسید فلز)
- صفحات و جهات بلوری
- توزیع و حرکت نابجایی ها
- دوقلویی ها
- نقص در چیده شدن
- اندازه تعداد و توزیع رسوب ها و آخالها

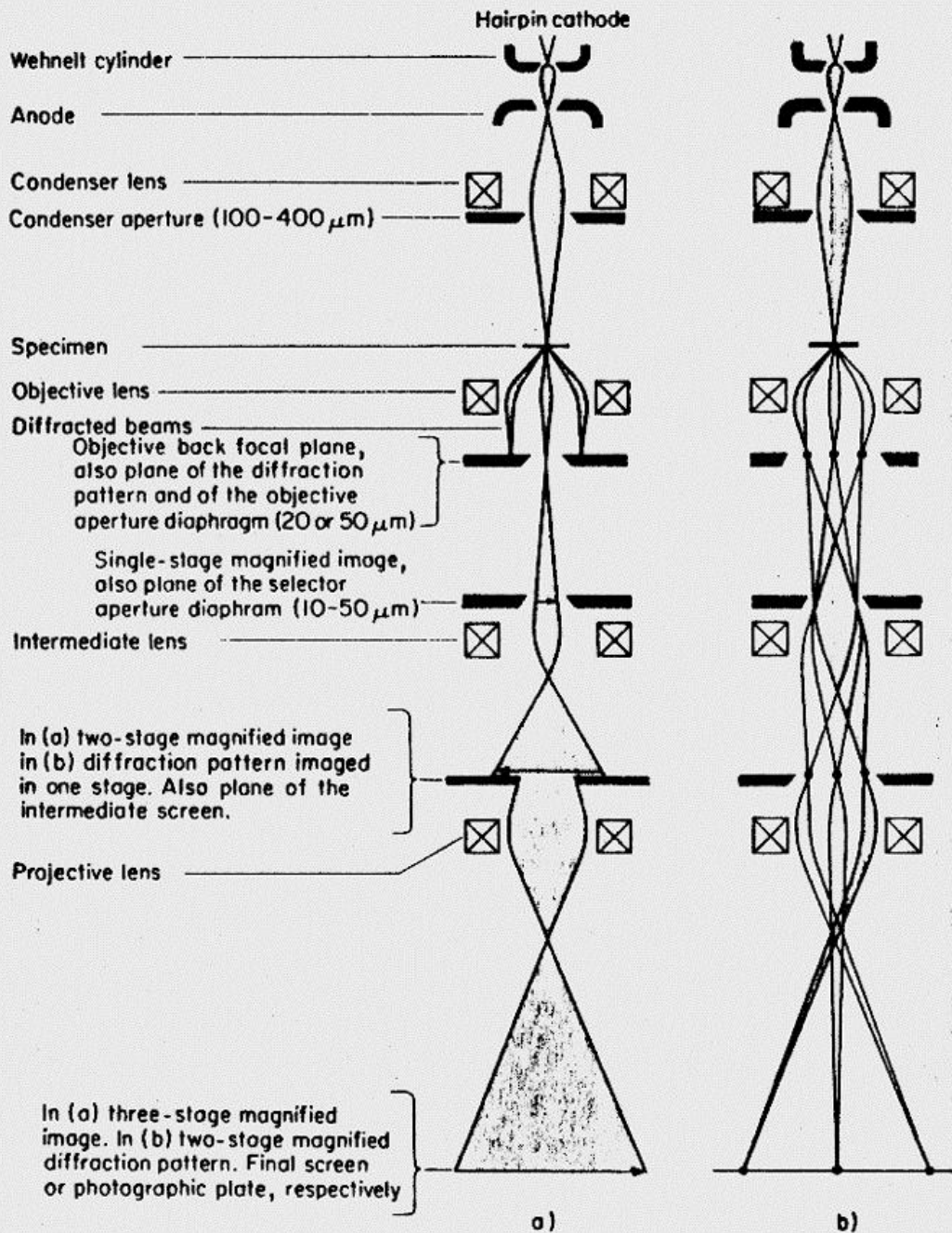


# اجزای TEM



# The Instrument



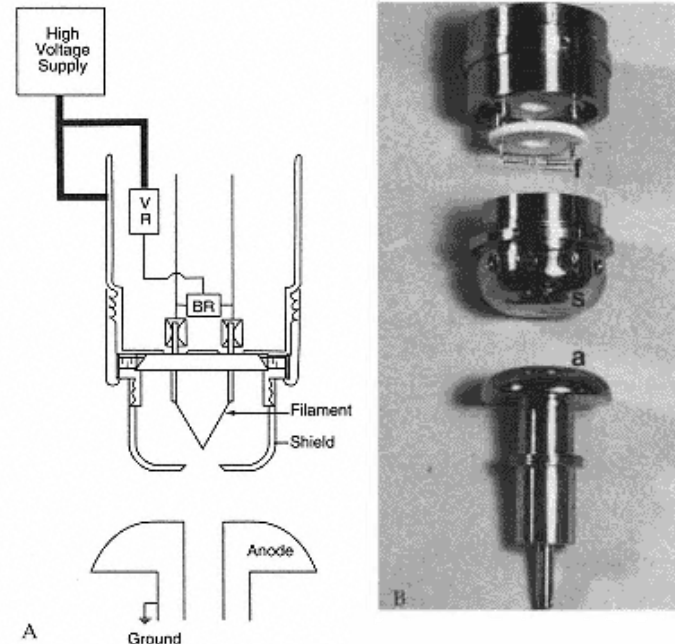


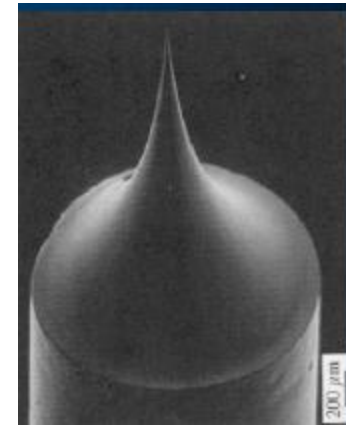
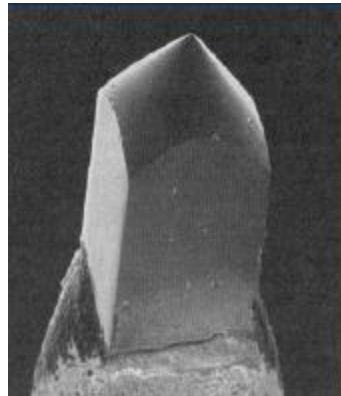
# تفنگ الکترونی

- رایج ترین تفنگ الکترونی از نوع حرارتی است
- الکترونها را در محدوده ( $200\text{ kV} - 40\text{ kV}$ ) شتاب می دهد
- در ضخامت های زیاد نمونه یا در مواردی که قدرت تفکیک بالا نیاز داریم به انرژی های الکترونی بالاتر احتیاج داریم
- در این موارد میکروسکوپ با ولتاژ متوسط ( $400\text{ kV} - 300\text{ kV}$ ) یا میکروسکوپ با ولتاژ بالا ( $600\text{ kV} - 3000\text{ kV}$ ) بکار می رود
- امروزه میکروسکوپ های با انرژی بالا کمتر استفاده می شود چون
- قدرت تفکیک با طراحی بهتر عدسی ها بهبود یافته
- تکنیک های بهتری برای آماده سازی نمونه توسعه یافته
- تفنگ های انتشار میدانی ساخته شده اند که پرتوهای بسیار ظریفی می توانند تولید کنند.
- قیمت میکروسکوپ متناسب با ولتاژ شتاب دهنده تعیین می شود بنابراین طراحی بهتر در ولتاژ پایین مناسب تر است.

- فیلامان تنگستن متصل به پتانسیل الکتریکی بالا
- محفظه قطبی (استوانه وهنلت) که فیلامان را احاطه کرده است
- یک اند متصل به زمین که در وسط آن سوراخی برای عبور الکترون ها به طرف پایین تعبیه شده است.
- جریان تفنگ حدود  $100\mu A$  است که تنها کسری از آن موجب تشکیل تصویر نهایی می شود و بقیه توسط دریچه های گوناگون ستون میکروسکوپ جذب می شوند.
- وقتی به بزرگنمایی بالاتری نیاز باشد از تفنگ قوی تری استفاده می شود.

(A) Diagram of an electron gun showing filament, shield, and anode. The shield is connected directly to the high voltage (B) Actual electron gun from TEM showing filament (f), shield (s), and anode (a).



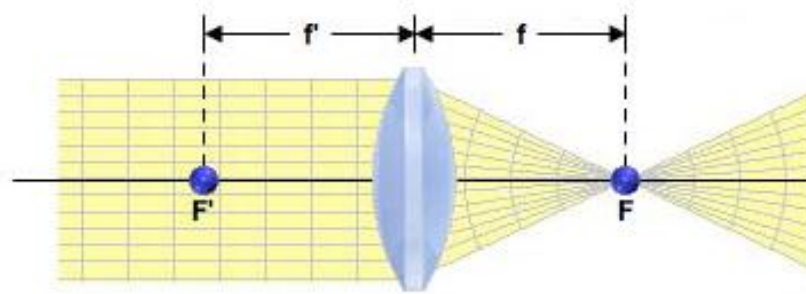


## Comparison of Electron Sources

	W	LaB <sub>6</sub>	FEG (Schottky)
Maximum Current (nA)	1000	500	300
Normalised Brightness (-)	1	10-30	2500
Energy spread (eV)	3-4	1.5-3	0.6-1.2
Source spotsize	30-100 μm	5-50 μm	15-30 nm
Required Vacuum (Pa)	10 <sup>-3</sup>	10 <sup>-5</sup>	10 <sup>-7</sup>
Temperature (K)	2700	2000	1800
Life time (hr)	60-200	1000	>2000
Normalised Price (-)	1	10	100

# عدسی ها

*What is a Lens?*



*It is a device which focuses radiation.*

- مغناطیسی
- الکتروستاتیکی

- عدسی های متمرکز کننده:

- پرتوی منتشره از طریق تفنگ الکترونی را باریک می کنند و قطر آن را در هنگام برخورد با نمونه کنترل می کنند

- ✓ سطحی از نمونه که در معرض پرتو قرار می گیرد

- ✓ و شدت پرتوی تابیده شده بر نمونه توسط عدسی ها کنترل می شود.

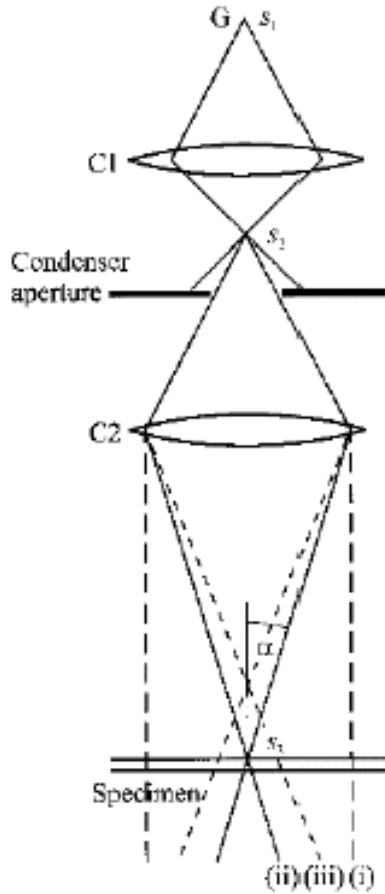
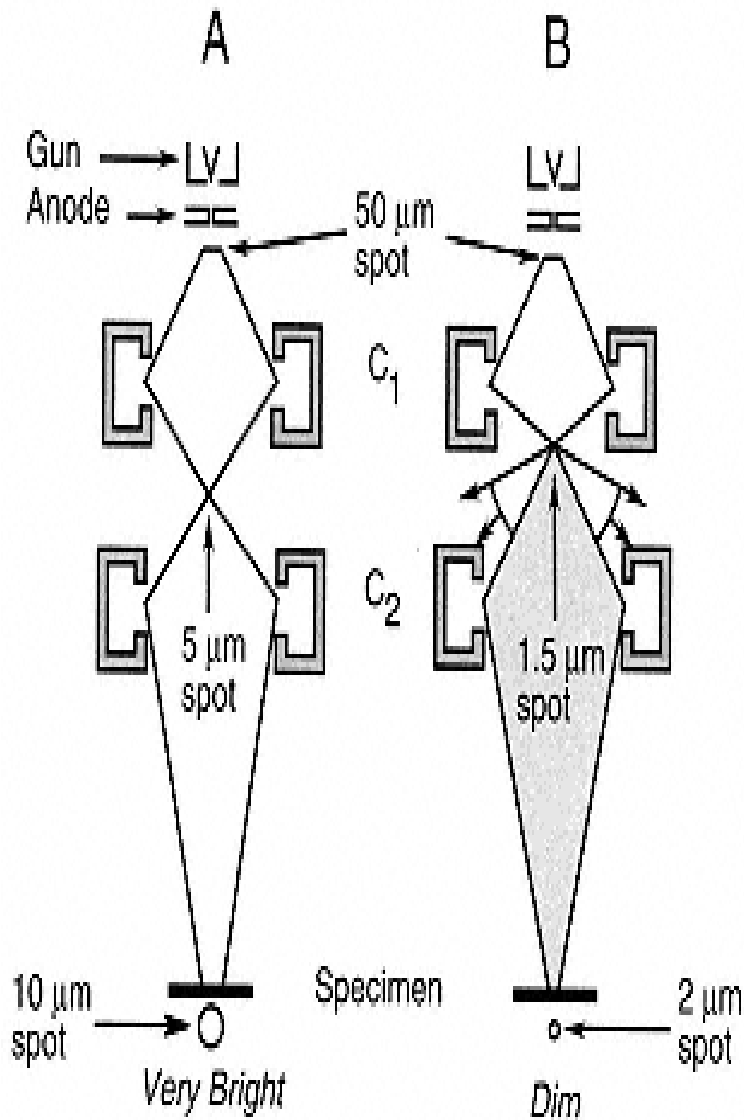


Figure 4.3 The two-lens condenser system. The spot of size  $s_1$  at the gun crossover (G) is demagnified to  $s_2$  by the first condenser lens C1. The second condenser lens C2 is used to focus the beam; it may also change the spot size to  $s_3$ . (i), (ii) and (iii) show underfocused, focused and overfocused beams respectively. The convergence angle  $\alpha$  is controlled by the condenser aperture. An animated version of this diagram can be found in MATTER: Introduction to electron microscopes.



عدسی متمرکز کننده ۱:

- متمرکز کننده قوی

- تعیین کننده اندازه قطر پرتو

عدسی متمرکز کننده ۲:

- عدسی بالنسبه ضعیف

- کنترل کننده روشنایی

The condenser lens system.

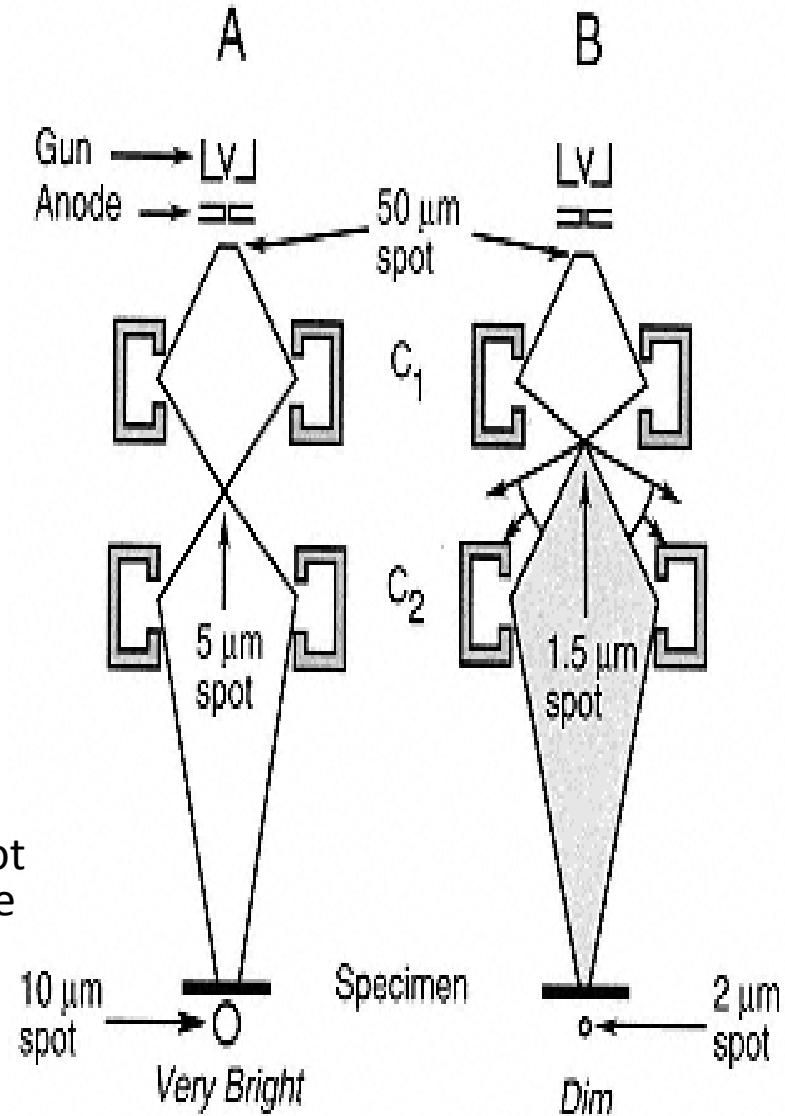
(A) In this mode, the 50  $\mu\text{m}$  gun crossover is reduced to 5  $\mu\text{m}$  by condenser lens 1, C1, and then slightly enlarged by condenser lens 2, C2, to yield a 10  $\mu\text{m}$  spot on the specimen that is five times brighter than the initial gun crossover.

(B) At higher magnifications, the 50  $\mu\text{m}$  gun crossover is reduced to 1.5  $\mu\text{m}$  by a highly energized C1. This refracts the peripheral electrons to such a great angle that they cannot enter C2 and are therefore lost. After C2 slightly enlarges the C1 spot, the resulting 2  $\mu\text{m}$  spot is rather dim.

If C1 is highly energized in order to generate a small spot the focal length is made so short and the aperture angle so great that many electrons are refracted to such an extent that they do not enter C2.

On the other hand, if C1 is weakened to generate a larger spot, the focal length is longer and the aperture angle is smaller so that effectively all electrons may now enter C2.

Therefore, as the C1 spot is made progressively smaller, overall illumination tends to diminish.



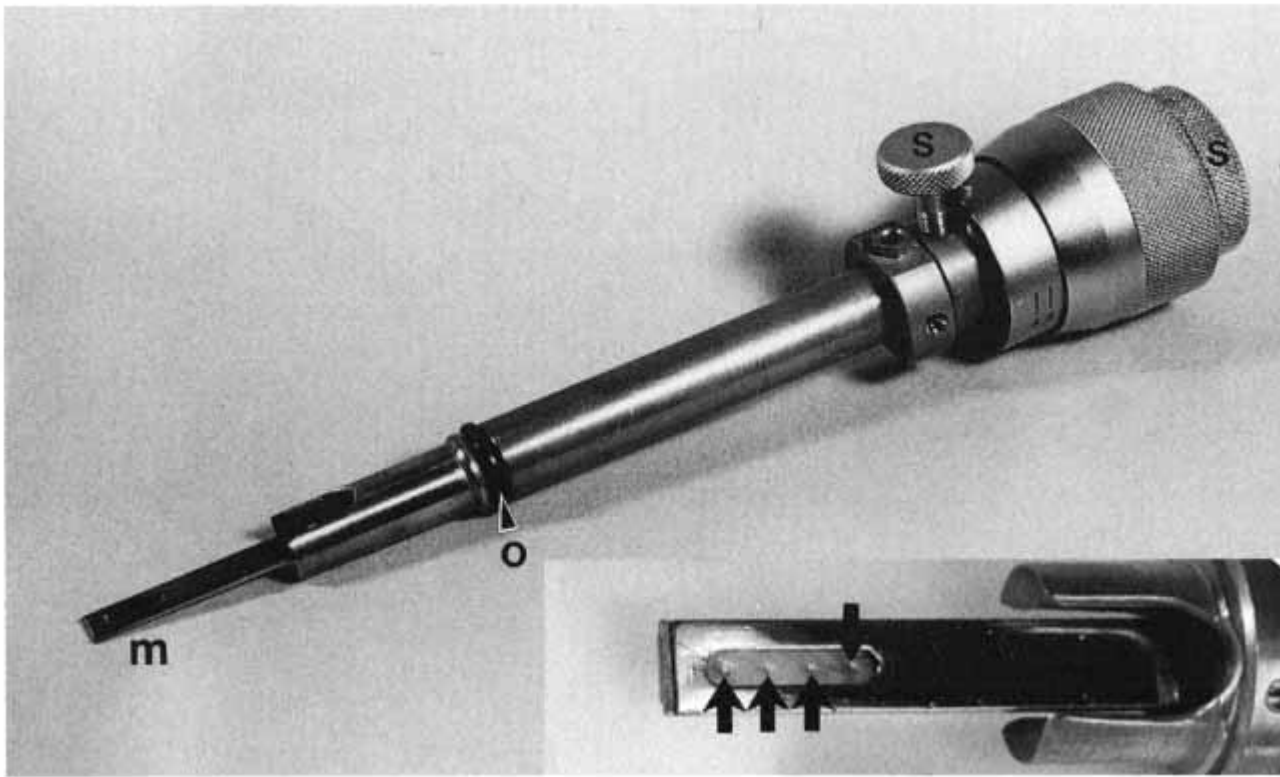
## دریچه متمرکز کننده

- ***Apertures in Condenser Lenses.*** Depending on the design of the transmission electron microscope, one or both condenser lenses may have apertures of variable sizes.
- Generally, the **C1** aperture is an internal aperture of a **fixed size**, while the **C2** aperture is **variable** by inserting into the **electron beam pathway** **apertures** of different sizes attached to the end of a shaft.
- A popular method is to use a molybdenum foil strip containing 3 or 4 holes of 500, 300, 200, and 100  $\mu\text{m}$  in diameter
- ***larger condenser apertures give more illumination but with more spherical aberration.***

• دریچه متمرکز کننده

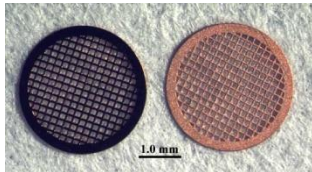
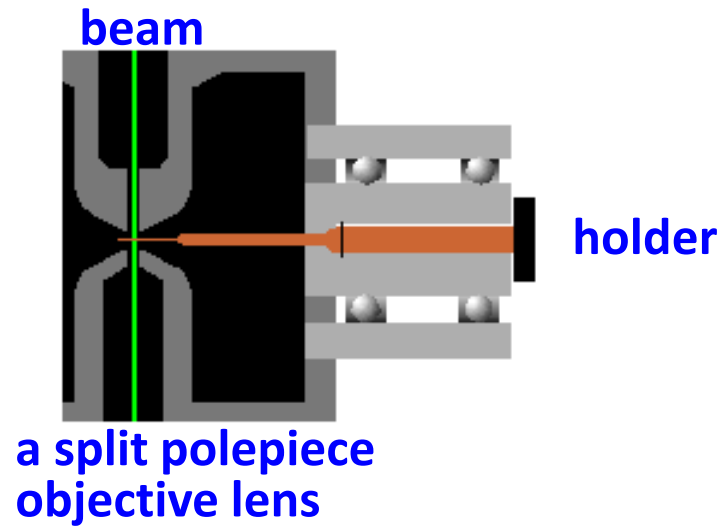
✓ اصلاح نقص کروی

✓ بر روی میزان شدت پرتوی الکترونی اثر دارد.



Variable aperture holder from a TEM. The rod contains a molybdenum strip (m) with apertures of various sizes. Positioning screws (s) permit the precise alignment of the apertures in the electron beam. An O-ring seal (o) permits the aperture to be sealed off inside the vacuum of the microscope column. Insert shows enlargement of the molybdenum aperture strip held in place by a brass retainer clip. Arrows point to apertures in the strip.

# نگهدارنده نمونه

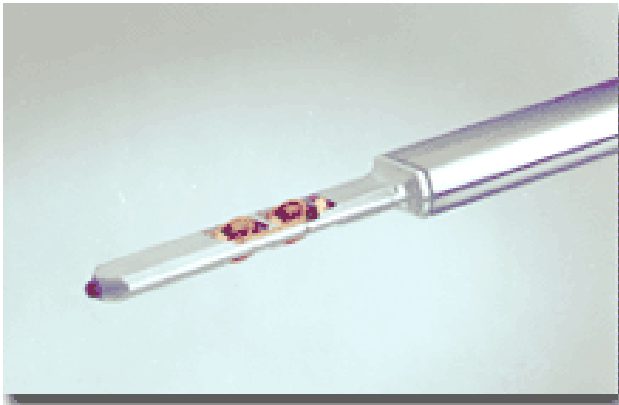


- Most specimens are mounted on a copper meshwork or *grid*.
- Grids are placed into a specimen holder and, after insertion into an air lock, the chamber is evacuated and the specimen holder is inserted into the stage of the microscope.

the specimen may be subjected to **stretching and compression** in a *tensile stage*, and **heating or cooling** in specially modified *thermal stages*.



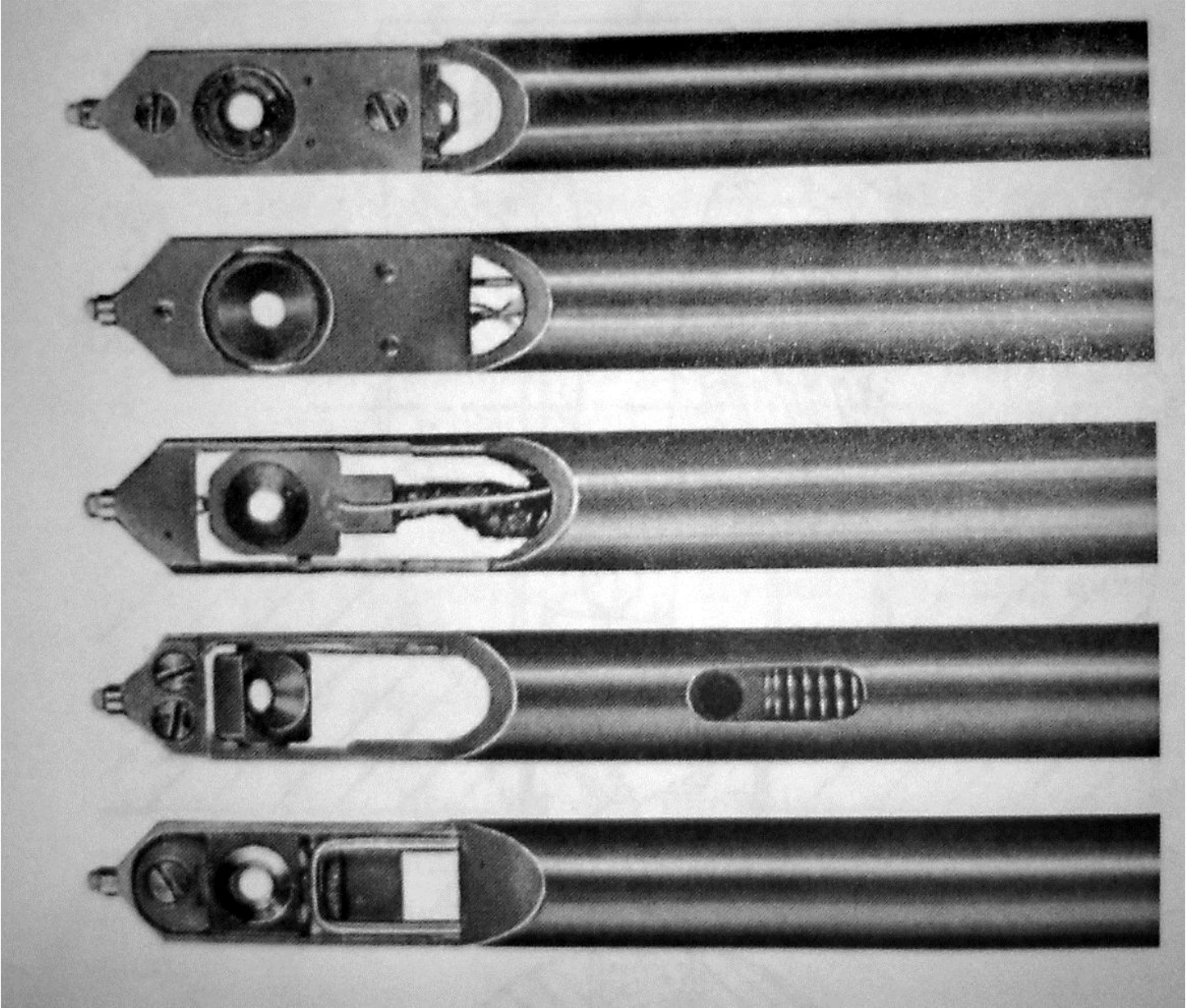
**Double tilt heating**



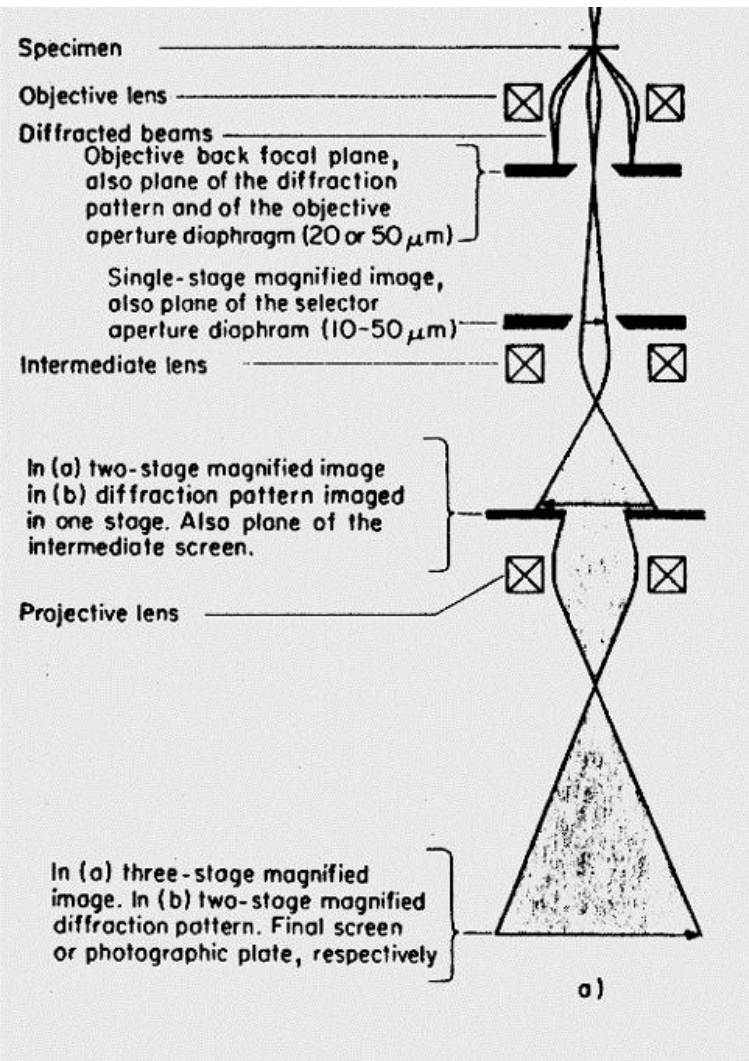
**Twin specimen holder**



**Heating and straining**

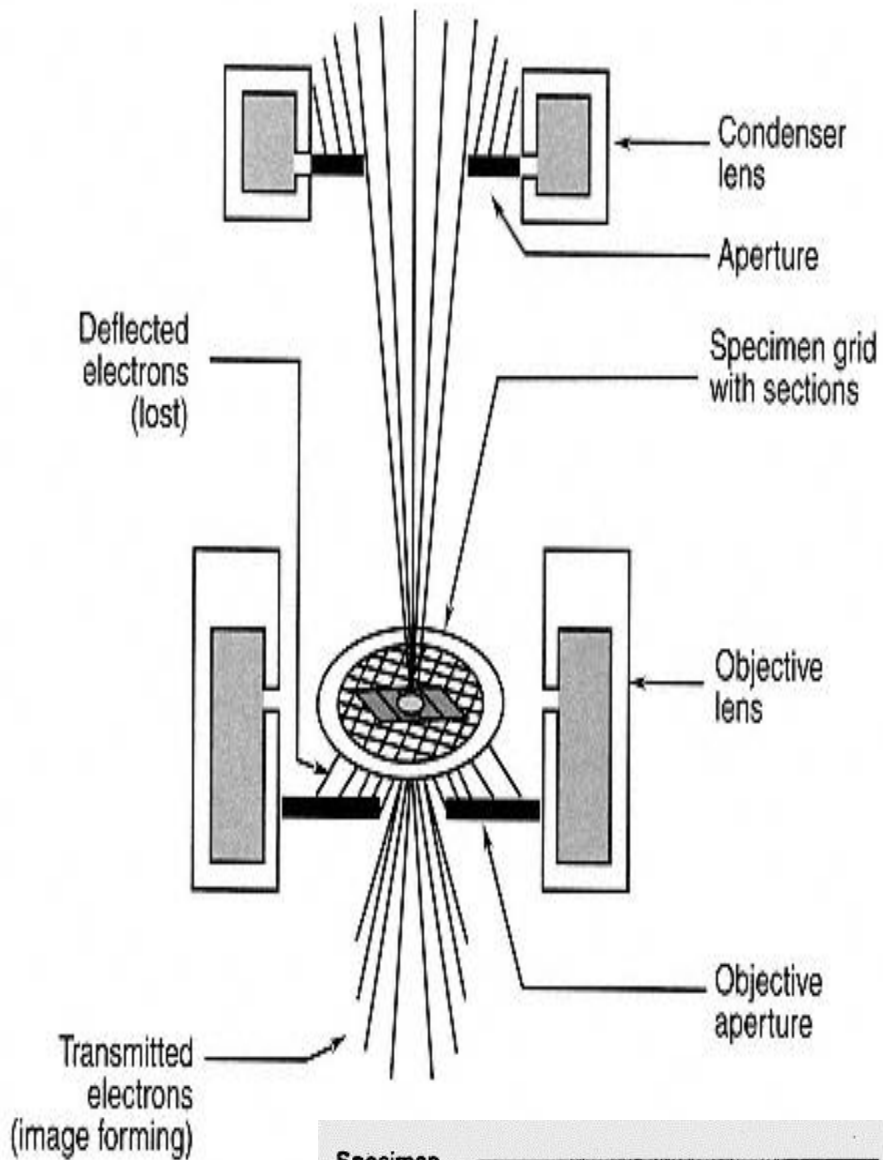


# عدسی های میانی و شیئی

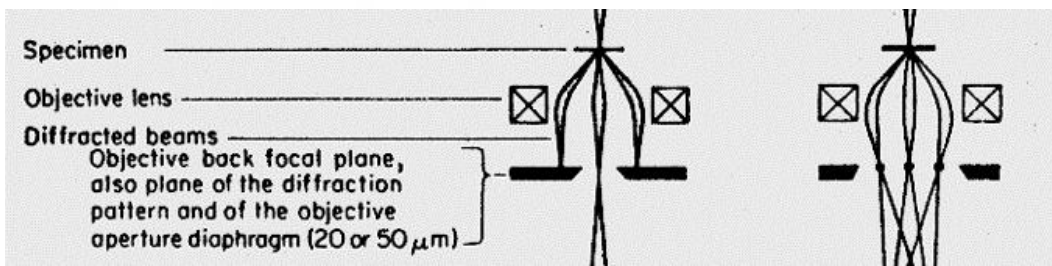


- نقش عدسی شیئی تشکیل اولین تصویر یا الگوی پراش میانی است.
- اولین تصویر از بزرگنمایی ۵۰ تا ۱۰۰ برابر برخوردار است.
- توسط یک سری از عدسی های میانی و تصویری بزرگ شده و بر روی صفحه نمایش فلئورسانس تابانده می شود.
- با ۳ الی ۴ سری عدسی که هر کدام تا ۲۰ برابر تصویر را بزرگ می کنند می توان به بزرگنمایی تا ۱ میلیون برابر دست یافت.
- برای بزرگنمایی های کمتر می توان تعدادی از عدسی ها را خاموش کرد.

$$M_{ob} \times M_{int} \times M_{proj} = \text{Total Mag}$$



با کاهش اندازه روزنه شیئی حد تفکیک نمونه بدلیل حذف پرتوهای به دور از محور مرکزی ستون الکترواپتیک (کاهش خطاها) بهبود پیدا می کند



# فیلتر انرژی

Some specialized microscopes have an *energy filter* below the specimen, which can be tuned to allow the passage of only elastically scattered electrons or electrons which have suffered a particular energy loss. This has distinct advantages in, for example, high resolution electron microscopy (see section 4.2.4), since inelastic scattering degrades image quality. It is also useful in the quantitative interpretation of diffraction pattern intensities, since there is always a diffuse background of inelastically scattered electron intensity in an unfiltered diffraction pattern. Energy filters can also be deployed below the camera as part of an electron energy loss spectrometer. They can give dramatic improvements in the quality of images and diffraction patterns, especially from thick specimens where inelastic scattering effects are significant

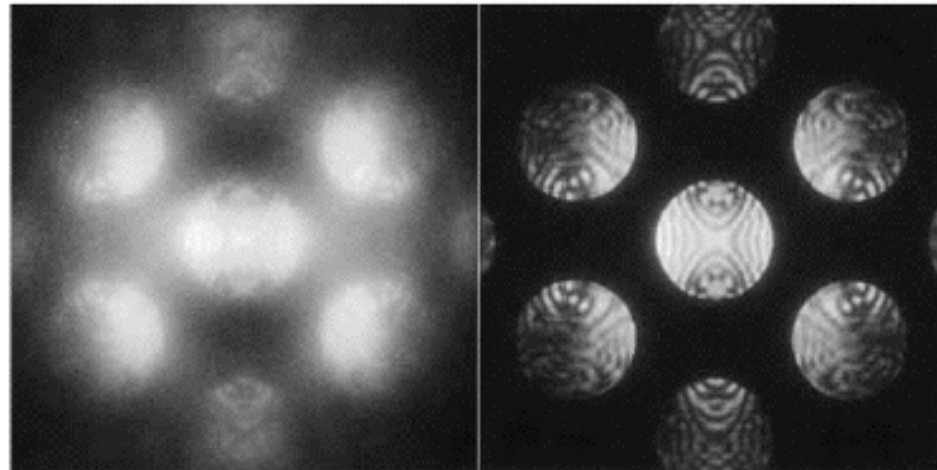
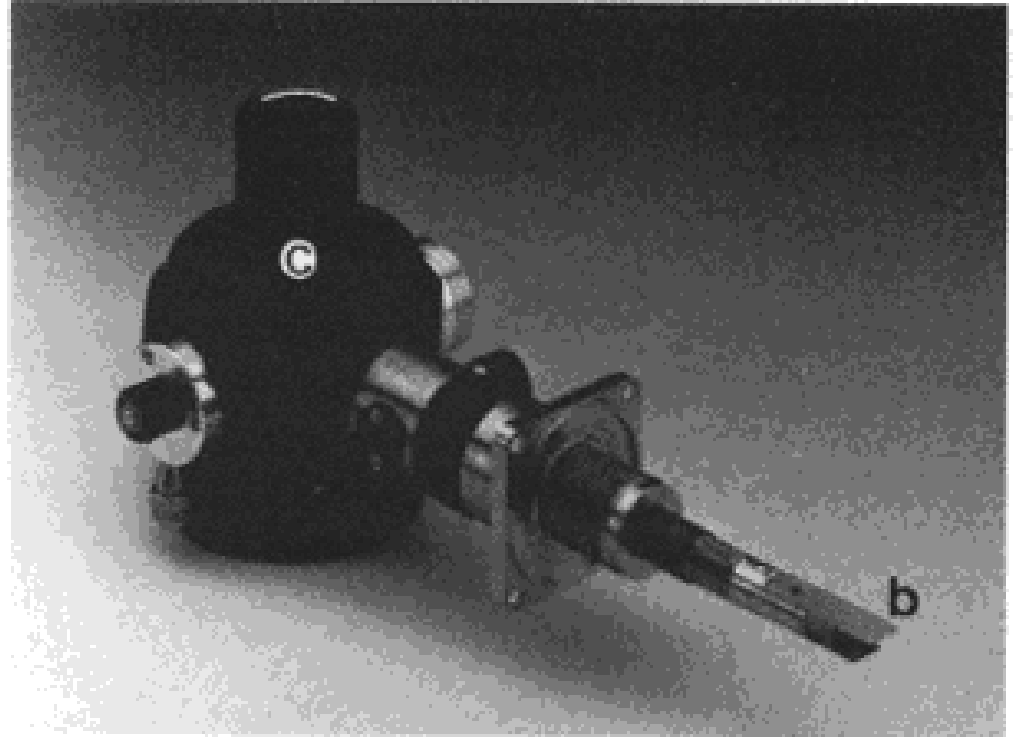


Figure 4.6 A convergent beam electron diffraction (CBED) pattern from relatively thick Si, taken with the incident beam along the  $[110]$  axis. Inelastic scattering gives a diffuse background and loss of contrast in the unfiltered image (left). An energy filter, tuned to accept only electrons which have been elastically scattered (zero energy loss electrons), removes this effect and gives a far clearer image (right). (Courtesy of C. B. Boothroyd, University of Cambridge)

# سیستم کاهش آلودگی



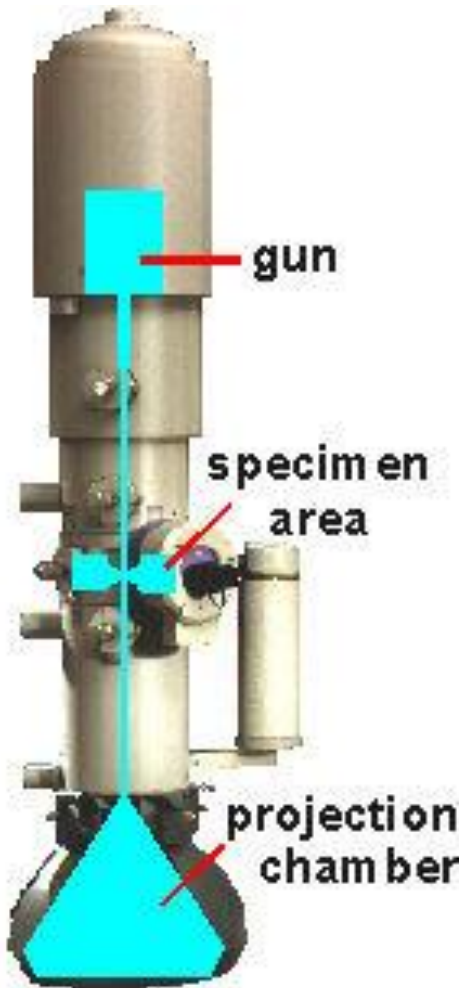
Specimen anticontaminator or cold finger. The large container (c) is filled with liquid nitrogen to chill the cold finger blade (b) that is located just above and below the specimen.

An O-ring seals the apparatus from the atmosphere.

# Vacuum

The vacuum around the specimen is around  $10^{-7}$  Torr.

The vacuum in the gun depends on the type of gun, either around  $10^{-7}$  Torr (the tungsten or  $\text{LaB}_6$  gun) or  $10^{-9}$  Torr (for the Field Emission Gun).



- میکروسکوپ الکترونی در هوا نمی تواند عمل کند چون:
- الکترونهای موجود در باریکه به مولکول های هوا اصابت می کنند و قبل از اینکه باریکه ۱ متر جابجا شود، هیچ الکترونی در آن نخواهد بود.

- هوا عمدتاً دارای گازهایی مانند نیتروژن و اکسیژن و دی اکسید کربن است ولی حاوی مولکول های هیدروکربن نیز هست. وقتی باریکه به این مولکول ها برخورد می کند، هیدروکربن ها تجزیه می شوند و کربن آنها باعث آلودگی نمونه می شود. (البته این مساله در خلا هم رخ می دهد.)

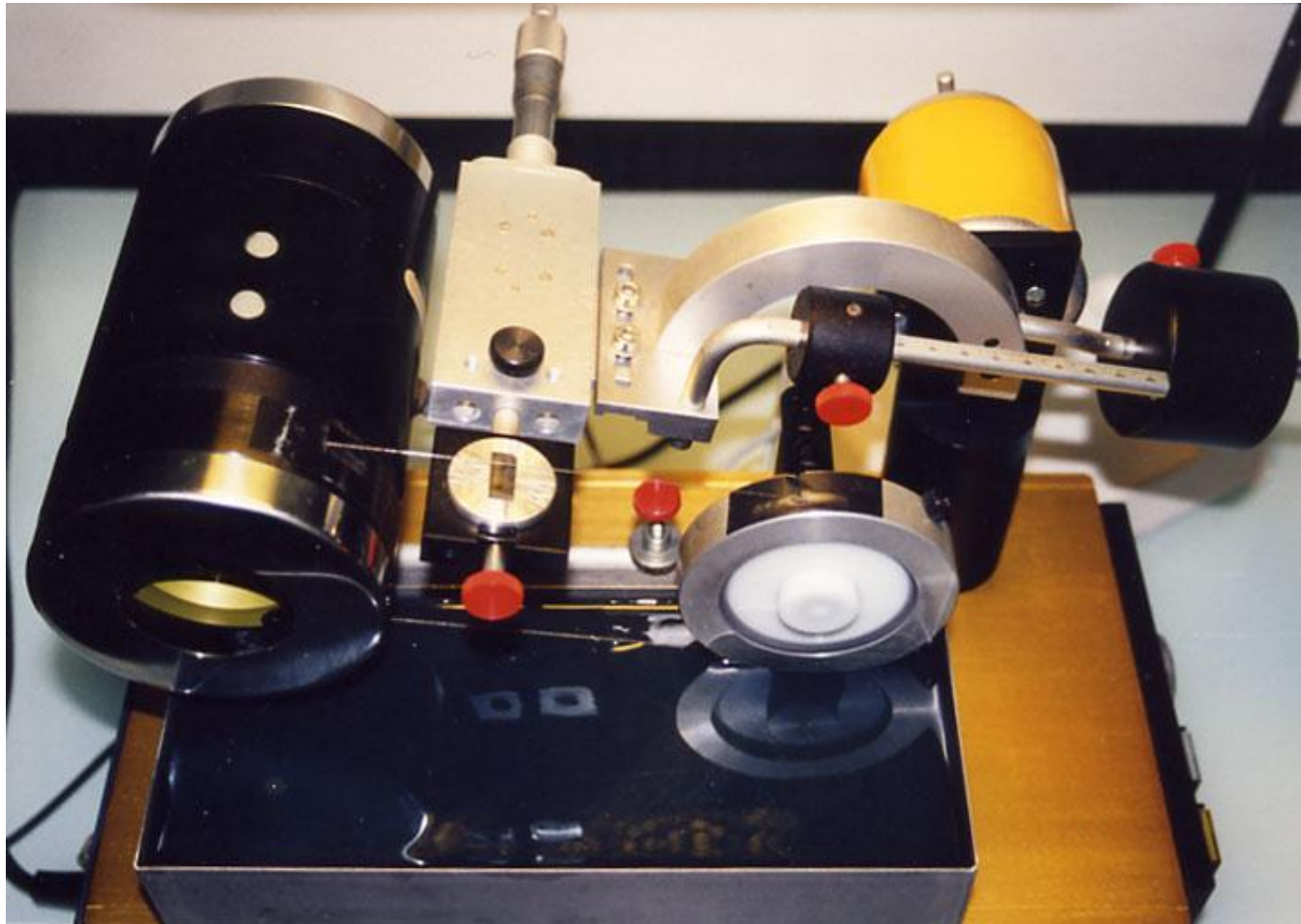
# آماده سازی نمونه

- Specimen preparation is an important aspect of the transmission electron microscopy (TEM)
- Objective: To make a TEM specimen which is
  - ✓ representative of the material studied
  - ✓ electron transparent
- Methods: depend on both the type of material and the information to obtain.

# Low Speed Saw

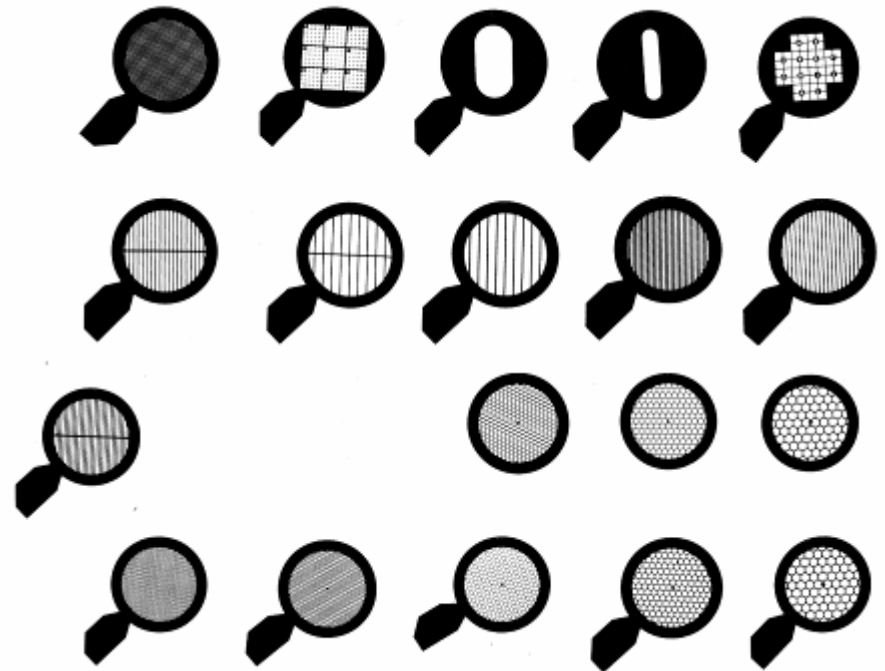
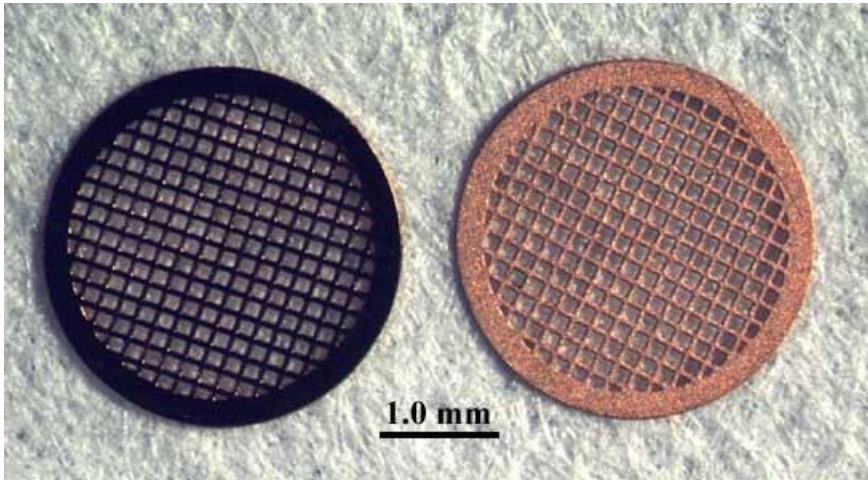


# Wire Saw



# TEM Grids

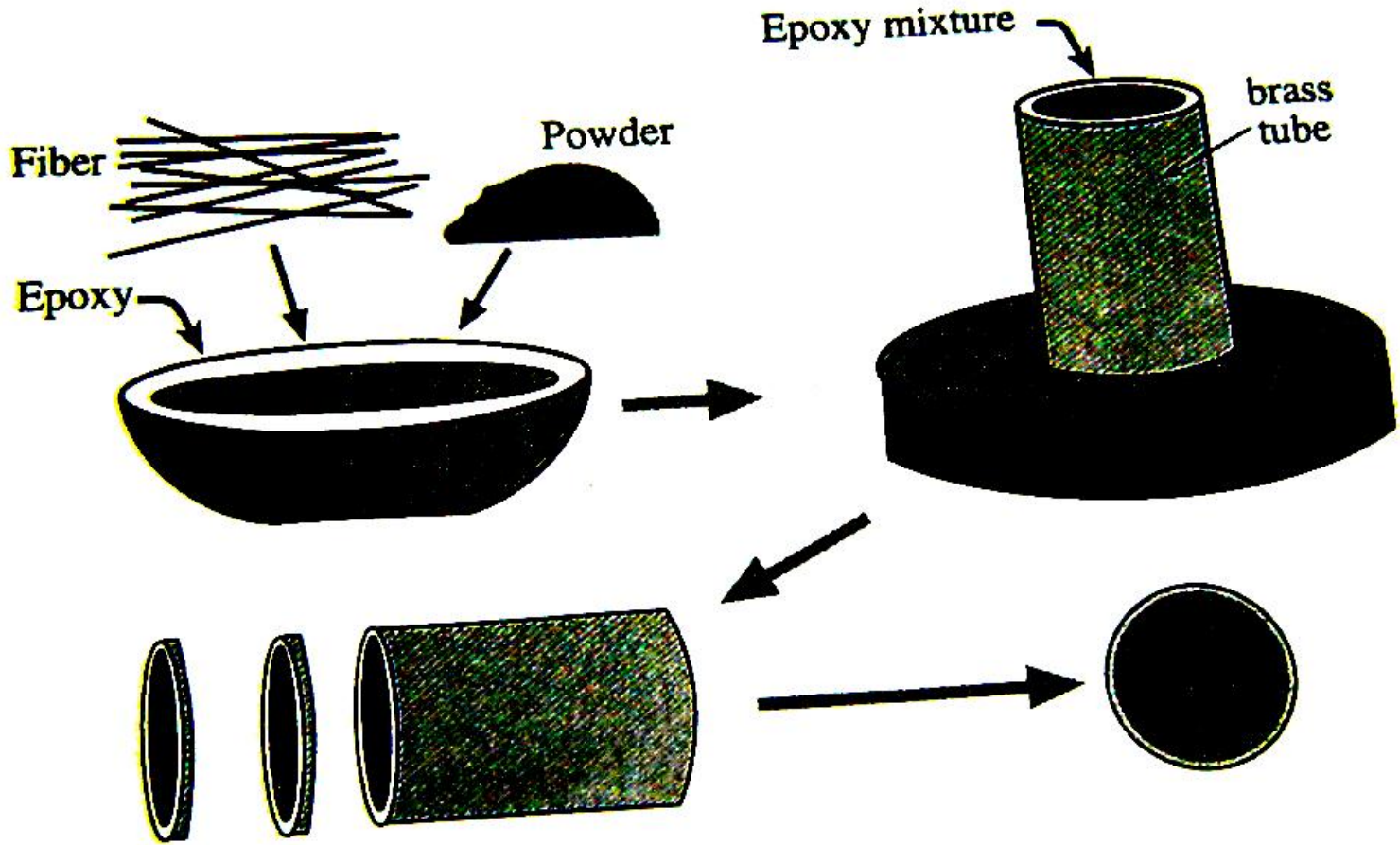
- TEM grids are 3 mm supports of various meshes
- You will handle them by the edges with fine forceps



# Powder specimen

1. Grind the material
2. Dissolve the powder into a solution, mix.
3. Splash one drop of solution onto a copper grid with carbon supporting film
4. Wait until the specimen is dry before observing in TEM

# Powder



# Electrojet thinning

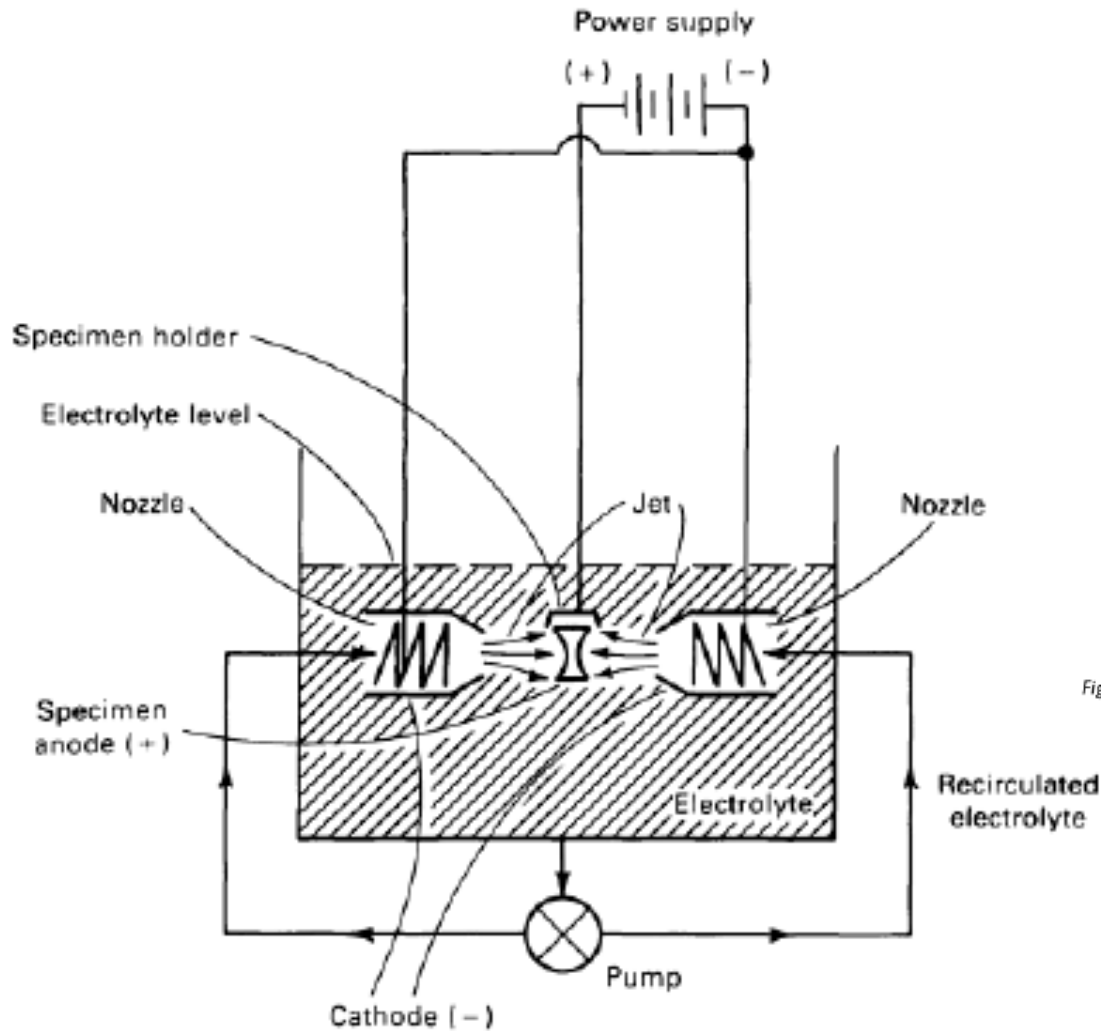


Fig. 31 Electrojet thinning for TEM examination.

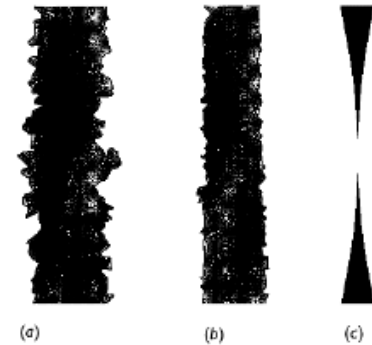
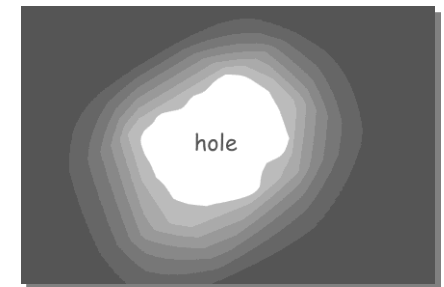


Figure 4.40 The stages of electrojet thinning a metal specimen. The thick, rough sheet (a) becomes smoother and thinner (b) and eventually perforates (c). The thinnest regions around the perforation should be suitable for examination in the TEM.



# Jet Plisher



# Window Technique

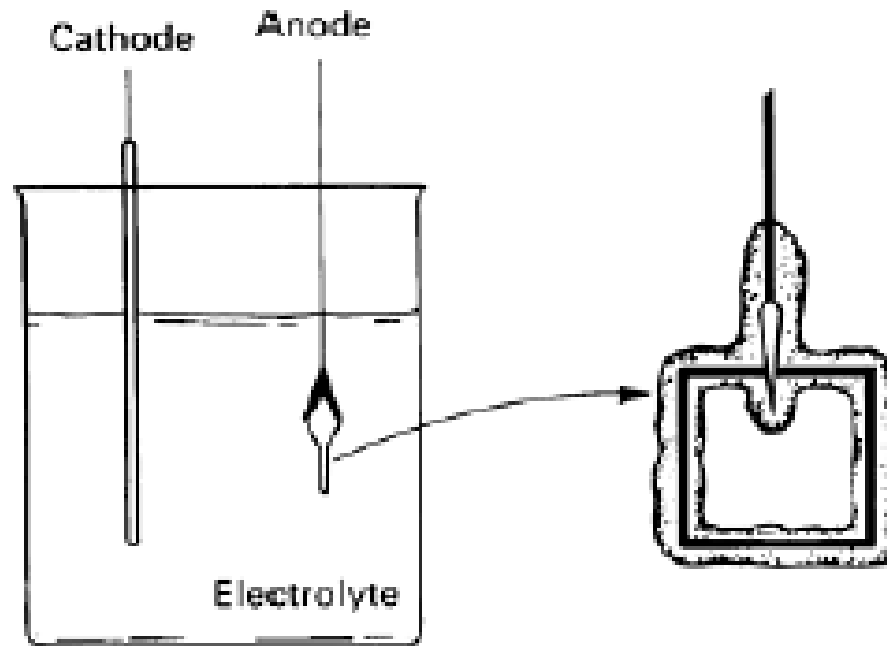
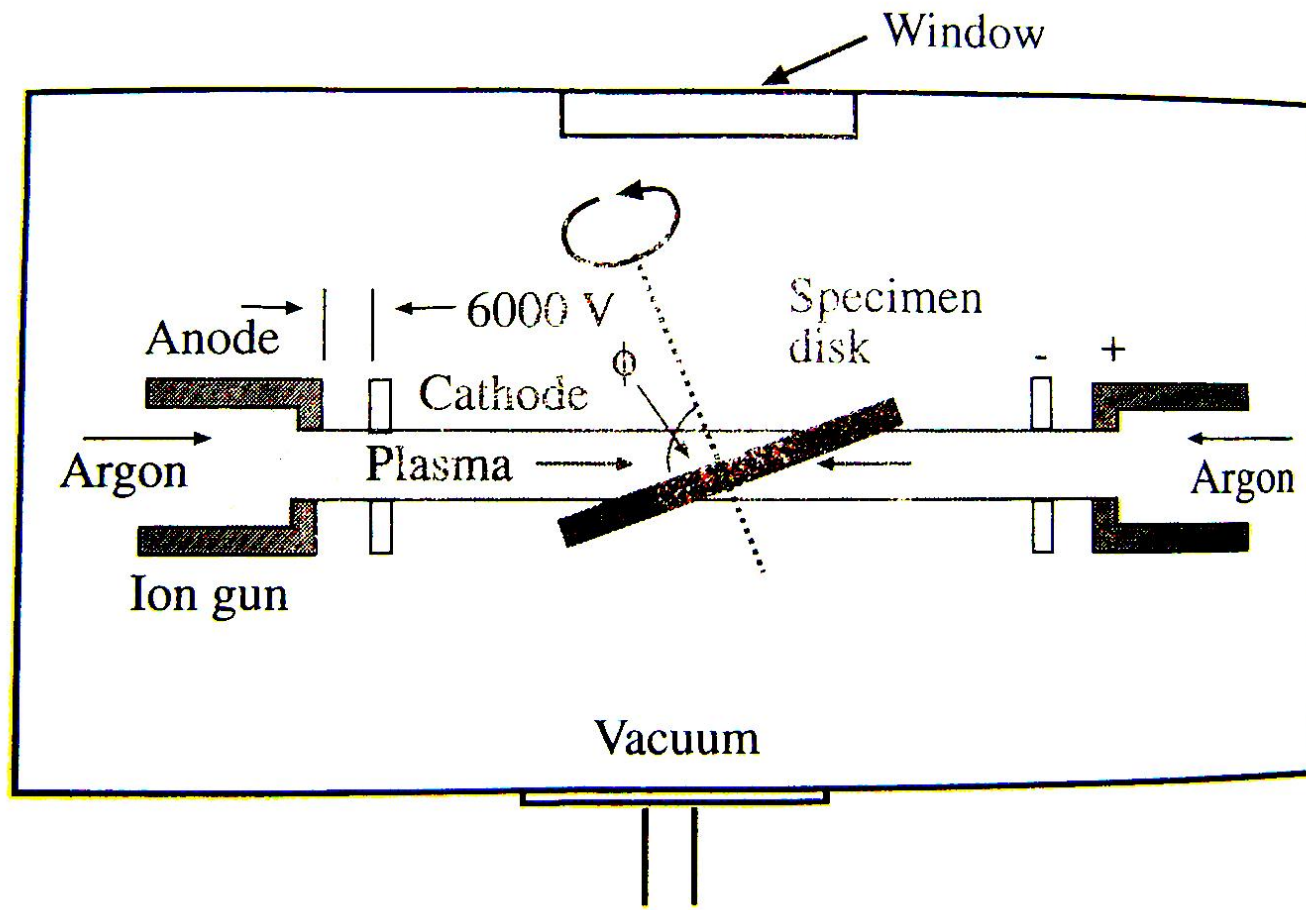


Fig. 32 The window technique.

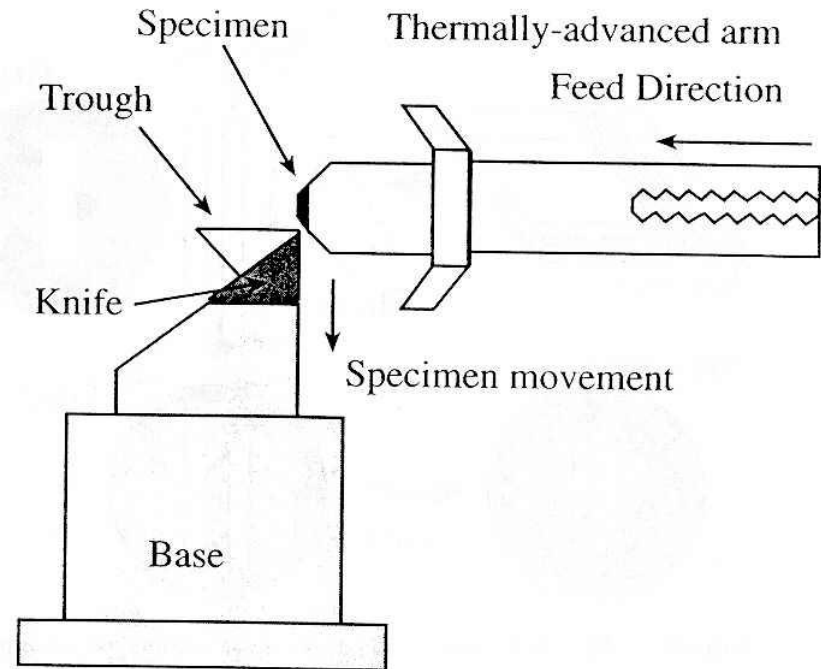


# Ion Milling



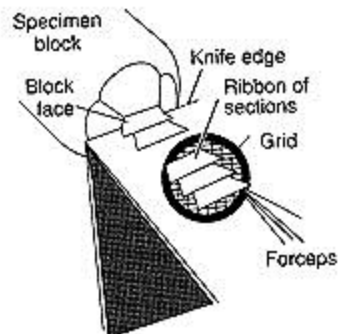
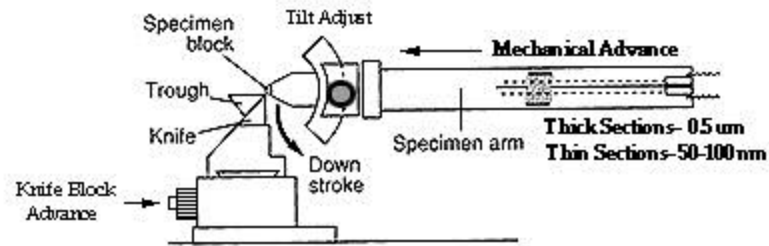
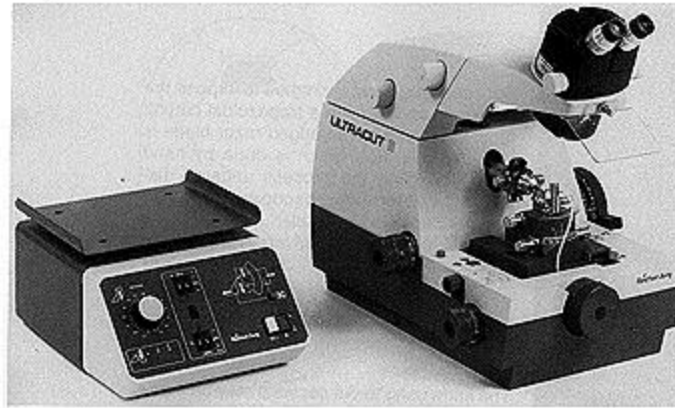
# Ultramicrotomy

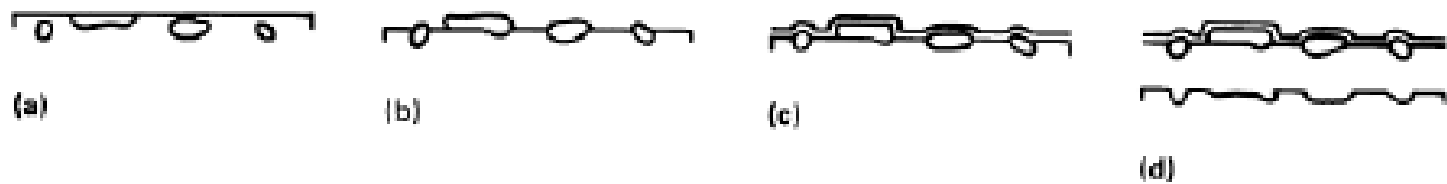
- Used for sectioning biological material
- Can create thin film of multiphase material
- Leave the chemistry of the material unchanged
- But introduce deformation structure to the material



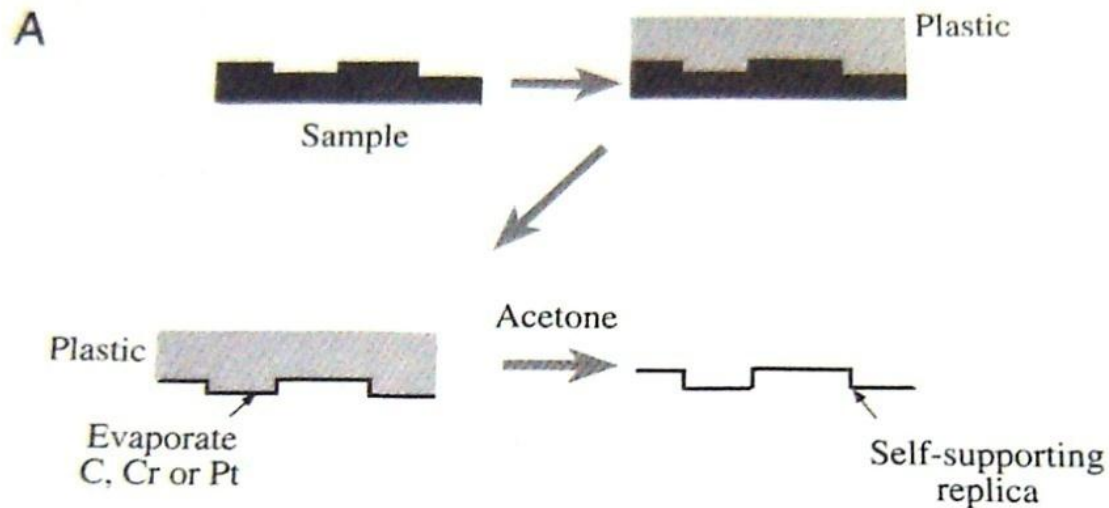
# Ultramicrotome

## Reichert Ultracut E Ultramicrotome



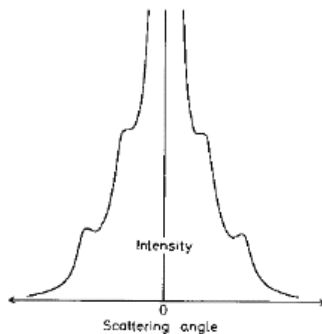


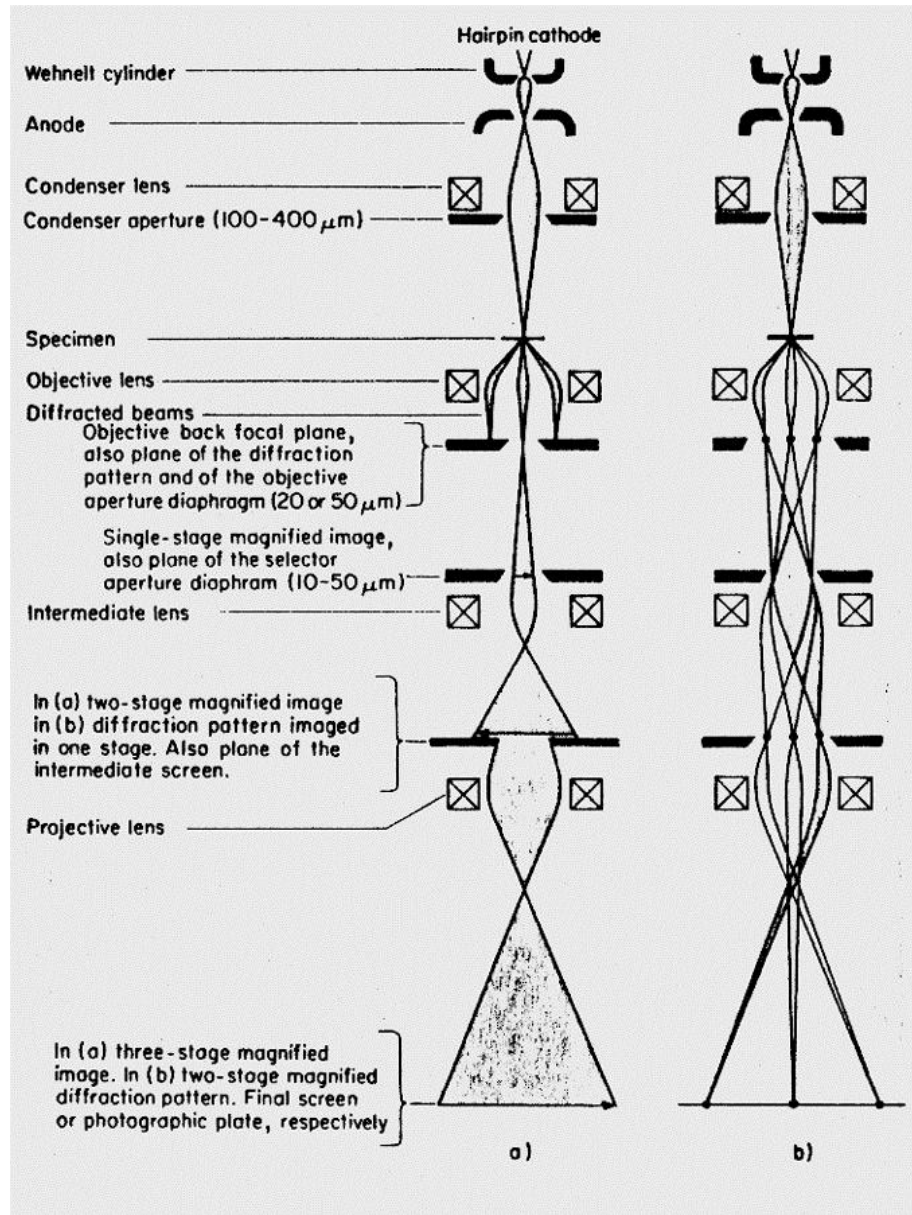
**Fig. 34** Procedure used to produce single-stage extraction replicas for the analysis of small particles originally embedded in a matrix. (a) The original material with particles embedded in a matrix. (b) The particles have been etched to stand in relief. (c) The specimen is coated with a carbon film, usually by vacuum evaporation. (d) The specimen is immersed in an aggressive solution to release the particles from the matrix. Source: Ref 35



# تفرق (Scattering) الکترون ها توسط اتم ها

- در تمام انواع میکروسکوپ الکترونی الکترونهاى اولیه وارد نمونه مى شوند و همان الکترون ها یا الکترون های دیگر نمونه را ترک می کنند تا تصویر تشکیل دهند.
- هنگامی که الکترون ها از درون یک نمونه عبور می کنند به دو صورت الاستیکی و غیر الاستیکی تفرق حاصل می کنند.
- تفرق الاستیکی: تغییر جهت الکترون داریم ولی تغییر انرژی محسوسی نداریم (الگوی پراش تشکیل می دهند)
- تفرق غیر الاستیکی: توقف یک الکترون توسط یک جامد.
- بیشتر انرژی به حرارت تبدیل می شود و درصد کمی به پرتوی ایکس، نور یا الکترون ثانویه (مناسب برای تصویر سازی و آنالیز)

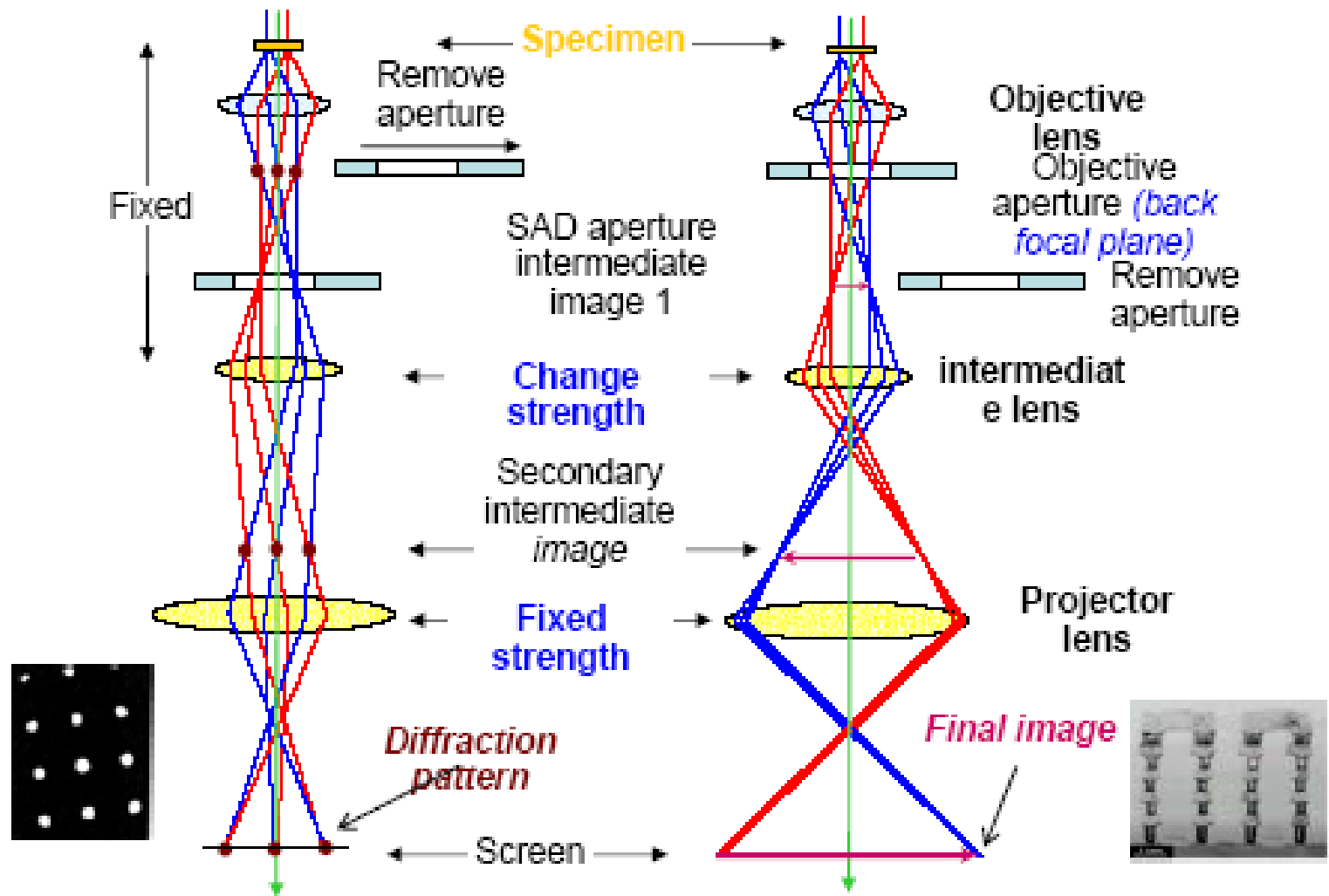




پراش الکترونی توسط سامان منظم اتمی نمونه با تداخل سازنده پرتوهای پراکنده شده الاستیک روی داده و در صفحه کانونی پشتی عدسی شیئی متمرکز می گردد.

# Diffraction mode

# Image mode



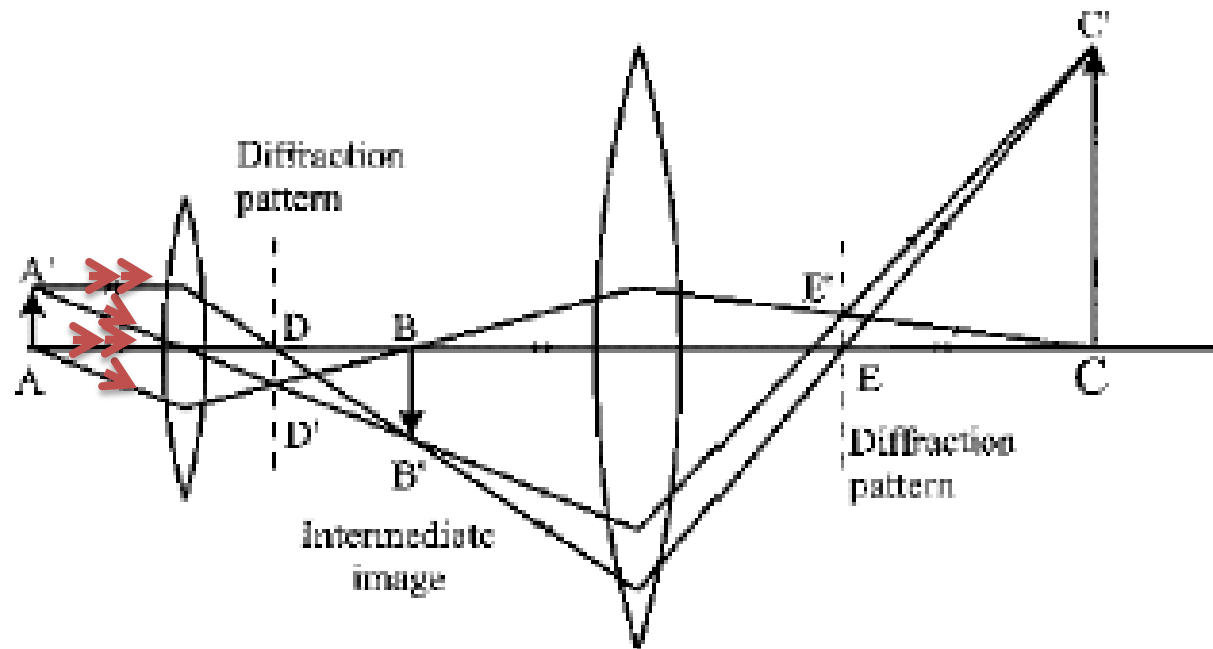
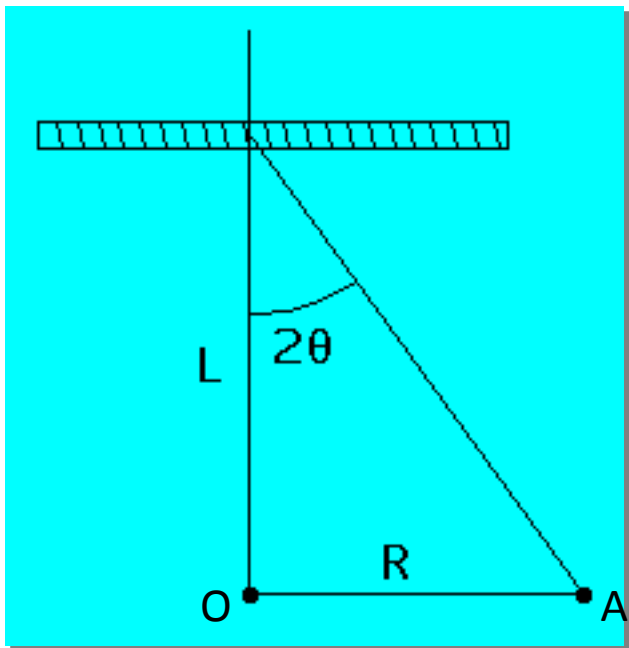
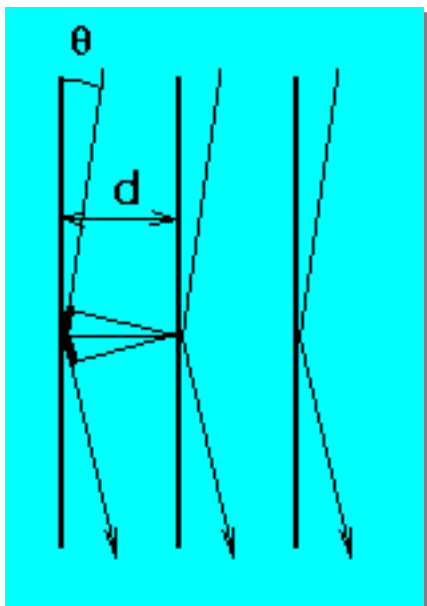


Figure 3.3 The ray diagram of a two-stage projection microscope showing the positions of the diffraction pattern (DD' and EE') and image (BB' and CC').

# پراش

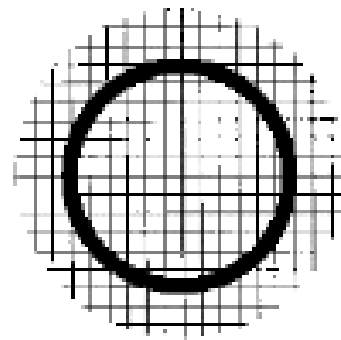


- طبق قانون براگ  $\lambda = 2d \sin \theta$
- ( $\lambda \sim 0.0251 \text{Å}$  at 200kV)
- $\lambda$  بسیار کوچک است.
- اگر  $d = 2.5 \text{Å}$  آنگاه  $\theta = 0.288^\circ$
- بنابراین داریم  $2\theta \approx \sin 2\theta$
- $\lambda = 2d \sin \theta \approx d (2\theta)$

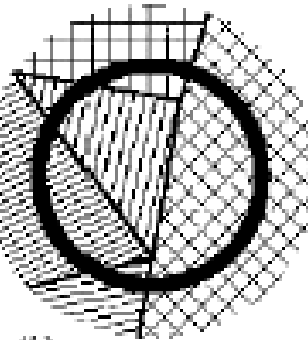
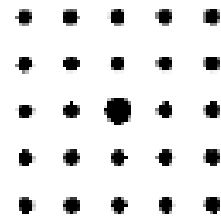


- $R/L = \lambda/d$
- $Rd = \lambda L$

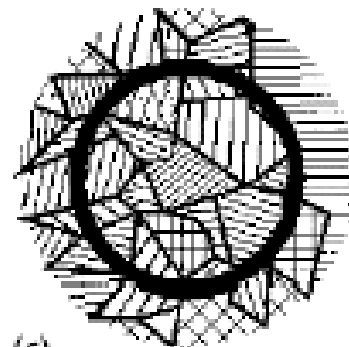
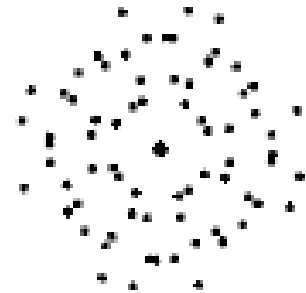
- L: طول دوربین
- $\lambda L$ : ثابت دوربین
- با اندازه گیری R می توان d را بدست آورد.



(a)



(b)



(c)

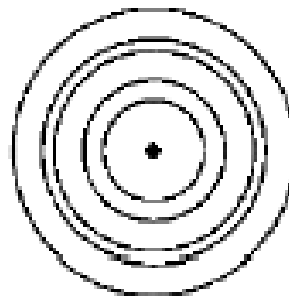
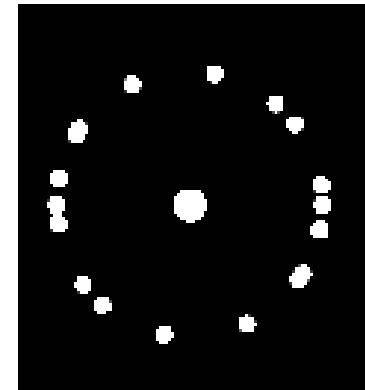
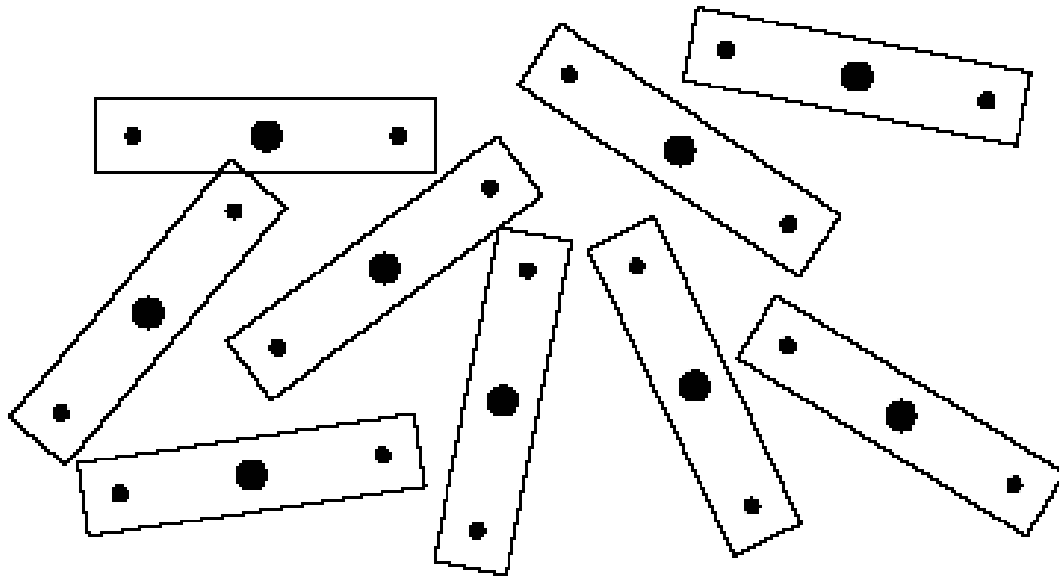


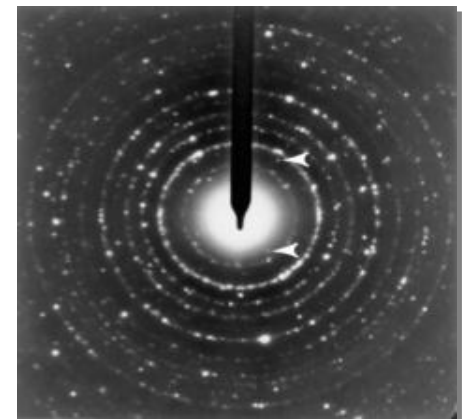
Figure 3.5 Types of diffraction pattern which arise from different specimen microstructures. (a) A single perfect crystal. (b) A small number of grains – notice that even with five grains the spots begin to form circles. (c) A large number of randomly oriented grains – the spots have now merged into rings.

# Ring pattern

- Many fine particles in the illumination area, each of them is a single crystal and orientated randomly



polycrystalline  
 $\text{BaTiO}_3$  spotty  
Debye rings

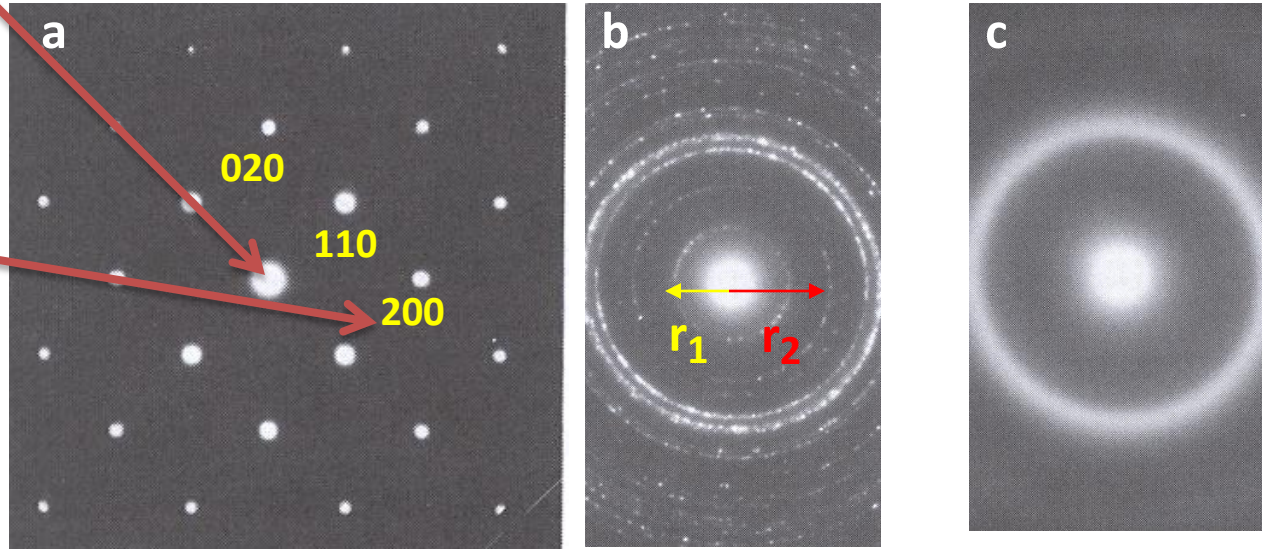


# SAED Patterns of Single Crystal, Polycrystalline and Amorphous Samples

نقطه مرکزی مربوط به باریکه عبوری است.

نقطه های دیگر  
مربوط به صفحات  
بلوری متفاوت است

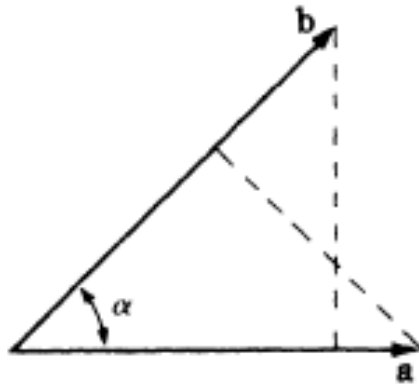
موقعیت نقطه ها  
توسط قانون براگ  
مشخص می شود



- Single crystal Fe (BCC) thin film-[001]
- Polycrystalline thin film of  $\text{Pd}_2\text{Si}$
- Amorphous thin film of  $\text{Pd}_2\text{Si}$ . The diffuse halo is indicative of scattering from an amorphous material.

- آنالیز حلقه ها و نقطه ها به ما اطلاعاتی درباره نمونه می دهد.
- برای تعیین ساختار کریستالی و پارامتر شبکه یک نمونه ناشناخته قابل اندیس گذاری هستند.
- برای تعیین جهت و همبستگی بین دو فاز قابل استفاده هستند.
- تعیین بردار برگرز نابجایی
- ...

# شبکه وارون



۱. ضرب عددی دو بردار

$$\mathbf{a} \cdot \mathbf{b} = ab \cos \alpha.$$

FIG. A15-1. Scalar product of two vectors.

$$(\mathbf{a} + \mathbf{b}) \cdot (\mathbf{c} - \mathbf{d}) = (\mathbf{a} \cdot \mathbf{c}) - (\mathbf{a} \cdot \mathbf{d}) + (\mathbf{b} \cdot \mathbf{c}) - (\mathbf{b} \cdot \mathbf{d}).$$

$$\mathbf{a} \cdot \mathbf{b} = \mathbf{b} \cdot \mathbf{a}.$$

# شبكة وارون

۲. ضرب برداری

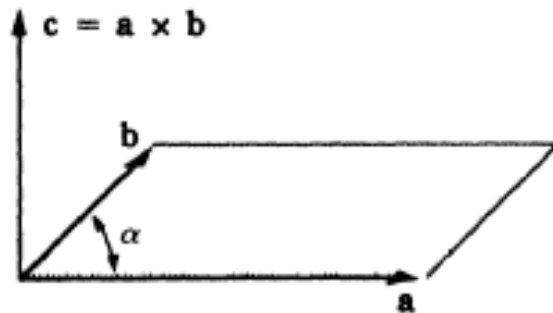


FIG. A15-2. Vector product of two vectors.

$$\mathbf{c} = \mathbf{a} \times \mathbf{b},$$

$$c = ab \sin \alpha.$$

The magnitude of  $\mathbf{c}$  is simply the area of the parallelogram constructed on  $\mathbf{a}$  and  $\mathbf{b}$

$$\mathbf{a} \times \mathbf{b} = -(\mathbf{b} \times \mathbf{a}).$$

**A15-3 The reciprocal lattice.** Corresponding to any crystal lattice, we can construct a *reciprocal lattice*, so called because many of its properties are reciprocal to those of the crystal lattice. Let the crystal lattice have a unit cell defined by the vectors  $\mathbf{a}_1$ ,  $\mathbf{a}_2$ , and  $\mathbf{a}_3$ . Then the corresponding reciprocal lattice has a unit cell defined by the vectors  $\mathbf{b}_1$ ,  $\mathbf{b}_2$ , and  $\mathbf{b}_3$ , where

$$\mathbf{b}_1 = \frac{1}{V} (\mathbf{a}_2 \times \mathbf{a}_3), \quad (1)$$

$$\mathbf{b}_2 = \frac{1}{V} (\mathbf{a}_3 \times \mathbf{a}_1), \quad (2)$$

$$\mathbf{b}_3 = \frac{1}{V} (\mathbf{a}_1 \times \mathbf{a}_2), \quad (3)$$

and  $V$  is the volume of the crystal unit cell.

$$\begin{aligned}
 b_3 &= \frac{|\mathbf{a}_1 \times \mathbf{a}_2|}{V} \\
 &= \frac{(\text{area of parallelogram } OACB)}{(\text{area of parallelogram } OACB)(\text{height of cell})} \\
 &= \frac{1}{OP} = \frac{1}{d_{001}},
 \end{aligned}$$

since  $OP$ , the projection of  $\mathbf{a}_3$  on  $\mathbf{b}_3$ , is equal to the height of the cell, which in turn is simply the spacing  $d$  of the (001) planes of the crystal lattice.

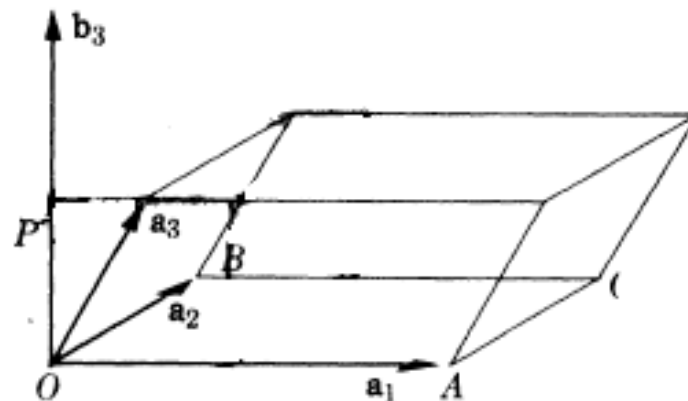


FIG. A15-3. Location of the reciprocal-lattice axis  $\mathbf{b}_3$ .

## مشخصات شبکه وارون

(1) A vector  $\mathbf{H}_{hkl}$  drawn from the origin of the reciprocal lattice to any point in it having coordinates  $hkl$  is perpendicular to the plane in the crystal lattice whose Miller indices are  $hkl$ . This vector is given in terms of its coordinates by the expression

$$\mathbf{H}_{hkl} = h\mathbf{b}_1 + k\mathbf{b}_2 + l\mathbf{b}_3.$$

(2) The length of the vector  $\mathbf{H}_{hkl}$  is equal to the reciprocal of the spacing  $d$  of the  $(hkl)$  planes, or

$$H_{hkl} = \frac{1}{d_{hkl}}.$$

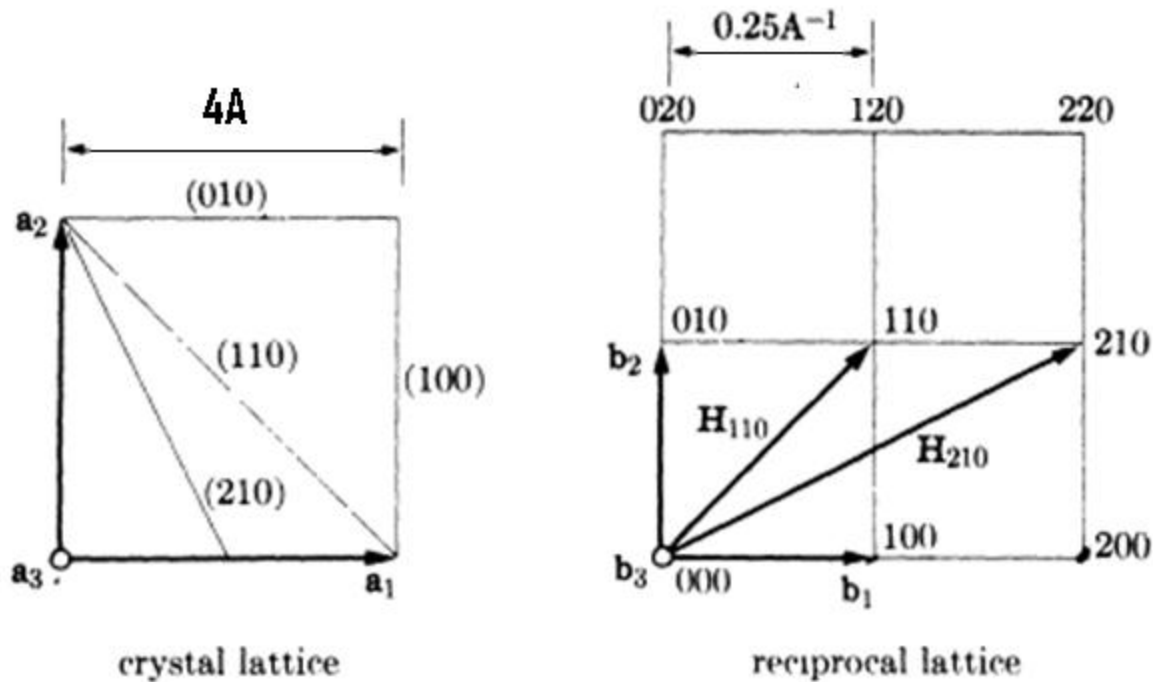


FIG. A15-4. The reciprocal lattice of a cubic crystal which has  $a_1 = 4A$ . The axes  $a_3$  and  $b_3$  are normal to the drawing.

- نقاط بردار شبکه معکوس تمام کریستال را تعریف می کنند هر نقطه شبکه معکوس مربوط به یک سری از صفحات کریستال است و جهت و فاصله آنها را تعیین می کند.

## The Ewald sphere construction

The relationship between the reciprocal lattice and the diffraction pattern can be demonstrated rather more formally by the *Ewald sphere construction*, which is shown in Figure 3.9.

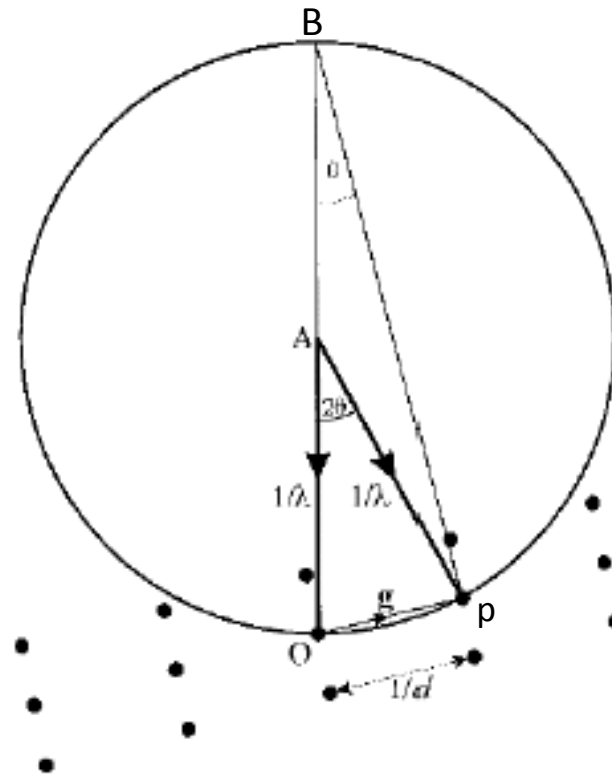
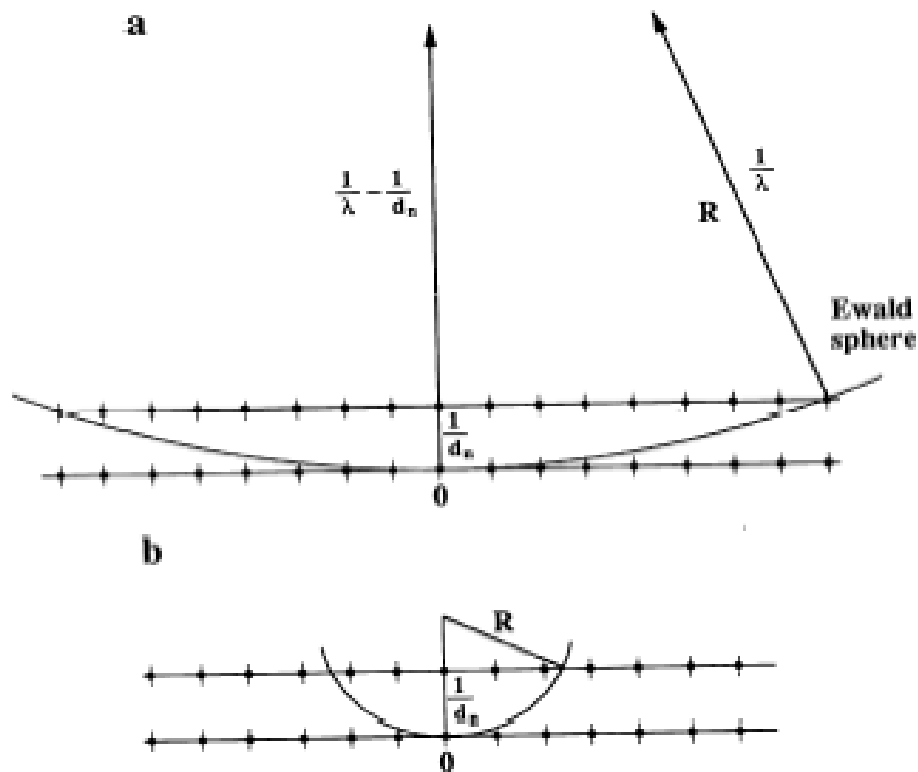


Figure 3.9 The Ewald sphere construction.

- (a) The diffracting crystal is represented by its reciprocal lattice.
- (b) The electron beam is represented by a vector of length  $1/\lambda$ , parallel to the beam direction, and terminating at the origin of the reciprocal lattice.
- (c) A sphere (the Ewald, or reflecting sphere) of radius  $1/\lambda$  is drawn about A.



در  $\lambda$  X-ray حدود  $1 \text{ \AA}$  است بنابراین شعاع کره فقط دو برابر اندازه تک سلول شبکه وارونه است بنابراین تعداد کمی انعکاس ممکن است اتفاق بیفتد

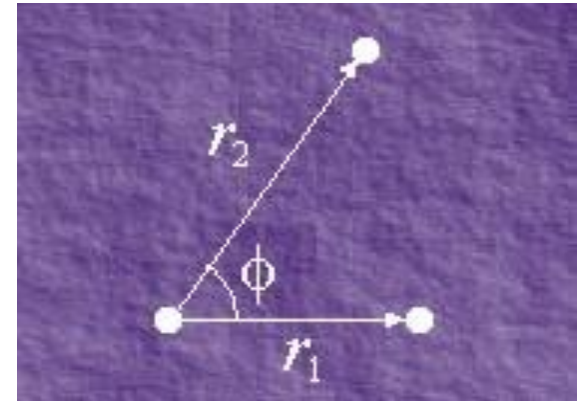
ولی در پراش TEM با استفاده از الکترون های پراورژی تر ( $\lambda = 0.037 \text{ \AA}$  و  $100 \text{ kV}$ ) شعاع کره حدود ۵۰ برابر است. تعداد زیادی انعکاس اتفاق می افتد در این حالت کره انعکاسی را می توان به عنوان یک صفحه دید. تعداد زیادی از نقاط شبکه معکوس نزدیک به کره بوده و قابل دیدن در نمودار پراش الکترون هستند.

- $\lambda$  بسیار کوچک  $\leftarrow \theta$  بسیار کوچک  $\leftarrow$  فقط صفحات موازی با باریکه ورودی قابل پراش هستند چون قانون براگ را رعایت می کنند.
- یعنی فقط  $H_{(hkl)}$  هایی از شبکه معکوس که عمود بر باریکه ورودی باشند قابل دیدن هستند.
- فواصل اندازه گیری شده روی صفحه پراش (نمودار SAD) در حقیقت بردارهای شبکه معکوس هستند.

# Indexing Diffraction Pattern-**ratio technique**

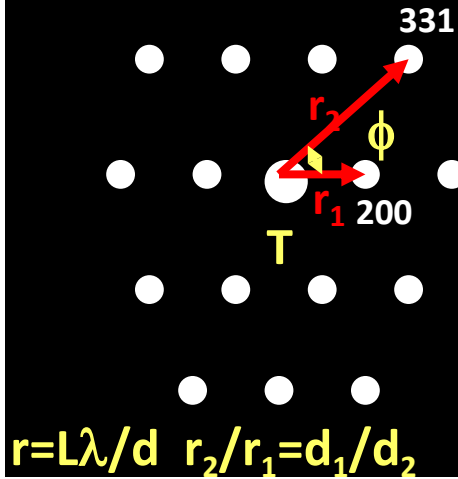
Any 2-D section of a reciprocal lattice can be defined by two vectors so only need to index 2 spots.

1. Choose one spot to be the origin and measure  $r_1$
2. measure the spacing of a second spot  $r_2$
3. measure the angle,  $\phi$
4. prepare a **table** giving the ratios of the spacings of permitted diffraction planes in the known structure
5. take measured ratio  $r_1/r_2$  and locate a value close to this in the table
6. assign more widely-spaced plane (lower indices) to the shorter  $r$  value
7. calculate angle between pair of planes of the type you have indexed
8. if measured  $\phi$  agrees with one of possible value, accept indexing. if not, revisit the table and select another possible pair of planes
9. finish indexing the pattern by vector addition.



[013]

Cubic



$$r_1 = \frac{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2}}{\sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}}$$

For allowable reflections in FCC

		$h_1 k_1 l_1$									
		111	200	220	311	222	400	331	420	422	333
$h_2 k_2 l_2$	111	1.00	1.15	1.64	1.92	2.00	2.30	2.51	2.59	2.84	3.00
	200	.865	1.00	1.42	1.66	1.73	2.00	2.18	2.23	2.45	2.60
	220	.610	.706	1.00	1.17	1.22	1.41	1.54	1.58	1.73	1.83
	311	.522	.602	.855	1.00	1.04	1.20	1.31	1.35	1.48	1.57
	222	.500	.578	.820	.962	1.00	1.15	1.26	1.29	1.41	1.50
	400	.433	.500	.710	.834	.870	1.00	1.09	1.12	1.23	1.30
	331	.396	.459	.649	.764	.794	.918	1.00	1.03	1.13	1.19
	420	.386	.449	.633	.741	.775	.884	.970	1.00	1.10	1.16
	422	.352	.408	.578	.675	.709	.814	.885	.909	1.00	1.06
	333	.333	.385	.546	.637	.667	.769	.840	.863	.943	1.00

$$\frac{r_1}{r_2} = \frac{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2}}{\sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}}$$

For allowable reflections in BCC

		$h_1 k_1 l_1$								
		110	200	211	220	310	222	321	400	411,330
$h_2 k_2 l_2$	110	1.00	1.41	1.74	2.01	2.24	2.45	2.65	2.83	3.00
	200	.707	1.00	1.23	1.42	1.58	1.73	1.87	2.00	2.12
	211	.575	.813	1.00	1.15	1.29	1.41	1.53	1.62	1.73
	220	.498	.706	.870	1.00	1.12	1.22	1.32	1.41	1.50
	310	.446	.633	.775	.894	1.00	1.10	1.18	1.26	1.34
	222	.409	.578	.710	.820	.909	1.00	1.08	1.15	1.22
	321	.378	.535	.645	.758	.847	.926	1.00	1.07	1.13
	400	.353	.500	.617	.710	.793	.870	.935	1.00	1.06
	411,330	.333	.472	.578	.667	.746	.820	.885	.943	1.00

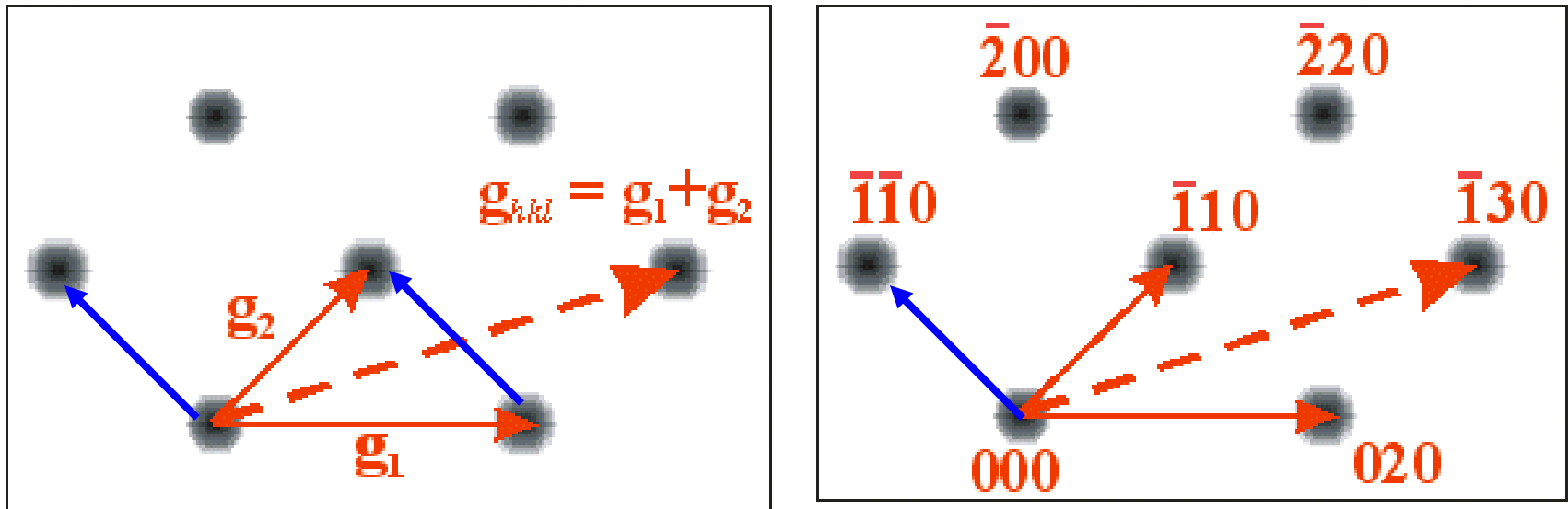
# Zone Axis of A SAD Pattern

Take any two **g** vectors,  $\mathbf{g}_1 (h_1k_1l_1)$  and  $\mathbf{g}_2 (h_2k_2l_2)$  from the diffraction patter. The zone axis is given by the vector product:

$$\mathbf{ZA} = \mathbf{g}_1 \times \mathbf{g}_2 = \begin{bmatrix} \mathbf{i}_1 & \mathbf{i}_2 & \mathbf{i}_3 \\ h_1 & k_1 & l_1 \\ h_2 & k_2 & l_2 \end{bmatrix}$$

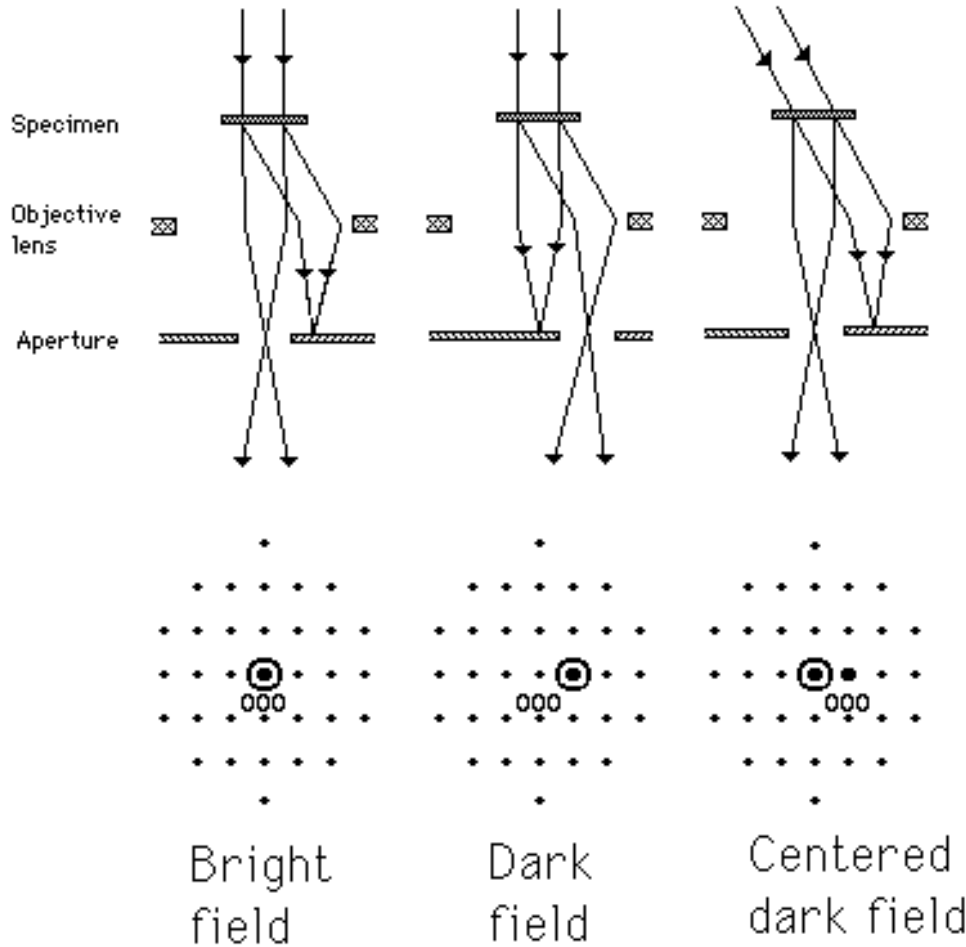
The zone axis is parallel to the electron beam direction.

# Indexing Electron Diffraction Patterns



If we know the index for two diffraction spots  
It is possible to index the rest of the spots by  
Using vector addition as shown. Every spots  
Can be reached by a combination of these two  
Vectors.

# تصویر در میدان روشن و تاریک



- فقط به پرتوی منحرف نشده اجازه عبور بدهیم: تصویر در میدان روشن
- اگر دریچه جابجا شود تا فقط یکی از پرتوهای پراشیده انتخاب شوند: تصویر در میدان تاریک

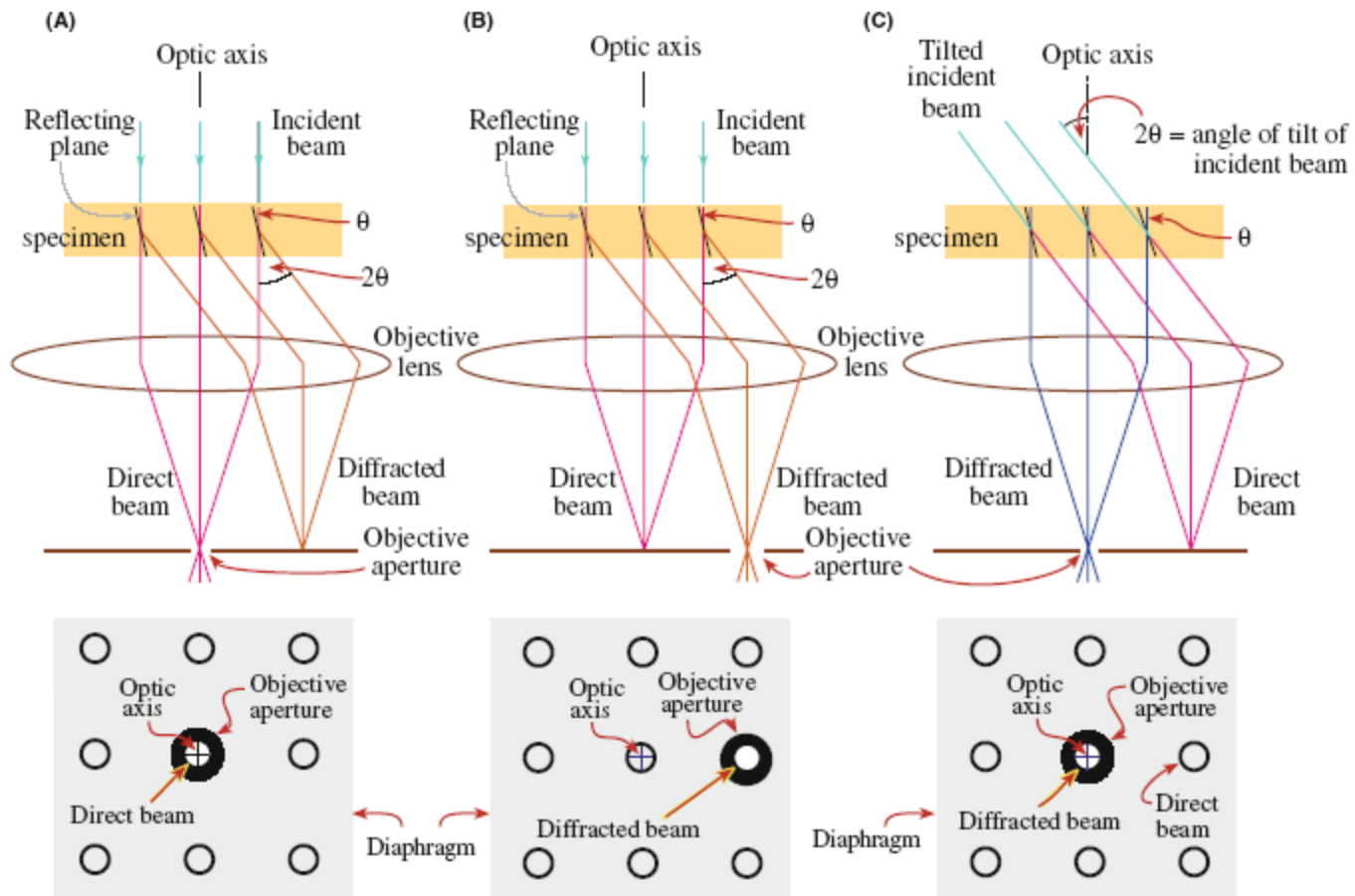
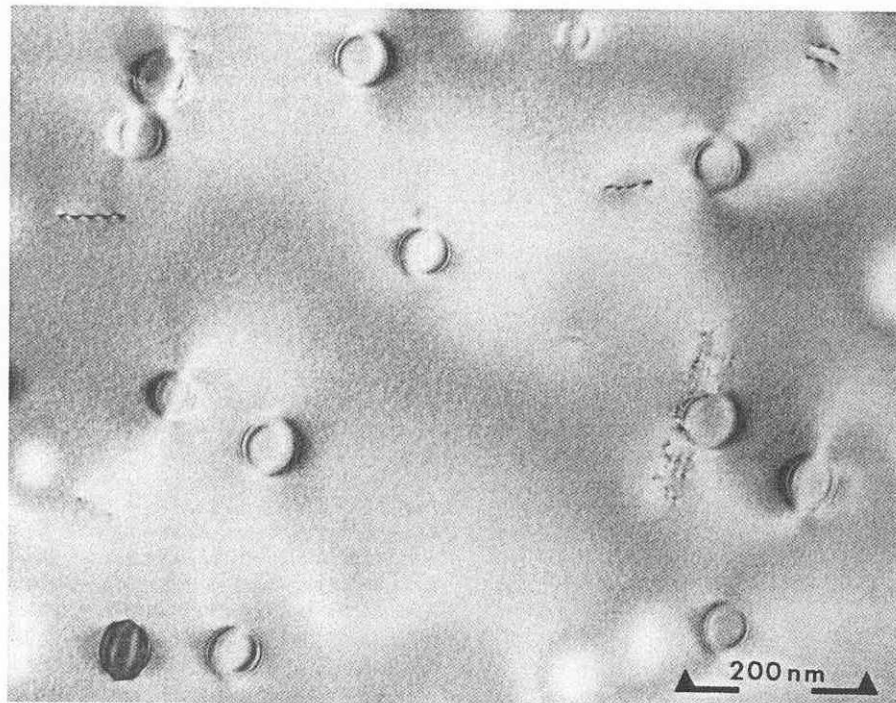


FIGURE 9.14. Ray diagrams showing how the objective lens and objective aperture are used in combination to produce (A) a BF image formed from the direct electron beam, (B) a displaced-aperture DF image formed with a specific off-axis scattered beam, and (C) a CDF image where the incident beam is tilted so that the scattered beam emerges on the optic axis. The area of the DP selected by the objective aperture, as seen on the viewing screen, is shown below each ray diagram. (Images comparing BF and DF are given in Part 3.)

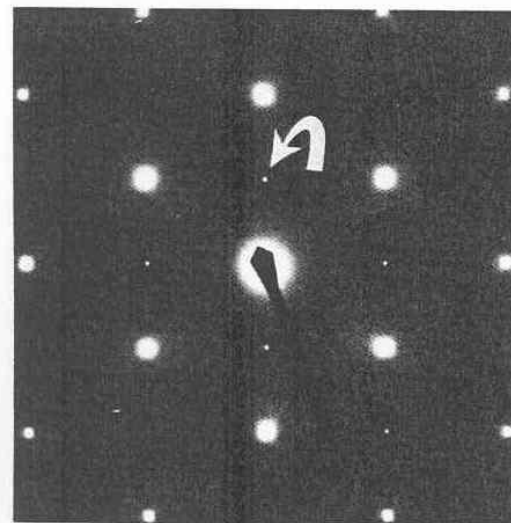
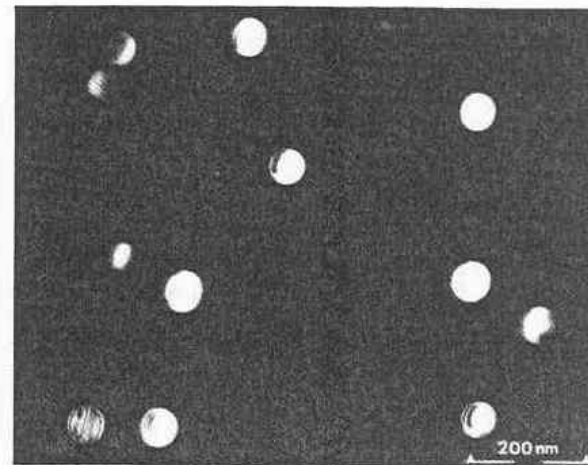
**Fig. 14 Bright-field image and diffraction pattern from an fcc matrix (austenite) containing precipitates having the ordered fcc ( $L_{12}$ ) superlattice,  $\text{Ni}_3(\text{Ti,Al})$**

The fcc spot pattern is indexed in the schematic key, and the superlattice reflections are indicated by an arrow in the diffraction pattern. The beam direction,  $B$ , and the zone axis,  $z$ , are parallel. Courtesy of T.J. Headley



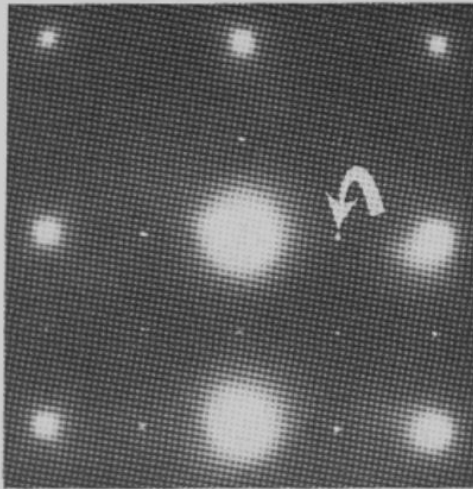
**Fig. 15 Image of ordered  $\text{Ni}_3(\text{Ti,Al})$  precipitates**

Image formed with the superlattice spot indicated by the arrow in Fig. 14. Courtesy of T.J. Headley

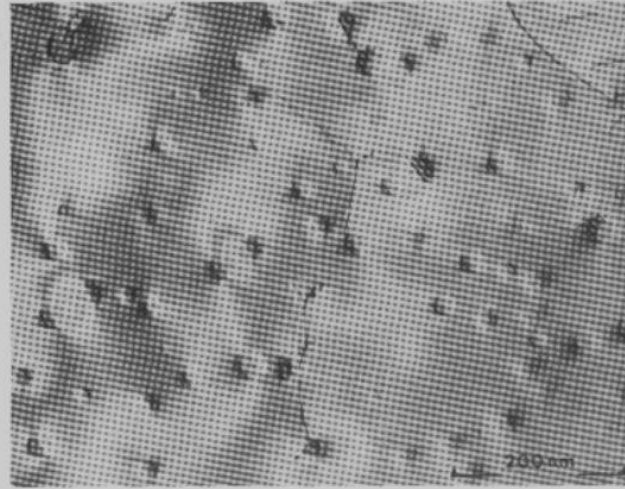


## Diffraction pattern and bright-field and centered dark-field images of an iron-base superalloy

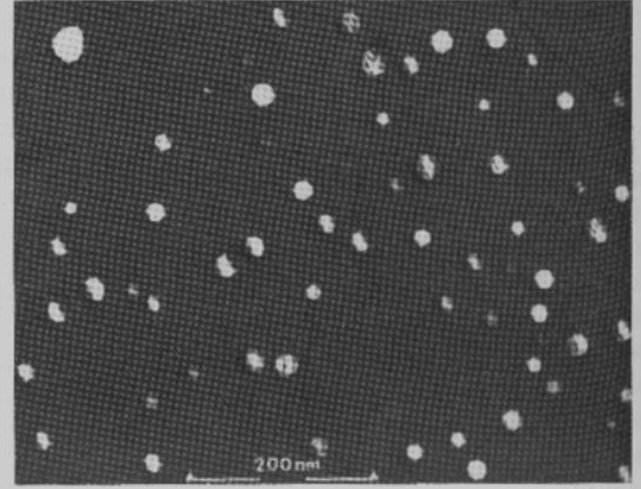
(a) The diffraction pattern is a [100] fcc zone axis pattern. (b) By imaging with the transmitted beam, the  $\gamma'$  precipitates are not visible. Only the strain fields associated with the precipitates are visible. (c) In centered dark field, using the [100] reflection from the  $\gamma'$  precipitates as indicated by the arrow in (a), the precipitates are clearly visible. Courtesy of T.J. Headley



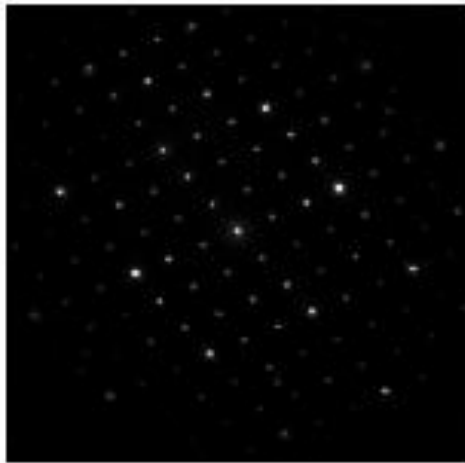
(a)



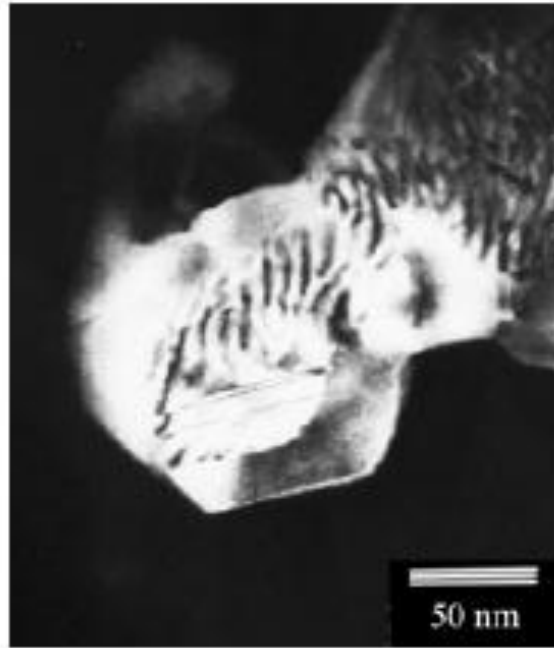
(b)



(c)



SAD



DF



BF

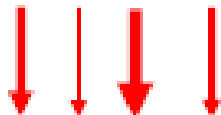
$\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  in 403 Martentistic Stainless Steel

## کنتراست تصاویر در TEM

- می تواند از چندین اختلاف در مواد باشد
- ضخامت
- فازهای مختلف (رسوب، ذرات مختلف و...)
- دانسیته و جهت کریستالی
- عیوب در ساختار کریستالی (نابجایی ها)
- مرزدانه
- کرنش

# Major Factors affecting TEM Image Contrast

ضخامت بیشتر  
کنتراست تیره تر



Thickness

**Scattering**

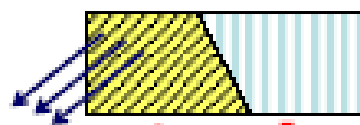
میانگین عدد اتمی بیشتر  
کنتراست تیره تر



Atomic number

**Scattering**

صفحات متراکم تر  
کنتراست تیره تر



Orientation

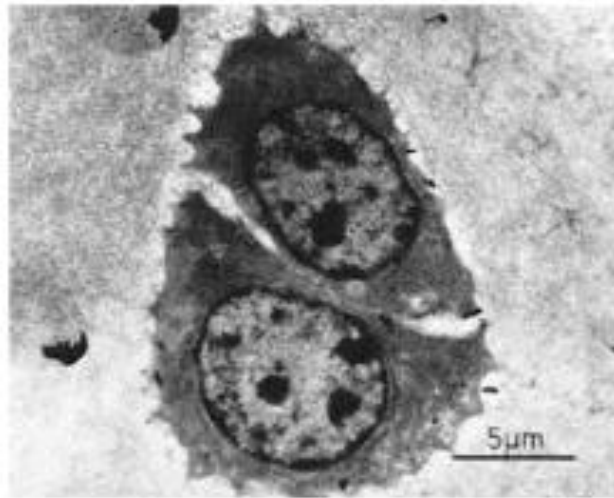
**Diffraction**

نواحی دارای نقایص بلوری  
کنتراست تیره تر

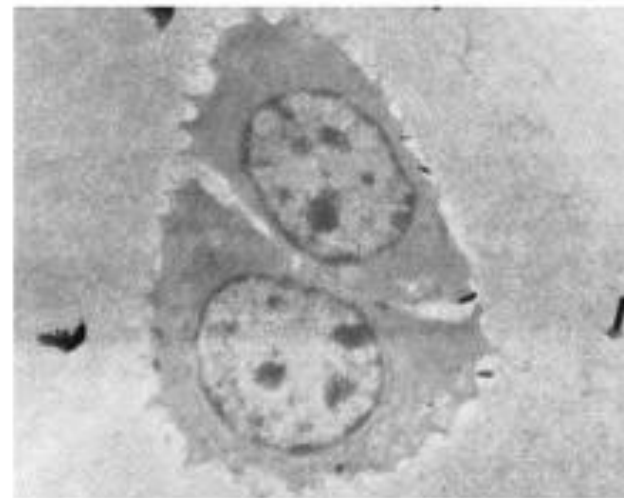


Defects

**Scattering  
&  
diffraction**



(a)

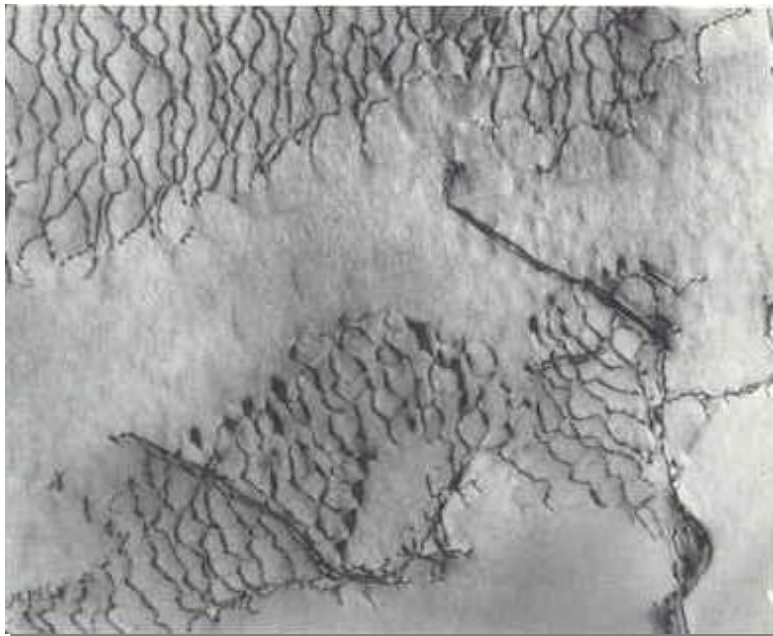
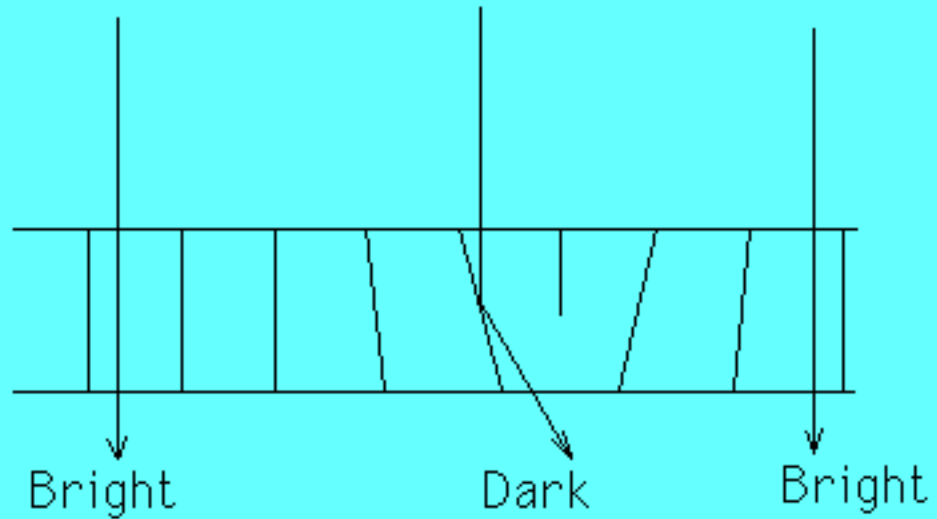
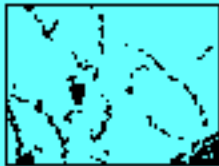


(b)

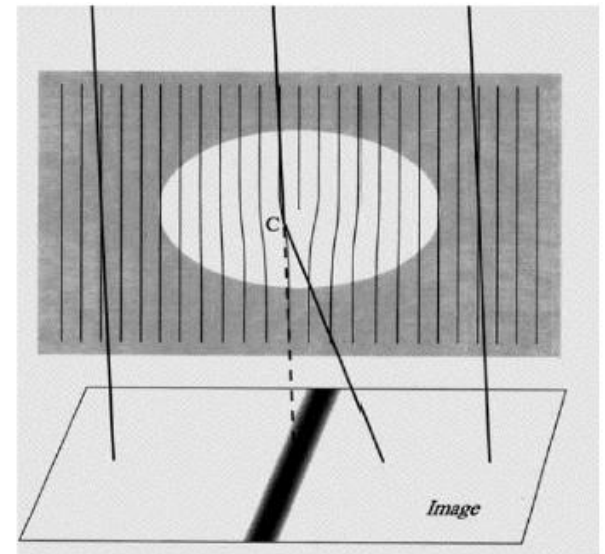
*Figure 4.10* An animal cell (a cartilage cell from chick trachea) photographed (a) with and (b) without an objective aperture in position.

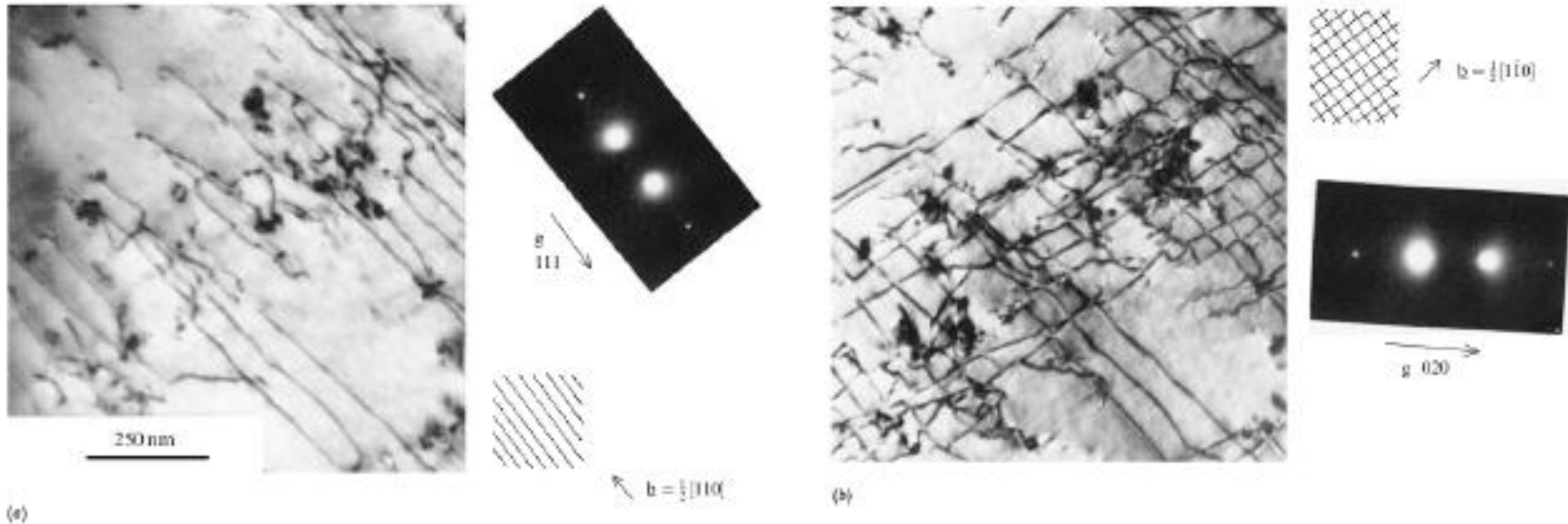
## Bright field imaging

Ex. 1 - dislocations:



dislocations  
in superalloy

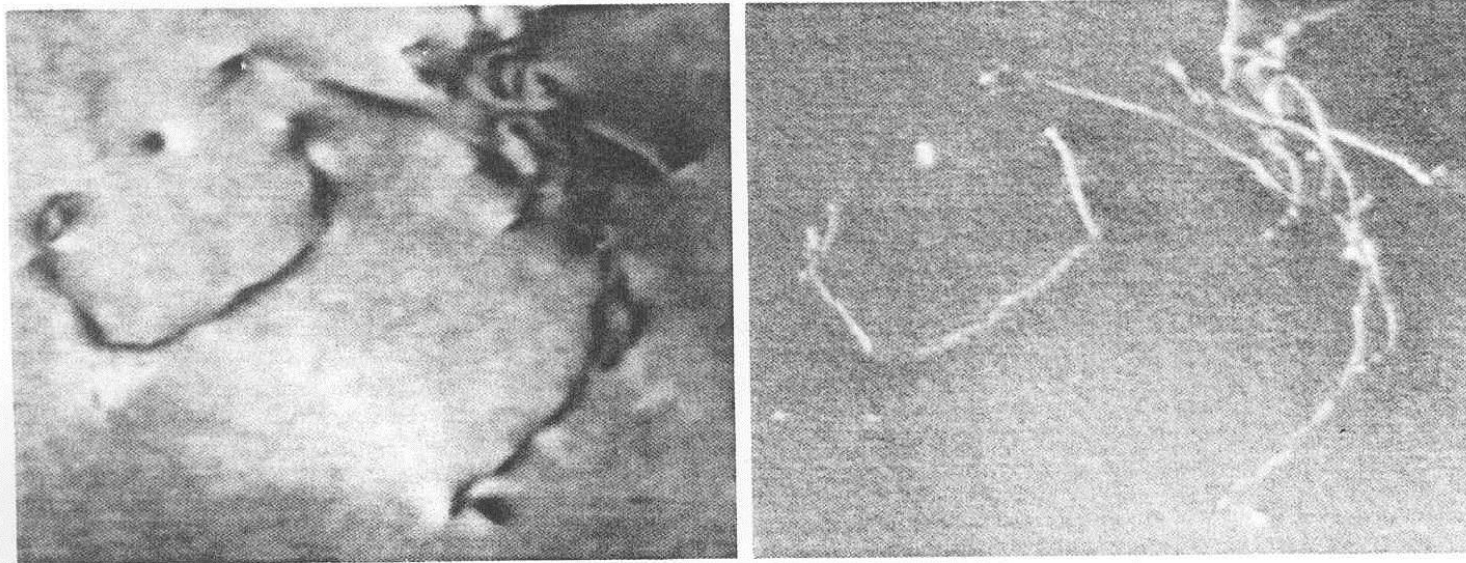




**Figure 4.29** Two images of an array of screw dislocations in a niobium-stabilized steel, together with the diffraction pattern in each case. In (a) one set of dislocations is out of contrast since its Burgers vector is perpendicular to the operating  $g$  vector. In (b) both sets are visible.

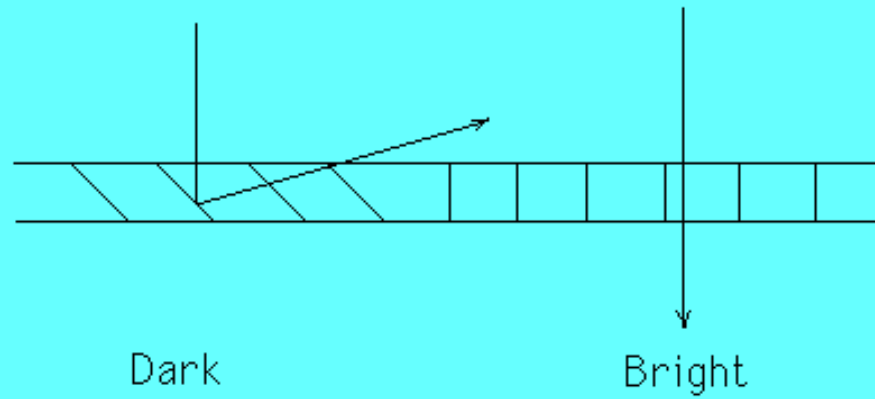
**Fig. 63 Bright-field/weak-beam micrograph pair showing a dislocation tangle in deformed aluminum**

Note the improved resolution of the details of the dislocation tangle in the weak-beam image (right side). The diffraction vector is  $\mathbf{g} = (220)$  for each micrograph.

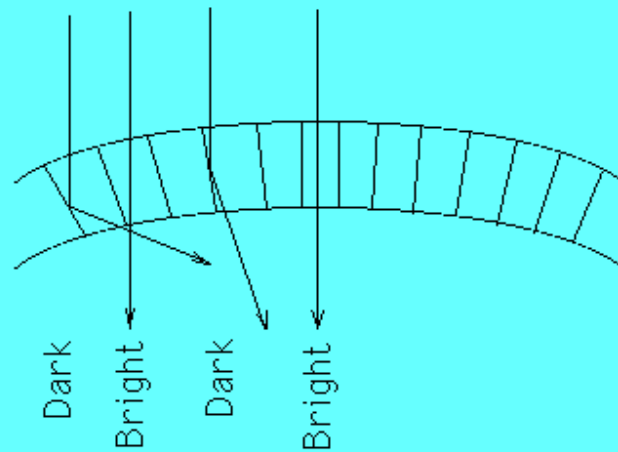


0.1  $\mu\text{m}$

Ex. 2 - two crystals:



Ex. 3 - bend contours:



# الگوهای پراش الکترونی پرتوی همگرا CBED

## Convergent beam electron diffraction patterns

- الگوهای پراش معمولاً با استفاده از پرتوهای موازی الکترونی که به نمونه تابیده می شوند بدست می آیند.
- برای بررسی سطوح کوچک در حد چند ده نانومتر باید بجای پرتوهای موازی از پرتوهای همگرا استفاده کرد.
- در این حالت نقاط الگوی پراش به صورت دیسک در می آید.
- با تجزیه و تحلیل ساختار این دیسک ها اطلاعاتی درباره ضخامت نمونه ساختار بلوری و پارامتر شبکه ممکن خواهد شد.
- در بلورشناسی به عنوان مکمل روش های پرتوی ایکس به کار می رود و می تواند اطلاعات مورد نیاز از ذرات کوچک را بدهد درحالیکه در بلورشناسی با پرتوی ایکس نمونه ای بزرگ مورد نیاز است.

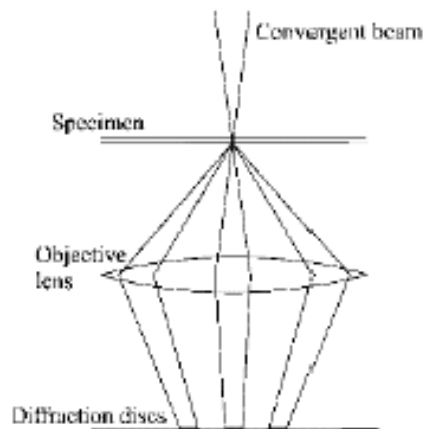


Figure 3.19 Ray diagram for convergent beam diffraction.

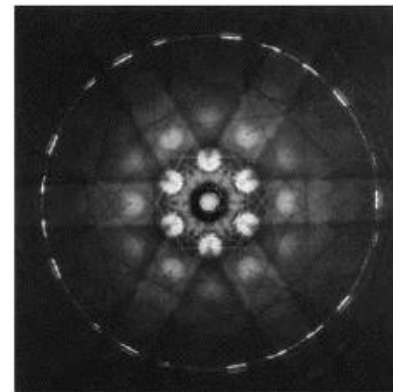
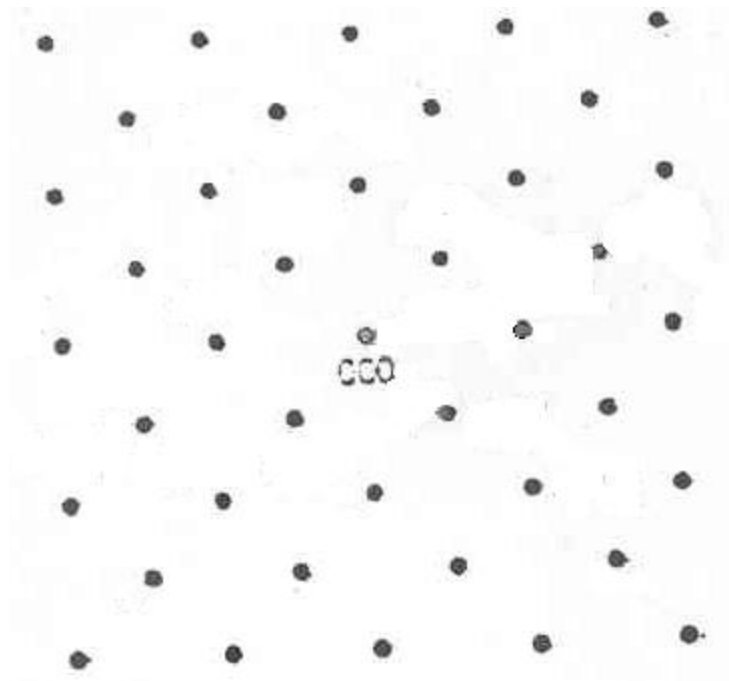
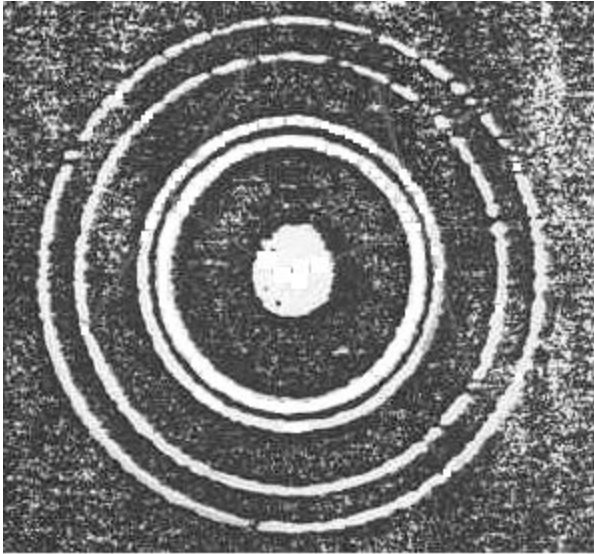


Figure 3.21 Convergent beam diffraction pattern from a [111] oriented gamma prime particle in a nickel-base superalloy. The pattern shows the diffraction discs of the zero order Laue zone, and also excitation of higher order Laue zones (HOLZ rings).



- نمودار پراش مربوط به کریستال BCC است جهت باریکه ورودی [100] است



- نمودار حلقه ای مربوط به پلی کریستال FCC است. پارامتر شبکه آنرا محاسبه کنید.

- $E=60\text{KeV}$

- $L=480\text{mm}$