

**SVEUČILIŠTE JOSIPA JURJA STROSSMAYERA U OSIJEKU**  
**ODJEL ZA FIZIKU**

**MARIJA TRNAK**

**ELEKTRONSKA MIKROSKOPIJA**

**Diplomski rad**

**Osijek, 2010.**

**SVEUČILIŠTE JOSIPA JURJA STROSSMAYERA U OSIJEKU**  
**ODJEL ZA FIZIKU**

**MARIJA TRNAK**

**ELEKTRONSKA MIKROSKOPIJA**

**Diplomski rad**

predložen Odjelu za fiziku Sveučilišta J. J. Strossmayera u Osijeku  
radi stjecanja zvanja profesora fizike i tehničke kulture s informatikom

**Osijek, 2010.**

## SADRŽAJ

1. UVOD.....	1
2. OPTIČKI MIKROSKOP.....	2
3. ELEKTRONSKI MIKROSKOP	
3.1.Dvojna priroda elektrona.....	5
3.2.Uvod u elektronsku mikroskopiju.....	6
3.3.Geometrijska optika TEM-a.....	8
3.4.Konvencionalni rad TEM-a	
3.4.1. Prikaz svijetlog/tamnog polja.....	11
3.4.2. Selektirano područje difrakcije.....	16
3.4.3. Dubina polja i dubina žarišta.....	19
3.5. Difrakcija konvergentnih zraka elektrona.....	21
3.6. Slike visoke rezolucije.....	23
3.7. Sustavi leća TEM-a	
3.7.1. Iluminacija leća.....	26
3.7.2. Slika sustava leća.....	29
3.7.3. Magnetske leće.....	31
3.7.4. Mane leća.....	35
3.7.4.1. Sferne aberacije.....	35
3.7.4.2. Kromatične aberacije.....	36
3.7.4.3. Astigmatizam.....	37
3.8. Sjajnost topa.....	40
3.9. Rezolucija.....	42
4. ZAKLJUČAK.....	45
5. LITERATURA.....	46
6. ŽIVOTOPIS.....	47

Odjel za fiziku

## **ELEKTRONSKA MIKROSKOPIJA**

**MARIJA TRNAK**

### **Sažetak**

Optički mikroskop se često zove i svjetlosni mikroskop, jer koristi vidljivu svjetlost za iluminaciju uzorka, a slika se stvara pomoću sustava leća objektivna i okulara. Elektronska mikroskopija se temelji na valnoj prirodi elektrona. Elektronski mikroskopi su znanstveni instrumenti koji koriste zraku visokoenergetskih elektrona za detaljno proučavanje uzorka. Uzak snop elektrona je usmjeren na uzorak u vakuumu i nakon parcijalne apsorpcije, transmitirani elektroni se fokusiraju magnetskim lećama kako bi se dobila slika uzorka. Elektroni imaju kraću valnu duljinu od vidljive svjetlosti, koja se koristi u optičkom mikroskopu za iluminaciju uzorka, pa elektronski mikroskop ima veću moć razlučivanja od optičkog mikroskopa. Koristeći svjetlost valne duljine oko 500 nm, optički mikroskop ne može razlučiti objekte manje od nekoliko stotina nanometara, unatoč preciznim lećama. Slično tomu, rezolucija elektronskog mikroskopa je ograničena valnom duljinom elektrona, ali te valne duljine su tisuće puta manje i zbog toga korisno povećanje elektronskog mikroskopa može biti tisuće puta veće od onog optičkog mikroskopa.

Elektronski mikroskop je postao glavni instrument za proučavanje mikro struktura tvari i naročito se koristi u biologiji za proučavanje mikroorganizama, stanica i kristala.

( 47 stranica, 44 slike, 1 tablica, --literaturnih navoda)

**Rad je pohranjen u knjižnici Odjela za fiziku**

**Ključne riječi:** elektronski mikroskop, snop elektrona, valna duljina, rezolucija.

**Mentor:** prof. dr. sc. Josip Planinić

**Ocjenjivači:**

**Rad prihvaćen:**

## **ELEKTRONSKA MIKROSKOPIJA**

**MARIJA TRNAK**

### **Abstract**

An optical microscope, usually called the light microscope, uses a beam of visible light to illuminate the specimen and an image is formed by ocular and objective lens system. Electron microscopy is based on a electrons wave nature. Electron microscopes are scientific instruments that use a beam of highly energetic electrons to examine objects on a very fine scale. A fine beam of electrons is transmitted to a specimen in a vacuum and after partial absorption, the transmitted electrons are focused by magnetic lenses to form a image of the specimen. Electrons have a shorter wavelength than visible light, which is used in an optical microscope to illuminate the specimen, therefore, electron microscope has a greater resolving power than an optical microscope. Using wavelengths around 500 nm, an optical microscope can't resolve objects smaller than a few hundred nanometers, no matter how carefully its lenses are made. Similarly, the resolution of an electron microscope is limited by the wavelength of electrons, but these wavelengths are thousands of times smaller, and as a result, the useful magnification of an electron microscope can be thousands of times as great as of an optical microscope. Electron microscope has become the premier tool for microstructural characterization of materials and is especially used in biology for observing microorganisms, cells and crystals.

(47 pages, 44 figures, 1 table, --references)

**Thesis deposited in Department of Physics library**

**Keywords:** electron microscope, electron beam, wavelength, resolution.

**Supervisor:** prof. dr. sc. Josip Planinić

**Reviewers:**

**Thesis accepted:**

## 1. UVOD

Tema mog diplomskog rada je elektronska mikroskopija.

Kako bih istaknula prednost elektronskog mikroskopa, u prvom poglavlju diplomskog rada opisala sam ukratko princip rada i karakteristike optičkog mikroskopa. Optički mikroskop koristi vidljivu svjetlost za osvjetljavanje uzorka, a slika se dobiva prolaskom svjetlosti kroz leće objektivna i okulara. Objektiv se, kao i okular, gradi kao konvergentni sustav leća kako bi se smanjile sferne aberacije. U nastojanju da se postigne što bolje razlučivanje i tako omogući promatranje još sitnijih struktura, utvrđeno je da moć razlučivanja mikroskopa ne ovisi samo o kvaliteti i broju leća, nego i o valnoj duljini svjetlosti koja se koristi za osvjetljavanje uzorka.

Osnova elektronskog mikroskopa je valna priroda elektrona pa u glavnom dijelu diplomskog rada iznosim de Broglievu pretpostavku o dvojnjoj prirodi čestica i pokuse koji su to potvrdili.

Postoje dva osnovna tipa elektronskog mikroskopa: transmisijski elektronski mikroskop (TEM) i skenirajući elektronski mikroskop (SEM). Rasvjetni sustav i jednog i drugog tipa je jednako građen, a kako je transmisijski elektronski mikroskop po načinu rada analogan optičkom mikroskopu, odlučila sam opisati rad i mogućnosti suvremenog TEM-a.

Važno je reći nešto i o lećama koje se koriste u TEM-u, a to su magnetske leće građene od solenoida namotanog oko feromagnetskog sustava koji određuje oblik magnetskog polja. Mijenjanjem struje kroz leću, mijenja se i magnetsko polje koje fokusira snop elektrona.

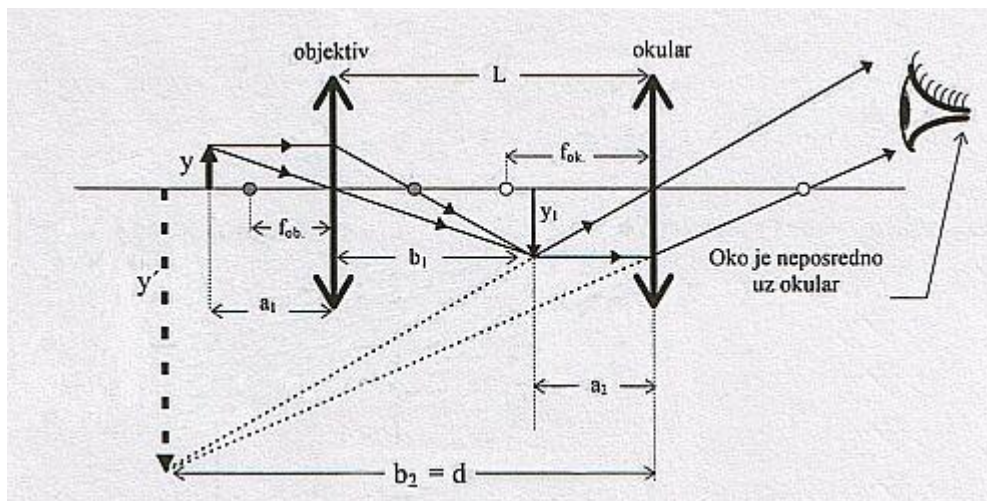
Magnetske leće, kao i sve leće, pate od aberacija i astigmatizma, čiji utjecaj se korekcijama može umanjiti.

Najvažnija osobina elektronskog mikroskopa jest rezolucija, jer upravo zbog velike moći razlučivanja (rezolucije) je elektronski mikroskop u tolikoj prednosti nad optičkim mikroskopom. Kako rezolucija elektronskog mikroskopa ovisi o valnoj duljini elektrona, za ubrzavanje elektrona se koristi visoki napon.

## 2. OPTIČKI MIKROSKOP

Mikroskopi su optički uređaji pomoću kojih možemo vidjeti povećane slike malih predmeta. Optički mikroskopi za stvaranje povećane slike predmeta koriste snop svjetlosti. Snop svjetlosti osvjetljava predmet koji promatramo te prolazi kroz optički sustav mikroskopa koji stvara njegovu povećanu sliku. Optički sustav mikroskopa se sastoji od niza leća, a može se podijeliti na dva osnovna dijela: okular i objektiv.

Svjetlost kojom osvjetljavamo predmet prolazi kroz kondenzor koji sabire zrake svjetlosti na uzorak kako bi on bio što bolje osvjetljen. Svjetlost zatim prolazi kroz uzorak i ulazi u objektiv koji stvara prvu povećanu realnu sliku. Ta slika služi kao predmet za okular koji daje još više povećanu virtualnu sliku od koje oko na mrežnici stvara realnu sliku.



Slika 1. Mikroskop.

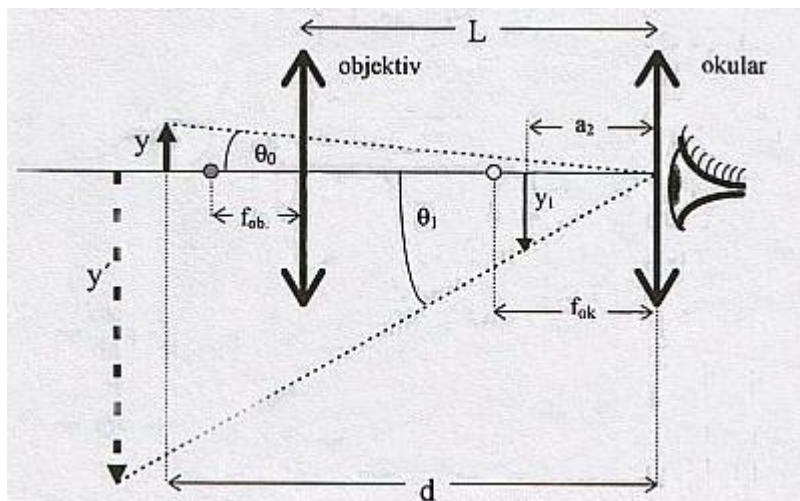
Ukupno povećanje mikroskopa jednako je umnošku linearnog povećanja objektivna  $m_{ob}$  i kutnog povećanja okulara  $m_{ok}$ :

$$M = m_{ob} \cdot m_{ok} \quad (1)$$

Povećanje objektivna određeno je kao povećanje leće:

$$m_{ob} = \frac{b_1}{a_1} \quad (2)$$

gdje su  $a_1$  i  $b_1$  udaljenosti predmeta i slike od leće objektivna.



Slika 2. Povećanje mikroskopa.

Kutno povećanje okulara određujemo kao kod povećala, pa je:

$$m_{ok} = \frac{q_1}{q_0} = \frac{d}{f_{ok}}, \quad (3)$$

gdje je  $\theta_1$  kut pod kojim se vidi konačna slika, a  $\theta_0$  kut pod kojim se vidi predmet na najmanjoj udaljenosti jasnog vida  $d$ .

Uz aproksimacije  $a_1 \approx f_{ob}$  i  $b_1 \approx L$ ,

slijedi da je ukupno povećanje mikroskopa:

$$M = \frac{L \cdot d}{f_{ob} \cdot f_{ok}}. \quad (4)$$

Vrijednosti povećanja  $m_{ob}$  i  $m_{ok}$  obično su navedene u podacima o mikroskopu, a moderni svjetlosni mikroskopi mogu postići povećanje od 1000 do 3000 puta.

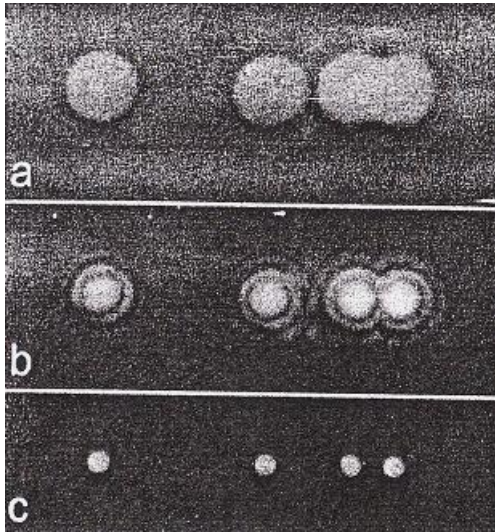
U praksi se najčešće govori o korisnom povećanju koje ovisi o moći razlučivanja mikroskopa. Rezolucija ili razlučivanje mikroskopa izražava se u mikrometarskim ili nanometarskim vrijednostima pri kojima se dvije točke (objekta) mogu jasno odvojiti. Moć razlučivanja mikroskopa ovisi o valnoj duljini, odnosno ograničena je valnim svojstvima svjetlosti kao što je ogib ili difrakcija svjetlosti. Prema Rayleighovom kriteriju, koji slijedi iz raspodjele maksimuma i minimuma intenziteta kod difrakcije svjetlosti, minimalna udaljenost dviju točaka, kako bi se one mogle razlučiti, određena je izrazom:

$$d_d = \frac{0.61\lambda}{\alpha_{OA}}, \quad (5)$$

gdje je  $\lambda$  valna duljina upotrijebljene svjetlosti, a  $\alpha_{OA}$  kut aperture objektiv. Što je valna duljina upotrijebljene svjetlosti manja i što je apertura,  $\alpha_{OA}$ , veća, to će minimalna udaljenost dviju



točkaka koje se mogu razlučiti biti manja, a moć razlučivanja mikroskopa bolja. Dakle, moć razlučivanja mikroskopa je obrnuto razmjerna valnoj duljini upotrijebljene svjetlosti.



Slika 3. Difrakcija četiri točkasta izvora svjetlosti na kružnoj aperturi.

Na sl. (a) apertura je tako malena da se difrakcijski uzorci izvora 3 i 4 preklapaju i jedva ih je moguće razlučiti. Povećanjem otvora na sl. (b) i (c) smanjuje se difrakcijski efekt i poboljšava rezolucija.

Radi bolje rezolucije neki mikroskopi koriste ultraljubičastu (UV) svjetlost, čija je valna duljina kraća od valne duljine vidljive svjetlosti, i kvarcne leće, jer obično staklo apsorbira UV zračenje. Moć razlučivanja modernog svjetlosnog mikroskopa je  $0.2\mu\text{m}$ , a kod mikroskopa koji koriste ultraljubičasti dio spektra i do  $0.1\mu\text{m}$ .

Znatno bolju moć razlučivanja imaju elektronski mikroskopi koji umjesto snopa svjetlosti koriste snop elektrona. Elektroni imaju oko 100.000 puta manju valnu duljinu u odnosu na vidljivu svjetlost pa je i razlučivanje elektronskog mikroskopa za oko 100.000 puta veće od optičkog mikroskopa.

### 3.ELEKTRONSKI MIKROSKOP

#### 3.1. Dvojna priroda elektrona

Potaknut Einsteinovim objašnjenjem fotoefekta (1905.), prema kojem je svjetlost dvojne, valno-čestične prirode, francuski fizičar Louis de Broglie pretpostavio je u svojoj doktorskoj disertaciji 1924. godine, da svaka čestica koja se giba osim čestičnih ima i valna svojstva. De Broglie je pretpostavio da za materijalne čestice vrijede slične relacije kao i za fotone. Analogno relacijama

za energiju fotona:  $E=m \cdot c^2=h \cdot \nu$  i količinu gibanja fotona:  $p=m \cdot c=\frac{h}{\lambda}$ , valna duljina čestice mase  $m$  i brzine  $v$  jednaka je:

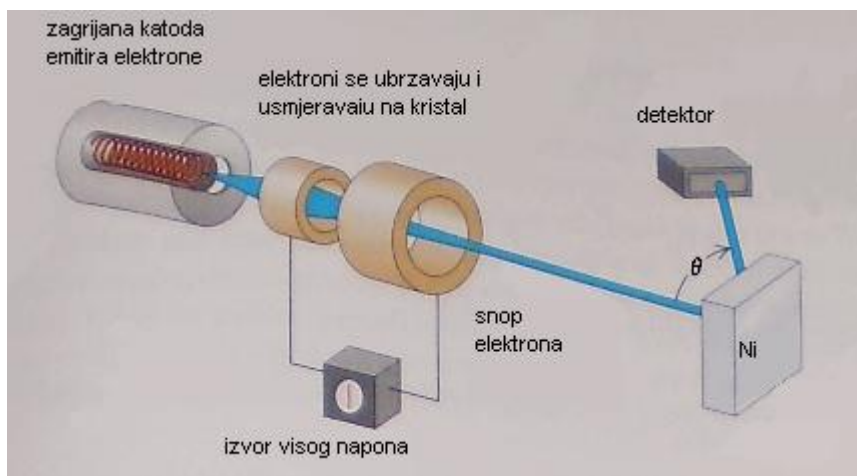
$$\lambda=\frac{h}{m \cdot v}=\frac{h}{p}, \quad (6)$$

gdje je  $h$  Planckova konstanta,  $p=m \cdot v$  količina gibanja čestice, a  $\lambda$  de Broglieva valna duljina.

Iako radikalna, de Broglieva valna hipoteza je ubrzo i eksperimentalno potvrđena. Godine 1927., Clinton Davisson i Lester Germer radeći u Bell Telephone Laboratories, opazili su difrakciju elektrona na kristalu nikla. Koristeći elektrone od 50-ak eV dobivene iz zagrijane katode i ubrzane visokim naponom uočili su difrakcijske maksimume i minimume u intenzitetu elektrona raspršenih na kristalu nikla. Znajući konstantu rešetke  $d$  za nikal iz mjerenja s X-zrakama, iz Braggovog uvjeta za maksimume difrakcije:

$$2d \sin \theta=n \lambda \quad n=1,2,3, \dots, \quad (7)$$

odredili su valnu duljinu elektrona koja se u potpunosti slagala s de Broglievom.



Slika 4. Shema Davisson- Germerova eksperimenta.

Samo godinu poslije, 1928., engleski fizičar G. P. Thomson objavio je svoje pokuse difrakcije elektrona na tankoj metalnoj foliji. Promatrao je prolaz brzih elektrona kroz tanke listiće metala i na fotografskoj ploči je dobio difrakcijske kolobare slične Laueovim kolobarima dobivenim pomoću difrakcije X-zraka. Thomsonovi rezultati dodatno su potvrdili valna svojstva čestica.



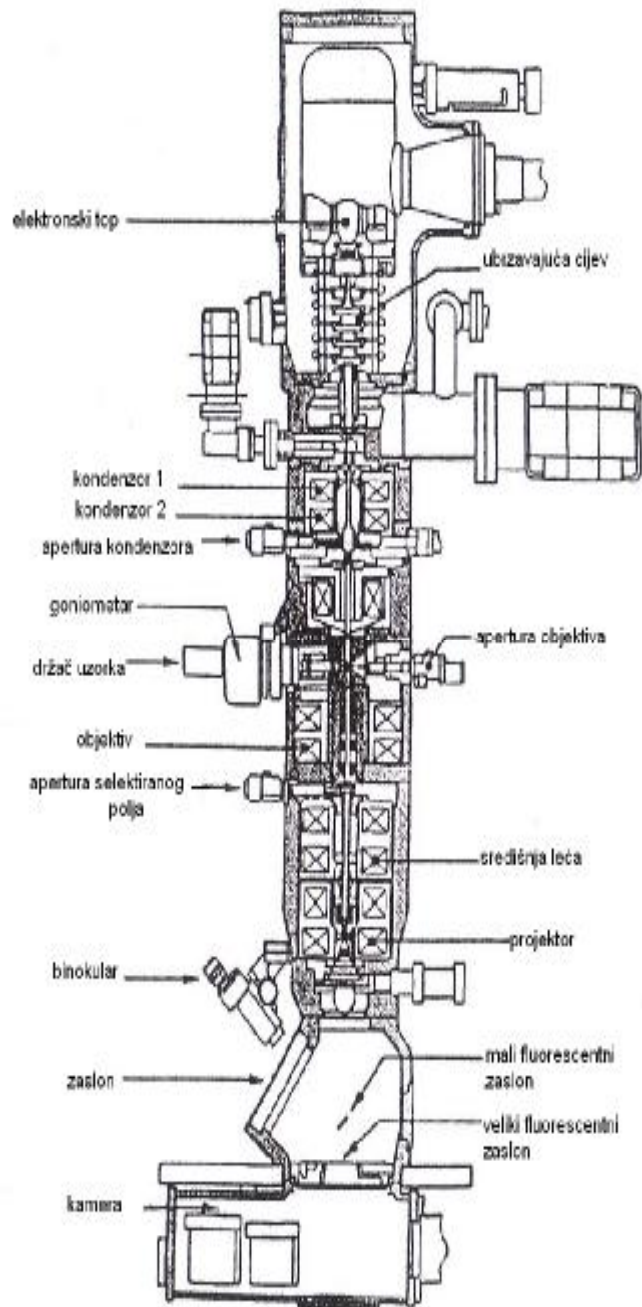
Slika 5. Difrakcija X-zraka (gornja polovica) i difrakcija elektrona (donja polovica) na aluminijumskoj foliji.

### 3.2. Uvod u elektronsku mikroskopiju

Nakon što je dokazana valna priroda elektrona, zahvaljujući svojoj maloj valnoj duljini, elektroni su se pokazali idealnima kao izvor osvjetljenja u mikroskopu. Elektronski mikroskopi funkcioniraju slično kao i optički, no umjesto svjetlosti, na uzorak koji promatramo pada snop elektrona, a umjesto staklenih leća koriste se tzv. elektronske leće. Elektronske leće su sustavi elektroda koje svojim simetričnim električnim i magnetskim poljem stvaraju oštro fokusirani snop elektrona.

Prema načinu djelovanja i primjeni elektronski mikroskopi se mogu podijeliti na dvije osnovne skupine: transmisijske elektronske mikroskope (engl. transmission electron microscope-TEM), u kojemu snop elektrona prolazi kroz uzorak, i skenirajuće elektronske mikroskope (engl. scanning electron microscope- SEM), koji skenira površinu uzorka i sliku formira detektirajući elektrone raspršene od površine uzorka. Elemente za skeniranje je moguće ugraditi i u transmisijski elektronski mikroskop. Takav mikroskop se zove skenirajući transmisijski mikroskop (engl. scanning transmission electron microscope- STEM) i ima karakteristike i TEM i SEM mikroskopa.

**Transmisijski elektronski mikroskop** je po sastavu analogan optičkom mikroskopu. Rasvjetni sustav elektronskog mikroskopa sastoji se od elektronskog topa, koji služi kao izvor snopa elektrona jednolike brzine (ubrzanih razlikom potencijala od 10 do 100 kV), i dvostrukog kondenzora, koji fokusira snop elektrona na uzorak. Uzorak koji se promatra je jako tanak, 10 do 100 nm, kako ne bi usporio elektrone pri prolasku. Elektronska leća objektiv stvara prvu povećanu sliku, od koje projekcijska leća stvara konačnu sliku na fluorescentnom zastoru, fotografskoj ploči ili filmu. Svi dijelovi mikroskopa kroz koje prolazi snop elektrona, uključujući i uzorak, nalaze se u vakuumu, kako čestice zraka ne bi poremetile putanju elektrona.

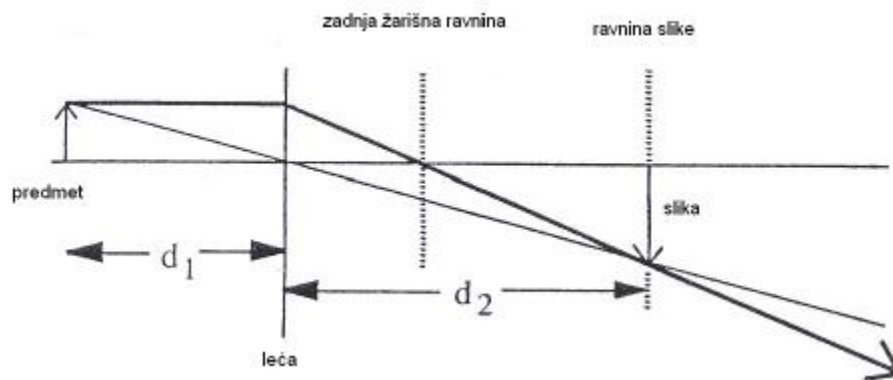


Slika 6. Transmisijski elektronski mikroskop.

### 3.3 Geometrijska optika TEM-a

Da bi se stvorila slika u TEM-u potrebno je fokusirati elektrone magnetskim lećama. Naročito su bitne leće objektiva koje se nalaze odmah ispod ili oko uzorka. Leće se crtaju kao tanke leće čija sjecišta su ravne crte, a predmet se uobičajeno prikazuje strelicom kako bi se mogla odrediti orijentacija slike na dijagramu. Za konstrukciju slike potrebne su barem dvije karakteristične zrake :

1. zraka koja ide od vrha strelice kroz centar leće
2. zraka koja kreće od vrha strelice i ide paralelno s optičkom osi na leću



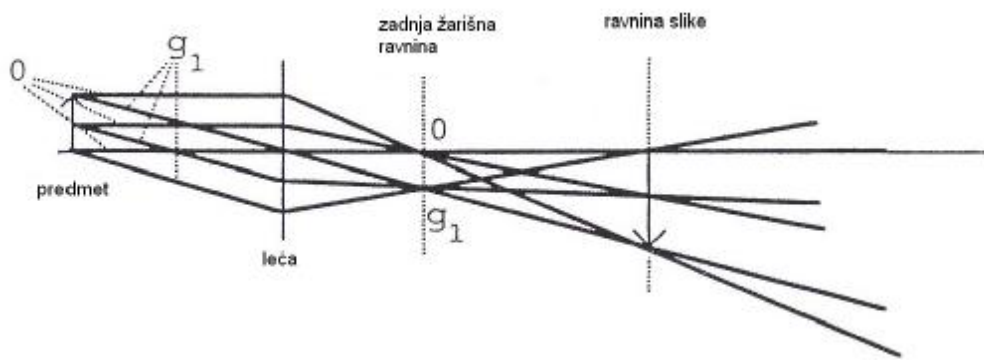
Slika 7. Putanja druge zrake određena je fokusnom jakosti leće. U ravnini slike, zrake iz vrha strelice (predmeta) konvergiraju u vrh slike.

Variranjem žarišne duljine mijenja se i kut druge zrake pa ako je leća preslaba svinuti drugu zraku u velikom kutu, ne može se stvoriti stvarna slika. Vezu između udaljenosti predmeta od leće,  $d_1$ , udaljenosti slike od leće,  $d_2$  i žarišne duljine leće,  $f$ , daje jednačba leće:

$$\frac{1}{f} = \frac{1}{d_1} + \frac{1}{d_2} \quad (8)$$

- ako je  $d_1=f$ , onda  $d_2=\infty$
- ako je  $d_1=d_2$ , onda  $d_1=d_2=2f$
- ako je  $d_1 < f$ , nema stvarne slike.

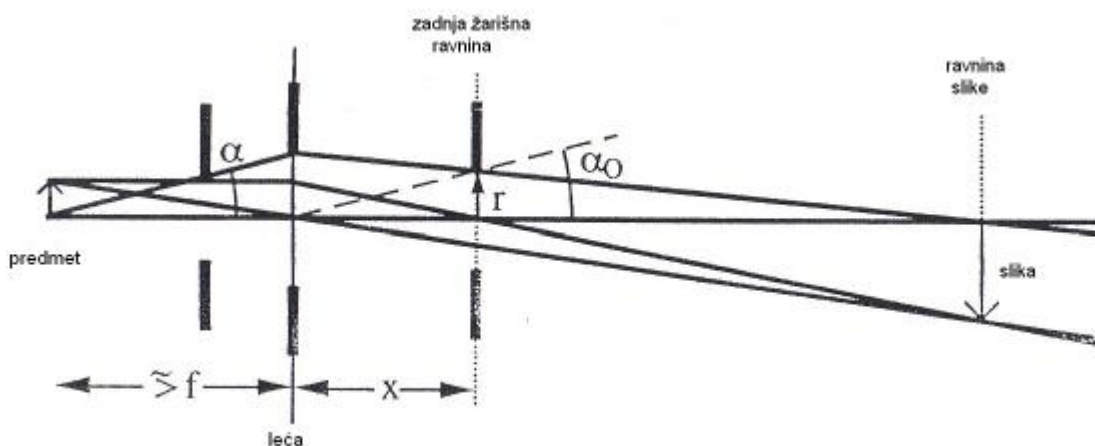




Slika 8. Zrake označene "o" i zrake označene "g<sub>1</sub>" paralelno izlaze iz predmeta i konvergiraju u zadnjoj žarišnoj ravnini.

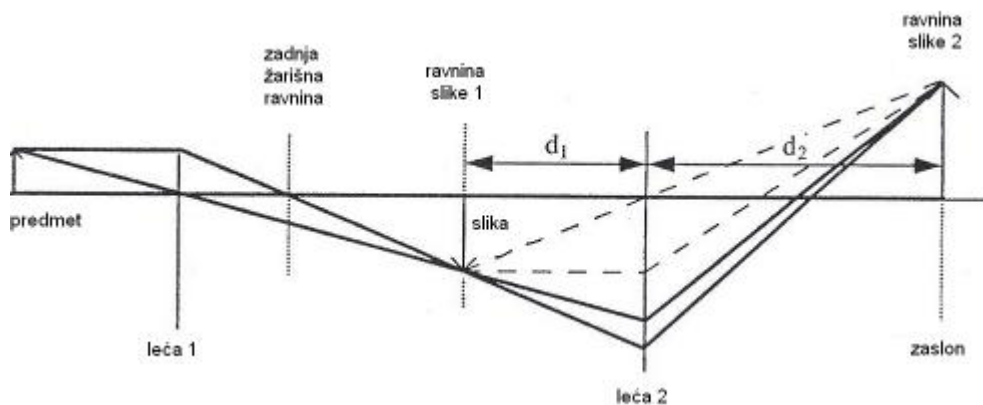
Zadnja žarišna ravnina leće objektiva sadrži grupirane zrake koje su izašle iz predmeta pod istim kutom, odnosno difrakcijski uzorak.

Transmisijski elektronski mikroskop ima aperturu objektiva koja se nalazi u zadnjoj žarišnoj ravnini i služi za selektiranje zraka. Slika svijetlog polja (engl. bright field- BF) nastaje kada apertura objektiva propušta zrake označene "o", a slika tamnog polja (engl. dark field- DF) kada apertura propušta zrake označene "g<sub>1</sub>". Difrakcijski uzorak predmeta može se i sam prikazati selektiranim područjem difrakcije (engl. selected area diffraction- SAD), odnosno pomoću stavljanja druge središnje aperture oko dijela slike u ravnini slike. Kut aperture leće određuje radijus kuta kojim leća prihvaća zrake usmjerene prema optičkoj osi i definiran je kao polukut prihvaćenog radijusa.



Slika 9. Nacrane su tri aperture i sve tri definiraju isti kut aperture,  $\alpha$ .

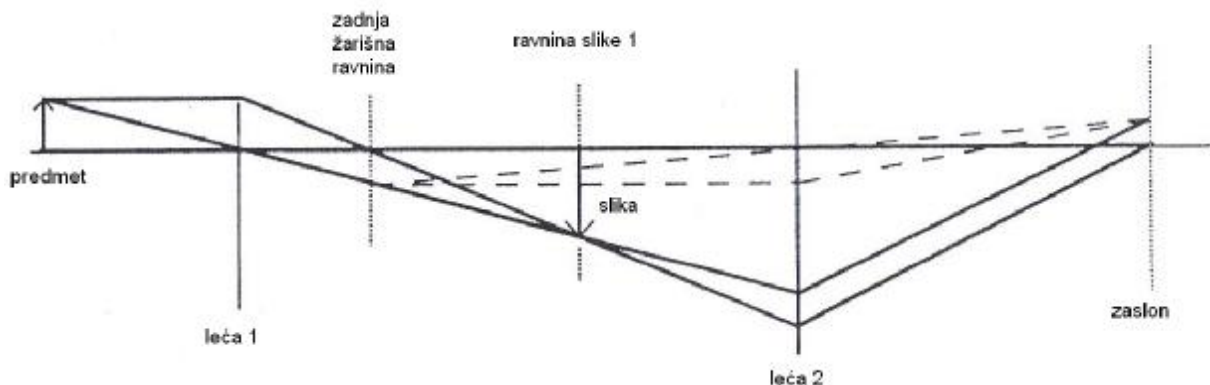
Apertura u zadnjoj žarišnoj ravnini leće pokazuje isti kut aperture,  $\alpha = \alpha_0 = \tan^{-1}(r/x)$ . To je lako potvrditi slikom 9. kada je povećanje veliko i najviša zraka na desnoj strani leće je gotovo paralelna s optičkom osi. U ovom slučaju  $x \cong f$  tako da je  $\alpha_0 = \alpha$  za aperture na lijevoj strani leće. Kod savršene leće rezolucija se može poboljšati koristeći veliki kut aperture jer velika apertura smanjuje nejasnoće difrakcije na rubu aperture. Međutim, za magnetske leće koristi se mali kut aperture za smanjivanje distorzija zraka koje uzrokuju aberacije leće. Ista načela se koriste i za sustave s više leća. Slika prve leće predstavlja predmet za drugu leću koja stvara drugu, dodatno povećanu sliku.



Slika 10. Konstrukcija slike za sustav dviju leća.

Zrake idu pravocrtno iz leće 1 u leću 2. Zbog položaja zaslona, visina slike određena je formulom za leću, gdje je  $d_1$  udaljenost ravnine slike leće 1 do leće 2, a  $d_2$  udaljenost od leće 2 do zaslona. Kao grafički ekvivalent formuli leće, nacrtane su dvije umjetne zrake isprekidanim linijama od ravnine slike leće 1 kroz leću 2 do zaslona.

Drugi primjer na slici 11. koristi leću 2 za stvaranje slike difrakcijskog uzorka predmeta fokusiranjem druge leće na zadnjoj žarišnoj ravnini leće 1.



Slika 11. Konstrukcija slike difrakcijskog uzorka predmeta pomoću sustava dviju leća.

Usporedimo li dijagrame zraka na slikama 10. i 11., vidimo da su zrake identične sve do leće 2. Zrake koje idu iz leće 2 su oštrije svinute na slici 10. što znači da je potrebna kraća žarišna duljina da se stvori slika. Kod TEM-a prijelaz iz "difrakcijskog moda" u "mod slike" se postiže pojačanjem električne struje u leći 2 koja se naziva središnjom lećom. Leća 1 je leća objektiva i njezina struja i žarišna snaga će ostati nepromijenjene.

Kada druga leća leži blizu prve leće, tj. između prve leće i njezine ravnine slike, potrebno je koristiti parove leća. Sustav sa dvije leće se shvaća kao jedna leća žarišne duljine  $f_{12}$ . Definirajući udaljenost između dviju leća kao  $d$ , i žarišne duljine dviju leća kao  $f_1$  i  $f_2$ , vrijedi:

$$\frac{1}{f_{12}} = \frac{1}{f_1} + \frac{1}{f_2} - \frac{d}{f_1 f_2}. \quad (9)$$

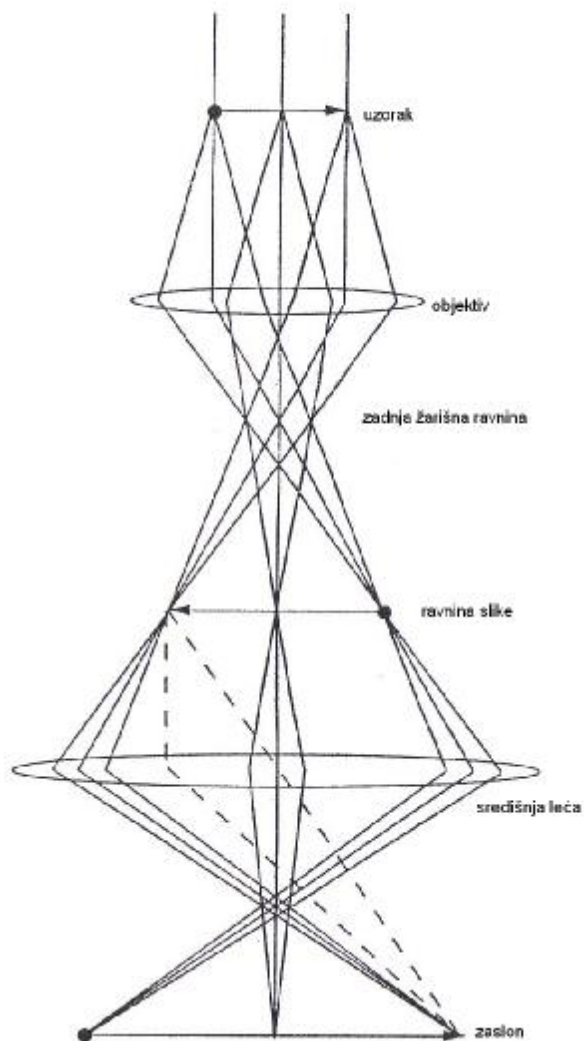
Kako se leće odmiču, druga leća ima sve manji učinak na žarišnu duljinu i kada se nađe u ravnini slike prve leće uopće nema učinka.

### 3.4. Konvencionalni rad TEMa

#### 3.4.1. Prikaz tamnog polja/svijetlog polja

Na slici 12. je prikazan načelni dijagram za stvaranje slike pomoću konvencionalnog TEM(CTEM)-a. Kao i na slici 10. središnja leća je fokusirana na ravninu slike leće objektiva. Iluminacijski sustav stvara zrake koje idu ravno kroz mikroskop, paralelno s optičkom osi prije pada na uzorak. Svaka točka na zadnjoj žarišnoj ravnini leće objektiva sadrži zrake iz svih dijelova uzorka, što je moguće i provjeriti prateći trag natrag prema uzorku svih triju zraka koje se susreću u toj točki. Stoga nisu sve zrake u zadnjoj žarišnoj ravnini potrebne za stvaranje slike, odnosno slika se može stvoriti pomoću samo onih zraka koje prolaze kroz jednu točku u zadnjoj žarišnoj ravnini. Točke koje se nalaze u zadnjoj žarišnoj ravnini razlikuju se po tome što su sve zrake koje ulaze u određenu točku bile raspršene pod istim kutom.

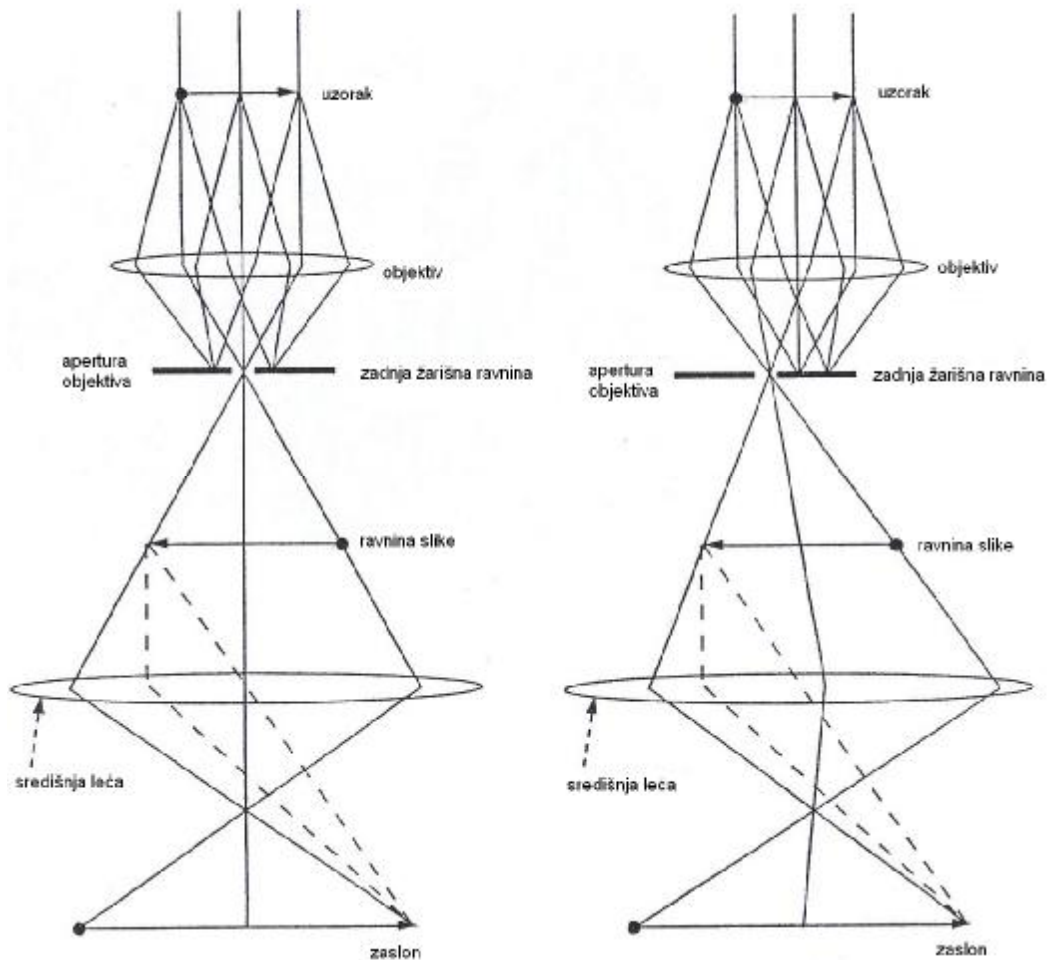




Slika 12. Putanje zraka u modu slike.

Postavljanjem aperture objektivna na određenu lokaciju u zadnjoj žarišnoj ravnini, stvara se slika sa samo onim elektronima koji se difraktiraju pod određenim kutom.

- a) Kada je apertura smještena tako da propusti samo transmitirane (nedifrakcijske) elektrone, stvorena je slika svijetlog polja (BF).
- b) Kada je apertura smještena tako da propusti samo difrakcijske elektrone, stvorena je slika tamnog polja (DF).

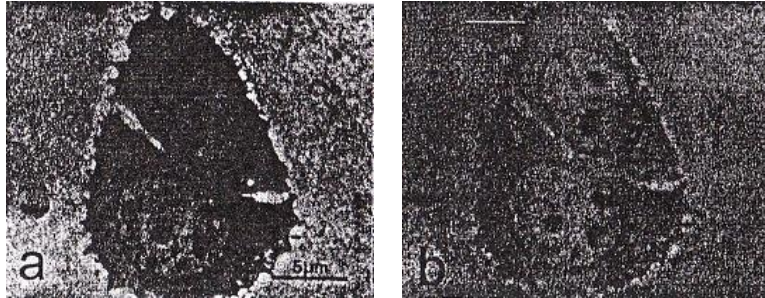


Slika 13. (a) lijevo: BF mod, (b) desno: DF mod.

U većini CTEM studija o kristalima, crte na slici potječu iz difrakcijskog kontrasta. Difrakcijski kontrast je varijacija u intenzitetu difrakcije elektrona preko uzorka i promatra se tako da se u zraku uvede apertura objektiv. Tijekom tog postupka, crte na slici postaju vidljivije- inače je slika siva i mutna. Razlog tomu je što kada postoji veliki intenzitet difrakcijskih zraka, dolazi do razmjernog gubitka u intenzitetu transmitiranih zraka i bez aperture objektiv dolazi do ponovnog spajanja difrakcijskog intenziteta sa transmitiranim intenzitetom na zaslonu što guši promatrani kontrast difrakcije.

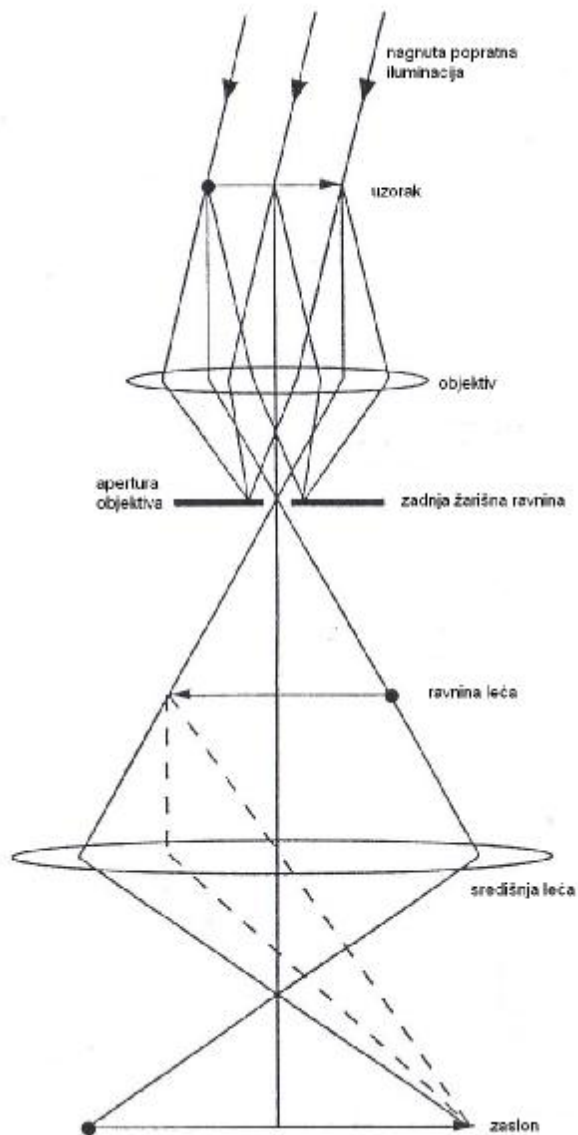
Ipak, slika bez aperture prikazuje generički kontrast masa-gustoća koji se povećava s atomskim brojem  $Z$ , i to vjerojatno kao  $Z^2$ . Kontrast nastaje elastičnim raspršivanjem iz individualnih elektrona gdje popratni elektroni skreću zbog Coulombovih interakcija kako prolaze kroz atom. Vjerojatnost raspršivanja ovisi o snazi Coulombovih interakcija i veća je za teže elemente. Kontrast masa-gustoća je naročito primjenjiv u biologiji za selektivno bojanje različitih staničnih organela. Na slici 14. životinjska stanica se boja osmijem, snažnim raspršivačem elektrona, koji

se nakuplja u kromatinu. Na slici bez aperture objektiva, 14. b, prikazan je kontrast od elektrona koji su raspršeni daleko od optičke osi, tako da se područja bogata osmijem čine tamnima. Na slici 14. a, apertura objektiva služi kako bi držala raspršene elektrone izvan slike i zato je kontrast jači.



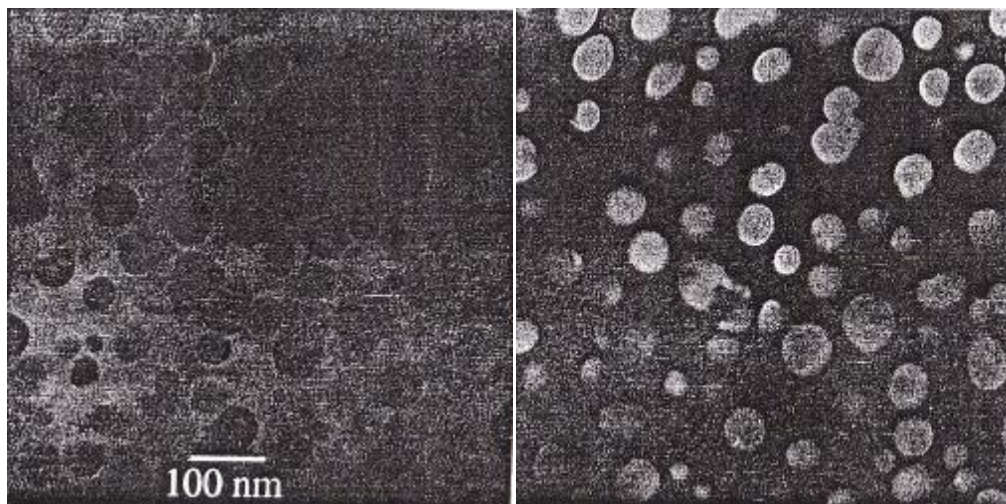
Slika 14. BF slika a) sa aperturom objektiva, b) bez aperture objektiva.

Tehnika tamnog polja na slici 14. b zove se i "prljava" tehnika jer su magnetske leće daleko od idealnih, tankih leća. Što se više zrake nakose dalje od optičke osi, to će manje točno biti svinute magnetskom lećom (sferna aberacija). Pravilan način kako napraviti sliku tamnog DF visoke rezolucije je da se nakosi popratna iluminacija na uzorak (slika 15.) i to tako da je kut nagiba jednak difrakcijskom kutu  $2\theta_B$ . Na zadnjoj žarišnoj ravnini, pozicija prijenosne zrake je nakošena u poziciju difrakcijske zrake i difrakcija na desnoj strani se sada koristi za sliku DF.



Slika 15. Slika osnovog tamnog polja (DF).

Komplementarnost slika BF i DF prikazana je na slici 16. Tvar je legura Al-2wtLi%, zagrijana kako bi stvorila nakupine  $\text{Al}_3\text{Li}$ . Te sferne nakupine, označene  $\delta'$ , čine se tamnima na slici BF, iako je prosječna gustoća i prosječan atomski broj niži od matrice bogate aluminijem. Iako to odstupa od prethodne rasprave o kontrastu masa-gustoća, ipak je za očekivati ako nakupine imaju jaku difrakciju. Na slici DF nakupine se čine svijetlima na tamnoj pozadini. Treba potvrditi da postoji poklapanje "jedan na jedan". Očito svaka od nakupljenih čestica generira difraktiranu zraku svjetlosti koja prolazi kroz aperturu objektivna na slici DF što znači da su kristalografske osi  $\delta'$  čestica jednako orijentirane.



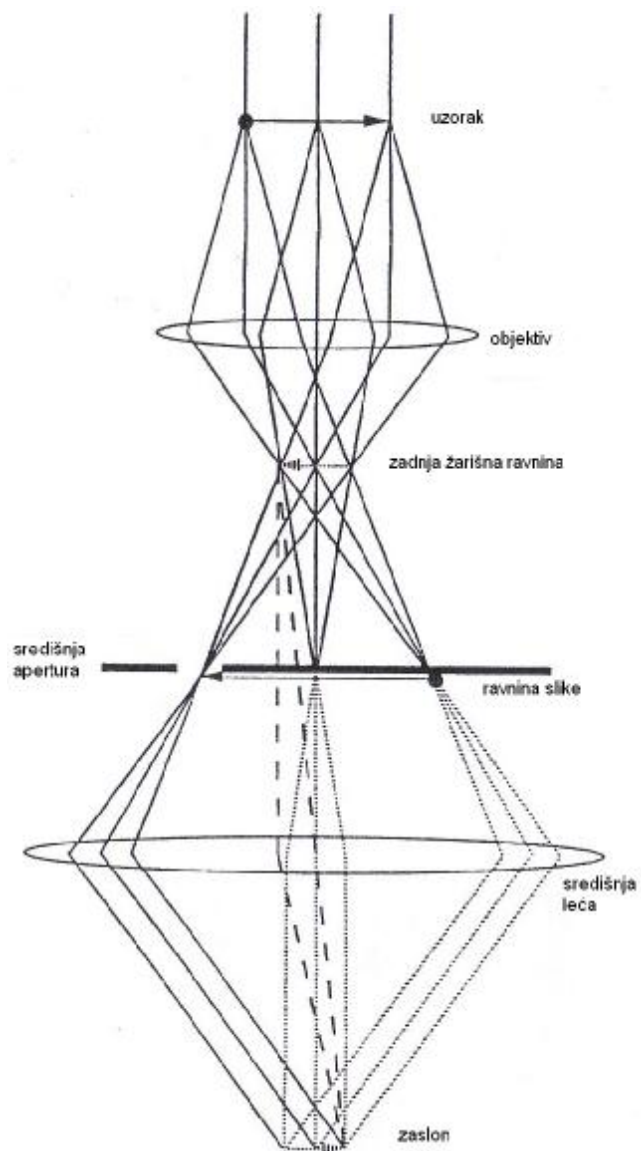
Slika 16. Sferne nakupine u Al-Li leguri pri povećanju 80.000 X. Lijevo: BF slika. Desno: DF slika

Promjer aperture objektiva u mikroskopu je od oko 0.5 do 20 $\mu$ m. Te aperture su pokretne i s velikom mehaničkom preciznošću mogu se smjestiti oko selektiranih difrakcija na zadnjoj žarišnoj ravnini u leći objektiva.

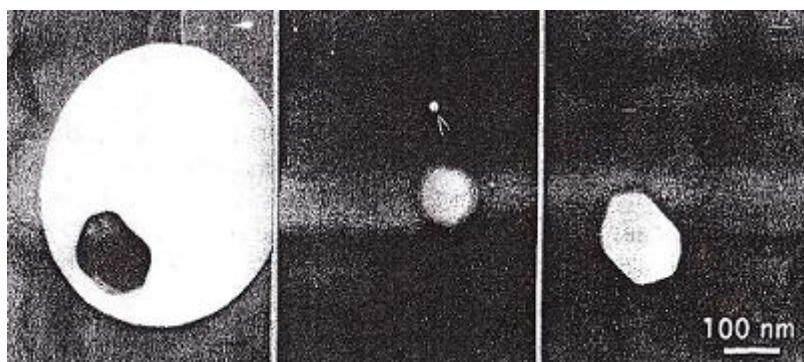
### 3.4.2. Selektirano područje difrakcije

Slika 17. je dijagram zraka za stvaranje difrakcijskog uzorka pojednostavljenim TEM-om. Središnja leća je sada fokusirana na zadnjoj žarišnoj ravnini leće objektiva, što se može i potvrditi umjetnim isprekidanim zrakama i isprekidanim strelicama, i na slici su prijenosna zraka i sve difrakcijske zrake. Druga, središnja apertura smještena u ravnini slike leće objektiva služi za ograničavanje difrakcijskog uzorka u selektirano područje uzorka. Ta tehnika se provodi tako da se uzorak prvo ispituje u modu slike sve dok se ne nađe područje interesa (vrh strelice na sl. 17.) i tada se umetne središnja apertura i smješta oko te crte (budući da može doći do sferne aberacije, kako bi se uvjerali da uzorak dolazi iz područja interesa možda će biti potrebno malo slabije fokusirati leću objektiva.). Mikroskop se zatim premjesti na mod difrakcije i na zaslonu se pojavi uzorak difrakcije selektiranog područja (vrh pune strelice). Postupak SAD (engl. selected area diffraction) se može primijeniti na područjima promjera  $10^{-4}$  cm što je ograničeno sfernom aberacijom leće objektiva. Za pravu nano difrakciju potrebno je koristiti tehniku nano zraka kao što je difrakcija konvergentnih elektronskih zraka (engl. convergent beam electron diffraction- CBED).





Slika 17. Selektirano područje difrakcije.



Slika 18. Lijevo: BF slika čestice  $\text{Al}_{12}\text{Mn}$  na ugljikovom filmu (povećanje 66. 000 X). Sredina: SAD uzorak svijetlog kruga na lijevoj slici. Desno: DF slika čestice označene strelicom na središnjoj slici.

Serijski mikroprikazi na slici 18. prikazuju komplementarnost metoda BF, DF i SAD. Lijeva slika je mikroprikaz BF male čestice izvađene iz legure aluminijske iz limenke. Na istom mikroprikazu, SAD slika aperture smještene oko čestice snimljena je tako da se koristi dvostruko izlaganje. Mikroskop se zatim premješta na difrakcijski mod kako bi se dobila SAD slika u sredini. Nakon pravilnog nagiba poratne iluminacije apertura objektiva se smjestila oko svijetle točke koju pokazuje strelica. Mikroskop se potom ponovno prebacuje na mod slike i desnoj slici vidimo svijetlu česticu što potvrđuje da se čestica podigla na mjesto difrakcije u aperturi objektiva.

Pomoću razmaka točaka difrakcije na zaslonu možemo odrediti međuplošne razmake u kristalima i za to koristimo jednadžbu kamere. Geometrija SAD uzorka na slici 19. pokazuje duljinu kamere L.

Braggov zakon glasi:

$$2d\sin\theta = \lambda. \quad (10)$$

Sada je  $\theta \sim 1^\circ$  za niske redove difrakcije elektrona od 100 eV ( $\lambda = 0.037 \text{ \AA}$ ).

Za tako male kutove;

$$\sin\theta \sim \text{tg}\theta \sim \frac{1}{2} \text{tg}(2\theta). \quad (11)$$

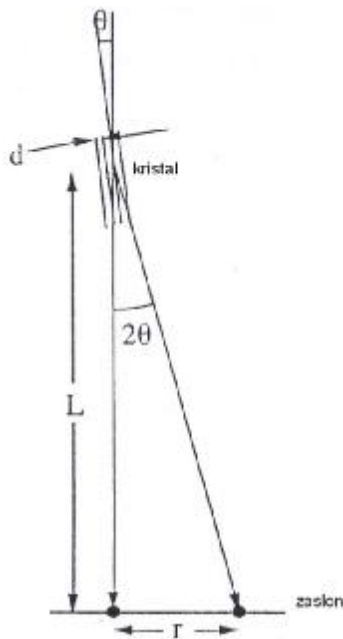
Prema slici 19. slijedi:

$$\text{tg}2\theta = \frac{r}{L}, \quad (12)$$

što uvrstimo u izraz (11) i zatim u (10) i dobijemo:

$$2d \frac{1}{2} \frac{r}{L} = \lambda, \quad (13)$$

$$rd = \lambda L. \quad (14)$$



Slika 19. Određivanje duljine kamere.

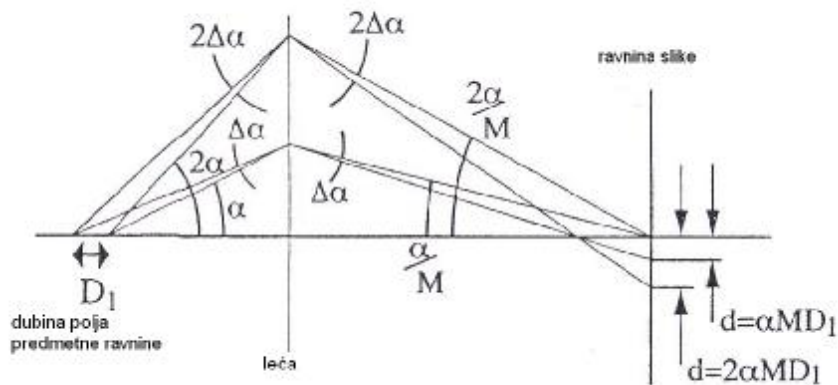
Jednadžba (14) je jednadžba kamere pomoću koje možemo odrediti međuplošni razmak,  $d$ , mjerenjem razmaka točaka difrakcije,  $r$ . Također moramo znati i konstantu kamere, umnožak  $\lambda L$  ( $\text{\AA cm}$ ). Približna vrijednost se može naći na konzolnom ispisu ekrana modernog TEM-a, ali za precizan rad potrebno je obaviti vlastitu kalibraciju konstante kamere.

### 3.4.3. Dubina polja i dubina žarišta

Analiza dubine polja i dubine žarišta TEM-a objašnjava zašto je moguće prikazati potpunu debljinu (promjer) uzorka i zašto isti postav leća može dati nejasnu sliku na zaslonu, fotoploči ili video kameri.

Dubina polja leće definirana je kao razmak između udaljenosti predmeta koje su prikazane u žarištu. Dubina polja leće,  $D_1$ , se smanjuje kako se rezolucija leće povećava jer se kriterij fokusiranja pojačava. Također, dubina polja se smanjuje i s veličinom leće. Slika 20. pokazuje da kada postoji greška u položaju predmetne ravnine,  $D_1$ , zrake s većim kutom u odnosu na optičku os (npr.  $2\alpha$  na sl. 20), su one koji najviše odstupaju od točke žarišta u ravnini slike.





Slika 20. Dvostrukim povećanjem kuta aperture, dvostruko se povećavaju i nejasnoće u ravni slike.

Dubina polja leće je:

$$D_1 = \frac{d}{a}, \quad (15)$$

gdje je  $d$  rezolucija, a  $a$  kut aperture leće (najveći kut koji popratna zraka zatvara sa optičkom osi).

Na slikama 12.- 17. i slici 20., kut elektrona u odnosu na optičku os je uvećan radi ilustracije. Veličine malih apertura i valne duljine elektrona su takve da  $a \cong 10^{-3}$  rad i  $d \cong 1$  nm, pa je  $D_1 \cong 1$  nm ili  $1 \mu\text{m}$ . TEM uzorci su obično promjera reda veličine 100 nm, tako da su unutar dubine polja leće objektiva.

Slično tome, dubina žarišta je razmak između udaljenosti preko kojih se pojavljuje slika u žarištu ravnine slike leće.

Dubina žarišta je povezana s dubinom polja preko povećanja  $M$ :

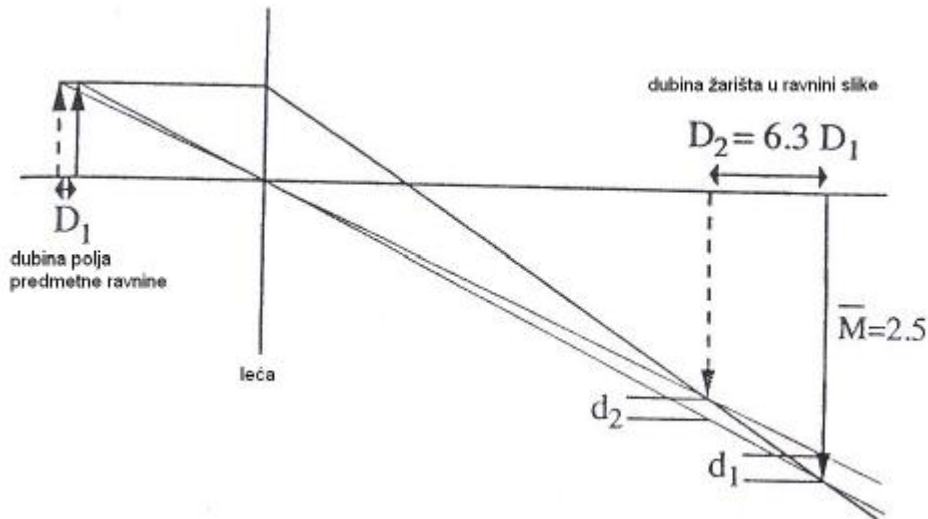
$$D_2 = \frac{d}{a} M^2 \quad (16)$$

U odnosu na dubinu polja za ravninu predmeta, dubina žarišta je veća za član  $M^2$  jer:

1) slika je veća za  $M$ , pa se sjecišta zraka koja definiraju ravninu slike kreću  $M$  puta brže od onih na ravnini predmeta, i

2) zrake različitih kutova koje konvergiraju u istu točku slike imaju zajedničke kutove  $M$  puta manje nego kada napuste ravninu predmeta.

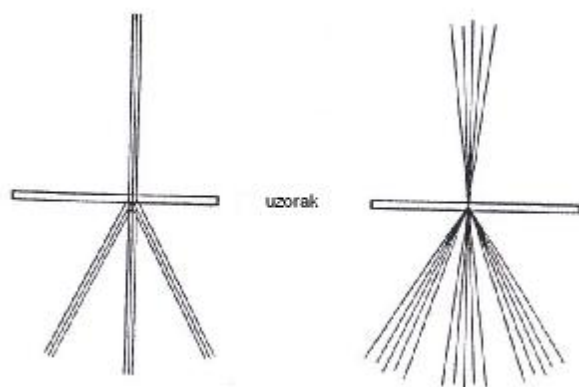
Za povećanje od  $10000\times$  i sa  $\alpha \cong 10^{-3}$  rad i  $d \cong 1$  nm,  $D_2 \cong 100$  m.



Slika 21. Za male kutove i male  $D_1$  i  $D_2$  razmaci, koji predstavljaju zamagljenja,  $d_1 \approx d_2$ . Razmak  $d_1$  je zamagljenje uzrokovano premještanjem predmeta za  $D_1$  (dubina polja), a razmak  $d_2$  je zamagljenje uzrokovano premještanjem ravnine slike za  $D_2$  (dubina žarišta). Ovaj dijagram zraka ima povećanje oko 2.5 i dubina žarišta je približno  $2.5^2 = 6.25$  puta veća od dubine polja.

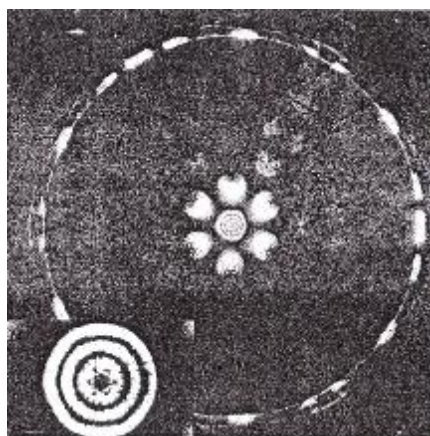
### 3.5. Difrakcija konvergentnih zraka elektrona

Sustav kondenzorskih leća u modernom TEM-u omogućava veliku svestranost u osvjetljavanju uzorka. Tehnika elektronske difrakcije konvergentnih zraka (engl. convergent beam electron diffraction- CBED) je naročito važna za nanodifrakciju. Kod CBED popratna zraka je fokusirana i kondenzorskim lećama i predpoljem leće objektiva pa se žarište leće objektiva mijenja kako se mijenja iluminacija.



Slika 22. Lijevo: konvencionalna iluminacija. Desno: CBED iluminacija.

U slučaju paralelne iluminacije difrakcijske zrake su paralelne. Kod CBED popratne zrake ulaze u uzorak pod različitim kutovima. Raspon tih kutova je malen i u praksi svi elektroni u popratnom stošcu mogu biti barem donekle difraktirani. Difraktirane zrake izlaze iz uzorka u obliku divergentnih stožaca (obično  $<1^\circ$  u širini). Sjecišta ovih stožaca se povećavaju kako idu niz mikroskop i na zaslonu se stvaraju diskovi. Poredak diskova na zaslonu je isti kao i kod konvencionalnog difrakcijskog uzorka. Intenzitet unutar CBED diskova nije jednak i detalji linija i struktura unutar diskova su iznimno korisni u kristalografiji. Analizom simetrije uzoraka unutar diskova mogu se dobiti informacije o simetriji kristalne građe.



Slika 23. CBED uzorak iz silicija sa malom (veća slika) i velikom (manja slika) duljinom kamere.

Glavni uzorak, koji se dobije s kratkom duljinom kamere pokrivajući širok kutni raspon recipročnog prostora, pokazuje diskove u nultoj Laue zoni (ZOLZ) okružen svijetlim prstenom zbog refleksija u prvoj Laue zoni (FOLZ). Uzorak intenziteta u svijetlom prstenu FOLZ se ponavlja tri puta oko oboda, otkrivajući trostruku simetriju silicija. Zbog neelastičnog raspršenja

u ZOLZ, široki "Kikuchi-obrubi" radijalno se pružaju od centra, a također se vide i uže tamne linije iz viših Laue zona (HOLZ). Umetnuta slika pokazuje povećanje diska velikom duljinom kamere. Tanke oštećene HOLZ linije vidljive na vanjskom rubu diska otkrivaju informacije o simetriji kristala i mogu se iskoristiti za određivanje parametara rešetke.

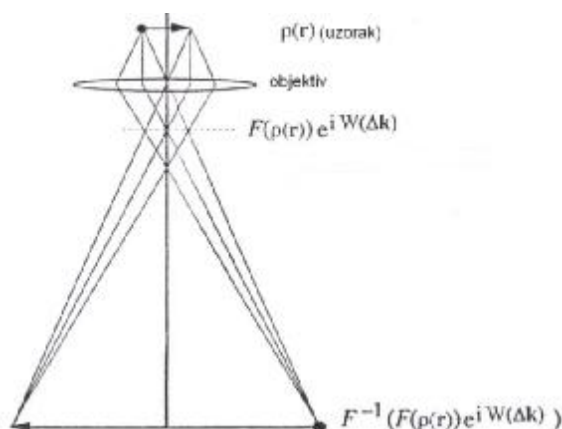
### 3.6. Slike visoke rezolucije

Za stvaranje slike visoke rezolucije pomoću TEM-a ne mogu se primijeniti BF i DF tehnike. Slike visoke rezolucije su najbolje objašnjene pomoću Fourierovih transformacija. Difraktirani val, odnosno valna funkcija elektrona je Fourierova transformacija distribucije faktora raspršenja u tvarima  $\rho(r)$ . Oblik  $\rho(r)$  pokazuje distribuciju atoma u tvari.

Fourierova transformacija distribucije atoma u uzorku:

$$F(\rho(r)) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{+\infty} \rho(r) e^{-\Delta k \cdot r} d^3r. \quad (17)$$

Fourierova transformacija je funkcija difrakcijskog vektora,  $\Delta k$ . S dimenzijama suprotne duljine, vektor  $\Delta k$  je uzrok periodičnosti u uzorku. Glatka funkcija  $\rho(r)$ , koja se širi u  $r$ , ima Fourierovu transformaciju koja nije jednaka nula samo za male vrijednosti  $\Delta k$ . S druge strane, funkcija  $\rho(r)$ , koja ima kratke periodičnosti, ima Fourierovu transformaciju koja sadrži velike vektore  $\Delta k$ . Slika 24. pokazuje kako se Fourierove transformacije difrakcijskih elektronskih valova slažu s uzorkom, zadnjom žarišnom ravninom leće objektivna i ravninom slike.



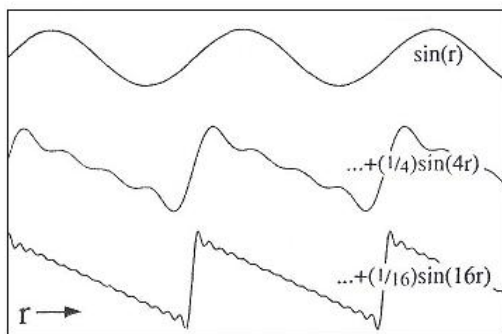
Slika 24. Fourierova transformacija.

Apertura objektiva u zadnjoj žarišnoj ravnini leće objektiva će skratiti Fourierovu transformaciju uzorka. Slika stvorena malim dosegom k-vektora uključuju samo prostorne crte dugog dosega. Za aperturu objektiva dosega  $\delta k$ , najmanje prostorne crte na slici su približno  $\Delta x$ , gdje je:

$$\Delta x = \frac{2p}{dk}. \quad (18)$$

Kako bi protumačili periodičnost atoma, potrebna nam je apertura dosega  $dk \cong \frac{2p}{d}$ , gdje je  $d$  razmak atoma.

Kod slika BF i DF se koristi puno manja apertura kako bi sakupila elektrone koji imaju isti kut difrakcije. Skraćivanje k-prostora znači da konvencionalne BF i DF funkcije TEM-a ne mogu dati sliku visoke rezolucije. Za to je potrebna dovoljno velika apertura objektiva koja bi uključila i prijenosnu zraku i najmanje jednu difraktiranu zraku. Prijenosna ("naprijed raspršena") zraka daje referentnu fazu elektronske valne fronte. Slike visoke rezolucije su zapravo uzorci interferencije faza difraktiranih zraka.

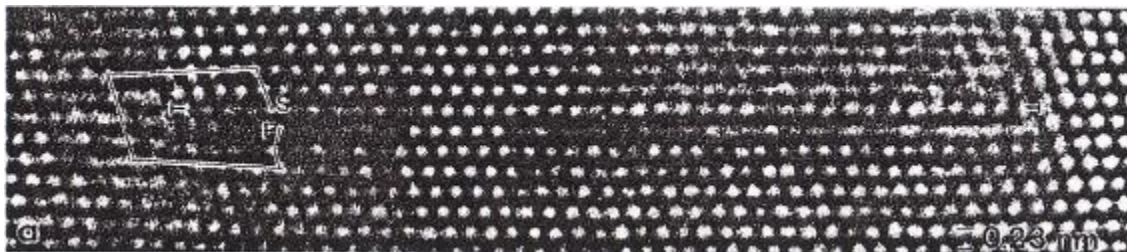


Slika 25. Učinci k-prostornog skraćivanja na rezoluciju slike.

Slika 25. pokazuje konstrukciju trokutastog vala sukcesivnim dodavanjem sinusnog vala. Skraćivanje u k-prostoru eliminira kratko-periodične sinusne valove u Fourierovim serijama što se slaže s razmazanim rubovima trokuta na slici. Manja apertura objektiva više skraćuje k-prostor i na slici se vidi manje detalja. Nažalost, čak i bez aperture objektiva slika na zaslonu nije dobra do proizvoljno malih prostornih rezolucija. Problem nastaje u zadnjoj žarišnoj ravnini leće objektiva, jer iako je leća objektiva prilično točna u intenzitetu difrakcijskih valova, postoji otklon u faznim odnosima koji se povećava sa  $\Delta k$ . Ovaj instrumentalni fazni otklon,  $W(\Delta k)$ , ovisi izravno o sfernoj aberaciji i žarištu leće objektiva i najveći je za one valove koji su najdalje

svinuti od optičke osi (tj. veliki  $\Delta k$ ). Fourierove komponente  $F(\rho)(\Delta k)$  moraju biti pomnožene s funkcijom  $e^{iW(\Delta k)}$ , koja se zove prijelazna funkcija kontrasta leće objektiva. Kako se  $W(\Delta k)$  brzo povećava za velike  $\Delta k$ , dolazi do velikih oscilacija  $e^{iW(\Delta k)}$ . Dakle, velike vrijednosti  $\Delta k$  nisu korisne pri stvaranju slike, pa mane leće objektiva služe za skraćivanje korisnog k-prostora. Zato je prostorna rezolucija u TEM-u ograničena na oko 1.5 Å, iako ova vrijednost sada opada zbog poboljšanja u dizajnu mikroskopa i računalnim procesima.

Slike visoke rezolucije su najkorisnije za uočavanje oštećenja u kristalima te za proučavanje rasporeda atoma u dodirnim točkama. Na primjer oštećenje na fcc aluminiju znanom kao Frankova međuprostorna petlja može se vidjeti na slici 26.

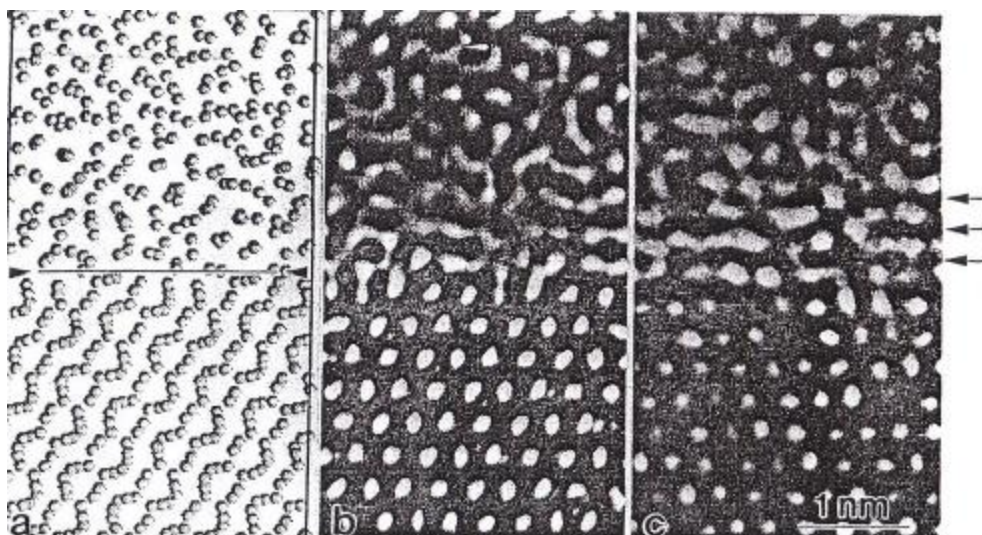


Slika 26. Frankova petlja u fcc Al gledana duž  $\langle 110 \rangle$  osi zone.

Ako pogledamo horizontalne redove atoma paralelno sa stranicom, blizu središta slike može se vidjeti dodatna ravnina atoma koja se može odrediti Burgerovim krugom nacrtanim oko ruba oštećenja. Ako pogledamo sliku u vertikalnom smjeru, na mjestu dodatne ravnine vidimo kako se redovi atoma petljaju u petlju. Na mjestu oštećenja došlo je do greške u slaganju gusto poredanih ravnina.

TEM visoke rezolucije nije ograničen samo na građu kristala i može se koristiti za analizu aperiodične atomske građe. Slika 27. je primjer slike visoke rezolucije sučelja kristal-amorf u Pd-Si leguri. Slika pokazuje i simulirani i eksperimentalni prikaz atomske strukture sučelja (211) kristalina  $\text{Pd}_3\text{Si}$  i amorfa  $\text{Pd}_{80}\text{Si}_{20}$  gledano duž  $[011]$  osi zone  $\text{Pd}_3\text{Si}$  kristala. Ako pogledamo sučelja na slici u smjeru strelica, vidimo da se prvih nekoliko slojeva u tekućini djelomično slažu sa čvrstim kristalinom. Za pravilnu interpretaciju slika visoke rezolucije potrebno je napraviti model uzorka i model mikroskopa te usporediti te modele sa eksperimentalnom slikom. Također je potrebno točno poznavati uvjete osvjetljenja i karakteristike objektiva kako bi izbjegli mikroskopiju faznog kontrasta i dobili kristalografske podatke iz uzoraka elektronske difrakcije.





Slika 27. a) Model sučelja (211) kristalina  $\text{Pd}_3\text{Si}$  i amorfa  $\text{Pd}_{80}\text{Si}_{20}$ . b) Simulirana HRTEM slika sučelja. c) Eksperimentalna HRTEM slika sučelja gledano duž [011] osi zone  $\text{Pd}_3\text{Si}$  kristala.

### 3.7. Sustavi leća TEM-a

#### 3.7.1. Iluminacija leća

Pri vrhu mikroskopa nalazi se sustav za iluminaciju leća, koji stvara svojstvene elektrone i kontrolira njihov intenzitet i kutnu konvergenciju na uzorak. Izvor elektrona je pod utjecajem negativnog potencijala od oko  $-100.000$  kV, koji odbija elektrone kada napuste svoju površinu. Mnogo godina izvor elektrona je bila oštro svinuta žica volframa, koja se prolaskom električne struje užari na svom oštro kraju zbog reduciranog područja i veće otpornosti. Pri visokim temperaturama neki elektroni primaju dodatnu termičku energiju kako bi nadmašili radnu funkciju izlaza i napustili metal. Vrijednost termičke emisije proporcionalna je Boltzmannovom faktoru,  $\exp(-\Phi/kT)$  gdje je  $\Phi$  radni potencijal poznat iz tablice 1. Povećavanjem temperature niti povećava se emisija elektrona, ali dolazi do isparivanja materijala niti i smanjuje se rok trajanja. Zbog niže radne funkcije, preferirani materijal za termičke elektronske topove je  $\text{LaB}_6$ .

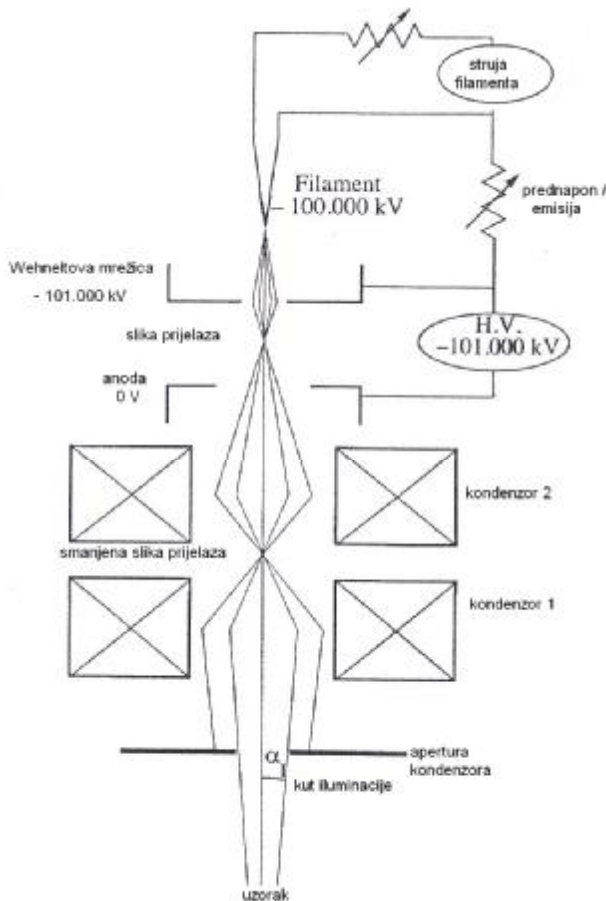
Emission Material	Thermionic W	Thermionic LaB <sub>6</sub>	Schottky ZrO/W	Field emission W
Work function (eV)	4.5	2.7	2.5	4.5
Working temperature (K)	2800	1400-2000	1400-1600	300
Emission current density (A/cm <sup>2</sup> )	1	10 <sup>2</sup>	10 <sup>3</sup>	10 <sup>5</sup>
Gun brightness (A/(cm <sup>2</sup> -sr))	10 <sup>5</sup>	10 <sup>6</sup>	10 <sup>8</sup>	10 <sup>8</sup>
Crossover diameter (μm)	30	10	1	0.01
Energy width (eV)	1-2	0.5-2.0	0.3-1.0	0.2-0.4
Life (h)	~50	~1000	~25,000	~1000
Vacuum requirements (Pa)	10 <sup>-2</sup> -10 <sup>-3</sup>	10 <sup>-3</sup> -10 <sup>-4</sup>	10 <sup>-7</sup> -10 <sup>-8</sup>	10 <sup>-8</sup> -10 <sup>-9</sup>

Tablica 1. Prikaz uvjeta emisije elektrona.

U termičkoj triodi elektronskog topa koja se koristi u većini TEM-a, na elektrone u niti snažno utječe elektrostatsko polje Wehnelt elektrode. Negativna Wehnelt elektroda služi za ograničavanje emisije elektrona i fokusiranje elektrona na prijelaz dok se ubrzavaju prema anodi. Slika 28. pokazuje da struja elektrona kroz mikroskop teče kroz kosi/emisijski potencijometar. Što je veća struja elektrona to Wehneltova elektroda više negativno naginje što nadalje guši struju elektrona. Prednost ovog dizajna je u tome što je emisija regulirana i ostaje stalna unatoč fluktacijama u temperaturi niti, te određuje maksimum struje korisne zagrijane niti. Kada elektronski top počinje s radom na zaslonu mikroskopa se vidi slika niti. Kako se nit zagrijava povećanjem struje slika postaje sve svjetlija, sve do zasićenja kada unatoč daljnjem zagrijavanju niti nema povećanja u svjetlini nego se samo skraćuje vijek trajanja niti. Nakon što elektroni putuju kroz prijelaz ispod Wehneltove elektrode, prolaze kroz anodu velikom brzinom i ulaze u kondenzorske leće. Funkcija prve kondenzorske leće je da nadalje smanjuje prijelaz iz vrha Wehneltove elektrode, stvarajući pri tome bolji točkasti izvor svjetlosti. Točkasti izvor iluminacije je uvijek poželjan, posebice za stvaranje vrlo fino fokusirane elektronske zrake na uzorak, što je tipično za CBED i spektroskopiju. To smanjivanje se povećava sa snagom prve kondenzorske leće, tj. kako se položaj slike prijelaza pomiče bliže leći (jednadžba leće, 8). Struja prve kondenzorske leće kontrolira se gumbom spot-size na mikroskopu. Elektroni koji ulaze u prvu kondenzorsku leću imaju veliku kutnu raspršenost, pa je potrebna kompenzacija za astigmatizam tih C1 leća. To se često radi prilagođavanjem za najoštriju sliku niti kad se provjeravaju uvjeti zasićenja. Smanjena slika prijelaza služi kao točkasti izvor iluminacije za drugu kondenzorsku leću. Variranje snage druge kondenzorske leće, C2, omogućava konvergenciju zrake na malo mjesto na uzorku, raspršenje zrake u niz paralelnih popratnih zraka



na uzorak ili čak da se oblikuje divergentni snop. Kako bi se kontrolirala konvergencija zrake na uzorak otvor se smješta iza druge kondenzorske leće, kako bi eliminirao zrake koje su najviše otklonjene od optičke osi zbog aberacija leće. Kut iluminacije zrake,  $\alpha_1$ , može se izmjeriti na fotografskom negativu prema postupku opisanom za kut aperture objektiva na slici 30.



Slika 28. Sustav iluminacije TEM-a.

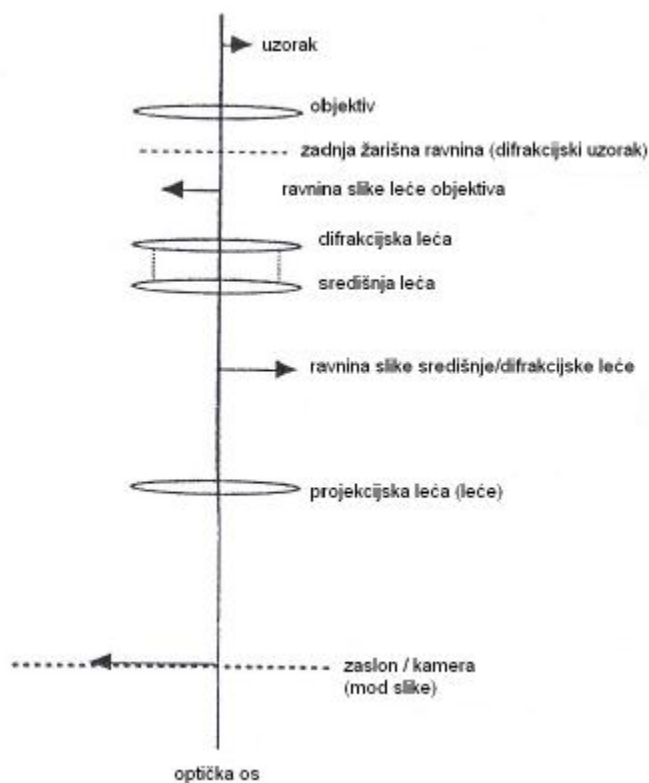
Neke od karakteristika elektronskog topa se nalaze u tablici 1. U hladnom polju emisije topa (FEG), pozitivna elektroda se smješta blizu vrha polja emisije, a snažno električno polje na vrhu uzrokuje da neki elektroni savladaju rad vrha metala (volfram). Hladni FEG je izvrsni točkasti izvor iluminacije i čak možda ne zahtijeva smanjivanje na prvoj kondenzorskoj leći. Druga važna prednost hladnog FEG je izostanak širenja toplinske energije, tako da zrake elektrona mogu biti monokromatske. Iako hladni FEG-ovi imaju gotovo idealno djelovanje, zahtijevaju ultravisoki sustav vakuuma, kako bi potisnuli oštećenje oštrog vrha iona atoma plina, koji se ubrzavaju u vrh u svom visokom električnom polju, ili se ne apsorbiraju što znači destabiliziraju emisiju.

Zahtjevi električnog polja i vakuuma FEG-a mogu se značajno reducirati zagrijavanjem vrha. Temperatura vrha je niža od termičke emisije zbog reduciranog rada u prisutnosti snažnog električnog polja, fenomenu poznatom kao Schottky efekt. Termički FEG-ovi koji se nazivaju i Schottky efekt topovima, obično koriste tanak sloj ZrO koji pokriva vrh W kako bi smanjio rad. U odnosu na termičke topove, termički FEG-ovi omogućuju manji izvor iluminacije i veću sjajnost slike te se mogu koristiti za oblikovanje vrlo tankih intenzivnih elektronskih zraka na uzorak. Imaju prednost nad hladnim FEG-ovima jer zagrijani vrh prokuha sve zagađenosti i ione, pri čemu se povećava stabilnost vrha i njegova otpornost na oštećenja. Zbog svojih karakteristika termički FEG je dobar izbor za moderne analitičke TEM-ove, dok je LaB<sub>6</sub> nit jeftinija alternativa za TEM koji će se prvenstveno koristiti za difrakcijske eksperimente. Struja elektronske zrake koja izlazi iz topa je nadalje reducirana otvorima u sustavu kondenzorskih leća. Tipična struja na uzorak je reda veličine  $10^{-8}$ A, što je  $\sim 10^{11}$  elektrona/sekundi. 100 keV elektrona putuje prosječnom brzinom koja je jednaka polovini brzine svjetlosti,  $\sim 10^{10}$  cm/s tako da su centri elektrona odvojeni  $10^{-1}$ cm. Elektroni nisu točke, pa da bi odredili udaljenost između elektrona potrebna nam je duljina valnog paketa elektrona. Energija koju širi elektronski val je oko 1 eV, pa 100 keV elektron ima koherentnu duljinu reda  $10^5$  valnih duljina. S valnom duljinom za 100keV elektrone od  $0.037\text{\AA}$ , zaključujemo da je duljina elektronskog valnog paketa,  $10^{-5}$ - $10^{-4}$  cm, manja nego razmak između elektrona. Stoga možemo promatrati interakciju između elektronske zrake i uzorka kao prolaz jednog elektrona za drugim. Važno je zapamtiti da difrakcija elektrona uključuje interferenciju valnih brjegovova pojedinog elektrona (samo-interferenciju). Kada se dva ili više elektrona visoke energije pojave simultano u uzorku, nema valne interferencije između njih jer su elektroni fermioni. Zapravo se mjeri intenzitet interakcije pojedinih elektrona s uzorkom.

### **3.7.2. Slika sustava leća**

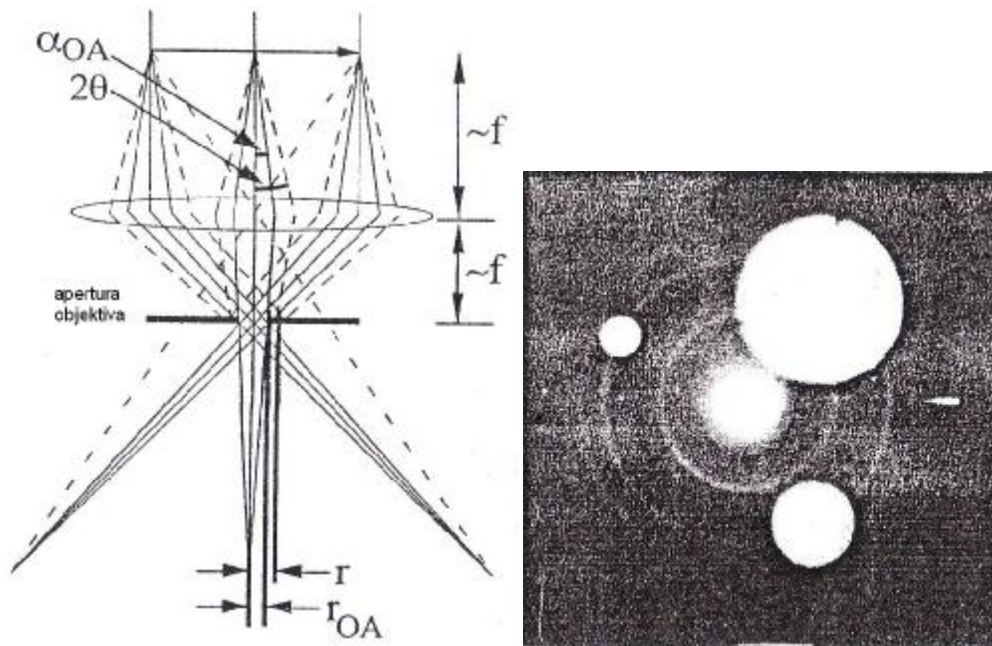
Stvaranje slike pomoću sustava realnih leća u TEM-u je puno složenije od slika jednostavnih modela sa dvije leće (slike 12.-17.), što je i vidljivo na slici 29.

Leća objektivna se često sastoji od dva pola između kojih je uzorak pa se fokusiranje odvija prije i poslije uzorka. Difrakcijska leća se koristi skupa sa središnjom lećom za kontroliranje duljine kamere, a projekcijska leća ( ili leće) se koristi za dodatno povećanje slike za faktor 30 ili više.



Slika 29. Konfiguracija sustava leća.

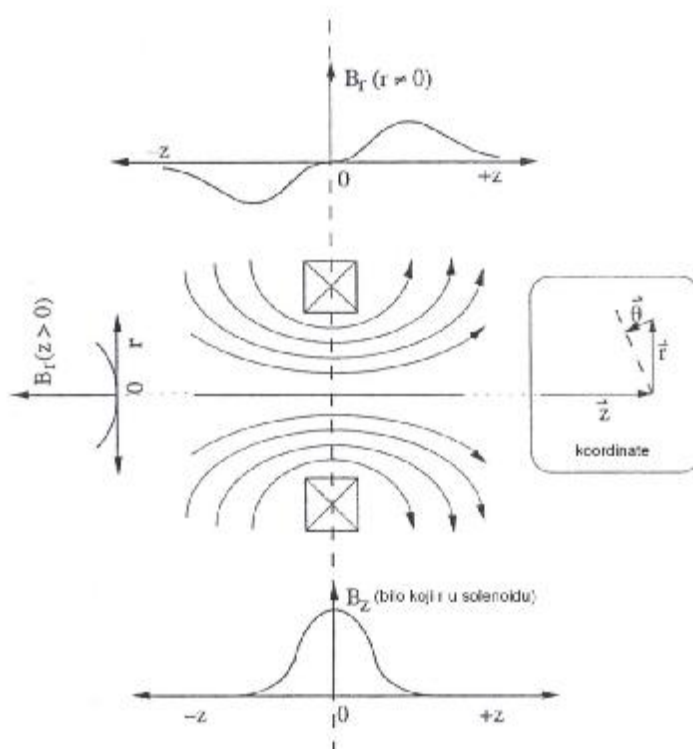
Struja kroz ove leće varira s povećanjem i leće mogu biti uključene ili isključene, ovisno o povećanju i postupku. Orijetacijska veza između slike i difrakcijskog uzorka ne mora biti očita. Da bi se shvatila optička svojstva svakog pojedinog mikroskopa potrebno je proučiti dijagrame zraka u radnom priručniku proizvođača. Apertura objektiva se koristi za dobivanje slike pa je potrebno znati kut aperture na leći objektiva  $\alpha_{OA}$ . Taj kut se može lako izmjeriti preklapanjem slike aperture i difrakcijskog uzorka standardnog uzorka kao što je srebro, sl. 30. Odnos kuta aperture objektiva,  $\alpha_{OA}$ , i Braggovog kuta,  $2\theta$ , difrakcijskog prstena se povezuje s radijusom otvora,  $r_{OA}$ , i radijusom difrakcijskog prstena,  $r$ , kao:  $\alpha_{OA}/2\theta = r_{OA}/r$ .



Slika 30. Lijevo: Geometrija kuta aperture leće objektivna. Desno: Mjerenje kutova aperture usporedbom sa kutovima difrakcije na polikristalinu zlatu,  $2\theta$ .

### 3.7.3. Magnetske leće

U transmisijskom elektronskom mikroskopu magnetske leće su kratki solenoidi.



Slika 31. Sredina: Magnetsko polje u i oko kratkog solenoida.

Komponente magnetskog polja duž koordinata  $r, \theta, z$ , označene kao  $B_r, B_\theta$  i  $B_z$ , vrlo su različite. Cilindričnom simetrijom  $B_\theta=0$  i ne uzima se nadalje u obzir, no  $B_r(r,z) \neq 0$  i  $B_z(r,z) \neq 0$ . Točan oblik magnetskog polja je teško izračunati jer magnetske leće imaju feromagnetne polove čija svojstva su nelinearna sa strujom leće i ne može se napraviti dobar model. Ipak, najvažnije karakteristike magnetskog polja mogu se zaključiti iz simetrije solenoida.

- $B_r$  nestaje u ravnini  $z=0$  (na sl. 31.  $z=0$  u centru solenoida).
- $B_r$  je asimetrično pod refleksijom duž ravnine  $z=0$ .
- $B_r$  doseže svoju najveću vrijednost na nekoj udaljenosti od solenoida.
- Za određenu vrijednost  $z$ , blizu optičke osi  $B_r$  se povećava sa  $r$ , budući da je  $B_r=0$  za  $r=0$ .
- $B_z$  je najveći za  $z=0$  i smanjuje se monotono s povećanjem  $|z|$  tako da se ponekad smatra Gaussovom funkcijom.
- Pri visokim vrijednostima  $|z|$  i umjerenom  $r$ ,  $B_r > B_z$ .

Fokusiranje magnetske leće može se objasniti analiziranjem Lorentzove sile na elektron u gibanju:

$$F = -ev \times B \quad (19)$$

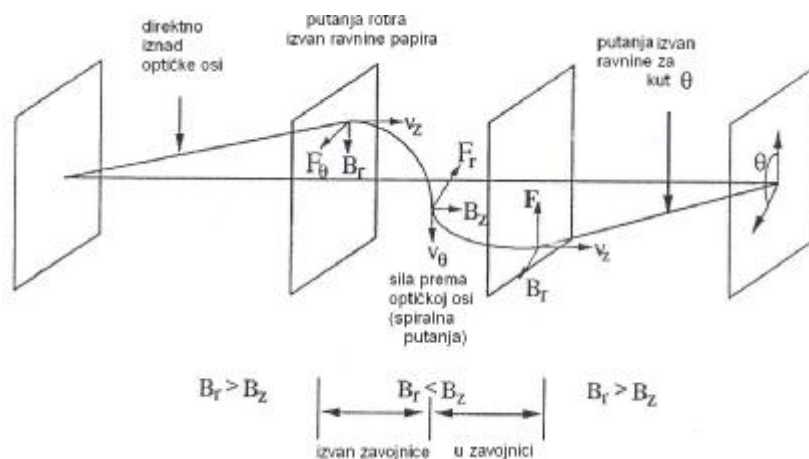
S obzirom na komponente brzine elektrona  $v = v_r r + v_\theta \theta + v_z z$  i magnetskog polja  $B = B_r r + B_\theta \theta + B_z z$ , te da je  $B_\theta=0$ , komponente sile  $F$  na elektron su:

$$F_z = +ev_\theta B_r, \quad (20)$$

$$F_\theta = -e(v_z B_r - B_z v_r), \quad (21)$$

$$F_r = -ev_\theta B_z. \quad (22)$$

Kako bi shvatili putanju elektrona pod tim silama, moramo gledati sliku 32. kao trodimenzionalnu. Optička os ide slijeva nadesno u ravnini papira i malo se podiže iznad ravnine papira. Četiri plohe koje su okomite na optičku os nacrtane su koso. Magnetska leća na slici je simetrična oko središta optičke osi.



Slika 32. Putanja elektrona kroz magnetsku leću

Pratimo putanju elektrona koji napušta točku na krajnjoj lijevoj (predmetnoj) ravnini i dolazi u fokus na krajnjoj desnoj (slikovnoj) ravnini. U početku elektron putuje pod određenim kutom direktno iznad optičke osi. Prije nego elektron dosegne solenoid, nađe se u predpolju koje je gotovo u potpunosti radijalno,  $B_r \gg B_z$ . Zbog toga što naš  $B_z$  ima smjer nadesno, lijevo od centra leće,  $B_r$  ima smjer prema optičkoj osi (sl. 31.). Sjecište produkta brzine ( $v_z$ ) i  $B_r$  daje silu  $F_\theta$  (sl. 32) koja ima smjer kao da izlazi iz ravnine papira. Ta sila daje novu komponentu brzine  $v_\theta$  koja uzrokuje spiralnu putanju izvan ravnine papira. Elektron se i dalje udaljava od optičke osi tako da još nije došlo do fokusiranja. Fokusiranje omogućava nova komponenta brzine  $v_\theta$ . Kako elektron rotira oko optičke osi brzinom  $v_\theta$  ulazi u područje gdje je  $B_z$  jako. Sjecište produkta  $v_\theta$  i  $B_z$  stvara silu koja ima smjer prema optičkoj osi,  $F_r$ , potrebnu za fokusiranje. U pretpostavljenom simetričnom optičkom poretku, brzina elektrona u smjeru od optičke osi,  $v_r$ , je jednaka nuli u samom centru magnetske leće. Elektron ne ide paralelno s optičkom osi, nego se giba po spirali s komponentama brzine  $v_\theta$  i  $v_z$ . Kako elektron prolazi na desnu stranu od centra magnetske leće, brzina  $v_\theta$  uzrokuje daljnje fokusiranje. Istovremeno  $B_r$  mijenja svoju oznaku i  $v_\theta$ , koji je dosegao svoj maksimum u centru leće, počinje se smanjivati. Simetrijom, leća će smanjiti  $v_\theta$  na nulu dok elektron ne izađe iz polja leće pa spiralna putanja prestaje. Sada se elektron giba direktno prema optičkoj osi i ulazi u fokus na krajnjoj desnoj plohi (sl. 32.). Žarišna duljina se smanjuje kako se struja leće pojačava zbog većeg  $v_\theta$  i  $B_z$ . Iako elektron dolazi u konačni fokus putujući ravnom crtom, ta crta nije direktno iznad optičke osi kao što je bila početna putanja, nego je putanja zarotirana izvan ravnine papira za kut  $\theta$ . Posljedica toga jest da je i slika zarotirana za kut  $\theta$ . Ta rotacija se povećava sa magnetskim poljem u leći, koje se pojačava sa strujom kroz leću (ne nužno proporcionalno zbog feromagnetskih polova materijala). Za određivanje kuta rotacije slike vrijedi slijedeća aproksimacija:

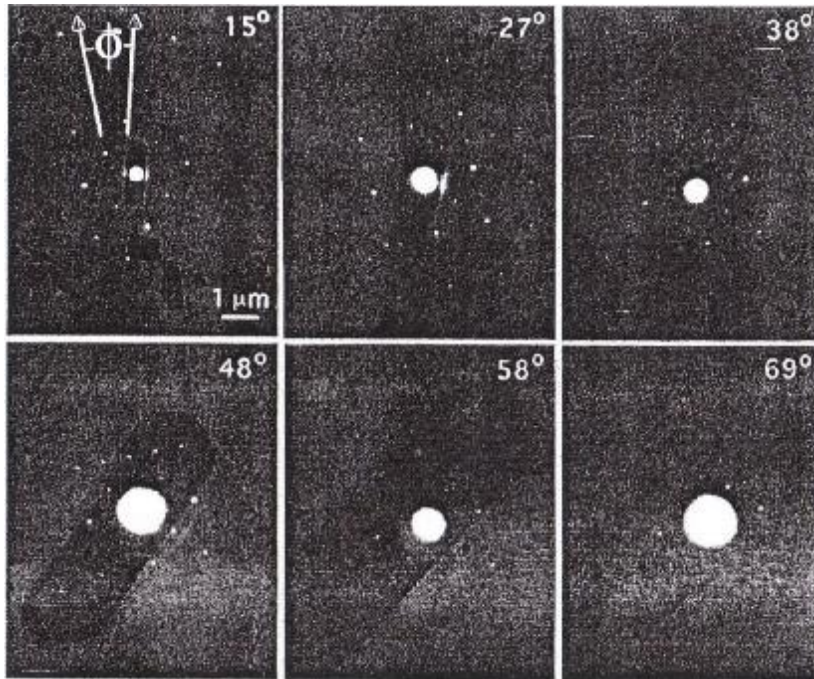
$$\theta[R] = \frac{0.15}{\sqrt{E}} \int_{os} B_z dz . \quad (23)$$

Za tipični slučaj 100 keV elektrona, koji prolaze kroz leću polja 10 kG i duljinu 0.5 cm:

$$\theta \approx \frac{0.15}{3 \cdot 10^2} \times 10^4 \times 0.5 \approx 2.5R . \quad (24)$$

Kvadratni korijen iz E u izrazu (23) je zanimljiv, jer pri većim brzinama elektrona javljaju se jače Lorentzove sile, ali elektroni provode proporcionalno manje vremena u leći. Kut za koji je elektron premješten ovisi o kvadratu vremena djelovanja sile, pa tako elektron s dvostruko većom brzinom magnetska leća upola svine. Za visoko naponske elektronske mikroskope potrebne su jake magnetske leće i dugi stupci.

Struja kroz središnju leću se smanjuje prebacivanjem mikroskopa iz moda slike u mod difrakcije. Posljedica toga je razlika u rotaciji difrakcijskog uzorka i slike. Rotacija slike pri različitim povećanjima je ključna pri uzorcima SAD kako bi povezali kristalografske smjerove sa smjerovima na slici i u kontrastnim analizama mana. Tradicionalna laboratorijska vježba za određivanje rotacije slike mikroskopom je promatranje  $\text{MoO}_3$  kristala koji su rompskog oblika i produljeni duž (001) smjera.



Slika 33. Dvostruko izlaganje difrakciji SAD i BF slika kristala  $\text{MoO}_3$ .

Kako bi odredili rotaciju slike s obzirom na SAD uzorak, prikazi na slici 33. su uzorci dvostrukog izlaganja difrakciji. Difrakcijski uzorak je jednake orijentacije na svih šest slika, ali kako se povećanje povećava vidimo da slika produljene  $\text{MoO}_3$  čestice rotira u smjeru kazaljke na satu. Pravocrtan uzorak SAD nije u poravnanju sa slikom zbog razlike u rotaciji, ali pomoću ovakvih pokusa rotacija slike može se kalibrirati. Još jednu stvar treba uzeti u obzir u vezi SAD uzorka i slike, a to se najbolje vidi na slikama 12. i 17. Postoji dodatno sjecište (mjesto gdje zrake sijeku optičku os) pri stvaranju slike, nego pri stvaranju difrakcijskog uzorka. Kao posljedica, difrakcijski uzorak je invertiran kroz centar s obzirom na sliku. Uspoređivanjem fotografskih negativa SAD uzorka sa njihovim pripadajućim slikama, jedan od negativa mora se zakrenuti za  $180^\circ$  prije korekcije rotacije slike. Pri nekim povećanjima moderni mikroskopi omogućavaju jednaki broj dodatnih sjecišta kod traženja slike, pa ta rotacija od  $180^\circ$  nije potrebna. Drugi mikroskopi koriste električne optičke dizajne, gdje jedna magnetska leća može

kompensirati rotaciju slike drugih leća, i zato je potrebno znati karakteristike mikroskopa prije povezivanja slika sa difrakcijskim uzorcima.

Uzorak je smješten u malom prostoru između polova leće objektivna i to predstavlja problem pri konstrukciji držača za uzorak i mehanizma za kretanje. Postoje dvije opcije. Prva opcija je top-entry (ulaz s vrha), gdje se uzorak nalazi u košari koja visi u leći objektivna. Dno košare leži na gornjem polu leće objektivna. Top-entry nosači mogu biti cilindrično simetrični pa je termalna ekspanzija radijalna pri čemu se smanjuje zanošenje uzorka. Praznine između polova mogu biti vrlo male pa su i aberacije leće smanjene i rezolucija povećana. Problem predstavlja naginjanje uzorka, jer uzorak se ne bi trebao gibati horizontalno pri njihanju košare. Druga opcija je side-entry (ulaz sa strane) gdje se uzorak nalazi na kraju duge nemagnetske šipke koja ulazi u prostor između polova leće objektivna. Iako je nagib uzorka s ovom metodom veći problem, centar nagiba se može prilagoditi tako da bude "eucentrično" tako da tijekom nagiba nema horizontalnog gibanja. Kod side-entry metode praznina između polova leće objektivna je velika pa je lakše postaviti detektore elektrona blizu uzorka. Side-entry držači se zbog velike stabilnosti koriste u većini mikroskopa.

### 3.7.4. Mane leća

Važan kriterij rada za TEM su najmanje prostorne crte koje se mogu razaznati u uzorku, ili najmanja zraka fokusirana na uzorak, što znači da rad mikroskopa uvelike ovisi o leći objektivna. Leća objektivna TEM-a kao i sve magnetske leće ima aberacije koje utječu na njen rad.

#### 3.7.4.1. Sferne aberacije

Sferna aberacija mijenja žarište zraka koje nisu na optičkoj osi; što zraka više odstupa od optičke osi, veća je greška u žarišnoj duljini. Sve magnetske leće imaju pozitivan koeficijent sferne aberacije; zrake koje su dalje od optičke osi su snažnije fokusirane. Kao referencu definiramo pravu ravninu slike (Gaussovu ravninu slike). Kut osvjetljenja leće ovisi o jako malom kutu aperture  $\alpha$  (sl. 30.). Sferna aberacija uzrokuje povećanje slike od točke P na udaljenost QQ' u Gaussovoj ravnini slike na sl. 34. Minimalno povećanje točke P se događa ispred QQ' i zove se disk najmanje difuzije. Za magnetske leće promjer diska najmanje difuzije,  $d_s'$ , iznosi:

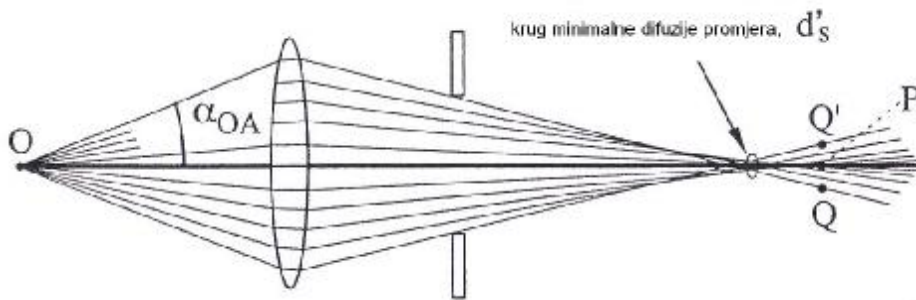
$$d_s' = 0.5MC_S(\alpha_{OA})^3, \quad (25)$$

gdje je  $C_S$  koeficijent sferne aberacije (obično 1-2mm),  $\alpha_{OA}$  kut aperture leće objektivna (sl. 34.) i M povećanje. U samom uzorku, odgovarajući promjer nesigurnosti,  $d_s$ , je:

$$d_s = 0.5C_S(\alpha_{OA})^3. \quad (26)$$



Pozitivna vrijednost  $C_s$  je ključni problem u faznom kontrastu (visoke rezolucije) transmisijske elektronske mikroskopije. Na sl. 34. vidimo blago defokusiranu leću objektiva pri stvaranju HRTEM slika. Defokus pomiče točku O bliže leći tako da se sjecišta zraka blizu točke P pomiču nadesno. Nejasnoća u ravnini slike postaje manja od  $QQ'$ . Taj defokus je kompromis za rad s velikim difrakcijskim vektorom  $\Delta k$  (što odgovara velikom  $\alpha_{OA}$ ).



Slika 34. Leća sa pozitivnom sfernom aberacijom.

### 3.7.4.2. Kromatične aberacije

Indeks loma stakla donekle ovisi o valnoj duljini svjetlosti, pa stoga i žarišna duljina jednostavne leće ovisi o valnoj duljini, te se pomoću bijele svjetlosti i jednostavne leće ne može dobiti oštra slika. Magnetske leće također imaju kromatične aberacije. Elektroni s različitim energijama pri ulasku u leću istim putem, dolaze u različite točke žarišta. Raspršenost u žarišnim duljinama je razmjerna raspršenosti u energijama elektrona. Postoje dva glavna uzroka te distribucije energije, a prvi je taj, da elektronski top ne proizvodi monokromatske elektrone. Raspršenje energije manje od  $\pm 1$  eV pripisuje se nepravilnostima u opskrbi visoke voltaže. Termički emitirani elektroni iz užarene niti imaju Maxwellovu distribuciju brzina koja uzrokuje distribuciju energija od oko  $\pm 1$  eV. Drugi uzrok raspršenosti energije elektrona je u samom uzorku. Neelastična raspršenja elektrona visoke energije pomoću podraživanja plazme su uobičajen način da elektroni izgube 10-20 eV. Tanki uzorci smanjuju nejasnoće TEM slika uzrokovane kromatičnim aberacijama. Disk najmanje difuzije za kromatičnu aberaciju odgovara promjeru uzorka,  $d_c$ :

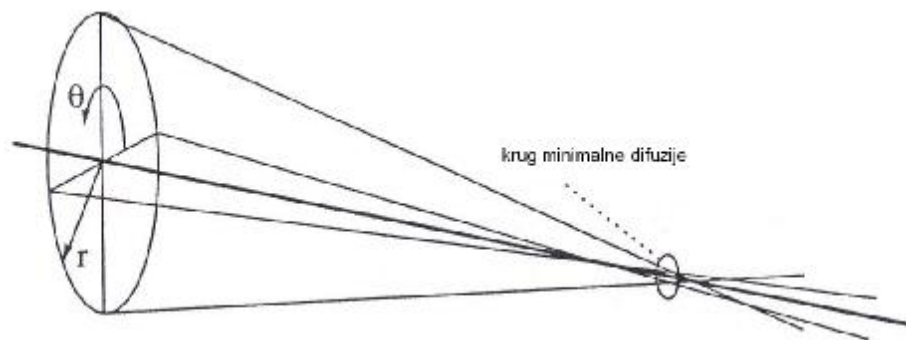
$$d_c = \frac{\Delta E}{E} C_c a_{OA}, \quad (27)$$

gdje je  $\Delta E/E$  omjer varijacije u voltaži elektronske zrake,  $C_c$  koeficijent kromatične aberacije (oko 1mm) i  $\alpha_{OA}$  kut aperture leće objektiva.

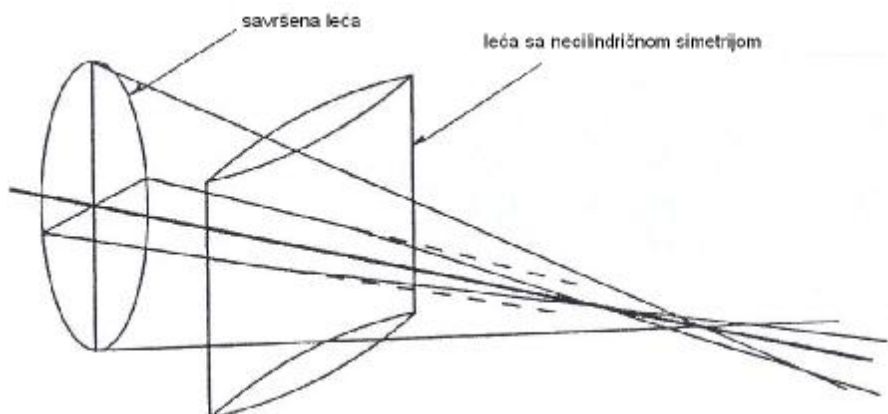
### 3.5.4.3. Astigmatizam

Astigmatizam se javlja kada leća nije savršeno cilindrično simetrična. Snaga fokusiranja leće varira s kutom  $\theta$  (sl. 35.) što ponovno vodi do širenja fokusa i diska najmanje difuzije. Za dvije leće TEM-a potrebne su rutinske korekcije za astigmatizam. Prva kondenzorska leća,  $C_1$ , mora biti stigmatizirana kako bi stvarala kružne popratne zrake na uzorak. Slično, astigmatizam leće objektiva daje nejasnu sliku i smanjuje rezoluciju, pa je potrebno prilagoditi stigmatore leće objektiva pri stvaranju slika visoke rezolucije.

Na slikama 35.-37.. desna strana optičke osi je blago zakrivljena prema dolje, i gore iz ravnine papira. Leća je nacrtana kao ravan disk koji se vidi zakrivljen i čini kao elipsa. Koristi se cilindrični koordinatni sustav  $\{r, \theta, z\}$  s koordinatom  $z$  duž optičke osi. Ključno za astigmatičnu leću na slici 35. je da žarišna duljina varira s kutom  $\theta$ . Za paraksijalne zrake koje ulaze u leću na istoj udaljenosti od optičke osi (isti  $r$ , različit  $\theta$ ), ova leća ima slabije žarište za gornje i donje zrake, nego za zrake koje su iznad i ispod ravnine papira.

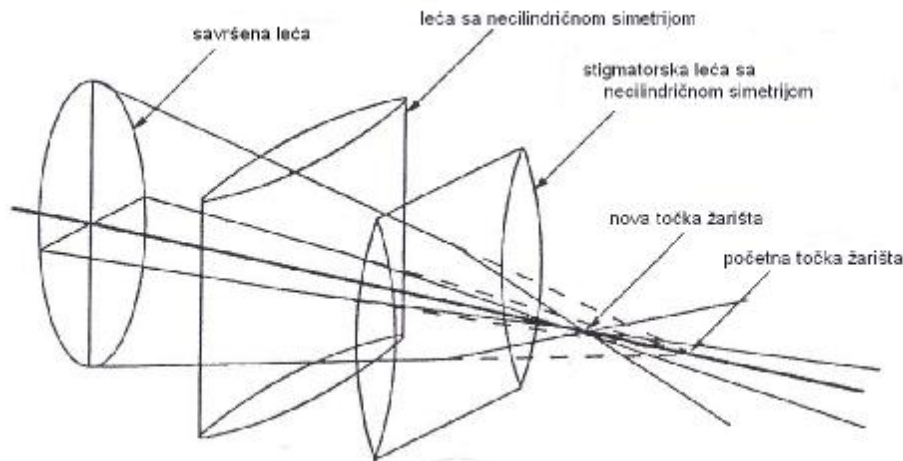


Slika 35. Astigmatična leća.



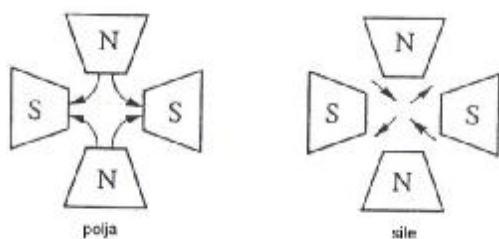
Slika 36. Model: astigmatična leća sa slike 35. je modelirana kao savršena radialno simetrična leća, plus druga leća sa zakrivljenošću u samo jednom smjeru.

Za razliku od sfernih aberacija, astigmatizam leće objektiva u TEM-u je moguće točno korigirati prilagodbom stigmatora. Ta korekcija se može izvesti tako dobro da astigmatizam ima beznačajan utjecaj na rezoluciju slike. Korekcija astigmatizma ili stigmacija je određena kutom i jakošću. Na slici 37. stigmatorska leća je korigirala astigmatizam leća na slikama 35. i 36.. Os stigmatora je okomita na os prve necilindrične leće, i njihove jakosti su približno jednake. Slika 37. pokazuje da kada korigiramo astigmatizam leće, također mijenjamo i žarište leće. Sve zrake dolaze u istu točku žarišta, ali sada je ta točka malo bliže leći.



Slika 37. Korekcija astigmatizma za leće na slikama 35. i 36.

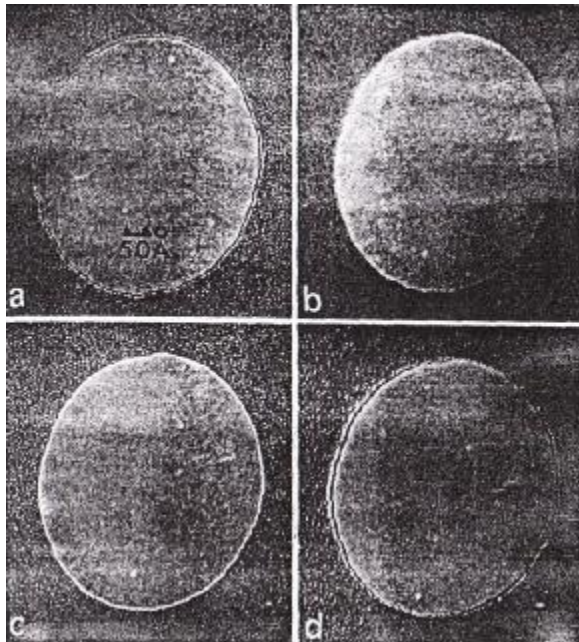
Stigmator u modernom TEM-u je par magnetskih kvadrapolnih leća smještenih jedna iznad druge. Za elektrone koji dolaze odozgo u ravninu papira, fokusiranje kvadrapolnim lećama je prikazano na slici 38. Lorentzove sile mogu suziti i produžiti zraku kako bi stvorile krug od npr. ovala. Ako je jedan N-S par u kvadrapolu jači od ostalih parova, dolazi do skretanja zrake. Kvadrapolne leće koje se koriste za stigmaciju mogu se simultano koristiti i za skretanje zrake.



Slika 38. Magnetska polja i sile na elektrone koji prolaze kroz magnetske kvadrapolne leće.

Korekcija astigmatizma leće objektiva je posebno kritična u TEM-u visoke rezolucije, gdje detalji slike ovise o fazama zraka i cilindričnoj simetriji magnetskog polja leće objektiva. Korekcija astigmatizma je zahtjevna, jer su potrebne tri neovisne prilagodbe: 1) glavno žarište, 2) prilagodba (žarište) x-stigmatora, i 3) prilagodba y-stigmatora. Film ugljika je idealan uzorak

za vježbanje ovakve korekcije kao što je prikazano na sl 2.45. s blijedim Fresnelovim prstenovima uzrokovanim difrakcijom na rubu rupe.



Slika 39. Slike male rupe. Mijenjanjem žarišta i stigmacije, mijenjaju se i Fresnelovi prsteni.

Na 39. a-c vidimo prefokusirane, fokusirane i nedovoljno fokusirane slike filma ugljika kada je astigmatizam mali. Kada je leća objektiva prefokusirana (jaka struja) ili nedovoljno fokusirana (slaba struja) s obzirom na Gaussovu ravninu slike, tamni i svijetli Fresnelovi prstenovi se pojavljuju oko unutrašnjosti rupe. Kada je astigmatizam pravilno korigiran, Fresnelov prsten je jednolike debljine. Slika 39. d prikazuje prsten nejednake debljine što je posljedica loše korekcije astigmatizma na prefokusiranoj slici. Prilagodba Fresnelovih prstenova oko rupe je korisna za učenje o stigmaciji, ali te prilagodbe nisu dostatne za maksimalna povećanja instrumenta, odnosno HRTEM rad. Za HRTEM korekcije astigmatizma se radi sa "sandy" (pješčanim) ili "salt and pepper" (sol i biber) kontrastom amorfnog ugljikova filma koji se stvara na površini i rubovima uzorka. Za mali astigmatizam kontrasti na slici mogu se smanjiti prilagodbom žarišta. Za potpunu eliminaciju astigmatizma, stigmatore su prilagođeni kako bi minimizirali kontrast amorfnog filma. Uvjet minimalnog kontrasta se postiže:

1. Traženjem žarišta gdje je kontrast minimalan i slika se čini ravna i bez crta.
2. Prilagodbom x-stigmatora kako bi se dodatno smanjio kontrast.
3. Prilagodbom y-stigmatora kako bi se dodatno smanjio kontrast.
4. Ponavljanjem koraka 1.-3. dok se ne postigne minimalan kontrast.

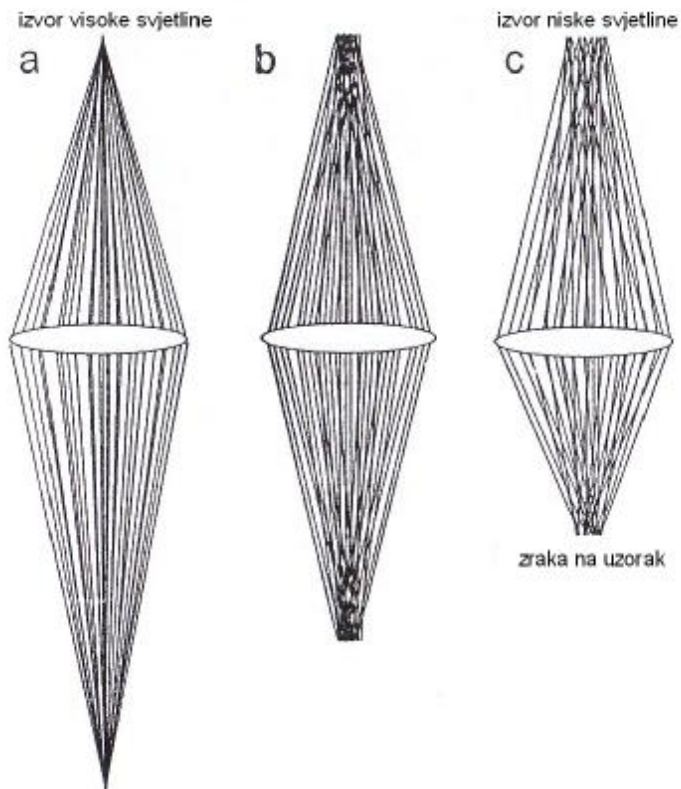
Kada je astigmatizam eliminiran, blagi prefokus ili nedovoljan fokus daje jasan, radijalno-simetričan detalj na amorfnom filmu koji se pretvara iz crnog u bijeli, ovisno je li žarište iznad ili ispod uzorka. Ako se detalj razmrlja pri mijenjanju žarišta objektiva naprijed i nazad kroz minimum kontrasta, potrebno je dodatno korigirati astigmatizam. Uvjet žarišta za minimum kontrasta je referentna točka za rad HRTEM.

### **3.8. Sjajnost topa**

Mnoga mjerenja TEM-a zahtijevaju mali promjer zrake na uzorak. Taj najmanji promjer fokusiranog snopa elektrona je određen:

- 1) kvalitetom leća korištenih za fokusiranje, i
- 2) radom elektronskog topa.

Važan parametar topa je sjajnost,  $\beta$ . Na slici 40. tri izvora emitiraju istu struju i šalju istu gustoću struje u leću koja fokusira zrake na uzorak ispod. Lijevi izvor ima veću sjajnost i stvara manje elektronske zrake na uzorak, jer zrake iz sjajnijeg izvora imaju veću preciznost u kutovima s obzirom na optičku os; ispresijecani putovi zraka na slici c) su posljedica veličine izvora. Ako zrake dolaze iz točkastog izvora, svaka zraka ulazi u leću pod točno određenim kutom kako bi bila fokusirana u točkastu sliku. Za izvor manje sjajnosti, pogreške u kutu dolaska na površinu leće uzrokuju zamagljenu točku. Fokusirana točka na uzorku je zapravo slika izvora. Kako bi napravili točku na izvoru iz izvora male sjajnosti na sl. 40. c), potrebna je jača leća, tj. veći kut konvergencije (mala sferna aberacija). Dakle, za fokusiranje snopa elektrona u točku potreban je sjajan izvor i visoko kvalitetne leće.



Slika 40. Fokusiranje elektronskih zraka iz izvora različitih sjajnosti.

Sjajnost topa je najčešće definirana kao gustoća struje po prostornom kutu [ $A/cm^2sr$ ], mjerena u izvoru elektrona,

$$\beta = \frac{j_0}{\rho a_p^2}, \quad (28)$$

gdje je  $j_0$  gustoća struje ( $A/cm^2$ ) u zraci, a  $\alpha_p$  polukut konvergencije.

Promjer zrake,  $d_0$ , povezan je s ukupnom strujom zrake,  $I_p$ , preko gustoće struje:

$$I_p = \pi \left( \frac{d_0}{2} \right)^2 j_0. \quad (29)$$

Supstitucijom (28) u (29) slijedi:

$$d_0 = \frac{\sqrt{4I_p}}{\rho a_p} \equiv \frac{C_0}{a_p}. \quad (30)$$

Za struju zrake,  $I_p$ , male vrijednosti promjera zrake,  $d_0$ , se dobiju povećanjem sjajnosti topa,  $\beta$ , ili povećanjem polukuta konvergencije,  $\alpha_p$ . Međutim, zbog sfernih aberacija,  $\alpha_p$  ima maksimalnu vrijednost, a  $\beta$  je ograničena dizajnom elektronskog topa. Jednadžba (30) pokazuje da promjer zrake postaje manji s povećanjem produkta  $\alpha_p \sqrt{b}$ .

### 3.9. Rezolucija

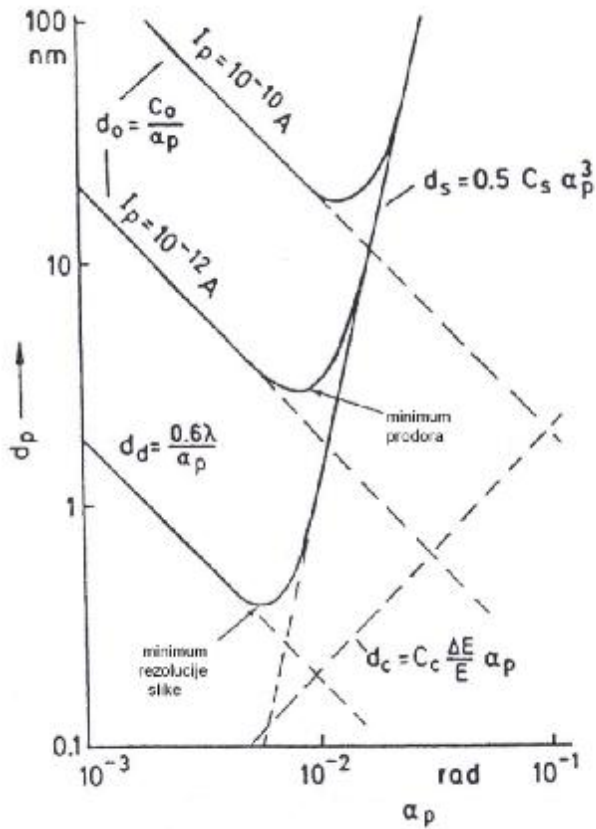
U STEM modu (ili TEM-u nanozraka) se bavimo najmanjim promjerom snopa elektrona koji se može usmjeriti na uzorak, a kod slika visoke rezolucije nas zanima najmanja crta koja se može razlučiti. Općeniti izraz za veličinu zrake i rezoluciju se može izvesti zbrajanjem kvadrata svih prstenova najmanje difuzije,  $d_s$ ,  $d_c$ ,  $d_d$  i  $d_0$ :

$$d_p = d_s^2 + d_c^2 + d_d^2 + d_0^2. \quad (31)$$

Supstitucijom (26), (27), (5) i (30) dobijemo:

$$d_p^2 = \frac{C_0^2 + (0.61\lambda)^2}{a_p^2} + 0.25C_s^2 a_p^6 + \left( a_p C_c \frac{\Delta E}{E} \right)^2. \quad (32)$$





Slika 41. Krivulja ovisnosti minimalne veličine zrake o aperturi.

Za termički top manje sjajnosti  $C_0 \gg \lambda$ , doprinosi  $d_d$  i  $d_c$  se mogu zanemariti. Slika 41. pokazuje superpoziciju promjera  $d_0$  i  $d_s$  kako bi se dobio minimalni promjer zrake,  $d_{\min}$ , kod optimalnog kuta aperture,  $\alpha_{\text{opt}}$ , za konstantnu  $I_p$ .

Optimalni kut aperture se dobije za  $dd_p/d\alpha_p=0$ , što daje:

$$\alpha_{\text{opt}} = \left( \frac{4}{3} \right)^{\frac{1}{8}} \left( \frac{C_0}{C_s} \right)^{\frac{1}{4}}, \quad (33)$$

supstitucijom u (2.44) slijedi:

$$d_{\min} = \left( \frac{3}{4} \right)^{\frac{1}{8}} C_0^{\frac{3}{4}} C_s^{\frac{1}{4}} \cong 0.96 C_0^{\frac{3}{4}} C_s^{\frac{1}{4}}. \quad (34)$$

Za polje emisije topa,  $C_0 \ll \lambda$ , doprinosi  $d_0$  i  $d_c$  se mogu zanemariti. Superpozicijom ostalih članova ponovno se dobije minimum kao što je prikazano na slici 41. U ovom slučaju  $\alpha_{\text{opt}}$  i  $d_{\text{min}}$  su određeni kao:

$$\alpha_{\text{opt}} = 0.9 \left( \frac{I}{C_s} \right)^{\frac{1}{4}}, \quad (35)$$

$$d_{\text{min}} = 0.8 I^{\frac{3}{4}} C_s^{\frac{1}{4}}. \quad (36)$$

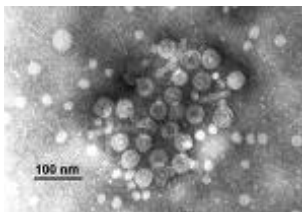
Ovim izrazima se određuje optimalan kut aperture i moć razlučivanja visoko rezolucijskog TEM-a. Vidimo da rezolucija ovisi više o valnoj duljini,  $\lambda$ , nego o  $C_s$  zbog čega se koristi visoki ubrzavajući napon (male  $\lambda$ ). Male pukotine u polovima objektiva minimiziraju  $C_s$ .

## 4. ZAKLJUČAK

U svom diplomskom radu opisala sam kako radi elektronski mikroskop i koje su sve njegove mogućnosti. Usporedila sam ga s optičkim mikroskopom jer se putanje elektrona unutar elektromagnetskih leća otklanjaju slično kao zrake svjetlosti u lećama optičkog mikroskopa. Elektronski mikroskop je znatno superiorniji u odnosu na optički mikroskop kada je riječ o rezoluciji. Međutim, kako moć razlučivanja, odnosno rezolucija mikroskopa, ovisi o valnoj duljini korištene svjetlosti i elektronski mikroskop je ograničen valnom duljinom elektrona. Moderni elektronski mikroskopi imaju moć razlučivanja za oko sto tisuća puta veću od optičkog mikroskopa. Daljnjim povećanjem uzorka dobije se samo veća slika, ali ne i bolja rezolucija.

Rad elektronskog mikroskopa je ograničen visokim vakuumom pa uzorci moraju biti čisti, suhi i električki vodljivi. Uzorci ne smiju biti onečišćeni. Kod nevodljivih uzoraka dolazi do nakupljanja naboja, što može utjecati na sam instrument i zato se nevodljivi uzorci oblažu vodljivim materijalom (npr. zlatom). Dakle, uzorci u elektronskoj mikroskopiji ne mogu biti živi organizmi. Jedna od rijetkih prednosti optičkog mikroskopa nad elektronskim je upravo u tome što je njima moguće promatrati uzorke u vlastitom okruženju.

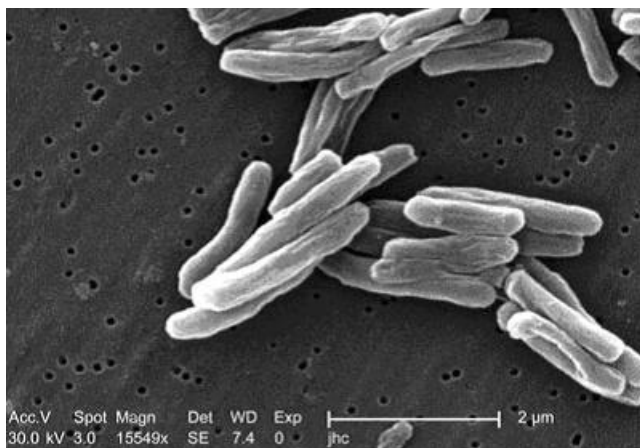
Elektronski mikroskop se uglavnom koristi za proučavanje mikroorganizama i virusa u biologiji, kemiji, fizici, geologiji i medicini.



Slika 42. Virus hepatitis B.



Slika 43. Virus H1N1.



Slika 44. Mikrobakterije tuberkuloze.

## 5. LITERATURA

Fultz, B., Howe, J., *Transmission Electron Microscopy and Diffractometry of Materials*, 2nd Edition Springer Berlin Heidelberg New York, 2002.

Young, H., Freedman, R., *Sears and Zemansky's University Physics with Modern Physics*, Pearson International 12th edition, 1999.

Planinić, J., *Osnove fizike 3*, Filozofski fakultet, Osijek, 2005.

Henč-Bartolić, V., Kulišić, P., *Valovi i optika*, Školska knjiga, Zagreb, 1991.

Viličić, Ž., Podhorski, R., *Tehnička enciklopedija, 5, Electrons*, Jugoslavenski leksikografski zavod, Zagreb, 1976.

Alters, S., *Biology- Understanding Life*, Mosby, 1996.

Guttman, B. S., *Biology*, WCB McGraw- Hill College, 1999.

Jones, E., Childers, R., *Contemporary College Physics*, WCB, McGraw- Hill College, 1999.

## 6. ŽIVOTOPIS

Zovem se Marija Trnak. Rođena sam 28. srpnja 1982. godine u Vukovaru. Prva tri razreda osnovne škole završila sam u rodnome mjestu, Bapskoj. Zbog Domovinskog rata, školovanje sam nastavila u Andrijaševcima, gdje sam i završila osnovnu školu. Nakon osnovne škole upisala sam se u gimnaziju M. A. Reljkovića u Vinkovcima, opći smjer. Godine 1998. prelazim u I. Gimnaziju u Osijeku, gdje sam i maturirala.

2000. godine upisujem studij fizike- politehnike na Pedagoškom fakultetu u Osijeku. Nakon preustroja Sveučilišta, Katedra za fiziku se 2005. godine osamostaljuje, te nastavljam svoj studij na Odjelu za fiziku, smjer fizika i tehnička kultura s informatikom.

Od rujna 2007. godine radim u Srednjoj školi Ilok na radnom mjestu nastavnika fizike.