

C₃

INSTYTUT TECHNOLOGII ELEKTRONOWEJ
POLITECHNIKI WROCŁAWSKIEJ

Rozprawa doktorska
mgr inż. Bożeny Łowkis

na temat:

"WPLYW ABERRACJI ELEKTRONOOPTYCZNYCH
NA OBRAZ MIKRODYFRAKCYJNY"

Promotor: doc. dr hab. Henryk Szymański

Wrocław 1976

Nr 3342

INSTYTUT TECHNOLOGII ELEKTROTECHNICZNEJ
POLITECHNIKI WROCŁAWSKIEJ

Pracownia Badawcza
Elektrotechniki

nr 1000

WYPIW ALKALOIDALNY ELEKTROTECHNICZNY

NA GŁOŚNIE NIEKONWENTYJONALNY



6342

Serdeczne podziękowania Promotorowi
doc. dr hab. Henrykowi Szymańskiemu
za opiekę naukową w czasie wykonywa-
nia niniejszej pracy oraz cenne wska-
zówki przy jej redagowaniu składa

Autor

SPIS TREŚCI

	str.
1. WSTĘP	4
2. MIKRODYFRAKCJA	13
3. WPLYW ABERRACJI SFERYCZNEJ SOCZEWEK NA OBRAZ DYFRAKCYJNY	17
3.1. Aberracja sferyczna obiektywu	22
3.2. Aberracja sferyczna soczewki dyfrakcyjnej	34
3.3. Aberracja sferyczna soczewki pośredniej	55
3.4. Dystorsja radialna soczewki projekcyjnej	61
3.5. Wypadkowa aberracja sferyczna soczewek układu obrazowego	64
4. ROZOGNISKOWANIE SOCZEWKI DYFRAKCYJNEJ	116
4.1. Teoria błędów obrazu dyfrakcyjnego	116
4.2. Wpływ rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej w przypadku małych, osiowo położonych preparatów	121
4.3. Wpływ rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej w przypadku dużego obszaru preparatu	125
4.4. Średnica pierścienia dyfrakcyjnego i dobroć obrazu dyfrakcyjnego	129
4.5. Wypadkowy wpływ aberracji sferycznej obiektywu i rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej na obraz dyfrakcyjny	135
5. WPLYW ASTYGMATYZMU OSIOWEGO SOCZEWEK NA OBRAZ DYFRAKCYJNY	148
5.1. Astygmatyzm osiowy obiektywu	150
5.2. Astygmatyzm osiowy soczewki dyfrakcyjnej	152

5.3. Astygmatyzm osiowy soczewki pośredniej	156
5.4. Wypadkowy astygmatyzm osiowy soczewek układu obrazowego	159
6. UWAGI I WNIOSKI	170
SPIS OZNACZEŃ	177
SPIS INDEKSÓW	179
SPIS LITERATURY	180

1. WSTĘP.

Zjawisko dyfrakcji fal na obiektach krystalicznych wynikające z falowej natury elektronu nazywa się dyfrakcją elektronów. Po raz pierwszy zostało ono zaobserwowane w 1927 roku przez Germera i Davissona. Zjawiskiem tym rządzą podobne prawa jak dyfrakcją fal elektromagnetycznych.

Dyfrakcja promieni elektronowych jest nieodłącznie związana z tworzeniem się obrazu w mikroskopie elektronowym.

W transmisyjnym mikroskopie elektronowym /TEM/ dyfrakcja elektronów jest podstawą samodzielnej techniki badawczej podobnie jak jest nią dyfrakcja promieni X.

Analiza strukturalna za pomocą dyfrakcji elektronów, zwana także elektronografią, w porównaniu z metodami rentgenograficznymi obok wielu zalet ma też pewne wady [1].

Do zalet elektronografii zalicza się:

- a/ możliwość poddania analizie bardzo małych ilości substancji /rzędu 10^{-12} g/,
- b/ bezpośrednią obserwację obrazów dyfrakcyjnych na ekranie,
- c/ krótkie czasy ekspozycji utrwalonych obrazów.

Do wad natomiast należą:

- a/ skomplikowana budowa urządzeń,
- b/ zmiany w obiekcie zachodzące pod wpływem bombardowania elektronami,
- c/ mniejsza dokładność wyznaczania odległości międzypłaszczyznowych,

- d/ zaciemnienie obrazu wywołane nieelastycznym rozpraszaniem elektronów,
- e/ zniekształcenia obrazu wywołane wpływem aberracji elektronooptycznych soczewek elektronowych.

Równocześnie z zastosowaniem dyfrakcji elektronów w charakterze nie tylko pomocniczego, ale i równorzędnego z mikroskopią źródła informacji o strukturze badanego materiału, prowadzi się teoretyczne i eksperymentalne badania rozpraszania elektronów w ciele stałym.

Zagadnienia te mogą być rozpatrywane na podstawie teorii kinematycznej lub oparte na teorii dynamicznej.

Teoria kinematyczna [2,3,4,5] daje możliwość jakościowego wyjaśnienia obserwowanych efektów dyfrakcji i może być z powodzeniem stosowana jeśli:

- a/ kryształ jest bardzo cienki

$$y \ll 0,1 \xi_g$$

gdzie y - grubość kryształu

ξ_g - długość ekstynkcji */

*/ Długość ekstynkcji /extinction length/ [2,5] można zapisać w postaci

$$\xi_g = \frac{V_c \pi \cos \theta}{\lambda F_g}$$

gdzie V_c - objętość komórki elementarnej

θ - kąt rozpraszania elektronów

λ - długość fali de Broglie'a

F_g - czynnik strukturalny

b/ odchylenie s od warunku Bragga* **/ jest duże

$$s > \frac{3}{2} \frac{1}{\sqrt{g}}$$

Teoria dynamiczna [2,3,4,5] oparta na mechanice falowej jest trudniejsza i mniej uchwytana intuicyjnie, ale prowadzi do wyników bardziej zgodnych z doświadczeniem. Jej celem jest obliczanie natężeń wiązek ugiętych i wiązki przechodzącej. Z doświadczeń oraz z rozważań geometrycznych wynika, że efektem dyfrakcji szybkich elektronów w kryształach jest pojawienie się wielu wiązek ugiętych, których natężenie jest często porównywalne z natężeniem wiązki pierwotnej.

Jeśli jednak założyć, że ma się do czynienia jedynie z wiązką bezpośrednią i jedną wiązką silnie wzbudzoną, to możliwe jest prześledzenie zjawiska dyfrakcji w sposób analityczny; otrzymane równanie jest zasadniczym równaniem teorii dynamicznej i zwane jest równaniem dyspersji [5,6].

W literaturze znaleźć można też przykłady rozwiązywania równań teorii dynamicznej w przypadku trzech wiązek [7,8] i w przypadku czterech wiązek [9].

Reasumując, do analizy elektronogramów uzyskiwanych w wyniku dyfrakcji transmisyjnej wystarcza często przybliżenie kinematyczne, podczas gdy do ilościowej analizy obrazów dyfrakcji odbiciowej niezbędne jest wykorzystanie teorii dynamicznej rozpraszania elektronów. Wynika to stąd, że w przypadku dyfrakcji odbiciowej

* **/ Relacja Bragga stanowi warunek odbicia od jednej tylko wybranej rodziny płaszczyzn, scharakteryzowanej odległością międzypłaszczyznową d_{hkl} . Ma ona postać:

$$\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta$$

gdzie $d_{hkl} [\text{\AA}]$ - odległość międzypłaszczyznowa
 $\lambda [\text{\AA}]$ - długość fali de Broglie'a
 θ - kąt rozpraszania elektronów

o grubości warstwy powierzchniowej kryształu oddziałującej z elektronami decyduje parametr określony przez teorię dynamiczną, a zwany długością ekstynkcji.

Zagadnienia analizy obrazów dyfrakcyjnych przy użyciu teorii kinematycznej lub dynamicznej nie są jednak przedmiotem tej pracy.

Jak wspomniano wcześniej do wad elektronografii należy wpływ aberracji elektronooptycznych soczewek na obraz dyfrakcyjny. Szczegółową analizą aberracji soczewek elektronowych znaleźć można w [10], natomiast analizę ograniczoną do podstawowych zasad w [11,12]

Transmisyjny mikroskop elektronowy /TEM/ jest urządzeniem wielofunkcyjnym. Pozwala on oprócz uzyskiwania obrazów mikroskopowych, co jest jego głównym przeznaczeniem, otrzymywać również obrazy dyfrakcyjne w kilku odmianach metodycznych różniących się dokładnością uzyskiwanych wyników i obszarami zastosowań. Obrazy dyfrakcyjne uzyskuje się w trzech układach pracy mikroskopu.

Są to: mikrodyfrakcja [2,5,13,14], dyfrakcja wysokorozdzielcza [5] i dyfrakcja pod małymi kątami [5,13,15+22]. Podstawy teoretyczne są dla nich wspólne, różne są jednak sposoby ich otrzymywania, a zatem różny wpływ aberracji soczewek na obraz dyfrakcyjny.

Aberracje elektronooptyczne soczewek powodują zmniejszenie "czytelności" elektronogramu. Najogólniej polega to na pogorszeniu się podstawowego parametru jakim jest zdolność rozdzielcza obrazu dyfrakcyjnego.

Pinsker [23] podaje, że zdolność rozdzielcza elektronografu określona jest minimalną wartością różnicy odległości międzypłaszczyznowych Δd linii dubletu /dwie linie leżące bardzo blisko siebie/, przy której dublet jest jeszcze rozróżniany. W ten sam sposób parametr ten określa Reimer [24], a w rentgenografii Cullity [25].

Andrews, Keown i Dyson [26] podają, że warunek dla rozdzielania dwóch wartości odległości międzypłaszczyznowych d_1 i d_2 odpowiadających dwóm pierścieniom ze średnicami D_1 i D_2 , określa się według wzoru

$$\Delta d = d_2 - d_1 = 2 \lambda L \left(\frac{1}{D_2} - \frac{1}{D_1} \right) = \frac{2 \lambda L}{D_1 D_2} \Delta D \quad /1.1/$$

gdzie λ - długość fali de Broglie'a

L - długość kamery /odległość próbka-ekran/

Szerokość pierścieni zależy od rzeczywistej szerokości wiązek ugiętych, rozmiarów ziaren obiektu, jego stanu naprężeniowego, wielkości dryftu wysokiego napięcia w czasie ekspozycji oraz rozmiarów ziaren emulsji na płycie fotograficznej [26].

Za miarę zdolności rozdzielczej obrazu dyfrakcyjnego wybrano wielkość [1]:

$$A = \frac{d}{\Delta d} \quad /1.2/$$

Zależy ona od długości fali λ , wysokości stożka dyfrakcyjnego h i średnicy krążka centralnego δ zgodnie ze wzorem [24, 27]:

$$A = \frac{d}{\Delta d} = \frac{\lambda L}{\delta d} \quad /1.3/$$

Wielkość A zmienia się wraz ze zmianą odległości r rozpatrywanego refleksu od centrum elektronogramu; rośnie ze wzrostem r . Dlatego też wprowadzono parametr [1]

$$A_0 = \frac{d_0}{\Delta d} \quad \left| \quad d_0 = 1 \text{ \AA} \right. \quad /1.4/$$

który jednoznacznie charakteryzuje zdolność rozdzielczą danego obrazu dyfrakcyjnego.

Dotychczasowa literatura nie dała wyczerpującej odpowiedzi na zagadnienia dotyczące wpływu aberracji elektronooptycznych soczewek mikroskopu elektronowego na końcowy obraz dyfrakcyjny uzyskiwany w układzie mikrodyfrakcji. Badaniom pracy mikroskopu w układzie mikrodyfrakcji poświęcono wiele prac [2,14,26,28,29, 30+35], jednak w większości z nich rozpatrywano w jakiej mierze obraz dyfrakcyjny pochodzi rzeczywiście od obszaru ograniczonego przesłoną selekcyjną [28,31,32,33].

Zagadnieniom dokładności analizy mikrodyfrakcyjnej - dokładności określania odległości międzypłaszczyznowych, periodów identyczności sieci krystalicznej, a także czynnikiem wpływającym na tą dokładność poświęcono niewiele prac. W najbardziej znaczących monografiach [2,29] zagadnienia te nie są rozpatrywane. Wśród oryginalnych należy zwrócić uwagę na prace Dowella [30,36], w których rozpatrzono wpływ rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej i jej astygmatyzmu na zniekształcenia pierścieni Debye'a - Scherrerera i przesunięcie położenia refleksów punktowych oraz na prace Pilankiewicza [14,35].

W monografii Pilankiewicza [14] przedstawione zostały niektóre czynniki wpływające na dokładność określania periodów identyczności sieci krystalicznej. Źródła błędów występujące w układzie mikrodyfrakcji Pilankiewicz podzielił na trzy grupy [14]:

- a/ błędy geometryczne,
- b/ błędy rozogniskowania
- c/ aberracje elektronooptyczne soczewek elektronowych.

Błędy geometryczne wywołane są zmianą położenia przedmiotu lub kliszy fotograficznej. Zmiany te prowadzą odpowiednio do zmian ogniskowej obiektywu lub powiększenia soczewki projekcyjnej.

Błędy rozogniskowania spowodowane są niedokładnym zogniskowaniem obrazu elektronogramu lub przesłony selekcyjnej. Nieostrość elektronogramu jest konsekwencją ziarnistości ekranu końcowego i astygmatyzmu soczewki dyfrakcyjnej. Błąd w zogniskowaniu przesłony selekcyjnej wywołuje zmianę powiększenia soczewki dyfrakcyjnej i zmianę ogniskowej obiektywu.

W ramach aberracji elektronooptycznych soczewek uwzględniono wpływ aberracji sferycznej obiektywu oraz wywołanej nią dystorsji radialnej soczewek dyfrakcyjnej i projekcyjnej.

Pilankiewicz przeprowadził też analizę wpływu tych błędów na obraz dyfrakcyjny dla mikroskopu elektronowego z trzema soczewkami magnetycznymi układu obrazowego.

Oszacowanie wielkości tych błędów dokonał dla mikroskopu elektronowego JEM-6A.

Celem niniejszej pracy jest przedstawienie wpływu aberracji elektronooptycznych soczewek układu obrazowego mikroskopu elektronowego na obraz dyfrakcyjny uzyskiwany w układzie mikrodyfrakcji. Istniejąca obecnie teoria wpływu aberracji elektronooptycznych na obraz dyfrakcyjny dotyczy mikroskopów elektronowych z trójsoczewkowym układem powiększającym. Mikroskopy takie obecnie wyszły z użycia.

Przedmiotem rozprawy jest opracowanie teorii wpływu aberracji elektronooptycznych na obraz mikrodyfrakcyjny dla mikroskopów elektronowych z czterosoczewkowym układem powiększającym oraz weryfikacja doświadczalna przeprowadzonej teorii.

O wyborze układu mikrodyfrakcyjnego zdecydował fakt, że odgrywa on obecnie zasadniczą rolę w badaniach prowadzonych przez współczesne laboratoria mikroskopii elektronowej. Poza tym, wpływ aberracji elektronooptycznych na obraz dyfrakcyjny otrzymywany w tym układzie pracy mikroskopu jest maksymalny [5].

W pracy zajęto się elektronogramami typu Debye'a - Scherrera; pozwalają one bowiem na skuteczne przeprowadzenie analizy wpływu aberracji elektronooptycznych na obraz dyfrakcyjny. W przypadku innych elektronogramów analiza jest uciążliwa, a często nawet niemożliwa.

Rozważania te przeprowadzono dla mikroskopów elektronowych z czterema soczewkami elektromagnetycznymi układu obrazowego.

Współczesnymi przedstawicielami tego typu mikroskopów są: JEM-100B i JEM-100C firmy JEOL oraz EM-301 firmy PHILIPS. Na tych mikroskopach wykonano również część doświadczalną pracy. O wyborze tego typu mikroskopów zdecydował fakt, że w nowoczesnych laboratoriach mikroskopii elektronowej stają się one coraz bardziej powszechne. Zrozumiałe jest to ze względu na zalety eksploatacyjne jakie sobą reprezentują; wystarczy tu wymienić zdolność rozdzielczą obrazu mikroskopowego osiągającą wartość $1,4 \text{ \AA}$, zakres powiększeń do 500 000 razy czy możliwość pracy w kilku układach obrazowych i dyfrakcyjnych.

Przedstawiona praca składa się z sześciu rozdziałów.

W rozdziale drugim omówiono pracę mikroskopu w układzie mikrodyfrakcji.

Rozdział trzeci jest próbą analizy wpływu aberracji sferycznej na obraz dyfrakcyjny. Ponadto zaproponowano tu wprowadzenie

do teorii elektronografii nowego parametru nazwanego dobrocią obrazu dyfrakcyjnego.

W rozdziale tym przeanalizowano:

- a/ wpływ aberracji sferycznej obiektywu,
- b/ wpływ aberracji sferycznej soczewki dyfrakcyjnej,
- c/ wpływ aberracji sferycznej soczewki pośredniej,
- d/ wpływ dystoreji radialnej projektora,
- e/ wpływ wypadkowej aberracji sferycznej soczewek układu obrazowego.

Analizę teoretyczną porównano z wynikami doświadczalnymi uzyskanymi na trzech mikroskopach elektronowych: JEM-100B, JEM-100C i EM-301.

Rozogniskowanie soczewki dyfrakcyjnej oraz wypadkowy wpływ rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej i aberracji sferycznej obiektywu są przedmiotem rozdziału czwartego.

Rozdział piąty poświęcono astygmatyzmowi osiowemu soczewek układu obrazowego mikroskopu elektronowego.

Wyznaczono:

- a/ wpływ astygmatyzmu osiowego obiektywu,
- b/ wpływ astygmatyzmu osiowego soczewki dyfrakcyjnej,
- c/ wpływ astygmatyzmu osiowego soczewki pośredniej,
- d/ wypadkowy wpływ astygmatyzmu osiowego soczewek układu obrazowego.

Pracę kończy rozdział będący podsumowaniem uzyskanych wyników.

2. MIKRODYFRAKCJA.

Zasadniczym celem mikrodyfrakcji jest uzyskiwanie obrazów dyfrakcyjnych od wybranych fragmentów preparatu obserwowanych na obrazie mikroskopowym.

Interesujący fragment preparatu wybierany jest za pomocą przesłony selekcyjnej /schemat wg Le Poole 1947 r. [37]/ lub za pomocą mikrowiązki oświetlającej /schemat wg Riecke 1962 r. [38]/.

Najczęściej używaną metodą jest dyfrakcja wybranego obszaru /rys. 2.1/, polegająca na wyselekcjonowaniu małego wycinka próbki przy pomocy przesłony w płaszczyźnie obrazu soczewki obiektywowej /pierwszy obraz pośredni preparatu/.

Przesłona ta ogranicza również aperturę kątową soczewki dyfrakcyjnej.

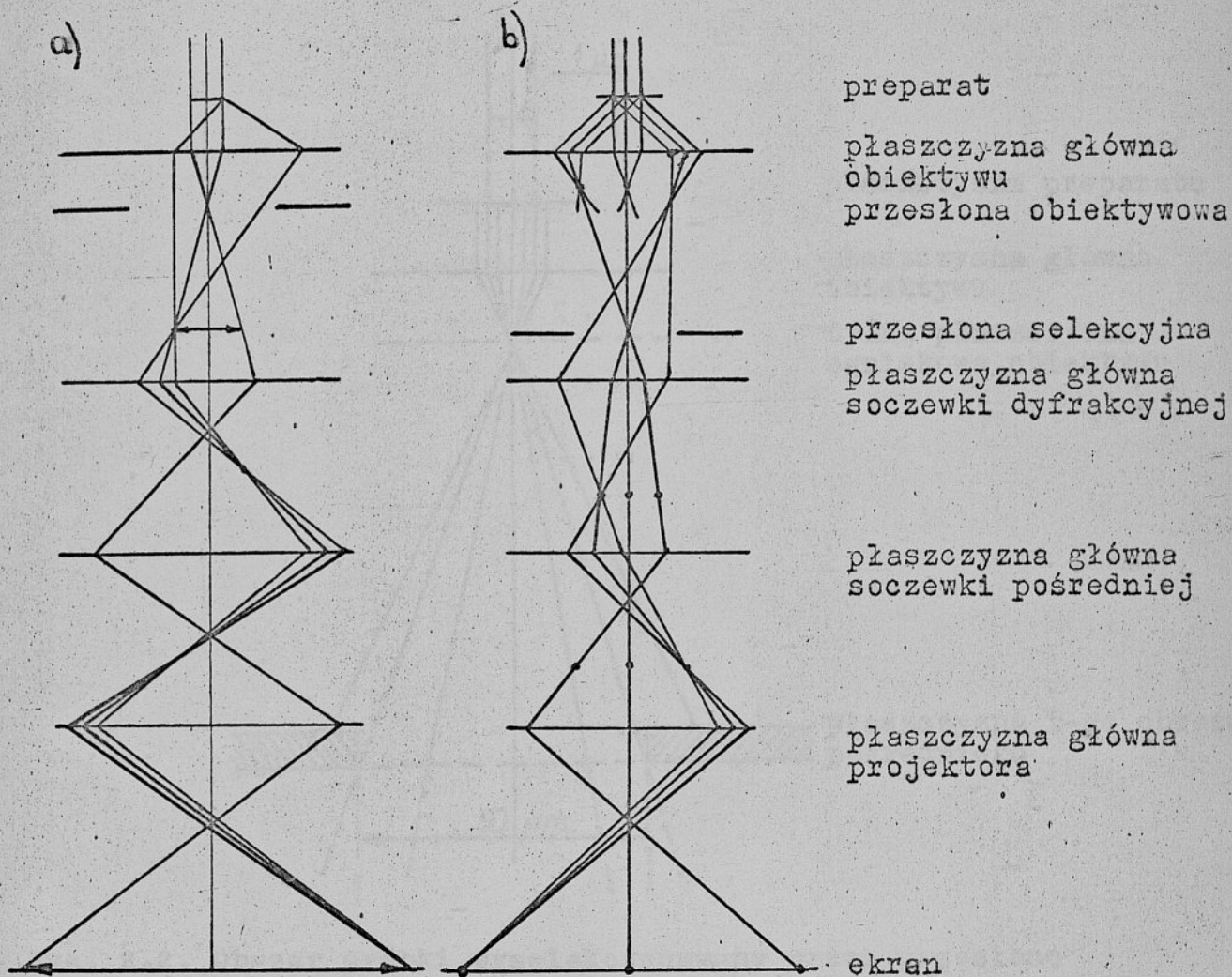
Efektywna wielkość przesłony na poziomie próbki /rzeczywisty obszar wybrany do dyfrakcji/ równa jest wielkości tej przesłony podzielonej przez powiększenie soczewki obiektywowej /rys. 2.2/.

W nowoczesnych mikroskopach elektronowych średnica wyselekcjonowanego obszaru próbki jest regulowana, np. w mikroskopie JEM-100C firmy JEOL zastosowano regulację 4-stopniową, przy czym minimalna średnica wynosi $0,23 \mu\text{m}$ [39].

W mikroskopie EM-301 firmy PHILIPS dopuszcza się minimalny obszar o średnicy $0,5 \mu\text{m}$ [40].

Przejęcie od mikroskopowego sposobu pracy do mikrodyfrakcji odbywa się przez:

a/ usunięcie przesłony obiektywowej,



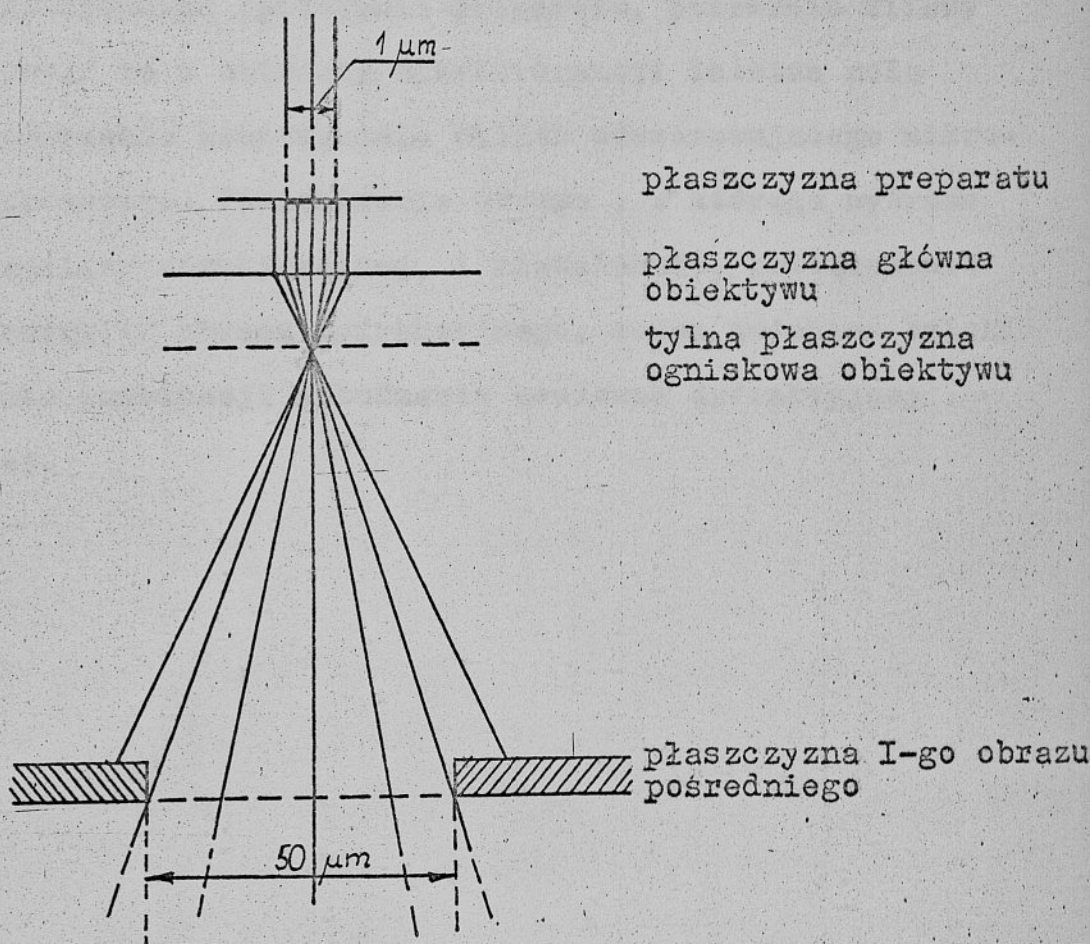
Rys. 2.1. Schemat biegu promieni w mikroskopie elektronowym
a - przy tworzeniu obrazu mikroskopowego,
b - przy tworzeniu obrazu mikrodyfrakcyjnego.

b/ wprowadzenie przesłony selekcyjnej i

c/ zmianę zdolności zbierającej soczewki dyfrakcyjnej.

Soczewka dyfrakcyjna musi być wzbudzona tak, aby odwzorowywała rozkład natężeń ugiętych wiązek elektronów skupionych w tylnej płaszczyźnie ogniskowej obiektywu.

Jak wynika ze schematu przedstawionego na rys. 2.1, w układzie mikrodyfrakcji soczewki obrazowe mikroskopu elektronowego:



Rys. 2.2. Obszar próbki wyselekcjonowany przez przesłone usytuowaną w płaszczyźnie pierwszego obrazu pośredniego soczewki obiektywowej.

obiektyw, soczewka dyfrakcyjna, soczewka pośrednia i projektor biorą bezpośredni udział w formowaniu obrazu dyfrakcyjnego w płaszczyźnie ekranu.

W związku z tym stała dyfrakcyjna przyrządu λL [5,14,41,42] / λ - długość fali elektronów, L - długość kamery/ określona jest nie tylko warunkami geometrycznymi, ale i parametrami soczewek elektronowych.

Tak więc, jeśli w układzie dyfrakcji wysokorozdzielczej, wielkość stałej dyfrakcyjnej może zmieniać się tylko pod wpływem

błędów geometrycznych /położenie preparatu, położenie kliszy fotograficznej/ to w układzie mikrodyfrakcji istotną rolę odgrywa odtworzenie powiększenia układu odwzorowującego mikroskopu elektronowego. Powiększenie obrazu , z którego wybrano obszar do analizy strukturalnej, i niezależnie, powiększenie /długość kamery L/ obrazu dyfrakcyjnego, można zmieniać dzięki wykorzystaniu kombinacji wzbudzenia soczewek dyfrakcyjnej i pośredniej.

3. WPLYW ABERRACJI SFERYCZNEJ SOCZEWEK NA OBRAZ DYFRAKCYJNY.

Wierne odwzorowanie elektronooptyczne, bez aberracji, możliwe jest jedynie za pomocą torów elektronów, spełniających warunki optyki gaussowskiej. Warunki te są spełnione w przypadku wiązki elektronów ograniczonej przez przesłone do obszaru przyosiowego.

Zwykle jednak wymagania optyki gaussowskiej, w układach rzeczywistych nie są spełnione.

W przypadku układu wielosoczewkowego, powiększającego, jak to ma miejsce w mikroskopie elektronowym, decydujący wpływ na końcowy obraz elektronowy mają aberracje wprowadzane przez pierwszą soczewkę układu powiększającego /w mikroskopie przez obiektyw/ [43]. Aberracje wprowadzane przez drugą soczewkę w mniejszym stopniu wpływają na obraz końcowy. Podobnie aberracje wprowadzane przez dalsze soczewki układu wielosoczewkowego powiększającego mają zmniejszony wpływ na obraz. Można więc przyjąć, że [43]:

$$\delta_{\text{wyp}} = \delta_1 + \frac{\delta_2}{M_1} + \frac{\delta_3}{M_1 M_2} + \dots + \frac{\delta_n}{M_1 \dots M_{n-1}} \quad /3.1/$$

przy czym: δ_1 - promień sumarycznego krążka rozproszenia pierwszej soczewki

δ_n - promień sumarycznego krążka rozproszenia n-tej soczewki

$M_1 \dots M_{n-1}$ - powiększenie elektronowe wypadkowe układu wielosoczewkowego.

Tak więc w układzie wielosoczewkowym, powiększającym o wypadkowych aberracjach decydują przede wszystkim aberracje pierwszej soczewki.

W mikroskopie elektronowym zasadniczą rolę decydującą o zdolności rozdzielczej tego przyrządu odgrywają następujące aberracje, zwane tu błędami obrazu: aberracja sferyczna, błąd dyfrakcji, astygmatyzm osiowy i aberracja chromatyczna.

Aberracje te znajdują swoje odbicie nie tylko w obrazie mikroskopowym, ale i w obrazie dyfrakcyjnym. Pod ich wpływem w obrazie dyfrakcyjnym następuje pogorszenie ostrości pierścieni Debye'a - Scherrera oraz zmiana ich kształtu na eliptyczny. W celu przeprowadzenia analizy wpływu aberracji elektronooptycznych soczewek mikroskopu elektronowego pracującego w układzie mikrodyfrakcji na obraz dyfrakcyjny autor proponuje wprowadzenie wielkości D /rys. 3.1/:

$$D = \frac{\Delta R}{R} \quad /3.2/$$

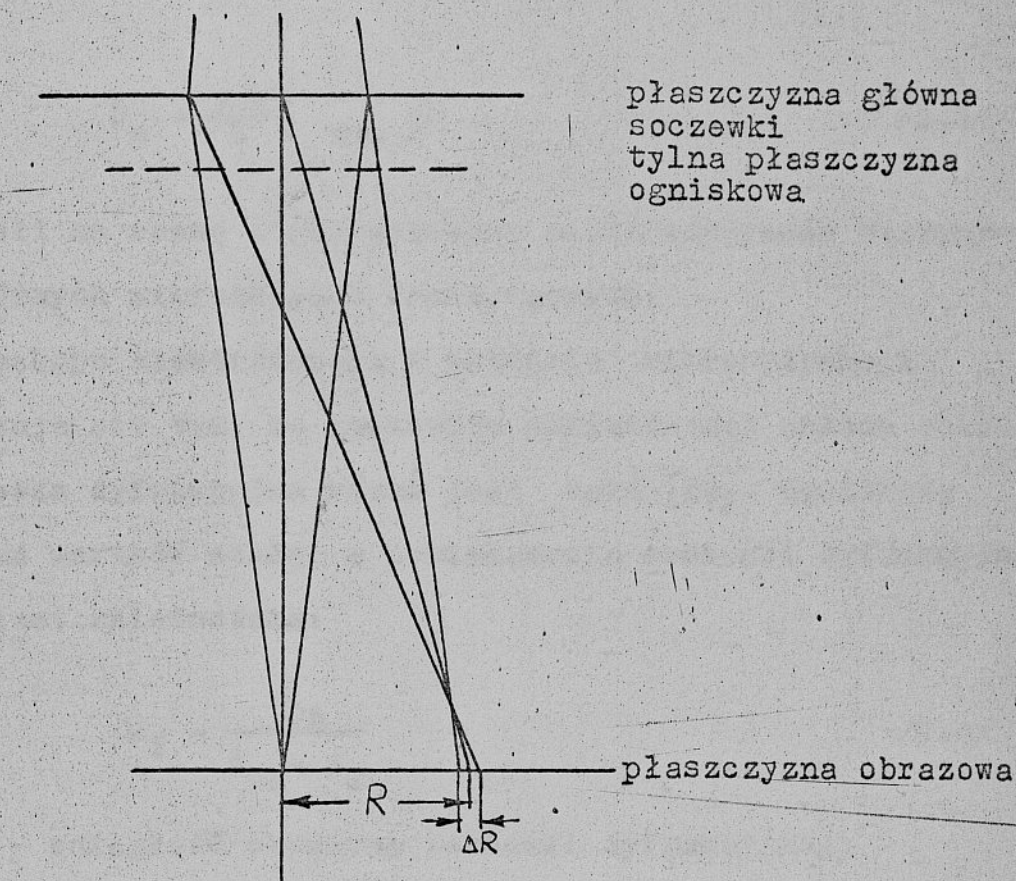
gdzie: ΔR - średnica krążka rozproszenia wynikającego z aberracji soczewek,

R - promień pierścienia dyfrakcyjnego powstającego w bezaberracyjnym układzie soczewek

którą nazywa dobrocią ^{**/} obrazu dyfrakcyjnego ze względu na parametry soczewek elektronowych.

Dobroć obrazu dyfrakcyjnego, podobnie jak zdolność rozdzielcza obrazu mikroskopowego jest tym lepsza, im wartość liczbowa

^{**/} Dobroć obrazu dyfrakcyjnego odpowiada podstawowemu parametrowi mikroskopu elektronowego - zdolności rozdzielczej.



Rys. 3.1. Geometryczne relacje zachodzące między wielkościami określającymi dobroć obrazu dyfrakcyjnego.

parametru D jest mniejsza. Proponuje się również podział dobroci obrazu dyfrakcyjnego na:

- a/ złą $D > 10^{-3}$
- b/ średnią $10^{-6} < D < 10^{-3}$
- c/ bardzo dobrą $D < 10^{-6}$

Parametr ten, zdaniem autora decyduje o "czytelności" elektronogramu, a tym samym o wpływie aberracji elektronooptycznych na obraz.

Ponieważ dobroć D zmienia się wraz ze zmianą odległości R od

centrum elektronogramu, to należałoby dodatkowo wprowadzić wielkość

$$D_o = \frac{\Delta R}{R} \quad \left| \quad d=1 \text{ Å} \right. \quad /3.3/$$

która pozwoli na ocenę i porównywanie elektronogramów otrzymanych w różnych mikroskopach elektronowych.

Praca mikroskopu elektronowego w układzie mikrodyfrakcji charakteryzuje się tym, że całkowite powiększenie układu obiektów - soczewka dyfrakcyjna równé jest zeru [14]. Ogniskowa obiektywu ma wartość stałą, a powiększenie soczewki dyfrakcyjnej określone jest zależnością:

$$M_I = \frac{b_B}{Z_{OB} - f_o} \quad /3.4/$$

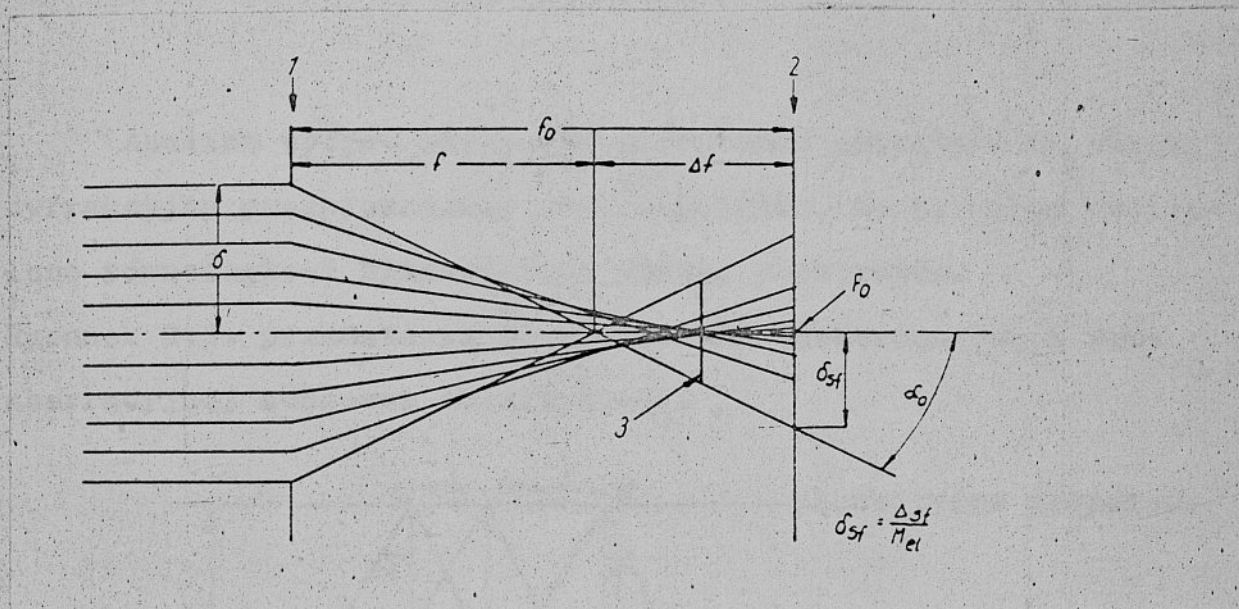
gdzie: b_B - odległość obrazowa soczewki dyfrakcyjnej,
 Z_{OB} - odległość między obiektywem a soczewką dyfrakcyjną,
 f_o - ogniskowa obiektywu.

Zależność ta przedstawia jednocześnie warunek zogniskowania soczewki dyfrakcyjnej na tylną płaszczyznę ogniskową obiektywu. Z powyższego wynika, że w układzie mikrodyfrakcji następuje zmiana warunków pracy soczewek. W związku z tym można przewidywać, że wpływ aberracji elektronooptycznych na obraz dyfrakcyjny będzie inny niż na obraz mikroskopowy. Ze względu na to wydaje się ciekawym przeanalizowanie tego zagadnienia.

Niniejszy rozdział poświęcony zostanie wpływowi aberracji sferycznej soczewek układu obrazowego na końcowy obraz dyfrakcyjny.

W wyniku aberracji sferycznej soczewki punkt przedmiotu nie jest

odwzorowany punktem, ale krążkiem rozproszenia /rys. 3.2/.



Rys. 3.2. Aberracja sferyczna; 1- płaszczyzna soczewki, 2- płaszczyzna ogniskowa, 3- średni krążek rozproszenia.

Promień krążka rozproszenia odniesiony do płaszczyzny przedmiotu wynosi [43]:

$$\delta_{sf} = \frac{\Delta_{sf}}{M_{el}} = c_{sf} \cdot \alpha_0^3 \quad /3.5/$$

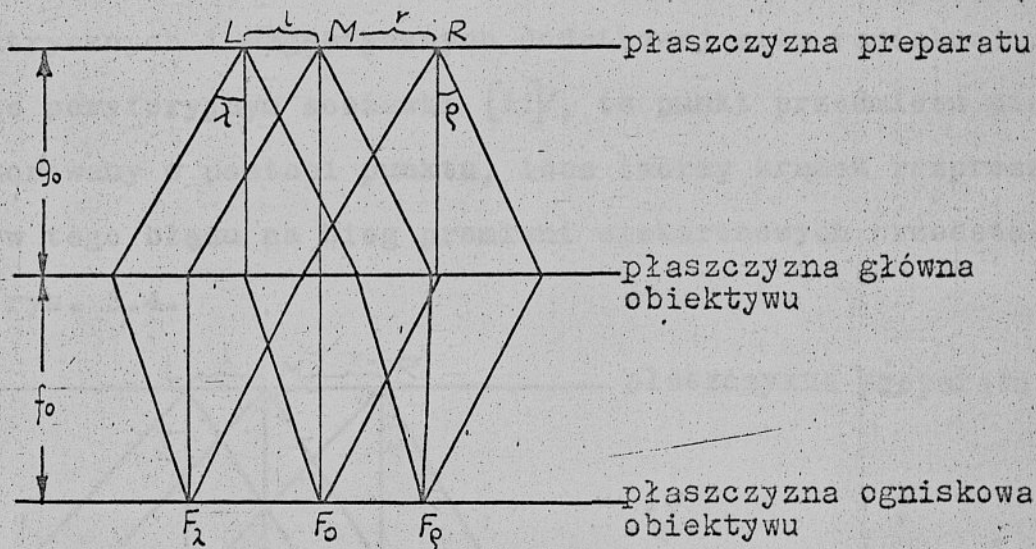
w którym

- δ_{sf} - promień krążka rozproszenia w wyniku aberracji sferycznej [mm]
- Δ_{sf} - promień krążka rozproszenia w wyniku aberracji sferycznej w płaszczyźnie obrazu [mm]
- c_{sf} - stała aberracji sferycznej soczewki
- M_{el} - powiększenie elektronowe obrazu
- α - apertura soczewki.

3.1. Aberracja sferyczna obiektywu.

Analizę wpływu aberracji sferycznej obiektywu na obraz dyfrakcyjny przeprowadzono przy założeniu, że preparat oświetlono równoległo-i bliskoosiową wiązką elektronów.

Rysunek 3.3. przedstawia bieg promieni elektronowych w bez-aberracyjnej soczewce obiektywowej.



Rys. 3.3. Bieg promieni elektronowych w obiektywie.

Wielkość g_0 jest odległością przedmiotową soczewki, natomiast f_0 - jej ogniskową.

Promień wychodzący z punktu M przedmiotu pod kątem ρ do osi elektronooptycznej układu, przecina płaszczyznę główną obiektywu w odległości $g_0 \rho$ od osi układu, natomiast promień wychodzący pod kątem λ - w odległości $g_0 \lambda$.

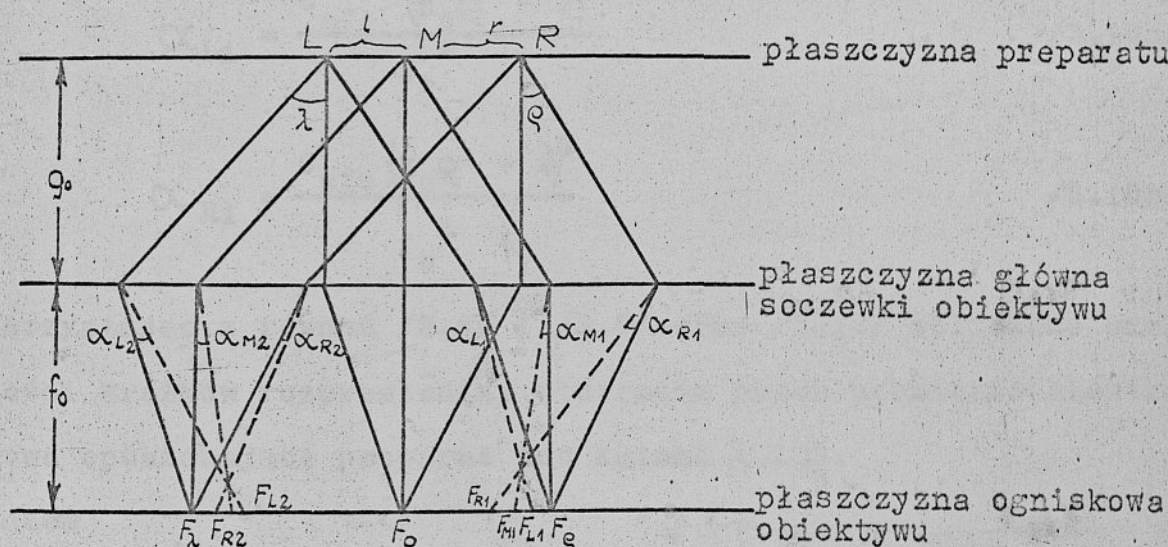
Promienie opuszczający punkty L i R preparatu pod kątem ρ płaszczyznę główną obiektywu przecinają w odległościach $g_0 \rho + r$ i $g_0 \rho - l$ od osi.

W płaszczyźnie ogniskowej obiektywu Φ_0 tworzą się więc trzy refleksy F_λ , F_0 i F_φ , których odległość od punktu centralnego F_0 dana jest zależnościami:

$$F_0 F_\varphi = \varphi f_0 \quad /3.6/$$

$$F_0 F_\lambda = \lambda f_0 \quad /3.7/$$

Ponieważ soczewka obiektywowa wprowadza błąd aberracji sferycznej /przyczyną aberracji sferycznej jest występowanie w soczewkach elektrycznych i magnetycznych dodatkowej siły radialnej w obszarze peryferyjnym soczewki [11]/, to punkt przedmiotu nie jest odwzorowany w postaci punktu, lecz tworzy krążek rozproszenia. Wpływ tego błędu na bieg promieni elektronowych przedstawiono na rys. 3.4.



Rys. 3.4. Wpływ aberracji sferycznej obiektywu na bieg promieni elektronowych.

Linia ciągła - bieg promieni w soczewce bezaberracyjnej, linia przerywana - bieg promieni w soczewce obciążonej aberracją sferyczną.

Z rysunków wynika, że w płaszczyźnie ogniskowej obiektywu tworzą się krążki rozproszenia o średnicach $F_{R1}F_{L1}$ i $F_{R2}F_{L2}$.

Wielkości te można zapisać jako:

$$F_{R1}F_{L1} = (\Delta R_o)_\varrho = F_{R1}F_\varrho - F_{L1}F_\varrho \quad /3.8a/$$

$$i \quad F_{R2}F_{L2} = (\Delta R_o)_\lambda = F_{L2}F_\lambda - F_{R2}F_\lambda \quad /3.8b/$$

w których

$$F_{L1}F_\varrho = f_o \cdot \alpha_{L1} \quad /3.9a/$$

$$F_{R1}F_\varrho = f_o \cdot \alpha_{R1} \quad /3.9b/$$

natomiast kąty α_{L1} i α_{R1} określone są zależnościami [33]:

$$\alpha_{L1} = \frac{C_{sfo} (g_o \varrho - 1)^3}{f_o^4} \quad /3.10a/$$

$$\alpha_{R1} = \frac{C_{sfo} (g_o \varrho + r)^3}{f_o^4} \quad /3.10b/$$

Korzystając z równań /3.8/ i /3.9/ oraz /3.10/ obliczono wielkości krążków rozproszenia, utworzone przez promienie elektro-
nowe opuszczające preparat pod kątami λ i ϱ .

Zatem

$$(\Delta R_o)_\varrho = F_{R1}F_{L1} \approx \frac{3C_{sfo}}{f_o^3} (g_o \varrho)^2 (r+1) \quad /3.11/$$

$$i \quad (\Delta R_o)_\lambda = F_{R2}F_{L2} \approx \frac{3C_{sfo}}{f_o^3} (g_o \lambda)^2 (r+1) \quad /3.12/$$

Z równań tych wynika, że wielkość krążka rozproszenia zależy od stałej aberracji sferycznej C_{sfo} soczewki, jej ogniskowej f_o ,

odległości przedmiotowej g_0 oraz od rozmiarów poprzecznych preparatu i kątów, pod którymi elektrony opuszczają badaną próbkę.

Ponieważ w układzie mikrodyfrakcji praca soczewki obiektywowej jest ustalona, to wielkości C_{sfo} , f_0 i g_0 są stałe. Na ostateczny wymiar krążków rozproszenia mają zatem wpływ Q i $(r+1)$. Wielkość wyselekcjonowanego obszaru próbki $(r+1)$ równa jest wartości średnicy przesłony selekcyjnej $\bar{\Phi}$ podzielonej przez powiększenie soczewki obiektywowej M_0 , natomiast kąt Q związany jest z długością fali elektronów λ /a więc też z napięciem przyspieszającym U / oraz z odległością międzypłaszczyznową przybliżoną zależnością [5]:

$$Q \approx \frac{\lambda}{d} \quad /3.13/$$

Zatem wielkości krążków rozproszenia, określone zależnościami /3.11/ i /3.12/ wynikające z wpływu aberracji sferycznej obiektywu, można regulować poprzez zmianę napięcia przyspieszającego i średnicę przesłony selekcyjnej. Korzystając teraz z zależności /3.11/ i /3.12/ oraz z równań

$$(R_0)_Q = F_0 F_Q = Q f_0$$

$$(R_0)_\lambda = F_0 F_\lambda = \lambda f_0$$

otrzymano wyrażenia /3.14/ i /3.15/ określające dobroć obrazu dyfrakcyjnego wytworzonego w tylnej płaszczyźnie ogniskowej obiektywu. Wyrażenia te mają postać:

$$D_{\varrho} = \left(\frac{\Delta R_o}{R_o} \right)_{\varrho} = \frac{F_{R1} F_{L1}}{F_o F_{\varrho}} = \frac{3C_{sfo} g_o^2 \varrho (r+1)}{f_o^4} \quad /3.14/$$

$$i \quad D_{\lambda} = \left(\frac{\Delta R_o}{R_o} \right)_{\lambda} = \frac{F_{R2} F_{L2}}{F_o F_{\lambda}} = \frac{3C_{sfo} g_o^2 \lambda (r+1)}{f_o^4} \quad /3.15/$$

Jeśli $\lambda = \varrho$, wówczas końcowy wzór na dobroć obrazu dyfrakcyjnego przyjmie postać:

$$D = \frac{\Delta R_o}{R_o} = \frac{3C_{sfo} g_o^2 \varrho (r+1)}{f_o^4} \quad /3.16/$$

Z /3.16/ wynika, że dobroć obrazu powinna rosnąć wraz ze zmniejszaniem obszaru wybieranego do mikrodyfrakcji oraz ze wzrostem napięcia przyspieszającego.

Oszacowanie wielkości parametru D wykonano na podstawie danych dla mikroskopu EM-301, dla którego:

$$C_{sfo} = 3,4 \text{ mm},$$

$$g_o = 4,5 \text{ mm},$$

$$f_o = 4,3 \text{ mm},$$

$$\text{powiększenie obiektywu } M_o = 26,$$

$$\text{średnica przesłony selekcyjnej } \Phi = 25,85,163,285, [\mu\text{m}]$$

$$\text{a napięcie przyspieszające } U = 40,60,80,100 \text{ [kV]}.$$

Wartości odległości międzypłaszczyznowych d dla złota podano w tabeli 3.I.

Tab. 3.I. Odległości międzypłaszczyznowe złota Au.

d [Å]	hkl
2,35	111
2,03	002
1,439	002
1,227	113
1,173	222
1,019	004

Wielkości wyselekcjonowanych obszarów do dyfrakcji obliczone na podstawie zależności

$$(r+1) = \frac{\bar{\Phi}}{M_0} \quad /3.17/$$

zebrano w tabeli 3.II.

Tab. 3.II. Wielkości obszarów wybranych do dyfrakcji.

$\bar{\Phi}$ [um]	r+1 [um]
25	0,9615
85	3,2692
163	6,2692
285	10,9615

Wartości kątów, pod którymi elektrony opuszczają preparat złota podane zostały w tabeli 3.III.

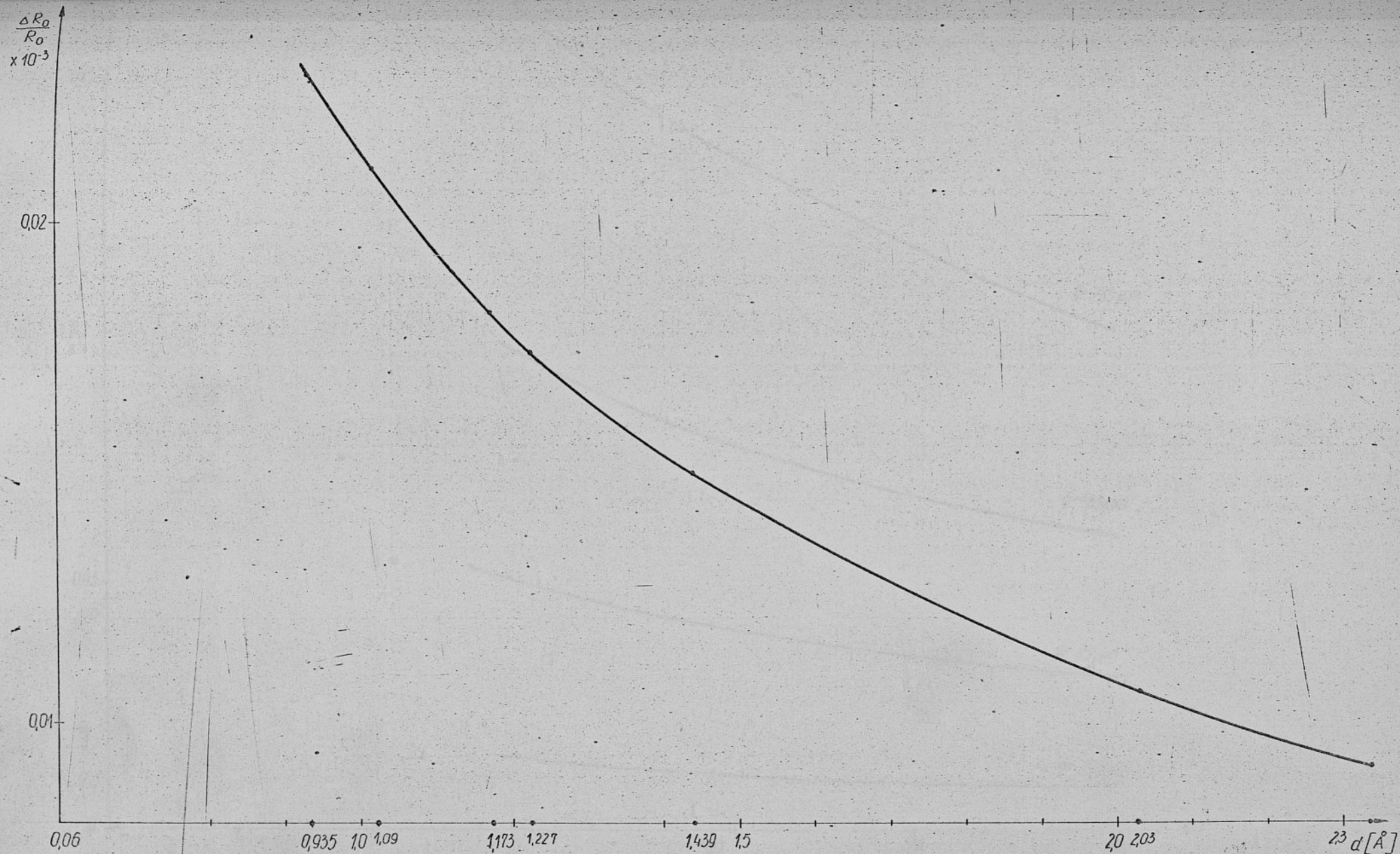
Tab. 3.III. Wartości kątów ugięcia elektronów na preparacie złota.

λ [Å]	d [Å]	ϱ [rad].
0,037	2,35	0,0157
	2,03	0,0185
	1,439	0,0257
	1,227	0,0301
	1,173	0,0315
	1,019	0,0363
	0,935	0,0395
0,042	2,35	0,0178
	2,03	0,0206
	1,439	0,0291
	1,227	0,0342
	1,173	0,0358
	1,019	0,0412
	0,935	0,0449
0,049	2,35	0,0208
	2,03	0,0241
	1,439	0,034
	1,227	0,0399
	1,173	0,0417
	0,935	0,0524
0,06	2,35	0,0255
	2,03	0,0295
	1,439	0,0410
	1,227	0,0488
	1,173	0,0511
	1,019	0,0588
	0,935	0,0641

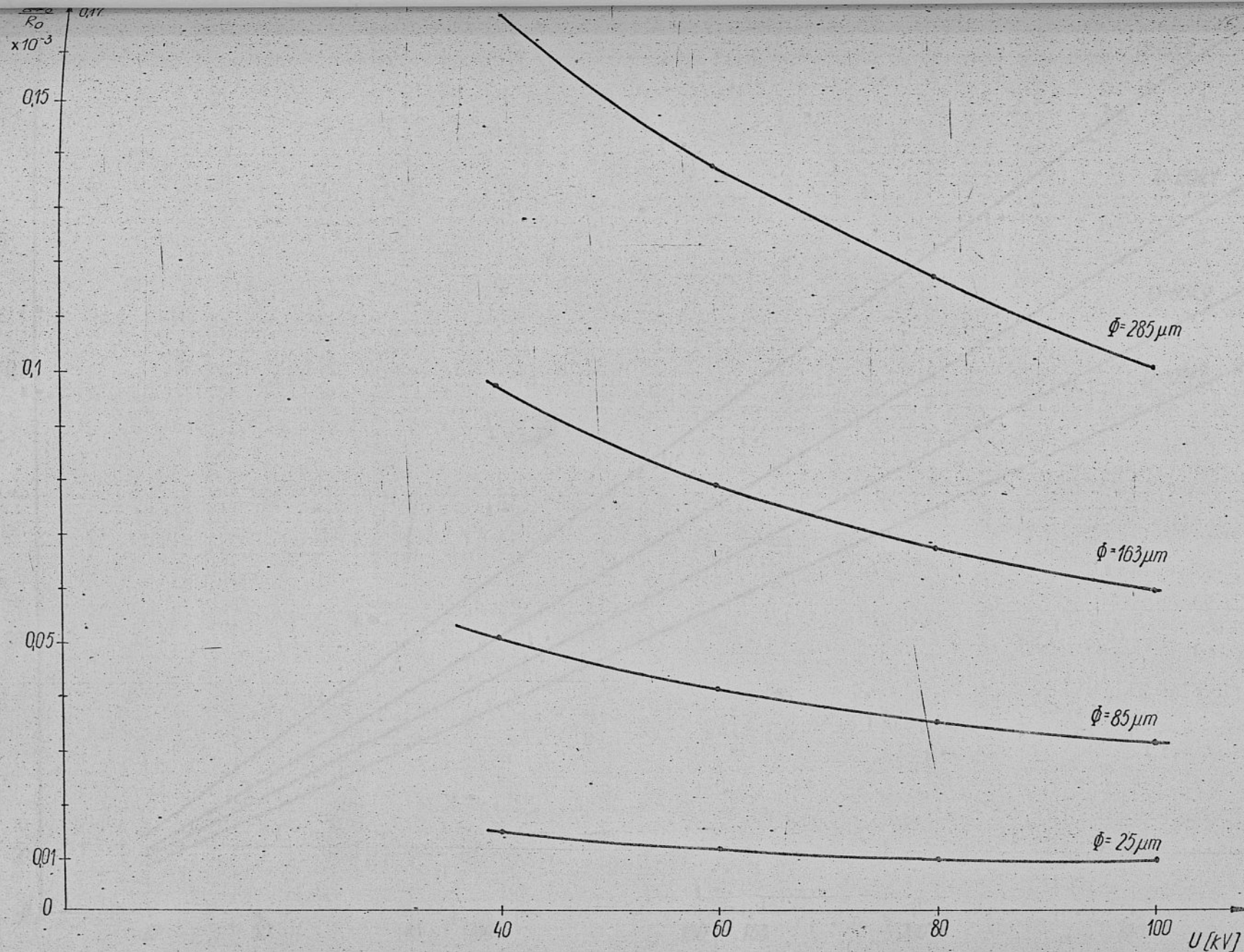
Wykorzystując wzór /3.16/ przeprowadzono obliczenia /tab. 3.IV./, pozwalające na sporządzenie wykresów /rys. 3.5, 3.6, 3.7/ przedstawiających zależność dobroci obrazu dyfrakcyjnego od napięcia przyspieszającego i od wielkości przesłony selekcyjnej.

Tab. 3.IV. Wartości dobroci obrazu dyfrakcyjnego w zależności od napięcia przyspieszającego i wielkości wyselekcjonowanego obszaru próbki.

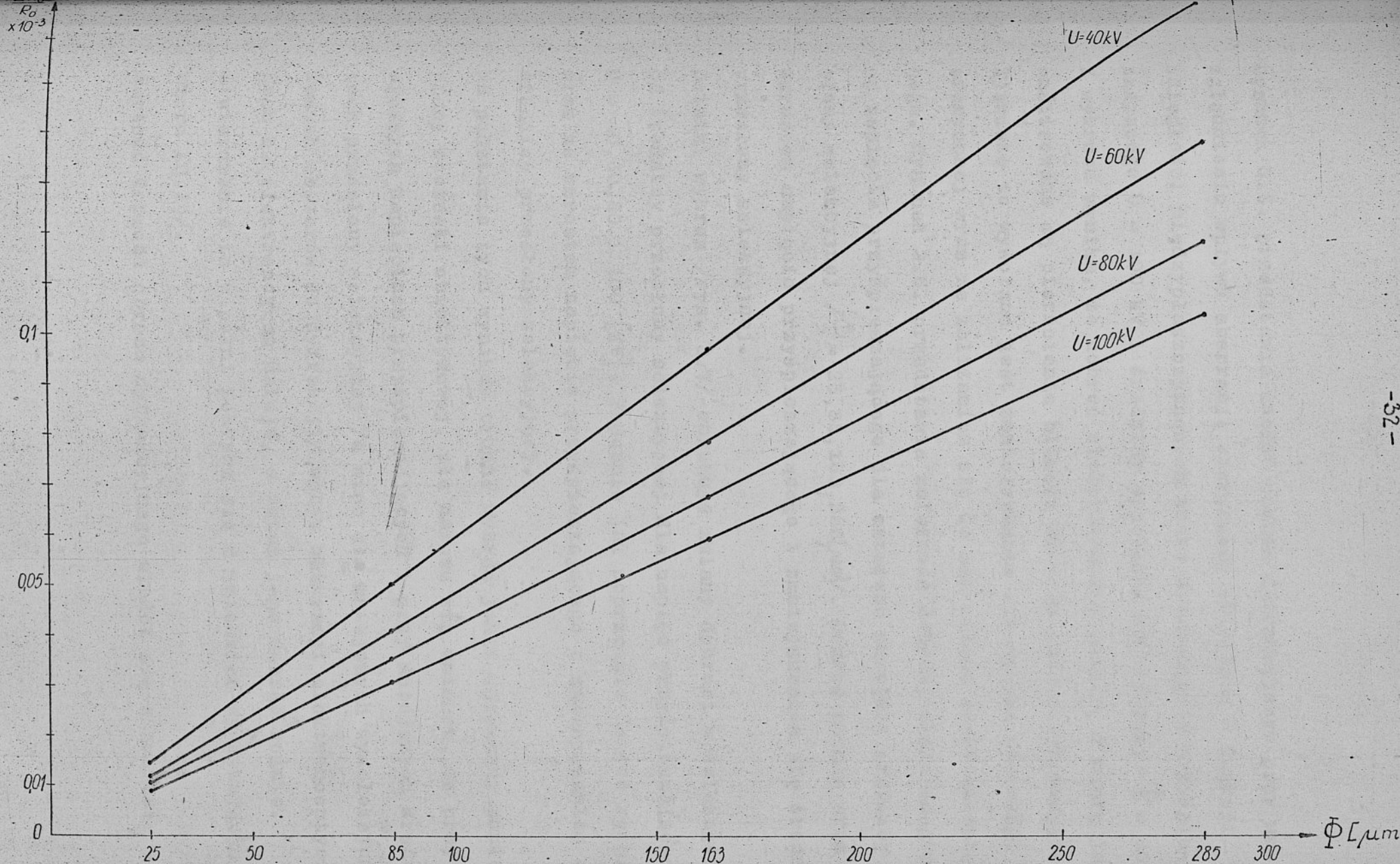
λ [Å]	$r+1$ [μm]	a [Å]	φ [rad]	$D = \frac{\Delta R_o}{R_o} \times 10^{-3}$
0,037	0,9615	2,35	0,0157	0,0091
		2,03	0,0185	0,0107
		1,439	0,0257	0,0149
		1,227	0,0301	0,0174
		1,173	0,0315	0,0182
		1,019	0,0363	0,0210
		0,935	0,0395	0,0229
	3,2692	2,35	0,0157	0,0309
	6,2692	2,35	0,0157	0,0594
	10,9615	2,35	0,0157	0,1038
0,042	0,9615	2,35	0,0178	0,0103
	3,2692	2,35	0,0178	0,0351
	6,2692	2,35	0,0178	0,0673
	10,9615	2,35	0,0178	0,1177
0,049	0,9615	2,35	0,0208	0,012
	3,2692	2,35	0,0208	0,0410
	6,2692	2,35	0,0208	0,0787
	10,9615	2,35	0,0208	0,1376
0,06	0,9615	2,35	0,0255	0,0147
	3,2692	2,35	0,0255	0,0503
	6,2692	2,35	0,0255	0,0964
	10,9615	2,35	0,0255	0,1687



Rys. 3.5. Dobroć obrazu dyfrakcyjnego przy uwzględnieniu wpływu aberracji sferycznej obiektywu $/C_{s0} = 3,4 \text{ mm/}$ od odległości między płaszczyznami złota dla $U = 100 \text{ kV}$ i $\Phi = 25 \text{ } \mu\text{m}$ /wg wzoru 3.16//.



Rys. 3.6. Dobroć obrazu dyfrakcyjnego przy uwzględnieniu wpływu aberracji sferycznej obiektywu $/C_{sf} = 3,4 \text{ mm}/$ od napięcia przyspieszającego dla różnych wartości średnicy przesłony selekcyjnej $/\text{wg wzoru } /3.16//$.



Rys. 3.7. Dobroć obrazu dyfrakcyjnego przy uwzględnieniu wpływu aberracji sferycznej obiektywu $/C_{sf} = 3,4\text{ mm/}$ od średnicy przesłony selekcyjnej dla różnych wartości napięcia przyspieszającego /wg wzoru /3.16//.

Rysunek 3.5. przedstawia dobroć obrazu dyfrakcyjnego przy uwzględnieniu wpływu aberracji sferycznej obiektywu w funkcji odległości międzypłaszczyznowych złota dla napięcia przyspieszającego $U = 100$ kV. i średnicy przesłony selekcyjnej $\Phi = 25 \mu\text{m}$. Z wykresu wynika, że dobroć elektronogramu rośnie, w miarę jak analizowane są pierścienie bliższe centrum obrazu dyfrakcyjnego. Zjawisko to wywołane jest zmniejszaniem się wpływu aberracji sferycznej wraz ze zbliżaniem się do osi układu elektronooptycznego. Rysunek 3.6. przedstawia zależność dobroci elektronogramu od napięcia przyspieszającego dla czterech wartości średnicy przesłony selekcyjnej $\Phi = 25, 85, 163, 285 [\mu\text{m}]$. Dobroć rośnie wraz ze wzrostem napięcia przyspieszającego i zmniejszaniem się średnicy przesłony selekcyjnej.

Ostatni wykres /rys. 3.7/ obrazuje zmiany dobroci w zależności od średnicy przesłony selekcyjnej dla napięć przyspieszających $U = 40, 60, 80$ i 100 [kV]. Podobnie jak poprzednio dobroć rośnie wraz ze wzrostem napięcia przyspieszającego i zmniejszaniem się średnicy przesłony selekcyjnej.

Na podstawie tych wyników trudno wybrać jakiś optymalny punkt pracy soczewki obiektywowej, ale nasuwa się wniosek, że przy wyższych napięciach przyspieszających i przy mniejszych średnicach przesłony selekcyjnej /a więc dla mniejszych wyselekcjonowanych obszarów do dyfrakcji/ wpływ aberracji elektronooptycznych na elektronogram maleje, a zatem jego dobroć rośnie.

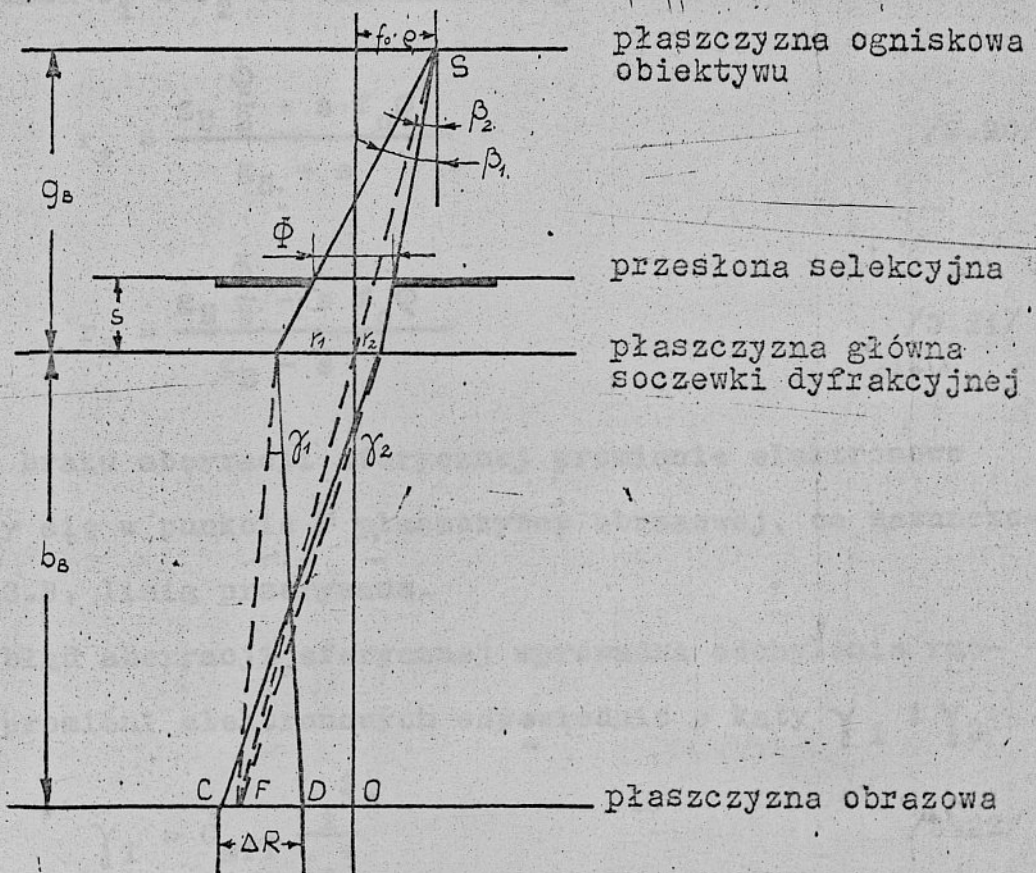
Stwierdzenie to w pełni pokrywa się z wnioskiem wypływającym ze wzoru /3.16/.

Wartość dobroci obrazu dyfrakcyjnego mieści się w zakresie

$10^{-5} + 10^{-4}$, co zgodnie z klasyfikacją podaną w rozdziale 3 kwalifikuje ją do średnich dobroci obrazu dyfrakcyjnego.

3.2. Aberracja sferyczna soczewki dyfrakcyjnej.

Na rys. 3.8. pokazany jest bieg promieni elektronowych w soczewce dyfrakcyjnej.



Rys. 3.8. Bieg promieni elektronowych w soczewce dyfrakcyjnej; linia przerywana - bieg promieni w soczewce bez-aberracyjnej, linia ciągła - bieg promieni w soczewce obciążonej aberracją sferyczną.

Promienie elektronowe wychodzące z punktu s , odległego od osi układu o wielkość $f_o Q$, nachylone są do niej pod kątami β_1 i β_2 , gdzie

$$\beta_1 = \frac{f_o Q + \frac{\Phi}{2}}{g_B - s} \quad /3.18/$$

$$\beta_2 = \frac{f_o Q - \frac{\Phi}{2}}{g_B - s} \quad /3.19/$$

Promienie te przecinają płaszczyznę główną soczewki dyfrakcyjnej w odległościach r_1 i r_2 od osi układu, gdzie

$$r_1 = \frac{g_B \frac{\Phi}{2} + s \cdot f_o Q}{g_B - s} \quad /3.20/$$

$$r_2 = \frac{g_B \frac{\Phi}{2} - s \cdot f_o Q}{g_B - s} \quad /3.21/$$

W przypadku braku aberracji sferycznej promienie elektronowe przecinałyby się w punkcie F płaszczyzny obrazowej, co zaznaczono na rys. 3.8. linią przerywaną.

Istniejący błąd aberracji sferycznej wprowadza odchylenie rzeczywistych promieni elektronowych odpowiednio o kąty γ_1 i γ_2 :

$$\gamma_1 = C_{sfI} \frac{r_1^3}{f_I^4} \quad /3.22/$$

$$\gamma_2 = C_{sfI} \frac{r_2^3}{f_I^4} \quad /3.23/$$

Tak więc promienie w płaszczyźnie obrazowej soczewki dyfrakcyjnej tworzą krążek rozproszenia o średnicy ΔR_I :

$$\Delta R_I = b_B (\gamma_1 + \gamma_2) \quad /3.24/$$

Po wprowadzeniu /3.18+ 3.23/ do równania /3.24/ krążek rozproszenia ma następującą postać:

$$\Delta R_I = \frac{2b_B c_{sfI}}{(g_B - s)^3 f_I^4} \left[\left(\frac{g_B \Phi}{2} \right)^3 + 3 (sf_0 \varrho)^2 \frac{g_B \Phi}{2} \right] \quad /3.25/$$

W tym wypadku dobroć obrazu dyfrakcyjnego można przedstawić jako:

$$D = \frac{\Delta R_I}{R_I} = \frac{g_B^2 c_{sfI} \Phi \left[\left(\frac{g_B \Phi}{2} \right)^2 + 3 (sf_0 \varrho)^2 \right]}{f_0 \cdot f_I^4 (g_B - s)^3 \varrho} \quad /3.26/$$

gdzie

$$R_I = \frac{f_0 \varrho b_B}{g_B} \quad /3.27/$$

oznacza promień pierścienia dyfrakcyjnego uzyskanego w warunkach braku aberracji sferycznej.

Z /3.26/ wynika silna zależność dobroci obrazu dyfrakcyjnego od wielkości przesłony selekcyjnej Φ i jej położenia s oraz od napięcia przyspieszającego U i ogniskowej f_I .

W celu oszacowania wielkości tego parametru wykorzystano /podobnie jak dla obiektywu/ dane dla mikroskopu elektronowego EM-301 firmy PHILIPS.

Zatem $g_B = 60,7 \text{ mm}$,

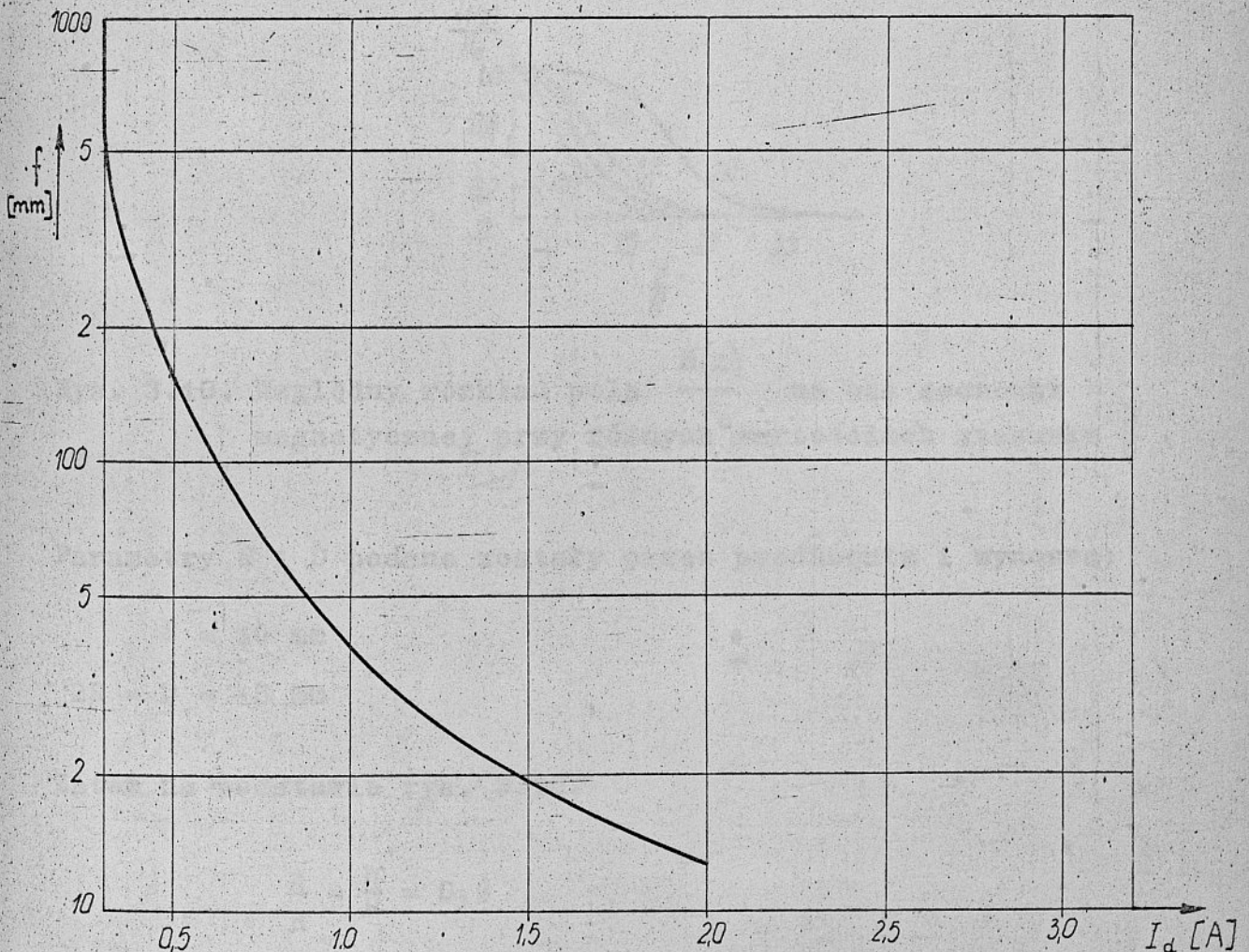
$$\Phi = 25,85,163,285 [\mu\text{m}] ,$$

$$f_0 = 4,3 \text{ mm},$$

$$s = 24 \text{ mm},$$

$$\varphi = \text{podano w tabeli 3.III.}$$

Ogniskowa soczewki dyfrakcyjnej oraz jej stała aberracji sferycznej uzależnione są od chwilowych warunków pracy i zmieniają się wraz z ich zmianą. Wykorzystanie wykresu $f_I = f(I_d)$ /rys.3.9/ sporządzonego przez firmę PHILIPS pozwala na określenie "chwilowej" wartości ogniskowej.

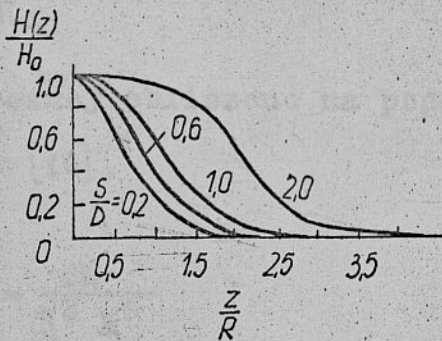


Rys. 3.9. Zależność ogniskowej f_I od prądu wzbudzenia I_d dla soczewki dyfrakcyjnej.

Oszacowanie stałej aberracji sferycznej C_{sfl} wymaga wcześniejszego obliczenia szerokości połówkowej rozkładu pola magnetycznego h i siły soczewki k^2 .

W celu wyznaczenia szerokości połówkowej rozkładu pola magnetycznego h korzysta się z wykresu przedstawiającego względny rozkład pola magnetycznego na osi soczewki magnetycznej $\frac{H(z)}{H_0}$ przy różnych wartościach stosunku $\frac{S}{D}$, /S - szerokość szczeliny nabiegunnika, D - średnica otworu nabiegunnika/.

Wykres ten podany został przez Kielmań [44], a przedstawiony jest na rys. 3.10.



Rys. 3.10. Względny rozkład pola $\frac{H(z)}{H_0}$ na osi soczewki magnetycznej przy różnych wartościach stosunku $\frac{S}{D}$.

Parametry S i D podane zostały przez producenta i wynoszą:

$$S = 10 \text{ mm}$$

$$2R = D = 15 \text{ mm}$$

Zatem na podstawie rys. 3.10.

$$\frac{z}{R} = \frac{h}{R} = 0,9$$

stad $h = 0,9 R = 6,75 \text{ mm}$

Aby wyznaczyć parametr k^2 skorzystano z zależności na zdolność zbierającą dla soczewki glaserowskiej [10]:

$$\frac{h}{f} = \sin\left(\frac{\pi}{\sqrt{1 + k^2}}\right) \quad /3.28/$$

przy czym dla soczewek słabych /soczewka dyfrakcyjna pracująca w układzie mikrodyfrakcji jest soczewką słabą/ prawdziwe jest przybliżenie

$$k^2 = \frac{2h}{\pi f} \quad /3.29/$$

Stałą aberracji sferycznej obliczono na podstawie zależności podanej przez Glasera [10],

$$C_{sf} = \frac{2h}{\pi^3 k^6} \quad /3.30/$$

Wartości parametrów k^2 i stałych aberracji sferycznej C_{sfi} zebrane zostały w tabeli 3.V.

Posługując się wzorem /3.26/ oszacowano dobroć obrazu dyfrakcyjnego. Wykonano je dla napięć przyspieszających $U = 40, 60, 80, 100$ [kV] i dla średnic przesłony selekcyjnej $\Phi = 25, 85, 163, 285$ [μm]. Wyniki tych obliczeń zebrano w tabelach 3.VI + 3.IX. Na ich podstawie wykonano rysunki 3.11 + 3.18.

Tab. 3.V. Wartości parametrów k^2 i C_{sfI} w funkcji ogniskowej f_I soczewki dyfrakcyjnej.

$I_d [A]$	$f_I [mm]$	k^2	$C_{sfI} [mm]$
0,4	260	0,0165	$9,7 \cdot 10^4$
0,5	160	0,0268	$2,265 \cdot 10^4$
0,6	110	0,039	$7,35 \cdot 10^3$
0,7	80	0,0537	$2,81 \cdot 10^3$
0,8	60	0,0716	$1,187 \cdot 10^3$
0,9	48	0,0895	$6,08 \cdot 10^2$
1,0	40	0,1074	$3,52 \cdot 10^2$
1,1	33	0,1302	$1,97 \cdot 10^2$
1,2	28	0,1535	$1,205 \cdot 10^2$
1,3	25	0,1719	85,8
1,4	21,5	0,1999	54,5
1,5	19,5	0,2204	40,7
1,6	18	0,2388	32,02
1,7	16	0,2687	22,47
1,8	15	0,2866	18,52
1,9	14	0,307	15,07
2,0	13	0,3307	12,05

Tab. 3.VI. Wartości dobroci obrazu dyfrakcyjnego w funkcji ogniskowej soczewki dyfrakcyjnej przy $U = 40 \text{ kV}$ i $d = 2,35 \text{ \AA}$ dla czterech wartości średnicy przesłony selekcyjnej Φ /obliczenia wykonano na podstawie /3.26//.

$\frac{\Delta R_I}{R_I} \times 10^{-3}; \quad U = 40 \text{ kV}$				
$f_I [\text{mm}]$	$\Phi = 25 \text{ } \mu\text{m}$	$85 \text{ } \mu\text{m}$	$163 \text{ } \mu\text{m}$	$285 \text{ } \mu\text{m}$
260	0,0077	0,0336	0,1064	0,393
160	0,0125	0,0548	0,1737	0,6416
110	0,0183	0,08022	0,25405	0,93838
80	0,02514	0,10971	0,34742	1,28326
60	0,03356	0,14646	0,46381	1,71315
48	0,041979	0,183176	0,580054	2,142492
40	0,050398	0,21991	0,696377	2,572145
33	0,060886	0,265675	0,841298	3,107427
28	0,068511	0,298946	0,946656	3,496977
25	0,0805077	0,3512936	1,1124214	4,108848
21,5	0,0934883	0,4079341	1,2917815	4,7713338
19,5	0,1031746	0,4501998	1,4256219	5,2656878
18	0,1117999	0,4878362	1,544803	5,7058961
16	0,1256706	0,5483606	1,7364621	6,4138095
15	0,1340869	0,5850851	1,8527552	6,8433506
14	0,1437843	0,6273995	1,9867498	7,3382741
13	0,1546407	0,6747711	2,1367587	7,8923481

Tab. 3.VII. Zależność dobroci obrazu dyfrakcyjnego od ogniskowej soczewki dyfrakcyjnej przy napięciu przyspieszającym $U = 60 \text{ kV}$ i odległości międzypłaszczyznowej $d = 2,35 \text{ \AA}$ dla czterech wartości średnicy przesłony selekcyjnej Φ
/obliczenia wykonano na podstawie wzoru 3.26//.

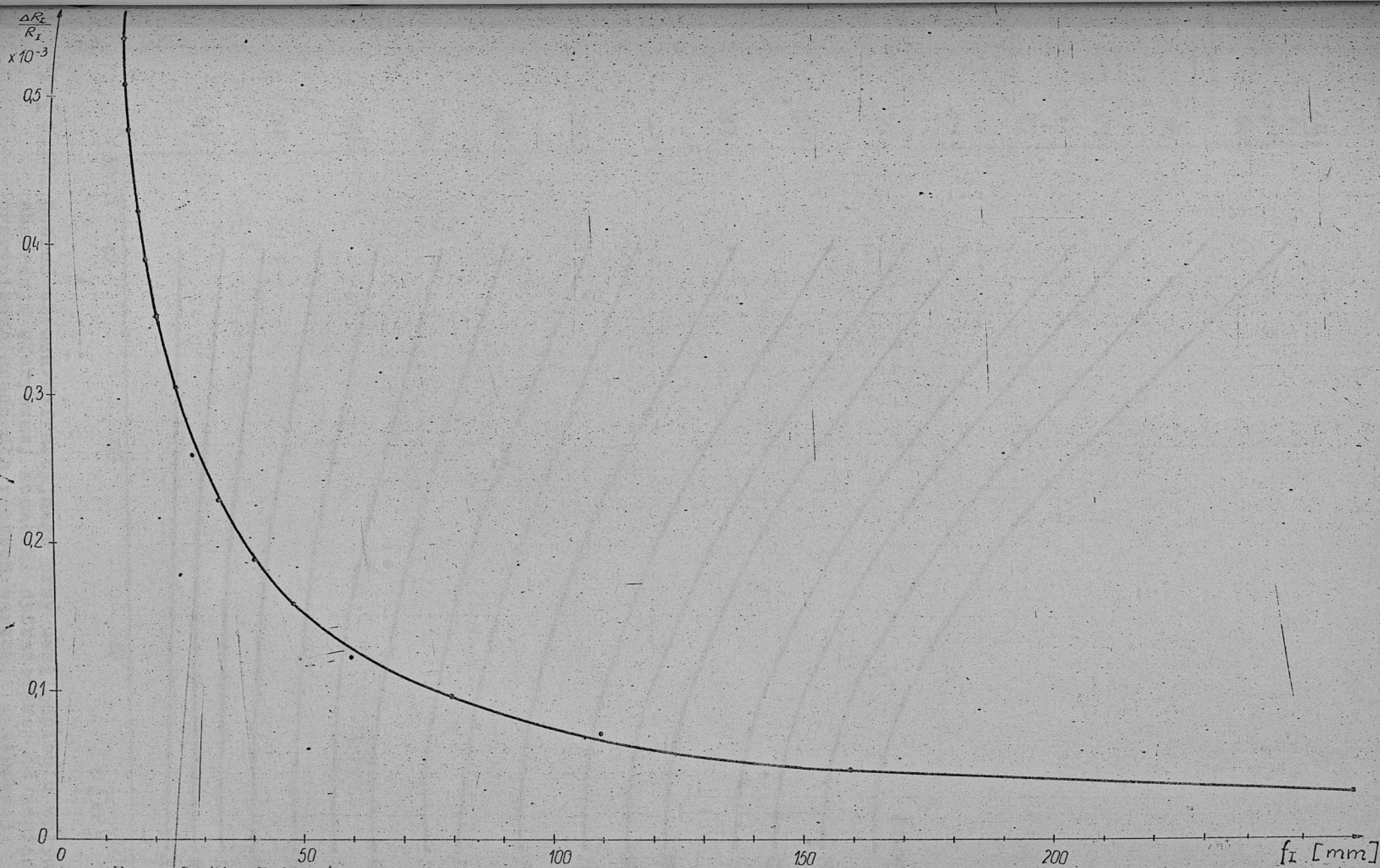
$\frac{\Delta R_I}{R_I} \times 10^{-3}; \quad U = 60 \text{ kV}$				
$f_I [\text{mm}]$	$\Phi = 25 / \mu\text{m}$	$85 / \mu\text{m}$	$163 / \mu\text{m}$	$285 / \mu\text{m}$
260	0,0063	0,0307	0,1104	0,4468
160	0,0102	0,0501	0,1802	0,7294
110	0,01504	0,0733	0,2636	1,06684
80	0,02057	0,10024	0,36049	1,45893
60	0,02746	0,13382	0,48125	1,94768
48	0,034347	0,167367	0,601862	2,43579
40	0,041235	0,200931	0,722559	2,924261
33	0,049817	0,242746	0,872929	3,532821
28	0,056055	0,273146	0,982248	3,975244
25	0,0658714	0,3209758	1,1542455	4,663335
21,5	0,0764921	0,372728	1,340349	5,4245091
19,5	0,0844173	0,411346	1,4792215	5,9865381
18	0,0914746	0,4457343	1,6028835	6,487009
16	0,1028236	0,5010352	1,8017485	7,2918328
15	0,1097098	0,5345902	1,9224139	7,7801762
14	0,1176442	0,5732527	2,0614463	8,3428526
13	0,1265269	0,616536	2,2170952	8,927769

Tab. 3.VIII Wartości dobroci obrazu dyfrakcyjnego w funkcji ogniskowej soczewki dyfrakcyjnej przy $U = 80 \text{ kV}$ i $d = 2,35 \text{ \AA}$ dla czterech wartości średnicy przesłony selekcyjnej Φ /obliczenia wykonano na podstawie wzoru /3.26/.

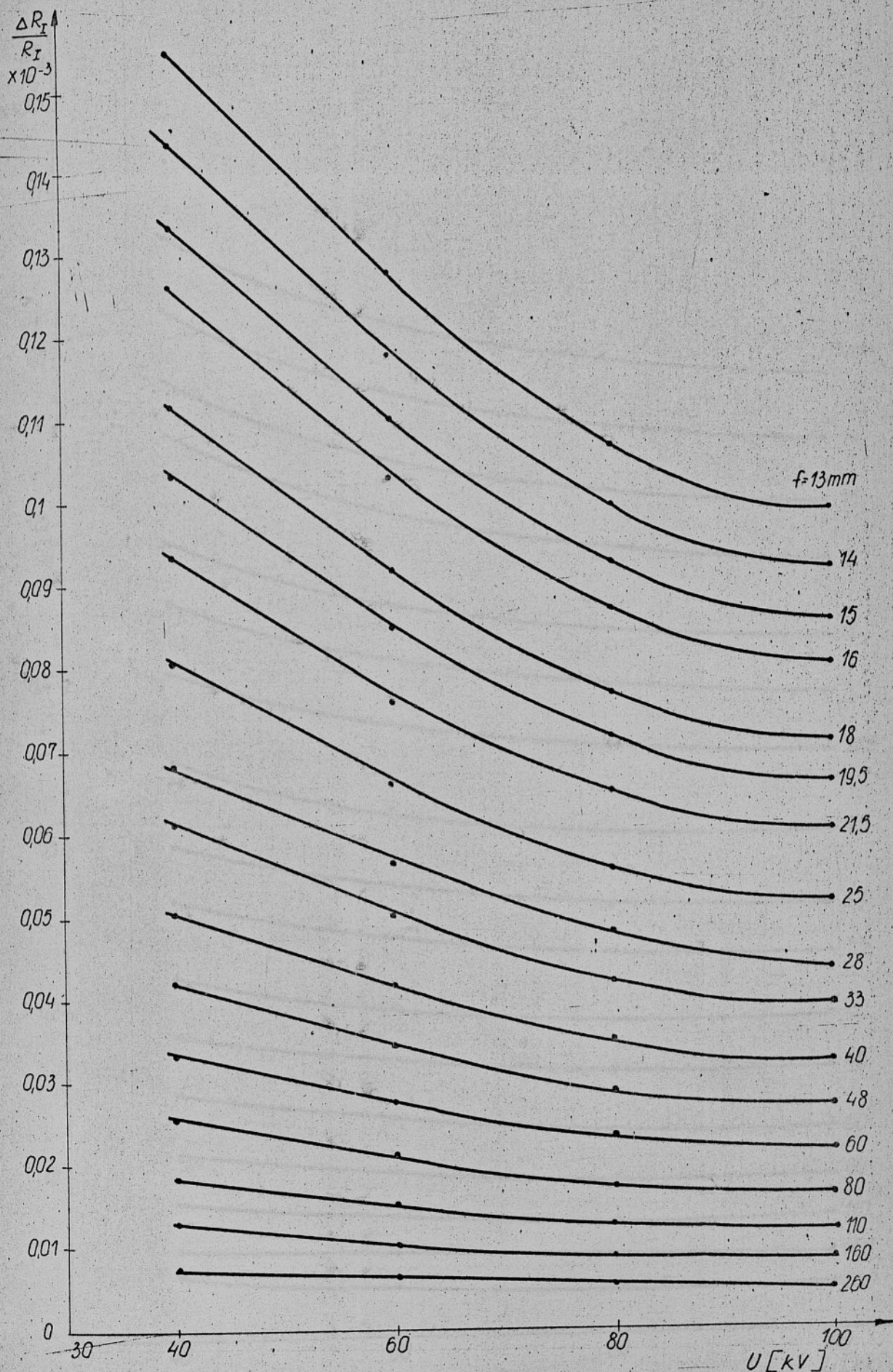
$\frac{\Delta R_z}{R_I} \times 10^{-3}$ $U = 80 \text{ kV}$				
$f_I [\text{mm}]$	$\Phi 25 / \mu\text{m}$	$85 / \mu\text{m}$	$163 / \mu\text{m}$	$285 / \mu\text{m}$
260	0,0055	0,0294	0,1165	0,5003
160	0,0086	0,048	0,1902	0,8168
110	0,01265	0,0702	0,27817	1,1946
80	0,0173	0,096	0,3804	1,63364
60	0,0231	0,1250	0,50784	2,18092
48	0,028892	0,160278	0,635117	2,727477
40	0,034686	0,19242	0,762483	3,274443
33	0,041905	0,232464	0,921161	3,955878
28	0,047153	0,261576	1,036521	4,451282
25	0,0554102	0,3073794	1,2180216	5,230726
21,5	0,0643442	0,3569394	1,414408	6,074097
19,5	0,0710109	0,3939216	1,5609537	6,703429
18	0,0769474	0,4268532	1,6914484	7,263832
16	0,086494	0,4798116	1,9013014	8,165033
15	0,0922866	0,5119452	2,028634	8,711856
14	0,09896	0,54897	2,1753485	9,341913
13	0,106433	0,5904198	2,3395974	10,047272

Tab. 3.IX. Wartości dobroci obrazu dyfrakcyjnego w funkcji ogniskowej soczewki dyfrakcyjnej przy $U = 100 \text{ kV}$ i $d = 2,35 \text{ \AA}$ dla czterech wartości średnicy przesłony selekcyjnej Φ /obliczenia wykonano na podstawie wzoru /3.26/.

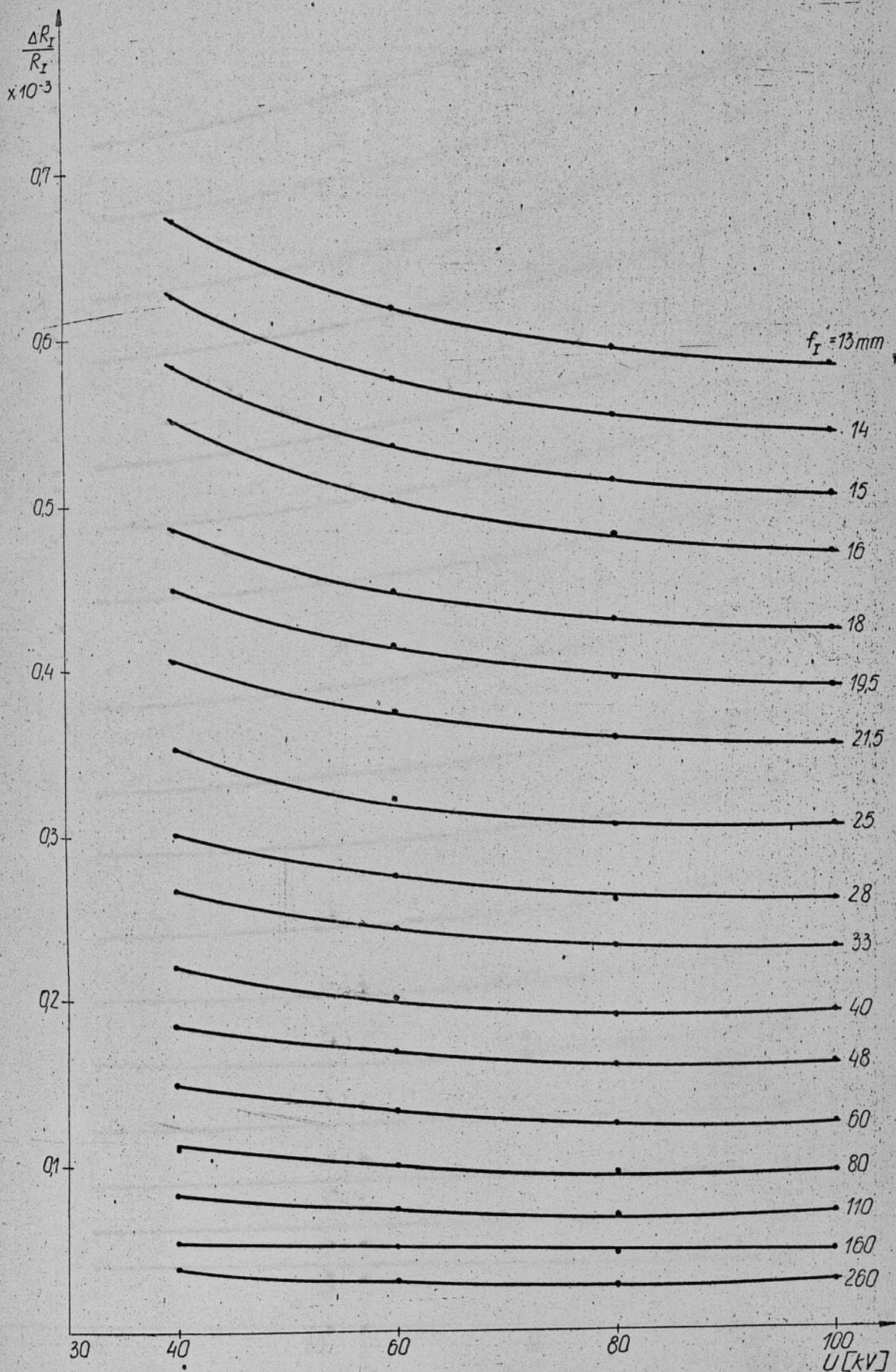
$\frac{\Delta R_I}{R_I} \times 10^{-3}$		$U = 100 \text{ kV}$		
$f_I [\text{mm}]$	$\Phi = 25, \mu\text{m}$	$85, \mu\text{m}$	$163, \mu\text{m}$	$285, \mu\text{m}$
260	0,0049	0,02894	0,1234	0,5522
160	0,008	0,0471	0,2014	0,9015
110	0,0117	0,069	0,29464	1,31851
80	0,016	0,09436	0,40203	1,8031
60	0,02136	0,12407	0,53792	2,40714
48	0,026713	0,15755	0,672729	3,010392
40	0,03207	0,189145	0,807638	3,614093
33	0,038744	0,228508	0,975713	4,366212
28	0,043596	0,257124	1,097904	4,913003
25	0,0512299	0,3021488	1,2901533	5,773302
21,5	0,0594899	0,3508654	1,4981698	6,704154
19,5	0,0656536	0,3872183	1,653394	7,398766
18	0,0711422	0,4195895	1,7916167	8,017299
16	0,0799686	0,4716468	2,0138972	9,011981
15	0,0853242	0,5032335	2,1487705	9,615525
14	0,091495	0,5396283	2,3041734	10,310937
13	0,0984033	0,5803728	2,4781493	11,089461



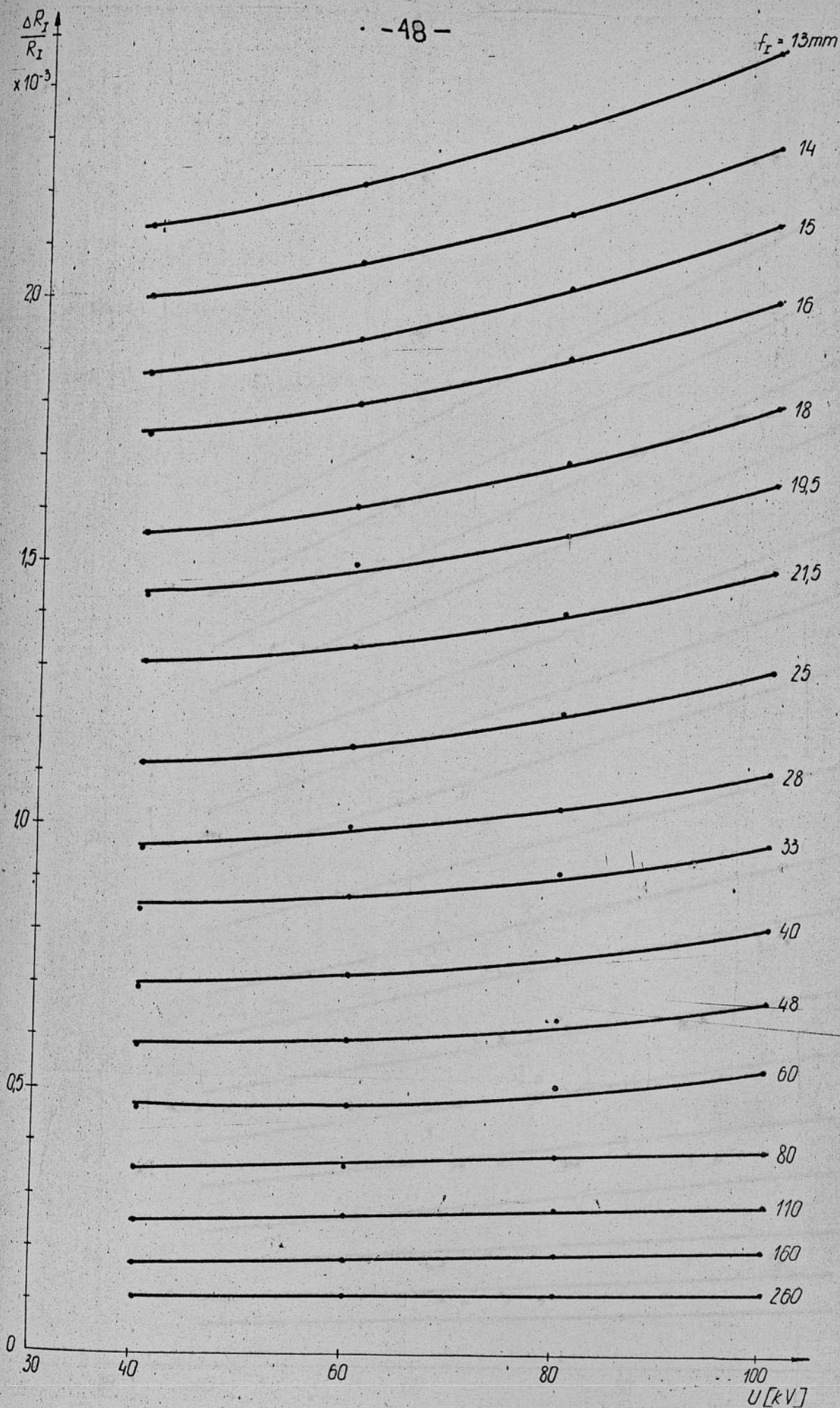
Rys. 3.11. Dobroć obrazu dyfrakcyjnego przy uwzględnieniu wpływu aberracji sferycznej soczewki dyfrakcyjnej od ogniskowej soczewki dyfrakcyjnej dla $U = 100$ kV i: $\Phi = 85 \mu\text{m}$ /wg wzoru /3.26//.



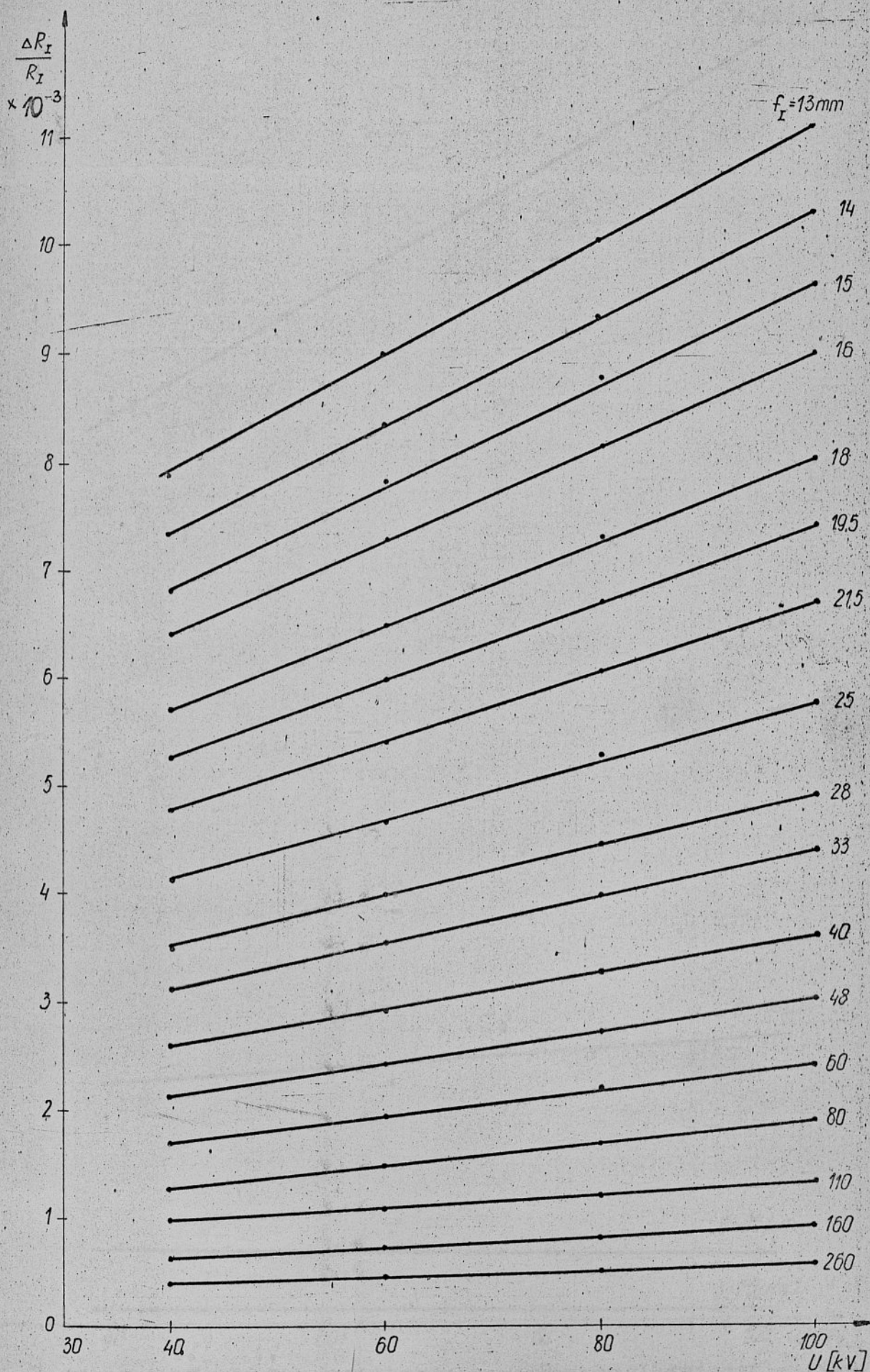
Rys. 3.12. Dobroć obrazu dyfrakcyjnego przy uwzględnieniu wpływu aberracji sferycznej soczewki dyfrakcyjnej od napięcia przyspieszającego dla różnych wartości ogniskowej soczewki dyfrakcyjnej; $\Phi = 25 \mu m$ /wg wzoru /3.26//.



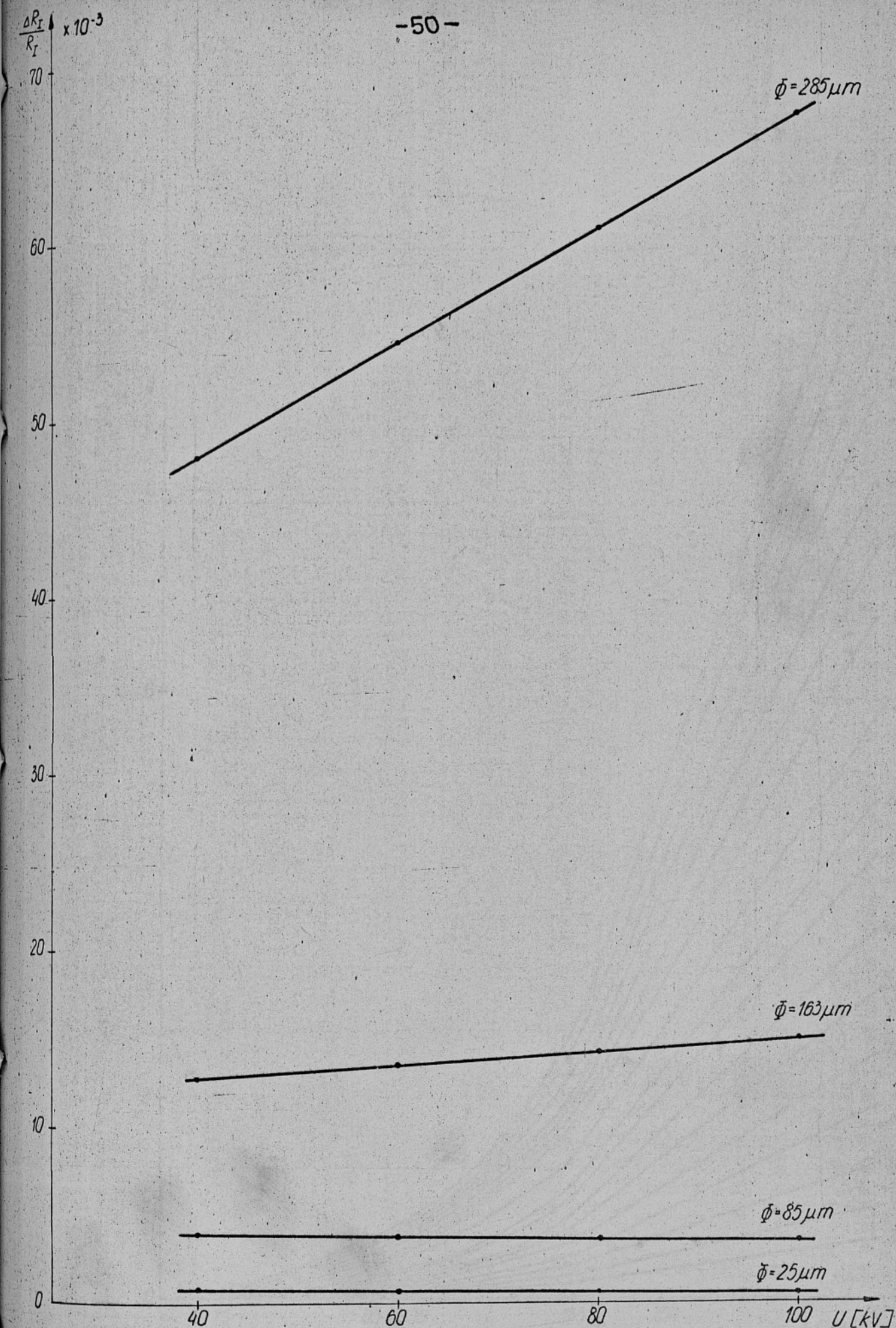
Rys. 3.13. Dobroć obrazu dyfrakcyjnego przy uwzględnieniu wpływu aberracji sferycznej soczewki dyfrakcyjnej od napięcia przyspieszającego dla różnych wartości ogniskowej soczewki dyfrakcyjnej; $\Phi = 85 \mu\text{m}$ /wg wzoru /3.26//.



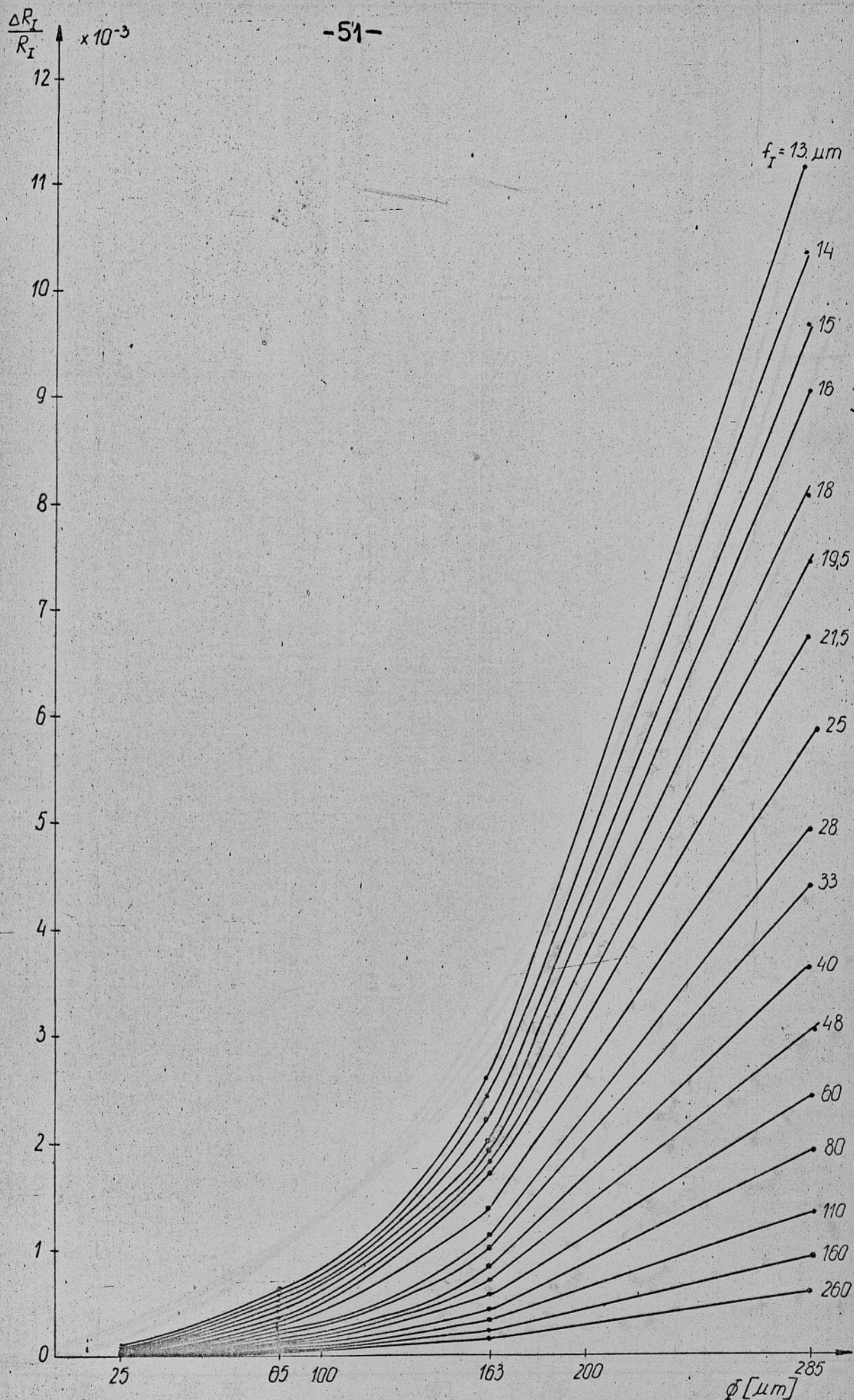
Rys. 3.14. Dobroć obrazu dyfrakcyjnego przy uwzględnieniu wpływu aberracji sferycznej soczewki dyfrakcyjnej od napięcia przyspieszającego dla różnych wartości ogniskowej soczewki dyfrakcyjnej; $\Phi = 163 \mu\text{m}$ /wg wzoru /3.26//.



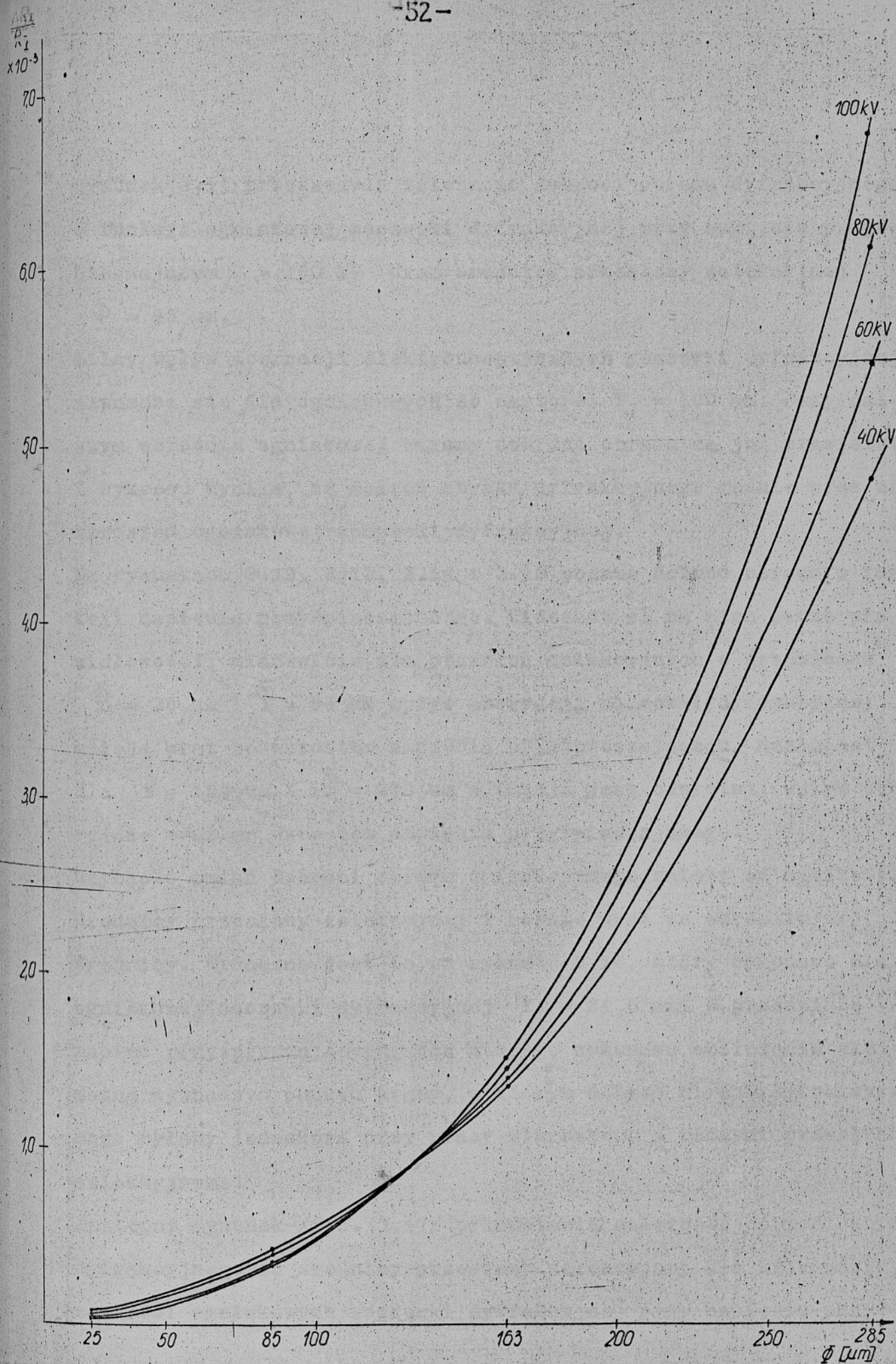
Rys. 3.15. Dobroć obrazu dyfrakcyjnego przy uwzględnieniu wpływu aberracji sferycznej soczewki dyfrakcyjnej od napięcia przyspieszającego dla różnych wartości ogniskowej soczewki dyfrakcyjnej; $\Phi = 285 \text{ } \mu\text{m}$ /wg wzoru /3.26//.



Rys. 3.16. Dobroć obrazu dyfrakcyjnego przy uwzględnieniu wpływu aberracji sferycznej soczewki dyfrakcyjnej, od napięcia przyspieszającego dla różnych wartości średnicy przesłony selekcyjnej; $f_I = 21,5 \text{ mm}$ /wg wzoru /3.26//.



Rys. 3.17. Dobroć obrazu dyfrakcyjnego przy uwzględnieniu wpływu aberracji sferycznej soczewki dyfrakcyjnej od średnicy przesłony selekcyjnej dla różnych wartości ogniskowej soczewki dyfrakcyjnej; $U = 100$ kV wg wzoru /3.26/.



Rys. 3.18. Dobroć obrazu dyfrakcyjnego przy uwzględnieniu wpływu aberracji sferycznej soczewki dyfrakcyjnej od średnicy przesłony selekcyjnej dla różnych wartości napięcia przyspieszającego; $f_I = 21,5 \text{ mm}$ /wg wzoru /3.26//.

Rysunek 3.11 przedstawia zależność dobroci obrazu dyfrakcyjnego w funkcji ogniskowej soczewki dyfrakcyjnej przy napięciu przyspieszającym $U = 100$ kV oraz średnicy przesłony selekcyjnej

$$\Phi = 85 \mu\text{m}.$$

Silny wpływ aberracji elektronooptycznych soczewki dyfrakcyjnej zaznacza się dla ogniskowych do wartości $f_I = 100$ mm. Przy dalszym wzroście ogniskowej zmiany dobroci obrazu są już niewielkie. Z wykresu wynika, że dobroć obrazu dyfrakcyjnego rośnie wraz ze wzrostem ogniskowej soczewki dyfrakcyjnej.

Na rysunkach 3.12, 3.13, 3.14 i 3.15 podano dobroć obrazu w funkcji napięcia przyspieszającego. Widoczne są na nich pewne prawidłowości; mianowicie dla przesłon selekcyjnych o średnicach

$\Phi = 25 \mu\text{m}$ i $\Phi = 85 \mu\text{m}$ wpływ aberracji soczewki dyfrakcyjnej maleje wraz ze wzrostem napięcia przyspieszającego, natomiast dla $\Phi = 163 \mu\text{m}$ i $\Phi = 285 \mu\text{m}$ sytuacja jest odwrotna; wpływ ten rośnie wraz ze wzrostem napięcia przyspieszającego.

Szybkość zmian dobroci obrazu dyfrakcyjnego zależy od wielkości średnicy przesłony selekcyjnej i rośnie wraz ze wzrostem tej średnicy. Widoczne jest to na rysunku 3.16, który wykonano dla ogniskowej soczewki dyfrakcyjnej $f_I = 21,5$ mm. W przedziale napięć przyspieszających, dla którego wykonano obliczenia nie można wyznaczyć punktu pracy, w którym dobroć obrazu dyfrakcyjnego byłaby jednakowa przy pracy mikroskopu z różnymi przesłonami selekcyjnymi.

Następny rysunek /rys. 3.17/ przedstawia zależność dobroci obrazu dyfrakcyjnego od średnicy przesłony selekcyjnej dla kilkunastu wartości ogniskowych soczewki dyfrakcyjnej przy napięciu przys-

pieszającym $U = 100$ kV. Zwraca tu uwagę fakt, że powyżej

$\Phi = 100$ μm bardzo silnie rośnie wpływ aberracji elektronooptycznych na obraz dyfrakcyjny, przy czym zmiany te są tym gwałtowniejsze im krótsza jest ogniskowa.

Dobroć obrazu rośnie wraz ze zmniejszaniem się średnicy przesłony selekcyjnej i przy $\Phi = 25$ μm oraz $f_I = 260$ mm osiąga wartość $D = 0,0049 \times 10^{-3}$. Dla najmniejszej, rozpatrywanej średnicy przesłony, zmiana ogniskowej f_I w przedziale $13 \div 260$ mm nie powoduje większych wahań dobroci obrazu.

Ostatni wykres /rys.3.18/ przedstawia zmianę dobroci obrazu dyfrakcyjnego w funkcji średnicy przesłony selekcyjnej dla czterech wielkości napięcia przyspieszającego i przy $f_I = 21,5$ mm. Z rysunku wynika, że dla przesłon selekcyjnych do około 100 μm dobroć obrazu jest większa przy wyższych napięciach. Natomiast powyżej 100 μm , wpływ aberracji soczewki rośnie wraz ze wzrostem napięcia. Rozrzut dobroci obrazu przy małych przesłonach do

$\Phi \approx 100$ μm jest niewielki i praktycznie nie zależy od napięcia przyspieszającego natomiast dla większych średnic zmiany te są znaczne.

Zatem praca mikroskopu z małymi średnicami przesłony selekcyjnej daje wysoką dobroć obrazu dyfrakcyjnego.

Wpływ aberracji sferycznej soczewki na obraz dyfrakcyjny przy pracy z przesłoną $\Phi \approx 100$ μm jest praktycznie jednakowy dla wszystkich rozpatrywanych napięć przyspieszających.

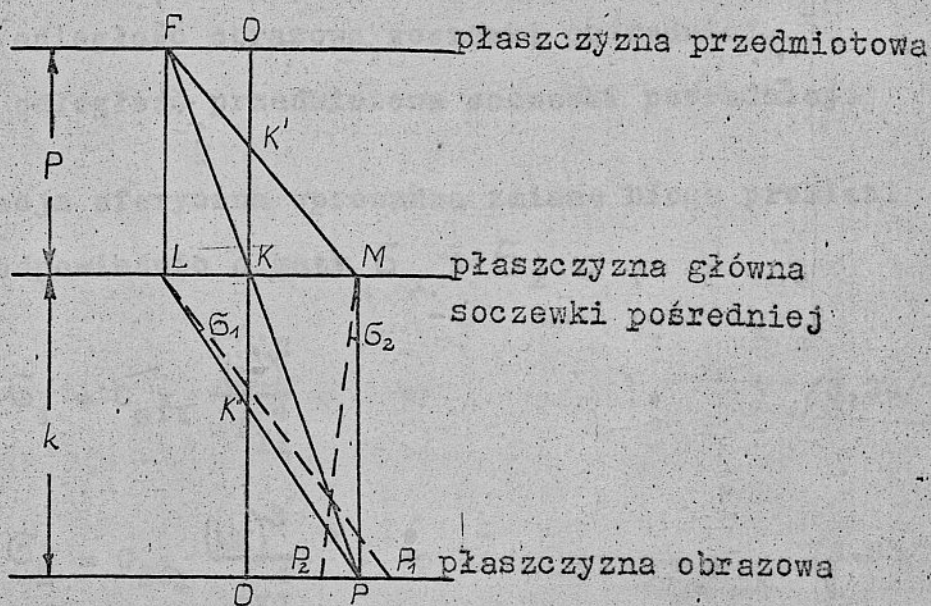
Dobroć obrazu dyfrakcyjnego powstającego w płaszczyźnie obrazowej soczewki dyfrakcyjnej mieści się w przedziale średnich dobroci obrazu.

3.3. Aberracja sferyczna soczewki pośredniej.

Przy braku aberracji sferycznej, promienie elektronowe opuszczające płaszczyznę przedmiotową soczewki pośredniej w punkcie F, przecinają płaszczyznę obrazową w punkcie P /rys. 3.19/

Punkt F oddalony jest od osi elektroneoptycznej układu o wielkość:

$$FO = \varphi f_o \frac{b_B}{g_B} \quad /3.31/$$



Rys. 3.19. Wpływ aberracji sferycznej soczewki pośredniej na bieg promieni elektronowych.

Ponieważ soczewka pośrednia, podobnie jak pozostałe soczewki mikroskopu elektronowego, obciążona jest błędem aberracji

sferycznej, to promienie elektronowe odchylane są od biegu idealnego odpowiednio o kąty ζ_1 i ζ_2 . Na skutek tego, w płaszczyźnie obrazowej otrzymuje się krążek rozproszenia o średnicy ΔP .

Promienie elektronowe wychodzące z punktu F przecinają płaszczyznę główną soczewki pośredniej w punktach L i M, których odległości od osi układu elektronooptycznego wynoszą:

$$LK = FO = \zeta f_o \frac{b_B}{g_B} \quad /3.32/$$

$$MK = OP = \zeta f_o \frac{b_B}{g_B} \frac{k}{p} \quad /3.33/$$

gdzie k - odległość obrazowa soczewki pośredniej,
 p - odległość przedmiotowa soczewki pośredniej.

Ponieważ aberracja sferyczna wprowadza zmianę biegu promieni elektronowych odpowiednio o kąty ζ_1 i ζ_2

$$\zeta_1 = c_{sfII} \cdot \frac{(LK)^3}{f_{II}^4} \quad /3.34/$$

$$\zeta_2 = c_{sfII} \cdot \frac{(MK)^3}{f_{II}^4} \quad /3.35/$$

to w płaszczyźnie obrazowej soczewki pośredniej tworzy się krążek rozproszenia o średnicy

$$\Delta P = PP_1 + PP_2 \quad /3.36/$$

W /3.36/:

$$PP_1 = k \cdot \zeta_1 \quad /3.37/$$

$$PP_2 = k \cdot \zeta_2 \quad /3.38/$$

Zatem wielkość krążka rozproszenia można zapisać jako:

$$\Delta P = k(\zeta_1 + \zeta_2) = \frac{k C_{sfIII}}{f_{II}^4} \left(\varrho f_o \frac{b_B}{g_B} \right)^3 \left[1 + \left(\frac{k}{p} \right)^3 \right], \quad /3.39/$$

natomiast dobroć obrazu dyfrakcyjnego przyjmuje postać:

$$D = \frac{\Delta P}{OP} = \frac{\Delta R_{II}}{R_{II}} = \frac{p C_{sfIII}}{f_{II}^4} \left(\varrho f_o \frac{b_B}{g_B} \right)^2 \left[1 + \left(\frac{k}{p} \right)^3 \right] \quad /3.40/$$

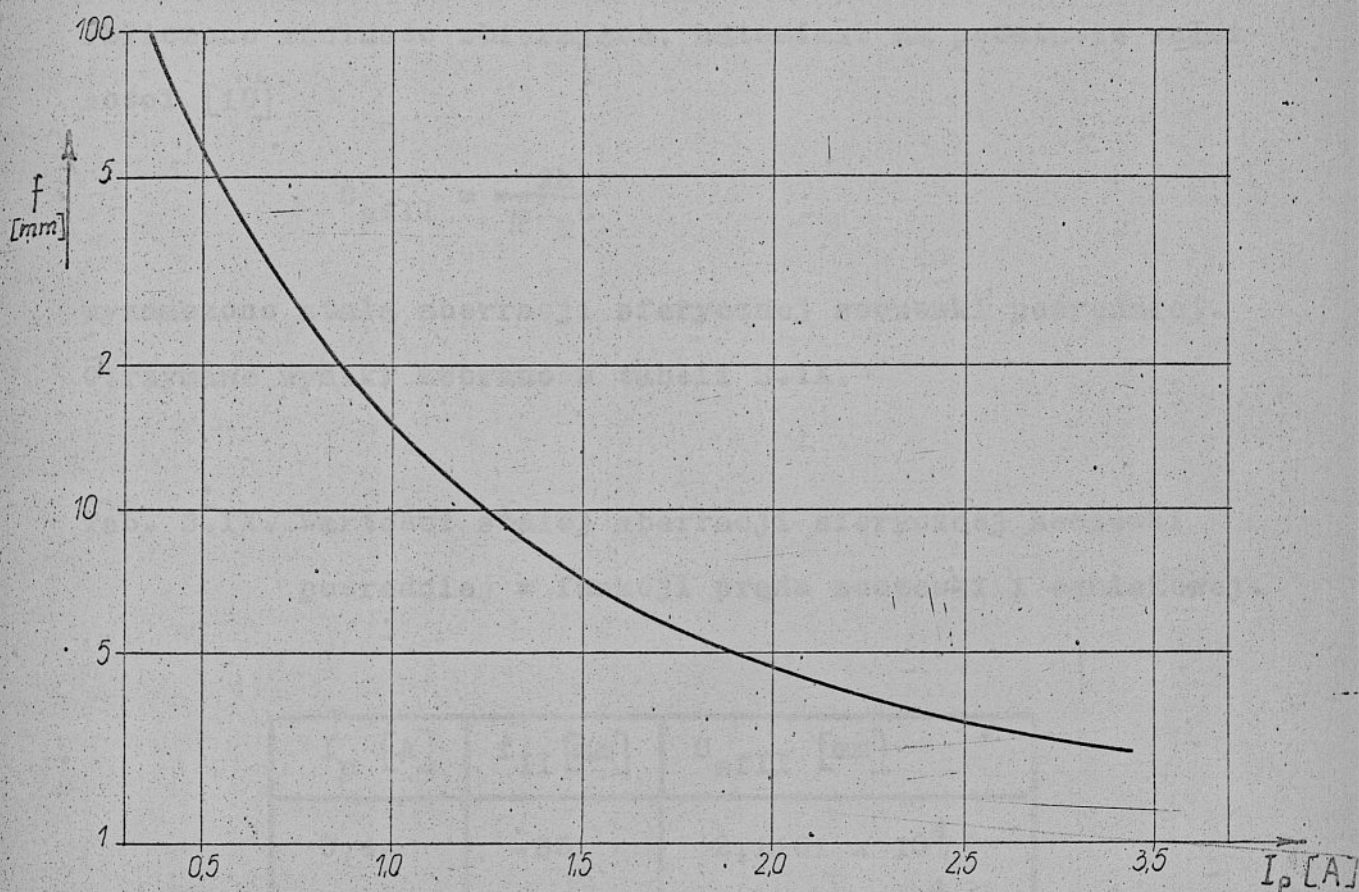
Wielkość OP oznacza promień pierścienia dyfrakcyjnego, który powstałby w bezaberracyjnym układzie soczewek: obiektyw, soczewka dyfrakcyjna i soczewka pośrednia:

$$OP = R_{II} = \varrho f_o \frac{b_B}{g_B} \frac{k}{p}$$

Z /3.40/ wynika silna zależność dobroci obrazu dyfrakcyjnego od ogniskowej, a zatem od prądu wzbudzenia soczewki.

Podobnie jak poprzednio, oszacowano rząd wielkości dobroci obrazu dyfrakcyjnego D powstającego w płaszczyźnie obrazowej soczewki pośredniej. W tym celu posłużono się parametrami mikroskopu EM-301.

Ogniskową soczewki pośredniej wyznaczono na podstawie wykresu podanego przez firmę PHILIPS /rys. 3.20/. Wykres ten przedstawia ogniskową tej soczewki w funkcji prądu wzbudzenia I_p .



Rys. 3.20. Zależność ogniskowej f_{II} od prądu wzbudzenia I_p dla soczewki pośredniej.

Określenie stałej aberracji sferycznej C_{sfIII} wymaga dodatkowych obliczeń, a mianowicie szerokości połówkowej rozkładu pola magnetycznego h i siły soczewki k^2 .

Szerokość połówkową rozkładu pola magnetycznego h wyznaczono na podstawie wykresu podanego w [44]. Dla parametru kształtu

$$\frac{S}{D} = \frac{4}{6} = 0,6666 \text{ przyjmuje ona wartość: } h = 2,7 \text{ mm.}$$

Wykorzystując wzór podany przez Glasera [10]:

$$k^2 = \frac{2h}{\pi f}$$

obliczono zdolność zbierającą, natomiast na podstawie zależności [10]

$$C_{sfIII} = \frac{2h}{\pi^3 k^6}$$

wyznaczono stałą aberracji sferycznej soczewki pośredniej.

Otrzymane wyniki zebrano w tabeli 3.IX.

Tab. 3.IX. Wartości stałej aberracji sferycznej soczewki pośredniej w funkcji prądu soczewki i ogniskowej.

I_p [A]	f_{II} [mm]	C_{sfIII} [mm]
0,4	85	$2,1161 \times 10^4$
0,5	60	$0,7456 \times 10^4$
0,6	40	$2,2091 \times 10^3$
0,7	30	$0,9271 \times 10^3$
0,8	23	$4,1844 \times 10^2$
0,9	18	$2,0025 \times 10^2$
1,0	15	$1,1589 \times 10^2$
1,2	10,5	39,761
1,5	7	11,773
1,8	5,25	40,665
2	4,6	3,3395
2,5	3,7	1,8553
2,94	3,1	0,9127

Oszacowanie rzędu wielkości dobroci obrazu dyfrakcyjnego przeprowadzono dla następujących warunków pracy mikroskopu elektronowego EM-301:

$$U = 100 \text{ kV},$$

$$\varphi = 0,037 \text{ /d} = 1 \text{ Å/},$$

$$f_0 = 4,3 \text{ mm},$$

$$\text{prąd soczewki dyfrakcyjnej } I_d = 1,96 \text{ A},$$

$$\text{ogniskowa soczewki dyfrakcyjnej } f_I = 13 \text{ mm},$$

$$\text{prąd soczewki pośredniej } I_p = 0,63 \text{ A},$$

$$\text{ogniskowa soczewki pośredniej } f_{II} = 37 \text{ mm},$$

$$g_B = 60,7 \text{ mm},$$

$$b_B = 16,5 \text{ mm},$$

$$k = 198,8 \text{ mm i}$$

$$C_{sfII} = 1,744 \cdot 10^3 \text{ mm}.$$

Podstawienie powyższych danych do wzoru /3.40/, daje wynik

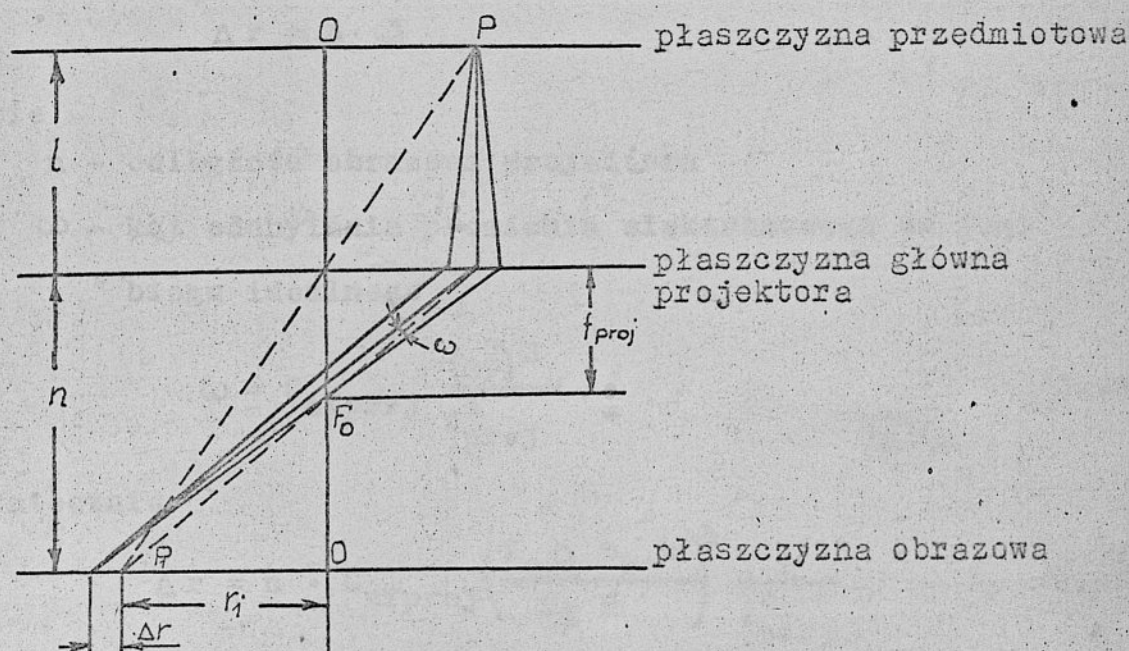
$$D_0 = \left. \frac{\Delta R_{II}}{R_{II}} \right|_{d=1 \text{ Å}} = 6,42 \cdot 10^{-3}$$

Wielkość ta charakteryzuje wpływ aberracji sferycznej soczewki pośredniej na obraz dyfrakcyjny.

3.4. Dystorsja radialna soczewki projekcyjnej.

Apertura wiązki odwzorowującej, przechodzącej przez soczewkę projekcyjną jest bardzo mała w porównaniu z aperturą obiektywu, z tego względu aberracja chromatyczna i astygmatyzm osiowy tej soczewki nie ograniczają zdolności rozdzielczej obrazu. Aberracja chromatyczna i astygmatyzm osiowy projektora wykazują M_0^3 /gdzie M_0 - powiększenie obiektywu/ razy mniejszy wpływ na obraz dyfrakcyjny niż aberracja chromatyczna i astygmatyzm osiowy obiektywu. Wskutek małego kąta apertury, aberracja sferyczna projektora także nie prowadzi do nieostrości obrazu, wywołuje ona jednak dystorsję radialną.

Rysunek 3.21. wyjaśnia tworzenie się dystorsji radialnej uwarunkowanej aberracją sferyczną soczewki.



Rys. 3.21. Wpływ dystorsji radialnej projektora na bieg promieni elektronowych.

Promień pierścienia dyfrakcyjnego wytworzonego przez bezaberracyjny układ soczewek: obiektyw, soczewkę dyfrakcyjną i soczewkę pośrednią ma wielkość

$$OP = f_o \cdot \varphi \cdot \frac{b_B}{g_B} \cdot \frac{k}{p} \quad /3.41/$$

Zatem w mikroskopie elektronowym wyposażonym w idealne soczewki magnetyczne, na ekranie końcowym obserwowany jest dyfraktogram o promieniu /rys. 3.21/;

$$r_1 = OP_1 = f_o \varphi \cdot \frac{b_B}{g_B} \cdot \frac{k}{p} \cdot \frac{n}{l} \quad /3.42/$$

Dystorsja radialna wywołana aberracją sferyczną projektora, prowadzi do zwiększenia promienia pierścienia dyfrakcyjnego o wartość Δr :

$$\Delta r = n \cdot \omega \quad /3.43/$$

gdzie

n - odległość obrazowa projektora

ω - kąt odchylenia promienia elektronowego od jego biegu idealnego

$$\omega = C_{sfproj} \frac{(OP)^3}{f_{proj}^4} \quad /3.44/$$

Ostatecznie

$$\Delta r = n \cdot C_{sfproj} \left(\frac{f_o \varphi b_B k}{g_B p} \right)^3 \frac{1}{f_{proj}^4} \quad /3.45/$$

W płaszczyźnie obrazowej soczewki projekcyjnej tworzy się pierścień dyfrakcyjny o promieniu:

$$r_1 + \Delta r = f_o \varrho \frac{b_B}{g_B} \cdot \frac{k}{p} \cdot \frac{n}{l} + n C_{sfproj} \frac{1}{f_{proj}^4} \left(\frac{f_o \varrho b_B k}{g_B p} \right)^3 \quad /3.46/$$

a więc

$$r_1 + \Delta r = f_o \varrho \frac{b_B k n}{g_B p l} \left[1 + C_{sfproj} \frac{1}{f_{proj}^4} \left(\frac{f_o \varrho b_B k}{g_B p} \right)^2 \right] \quad /3.47/$$

Błąd wprowadzony do obrazu dyfrakcyjnego przez dystorsję radialną wyznaczony na podstawie /3.42/ i /3.45/ ma postać:

$$\boxed{\frac{\Delta r}{r_1} = \frac{C_{sfproj}}{f_{proj}^4} \left(\frac{f_o \varrho b_B k}{g_B p} \right)^2} \quad /3.48/$$

W celu obliczenia stałej aberracji sferycznej, podobnie jak poprzednio, wyznaczono szerokość połówkową rozkładu pola magnetycznego h oraz siłę soczewki k^2 .

Dla parametru kształtu $\frac{S}{D} = 0,5555$ szerokość połówkowa rozkładu pola magnetycznego h ma wartość: $h = 2,16$ mm.

Zgodnie z [14], siła soczewki projekcyjnej pracującej przy maksymalnym wzbudzeniu równa jest:

$$k_{max}^2 = 1,046$$

Korzystając z zależności podanej przez Glasera [10]:

wyznaczono

$$\frac{C_{sf \text{ proj}}}{f_{proj}} = 0,5$$

Dla $f_{proj} = 3 \text{ mm}$, współczynnik aberracji sferycznej przyjmuje wartość

$$C_{sf \text{ proj}} = 1,5 \text{ mm}$$

Zakładając te same parametry pracy mikroskopu elektronowego, jak przy obliczaniu dobroci obrazu dyfrakcyjnego wytwarzanego przez soczewkę pośrednią oraz przyjmując odległość obrazową soczewki projekcyjnej $n = 479,5 \text{ mm}$, na podstawie /3.38/ obliczono:

$$\frac{\Delta r}{r_1} = 2 \cdot 10^{-6}$$

Wielkość ta wskazuje, że dystorsja radialna uwarunkowana aberracją sferyczną projektora wprowadza niewielki błąd do obrazu. Błąd ten jest o trzy rzędy mniejszy od błędu wywołanego aberracją sferyczną.

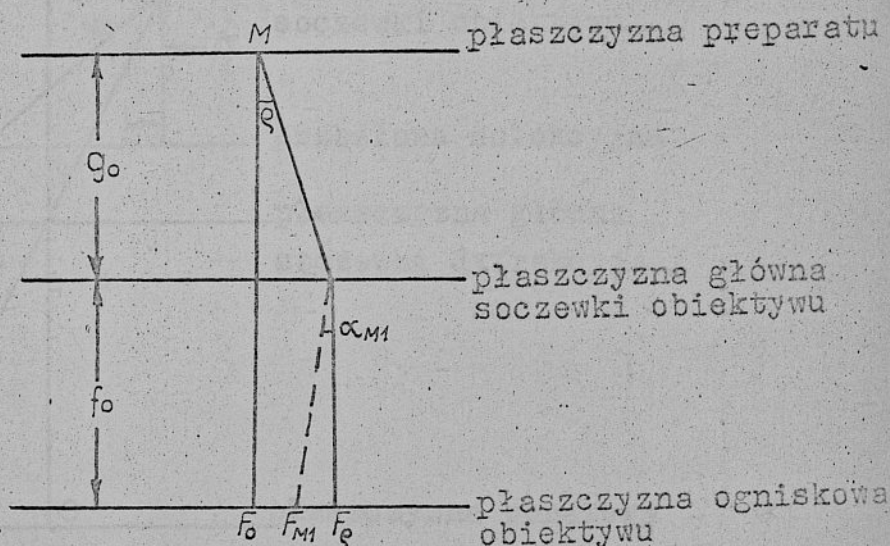
3.5. Wypadkowa aberracja sferyczna soczewek układu obrazowego.

W rozdziałach 3.1 + 3.3 rozpatrzono wpływ aberracji sferycznej soczewek: obiektywowej, dyfrakcyjnej i pośredniej na obraz dyfrakcyjny wytwarzany w płaszczyznach obrazowych tych soczewek. Celem niniejszego rozdziału jest wyznaczenie wypadkowego wpływu aberracji sferycznej soczewek układu obrazowego na obraz

dyfrakcyjny obserwowany na ekranie końcowym.

W rozważaniach przyjęto, że preparat oświetlony jest równoległo i bliskoosiową wiązką elektronów.

Wiązka ta, po opuszczeniu wyselekcjonowanego wycinka próbki wkracza w pole soczewki obiektywowej /rys. 3.22/.



Rys. 3.22. Wpływ aberracji sferycznej obiektywu na bieg promienia elektronowego.

W tylnej płaszczyźnie ogniskowej tej soczewki tworzy się pierścień dyfrakcyjny o promieniu $F_o F_e$ równym

$$F_o F_e = \epsilon f_o \quad /3.50/$$

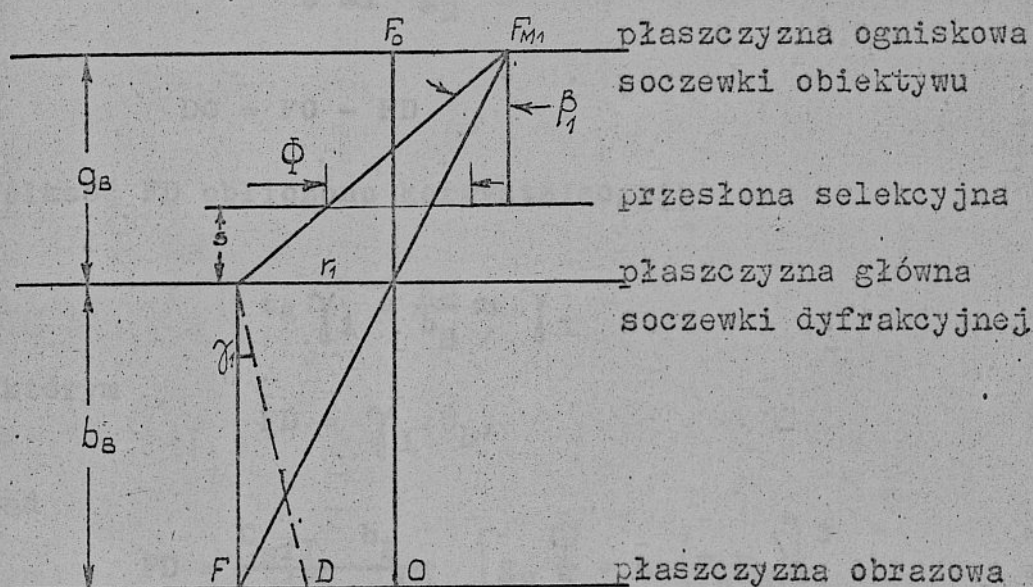
Ponieważ obiektyw obciążony jest błędem aberracji sferycznej, to promień elektronowy odchylany jest od biegu idealnego o kąt α_{M1} , określony zależnością

$$\alpha_{M1} = \frac{c_{sfo} (\epsilon g_o)^3}{f_o^4} \quad /3.51/$$

Konsekwencją tego jest przesunięcie pierścienia dyfrakcyjnego do osi elektronooptycznej układu o wartość $F_{M1} F_e$. Zatem

promień pierścienia dyfrakcyjnego wynosi:

$$F_o F_{M1} = \varrho f_o - \frac{C_{sfo}}{f_o^3} (g_o \varrho)^3 \quad /3.52/$$



Rys. 3.23. Bieg promienia elektronowego w soczewce dyfrakcyjnej.

Aberracja sferyczna kolejnej soczewki układu obrazowego mikroskopu elektronowego powoduje odchylenie promienia wychodzącego z punktu F_{M1} o kąt γ_1 /rys. 3.23/. Kąt ten określony jest wyrażeniem:

$$\gamma_1 = C_{sfI} \cdot \frac{r_1^3}{f_I^4} \quad /3.53/$$

przy czym

$$r_1 = \frac{\xi_B \frac{\Phi}{2} + s F_o F_{M1}}{\xi_B - s}$$

A więc

$$\gamma_1 = c_{sfl} \frac{\left[g_B \frac{\bar{\Phi}}{2} + s (F_o F_{M1}) \right]^3}{f_I^4 (g_B - s)^3} \quad /3.54/$$

Ponieważ

$$F_o = F_o F_{M1} \frac{b_B}{g_B} \quad /3.55/$$

to

$$D_o = F_o - F_D$$

Wielkość F_D obliczono korzystając z:

$$\operatorname{tg} \gamma_1 = \frac{F_D}{b_B} \approx \gamma_1 \quad /3.56/$$

w którym

$$F_D = \gamma_1 b_B, \quad /3.57/$$

stąd

$$F_D = \frac{c_{sfl} b_B}{f_I^4 (g_B - s)^3} \left[g_B \frac{\bar{\Phi}}{2} + s (F_o F_{M1}) \right]^3 \quad /3.58/$$

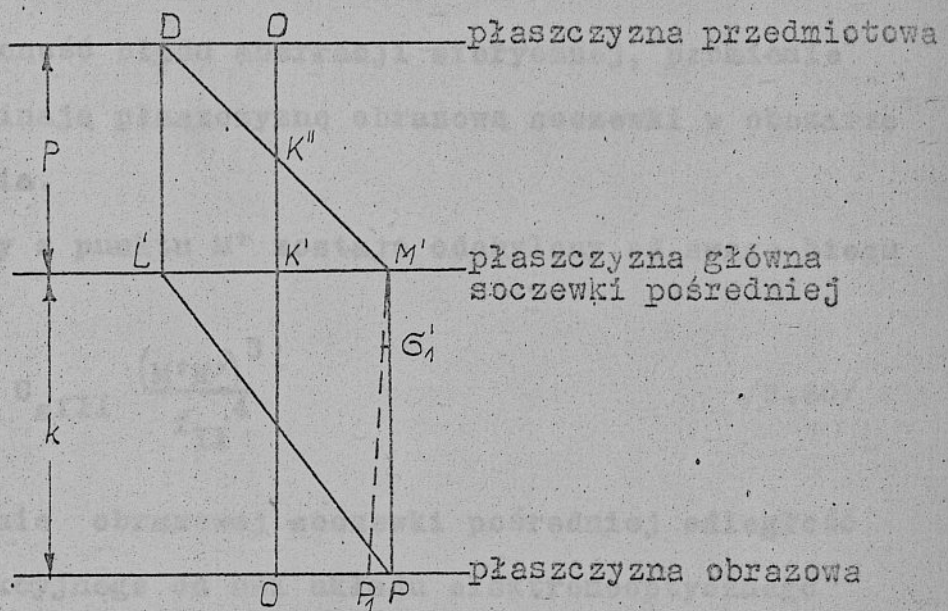
zatem

$$D_o = F_o F_{M1} \frac{b_B}{g_B} - \frac{c_{sfl} b_B}{f_I^4 (g_B - s)^3} \left[g_B \frac{\bar{\Phi}}{2} + s (F_o F_{M1}) \right]^3$$

a więc ostatecznie:

$$D_o = \varrho f_o \frac{b_B}{g_B} - \frac{c_{sfo}}{f_o^3} (g_o \varrho)^3 \frac{b_B}{g_B} - \frac{c_{sfl} b_B}{f_I^4 (g_B - s)^3} \left[g_B \frac{\bar{\Phi}}{2} + s (F_o F_{M1}) \right]^3 \quad /3.59/$$

Bieg wybranego promienia elektronowego w soczewce pośredniej przedstawiono na rys. 3.24.



Rys. 3.24. Bieg wybranego promienia elektronowego w soczewce pośredniej.

Odległość punktu D od osi układu określona jest zależnością /3.59/.

Promień wychodzący z punktu D przecina płaszczyznę główną soczewki pośredniej w punkcie M', odległym od osi układu o wartość:

$$\frac{M'K'}{M'L'} = \frac{K'K''}{L'D}$$

ponieważ

$$K'K'' = f_{II},$$

$$L'D = p,$$

$$M'L' = DO + M'K',$$

to

$$M'K' = \frac{f_{II} \cdot DO}{p - f_{II}}$$

W przypadku bezaberracyjnej soczewki pośredniej, promienie przecinające płaszczyznę główną w punktach L' i M' w płaszczyźnie obrazowej utworzyłyby punkt P.

Ze względu na obecność błędu aberracji sferycznej, promienie rzeczywiste przecinają płaszczyznę obrazową soczewki w obszarze krążka rozproszenia.

Promień wychodzący z punktu M' zostaje odchylony od swego biegu o kąt ζ'_1 :

$$\zeta'_1 = c_{sfII} \frac{(M'K')^3}{f_{II}^4} \quad /3.60/$$

Zatem w płaszczyźnie obrazowej soczewki pośredniej odległość pierścienia dyfrakcyjnego od osi układu elektronooptycznego równa jest:

$$OP_1 = OP - PP_1 \quad /3.61/$$

gdzie $PP_1 = k \cdot \zeta'_1$

$$OP = OD \frac{k}{p}$$

Z /3.61/ i /3.60/ wynika, że

$$OP_1 = OD \frac{k}{p} - k \frac{c_{sfII}}{f_{II}^4} \left(\frac{f_{II} OD}{p - f_{II}} \right)^3, \quad /3.62/$$

stąd

$$\begin{aligned} OP_1 = & e f_o \frac{b_B}{g_B} \frac{k}{p} - \frac{c_{sfo}}{f_o^3} (g_o e)^3 \frac{b_B}{g_B} \frac{k}{p} - \frac{c_{sfI}}{f_I^4} \frac{b_B}{(g_B - s)^3} \frac{k}{p} \left[g_B \frac{\Phi}{2} + s (F_o F_{M1}) \right]^3 \\ & - k \frac{c_{sfII}}{f_{II}^4} \left\{ \frac{f_{II}}{(p - f_{II})} \left[e f_o \frac{b_B}{g_B} - \frac{c_{sfo}}{f_o^3} (g_o e)^3 \frac{b_B}{g_B} - \frac{c_{sfI}}{f_I^4} \frac{b_B}{(g_B - s)^3} \times \right. \right. \\ & \left. \left. \times \left(g_B \frac{\Phi}{2} + s F_o F_{M1} \right)^3 \right] \right\}^3 \end{aligned} \quad /3.63/$$

Wyrażenie /3.63/ charakteryzuje wielkość promienia pierścienia dyfrakcyjnego w płaszczyźnie przedmiotowej soczewki projektora w warunkach rzeczywistych, tzn. przy uwzględnieniu błędu aberracji sferycznej wprowadzanego przez układ soczewek: obiektyw - soczewka dyfrakcyjna - soczewka pośrednia.

Aby zależność tę doprowadzić do bardziej przejrzystej postaci, wprowadzono pewne uproszczenia a mianowicie:

a/ wyrażenie

$$\left(g_B \frac{\bar{\Phi}}{2} + s F_o F_{M1} \right)^3 = \left(g_B \frac{\bar{\Phi}}{2} + s \varrho f_o - s \frac{C_{sfo} (g_o \varrho)^3}{f_o^3} \right)^3$$

przekształcono następująco:

$$\left[\left(g_B \frac{\bar{\Phi}}{2} + s \varrho f_o \right) - s \frac{C_{sfo} (g_o \varrho)^3}{f_o^3} \right]^3 = \left(g_B \frac{\bar{\Phi}}{2} + s \varrho f_o \right)^3 \times$$

$$\times \left[1 - \frac{3s C_{sfo} (g_o \varrho)^3}{f_o^3 \left(g_B \frac{\bar{\Phi}}{2} + s \varrho f_o \right)} \right]$$

W powyższym wyrażeniu pominięto człon wyższego rzędu w szeregu potęgowym.

b/ wyrażenie

$$\left\{ \varrho f_o \frac{b_B}{g_B} - \frac{C_{sfo}}{f_o^3} (g_o \varrho)^3 \frac{b_B}{g_B} - \frac{C_{sfl} b_B}{f_I^4 (g_B - s)} \left(g_B \frac{\bar{\Phi}}{2} + s \varrho f_o \right)^3 \times \right.$$

$$\times \left[1 - \frac{3s C_{sfo} (g_o \varrho)^3}{f_o^3 \left(g_B \frac{\bar{\Phi}}{2} + s \varrho f_o \right)} \right] \left. \right\}^3$$

przekształcono następująco :

$$\left\{ \varrho f_o \frac{b_B}{g_B} - \left[\frac{C_{sfo}}{f_o^3} (g_o \varrho)^3 \frac{b_B}{g_B} + \frac{C_{sfl}}{f_I^4 (g_B - s)^3} \left(g_B \frac{\Phi}{2} + s \varrho f_o \right)^3 \right. \right. \\ \left. \left. \left(1 - \frac{3s C_{sfo} g_o^3}{f_o^3 (g_B \frac{\Phi}{2} + s \varrho f_o)} \right) \right] \right\}^3 = \left(\varrho f_o \frac{b_B}{g_B} \right)^3 \times$$

$$\left\{ 1 - \frac{3 \left[\frac{C_{sfo}}{f_o^3} (g_o \varrho)^3 \frac{b_B}{g_B} + \frac{C_{sfl}}{f_I^4 (g_B - s)^3} \left(g_B \frac{\Phi}{2} + s \varrho f_o \right)^3 \right] \left(1 - \frac{3s C_{sfo} (g_o \varrho)^3}{f_o^3 (g_B \frac{\Phi}{2} + s \varrho f_o)} \right)}{\varrho f_o \frac{b_B}{g_B}} \right\}$$

Wykorzystując powyższe uproszczenia równanie /3.63/ ma postać:

$$OP_1 = \varrho f_o \frac{b_B}{g_B} \frac{k}{p} - \frac{C_{sfo}}{f_o^3} (g_o \varrho)^3 \frac{b_B}{g_B} \frac{k}{p} - \frac{C_{sfl}}{f_I^4 (g_B - s)^3} \frac{k (g_B \frac{\Phi}{2} + s \varrho f_o)^3}{p} +$$

$$+ 3 \frac{C_{sfl}}{f_I^4 (g_B - s)^3} \frac{k}{p} \left(g_B \frac{\Phi}{2} + s \varrho f_o \right)^2 \frac{s C_{sfo} (g_o \varrho)^3}{f_o^3} +$$

$$- \frac{k C_{sfl}}{f_{II} (p - f_{II})^3} \left(\varrho f_o \frac{b_B}{g_B} \right)^3 + \frac{3 k C_{sfl}}{f_{II} (p - f_{II})^3} \left(\varrho f_o \frac{b_B}{g_B} \right)^2 \frac{C_{sfo} (g_o \varrho)^3 \frac{b_B}{g_B}}{f_o^3} +$$

$$+ \frac{3 k C_{sfl}}{f_{II} (p - f_{II})^3} (g_o \varrho)^2 \left(\frac{b_B}{g_B} \right)^2 \frac{C_{sfl}}{f_I^4 (g_B - s)^3} \left(g_B \frac{\Phi}{2} + s \varrho f_o \right)^3 +$$

$$- \frac{9 k C_{sfl}}{f_{II} (p - f_{II})^3} (g_o \varrho)^2 \left(\frac{b_B}{g_B} \right)^2 \frac{C_{sfl}}{f_I^4 (g_B - s)^3} \left(g_B \frac{\Phi}{2} + s \varrho f_o \right)^2 \frac{s C_{sfo} (g_o \varrho)^3}{f_o^3}$$

Ponieważ

$$\frac{b_B}{g_B} = M_I - \text{powiększenie soczewki dyfrakcyjnej}$$

$$\frac{k}{p} = M_{II} - \text{powiększenie soczewki pośredniej}$$

to ostatecznie:

$$\begin{aligned} OP_1 = & \varrho f_o M_I M_{II} - \frac{C_{sfo}}{f_o^3} (g_o \varrho)^3 M_I M_{II} - \frac{C_{sfl} b_B M_{II}}{f_I^4 (g_B - s)^3} \left(g_B \frac{\Phi}{2} + s \varrho f_o \right)^3 + \\ & + \frac{3C_{sfo} C_{sfl} M_{II}}{f_o^3 f_I^4 (g_B - s)^3} (g_o \varrho)^3 s \left(g_B \frac{\Phi}{2} + s \varrho f_o \right)^2 + \\ & - \frac{k C_{sfl}}{f_{II} (p - f_{II})^3} (\varrho f_o M_I)^3 + \frac{3C_{sfo} C_{sfl} M_I}{f_o^3 f_{II} (p - f_{II})^3} k (g_o \varrho)^3 (\varrho f_o M_I)^2 + \\ & + \frac{3C_{sfl} C_{sfl}}{f_I^4 f_{II} (p - f_{II})^3 (g_B - s)^3} k b_B (\varrho f_o M_I)^2 \left(g_B \frac{\Phi}{2} + s \varrho f_o \right)^3 + \\ & - \frac{9 C_{sfo} C_{sfl} C_{sfl} k b_B s}{f_o^3 f_I^4 (g_B - s)^3 f_{II} (p - f_{II})^3} (\varrho f_o M_I)^2 (g_o \varrho)^3 \left(g_B \frac{\Phi}{2} + s \varrho f_o \right)^2 \end{aligned}$$

/3.64/

Wykorzystując /3.64/ wyznaczono niedokładność określania odległości pierścieni Debye'a - Scherrera od centrum elektronogramu:

$$\begin{aligned} \frac{OP_1}{R_I} = 1 - & \frac{C_{sfo}}{f_o^4} g_o (g_o \zeta)^2 - \frac{C_{sfi} g_B}{f_o f_I^4 (g_B - s)^3} \left(g_B \frac{\Phi}{2} + s \zeta f_o \right)^3 - \\ & - \frac{C_{sfi} p (\zeta f_o M_I)^2}{f_{II} (p - f_{II})^3} + \frac{3 C_{sfo} C_{sfi} g_o (g_o \zeta)^2 s \left(g_B \frac{\Phi}{2} + s \zeta f_o \right)^2}{f_o^4 f_I^4 (g_B - s)^3 M_I} + \\ & + \frac{3 C_{sfo} C_{sfi} M_I^2 p g_o^3 \zeta^4}{f_o^2 f_{II} (p - f_{II})^3} + \frac{3 C_{sfi} C_{sfi} b_B p \left(g_B \frac{\Phi}{2} + s \zeta f_o \right)^2 g_o^3 \zeta^4 f_o}{f_I^4 f_{II} (p - f_{II})^3 (g_B - s)^3} - \\ & - \frac{9 C_{sfo} C_{sfi} C_{sfi} p b_B s \left(g_B \frac{\Phi}{2} + s \zeta f_o \right)^2 g_o^3 \zeta^4 f_o M_I}{f_o^3 f_I^4 (g_B - s)^3 f_{II} (p - f_{II})^3} \end{aligned} \quad /3.65/$$

W /3.65/ R_I jest promieniem pierścienia dyfrakcyjnego, wytworzonego przez bezaberracyjny układ soczewek mikroskopu elektronowego:

$$R_I = \zeta f_o \frac{b_B}{g_B} \frac{k}{p}$$

Człony iloczynowe w zależności /3.65/ mogą być zaniedbane.

Obliczenia wykazały, że są one co najmniej o cztery rzędy mniejsze od pozostałych. Po tych uproszczeniach, wzór /3.65/ przyjmuje ostatecznie postać:

$$\frac{OP}{R_{II}} = 1 - \frac{C_{sfo}}{f_o^4} g_o (g_o \varrho)^2 - \frac{C_{sfI} g_B}{f_o f_I^4 (g_B - s)^3} \left(g_B \frac{\Phi}{2} + s \varrho f_o \right)^3 -$$

$$- \frac{C_{sfII} p (\varrho f_o M_I)^2}{f_{II} (p - f_{II})^3} \quad /3.66/$$

Z /3.66/ wynika, że aberracja sferyczna soczewek powoduje przesunięcie promienia pierścienia dyfrakcyjnego ku osi układu elektronooptycznego. O wielkości tego przesunięcia decydują błędy wynikające z aberracji sferycznej kolejnych soczewek układu obrazowego. Przesunięcie jest tym większe, im suma błędów jest wyższa.

Oszacowanie błędu określonego równaniem /3.66/ wykonano dla następujących parametrów pracy mikroskopu EM-301:

$$\begin{aligned} C_{sfo} &= 3,4 \text{ mm}, \\ f_o &= 4,3 \text{ mm}, \\ g_o &= 4,5 \text{ mm}, \\ \varrho &= 0,037 /100 \text{ kV}, d = 1\text{\AA}/, \\ C_{sfI} &= 0,545 \cdot 10^2 \text{ mm}, \\ g_B &= 60,7 \text{ mm}, \\ f_I &= 21,5 \text{ mm}, \\ s &= 24 \text{ mm}, \\ \Phi &= 85 \text{ }\mu\text{m}, \\ C_{sfII} &= 1,159 \cdot 10^2 \text{ mm}, \\ f_{II} &= 15 \text{ mm}, \\ b_B &= 33,1 \text{ mm} \quad i \\ p &= 28,9 \text{ mm} \end{aligned}$$

Otrzymano wynik

$$\frac{OP}{R_I} = 1 - 0,0003,$$

który wskazuje na niedokładność z jaką dokonywane są pomiary pierścieni Debye'a - Scherrera.

W niniejszej pracy rozważono także wpływ wypadkowej aberracji sferycznej układu soczewek na obraz dyfrakcyjny. Celem tej analizy było znalezienie związku między dobrocią obrazu dyfrakcyjnego a parametrami kolumny mikroskopu elektronowego.

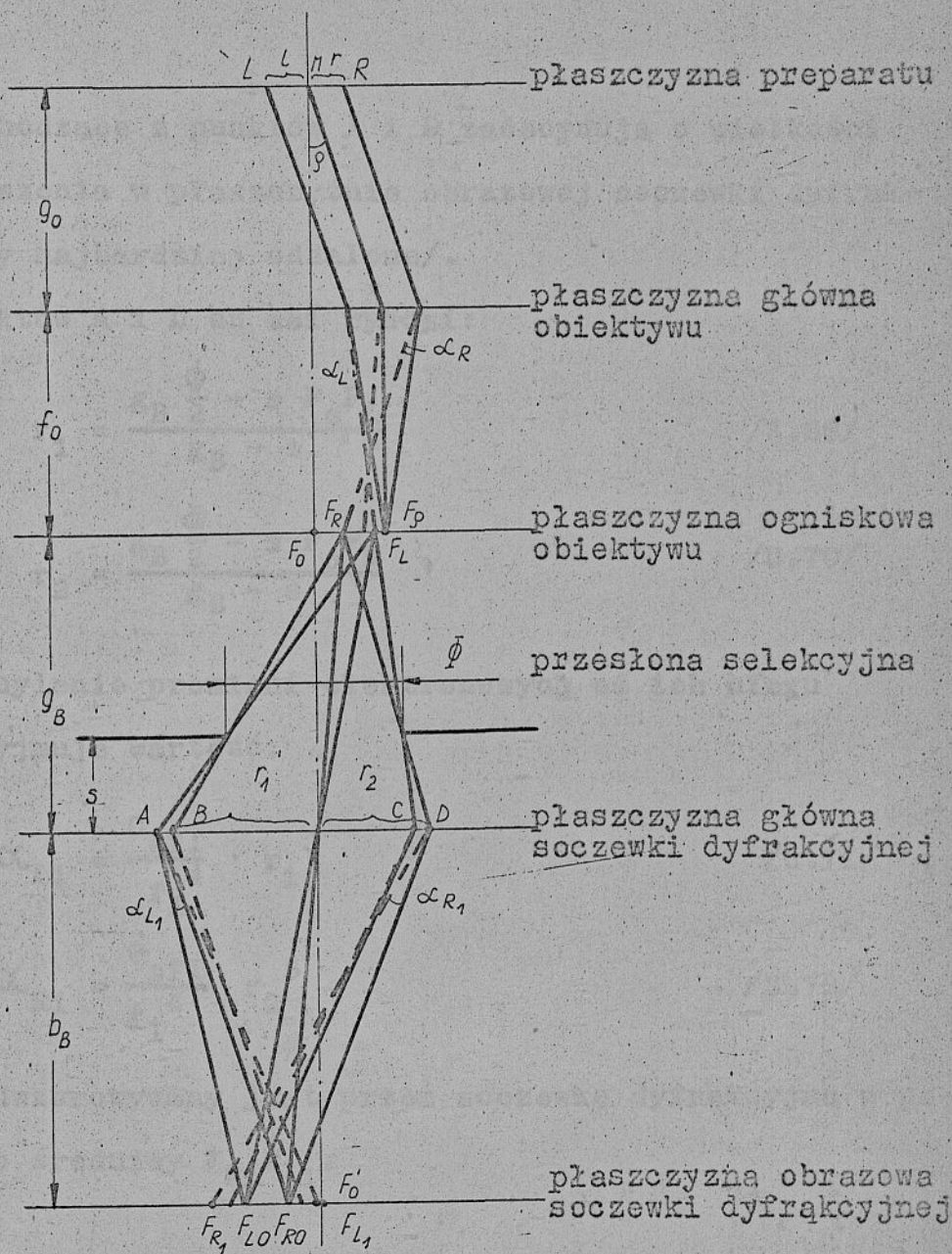
Bieg promieni elektronowych w układzie obiektyw - soczewka dyfrakcyjna pokazano na rys. 3.25

Promienie elektronowe wychodzące z punktów L, M i R preparatu przecinają płaszczyznę środkową obiektywu w odległościach $g_o q - 1$ $g_o q$ i $g_o q + r$ od osi układu elektronooptycznego.

W płaszczyźnie ogniskowej obiektywu zamiast punktu F_o tworzy się krążek rozproszenia o średnicy $F_R F_L$. Krążek ten, będący wynikiem wpływu aberracji sferycznej obiektywu na bieg promieni elektronowych jest odwzorowywany przez soczewkę dyfrakcyjną. Soczewka dyfrakcyjna również obarczona jest tym błędem. W związku z tym, w płaszczyźnie obrazowej tej soczewki powstanie krążek rozproszenia $F_{R1} F_{L1}$ zamiast krążka o średnicy $F_{Ro} F_{Lo}$.

W płaszczyźnie ogniskowej obiektywu punkty F_R i F_L odległe są od osi układu elektronooptycznego o wielkości:

$$F_o F_R = q f_o - \frac{C_{sfo}}{f_o^3} (g_o q + r)^3 \quad /3.67/$$



Rys. 3.25. Bieg promieni elektronowych w układzie obiektyw - soczewka dyfrakcyjna.

$$F_0 F_R = \zeta f_0 - \frac{C_{sfo}}{f_0^3} (g_0 \zeta - 1)^3 \quad /3.68/$$

Promienie elektronowe wychodzące z tych punktów przecinają płaszczyznę główną soczewki dyfrakcyjnej w czterech punktach: A, B, C i D.

Promienie wychodzące z punktów A i D zadecydują o wielkości krążka rozproszenia w płaszczyźnie obrazowej soczewki dyfrakcyjnej /punkty najbardziej oddalone/.

Odległość punktów A i D od osi wynosi:

$$r_1 = \frac{g_B \frac{\Phi}{2} + s F_o F_L}{g_B - s} \quad /3.69/$$

$$r_2 = \frac{g_B \frac{\Phi}{2} - s F_o F_R}{g_B - s} , \quad /3.70/$$

natomiast odchylenie promieni elektronowych od ich biegu idealnego przyjmuje wartość:

$$\alpha_{L1} = \frac{C_{sfI}}{f_I^4} \cdot r_1^3 \quad /3.71/$$

$$\alpha_{R1} = \frac{C_{sfI}}{f_I^4} \cdot r_2^3 \quad /3.72/$$

Krążek $F_R F_L$ odwzorowywany jest przez soczewkę dyfrakcyjną w postaci krążka o średnicy $F_{R1} F_{L1}$:

$$(\Delta R)_{\text{wyp}} = F_{R1} F_{L1} = F_{R1} F_{Ro} + F_{L1} F_{Lo} - F_{Ro} F_{Lo} \quad /3.73/$$

gdzie $F_{R1} F_{Ro} + F_{L1} F_{Lo} = b_B (\alpha_{L1} + \alpha_{R1})$

$$F_{Ro} F_{Lo} = F_R F_L \frac{b_B}{g_B} = \frac{3C_{sf0}}{f_o^3} (g_o \Phi)^2 (r+1) \frac{b_B}{g_B}$$

Na podstawie /3.69 + 3.72/ krążek rozproszenia, wynikający z aberracji sferycznej obiektywu i soczewki dyfrakcyjnej przyjmuje ostatecznie postać:

$$\begin{aligned}
 (\Delta R)_{\text{wyp}} \approx & \frac{b_B C_{sfl}}{f_I^4 (g_B - s)^3} \left\{ 2 \left(g_B \frac{\Phi}{2} \right)^3 + 6 \left(g_B \frac{\Phi}{2} \right) s^2 \left[\varrho f_o - \frac{C_{sfo}}{f_o^3} (g_o \varrho)^3 \right]^2 + \right. \\
 & + 9 (r+1) \frac{C_{sfo}}{f_o^4} (g_o \varrho)^2 s \left[s^2 \left(\varrho f_o - \frac{C_{sfo}}{f_o^3} (g_o \varrho)^3 \right)^2 + \left(g_B \frac{\Phi}{2} \right)^2 \right] \Big\} + \\
 & - 3 \frac{C_{sfo}}{f_o^3} (g_o \varrho)^2 (r+1) \frac{b_B}{g_B}
 \end{aligned}
 \quad /3.74/$$

Dobroć obrazu dyfrakcyjnego przedstawiono w postaci zależności:

$$\begin{aligned}
 D = \left(\frac{\Delta R}{R_x} \right)_{\text{wyp}} \approx & \frac{2 g_B C_{sfl}}{f_o f_I^4 (g_B - s)^3} \left(g_B \frac{\Phi}{2} \right)^3 + \frac{C_{sfl} g_B}{f_o f_I^4 (g_B - s)^3} \times \\
 & \times \left\{ 6 \left(g_B \frac{\Phi}{2} \right) s^2 \left[\varrho f_o - \frac{C_{sfo}}{f_o^3} (g_o \varrho)^3 \right]^2 + \right. \\
 & + 9 (r+1) \frac{C_{sfo}}{f_o^3} (g_o \varrho)^2 s \left[s^2 \left(\varrho f_o - \frac{C_{sfo}}{f_o^3} (g_o \varrho)^3 \right)^2 + \left(g_B \frac{\Phi}{2} \right)^2 \right] \Big\} + \\
 & - 3 \frac{C_{sfo}}{f_o^4} g_o^2 \varrho (r+1)
 \end{aligned}
 \quad /3.75/$$

Po prawej stronie równania /3.75/ wyodrębnić można trzy czynniki a mianowicie

$$a/ \quad \frac{2 g_B C_{sfl}}{f_o f_I^4 (g_B - s)^3} \left(g_B \frac{\Phi}{2} \right)^3$$

odpowiedzialny za wpływ aberracji sferycznej soczewki dyfrakcyjnej, w którym widoczna jest silna zależność od średnicy przesłony selekcyjnej Φ oraz od odległości tej przesłony od płaszczyzny głównej soczewki dyfrakcyjnej s ,

$$b/ \quad 3 \frac{C_{sfo}}{f_o^4} g_o^2 \varrho (r+1)$$

charakteryzujący wpływ aberracji sferycznej obiektywu,

$$c/ \quad \frac{C_{sfl} g_B}{f_o f_I^4 (g_B - s)^3} \quad 6 \left\{ \left(g_B \frac{\Phi}{2} \right) s^2 \left[\varrho f_o - \frac{C_{sfo}}{f_o^3} (g_o \varrho)^3 \right]^2 + \right. \\ \left. + 9 (r+1) \frac{C_{sfo}}{f_o^3} (g_o \varrho)^2 s \left[s^2 \left(\varrho f_o - \frac{C_{sfo}}{f_o^3} (g_o \varrho)^3 \right)^2 + \left(g_B \frac{\Phi}{2} \right)^2 \right] \right\}$$

będący członem iloczynowym.

Z /3.75/ wynika ponadto, że aberracja sferyczna soczewki dyfrakcyjnej ma większy wpływ na obraz mikrodyfrakcyjny niż aberracja sferyczna obiektywu. Zatem o dobroci obrazu dyfrakcyjnego decydują przede wszystkim aberracje soczewki dyfrakcyjnej.

Dobroć jest maksymalna w przypadku porównywalnego wpływu aberracji sferycznej obu soczewek. Dobroć obrazu określaną równaniem /3.75/ oszacowano posługując się danymi:

$$d = 2,35 \text{ \AA},$$

$$\Phi = 20, 30, 100 \text{ \mu m},$$

$$f_o = 4,3 \text{ mm},$$

$$g_o = 4,5 \text{ mm},$$

$$U = 40, 60, 80, 100 \text{ [kV]}$$

$$g_B = 60,7 \text{ mm},$$

$$C_{sfo} = 3,4 \text{ mm},$$

$$M_o = 26,$$

$$f_I = 13 \text{ mm i}$$

$$C_{sfl} = 12,05 \text{ mm},$$

Wyniki tych obliczeń zebrano w tabeli 3.X. Na ich podstawie wykonano wykresy, które przedstawiono na rysunkach 3.26 i 3.27.

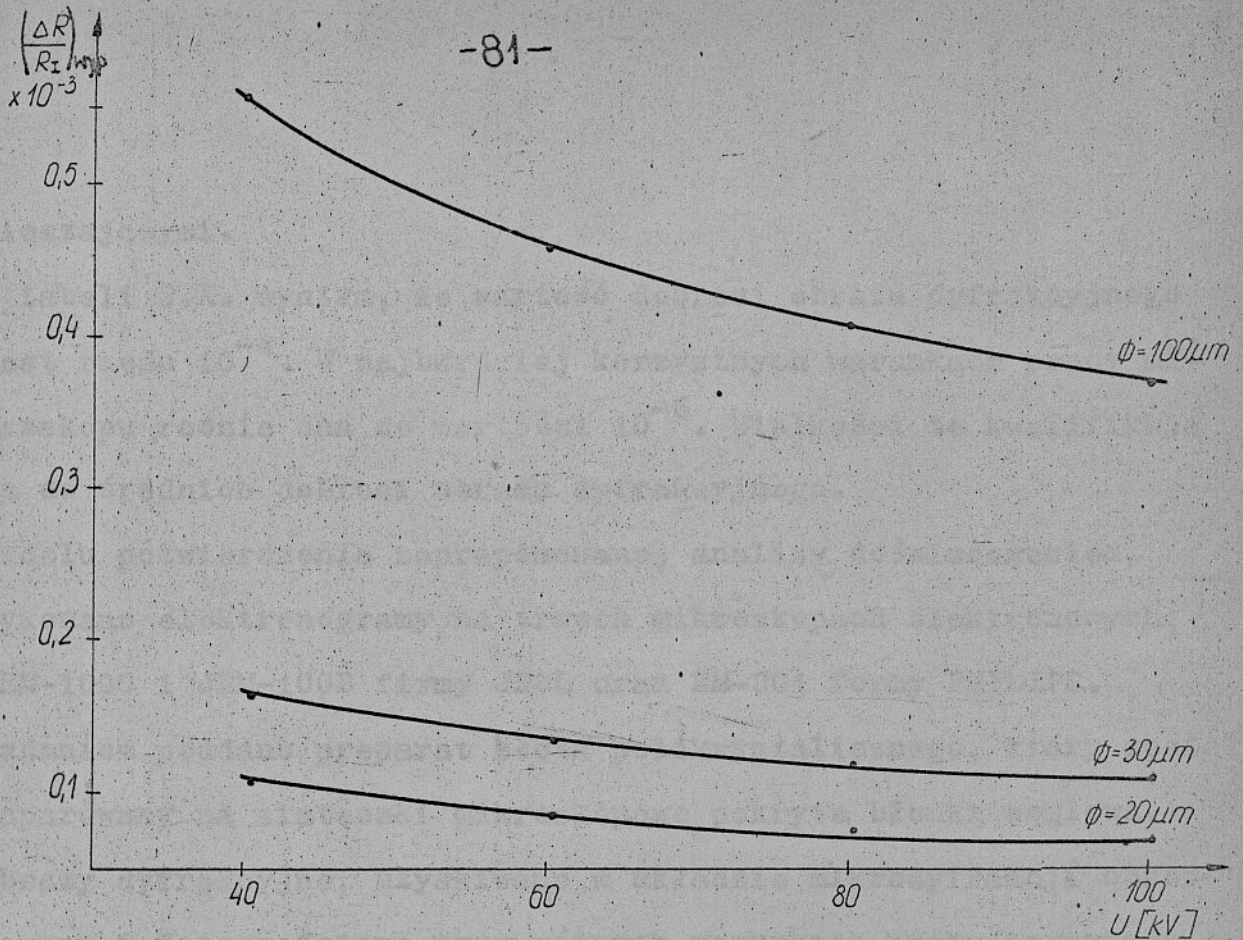
Tab. 3.X. Dobroć obrazu dyfrakcyjnego wytworzonego przez układ obiektyw - soczewka dyfrakcyjna /EM-301/

Φ [um]	U [kV]	$\left(\frac{\Delta R}{R_{\text{złp}}}\right) \times 10^{-3}$
20	40	0,1088
	60	0,0876
	80	0,077
	100	0,0678
30	40	0,1671
	60	0,1376
	80	0,1212
	100	0,1095
100	40	0,5597
	60	0,4618
	80	0,4101
	100	0,372

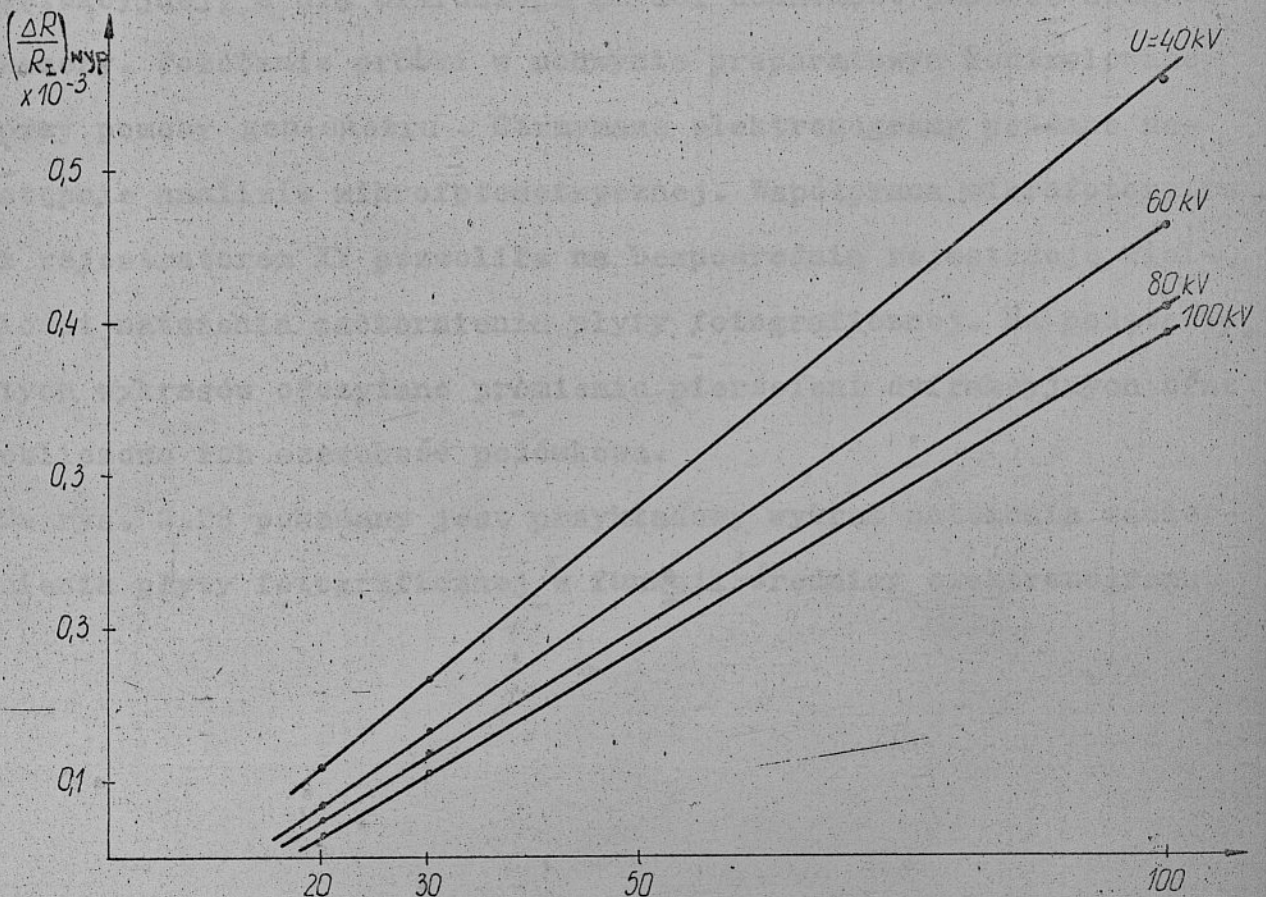
Rysunek 3.26 wskazuje, że dobroć obrazu dyfrakcyjnego rośnie wraz ze wzrostem napięcia przyspieszającego. Dobroć obrazu dyfrakcyjnego rośnie również przy zmniejszaniu średnicy przesłony selekcyjnej /rys. 3.27/.

Reasumując:

ze względu na wpływ aberracji sferycznej soczewek na obraz dyfrakcyjny, korzystna będzie zatem praca mikroskopu z małymi średnicami przesłony selekcyjnej i wysokimi napięciami przys-



Rys. 3.26. Dobroć obrazu dyfrakcyjnego przy uwzględnieniu wypadkowego wpływu aberracji sferycznej obiektywu i soczewki dyfrakcyjnej od napięcia przyspieszającego dla różnych wartości średnicy przesłony selekcyjnej /wg wzoru /3.75/



Rys. 3.27. Dobroć obrazu dyfrakcyjnego przy uwzględnieniu wypadkowego wpływu aberracji sferycznej obiektywu i soczewki dyfrakcyjnej od średnicy przesłony selekcyjnej dla różnych wartości napięcia przyspieszającego /wg wzoru 3.75/

pieszającymi.

Z tabeli 3.X. wynika, że wartość dobroci obrazu dyfrakcyjnego jest rzędu 10^{-4} . W najbardziej korzystnych warunkach pracy mikroskopu rośnie ona do wartości 10^{-5} . Wielkości te kwalifikują ją do średnich dobroci obrazu dyfrakcyjnego.

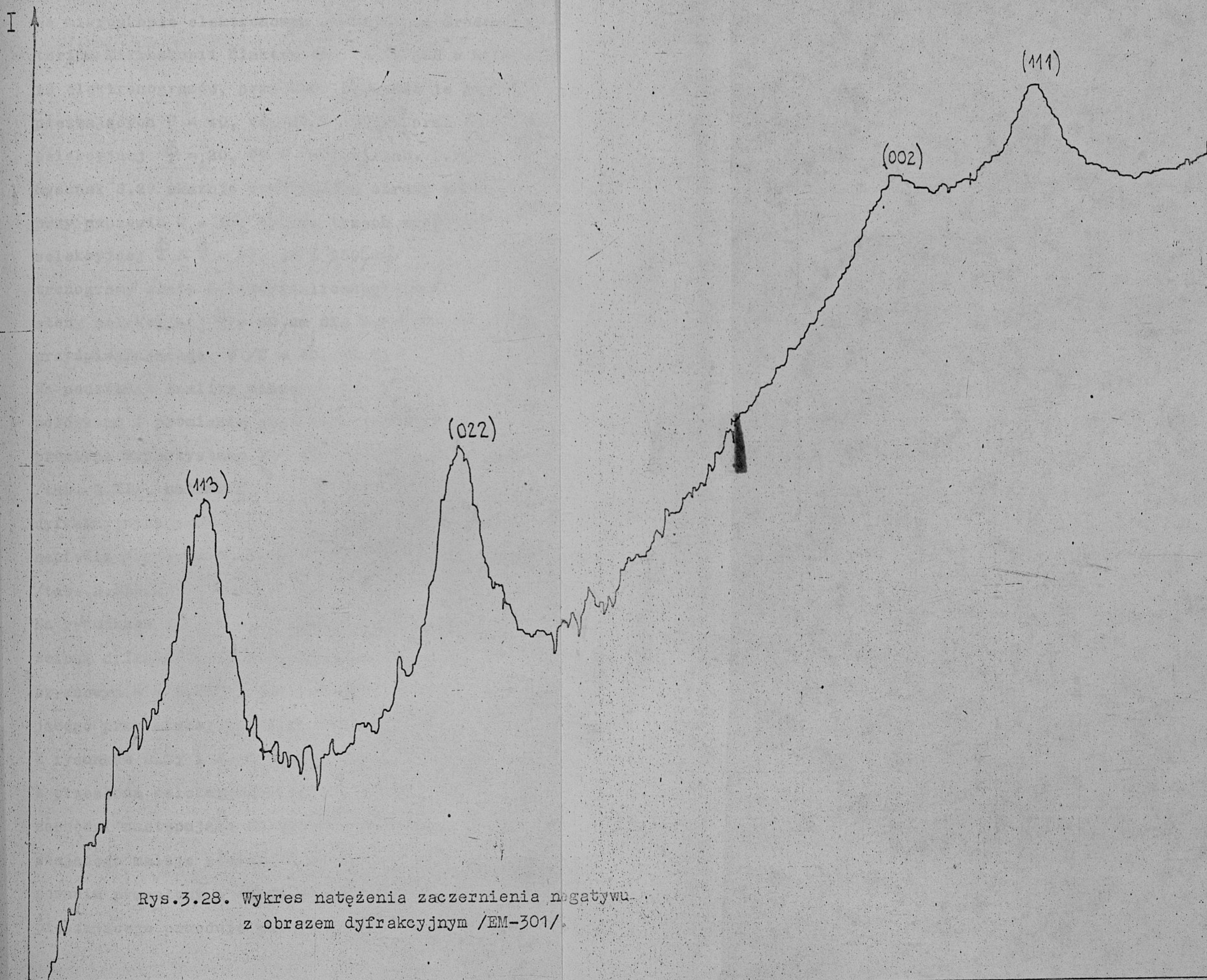
W celu potwierdzenia zaproponowanej analizy doświadczeniem, wykonano elektronogramy na trzech mikroskopach elektronowych; JEM-100C i JEM-100B firmy JEOL oraz EM-301 formy PHILIPS.

Badaniom poddano preparat złota polikrystalicznego, który został naparowany na siateczki mikroskopowe pokryte błonką węglową.

Obrazy dyfrakcyjne, uzyskiwane w układzie mikrodifrakcji obserwowano i fotografowano przy różnych warunkach pracy przyrządu.

Parametrami były: napięcie przyspieszające, średnica przesłony selekcyjnej, a dla mikroskopu EM-301 dodatkowo jeszcze długość kamery. Położenie próbki w uchwycie preparatowym kontrolowano przy pomocy goniometru. Otrzymane elektronogramy poddano następnie analizie mikrofotometrycznej. Współpraca mikrofotometru z rejestratorem XY pozwoliła na bezpośrednią rejestrację wielkości natężenia zaczernienia płyty fotograficznej. Na podstawie tych wykresów odczytano promienie pierścieni dyfrakcyjnych oraz obliczono ich szerokość połówkową.

Na rys. 3.28 pokazany jest przykładowy wykres natężenia zaczernienia płyty fotograficznej w funkcji średnicy elektronogramu.



Rys.3.28. Wykres natężenia zaczerpnienia negatywu
z obrazem dyfrakcyjnym /EM-301/

Na mikroskopie elektronowym JEM-100C ze Środowiskowego Laboratorium Mikroskopii Elektronowej przy AGH w Krakowie wykonano 12 elektronogramów, przy czym uzyskano je przy napięciach przyspieszających $U = 40, 60, 80$ i 100 [kV] oraz średnicach przesłony selekcyjnej $\Phi = 20, 80$ i 250 [um]/tab. 3.XI/.

Rysunek 3.29 ukazuje przykładowe obrazy dyfrakcyjne otrzymane przy napięciu $U = 100$ kV dla trzech wielkości średnicy przesłony selekcyjnej $\Phi / \Phi = 20, 80$ i 250 [um] natomiast rys. 3.30 - elektronogramy złota polikrystalicznego uzyskane przy średnicy przesłony selekcyjnej $\Phi = 80$ um dla czterech wartości napięcia przyspieszającego $U / U = 40, 60, 80$ i 100 [kV]/.

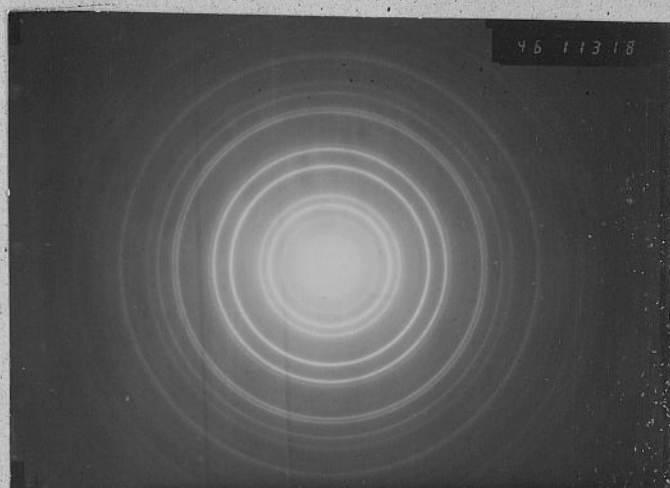
Na podstawie analizy mikrofotometrycznej wyznaczono szerokość połówkową i promienie pierścieni dyfrakcyjnych. Znajomość wartości promieni wykorzystano do wyznaczenia stałych dyfrakcyjnych λL /tab. 3.XI/, natomiast pomiary szerokości połówkowych pierścieni dyfrakcyjnych pozwoliły prześledzić zależność tych szerokości od napięcia przyspieszającego i średnicy przesłony selekcyjnej /tab. 3.XII/.

Na rysunkach 3.31 + 3.34 wykreślono zależności szerokości pierścieni dyfrakcyjnych, odpowiadających odległościom międzypłaszczyznowym $d = 2,35; 1,439$ i $0,935$ Å od napięcia przyspieszającego przy stałej wartości średnicy przesłony selekcyjnej.

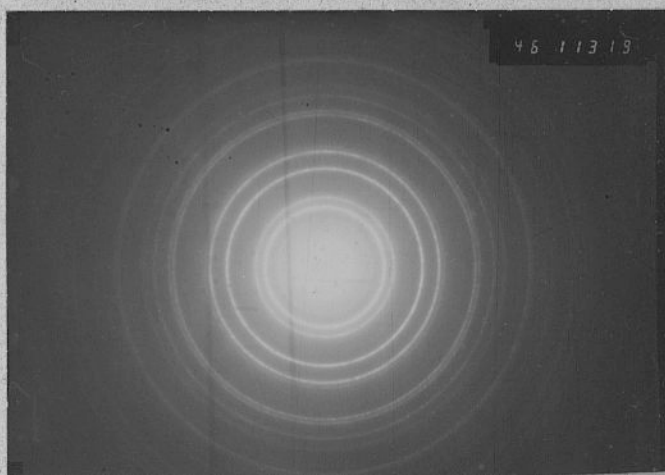
Z rysunków 3.31 i 3.32 wynika, że podczas pracy mikroskopu z przesłoną selekcyjną o średnicy $\Phi = 20$ um lub $\Phi = 80$ um, zachodzi następująca zależność: ze wzrostem napięcia przyspieszającego maleje szerokość pierścieni dyfrakcyjnych. Przy zastosowaniu przesłony o średnicy $\Phi = 250$ um - wzrost napięcia przyspieszającego powoduje wzrost szerokości pierścieni /rys. 3.33/.

Tab. 3.XI. Wykaz negatywów wykonanych na mikroskopie elektronowym JEM-100C firmy JEOL.

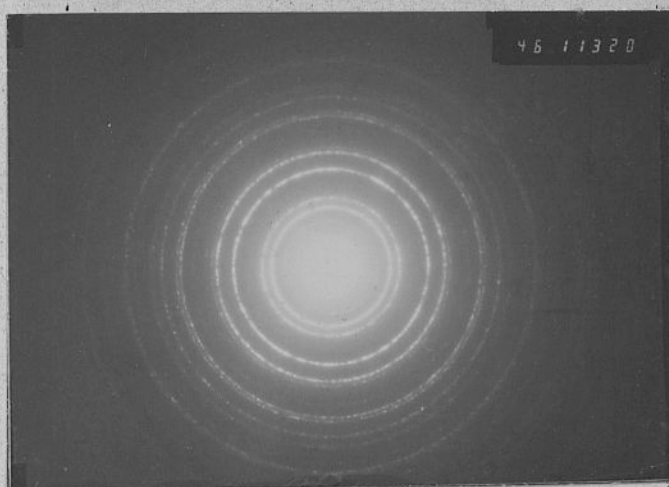
Lp.	Nr negatywu	Napięcie przyspieszające $U [kV]$	Średnica przesłony selekcyjnej $\Phi [\mu m]$	Stała dyfrakcyjna $\lambda L [mm \cdot \text{\AA}]$
1.	46 11318	100	250	18,62
2.	46 11319	100	80	18,62
3.	46 11320	100	20	18,62
4.	46 11323	80	250	21,20
5.	46 11324	80	80	21,20
6.	46 11325	80	20	21,20
7.	46 11326	60	250	24,78
8.	46 11327	60	80	24,78
9.	46 11328	60	20	24,78
10.	46 11329	40	250	30,42
11.	46 11330	40	80	30,42
12.	46 11331	40	20	30,42



$\Phi = 250 \mu m$

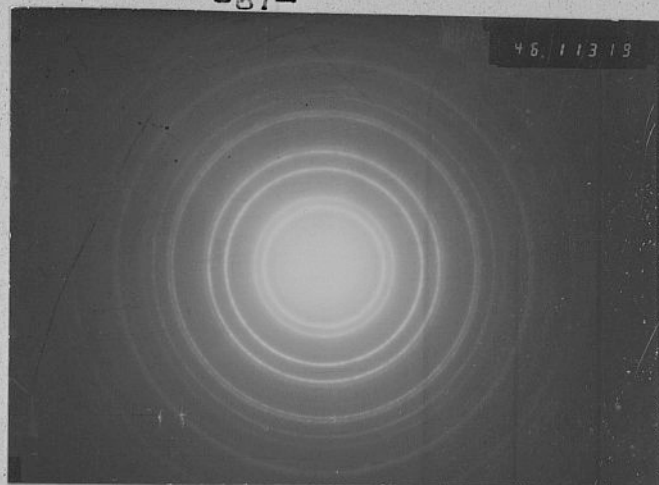


$\Phi = 80 \mu m$

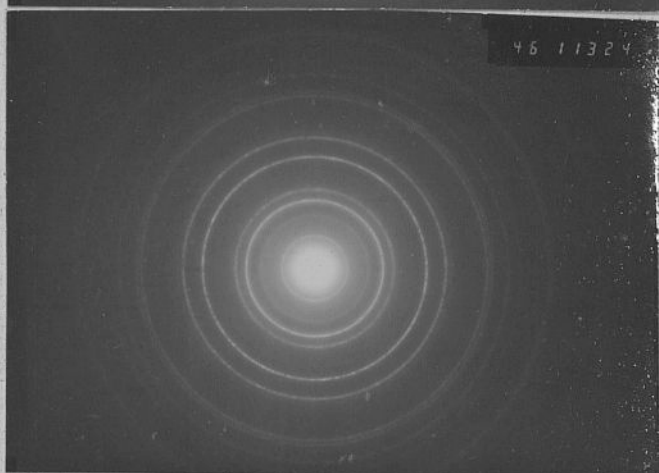


$\Phi = 20 \mu m$

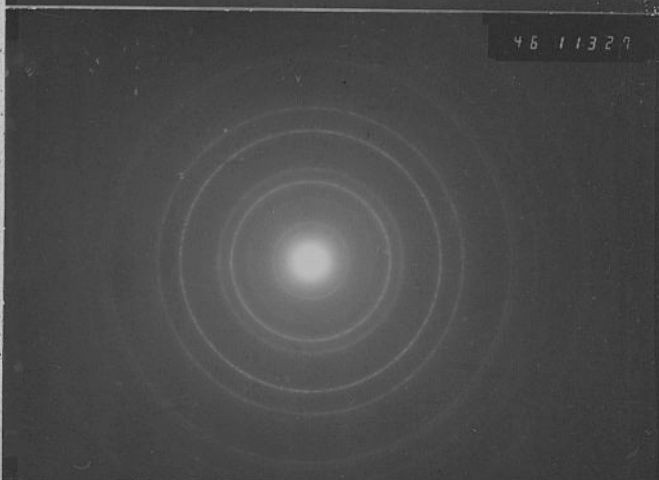
Rys. 3.29. Obrazy dyfrakcyjne preparatu złota otrzymane na mikroskopie elektronowym JEM-100C dla różnych wartości średnicy przesłony selekcyjnej przy $U = 100 \text{ kV}$



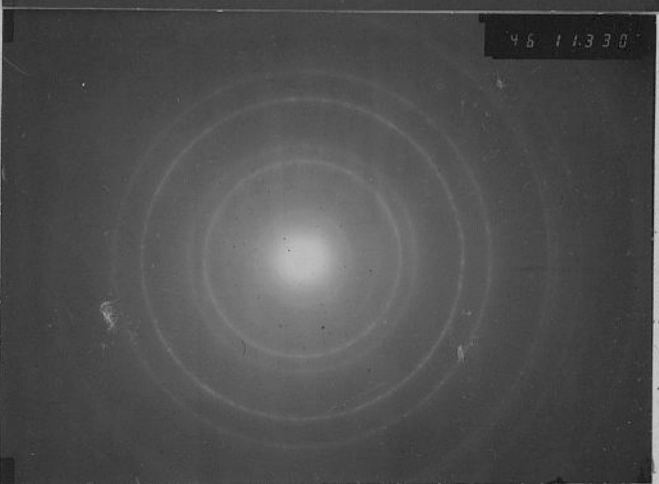
$U = 100 \text{ kV}$



$U = 80 \text{ kV}$



$U = 60 \text{ kV}$



$U = 40 \text{ kV}$

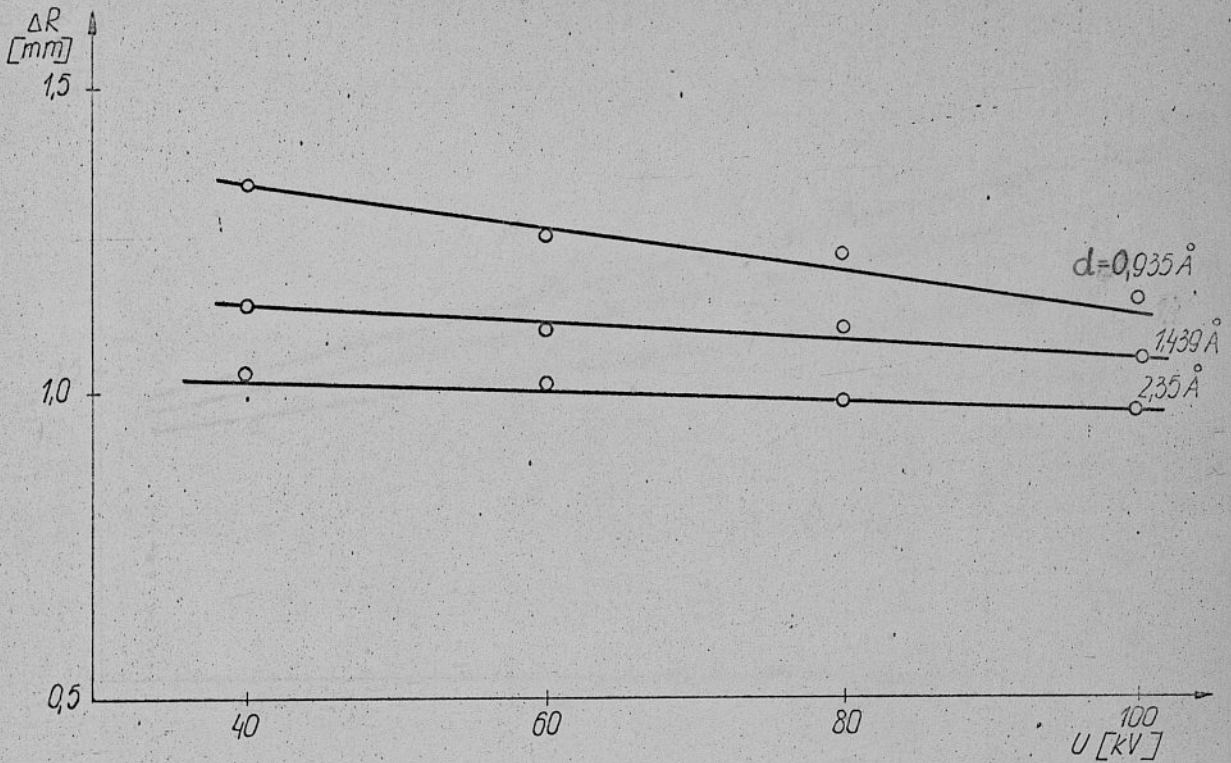
Rys. 3.30. Obrazy dyfrakcyjne preparatu złota otrzymane na mikroskopie elektronowym JEM-100C dla różnych napięć przyspieszających przy $\Phi = 80 \mu\text{m}$.

Tab. 3.XII. Wyniki pomiarów szerokości pierścieni
dyfrakcyjnych /JEM-100C/.

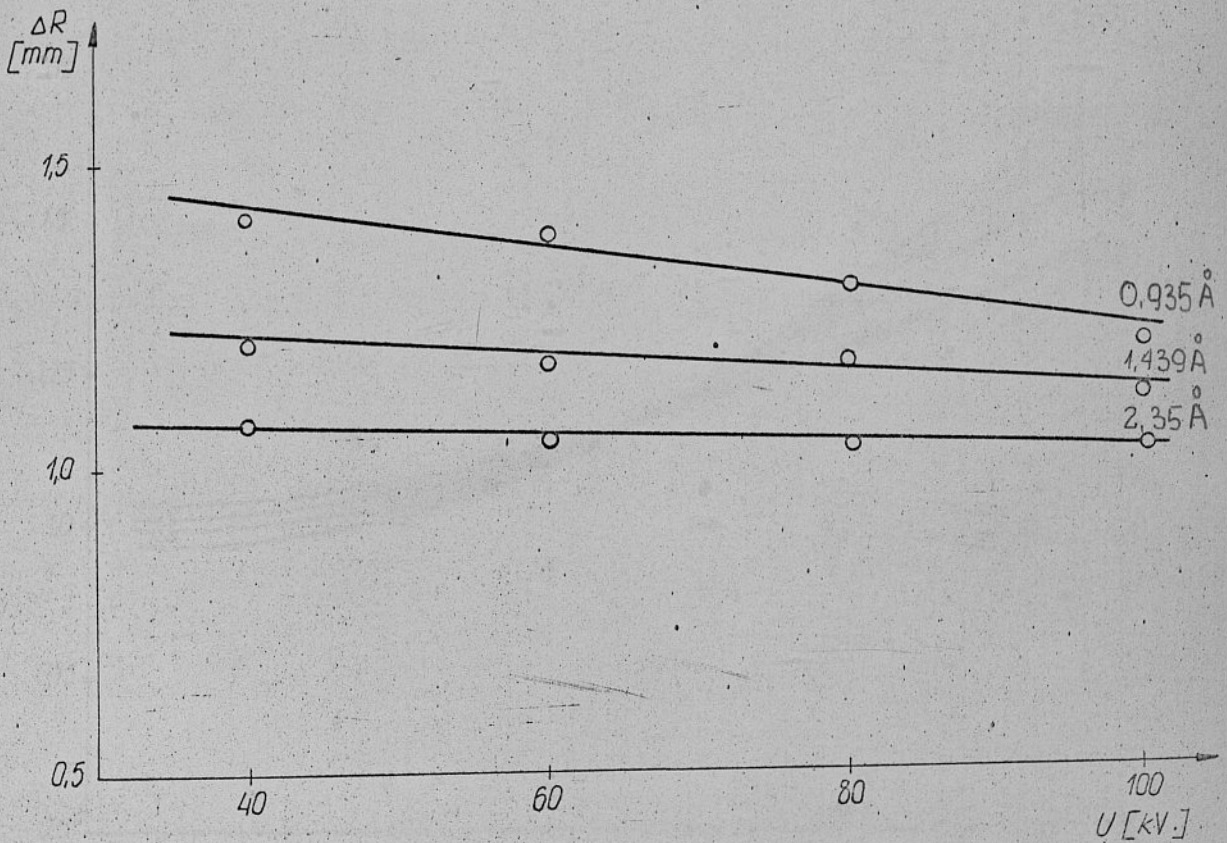
Lp.	Nr nega- tywu	Napięcie przyspie- szające [kV]	Srednica przesłony selekcyj- nej Φ [μ m]	Odległość miedzypla- szczyznowa d [$\text{\AA}$]	Szerokość pierścieni dyfrakcyjnych ΔR [mm]
1	46 11318	100	250	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,61 1,69 1,80 1,82 1,84 1,85
2	46 11319	100	80	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,03 1,08 1,12 1,15 1,18 1,20
3	46 11320	100	20	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	0,96 1,00 1,06 1,10 1,12 1,16
4	46 11323	80	250	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,58 1,60 1,66 1,69 1,72 1,76
5	46 11324	80	80	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,04 1,08 1,16 1,2 1,25 1,29
6	46 11325	80	20	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	0,99 1,02 1,10 1,16 1,20 1,23

c.d. tab. 3.XII.

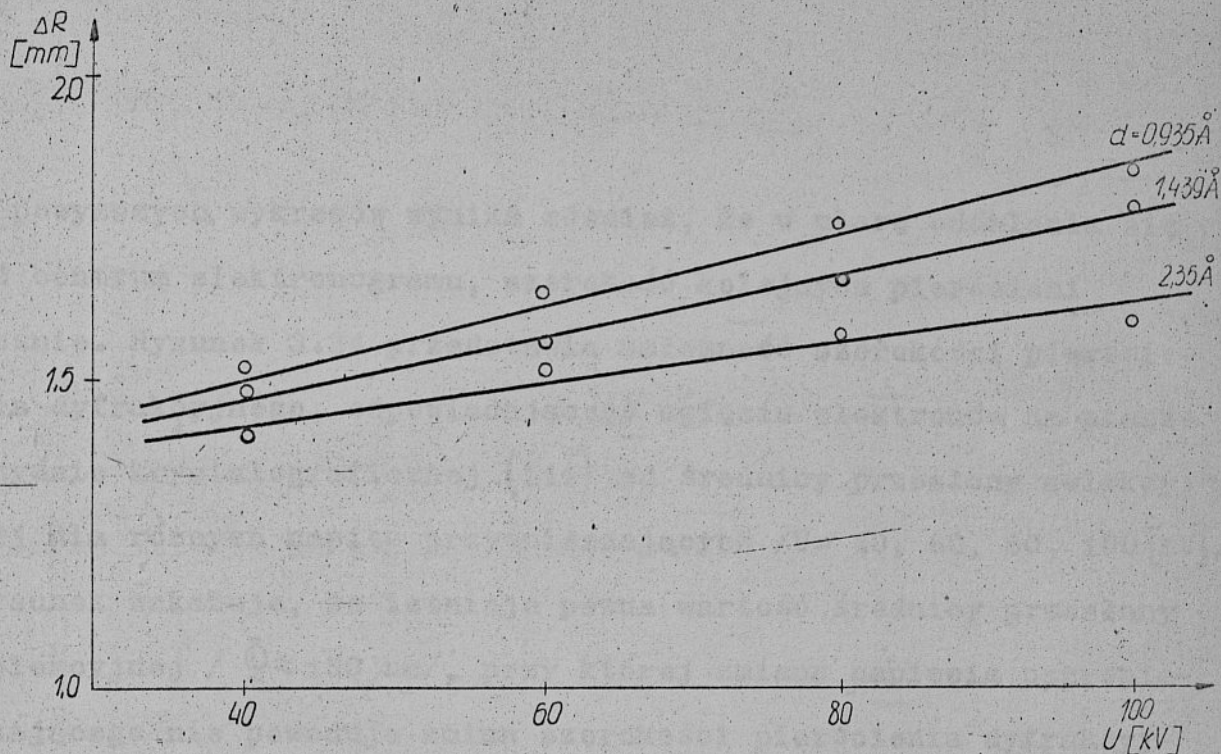
Lp.	Nr negatywu	Napięcie przyspieszające [kV]	Średnica przesłony selekcyjnej Φ [μ m]	Odległość międzypłaskożyznowa a [$\text{\AA}$]	Szerokość pierścieni dyfrakcyjnych ΔR [mm]
7	46 11326	60	250	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,52 1,53 1,56 1,60 1,62 1,64
8	46 11327	60	80	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,05 1,09 1,18 1,20 1,25 1,38
9	46 11328	80	20	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,01 1,04 1,11 1,15 1,20 1,25
10	46 11329	40	250	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,42 1,43 1,47 1,49 1,50 1,52
11	46 11330	40	80	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,06 1,10 1,20 1,28 1,32 1,42
12	46 11331	40	20	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,03 1,07 1,14 1,20 1,25 1,34



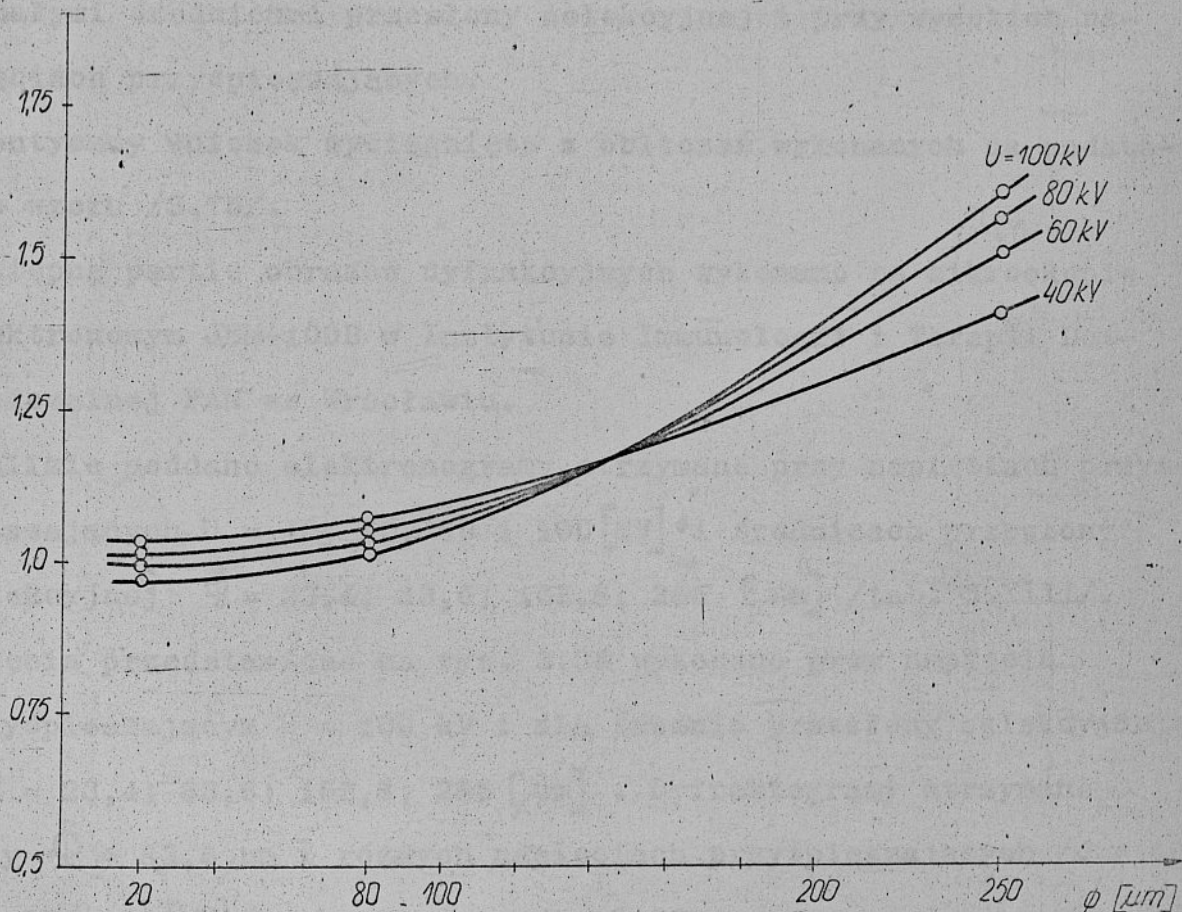
Rys. 3.31. Zależność szerokości pierścieni dyfrakcyjnych od napięcia przyspieszającego dla różnych płaszczyzn krystalograficznych przy $\Phi = 20 \mu\text{m}$ /krzywe doświadczalne - JEM-100C/.



Rys. 3.32. Zależność szerokości pierścieni dyfrakcyjnych od napięcia przyspieszającego dla różnych płaszczyzn krystalograficznych przy $\Phi = 80 \mu\text{m}$ /krzywe doświadczalne - JEM-100C/.



Rys. 3.33. Zależność szerokości pierścieni dyfrakcyjnych od napięcia przyspieszającego dla różnych płaszczyzn krystalograficznych przy $\Phi = 250 \text{ \mu m}$ /krzywe doświadczalne - JEM-100C/.



Rys. 3.34. Zależność szerokości pierścieni dyfrakcyjnych / $d = 2.35 \text{ \AA}$ / od średnicy przesłony selekcyjnej dla różnych napięć przyspieszających /krzywe doświadczalne - JEM-100C/.

Z powyższych wykresów wynika również, że w miarę oddalania się od centrum elektronogramu, szerokość kolejnych pierścieni rośnie. Rysunek 3.34 przedstawia zależność szerokości pierścienia dyfrakcyjnego, odpowiadającego ugięciu elektronów na płaszczyźnie krystalograficznej (111) od średnicy przesłony selekcyjnej dla różnych napięć przyspieszających $U = 40, 60, 80, 100 \text{ [kV]}$. Rysunek wskazuje, że istnieje pewna wartość średnicy przesłony selekcyjnej $\Phi \approx 150 \text{ ,um/}$, przy której zmiana napięcia przyspieszającego nie powoduje zmian szerokości pierścienia dyfrakcyjnego. Z wykresu wynika także, że ze względu na dobroć obrazu mikrodyfrakcyjnego korzystna jest praca mikroskopu elektronowego z małymi średnicami przesłony selekcyjnej i przy wysokich napięciach przyspieszających.

Identyczny wniosek wyciągnięto z obliczeń wykonanych na podstawie wzoru /3.75/.

Następną partię obrazów dyfrakcyjnych wykonano na mikroskopie elektronowym JEM-100B w Instytucie Immunologii i Terapii Doświadczalnej PAN we Wrocławiu.

Analizie poddano elektronogramy otrzymane przy napięciach przyspieszających $U = 40, 60, 80 \text{ i } 100 \text{ [kV]}$ i średnicach przesłony selekcyjnej $\Phi = 23,4; 83,6; 162,8; 285 \text{ [um]}$ /tab. 3.XIII/.

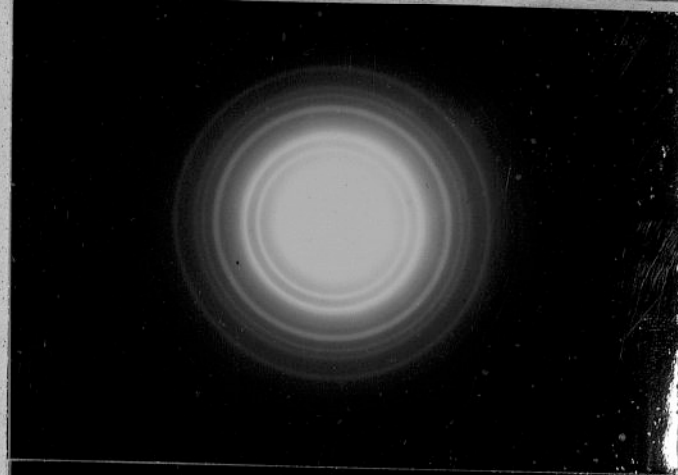
Zdjęcia przedstawione na rys. 3.35 wykonano przy napięciu przyspieszającym $U = 100 \text{ kV}$ i dla średnic przesłony selekcyjnej:

$\Phi = 23,4; 83,6; 162,8; 285 \text{ [um]}$. Dyfraktogramy otrzymane przy $\Phi = 83,6 \text{ ,um}$ i różnych napięciach przyspieszających $U = 40, 60, 80, 100 \text{ [kV]}$ pokazano na rys. 3.36.

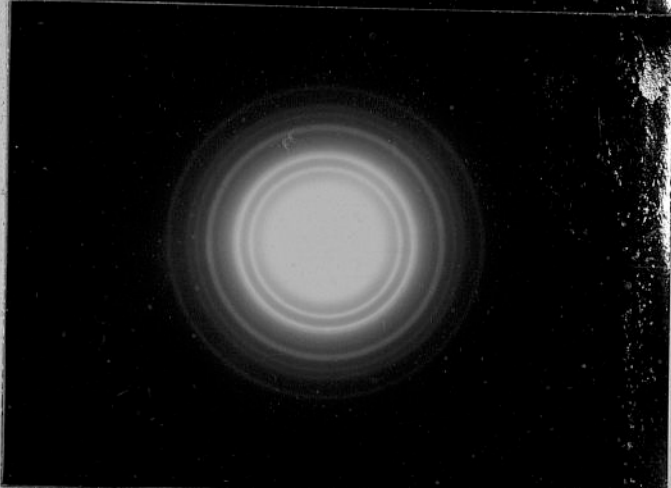
Podobnie jak w przypadku mikroskopu JEM-100C promienie i szerokość

Tab. 3. XIII. Wykaz negatywów wykonanych na mikroskopie elektronowym JEM-100B firmy JEOL.

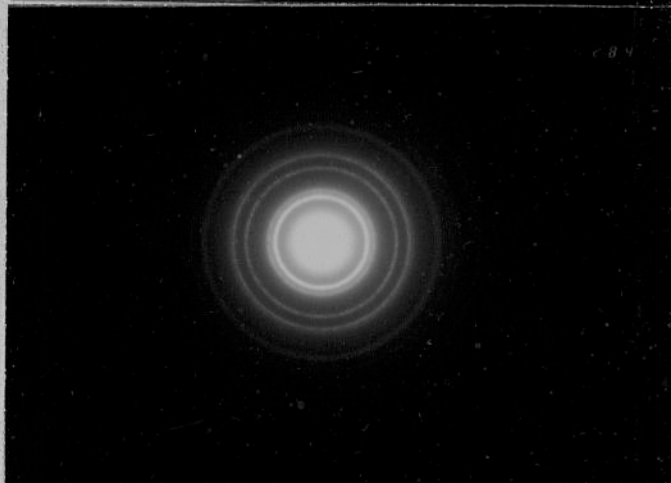
lp.	Nr negatywu	Napięcie przyspieszające [kV]	Średnica przesłony selekcyjnej Φ [μm]	Stała dyfrakcyjna λL [$\text{mm} \cdot \text{\AA}$]
1.	5280	80	285	14,26
2.	5281	80	163	14,26
3.	5250	80	83,6	14,26
4.	5251	80	23,4	14,26
5.	5277	60	285	16,95
6.	5278	60	163	16,95
7.	5279	60	83,6	16,95
8.	5243	60	23,4	16,95
9.	5274	40	285	19,71
10.	5275	40	163	19,71
11.	5289	40	83,6	19,71
12.	5239	40	23,4	19,71
13.	5282	100	285	14,21
14.	5283	100	163	14,21
15.	5284	100	83,6	14,21
16.	5285	100	23,4	14,21



$\Phi = 285 \mu m$



$\Phi = 162,8 \mu m$

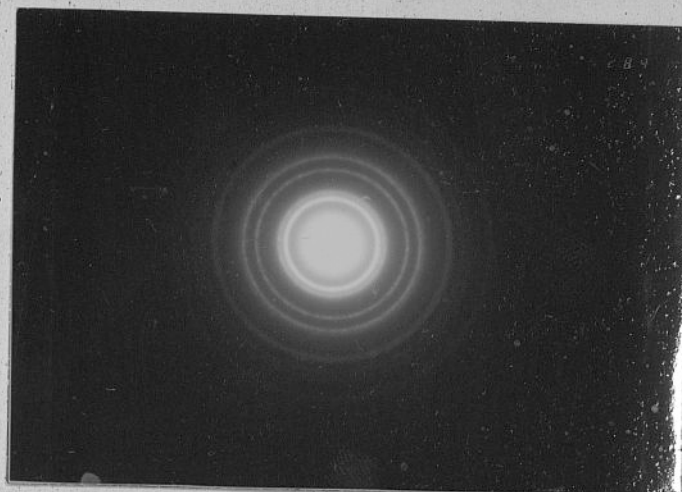


$\Phi = 83,6 \mu m$

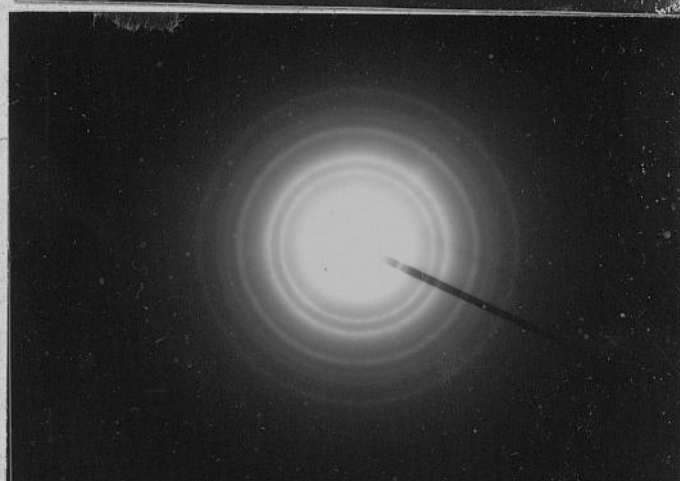


$\Phi = 23,4 \mu m$

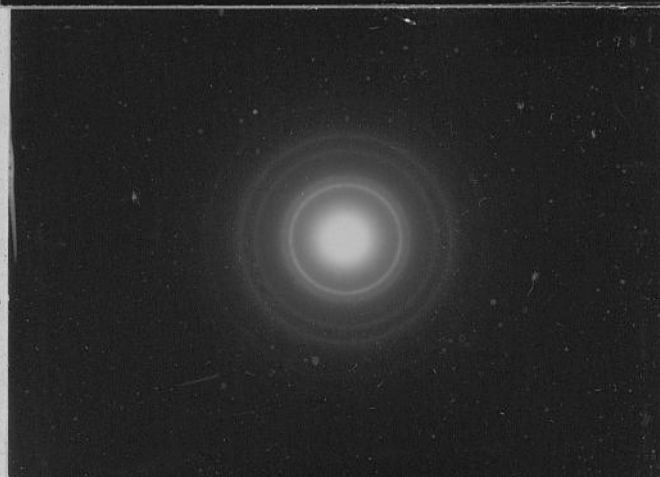
Rys. 3.35. Obrazy dyfrakcyjne preparatu złota otrzymane na mikroskopie elektronowym JEM-100B dla różnych wartości średnicy przesłony selekcyjnej przy $U = 100$ kV.



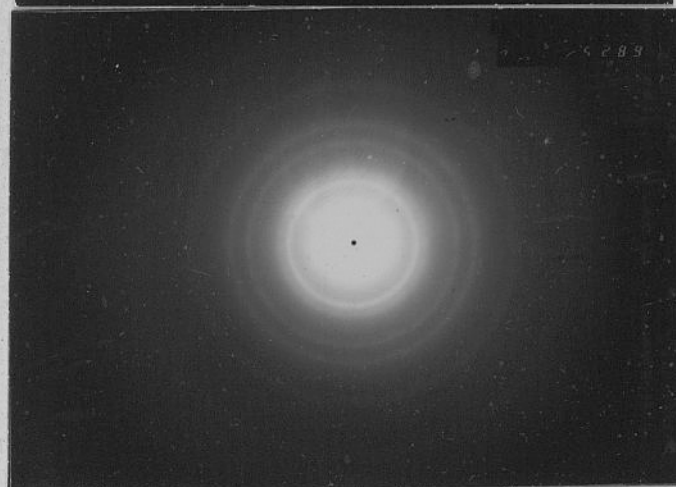
$U = 100 \text{ kV}$



$U = 80 \text{ kV}$



$U = 60 \text{ kV}$



$U = 40 \text{ kV}$

Rys. 3.36. Obrazy dyfrakcyjne preparatu złota otrzymane na mikroskopie elektronowym JEM-100B dla różnych napięć przyspieszających przy $\Phi = 83,6 \mu\text{m}$.

połówkową pierścieni dyfrakcyjnych wyznaczono z pomiarów mikrofotometrycznych /tab. 3.XIV/.

Rysunki 3.37 + 3.40 przedstawiają zależność szerokości pierścieni dyfrakcyjnych od napięcia przyspieszającego. Zastosowanie przesłon o średnicach $\Phi = 23,4 \mu\text{m}$ lub $\Phi = 83,6 \mu\text{m}$ powoduje, że ze wzrostem napięcia przyspieszającego maleje szerokość pierścieni dyfrakcyjnych /rys. 3.37; 3.38/. W przypadku pozostałych przesłon - wzrost napięcia przyspieszającego pociąga za sobą wzrost szerokości pierścieni dyfrakcyjnych /rys. 3.39; 3.40/. Zależność szerokości pierścienia dyfrakcyjnego odpowiadającego odległości międzypłaszczyznowej $d = 2,35 \text{ \AA}$ od średnicy przesłony selekcyjnej podano na rys. 3.41. Wykres ten wskazuje na istnienie pewnej wartości średnicy przesłony $\Phi \approx 120 \mu\text{m}$, dla której praca mikroskopu przy różnych napięciach przyspieszających nie powoduje zmian dobroci obrazu dyfrakcyjnego. Podobnie jak w przypadku mikroskopu JEM-100C, najbardziej korzystne warunki pracy mikroskopu JEM-100B to: wysokie napięcie przyspieszające i małe średnice przesłony selekcyjnej. W Środowiskowym Laboratorium Mikroskopii Elektronowej przy Politechnice Wrocławskiej na mikroskopie elektronowym EM-301 firmy PHILIPS wykonano obrazy dyfrakcyjne przy napięciach przyspieszających $U = 40, 60, 80 \text{ i } 100 \text{ [kV]}$. Zastosowano przesłony selekcyjnej o średnicach $\Phi = 20, 30 \text{ i } 100 \text{ [}\mu\text{m]}$ oraz różne stałe dyfrakcyjne /tab. 3.XV/.

Tab. 3.XIV. Wyniki pomiarów szerokości pierścieni
dyfrakcyjnych /JEM-100B/.

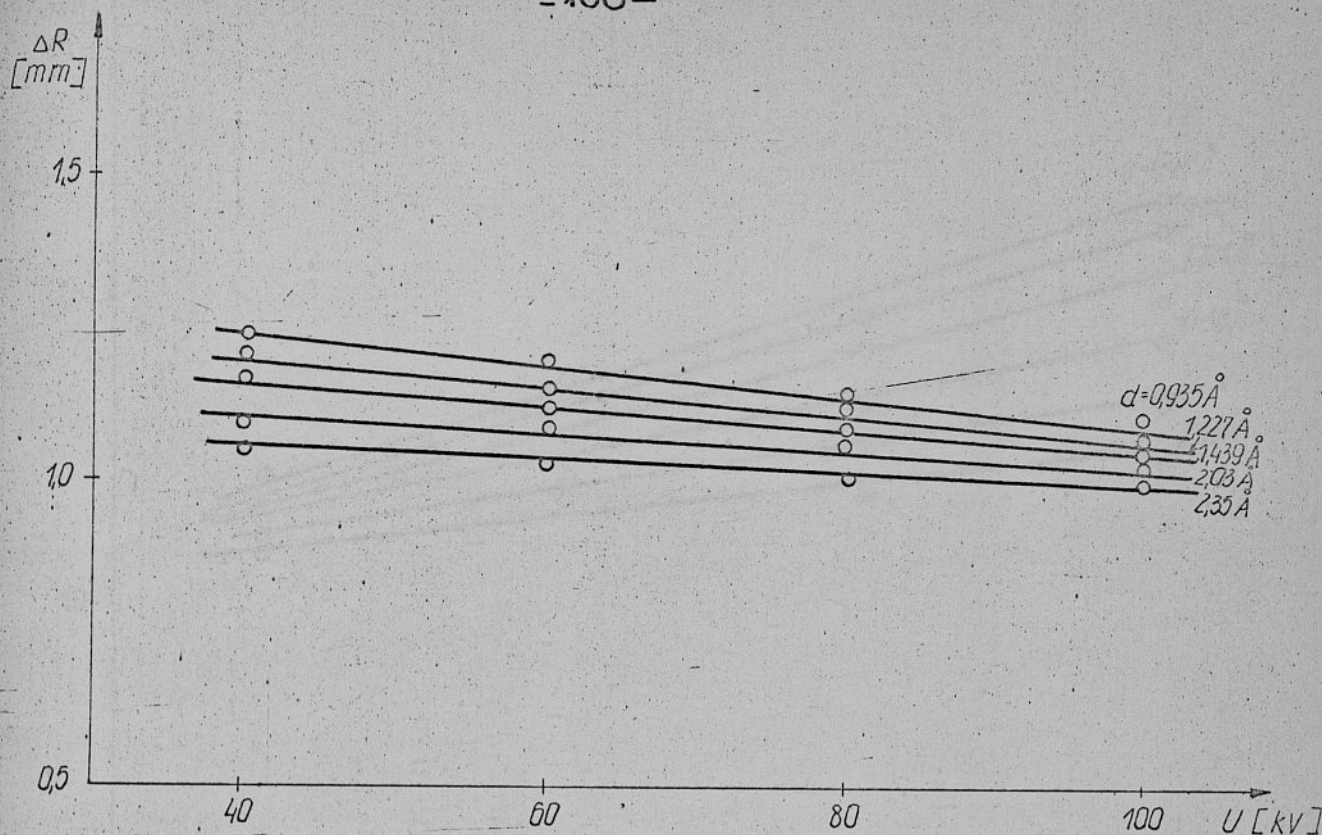
Lp.	Numer negatywu	Napięcie przyspie- szające U [kV]	Średnica przesłony selekcyj- nej Φ [μ m]	Odległość między- płaszczy- znowa d [$\text{\AA}$]	Szerokość pierścieni dyfrakcyj- nych ΔR [mm]
1	5282	100	285	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,69 1,78 1,89 1,98 2,00 2,06
2	5283	100	162,8	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935 0,91	1,22 1,32 1,44 1,50 1,55 1,61 1,67
3	5284	100	83,6	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,00 1,06 1,11 1,12 1,18 1,25
4	5285	100	23,4	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,00 1,03 1,05 1,06 1,07 1,10
5	5280	80	285	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,50 1,57 1,66 1,73 1,75 1,80
6	5281	80	162,8	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935 0,91	1,17 1,25 1,31 1,41 1,44 1,46 1,52

c.d. tab. 3.XIV.

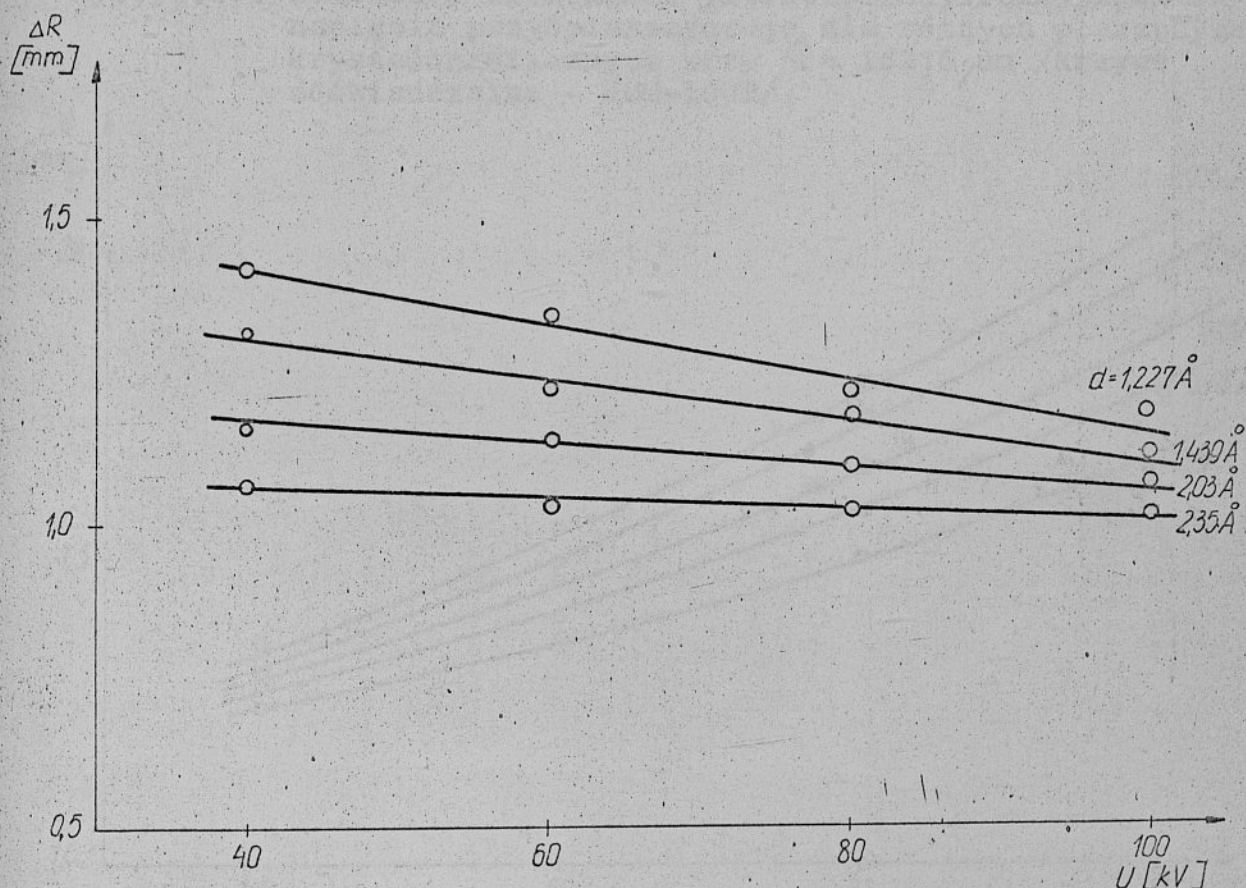
lp.	Numer negatywu	Napięcie przyspie- szające U [kV]	Średnica przesłony selekcyjnej Φ [μm]	Odległość międzyplasz- czyznowa d [Å]	Szerokość pierścieni dyfrakcyj- nych ΔR [mm]
7	5250	80	83,6	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,01 1,10 1,17 1,21 1,30 1,35
8	5251	80	23,4	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,00 1,06 1,09 1,11 1,13 1,15
9	5277	60	285	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,38 1,40 1,46 1,50 1,52 1,55
10	5278	60	162,8	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935 0,91	1,16 1,20 1,23 1,29 1,30 1,33 1,36
11	5279	60	83,6	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,03 1,14 1,23 1,34 1,38 1,45
12	5243	60	23,4	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,04 1,09 1,13 1,15 1,17 1,20
13	5274	40	285	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,25 1,29 1,31 1,34 1,35 1,38

c.d. tab. 3.XIV.

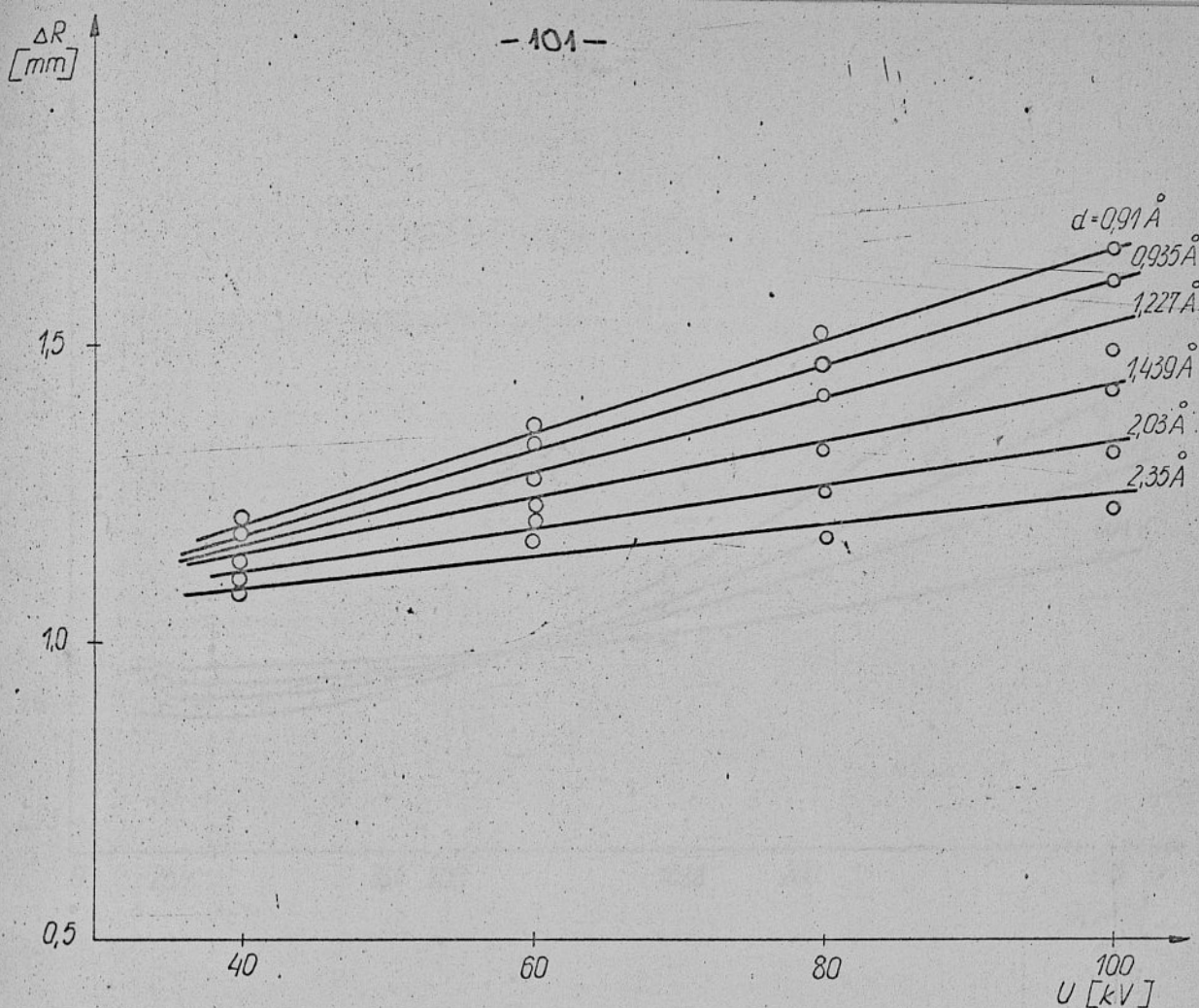
Lp.	Numer negatywa	Napięcie przyspie- szające U [kV]	Średnica przesłony selekcyjnej Φ [μm]	Odległość międzyplasz- czyznowa d [Å]	Szerokość pierścieni dyfrakcyj- nych ΔR [mm]
14	5275	40	162,8	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935 0,91	1,09 1,11 1,13 1,16 1,17 1,18 1,20
15	5288	40	83,6	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,06 1,16 1,31 1,41 1,49 1,55
16	5239	40	23,4	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,06 1,09 1,16 1,21 1,22 1,24



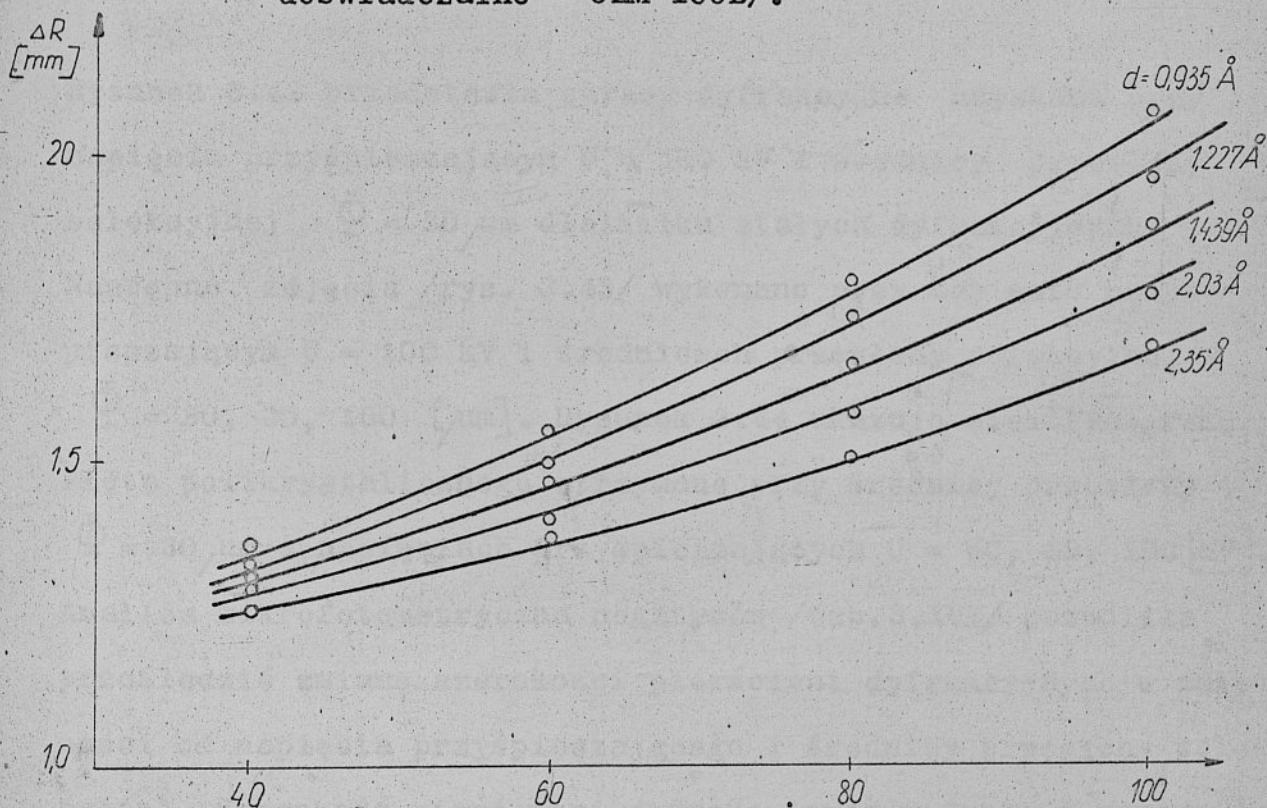
Rys. 3.37. Zależność szerokości pierścieni dyfrakcyjnych od napięcia przyspieszającego dla różnych płaszczyzn krystalograficznych przy $\Phi = 23,4 \mu\text{m}$ /krzywe doświadczalne - JEM-100B/.



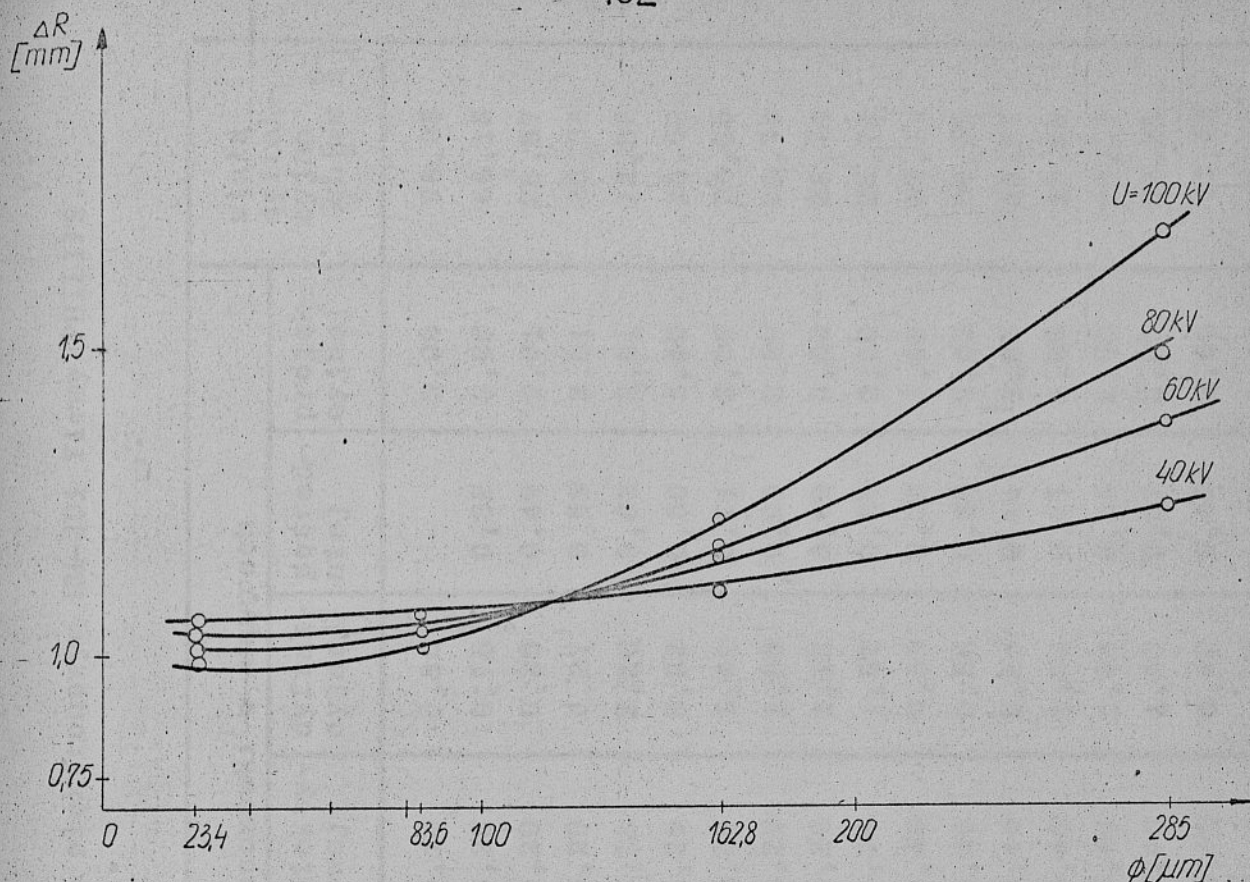
Rys. 3.38. Zależność szerokości pierścieni dyfrakcyjnych od napięcia przyspieszającego dla różnych płaszczyzn krystalograficznych przy $\Phi = 83,6 \mu\text{m}$ /krzywe doświadczalne - JEM-100B/.



Rys. 3.39. Zależność szerokości pierścieni dyfrakcyjnych od napięcia przyspieszającego dla różnych płaszczyzn krystalograficznych przy $\Phi = 162,8 \mu\text{m}$ /krzywe doświadczalne - JEM-100B/.



Rys. 3.40. Zależność szerokości pierścieni dyfrakcyjnych od napięcia przyspieszającego dla różnych płaszczyzn krystalograficznych przy $\Phi = 285 \mu\text{m}$ /krzywe doświadczalne - JEM-100B/.



Rys. 3.41. Zależność szerokości pierścieni dyfrakcyjnych / $d=2,35 \text{ \AA}$ / od średnicy przesłony selekcyjnej dla różnych wartości napięcia przyspieszającego /krzywe doświadczalne - JEM-100B/.

Rysunek 3.42 przedstawia obrazy dyfrakcyjne uzyskane przy napięciu przyspieszającym $U = 100 \text{ kV}$ i średnicy przesłony selekcyjnej $\Phi = 30 \text{ } \mu\text{m}$ dla kilku stałych dyfrakcyjnych. Następne zdjęcia /rys. 3.43/ wykonano przy napięciu przyspieszającym $U = 100 \text{ kV}$ i średnicach przesłony selekcyjnej $\Phi = 20, 30, 100 \text{ } [\mu\text{m}]$. Rysunek 3.44 ukazuje elektronogramy złota polikrystalicznego otrzymane przy średnicy przesłony $\Phi = 30 \text{ } \mu\text{m}$ i napięciach przyspieszających $U = 60, 80, 100 \text{ [kV]}$. Analiza mikrofotometryczna negatywów /tab.3.XVI/ pozwoliła prześledzić zmianę szerokości pierścieni dyfrakcyjnych w zależności od napięcia przyspieszającego i średnicy przesłony selekcyjnej. Szerokość pierścieni dyfrakcyjnych w funkcji napięcia przyspieszającego dla trzech wielkości przesłony pokazano na

Tab. 3.XV. Wykaz negatywów wykonanych na mikroskopie elektronowym EM-301 firmy PHILIPS.

Lp.	nr negatywu	nap. przyśp. [kV]	wielkość przesłony selekcyj- nej Φ [μm]	Wartość prądu soczewki w amperach						stała dyfrak- cyjna λL [mm Å]
				kondenso- rowej 1	konden- sorowej 2	obiekty- wowej	dyfrak- cyjnej	pośred- niej	projek- cyjnej	
1.	266	100	20	0,50	0,64	6,14	0,86	-	3,00	96,35
2.	267	100	20	0,50	0,63	6,28	0,76	0,32	3,00	66,18
3.	268	100	20	0,50	0,63	6,29	0,29	0,49	3,01	28,87
4.	269	100	20	0,50	0,64	6,29	0,27	0,50	3,01	23,34
5.	270	100	20	0,50	0,63	6,28	2,26	0,63	3,01	12,57
6.	296	100	20	0,50	0,63	6,29	0,22	0,50	3,00	25,62
7.	298	100	20	0,50	0,63	6,29	1,41	0,71	3,00	36,85
8.	299	100	20	0,50	0,63	6,26	1,50	0,69	3,00	28,74
9.	300	100	20	0,50	0,63	6,26	1,42	0,69	3,00	28,74
10.	301	100	20	0,50	0,63	6,26	1,57	0,69	3,00	28,74
11.	302	80	20	0,44	0,58	5,46	0,59	0,36	2,65	57,71
12.	303	80	20	0,44	0,55	5,46	0,66	0,35	2,65	54,56
13.	305	80	20	0,44	0,55	5,46	0,26	0,44	2,65	28,57
14.	306	80	20	0,44	0,55	5,46	1,56	0,57	2,65	19,85
15.	308	80	20	0,44	0,55	5,46	1,98	0,55	2,65	12,53
16.	309	80	20	0,44	0,55	5,46	1,50	0,57	2,65	22,38
17.	310	80	20	0,44	0,55	5,46	1,22	0,63	2,65	43,42
18.	311	80	20	0,44	0,55	5,46	1,35	0,60	2,65	30,49

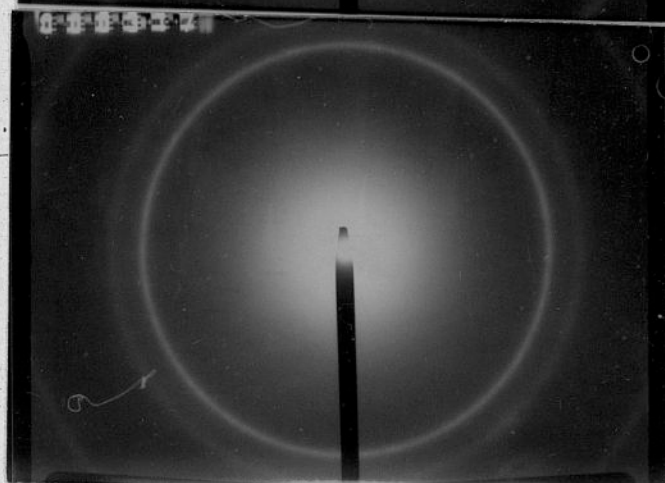
19	315	100	30	0,50	0,66	6,26	0,86	-	3,01	96,35
20	317	100	30	0,50	0,66	6,26	0,78	0,33	3,01	63,99
21	318	100	30	0,50	0,66	6,26	0,69	0,40	3,00	50,58
22	319	100	30	0,50	0,66	6,26	0,22	0,50	3,00	25,21
23	320	100	30	0,50	0,66	6,26	2,03	0,63	3,00	13,54
24	321	100	30	0,50	0,66	6,26	2,09	0,63	3,00	13,54
25	322	100	30	0,50	0,66	6,26	1,96	0,63	3,00	13,54
26	323	100	30	0,50	0,66	6,26	1,39	0,71	3,00	39,60
27	324	80	30	0,44	0,58	5,49	0,54	0,38	2,65	50,02
28	325	80	30	0,44	0,58	5,49	0,19	0,44	2,65	29,71
29	326	80	30	0,44	0,58	5,49	0,19	0,44	2,65	31,94
30	328	80	30	0,44	0,58	5,53	1,21	0,63	2,65	45,86
31	329	60	30	0,38	0,48	4,71	0,45	0,34	2,28	51,57
32	330	60	30	0,38	0,48	4,71	0,53	0,30	2,28	65,88
33	331	60	30	0,38	0,48	4,71	0,21	0,38	2,28	32,46
34	332	60	30	0,38	0,48	4,71	1,64	0,48	2,28	14,70
35	333	60	30	0,38	0,48	4,71	1,06	0,54	2,28	49,98
36	334	40	30	0,31	0,37	3,79	0,16	0,30	1,84	39,82
37	335	40	30	0,31	0,37	3,79	1,29	0,38	1,84	25,48
38	336	100	100	0,51	0,68	6,28	0,86	-	3,00	95,18
39	337	100	100	0,51	0,68	6,28	0,78	0,32	3,01	65,38
40	338	100	100	0,51	0,68	6,28	0,70	0,40	3,01	50,61
41	339	100	100	0,53	0,68	6,28	2,28	0,63	3,01	12,33

c.d. tab. 3.XV.

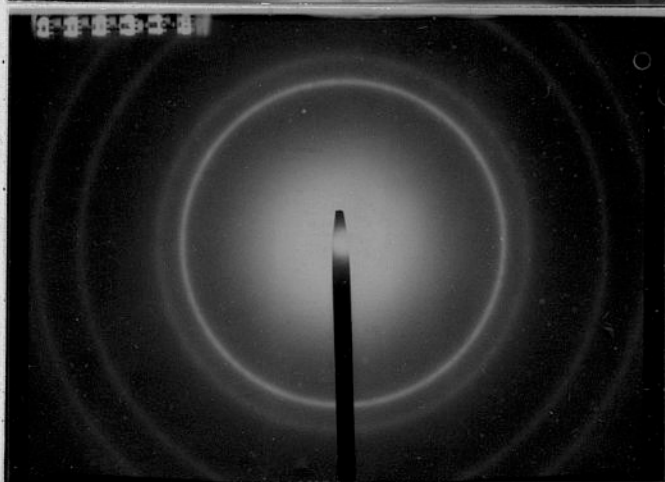
42.	340	100	100	0,53	0,68	6,28	2,04	0,64	3,01	13,59
43.	341	100	100	0,57	0,68	6,28	2,00	0,64	3,01	13,73
44.	342	100	100	0,57	0,68	6,28	1,97	0,64	3,01	13,73
45.	343	100	100	0,57	0,68	6,28	2,02	0,64	3,01	13,73
46.	344	100	100	0,57	0,68	6,28	1,37	0,71	3,00	39,79
47.	345	80	100	0,44	0,58	5,51	0,76	-	2,65	109,28
48.	346	80	100	0,44	0,60	5,51	0,51	0,40	2,65	46,14
49.	351	80	100	0,45	0,60	5,51	0,26	0,43	2,65	33,69
50.	352	80	100	0,46	0,60	5,51	1,49	0,58	2,65	22,49
51.	353	80	100	0,46	0,60	5,51	1,63	0,57	2,65	17,83
52.	354	80	100	0,46	0,60	5,70	1,21	0,63	2,65	46,68
53.	355	60	100	0,38	0,49	4,72	0,56	0,20	2,28	73,51
54.	356	60	100	0,38	0,49	4,72	0,33	0,36	2,28	43,40



$$\lambda L = 96,35 \text{ mm.}\text{\AA}$$



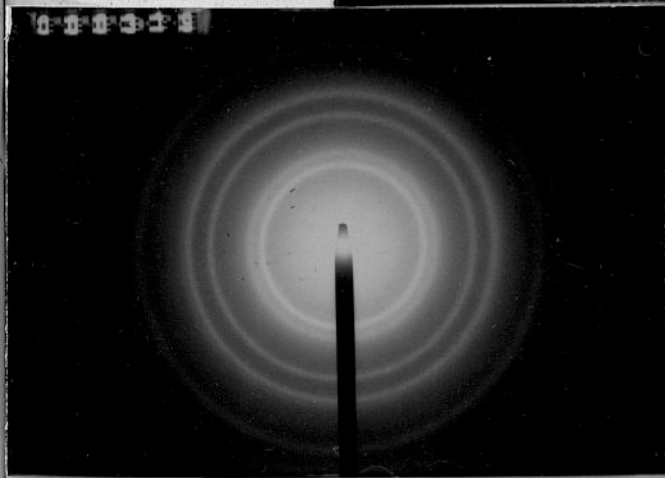
$$\lambda L = 63,99 \text{ mm.}\text{\AA}$$



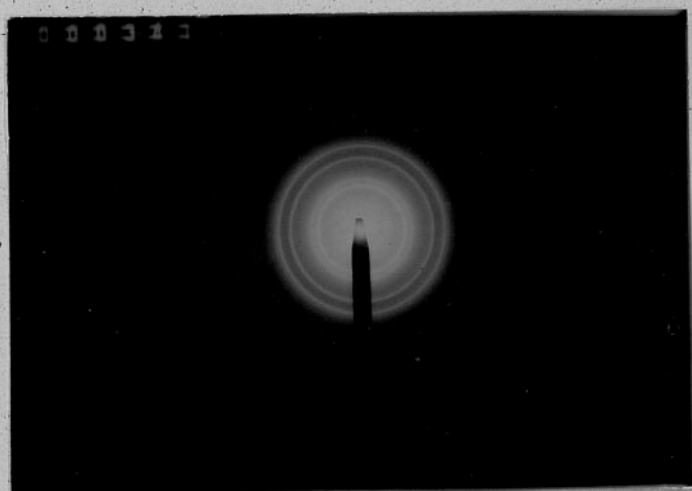
$$\lambda L = 50,58 \text{ mm.}\text{\AA}$$

$$\lambda L = 25,21 \text{ mm.}\text{\AA}$$

$$\lambda L = 13,54 \text{ mm.}\text{\AA}$$



Rys. 3.42. Obrazy dyfrakcyjne preparatu złota otrzymane na mikroskopie elektronowym EM-301 dla różnych stałych dyfrakcyjnych przy $U = 100 \text{ kV}$ i $\Phi = 30 \mu\text{m}$.



$$\Phi = 100 \mu m$$

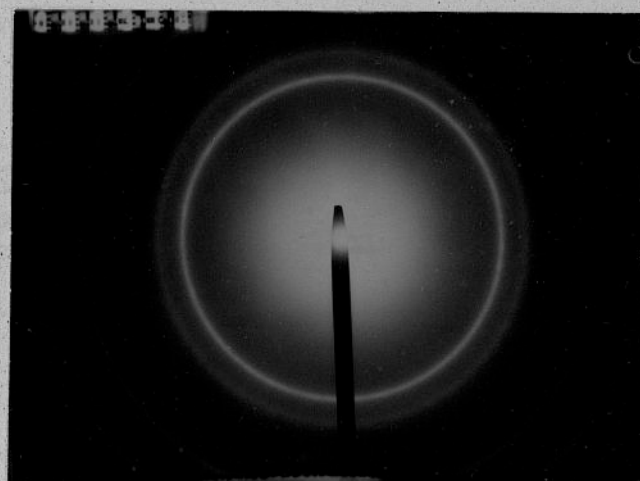


$$\Phi = 30 \mu m$$



$$\Phi = 20 \mu m$$

Rys. 3.43. Obrazy dyfrakcyjne preparatu złota otrzymane na mikroskopie elektronowym EM-301 dla różnych wartości średnicy przesłony selekcyjnej przy $U = 100$ kV.



$U = 100 \text{ kV}$



$U = 80 \text{ kV}$



$U = 60 \text{ kV}$

Rys. 3.44. Obrazy dyfrakcyjne preparatu złota otrzymane na mikroskopie elektronowym EM-301 dla różnych napięć przyspieszających przy $\Phi = 30 \mu\text{m}$.

Tab. 3.XVI. Wyniki pomiarów szerokości pierścieni
dyfrakcyjnych /EM-301/.

Lp.	Numer negatywu	Napięcie przyspie- szające U [kV]	Srednica przesłony selekcyj- nej Φ [μ m]	Odległość międzyplasz- czyznowa d [$\text{\AA}$]	Szerokość pierścieni dyfrakcyj- nych ΔR [mm]
1	270	100	20	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	0,91 0,93 0,99 1,00 1,04 1,07
2	320	100	30	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	0,91 0,93 0,96 1,00 1,01 1,02
3	339	100	100	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,13 1,14 1,16 1,17 1,18 1,19
4	311	80	20	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	0,96 0,98 1,04 1,07 1,10 1,16
5	326	80	30	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	0,96 0,98 1,04 1,09 1,10 1,13
6	351	80	100	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,19 1,20 1,25 1,27 1,28 1,29

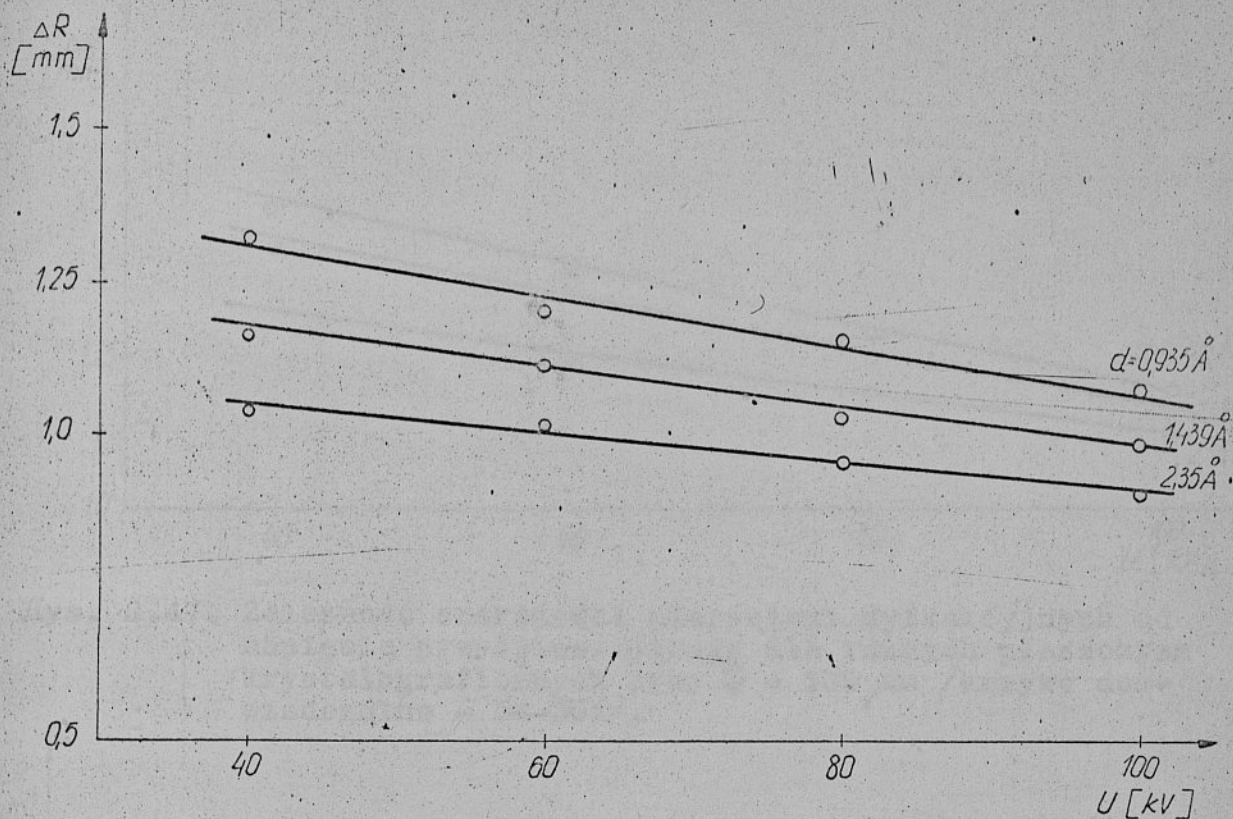
c.d. tab. XVI.

Lp.	Numer negatywu	Napięcie przyspie- szające U [kV]	Średnica przesłony selekcyjnej Φ [um]	Odległość międzyplasz- czyznowa d [Å]	Szerokość pierścieni dyfrak- cyjnych ΔR [mm]
7	313	60	20	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,01 1,04 1,13 1,16 1,18 1,21
8	333	60	30	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,01 1,04 1,12 1,16 1,17 1,19
9	356	60	100	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,25 1,28 1,37 1,38 1,39 1,40
10	335	40	20	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,04 1,06 1,16 1,18 1,25 1,32
11	334	40	30	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,06 1,08 1,16 1,19 1,26 1,29
12	364	40	100	2,35 2,03 1,439 1,227 1,173 0,935	1,32 1,35 1,44 1,45 1,47 1,50

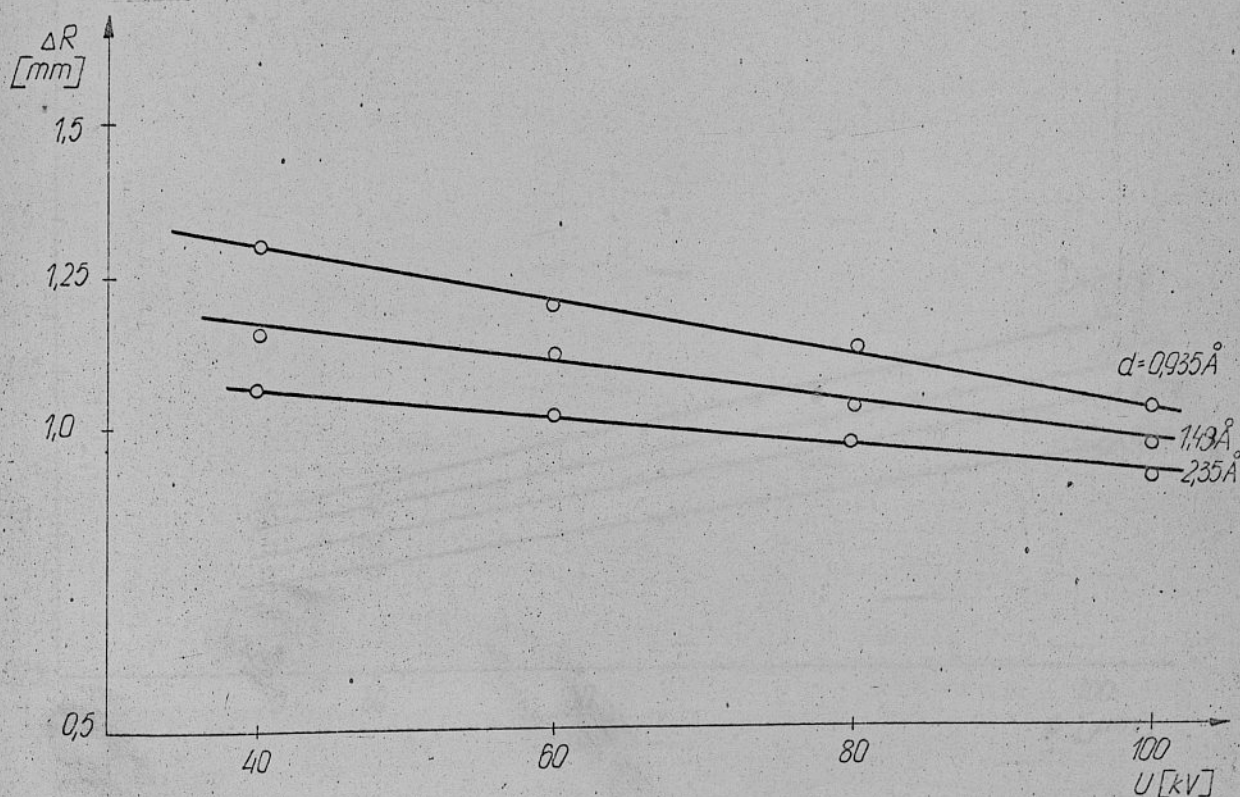
rysunkach 3.45; 3.46 i 3.47. Wynika z nich, że ze wzrostem napięcia przyspieszającego szerokość pierścieni dyfrakcyjnych maleje. Zależność szerokości pierścieni od średnicy przesłony selekcyjnej przedstawiono na rys. 3.48. Jak widać z rysunku szerokość pierścieni rośnie w miarę jak rośnie średnica przesłony selekcyjnej i maleje napięcie przyspieszające. Doświadczenie wykazało, że w przypadku mikroskopu elektronowego EM-301, podobnie jak dla mikroskopów JEM-100B i JEM-100C korzystne warunki pracy w układzie mikrodyfrakcji to: wysokie napięcie przyspieszające i małe średnice przesłony selekcyjnej. Zatem charakter zmian szerokości pierścieni dyfrakcyjnych w funkcji napięcia przyspieszającego i średnicy przesłony selekcyjnej zgodny jest z przewidywaniami teoretycznymi /wzór /3.75//.

Porównanie wyników teoretycznych z doświadczalnymi wykonano dla mikroskopu EM-301 /rys. 3.49/. Dla innych było to niemożliwe ze względu na brak ich parametrów konstrukcyjnych. Rysunek 3.49 wskazuje na rozbieżności między teorią a doświadczeniem rzędu 23 % /przy $U = 100$ kV/ do 27 % /przy $U = 40$ kV/. Przypuszcza się, że różnica ta spowodowana jest wpływem rozdzielczości kliszy fotograficznej i innymi aberracjami nie uwzględnionymi w rozważaniach teoretycznych.

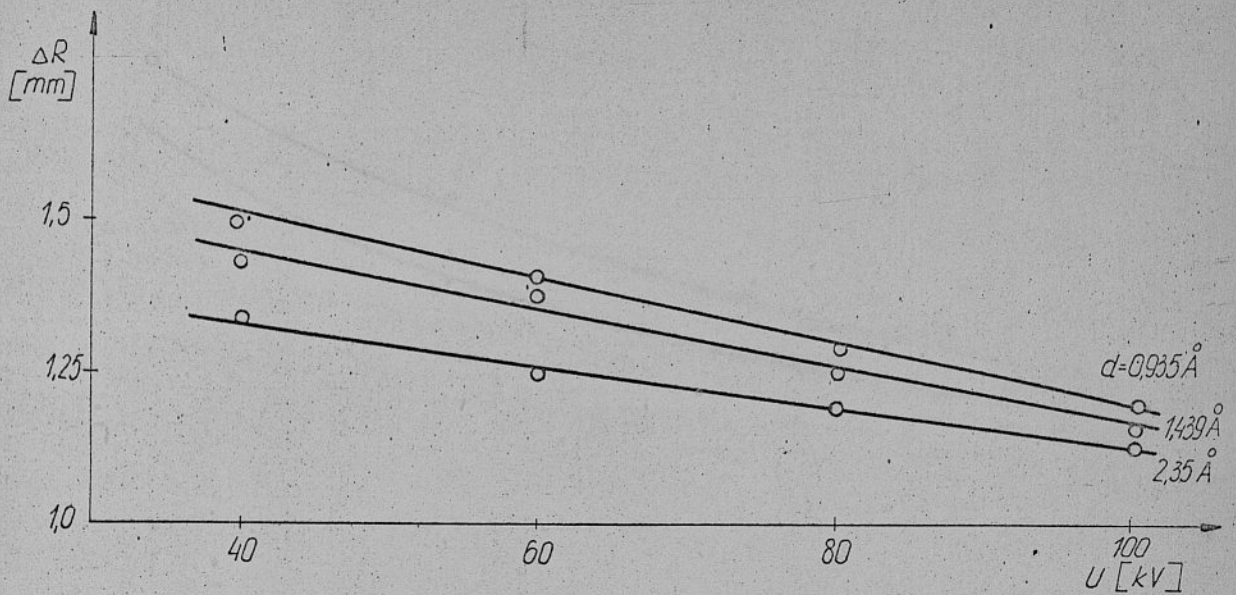
Przeprowadzone doświadczenia pozwoliły porównać mikroskopy: JEM-100C, JEM-100B i EM-301 pod względem przydatności do pracy w układzie mikrodyfrakcji. Porównanie to obrazuje rysunek 3.50. Przedstawia on zależność szerokości pierścieni dyfrakcyjnych od napięcia przyspieszającego, przy pracy mikroskopów z przesłoną selekcyjną o średnicy $\Phi = 20 \mu\text{m}$ /JEM-100B; $\Phi = 23,4 \mu\text{m}$ /.



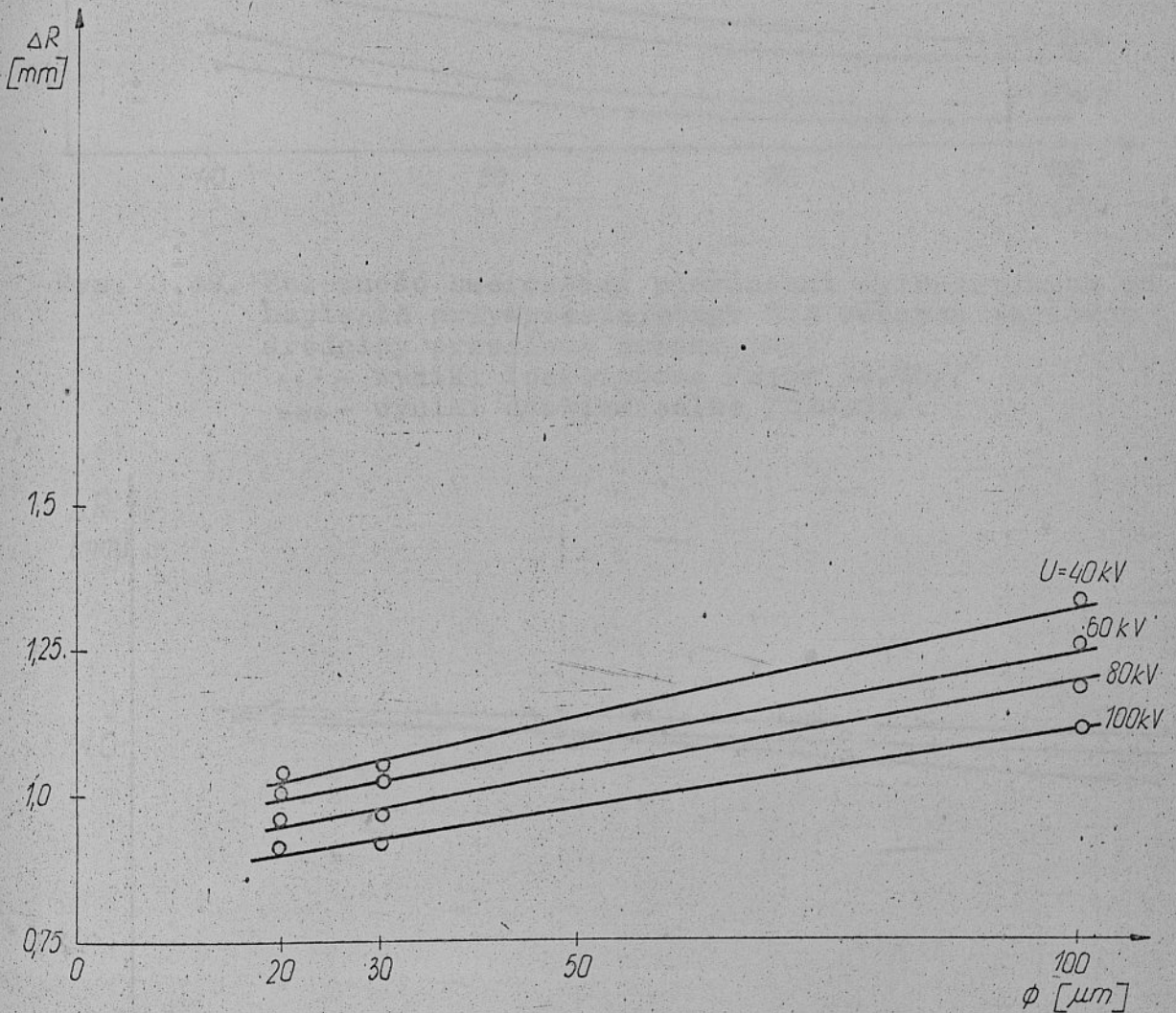
Rys. 3.45. Zależność szerokości pierścieni dyfrakcyjnych od napięcia przyspieszającego dla różnych płaszczyzn krystalograficznych przy $\Phi = 20 \mu\text{m}$ /krzywe doświadczalne EM-301/.



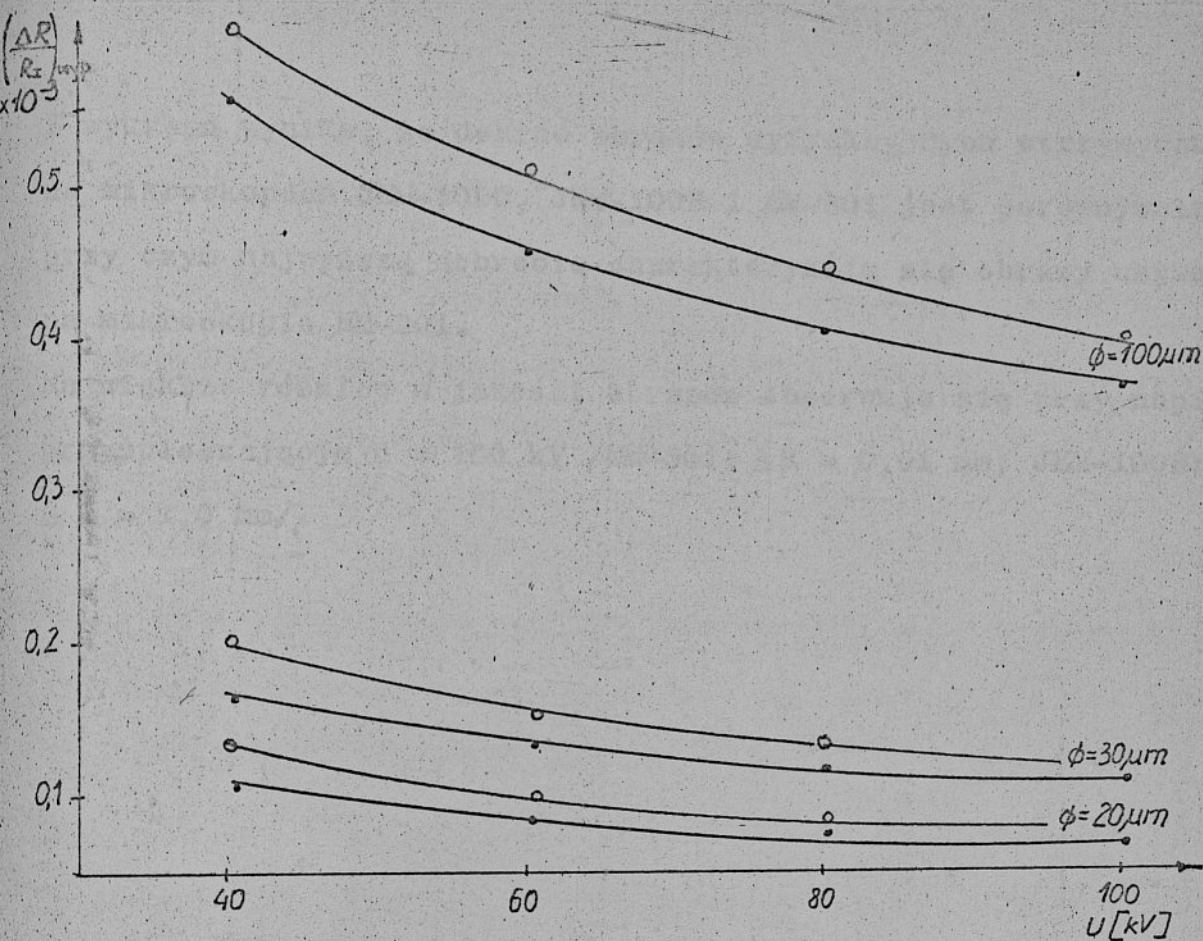
Rys. 3.46 Zależność szerokości pierścieni dyfrakcyjnych od napięcia przyspieszającego dla różnych płaszczyzn krystalograficznych przy $\Phi = 30 \mu\text{m}$ /krzywe doświadczalne - EM-301/.



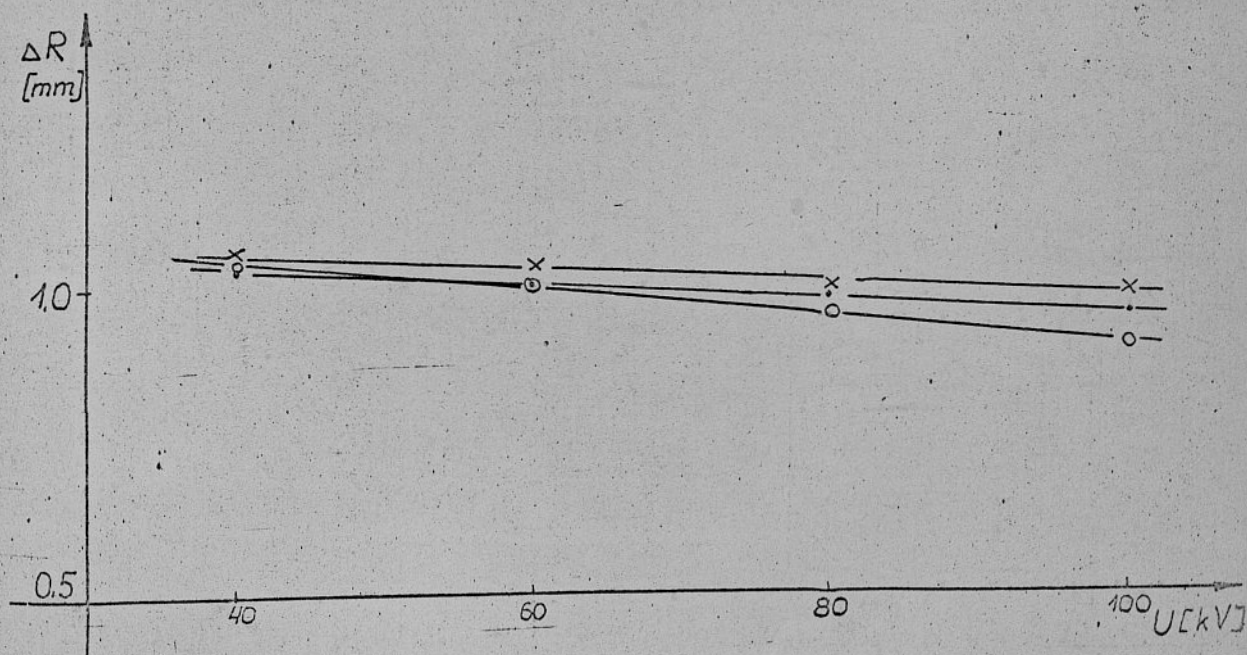
Rys. 3.47. Zależność szerokości pierścieni dyfrakcyjnych od napięcia przyspieszającego dla różnych płaszczyzn krystalograficznych przy $\Phi = 100 \text{ \mu m}$ /krzywe doświadczalne - EM-301/.



Rys. 3.48. Zależność szerokości pierścieni dyfrakcyjnych / $d=2.35 \text{ \AA}$ / od średnicy przesłony selekcyjnej dla różnych napięć przyspieszających /krzywe doświadczalne - EM-301/.



Rys. 3.49. Zależność szerokości pierścieni dyfrakcyjnych od napięcia przyspieszającego dla różnych wartości średnicy przesłony selekcyjnej
 ... - wyniki teoretyczne /wzór /3.75//
 ooo - wyniki doświadczalne /EM-301/.



Rys. 3.50. Zależność szerokości pierścieni dyfrakcyjnych od napięcia przyspieszającego przy $\Phi = 20 \mu m$
 xx - JEM-100B
 .. - JEM-100C
 oo - EM-301

Z wykresu wynika, że dobroć obrazów dyfrakcyjnych otrzymywanych na mikroskopach JEM-100C, JEM-100B i EM-301 jest porównywalna, przy czym najwyższą dobrocią charakteryzują się obrazy uzyskane na mikroskopie EM-301.

Największe różnice w jakości obrazów obserwuje się przy napięciu przyspieszającym $U = 100 \text{ kV}$ /EM-301; $\Delta R = 0,91 \text{ mm}$; JEM-100B: $\Delta R = 1,0 \text{ mm/}$.

4. ROZOGNISKOWANIE SOCZEWKI DYFRAKCYJNEJ.

W rozdziale tym zostaną przedyskutowane błędy wynikające z rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej. Szczególnie duże znaczenie mają one, jeśli obszar kryształu, na którym następuje ugięcie elektronów nie leży na osi elektronooptycznej układu lub jest względnie duży $/ > 1/\mu\text{m}/$.

Analizę tą przeprowadzono przy założeniu, że soczewki układu obrazowego mikroskopu elektronowego są cienkie, a obiektyw wolny jest od wpływu aberracji sferycznej.

4.1. Teoria błędów obrazu dyfrakcyjnego [30].

Bieg trzech, wybranych promieni elektronowych wychodzących z punktu osiowego preparatu M oraz z dwóch pozaosiowych punktów L i R pokazano na rys. 4.1. Kąty, które tworzą promienie pozaosiowe z osią układu wynoszą odpowiednio λ i ϱ . Wszystkie promienie, które opuszczają preparat pod kątem ϱ do osi, przecinają płaszczyzną ogniskową obiektywu $\bar{\Phi}_0$ w punkcie F_ϱ . Płaszczyzna $\bar{\Phi}'_0$ oddalona jest od płaszczyzny $\bar{\Phi}_0$ o wielkość $\Delta\varrho_B$. Promienie, które w tylnej płaszczyźnie ogniskowej obiektywu tworzą punkt F_λ , płaszczyznę $\bar{\Phi}'_0$ przecinają w punktach L_λ , M_λ i R_λ . Podobna sytuacja zachodzi dla promieni, które w płaszczyźnie $\bar{\Phi}_0$ tworzą punkty F_0 i F_ϱ . Zatem należy tak wybierać ogniskową soczewki dyfrakcyjnej, aby odwzorowywała ona płaszczyznę $\bar{\Phi}_0$ dokładnie w płaszczyźnie przedmiotowej soczewki pośredniej.

Jeśli zaś wybrana zostanie taka jej wartość, że w płaszczyźnie obrazowej soczewki dyfrakcyjnej odwzorowana zostanie nie płaszczyzna ogniskowa obiektywu Φ_0 , natomiast w jej pobliżu leżąca płaszczyzna Φ'_0 , to otrzyma się poprawnie zogniskowany obraz nieostrego diagramu dyfrakcyjnego. W tym przypadku, zamiast punktu F_ξ odwzorowane zostaną trzy punkty L_ξ , M_ξ i R_ξ .

W rzeczywistości całkowicie ostre odwzorowanie obrazu nie jest możliwe ze względu na astygmatyzm soczewki.

Zatem dokładność, z jaką mogą być porównywane obrazy dyfrakcyjne badanych preparatów z elektronogramami wzorcowymi zależy od błędów, które wprowadza rozogniskowanie soczewki dyfrakcyjnej.

Aby określić te błędy, należy wcześniej matematycznie opisać obrazy dyfrakcyjne leżące w płaszczyznach Φ_0 i Φ'_0 . W tym celu rozpatrzone rysunek 4.1.

W tylnej płaszczyźnie ogniskowej obiektywu /płaszczyzna Φ_0 / tworzą się pierścienie dyfrakcyjne, których promienie wynoszą:

$$F_\lambda F_0 = \lambda f_0 \quad /4.1a/$$

$$F_\xi F_0 = \xi f_0 \quad /4.1b/$$

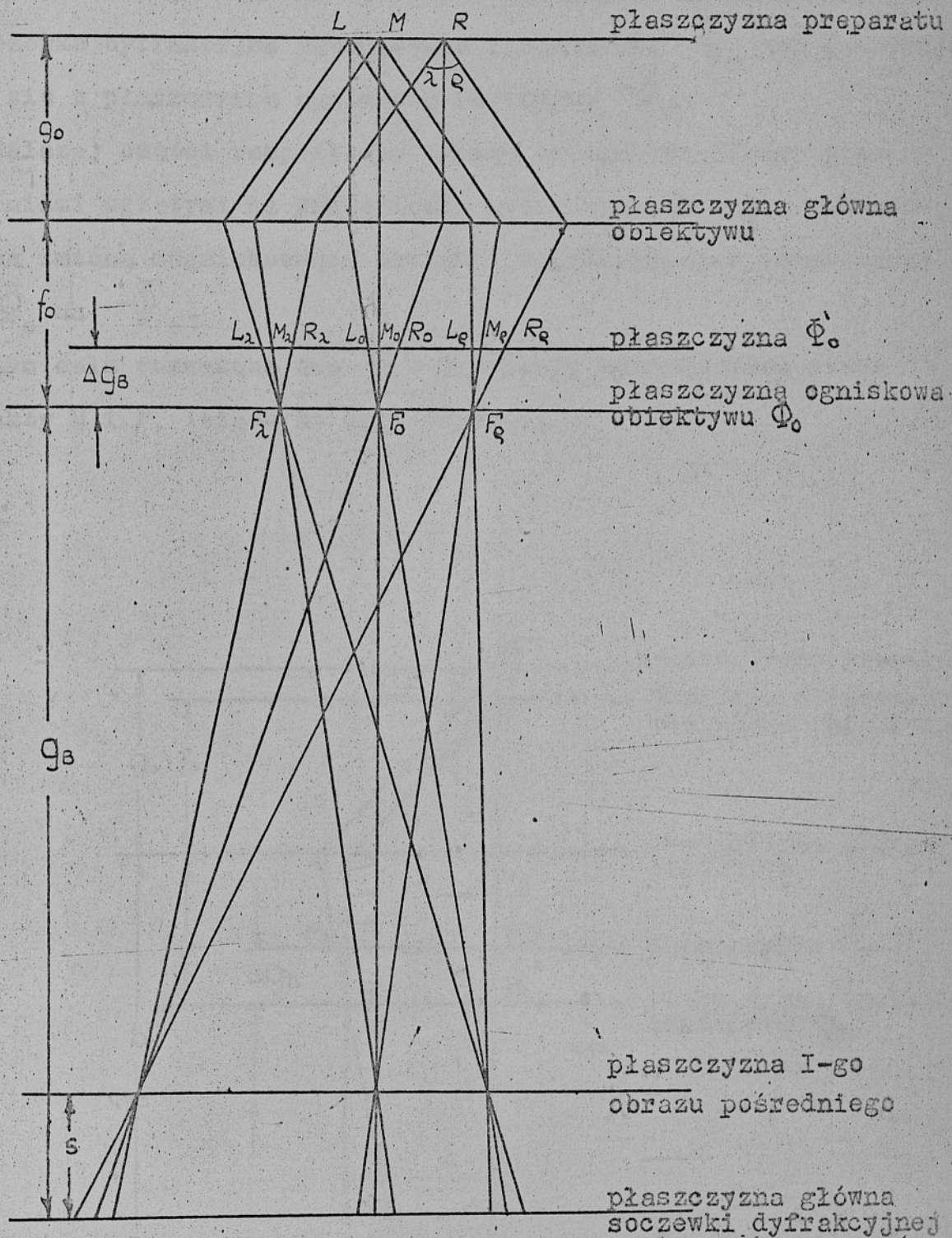
$$F_\lambda F_\xi = f_0 \quad /4.1c/$$

w płaszczyźnie Φ'_0 spełnione są zależności

$$L_\lambda M_\lambda = L_0 M_0 = L_\xi M_\xi = 1 \frac{\Delta q_\xi}{f_0} \quad /4.2a/$$

$$M_\lambda R_\lambda = M_0 R_0 = M_\xi R_\xi = r \frac{\Delta q_\xi}{f_0} \quad /4.2b/$$

$$L_\lambda R_\lambda = L_0 R_0 = L_\xi R_\xi = (1+r) \frac{\Delta q_\xi}{f_0} \quad /4.2c/$$

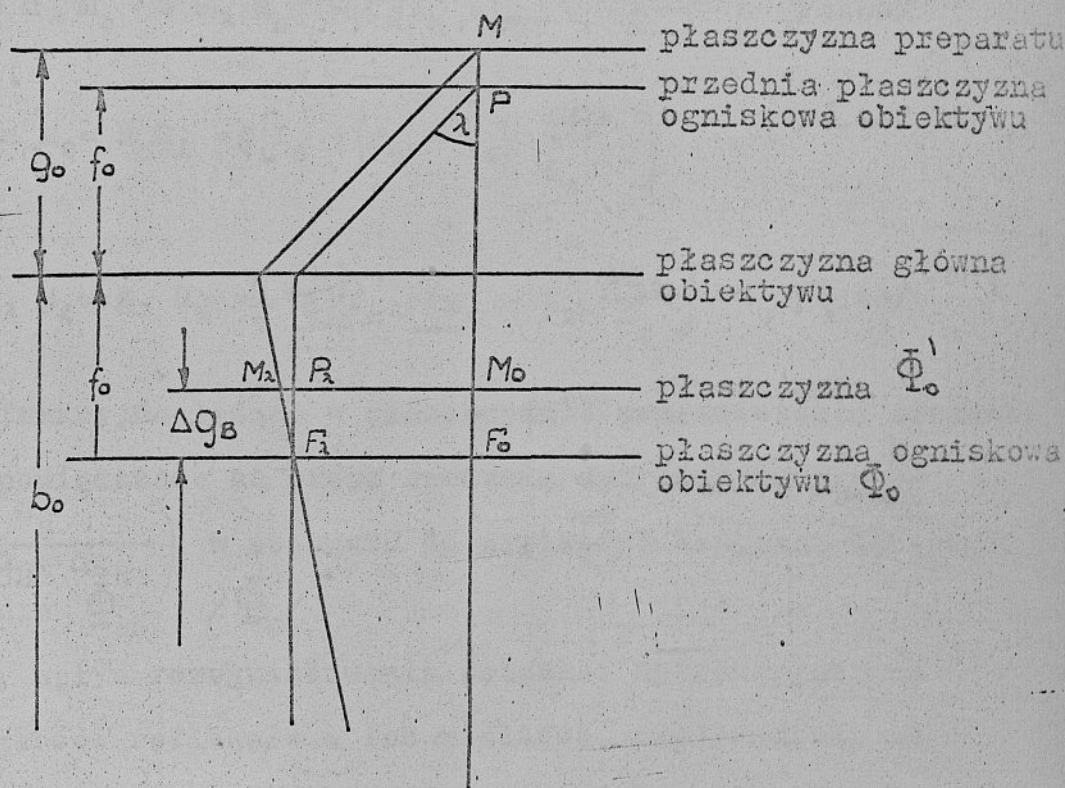


Rys. 4.1. Tworzenie się obrazu dyfrakcyjnego preparatu oświetlonego wiązką elektronów.

Równania /4.2/ wskazują, że nieostrość obrazu dyfrakcyjnego zależy od wielkości $l, r, /l+r/$. Nieostrość ta powstaje, gdy soczewka dyfrakcyjna odwzorowuje płaszczyznę Φ'_0 nie pokrywającą się z płaszczyzną ogniskową obiektywu Φ_0 .

W dalszej części rozpatrzono zmianę odległości między promieniami ugiętymi na przedmiocie pod kątami λ i φ , spowodowaną zmianą zogniskowania soczewki dyfrakcyjnej z płaszczyzny Φ_0 na Φ'_0 .

W tym celu rozważono dwa λ - promienie przechodzące przez punkty M i P, leżące na osi /rys. 4.2/.



Rys. 4.2. Schemat służący do obliczenia odległości między refleksami w pozaogniskowej płaszczyźnie obiektywu..

W płaszczyźnie Φ'_0 odległość między wprowadzonymi promieniami wynosi:

$$M_\lambda P_\lambda = \lambda (g_0 - f_0) \frac{\Delta q_B}{f_0} \quad /4.3/$$

Ponieważ promienie wychodzące z punktu P w obszarze obrazu przebiegają równoległe do osi, to

$$P_\lambda M_0 = f_0 \cdot \lambda \quad /4.4/$$

stąd

$$M_\lambda M_0 = M_\lambda P_\lambda + P_\lambda M_0 = \lambda \left[f_0 + (g_0 - f_0) \frac{\Delta q_B}{f_0} \right] \quad /4.5/$$

W płaszczyźnie Φ'_0 zachodzą też zależności:

$$L_\lambda L_0 = M_\lambda M_0 = R_\lambda R_0 = \lambda \left[f_0 + (g_0 - f_0) \frac{\Delta q_B}{f_0} \right] \quad /4.6a/$$

$$L_0 L_\varrho = M_0 M_\varrho = R_0 R_\varrho = \varrho \left[f_0 + (g_0 - f_0) \frac{\Delta q_B}{f_0} \right] \quad /4.6b/$$

$$L_\lambda L_\varrho = M_\lambda M_\varrho = R_\lambda R_\varrho = (\lambda + \varrho) \left[f_0 + (g_0 - f_0) \frac{\Delta q_B}{f_0} \right] \quad /4.6c/$$

Diagramy dyfrakcyjne leżące w płaszczyźnie przedmiotowej soczewki pośredniej powiększane są przez soczewkę dyfrakcyjną $A_B = \frac{b_B}{q_B}$ razy $\left(A'_B = \frac{b_B}{q_B + \Delta q_B} \right)$ w stosunku do wielkości diagramu leżącego w płaszczyźnie Φ'_0 $/\Phi'_0/$

Ostatecznie, wpływ rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej na zmianę odległości refleksów i ich wielkość, wyprowadzony na podstawie zależności /4.2/ i /4.4/ wynosi:

$$L_\lambda M_0 = L_\lambda L_0 + L_0 M_0 = \lambda \left[f_0 + (g_0 - f_0) \frac{\Delta q_B}{f_0} \right] + 1 \frac{\Delta q_B}{f_0} \quad /4.7a/$$

$$R_\lambda M_0 = M_\lambda M_0 - M_\lambda R_\lambda = \lambda \left[f_0 + (g_0 - f_0) \frac{\Delta q_B}{f_0} \right] - r \frac{\Delta q_B}{f_0} \quad /4.7b/$$

$$M_o R_g = M_o M_g - M_g R_g = g [f_o + (g_o - f_o) \frac{\Delta g_B}{f_o}] + r \frac{\Delta g_B}{f_o} \quad /4.7c/$$

$$M_o L_g = M_o M_g - L_g M_g = g [f_o + (g_o - f_o) \frac{\Delta g_B}{f_o}] - l \frac{\Delta g_B}{f_o} \quad /4.7d/$$

$$L_\lambda R_g = L_\lambda L_g + L_g R_g = (\lambda + g) [f_o + (g_o - f_o) \frac{\Delta g_B}{f_o}] + (1+r) \frac{\Delta g_B}{f_o} \quad /4.7e/$$

$$R_\lambda L_g = R_\lambda R_g - L_g R_g = (\lambda + g) [f_o + (g_o - f_o) \frac{\Delta g_B}{f_o}] - (1+r) \frac{\Delta g_B}{f_o} \quad /4.7f/$$

W równaniach /4.7/ wyrazy zawierające czynniki l , r i $1+r$ są małe w porównaniu z pozostałymi; zatem mogą być zaniedbane. Decydujący wpływ w tych zależnościach odgrywają kąty ugięcia elektronów na preparacie.

4.2. Wpływ rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej w przypadku małych, osiowo położonych preparatów.

Rozpatrzono zmianę położenia refleksów w diagramie dyfrakcyjnym leżącym w płaszczyźnie przedmiotowej Γ_p soczewki pośredniej. Promienie zerowy i g wychodzące z punktu M przecinają płaszczyznę ogniskową obiektywu Φ_o w punktach F_o i F_g , natomiast płaszczyznę Φ'_o w punktach M_o i M_g . W płaszczyźnie Φ_o odległość g -promieni od osi określa równanie /4.1b/:

$$F_o F_g = g f_o$$

Odległość tą w płaszczyźnie Φ'_0 opisuje równanie:

$$M_o M_e = \varrho \left[f_o + \frac{g_o - f_o}{f_o} \Delta g_B \right] \quad /4.8/$$

W płaszczyźnie Γ_p odległość $F_o F_e$ powiększona jest $A_B = \frac{b_B}{g_B}$ razy stąd

$$(F_o F_e)_{\Gamma_p} = \varrho f_o \frac{b_B}{g_B} \quad /4.9/$$

Jeśli w płaszczyźnie Γ_p odwzorowana jest płaszczyzna Φ'_0 , to

$$(M_o M_e)_{\Gamma_p} = \varrho \left[f_o + \frac{g_o - f_o}{f_o} \Delta g_B \right] \cdot \frac{1}{1 + \frac{\Delta g_B}{g_B}} \cdot \frac{b_B}{g_B} \quad /4.10/$$

Porównanie wielkości $(M_o M_e)_{\Gamma_p}$ z $(F_o F_e)_{\Gamma_p}$ daje wyrażenie na niedokładność określania odległości refleksów od centrum obrazu spowodowaną rozogniskowaniem soczewki dyfrakcyjnej. Wynosi ona

$$\frac{(M_o M_e)_{\Gamma_p}}{(F_o F_e)_{\Gamma_p}} = \left[1 + \frac{g_o - f_o}{f_o^2} \Delta g_B \right] \frac{1}{1 + \Delta g_B / g_B} \quad /4.11/$$

Jeśli

$$\frac{\Delta g_B}{g_B} \ll 1$$

to

$$\frac{1}{1 + \frac{\Delta g_B}{g_B}} \approx 1 - \frac{\Delta g_B}{g_B} \quad /4.12/$$

i

$$\frac{(M_o M_e)_{\Gamma_p}}{(F_o F_e)_{\Gamma_p}} \approx 1 + \frac{g_B (g_o - f_o) - f_o^2}{f_o^2} \frac{\Delta g_B}{g_B} - \frac{g_o - f_o}{g_B f_o^2} \Delta g_B^2 \quad /4.13/$$

W równaniu /4.13/ ostatni wyraz jest mały w porównaniu z wyrazem

przedostatnim; można więc go zaniedbać. Wyraz przedostatni wskutek czynnika

$$\frac{g_B (g_0 - f_0) - f_0^2}{f_0^2}$$

jest bardzo wrażliwy na zmiany f_0 spowodowane przemieszczeniem płaszczyzny pierwszego obrazu pośredniego.

Do równania /4.11/ wprowadzono wielkość s , określającą położenie pierwszego obrazu pośredniego /położenie przesłony selekcyjnej/.

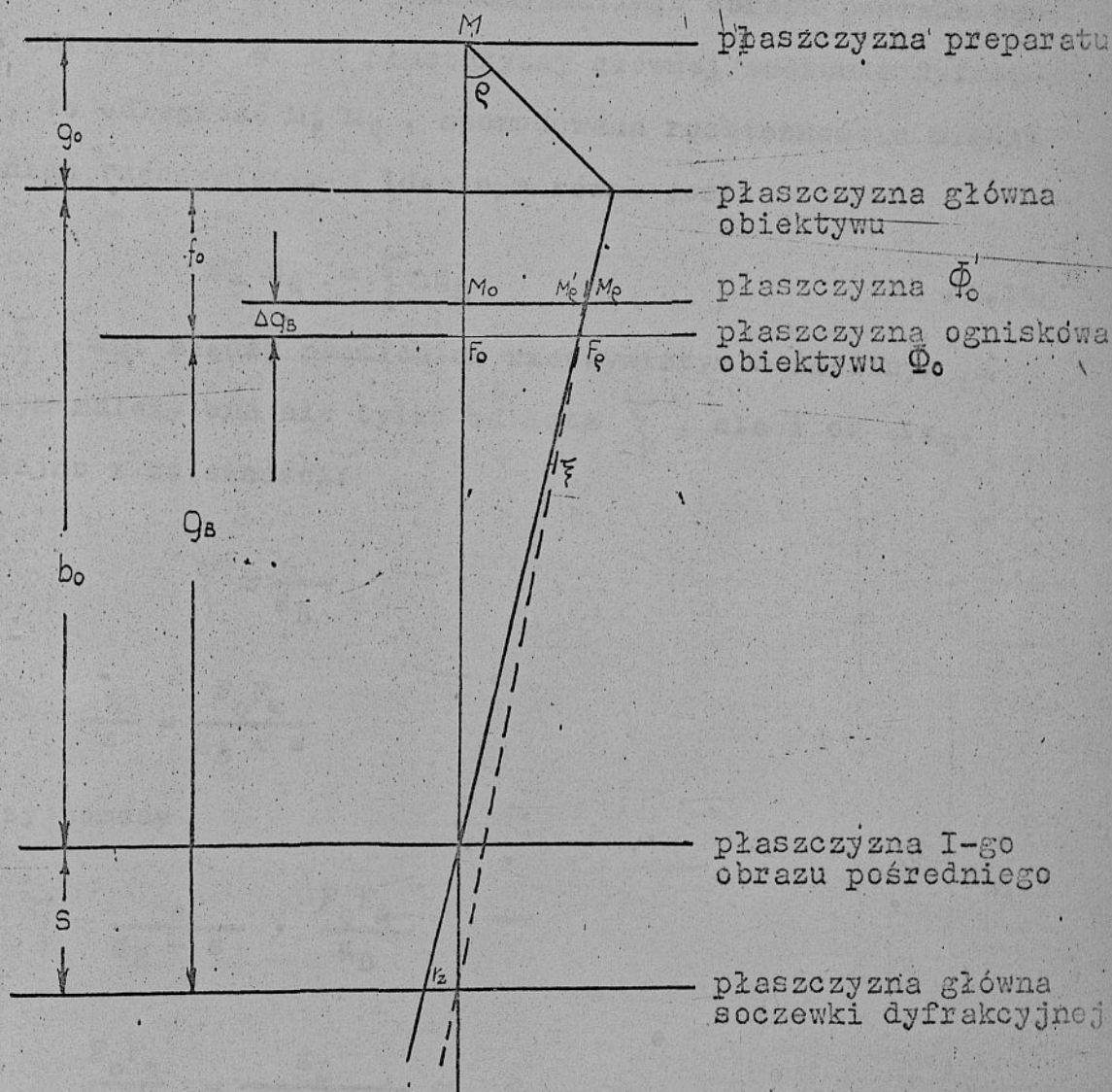
Z rys. 4.1 wynika zależność:

$$\frac{g_0 - f_0}{f_0^2} = \frac{1}{g_0 - f_0} = \frac{1}{g_B - s} \quad /4.14/$$

Przy założeniu, że $\Delta g_B / g_B \ll 1$ i $s < g_B$, /4.11/ przyjmuje postać:

$$\frac{(M_0 M_\xi) \Gamma_P}{(F_0 F_\xi) \Gamma_p} \approx \left(1 + \frac{\Delta g_B}{g_B - s} \right) \left(1 - \frac{\Delta g_B}{g_B} \right) \approx 1 + \frac{s}{g_B - s} \frac{\Delta g_B}{g_B} \quad /4.15/$$

Silną zależność względnej zmiany odległości refleksu od wielkości s /wzór 4.15/ można wyjaśnić na podstawie rys. 4.3.



Rys. 4.3. Schemat służący do wyznaczania zależności względnej zmiany odległości refleksu od wielkości s .

Przez punkt F_0 i punkt środkowy soczewki dyfrakcyjnej prowadzi się linię pomocniczą, która odpowiada przypadkowi idealnemu, w którym płaszczyzna pierwszego obrazu pośredniego Γ_z leży w płaszczyźnie głównej soczewki dyfrakcyjnej, tzn. $s = 0$.

W tym przypadku /przy rozogniskowaniu soczewki dyfrakcyjnej/ nie powinny wystąpić zmiany w odległości refleksów w płaszczyźnie przedmiotowej soczewki pośredniej Γ_P .

Ponieważ w rzeczywistości płaszczyzna I-go obrazu pośredniego leży w odległości s od płaszczyzny głównej soczewki dyfrakcyjnej, to odległość $M'_\xi M_\xi$, spowodowana rozbieżnością między promieniem rzeczywistym a idealnym równa jest:

$$M'_\xi M_\xi = \xi \Delta g_B \quad /4.16/$$

gdzie ξ - kąt między promieniem rzeczywistym a idealnym przy czym zależy ona nie tylko od kąta ξ , ale i od Δg_B . Korzystając z zależności:

$$\xi \approx \frac{r_z}{g_B}$$

$$i \quad \frac{r_z}{s} = \frac{F_o F_\xi}{g_B - s}$$

oraz przy pomocy

$$\xi \approx \frac{s}{g_B - s} \cdot \frac{F_o F_\xi}{g_B}$$

$$i \quad \frac{F_o F_\xi}{M_o M'_\xi} = \frac{g_B}{g_B + \Delta g_B} \approx 1$$

otrzymano

$$\frac{M'_\xi M_\xi}{M_o M'_\xi} = \frac{s}{g_B - s} \frac{\Delta g_B}{g_B} \quad /4.17/$$

Z /4.17/ wynika, że błąd względny spowodowany wpływem kąta jest tym większy, im s jest mniejsze od g_B .

W układzie mikrodyfrakcji pierwszy obraz pośredni preparatu leży w płaszczyźnie przesłony selekcyjnej. Zatem dla mikroskopu EM-301, dla którego

$$s = 24 \text{ mm}, \quad a \\ g_B = 60,7 \text{ mm},$$

względna zmiana odległości refleksu spowodowana wpływem rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej i obliczona na podstawie /4.15/ wynosi

$$\left(\frac{M_o M_e}{F_o F_e} \right)_{\Gamma_p} \approx 1 + 1,07 \cdot 10^{-2} \Delta g_B / \text{mm}$$

Jeżeli badaniom poddano bardzo mały obszar preparatu /średnica $1 \mu\text{m}$ i rozpatrzono promienie wychodzące z jego punktów leżących poza osią, np. L i R, to odległości między promieniem zerowym a danym w płaszczyźnie Φ'_0 określone są równaniami /4.6a/ i /4.6b/ i równe $M_o M_e$. Tak więc rozogniskowanie soczewki dyfrakcyjnej wprowadza do obrazu dyfrakcyjnego zmiany odległości refleksów identyczne dla promieni wychodzących z różnych punktów badanego obszaru. Błędy te określone są równaniem /4.15/

4.3. Wpływ rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej w przypadku dużego obszaru preparatu.

Rozpatrzono zmianę położenia refleksów na elektronogramie punktowym od dużego, na osi scentrowanego obszaru kryształu, na który trafia promień osiowy.

Promienie zerowe przecinają płaszczyznę Φ'_0 /rys. 4.1/ w obrębie

pewnego, małego na osi położonego obszaru, zamiast w punkcie. Promienie wychodzące z punktów L i R pod kątem ϱ przecinają płaszczyznę Φ'_0 w punktach L_ϱ i R_ϱ . Położenie refleksów na obrazie dyfrakcyjnym przy rozogniskowaniu soczewki dyfrakcyjnej zależy od kąta dyfrakcji i od punktu na preparacie, z którego wychodzi promień.

Wykorzystując równania /4.2c/ i /4.4b/, otrzymano wielkość rozszerzenia refleksu na skutek zwiększenia badanego obszaru:

$$\frac{L_\varrho}{M_0} \frac{R_\varrho}{M_\varrho} \approx \frac{L_\varrho}{F_0} \frac{R_\varrho}{F_\varrho} = \frac{(1+r) \Delta g_B}{\varrho f_0^2} \quad /4.18/$$

Z /4.18/ wynika, że maksymalną ostrość refleksu uzyskuje się przy $1+r = 0$.

Niech założenia $\lambda = \varrho$ dotyczy promieni wychodzących z punktu M preparatu, nie dotyczy one natomiast promieni wychodzących z punktu R. Zatem λ - i ϱ -promienie wychodzące z punktu M przecinają płaszczyznę Φ'_0 w równych odległościach od osi:

$M_\lambda M_0 = M_0 M_\varrho$. Na podstawie równań /4.7b/ i /4.7c/ oraz przy założeniu, że $f_0 \gg (g_0 - f_0) \frac{\Delta g_B}{f_0}$ otrzymano /4.19/.

Zależność ta podaje niedokładność jaką wprowadza oddalenie badanego obszaru od osi układu:

$$\frac{R_\lambda M_0}{M_0 R_\varrho} \approx \frac{\lambda f_0 - r \frac{\Delta g_B}{f_0}}{\varrho f_0 + r \frac{\Delta g_B}{f_0}} \approx 1 - \frac{2 r \Delta g_B}{\varrho f_0^2} \quad /4.19/$$

Przeanalizowano również przypadek $\lambda = \varrho$. W tym wypadku

$$M_\lambda M_\varrho = 2 M_0 M_\varrho$$

i

$$F_\lambda F_\varrho = 2 F_0 F_\varrho = 2 \varrho f_0$$

Korzystając z /4.15/ otrzymano:

$$\begin{aligned} (R_\lambda M_o)_{\Gamma_p} + (M_o R_\varrho)_{\Gamma_p} &= (M_\lambda M_\varrho)_{\Gamma_p} = 2(M_o M_\varrho)_{\Gamma_p} \\ &= 2(F_o F_\varrho)_{\Gamma_p} \left[1 + \frac{s \Delta g_B}{g_B(g_B - s)} \right] = F_\lambda F_\varrho \left[1 + \frac{s \Delta g_B}{g_B(g_B - s)} \right] A_B \end{aligned} \quad /4.20/$$

Zależność /4.20/ pozwoliła określić odległość między λ i ϱ -promieniami wychodzącymi z punktu L, względnie M lub R w płaszczyźnie Γ_p :

$$(L_\lambda L_\varrho)_{\Gamma_p} = (M_\lambda M_\varrho)_{\Gamma_p} = (R_\lambda R_\varrho)_{\Gamma_p} = 2 \varrho f_o \frac{s \Delta g_B}{g_B(g_B - s)} A_B \quad /4.21/$$

Z równania tego wynika ważny wniosek. Jeśli w obrębie badanego preparatu ugięte zostały dwa promienie pod równymi, lecz przeciwnymi co do znaku kątami; to w płaszczyźnie Γ_p odległość ich od osi nie zależy od punktu preparatu, na którym zostały ugięte. Oszacowanie błędów, określonych wzorami /4.18/ i /4.19/, przeprowadzono dla mikroskopu EM-301, dla którego:

$$\begin{aligned} f_o &= 4,3 \text{ mm} \\ \varrho &= 0,037 \text{ /U} = 100 \text{ kV, } d = 1\text{\AA}/ \\ l+r &= 0,9615 \text{ } \mu\text{m} \text{ /}\bar{\Phi} = 25 \text{ } \mu\text{m}/ \\ \Delta g_B &= 0,1 \text{ mm} \end{aligned}$$

Zatem

$$\frac{L_\varrho R_\varrho}{M_o M_\varrho} \approx \frac{L_\varrho R_\varrho}{F_o F_\varrho} = 1,4 \cdot 10^{-4}$$

natomiast

$$\frac{R_\lambda M_o}{M_o M_\varrho} \approx 1 - 0,00014 = 0,99986$$

W płaszczyźnie Φ_0 odległość $R_\lambda M_0$ jest 0,007 % mniejsza ,
a $M_0 R_\lambda$ 0,007 % większa od odległości $M_0 M_\lambda$ $\neq M_\lambda M_0$ /.

4.4. Średnica pierścienia dyfrakcyjnego i dobroć obrazu dyfrakcyjnego.

W przypadku małego, osiowo położonego preparatu refleksy są wystarczająco silne także wówczas gdy tylna płaszczyzna ogniskowa obiektywu Φ_0 nie jest dokładnie odwzorowana w płaszczyźnie Γ_p . Obraz dyfrakcyjny od większego obszaru ma ostre refleksy tylko wówczas, gdy płaszczyzna Φ_0 jest odwzorowana w płaszczyźnie Γ_p , ponieważ wiązka promieni elektronowych, która została ugięta pod danym kątem, tylko w tej płaszczyźnie ma bardzo mały przekrój.

Korzystając z rys. 4.1 zauważono, że

$$\frac{L_\lambda R_\lambda + L_\lambda L_\lambda}{2} = M_\lambda M_\lambda$$

Dzięki równaniu /4.15/ otrzymano:

$$\begin{aligned} \frac{(L_\lambda R_\lambda)_{\Gamma_p} + (R_\lambda L_\lambda)_{\Gamma_p}}{2} &= (M_\lambda M_\lambda)_{\Gamma_p} = \\ &= (F_\lambda F_\lambda)_{\Gamma_p} \left[1 + \frac{s \Delta \xi_B}{\xi_B (\xi_B - s)} \right] = (\lambda + \epsilon) f_0 \left[1 + \frac{s \Delta \xi_B}{\xi_B (\xi_B - s)} \right]_{A_B} \end{aligned} \quad /4.22/$$

Wynik ten jest korzystny przy pomiarze średnic pierścieni Debye'a - Scherrera.

Jeśli podstawić $\lambda = \varrho$, to otrzyma się średnią średnicę ϱ - promienia w płaszczyźnie Γ_P :

$$(D_\varrho)_{\Gamma_P} = 2\varrho f_o \left[1 + \frac{s\Delta g_B}{g_B(g_B-s)} \right] A_B \quad /4.23/$$

Założono dalej, że na rys. 4.1 punkty L i R leżą na krańcach kołowo oświetlonego obszaru preparatu. W płaszczyźnie $\bar{\Phi}'_o$, zgodnie z równaniem /4.2c/ szerokość pierścienia dyfrakcyjnego utworzonego przez ϱ - promienie równa jest

$$\Delta R_o = L_\varrho R_\varrho = (1+r) \frac{\Delta g_B}{f_o}$$

Dlatego też dobroć obrazu dyfrakcyjnego przyjmuje postać:

$$D = \frac{\Delta R_o}{R_o} = \frac{(1+r)}{\varrho} \frac{\Delta g_B}{f_o^2} \quad /4.24/$$

Z zależności tej wynika, że maksymalną dobroć obrazu otrzymuje się dla $1+r = 0$.

Oszacowanie wielkości parametru D przeprowadzono na podstawie danych dla mikroskopu EM-301; dla którego

$$f_o = 4,3 \text{ mm}$$

$$\Delta g_B = 0,2 \text{ mm}$$

Wielkości $1+r$ podano w tabeli 4.I, natomiast kąty ugięcia wiązki elektronów o długości fali λ na strukturze o wymiarze $1 \text{ \AA}$ - w tabeli 4.II.

Tab. 4.I. Wielkości wyselekcjonowanych do dyfrakcji
obszarów preparatu.

$l+r [\mu m]$	$\Phi [\mu m]$
0,9615	25
0,2692	85
6,2692	163
0,9615	285

Tab. 4.II. Kąty ugięcia elektronów o długości fali λ
na strukturze o wymiarze $1 \text{ \AA}$.

$\lambda [\text{\AA}]$	φ
0,037	0,037
0,042	0,042
0,049	0,049
0,06	0,06

Dobroci obrazu obliczono według wzoru /4.24/ zebrano w tabelach 4.III i 4.IV.

Tab. 4.III. Zależność dobroci obrazu dyfrakcyjnego od średnicy przesłony selekcyjnej dla dwóch wartości napięć przyspieszających.

$\Phi [\mu m]$	$\frac{\Delta R_0}{R_0} \times 10^{-3}$	
	U=100 kV	U=80 kV
25	0,281	0,247
85	0,9555	0,8418
163	1,8324	1,6143
285	3,204	2,8225

Tab. 4.IV. Zależność dobroci obrazu dyfrakcyjnego od napięcia przyspieszającego dla dwóch wartości średnicy przesłony selekcyjnej $\bar{\Phi} = 85, \mu\text{m}$ i $\bar{\Phi} = 163, \mu\text{m}$.

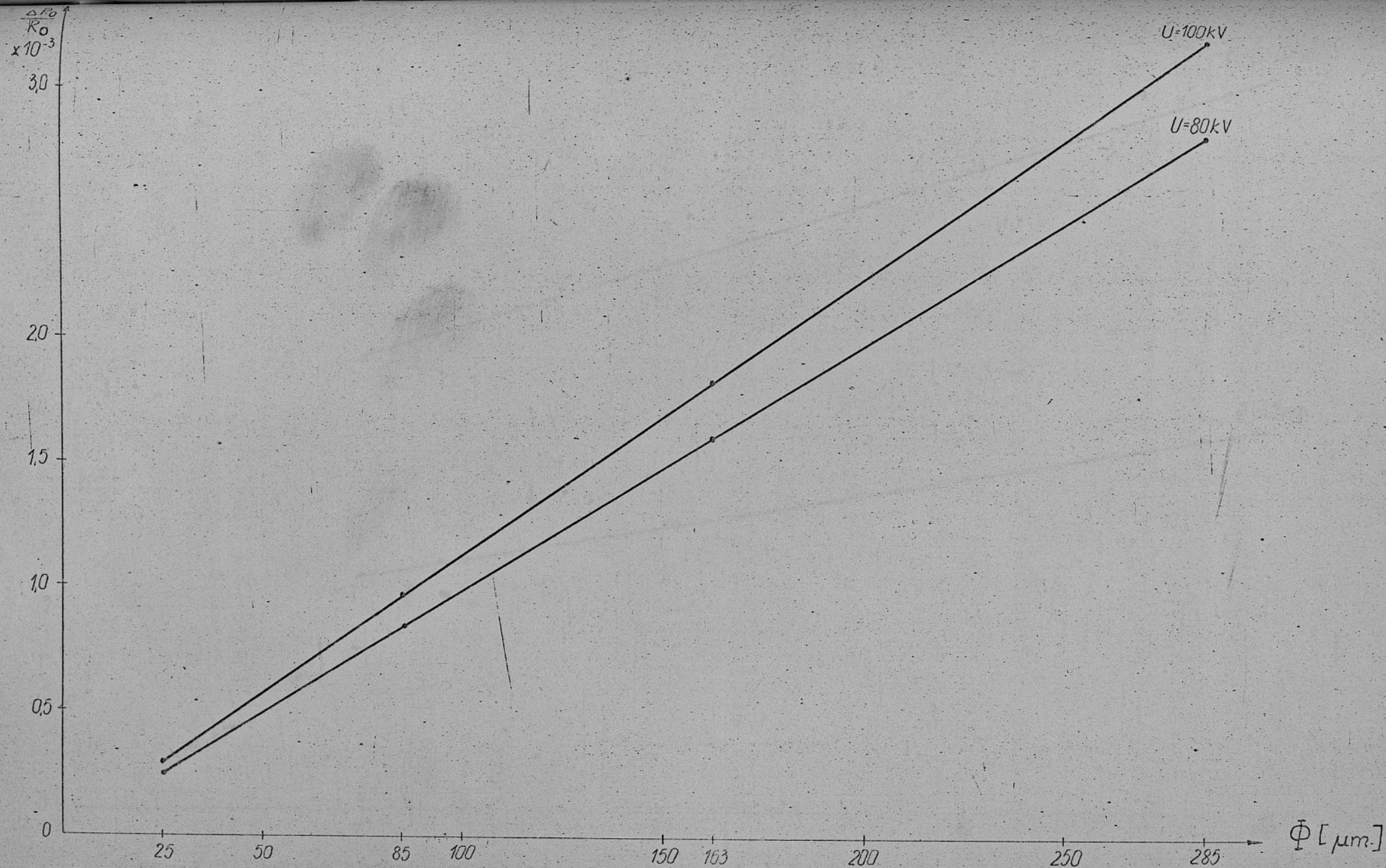
U [kV]	$\bar{\Phi} = 85, \mu\text{m}$	$\bar{\Phi} = 163, \mu\text{m}$
100	$0,9557 \times 10^{-3}$	$1,837 \times 10^{-3}$
80	$0,8419 \times 10^{-3}$	$1,6145 \times 10^{-3}$
60	$0,7216 \times 10^{-3}$	$1,3839 \times 10^{-3}$
40	$0,5893 \times 10^{-3}$	$1,1302 \times 10^{-3}$

Ilustracją tabel 4.III i 4.IV są wykresy przedstawione na rys. 4.4 i 4.5.

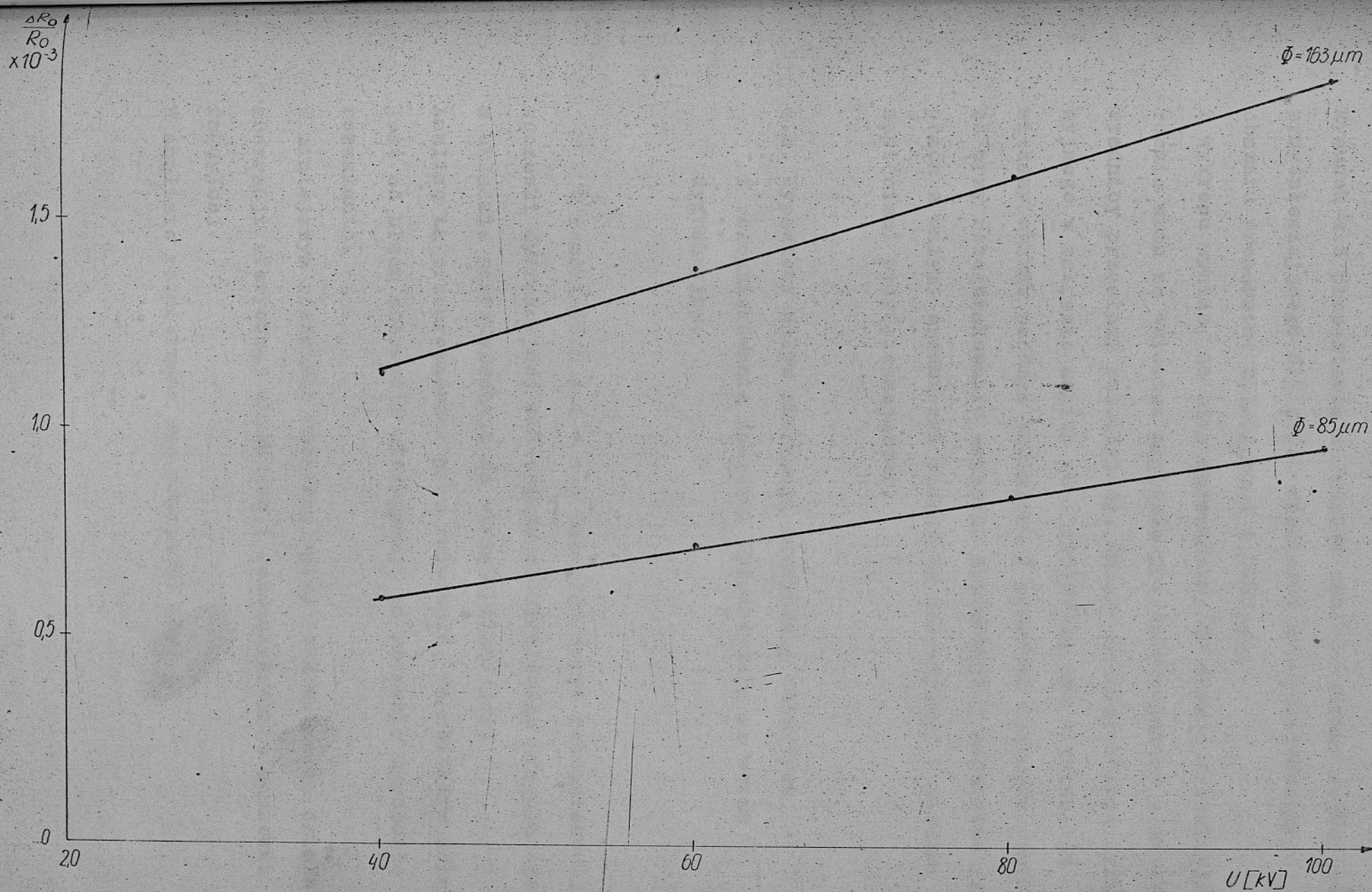
Rysunek 4.4. przedstawia zależność dobroci obrazu dyfrakcyjnego od wielkości średnicy przesłony selekcyjnej dla dwóch wartości napięcia przyspieszającego $U = 100 \text{ kV}$ i $U = 80 \text{ kV}$.

Jeśli więc soczewka dyfrakcyjna zogniskowana jest na płaszczyznę leżącą w odległości Δg_B od płaszczyzny $\bar{\Phi}_0$ /tylna płaszczyzna ogniskowa obiektywu/, to ze wzrostem wielkości obszaru preparatu rośnie błąd wprowadzany do obrazu dyfrakcyjnego. Wzrost błędu następuje również ze wzrostem napięcia przyspieszającego.

Przy czym praca mikroskopu z małymi średnicami przesłony selekcyjnej praktycznie zapewnia stałość dobroci obrazu dyfrakcyjnego przy wzroście napięcia przyspieszającego /rys. 4.4/.



Rys. 4.4. Dobroć obrazu dyfrakcyjnego przy uwzględnieniu wpływu rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej ($\Delta g_B = 0,2 \text{ mm}$) od średnicy przesłony selekcyjnej dla różnych wartości napięcia przyspieszającego /wg wzoru /4.24//.



Rys. 4.5. Dobroć obrazu dyfrakcyjnego przy uwzględnieniu wpływu rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej $\Delta g_B = 0,2 \text{ mm}$ od napięcia przyspieszającego dla różnych wartości średnicy przesłony selekcyjnej /wg wzoru /4.24//.

Rysunek 4.5 przedstawia zależność dobroci obrazu od napięcia przyspieszającego dla dwóch wielkości wyselekcjonowanego obszaru preparatu: $3,2692/\mu\text{m}$ i $6,2692/\mu\text{m}$.

Z wykresu wynika, że błąd wprowadzany do obrazu dyfrakcyjnego rośnie wraz ze wzrostem napięcia przyspieszającego i wielkości średnicy przesłony selekcyjnej. Zmiany dobroci obrazu dyfrakcyjnego w zakresie napięć $40 + 100[\text{kV}]$ są tym większe, im większy obszar poddano badaniom. Z podanych wykresów wynika, że przy rozogniskowaniu soczewki dyfrakcyjnej korzystna jest praca z małymi średnicami przesłony selekcyjnej i niskimi napięciami przyspieszającymi.

4.5. Wypadkowy wpływ aberracji sferycznej obiektywu i rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej na obraz dyfrakcyjny.

W rozdziałach 4.1 + 4.4 omówiono wpływ rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej mikroskopu elektronowego pracującego w układzie mikrodyfrakcji na obraz dyfrakcyjny.

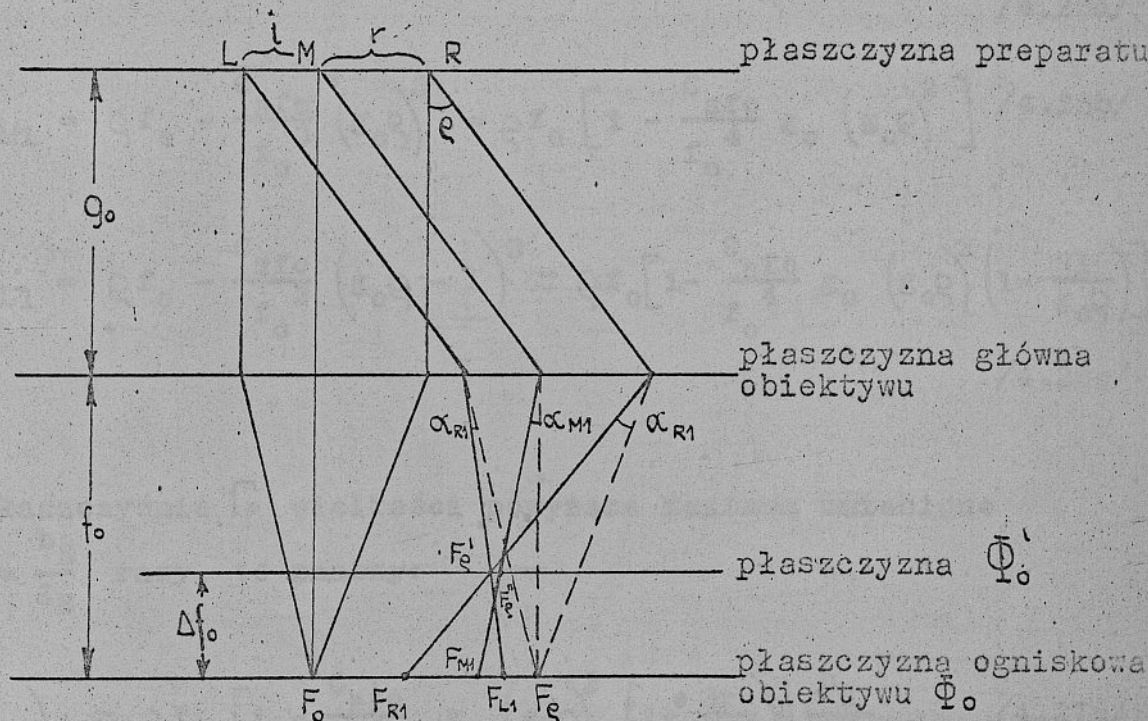
Analizę tą przeprowadzono przy założeniu, że obiektyw wolny jest od błędu aberracji sferycznej, co znacznie uprościło rozważania.

W niniejszym rozdziale omówiono wpływ jednoczesnego działania aberracji sferycznej obiektywu i rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej.

W analizie rozpatrzono dwa przypadki gdy:

- a/ płaszczyzna pozaogniskowa obrazu dyfrakcyjnego Φ'_0 pokrywa się z płaszczyzną krążka najmniejszego przekroju,
 b/ płaszczyzna pozaogniskowa obrazu dyfrakcyjnego Φ'_0 leży powyżej lub poniżej płaszczyzny krążka najmniejszego przekroju.

Bieg promieni wychodzących z punktów L, M i R preparatu pod kątem ϱ przedstawiono na rys. 4.6. Promienie te przecinają płaszczyznę ogniskową obiektywu Φ_0 w punktach F_{L1} , F_{M1} i F_{R1} , natomiast płaszczyznę Φ'_0 w punktach F'_e i F''_e .



Rys. 4.6. Bieg promieni elektronowych w obiektywie.

Linia przerywana - bieg promieni w soczewce bezaberracyjnej, linia ciągła - bieg promieni w soczewce obciążonej aberracją sferyczną.

Odległość Q -promieni od osi układu w płaszczyźnie Φ_0 dana jest równaniami:

$$F_o F_{R1} = F_o F_\xi - F_{R1} F_\xi \quad /4.25a/$$

$$F_o F_{M1} = F_o F_\xi - F_{M1} F_\xi \quad /4.25b/$$

$$F_o F_{L1} = F_o F_\xi - F_{L1} F_\xi , \quad /4.25c/$$

które można przedstawić w postaci:

$$F_o F_{R1} = \xi f_o - \frac{C_{sfo}}{f_o^3} (g_o \xi + r)^3 \approx \xi f_o \left[1 - \frac{C_{sfo}}{f_o^4} g_o (g_o \xi)^2 \left(1 + \frac{3r}{g_o \xi} \right) \right] \quad /4.26a/$$

$$F_o F_{M1} = \xi f_o - \frac{C_{sfo}}{f_o^3} (g_o \xi)^3 = \xi f_o \left[1 - \frac{C_{sfo}}{f_o^4} g_o (g_o \xi)^2 \right] \quad /4.26b/$$

$$F_o F_{L1} = \xi f_o - \frac{C_{sfo}}{f_o^3} (g_o \xi - 1)^3 \approx \xi f_o \left[1 - \frac{C_{sfo}}{f_o^4} g_o (g_o \xi)^2 \left(1 - \frac{31}{g_o \xi} \right) \right] \quad /4.26c/$$

W płaszczyźnie Γ_p wielkości powyższe zostaną zmienione

$A_B = \frac{b_B}{g_B}$ razy, to znaczy:

$$(F_o F_{R1})_{\Gamma_p} \approx \xi f_o \left[1 - \frac{C_{sfo}}{f_o^4} g_o (g_o \xi)^2 \left(1 + \frac{3r}{g_o \xi} \right) \right] \frac{b_B}{g_B} \quad /4.27a/$$

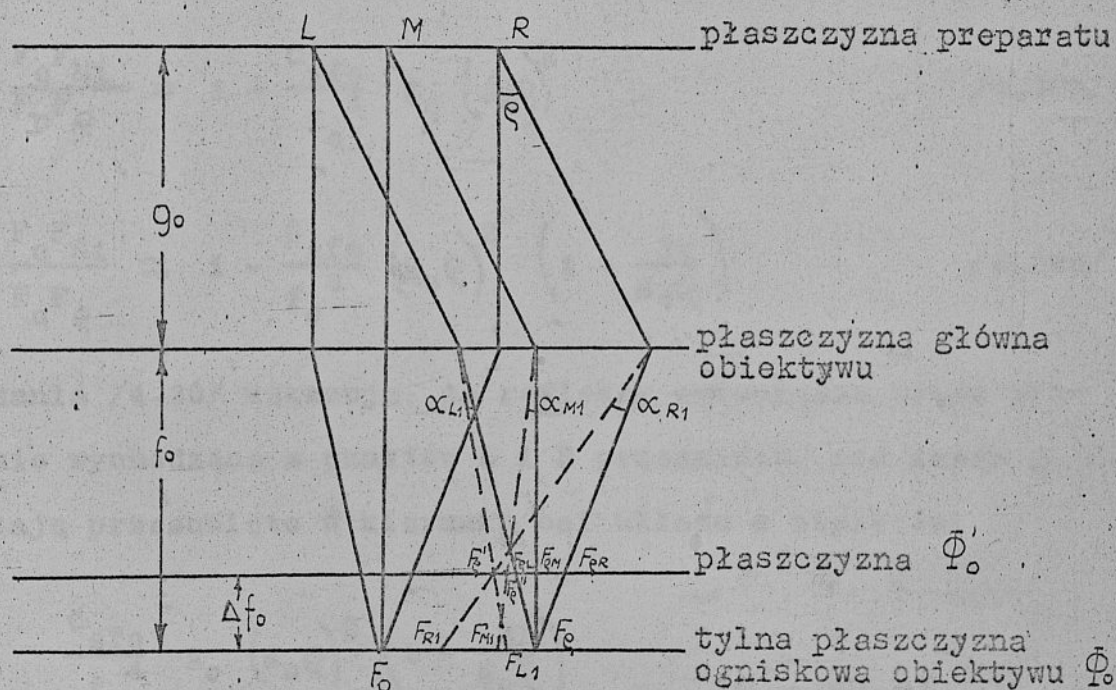
$$(F_o F_{M1})_{\Gamma_p} = \xi f_o \left[1 - \frac{C_{sfo}}{f_o^4} g_o (g_o \xi)^2 \right] \frac{b_B}{g_B} \quad /4.27b/$$

$$(F_o F_{L1})_{\Gamma_p} \approx \xi f_o \left[1 - \frac{C_{sfo}}{f_o^4} g_o (g_o \xi)^2 \left(1 - \frac{31}{g_o \xi} \right) \right] \frac{b_B}{g_B} \quad /4.27c/$$

Wielkość tego przesunięcia zależy od stałej aberracji sferycznej obiektywu C_{sfo} , od kąta, pod którym elektrony opuszczają preparat, a dla punktów preparatu, oddległych od osi, dodatkowo jeszcze od odległości tych punktów od osi.

Zatem na skutek aberracji sferycznej obiektywu, promienie te, w tylnej płaszczyźnie ogniskowej obiektywu utworzą krążek rozproszenia o średnicy $F_{R1} F_{L1}$.

Przypadek a/ analizy, dla którego płaszczyzna pozaogniskowa obrazu dyfrakcyjnego pokrywa się z płaszczyzną krążka najmniejszego przekroju, wynikająca z aberracji sferycznej obiektywu przedstawiony jest schematycznie na rys. 4.7.



Rys. 4.7. Schemat służący do wyznaczania wypadkowego wpływu aberracji sferycznej obiektywu i rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej /przypadek $\Delta g_B = \Delta f_0$ /.

Z rysunku 4.7. wynika, że wielkość krążka rozproszenia powstającego w płaszczyźnie Φ_0' , równa jest:

Krażek rozproszenia w płaszczyźnie Φ_0 ma wielkość:

$$\left(F_{R1}F_{L1}\right)_{\Gamma_p} \approx \frac{3C_{sfo}}{f_o^3} (g_o \varrho)^2 (r+1) \frac{b_B}{g_B} \quad /4.28/$$

Zestawienie wielkości $F_o F_{L1}$, $F_o F_{M1}$, $F_o F_{R1}$ z $F_o F_{\varrho}$ daje niedokładność z jaką odwzorowane są wielkości /4.27/.

Ponieważ

$$\left(F_o F_{\varrho}\right)_{\Gamma_p} = \varrho f_o \frac{b_B}{g_B}, \quad /4.29/$$

to

$$\frac{F_o F_{L1}}{F_o F_{\varrho}} \approx 1 - \frac{C_{sfo}}{f_o^4} g_o (g_o \varrho)^2 \left(1 - \frac{3l}{g_o \varrho}\right) \quad /4.30a/$$

$$\frac{F_o F_{M1}}{F_o F_{\varrho}} = 1 - \frac{C_{sfo}}{f_o^4} g_o (g_o \varrho)^2 \quad /4.30b/$$

$$\frac{F_o F_{R1}}{F_o F_{\varrho}} \approx 1 - \frac{C_{sfo}}{f_o^4} (g_o \varrho)^2 \left(1 + \frac{3r}{g_o \varrho}\right) \quad /4.30c/$$

Równania /4.30/ wskazują, że refleksy wytworzone przez promienie wychodzące z punktów L i R przedmiotu pod kątem ϱ zostają przesunięte w kierunku osi układu o wielkości

$$\frac{C_{sfo}}{f_o^4} g_o (g_o \varrho)^2 \left(1 - \frac{3l}{g_o \varrho}\right)$$

$$\frac{C_{sfo}}{f_o^4} g_o (g_o \varrho)^2 \left(1 + \frac{3r}{g_o \varrho}\right)$$

natomiast promienie wychodzące z osi układu elektrooptycznego o wartość

$$\frac{C_{sfo}}{f_o^4} g_o (g_o \varrho)^2$$

$$F_{\xi}' F_{\xi}'' = F_o F_{\xi}'' - F_o F_{\xi}' \quad /4.31/$$

gdzie

$$F_o F_{\xi}' = F_o F_{\xi R} - F_{\xi R} F_{\xi}'$$

$$F_o F_{\xi}'' = F_o F_{\xi M} - F_{\xi}'' F_{\xi M}$$

Założono, że:

$$F_o F_{\xi M} = F_o F_{\xi} = \varrho f_o \quad /4.32/$$

natomiast

$$F_{\xi M} F_{\xi R} = r \frac{\Delta g_B}{f_o} = r \frac{\Delta f_o}{f_o} \quad /4.33/$$

$$F_{\xi R} F_{\xi}' = \alpha_{R1} (f_o - \Delta f_o) = \frac{c_{sfo} (g_o \varrho + r)^3}{f_o^4} (f_o - \Delta f_o) \quad /4.34/$$

$$F_{\xi}'' F_{\xi M} = \alpha_{M1} (f_o - \Delta f_o) = \frac{c_{sfo}}{f_o^4} (g_o \varrho)^3 (f_o - \Delta f_o) \quad /4.35/$$

Ostatecznie wielkość krążka rozproszenia wyrażona za pomocą parametrów soczewki obiektywowej przyjmuje postać:

$$F_{\xi}' F_{\xi}'' \approx \frac{3c_{sfo}}{f_o^3} (g_o \varrho)^2 r \left[1 + \frac{r}{g_o \varrho} \right] \left(1 - \frac{\Delta f_o}{f_o} \right) - r \frac{\Delta f_o}{f_o} \quad /4.36/$$

Wyrażenia

$$\frac{F_o F_{\xi}'}{F_o F_{\xi}} \approx 1 - \frac{c_{sfo}}{f_o^4} g_o (g_o \varrho)^2 \left(1 + \frac{3r}{g_o \varrho} \right) \left(1 - \frac{\Delta f_o}{f_o} \right) + \frac{r}{\varrho f_o^2} \Delta f_o \quad /4.37/$$

$$1 - \frac{F_o F_{\xi}''}{F_o F_{\xi}} \approx 1 - \frac{c_{sfo}}{f_o^4} g_o (g_o \varrho)^2 \left(1 - \frac{\Delta f_o}{f_o} \right) \quad /4.38/$$

określają zmianę odległości refleksów od centrum elektronogramu, wywołaną wypadkowym wpływem aberracji sferycznej obiektywu i rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej.

Natomiast równanie

$$\frac{F'_s F''_s}{F_o F_s} \approx \frac{3C_{sfo}}{f_o^4} (g_o Q) g_o r \left(1 + \frac{r}{g_o Q}\right) \left(1 - \frac{\Delta f_o}{f_o}\right) - \frac{r \Delta f_o}{Q f_o^2} \quad /4.39/$$

charakteryzuje dobroć obrazu dyfrakcyjnego wytworzonego przez soczewkę obiektywową, a odwzorowywanego przez rozogniskowaną soczewkę dyfrakcyjną.

W zależności /4.39/ wygodnie jest wyróżnić trzy człony, a mianowicie

$$a/ \quad \frac{3C_{sfo}}{f_o^4} (g_o Q) g_o r \left(1 + \frac{r}{g_o Q}\right)$$

$$b/ \quad \frac{r \Delta f_o}{Q f_o^2}$$

$$c/ \quad \frac{3C_{sfo}}{f_o^4} (g_o Q) g_o r \left(1 + \frac{r}{g_o Q}\right) \frac{\Delta f_o}{f_o}$$

Człon a/ odpowiedzialny jest za aberrację sferyczną obiektywu, człon /b/ - za rozogniskowanie soczewki dyfrakcyjnej, natomiast człon ostatni - za wypadkowy wpływ aberracji sferycznej i rozogniskowania. Wielkości tych błędów wyliczono dla mikroskopu EM-301, dla którego

$$C_{sfo} = 3,4 \text{ mm},$$

$$f_o = 4,3 \text{ mm},$$

$$g_o = 4,5 \text{ mm},$$

$$\varrho = 0,037 \quad /U=100 \text{ kV}, d = 1 \text{ \AA}/,$$

$$\Delta f_0 = 0,11 \text{ mm} \quad 1.$$

$$r = 0,4807 \cdot 10^{-3} \text{ mm}$$

są następujące:

$$d/ \frac{3C_{sfo}}{f_0^4} (g_0 \varrho) g_0 r \left(1 + \frac{r}{g_0 \varrho} \right) = 1,07 \cdot 10^{-5}$$

$$e/ \frac{r \Delta f_0}{\varrho f_0^2} = 7,71 \cdot 10^{-5}$$

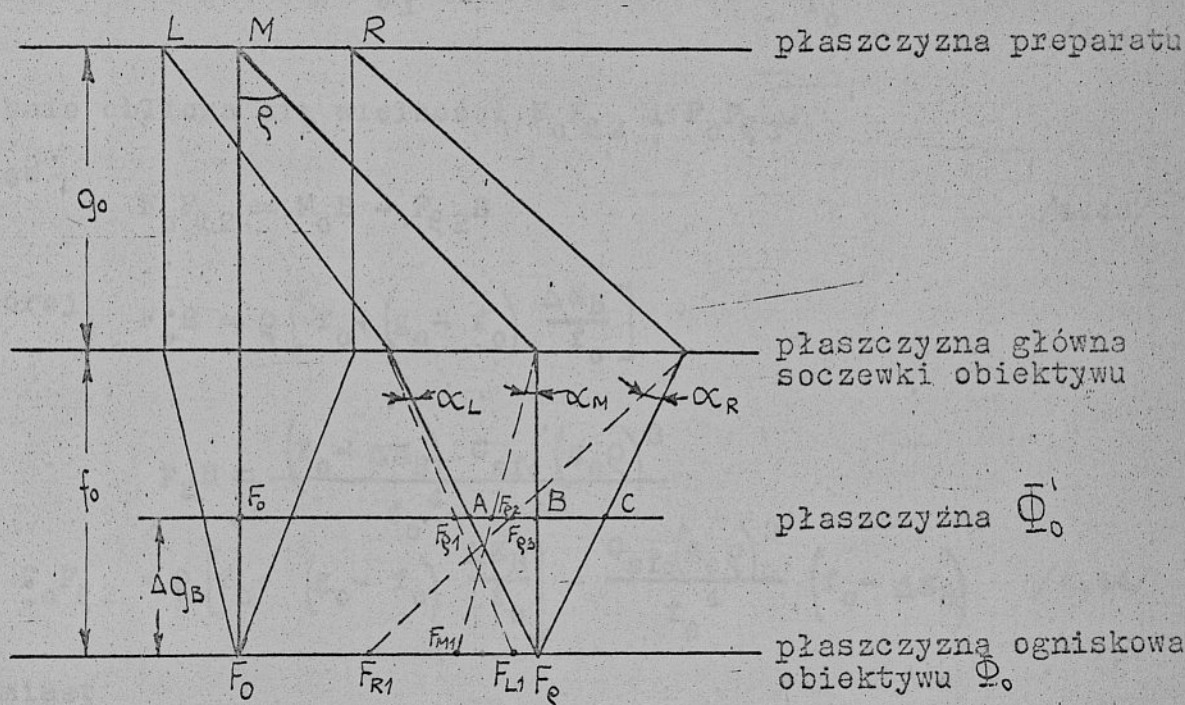
$$f/ \frac{3C_{sfo}}{f_0^4} (g_0 \varrho) g_0 r \left(1 + \frac{r}{g_0 \varrho} \right) \frac{\Delta f_0}{f_0} = 2,72 \cdot 10^{-7}$$

Człon $f/$ w dalszych rozważaniach ze względu na jego iloczynową postać /błąd wyższego rzędu/ można pominąć.

Z wykonanych obliczeń wynika, że w płaszczyźnie krążka najmniejszego rozproszenia decydujący błąd wprowadza rozogniskowanie soczewki dyfrakcyjnej.

Po rozważeniu przypadku $\Delta g_B = \Delta f_0$, w celu uogólnienia zagadnienia, należy rozpatrzyć również sytuację, w której $\Delta g_B \neq \Delta f_0$. Pomocnym tu będzie rys. 4.8.

Promienie wychodzące z punktów L, M i R preparatu pod kątem ϱ przecinają płaszczyznę ogniskową obiektywu Φ_0 w punktach F_{R1} , F_{M1} i F_{L1} , natomiast płaszczyznę Φ'_0 w punktach $F_{\varrho 1}$, $F_{\varrho 2}$ i $F_{\varrho 3}$.



Rys. 4.8. Schemat służący do wyznaczania wypadkowego wpływu aberracji sferycznej obiektywu i rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej /przypadek $\Delta g_B \neq \Delta f_0$ /.

Z rysunku 4.8 wynika, że odległość F_0A równa jest:

$$F_0A = g \left[f_0 + (g_0 - f_0) \frac{\Delta g_B}{f_0} \right] - 1 \frac{\Delta g_B}{f_0} \quad /4.40/$$

Natomiast odległość punktu $F_{\epsilon 1}$ od osi układu można wyrazić jako:

$$F_0F_{\epsilon 1} = F_0A - F_{\epsilon 1}A \quad /4.41/$$

Ponieważ

$$F_{\epsilon 1}A = (f_0 - \Delta g_B) \alpha_{L1}$$

$$i \quad \alpha_{L1} = c_{sfo} \frac{(g_0 g - 1)^3}{f_0^4}$$

to

$$F_0 F_{\xi 1} = \varrho \left[f_0 + (g_0 - f_0) \frac{\Delta g_B}{f_0} \right] - 1 \frac{\Delta g_B}{f_0} - \frac{(f_0 - \Delta g_B) C_{sfo} (g_0 \varrho - 1)^3}{f_0^4}$$

/4.42/

Podobnie oblicza się wielkości $F_0 F_{\xi 2}$ i $F_0 F_{\xi 3}$.

A więc

$$F_0 F_{\xi 2} = F_0 B - F_{\xi 2} B$$

/4.43/

w której

$$F_0 B = \varrho \left[f_0 + (g_0 - f_0) \frac{\Delta g_B}{f_0} \right]$$

i

$$F_2 B = \frac{(f_0 - \Delta g_B) C_{sfo} (g_0 \varrho)^3}{f_0^4}$$

stąd

$$F_0 F_{\xi 2} = \varrho \left[f_0 + (g_0 - f_0) \frac{\Delta g_B}{f_0} \right] - \frac{C_{sfo} (g_0 \varrho)^3}{f_0^4} (f_0 - \Delta g_B) \quad /4.44/$$

Natomiast

$$F_0 F_{\xi 3} = F_0 C - F_{\xi 3} C$$

gdzie

$$F_0 C = \varrho \left[f_0 + (g_0 - f_0) \frac{\Delta g_B}{f_0} \right] + r \frac{\Delta g_B}{f_0}$$

i

$$F_{\xi 3} C = (f_0 - \Delta g_B) \alpha_{R1}$$

stąd

$$F_0 F_{\xi 3} = \varrho \left[f_0 + (g_0 - f_0) \frac{\Delta g_B}{f_0} \right] + r \frac{\Delta g_B}{f_0} - (f_0 - \Delta g_B) \frac{C_{sfo}}{f_0^4} (g_0 \varrho + r)^3$$

/4.45

Wielkość krążka rozproszenia w płaszczyźnie Φ_0' równa jest

zatem:

$$F_{\xi 1} F_{\xi 3} = F_0 F_{\xi 3} - F_0 F_{\xi 1}$$

i wynosi

$$F_{\xi 1} F_{\xi 3} = \frac{\Delta g_B}{f_0} (r+1) + \frac{C_{sfo}}{f_0^4} (f_0 - \Delta g_B) \left[(g_0 \varrho - 1)^3 - (g_0 \varrho + r)^3 \right] \quad /4.46/$$

W płaszczyźnie obrazowej soczewki dyfrakcyjnej wielkości te zmieniają się $A_B = \frac{b_B}{g_B + \Delta g_B}$ razy.

W tym przypadku błędy wprowadzane do obrazu dyfrakcyjnego przez aberrację sferyczną obiektywu i rozogniskowanie soczewki dyfrakcyjnej mają postać:

$$\frac{F_o F_{\varrho 1}}{F_o F_{\varrho}} \approx 1 + (g_o - f_o) \frac{\Delta g_B}{f_o^2} - 1 \frac{\Delta g_B}{\varrho f_o^2} - \frac{C_{sfo} (g_o \varrho)^3 \left(1 - \frac{31}{g_o \varrho} (f_o - \Delta g_B)\right)}{\varrho f_o^5} \quad /4.47/$$

$$\frac{F_o F_{\varrho 2}}{F_o F_{\varrho}} = 1 + (g_o - f_o) \frac{\Delta g_B}{f_o^2} - \frac{C_{sfo} (g_o \varrho)^2 g_o}{f_o^5} (f_o - \Delta g_B) \quad /4.48/$$

$$\frac{F_o F_{\varrho 3}}{F_o F_{\varrho}} \approx 1 + (g_o - f_o) \frac{\Delta g_B}{f_o^2} + r \frac{\Delta g_B}{\varrho f_o^2} - \frac{C_{sfo} (g_o \varrho)^2 g_o \left(1 + \frac{3r}{g_o \varrho} (f_o - \Delta g_B)\right)}{f_o^5} \quad /4.49/$$

natomiast dobroć obrazu dyfrakcyjnego określona jest zależnością:

$$\boxed{\frac{F_{\varrho 1} F_{\varrho 3}}{F_o F_{\varrho}} \approx (r+1) \left[\frac{\Delta g_B}{\varrho f_o^2} - \frac{3C_{sfo} (g_o \varrho) g_o}{f_o^5} (f_o - \Delta g_B) \right]} \quad /4.50/$$

Podobnie jak poprzednio prawą stronę równania /4.50/ można rozpisać na trzy człony

- a/ $3(r+1) \frac{C_{sfo}}{f_o^4} (g_o \varrho) g_o$, który charakteryzuje wpływ aberracji sferycznej obiektywu,
- b/ $(r+1) \frac{\Delta g_B}{\varrho f_o^2}$, który odpowiedzialny jest za rozogniskowanie soczewki dyfrakcyjnej,

$$c/ \frac{3C_{sfo} (g_o Q) g_o (r+1) \Delta g_B}{f_o^5}, \text{ cz\u0142on iloczynowy.}$$

Podstawienie danych dla mikroskopu EM-301, daje nast\u0119puj\u0105ce warto\u015bci:

$$d/ \frac{3(r+1) C_{sfo} (g_o Q) g_o}{f_o^4} = 2,14 \cdot 10^{-5}$$

$$e/ \frac{(r+1) \Delta g_B}{Q f_o^2} = 28,1 \cdot 10^{-5}$$

$$f/ \frac{3C_{sfo} (g_o Q) g_o (r+1) \Delta g_B}{f_o^5} = 9 \cdot 10^{-7}$$

Cz\u0142on f/ mo\u017ana zaniedba\u0107.

Wyniki otrzymane dla przypadk\u00f3w: $\Delta f_o = \Delta g_B$ oraz $\Delta f_o \neq \Delta g_B$ zebrane zosta\u0142y w tabeli 4.V.

Tab. 4.V. Wp\u0142yw aberracji sferycznej obiektywu i rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej na obraz dyfrakcyjny.

	aberracja sferyczna obiektywu	rozogniskowanie socz. dyfr.	cz\u0142on iloczynowy
$\Delta f_o = \Delta g_B$	$1,07 \cdot 10^{-5}$	$7 \cdot 10^{-5}$	$2,92 \cdot 10^{-7}$
$\Delta f_o \neq \Delta g_B$	$2,14 \cdot 10^{-5}$	$28 \cdot 10^{-5}$	$9 \cdot 10^{-7}$

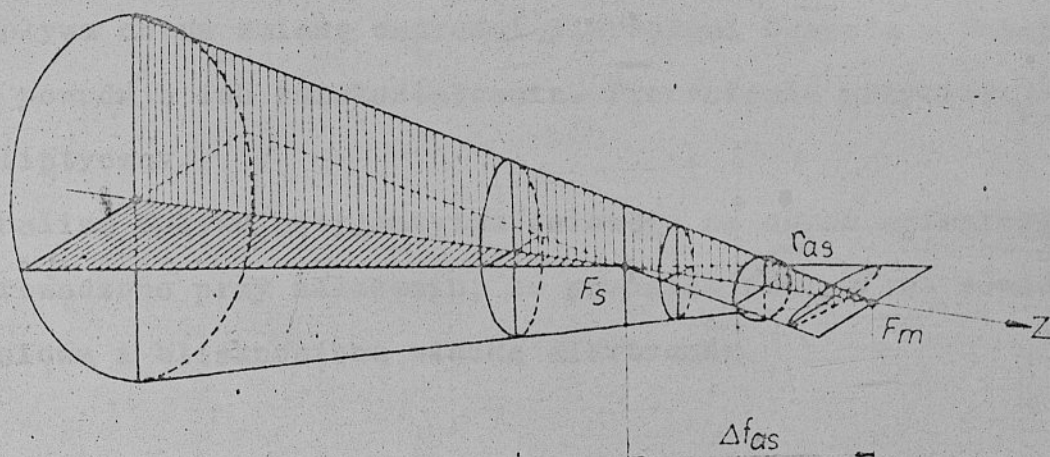
Z oblicze\u0144 wynika, \u017ce po przekroczeniu p\u0142aszczyzny kr\u0105\u017cka najmniejszego rozproszenia ro\u015bnie wp\u0142yw aberracji sferycznej obiektywu i rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej.

Błąd wynikający z aberracji sferycznej obiektywu wykazuje niewielki wzrost $/1,07 \cdot 10^{-5} \rightarrow 2,14 \cdot 10^{-5}/$ w porównaniu ze zmianą błędu wprowadzonego przez soczewkę dyfrakcyjną $/7 \cdot 10^{-5} \rightarrow 28 \cdot 10^{-5}/$. Poza tym, jeśli rozpatruje się płaszczyznę krążka najmniejszego rozproszenia to wpływ obu błędów na obraz dyfrakcyjny jest praktycznie porównywalny, natomiast w płaszczyźnie Φ_0 wpływ błędu wynikającego z rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej jest o rząd większy od wpływu aberracji sferycznej obiektywu.

5. WPLYW ASTYGMATYZMU OSIOWEGO SOCZEWEK NA OBRAZ DYFRAKCYJNY.

Spośród błędów obrazu soczewek elektronowych rozróżnia się dwa rodzaje astygmatyzmu: astygmatyzm wiązek ukośnych oraz tzw. astygmatyzm osiowy.

Pierwszy z nich jest jednym z błędów obrazu trzeciego rzędu, który występuje przy soczewkach elektronowych o idealnej symetrii obrotowej, gdy punkt przedmiotu leży poza osią. Astygmatyzm osiowy swoją nazwę zawdzięcza temu, że występuje również dla punktów przedmiotu leżących na osi. Jest to błąd obrazu wywołany zakłóceniem symetrii obrotowej pola odwzorowującego. Błąd ten bardzo ogranicza zdolność rozdzielczą obrazu w mikroskopie elektronowym.



Rys. 5.1. Wiązka astygmatyczna: F_m - ognisko południkowe,
 F_s - ognisko równoleżnikowe.

Na rys. 5.1. przedstawiono schematycznie przebieg "astygmatycznej" wiązki elektronowej. Tory elektronów przebiegające w płaszczyźnie poziomej przecinają się w ognisku liniowym F_m , tory zaś elektronów przebiegające w płaszczyźnie pionowej przecinają się w ognisku liniowym F_s .

Miarą astygmatyzmu jest promień średniego krążka rozproszenia δ_{as} oraz wielkość Δf_{as} zwana różnicą astygmatyczną. Różnica astygmatyczna jest osiową odległością ognisk liniowych F_s i F_m . Promień średniego krążka rozproszenia w wyniku astygmatyzmu osiowego dany jest zależnością [43,45]:

$$\delta_{as} = \alpha \frac{\Delta f_{as}}{2}$$

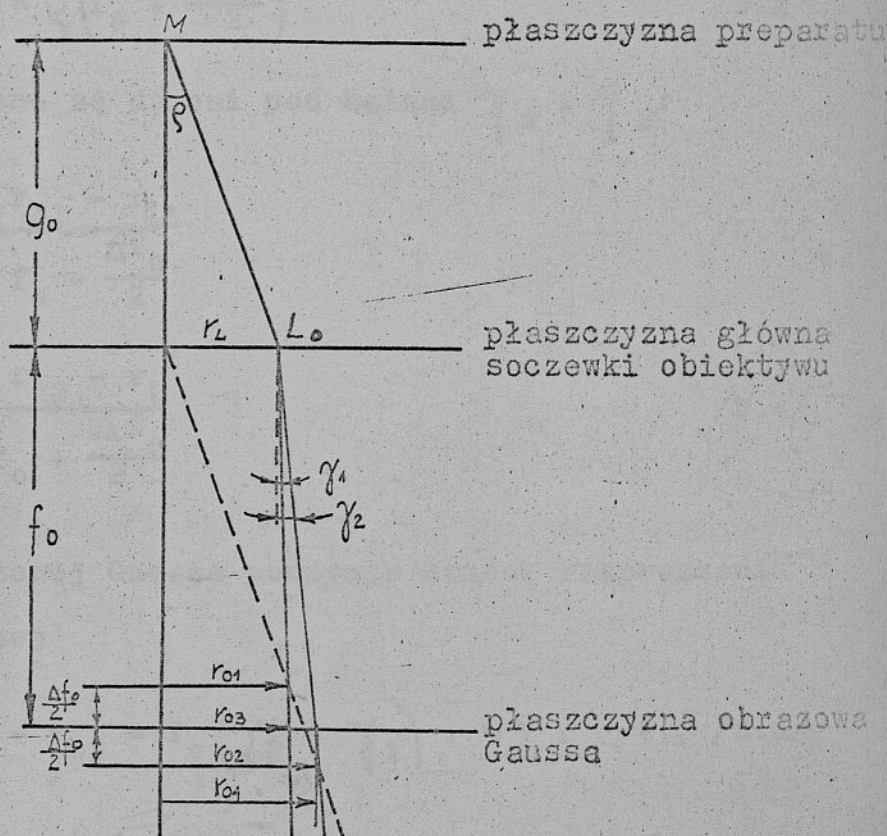
gdzie: δ_{as} [mm] - promień astygmatycznego krążka rozproszenia
 Δf_{as} mm - różnica astygmatyczna
 α - apertura kąta.

Astygmatyzm osiowy pogarsza również dobroć obrazu dyfrakcyjnego. Wpływa on na zmianę ostrości pierścieni Dąbye'a - Scherrera i powoduje ich zniekształcenie. Pierścienie przybierają kształt eliptyczny.

Analizę wpływu astygmatyzmu osiowego na obraz dyfrakcyjny przeprowadzono przy założeniu, że preparat oświetlono równoległymi osiową i bliskoosiową wiązką elektronów.

5.1. Astygmatyzm osiowy obiektywu.

Bieg promieni elektronowych w soczewce obiektywowej przedstawiono na rys. 5.2.



Rys. 5.2. Wpływ astygmatyzmu osiowego obiektywu na bieg promieni elektronowych.

Z punktu M wychodzi promień elektronowy, który przecina płaszczyznę główną soczewki obiektywowej w punkcie L_0 , odległym od osi układu elektronoptycznego o wartość

$$r_L = \phi g_0 \quad | \quad /5.1/$$

Promień przechodzący przez wycinek soczewki o maksymalnej zdolności zbierającej trafia na płaszczyznę obrazową w odległości:

$$r_{o1} = \varrho \left(f_o - \frac{\Delta f_o}{2} \right)$$

od osi układu, natomiast promień, na który działa minimalna zdolność zbierająca soczewki - w odległości

$$r_{o2} = \varrho \left(f_o + \frac{\Delta f_o}{2} \right) \quad /5.2/$$

Promienie te nachylone są do osi pod kątami γ_1 i γ_2 :

$$\gamma_1 = \frac{r_{o1} - r_L}{f_o - \frac{\Delta f_o}{2}} \quad /5.3/$$

$$\gamma_2 = \frac{r_{o2} - r_L}{f_o + \frac{\Delta f_o}{2}} \quad /5.4/$$

W płaszczyźnie obrazowej Gaussa powstaje krążek rozproszenia o średnicy Δr_o równej

$$\Delta r_o = r_{o4} - r_{o3} = f_o (\gamma_2 - \gamma_1), \quad /5.5/$$

w której

$$r_{o3} = r_L + \gamma_1 f_o$$

$$r_{o4} = r_L + \gamma_2 f_o$$

Zatem

$$\Delta r_o = f_o \frac{r_L \Delta f_o}{f_o^2 - \left(\frac{\Delta f_o}{2} \right)^2} \approx r_L \frac{\Delta f_o}{f_o} = \frac{\varrho g_o \Delta f_o}{f_o} \quad /5.6/$$

Ponieważ

$$r_o = \frac{r_{o3} + r_{o4}}{2} \approx \varrho f_o \quad /5.7/$$

to dobroć obrazu dyfrakcyjnego przyjmuje postać:

$$D = \frac{\Delta r_o}{r_o} = \left(\frac{\Delta f_o}{f_o} \right)_{ast} \quad \frac{g_o}{f_o} = \left(\frac{\Delta f_o}{f_o} \right)_{ast} \left(1 + \frac{1}{M_o} \right) \quad /5.8/$$

M_o - powiększenie soczewki obiektywowej.

Oszacowanie tej wielkości wykonano na podstawie następujących danych /EM-301 firmy PHILIPS/:

$$M_o = 26$$

$$f_o = 4,3 \text{ mm}$$

$$\left(\Delta f_o \right)_{ast} = 0,02 \text{ } \mu\text{m}$$

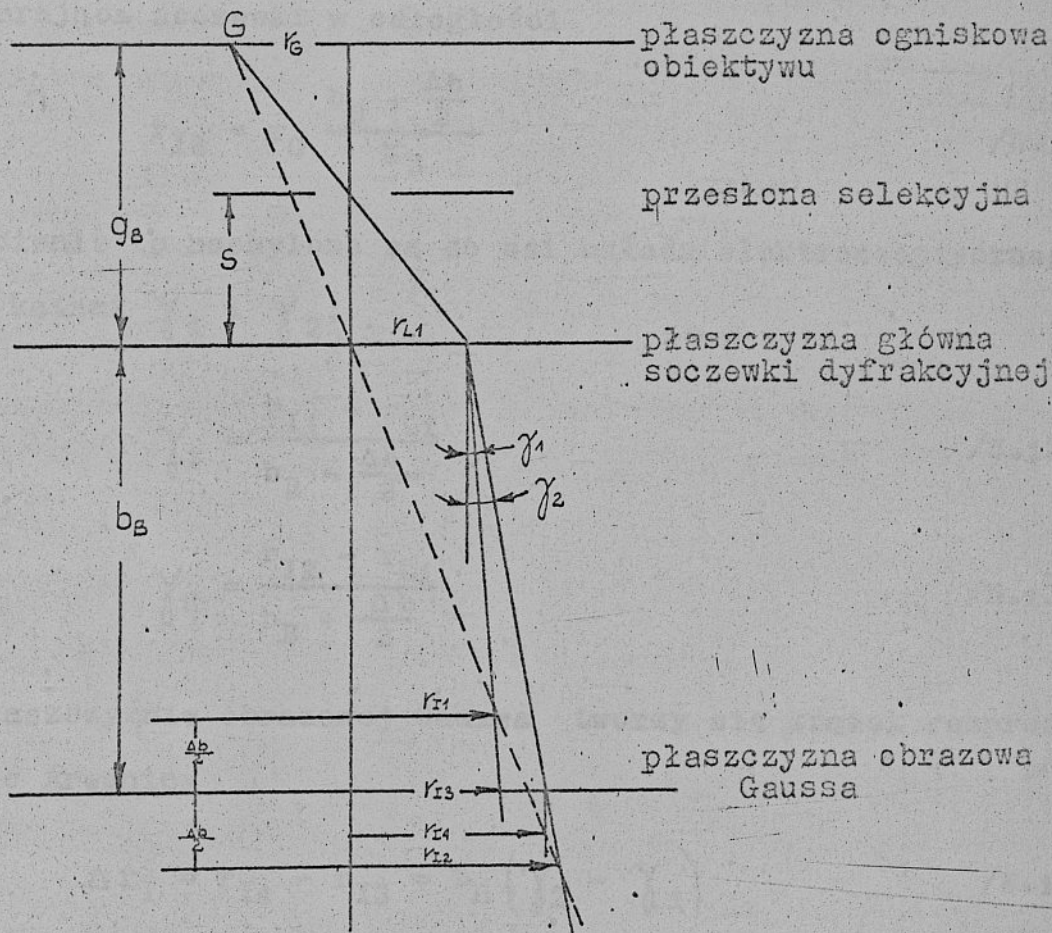
$$\text{a więc} \quad \frac{\Delta r_o}{r_o} = 4,8 \cdot 10^{-6}$$

Wynik ten wskazuje na minimalny wpływ astygmatyzmu obiektywu na obraz dyfrakcyjny.

5.2. Astygmatyzm osłowy soczewki dyfrakcyjnej.

W niniejszym rozdziale rozpatrzono wpływ astygmatyzmu soczewki dyfrakcyjnej na kształt pierścieni Debye'a - Scherrera. Kształt ten jest niezależny od wielkości obszaru preparatu i jego odstępu od osi, przy założeniu, że oba czynniki nie są za duże. Astygmatyzm soczewki dyfrakcyjnej wpływa na zmianę ostrości pierścienia. Soczewka ma różne ogniskowe w różnych kierunkach i dlatego w tych kierunkach w płaszczyźnie obrazowej ostro odwzorowane są różne płaszczyzny znajdujące się w pobliżu tylnej płaszczyzny ogniskowej obiektywu.

Wpływ astygmatyzmu na obraz dyfrakcyjny przeanalizowano na podstawie rys. 5.3.



Rys. 5.3. Wpływ astygmatyzmu osiowego soczewki dyfrakcyjnej na bieg promieni elektronowych.

Przez centrum przesłony selekcyjnej przechodzi promień elektronowy, który przecina płaszczyznę główną soczewki dyfrakcyjnej w odległości

$$r_{L1} = \frac{r_G \cdot s}{g_B - s}$$

/5.9/

od osi układu elektrooptycznego.

Promień elektronowy przechodzący przez wycinek soczewki o maksymalnej zdolności zbierającej trafia na płaszczyznę obrazową w odległości:

$$r_{I1} = r_G \frac{b_B - \frac{\Delta b}{2}}{g_B} \quad /5.10/$$

od osi, natomiast promień, na który działa minimalna zdolność zbierająca soczewki w odległości

$$r_{I2} = r_G \frac{b_B + \frac{\Delta b}{2}}{g_B} \quad /5.11/$$

Promienie te nachylone są do osi układu elektrooptycznego pod kątami γ_1 i γ_2 :

$$\gamma_1 = \frac{r_{I1} - r_{L1}}{b_B - \frac{\Delta b}{2}} \quad /5.12/$$

$$\gamma_2 = \frac{r_{I2} - r_{L1}}{b_B + \frac{\Delta b}{2}} \quad /5.13/$$

W płaszczyźnie obrazowej Gaussa tworzy się krążek rozproszenia o średnicy

$$\Delta r_I = r_{I4} - r_{I3} = b_B (\gamma_2 - \gamma_1) \quad /5.14/$$

gdzie

$$r_{I3} = r_{L1} + \gamma_1 b_B$$

$$r_{I4} = r_{L1} + \gamma_2 b_B$$

Krążek ten jest miarą wpływu astygmatyzmu osiowego na obraz dyfrakcyjny.

Zatem

$$\Delta r_I = \frac{r_{L1} b_B \Delta b}{b_B^2 - \left(\frac{\Delta b}{2}\right)^2} \approx r_{L1} \frac{\Delta b}{b_B} \quad /5.15/$$

Ponieważ

$$r_I = \frac{r_{I4} + r_{I3}}{2} \approx r_G \frac{b_B}{g_B} \quad /5.16/$$

to błąd wprowadzany do obrazu dyfrakcyjnego przez astygmatyzm osiowy soczewki dyfrakcyjnej wynosi

$$D = \frac{\Delta r_I}{r_I} = \left(\frac{\Delta f_I}{f_I} \right)_{ast} \left(1 + \frac{1}{M_I} \right) \frac{s}{g_B - s} \quad /5.17/$$

Zależność ta wyznacza również dobroć obrazu dyfrakcyjnego i dla mikroskopu EM-301 przyjmuje wartość

$$\frac{\Delta r_I}{r_I} = 1,38 \cdot 10^{-6}$$

Obliczenia wykonano przy założeniu, że $\left(\frac{\Delta f_I}{f_I} \right)_{ast} \approx 10^{-6}$ i $M_I = 0,9$.

Dobroć obrazu dyfrakcyjnego charakteryzuje zmianę ostrości pierścienia dyfrakcyjnego. Jak podano wyżej skutkiem działania astygmatyzmu osiowego jest eliptyczność pierścieni Debye'a - Scherrera. Błąd ten określa stosunek maksymalny do minimalnej średnicy pierścienia.

Niech odległość między astygmatycznymi płaszczyznami przedmiotowymi wynosi $(\Delta g_B)_{ast} = 2 \Delta g_B$.

Korzystając z równania /4.23/ [rozdz. 4] otrzymano:

$$\left(\frac{D_{max}}{D_{min}} \right)_{\Gamma_p} \approx 1 + \frac{s (\Delta g_B)_{ast}}{g_B (g_B - s)} \quad /5.18/$$

Parametr $(\Delta g_B)_{ast}$ w /5.18/ wynosi [30]:

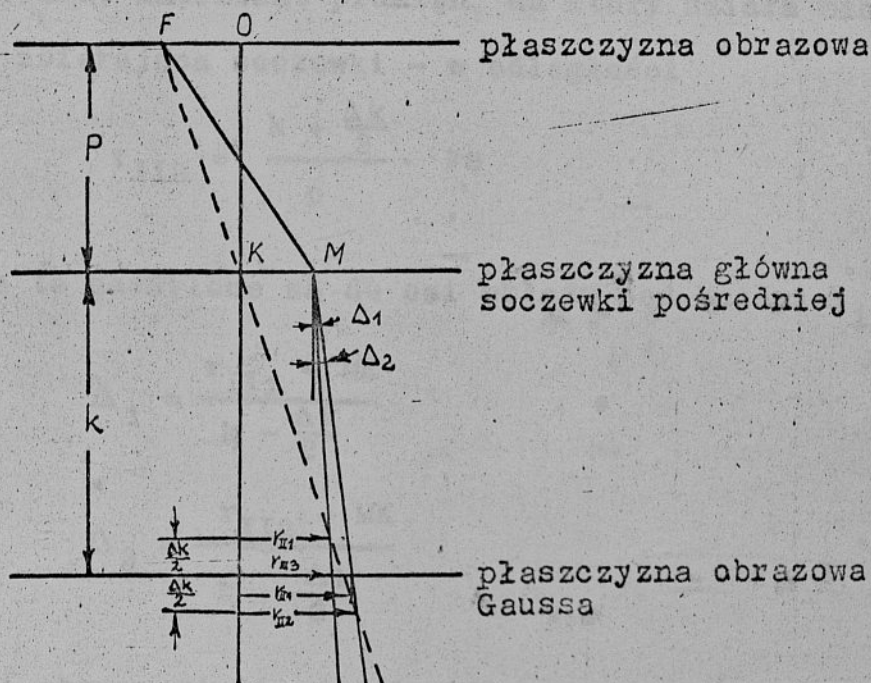
$$(\Delta g_B)_{ast} \approx -2 \frac{(I_d)_{ast}}{I_d} \frac{g_B^2}{f_I}$$

Zatem dla mikroskopu EM-301 błąd będący miarą eliptyczności pierścieni Debye'a - Scherrera równy jest:

$$\left(\frac{D_{max}}{D_{min}} \right)_{\Gamma_p} \approx 1 + 1.07 \cdot 10^{-2} \frac{(\Delta g_B)_{ast}}{mm} \approx 1,0001$$

5.3. Astygmatyzm osiowy soczewki pośredniej.

Błąd astygmatyzmu osiowego wprowadza również soczewka pośrednia. Wielkość tego błędu wyznaczono na podstawie rys.5.4.



Rys. 5.4. Wpływ astygmatyzmu osiowego soczewki pośredniej na bieg promieni elektronowych.

Z punktu przedmiotu F wychodzi promień elektronowy, który przecina płaszczyznę główną soczewki pośredniej w punkcie M, odległym od osi układu elektrooptycznego o wielkość:

$$MK = \frac{f_o f_{II} \frac{b_B}{g_B}}{p - f_{II}} \quad /5.19/$$

Promień przechodzący przez wycinek soczewki o maksymalnej zdolności zbierającej trafia na płaszczyznę obrazową w odległości

$$r_{II1} = \frac{k - \frac{\Delta k}{2}}{p} \cdot FO \quad /5.20/$$

gdzie

$$FO = \varphi f_o \frac{b_B}{g_B}$$

od osi układu, natomiast promień, na który działa minimalna zdolność zbierająca soczewki - w odległości

$$r_{II2} = \frac{k + \frac{\Delta k}{2}}{p} \cdot FO \quad /5.21/$$

Promienie te nachylone są do osi układu pod kątami Δ_1 i Δ_2 :

$$\Delta_1 = \frac{r_{II1} - MK}{k - \frac{\Delta k}{2}} \quad /5.22/$$

$$\Delta_2 = \frac{r_{II2} - MK}{k + \frac{\Delta k}{2}} \quad /5.23/$$

Odległości obu promieni od osi układu w płaszczyźnie obrazowej Gaussa wynoszą:

$$r_{II3} = MK + \Delta_1 k \quad /5.24/$$

$$r_{II4} = MK + \Delta_2 k \quad /5.25/$$

Zatem wielkość krążka rozproszenia równa jest:

$$\Delta r_{II} = r_{II4} - r_{II3} = k (\Delta_2 - \Delta_1), \quad /5.26/$$

stąd na podstawie /5.19/ + /5.26/:

$$\Delta r_{II} = \frac{k \Delta k}{k^2 - \left(\frac{\Delta k}{2}\right)^2} \cdot MK \approx \frac{\Delta k}{k} \cdot MK = \frac{\Delta k}{k} \cdot \frac{Q_0^{f_{II}} \frac{b_B}{g_B}}{p - f_{II}} \quad /5.27/$$

Ponieważ

$$r_{II} = \frac{r_{II3} + r_{II4}}{2} \approx \frac{k}{p} \cdot F_0 \quad /5.28/$$

to błąd wprowadzany do obrazu dyfrakcyjnego przez astygmatyzm osiowy tej soczewki wynosi:

$$D = \frac{\Delta r_{II}}{r_{II}} = \frac{\Delta k}{k^2} \frac{p f_{II}}{p - f_{II}} \approx \left(\frac{f_{II}}{f_{II}} \right)_{ast} \cdot \left(1 + \frac{1}{M_{II}} \right) \quad /5.29/$$

Dobroć obrazu dyfrakcyjnego obliczana na podstawie zależności /5.29/ przyjmuje wartość:

$$\frac{\Delta r_{II}}{r_{II}} \approx 5,75 \cdot 10^{-5}$$

Oszacowanie wykonano dla mikroskopu EM-301.

5.4. Wypadkowy astygmatyzm osiowy soczewek układu obrazowego.

Dotychczas rozpatrywano błąd astygmatyzmu osiowego wprowadzany do obrazu dyfrakcyjnego przez poszczególne soczewki układu odwzorowującego.

Obecnie wyprowadzona zostanie zależność na wypadkowy błąd astygmatyzmu osiowego wprowadzany przez wszystkie soczewki elektromagnetyczne układu obrazowego.

Z punktu M przedmiotu wychodzą promienie elektronowe pod kątem ϱ do osi układu /rys. 5.5/. Promienie, które przechodzą przez wycinek soczewki obiektywu o maksymalnej zdolności zbierającej, trafiają na tylną płaszczyznę ogniskową obiektywu w odległości

$$r_{01} = \varrho \left(f_0 - \frac{\Delta f_0}{2} \right). \quad /5.30/$$

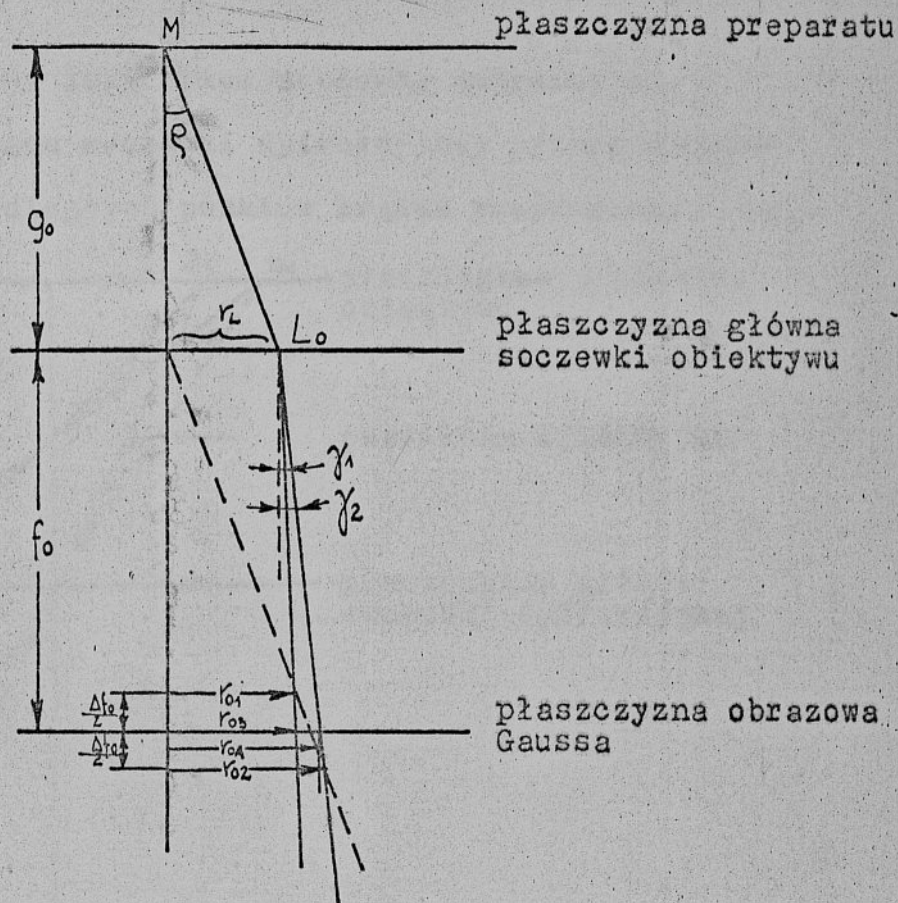
od osi układu; natomiast te, na które działa minimalna zdolność zbierająca w odległości

$$r_{02} = \varrho \left(f_0 + \frac{\Delta f_0}{2} \right). \quad /5.31/$$

W płaszczyźnie obrazowej Gaussa promienie te oddalone są od osi układu o wielkości:

$$r_{03} = r_L + \gamma_1 f_0 \quad /5.32/$$

$$i \quad r_{04} = r_L + \gamma_2 f_0 \quad /5.33/$$



Rys. 5.5. Wpływ astygmatyzmu osiowego obiektywu na bieg promieni elektronowych.

gdzie
$$\gamma_1 = \frac{r_{01} - r_L}{f_0 - \frac{\Delta f_0}{2}} \quad /5.34/$$

$$\gamma_2 = \frac{r_{02} - r_L}{f_0 + \frac{\Delta f_0}{2}} \quad /5.35/$$

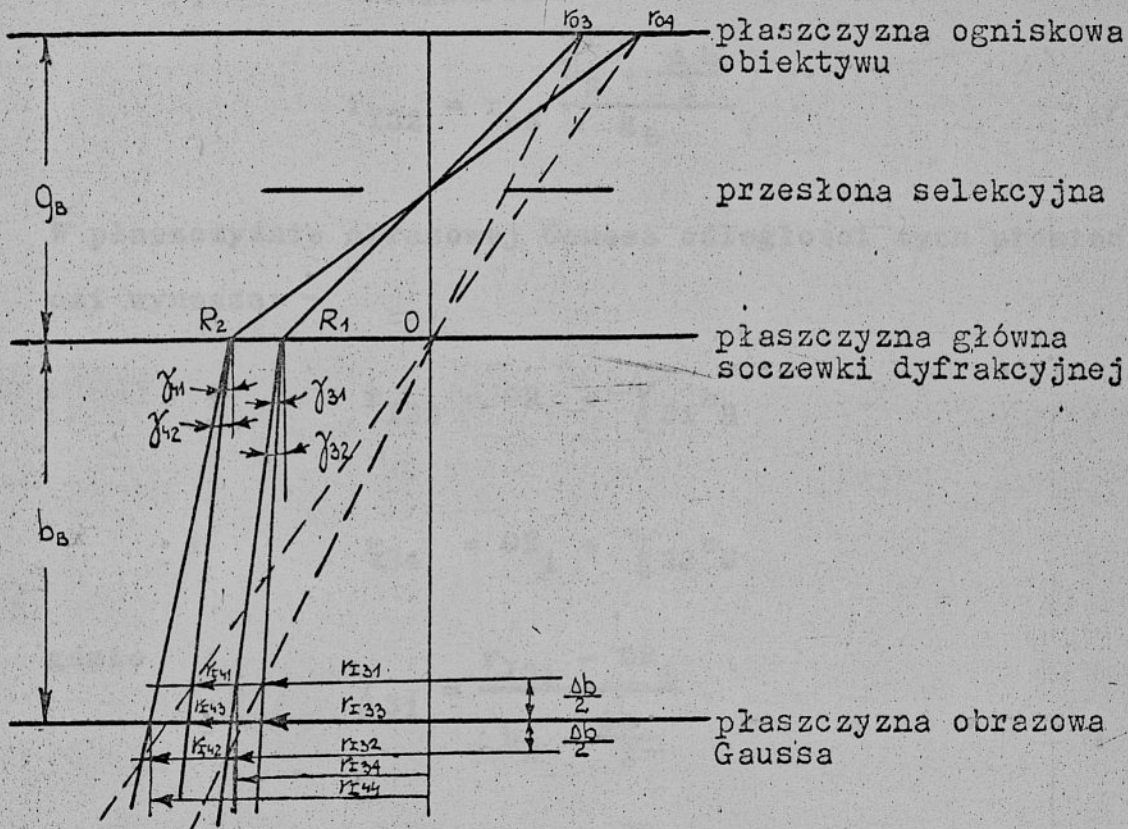
$$r_L = \varrho g_0$$

Zatem w tylnej płaszczyźnie ogniskowej obiektywu tworzy się krążek rozproszenia o średnicy Δr_0 :

$$\Delta r_0 = r_{04} - r_{03} \quad /5.36/$$

który odwzorowywany jest przez soczewkę dyfrakcyjną.

Rozważania dotyczące soczewki dyfrakcyjnej przeprowadzono dla najbardziej odległych punktów krążka rozproszenia Δr_0 .



Rys. 5.6. Schemat służący do wyznaczania astygmatycznego krążka rozproszenia w płaszczyźnie obrazowej soczewki dyfrakcyjnej.

Promień opuszczający płaszczyznę przedmiotową w odległości r_{03} od osi układu elektronooptycznego /rys. 5.6/ przecina płaszczyznę główną soczewki dyfrakcyjnej w punkcie R_1 .

Promienie, na które działa maksymalna zdolność zbierająca soczewki, przecinają płaszczyznę obrazową w odległości

$$r_{I31} = r_{03} \frac{b_B - \frac{\Delta b}{2}}{g_B}$$

/5.37/

od osi układu, natomiast te, na które działa minimalna zdolność zbierająca - w odległości

$$r_{I32} = r_{o3} \frac{b_B + \frac{\Delta b}{2}}{g_B} \quad /5.38/$$

W płaszczyźnie obrazowej Gaussa odległości tych promieni od osi wynoszą:

$$r_{I33} = OR_1 + \gamma_{31} b_B \quad /5.39/$$

$$i \quad r_{I34} = OR_1 + \gamma_{32} b_B \quad /5.40/$$

gdzie

$$\gamma_{31} = \frac{r_{I31} - OR_1}{b_B - \frac{\Delta b}{2}}$$

$$\gamma_{32} = \frac{r_{I32} - OR_1}{b_B + \frac{\Delta b}{2}}$$

$$OR_1 = \frac{r_{o3} s}{g_B - s}$$

Zatem miarą astygmatyzmu jest krążek rozproszenia:

$$\Delta r_{I1} = r_{I34} - r_{I33} \quad /5.41/$$

Podobne rozważania przeprowadzono dla promieni wychodzących z punktu przedmiotu, odległego od osi układu o wielkość r_{o4} i otrzymano następującą zależność:

$$\Delta r_{I2} = r_{I44} - r_{I43} \quad /5.42/$$

przy czym $r_{I43} = OR_2 + \gamma_{41} b_B$ /5.43/

$r_{I44} = OR_2 + \gamma_{42} b_B$ /5.44/

$$\gamma_{41} = \frac{r_{I41} - OR_2}{b_B - \frac{\Delta b}{2}}$$

$$\gamma_{42} = \frac{r_{I42} - OR_2}{b_B + \frac{\Delta b}{2}}$$

$$OR_2 = \frac{r_{o4}s}{g_B - s}$$

Równanie /5.39/ doprowadzono do postaci:

$$r_{I33} = \frac{r_{o3}s}{g_B - s} + \frac{b_B r_{o3}}{g_B} - \left(\frac{b_B}{b_B - \frac{\Delta b}{2}} \right) \left(\frac{r_{o3}s}{g_B - s} \right) \quad /5.45/$$

Ponieważ

$$\frac{b_B}{g_B} = M_I$$

jest powiększeniem soczewki dyfrakcyjnej, natomiast

$$\frac{b_B}{b_B - \frac{\Delta b}{2}} = \frac{1}{1 - \frac{\Delta b}{2b_B}} \approx 1 + \frac{\Delta b}{2b_B}$$

to /5.45/ przyjmuje postać:

$$r_{I33} = r_{o3} M_I - \frac{r_{o3} s}{2(g_B - s)} \frac{\Delta b}{b_B} \quad /5.46/$$

Podobnie przekształcono /5.44/, w wyniku czego otrzymano:

$$r_{I34} = r_{03} M_I + \frac{r_{03} s}{2(g_B - s)} \frac{\Delta b}{b_B} \quad /5.47/$$

Ostatecznie punkt przedmiotu odległy od osi układu o wartość r_{03} odwzorowany zostaje w postaci krążka rozproszenia o średnicy

$$\Delta r_{I1} = r_{I34} - r_{I33} = \frac{r_{03} s}{g_B - s} \frac{\Delta b}{b_B} \quad /5.48/$$

Analogiczne rozważania przeprowadzono dla punktu przedmiotu odległego od osi układu o wielkość r_{04} . W tym przypadku r_{I43} i r_{I44} mają postać:

$$r_{I43} = r_{04} M_I - \frac{r_{04} s}{2(g_B - s)} \frac{\Delta b}{b_B} \quad /5.49/$$

$$r_{I44} = r_{04} M_I + \frac{r_{04} s}{2(g_B - s)} \frac{\Delta b}{b_B} \quad /5.50/$$

i stąd krążek rozproszenia

$$\Delta r_{I2} = r_{I44} - r_{I43} = \frac{r_{04} s}{g_B - s} \frac{\Delta b}{b_B} \quad /5.51/$$

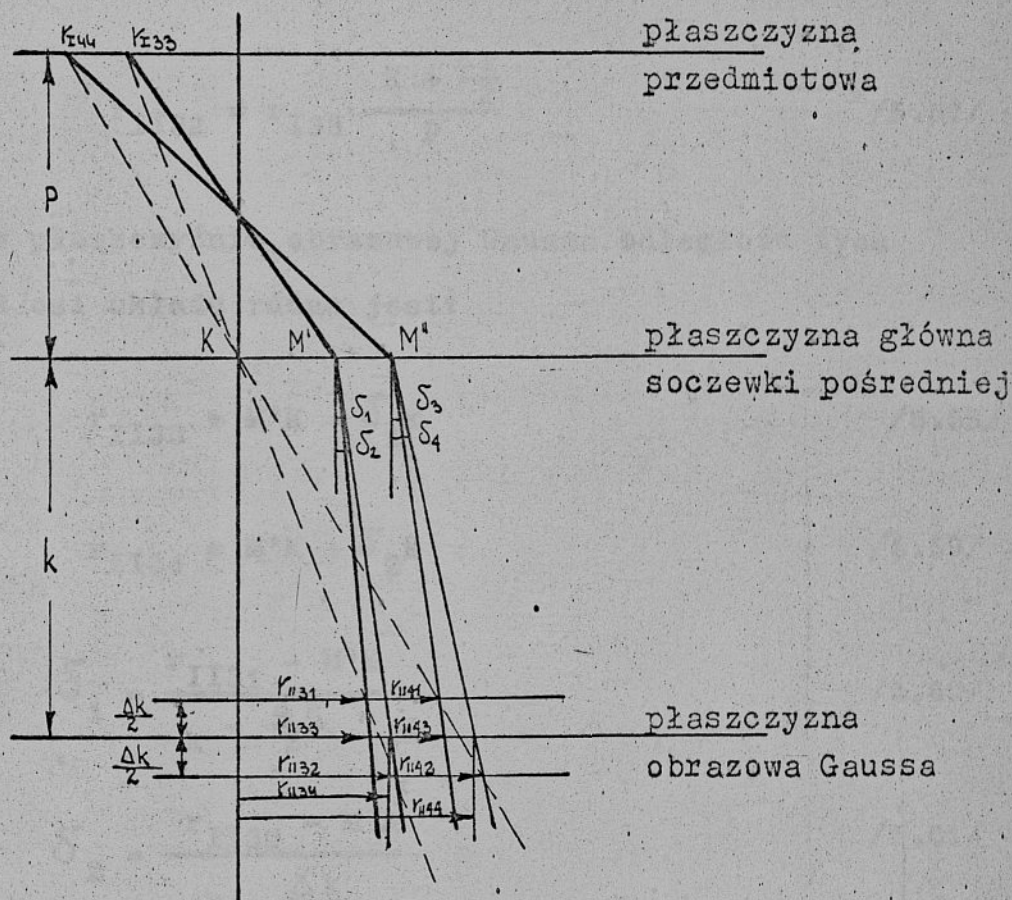
W rezultacie, krążek rozproszenia Δr_0 leżący w tylnej płaszczyźnie ogniskowej obiektywu zostaje odwzorowany przez soczewkę dyfrakcyjną w postaci krążka o średnicy

$$\Delta r_I = r_{I44} - r_{I33} \quad /5.52/$$

Ostatecznie

$$\Delta r_I = r_0 M_I + \frac{s}{g_B - s} \frac{\Delta b}{b_B} \frac{r_{04} + r_{03}}{2} \quad /5.53/$$

Kolejną soczewką, przez którą przechodzą promienie elektronowe, jest soczewka pośrednia /rys. 5.7/.



Rys. 5.7. Schemat służący do wyznaczenia krążka rozpraszania wynikającego z astygmatyzmu osiowego.

Promienie wychodzące z najbardziej odległych punktów krążka rozproszenia Δr_I przecinają płaszczyznę główną soczewki pośredniej w punktach M' i M'' . Odległość tych punktów od osi wynosi:

$$M'K = \frac{f_{II}}{p - f_{II}} \cdot r_{I33} \approx r_{I33} \quad /5.54/$$

$$M''K = \frac{f_{II}}{p - f_{II}} \cdot r_{I44} \approx r_{I44} \quad /5.55/$$

Odległość promieni elektronowych od osi układu w astygmatycznych płaszczyznach obrazowych /maksymalnej i minimalnej/ opisano

zależnościami:

$$r_{II31} = r_{I33} \cdot \frac{k - \frac{\Delta k}{2}}{p} \quad /5.56/$$

i

$$r_{II32} = r_{I33} \cdot \frac{k + \frac{\Delta k}{2}}{p} \quad /5.57/$$

Natomiast w płaszczyźnie obrazowej Gaussa odległość tych promieni od osi układu równa jest:

$$r_{II33} = M'K + \delta_1 k \quad /5.58/$$

$$r_{II34} = M'K + \delta_2 k \quad /5.59/$$

gdzie

$$\delta_1 = \frac{r_{II31} - M'K}{k - \frac{\Delta k}{2}} \quad /5.60/$$

$$\delta_2 = \frac{r_{II32} - M'K}{k + \frac{\Delta k}{2}} \quad /5.61/$$

δ_1 i δ_2 są to kąty nachylenia promienia do osi układu.
Zależność /5.58/ doprowadzono ostatecznie do postaci:

$$r_{II33} = M_{II} r_{I33} - \frac{r_{I33}}{2} \frac{\Delta k}{2} \quad /5.62/$$

Podobnie przekształcono równanie /5.62/, w wyniku czego otrzymano:

$$r_{II34} = M_{II} r_{I33} + \frac{r_{I33}}{2} \frac{\Delta k}{2} \quad /5.63/$$

Podobne rozważania przeprowadzono dla promieni wychodzących

z punktu przedmiotu odległego od osi o wartość r_{I44} .

Równania /5.56/ i /5.57/ przyjmują w tym wypadku formę:

$$r_{II41} = r_{I44} \frac{k - \frac{\Delta k}{2}}{p} \quad /5.64/$$

$$r_{II42} = r_{I44} \frac{k + \frac{\Delta k}{2}}{p} \quad /5.65/$$

natomiast /5.58/ i /5.59/:

$$r_{II43} = M''K + \delta_3 k \quad /5.66/$$

$$r_{II44} = M''K + \delta_4 k \quad /5.67/$$

gdzie

$$\delta_3 = \frac{r_{II41} - M''K}{k - \frac{\Delta k}{2}}$$

$$\delta_4 = \frac{r_{II42} - M''K}{k + \frac{\Delta k}{2}}$$

Ostatecznie wyrażenia /5.66/ i /5.67/ zapisano jako:

$$r_{II43} = r_{I44} M_{II} - \frac{r_{I44}}{2} \frac{\Delta k}{k} \quad /5.68/$$

$$r_{II44} = r_{I44} M_{II} + \frac{r_{I44}}{2} \frac{\Delta k}{k} \quad /5.69/$$

Zatem punkt przedmiotu M, z którego wychodzą promienie elektro-
nowe pod kątem ϱ do osi układu elektronooptycznego, odwzorowy-
wany jest przez układ soczewek: obiektyw, dyfrakcyjną i pośred-

nią w postaci krążka rozproszenia o średnicy ΔK :

$$\Delta r = r_{II44} - r_{II33} \quad /5.70/$$

Zależność /5.71/ opisuje wielkość krążka rozproszenia za pomocą parametrów soczewek elektronowych:

$$\begin{aligned} \Delta r = & M_I M_{II} (r_{04} - r_{03}) + \frac{s M_{II} \Delta b}{2 (g_B - s) b_B} (r_{04} + r_{03}) + \\ & + \frac{M_I \Delta k}{2 k} (r_{04} + r_{03}) + \frac{s \Delta b \Delta k}{2 \cdot 2 (g_B - s) b_B k} (r_{04} - r_{03}) \quad /5.71/ \end{aligned}$$

Opierając się na przybliżonych zależnościach:

$$r_0 = \frac{r_{03} + r_{04}}{2} \approx \varrho f_0$$

$$i \quad \Delta r_0 = r_{04} - r_{03} \approx \frac{\varrho g_0 \Delta f_0}{f_0}$$

/5.71/ ma postać:

$$\begin{aligned} \Delta r = & \varrho g_0 \left(\frac{\Delta f_0}{f_0} \right)_{ast} M_I M_{II} + \frac{\varrho f_0 s}{g_B - s} M_{II} \left(\frac{\Delta b}{b_B} \right)_{ast} + \varrho f_0 M_I \left(\frac{\Delta k}{k} \right)_{ast} + \\ & + \frac{s \varrho g_0}{4 (g_B - s)} \left(\frac{\Delta f_0}{f_0} \right)_{ast} \left(\frac{\Delta b}{b_B} \right)_{ast} \left(\frac{\Delta k}{k} \right)_{ast} \quad /5.72/ \end{aligned}$$

Wynika stąd, że wypadkowy błąd wywołany astygmatyzmem osiowym soczewek można przedstawić zależnością:

$$\frac{\Delta r}{R_I} = \left(\frac{\Delta f_o}{f_o} \right)_{ast} \left(1 + \frac{1}{M_o} \right) + \frac{s}{g_B - s} \left(1 + \frac{1}{M_I} \right) \left(\frac{\Delta f_I}{f_I} \right)_{ast} + \left(1 + \frac{1}{M_{II}} \right) \left(\frac{\Delta f_{II}}{f_{II}} \right)_{ast} + \frac{s}{4(g_B - s)} \left(1 + \frac{1}{M_o} \right) \left(1 + \frac{1}{M_I} \right) \left(1 + \frac{1}{M_{II}} \right) \left(\frac{\Delta f_o}{f_o} \right)_{ast} \left(\frac{\Delta f_I}{f_I} \right)_{ast} \left(\frac{\Delta f_{II}}{f_{II}} \right)_{ast}$$

/5.73/

gdzie: R_I - jest promieniem pierścienia dyfrakcyjnego powstającego w układzie obrazowym mikroskopu elektronowego wolnym od wpływu astygmatyzmu osiowego

$$R_I = \varrho f_o M_I M_{II} = \varrho f_o \frac{b_B}{g_B} \frac{k}{p}.$$

Z zależności /5.73/ wynika wniosek, że wypadkowy błąd astygmatyzmu osiowego wprowadzony do obrazu dyfrakcyjnego jest arytmetyczną sumą błędów wprowadzanych przez kolejne soczewki obrazowe mikroskopu elektronowego.

Wartość liczbowa dobroci obrazu dyfrakcyjnego obliczona dla mikroskopu EM-301, równa jest:

$$\frac{\Delta r}{R_I} = 6,755 \cdot 10^{-6}$$

Oszacowanie to dowiodło, że składnik iloczynowy w równaniu /5.73/ może być zanedbany. Jego wartość jest rzędu 10^{-18} .

Wielkość błędu wynikającego z astygmatyzmu osiowego jest o trzy rzędy mniejsza od wpływu aberracji sferycznej i rozogniskowania. Zgodnie z klasyfikacją dobroci obrazu dyfrakcyjnego, przeprowadzoną w rozdziale 3, dobroć obrazu dyfrakcyjnego obciążonego tylko i wyłącznie astygmatyzmem osiowym jest bardzo dobra.

6. UWAGI I WNIOSKI

Zagadnienie wpływu aberracji elektronooptycznych na obraz mikrodyfrakcyjny wyniknęło z potrzeb mikroskopii elektronowej. Potrzeba rozwiązania problemu teoretycznego wpływu błędów soczewek na elektronogramy w mikroskopie elektronowym z 4-soczewkowym układem powiększającym podyktowana była coraz częstszym stosowaniem takich mikroskopów. Teoria Pilankiewicza i Riecke dotyczyła konstrukcji 3-soczewkowej, która jest obecnie rzadziej spotykana w eksploatacji. Celem rozwiązania problemu postawionego w tytule pracy zaproponowano wprowadzenie do teorii dyfrakcji elektronów na materiałach polikrystalicznych parametru, nazwanego dobrocią obrazu dyfrakcyjnego.

Zdaniem autora parametr taki pozwoli na ocenę i porównywanie elektronogramów uzyskiwanych w różnych mikroskopach elektronowych. Poza tym będzie on charakteryzował wpływ parametrów soczewek elektronowych na obraz dyfrakcyjny.

W rozdziale trzecim przedstawiono sposób analitycznego ujęcia wpływu aberracji sferycznej na obraz dyfrakcyjny. Rozdział ten opracowano głównie w oparciu o prace Riecke i Pilankiewicza. Poszerzone jednak znacznie rozważania teoretyczne wspomnianych autorów. Pozwoliło to na otrzymanie zależności wiążących dobroć obrazu dyfrakcyjnego z własnościami soczewek elektronowych. Przeanalizowano tu wpływ aberracji sferycznej poszczególnych soczewek układu obrazowego mikroskopu elektronowego na obraz oraz wyznaczono wypadkową aberrację sferyczną układu. Z rozważań teoretycznych wynika, że dobroć obrazu rośnie wraz ze wzrostem napięcia przyspieszającego i przy zmniejszaniu średnicy przesłony selekcyj-

nej. Badania doświadczalne przeprowadzono na mikroskopach JEM-100B i JEM-100C firmy JEOL oraz EM-301 firmy PHILIPS. Wykonano na nich około 200 klisz z obrazami dyfrakcyjnymi oraz kilkaset pomiarów. Materiał fotograficzny załączony do pracy stanowi jedynie wycinek pracy doświadczalnej. Całość materiału doświadczalnego potwierdza słuszność upraszczających założeń poczynionych w rozważaniach teoretycznych oraz wykazuje zgodność z otrzymanymi wynikami.

W pracy pominięto rozważania nad wpływem aberracji chromatycznej na obraz dyfrakcyjny. Nowoczesne mikroskopy elektronowe/należą do nich również JEM-100B, JEM-100C i EM-301/ zapewniają bardzo wysoką stałość źródeł zasilających. Stałość napięcia anodowego wynosi $2 \cdot 10^{-6}$ /min, stałość zaś źródeł prądowych również $2 \cdot 10^{-6}$ /min [45]. Zakładając aperturę $\alpha = 10^{-2}$ radiana, dla stałej aberracji chromatycznej $C_{chr} = 3,1 \text{ mm /praca mikroskopu EM-301 z goniometrem/}$, wartość liczbowa wielkości krążka rozproszenia równa jest:

$$\delta_{chr} = 0,8 \text{ \AA}$$

Do porównania tej wielkości z wymiarem krążka rozproszenia wynikającego z aberracji sferycznej obiektywu i wynoszącego

$\Delta R / \lambda = 200 \text{ \AA}$ okazuje się, że wpływ aberracji chromatycznej może być rzeczywiście zaniedbany.

W rozdziale czwartym przeanalizowano wpływ rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej. Jeśli soczewka dyfrakcyjna nie odwzorowuje tylnej płaszczyzny ogniskowej obiektywu, natomiast pewną płaszczyznę leżącą w jej pobliżu, to wraz ze wzrostem wielkości obszaru preparatu poddanego analizie, błąd wprowadzony do obrazu dyfrakcyjnego rośnie. Zmiany dobroci obrazu w zakresie dużych średnic

przesłony selekcyjnej są znacznie większe niż przy małych średnicach, dla których to, dobroć obrazu jest praktycznie stała. Wzrost błędu następuje również ze wzrostem napięcia przyspieszającego.

Z analizy tej wynika wniosek, że przy rozogniskowaniu soczewki dyfrakcyjnej korzystna jest praca z małymi średnicami przesłony selekcyjnej tzn. poniżej $100\text{ }\mu\text{m}$ oraz w zakresie niższych napięć przyspieszających.

W pracy wyprowadzono zależność na wypadkowy błąd wynikający z aberracji sferycznej obiektywu i rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej /wzory /4.39/ i /4.50/. Z analizy wynika, że po przekroczeniu płaszczyzny krążka najmniejszego rozproszenia, rośnie wpływ aberracji sferycznej obiektywu i rozogniskowania soczewki dyfrakcyjnej. W płaszczyźnie krążka najmniejszego rozproszenia wpływ obu błędów jest porównywalny, natomiast w płaszczyźnie pozaogniskowej błąd wynikający z rozogniskowania jest o rząd większy od wpływu aberracji sferycznej obiektywu /rozdział 4.5/.

W pracy rozważono też wpływ astygmatyzmu osiowego soczewek mikroskopu elektronowego na obraz dyfrakcyjny. Rozpatrzono błąd wprowadzony przez astygmatyzm poszczególnych soczewek, jak również błąd wypadkowy /wzór /5.73//. Z analizy wyniknął wniosek, że wypadkowy błąd astygmatyzmu osiowego wprowadzany do obrazu dyfrakcyjnego jest arytmetyczną sumą błędów wprowadzanych przez kolejne soczewki obrazowe mikroskopu elektronowego. Wpływ astygmatyzmu osiowego na obraz jest o trzy rzędy mniejszy od wpływu aberracji sferycznej czy rozogniskowania.

Praca zarówno w części teoretycznej jak i doświadczalnej stanowi zasadniczo rozwinięcie problemu postawionego przez Riecke

i Pilankiewicza. Całość stanowi według rozeznania autora oryginalne rozwiązanie problemu dla 4-soczewkowego układu obrazowego mikroskopu elektronowego.

Na podstawie przedstawionej analizy oraz z doświadczenia wynika, że optymalne warunki pracy mikroskopu elektronowego w układzie mikrodyfrakcji są następujące:

- a/ napięcie przyspieszające 80 ± 100 [kV]
- b/ średnica przesłony selekcyjnej $\Phi < 100 \mu\text{m}$.

Przedstawiona praca zawiera próbę ujęcia całości zagadnienia błędów obrazu dyfrakcyjnego /tabele 6.I, 6.II/. Pozycje literaturowe zawarte w spisie obejmują większość materiału opublikowanego.

Tab. 6.I. Zestawienie zależności teoretycznych określających wpływ aberracji elektrono-
 optycznych na dobroć obrazu mikrodyfrakcyjnego.

Aberracje elektrono- optyczne	Aberracja sferyczna	Astygmatyzm osiowy	Rozognisko- wanie	Aberracja sferyczna + rozogniskowanie	Dystorsja radialna
Obiektyw	$\frac{3C_{sfo} g_o^2 \varrho (r+1)}{f_o^4}$	$\left(\frac{\Delta f_o}{f_o} \right)_{ast} \left(1 + \frac{1}{M_o} \right)$			
Soczewka dyfrakcyjna	$\frac{g_B^2 C_{sfl} \left(\frac{\phi}{2} \right)^2 + 3 (sf_o \varrho)^2}{f_o f_{II}^4 (g_B - s) \varrho}$	$\left(\frac{\Delta f_I}{f_I} \right)_{ast} \left(1 + \frac{1}{M_{dyf}} \right) \frac{s}{g_B - s}$	$\frac{(1+r) \Delta g_B}{\varrho f_o^2}$	$\Delta g_B = \Delta f_o$ $\frac{3C_{sfo} (g_o \varrho) g_o r \left(1 + \frac{r}{g_o \varrho} \right) x}{f_o^4}$ $\left(1 - \frac{\Delta f_o}{f_o} \right) - \frac{r \Delta f_o}{\varrho f_o^2}$ $\Delta g_B \neq \Delta f_o$ $(r+1) \left[\frac{\Delta g_B}{\varrho f_o^2} - \frac{3C_{sfo} (g_o \varrho) g_o}{f_o^5} x \right]$ $(f_o - \Delta g_B)$	
Soczewka pośrednia	$\frac{p C_{sflI} \left(\varrho f_o \frac{b_B}{g_B} \right)^2 x}{f_{II}^4 \left[1 + \left(\frac{k}{p} \right)^3 \right]}$	$\left(\frac{\Delta f_{II}}{f_{II}} \right)_{ast} \left(1 + \frac{1}{M_{II}} \right)$			

c.d. tab. 6.1.

Projektor	$\frac{n C_{sf} \text{ proj}}{4 f_{\text{proj}}} \times$ $\times \left(\frac{f_0 \varrho^b k}{g_B p} \right)^2$				
Układ powiększający	$\frac{C_{sfI} g_B}{f_I^4 (g_B - s)^3 \varrho f_0} \times$ $\times \left\{ 2 \left(g_B \frac{\phi}{2} \right)^3 + 6 \left(g_B \frac{\phi}{2} \right) s^2 \right\} \times$ $\left[\varrho f_0 - \frac{C_{sfo}}{f_0^3} (g_0 \varrho)^3 \right]^2 +$ $+ 9 (r+1) \frac{C_{sfo}}{f_0^3} (g_0 \varrho)^2 s \times$ $\left[s^2 \left(\varrho f_0 - \frac{C_{sfo}}{f_0^3} (g_0 \varrho)^3 \right)^2 + \right.$ $\left. + \left(g_B \frac{\phi}{2} \right)^2 \right] +$ $- 3 \frac{C_{sfo}}{f_0} g_0^2 \varrho^{(r+1)}$	$\left(\frac{\Delta f_0}{f_0} \right)_{\text{ast}} \left(1 + \frac{1}{M_0} \right) + \frac{s}{g_B - s} \times$ $\left(1 + \frac{1}{M_I} \right) \left(\frac{\Delta f_I}{f_I} \right)_{\text{ast}} +$ $+ \left(1 + \frac{1}{M_{II}} \right) \left(\frac{\Delta f_{II}}{f_{II}} \right)_{\text{ast}} +$ $+ \frac{s}{4 (g_B - s)} \left(1 + \frac{1}{M_0} \right) \left(1 + \frac{1}{M_I} \right) \times$ $\times \left(1 + \frac{1}{M_{II}} \right) \left(\frac{\Delta f_0}{f_0} \right)_{\text{ast}} \times$ $\times \left(\frac{\Delta f_I}{f_I} \right)_{\text{ast}} \left(\frac{\Delta f_{II}}{f_{II}} \right)_{\text{ast}}$			

Tab. 6.II. Zestawienie wartości liczbowych dobroci obrazu dyfrakcyjnego przy następujących warunkach pracy mikroskopu elektronowego EM-301: $U=100$ kV; $\Phi = 85 \mu\text{m}$; $d=1 \text{ \AA}$; $\epsilon = 0,037$

Aberracje elektrono- optyczne Soczew- ki mikros- kopu elek- tronowego	Aberracja sferyczna	Astygmatyzm osiowy	Rozogniskowanie	Rozogniskowanie + aberracja sferyczna	Dystorsja radialna
Obiektyw	$0,0309 \times 10^{-3}$	$4,8 \times 10^{-6}$			
Soczewka dyf- rakcyjna	$0,3509 \times 10^{-3}$	$1,38 \times 10^{-6}$	$0,9555 \times 10^{-3}$	$g_B = f_0$ $8,07 \times 10^{-5}$ $g_B \neq f_0$ $30,14 \times 10^{-5}$	
Soczewka pośrednia	$6,42 \times 10^{-5}$	$5,75 \times 10^{-5}$			
Projektor	2×10^{-6}				2×10^{-6}
Układ powiększający	$0,372 \times 10^{-3}$	$6,755 \times 10^{-6}$			

SPIS OZNACZEŃ

- A - zdolność rozdzielcza obrazu dyfrakcyjnego
- A_0 - zdolność rozdzielcza obrazu dyfrakcyjnego dla $d_0 = 1 \text{ \AA}$
- b_B - odległość obrazowa soczewki dyfrakcyjnej
- C_{sf} - stała aberracji sferycznej soczewki
- D - dobroć obrazu dyfrakcyjnego; średnica otworu nabiegunnika
- D_0 - dobroć obrazu dyfrakcyjnego dla $d_0 = 1 \text{ \AA}$
- D_1, D_2 - średnice pierścieni dyfrakcyjnych
- d_{hkl} - odległość międzypłaszczyznowa
- F_g - czynnik strukturalny
- f - odległość ogniskowa soczewki
- Δf_{as} - różnica astygmatyczna
- g_0 - odległość przedmiotowa obiektywu
- g_B - odległość przedmiotowa soczewki dyfrakcyjnej
- Δg_B - rozogniskowanie soczewki dyfrakcyjnej
- h - szerokość połówkowa rozkładu pola magnetycznego;
wysokość stożka dyfrakcyjnego
- I_d - prąd wzbudzenia soczewki dyfrakcyjnej
- I_p - prąd wzbudzenia soczewki pośredniej
- k - odległość obrazowa soczewki pośredniej
- k^2 - siła soczewki
- L - długość kamery
- l - odległość przedmiotowa projektora
- M - powiększenie soczewki
- n - odległość obrazowa projektora
- p - odległość przedmiotowa soczewki pośredniej
- R, r - promień pierścienia dyfrakcyjnego

- ΔR - średnica krążka rozproszenia
- $r+1$ - wielkość wyselekcjonowanego obszaru próbki
- r_1 - promień pierścienia dyfrakcyjnego na ekranie końcowym
- Δr - zwiększenie promienia pierścienia dyfrakcyjnego wywołane dystorsją radialną projektora; średnica astygmatyczna krążka rozproszenia
- S - szerokość szczeliny nabiegunnika
- s - odchylenie od warunku Bragga; odległość przesłony selekcyjnej od płaszczyzny głównej soczewki dyfrakcyjnej
- U - napięcie przyspieszające
- V_c - objętość komórki elementarnej
- y - grubość kryształu
- Z_{OB} - odległość obiektyw - soczewka dyfrakcyjna
- α - apertura soczewki
- Γ_p - płaszczyzna obrazowa soczewki dyfrakcyjnej
- Γ_z - płaszczyzna pierwszego obrazu pośredniego; płaszczyzna przesłony selekcyjnej
- Δ_{sf} - promień krążka rozproszenia w wyniku aberracji sferycznej w płaszczyźnie obrazu
- δ_{sf} - promień krążka rozproszenia w wyniku aberracji sferycznej
- δ_{as} - promień astygmatycznego krążka rozproszenia
- δ - promień sumarycznego krążka rozproszenia w wyniku aberracji soczewki; średnica centralnego krążka dyfrakcyjnego
- θ - kąt rozpraszania /ugięcia/ elektronów
- λ - długość fali de Broglie'a; kąt ugięcia elektronów
- ξ_g - długość ekstynkcji
- φ - kąt ugięcia elektronów

- $\bar{\Phi}$ - średnica przesłony selekcyjnej
 Φ_0 - płaszczyzna ogniskowa obiektywu
 Φ'_0 - płaszczyzna pozaogniskowa obiektywu

SPIS INDEKSÓW

- o - obiektyw
I - soczewka dyfrakcyjna
II - soczewka pośrednia
n - n-ta soczewka
proj - soczewka projekcyjna
wyp - wypadkowy

SPIS LITERATURY

- [1] Bauer E. - Elektronenbeugung Verlag Moderne Industrie, München 1958
- [2] Hirsch P.B., Howie A., Nicholson R.B., Pashley D.W., Whelan M.J. - Elektronnaja mikroskopiya tonkich krystallov, Wyd. Mir, Moskwa 1968
- [3] Rymer T.B. - Electron diffraction Co LTD 11New Ferrer Lane, London Methuen 1970
- [4] Amelinckx S., Gevers R., Remaut G., Van Landuyt J. - Modern diffraction and imaging techniques in materials science; North - Holland Publishing Com. Amsterdam - London 1970
- [5] Kozubowski J. - Metody transmisyjnej mikroskopii elektronowej, Wyd. Śląsk Katowice 1975
- [6] Authier A., Gillet M., Michel P., Pytkowski S. - Podstawy i metody współczesnej elektronografii, Wyd. PAN, Wrocław - Warszawa - Kraków - Gdańsk Zakład Narodowy im. Ossolińskich 1972
- [7] Howie A. - The theory of electron diffraction image contrast, Electron microscopy in materials science, Ed.U. Valdre, New York 1972, Academic Press
- [8] Sernels R., Gevers R., - A particular many beam situation in transmission electron diffraction. PHYS.STAT.SOL. 45, 1971
- [9] Sernels R., Gevers R. - Systematic reflections in transmission electron diffraction. PHYS.STAT.SOL. 33, 1969
- [10] Glaser W. - Grundlagen der Elektronenoptik Springer - Verlag, Wien 1952

- [11] Barwicz W., Mulak A., Szymański H. - Zastosowanie optyki elektronowej, Wyd. Komunikacji i Łączności - Warszawa 1969
- [12] Paszkowski B. - Optyka elektronowa, WNT Warszawa 1965
- [13] Hawkes P.W. - Elektronnaja optika i elektronnaja mikroskopija, Wyd. Mir, Moskwa 1964
- [14] Pilankievič A.N. - Prosvećivajuščaja elektronnaja mikroskopija, Wyd. Naukowa Dumka Kijów 1975
- [15] Mahl H. Weitsch W. - Kleinwinkelbeugung mit Elektronenstrahlen. Zs. Naturforsch. 15a/1960
- [16] Ferrier R.P. - Observation of small angle magnetic scattering in an AEI EM6 electron microscope Proc. III ECEM Prague 1964 Vol. 1
- [17] Drahos V., Delong A. - Resolution in low angle electron diffraction Nature 209, 1966
- [18] Wade R.H., Silcox J. - Small angle electron scattering from vacuum condensed metallic films. I Theory. II. Experiment, PHYS.STAT.SOL. 19, 1967
- [19] Curtis G.H. i in. - An improved technique for ultra high resolution electron diffractions J.Sci.Instr. 44/1967
- [20] Basset G.A., Keller A. - Low angle scattering in an electron microscope. Applications to Polymers: PHIL. Mag. 9, 1962
- [21] Ferrier R.P. - Small angle electron diffraction in the electron microscope. Adv. in optical and electron microscopy. Ed. R. Barrer, V.E. Cosslett. Vol. 3, London 1969, Academic Press
- [22] Low angle scattering electron diffraction studies using a conventional electron microscope: JEOL News 9c, 1971, Nr 1

- [23] Pinsker Z.G. - Sovremennaja elektronografičeskaja apparatura, Pribory i tehnika eksperimenta 1, 1959
- [24] Reimer L. - Elektronenmikroskopische Untersuchungs - ung Präparations Methoden, Springer Verlag, Berlin Göttingen. Heidelberg 1959
- [25] Cullity B.D. - Podstawy dyfrakcji promieni rentgenowskich, PAN, Warszawa 1964
- [26] Andrews K.W., Keown S.R., Dyson D.J. - Elektronogrammy i ich interpretacja, Wys. Mir, Moskwa 1971
- [27] Hałas A., Szymański H. - Mikroskopy elektronowe WKŁ, Warszawa 1965
- [28] Gricenko G.S. i in. - Metody elektronnoj mikroskopii minerallov, Wyd. Nauka, Moskwa 1969
- [29] Thomas G. - Transmission electron microscopy of metals, I. Wiley a. Sons, New York - London 1962
- [30] Dowell W.C.T. - Fehler von Beugungsdiagrammen die mittels Elektronenlinsen erzeugt und abgebildet sind, Optik, Band 20, Heft 12, 1963
- [31] Phillips R. - Selected - area diffraction in the electron microscope, British Journal of Applied Physics, Vol. 11, No 11, 1969
- [32] Agar A. - Accuracy of selected-area microdiffraction, Brit. J. Appl. Phys. Vol. 11, 1960
- [33] Riecke W.D. - Verzeichnung und Auflösung der im Le Pooleschen Strahlengang aufgenommenen Beugungsdiagramme, Optik, Band 18, Heft 8, 1961

- [34] Riecke W.D. - "Über die Genauigkeit der Übereinstimmung von ausgewählten und beugendem Bereich bei der Feinbereichs-Elektronenbeugung im Le Pooleschen Strahlengang, Optik, Band 19, Heft 6, 1961
- [35] Pilankievič A.N., Biellodied R.M. - O točnosti opredielenia pieriodov kristalličeskoj rešetki metodom mikrodifrakcji, Zavodskaja lab. 9, 1974
- [36] Dowell W.C.T. - Das elektronenmikroskopische Bild von Netzebenenscharen und sein Kontrast, Optik, Band 20, Heft 11, 1963
- [37] Le Poole I.B. - Ein neues Elektronenmikroskop mit stetig rogerbarer Vergrößerung, Philips Techn. Rundsch. 9, 1947
- [38] Riecke W.D. - "Über eine neue Methode zur Herstellung von Elektronenbeugungsdiagrammen extrem kleiner ausgewählter Bereiche aus Elektronenmikroskopischen Durchstrahlungs - präparaten, Optik 19, 1962
- [39] Prospekt firmy JEOL - Electron microscope JEM-100C
- [40] Prospekt firmy PHILIPS - Electron microscope EM-301
- [41] Lodder J.C., Berg K.G.V.D. - A method for accurately determining lattice parameters using electron diffraction in a commercial electron microscope, J. of Microscope Vol.100 Pt 1, January 1974
- [42] Beeston B.E.P., Horne R.W., Markham R. - Electron diffraction and optical diffraction techniques North - Holland Publishing Company - Amsterdam - London American Elsevier Publishing W., INC - New York 1973
- [43] Szymański H. - Aberracje elektronooptyczne w urządzeniach z wiązką elektronową, Prace Naukowe ITE Politechniki Wrocławskiej Nr 15, 1975

- [44] Kielman W.M., Jawor S.J. - Elektronnaja optika, Wyd.A.Nauk ZSRR, Moskwa - Leningrad 1959
- [45] Szymański H. - Astygmatyzm osiowy magnetycznego obiektywu mikroskopu elektronowego i jego kompensacja, Rozprawa doktorska, Wrocław - czerwiec 1965

