

INTRODUÇÃO A CRISTALOGRAFIA APLICADA À DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS PARA MATERIAIS SÓLIDOS

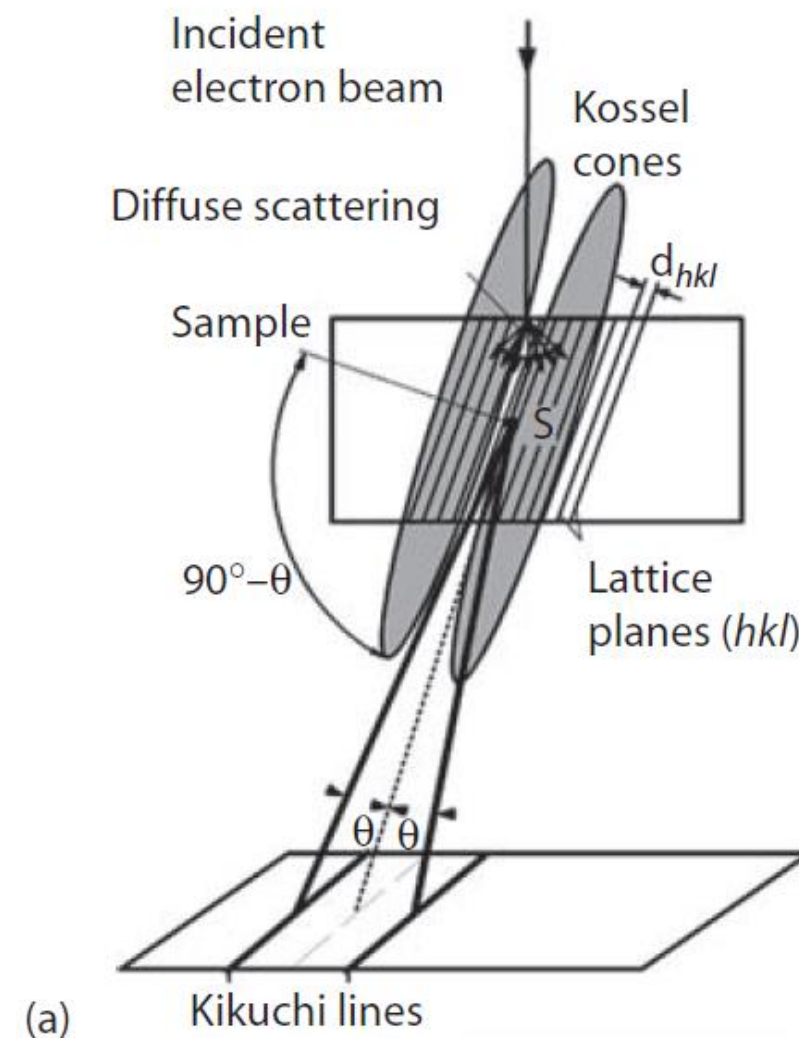
Aula 10 – “CBED”

Kikuchi Diffraction

- Difração de linhas de Kikuchi podem ser observadas no MEV e no MET. É mais fácil visualizar sua geometria no MET.
- Quando um feixe de elétrons atravessa um sólido cristalino ele é espalhado de forma difusa em todas as direções.
- Isso significa que sempre haverá uma parcela dos elétrons fazendo um ângulo θ_B (ângulo de Bragg) com alguns planos cristalinos.
- Esses elétrons podem sofrer difração!

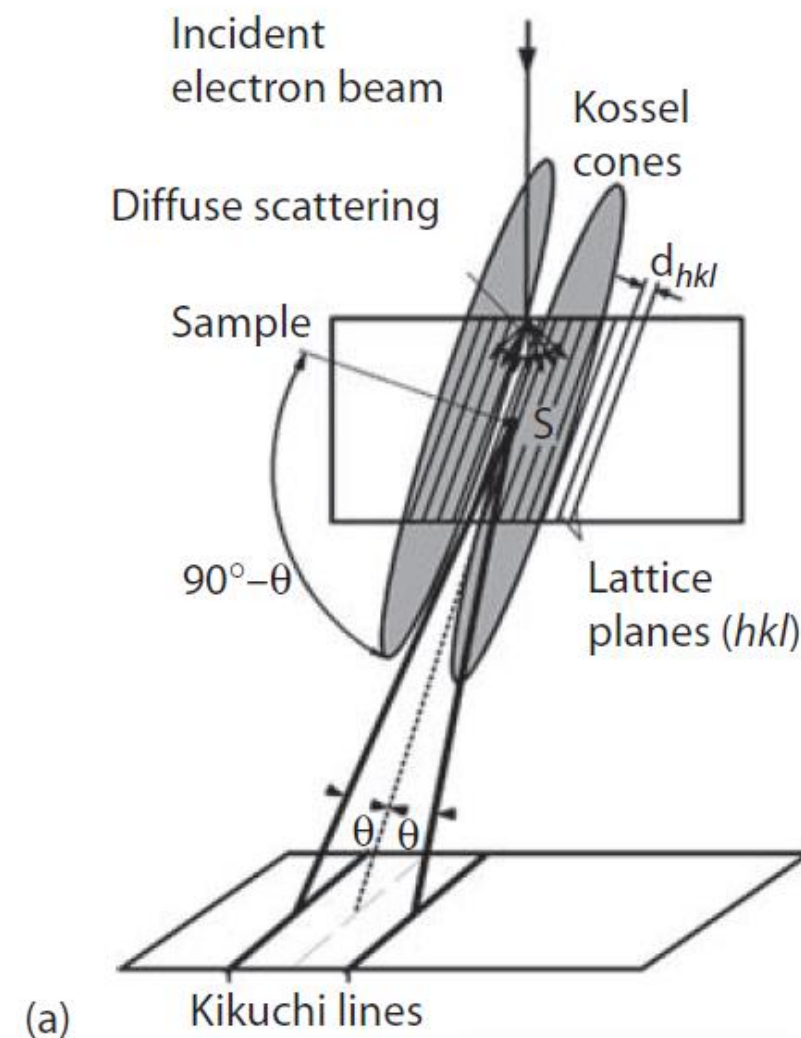
Kikuchi Diffraction

- Esses elétrons que fazem um ângulo θ_B difratam formando dois cones (Kossel cones).
- Esses feixes difratados fazem um ângulo de $90^\circ - \theta_B$ com a normal dos planos difratando.
- Os valores de θ_B no caso de difração de elétrons são muito pequenos (geralmente menores que $0,5^\circ$). Consequentemente, o semi-ângulo do cone é muito grande (quase 180°).
- Dessa forma as bandas de Kikuchi aparecem como linhas.



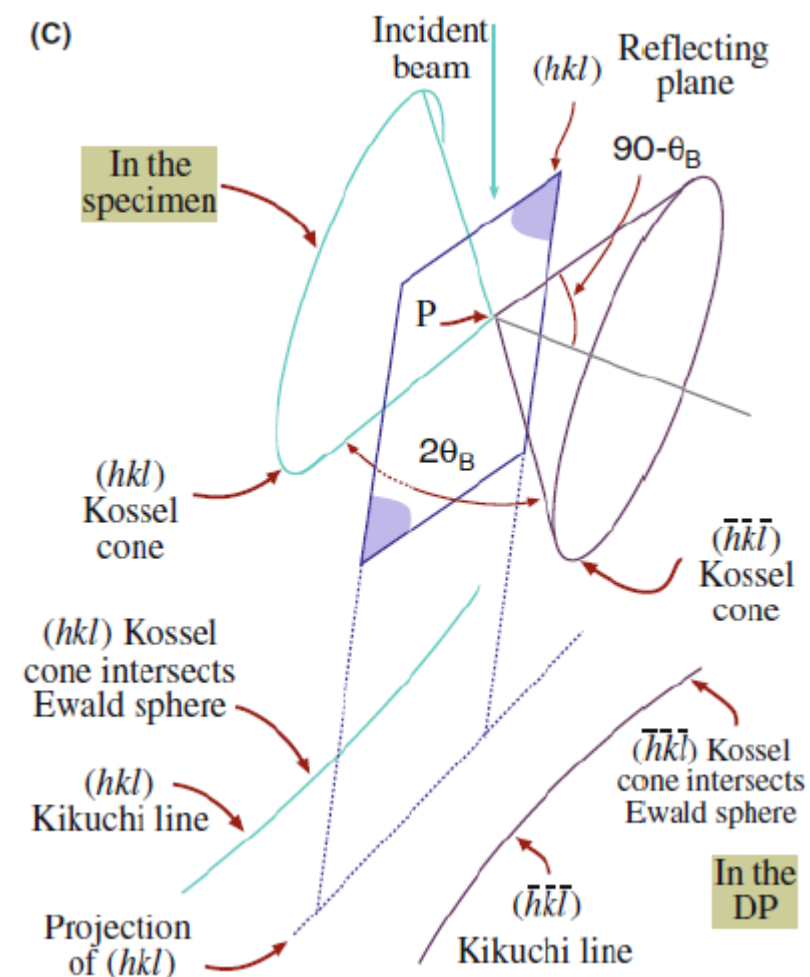
Kikuchi Diffraction

- Veja que as linhas tem um espaçamento angular de $2\theta_B$, que por sua vez é proporcional ao espaçamento interplanar.
- O padrão de difração de linhas de Kikuchi consiste de pares de linhas “paralelas” onde cada par (ou banda) tem uma espessura distinta que corresponde a um plano cristalino.
- A intersecção dessas bandas corresponde a eixos de zona.
- Assim, esse padrão contém informações sobre a estrutura cristalina do material e também da orientação de seus grãos.

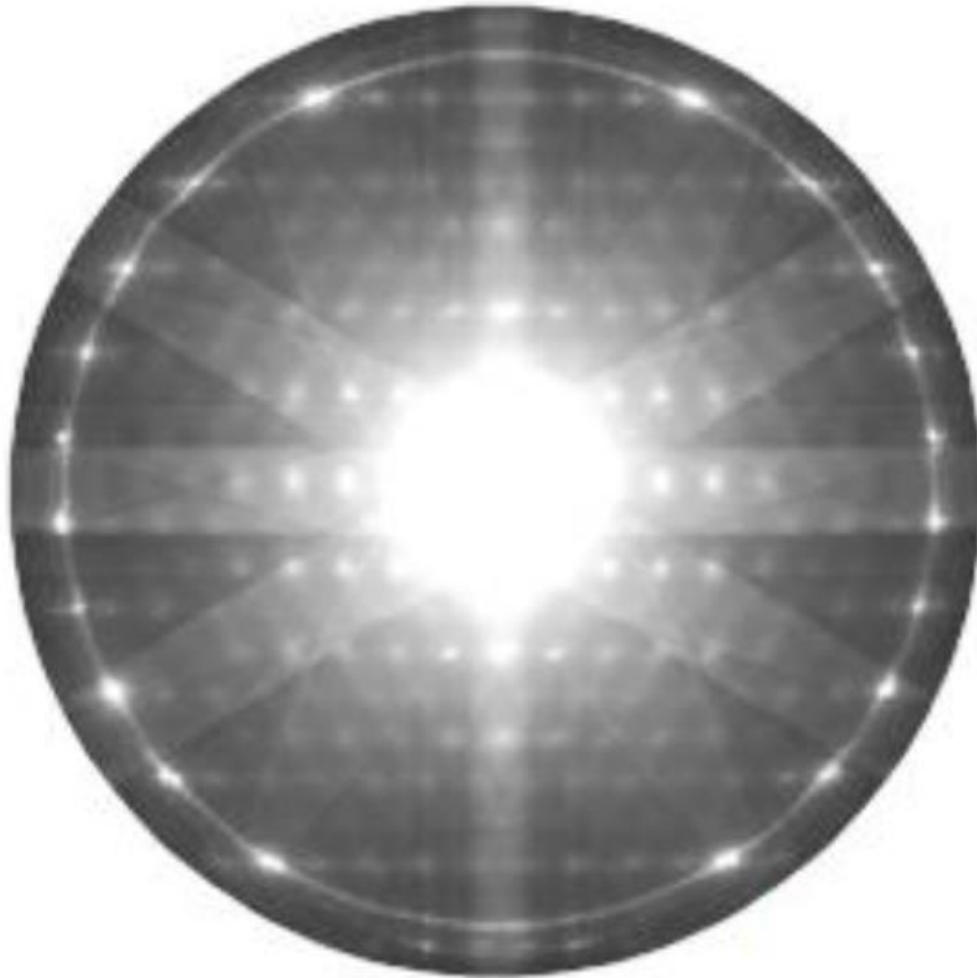


Kikuchi Diffraction

- As linhas de Kikuchi aparecem sempre como pares de linhas paralelas.
- Uma linha corresponde a θ_B e a outra a $-\theta_B$.
- Uma linha representa $\mathbf{g}$ e a outra $-\mathbf{g}$.
- Uma linha é mais intensa (excess line) e a outra menos (deficient line).
- A distância entre no espaço recíproco entre $-\mathbf{g}$ e $\mathbf{g}$ é g (e não $2g$) pois o ângulo entre os dois Kossel cones é $2\theta_B$.

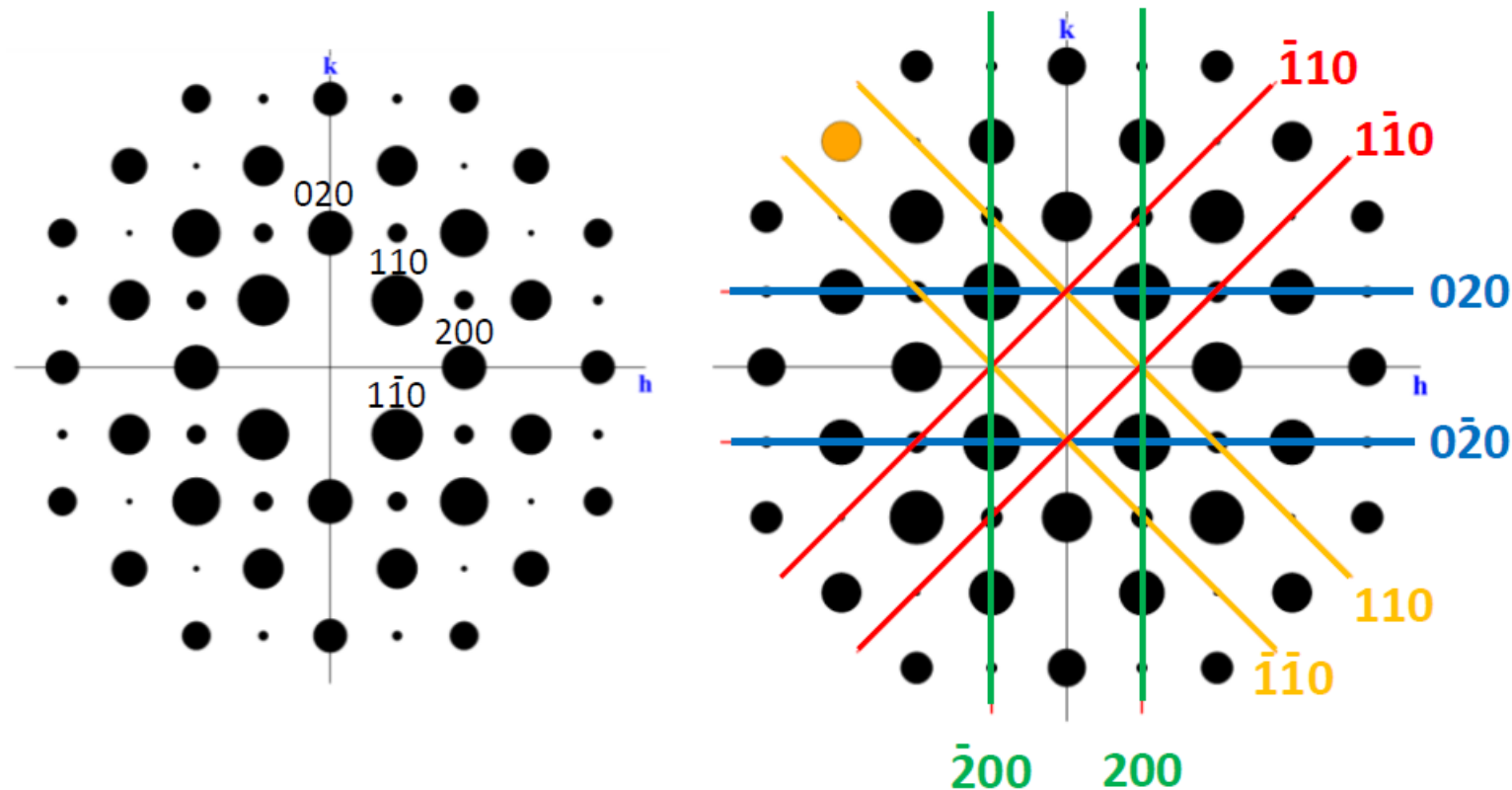


Kikuchi Diffraction



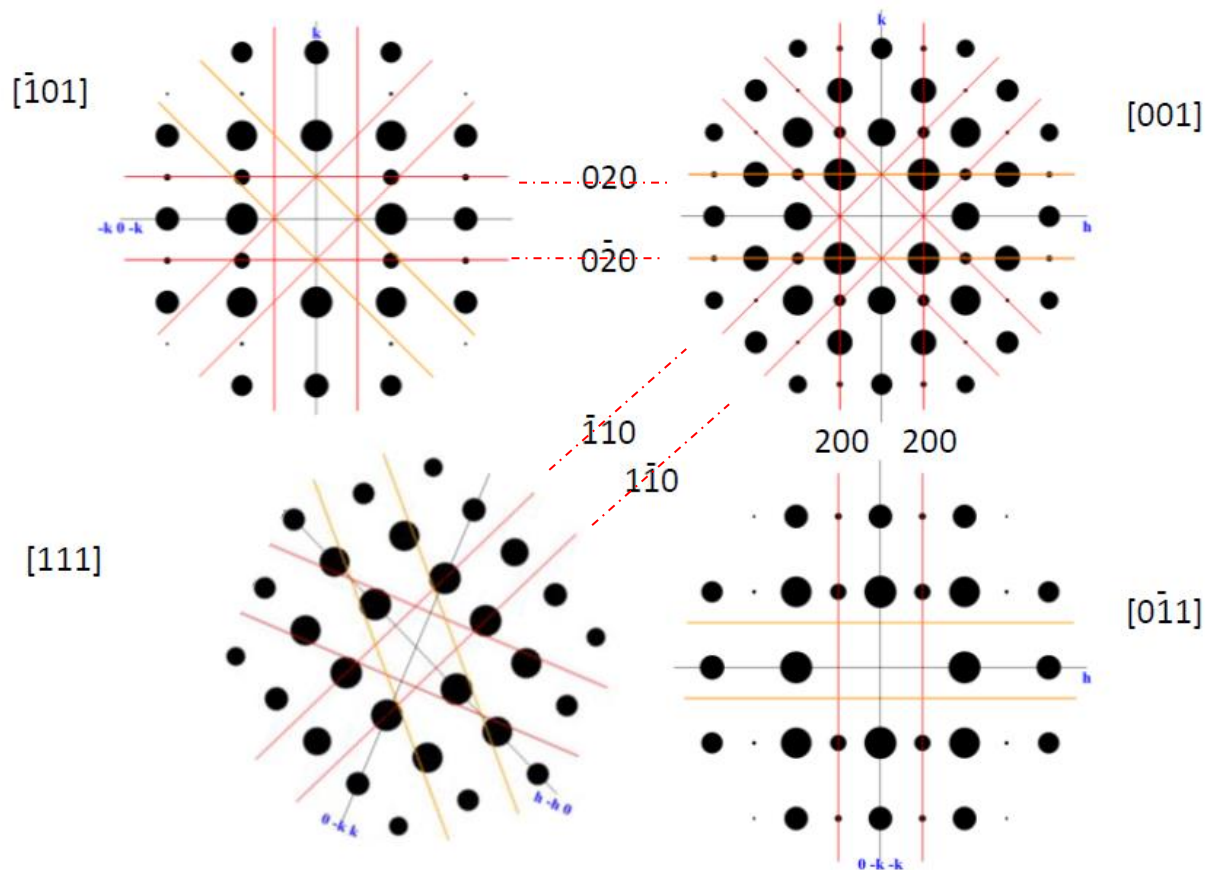
Kikuchi Diffraction

- Para um eixo de zona particular, você pode desenhar as linhas de Kikuchi como sendo linhas bissetoras perpendiculares a cada vetor “g” na ZOLZ. A distância entre cada par de linhas é $|g_{hkl}|$.



Kikuchi Maps

- Se você construir as linhas de Kikuchi para vários eixos de zona, usando reflexões (pares de linha) comuns entre os eixos de zona, você poderá obter mapas que te levam de uma zona para outra (Kikuchi maps).



Kikuchi Maps

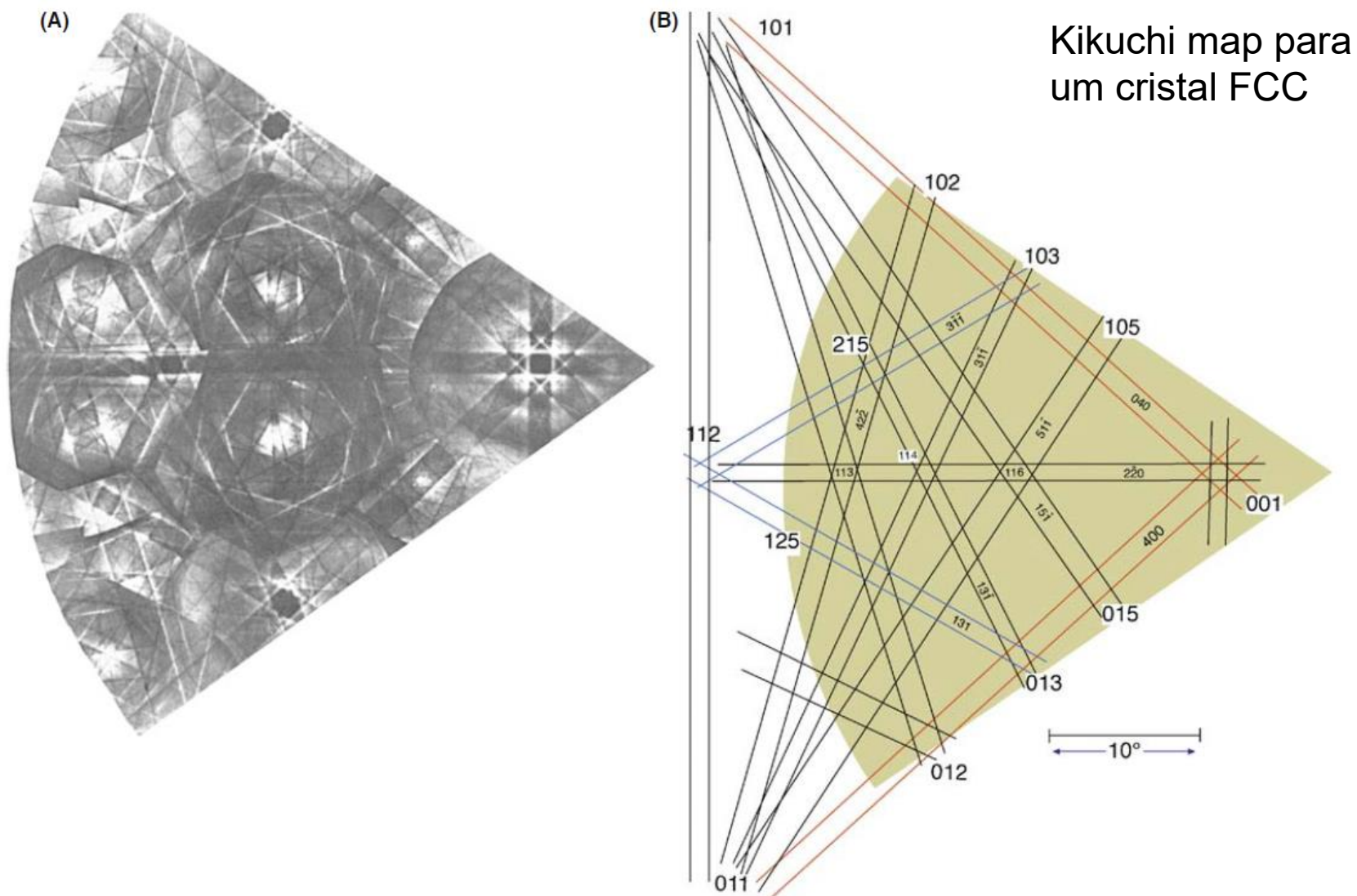
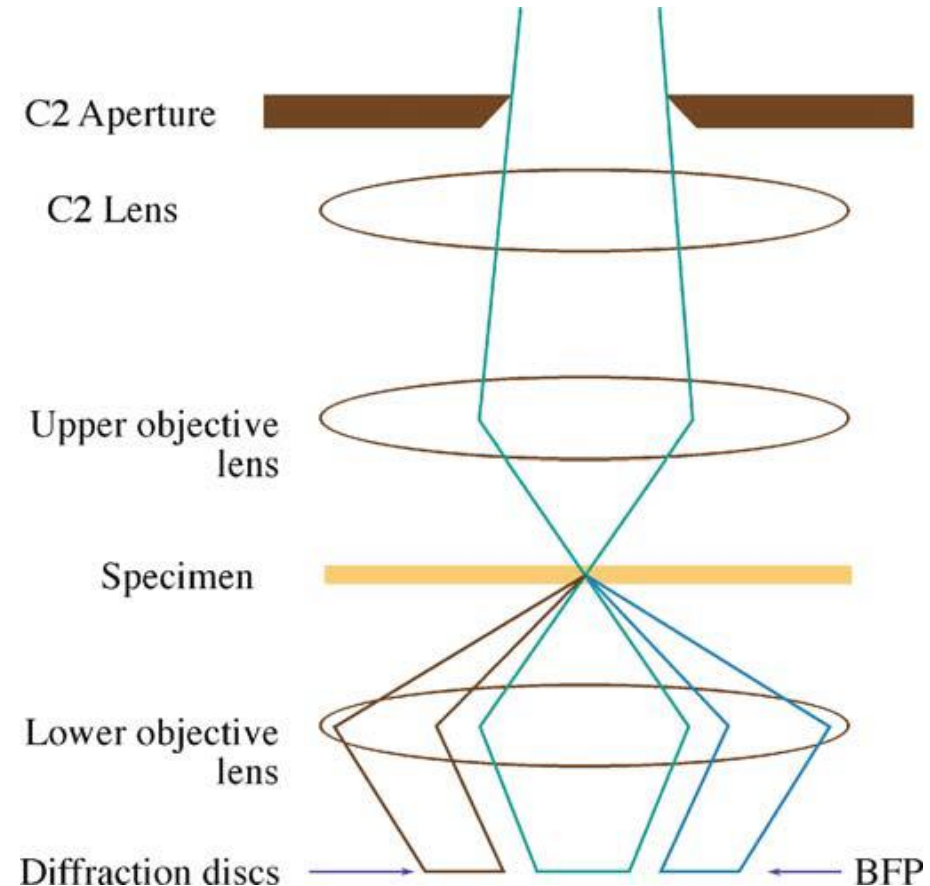


FIGURE 19.6. (A) Experimental Kikuchi map for fcc crystals and (B) indexed Kikuchi lines in the schematic map.

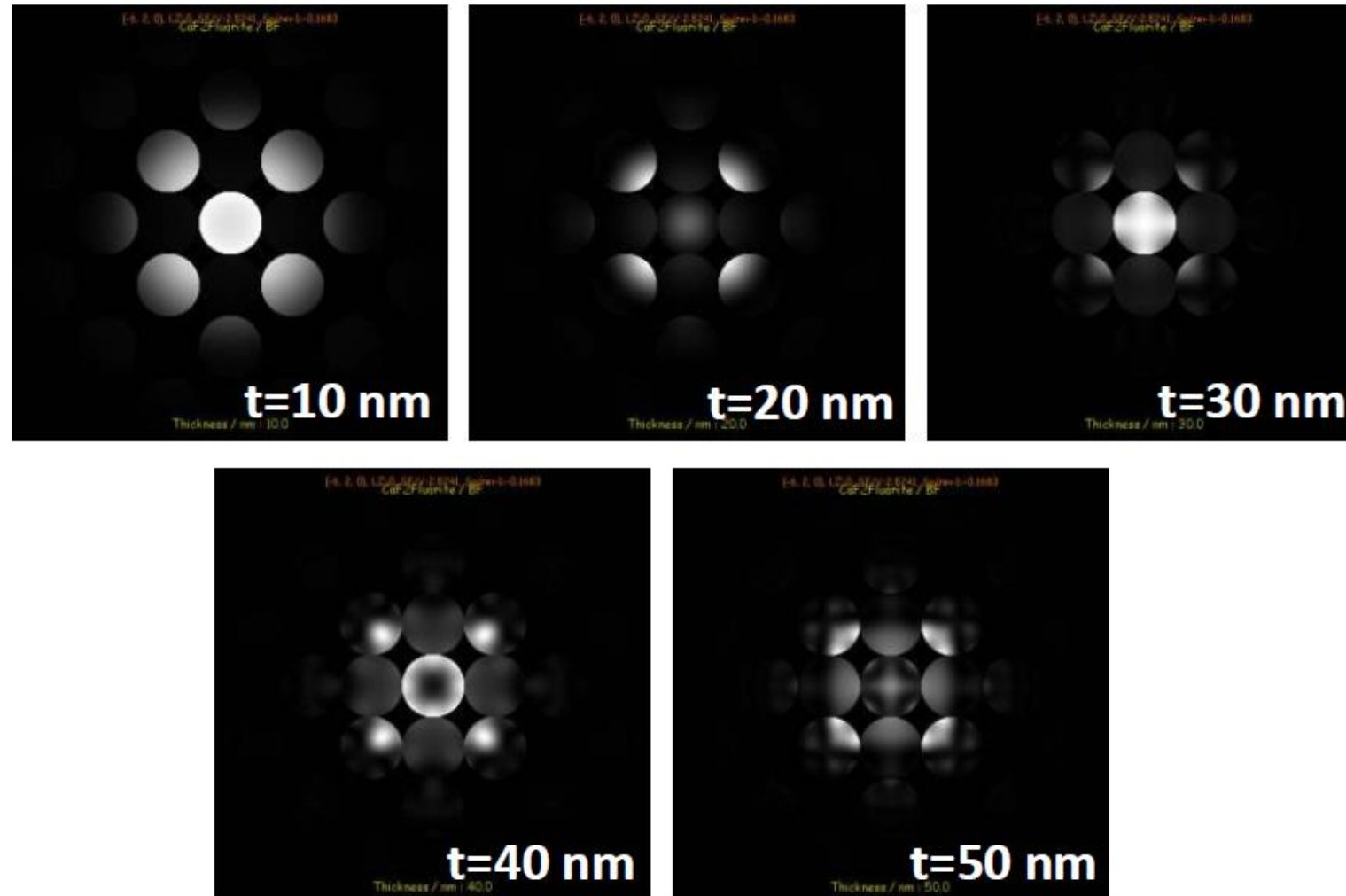
CBED Patterns

- Usando CBED podemos obter informações importantes (e mais completas em comparação com SAED) sobre estrutura cristalina da amostra.
- Além disso, podemos usar essa técnica para obter nanodifrações, o que é muito útil quando a área a ser analisada se torna muito pequena para a técnica de SAED.
- Também usamos CBED para obter linhas de Kikuchi.



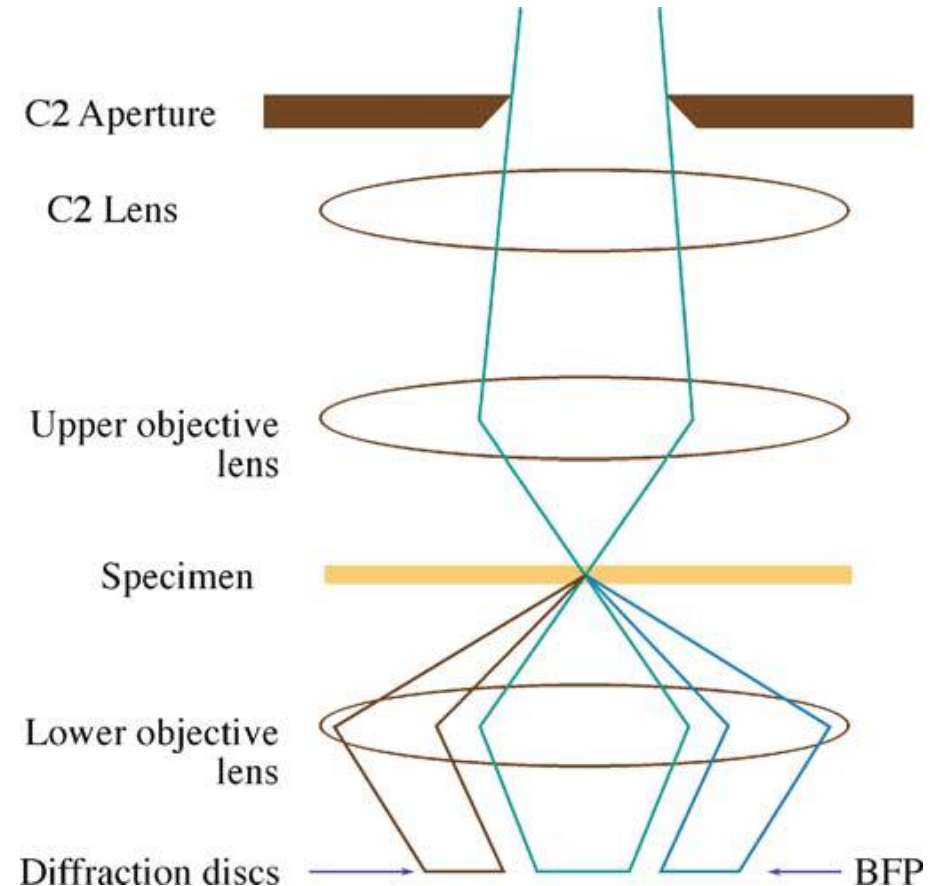
CBED Patterns

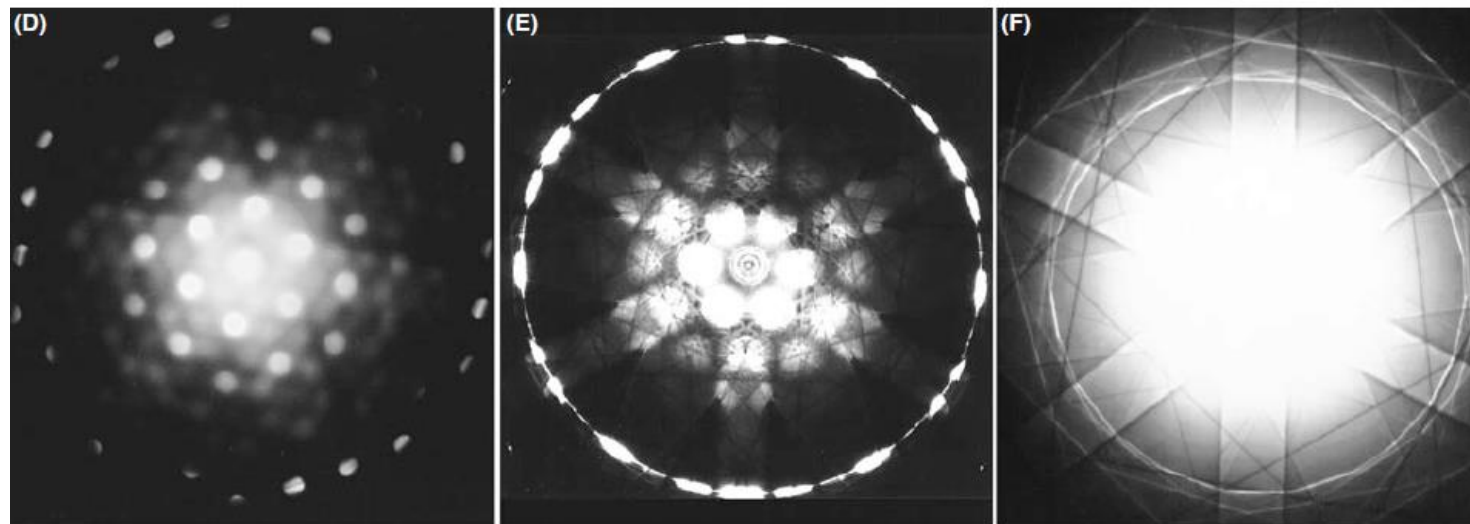
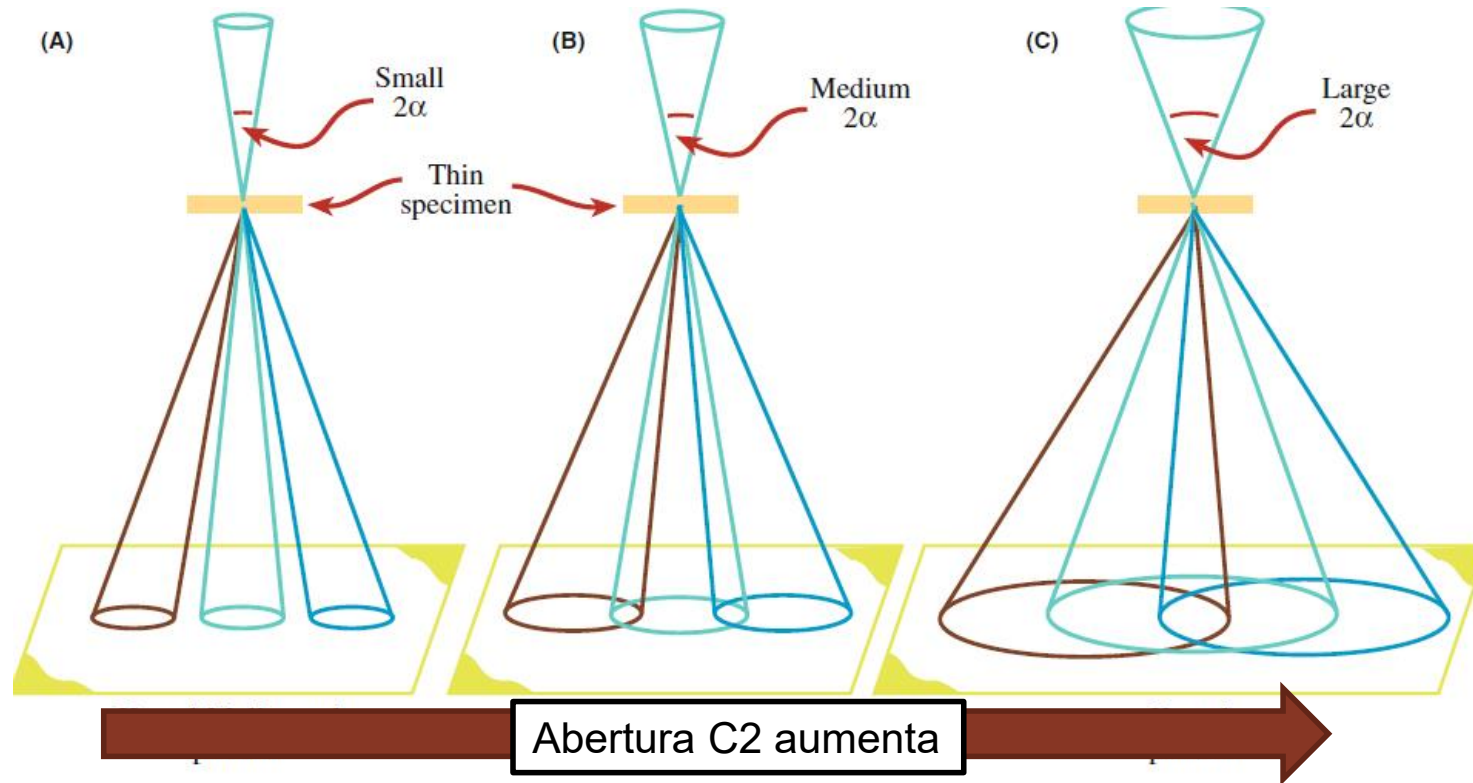
For CBED you need sufficiently thick crystals:



CBED Patterns

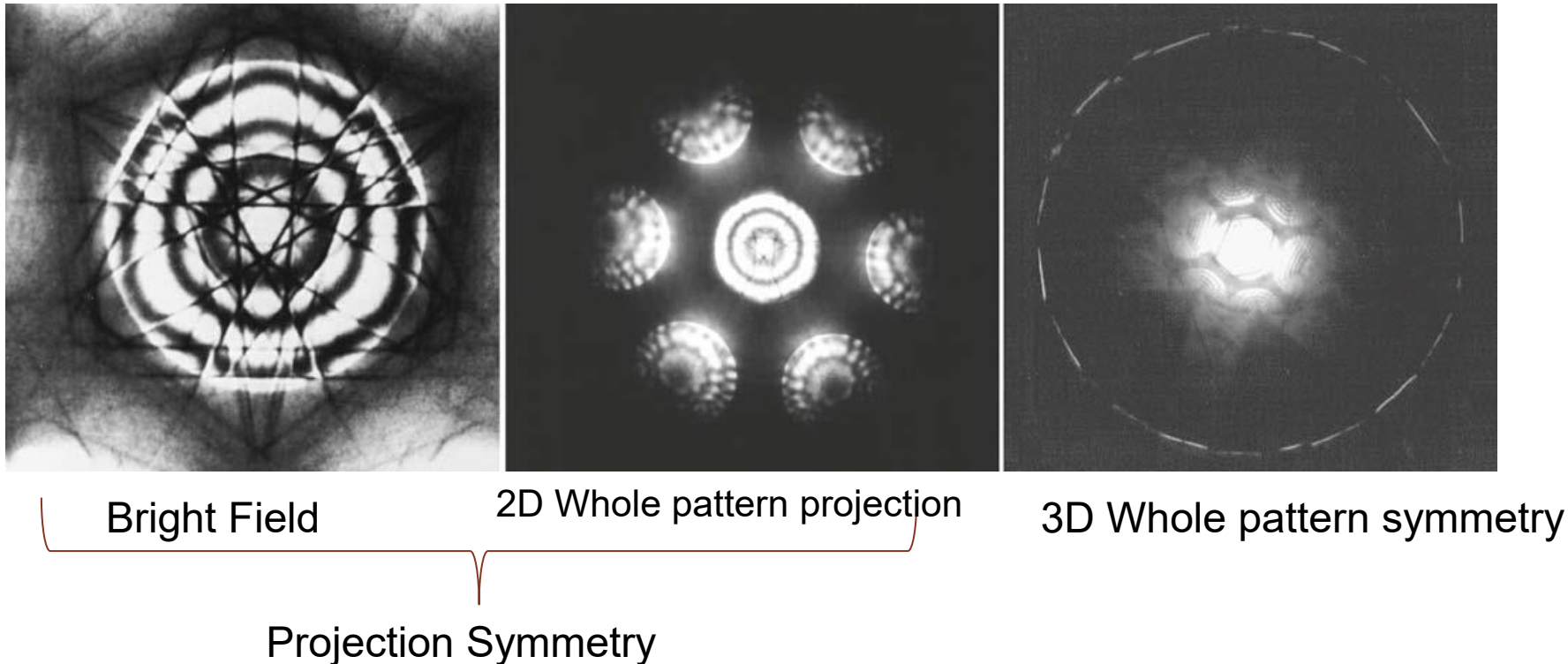
- Mudando o tamanho da abertura C2 podemos obter diferentes resultados:
- Desde linhas de Kikuchi bastante intensas (abertura grande) até nanodifração onde muitas vezes não observamos as linhas de Kikuchi e os discos do padrão CBED tornam-se pontos.





CBED Patterns

- Mudando a constante de câmera podemos ver os detalhes no nosso padrão CBED. Obtemos padrões que são úteis na determinação de grupos pontuais.



CBED Patterns

FRIEDEL'S LAW

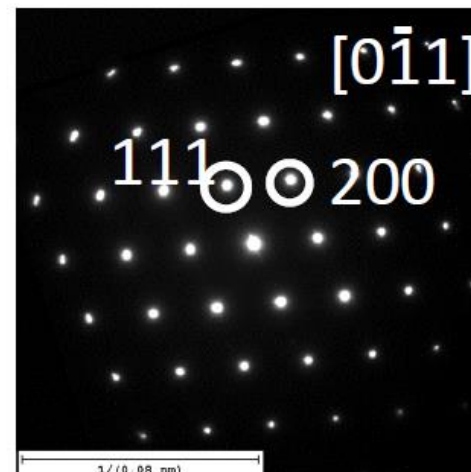
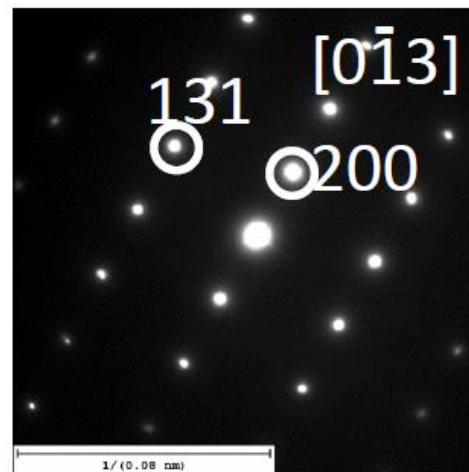
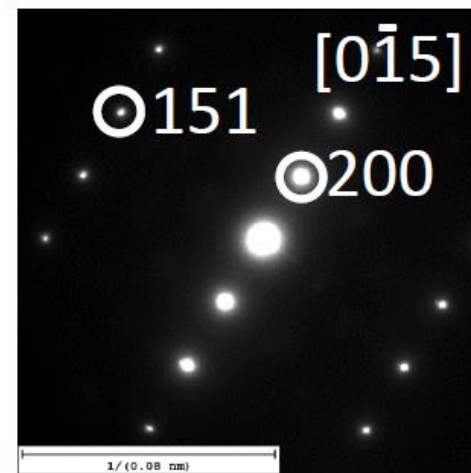
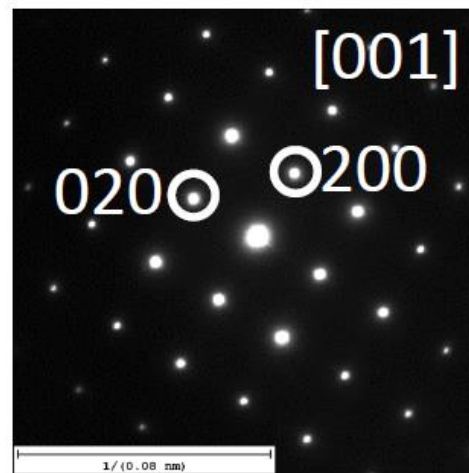
Under kinematical diffraction conditions, the intensity of a reflection hkl is equal to the intensity in its opposite reflection $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$.

- Nos padrões de SAED temos sempre um centro de inversão em, mesmo que nosso cristal não possua um centro de inversão.
- Já nos padrões CBED essa lei não é obedecida. Podemos fazer determinação de grupo pontual.
- SAED e CBED são complementares para determinação de grupo espacial.

Determinando grupo espacial CaF_2

- Vamos usar um dos procedimentos para determinação de grupo espacial chamado de “Eades method”.
- Esse método permite que nós obtenhamos o grupo pontual de um cristal a partir de padrões CBED.
- Para determinar o tipo de centrimento de célula e extinsões precisamos dos padrões SAED.
- Lembremos do exemplo com o CaF_2 .

Determinando grupo espacial CaF_2



E

A partir dos padrões de difração observados, podemos concluir que os possíveis grupos espaciais são: $F23$, $Fm\bar{3}$, $F432$, $F\bar{4}3m$ e $Fm\bar{3}m$.

Il O

CUBIC, Laue classes $m\bar{3}$ and $m\bar{3}m$

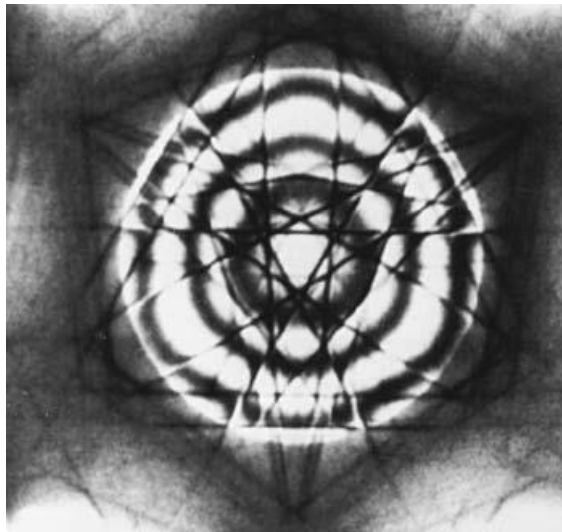
					Laue class				
Reflection conditions (Indices are permutable, apart from space group No. 205) ††					Extinction symbol	$m\bar{3}$ ($2/m\bar{3}$)		$m\bar{3}m$ ($4/m\bar{3}2/m$)	
						Point group			
hkl	$Ok l$	hhl	$00l$		23	$m\bar{3}$	432	$\bar{4}3m$	$m\bar{3}m$
				$P---$	$P23$ (195)	$Pm\bar{3}$ (200)	$P432$ (207)	$P\bar{4}3m$ (215)	$Pm\bar{3}m$ (221)
			l	$\begin{cases} P2_1-- \\ P4_2-- \end{cases}$	$P2_13$ (198)		$P4_232$ (208)		
			$l = 4n$	$P4_1--$			$\begin{cases} P4_132 (213) \\ P4_332 (212) \end{cases}^{\ddagger\ddagger}$		
		l	l	$P--n$				$P\bar{4}3n$ (218)	$Pm\bar{3}n$ (223)
	$k\ddagger\ddagger$		l	$Pa--$		$Pa\bar{3}$ (205)			
	$k+l$		l	$Pn--$		$Pn\bar{3}$ (201)			$Pn\bar{3}m$ (224)
	$k+l$	l	l	$Pn-n$					$Pn\bar{3}n$ (222)
$h+k+l$	$k+l$	l	l	$I---$	$\begin{bmatrix} I23 (197) \\ I2_13 (199) \end{bmatrix}^{\S\S}$	$Im\bar{3}$ (204)	$I432$ (211)	$I\bar{4}3m$ (217)	$Im\bar{3}m$ (229)
$h+k+l$	$k+l$	l	$l = 4n$	$I4_1--$			$I4_132$ (214)		
$h+k+l$	$k+l$	$2h+l = 4n, l$	$l = 4n$	$I--d$				$I\bar{4}3d$ (220)	
$h+k+l$	k, l	l	l	$Ia--$		$Ia\bar{3}$ (206)			
$h+k+l$	k, l	$2h+l = 4n, l$	$l = 4n$	$Ia-d$					$Ia\bar{3}d$ (230)
$h+k, h+l, k+l$	k, l	$h+l$	l	$F---$	$F23$ (196)	$Fm\bar{3}$ (202)	$F432$ (209)	$F\bar{4}3m$ (216)	$Fm\bar{3}m$ (225)
$h+k, h+l, k+l$	k, l	$h+l$	$l = 4n$	$F4_1--$			$F4_132$ (210)		
$h+k, h+l, k+l$	k, l	h, l	l	$F--c$				$F\bar{4}3c$ (219)	$Fm\bar{3}c$ (226)
$h+k, h+l, k+l$	$k+l = 4n, k, l$	$h+l$	$l = 4n$	$Fd--$		$Fd\bar{3}$ (203)			$Fd\bar{3}m$ (227)
$h+k, h+l, k+l$	$k+l = 4n, k, l$	h, l	$l = 4n$	$Fd-c$					$Fd\bar{3}c$ (228)

Determinando grupo espacial CaF_2

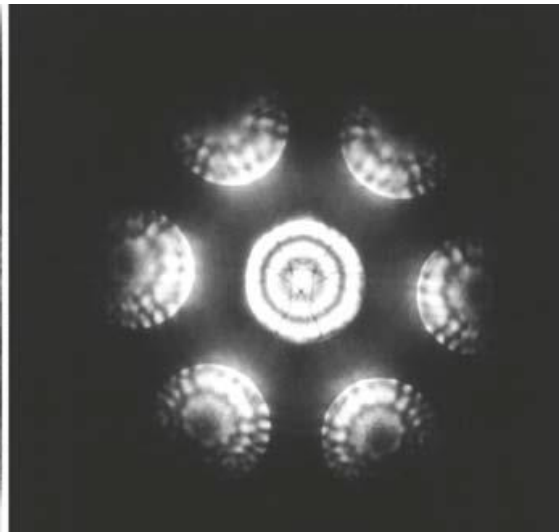
- Assim temos as seguintes possibilidades: $F23$, $Fm\bar{3}$, $F432$, $F\bar{4}3m$ e $Fm\bar{3}m$
- Para obtermos grupo espacial:
 - 1) Precisamos obter padrões CBED de eixos de zona de alta simetria, preferivelmente mostrando HOLZ.
 - 2) Vamos a partir desses padrões derivar um “diffraction group” usando as simetrias observadas.
 - 3) Usar duas tabelas para cruzar informações e definir grupo pontual.

Determinando grupo espacial CaF_2

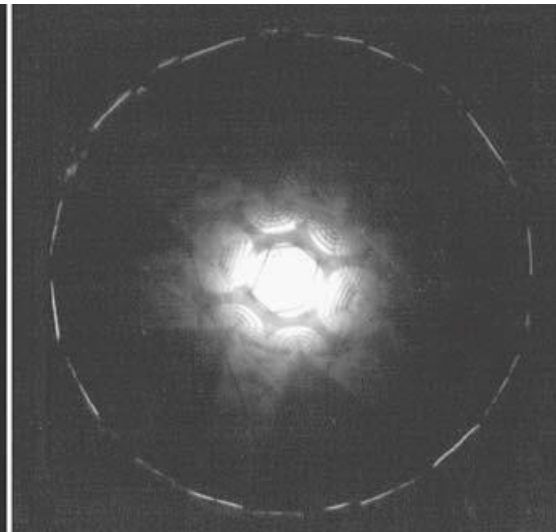
- O Bright Field é geralmente difícil de se obter com boa qualidade. Os mais usados são o “whole pattern projection” e o “whole pattern symmetry”. OBS: **As figuras abaixo não são do CaF_2 .**



Bright Field



2D Whole pattern projection



3D Whole pattern symmetry

Projection Symmetry

Determinando grupo

- Vamos usar a tabela ao lado para ajudar a definir o grupo pontual.

330

J.A. Eades

Table 7.1: Diffraction Groups and Pattern Symmetries				Table 7.2: Projection Diffraction Groups and Pattern Symmetries		
diffraction group	bright field	whole pattern	projection diffraction group	projection diffraction group	bright field	whole pattern
1	1	1	1 _R	1 _R	2	1
1 _R	2	1	1 _R			
2	2	2	21 _R	21 _R	2	2
2 _R	1	1	21 _R			
21 _R	2	2	21 _R			
m _R	m	1	m1 _R	m1 _R	2mm	m
m	m	m	m1 _R			
m1 _R	2mm	m	m1 _R			
2m _R m _R	2mm	2	2mm1 _R	2mm1 _R	2mm	2mm
2mm	2mm	2mm	2mm1 _R			
2 _R mm _R	m	m	2mm1 _R			
2mm1 _R	2mm	2mm	2mm1 _R			
4	4	4	41 _R	41 _R	4	4
4 _R	4	2	41 _R			
41 _R	4	4	41 _R			
4m _R m _R	4mm	4	4mm1 _R	4mm1 _R	4mm	4mm
4mm	4mm	4mm	4mm1 _R			
4 _R mm _R	4mm	2mm	4mm1 _R			
4mm1 _R	4mm	4mm	4mm1 _R			
3	3	3	31 _R	31 _R	6	3
31 _R	6	3	31 _R			
3m _R	3m	3	3m1 _R	3m1 _R	6mm	3m
3m	3m	3m	3m1 _R			
3m1 _R	6mm	3m	3m1 _R			
6	6	6	61 _R	61 _R	6	6
6 _R	3	3	61 _R			
61 _R	6	6	61 _R			
6m _R m _R	6mm	6	6mm1 _R	6mm1 _R	6mm	6mm
6mm	6mm	6mm	6mm1 _R			
6 _R mm _R	3m	3m	6mm1 _R			
6mm1 _R	6mm	6mm	6mm1 _R			

Determinando grupo espacial CaF_2

Queremos identificar o **diffraction group**.

330

J.A. Eades

Table 7.1: Diffraction Groups and Pattern Symmetries

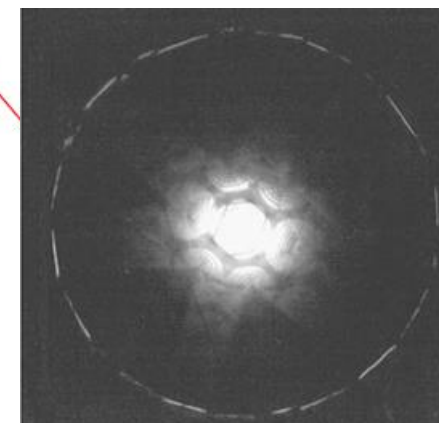
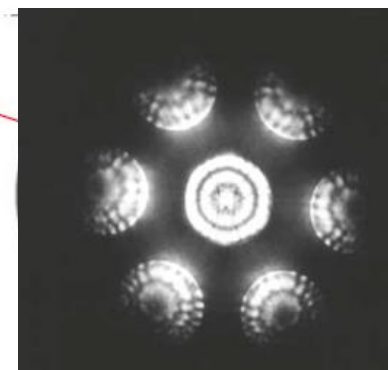
diffraction group	bright field	whole pattern	projection diffraction group
1	1	1	1R
1R	2	1	1R
2	2	2	21R
2R	1	1	21R
21R	2	2	21R
mR	m	1	m1R
m	m	m	m1R
m1R	2mm	m	m1R
2mRmR	2mm	2	2mm1R
2mm	2mm	2mm	2mm1R
2RmmR	m	m	2mm1R
2mm1R	2mm	2mm	2mm1R
4	4	4	41R
4R	4	2	41R
41R	4	4	41R
4mRmR	4mm	4	4mm1R
4mm	4mm	4mm	4mm1R
4RmmR	4mm	2mm	4mm1R
4mm1R	4mm	4mm	4mm1R
3	3	3	31R
31R	6	3	31R
3mR	3m	3	3m1R
3m	3m	3m	3m1R
3m1R	6mm	3m	3m1R
6	6	6	61R
6R	3	3	61R
61R	6	6	61R
6mRmR	6mm	6	6mm1R
6mm	6mm	6mm	6mm1R
6RmmR	3m	3m	6mm1R
6mm1R	6mm	6mm	6mm1R

Table from: J.A. Eades,
Convergent beam diffraction, in:
Electron Diffraction Techniques,
volume 1, ed. J. Cowley, Oxford
University Press, 1992

Table 7.2: Projection Diffraction Groups and Pattern Symmetries

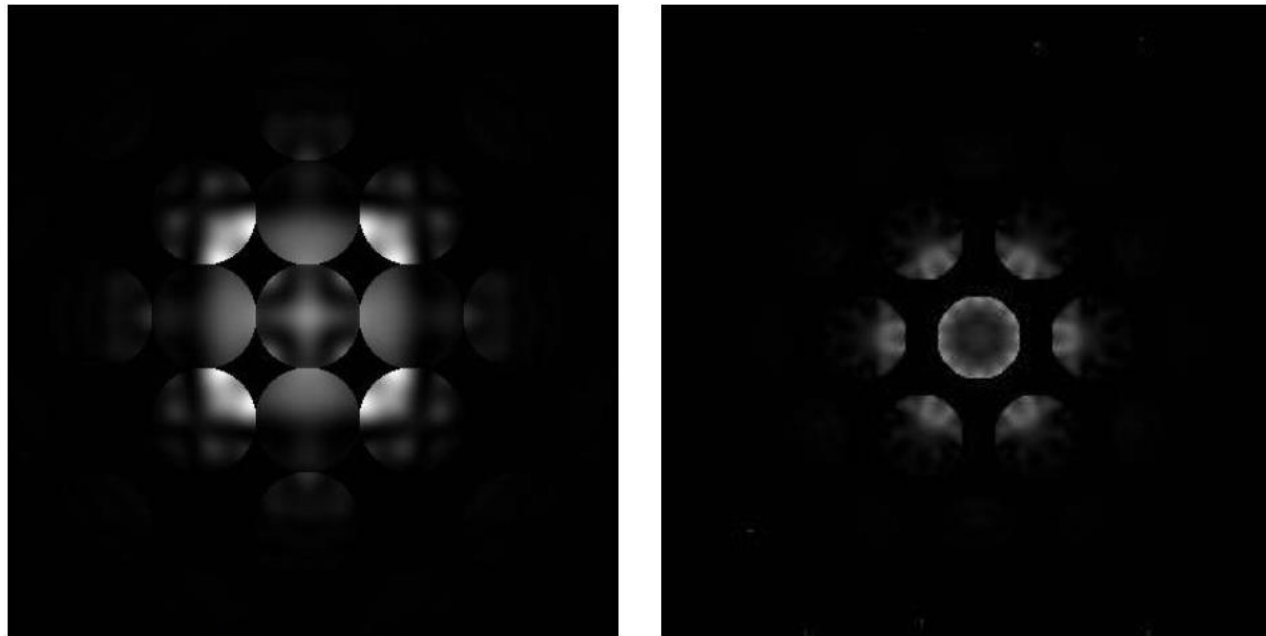
projection diffraction group	bright field	whole pattern
1R	2	1
21R	2	2
m1R	2mm	m
2mm1R	2mm	2mm
41R	4	4
4mm1R	4mm	4mm
31R	6	3
3m1R	6mm	3m
61R	6	6
6mm1R	6mm	6mm

obs: Padrões de exemplo (não são CaF_2)



Determinando grupo espacial CaF_2

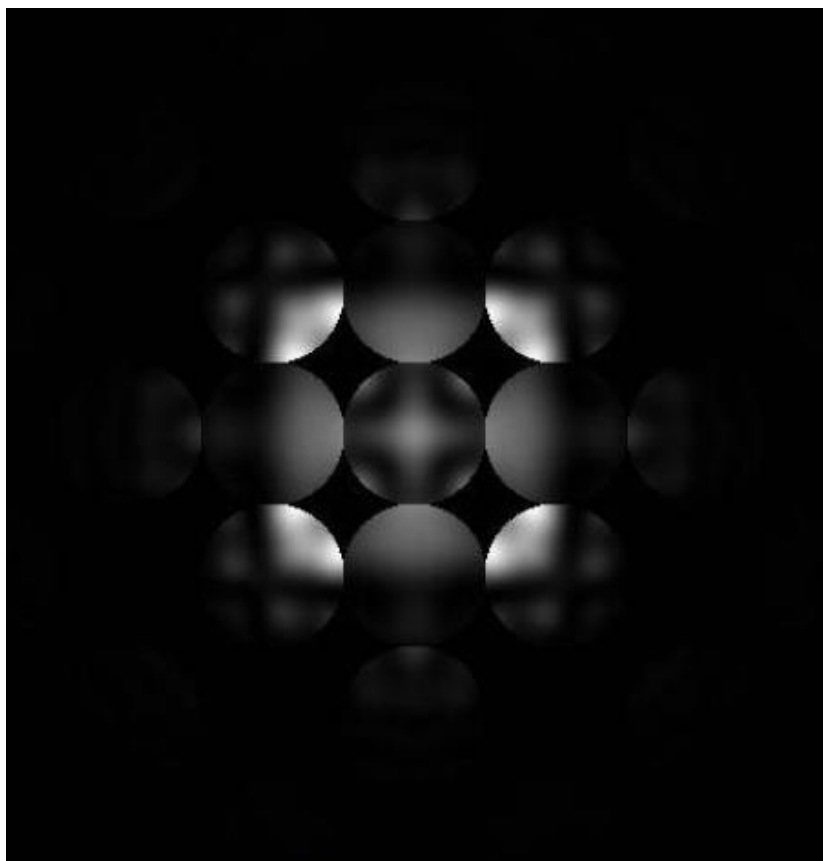
- No nosso exemplo, vamos usar apenas o whole pattern projection simulados de 2 eixos de zona para o composto CaF_2 .



Determinando grupo

Padrão 1:

Qual a simetria do padrão usando as possibilidades da tabela ao lado?



330

J.A. Eades

Table 7.1: Diffraction Groups and Pattern Symmetries

diffraction group	bright field	whole pattern	projection diffraction group
1	1	1	1 _R
1 _R	2	1	1 _R
2	2	2	21 _R
2 _R	1	1	21 _R
21 _R	2	2	21 _R
m _R	m	1	m1 _R
m	m	m	m1 _R
m1 _R	2mm	m	m1 _R
2m _R m _R	2mm	2	2mm1 _R
2mm	2mm	2mm	2mm1 _R
2 _R mm _R	m	m	2mm1 _R
2mm1 _R	2mm	2mm	2mm1 _R
4	4	4	41 _R
4 _R	4	2	41 _R
41 _R	4	4	41 _R
4m _R m _R	4mm	4	4mm1 _R
4mm	4mm	4mm	4mm1 _R
4 _R mm _R	4mm	2mm	4mm1 _R
4mm1 _R	4mm	4mm	4mm1 _R
3	3	3	31 _R
31 _R	6	3	31 _R
3m _R	3m	3	3m1 _R
3m	3m	3m	3m1 _R
3m1 _R	6mm	3m	3m1 _R
6	6	6	61 _R
6 _R	3	3	61 _R
61 _R	6	6	61 _R
6m _R m _R	6mm	6	6mm1 _R
6mm	6mm	6mm	6mm1 _R
6 _R mm _R	3m	3m	6mm1 _R
6mm1 _R	6mm	6mm	6mm1 _R

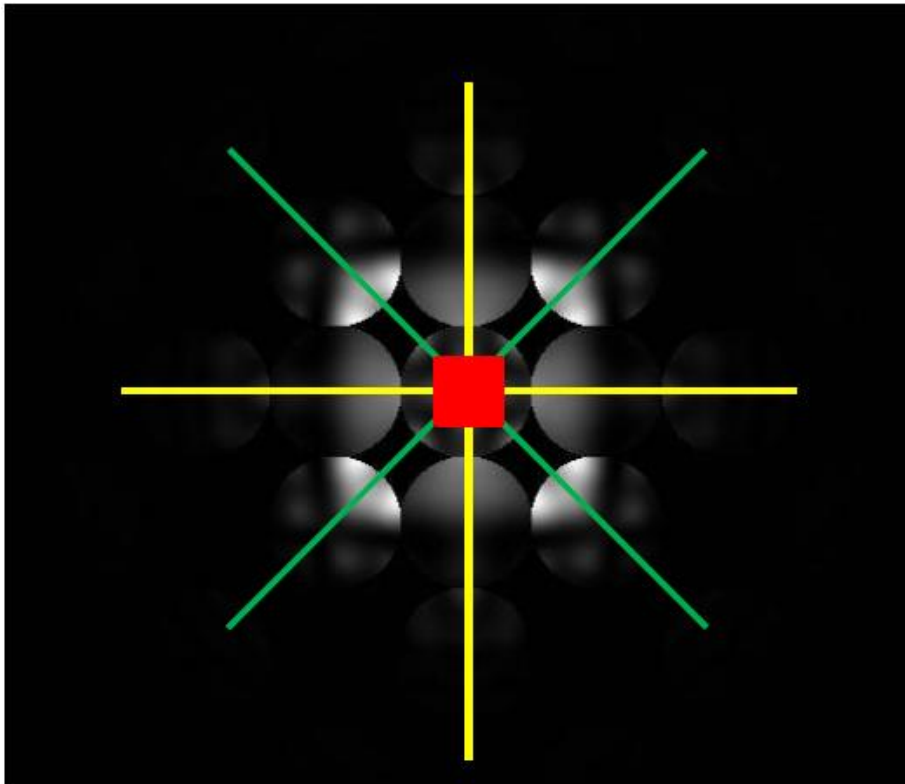
Table 7.2: Projection Diffraction Groups and Pattern Symmetries

projection diffraction group	bright field	whole pattern
1 _R	2	1
21 _R	2	2
m1 _R	2mm	m
2mm1 _R	2mm	2mm
41 _R	4	4
4mm1 _R	4mm	4mm
31 _R	6	3
3m1 _R	6mm	3m
61 _R	6	6
6mm1 _R	6mm	6mm

Determinando grupo

Padrão 1:

Qual a simetria do padrão usando as possibilidades da tabela ao lado?



330

J.A. Eades

Table 7.1: Diffraction Groups and Pattern Symmetries

diffraction group	bright field	whole pattern	projection diffraction group
1	1	1	1 _R
1 _R	2	1	1 _R
2	2	2	21 _R
2 _R	1	1	21 _R
21 _R	2	2	21 _R
m _R	m	1	m1 _R
m	m	m	m1 _R
m1 _R	2mm	m	m1 _R
2m _R m _R	2mm	2	2mm1 _R
2mm	2mm	2mm	2mm1 _R
2 _R mm _R	m	m	2mm1 _R
2mm1 _R	2mm	2mm	2mm1 _R
4	4	4	41 _R
4 _R	4	2	41 _R
41 _R	4	4	41 _R
4m _R m _R	4mm	4	4mm1 _R
4mm	4mm	4mm	4mm1 _R
4 _R mm _R	4mm	2mm	4mm1 _R
4mm1 _R	4mm	4mm	4mm1 _R
3	3	3	31 _R
31 _R	6	3	31 _R
3m _R	3m	3	3m1 _R
3m	3m	3m	3m1 _R
3m1 _R	6mm	3m	3m1 _R
6	6	6	61 _R
6 _R	3	3	61 _R
61 _R	6	6	61 _R
6m _R m _R	6mm	6	6mm1 _R
6mm	6mm	6mm	6mm1 _R
6 _R mm _R	3m	3m	6mm1 _R
6mm1 _R	6mm	6mm	6mm1 _R

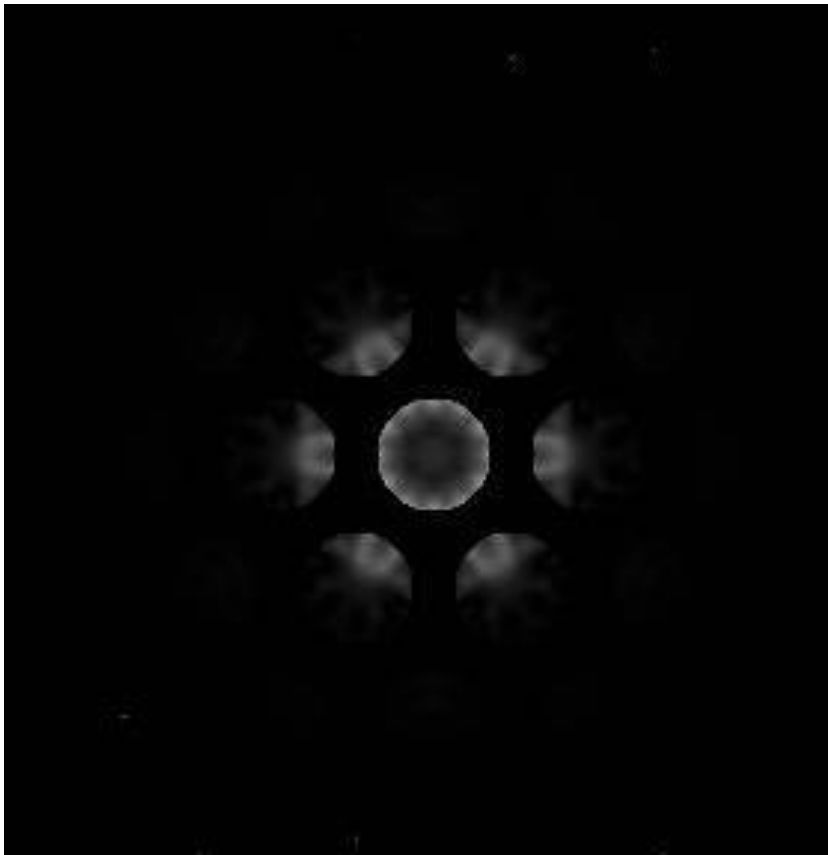
Table 7.2: Projection Diffraction Groups and Pattern Symmetries

projection diffraction group	bright field	whole pattern
1 _R	2	1
21 _R	2	2
m1 _R	2mm	m
2mm1 _R	2mm	2mm
41 _R	4	4
4mm1 _R	4mm	4mm
31 _R	6	3
3m1 _R	6mm	3m
61 _R	6	6
6mm1 _R	6mm	6mm

Determinando grup

Padrão 2:

Qual a simetria do padrão usando as possibilidades da tabela ao lado?



330

J.A. Eades

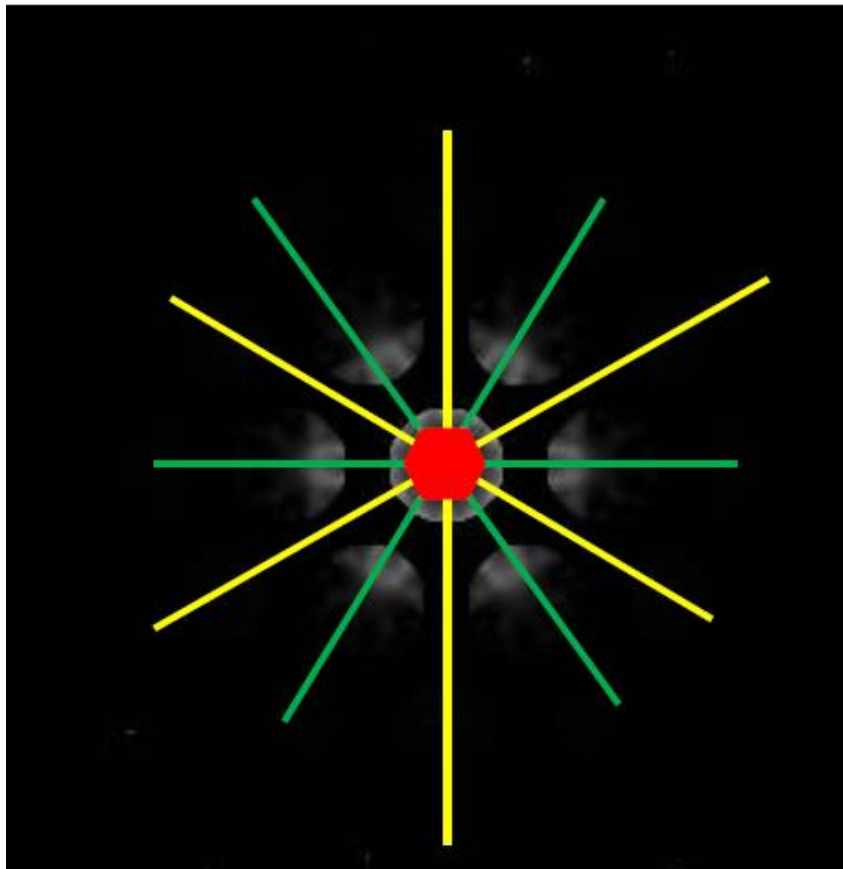
diffraction group	bright field	whole pattern	projection diffraction group
1	1	1	1 _R
1 _R	2	1	1 _R
2	2	2	21 _R
2 _R	1	1	21 _R
21 _R	2	2	21 _R
m _R	m	1	m1 _R
m	m	m	m1 _R
m1 _R	2mm	m	m1 _R
2m _R m _R	2mm	2	2mm1 _R
2mm	2mm	2mm	2mm1 _R
2 _R mm _R	m	m	2mm1 _R
2mm1 _R	2mm	2mm	2mm1 _R
4	4	4	41 _R
4 _R	4	2	41 _R
41 _R	4	4	41 _R
4m _R m _R	4mm	4	4mm1 _R
4mm	4mm	4mm	4mm1 _R
4 _R mm _R	4mm	2mm	4mm1 _R
4mm1 _R	4mm	4mm	4mm1 _R
3	3	3	31 _R
31 _R	6	3	31 _R
3m _R	3m	3	3m1 _R
3m	3m	3m	3m1 _R
3m1 _R	6mm	3m	3m1 _R
6	6	6	61 _R
6 _R	3	3	61 _R
61 _R	6	6	61 _R
6m _R m _R	6mm	6	6mm1 _R
6mm	6mm	6mm	6mm1 _R
6 _R mm _R	3m	3m	6mm1 _R
6mm1 _R	6mm	6mm	6mm1 _R

projection diffraction group	bright field	whole pattern
1 _R	2	1
21 _R	2	2
m1 _R	2mm	m
2mm1 _R	2mm	2mm
41 _R	4	4
4mm1 _R	4mm	4mm
31 _R	6	3
3m1 _R	6mm	3m
61 _R	6	6
6mm1 _R	6mm	6mm

Determinando grupo

Padrão 2:

Qual a simetria do padrão usando as possibilidades da tabela ao lado?



330

J.A. Eades

Table 7.1: Diffraction Groups and Pattern Symmetries

diffraction group	bright field	whole pattern	projection diffraction group
1	1	1	1 _R
1 _R	2	1	1 _R
2	2	2	21 _R
2 _R	1	1	21 _R
21 _R	2	2	21 _R
m _R	m	1	m1 _R
m	m	m	m1 _R
m1 _R	2mm	m	m1 _R
2m _R m _R	2mm	2	2mm1 _R
2mm	2mm	2mm	2mm1 _R
2 _R mm _R	m	m	2mm1 _R
2mm1 _R	2mm	2mm	2mm1 _R
4	4	4	41 _R
4 _R	4	2	41 _R
41 _R	4	4	41 _R
4m _R m _R	4mm	4	4mm1 _R
4mm	4mm	4mm	4mm1 _R
4 _R mm _R	4mm	2mm	4mm1 _R
4mm1 _R	4mm	4mm	4mm1 _R
3	3	3	31 _R
31 _R	6	3	31 _R
3m _R	3m	3	3m1 _R
3m	3m	3m	3m1 _R
3m1 _R	6mm	3m	3m1 _R
6	6	6	61 _R
6 _R	3	3	61 _R
61 _R	6	6	61 _R
6m _R m _R	6mm	6	6mm1 _R
6mm	6mm	6mm	6mm1 _R
6 _R mm _R	3m	3m	6mm1 _R
6mm1 _R	6mm	6mm	6mm1 _R

Table 7.2: Projection Diffraction Groups and Pattern Symmetries

projection diffraction group	bright field	whole pattern
1 _R	2	1
21 _R	2	2
m1 _R	2mm	m
2mm1 _R	2mm	2mm
41 _R	4	4
4mm1 _R	4mm	4mm
31 _R	6	3
3m1 _R	6mm	3m
61 _R	6	6
6mm1 _R	6mm	6mm

Determinando grup

- Definimos 2 conjuntos de grupos de difração a partir dos CBED anteriores.
- Precisamos agora da segunda tabela.

330

J.A. Eades

Table 7.1: Diffraction Groups and Pattern Symmetries

diffraction group	bright field	whole pattern	projection diffraction group
1	1	1	1 _R
1 _R	2	1	1 _R
2	2	2	21 _R
2 _R	1	1	21 _R
21 _R	2	2	21 _R
m _R	m	1	m1 _R
m	m	m	m1 _R
m1 _R	2mm	m	m1 _R
2m _R m _R	2mm	2	2mm1 _R
2mm	2mm	2mm	2mm1 _R
2 _R mm _R	m	m	2mm1 _R
2mm1 _R	2mm	2mm	2mm1 _R
4	4	4	41 _R
4 _R	4	2	41 _R
41 _R	4	4	41 _R
4m _R m _R	4mm	4	4mm1 _R
4mm	4mm	4mm	4mm1 _R
4 _R mm _R	4mm	2mm	4mm1 _R
4mm1 _R	4mm	4mm	4mm1 _R
3	3	3	31 _R
31 _R	6	3	31 _R
3m _R	3m	3	3m1 _R
3m	3m	3m	3m1 _R
3m1 _R	6mm	3m	3m1 _R
6	6	6	61 _R
6 _R	3	3	61 _R
61 _R	6	6	61 _R
6m _R m _R	6mm	6	6mm1 _R
6mm	6mm	6mm	6mm1 _R
6 _R mm _R	3m	3m	6mm1 _R
6mm1 _R	6mm	6mm	6mm1 _R

Table 7.2: Projection Diffraction Groups and Pattern Symmetries

projection diffraction group	bright field	whole pattern
1 _R	2	1
21 _R	2	2
m1 _R	2mm	m
2mm1 _R	2mm	2mm
41 _R	4	4
4mm1 _R	4mm	4mm
31 _R	6	3
3m1 _R	6mm	3m
61 _R	6	6
6mm1 _R	6mm	6mm

Determinando grupo espacial CaF_2

Diffraction groups vs. Point groups

Diffraction group

*This is the other table
you need: relating
diffraction groups to
point groups.*

*Table redrawn
from B.F. Buxton,
J.A. Eades, J.W.
Steeds, G.M.
Rackham: Phil.
Trans. R. Soc.
London, 281
(1976) 171*

Point group

temos as seguintes possibilidades: $F23$, $Fm\bar{3}$, $F432$, $F\bar{4}3m$ e $Fm\bar{3}m$

Diffraction groups vs. Point groups

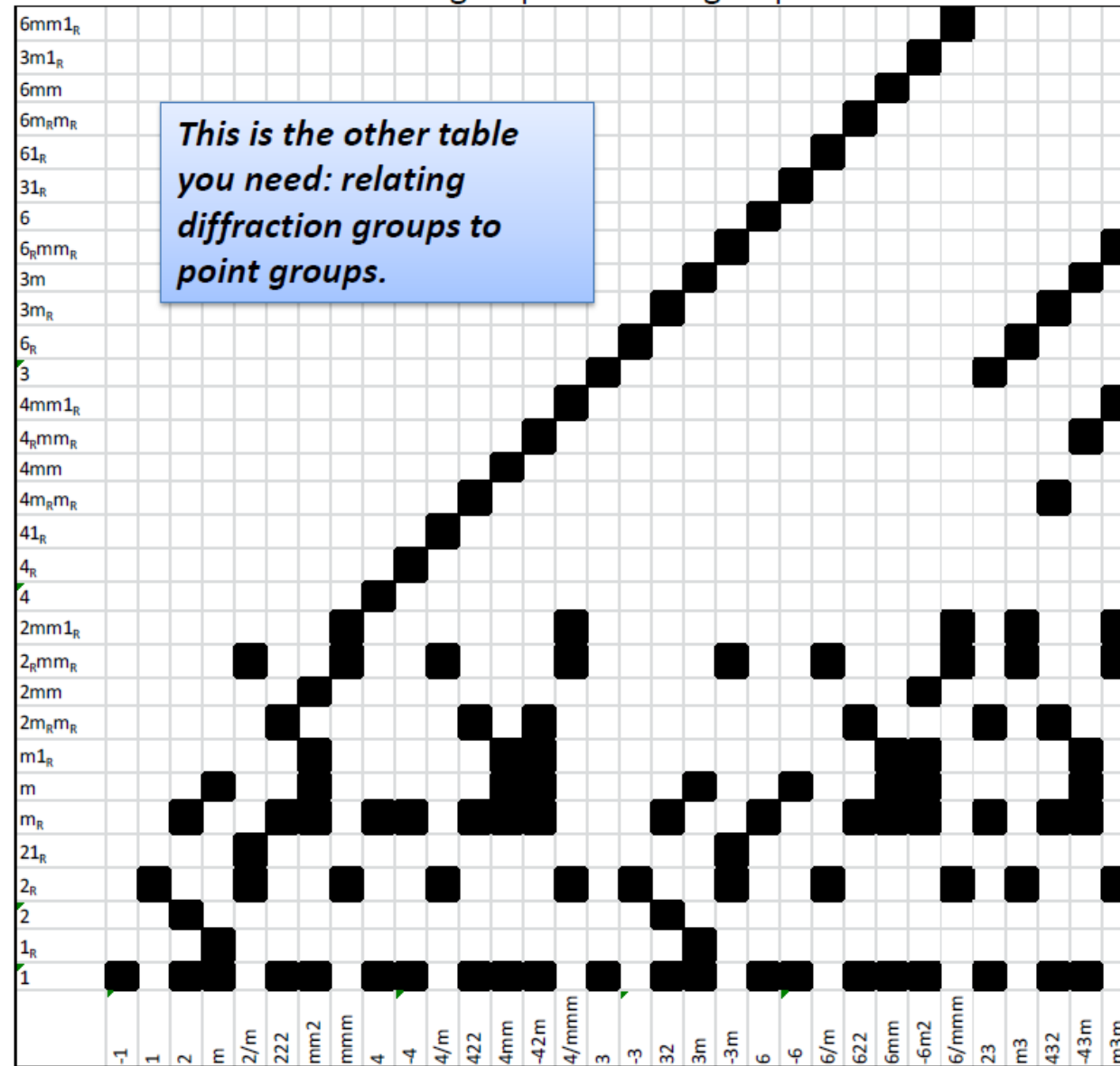


Table redrawn
from B.F. Buxton,
J.A. Eades, J.W.
Steeds, G.M.
Rackham: Phil.
Trans. R. Soc.
London, 281
(1976) 171

Diffraction groups vs. Point groups

This is the other table you need: relating diffraction groups to point groups.

6mm1_R
3m1_R
6mm
6mm1_R
61_R
31_R
6
6_Rmm_R
3m
3m_R
6_R
3

4mm1_R
4_Rmm_R
4mm
4_Rmm_R

41_R
4_R
4
2mm1_R
2_Rmm_R
2mm
2m_Rm_R
m1_R
m
m_R
21_R
2_R
2
1_R
1

-1 1 2 m 2/m 222 mm2 mmm 4 -4 4/m 422 4mm -42m 4/mmm 3 -3 32 3m -3m 6 -6 6/m 622 6mm -6m2 6/mmm 23 m3 432 -43m m3m

6mm1_R
6mm
6_Rmm_R
6mm1_R

4mm1_R
4mm
4_Rmm_R
4mm1_R

2

Table redrawn from B.F. Buxton, J.A. Eades, J.W. Steeds, G.M. Rackham: Phil. Trans. R. Soc. London, 281 (1976) 171

3.1. SPACE-GROUP DETERMINATION AND DIFFRACTION SYMBOLS

Table 3.1.4.1. *Reflection conditions, diffraction symbols and possible space groups (cont.)*CUBIC, Laue classes $m\bar{3}$ and $m\bar{3}m$

Reflection conditions (Indices are permutable, apart from space group No. 205) ††					Laue class				
					$m\bar{3}$ ($2/m\bar{3}$)		$m\bar{3}m$ ($4/m\bar{3}2/m$)		
					Point group				
hkl	$0kl$	hhl	$00l$	Extinction symbol	23	$m\bar{3}$	432	$\bar{4}3m$	$m\bar{3}m$
				$P---$	$P23$ (195)	$Pm\bar{3}$ (200)	$P432$ (207)	$P\bar{4}3m$ (215)	$Pm\bar{3}m$ (221)
			l	$\begin{cases} P2_1-- \\ P4_2-- \end{cases}$	$P2_13$ (198)		$P4_232$ (208)		
			$l = 4n$	$P4_1--$			$\begin{cases} P4_132 (213) \\ P4_332 (212) \end{cases}^{\ddagger\ddagger}$		
		l	l	$P--n$				$P\bar{4}3n$ (218)	$Pm\bar{3}n$ (223)
	$k\ddagger\ddagger$		l	$Pa--$		$Pa\bar{3}$ (205)			
	$k+l$		l	$Pn--$		$Pn\bar{3}$ (201)			$Pn\bar{3}m$ (224)
	$k+l$	l	l	$Pn-n$					$Pn\bar{3}n$ (222)
$h+k+l$	$k+l$	l	l	$I---$	$\begin{bmatrix} I23 (197) \\ I2_13 (199) \end{bmatrix}^{\S\S}$	$Im\bar{3}$ (204)	$I432$ (211)	$I\bar{4}3m$ (217)	$Im\bar{3}m$ (229)
$h+k+l$	$k+l$	l	$l = 4n$	$I4_1--$			$I4_132$ (214)		
$h+k+l$	$k+l$	$2h+l = 4n, l$	$l = 4n$	$I--d$				$I\bar{4}3d$ (220)	
$h+k+l$	k, l	l	l	$Ia--$		$Ia\bar{3}$ (206)			
$h+k+l$	k, l	$2h+l = 4n, l$	$l = 4n$	$Ia-d$					$Ia\bar{3}d$ (230)
$h+k, h+l, k+l$	k, l	$h+l$	l	$F---$	$F23$ (196)	$Fm\bar{3}$ (202)	$F432$ (209)	$F\bar{4}3m$ (216)	$Fm\bar{3}m$ (225)
$h+k, h+l, k+l$	k, l	$h+l$	$l = 4n$	$F4_1--$			$F4_132$ (210)		
$h+k, h+l, k+l$	k, l	h, l	l	$F--c$				$F\bar{4}3c$ (219)	$Fm\bar{3}c$ (226)
$h+k, h+l, k+l$	$k+l = 4n, k, l$	$h+l$	$l = 4n$	$Fd--$		$Fd\bar{3}$ (203)			$Fd\bar{3}m$ (227)
$h+k, h+l, k+l$	$k+l = 4n, k, l$	h, l	$l = 4n$	$Fd-c$					$Fd\bar{3}c$ (228)

Determinando grupo espacial CaF_2

CUBIC, Laue classes $m\bar{3}$ and $m\bar{3}m$

Reflection conditions (Indices are permutable, apart from space group No. 205) ††					Laue class				
hkl	$Ok l$	hhl	$00l$	Extinction symbol	$m\bar{3} (2/m \bar{3})$	$m\bar{3}m (4/m \bar{3} 2/m)$	Point group		
					23	$m\bar{3}$	432	$\bar{4}3m$	$m\bar{3}m$
				$P - - -$	$P23 (195)$	$Pm\bar{3} (200)$	$P432 (207)$	$P43m (215)$	$Pm\bar{3}m (221)$
			l	$\begin{cases} P2_1 - - \\ P4_2 - - \end{cases}$	$P2_13 (198)$		$P4_232 (208)$		
			$l = 4n$	$P4_1 - -$			$\begin{cases} P4_132 (213) \\ P4_332 (212) \end{cases} \ddagger\ddagger$		
		l	l	$P - -n$				$P\bar{4}3n (218)$	$Pm\bar{3}n (223)$
	$k\ddagger\ddagger$		l	$Pa - -$		$Pa\bar{3} (205)$			$Pn\bar{3}n (224)$
	$k + l$		l	$Pn - -$		$Pn\bar{3} (201)$			$Pn\bar{3}n (222)$
	$k + l$	l	l	$Pn - n$					
$h + k + l$	$k + l$	l	l	$I - - -$	$\begin{bmatrix} I23 (197) \\ I2_13 (199) \end{bmatrix} \S\S$	$Im\bar{3} (204)$	$I432 (211)$	$I\bar{4}3m (217)$	$Im\bar{3}n (229)$
$h + k + l$	$k + l$	l	$l = 4n$	$I4_1 - -$			$I4_132 (214)$		
$h + k + l$	$k + l$	$2h + l = 4n, l$	$l = 4n$	$I - -d$				$I\bar{4}3d (220)$	
$h + k + l$	k, l	l	l	$Ia - -$		$Ia\bar{3} (206)$			
$h + k + l$	k, l	$2h + l = 4n, l$	$l = 4n$	$Ia - d$					$Ia\bar{3}n (220)$
$h + k, h + l, k + l$	k, l	$h + l$	l	$F - - -$	$F23 (196)$	$Fm\bar{3} (202)$	$F432 (209)$	$F\bar{4}3m (216)$	$Fm\bar{3}m (225)$
$h + k, h + l, k + l$	k, l	$h + l$	$l = 4n$	$F4_1 - -$			$F4_132 (210)$		
$h + k, h + l, k + l$	k, l	h, l	l	$F - -c$				$F\bar{4}3c (219)$	$Fm\bar{3}c (226)$
$h + k, h + l, k + l$	$k + l = 4n, k, l$	$h + l$	$l = 4n$	$Fd - -$		$Fd\bar{3} (203)$			$Fd\bar{3}m (227)$
$h + k, h + l, k + l$	$k + l = 4n, k, l$	h, l	$l = 4n$	$Fd - c$					$Fd\bar{3}c (228)$

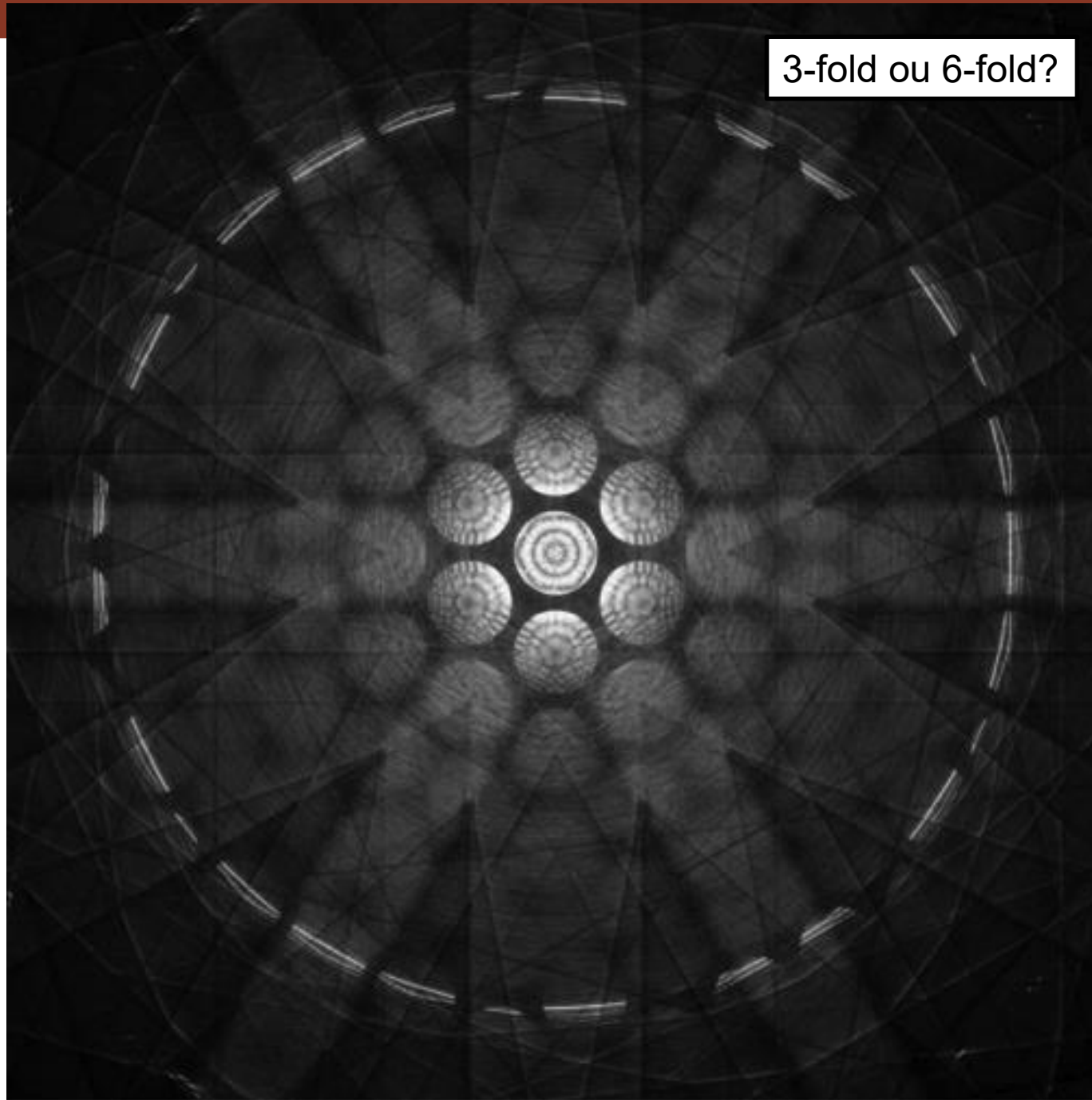
CBED

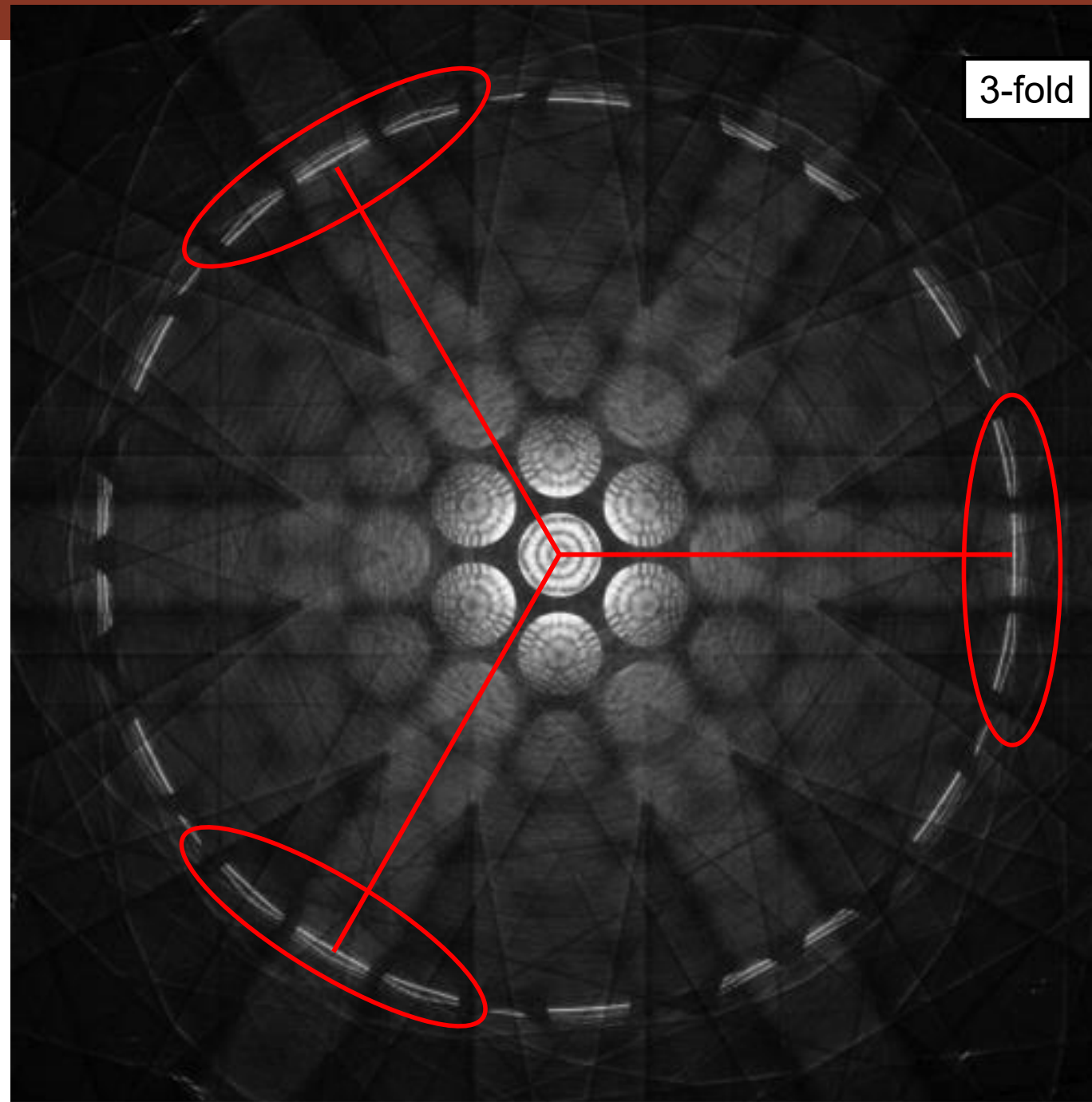
SAED

Outras aplicação de CBED

- Como já dissemos, usando CBED posso diferenciar alguns tipos de simetria que não seriam possíveis de serem diferenciadas apenas com SAED.
- Por exemplo, entre 3-fold e 6-fold.

3-fold ou 6-fold?

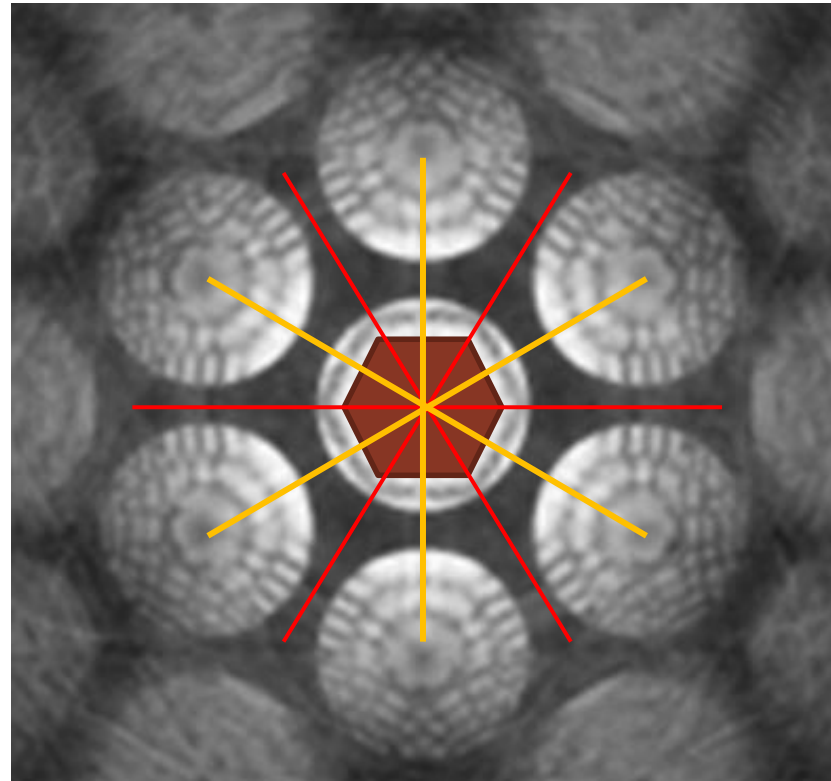




Outras aplicação de CBED

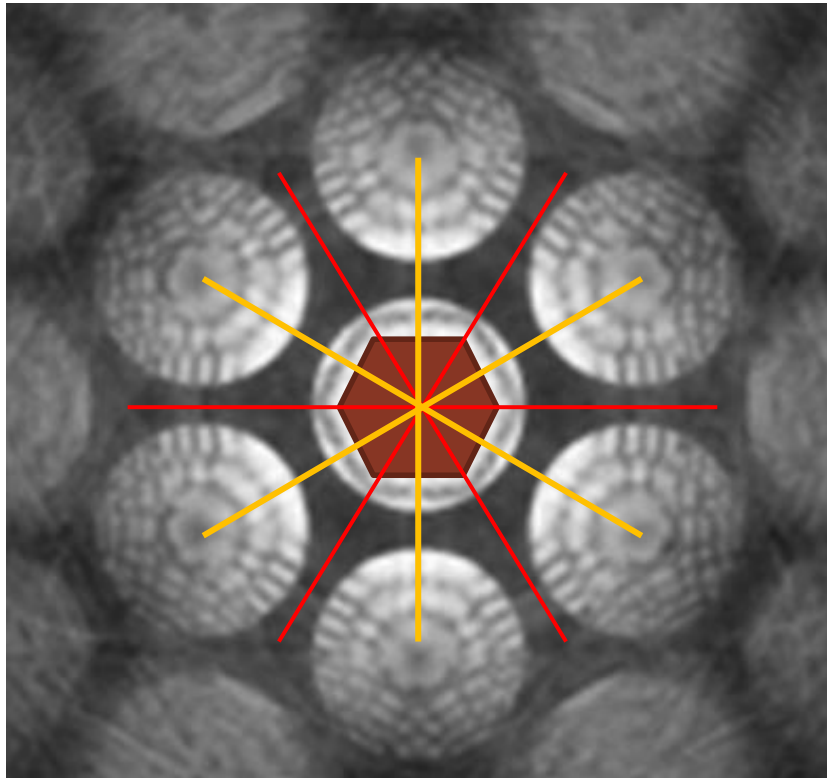
- O padrão anterior é um CBED contendo uma whole pattern symmetry e um whole pattern projection na parte mais interna.
- Vamos analisar a simetria desse padrão e tentar definir possíveis grupos pontuais desse padrão.

Outras aplicação de CBED



6mm → Whole pattern projection

Outras aplicaçõ



6mm → Whole pattern projection

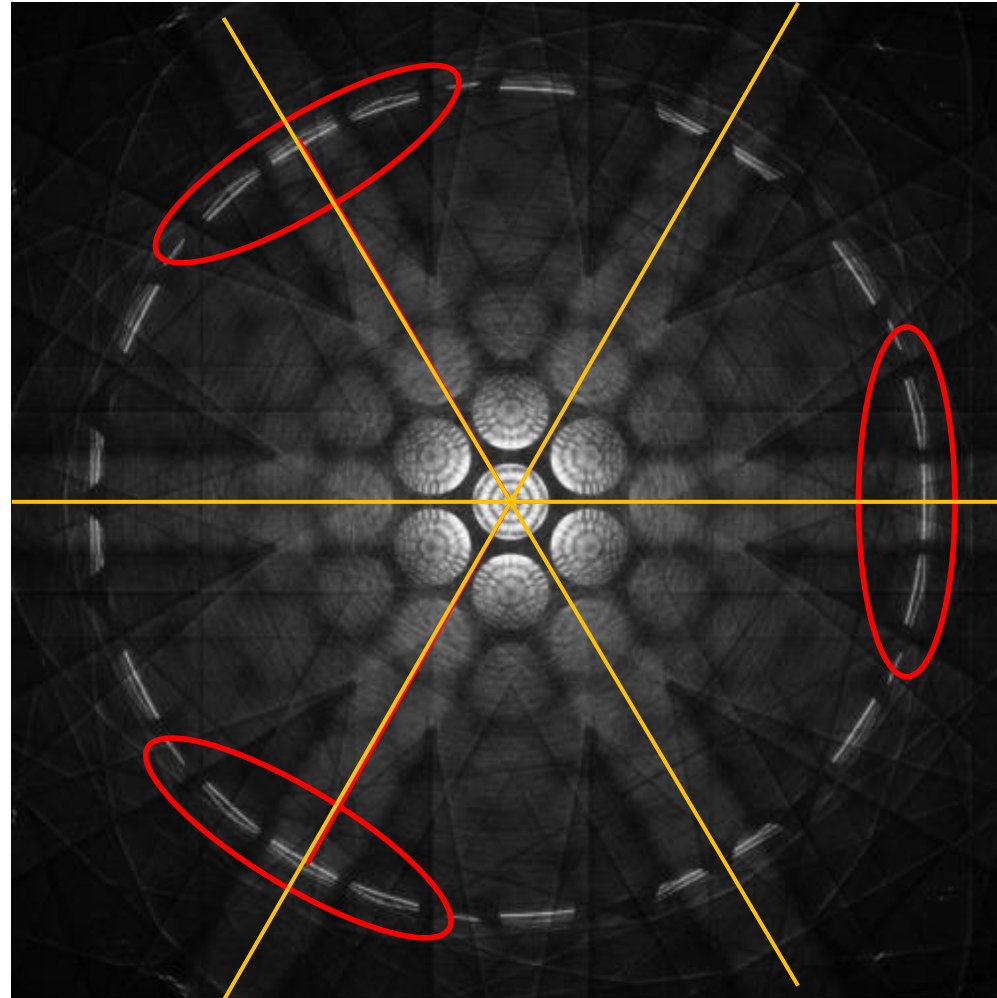
330

J.A. Eades

diffraction group	bright field	whole pattern	projection diffraction group
1	1	1	1 _R
1 _R	2	1	1 _R
2	2	2	21 _R
2 _R	1	1	21 _R
21 _R	2	2	21 _R
m _R	m	1	m1 _R
m	m	m	m1 _R
m1 _R	2mm	m	m1 _R
2m _R m _R	2mm	2	2mm1 _R
2mm	2mm	2mm	2mm1 _R
2 _R mm _R	m	m	2mm1 _R
2mm1 _R	2mm	2mm	2mm1 _R
4	4	4	41 _R
4 _R	4	2	41 _R
41 _R	4	4	41 _R
4m _R m _R	4mm	4	4mm1 _R
4mm	4mm	4mm	4mm1 _R
4 _R mm _R	4mm	2mm	4mm1 _R
4mm1 _R	4mm	4mm	4mm1 _R
3	3	3	31 _R
31 _R	6	3	31 _R
3m _R	3m	3	3m1 _R
3m	3m	3m	3m1 _R
3m1 _R	6mm	3m	3m1 _R
6	6	6	61 _R
6 _R	3	3	61 _R
61 _R	6	6	61 _R
6m _R m _R	6mm	6	6mm1 _R
6mm	6mm	6mm	6mm1 _R
6 _R mm _R	3m	3m	6mm1 _R
6mm1 _R	6mm	6mm	6mm1 _R

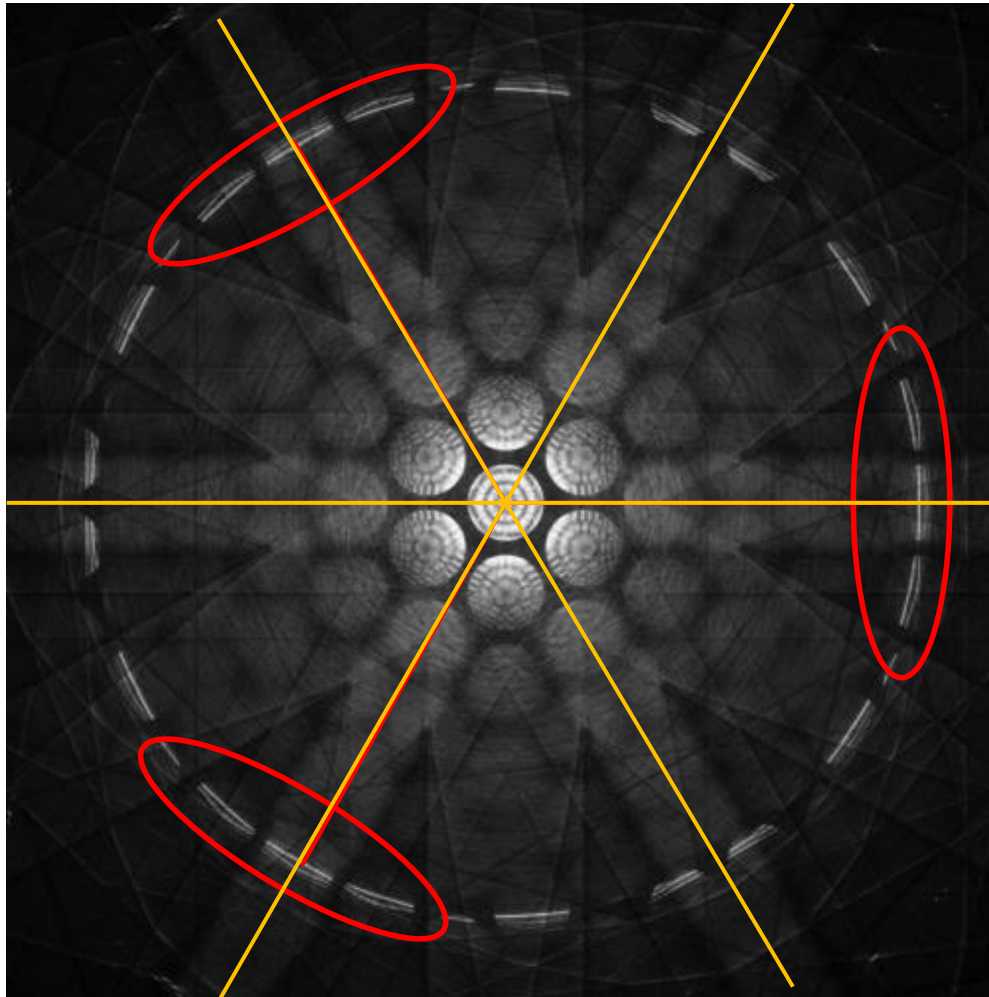
projection diffraction group	bright field	whole pattern
1 _R	2	1
21 _R	2	2
m1 _R	2mm	m
2mm1 _R	2mm	2mm
41 _R	4	4
4mm1 _R	4mm	4mm
31 _R	6	3
3m1 _R	6mm	3m
61 _R	6	6
6mm1 _R	6mm	6mm

Outras aplicação de CBED



3m → Whole pattern symmetry

Outras aplicações



$3m \rightarrow$ Whole pattern symmetry

330

J.A. Eades

Table 7.1: Diffraction Groups and Pattern Symmetries

diffraction group	bright field	whole pattern	projection diffraction group
1	1	1	1 _R
1 _R	2	1	1 _R
2	2	2	21 _R
2 _R	1	1	21 _R
21 _R	2	2	21 _R
m _R	m	1	m1 _R
m	m	m	m1 _R
m1 _R	2mm	m	m1 _R
2m _R m _R	2mm	2	2mm1 _R
2mm	2mm	2mm	2mm1 _R
2 _R mm _R	m	m	2mm1 _R
2mm1 _R	2mm	2mm	2mm1 _R
4	4	4	41 _R
4 _R	4	2	41 _R
41 _R	4	4	41 _R
4m _R m _R	4mm	4	4mm1 _R
4mm	4mm	4mm	4mm1 _R
4 _R mm _R	4mm	2mm	4mm1 _R
4mm1 _R	4mm	4mm	4mm1 _R
3	3	3	31 _R
31 _R	6	3	31 _R
3m _R	3m	3	3m1 _R
3m	3m	3m	3m1 _R
3m1 _R	6mm	3m	3m1 _R
6	6	6	61 _R
6 _R	3	3	61 _R
61 _R	6	6	61 _R
6m _R m _R	6mm	6	6mm1 _R
6mm	6mm	6mm	6mm1 _R
6 _R mm _R	3m	3m	6mm1 _R
6mm1 _R	6mm	6mm	6mm1 _R

Table 7.2: Projection Diffraction Groups and Pattern Symmetries

projection diffraction group	bright field	whole pattern
1 _R	2	1
21 _R	2	2
m1 _R	2mm	m
2mm1 _R	2mm	2mm
41 _R	4	4
4mm1 _R	4mm	4mm
3	3	3
3m	3m	3m
61 _R	6	6
6mm1 _R	6mm	6mm

Projection symmetry

~~This is the other table
you need: relating
diffraction groups to
point groups.~~

Table redrawn
from B.F. Buxton,
J.A. Eades, J.W.
Steeds, G.M.
Rackham: *Phil.*
Trans. R. Soc.
London, 281
(1976) 171

Outras aplicação de CBED

- Após nossas análises, temos 2 space groups possíveis:

1) $\bar{3}m$

2) $m\bar{3}m$

O padrão é do Si que possui grupo espacial $Fd\bar{3}m$, isto é, seu grupo pontual é:

$m\bar{3}m$,

o que é consistente com nossa análise.

Outras aplicação de CBED

- Nanodifração.

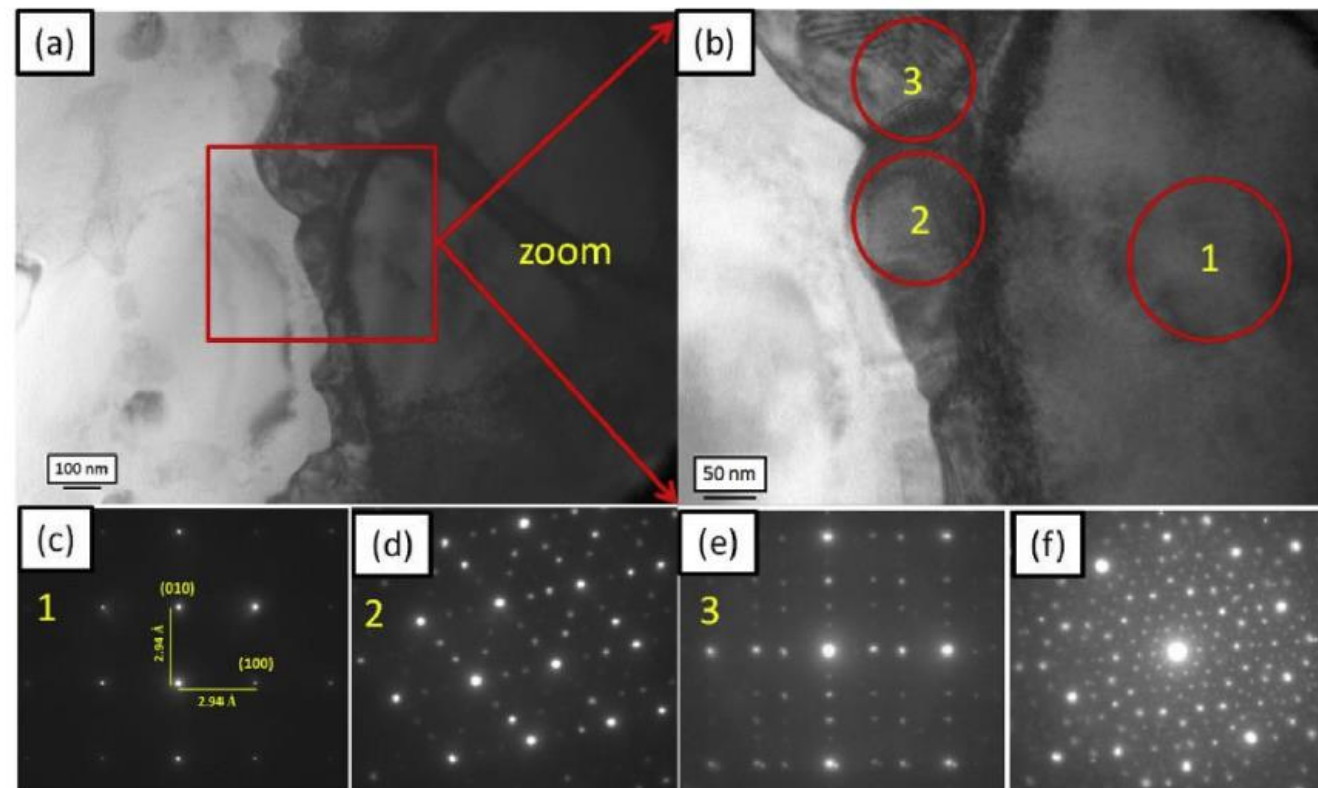


Fig. 3. TEM images of the NiQC2 sample. (a) TEM bright field image showing the microstructure of the sample. (b) TEM bright field image at higher magnification showing areas where electron diffraction analyses were performed. (c) SAED pattern of area 1, showing the [001] zone axis of the primitive B2 phase. (d,e) Micro-diffraction patterns of areas 2 and 3, showing quasiperiodic patterns. (f) Micro-diffraction pattern taken along the five-fold axis of the quasicrystalline phase.

Outras aplicação de CBED

- Nanodifração.

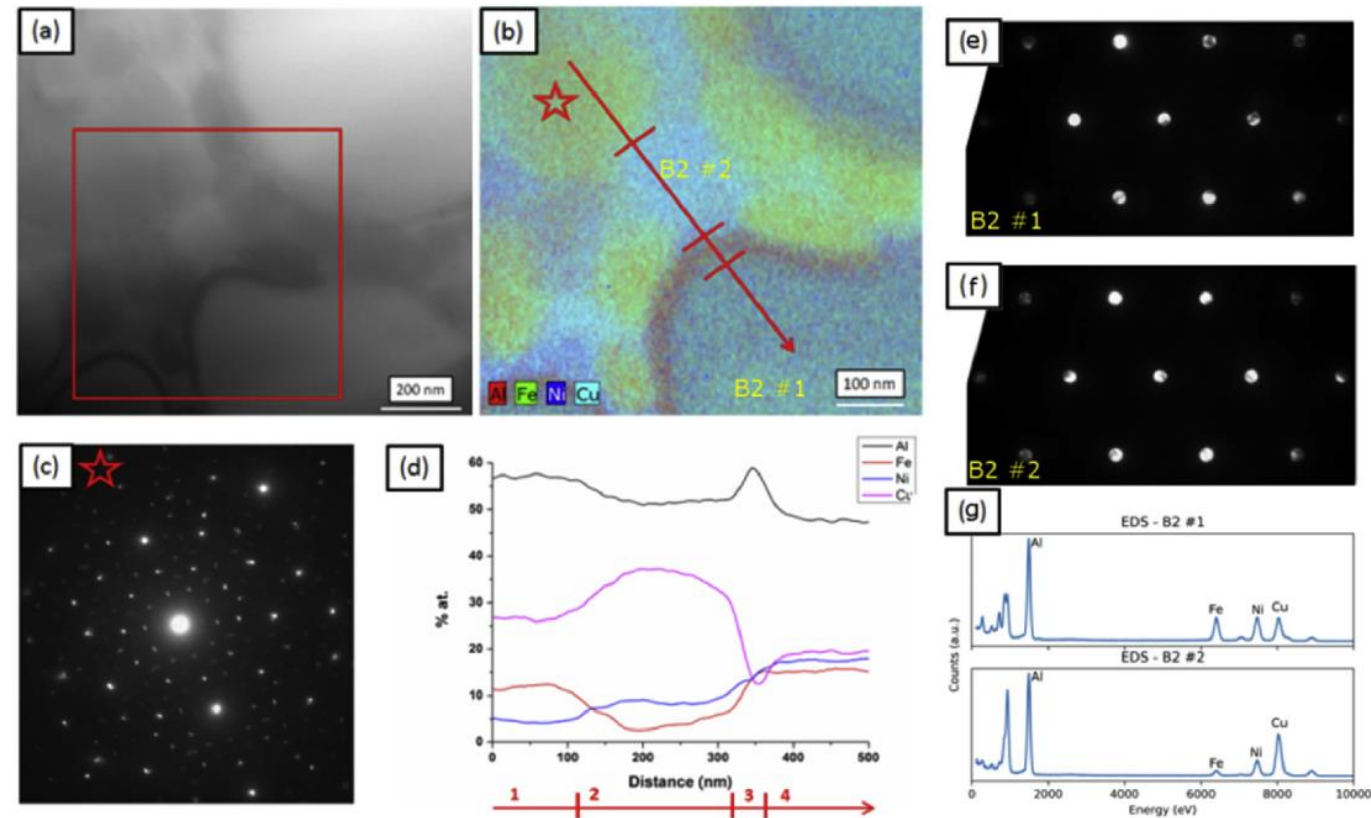


Fig. 4. EDS mapping and line scan analysis of sample NiQC2. (a) HAADF micrograph showing the region where the EDS mapping was performed (red square). (b) EDS map with the four elements superimposed; red is Al, green is Fe, dark blue is Ni, light blue is Cu. The arrow shows where an EDS line analysis was performed. (c) Electron diffraction pattern of the quasicrystalline particle marked with a red star in "b". (d) EDS line scan results. (e) Microdiffraction pattern of the primary B2 cubic phase, marked as B2#1 in "b". (f) Microdiffraction pattern of the Cu-rich B2 cubic phase, marked as B2#2 in "b". (g) EDS spectra from B2#1 and B2#2, collected immediately after the microdiffraction pattern analysis shown in "e" and "f". (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

Outras aplicação de CBED

- ASTAR (Phase/orietation) mapping.

