

Korszerű mérési módszerek laboratórium

Elektronmikroszkópia

Mérési jegyzőkönyv

Rudolf Ádám

Fizika BSc., Fizikus szakirány

Mérőtársak: Kozics György, Májer Imre
Mérésvezető: Lábár János
Mérés időpontja: 2011. március 29.
Leadás időpontja: 2011. április 12.

Bevezetés

A laboratóriumi gyakorlat során a transzmissziós elektronmikroszkóppal, és az azzal történő mérések elméleti háttérével ismerkedtünk. Polikristályos réz mintát vizsgáltunk képalkotó, és diffrakciós üzemmódban. Feladatként kaptuk a minta kristallitméretének meghatározását, és a mikroszkóp kameraméretének kalibrálását a réz diffrakciója alapján. Ezután ismeretlen köbös egykristály mintát vizsgáltunk, aminek meg kellett határoznunk a kristályszerkezetét. A bővebb elmélet megtalálható a labor honlapján, a felhasznált részeket mindig közlöm az odavágó résznél.

1. Készítsen BF és DF képet a polikristályos mintáról és azon 3 tipikus szemcsét megjelölve határozza meg azok méretét (a névleges nagyítást használva)!

A BF (*Bright Field*), azaz világos látóterű kép a direkt nyaláb részvételével történő képalkotó üzemmód, a DF (*Dark Field*), azaz sötét látóterű pedig a kiszórt nyaláb segítségével történő képalkotás. Ezek a módszerek diffrakciós kontraszton alapszanak, vagyis a különböző beállású kristályszemcsék kontrasztban vannak egymással, így jól elkülöníthetők egymástól. A BF kép világos, viszont azok a kristallitok, amik Bragg helyzetben vannak, kiszórják a nyalábot, így ezek helyén sötétet látunk, a DF képeken pedig mindenhol sötétet látunk, kivéve ott, ahol a szemcsék a megfigyelési irányba szórnak.

A felvett képeket az 1. ábra (BF) és a 2. ábra (DF) tartalmazza. Fontos megjegyezni, hogy a fotólemez a nagyobb intenzitásra feketedik el jobban, így az első képet valójában világosabbnak kell tekinteni.

A képeken megjelöltem három jól felismerhető szemcsét, és a kinyomtatott ábrán vonalzóval megmértem mindegyiket három irányból, nagyjából 60° -onként. A kép alján jelölt skála segítségével meghatároztam, hogy ezek az értékek milyen valós méretnek felelnek meg. Egy szemcse méretét a három mérés átlagának vettem. A mért adatokat az 1. táblázat tartalmazza. Jelölések: a képen mért méretek: $d1$, $d2$, $d3$, ezek átlaga d , és x a névleges nagyítás segítségével átszámolt átlag, ez tekinthető a szemcseméretnek. A d értékek mm-ben, az x értékek nm-ben értendők. A skála alapján a nyomtatott képekről való leolvasott értékek átszámítását a következőképpen végeztem:

$$x = \frac{100 \text{ nm}}{6 \text{ mm}} d$$

Az adatok szórása nem hiba, viszont a leolvasás hibája 0,5 mm-nek tekinthető, így a szemcseméretek hibája kb. 8 nm-nek adódik.

A kapott értékek:

	d1	d2	d3	d	x
A	6,5	6	5,5	6,00	100
B	3	3,5	3	3,17	53
C	6	5,5	5,5	5,67	94
D	3,5	3,5	3,5	3,50	58
E	7,5	5	5	5,83	97
F	4	5	4	4,33	72

1. táblázat. Réz minta szemcseméretei

2. Polikristályos Cu minta segítségével kalibrálja a mikroszkóp kamera hosszát! (XRD adatlap mellékelve). Indexelje a látott gyűrűket!

Felvettük ugyanezen mintának a diffrakciós ábráját is. Mivel a minta polikristályos, így az ábra egy koncentrikus gyűrűkből álló gyűrűrendszer, ami a 3. ábrán látható. Az ábrán jelöltem 8 gyűrű átmérőjét, az adatokat ezek segítségével olvastam le.

A gyűrűkhöz tartozó szögek kielégítik a Bragg-egyenletet. A használt elektronnyaláb hullámhossza: $\lambda = 0,0251 \text{ \AA}$, ami jóval kisebb a tipikus szórócentrum távolságoknál a vizsgált kristályok esetében (ezért is kell elektronnyalábot használni fény helyett). Ez azt eredményezi, hogy a reciproktérbeli \mathbf{K} hullámszámvektor sokkal nagyobb a \mathbf{g} reciprokvektoroknál, így a szórás szöge kicsi, vagyis sinusát és tangensét is közelíthetjük a szöggel magával. A kép kialakulásának viszonyait a 4. ábra jelöli. Az egyszerűsítésekkel a Bragg-egyenlet:

$$2 \sin \theta \approx 2\theta = \frac{\lambda}{d} = \frac{g}{K} \approx \frac{R}{L}$$

A fenti egyenlet alapján világos, hogy a képen mért távolságok befolyásolják a kiszámolt kamera hosszát, ezért vigyáztam, hogy az összes diffrakciós képet azonos nagyítással nyomtattam ki, így ez nem okozott problémát.

A 3. ábráról az átmérőket olvastam le 0,5 mm-es hibával, de mivel a sugárra van szükségünk, a hiba 0,25 mm. A réz mintát azért használhatjuk kalibrációra, mert ismert a rácsparamétere: $a = 3,6035 \text{ \AA}$. Köbös anyagban ismert a hkl Miller-indexű síkseregek távolságára fennálló következő összefüggés:

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

Ez alapján adódik:

$$R_{hkl} = \frac{L\lambda}{a} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

R értékeket lemértem, így a és λ ismeretében be tudtam indexelni a gyűrűket. d -ket a fenti képlet segítségével kiszámoltam a Miller-indexekből, és λ/d értékek függvényében R -ekre egyenest illesztettem, aminek meredeksége megadja L -et, amit keresünk. A szám adatok a 2. táblázatban, az ábrázolt értékek az illesztett egyenessel az 5. ábrán láthatók.

	R[mm]	h	k	l	d[Å]	λ/d
1	10,50	1	1	1	2,0805	0,0121
2	12,25	2	0	0	1,8018	0,0139
3	17,25	2	2	0	1,2740	0,0197
4	20,50	3	1	1	1,0865	0,0231
5	21,25	2	2	2	1,0402	0,0241
6	24,50	4	0	0	0,9009	0,0279
7	27,20	3	3	1	0,8267	0,0304
8	27,50	4	2	0	0,8058	0,0312

2. táblázat. Mért R értékek a Miller-indexekkel, a számolt d és λ/d értékekkel

Az illesztésből a következő L értéket kaptam:

$$L = (883 \pm 2,6) \text{ mm}$$

A $L\lambda$, ú.n. mikroszkópállandó pedig:

$$L\lambda = (22,16 \pm 0,065) \text{ Åmm}$$

Megjegyzendő egyrészt, hogy a hiba kisebb 1%-nál, továbbá, hogy a tengelymetszet numerikus hibáktól eltekintve gyakorlatilag 0-nak adódott, vagyis a mérés elég megbízható.

3. A másik mintáról rögzítsen egykristály diffrakciót egy zónatengely irányából! Az előbbi kalibrálás felhasználásával döntse el, hogy a mellékelt adatlapokon található köbös szerkezetek (primitív, bcc, fcc, gyémánt) közül melyik lehet a mért anyag!

A három diffrakciós képből én a 449-eset dolgoztam föl (6. ábra). Felesleges is említeni, hogy a képet ugyanolyan nagyítással nyomtattam ki, mint a kalibráló réz minta diffrakciós ábráját. Az *O*-val jelölt pontot vettem Origónak, és az *A*, *B*, *C* és *D* pontokat vizsgáltam. Ezek távolságát az Origótól úgy határoztam meg, hogy a keresztekkel jelölt pontok távolságát mértem, és leosztottam a köztük lévő pontok számával. Ez két okból jó. Egyrészt az Origótól távolabbi pontok kevésbé elkentek, így pontosabban meghatározható a helyük, másrészt a nagyobb távolság mérése miatt kisebb a relatív hiba. Az így kapott *R* ponttávolságokból meghatározhatók a hozzájuk tartozó síkseregtávolságok a következőképpen:

$$d = \frac{L\lambda}{R}$$

d relatív hibája *Lλ* és *R* relatív hibájának összege. *R*-eket lemértem, *d*-ket kiszámítottam, és az XRD adatbázis alapján úgy találtam, a minta gyémántszerkezetű szilícium. Ennek megfelelően indexeltem a pontokat. A legutolsó (*D*) mérési pont már nem volt benne az adatbázisban, de *d* és a Miller-indexek közötti összefüggés alapján a 711 indexű pontnak kell lennie. A számításaim:

	<i>R</i>	δR	<i>d</i>	δd	<i>hkl</i>
A	7,25	0,050	3,06	0,030	111
B	13,8	0,13	1,61	0,019	311
C	21,5	0,25	1,03	0,015	511
D	29,5	0,25	0,751	0,0086	711

3. táblázat. Ismeretlen minta indexelése

4. Vektoriálisan helyesen indexelje az egykristály diffrakciót! Melyik zónatengely irányából készült a felvétel?

Az ábrámon a vektorokra igaz, hogy $2\mathbf{B} - \mathbf{A} = \mathbf{C}$, ha a vektorokat úgy jelölöm, hogy az Origóból egy pontba mutató vektort a pont betűjével jelölöm. Ez vektoriálisan:

$$2(3,1,1) - (1,1,1) = (5,1,1)$$

fenn áll.

Igaz a $2\mathbf{C} - \mathbf{B} = \mathbf{D}$ is, ami az indexekkel:

$$2(5,1,1) - (3,1,1) = (7,1,1)$$

szintén fenn áll, vagyis a fent használt indexelés már egy vektoriálisan helyes indexelés.

A zónatengely egy reciprok rács irány, ami az ábra síkjában lévő reciprokvektorokra merőleges, vagyis két vektort vektoriálisan szorozva a zónatengelyt kell megkapnunk. Például:

$$(1,1,1) \times (3,1,1) = (0,2,-2)$$

Vagyis a felvétel a $[01\bar{1}]$ zónatngely irányában készült.

5. Indokolja, hogy hány, azonosan helyes megoldása van a fenti indexelési feladatnak!

Mivel d a $\sqrt{h^2+k^2+l^2}$ kifejezéstől függ, a Miller-indexek előjelének változtatására invariáns, és az összeadás kommutativitása miatt a permutálásukra is, ezért egy adott pont idexelésére $2^3 \cdot 3! = 48$ helyes megoldás létezik. Mivel egy pont indexelése egyértelműen meghatározza a többiét, ezért 48 az egész probléma vektorhelyes indexeléseinek száma.

6. Adjon meg még egy helyes megoldást a fenti indexelésre!

Az előző pontban leírtakkal indokolva egy példa még:

A	$1\bar{1}1$
B	$1\bar{3}1$
C	$1\bar{5}1$
D	$1\bar{7}1$

4. táblázat. Még egy példa a jelölt pontok vektorhelyes indexelésére

7. Mikor beszélünk kioltásról diffrakciós kísérleteknél? Mi az a kioltási szabály?

A diffrakciós csúcsok intenzitása arányos az úgynevezett szerkezeti tényezővel. Ezt a következőképpen kapjuk meg:

$$F_{hkl} = \sum_j f_j \cdot e^{-2\pi i (hx_j + ky_j + lz_j)}$$

A különféle kristályszerkezetek esetében szimmetriatulajdonságok miatt vannak olyan hkl indexhármak, amikre ez a tényező eltűnik. Ezt nevezzük szisztematikus kioltásnak. A kioltási szabály ezeket az indexhármakat adja meg.

8. Vezesse le az egyatomos bcc szerkezet kioltási szabályát!

BCC elemi cellában két bázisatom van: a (0,0,0), és az (1/2,1/2,1/2) helyeken. Ezt behelyettesítjük a szerkezeti tényező formulájába, és egyenlővé tesszük 0-val:

$$F_{hkl} = f (e^{-2\pi i (h \cdot 0 + k \cdot 0 + l \cdot 0)} + e^{-2\pi i (h/2 + k/2 + l/2)}) = 0 = f \cdot (1 + (-1)^{h+k+l})$$

A fenti egyenlet azt jelenti, hogy BCC rács esetén akkor van kioltás, ha $h + k + l$ páratlan szám.

9. Vezesse le az egyatomos fcc szerkezet kioltási szabályát!

Az FCC rács elemi cellájában 4 atom van: (0,0,0), (0,1/2,1/2), (1/2,0,1/2), (1/2,1/2,0)

Hasonlóan:

$$F_{hkl} = f (e^{-2\pi i (h \cdot 0 + k \cdot 0 + l \cdot 0)} + e^{-2\pi i (h \cdot 0 + k/2 + l/2)} + e^{-2\pi i (h/2 + k \cdot 0 + l/2)} + e^{-2\pi i (h/2 + k/2 + l \cdot 0)}) = 0$$
$$f \cdot (1 + (-1)^{k+l} + (-1)^{h+l} + (-1)^{h+k}) = 0$$

Ebből az látszik, hogy ha h, k és l mind azonos paritásúak, akkor van diffrakciós pont, ha van köztük páros és páratlan is, akkor kioltás van FCC rács esetén.