
Transzmissziós elektronmikroszkópia

Alkalmazott fizikai módszerek

jegyzőkönyvet készítette:
Asztalos Bogdán (Fizikus MSc.)

mérés időpontja: 2019. 10. 10.

jegyzőkönyv leadásának időpontja: 2019. 10. 23.

mérőtársak: Boldizsár Bálint, Kurgyis Bálint

mérésvezető: Lábár János

Tartalomjegyzék

1. Mérés leírása	2
2. Kalibráció	3
3. Összetett minta vizsgálata	5
3.1. Indexelés	5
3.2. Zónatengelyek	10
3.3. Közös irány, és az orientáció	10

1. Mérés leírása

A mérésünk célja az volt, hogy miután előző félévben megismerkedtünk a transzmissziós elektronmikroszkóp működésével és használatával, egy összetettebb problémát is megoldjunk a használatával. A labor során egy polikristály diffrakció elkészítésével kalibráltuk a mikroszkópot, majd egy Al_2O_3 hordozóra felvitt GaN réteg irányítottságát vizsgáltuk.

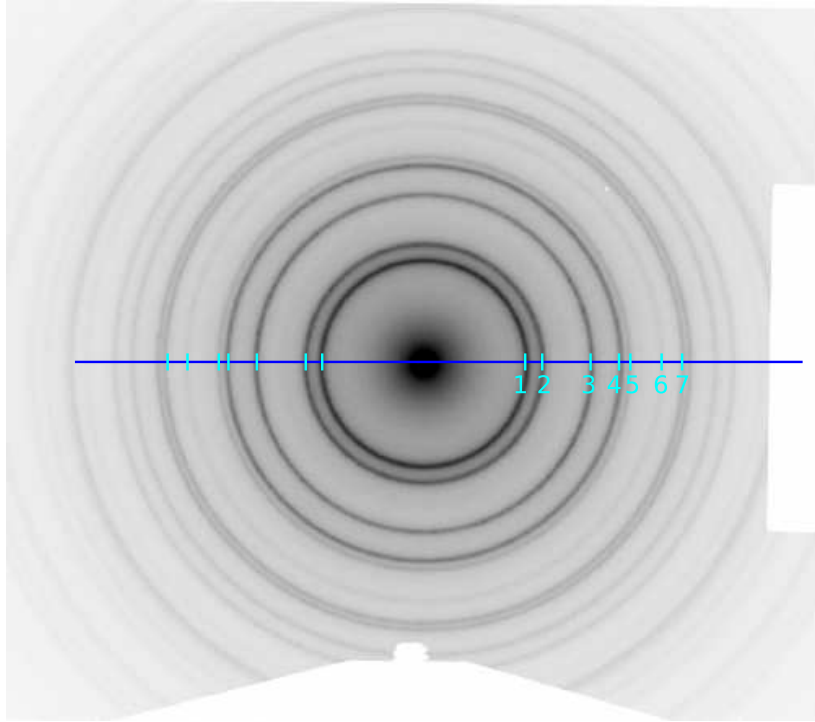
Az elektronmikroszkópok működési elve részletesen le van írva a mérésleírásban [1], ebben a részben csupán röviden összefoglaljuk az alapokat. Az elektronmikroszkópot az optikai mikroszkóphoz hasonlóan kis méretű objektumok szerkezőinek vizsgálatára használják, de mivel a nagy energiával rendelkező energiájú elektronok de Broglie-hullámhossza nagyságrendekkel kisebb, mint a látható fényé, vagy akár a röntgené, ezért jelentősen jobb felbontás érhető el az elektronmikroszkóppal. Az elv hasonló az optikai vizsgálatok vizsgálatával: az elektronhullámot – miután az elektronok elérték a megfelelő energiát – lencséken keresztül a vizsgált tárgyra irányítják, amin az elektronok szóródnak, és a tárgy mögött diffrakciós, vagy valódi kép képződik le az ernyőre (ami esetünkben egy detektor). Mivel az elektronok töltött részecskék, ezért a lencsék szerepét tekercsek látják el, amiknek a mágneses térben az elektronok pályáját úgy módosítjuk, ahogy azt szeretnénk.

A mi gyakorlatunk során 200 keV energiájú elektronokkal diffrakciós vizsgálatokat végzünk, így a tárgy mögötti optikai rendszert úgy állítottuk be, hogy a diffrakciós kép képződjön le a detektorra. A diffrakciós kép a tárgy Fourier-transzformáltjaként értelmezhető, tehát a kapott kép a tárgyban felvehető rácsvektorok reciprokbázisán értelmezhető. Ahhoz viszont, hogy a pontos méreteket mérni tudjuk, kalibrálni kell a mikroszkópot, azaz meg kell tudnunk mondani, hogy a kapott képen lévő távolságok mekkora távolságnak felelnek meg a reciprokrácson. A kalibrációhoz mi nikkal polikristály mintát használtunk, amiben minden szem (kristályszemcse) máshogy állt, így a diffrakciós képe nem szabályos pontrács lett, hanem koncentrikus körökből állt. A körök sugarára levezethető az alábbi összefüggés:

$$\frac{R_i}{L} = \frac{\lambda}{d_i} \quad (1)$$

ahol R_i az i . kör sugara, L a kamerahossz (ez a mikroszkóp paramétere), λ az elektronok hullámhossza (az általunk használt 200 keV energia mellett $\lambda = 0,0251 \text{ \AA}$), d_i pedig az i . diffrakciós gyűrű létrejöttéért felelős síkseregek távolságát. Mivel a nikkal anyagszerkezete ismert, ezért d_i értékeit kikeresve, R -eket pedig megmérve, megkaphatjuk L értékét is.

A kalibráció után kicseréltük a mintát egy másik mintára, amely egy Al_2O_3 hordozóból és egy rá felvitt GaN rétegből állt. Készítettünk felvételt a hordozó tartományáról, a réteg tartományáról, majd egy olyan tartományról is, ahol mindkettő látszódik. A diffrakciós képek indexelését elvégezve, meghatározható a felvételeken a zónatengelyek iránya, és ezeket összehasonlítva egymással, kiszámítható, hogy a két egymásba ágyazott minta orientációja iránya mennyivel tér el egymástól.



1. ábra. A nikkelpolikristály diffrakciós képe. A körök sugármérését a vízszintes sötétkék vonal mentén végeztem. A mérési pontokat és indexeit a világoskék vonalkák és számok jelzik.

2. Kalibráció

A kalibrációhoz nikkelpolikristály mintát használtunk. A diffrakciós kép az 1. ábrán látható.

Ahogy azt a pordiffrakció elméletéből várjuk, a kapott képen valóban koncentrikus körök jelentek meg, ezek sugarát szeretnénk megmérni a kalibrációhoz. Ezt úgy tettük, hogy a meghúztuk a direkt nyalábon átmenő vízszintes tengelyt (sötétkék vonal), és leolvastuk a belső 7 koncentrikus körnek ezzel való metszéspontját. Ugyanahhoz a körhöz tartozó két metszéspont különbsége a kör átmérője, aminek fele a sugár. A mért értékeket az 1. táblázat tartalmazza.

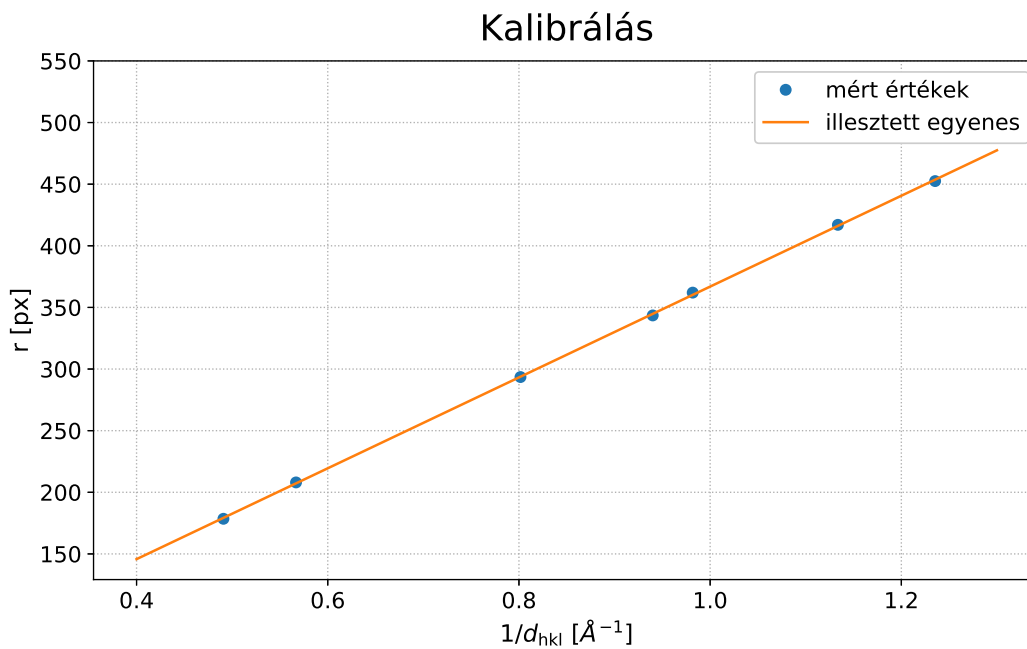
Az (1) összefüggés alapján a koncentrikus körök sugara (R_i) és a síksereg távolságok reciprocai ($1/d_i$) között lineáris összefüggés van, és az arányossági tényező $L\lambda$. d_i értékei használt minta diffrakciós adatlapjáról [2] ismerjük, ezeket szintén tartalmazza az 1. táblázat. A mért sugarak, és síkseregreciprokok közötti összefüggést a 2. ábra ábrázolja. Az adatokra egyenest is illesztettünk

$$R_i = a \cdot \frac{1}{d_i} + b \quad (2)$$

egyenlettel. Az illesztési paraméterek kapott értékei: $a = (368,6 \pm 1,9) \text{ px}\text{\AA}$ és $b = (-1,7 \pm 1,7) \text{ px}$.

i	x_1 [px]	x_2 [px]	R_i [px]	d_i [Å]	$1/d_i$ [Å ⁻¹]
1	555	912	178,5	2,037180	0,490875
2	526	942	208,0	1,764250	0,566813
3	440	1027	293,5	1,247510	0,801597
4	390	1077	343,5	1,063880	0,939956
5	373	1097	362,0	1,018590	0,981749
6	318	1152	417,0	0,882125	1,133626
7	283	1188	452,5	0,809493	1,235341

1. táblázat. A polikristály diffrakciójában lévő koncentrikus körök mért sugarai, valamint a nikkelrácásban lévő síkseregek között lévő távolságok ismert adatai



2. ábra. A nikkelpolikristály-diffrakciós ábráján lévő koncentrikus körök sugara a síkseregtávolság-reciprokok függvényében

Ezen értékek ismeretében már tudunk távolságot mérni az ábrákon a (2) képlet használatával.

3. Összetett minta vizsgálata

3.1. Indexelés

A minták indexelését úgy végeztük el, hogy minden felvételen megkerestük a legvastagabb diffrakciós pontot (ez a direkt nyaláb, O), és ezen kívül három másikat (A , B , C). A felvételen megmérhetők a kiválasztott nyalábok távolsa a direkt nyalábtól, ezek alapján pedig azt, hogy az adott diffrakciós ponthoz tartozó valódi rácssíktávolság milyen messze van a direkt nyaláb által metszett ponttól (d). A kiszámolt d -értékekből az Al_2O_3 és a GaN diffrakciós adatlapjáról leolvashatuk [3], hogy mely indexek tartoznak az adott ponthoz. Mivel jelen esetben a többszörös szórás nem hanyagolható el, ezért az ábrákon előfordultak olyan pontok, amik egyébként tiltott reflexiókhoz tartoznának. Az ehhez tartozó d -értékeket nem tartalmazzák a diffrakciós adatlapok, de ezek feléhez már tartozik megengedett indexelés, így az indexelés kiválasztásánál azokat a pontokat használtuk.

Mivel a pontokat minden felvétel esetében úgy választottam ki, hogy

$$\vec{OA} + \vec{OB} = \vec{OC} \quad (3)$$

teljesüljön, ezért a kapott indexelésnek is olyanoknak kell lennie, hogy a vektorösszeadás az indexek szintjén is teljesüljön, azaz:

$$h_A + h_B = h_C \quad (4)$$

$$k_A + k_B = k_C \quad (5)$$

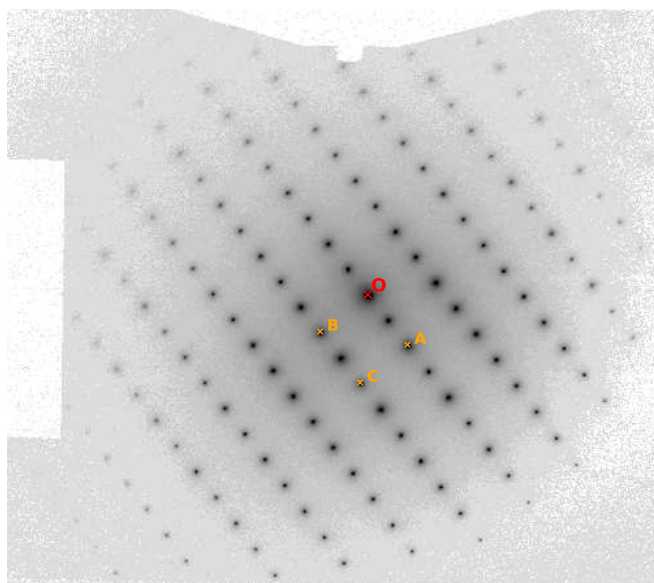
$$l_A + l_B = l_C \quad (6)$$

Ezek kívül, mivel a minták kristályszerkezete hexagonális, ezért célszerű átszámolni a háromindexes (hkl) Millerindexelést a négyindexes ($hkil$) Miller–Bravais-indexelésre, amely a hatszögrács természetes tengelyeihez igazodik, így jobban látszódnak róla a szimmetriatulajdonságok. Ezt kiszámolni egyszerűen a

$$i = -(h + k) \quad (7)$$

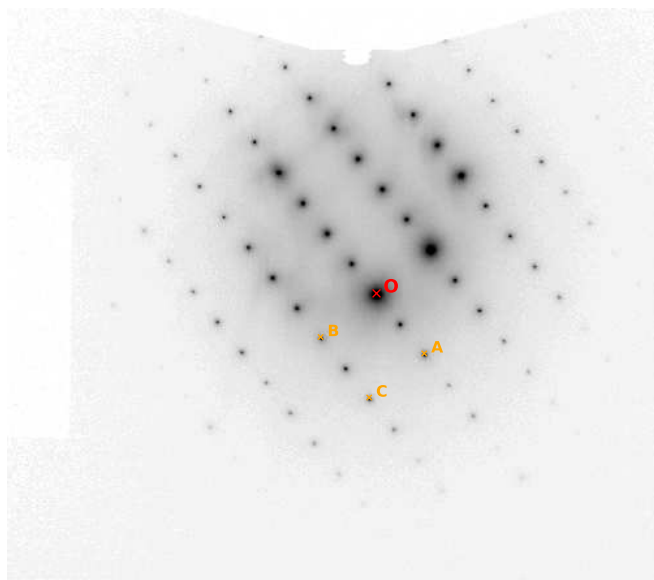
képlettel lehet.

Az indexelt felvételeket, és az indexelés adatait a 3-8. ábrák mutatják.



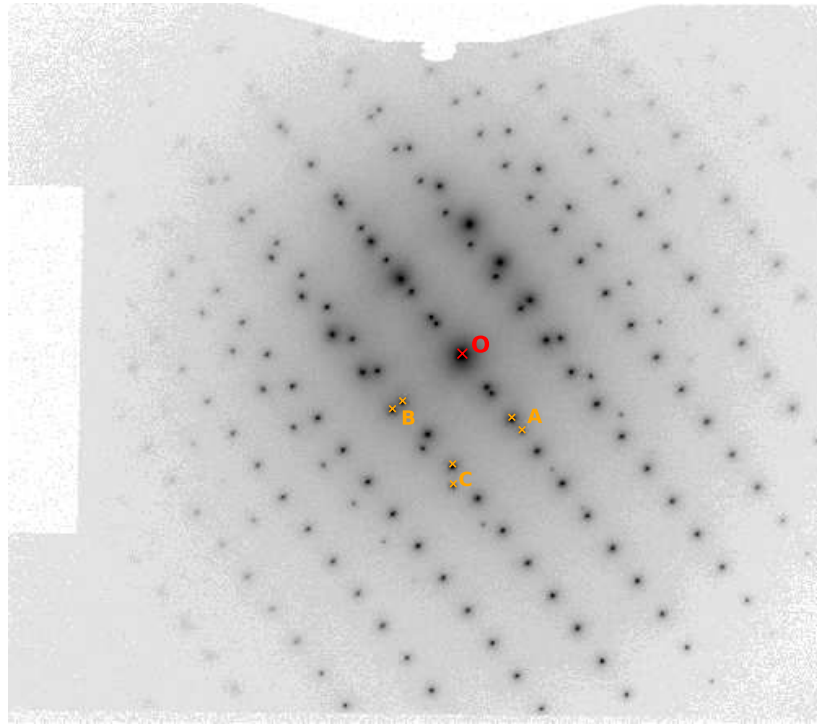
pont	x [px]	y [px]	R [px]	d [Å]	d_{hkl} [Å]	hkl	$hkil$
O	793	627	—	—	—	—	—
A	880	737	140	2,60	2,59	002	0002
B	688	708	132	2,74	2,76	100	$10\bar{1}0$
C	776	820	193	1,87	1,884	102	$10\bar{1}2$

3. ábra. A GaN rétegről készült első diffrakciós felvétel.



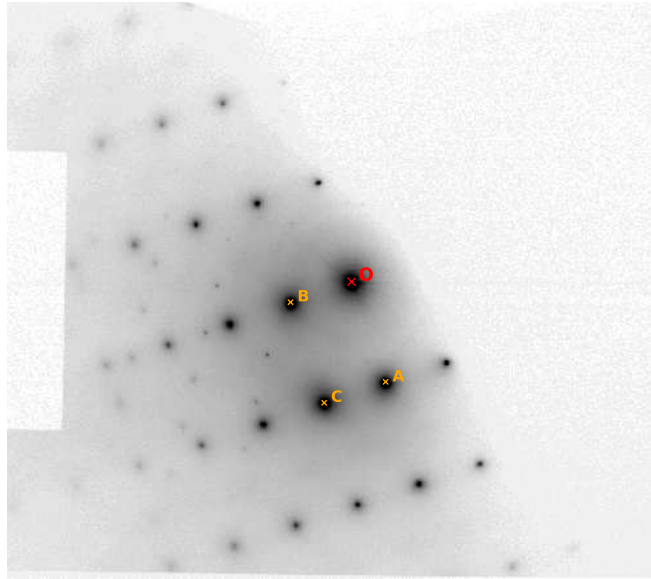
pont	x [px]	y [px]	R [px]	d [Å]	d_{hkl} [Å]	hkl	$hkil$
O	812	626	—	—	—	—	—
A	917	758	169	2,16	2,165	006	0006
B	689	722	156	2,34	2,379	110	$11\bar{2}0$
C	796	855	230	1,59	1,601	116	$11\bar{2}2$

4. ábra. A Al_2O_3 rétegről készült első diffrakciós felvétel.



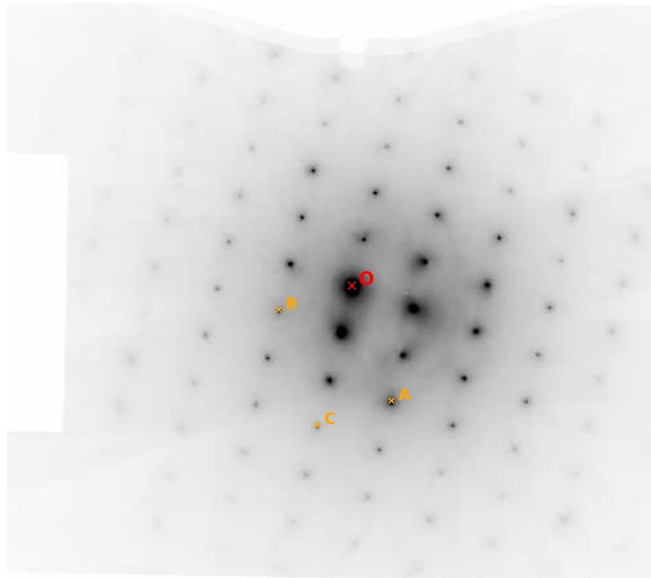
pont	x [px]	y [px]	R [px]	d [Å]	d_{hkl} [Å]	hkl	$hkil$
O	798	615	—	—	—	—	—
GaN A	885	727	142	2,56	2,59	002	0002
GaN B	693	698	134	2,71	2,76	100	$10\bar{1}0$
GaN C	781	809	194	1,88	1,884	102	$00\bar{1}2$
Al_2O_3 A	903	749	170	2,14	2,165	006	0006
Al_2O_3 B	675	712	156	2,33	2,379	110	$11\bar{2}0$
Al_2O_3 C	782	844	229	1,59	1,609	116	$11\bar{2}6$

5. ábra. A közös tartományról készült első diffrakciós felvétel.



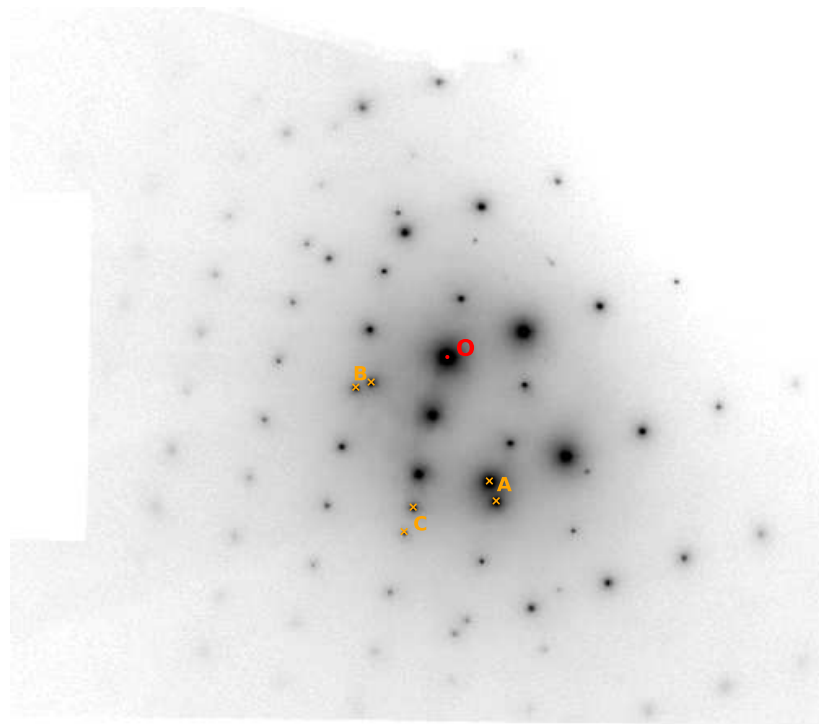
pont	x [px]	y [px]	R [px]	d [Å]	d_{hkl} [Å]	hkl	$hkil$
O	757	614	—	—	—	—	—
A	832	834	232	1,57	1,591	110	$11\bar{2}0$
B	623	659	141	2,58	2,59	002	0002
C	697	880	273	1,34	1,357	112	$11\bar{2}2$

6. ábra. A GaN rétegről készült második diffrakciós felvétel.



pont	x [px]	y [px]	R [px]	d [Å]	d_{hkl} [Å]	hkl	$hkil$
O	758	620	—	—	—	—	—
A	845	873	268	1,37	1,374	300	$30\bar{3}0$
B	597	673	169	2,15	2,165	006	0006
C	682	926	315	1,16	1,600	306	$30\bar{3}6$

7. ábra. A Al_2O_3 rétegről készült második diffrakciós felvétel.



pont	x [px]	y [px]	R [px]	d [Å]	d_{hkl} [Å]	hkl	$hkil$
O	768	614	—	—	—	—	—
GaN A	842	832	230	1,59	1,591	110	$11\bar{2}0$
GaN B	634	658	141	2,58	2,59	002	0002
GaN C	708	878	271	1,35	1,357	112	$11\bar{2}2$
Al_2O_3 A	854	867	267	1,37	1,374	300	$30\bar{3}0$
Al_2O_3 B	607	667	169	2,15	2,165	006	0006
Al_2O_3 C	692	921	316	1,16	1,600	306	$30\bar{3}6$

8. ábra. A közös tartományról készült második diffrakciós felvétel.

Felvétel	$(hkl)_A$	$(hkl)_B$	$[uvw]$	$[uvtw]$
GaN 1	002	100	$0\bar{1}0$	$\bar{1}\bar{2}10$
Al ₂ O ₃ 1	006	110	$\bar{1}\bar{1}0$	$\bar{1}\bar{1}00$
közös 1 - GaN	002	100	$0\bar{1}0$	$\bar{1}\bar{2}10$
közös 1 - Al ₂ O ₃	006	110	$\bar{1}\bar{1}0$	$\bar{1}\bar{1}00$
GaN 2	110	002	$\bar{1}10$	$\bar{2}100$
Al ₂ O ₃ 2	300	006	010	$\bar{1}\bar{2}\bar{1}0$
közös 2 -GaN	110	002	$\bar{1}10$	$\bar{2}100$
közös 2 -Al ₂ O ₃	300	006	010	$\bar{1}\bar{2}\bar{1}0$

2. táblázat. A zónatengelyek iránya a különböző felvételeken.

3.2. Zónatengelyek

A feladatunk, hogy minden felvételen határozzuk meg a zónatengely irányát. Mivel a zónatengely merőleges az általunk vizsgált metszetre, biztos, hogy egy ezzel az iránnyal párhuzamos vektor kapunk, ha két, a síkban fekvő vektor keresztszorzatát. Az előző részben indexelt irányok megfelelőek, így használjuk ezeket! Fegyelnünk kell még a zónatengely irányára is: a konvenció szerint a zónatengely mindig felék mutató vektor. A 3-8 ábrák mindegyikén úgy lettek felvéve a pontok, hogy a $\vec{OB} \times \vec{OA}$ keresztszorzat felénk mutasson, így a zónatengelyt ezzel a művelettel kaphatjuk meg.

A különböző felvételekhez tartozó zónatengelyirányokat a 2. táblázat tartalmazza, az indexelés úgy lett normálva, hogy az $[uvw]$ értékek a lehető legkisebb egész számokat vegyék fel (a vektor nagysága nem számít, csak az iránya). Mivel hexagonális szerkezetű mintákról van szó, megadtuk a zónatengelyt négyes indexeléssel is. Mivel a zónatengely vektora valódi rácsvektor, ezért az átszámítás más, mint a reciprokrács vektorainál. Az $[uvw]$ vektorhoz tartozó négyes $[u'v't'w']$ irány:

$$\begin{aligned}
u' &= \frac{1}{3}(2u - v) \\
v' &= \frac{1}{3}(2v - u) \\
t' &= -\frac{1}{3}(u + v) \\
w' &= w
\end{aligned} \tag{8}$$

3.3. Közös irány, és az orientáció

Nézzük meg az első metszetről készült képeket (3-5 ábrák)! Látható, hogy az A diffrakciós ponthoz tartozó reciprokrácsvektorok párhuzamosok a GaN és az Al₂O₃ esetére, ugyanis a két Miller–Bravais-indexek: (0002) és (0006). Ez tehát azt jelenti, hogy ez az irány (azaz a z -irány) közös a hordozóban és a rétegben.

Azt is láthatjuk, hogy a B -hez tartozó reciprokrácsvektorok mindkét esetben merőlegesek az előbb megtalált közös tengelyre, hiszen, a hozzájuk tartozó Miller–Bravais-indexek: $(10\bar{1}0)$ és $(11\bar{2}0)$, vagyis egyiknek sincs z -irányú komponense. Ugyanakkor a Miller–Bravais-indexelésből az is látszik, hogy az indexek típusa nem egyezik meg, vagyis a két különböző szerkezet egymáshoz képest el van forgatva, a z -tengely mentén. Feladatunk meghatározni, hogy mekkora a szöge ennek az elforgatásnak.

Az elforgatás szögét meghatározni az alábbi képlettel lehet [4]:

$$\cos \varphi = \frac{hd + ke + \frac{1}{2}(he + kd) + \frac{3}{4} \lg(a/c)^2}{\sqrt{h^2 + k^2 + hk + \frac{3}{4}l^2(a/c)^2} \sqrt{d^2 + e^2 + de + \frac{3}{4}g^2(a/c)^2}} \quad (9)$$

ahol a két elforgatott struktúra közös tengelyére merőleges indexelés esetünkben $(hki\bar{l}) = (10\bar{1}0)$ és $(defg) = (11\bar{2}0)$, a két rácsparaméter: $a = 3,186$ és $c = 4,758$. Ezeket behelyettesítve, az alábbi eredményt kapjuk:

$$\cos \varphi = 0,8792 \quad \implies \quad \varphi = 28,5^\circ \approx 30^\circ \quad (10)$$

Mivel az anyagok szabályos hatszögrács szerkezetűek, ezért valószínű, hogy a kapott $28,5^\circ$ érték valójában a szimmetriába beépülni tudó 30° -ot jelent, mérési hibával terhelve. Így tehát kijelenthetjük, hogy a réteg orientációja a hordozóhoz képest 30° -kal van elforgatva.

Hivatkozások

- [1] Lábár János. *Transzmissziós elektronmikroszkópia* [link](#)
- [2] A nikkell polikristály diffrakciós adatlapja. [link](#)
- [3] Az Al_2O_3 és a GaN diffrakciós adatlapját tartalmazó feladatléírás. [link](#)
- [4] Edington, Jeffrey William. *Electron diffraction in the electron microscope*. Appendix 2. 1975. [link](#)