
Elektronmikroszkópia

Korszerű vizsgálati módszerek

jegyzőkönyvet készítette:

Asztalos Bogdán

mérés időpontja: 2019. 03. 25.

mérőtársak: Boldizsár Bálint, Molnár Janka

mérésvezető: Lábár János

Tartalomjegyzék

1. Mérés elve és leírása	2
2. Kalibráció	3
3. Szilícium egykristályminta vizsgálata	5

1. Mérés elve és leírása

A mérésünk célja az volt, hogy megismerkedjünk a transzmissziós elektronmikroszkóp működésével és használatával. A labor során egy polikristály diffrakció elkészítésével kalibráltuk a mikroszkópot, majd egy egykristály diffrakciós képét elemeztük.

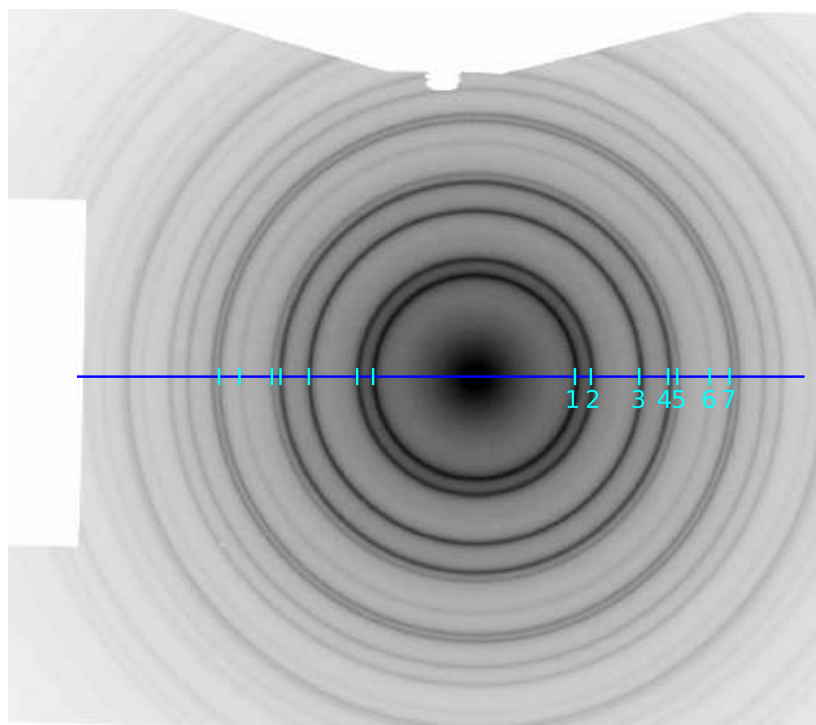
Az elektronmikroszkópok működési elve részletesen le van írva a mérésleírásban [1], ebben a részben csupán röviden összefoglaljuk az alapokat. Az elektronmikroszkópot az optikai mikroszkóphoz hasonlóan kis méretű objektumok szerkezővizsgálatára használják, de mivel a nagy energiával rendelkező energiájú 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 a polikristály mintát kicseréltük egy köbös szerkezetű szilícium egykristályra, és ennek készítettük el a diffrakciós képét. Mivel a minta szabályos rácsszerkezetű, ezért a diffrakciós képen a reciprokrácspontoknak egy kétdimenziós metszete volt látható. Ezekből a rácspontról kiválasztva hármat, megmértük, hogy milyen messze vannak a direkt nyaláb képétől. Mivel L -t a kalibráció során megmértük, ezek a mért távolságok megfeleltethetők a reciprokrácspontok távolságainak. A vizsgált minta esetén a reciprokrácspontok távolsága szintén ismert, így a mért értékek alapján kikövetkeztethető, hogy a reciprokrács melyik irányának megfelelő pontjait választottuk. Mivel a zónatenn-



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.

gely ezekre merőleges, ezért két ilyennek a keresztmetszetét képezve megállapítható minta adott beállításának a zónatengelye is.

2. Kalibráció

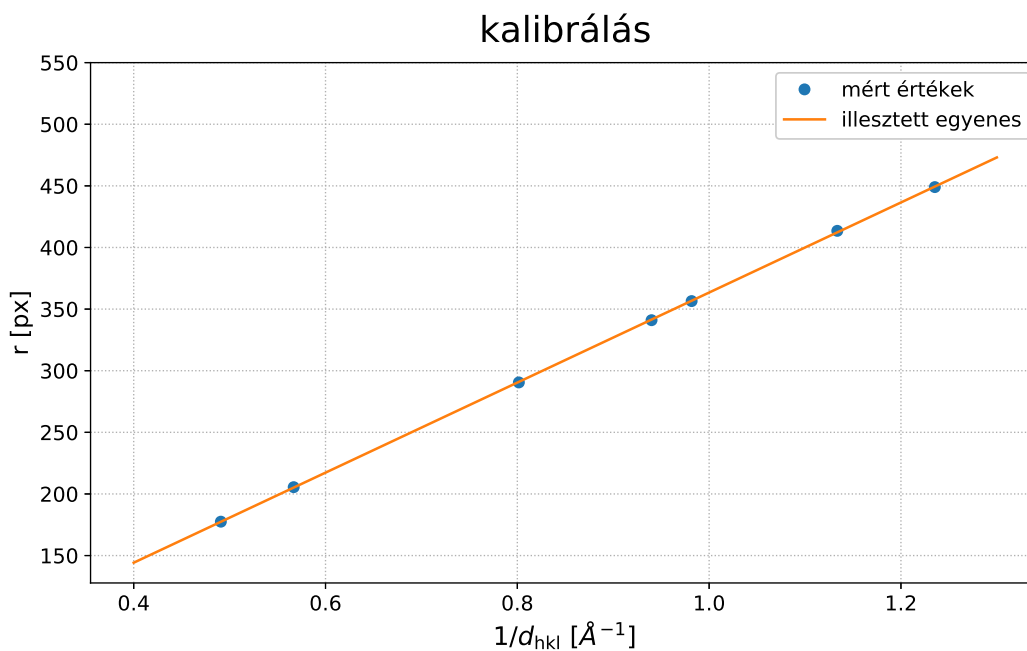
A kalibrációhoz nikkelpolikristály mintát használtunk. A diffrakciós kép az 1. ábrán látható.

Ahogy azt a pordiffrakció elméletéből várjuk, a kapott képen valóban koncentrikus körök jelentek meg, ezek sugarát szeretnénk megmérni a kalibrációhoz. Ezt úgy tettük, hogy 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.

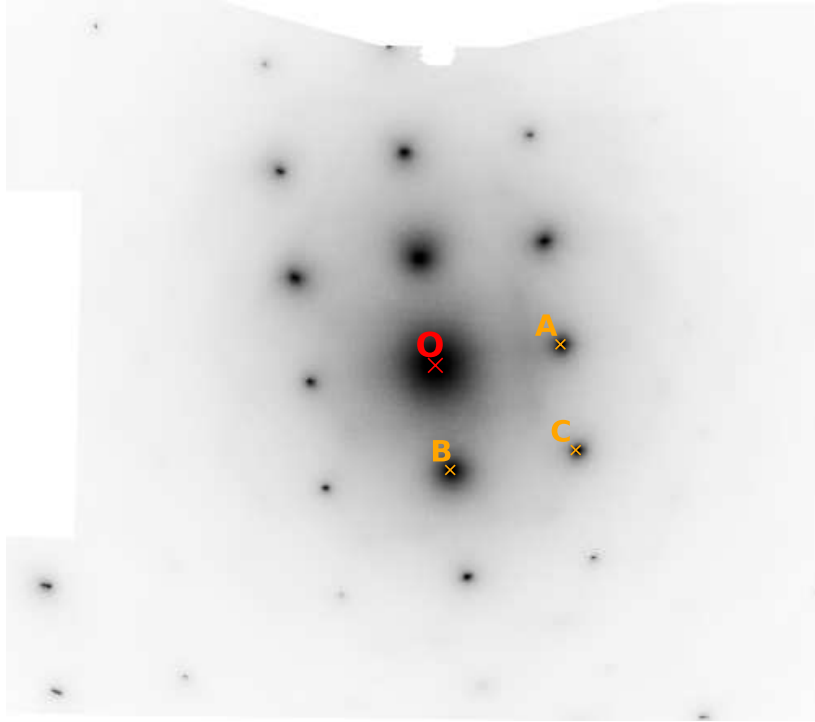
Az (1) összefüggés alapján a koncentrikus körök sugara (R_i) és a síksereg távolságok reciprokai ($1/d_i$) között lineáris összefüggés van, és az arányossági tényező $L\lambda$. d_i értékei használt minta diffrakciós adatlapjáról [2] ismerjük, ezeket szintén tartalmazza az 1. táblázat. A mért sugarak,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

i	x_1 [px]	x_2 [px]	R_i [px]	d_i [Å]	$1/d_i$ [Å ⁻¹]
1	641	996	177,5	2,037180	0,490875
2	613	1024	205,5	1,764250	0,566813
3	528	1109	290,5	1,247510	0,801597
4	478	1160	341,0	1,063880	0,939956
5	463	1176	356,5	1,018590	0,981749
6	406	1233	413,5	0,882125	1,133626
7	370	1268	449,0	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 nikkel polikristály-diffrakciós ábráján lévő koncentrikus körök sugara a síkseregtávolság-reciprokok függvényében



3. ábra. A szilícium egykristályminta diffrakciós képe

adatokra egyenest is illesztettünk

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

egyenlettel. Az illesztési paraméterek kapott értékei: $a = (365,4 \pm 1,0) \text{ px}\text{\AA}$ és $b = (-1,94 \pm 0,93) \text{ px}$.

Mivel tudjuk, hogy az alkalmazott 200 keV energián az elektron hullámhossza $\lambda = 0,0251 \text{ \AA}$, így a kamerahossz kiszámolható az illesztésből:

$$L = \frac{a}{\lambda} = (14558 \pm 40) \text{ px} \quad (3)$$

3. Szilícium egykristályminta vizsgálata

A kalibráció után a polikristály mintát kicseréltünk egy szilícium egykristály mintára. A kapott diffrakciós kép a 3. ábrán látható.

A diffrakciós pontok közül kiválasztottam hármat (A , B és C), és ezeknek, illetve a direkt nyáláb (O) koordinátáját leolvastam. (Az origó a kép bal felső sarkában van, és a koordináták jobbra, és lefelé nőnek.) Ezeket a 2. táblázat tartalmazza. A koordináták alapján kiszámoltam, hogy az A , B és C pontok milyen messze vannak a direkt nyálábtól (R). A diffrakciós képen való távolságból a (2) kalibráló képlet segítségével lehet vissza-számolni, hogy az adott diffrakciós ponthoz tartozó valódi rácssíktávolság milyen messze

pont	x [px]	y [px]	R [px]	d [Å]	d_{hkl} [Å]	hkl
O	753	641	—	—	—	—
A	974	604	224	1,62	1,637510	311
B	780	825	186	1,95	1,920150	220
C	1001	790	289	1,26	1,245960	331

2. táblázat. A kiválasztott diffrakciós pontok távolsága a direkt nyaláb, és ez alapján a hozzájuk tartozó d értéke, valamint a hkl indexek beazonosítása

irány	hkl ⁽¹⁾	hkl ⁽²⁾
OA	311	$\bar{3}\bar{1}\bar{1}$
OB	022	022
OC	$3\bar{3}\bar{1}$	313

3. táblázat. Két lehetséges indexelése a kiválasztott diffrakciós pontoknak

van a direkt nyaláb által metszett ponttól (d).

Mivel a vizsgált szilícium minta szerkezete is ismert, ezért a diffrakciós adatlapjáról leolvashatók a különböző síkseregek távolságai [3]. A kiszámolt d értékeket összehasonlítva szilícium ismert d értékeivel, mind a három esetben van egy olyan elméletileg várt érték (d_{hkl}), amihez a mérésből kapott értékek közel vannak. Így tehát beazonosítottuk mind a három kiválasztott pont irányához tartozó hkl koordinátákat. Ezeket szintén a 2. táblázat tartalmazza.

A beazonosított Miller-indexek egyelőre csak a diffrakciós adatlapról leolvasott értékek, de még nem feltétlenül egyeznek meg a mért irányok helyes indexelésével, hiszen ha az indexek egymással bárhogyan permutálhatók, és előjelük is megváltoztatható anélkül, hogy a hozzájuk tartozó d_{hkl} érték változzon. A helyes indexelést az tünteti ki, hogy vektoriálisan műveletekre is helyes összefüggést ad: a pontokat az ábrán úgy választottam, hogy

$$\vec{OA} + \vec{OB} = \vec{OC} \quad (4)$$

teljesüljön, és ennek a hkl indexekre is teljesülnie kell. Ilyen kombinációt több féle módon lehet találni, a 3. táblázatban két lehetséges indexelést írtam fel.

A mi célunk, hogy meghatározzuk a zónatengely irányát. Mivel ez merőleges az általunk vizsgált metszetre, biztos, hogy egy ezzel az iránnyal párhuzamos vektor kapunk, ha két, a síkban fekvő vektor keresztszorzatát. Képezzük tehát a $\vec{OA} \times \vec{OB}$ keresztszorzatot

a két lehetséges indexelésre:

$$\vec{n}^{(1)} = \begin{pmatrix} 3 \\ 1 \\ 1 \end{pmatrix} \times \begin{pmatrix} 0 \\ 2 \\ -2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -4 \\ 6 \\ 6 \end{pmatrix} \equiv \begin{pmatrix} -2 \\ 3 \\ 3 \end{pmatrix} \quad (5)$$

$$\vec{n}^{(2)} = \begin{pmatrix} 3 \\ -1 \\ 1 \end{pmatrix} \times \begin{pmatrix} 0 \\ 2 \\ 2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -4 \\ -6 \\ 6 \end{pmatrix} \equiv \begin{pmatrix} 2 \\ 3 \\ -3 \end{pmatrix} \quad (6)$$

Látható, hogy a két zónatengely nem egyezik meg, tehát különböző indexelésű síkok egyaránt adhatnak ugyanolyan diffrakciós képet. Számoljuk ki, hogy összesen hányféleképpen indexelés lehetséges! A zónatengely komponensei közül kettő megegyezik, így összesen 3-féleképpen permutálhatók. Az előjelek változtatásával komponensenként két-féle lehetőségünk van, ami összesen $2^3 = 8$ kombináció. Emellett van a síknak egy 180° -os forgásszimmetriája is, ami további 2-es faktor visz be a lehetséges kombinációkba. Ez összesen $3 \cdot 8 \cdot 2 = 48$ lehetőség. Ennyi féle zónatengelyt kaphatunk, és ennek megfelelően szintén több ekvivalens indexelést is választhattunk, A fenti kettőn kívül most azonban nem mutatunk be többet.

Hivatkozások

- [1] Lábár János. *Transzmissziós elektronmikroszkópia* Havancsák Károly. *Fizikai mérések* 2013. pp. 79-103 [link](#)
- [2] A nikkelpolikristály diffrakciós adatlapja. [link](#)
- [3] A szilícium egykristály minta diffrakciós adatlapja. [link](#)