

Korszerű vizsgálati módszerek labor jegyzőkönyv

Elektronmikroszkópia

CSÖRNYEI GÉZA

Eötvös Loránd Tudományegyetem
Fizika BSc III. évfolyam



'C' mérőcsoport

Mérés dátuma: 2018.04.11.

Mérés vezetője: Lábár János

1. Bevezető

A mérésünk során a TEM (transzmissziós elektronmikroszkóp) működési elvével és használatával ismerkedhettünk meg, valamint lehetőségünk nyílt különböző minták diffrakciós mintázatának tanulmányozására is. A készített képek alapján kiszámolhattuk a mikroszkóp kameraállandóját, majd ennek ismeretében elvégezhettük a minta diffrakciós képének kiértékelését. A mérések során egy apertúra ki illetve behelyezésével történő sötét, illetve világos látóterű képi üzemmódok használatával végeztük a beállításokat, melyek elméleti háttere, valamint lényege és a TEM működése is megtalálható [1]-ben.

2. Mérési feladatok és kiértékelés

A laborgyakorlat során egy Si és egy Ni minták diffrakciós képeit készítettük el. A Ni minta diffrakciós képe, polikristályos minta lévén különböző sugarú és intenzitású koncentrikus körökből állt, melyek sugarainak meghatározásának segítségével kalibrálni tudtuk a Si (egykristály) mintával történő mérésünket, valamint meg tudtuk határozni a kameraállandót is. Mivel a Ni minta ismertén köbös rács, ezért az alábbi összefüggést használhatjuk a kalibráció során:

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

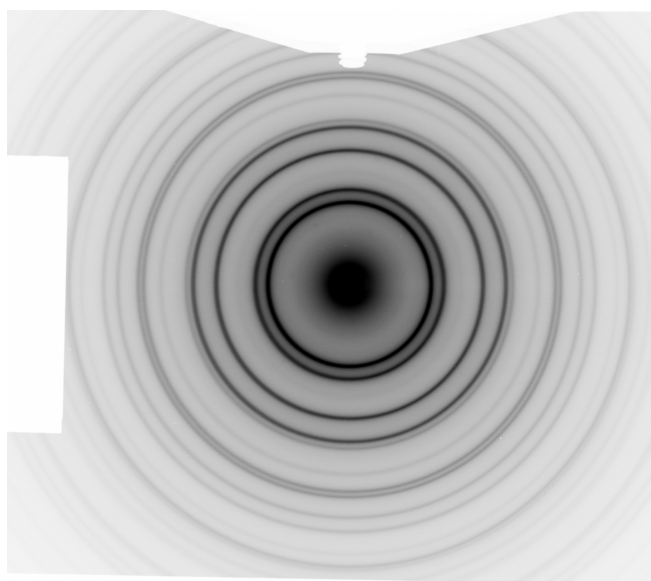
ahol R_{hkl} a felvételen a direkt nyaláb pontja és a hkl indexű síksereg távolsága, L a kalibrálandó kamera hossz, λ a hullámhossz, a pedig a rácsállandó. A mikroszkópot jobban jellemzi a $L\lambda$ szorzat, melyet szokás mikroszkóp állandónak is nevezni. A mérésünk során azonban ezen képlet egy egyszerűsített alakjával dolgozhatunk, ugyanis a síktávolságok, vagyis a

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

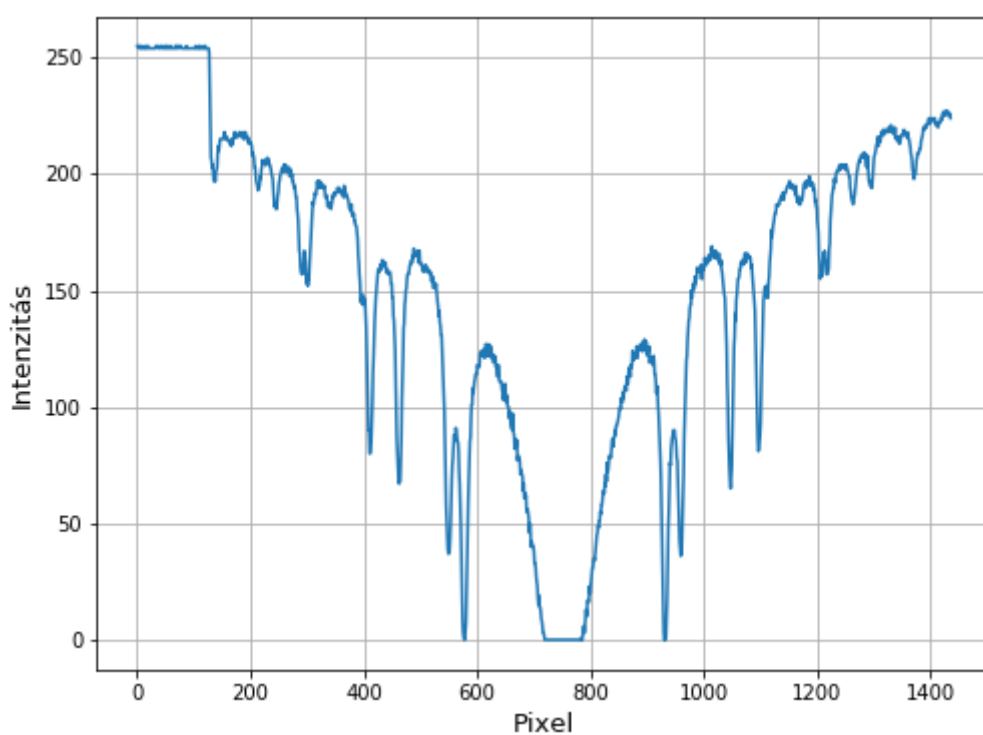
értékek meg vannak adva hivatalos mérések alapján [2]-ben. A mérés során készített kalibrációs képet *image plate*-re készítettük, melyet elektronikus formában meg is kaptunk. A Ni mintáról készített, a kalibrációhoz is használt felvétel a 1. ábrán látható.

2.1. Kalibráció

A kalibráció elvégzéséhez a függőleges tengely mentén felülről a 634. pixelnél vettem ki egy sort, az ezen sorban kapott intenzitásértékeket a 2. ábrán ábrázoltam.



1. ábra. A Ni minta diffrakciós képe, melyen a gyűrűs mintázat a polikristályos elrendeződés miatt alakul ki



2. ábra. A kivágott sor intenzitás eloszlása. A kalibrációhoz szükséges csúcsillesztéseket *python* segítségével végeztem

A képen látható csúcsból a kép közepéhez legközelebbi nyolc csúcsot illesztettem meg a középső, direkt nyalábhoz tartozó folt kivételével, mivel ezen csúcsok nagy intenzitásuk miatt kicsi illesztési hibákat adtak. Az illesztett függvény

$$f(x) = A \cdot e^{-\frac{x-x_0}{2\sigma^2}} + B$$

volt, vagyis egy konstans háttérrel ellátott Gauss-görbe. Az illesztésekből számunkra csak a csúcsok helyei fontosak, hiszen csak ezek kellenek a kalibrációhoz. Az illesztésből kapott értékeket az 1 . táblázat tartalmazza.

| Bal oldal | | Jobb oldal | |
|---------------|----------------------|---------------|----------------------|
| x_0 [pixel] | Δx_0 [pixel] | x_0 [pixel] | Δx_0 [pixel] |
| 577.02 | 0.13 | 931.51 | 0.09 |
| 549.88 | 0.16 | 958.87 | 0.08 |
| 462.00 | 0.09 | 1046.60 | 0.09 |
| 410.98 | 0.16 | 1097.07 | 0.06 |
| 395.53 | 0.11 | 1112.45 | 0.13 |
| 339.92 | 0.12 | 1168.98 | 0.09 |
| 300.65 | 0.18 | 1207.40 | 0.16 |

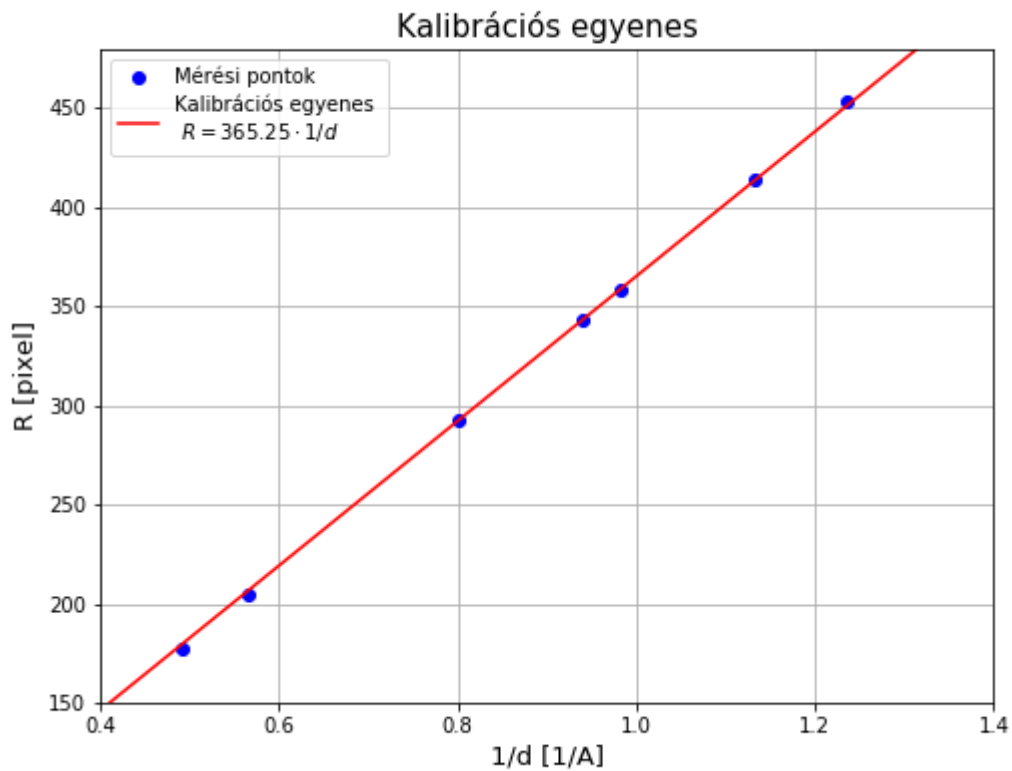
1. táblázat. A kalibrációhoz használt csúcsok középpontjai, középről a kép széle felé haladva

Ha az egy sorban levő értékeket kivonjuk egymásból, majd vesszük a kapott érték felét, akkor megkapjuk az egyes diffrakciós gyűrűkhöz tartozó sugarakat. Az így számolt sugár értékeket a 2 . táblázat tartalmazza.

| R [pixel] | ΔR [pixel] | d [Å] |
|-------------|--------------------|----------|
| 177.29 | 0.08 | 2.037180 |
| 204.50 | 0.09 | 1.764250 |
| 292.30 | 0.06 | 1.247510 |
| 343.04 | 0.09 | 1.063880 |
| 358.46 | 0.09 | 1.018590 |
| 414.53 | 0.08 | 0.882125 |
| 453.38 | 0.12 | 0.809493 |

2. táblázat. A számolt sugárértékek és a hozzájuk tartozó síktávolságok, melyeket a [2]-ből írtam be a táblázatba

A kapott sugárértékekre és a síktávolságok reciprokaire egy az origón átmenő egyenest illesztve megkapjuk a kívánt mikroszkóp állandó értékét. Az egyenesillesztés a 3 . ábrán látható.



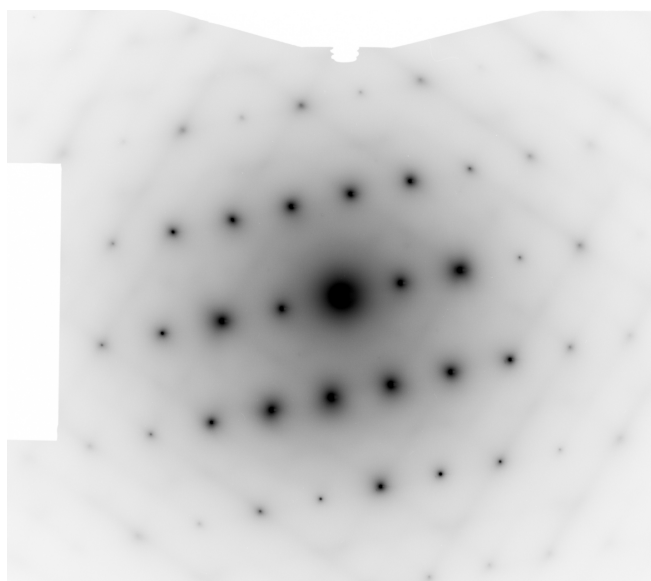
3. ábra. A további számolásokhoz használt kalibrációs egyenes

Az illesztés alapján a kalibrációs egyenes meredeksége, így a mikroszkóp állandó értéke

$$L\lambda = 365.25 \pm 0.67.$$

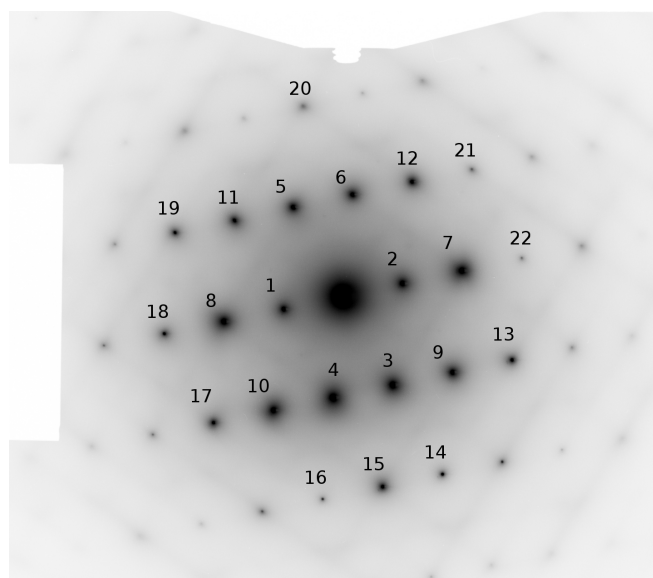
2.2. Egykristály diffrakció

A kalibráció alapján meg tudjuk határozni a síktávolságok értékeit minden diffrakciós pont esetére, ez alapján pedig el tudjuk végezni azok indexelését. Az általam feldolgozott diffrakciós kép a 4. ábrán látható.



4. ábra. Az egykristály diffrakció vizsgálata során készített diffrakciós kép a Si mintáról

A kapott képen az egyes diffrakciós pontokat indexeltem, hogy a későbbiekben azonosítani lehessen őket, majd kiszámoltam a direkt nyalábtól vett távolságukat. A direkt nyaláb helyzetét a képen (732, 623)-nek olvastam le. Az egyes diffrakciós pontok indexelése a 5 . ábrán látható.



5. ábra. A megindexelt diffrakciós kép

Az egyes diffrakciós pontok helyzetei és a kalibráció által számolt síktávolságok, valamint a számolt indexek a 3 . táblázatban láthatók.

| Pont | x [pixel] | y [pixel] | $ \Delta x $ [pixel] | $ \Delta y $ [pixel] | $ \Delta $ [pixel] | d [Å] | Index |
|------|-------------|-------------|----------------------|----------------------|--------------------|---------|-----------------|
| 1 | 600 | 652 | 132 | 29 | 135.15 | 2.702 | $\{0\bar{2}0\}$ |
| 2 | 866 | 594 | 134 | 29 | 137.10 | 2.664 | $\{0\bar{2}0\}$ |
| 3 | 838 | 820 | 106 | 197 | 223.71 | 1.633 | $\{311\}$ |
| 4 | 715 | 845 | 17 | 222 | 222.65 | 1.640 | $\{3\bar{1}1\}$ |
| 5 | 623 | 428 | 109 | 195 | 223.40 | 1.635 | $\{3\bar{1}1\}$ |
| 6 | 751 | 401 | 19 | 222 | 222.81 | 1.639 | $\{3\bar{1}1\}$ |
| 7 | 992 | 568 | 260 | 55 | 265.75 | 1.374 | $\{040\}$ |
| 8 | 470 | 680 | 262 | 57 | 268.13 | 1.362 | $\{040\}$ |
| 9 | 972 | 794 | 240 | 171 | 294.69 | 1.239 | $\{331\}$ |
| 10 | 580 | 872 | 152 | 249 | 291.73 | 1.252 | $\{331\}$ |
| 11 | 494 | 454 | 238 | 169 | 291.90 | 1.251 | $\{331\}$ |
| 12 | 883 | 370 | 151 | 253 | 294.64 | 1.239 | $\{331\}$ |
| 13 | 1105 | 760 | 373 | 137 | 397.36 | 0.919 | $\{351\}$ |
| 14 | 948 | 1015 | 216 | 392 | 447.57 | 0.816 | $\{622\}$ |
| 15 | 816 | 1042 | 84 | 419 | 427.34 | 0.854 | $\{602\}$ |
| 16 | 684 | 1068 | 48 | 445 | 447.58 | 0.816 | $\{622\}$ |
| 17 | 446 | 904 | 286 | 281 | 400.95 | 0.910 | $\{351\}$ |
| 18 | 336 | 704 | 396 | 81 | 404.20 | 0.903 | $\{0\bar{6}0\}$ |
| 19 | 358 | 482 | 374 | 141 | 399.70 | 0.913 | $\{351\}$ |
| 20 | 640 | 200 | 92 | 423 | 432.89 | 0.844 | $\{602\}$ |
| 21 | 1010 | 340 | 278 | 283 | 396.70 | 0.921 | $\{351\}$ |
| 22 | 1115 | 532 | 383 | 91 | 393.66 | 0.928 | $\{060\}$ |

3. táblázat. A számolt síktávolságok és Miller-indexek táblázata. Pirossal kiemeltem azon indexeket, melyekhez tartozó diffrakciós pontok vélhetően tiltott reflexiók, ugyanis nem szerepelt a hozzájuk tartozó síktávolság érték a kapott táblázatban. Az indexelést [3] alapján végeztem. Az egyes diffrakciós csúcsok koordinátáit *Nebulosity 3* programmal határoztam meg, mely bár alapvetően csillagászati program, de jelen problémához alkalmazható volt.

Az indexelés során a következőképpen jártam el: kiválasztottam a 3. pontot (mivel az első kettő síktávolság értéke nem szerepelt a táblázatban), majd ezen ponthoz a táblázatban szereplő indexeket rendeltem. A következő pont esetében, amennyiben az nem volt átellenben az előző ponttal, még szabadon választhattam a síktávolságok által adott indexekből, azonban ennek választásával már megadtam, hogy milyennek kell lennie a többi pont indexeinek. A továbbiakban már csak megtekintettem a síktávolságok által adott lehetséges indexeket a pontokhoz, majd összevetettem ezt azzal, hogy minek kellene kijönnie az adott pontra a korábbiak indexeléséből származó lineárkombinációk alapján. A tiltott reflexiók esetében nem voltak megadva a lehetséges indexek, ott csak a lineárkombinációk alapján számoltam.

A kapott adatok alapján kiszámíthatjuk a zónatengelyek irányait is, melyek a síkseregek által képzett metszésvonalak. Ezen irányokat két, nem egy egyenesre eső diffrakciós pont indexeinek vektoriális szorzataként állíthatjuk elő, esetünkben például a 3. és 4. diffrakciós pontra:

$$\{311\} \times \{3\bar{1}1\} = \{20\bar{6}\}$$

Mivel számunkra csak az irány megadása a fontos, ezért ezen két vektorhoz tartozó zónatengely iránya $\frac{1}{\sqrt{10}}\{10\bar{3}\}$.

3. Diskusszió

Mérésünk során betekintettünk a transzmissziós elektronmikroszkóp működésébe, valamint az azzal végzett mérések alapján sikerült meghatároznunk a műszer mikroszkóp állandóját, valamint indexeltük egy egykristályos mintáról készített felvételen látható diffrakciós pontokat. Az indexelés természetesen önkényes volt, az első két választott pont indexeinek sorrendje és előjelei tetszőlegesen választhatók, így a jelen indexeléstől eltérő is kapható.

Hivatkozások

- [1] : *Méréshez kiadott jegyzet:*
<http://atomfizika.elte.hu/kvml/docs/korszeruosszefuzott.pdf>
- [2] : *Ni adatlap:*
http://www.energia.mta.hu/labar/Ni_cF4_04-010-6148.pdf
- [3] : *Si adatlap:*
http://www.energia.mta.hu/labar/Si_cF8_04-002-0118.pdf