

Pásztázó elektronmikroszkópia

KÜRTI ZOLTÁN

B csoport

Mérés dátuma: 2021.09.23.

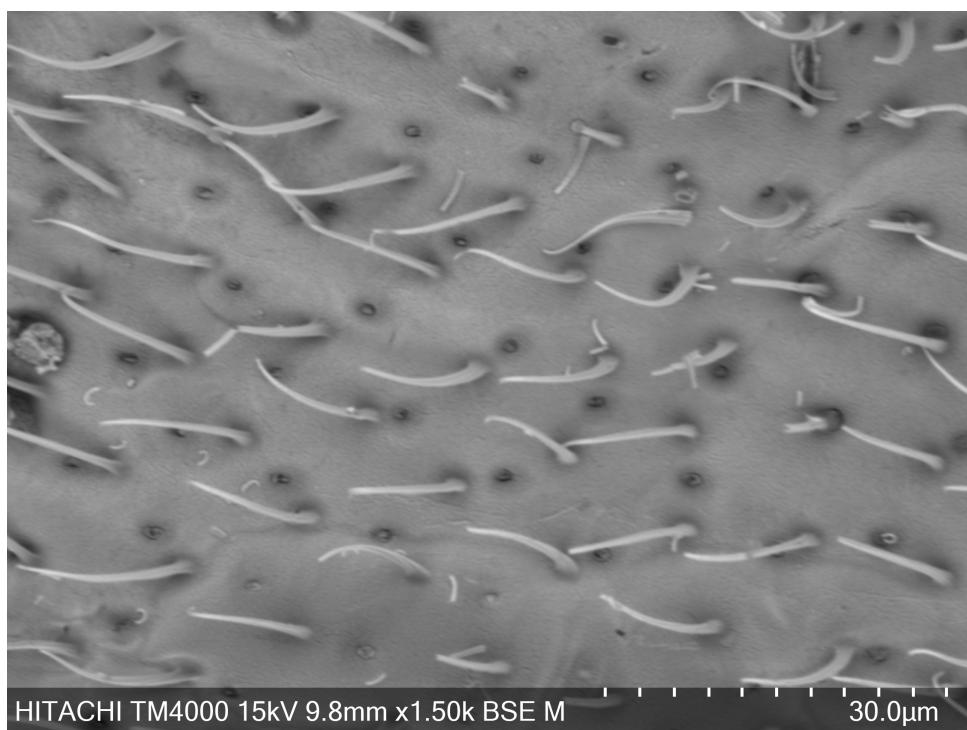
Leadás dátuma: 2021.10.07.

1. Bevezető

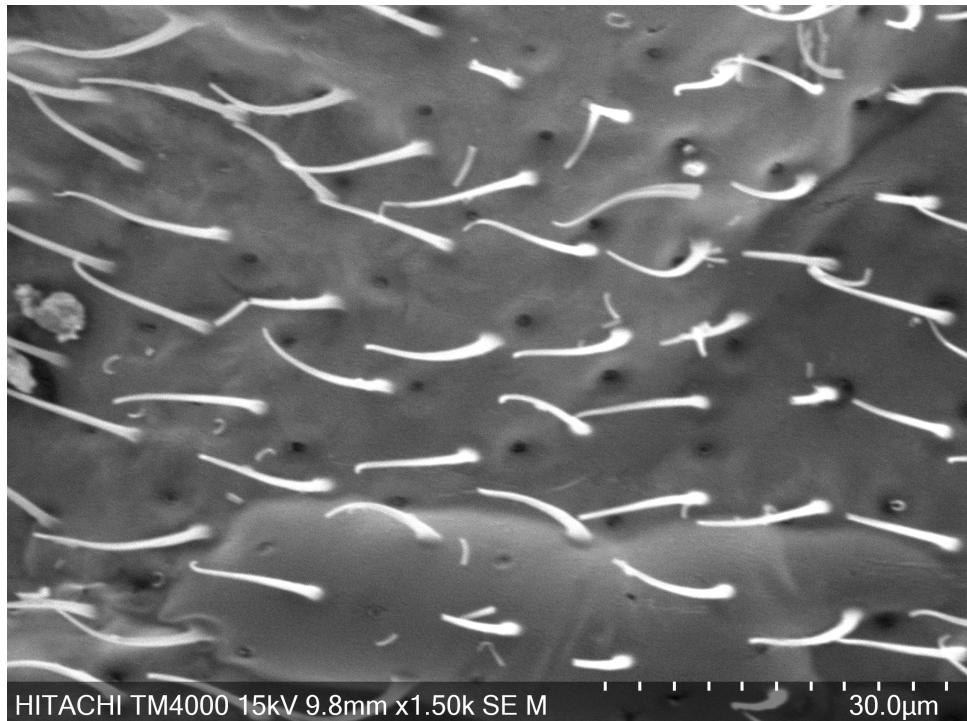
A labor célja a pásztázó elektronmikroszkóp alapvető tulajdonságaival és használatával való megismérkedés volt. A mérés során SE (secondary electron mode) és BSE (back scattered electron mode) módokban készítettük képeket. SE módban a felület geometriájáról kapunk információt, BSE módban a felület geometriáján túl az anyag rendszáma nagyban befolyásolja a visszaszórt elektronok számát, így úgynevezett Z kontrasztos képeket kapunk.

2. Biológiai minta

A biológiai mintát, egy kis méretű rovart, vékony arany bevonattal preparálták. A bevonat szerepe, hogy a minta felülete jó vezető legyen. Ennek köszönhetően az elektronmikroszkóp sugara nem okoz nagy negatív töltéssűrűséget a mintán a fókuszpontban, ezzel elkerülve a minta közelében létrejövő ismeretlen elektromos mező hatásait.



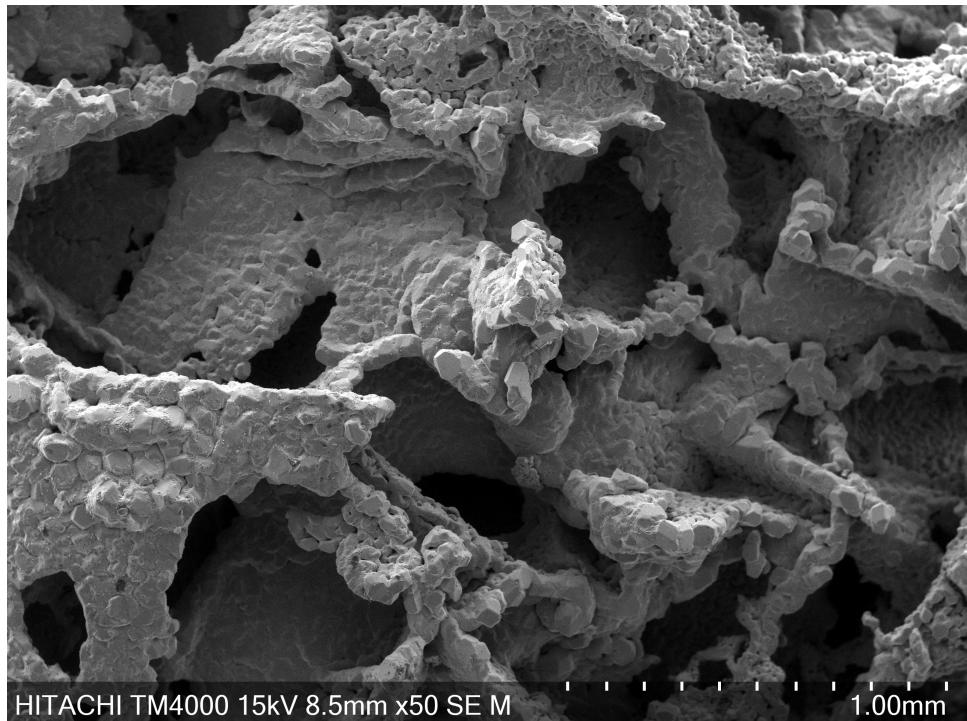
1. ábra. BSE módban készült kép a biológiai mintáról. A vékony arany bevonat ellenére (nincs Z kontraszt) kontrasztos a kép, ami azt mutatja, hogy a BSE mód is legalább kis mértékben érzékeny a minta geometriájára.



2. ábra. SE módban készült kép, az 1. képhez képest a kontraszt nagyobb. Ez így várható, hiszen az SE mód a minta geometriájára a legérzékenyebb.

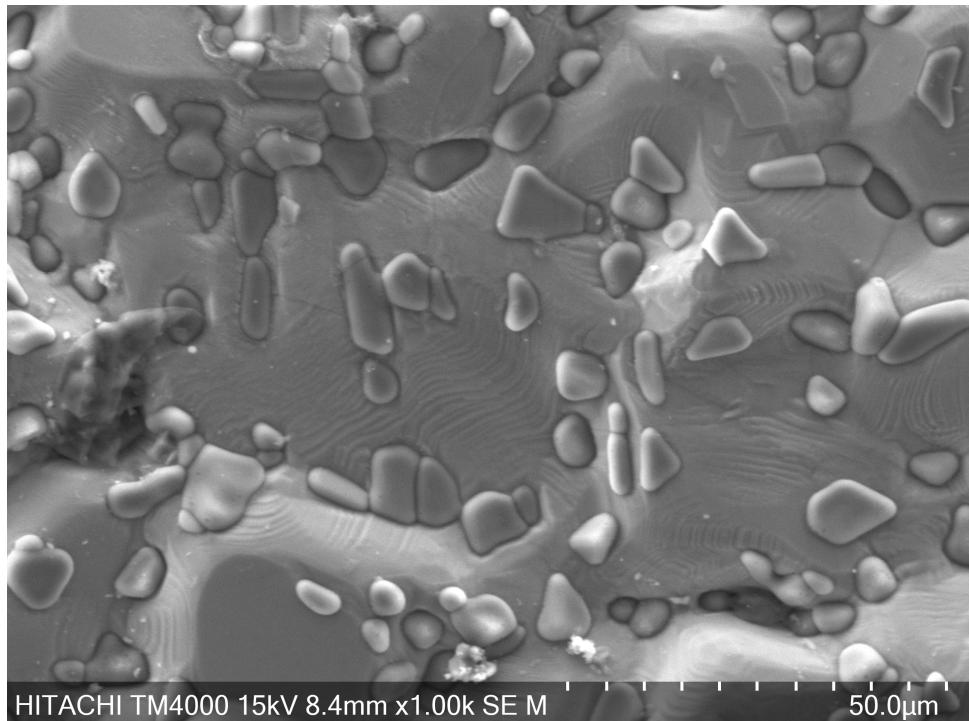
3. Titán minta

A titánból készült mintának volt egy lyukacsos része, erről készült a 3. kép SE módban. Ez a kép jól illusztrálja, hogy SE módban a geometriai információt hogyan érzékeli az elektronmikroszkóp. Látható, hogy az üregek sötétek, ennek az oka, hogy a kilökődő másodlagos elektronok nagy része az üreg falán landol, nem jut ki a résen, így a másodlagos elektron detektor csak kevés elektron fog detektálni. Hasonló, de kevésbé drasztikusan jelen van ez az effektus lejtők és egyéb geometriai alakzatok esetében is.

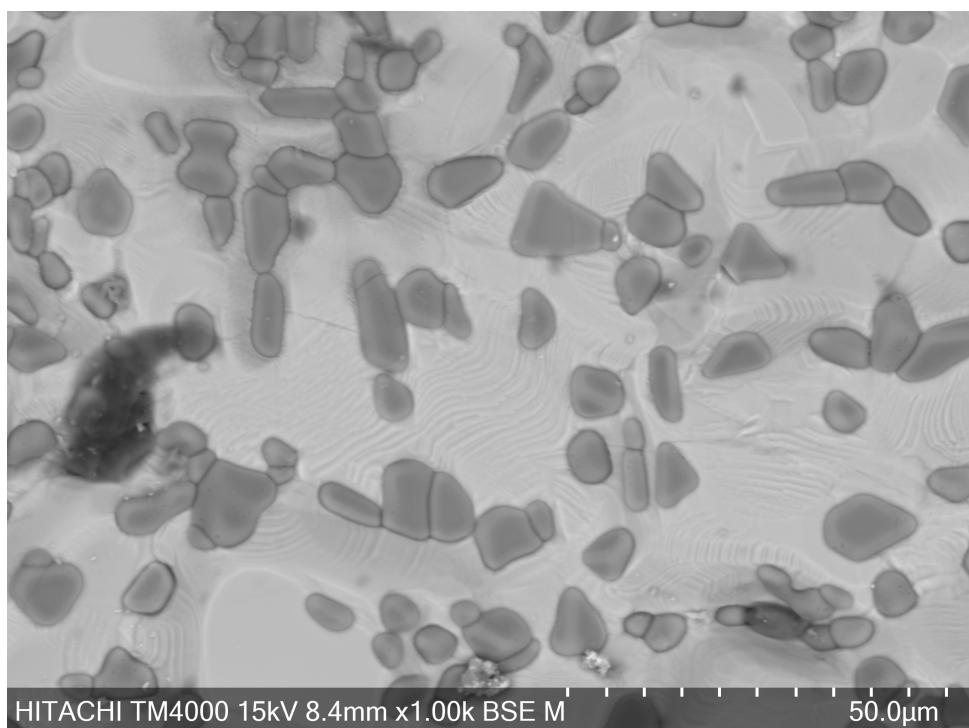


3. ábra. SE módban készült kép a titán mintáról.

A titán mintán a Z kontraszt is jól szemlélhető. A minta felszínén vannak kis szennyeződések, melyek a BSE módban készült 5. ábrán sötétebbek, mint a titán hátter. Ez arra utal, hogy a szennyeződés a titánnál kisebb rendszámú elemekből áll. A 4. és az 5. kép a titán minta ugyan arról a részéről készült.



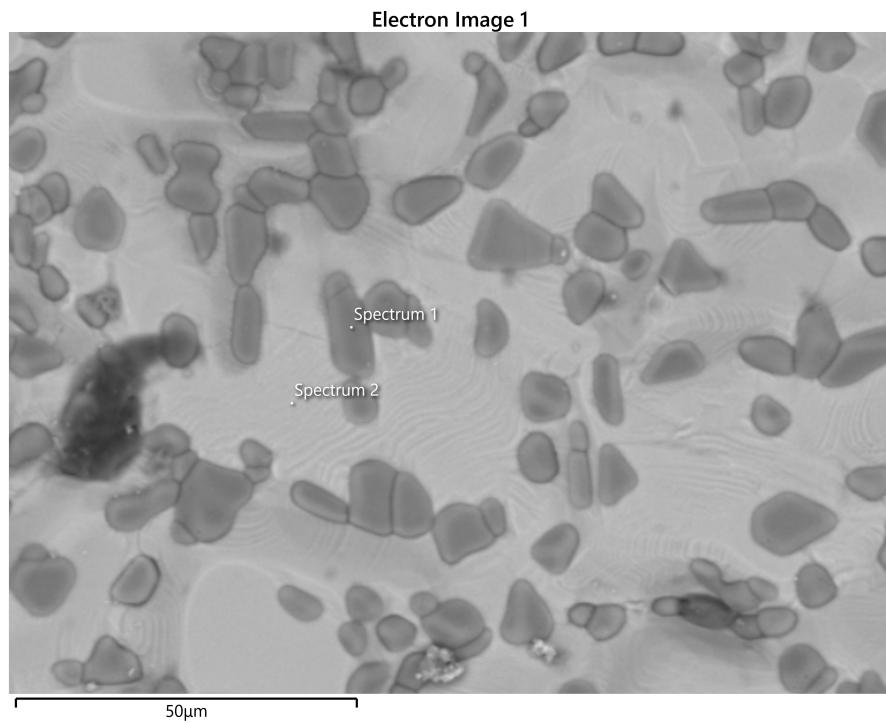
4. ábra. SE módban készült kép a titán felszíni szennyeződéseiről.



5. ábra. BSE módban készült kép a titán felszíni szennyeződéseiről.

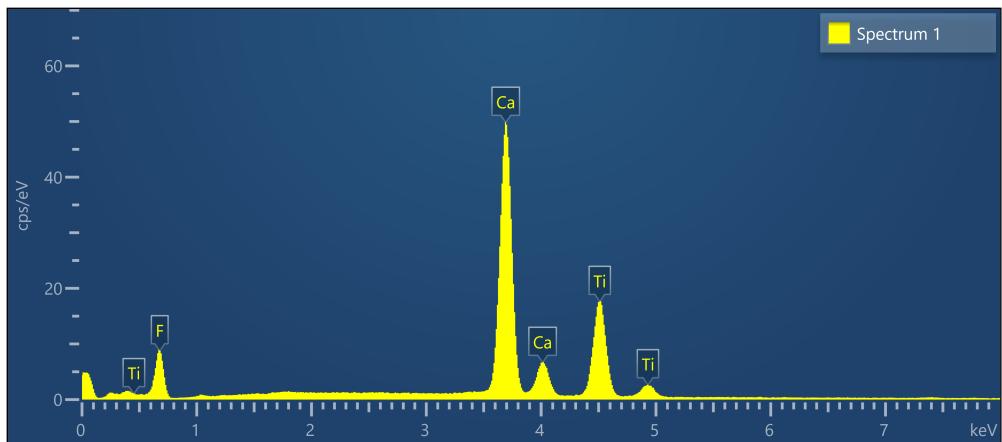
3.1. Röntgen spektroszkópia

Az elektronmikroszkópban van egy beépített röntgen detektor is. A minta által kibocsátott röntgen sugarak az anyagi minőségtől függnek, és alkalmasak a minta kvalitatív vizsgálatára is. Mivel a elektronok jól fókuszáltak, az anyagi minőséget kis, a mikroszkóp felbontásának megfelelő területeken lehet vizsgálni. Két pontban végeztük el a vizsgálatot. Az első pontot az egyik BSE módban sötétnek látszó szennyeződésen vettük fel, a másodikat pedig a tiszta titán háttéren, a 6. ábrának megfelelően.



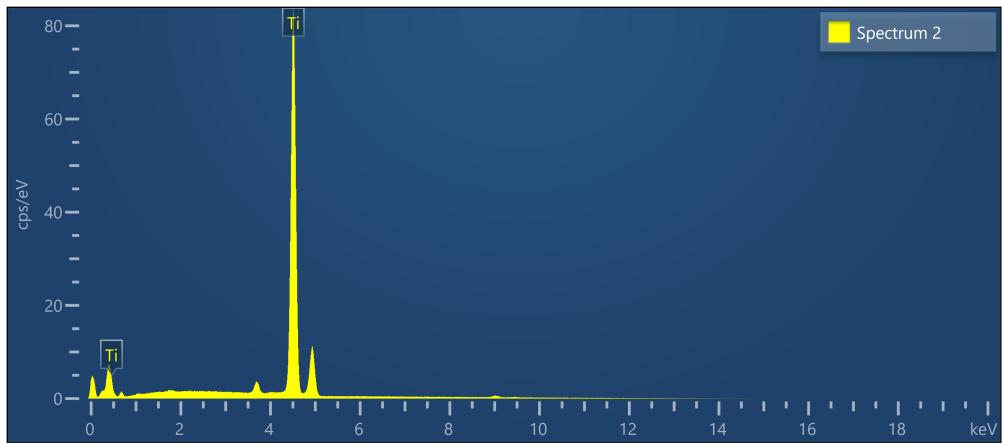
6. ábra. A röntgen spektrumok felvételéhez használt két pont.

A spektrumon a csúcsokhoz tartozó elemeket a mikroszkóphoz tartozó szoftver automatikusan meghatározta. A spektrum alapján titán, kalcium, és fluor volt a mintában az első pontban. Ez alapján a szennyeződés CaF_2 volt, a mért spektrum a 7. ábrán látható. A titánra jellemző csúcsok azért voltak detektálhatóak, mert a szennyeződés kis méretű, az elektronsugár egy része áthatol rajta, és a titán mintába jut.



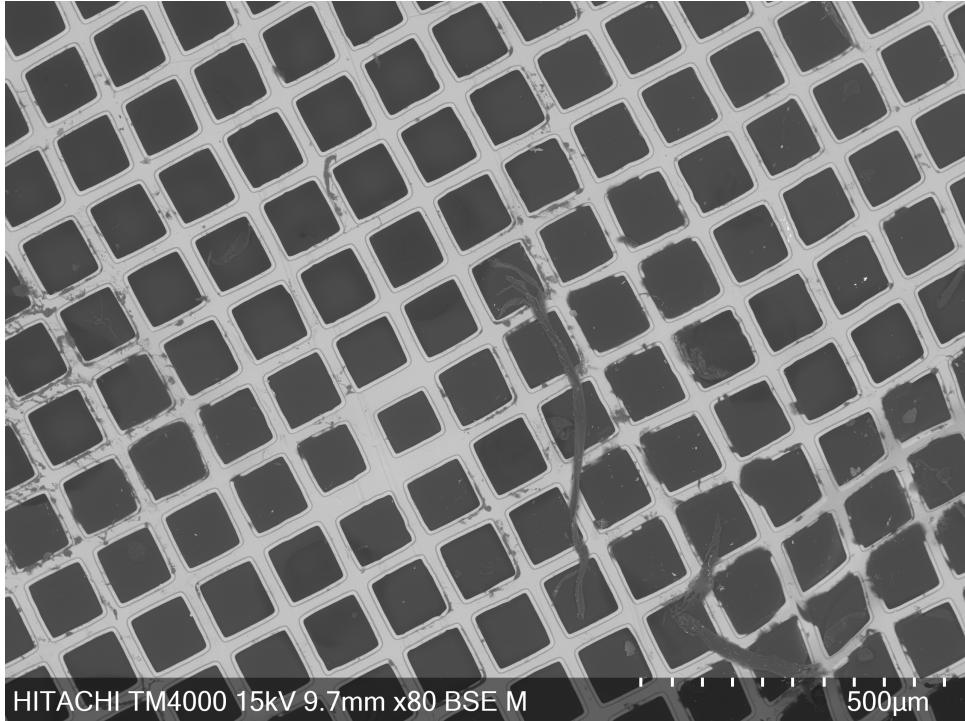
7. ábra. Spectrum 1

A második pontban felvett spektrum a 8. ábrán látható. A titán az egyetlen domináns elem, ami detektálható, minden nagy detektált csúcsot megmagyaráz. Ez azt jelenti, hogy a titán minta jó közelítéssel tiszta, a kis fluorhoz tartozó csúcsot pedig a mikroszkóp felbontásánál kisebb méretű felszíni szennyeződések okozhatták, vagy akár rugalmasan szóródott elektronok, amik eltalálták a nagyobb méretű szennyeződéseket.



8. ábra. Spectrum 2

4. TEM rács



9. ábra. TEM rácsról készült BSE kép.

Az alább leírt számításokhoz tartozó Python kód megtalálható a <https://github.com/KurtiZoltan/SEMLabor> címen.

A numpy könyvtárban található FFT függvények a következő konvenciót használják:

$$A_l = \sum_{m=0}^{n-1} a_m \exp \left\{ -2\pi i \frac{ml}{n} \right\}. \quad (1)$$

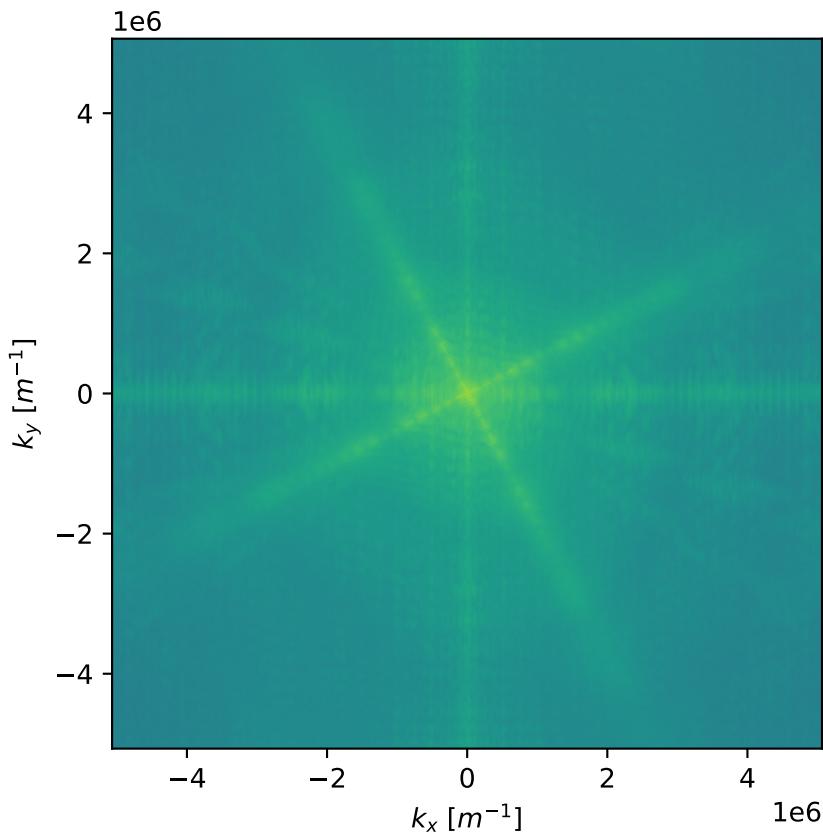
Az exponenciális függvény argumentumában a törtet a pixelmérettel, D -vel bővítve a következő tényezőket csoportosíthatjuk:

$$\begin{aligned} k_0 &= \frac{2\pi}{nD}, \\ x &= mD, \\ k &= lk_0. \end{aligned} \quad (2)$$

Ezekkel a jelölésekkel az (1) egyenlet alakja

$$A_l = \sum_x a(x) \exp \{-ilk_0x\}, \quad (3)$$

tehát a fourier transzformált képen egy pixelhez tartozó hullámszám vektor változás a k_0 . Ez azt jelenti, hogy a TEM rácsról készült kép esetében az x és y irányokban a pixelekhez különböző k_0 tartozik. Amennyiben a TEM rács nem párhuzamos az x és y irányokkal, az egy dimenziós fourier spektrumon található első csúcs távolságának meghatározásában ezt a különbséget figyelembe kell venni. Hogy demonstráljam a programom helyességét, azt a képet választottam, ahol a rács ferdén áll, és két különböző irány mentén lemértem az első csúcs távolságát. Amennyiben a program helyesen működik, a két irányban mért periódus megegyezik, mivel a háló négyzetrácsos.



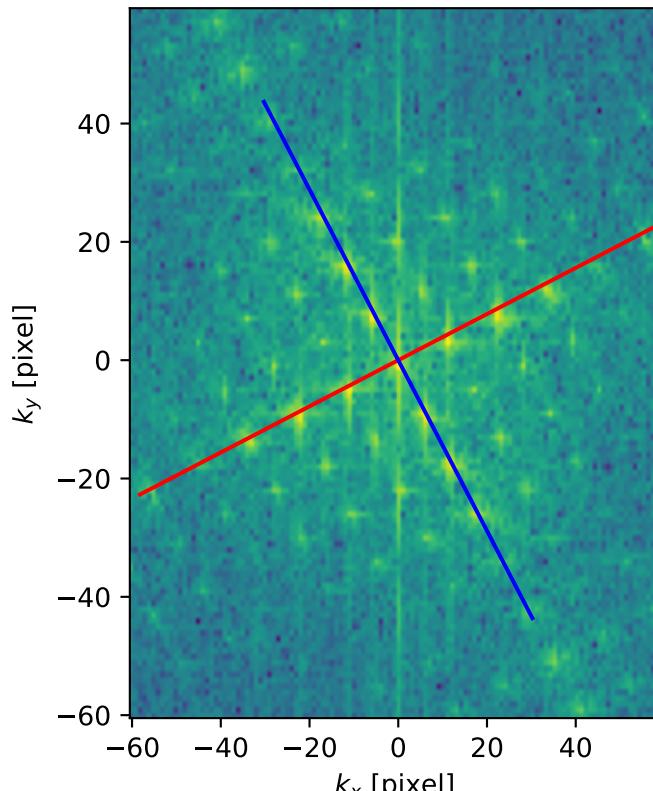
10. ábra. A 9. kép kétdimenziós diszkrét Fourier-transzformáltja. Az ábrázolhatóság kedvéért az ábrán a spektrum abszolútérték négyzetét ábrázoltam logaritmikus skálán.

Az elvárásnak megfelelően a spektrum csúcsai ránézésre ráillenek egy négyzetháló csúcsaira, ahol a négyzetháló oldalainak hossza $K = \frac{2\pi}{L}$. L meghatározásához két szakaszt illesztettem a spektrum középső részére. Az első, x tengelyhez közelebbi szakasz pixelekben

mért meredekségének m_1 meghatározása után a második szakasz meredeksége kiszámítható:

$$m_2 = -\frac{1}{m_1} \left(\frac{k_{0x}}{k_{0y}} \right)^2. \quad (4)$$

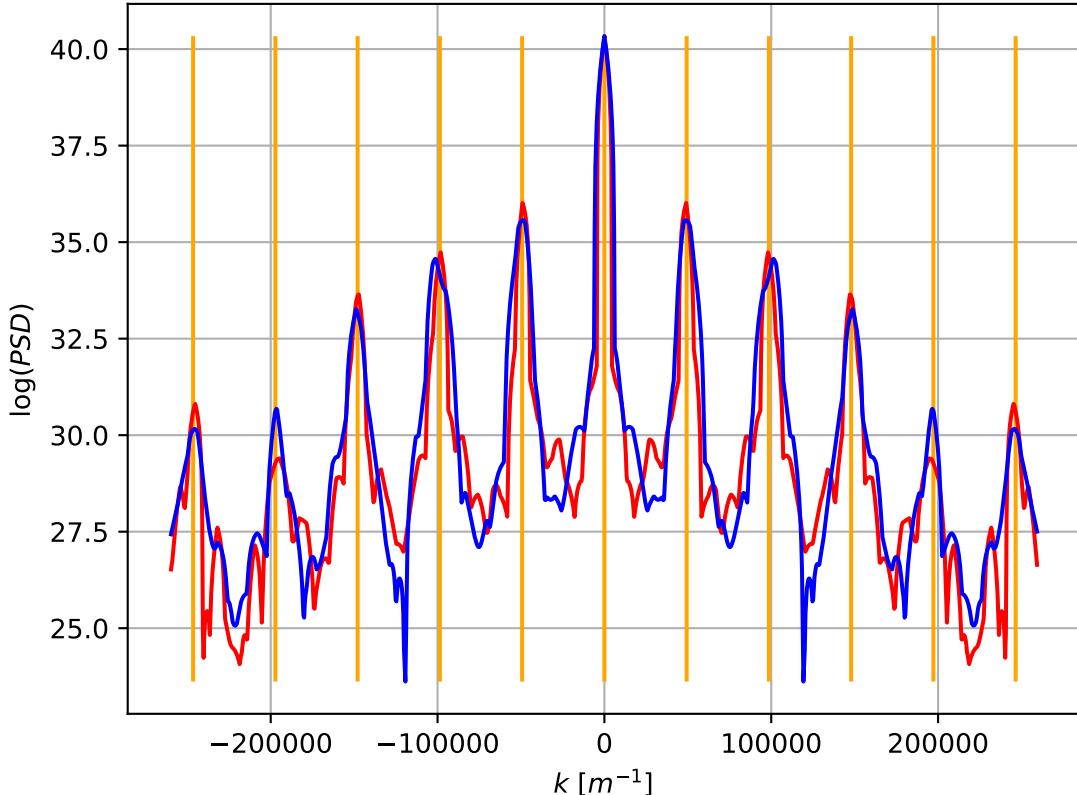
Az utóbbi pixel hullámszámok arányának négyzetével való szorzásra azért van szükség, mert ezek a szakaszok a valódi k térben lesznek merőlegesek egymásra, a pixelek szerint megadott szakaszoknál pedig figyelembe kell venni, hogy különböző tengelyek mentén a pixelekhez tartozó hullámszám máshogyan változik.



11. ábra. A 10. ábra középpontja kinagyítva. A 9. ábrán látható rácshoz tartozó irányokra a középponton áthaladó szakaszokat illesztettem a meredekség megbecsülésével.

Ezek után a szakaszok mentén a fourier spektrumból lineárisan mintavételeztem. Ez azt jelenti, hogy ha a kérdéses pont pixelek szerinti koordinátái nem egész számok, akkor a négy szomszédos pixel értékeinek súlyozott átlaga határozza meg a minta értékét, a számítógépes grafikában használt standard módon: <https://www.khronos.org/registry/>

<vulkan/specs/1.2/html/chap16.html#textures-sample-operations>.



12. ábra. A 11. ábrán látható piros és kék irányokhoz tartozó spektrum abszolútérték négyzete, logaritmikus skálán, a narancssárga függőleges vonalak a periódushoz tartozó hullámszám egész számú többszörösei.

Ahogy azt a 12. ábra mutatja, a két irányban vett power spektrum konzisztens a négyzetráccsal, azaz csúcsaiak pozíciói megegyeznek. A leolvasható K érték $K = 49.3 \frac{1}{mm}$. Az ehhez tartozó rácsállandó $L = 127\mu m$.

5. Konklúzió

A fourier transzformáció által meghatározott rácsállandó $L = 127\mu m$ konzisztens a 9. ábrán direkt módon a méretskála alapján megbecsült rácsállandóval. A fourier transzformációs módszer előnye, hogy kisebb szabálytalanságok ellenére is meghatároz egy karak-

terisztikus periódust.

A labor során megismerkedtünk az SE illetve BSE módban készített képek alapvető tulajdonságaival és elemzésével, valamint az anyagi összetétel meghatározásával röntgen spektroszkópi alapján. A TEM mikroszkópból használt rács rácsállandóját meghatároztuk fourier analízis segítségével.