

Pásztázó elektronmikroszkópia

KÜRTI ZOLTÁN

B csoport

Mérés dátuma: 2021.09.23.

Leadás dátuma: 2021.10.07.

Jaítás dátuma: 2021.10.27.

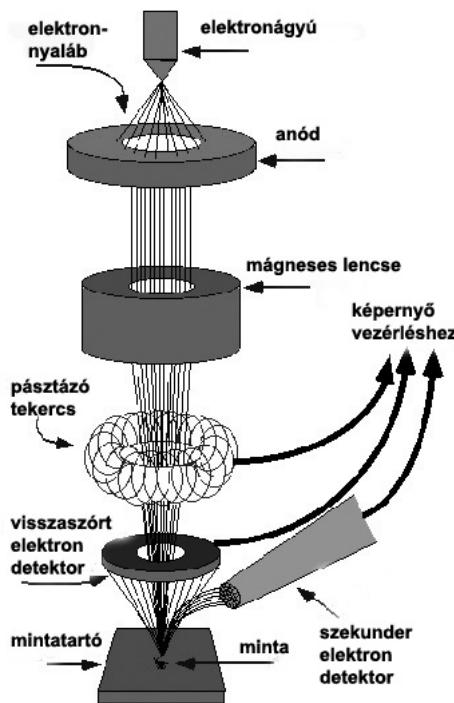
Tartalomjegyzék

1. Bevezető	3
1.1. A mérés során használt módszerek	3
1.2. További módszerek	4
2. Mérések	4
2.1. Biológiai minta	4
2.2. Titán minta	6
2.2.1. Röntgen spektroszkópia	9
2.3. TEM rács	11
3. Konklúzió	14

1. Bevezető

1.1. A mérés során használt módszerek

A labor célja a pásztázó elektronmikroszkóp alapvető tulajdonságaival és használatával való megismerkedés volt. A mérés során SE (secondary electron mode) és BSE (back scattered electron mode) módokban készítettük képeket. Az elektronsugár a két módban megegyezik, a képalkotás módjában van a különbség. SE módban a másodlagos elektron detektor működik, és a felület geometriájáról kapunk információt. BSE módban a visszaszort elektron detektor aktív. A felület geometriáján túl az anyag rendszáma nagyban befolyásolja a visszaszort elektronok számát, így úgynevezett Z kontrasztos képeket kapunk BSE módban. A mérés során használtunk még egy röntgen detektort is. Az atomok a elektronsugár hatására elveszíthetik belső elektronjaikat is. Egy ilyen hiányzó elektron a kilökődés után betöltődik, és cserébe az anyagra jellemző energiájú röntgen fotont bocsát ki. Ezeknek a fotonoknak az energiáját méri meg a röntgen detektor, és a mérés során az anyagi minőség meghatározására használtuk.



1. ábra. A pásztázó elektronmikroszkóp fő részei

1.2. További módszerek

Az elektronsugár-anyag kölcsönhatásnak lehet terméke még az úgynevezett Auger elektron. Az Auger-elektronok képződése az előzőhöz hasonlóan egy röntgen foton képződésével kezdődik, melyet egy külső elektron elnyel, és így kilökődik az atomból. Érdemes megjegyezni, hogy ez a szemléletes kép nem teljesen precíz, hiszen a közbülső röntgen foton virtuális foton, így nem feltétlenül tesz eleget a szokásos nulla tömegű részecskékre vonatkozó energia-momentum relációjának. A röntgen fotonokhoz hasonlóan az Auger-elektronok spektruma is az anyagi minőségre jellemző.

Bizonyos mérésekhez szükséges lehet a minta felületének nagy mértékű simasága és tisztasága. A simaság például a visszaszort elektronok szögének meghatározását segítheti. A tisztító hatása a felületi szennyeződések eltávolításával az anyagi minőség meghatározását segíti. Csupán a kristálytípus meghatározásához ez a precizitás legtöbb esetben nem szükséges, azonban rácsparaméterek meghatározásánál minden módszer, ami a szögek meghatározását segíti hasznos: a végeredmény nem egy diszkrét érték, mint a rácstípus. Különböző részecske méretű emulziókkal való polírozás és a FIB (focused ion beam) eljárás a minta felületének simaságát és tisztaságát növelik.

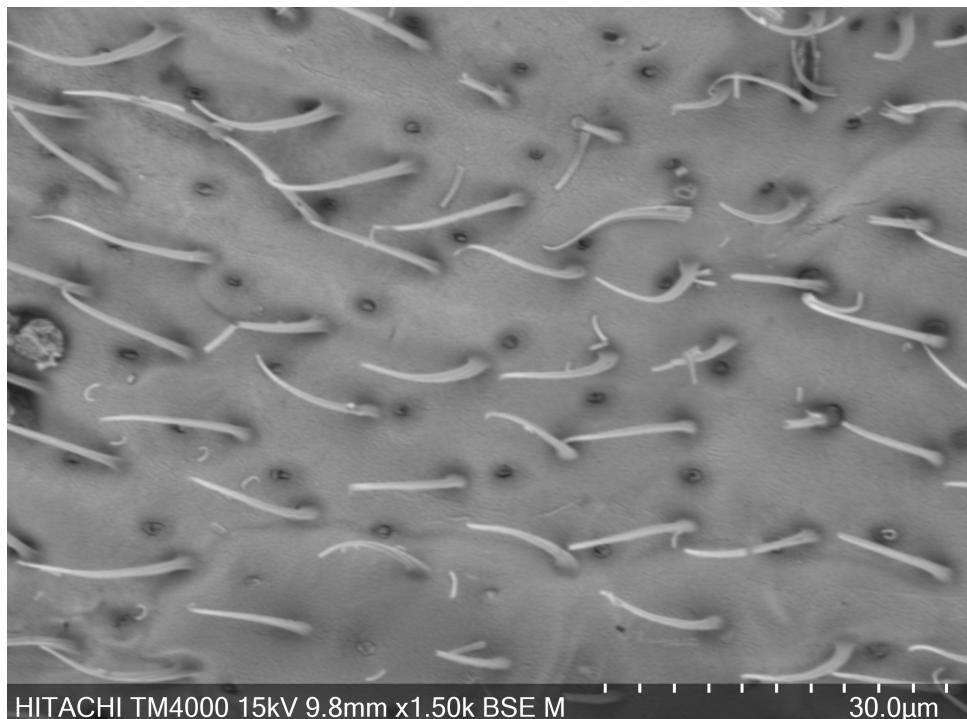
A FIB eljárás mind a minta felületének simítására, mind tisztítására alkalmas. Mivel az eljárás a makroszkopikus világ részecskeszámához képest kevés iont használ, csak kis mennyiségű anyag eltávolítására alkalmas. Így a FIB általában a minta előkészítésének utolsó lépése, és először durvább módszerekkel, például polírozással kell kezelní.

Az EBSD (Electron backscatter diffraction) módszer az elasztikusan visszaszort elektronok térbeli eloszlását méri meg. Alkalmas a kristály típusának és paramétereinek a meghatározására, valamint a fókuszban lévő kristály orientációjának a meghatározására. A anyagban a mechanikai feszültség meghatározására is alkalmas a módszer. Érdemes megjegyezni, hogy a jó fókuszálás érdekében a pásztázó elektronmikroszkóp elektronforrása úgy van kialakítva, hogy az elektronok energiájának kicsi legyen az eltérése, viszont elektron diffrakciós képek esetében a különböző hullámhosszú részecskék hasznosak lehetnek, ha a kristályparamétert nem cél meghatározni.

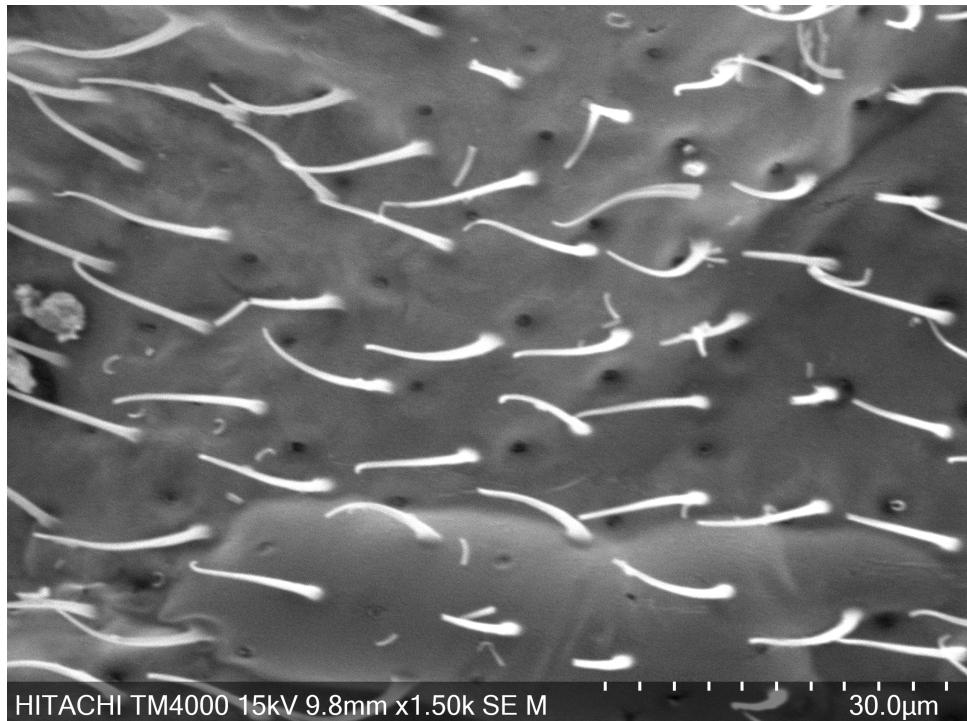
2. Mérések

2.1. 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 töltés felhalmozódást, amely a képalkotás minőségét jelentősen rontaná.



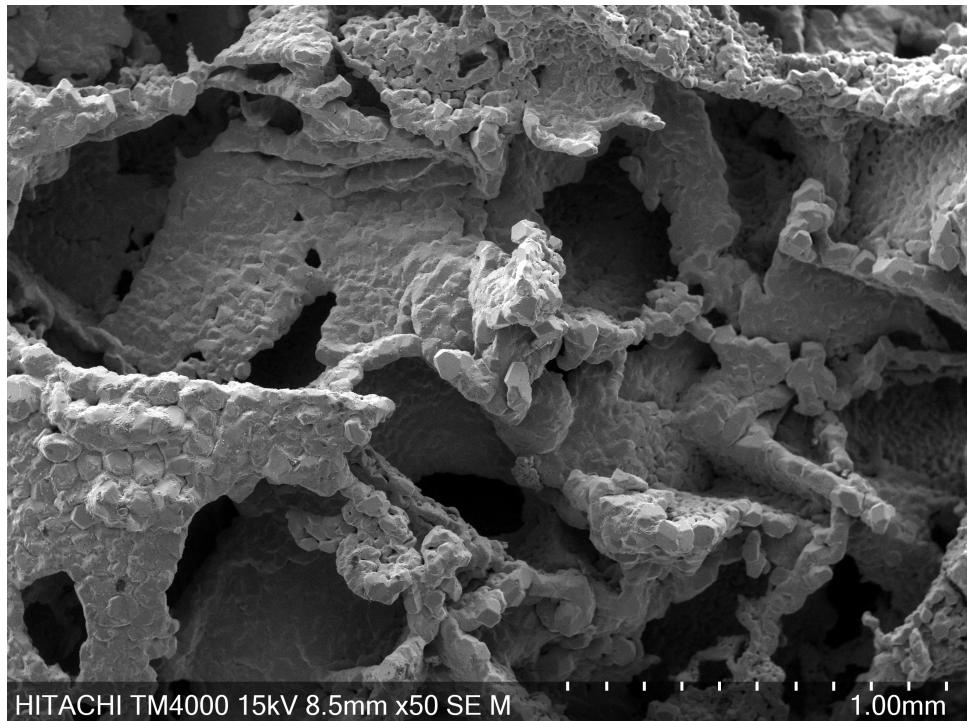
2. ábra. BSE módban készült kép a biológiai mintáról. A vékony arany bevonat ellenére (nincs Z kontraszt) kontrasztos a kép, ami azt mutatja, hogy a BSE mód is érzékeny a minta geometriájára.



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

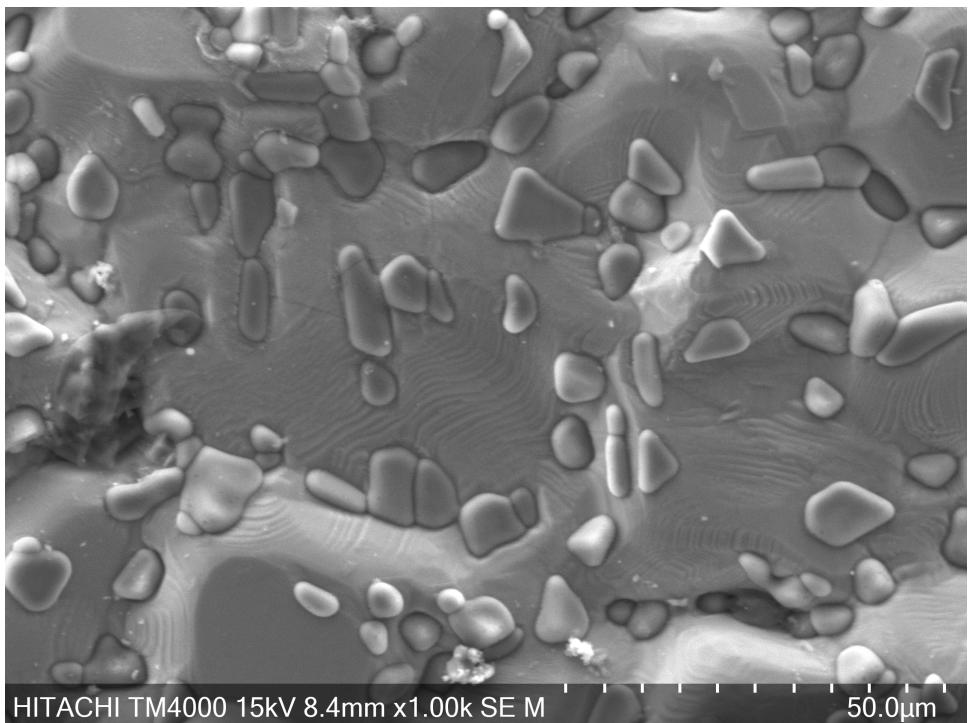
2.2. Titán minta

A 4. kép jól szemlélteti a nagy mélységélességét a pásztázó elektronmikroszkópnak, a buborékok aljáról és a kiemelkedések csúcsáról is éles képet katunk. A nagy mélységélesség oka, hogy az elektronsugár nyílásszöge kicsi, így a magasság függvényében a sugár átmérője lassan változik. Természetesen a mélységélességet befolyásolja a felbontás is. Nagy felbontású kép esetén kis átmérőjű elektronsugárra van szükség, ami kisebb magasságbeli eltérést engedélyez adott nyílásszög esetén.

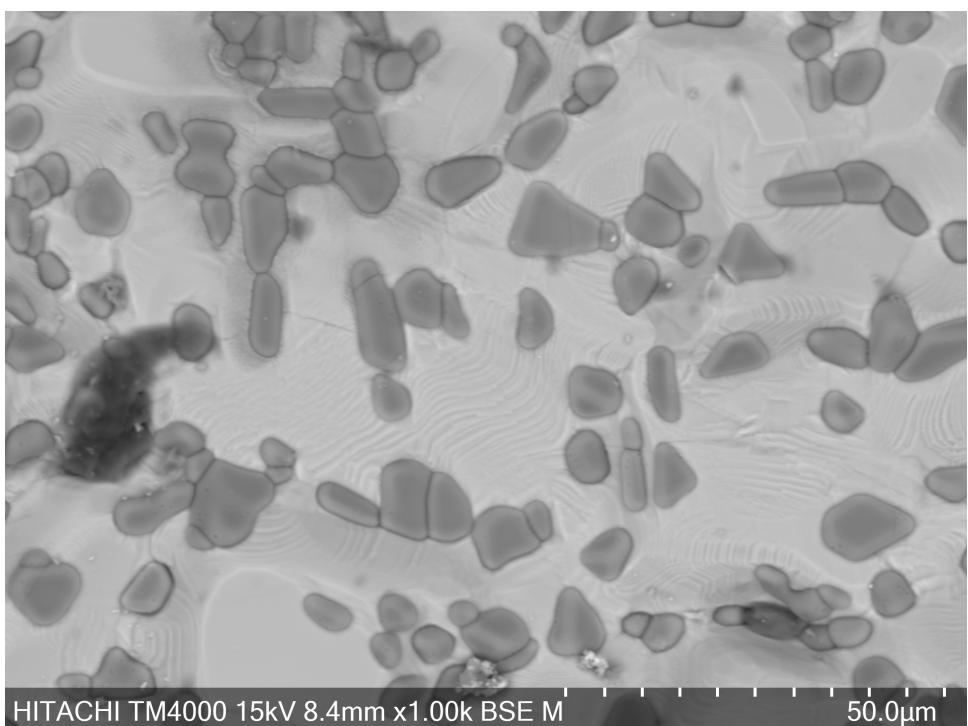


4. ábra. SE módban készült kép a titán mintáról.

A titán mintán a Z kontraszt is jól szemlélhető. A minta felszínén vannak kis szennyeződések, melyek a BSE módban készült 6. ábrán sötétebbek, mint a titán hátter. Ez arra utal, hogy a szennyeződés a titánnál kisebb rendszámú elemekből áll. Az 5. és a 6. kép a titán minta ugyan arról a részéről készült.



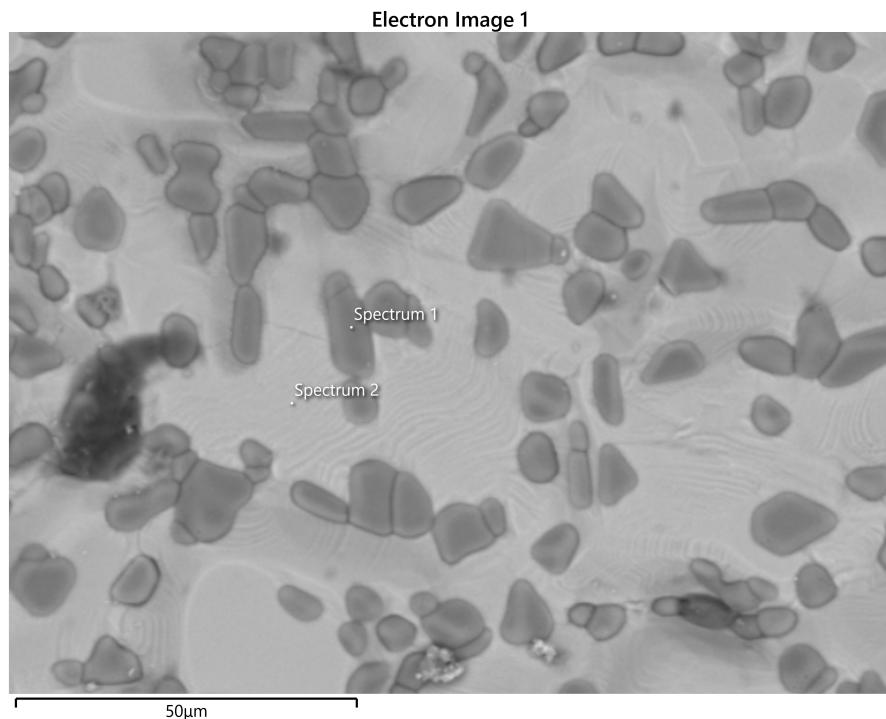
5. ábra. SE módban készült kép a titán felszíni szennyeződéseiről.



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

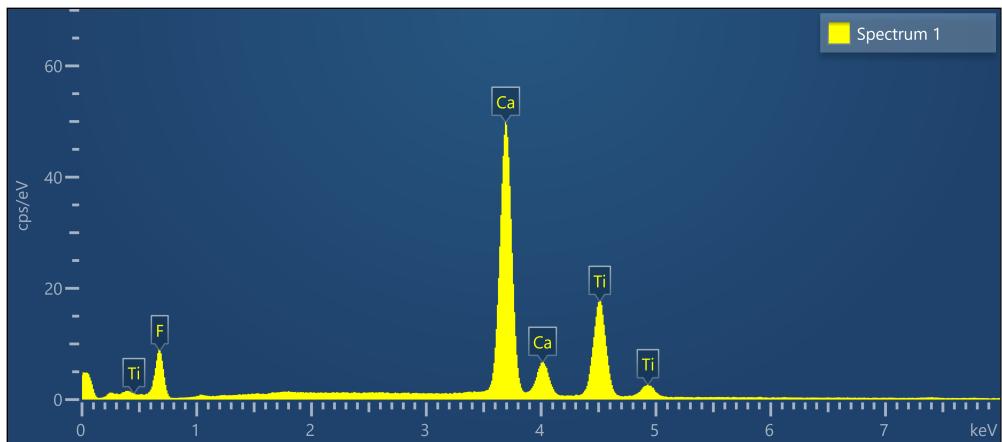
2.2.1. Röntgen spektroszkópia

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 7. ábrának megfelelően.



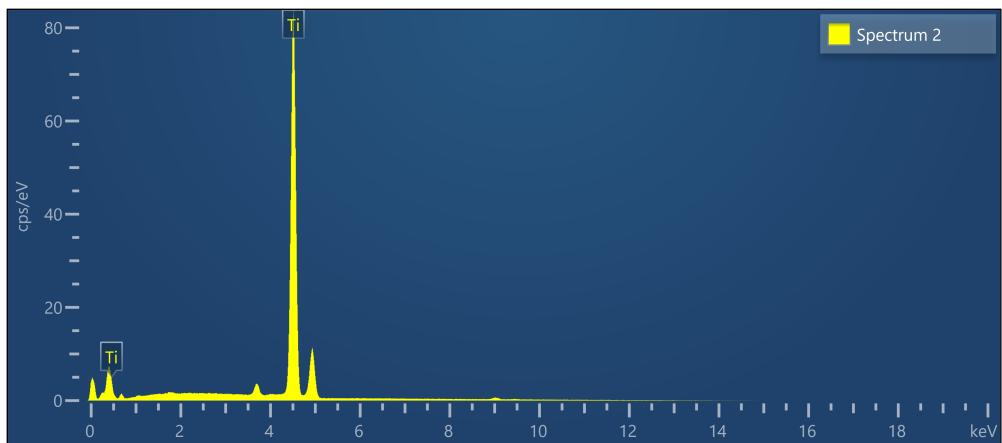
7. ábra. A röntgen spektrumok felvételéhez használt két pont.

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 8. 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.



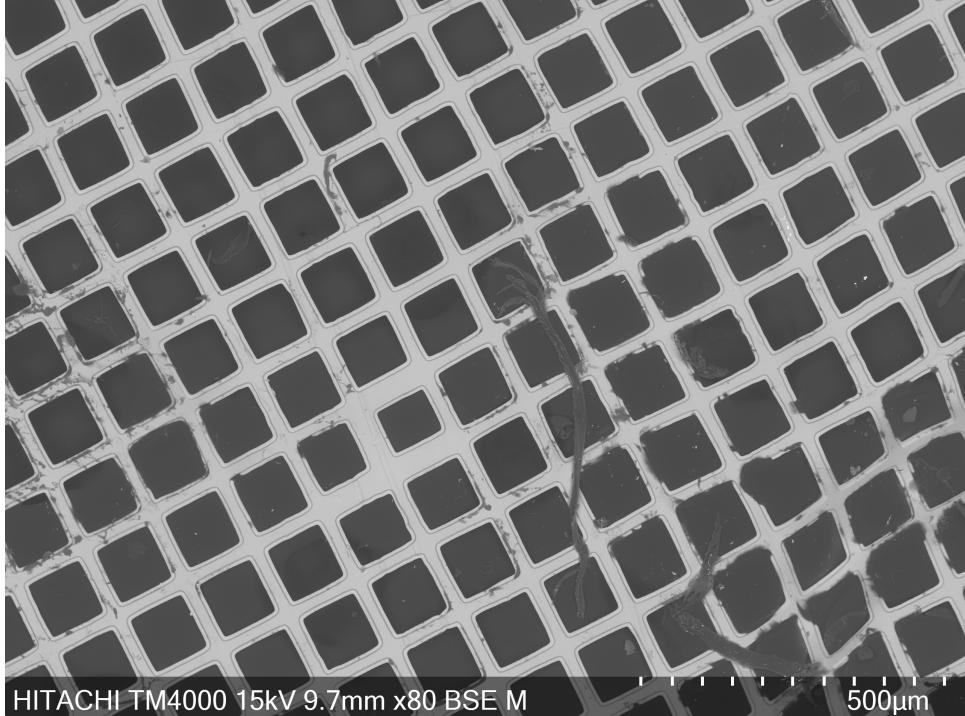
8. ábra. Spectrum 1

A második pontban felvett spektrum a 9. 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.



9. ábra. Spectrum 2

2.3. TEM rács



10. 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:

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

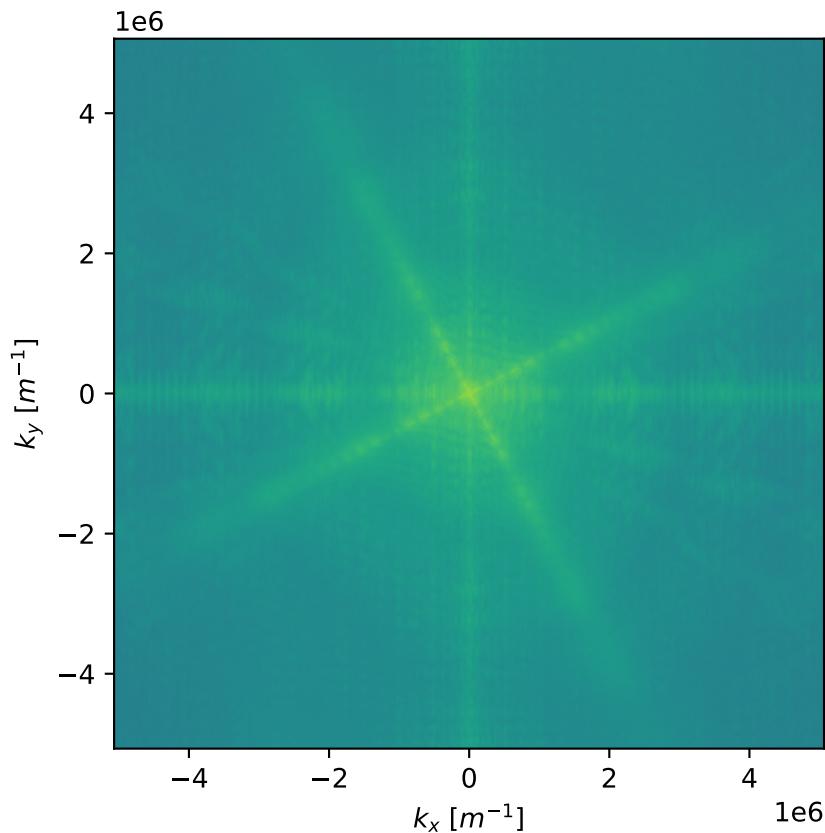
Az exponenciális függvény argumentumában a törtet a pixelmérettel, D -vel bővítve a következő tényezőket csoportosíthatjuk:

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

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.



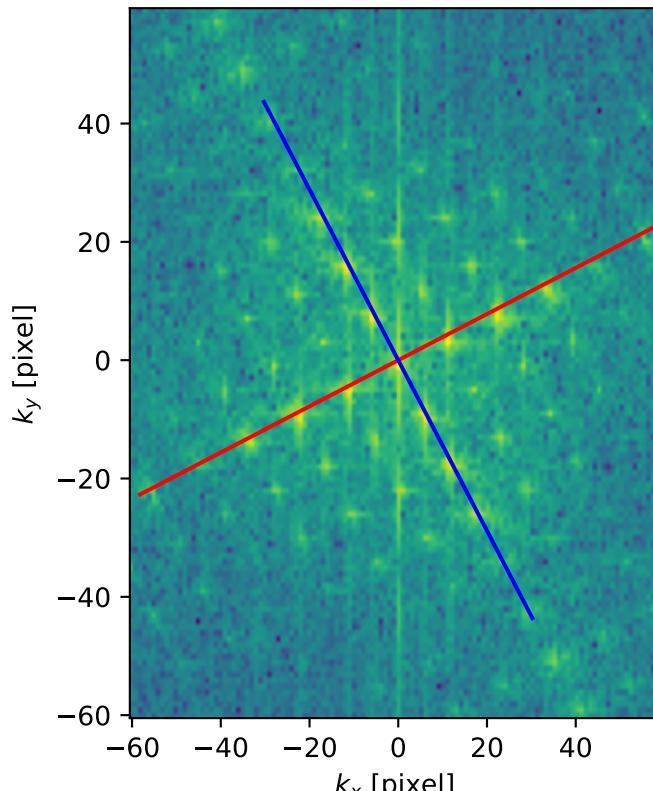
11. ábra. A 10. kép kétdimenziós diszkrét Fourier-transzformáltja. Az ábrázolhatóság kedvéért az ábrán a spektrum abszolútérték négyzetét ábrázoltam logaritmikus skálán.

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:

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

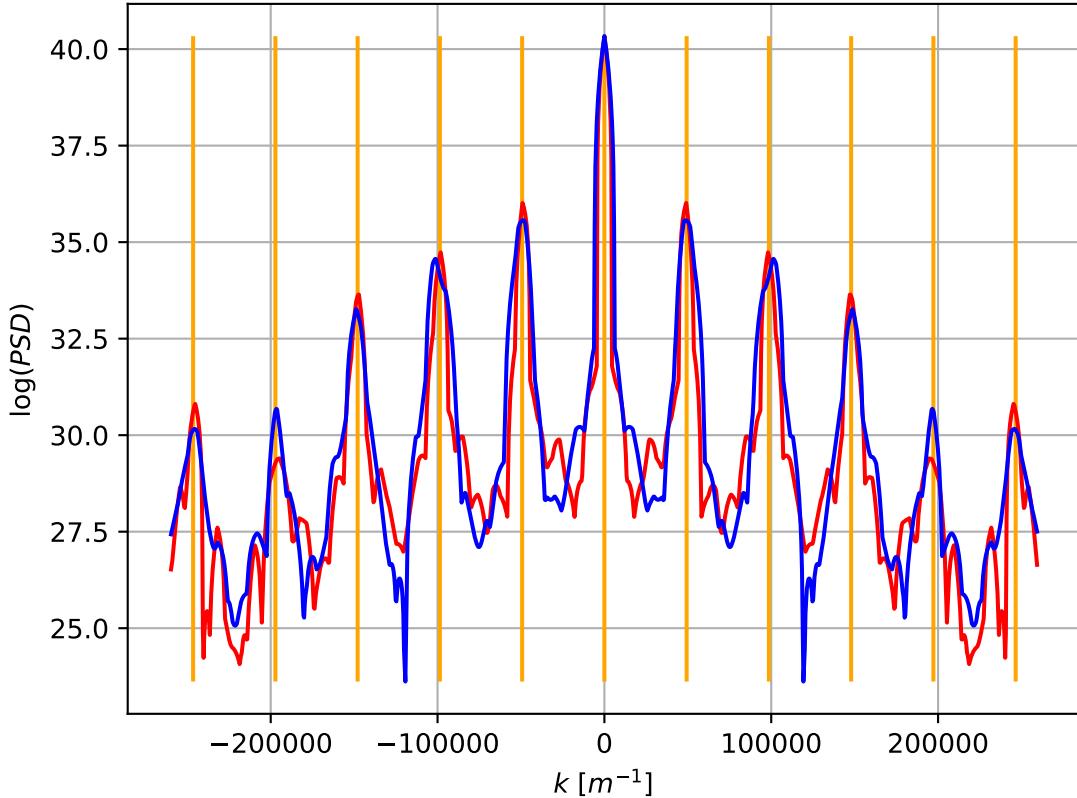
Az utóbbi pixel hullámszámok arányának négyzetével való szorzásra azért van szükség, mert ezek a szakaszok a valódi k térben lesznek merőlegesek egymásra, a pixelek szerint megadott szakaszoknál pedig figyelembe kell venni, hogy különböző tengelyek mentén a pixelekhez tartozó hullámszám máshogyan változik.



12. ábra. A 11. ábra középpontja kinagyítva. A 10. 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>.



13. ábra. A 12. 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 13. 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 $L = 127\mu m$.

3. Konklúzió

A fourier transzformáció által meghatározott rácsállandó $L = 127\mu m$ konzisztens a 10. 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 mikroszkópban használt rács rácsállandóját meghatároztuk fourier analízis segítségével.