



ELTE TTK

PÁSZTÁZÓ ELEKTRONMIKROSKÓPIA

Olar Alex

2018

Kivonat

A mérés célja a SEM mikroszkóppal való ismerkedés és a tapasztalat szerzés volt. Idén láthattuk, hogy a modern technika eliminálta a laborok eddigi legfontosabb részét, avagy az 50 éves műszer kalibrálását és kezelését. Láthattuk, hogy egy modern géppel, a modern szoftverek szinte minden megcsinálnak helyettünk.

Tartalomjegyzék

I. Elméleti összefoglaló	2
II. A mérés lépései	2
III. Mérési eredmények	2
III.1. Első minta	2
III.1.1. Összetétel meghatározása	3
III.2. Ezüst lánc	5
III.3. Micro chip	6
III.3.1. Demonstrációs chip 1.	6
III.3.2. Demonstrációs chip 2.	8
IV. Összefoglalás	10

I. Elméleti összefoglaló

A pásztázó elektronmikroszkópia elmélete már korábbi tanulmányaink során előfordult és a leírásban is szerepel. A képkészítéshez a műszer a szekunder elektronokat és a visszaszóródott elektronokat használta és a képeket a megfelelő elektronika készítette el a műszerben lévő detektor segítségével.

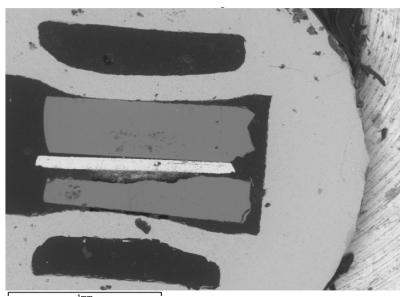
II. A mérés lépései

A mérés során a modern műszer lehetővé tette, hogy mindenkorban válasszunk egy mintát és azt megvizsgáljuk. Megvizsgáltuk Dávid eziüst láncát és két micro chipet amik demonstrációs célra voltak fenntartva. Adott mintáról készítettük röntgen spektrosszkópiai felvételeket is, melynek segítségével meg tudtuk határozni a kellő program segítségével az anyagösszetételt és az összetétel arányt is a felszín közelében. Ezeket a képeket közzök majd a megfelelő táblázatokkal.

Előszöris persze egy három anyagból álló (szilícium-titán-réz/nikkel ötvözeti) mintát vizsgáltunk a fentebbi módszerekkel, hogy megismerjük a műszert és annak használatát.

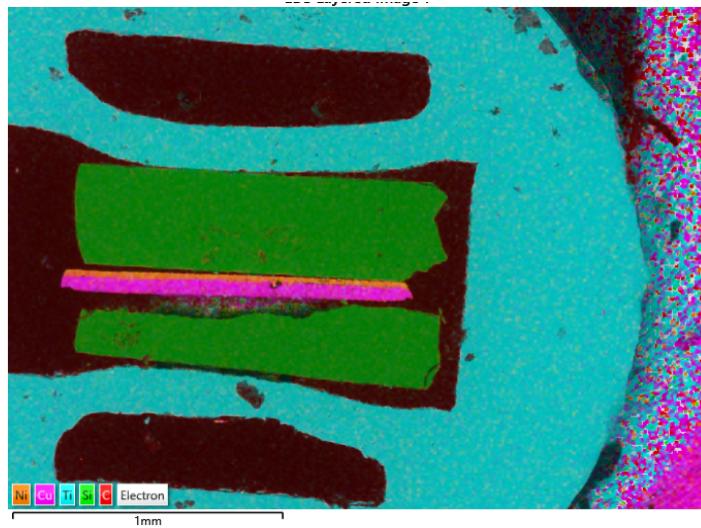
III. Mérési eredmények

III.1. Első minta



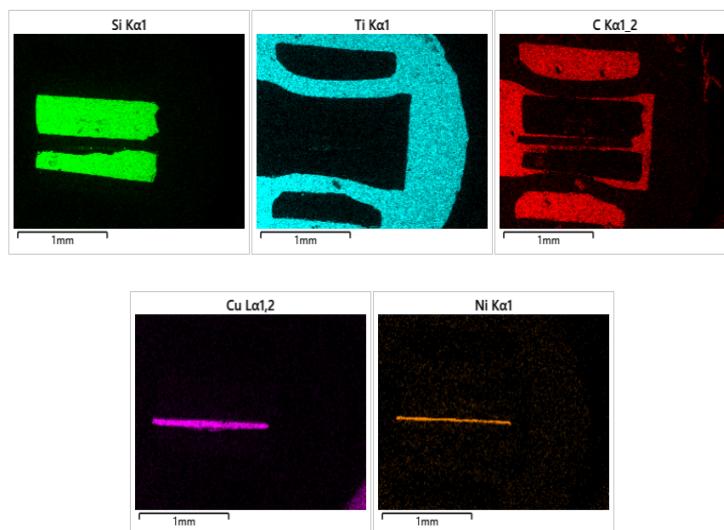
1. ábra. Tanuló minta

A program által meghatározott anyagösszetétel is jól látható az alábbi ábrán. De a teljesség kedvéért le is írom: Ni, Cu, Ti, Si, C.



2. ábra. Tanuló minta anyagösszetétele

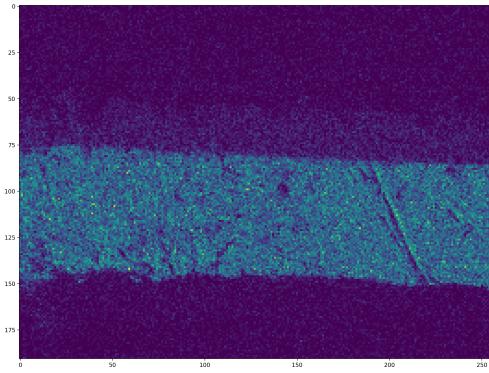
Ugyan ezek az anyagok szépen szeparálódnak az egyenkénti röntgen felvételeken. A fentebbi kép ezek szintetikus összerakásával készült:



3. ábra. Tanuló mintáról készült röntgen analízis

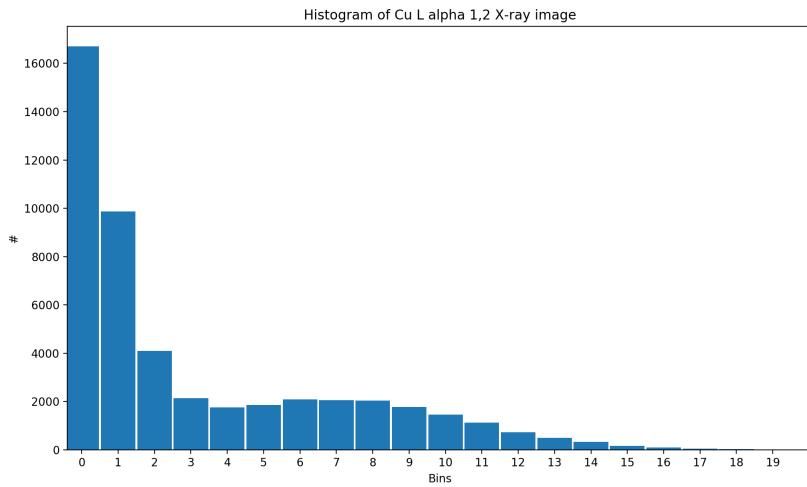
III.1.1. Összetétel meghatározása

Az alábbi mintáról a Cu L α 1,2 képet vizsgáltuk. A feladat az volt, hogy a kapott képen mérjük meg a különböző anyagok arányát (Cu-Ni-Si) majd a készített hisztogrammon ezt ismételjük meg.



4. ábra. A vizsgált kép, a csv fájlból generálva.

A python matplotlib csomagjával az előbbi képből egy oszlop diagrammot készítettem. Ennek a beosztását $[0,20]$ közötti intervallumban vettetem, hiszen a kapott kép nem tartalmazott ennél nagyobb értékeket adott pixelben.



5. ábra. A kép hisztogrammon.

Jól látható, hogy a 192×256 -os kép nagy része 0-ás értékű, ezeket veszem a legsötétebb pontoknak. Nem jól elkölnítható a szemmel jól látható nikkel réteg a kép közepén, táján, ezt a kisebb csúcs előtti résznak veszem. Az eredmények a következők:

-	Measured	err	Integrated	err
dark	165	24.75	16697	1669.7
mid	44	6.6	5756	575.6
bright	126.5	18.975	12467	1246.7

1. táblázat. A felszíni anyagösszetétel eloszlása

Kézzel mért esetben a becsült hiba 15%-os mivel képtelenség volt pontosan meghatározni a színátmenetek határát. Ugyan ez a hiba 10%-ra becsült az integrált esetben, hiszen a 20 bin-es felosztás lehetővé teszi jól definiált határok felállítását.

A sorok a legsötétebbtől a legvilágosabb kéig mindenek. A legsötétebbhez viszonyítva (*/dark - mért vagy integrált):

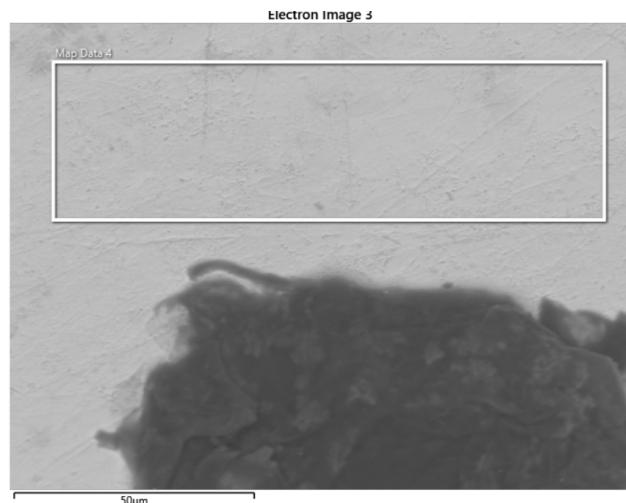
-	dark/dark	mid/dark	bright/dark
Integrated	-	0.34472 ± 0.0345	0.74667 ± 0.0747
Measured	-	0.2667 ± 0.04	0.7667 ± 0.1150

2. táblázat. A felszíni anyagösszetétel eloszlása

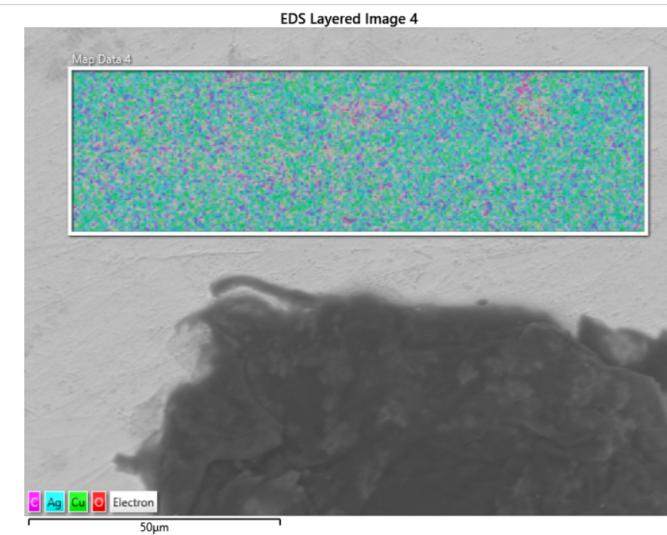
Jól látható, hogy a legvilágosabb rész jól elkülöníthető, míg a közepesen világos rész hibahatáron nem egyezik meg. Ez nem meglepő, hiszen alig alig elkülöníthető a széle a sötét és a világos rész közötti közepes átmenethez.

III.2. Ezüst lánc

Közlöm a készített képeket:



6. ábra. SEM kép, a később röntgennel vizsgált terület jelölve.



7. ábra. SEM kép, röntgen összetétel analízis.

Az anyagösszetételet százalékosan, relatív hibákkal közlöm:

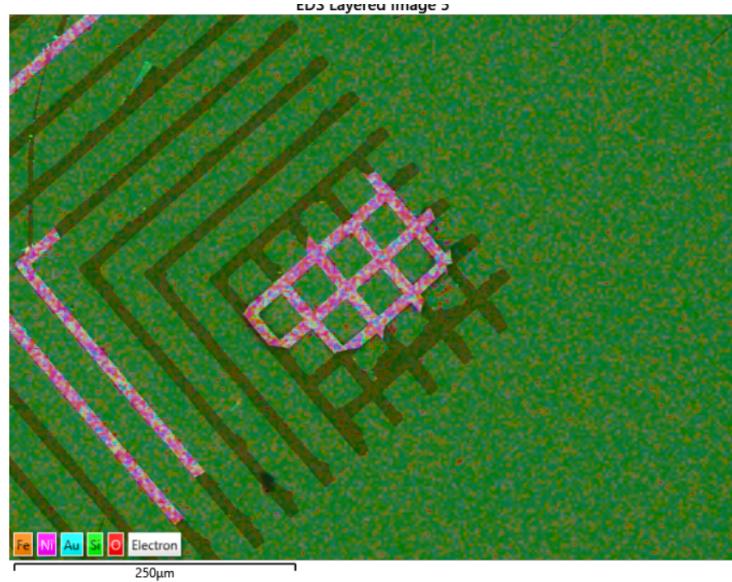
Element	Weight [%]	σ
Ag	81.6	0.3
O	5.5	0.1
C	4.9	0.2
Cu	4.1	0.1
Cd	2.1	0.2
Na	0.7	0.1
Zn	0.7	0.1
Cl	0.3	0.0
Al	0.2	0.0
Si	0.1	0.0

3. táblázat. A felszíni anyagösszetétel eloszlása

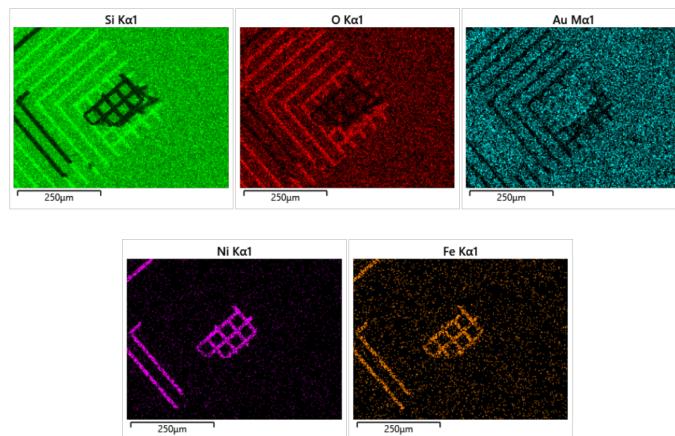
III.3. Micro chip

III.3.1. Demonstrációs chip 1.

Az alábbi esetben nem volt külön feladat, csak a képeket közlöm.



8. ábra. SEM kép, röntgen analízis után színezve



9. ábra. SEM kép, röntgen összetétel analízis.

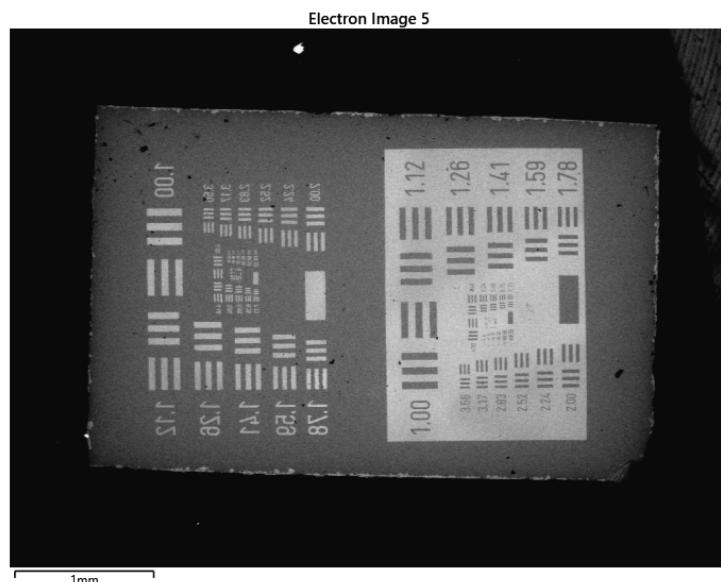
Az anyagösszetételek százalékban, relatív hibákkal közlöm:

Element	Weight %	σ
Si	49.1	0.2
O	24.7	0.2
Au	13.7	0.2
C	8.2	0.3
Ni	3.5	0.1
Fe	0.9	0.1

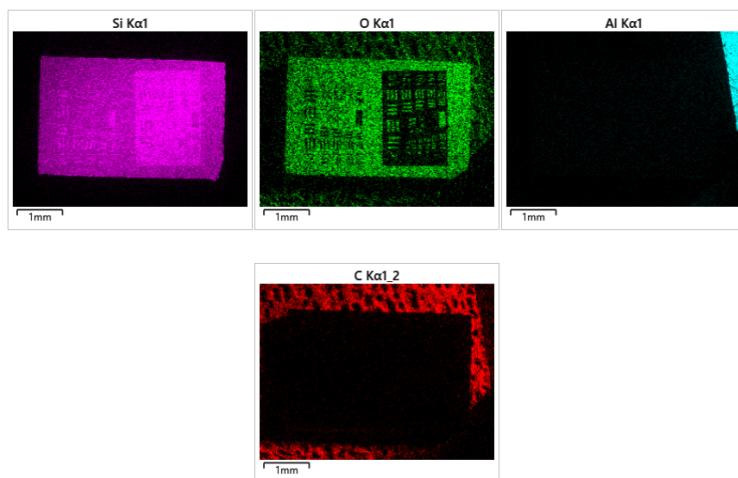
4. táblázat. A felszíni anyagösszetétel eloszlása

III.3.2. Demonstrációs chip 2.

Az utolsó chipnél, le kellett mérni a beosztások méretét és megkeresni az összefüggést a jelzett számokkal.



10. ábra. SEM kép

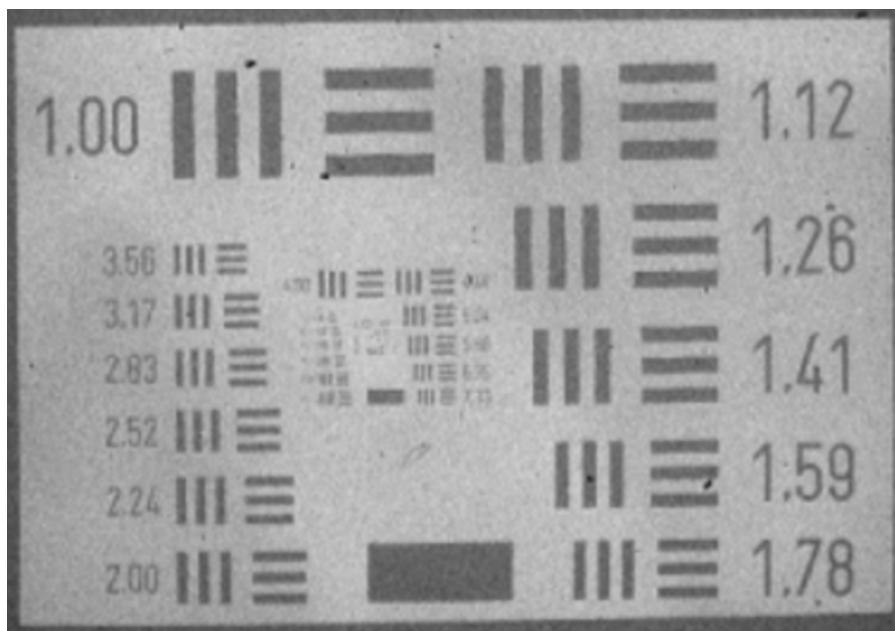


11. ábra. SEM kép, röntgen összetétel analízis.

Mért adatok, a mérés hibája ± 1 pixel, ezért nem írtam ki mindenhol, de ezzel számoltam a terület hibáját is. A mérés során a számok melletti kis téglalpok magasságát és szélességét mértem meg, az adatok a következők:

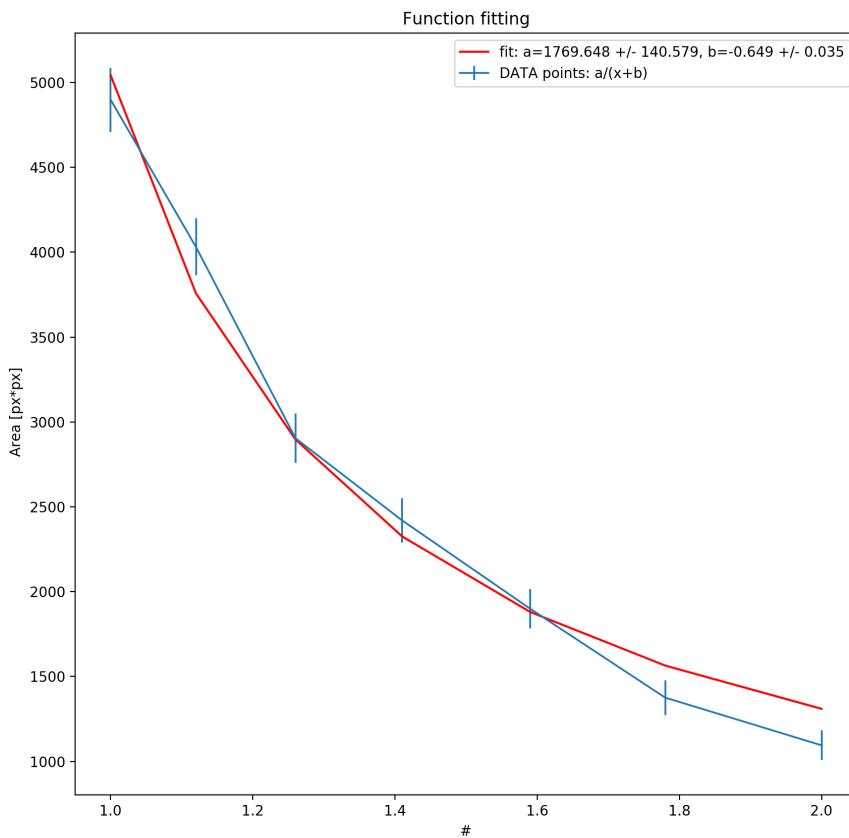
Number	Height [px]	Width [px]
1.00	158.0	31.0
1.12	139.0	29.0
1.26	121.0	24.0
1.41	110.0	22.0
1.59	95.0	20.0
1.78	86.0	16.0
2.00	73.0	15.0

5. táblázat. A felszíni anyagösszetétel eloszlása



12. ábra. Mért kép

A nem mért adatok, már túl kicsik voltak a nagyítás során. Ezért az [1.00, 2.00] tartományban mértem le a csíkszélességeket.



13. ábra. $a/(x+b)$ függvény, adatok hibával

Ahol az illesztett függvény egy $f(x) = \frac{a}{x+b}$ és az illesztett értékek a következők:

a	err	b	err
1769.65	140.58	-0.649	0.035

6. táblázat. Illesztési paraméterek.

Jól látható, hogy a hibákkal együtt feltüntetve ez egy, az adatokra jól illeszkedő függvény. A b paraméter szinte elhanyagolható. A kékkel jelzett vonal a mért értékek, hibával.

IV. Összefoglalás

A labor során megismertük a SEM műszert.