



KORSZERŰ VIZSGÁLATI MÓDSZEREK
LABORATÓRIUM

Elektronmikroszkópia

Katona Dávid

Mérőtársak: Máthé Marcell, Olar Alex

MÉRÉS DÁTUMA: 2018. 04. 12.

2018. 04. 14.

Tartalomjegyzék

1. A mérés célja	2
2. A mérés menete	2
3. Eredmények	2
3.1. Kalibráció	2
3.2. Szilícium-egykristály diffrakciós képe	4
4. Hibaforrások, hibaszámítás	6

1. A mérés célja

A gyakorlat során a transzmissziós elektronmikroszkóppal ismerkedtünk meg. A mérés célja a mikroszkóp kameraállandójának meghatározása (kalibrálás) polikristályos Ni minta segítségével. A mérés további célja a kalibráció ismeretében Si egykristály minta diffrakciós képén reciprokrácsponatok beazonosítása, indexelése, illetve a zónatengely meghatározása.

2. A mérés menete

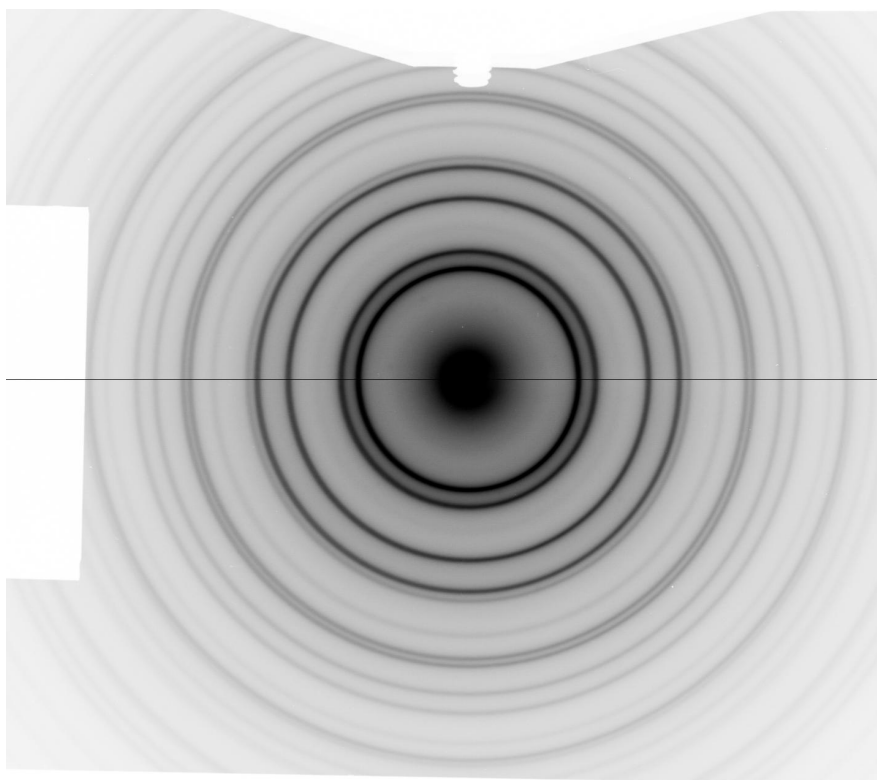
A mérés során először polikristályos Ni mintát helyeztünk a készülékbe. A katódfűtés és a nagyfeszültség rákapcsolása után diffrakciós üzemmódban készítettünk felvételt a mintáról. A nagyfeszültség és a katódfűtés lekapcsolása után a mintát kicseréltük elvékonyított Si-egykristály mintára. A behelyezés után a megfelelő vákuum elérését követően visszakapcsoltuk a katódfűtést valamint a nagyfeszültséget. Amplitúdo-kontraszt képi módban megkerestük a kristály elvékonyított részét, majd konvergens megvilágítás mellett, a minta két irányban való döntésével a Kikuchi-sávok metszéspontját megkerestük. A konvergens megvilágítást megszüntetve határolt területű diffrakciós képet készítettünk a mintáról.

3. Eredmények

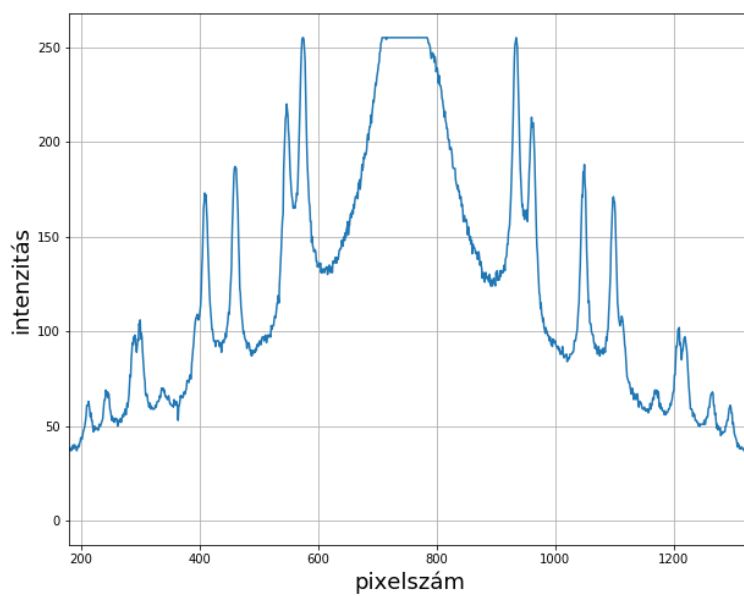
3.1. Kalibráció

A kalibrációhoz polikristályos Ni mintáról készített felvételt mutatja az 1. ábra. A köröket átmérőjüknel elmetszve (fekete vonal, melyet egy merőleges irányú metszet azonos köréhez tartozó két pont átlagaként kaptam) határoztam meg azok hosszát (2. ábra) úgy, hogy a csúcsokra konstans háttérű Lorentz-görbét illesztettem. A hibákat a görbe-illesztésből kaptam. A kapott sugarakat és a hozzájuk tartozó síkseregeket¹ az 1. táblázat mutatja. A sugarakat $1/d$ szerint ábrázolva origón átmenő egyenes meredekségeként kapjuk a kameraállandót (3. ábra): $L\lambda = (366.25 \pm 0.30)\text{\AA px}$. A hibát az egyenesillesztés hibájából kaptam.

¹A síksereg adatokat a http://www.energia.mta.hu/~labar/Ni_cF4_04-010-6148.pdf oldalon látható 04-010-6148 számú adatlapról vettem.



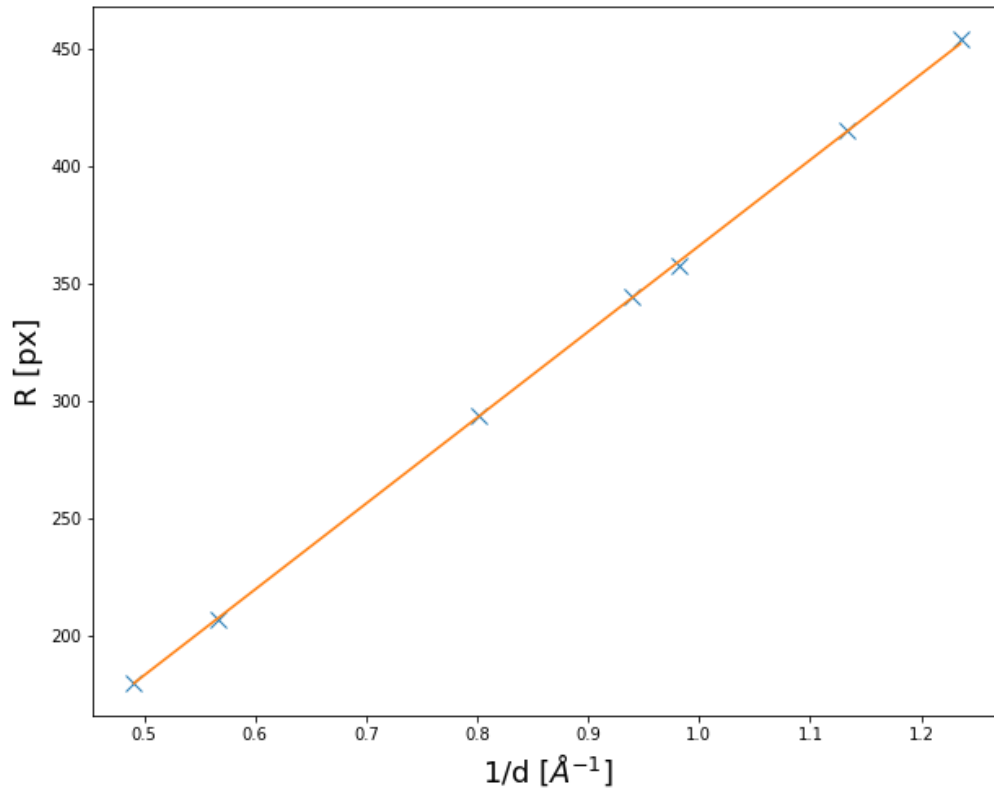
1. ábra. Polikristályos nikkel minta diffrakciós képe. A vízszintes fekete vonal az elemzett metszetet mutatja.



2. ábra. Intenzitás a pixel függvényében a jelzett vonal mentén.

R_j [px]	d_j [Å]	$\{hkl\}$
179.69 ± 0.06	2.037180	{111}
206.65 ± 0.11	1.764250	{200}
293.81 ± 0.09	1.247510	{220}
344.26 ± 0.07	1.063880	{311}
357.85 ± 0.31	1.018590	{222}
415.2 ± 0.34	0.882125	{400}
454.49 ± 0.22	0.809493	{331}

1. táblázat. Nikkel minta diffrakciós gyűrűinek sugara (R_j) és a hozzájuk tartozó síksereg távolság (d_j) és indexek

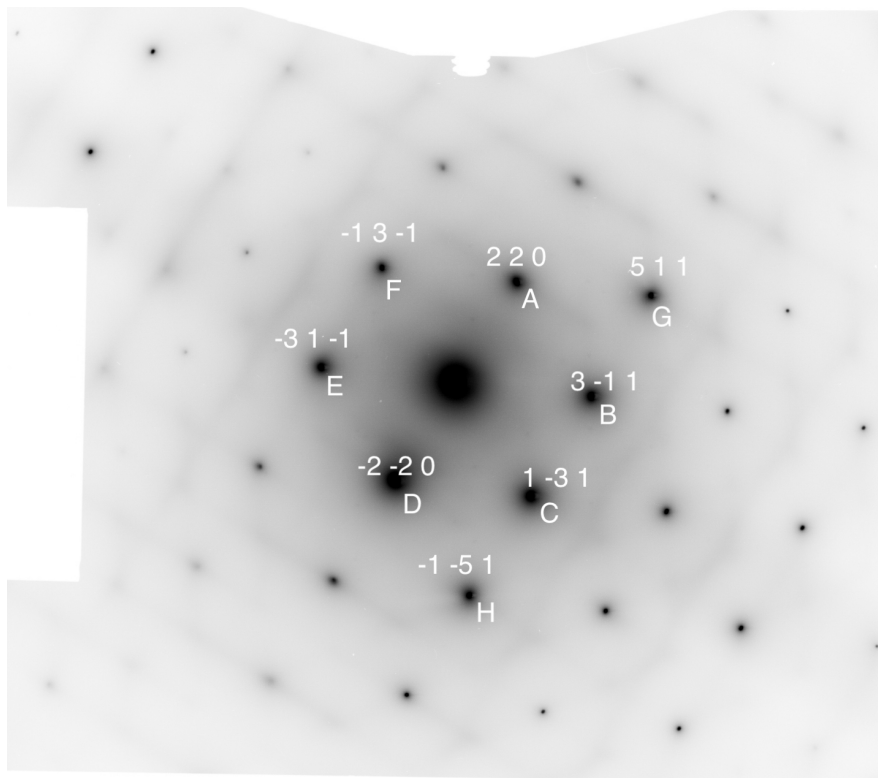


3. ábra. Kalibrációs egyenes. (A hibákat technikai okból nem tüntettem fel, mivel igen kicsik a pontokat jelölő X méretéhez képest)

3.2. Szilícium-egykristály diffrakciós képe

Szilícium-egykristály diffrakciós képét mutatja (megjelölt pontokkal) a 4. ábra. Az egyes pontok a direkt nyalábhoz viszonyított koordinátáit megmértem pixelben, mely-

ből képen mért távolságot számolva a hozzá tartozó síksereg távolságát a kameraállandó ismeretében kiszámoltam. Mivel itt a pontokra való illesztést "szemre" végeztem, emiatt a hibák is nagyobbak a kalibrációs felvételhez viszonyítva. A pontokat 04-002-0118 számú adatlap² alapján azonosítottam be. Az eredményeket a 2. táblázat mutatja. A hibákat a koordinátameghatározás hibájából ($\pm 1\text{px}$) becsültem.



4. ábra. Si-egy kristály diffrakciós képe

pont	x [px]	y [px]	d [Å]	$\{hkl\}$	1. indexelés	2. indexelés
A	101	164	1.902 ± 0.022	$\{220\}$	(220)	(202)
B	221	-24	1.648 ± 0.069	$\{311\}$	(3 $\bar{1}1$)	($\bar{1}1\bar{3}$)
C	123	-186	1.642 ± 0.016	$\{311\}$	(131)	(311)
D	-99	-160	1.947 ± 0.023	$\{220\}$	($\bar{2}20$)	($\bar{2}02$)
E	-219	24	1.662 ± 0.070	$\{311\}$	(3 $\bar{1}1$)	($\bar{1}1\bar{3}$)
F	-120	187	1.648 ± 0.016	$\{311\}$	($\bar{1}3\bar{1}$)	(3 $\bar{1}1$)
G	320	141	1.047 ± 0.008	$\{511\}$	(511)	(11 $\bar{5}$)
H	24	-348	1.050 ± 0.044	$\{511\}$	($\bar{1}51$)	($\bar{5}11$)

2. táblázat. Indexelt pontok koordinátái, hozzájuk tartozó síkseregek távolsága, index-típusa, és két alternatív vektoriálisan helyes indexelése.

²http://www.energia.mta.hu/~labar/Si_cF8_04-002-0118.pdf

A vektoriálisan helyes indexelést a következő módszer szerint végeztem: "A" pont permutációja tetszőleges, valamint 2 helyen az előjele is (12 lehetőség), majd "B" pont indexelése 4-féle lehet (2: a 3-as melyik 2 ketteshez kerülhet, valamint a 0-hoz kerülő 1-es előjele kétféle lehet), hogy az összegük ("G") $\{511\}$ típusú legyen. Így összesen 48 féle ekvivalens megoldás létezik. A többi pontot "A" és "B"-ből egyértelműen lehet képezni (pl. $\vec{C} = \vec{B} - \vec{A}$).

A zónatengely meghatározásához a reciprokrács-vektorokat kell keresztszorozni jobbsodrású rendszer szerint. Az 1. indexelés szerint tehát:

$$\begin{aligned}\vec{B} \times \vec{A} &= (B_2A_3 - B_3A_2, B_3A_1 - B_1A_3, B_1A_2 - B_2A_1) = \\ &= (-1 \cdot 0 - 1 \cdot 2, 1 \cdot 2 - 3 \cdot 0, 3 \cdot 2 - (-1) \cdot 2) = (\bar{2}, 2, 8) \sim (\bar{1}, 1, 4)\end{aligned}$$

4. Hibaforrások, hibaszámítás

A kalibráció kiértékelésekor lehetséges hiba, ha nem pont az átmérőket mérjük, azonban a merőleges irányban vett metszetek átlagát véve ezt igyekeztem kiküszöbölni. Az illesztésnél bizonytalanságot okoznak az egybeolvadó csúcsok (pl. 4-5. és 7-8. csúcs esetén). Az egykristály-diffrakciónál a pontok helyének meghatározása igen bizonytalan, mivel azok nem kör alakúak. Emiatt több próbálkozásból számoltam hibát, amely kb. 1 pixelnek adódott. A síksereg-távolság hibájába a kalibráció hibáját és a képen való távolságmeghatározás hibáját független hibaként adtam össze, így adódtak a fenti értékek.