

Elektronmikroszkópia

Tóth Bence

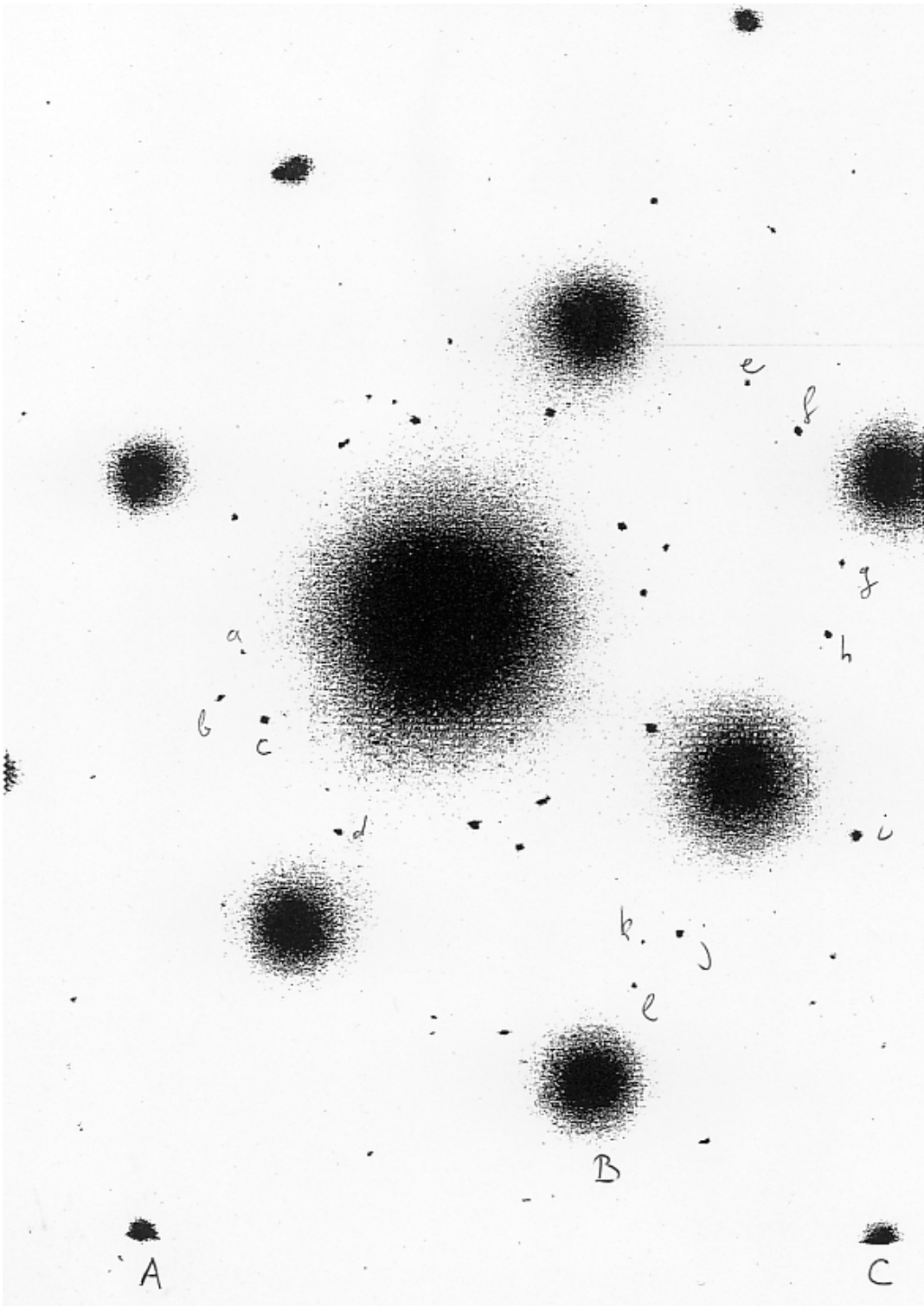
fizikus, 3. évfolyam

2006.05.04. csütörtök

beadva: 2006.05.24.

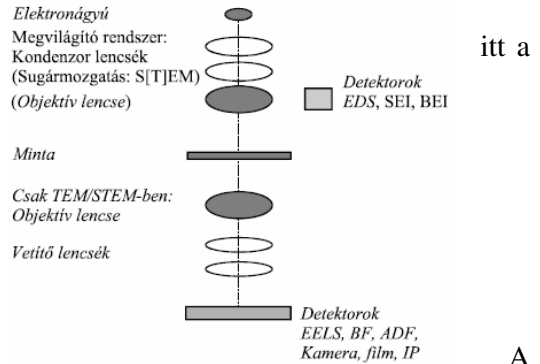
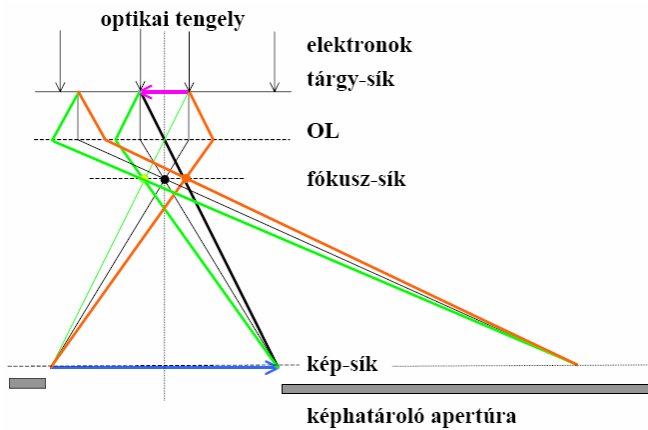
1. Ismertesse röviden a transzmissziós elektronmikroszkóp működési elveit, főbb üzemmódjait!
2. Vázolja fel az elektronmikroszkóp diffrakciós leképezése esetén a hullámszámvektor és annak változása (=a diffrakciós vektor), valamint a mikroszkóp leképezése (negatívra vonatkozó kamera hossz és a negatívon mért távolság, valamint a nagyított papírképen mért távolság) közötti sematikus összefüggést és ebből adja meg, hogy hogyan kell meghatározni a diffrakciós pont papírképen mért távolságából a reflektáló síksereg síkjainak d távolságát (ami az adatkártyán szerepel)!
3. Az fcc Al rácsállandója $4,0494\text{Å}$. Mekkora a (200) reflexiónak megfelelő reciprokrács vektor? Mi a dimenziója (mértékegysége)? Mekkora valós térbeli síksereg távolságnak felel ez meg? Mekkora távolságként lenne ez mérhető egy 100 kV-os mikroszkópban ($\lambda=0,037\text{Å}$) és $L=1\text{m}$ kamera hossz mellett felvett diffrakciós ábrán? (Figyelem! Nem ezekkel az adatokkal készül a gyakorlat mérése!!!)
4. Mit jelent, hogy egy adott Bravais-rácsot kioltási szabály jellemez? Lapcentrált köbös (fcc) valós térbeli kristályrács esetén mi a kioltási szabály (melyik reciprokrács vektorok látszanak a diffrakciós ábrán)?
5. Mi az a zónatengely?
6. Egy adott zónatengely irányából elektron síkhullámmal megvilágított egykristály diffrakciós ábráját vizsgálja. Mekkora szöget zárnak be (külön-külön) az ábrán látható egyes (a középpontból a diffrakciós pontokba mutató) reciprokrács vektorok a zónatengellyel?
7. Köbös valós térbeli rácsnak milyen a reciprokrácsa? Milyen irányból kell nézni a reciprokrácsot, hogy négyzetrácsot lássunk (azaz melyik síkja tartalmaz négyzetrácsot)?
8. Tudja, hogy saját diffrakciós felvételén az erős (nagy intenzitású) pontok az Al reflexióinak felelnek meg. A mellékelt diffrakciós adatkártya (JCPDS 4-787) segítségével határozza meg, hogy melyik típusú reflexiók lehetnek ezek és mekkora a kamera állandó ($=L*\lambda$)! Ha tudja, hogy a 200keV-es elektronok hullámhossza $0,0251\text{Å}$, akkor mekkora kamerahossznak felel ez meg? Ez adja az alábbi feladatokhoz az ábra belső kalibrációját. Milyen pontos ez a kalibráció, miből mekkora hiba ered? Hogyan tudja (adott ábrán mérve) a legnagyobb pontosságot elérni? Írja le, hogy az ábrán eltérő betűkkel jelölt 3 (nem egy egyenesbe eső) reciprokrács-vektor hosszára hány millimétert mért, az adott pontot melyik reflexióval azonosította és ebből hogyan (milyen képlettel) milyen kamera állandót [mm Å egységekben] és kamera hosszat [mm egységekben] kapott!
9. Az előző feladat eredményét felhasználva (vektoriálisan helyesen) indexelje be a látott reflexiókat és a köbös kristályra érvényes $\cos(\varphi)=\frac{h_1h_2+k_1k_2+l_1l_2}{\sqrt{(h_1^2+k_1^2+l_1^2)(h_2^2+k_2^2+l_2^2)}}$ összefüggés segítségével ellenőrizze, hogy a fotón mért szögekkel összhangban van-e indexelése.
10. Határozza meg az elektronsugár irányát (mely zónatengely felől nézzük)! [Használja fel az 5. és 6. kérdésre adott válaszából a mért diffrakciós vektorok és a zónatengely által bezárt szögre vonatkozó információt, valamint a valós bázisvektorok és a reciprokrács bázisvektorok definícióját és szorzatainak tulajdonságát!] A jegyzőkönyvben látni akarom a számok szorzását, hogy hogyan jöttek ki a zónatengely indexei!
11. Legalább két különböző, ekvivalens indexelést adjon meg.

12. Hány különböző (szimmetria miatt ekvivalens) indexelése lehet az adott Al-reflexióknak?
13. Foglalja össze röviden a precipitációs keményedés lényegét! Milyen fázisdiagrammal rendelkező kétkomponensű anyagoknál lehetséges precipitációs keményedés? Milyen a beoldó hőkezelés után kvencselt anyag szerkezete? Milyen a beoldó hőkezelés után nagyon lassan lehűtött anyag szerkezete? Az Al-Cu rendszerben milyen fázis válik ki? Hogyan változik a kvencselt anyag szerkezete, ha viszonylag alacsony hőmérsékleten telik az idő (öregítjük a mintát)? Hogyan változik a szerkezet, ha nagyon hosszú ideig öregítjük (túlöregítjük) a mintát? Hogyan változnak a mechanikai tulajdonságok a kvencselt, öregített és túlöregített minta sorozat esetén? Hogyan függ ez össze a diszlokációk mozgásával?
14. Az Al-reflexiók fenti mérését kalibrációként használva határozza meg a mért diffrakciós ábráról, hogy a halvány pontok mekkora d-értéknek felelnek meg! Az ábrán betűkkel jelölje meg a mért (origótól nem túl távoli) halvány reflexiókat! Táblázatosan adja meg, hogy melyik pont távolságát hány mm-nek mérte a képen, ez hány Angström síksereg-távolságnak felelt meg! Határozza meg e mért d-értékek hibáját! Miből mekkora hiba származik? Mi e hiba fő forrása? A DF képek alapján döntse el, hogy tartozhat-e ugyanahhoz a kiváláshoz (krisztallithoz) az összes látott halvány reflexió, vagy több, különböző orientációjú krisztallit járulékeként értelmezhető csak a mért ábra?
15. Állapítsa meg, hogy ha a halvány reflexiók a tetragonális ($a=4,077\text{\AA}$ és $c=5,81\text{\AA}$ rácsparaméterekkel jellemzett) Θ' fázistól származnak, akkor azok melyik típusú reflexióknak felelnek meg! A számoláshoz használja a tetragonális fázis síksereg-távolságaira érvényes $\frac{1}{d^2} = \frac{1}{a^2}(h^2+k^2) + \frac{1}{c^2}l^2$ formulát! Mindegyik mért diffrakciós pont származhatott ettől a fázistól? A válaszhoz használja fenti hibaelemzését!
16. Ellenőrizze, hogy ha ugyanezen reflexiók nem a fenti Θ' , hanem a túlöregedéskor keletkező tetragonális Θ fázistól ($a=6,065\text{\AA}$ és $c=4,873\text{\AA}$) származnak, akkor azok melyik típusú reflexióknak felelnek meg. Eldönthető-e (a mért d-értékek pontosságának ismeretében), hogy a mért diffrakcióból, hogy a Θ , vagy a Θ' fázist láttuk-e (azaz túlöregedett-e a mintánk)?



1 A transzmissziós elektronmikroszkóp elvben ugyanúgy működik, mint a fénymikroszkóp, de itt nem fény-, hanem elektronhullámot (párszáz keV energiájút) használunk a leképezéshez. Az elektronhullámnak kicsi a hullámhossza, ezért sokkal jobb felbontás megvalósítható vele, mint a hagyományos fénymikroszkóppal. A mikroszkópban vákuum van, hogy a levegő molekuláin ne szóródjanak az elektronok. Itt a lencsék nem üvegből vannak, mint a fénymikroszkópnál, hanem ezek tekercsek, amikkel az elektronnyalábot fókuszálni lehet (elektromos tér használatakor ekkora sebességnél nagyon hosszú utat vagy nagyon nagy teret kéne használni, ami ésszerűtlen lenne). A megjelenítés fotólemezen vagy fluoreszkáló ernyőn történik.

A TEM-nek két üzemmódjja van: a valós üzemmód, tárgyat az objektív fókusz síkja elé helyezzük el, ami által a képsíkban valódi nagyított képet kapunk. Ezt lencsékkel vetíthetjük a kívánt helyre. A másik üzemmód a diffrakciós üzemmód, ennél nem a képsíkot, hanem a fókusz- (azaz Fourier-) síkot vetítjük ki. A két üzemmód között egy tekercs segítségével lehet váltani.



A TEM-ben két apertúrát használunk: a kontrasztapertúrát a minta előtt, ami kitakarhatja a beeső nyaláb szükségtelen részét, valamint a területhatároló-apertúrát a fókusz sík után, amivel meghatározhatjuk, hogy a minta melyik részéről készüljön diffrakciós kép.

További beállítási lehetőség a Bright Field (BF) és a Dark Field (DF) mód.

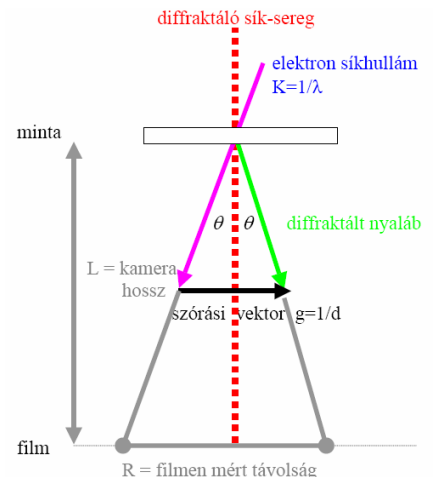
BF módban a beeső nyaláb egyenesen keresztülhalad az optikai rendszeren. Ha nem

teszünk be mintát, akkor itt egyenletesen világos képet kapunk. DF módban az apertúra úgy van beállítva, hogy csak a szórt nyalábot engedje át. Ebben az esetben minta nélkül sötét képet kapunk. Így lokalizálhatjuk, hogy az egyes diffrakciós képek a minta mely területéről származnak.

2 Mivel a diffrakció során csak kicsi elhajlások történnek, a Bragg-egyenletben felhasználhatjuk a $\sin\varphi = \tan\varphi = \varphi$ közelítést. Ezzel az egyenlet:

$\frac{R}{L} \cong \frac{g}{k} = \frac{\lambda}{d} = 2 \cdot \sin\vartheta = 2\vartheta$, ahol R a filmen mért távolság, L a kamerahossz, g a szórási vektor, d a síkseregek távolsága, k a hullámszámvektor, λ pedig a hullámhossz.

$$d = \frac{\lambda \cdot L}{R} = \frac{1}{40} \text{Å} \cdot 7\text{cm} \quad (\text{Ezután az Angström-öt csak A-val fogom jelölni})$$



3. Ha $d_{(100)}=4,049\text{Å}$, akkor $d_{(200)}=2,047\text{Å}$, amiből $d_{\text{reciprokrács (200)}}=0,4885 \frac{1}{\text{Å}}$. Ha $\lambda=0,037\text{Å}$ és $L=1000\text{mm}$, akkor

$$R = \frac{\lambda * L}{d} = \frac{0,037\text{Å} * 1000\text{mm}}{2,047\text{Å}} = 18,075\text{mm}$$

4. Centráltságban igaz a következő összefüggés:

$$\sum_j f_j e^{2i\pi(hx_j+ky_j+lz_j)}$$

ahol f_j a szórási amplitúdó, x_j, y_j, z_j a reciprokrács-vektorok, h, k, l a megfelelő Miller-indexek. fcc kristályban (ilyen az alumínium) négy rácspont van az elemi cellában.

j	x_j	y_j	z_j	$e^{2i\pi(hx_j+ky_j+lz_j)}$
1	0	0	0	1
2	1/2	1/2	0	$-1^{(h+k)}$
3	1/2	0	1/2	$-1^{(h+l)}$
4	0	1/2	1/2	$-1^{(k+l)}$

Hogyha két +1 és két -1 van az összegzésben, akkor kioltás van. Az exponenciálist átírjuk az $e^{ia} = \cos(a) + i \sin(a)$ alakba, ahol viszont nincs imaginárius rész, mivel $a = n * \pi$, $n \in \mathbb{Z}$, itt pedig a szinusz nulla. Felírva az összegzés négy tagját:

$$1 + \cos(\pi(h+k)) + \cos(\pi(h+l)) + \cos(\pi(k+l))$$

Ezt elemezve láthatjuk, hogy ha mind a három Miller-index páros vagy mind páratlan, akkor nincs kioltás, de ha kettő páros és egy páratlan vagy fordítva, akkor az összeg nulla, azaz kioltás jön létre. Ebből következően fcc rácson a diffrakciós ábrán látott első pont a középső mellett a (200) síkseregnek felel meg.

5. Csak bizonyos irányokból nézve a kristályt, látjuk az atomokat síkok mentén rendeződni. Ezen síkok közös metszésvonalát nevezzük zónatengelynek.

6. Mivel a zónatengely a papírlapra merőleges, ezért minden reciprokrács-vektorral 90° -ot zár be.

7. Köbös valós térbeli rácsnak köbös a reciprokrácsa. sc-nek sc, fcc-nek bcc, bcc-nek fcc felel meg. Zónatengely felől kell nézni a reciprokrácsot, hogy négyzetrácsot lássunk.

8. A kameraállandó és a kamerahossz számolásához a

$$d = \frac{\lambda * L}{R}$$

képletet használtam, ahol d a síkseregek távolsága, R a fotón mért távolság, $\lambda=0,0251\text{Å}$ az elektronok hullámhossza, L pedig a kamerahossz.

„A” pont: (400) reflexió

$$R = ((217,5/2) \pm 0,5) \text{mm} = (108,75 \pm 0,25) \text{mm} (\pm 0,23\%)$$

$$\lambda * L = d * R = 1,0124 \text{Å} * 108,075 \text{mm} = 110,0985 \text{Åmm} (\pm 0,23\%)$$

$$L = \frac{d * R}{\lambda} = (4390 \pm 10) \text{mm} (\pm 0,23\%)$$

„B” pont: (220) reflexió

$$R = ((155/2) \pm 0,5) \text{mm} = (77,5 \pm 0,25) \text{mm} (\pm 0,32\%)$$

$$\lambda * L = d * R = 1,431 \text{Å} * 77,5 \text{mm} = 110,9025 \text{Åmm} (\pm 0,32\%)$$

$$L = \frac{d * R}{\lambda} = (4420 \pm 10) \text{mm} (\pm 0,32\%)$$

„C” pont: (240) reflexió

$$R = (122 \pm 2) \text{mm} (\pm 1,64\%)$$

$$\lambda * L = d * R = 0,9055 \text{Å} * 122 \text{mm} = 110,471 \text{Åmm} (\pm 1,64\%)$$

$$L = \frac{d * R}{\lambda} = (4400 \pm 70) \text{mm} (\pm 1,64\%)$$

Ezekből a kamerahossz:

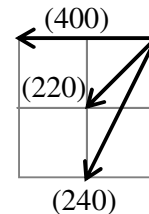
$$L = (4400 \pm 20) \text{mm}$$

9. Az előző feladat reflexióit beindexelve és beírva a megadott

• $\cos(\varphi) = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2}{\sqrt{(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)(h_2^2 + k_2^2 + l_2^2)}}$ összefüggésbe:

A (400) és a (220) vektorokra alkalmazva:

$$\frac{4 * 2 + 0 * 2 + 0 * 0}{\sqrt{(4^2 + 0^2 + 0^2)(2^2 + 2^2 + 0^2)}} = \frac{8}{\sqrt{16 * 8}} = \frac{1}{\sqrt{2}}, \text{ ami tényleg } \cos 45^\circ.$$



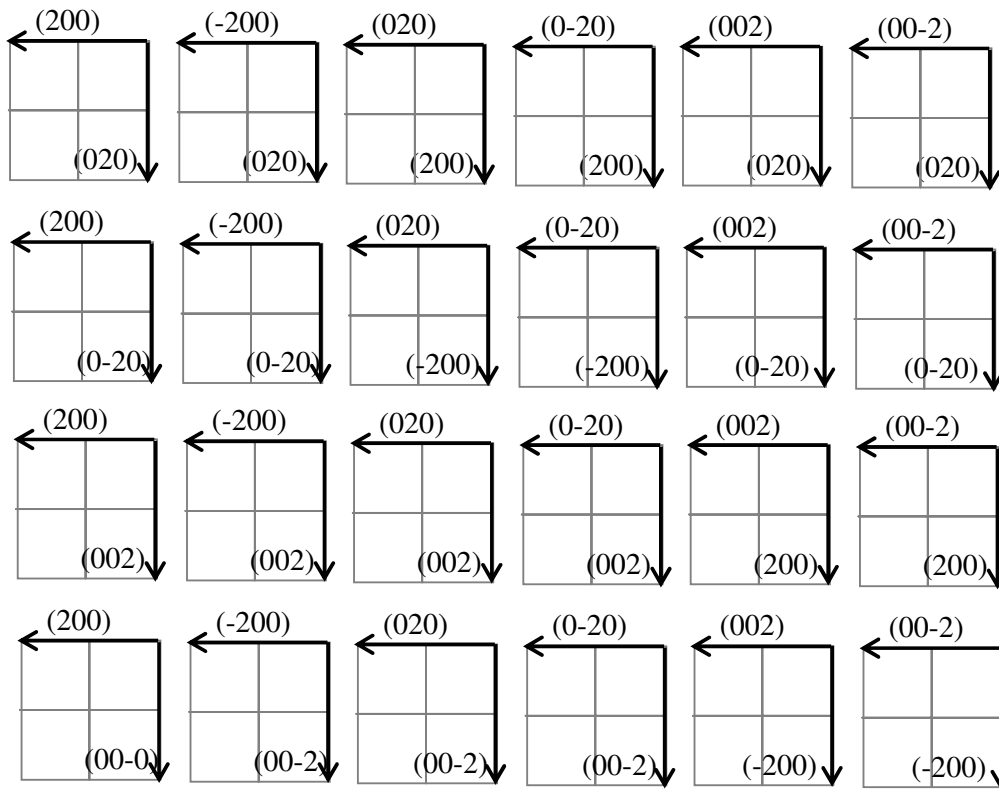
A (400) és a (240) vektorokra alkalmazva:

$$\frac{4 * 2 + 0 * 4 + 0 * 0}{\sqrt{(4^2 + 0^2 + 0^2)(2^2 + 4^2 + 0^2)}} = \frac{8}{\sqrt{16 * 20}} \approx 0,4472, \text{ ami tényleg } \cos 63,43^\circ, \text{ mint ahogy a háromszögből számolható.}$$

A (220) és a (240) vektorokra alkalmazva:

$$\frac{2 * 2 + 2 * 4 + 0 * 0}{\sqrt{(2^2 + 2^2 + 0^2)(2^2 + 4^2 + 0^2)}} = \frac{12}{\sqrt{8 * 20}} \approx 0,9487, \text{ ami tényleg } \cos 18,43^\circ, \text{ mint ahogy a háromszögből számolható.}$$

10-11. Mivel szabályos négyzetrácsot látunk a felvételen, tudjuk, hogy zónatengely irányából nézzük a képet. A zónatengely merőleges a képre. A látott rács huszonnégyszer képpen indexelhető:



Ezeknek a vektoroknak kell venni a vektoriális szorzatát, és ezzel megkapjuk a zónatengely indexeit.

Ha $\mathbf{a} \times \mathbf{b} = \mathbf{c}$, akkor komponensenként kiírva:

$$c_1 = a_2 \cdot b_3 - a_3 \cdot b_2$$

$$c_2 = a_3 \cdot b_1 - a_1 \cdot b_3$$

$$c_3 = a_1 \cdot b_2 - a_2 \cdot b_1$$

Ezzel a huszonnégyszer zónatengely-indexelés:

(h k l)	(h k l)	(h k l)	(h k l)	(h k l)	(h k l)
0 0 4	0 0 -4	0 0 -4	0 0 4	-4 0 0	4 0 0
0 0 -4	0 0 4	0 0 4	0 0 -4	4 0 0	-4 0 0
0 -4 0	0 4 0	4 0 0	-4 0 0	0 4 0	0 -4 0
0 4 0	0 -4 0	-4 0 0	4 0 0	0 -4 0	0 4 0

Amik között csak hat különböző van: (004), (00-4), (-400), (400), (0-40), (040)

12. 24 különböző. Négyfogású forgásszimmetria*köbös rács=4*6=24

13. Ha egy több anyagból álló szilárd oldatot felhevítünk, az öt alkotó fázisok összekeverednek egymással. Ha ezután lassan hűtjük le az oldatot, akkor az egyes fázisok szétválnak, és a különböző anyagok külön gyűlnek össze. Ekkor az anyag törekeny lesz, mert a különböző anyagok közti felület nagy. Viszont gyorsan lehűtve a két fázisnak nincs ideje szétválni, összekeveredve fagnak ki. Ezt nevezük kvencselésnek. Ez az anyag a nagyon jó mechanikai tulajdonságokkal rendelkezik, nagy igénybevételnek kitett szerkezeteket lehet belőle készíteni. Viszont az idő múlásával a belső diffúzió átrendezi az anyagot, növekvő méretű szemcsék jelennek meg. Ezt hívjuk öregedésnek, amelynek során kezd romlani a minősége. A túlóregedett anyag elveszíti jó tulajdonságait, ezért folyamatosan ellenőrizni kell az állapotát.

14. Kimérve a halvány pontok távolságát a középponttól:

	R(mm)
a	(65,5±0,5)/2
b	(75,5±0,5)/2
c	(65,5±0,5)/2
d	(7,55±0,5)/2
e	62,0±0,5
f	64,5±0,5
h	61,5±0,5
i	75,0±0,5
j	63,0±0,5
k	61,0±0,5
l	66,0±0,5

Behelyettesítve a $d = \frac{\lambda * L}{R}$ képletbe, ahol $\lambda = 0,251 \text{ \AA}$, $L = (4400 \pm 20) \text{ mm}$:

x	$d_x(\text{ \AA})$
a	3,37±0,04
b	2,93±0,03
c	3,37±0,04
d	2,93±0,03
e	1,78±0,02
f	1,71±0,02
h	1,80±0,02
i	1,47±0,02
j	1,75±0,02
k	1,81±0,02
l	1,67±0,02

A hiba jobbára a távolságmérésből származik, azaz pontatlanul tudjuk csak megtalálni a pontok közepét, és ezt is csak 0,5mm pontossággal tudjuk leolvasni a vonalzóról. A mérés folyamán is láttuk, hogy nem tartozhat ugyanahhoz a kiváláshoz az összes halvány reflexió, amint ezt a következő feladatban be is bizonyítjuk.

15.

Az

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{a^2} (h^2 + k^2) + \frac{1}{c^2} l^2$$

képlethez – ahol $a=4,077\text{Å}$ és $c=5,81\text{Å}$ – kiszámolva az $\frac{1}{d_x^2}$ -eket, és meghatározva a hibájukat, megkapjuk, hogy mennyi eltérés lehet maximálisan egy adott (hkl) számhármast behelyettesítve az $\frac{1}{d_x^2}$ -ektől, hogy azt mondhassuk, hogy az ugyanaz a reflexió. Az eltérések itt is és a következő pontban is 1/mm-ben vannak megadva.

maximális lehetséges eltérés (1/mm)

a	0,002142
b	0,002610
c	0,002142
d	0,002610
e	0,007948
f	0,008389
h	0,007861
i	0,010342
j	0,008123
k	0,007775
l	0,008658

$1/d_a^2$	eltérés	(h	k	l)
0,089786	0,0018	1	0	1
0,089786	0,0018	0	1	1

$1/d_b^2$	eltérés	(h	k	l)
0,118497	0,0017	0	0	2

$1/d_i^2$	eltérés	(h	k	l)
0,32678	0,0014	0	1	3
0,32678	0,0014	1	0	3
0,330432	0,0050	1	2	1
0,330432	0,0050	2	1	1

$1/d_k^2$	eltérés	(h	k	l)
0,300807	-0,0043	1	2	0
0,300807	-0,0043	2	1	0

$1/d_l^2$	eltérés	(h	k	l)
0,359143	0,0020	0	2	2
0,359143	0,0020	2	0	2

16. Beírva az

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{a^2} (h^2+k^2) + \frac{1}{c^2} l^2$$

képletbe az $a=6,065\text{Å}$ és a $c=4,873\text{Å}$ értékeket, megkapjuk a lehetséges (hkl) értékeket a túlóregedett fázistól származó reflexiók megtalálásához:

$1/d_e^2$	eltérés	(h	k	l)
0,313968	-0,0012	1	3	1
0,313968	-0,0012	3	1	1

$1/d_h^2$	eltérés	(h	k	l)
0,313968	0,0039	1	3	1
0,313968	0,0039	3	1	1

$1/d_k^2$	eltérés	(h	k	l)
0,304376	-0,0007	2	1	2
0,304376	-0,0007	1	2	2

$1/d_l^2$	eltérés	(h	k	l)
0,353412	-0,0037	2	3	0
0,353412	-0,0037	3	2	0

Azaz vannak olyan reflexiók, amik hibahatáron belül lehetnek θ és θ' fázistól származóak, vagyis valószínűleg a minta elkezdett már öregedni, de pontosabb mérés kéne ennek a fokának a megállapításához.