

MÉRÉSI JEGYZŐKÖNYV

5. MÉRÉS – TRANSZMISSZIÓS ELEKTRONMIKROSKÓPIA

LABORVEZETŐ: LÁBÁR JÁNOS

SZILVÁSI ÁDÁM, FIZIKA BSC
MÉRŐTÁRSAK: SZIGLIGETI ATTILA
MÉRÉS DÁTUMA: 2010. MÁRCIUS 18.
LEADÁS DÁTUMA: 2010. JÚNIUS 8.

1) A MÉRÉS CÉLJA

A mérés célja a transzmissziós elektronmikroszkóppal való megismerkedés, használatának elsajátítása, valamint ennek keretében egy polikristályos minta vizsgálata.

2) FELADATOK

1. FELADAT

Készítsen BF és DF képet a polikristályos mintáról és azon 3 tipikus szemcsét megjelölve határozza meg azok méretét (a névleges nagyítást használva)!

A kapott polikristályos réz mintát képi üzemmódban is vizsgáltuk, és készítettünk róla egy világos és egy sötét látóterű képet. Ezek erős, diffrakciós kontraszton alapuló képalkotási módszerek, így a képeken jól elkülöníthetők a szemcséhatárok. A képeken megmértük 3-3 tipikusnak mondható szemcse méretét a képeken található névleges nagyítást meghatározó 100 nm-es skála segítségével. A képen elhelyeztem két segédskálát, amelyből a felső a kép méretéhez igazodó 10 mm-es skála, az alatta lévő pedig a névleges nagyításhoz tartozó 100 nm-es skála másolata. Az ábrán $100 \text{ nm} \approx 7,2 \text{ mm}$. A képek (1. ábra, 2. ábra) a jegyzőkönyv végén találhatóak.

A világos látóterű képen mért értékek:

BF	méret [mm]	hiba [mm]	méret [nm]	hiba [nm]
A	1,8	0,5	24	7
B	2,8	0,5	38	7
C	2,3	0,5	31	7

A sötét látóterű képen mért értékek:

DF	méret [mm]	hiba [mm]	méret [nm]	hiba [nm]
A	2,8	0,5	38	7
B	2,5	0,5	35	7
C	3,5	0,5	49	7

2. FELADAT

Polikristályos Cu minta segítségével kalibrálja a mikroszkóp kamera hosszát! (XRD adatlap mellékelve). Indexelje a látott gyűrűket!

A feladathoz készített felvételen egy réz polikristályos minta diffrakciós gyűrűi látszanak. A gyűrűk helyzetei a Bragg-egyenletet elégítik ki, amelyet a TEM esetében egyszerűsíthetünk, mivel az elektronhullámhoz tartozó K hullámszám vektor sokkal nagyobb, mint a reciprokrácsához tartozó g reciprokrács vektor. A TEM-ben érvényes viszonyokat az (3. ábra) jelöli. Ebből a következő összefüggést kapjuk:

$$\frac{R}{L} \cong \frac{g}{K} = \frac{\lambda}{d} = 2 \sin \theta \cong 2\theta,$$

ahol R a gyűrű középponttól mért távolsága, L a kamerahossz, $\lambda = 0,0251 \text{ Å}$ az elektronnyaláb hullámhossza, d pedig a síksereg távolság. Felhasználhatjuk, hogy az a rácsállandójú anyagban hkl indexű síksereghez tartozó d távolságra igaz, hogy $d = a/\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$. Innen megkapjuk, hogy $R_{hkl} = \frac{L\lambda}{a} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$. R értékeket megmérve, ismerve λ -t és a -t (Rézre $3,6035 \text{ Å}$), beindexelhetjük a kapott diffrakciós ábrát. Képezve a λ/d hányadost, ennek a függvényében ábrázoljuk R -et és egyenest illesztünk rá, amivel megkapjuk az L kamerahosszat. Az adatok, amiket (4. ábra) kiértékelésével kaptunk:

R [mm]	hiba [mm]	h	k	l	N	\sqrt{N}	d [Å]	λ/d
10,75	0,25	1	1	1	3	1,73	2,0805	0,0121
12,25	0,25	2	0	0	4	2	1,8018	0,0139
17,25	0,25	2	2	0	8	2,83	1,2740	0,0197
20,25	0,25	3	1	1	11	3,32	1,0865	0,0231
21,25	0,25	2	2	2	12	3,46	1,0402	0,0241
24,25	0,25	4	0	0	16	4	0,9009	0,0279
26,75	0,25	3	3	1	19	4,36	0,8267	0,0304
27,5	0,25	4	2	0	20	4,47	0,8058	0,0312

Az illesztést elvégezve (5. ábra) L -re $879 \pm 4 \text{ mm}$ jött ki, illetve az $L\lambda$ mikroszkóp állandóra $22,06 \pm 0,09 \text{ Åmm}$.

3. FELADAT

A másik mintáról rögzítsen egykristály diffrakciót egy zónatengely irányából! Az előbbi kalibrálás felhasználásával döntse el, hogy a mellékelt adatlapokon található köbös szerkezetek (primitív, bcc, fcc, gyémánt) közül melyik lehet a mért anyag!

A kapott felvételen (6. ábra) kijelöltem három pontot. Ezeknek a vonalában felvettem egy-egy pontpárt, amelyekből pontosan lehet a d értékeit számolni. Az egyes pontpárok közti távolságot mértem, és ezt osztottam el annyival, ahány szakaszra tagolják őket a köztük lévő pontok. Ezekből megkapjuk az adott irányba eső megjelölt diffrakciós pontok távolságát a középponttól. Ezekből a távolságokból a mikroszkóp állandó segítségével megadhatók a rácssík távolságok:

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

A mért pontok:

<i>pont</i>	<i>R</i> [mm]	<i>hiba</i> [mm]	<i>d</i> [Å]	<i>hiba</i> [Å]	<i>indexek</i>
<i>A</i>	13,4	0,1	1,64	0,02	311
<i>B</i>	11,47	0,08	1,92	0,02	220
<i>C</i>	7,02	0,06	3,14	0,04	111

A kiegészítő anyagrészben mellékelt XRD adatlapok alapján a d értékei a szilícium első három, legintenzívebb diffrakciós pontjával egyeznek meg. Ezek alapján kijelenthetjük, hogy a mért anyag gyémántrács szerkezetű szilícium.

4. FELADAT

Vektoriálisan helyesen indexelje az egykristály diffrakciót! Melyik zónatengely irányából készült a felvétel?

Mivel az előbbieken már meghatároztuk az adott d -hez tartozó reflexió-típusokat, elvégezhetjük a diffrakció indexelését. A pontokat úgy vettem fel, hogy $\vec{OA} = \vec{OB} + \vec{OC}$ teljesül, és ennek tükröződnie kell a hkl Miller-indexek kiosztásában is. Ezt jelen esetben így is el lehet végezni (ábra):

<i>pont</i>	<i>indexek</i>
<i>A</i>	(3 $\bar{1}$ 1)
<i>B</i>	(2 $\bar{2}$ 0)
<i>C</i>	(111)

A zónatengely, amelyből a felvétel készült természetesen az összes, a felvétel síkjába eső vektorra merőleges. Úgy konstruálhatunk ilyen vektort, ha vesszük két, a síkban fekvő lineárisan független vektor vektoriális szorzatát. Vegyük a B és C pontokba mutató vektorok vektoriális szorzatát: ez könnyen látható, hogy $(-2 \ -2 \ 4)$, vagyis a zónatengely $[1\bar{1}\bar{2}]$, mivel az irány megadásában egy konstans szorzónyi szabadságunk van.

5. FELADAT

Indokolja, hogy hány, azonosan helyes megoldása van a fenti indexelési feladatnak!

Egyazon d értékhez több $h^2 + k^2 + l^2$ is tartozik. Ezt kiolvashatjuk a kifejezés alakjából is: mivel hkl mindegyike a négyzetben szerepel benne, ezért az előjeleket szabadon választhatjuk mindhárom indexnél, vagyis ez 2^3 lehetséges esetet jelent. Ezen felül látjuk azt is, hogy hkl permutációjára is invariáns a fenti kifejezés, és hogy ezt az előjeltől függetlenül el lehet végezni, így ez egy újabb $3!$ szorzó. Egy pont indexének megadása egyértelműen meghatározza a többi, így több lehetőségünk nem lehet, vagyis a lehetséges maximális azonosan helyes indexelések száma 48.

A mi esetünkben ez kevesebb lesz, mivel extra szimmetria van jelen az indexekben: van ismétlődő elem. Két azonos számjegy permutációja nem ad már új kombinációt, így a lehetséges maximális kombinációk számának felét vehetjük csak. Ezért a mi esetünkben 24 ekvivalens indexelés lehetséges.

6. FELADAT

Adjon meg még egy helyes megoldást a fenti indexelésre!

Egy másik lehetséges indexelése a feladatnak:

<i>pont</i>	<i>indexek</i>
<i>A</i>	(311)
<i>B</i>	(220)
<i>C</i>	(1 $\bar{1}$ 1)

7. FELADAT

Mikor beszélünk kioltásról diffrakciós kísérleteknél? Mi az a kioltási szabály?

A diffrakciós csúcsok intenzitásai arányosak a szerkezeti tényező abszolút értékének négyzetével. A szerkezeti tényezőt a következőképpen adhatjuk meg:

$$F_{hkl} = \sum_j f_j e^{-2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)}.$$

A kristályszerkezet szimmetria tulajdonságai miatt előfordul, hogy bizonyos speciális hkl indexű reflexiókra a szerkezeti tényező nulla, aminek következtében a d -ből a Bragg-egyenlet segítségével kiszámított 2θ szögnél nem jelenik meg a diffrakciós csúcs. Ezt a jelenséget szisztematikus kioltásnak nevezik, a kioltási szabály pedig olyan összefüggés a hkl indexek között, aminek a teljesülése automatikusan kielégíti az $F_{hkl} = 0$ egyenletet.

8. FELADAT

Vezesse le az egyatomos bcc szerkezet kioltási szabályát!

A tércentrált köbös rács elemi cellájában két bázisatom található (0,0,0) és (1/2,1/2,1/2) helyen. Helyettesítsük be a fenti képletbe:

$$F_{hkl} = f(e^{-2\pi i(h \cdot 0 + k \cdot 0 + l \cdot 0)} + e^{-2\pi i(h/2 + k/2 + l/2)}) = f(1 + (-1)^{h+k+l}).$$

Ebből azt kapjuk, hogy ott van kioltás, ahol $h + k + l$ páratlan szám.

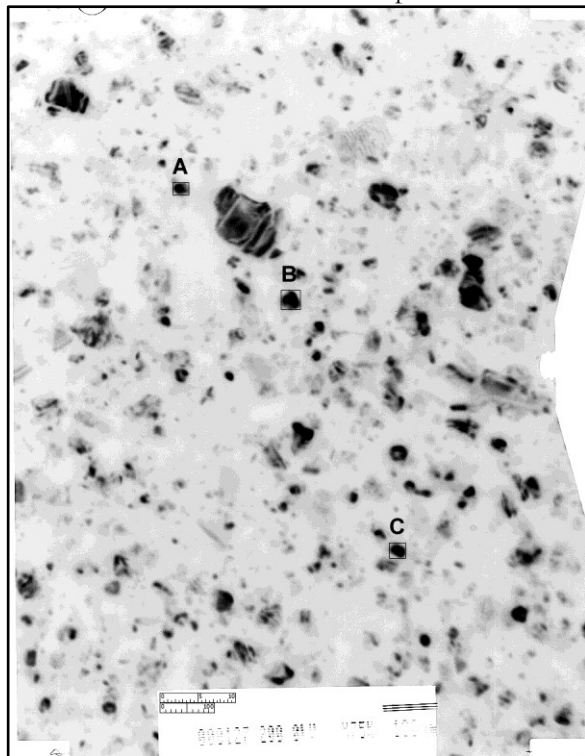
9. FELADAT

Vezesse le az egyatomos fcc szerkezet kioltási szabályát!

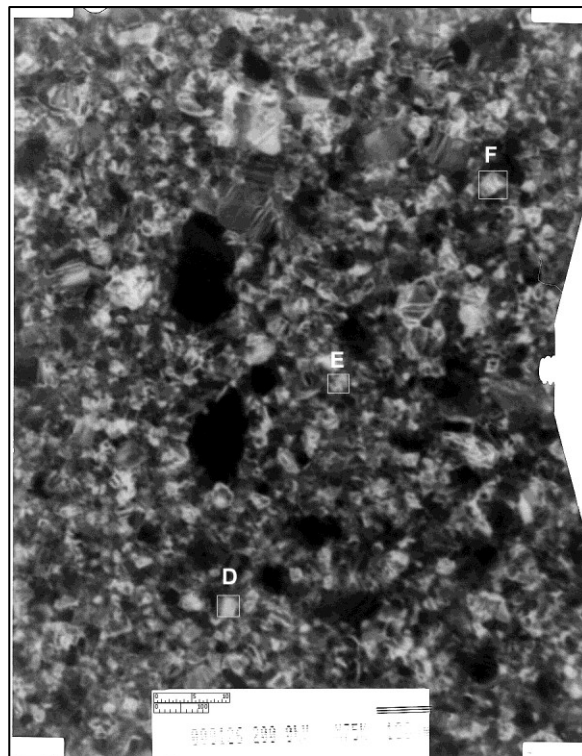
A lapcentrált köbös rács elemi cellájában négy atom található: (0,0,0), (1/2,1/2,0), (1/2,0,1/2) és (0,1/2,1/2) helyen. Ezeket is behelyettesíthetjük a szerkezeti tényezőbe:

$$\begin{aligned} F_{hkl} &= f(e^{-2\pi i(h \cdot 0 + k \cdot 0 + l \cdot 0)} + e^{-2\pi i(h/2 + k/2)} + e^{-2\pi i(h/2 + l/2)} + e^{-2\pi i(k/2 + l/2)}) \\ &= f(1 + (-1)^{h+k} + (-1)^{h+l} + (-1)^{k+l}). \end{aligned}$$

Innen látszik, hogy ha hkl vegyesen tartalmaz páros és páratlan számokat, akkor lesz kioltás, amennyiben csak páros, vagy csak páratlan számok szerepelnek benne, akkor pedig lesz diffrakciós pont.

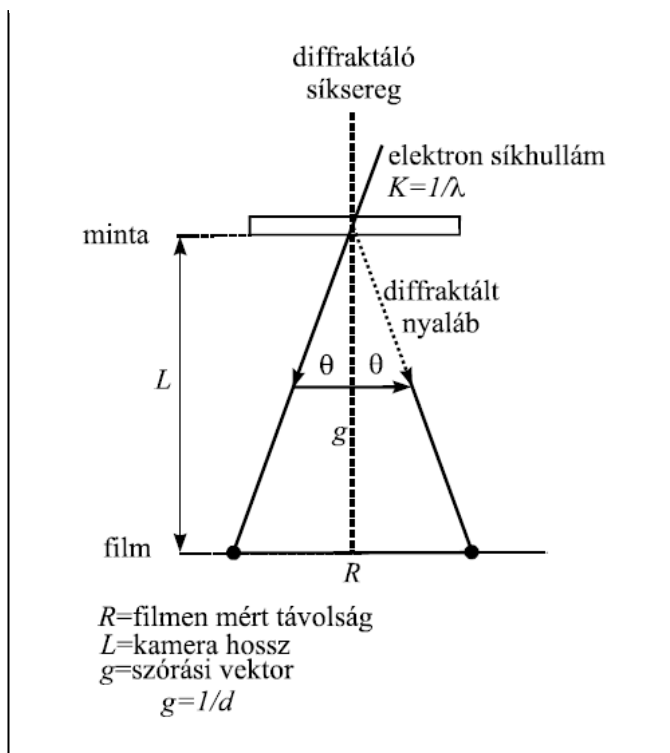


1. ábra
Bright Field kép

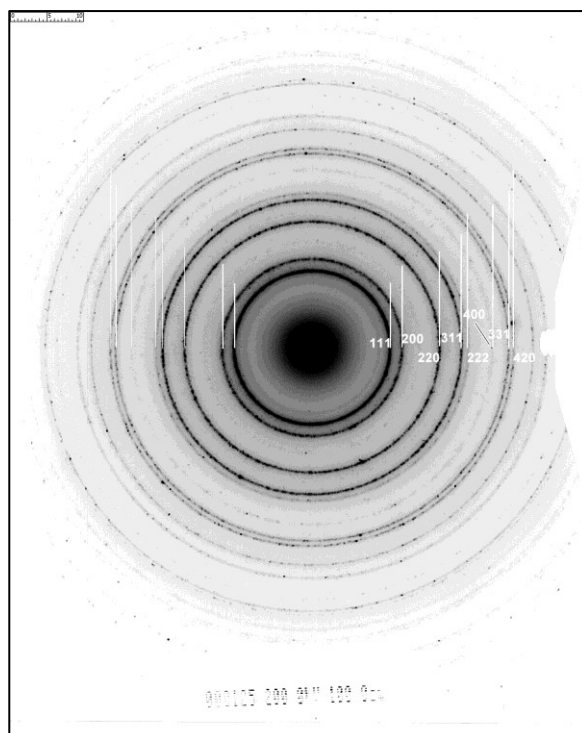


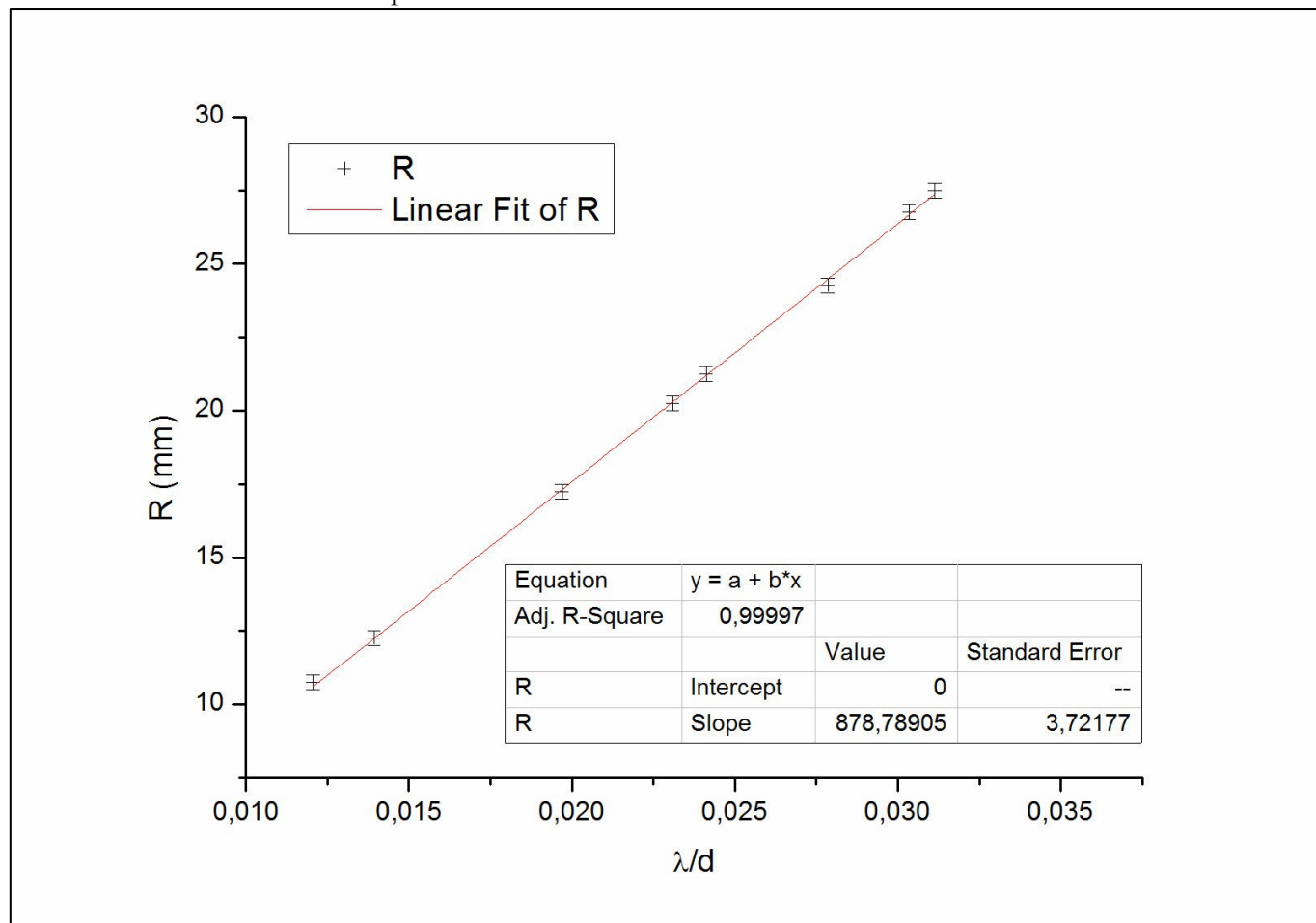
2. ábra
Dark Field kép

3. ábra
A TEM képzéskészítésének sematikus rajza



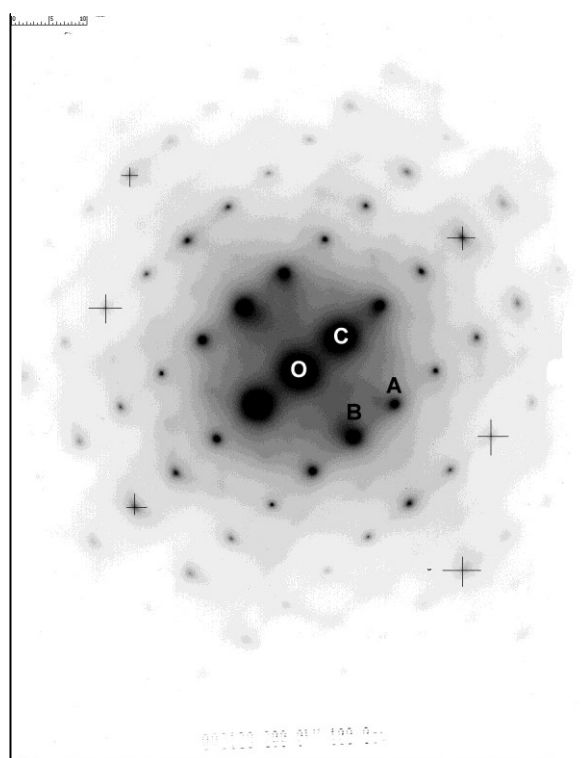
4. ábra
Réz polikristály kalibráció





5. ábra
Cu polikristály kalibráció L-re

6. ábra
Egykristály diffrakció



7. ábra
Diffrakciós ábra indexelése

