

# Mag- és Szilárdtestfizikai Laboratórium

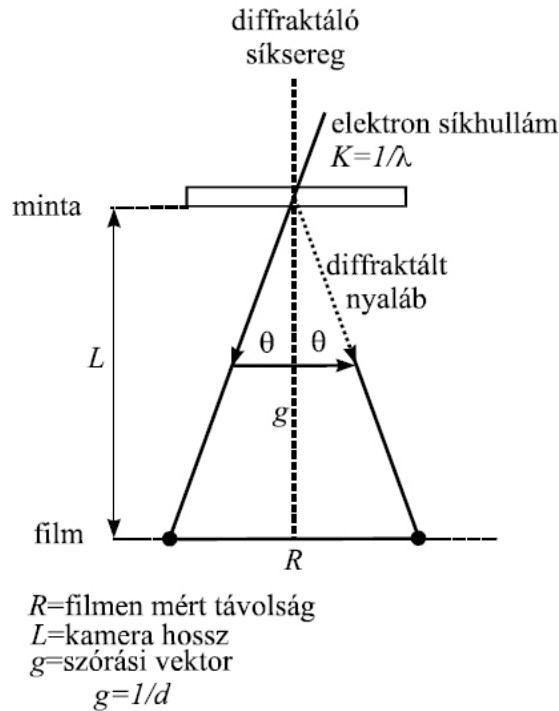
## 3. Elektronmikroszkópia

Barta Dániel

A mérés dátuma: <b>2009.03.26. csütörtök</b>	Laborvezető neve: <b>Lábár János</b>	Értékelés:
A beadás dátuma: <b>2009.05.26. kedd</b>	A mérést végezte: <b>Barta Dániel - Lovász Béla - Rátkai László</b>	

# 1. Feladatok

- 1.1. 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)! (Ábra, képlet, képlet származtatásához maximum 2 mondat.)



1. ábra. A mérőberendezés vázlata, valamint a reciproktérbeli és a fotón mért mennyiségek összefüggése.

A mérhető és adott adatok közötti összefüggéseket egyszerűen felírhatjuk felhasználva a háromszögek hasonlóságát, valamint azt, hogy  $K \gg g$  és ebből következően  $\theta$  kicsi, vagyis a következő közelítéssel élhetünk:

$$\sin \theta \simeq \tan \theta \simeq \theta \quad (1)$$

A trigonometrikus összefüggések:

$$\sin \theta = \frac{g}{K} = \frac{g}{2K} \implies 2\theta \xrightarrow{\theta \ll 1} \frac{g}{K} \quad \tan \theta = \frac{\frac{R}{2}}{L} = \frac{R}{2L} \implies 2\theta \xrightarrow{\theta \ll 1} \frac{R}{L}$$

ezért

$$2\theta \simeq \frac{R}{L} \simeq \frac{g}{K} = \frac{\lambda}{d}. \quad (2)$$

A kifejezésekben  $d$  az egymással párhuzamos, azaz azonos Miller-indexekhez tartozó szomszédos síkok távolsága.

## 1.2. Az fcc Al rácsállandóját kerekítve $4 \text{ \AA}$ -nek veszem.

a.) Mekkora a (200) reflexiónak megfelelő reciprokrács vektor? Mi a dimenziója (mértékegysége)?

$$g_{200} = 2g_{100} = 2 \frac{1}{a} = 2 \frac{1}{4} 1/\text{\AA} = 0,5 1/\text{\AA}$$

b.) Mekkora valós térbeli síksereg távolságnak felel ez meg? (mértékegysége?)

$$2 \text{ \AA}$$

c.) Hány mm távolságként lenne ez mérhető egy 100 kV-os mikroszkópban ( $\lambda = 0,037 \text{ \AA}$ ) és  $L = 1 \text{ m}$  kamera hossz mellett felvett diffrakciós ábrán? (Figyelem! NEM ezekkel az adatokkal készül a gyakorlat mérése!!!) Köbös rácsokra teljesül a

$$d_{hkl} = \frac{a^2}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

azonosság, továbbá felhasználva a (2) közelítést, kiderül, hogy

$$R_{hkl} = \frac{L\lambda}{d_{hkl}} = \frac{L\lambda}{a} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}, \quad (3)$$

ahonnan  $R_{200} = 17,82 \text{ mm}$ .

### 1.3.

a.) Mit jelent az, hogy egy adott Bravais-rácsot kioltási szabály jellemez?

Adott kristályrács esetén azokban a  $(hkl)$  reflexiókban, amelyekre az

$$F_{hkl} = \sum_j f_j e^{2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)} \quad (4)$$

szerkezeti amplitúdó (j szerint a Bravais-cella bázisaira összegzünk) nullát ad, a bázisok atomjairól érkező szórt hullámok kioltják egymást. Az  $F_{hkl} = 0$  feltételt kielégítő  $hkl$  Miller-indexekre vonatkozó algebrai összefüggéseket nevezzük kioltási szabályoknak.

b.) Milyen Bravais-rácsok esetén fordulhat elő ilyen (csak a Bravais-rácstól függő, ún. „szisztematikus”) kioltás?

Csak centrált kristály esetén fordulhat elő ilyen jellegű kioltás.

c.) Megjelenhet-e a szisztematikus kioltásnak megfelelő diffrakciós „folt” a mért ábrán a mérési körülmények bármilyen változtatásával?

A szerkezeti amplitúdó eltűnése független a mérési körülményektől (eltekintve attól, ha kicseréljük a mintát), így nem jelenhet meg az ilyen jellegű kioltás helyén diffrakciós folt.

d.) Miben különbözik ez a csúszósík, illetve a csavartengelyek okozta (ún. „esetleges” kioltás)?

Ezek a típusú kioltások akkor jelennek meg, ha a Bravais-rács nem primitív. Ezen kioltások az alkalmazott mechanizmusoktól függenek. A kioltások a bázisokra vonatkozó szimmetriákra vezethetők vissza.

e.) Lapcentrált köbös (fcc) valós térbeli kristályrács esetén mi a kioltási szabály (melyik reciprokrács vektorok látszanak a diffrakciós ábrán)? A rácpontok koordinátáit felhasználva vezesse le az összefüggéseket! (Nem elég a végeredményt közölni!)

Lapcentrált köbös kristályrács esetén a Bravais-cella négy bázisának koordinátái:

j	$(x_j, y_j, z_j)$
1	(0, 0, 0)
2	$1/2(1, 1, 0)$
3	$1/2(0, 1, 1)$
4	$1/2(1, 0, 1)$

A (4) egyenletet a következő módon írhatjuk fel, ha  $f = f_j$  minden  $j$ -re:

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

Akkor és csak akkor lesz nulla – azaz kioltás –, ha a  $hkl$  Miller indexek közül pontosan kettő páros, vagy páratlan. Vagyis az indexek azonos paritásúak kell legyenek.

### 1.4. Mi a zóna és mi a zónatengely? Melyik térbeli (valós, vagy reciprokl) fogalmak ezek?

Azokat a hálózati síkokat, amelyek párhuzamosak egy közös iránnyal egy zónát alkotnak, a közös irány (a síkok normálisa) pedig a zónatengely. Egy  $(hkl)$  sík akkor tartozik az  $[uvw]$  vektorral, zónatengellyel jellemzett zónához, ha  $hu + kv + lw = 0$ . Látható tehát, hogy egy zónatengely valós fogalom, de nem csak az lehet, ugyanis minden reciprokrács-vektor merőleges egy valós síkseregére. Így a zónatengely merőleges egy reciprokl-síkseregére. A zónatengely irányából nézve a rács atomjait, azok oszlopokban helyezkednek el, ekkor a diffrakciós képet nézve a zónatengely merőleges a síkra.

### 1.5. Egy adott zónatengely irányából elektron síkhullámmal megvilágított egykristály diffrakciós ábráját vizsgálja. Hogyan néz ez ki?

a.) Mekkora szöget zárnak be (külön-külön) az ábrán látható egyes (a középpontból a diffrakciós pontokba mutató) reciprokrács vektorok a zónatengellyel?

A zónatengely merőleges a középpontból a diffrakciós pontokba mutató reciprokrács vektorokra.

b.) Függ-e ez a szög attól, hogy milyen kristályrácsba tartozó kristályt vizsgálunk? Miért? Nem függ, mivel a zónatengely merőleges a vizsgált diffrakciós síkokra.

c.) Függ-e ez a szög attól, hogy mekkora energiájú elektronokkal vettem fel a diffrakciós ábrát?

Nem függ, a szög független az elektronok energiájától.

### 1.6.

a.) Köbös valós térbeli rácsnak milyen a reciprokrácsa?

Szilárdtest-fizikából tudjuk, hogy köbös kristály reciprokrácsa is köbös.

b.) Milyen típusú Miller-indexszel jellemzett irányból kell nézni a reciprokrácsot, hogy négyzetrácsot lássunk (azaz melyik síkja tartalmaz négyzetrácsot)?

Ahhoz, hogy négyzetrácsot lássunk, (100) típusú irányból kell nézni a rácsot. Másképpen fogalmazva: a köbös rácsot zónatengely irányból kell nézni. Ugyanis ekkor látunk olyan síkbeli vetületet, amelyik négyzetrácsot tartalmaz, és a négyzetrács Fourier-transzformáltja szintén négyzetes.

### 1.7. Foglalja össze röviden a precipitációs (kiválásos) keményedés lényegét!

a.) Milyen fázisdiagrammal rendelkező kétkomponensű anyagoknál lehetséges precipitációs keményedés? Jelölje be a mellékelt fázisdiagramon az egyfázisú szilárd, kétfázisú és a folyadéknak megfelelő tartományokat! Jelölje, hogy hol van a fázisdiagramban az intermetallikus fázis és azt milyen összetétel jellemzi!

Olyan kétkomponensű anyagoknál lehetséges, amelyek fázisdiagramjában megtalálható egy szilárd oldat, egy kétfázisú rész és egy intermetallikus fázis is. Továbbá egy hőmérséklettől függő telítettségi görbe és az intermetallikus fázis egy meghatározott aránya legyen jellemző.

A kívánt fázisokat jelöltem, az intermetallikus már eleve  $\vartheta$ -val van jelölve az ábrán, így nem jelöltem külön, a jellemző arány az ábráról leolvasható:  $\sim 33\%$  Al, és  $67\%$  Cu, azaz  $Al_2Cu$ .

b.) Milyen a beoldó hőkezelés után kvencselt anyag szerkezete?

A gyors lehűlés következtében az anyagnak nincs ideje arra, hogy átrendeződjön a szerkezete, így az olvadt fázisra jellemző szerkezetbe fog befagyni.

c.) Milyen a beoldó hőkezelés után lassan lehűtött anyag szerkezete?

Ha lassan hűtjük le az oldatot, akkor a szemcsehatárokon kiválások jelennek meg.

d.) Az Al-Cu rendszerben egyensúlyi körülmények között milyen fázis válik ki? (A fázisdiagramon milyen betűvel jelöljük, és mi az összetétele?)

A kérdés nem egészen egyértelmű. Ha pontosan akarok válaszolni, akkor azt kell mondjam, hogy összetétel függő, hogy milyen fázis alakul ki. Ha a kérdés arra irányul, hogy az általunk vizsgált összetétel esetén mi válik ki, akkor a  $\vartheta$ -val jelölt intermetallikus fázis.

e.) Hogyan változik a kvencselt anyag szerkezete, ha viszonylag alacsony hőmérsékleten telik az idő (öregítjük a mintát)? Hogyan változik, ha nagyon sokáig öregítjük (túlöregítjük) a mintát?

Eleinte az anyag többsége  $\vartheta'$  fázisban lesz, majd idővel  $\vartheta$  kiválások jelennek meg, de ezen kiválások eloszlása homogén lesz. Nem lesz több kiválás a preferált helyeken, mint máshol, ugyanis a kis diffúziós f.) Hogyan változnak a mechanikai tulajdonságok a kvencselt, öregített és túlöregített minta sorozat esetén? Hogyan függ ez össze a diszlokációk mozgásával?

A kvencselt anyagban a diszlokációk viszonylag könnyen terjednek. A kis  $\vartheta$  kiválások a diszlokációk terjedését akadályozzák így egy viszonylag kemény anyagot kapunk. Ha az anyagot túlöregítjük, akkor a nagy kiválások miatt a diszlokációk ismét könnyebben terjednek, így az anyag elpuhul.

## 1.8. Tudja, hogy saját diffrakciós felvételén az erős (nagy intenzitású) pontok az AL reflexiónak felelnek meg.

a.) A mellékelt diffrakciós adatkártya (JCPDS 4-787) segítségével határozz meg, hogy melyik típusú reflexiók lehetnek ezek és mekkora a kamera állandó ( $= L\lambda$ )!?

A megadott diffrakciós adatkártya alapján a rácsszerkezet köbös. Mivel négyzetrácsot látunk a diffrakciós képen, ez azt jelenti, hogy (100) típusú irányból nézzük a kristályt. A rács köbös voltából az is következik, hogy kioltási szabály jellemzi. Tehát a látott diffrakciós kép egy (200) indexelésű síksereg lehet.

Köbös rács esetén teljesül a (3) egyenlet, amiből

$$L\lambda = d_{hkl}R_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}R_{hkl}. \quad (5)$$

Az adatkártyán a rácsállandó egyel nagyobb tizedes jegy pontossággal van megadva, így inkább azzal az adattal végzem el a számításokat, mint a rácssíkokra adott távolságok alapján.

Az  $R_{hkl}$  értékeket természetesen nekem kell leolvasnom az ábráról ez nehézkes a foltok elkentsége miatt. Az egyes reflexiókhoz tartozó vektorok nagyságának értékét úgy tudtam a legnagyobb pontossággal leolvasni, ha egyszerre több, azon pontokkal egy vonalban lévő pont távolságát mérem le – majd az értéket normálom –, hogy csak egy vektor hosszát adja meg. Az  $l$  mért távolság leolvasás hibáját  $\Delta l = 0,5 \text{ mm}$ -nek becsültem. Az ábrán jelölt azon pontok mért távolságai a következők:

Szakasz	$l \text{ (mm)}$	$\Delta l \text{ (mm)}$	$\delta l \text{ (\%)}$
$DD'$	156	0,5	0,32
$BB'$	78	0,5	0,64
$CC'$	109	0,5	0,46

Ezek alapján az egyes reflexiókhoz tartozó vektorok hosszai:

Szakasz	számítás	$R_{hkl} \text{ (mm)}$	$\Delta R_{hkl} \text{ (mm)}$	$\delta R_{hkl} \text{ (\%)}$
$OA$	$\frac{1}{4}DD'$	39,0	0,13	0,32
$OB$	$\frac{1}{2}BB'$	39,0	0,25	0,64
$OC$	$\frac{1}{2}CC'$	54,5	0,25	0,46

Az egyes szakaszokat a következő reflexióknak feleltettem meg:

Szakasz	$R_{hkl} \text{ (mm)}$	$h$	$k$	$l$
$OA$	39,0	2	0	0
$OB$	39,0	0	2	0
$OC$	54,5	2	2	0

A képletbe való behelyettesítés után a kameraállandóra kapott értékek:

Szakasz	$L\lambda \text{ (mm}\cdot\text{\AA)}$	$\Delta L\lambda \text{ (mm}\cdot\text{\AA)}$	$\delta L\lambda \text{ (\%)}$
$OA$	78,00	0,26	0,33
$OB$	78,00	0,50	0,64
$OC$	77,07	0,35	0,45

Az eredményeket átlagolva az általam adott végleges érték:

$$L\lambda = 77,69 \pm 0,37 \text{ mm}\cdot\text{\AA} \quad (6)$$

b.) Ha tudja, hogy a 200 keV-es elektronok hullámhossza  $0,0251 \text{ \AA}$ , akkor mekkora kamerahossznak felel ez meg? Ez adja az alábbi feladatokhoz a kamera belső kalibrációját.

A három vektorra a következő kamerahosszak adódtak:

Szakasz	$L \text{ (mm)}$	$\Delta L \text{ (mm)}$	$\delta L \text{ (\%)}$
$OA$	3108	10,36	0,33
$OB$	3108	19,92	0,64
$OC$	3071	13,94	0,45

Az eredményeket átlagolva:

$$L\lambda = 3096,66 \pm 14,74 \text{ mm} \quad (7)$$

c.) 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) reciprokrácsvektor hosszára hány millimétert mért, az adott pontot melyik reflexióval azonosította és ebből hogyan (milyen képlettel) milyen kamera állandót ( $\text{mm}\cdot\text{\AA}$  egységekben) és kamera hosszat ( $\text{mm}$  egységekben) kapott, mekkora hibával!

A feladat a.) pontjában leírtak adnak választ erre a kérdésre.

**1.9. Az előző feladat eredményét felhasználva (vektoriálisan helyesen) indexelje be a látott reflexiókat!**

pont	$hkl$	pont	$hkl$
$A$	(200)	$A'$	( $\bar{2}$ 00)
$B$	(020)	$B'$	(0 $\bar{2}$ 0)
$C$	(220)	$C'$	( $\bar{2}$ $\bar{2}$ 0)
$D$	(400)	$D'$	(400)

Indexelt reflexiók.

**1.10.**

**a.) Hány különböző (szimmetria miatt ekvivalens) indexelése lehet az adott Al-reflexióknak?**

A tengelyek megválasztás teljes mértékben önkényes, az egyetlen megkötés, hogy két reciprokrács-vektor összege is reciprokrács legyen. Az eddigiek alapján a  $(hkl)$  indexek szabadon permutálhatók, így bármely az origóhoz közelebb lévő 4 pontot választhatom például (200)-nak, és a jobbkéz-szabályt betartva a többi is indexelhetem, és ezek permutációi is jók (ami egy 3-szoros szorzót jelent), így ezekkel eddig 12 lehetőség van. Viszont eddig nem használtam ki azt, hogy a bázisokat negatívan is megválaszthatom, ami a jobbkéz-szabályt betartva újabb 2-es szorzót hoz be, így összesen 24 lehetőség van.

**b.) Legalább két különböző, ekvivalens indexelést adjon meg.** Három  $(hkl)_n$  ( $n = 1...3$ ) különböző, de ekvivalens indexelést mutatok be:

pont	$(hkl)_1$	$(hkl)_2$	$(hkl)_3$
$A$	(0 $\bar{2}$ 0)	(00 $\bar{2}$ )	( $\bar{2}$ 00)
$B$	( $\bar{2}$ 00)	(020)	(002)
$C$	( $\bar{2}$ 20)	(02 $\bar{2}$ )	( $\bar{2}$ 02)

**1.11. 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 reciprok bázisvektorok definícióját és szorzatainak tulajdonságait!] (A jegyzőkönyvben látni akarom a számok szorzását, hogy hogyan jönnek ki a zónatengely indexei! A végeredmény bármely más indoklással megadása nem elegendő.)**

A zónatengelyről tudjuk, hogy merőleges minden, a diffrakciós képen látható vektorra. Így bármely nem egy egyenesbe eső két vektor vektorszorzataként megkapható. Legyenek ezek a vektorok az  $\vec{A} = (200)$  és a  $\vec{B} = (020)$ .

$$\vec{A} \times \vec{B} = \begin{pmatrix} A_1 \\ A_2 \\ A_3 \end{pmatrix} \times \begin{pmatrix} B_1 \\ B_2 \\ B_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} A_2 B_3 - A_3 B_2 \\ B_3 A_1 - A_3 B_1 \\ A_1 B_2 - A_2 B_1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 2 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \times \begin{pmatrix} 0 \\ 2 \\ 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \cdot 0 - 2 \cdot 0 \\ 0 \cdot 2 - 0 \cdot 0 \\ 2 \cdot 2 - 0 \cdot 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 4 \end{pmatrix} = 4 \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 1 \end{pmatrix}$$

Tehát a zónatengely iránya a (001) vektor. Ugyanakkor, mivel minden reciprokrács merőleges egy valós síkseregére.

**1.12.**

**a.) Az Al-reflexiók fenti mérését kalibrációként használva határozza meg a mért diffrakciós ábrából, 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 felel meg! Határozza meg e mért d-értékek abszolút és relatív hibáját! Miből mekkora hiba származik? Mi a hiba fő forrása?**

A halványabb reflexiókhoz tartozó vektorok ábrán mért hosszai (origótól mért távolságuk):

Szakasz	$R_{hkl}$ (mm)	$\Delta R_{hkl}$ (mm)	$\delta R_{hkl}$ (%)
$Oa$	24	0,5	2,08
$Ob$	27	0,5	1,85
$Oc$	24	0,5	2,08
$Od$	45	0,5	1,11
$Oe$	47	0,5	1,06

A fentiek alapján az egyes vektorokhoz tartozó síksereg-távolságok, valamint hibájuk – ami a kameraállandó szisztematikus hibájából és a távolságmérés pontatlanságából származik – a következő:

$$d_{hkl} = \frac{L\lambda}{R_{hkl}} \quad \delta d_{hkl} = \lambda\delta L + \delta R_{hkl} \quad (8)$$

Ekkor az egyes pontokra kiszámolva a  $d$ -t:

vektor	$d_{hkl}$ (Å)	$\Delta d_{hkl}$ (Å)	$\delta d_{hkl}$ (%)
$\vec{Oa}$	2,98	0,026	0,865
$\vec{Ob}$	2,65	0,022	0,810
$\vec{Oc}$	2,98	0,026	0,865
$\vec{Od}$	1,59	0,012	0,723
$\vec{Oe}$	1,52	0,011	0,712

b.) A DF képek alapján döntse el, hogy tartozhat-e ugyanahhoz a kiváláshoz (krisztallithoz) az összes látott halvány reflexió, vagy több, különböző orientációjú krisztallit járulékaként értelmezhető csak a mért ábra? A DF képek alapján legalább 2 kiváláshoz tartoznak a diffrakciós foltok, ez onnan látható, hogy vannak 90°-ban elfordult alakzatok.

**1.13. 1.Állapítsuk meg, hogy ha a halvány reflexiók a tetragonális ( $a = 4,077$  Å és  $c = 5,81$  Å rácsparaméterekkel jellemzett) fázistól származnak, akkor azok melyik típusú reflexiónak felelnek meg! Számolásához használja a tetragonális fázis síksereg-távolságaira érvényes:**

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

a.) A jegyzőkönyvben látni akarom a táblázatosan a számolt  $d$ -érték adatokat az összes (értelmesen választható, háromnál nem nagyobb) indexre.

A táblázatban összefoglalt összes értelmes index. Megjegyzem, hogy ha már előfordult egy eredmény, akkor más index esetén ugyan olyan eredményt adó következő indexek már nem tüntetem fel, mint például az (122) és (212) közül csak az első írok le. A kiértékeléshez elegendő lenne, ha csak a 2 Å-nél nem nagyobb értékeket hagynánk meg. Így a táblázat eléggé össze-vissza volna, ezért csak az alsóbb értékeket törölöm ki.

$(hkl)$	$d_{hkl}$ (Å)	$(hkl)$	$d_{hkl}$ (Å)	$(hkl)$	$d_{hkl}$ (Å)
(010)	4,08	(001)	5,81	(111)	2,58
(020)	2,04	(002)	2,91	(112)	1,74
(030)	1,36	(003)	1,94	(113)	2,05
(100)	4,08	(010)	4,08	(121)	1,54
(110)	2,88	(011)	3,34	(122)	1,26
(120)	1,82	(012)	2,37	(123)	1,61
(130)	1,29	(013)	1,75	(131)	1,07
(200)	2,04	(020)	2,04	(132)	1,33
(210)	1,82	(021)	1,92	(133)	1,18

b.) Táblázatosan jelölje meg, hogy melyik mért diffrakciós pont származhatott ebből a fázisból? A válaszhoz használja a fenti hibaanalízisét!

A megjelenő reflexiókat kivastagítással jelöltem a táblázatban.

- 1.14. Ellenőrizze, hogy ha ugyanezen reflexiók nem a fenti (metastabil)  $\theta'$ , hanem az egyensúlyi tetragonális  $\theta$  fázistól ( $a = 6,065 \text{ \AA}$  és  $c = 4,873 \text{ \AA}$ ) származnak, akkor azok melyik típusú reflexióknak felelnek meg. Itt is kérem a számolt adatok táblázatát! Eldönthető-e (a mért  $d$ -értékek pontosságának ismeretében) a mért diffrakcióból, hogy  $\theta$ , vagy  $\theta'$  fázist láttuk-e, esetleg mindkettőt (ez jelzi, hogy az öregedés során mennyire közeledett a minta az egyensúlyi állapothoz)?

$(hkl)$	$d_{hkl} (\text{\AA})$	$(hkl)$	$d_{hkl} (\text{\AA})$	$(hkl)$	$d_{hkl} (\text{\AA})$
(010)	6,07	(001)	4,87	(111)	3,22
(020)	3,03	(002)	2,44	(112)	2,37
(030)	2,02	(003)	1,62	(113)	2,12
(100)	6,07	(010)	6,07	(121)	1,81
(110)	4,29	(011)	3,80	(122)	1,78
(120)	2,71	(012)	2,26	(123)	1,52
(130)	1,92	(013)	1,57	(131)	1,24
(200)	3,03	(020)	3,03	(132)	1,39
(210)	2,71	(021)	2,57	(133)	1,51
(220)	2,14	(022)	1,90	(221)	1,96
(230)	1,68	(023)	1,43	(222)	1,61
(300)	2,02	(030)	2,02	(223)	1,59
(310)	1,92	(031)	1,87	(231)	1,17

Jól látható, hogy egyetlen reflexiót sem lehet észlelni ebből a fázisból. A mért diffrakciók alapján az derül ki, hogy csak a  $\theta'$  fázis nyomait látjuk. Azaz a minta nincs túlóregítve.

#### 1.15.

- a.) Gyakorlaton mért mintákról készült felvételekkel illusztrálva mutassa be, hogy milyen alakúak a vizsgált mintában talált  $\theta'$ , (vagy  $\theta$ ) kiválások.

A DF képek alapján látható, hogy a kiválások két egymásra merőleges irányból nézve pálcika formájúnak látszanak, így arra lehet következtetni, hogy a kiválások téglalapok.

- b.) A diffrakciós ábra fenti kiértékelését felhasználva határozza meg a kiválás és a mátrix relatív orientációját! [Segítség: A diffrakciós ábrán hogyan jelennek meg az egymással párhuzamos (ám eltérő síksereg távolságú) síkseregek?] (A diffrakciós ábrára támaszkodva adja meg, hogy a mátrix melyik síkserege a kiválás melyik síkseregével párhuzamos! Legalább két ilyen, eltérő orientációjú síksereg-párt adjon meg Miller indexeik típusával!)

A diffrakciós képen az egymással párhuzamos, eltérő síktávolságú síkseregek egy egyenesre illeszkednek. Tekintsük a diffrakciós felvételen  $\overline{OD}$  egyenest. Erre sok halvány elhajlási pont illeszkedik, például a  $\theta$  fázis (200) reflexiójához tartozó pontra. Ha a távolságokat vonalzóval lemérjük, azt kapjuk, hogy az  $\overline{OD}$  egyenes az  $\overline{OC}$  vektorral kb.  $56^\circ$ -ot zár be, azaz ennyi a minta (200) és a kiválás (220) Miller-indexekkel jellemezhető síkseregeinek normálisa által bezárt szög.

Határozzuk meg egy másik síksereg orientációját is! A felvételen észrevehető, hogy az origó, az  $A'$  és a  $D'$  pontok egy egyenesbe esnek, azaz a minta ( $\bar{2}20$ ) síkjai és a kiválás ( $\bar{4}00$ ) síkjai ugyanolyan orientációjúak.



## Csatolmány

- 2 oldal feladatlap
- 1 oldal SAED fotó, száma: 2009/16
- 1 oldal DF1 és DF2 ábrákkal

## Irodalomjegyzék

[1.] Lábár János: Transzmissziós elektronmikroszkópia - mérés leírás,  
<http://szft.elte.hu/oktat/szlab/meresleirasok/TEM.pdf>.

.....  
Barta Dániel