Transzmissziós elektronmikroszkópia

laborjegyzőkönyv

A mérést végezték:	Kondor Dániel, Széchenyi Gábor
A jegyzőkönyvet írta:	Kondor Dániel
Laborvezető:	Lábár János
A mérés dátuma:	2009. 11. 04.
A beadás dátuma:	2009. 11. 24.

1. A mérés menete

A mérés során felvételeket készítettünk, egy mintáról, amiben aluminium-oxid (Al_2O_3) hordozóra gallium-nitrid (GaN) réteg volt növesztve. A minta két, egymással szembefordított ilyen tartományból állt, ezekről készítettünk SAED felételt (az 51-es felvételen az első tartomány látható, a hordozó és a réteg határán, az 52-es képen a második tartomány). Ezek után mindkét tartományban készítettünk diffrakciós felvételt a hordozóról és a rétegről külön is és együtt is, ezekből az hordozónak és a rétegnek az egymáshoz képesti orientációja meghatározható. A diffraktogrammokat az anyagokról rendelkezésre álló táblázatok segítségével értékeltük ki (amik tartalmazzák a különböző Miller-indexeket és a hozzájuk tartozó síktávolságokat). A felvételeket emailben kaptuk meg, azokat kinyomtattuk (a képek eredeti felbontása a fájlban tárolt információk szerint 300 dpi, a diffraktogrammokat a könnyebb mérések kedvéért 150 dpi felbontással nyomtattam ki, ami kétszeres nagyításnak felel meg).

A képen mért távolság és a reflektáló síkok távolsága között az $r = K/d$ összefüggés áll fenn, ahol K az effektív kamerahossz: $K = N\lambda L$, ahol N a nagyítás, λ az elektronok hullámhossza és L a kamera távolság. K értékét a kiértékelés előtt a legnagyobb d-hez tartozó diffrakció megkeresésével becsültem meg. A laborvezető felhívta a figyelmünket arra, hogy a képeken tiltott diffrakciók is megjelennek, a többszörös szórások következtében, így a legnagyobb d az aluminium-oxid (001) Miller-indexű diffrakciójához tartozik, erre $d = 0,518\,\mathrm{nm}$. Ehhez tartozik a képeken mérhető legkisebb távolság, ami az 56. képen található O és A_1 pontok között van, itt $r = 0,825\,\mathrm{cm}$.

A távolságot – ahol lehetett – az origó két oldalán szimmetrikusan elhelyezkedő pont távolságának felezésével mértem, így pontosabb értéket kaphatunk. A távolságmérés hibája $0,05\,\mathrm{cm}$ körül van (a leolvasási hiba $0,05\,\mathrm{cm}$, két szemközti ponttal mérve ez feleződik, ehhez viszont hozzáadódik a pontok elmosódottságából adódó bizonytalanság is, nem lehet teljesen pontosan megmondani, hogy hol van egy pont széle vagy közepe). Az effektív kamerahossz becsült értéke az előzőekből: $K = 0,42735 \pm 0,025\,\mathrm{cm} \cdot \mathrm{nm}$.

2. A diffraktogrammok indexelése

Elsőnek az 52. képet indexeltem, amire az első tartományban levő gallium-nitrid réteg diffrakcióját vettük fel, az eredmény az 1. táblázatban látható, a d értékeket az effektív kamerahosszra előzőleg adott becslés alapján számoltam. Ezzel az indexelés elvégezhető, ami után a becslésünket pontosítani lehet, felhasználva az $r = K/d$ összefüggést. Ha jó az indexelés, akkor a mért r értékeket $1/d$ függvényében ábrázolva egyenest kapunk, az egyenes meredeksége pedig a K effektív kamerahossz. Az illesztett egyenes: $r = K/d + b$, a paraméterek: $K = 0,432 \pm 0,005\,\mathrm{cm} \cdot \mathrm{nm}$ és $b = 0,03 \pm 0,04\,\mathrm{cm}$ (a tengelymetszet hibahatáron belül 0, ami el is várható). Az egyenes az 1. ábrán látható, az illeszkedés elég jó (az eltérések a mérési hiba nagyságrendjébe esnek), a továbbiakban az így meghatározott effektív kamerahossz értékkel számoltam.

A zónatengelyt a 3 indexes formában két tetszőleges pont vektoriális szorzataként kaphatjuk. A 4 indexes zónatengelyt a 3 indexesből a következő összefüggéssel kapjuk (a vesszős koordináták a 3 indexes, a vesszőtlenek a 4 indexes vektor koordinátái):

$$u = \frac{1}{3}(2u' - v') \qquad v = \frac{1}{3}(2v' - u') \qquad t = -\frac{1}{3}(u' + v') \qquad w = w'$$

Ebben az esetben (például az A_1 és C_4 pontokat használva) a zónatengely iránya hármas jelöléssel $[-1\,1\,0]$ (kihasználva, hogy ez csak egy irány, így az azt jelölő vektor egy tetszőleges skalárral megszorozható), négyes jelöléssel $[-1\,1\,0\,0]$.

a pont jele	4-es index	3-as index	r [cm]	d [nm]
A_1	$0\,0\,0\,2$	$0\,0\,2$	$1,7$	$0,2514$
C_4	$1\,1\,\overline{2}\,0$	$1\,1\,0$	$2,75$	$0,1554$
C_3	$1\,1\,\overline{2}\,2$	$1\,1\,2$	$3,2$	$0,1335$
C_5	$1\,1\,\overline{2}\,\overline{2}$	$1\,1\,\overline{2}$	$3,25$	$0,1315$
A_2	$0\,0\,0\,4$	$0\,0\,4$	$3,325$	$0,1285$
C_2	$1\,1\,\overline{2}\,4$	$1\,1\,4$	$4,325$	$0,099$
C_6	$1\,1\,\overline{2}\,\overline{4}$	$1\,1\,\overline{4}$	$4,35$	$0,0982$
A_3	$0\,0\,0\,6$	$0\,0\,6$	$5,025$	$0,085$

1. táblázat. Az 52. felvétel indexelése

Ezután az 53. képet indexeltem, amin az aluminiumoxid hordozó diffrakciós képe látható az első tartományban. Az előzőekben pontosított effektív kamerhosszal az indexelés könnyen elvégezhető, az eredmény a 2. táblázatban van összefoglalva. A zónatengely iránya (az F_3 és D_2 pontokból számolva) hármas jelöléssel $[1\,0\,0]$, négyes jelöléssel $[2\,-1\,-1\,0]$.

a pont jele	4-es index	3-as index	r [cm]	d [nm]
F_3	$0\,1\,\overline{1}\,2$	$0\,1\,2$	$1,25$	$0,3456$
D_2	$0\,\overline{1}\,1\,4$	$0\,\overline{1}\,4$	$1,7$	$0,2541$
F_2	$0\,0\,0\,6$	$0\,0\,6$	$1,975$	$0,2187$
F_4	$0\,2\,\overline{2}\,\overline{2}$	$0\,2\,\overline{2}$	$2,2$	$0,1964$
H_2	$0\,2\,\overline{2}\,4$	$0\,2\,4$	$2,475$	$0,1745$
H_1	$0\,1\,\overline{1}\,8$	$0\,1\,8$	$2,875$	$0,1503$
H_3	$0\,3\,\overline{3}\,0$	$0\,3\,0$	$3,175$	$0,136$
D_1	$0\,\overline{2}\,2\,8$	$0\,\overline{2}\,8$	$3,4$	$0,127$
F_1	$0\,\overline{1}\,1\,10$	$0\,\overline{1}\,10$	$3,5$	$0,1234$
F_5	$0\,3\,\overline{3}\,\overline{6}$	$0\,3\,\overline{6}$	$3,75$	$0,1152$

2. táblázat. Az 53. felvétel indexelése

Az 56. képen a gallium-nitrid réteg diffrakciója látható, a második tartományban, az indexelés eredményét a 3. táblázat tartalmazza. A zónatengely iránya (az A_1 és a C_3 pontokból számítva) hármas jelölésben $[0\,1\,0]$, négyes jelölésben $[-1\,2\,-1\,0]$.

Az 57. képen az aluminium-oxid hordozó diffrakciója látható, a második tartományban, az indexelés eredménye a 4. táblázatban látható. A zónatengely iránya (az F_3 és G_3 pontokból számolva) hármas jelölésben $[-1\,1\,0]$, négyes jelölésben $[-1\,1\,0\,0]$.

a pont jele	4-es index	3-as index	r [cm]	d [nm]
A_1	$0\,0\,0\,1$	$0\,0\,1$	$0,825$	$0,5236$
C_3	$1\,0\,\overline{1}\,0$	$1\,0\,0$	$1,55$	$0,2787$
A_3	$0\,0\,0\,2$	$0\,0\,2$	$1,675$	$0,2579$
C_4	$1\,0\,\overline{1}\,\overline{1}$	$1\,0\,\overline{1}$	$1,775$	$0,2434$
C_2	$1\,0\,\overline{1}\,1$	$1\,0\,1$	$1,8$	$0,24$
C_1	$1\,0\,\overline{1}\,2$	$1\,0\,2$	$2,3$	$0,1878$
C_5	$1\,0\,\overline{1}\,\overline{2}$	$1\,0\,\overline{2}$	$2,3$	$0,1878$
A_5	$0\,0\,0\,3$	$0\,0\,3$	$2,5$	$0,1728$
E_2	$2\,0\,\overline{2}\,0$	$2\,0\,0$	$3,15$	$0,1371$
E_1	$2\,0\,\overline{2}\,1$	$2\,0\,1$	$3,275$	$0,1319$
E_3	$2\,0\,\overline{2}\,\overline{1}$	$2\,0\,\overline{1}$	$3,275$	$0,1319$

3. táblázat. Az 56. felvétel indexelése

a pont jele	4-es index	3-as index	r [cm]	d [nm]
F_3	$0\,0\,0\,3$	$0\,0\,3$	$0,95$	$0,4547$
G_3	$1\,1\,\overline{2}\,0$	$1\,1\,0$	$1,825$	$0,2367$
F_2	$0\,0\,0\,6$	$0\,0\,6$	2	$0,216$
G_2	$1\,1\,\overline{2}\,3$	$1\,1\,3$	$2,1$	$0,2057$
G_4	$1\,1\,\overline{2}\,\overline{3}$	$1\,1\,\overline{3}$	$2,1$	$0,2057$
G_1	$1\,1\,\overline{2}\,6$	$1\,1\,6$	$2,7$	$0,16$
F_1	$0\,0\,0\,9$	$0\,0\,9$	3	$0,144$
I_3	$2\,2\,\overline{4}\,0$	$2\,2\,0$	$3,6$	$0,12$
I_2	$2\,2\,\overline{4}\,3$	$2\,2\,3$	$3,75$	$0,1152$

4. táblázat. Az 57. felvétel indexelése

3. Az irányítottság meghatározása

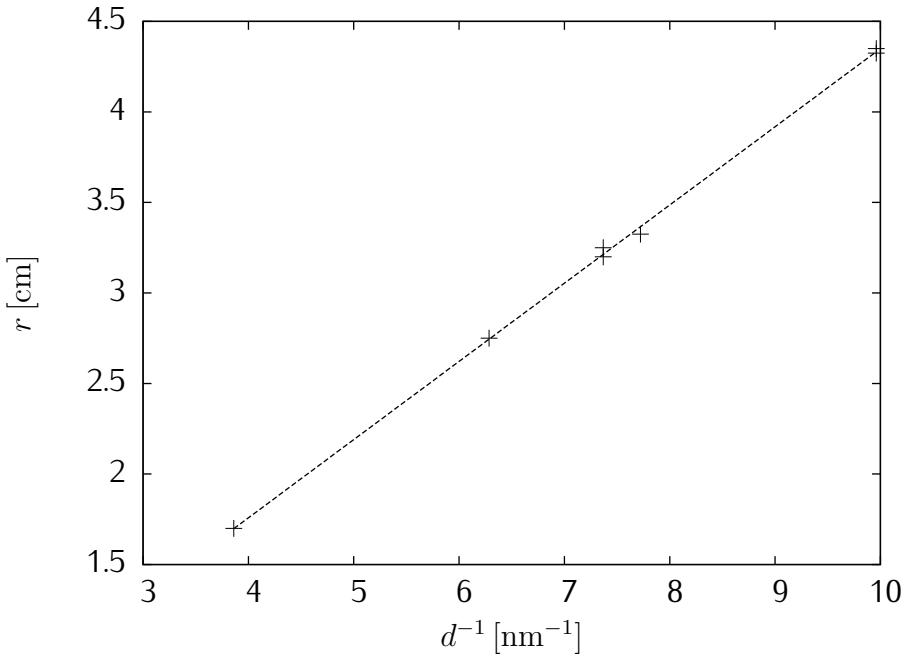
Az 54. és az 58. képre egyszerre vettük fel a réteg és a hordozó diffrakciós képét (a mintából egy olyan tartományt kiválasztva, amiben mindkettő szerepelt), így ezek alapján megállapítható a két kristály egymáshoz képesti orientációja. (Megjegyzés: az 58. képből kettőt nyomtattam, az eredeti mellett egy olyat is, amin a kontraszton megpróbáltam javítani, így egy kicsit könnyebben voltak azonosíthatóak a pontok) A képeken azonosítottam külön a réteghez és a hordozóhoz tartozó pontokat, és egy egyenesbe eső pontokat kerestem, amikből megállapítható, hogy a hozzájuk tartozó síkok normálisa (a diffrakciós vektorok) párhuzamosak.

Az 54. ábra alapján az első tartományban a hordozó $(0\,0\,1)$ iránya párhuzamos a réteg $(0\,0\,1)$ irányával (azaz a z-tengelyek párhuzamosak) és a hordozó $(0\,1\,2)$ iránya párhuzamos a réteg $(1\,1\,2)$ irányával.

Az 58. ábra alapján a második tartományban a hordozó $(0\,0\,1)$ iránya párhuzamos a réteg $(0\,0\,1)$ irányával (a z-tengelyek itt is párhuzamosak) és a hordozó $(1\,0\,0)$ iránya párhuzamos a réteg $(1\,1\,0)$ irányával.

4. A kamerahossz meghatározása

Az effektív kamerahossz: $K = N\lambda L = 0,432 \pm 0,005\,\mathrm{cm}\cdot\mathrm{nm}$, ahol L a kamerahossz, $N = 2$ a nyomtatott kép nagyítása az eredetihez képest, és $\lambda = 2,508 \cdot 10^{-12}\,\mathrm{m}$ az elektronok hullámhossza (a felvételeket $200\,\mathrm{keV}$-es monoenergiás nyalábbal készítettük). Ebből a kamerahossz: $L = 86 \pm 1\,\mathrm{cm}$.



1. ábra. Az effektív kamerahossz illesztése