

Mikroszerkezeti vizsgálatok

Dr. Szabó Péter János

BME Anyagtudomány és Technológia Tanszék

463-3252

szabo.peter.janos@gpk.bme.hu

www.att.bme.hu

Tematika

- Bevezetés
- Kristálytan, reciprok-rács, diffrakció
- Röntgendiffrakció
- A transzmissziós elektronmikroszkóp (TEM) felépítése, alapvető képalkotási módok
- Elektrondiffrakció a TEM-ben, diffrakciós képek értelmezése
- Kristályhibák leképezése a TEM-ben
- Mintaelőkészítés
- Elektron-anyag kölcsönhatás
- Pásztázó elektronmikroszkóp (SEM) felépítése, működése
- Elektronsugaras mikroanalízis (EDS, WDS)
- Atomierő-mikroszkóp, konfokális mikroszkóp
- Speciális SEM-technikák (kisfeszültségű mikroszkópia, környezetszimuláló elektronmikroszkóp, félvezetők és mágnesek vizsgálata)
- A digitális képfeldolgozás alapjai

Laborok páros hetente vannak H12-14 között. A feladatokat párokban fogják elvégezni, 60-90 perc alatt, tempótól függően.

Feladat típusok: szövetszerkezet felismerés, szabványos mérések mikroszkóppal (hibafelismerés, hegsztési kötések), kerámiák mintaelőkészítése és vizsgálata

Helyszínek:

2. hét: Metallográfia labor

4. hét: Metallográfia labor

6. hét: Metallográfia labor

8. hét: Tanszéki Struers labor

10. hét: *Laborlátogatás (külső helyszín)*

12. hét: *Laborlátogatás (külső helyszín)*

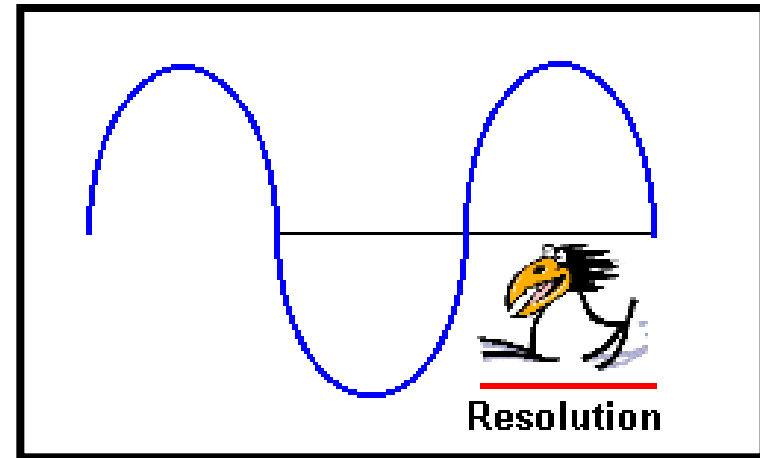
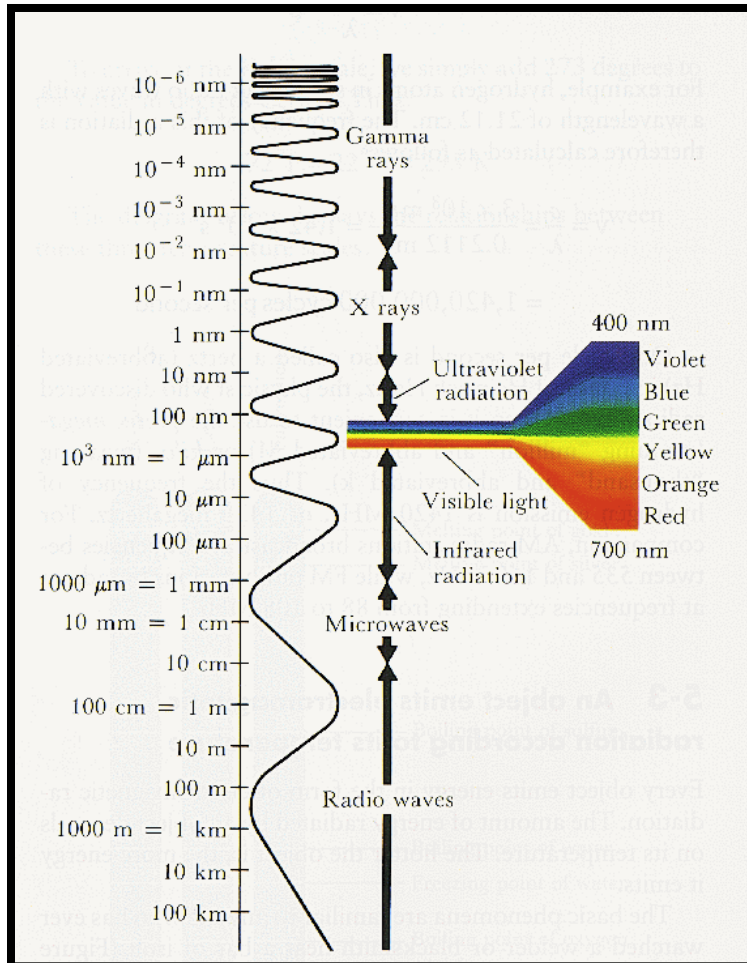
Szerkezetvizsgálat szintjei:

- Atomi elrendeződés vizsgálata (*röntgendiffrakció, transzmissziós elektronmikroszkóp, atomerő-mikroszkóp*)
- Mikroszerkezet vizsgálata (*pásztázó elektronmikroszkóp, röntgenspektroszkópia*)
- Makroszerkezet vizsgálata (*klasszikus metallográfia – „materialográfia”*)

Kölcsönhatások, amelyeket a vizsgálatokhoz használunk:

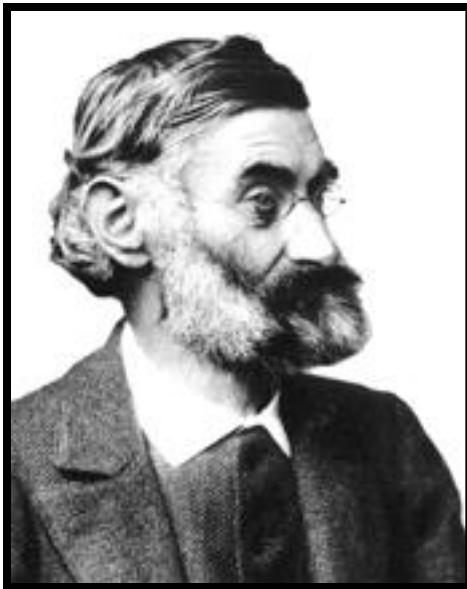
- Elektromágneses sugárzás és anyag kölcsönhatása
 - kontraszthatások
 - diffrakció
- Elektron (részecske és hullám) és anyag kölcsönhatása
 - kontraszthatások
 - diffrakció
 - másodlagos hatások (elektronok és fotonok keltése)
- Atomok közötti vonzó és taszító hatások

Elektromágneses sugárzás



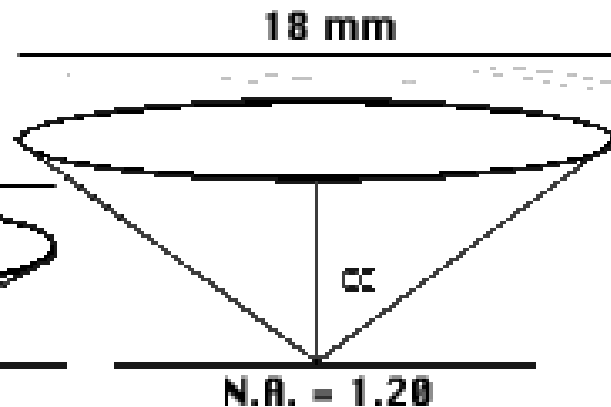
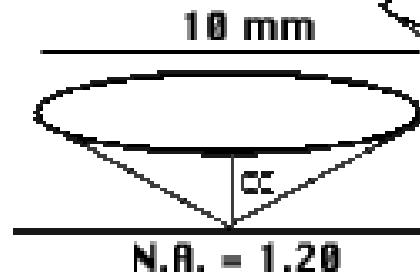
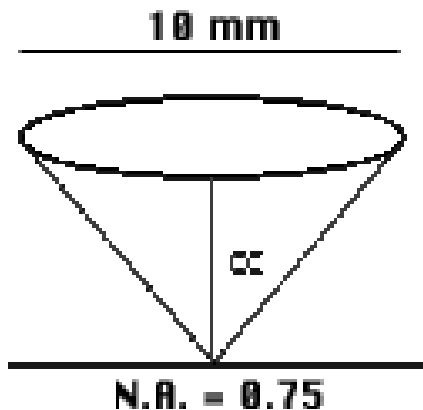
$$\text{Felbontóképesség} \cong \lambda / 2$$

Felbontóképesség fény esetén



Ernst Abbe
1840 - 1905

$$d = \frac{\lambda}{2n \cdot \sin \alpha}$$

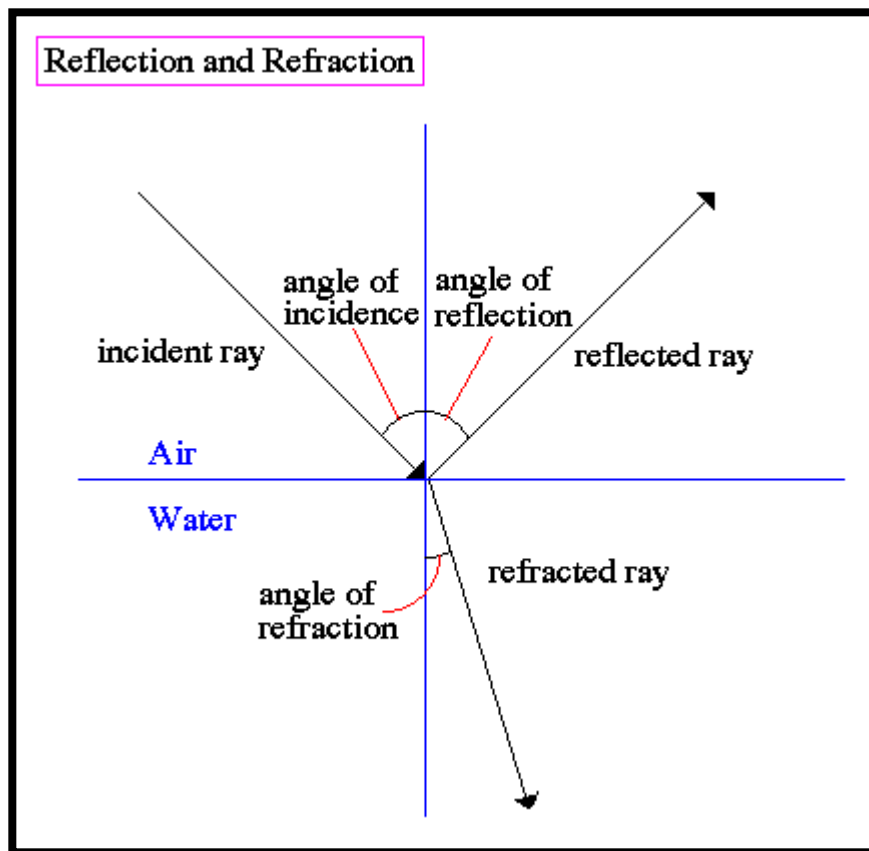


Legjobb felbontás

- Airy-féle elhajlási szabály alapján:

$$d_{\min} = \frac{0.61 \cdot \lambda}{n \cdot \sin \alpha}$$

Törésmutató (n)



A törésmutató a határ két oldalán lévő közeg sűrűségétől függ.

Az elektronmikroszkópban vákuum van, vagyis a törésmutató értéke $n=1$

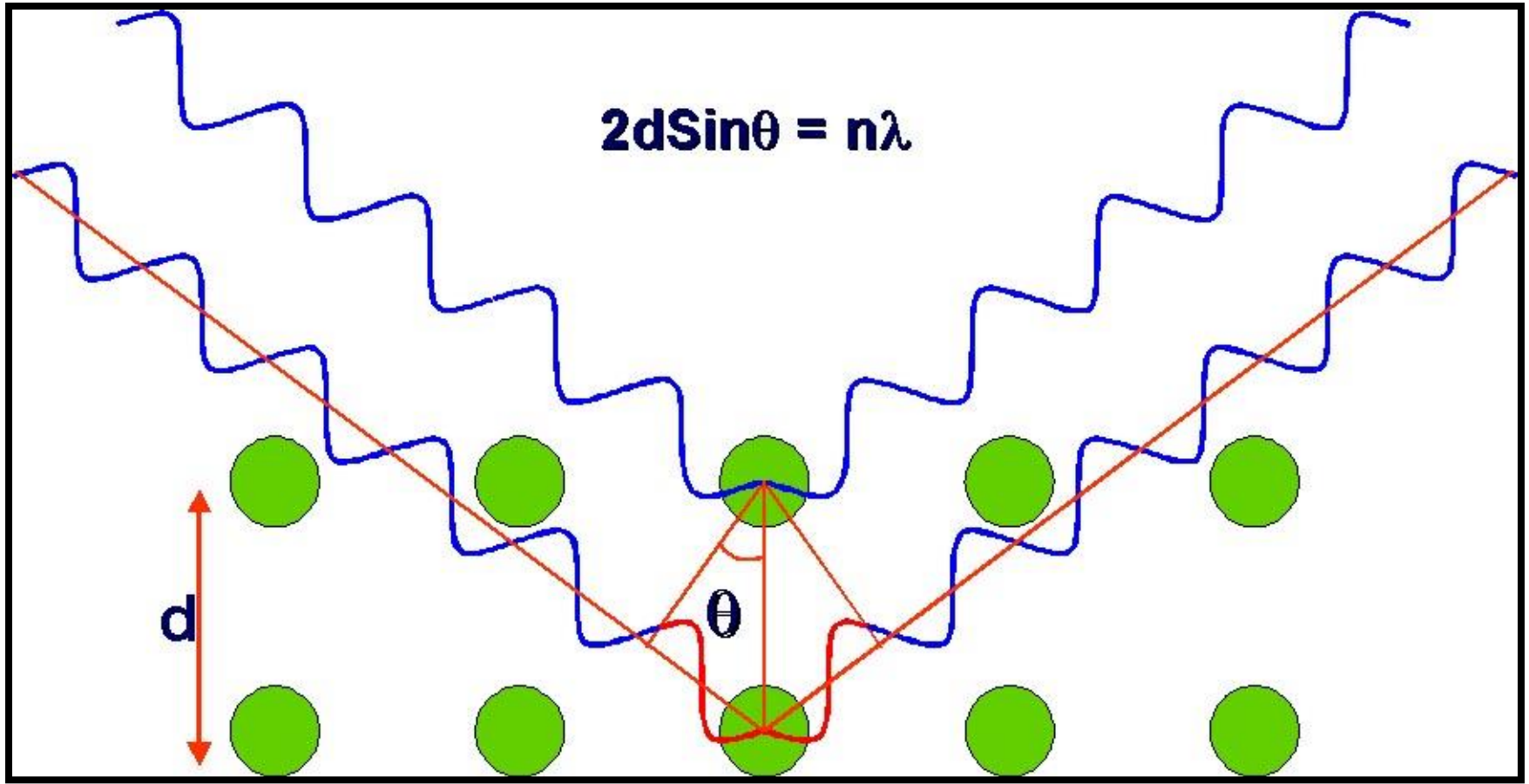
Felbontókéesség javítása fénymikroszkópnál

- Objektívlencse nyílásszögének (α) növelése (nagyobb lencse – nagyobb mértékű torzítás)
- Törésmutató értékének növelése (nehézkés, $n_{max}=1.6$)
- Megvilágító hullám hullámhosszának csökkentése (miért nincs röntgenmikroszkóp?)

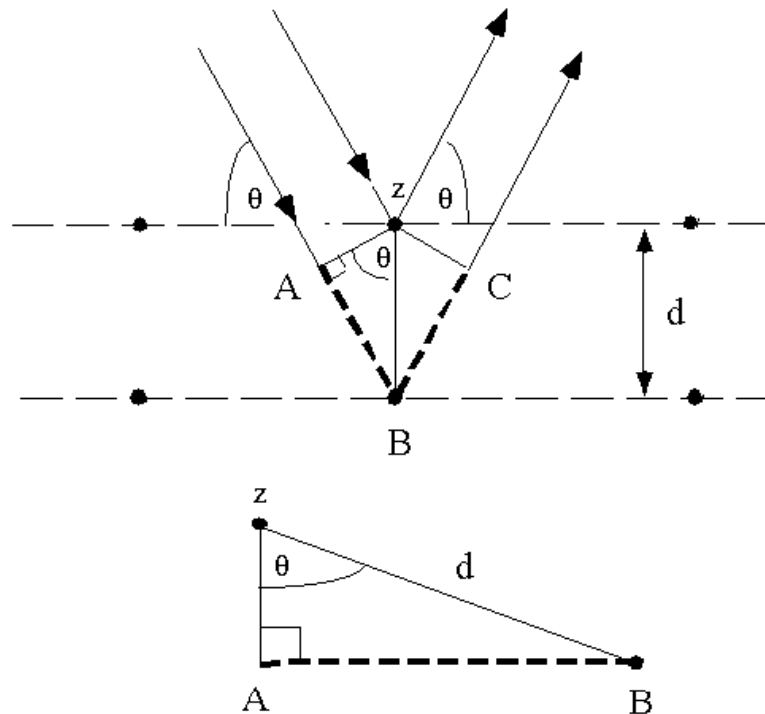
Röntgendiffrakció:

A röntgensugárzás hullámhossza és a kristályos anyagok rácssíktávolsága egy nagyságrendbe esik → diffrakció (elhajlás következik be).

A jelenség fizikai alapja



Bragg-egyenlet



$$n\lambda = 2d \sin \Theta$$

Röntgendiffrakciós technikák:

- Laue-módszer
- Debye-Scherrer módszer
- Diffraktométer
- Image plate

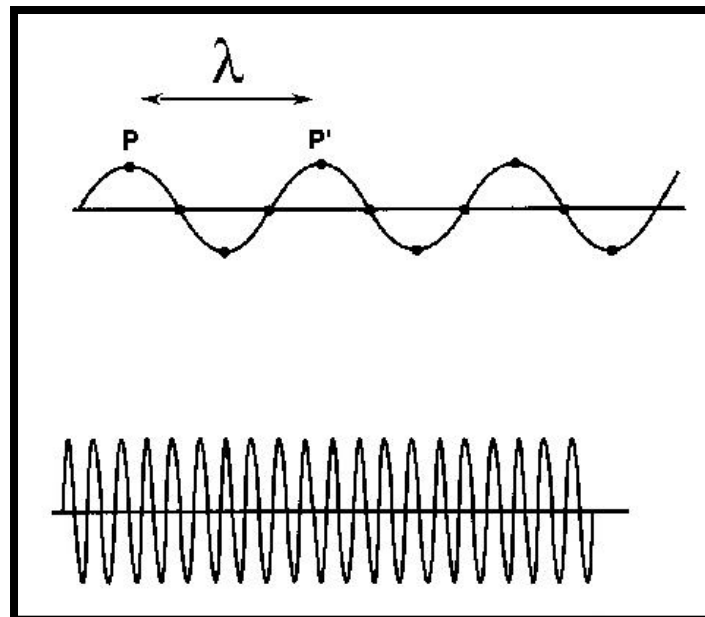
A vizsgálat eredménye:

- Kristályorientáció meghatározása
- Fázisanalízis
- Maradófeszültség meghatározás
- Kristályhibák típusainak és mennyiségének meghatározása

Elektronmikroszkópnál



Louis de Broglie



$$\lambda = \frac{h}{mv}$$

Transzmissziós elektronmikroszkópnál

- Elektromágneses hullám helyett elektronhullám
- $\lambda_{\text{fény}} \cong 360-720 \text{ nm}$, $\lambda_{\text{el.hullám}} \cong 1-5 \text{ pm}$
- Elektronhullám: tömeggel és töltéssel rendelkező részecskék áramlása
- 100 keV elektronenergiánál $\lambda = 3,89 \text{ pm}$,
elvi felbontóképesség $d = 1,95 \text{ pm} \rightarrow$
atomos felbontás!

Transzmissziós elektronmikroszkóp



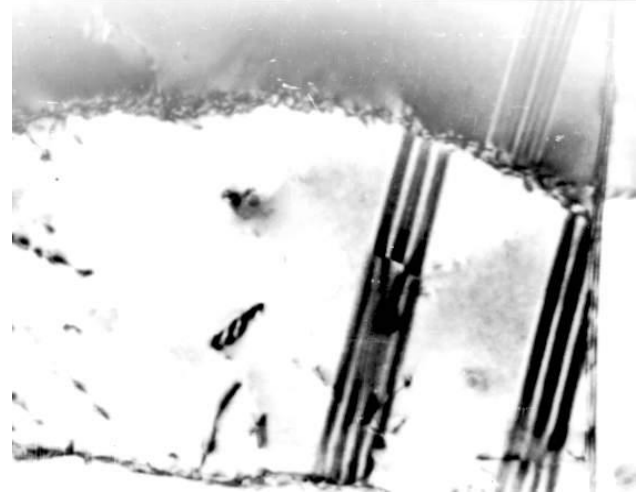
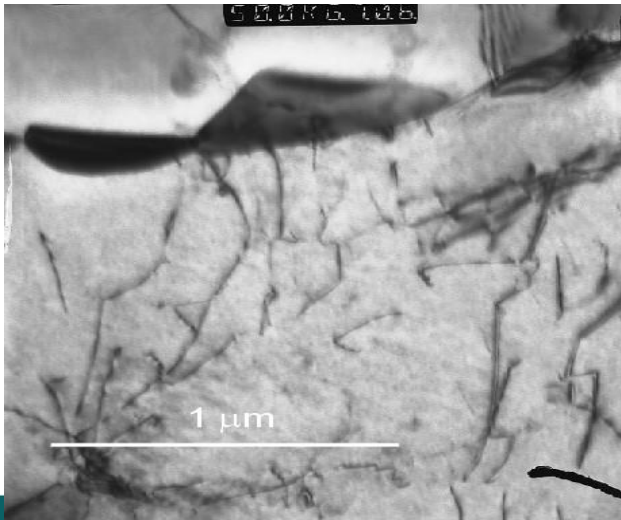
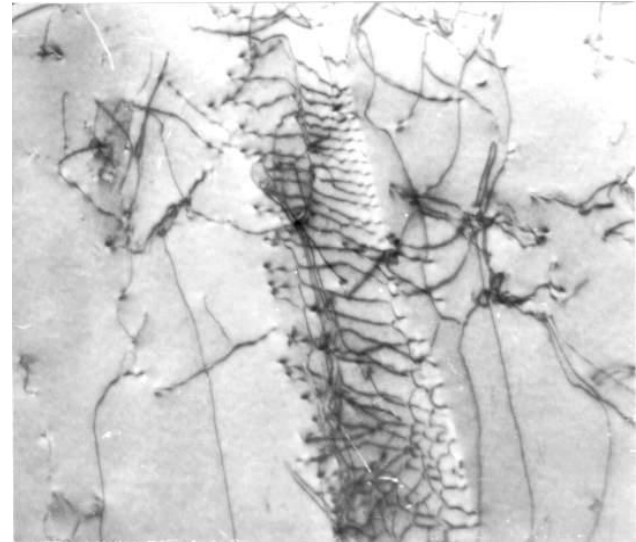
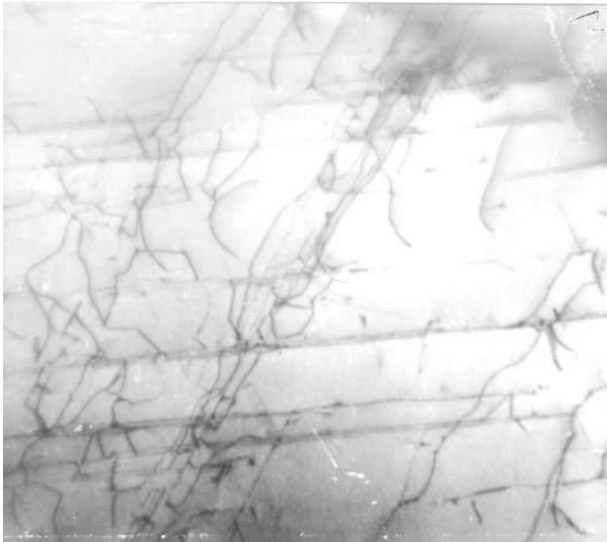
Transzmissziós elektronmikroszkóp

- vékony (néhányszor 10 nm) minták vizsgálata
- felbontóképesség: jobb, mint 0.1 nm
- kettős felhasználás:
 - nagy felbontású képek készítése
 - elektrondiffrakció

TEM képek



Diszlokációs szerkezet



TEM képek

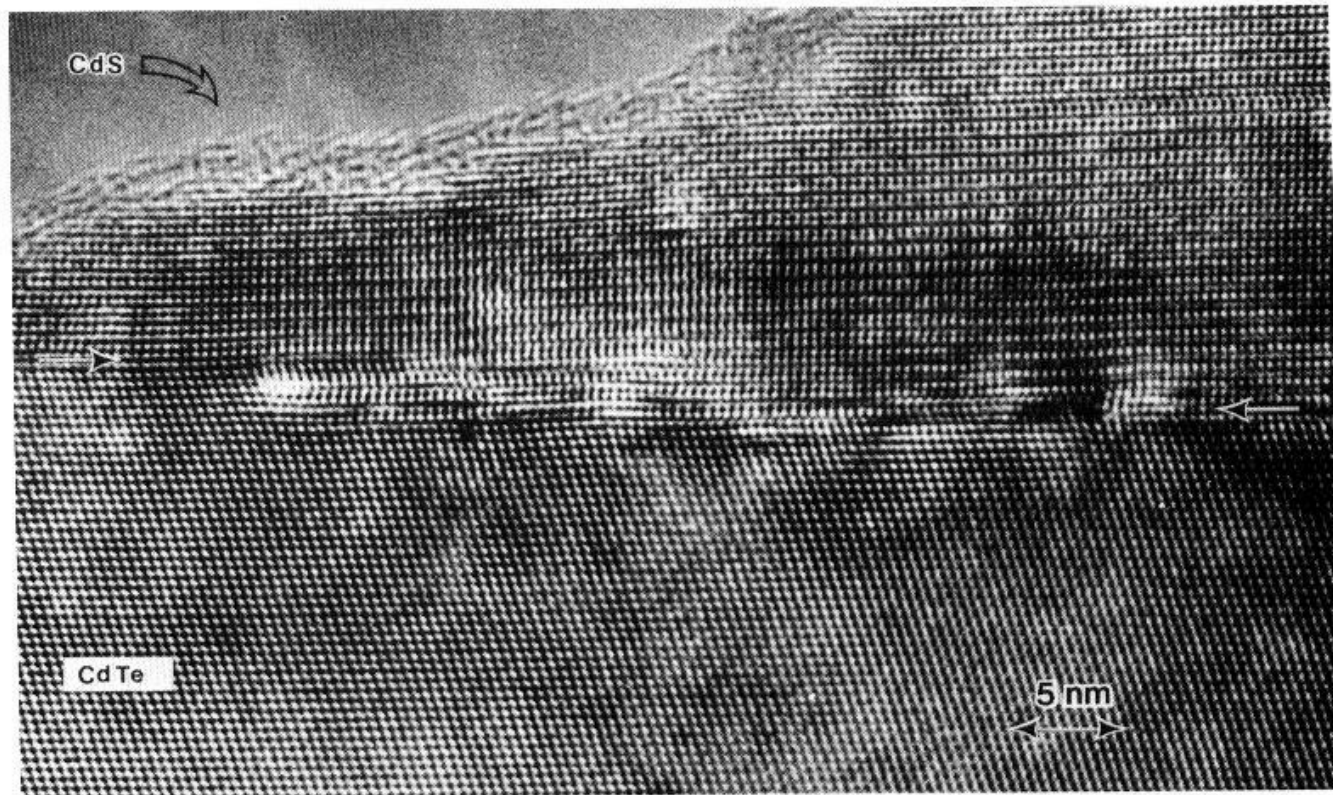
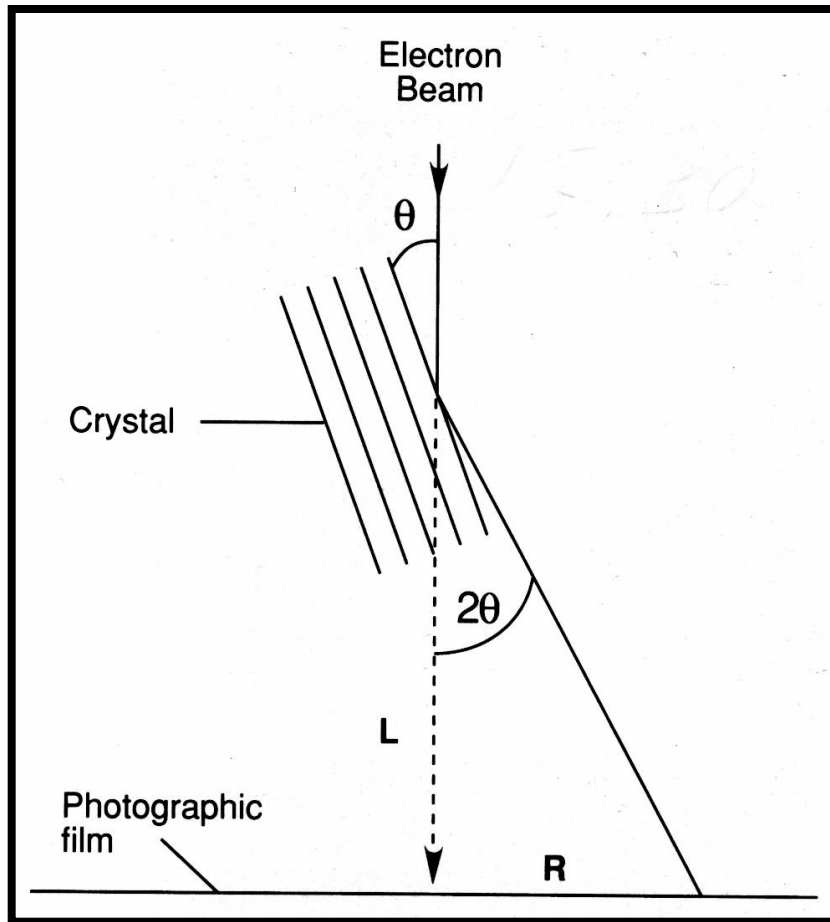


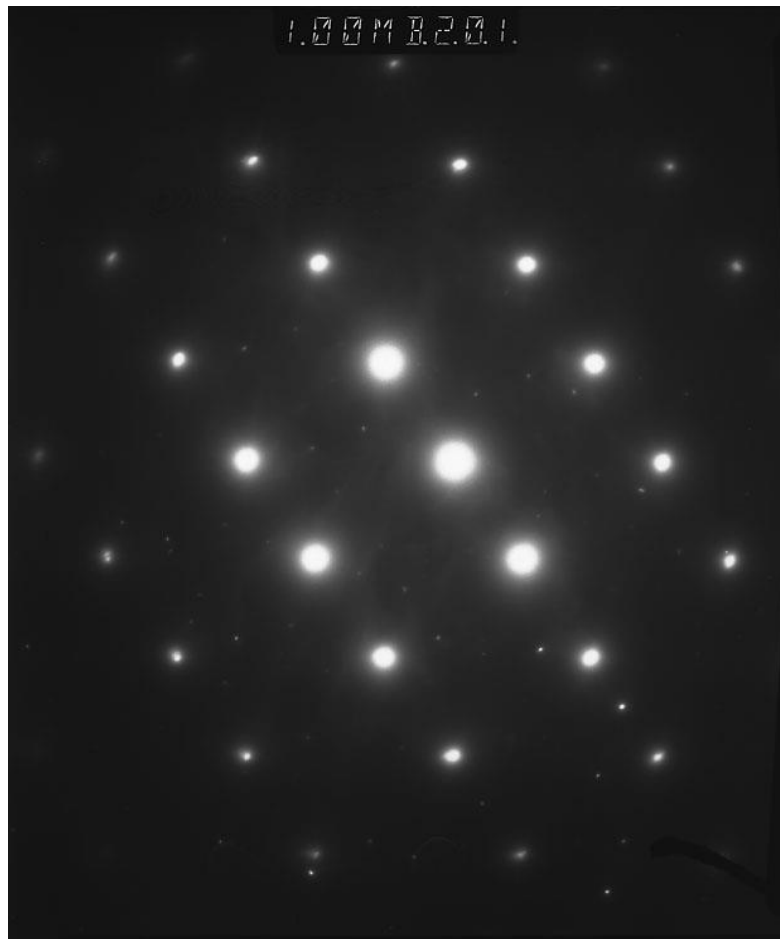
Figure 7.3 Direct lattice resolution micrograph of the interface between CdS and CdTe showing non-uniformity and interface structure (Courtesy R. Sinclair and T. Yamashita)

Elektrondiffrakció



Egy megfelelő szög alatt beeső elektronnyaláb a mintán elhajlást (diffrakciót) szenved. A diffraktált nyaláb helyzetéből a minta kristályszerkezetére következtethetünk.

Elektron diffrakciós kép



Transzmissziós elektronmikroszkóp

- A megvilágító elektronnyaláb átmérője lefedi az egész vizsgálandó mintatartományt
- SA – Selected Area: a nyalábátmérő leszűkítésével a vizsgált terület nagysága is szűkíthető – egy szemcsén belüli vizsgálatok

Pásztázó elektronmikroszkóp

- Scanning Electron Microscope (SEM)
- Jól fókuszált (0.5-50 nm) elektronnyaláb
- Szinkronizált pásztázás a minta felületén és a képkötő egységen (monitoron)
- Képkötés: a minta felületéről kilépő válaszjelek intenzitásával moduláljuk a monitor képpontjainak fényességét

Válaszjelek

- Visszaszórt elektronok
- Szekunder elektronok
- Karakterisztikus röntgensugárzás
- Fény
- Hő
- Mintaáram

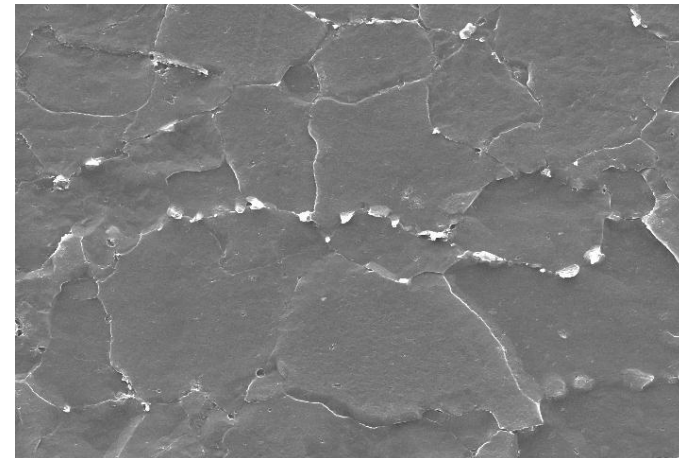
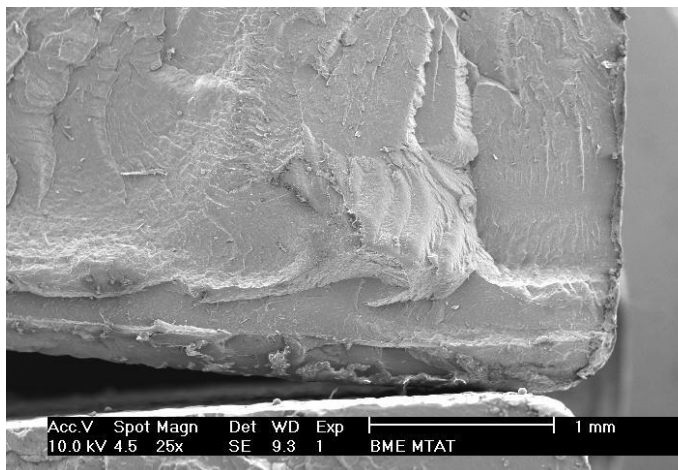
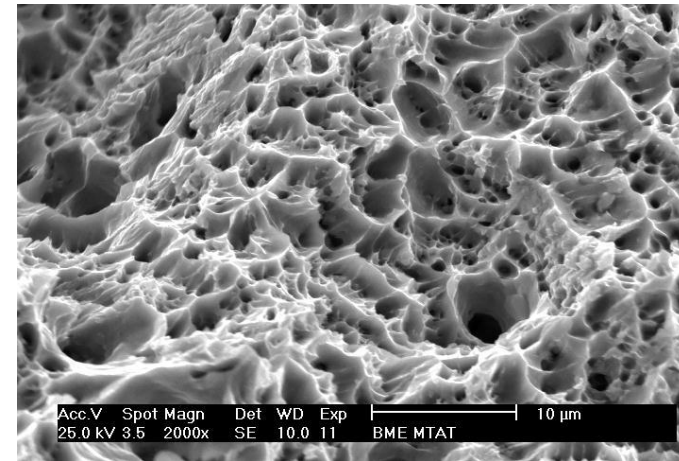
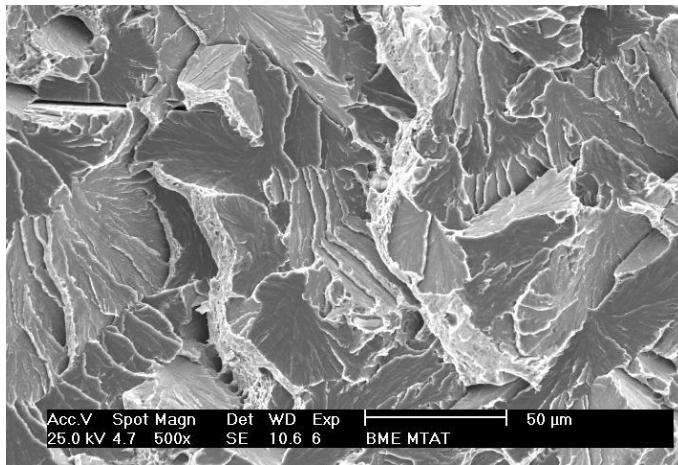
SEM tulajdonságai

- tömbi anyagok vizsgálata
- csak elektromosan vezető minták vizsgálata
- felbontóképeség: ~ 1 nm
- kiváló mélységélesség: kis nagyításoknál akár 3-4 mm is lehet
- a mintakamrában nagyvákuum van
- ezt leszámítva egyszerű mintaelőkészítés

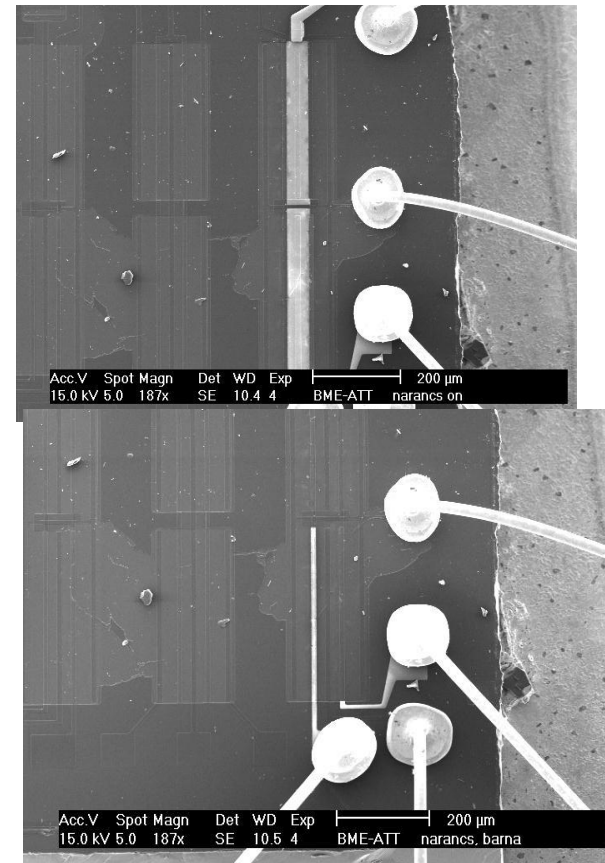
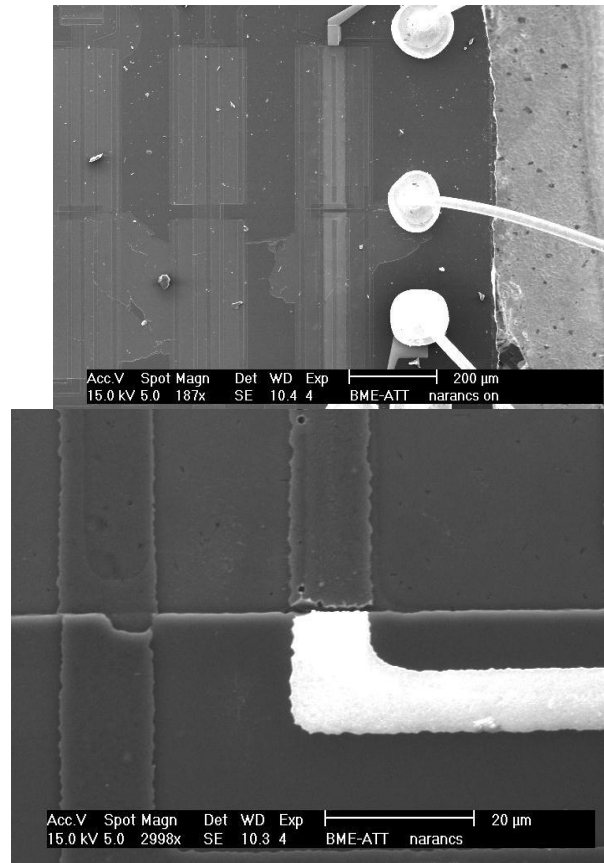
Mélységélesség



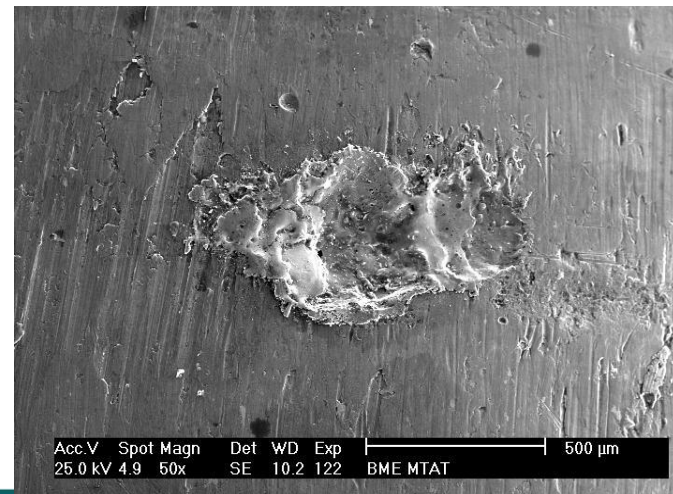
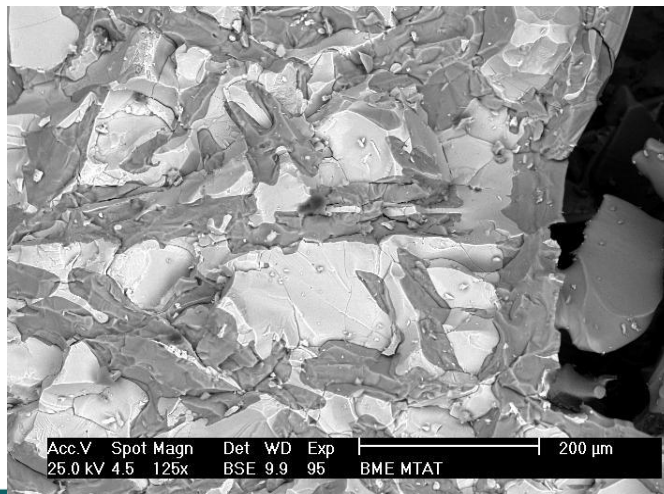
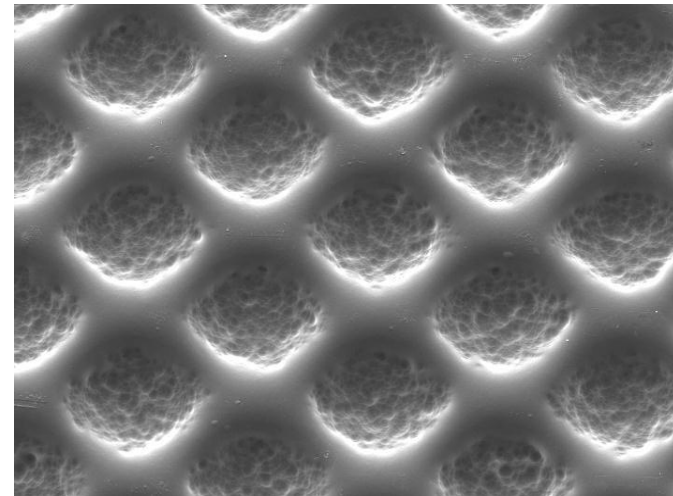
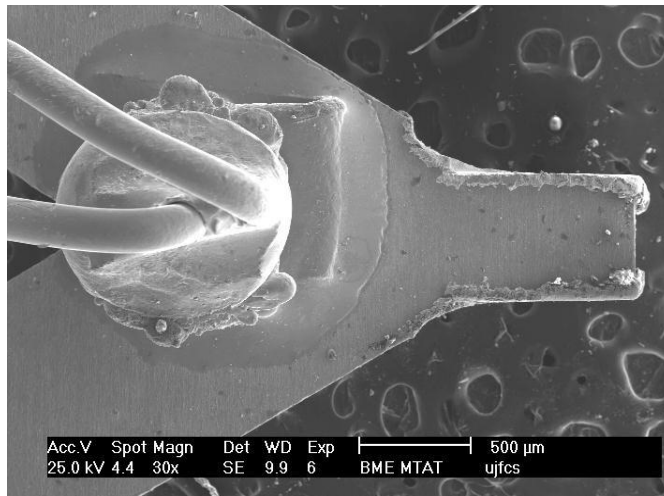
SEM-vizsgálatok



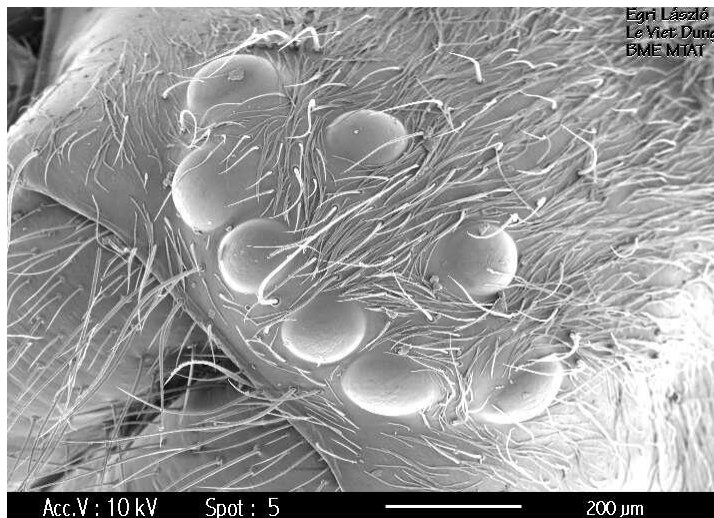
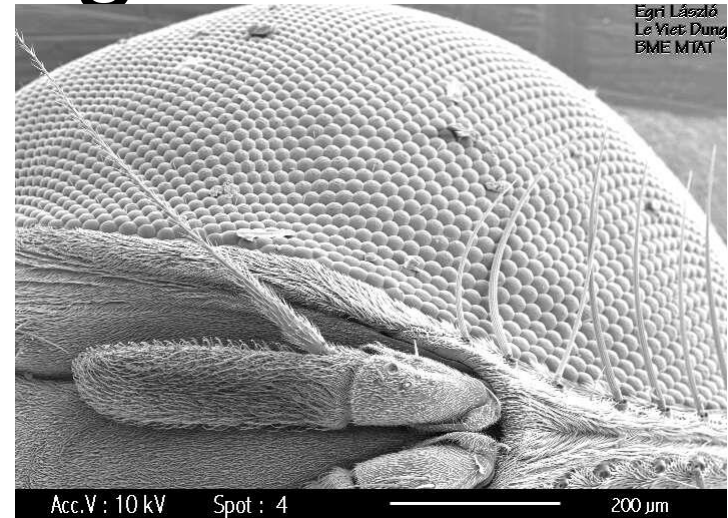
SEM-vizsgálatok



SEM-vizsgálatok



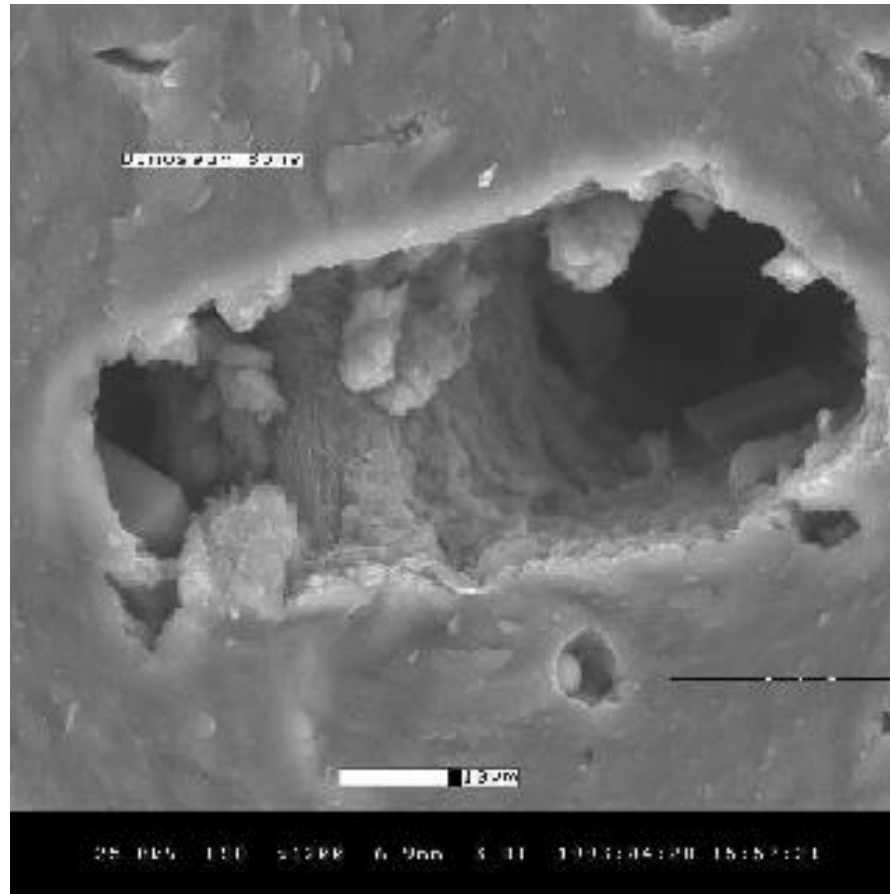
SEM-vizsgálatok



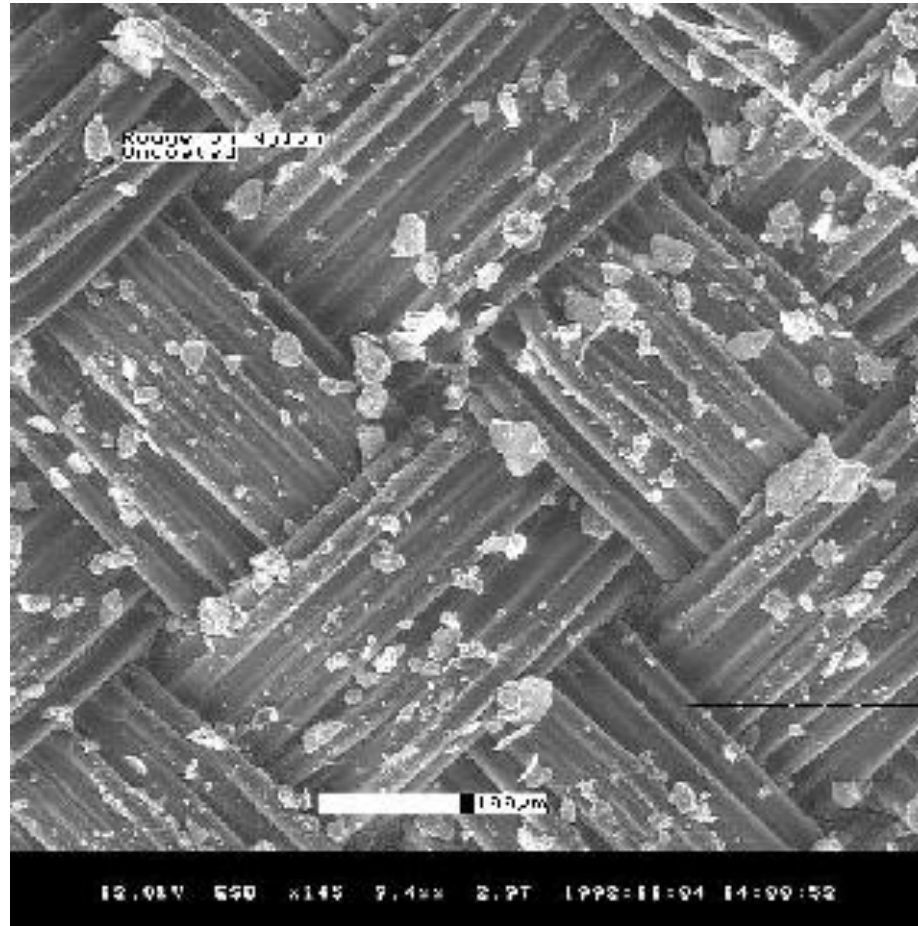
ESEM

- Environmental Scanning Electron Microscope – környezetszimuláló pásztázó elektronmikroszkóp
- nem kell vákuum
- nem kell vezető minta
- párolgó, olajos, szennyezett minták vizsgálata

Dinoszaurusz csont



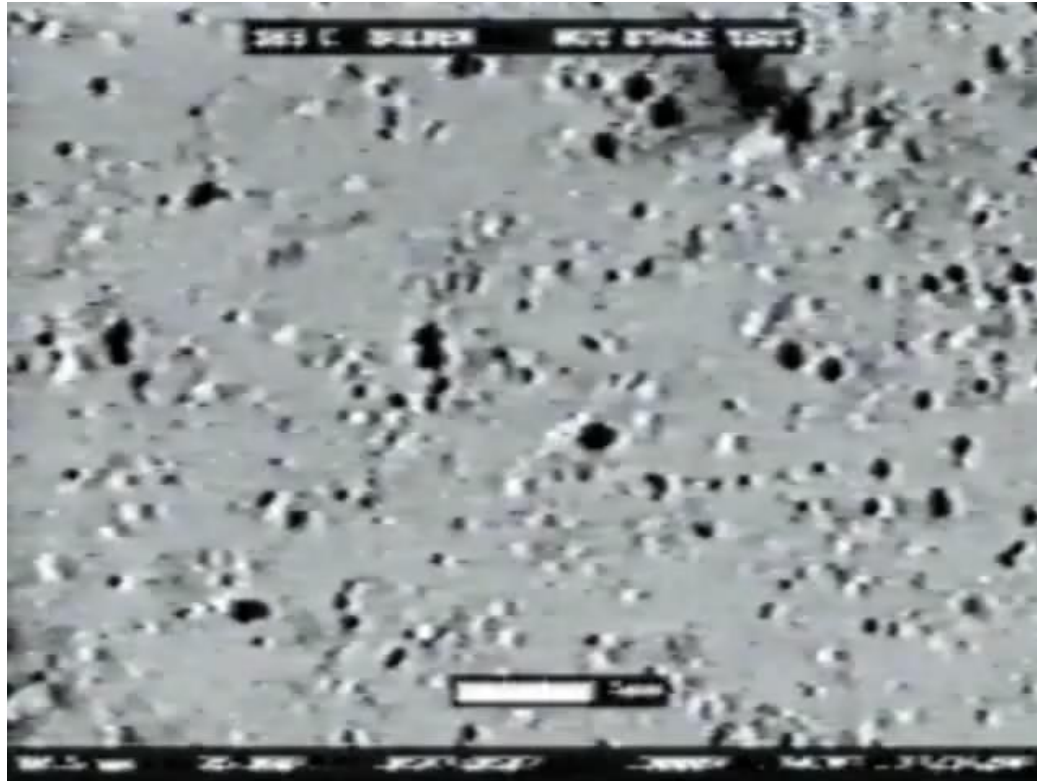
Rúzs nylonon



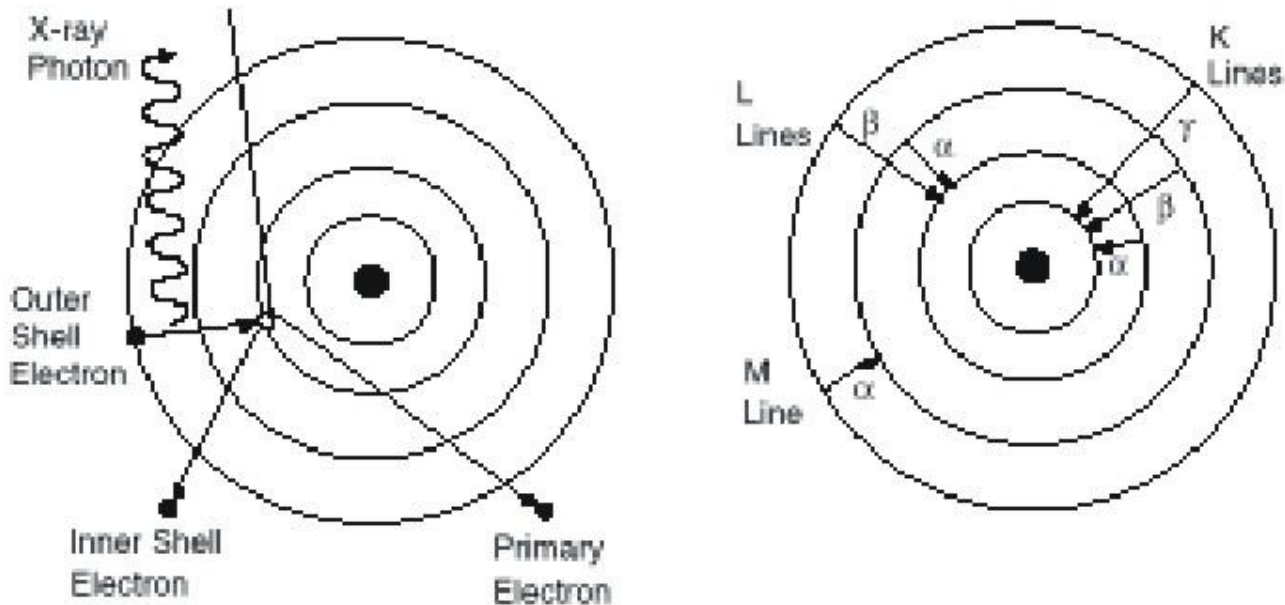
Pollen



Eutektikum

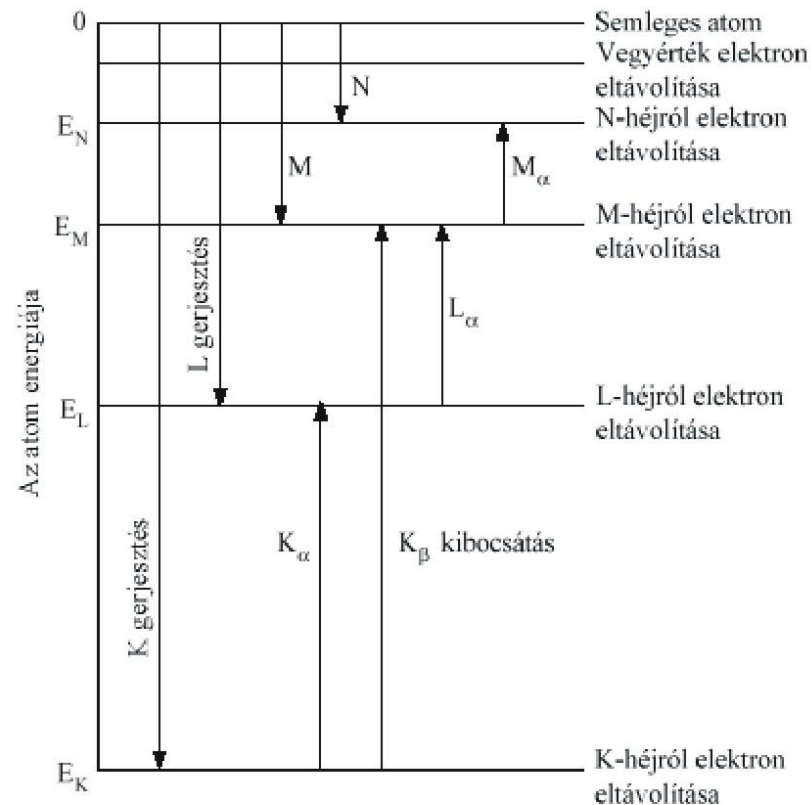


Elektronsugaras mikroanalízis



- Belső héj ionizáció
- Rekombinálódást követően röntgenfoton kibocsátás

Karakterisztikus röntgensugárzás

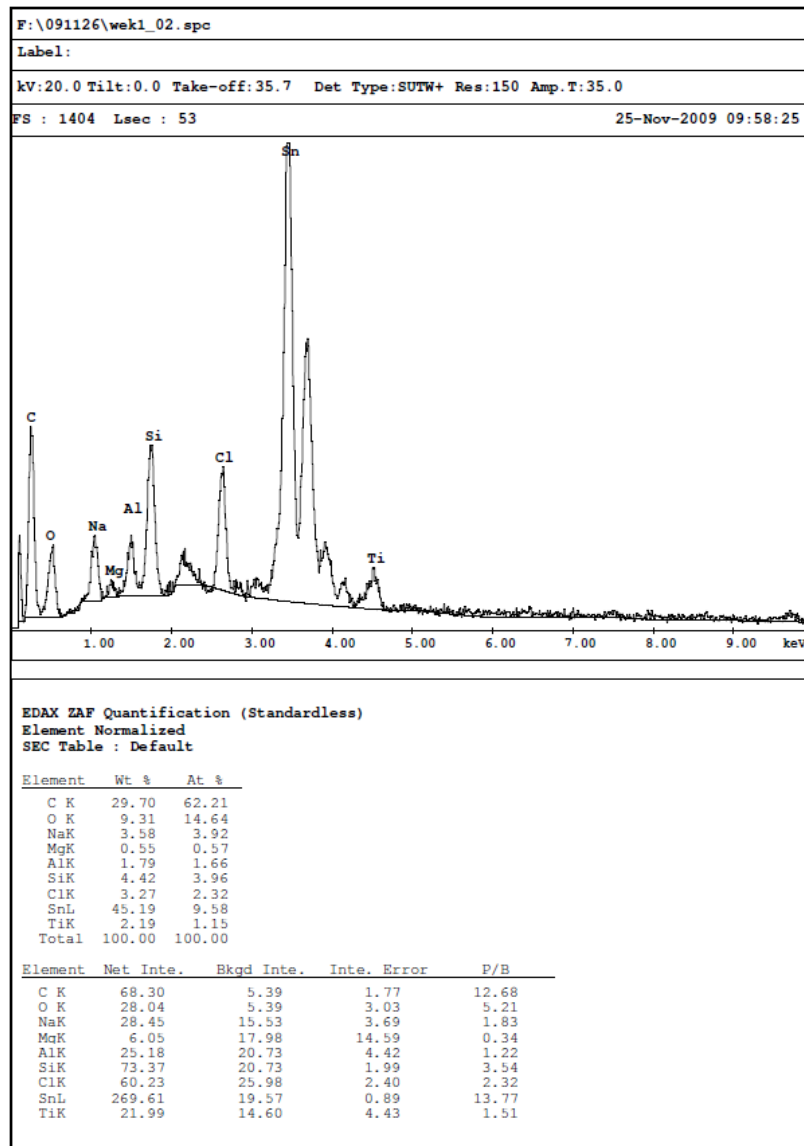


Elektronsugaras mikroanalízis

$$E = h \cdot \nu = h \cdot \frac{c}{\lambda}$$

- ha a hullámhossz szerint választjuk szét: WDS
- ha az energia szerint választjuk szét: EDS

Energia- diszperzív röntgen- spektrum



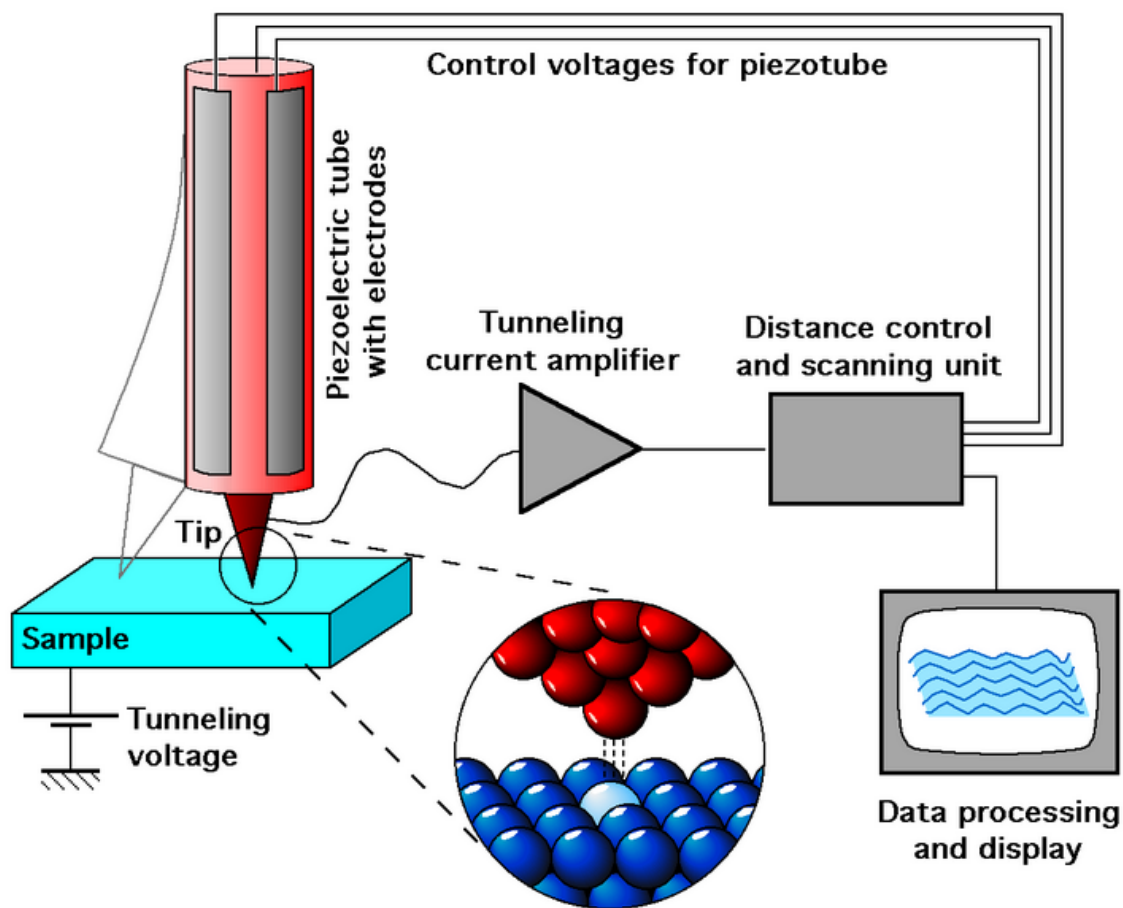
Elektronsugaras mikroanalízis tulajdonságai

- detektálási határ:
 - relatív: 0,01%
 - abszolút: 10^{-14} g
- relatív pontosság: 3%
- laterális felbontás: $0,5 \mu\text{m}$
- energiafelbontás:
 - EDS: ~ 135 eV
 - WDS: ~ 10 eV (átszámítva)

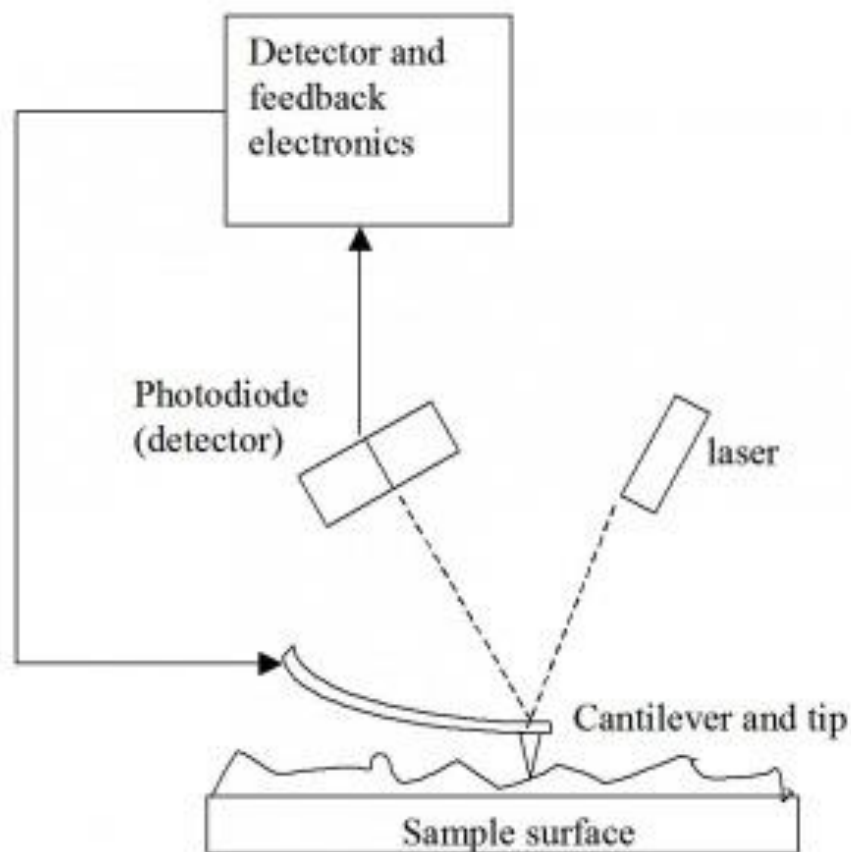
Röntgenfluoreszcens analízis

- az analizálandó mintából a röntgensugárzást röntgenfotonok segítségével gerjesztjük
- nem töltött részecskékkel gerjesztünk, ezért alacsony lesz a háttérzaj
- relatív detektálási határ: ~ppm
- a gerjesztő sugárzás nem fókuszálható olyan kicsire, mint az elektronsugaras gerjesztésnél: lokális analízis nem lehetséges

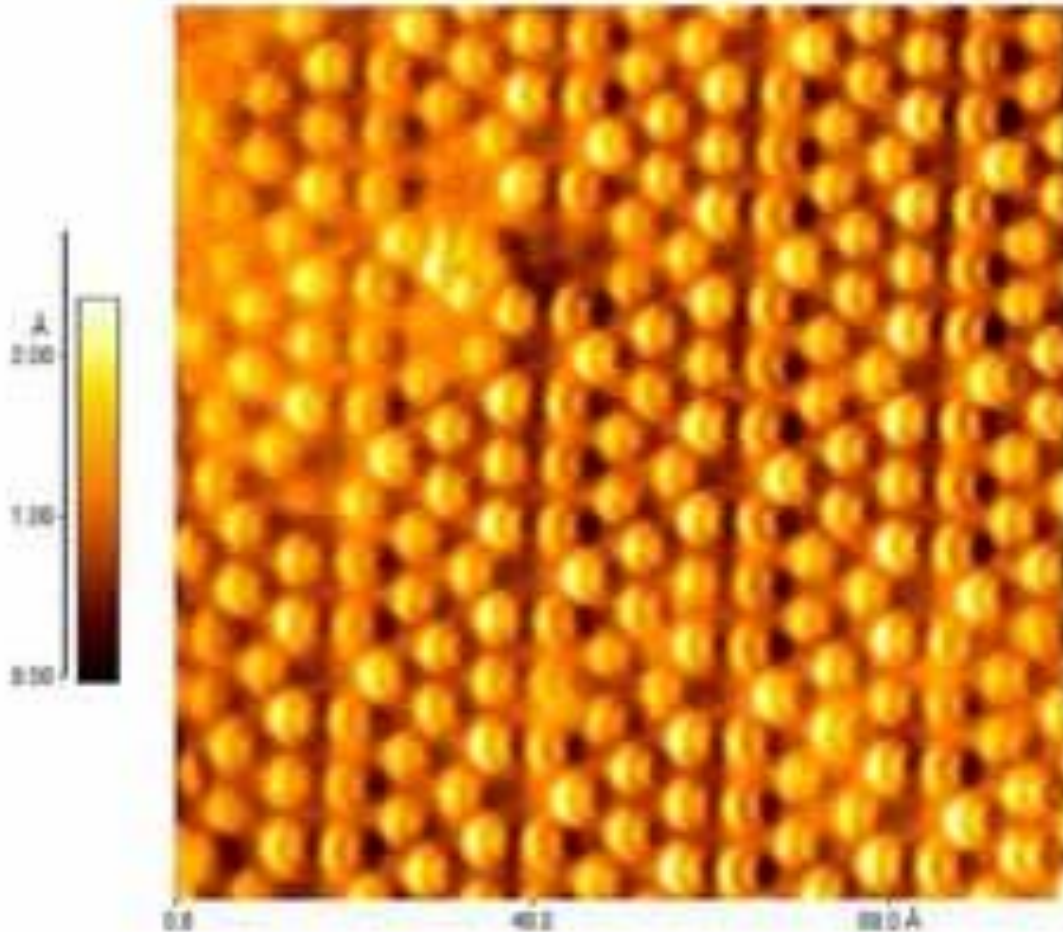
Pásztázó alagútmikroszkóp



Atomerő-mikroszkóp

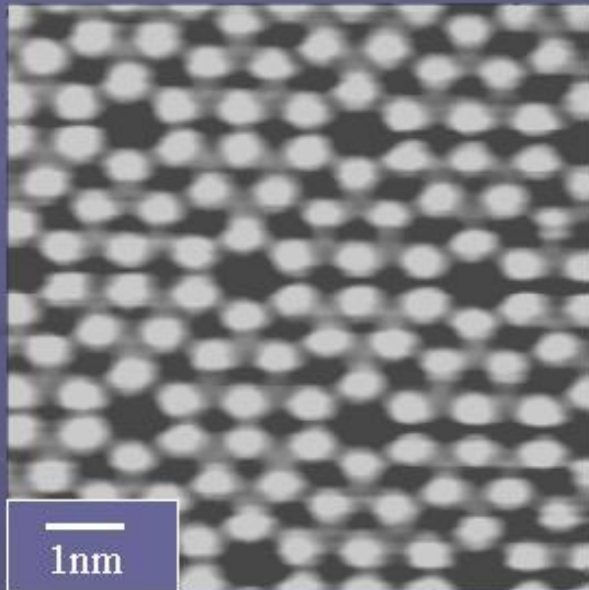


Atomerő-mikroszkóp

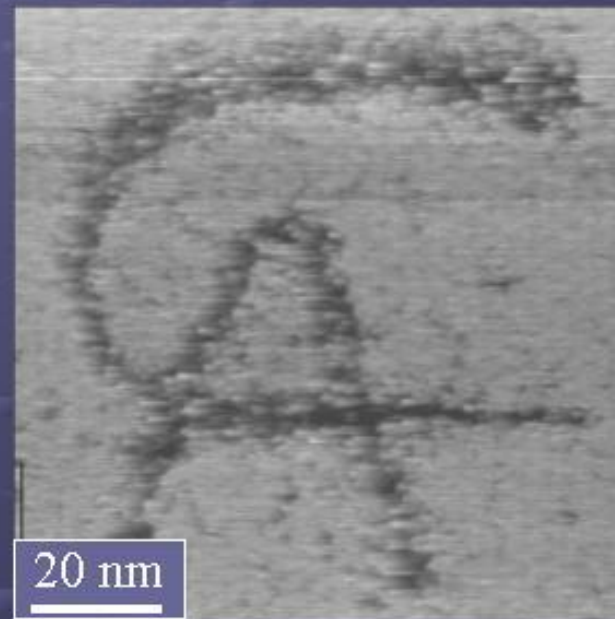


Atomic level construction with UHV Atomic Force Microscope

- Silicon surface



Steven Prawer, University of Melbourne



Line width is 2 nm and depth is 0.2nm