

# Mikroszerkezeti vizsgálatok

Dr. Szabó Péter

BME Anyagtudomány és Technológia Tanszék

463-3252

[szpj@eik.bme.hu](mailto:szpj@eik.bme.hu)

[www.att.bme.hu](http://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)
- Atomerő-mikroszkóp, konfokális mikroszkóp
- Speciális SEM-technikák (kisfeszültségű mikroszkópia, környezetszimuláló elektronmikroszkóp, félvezetők és mágnesek vizsgálata)
- A digitális képfeldolgozás alapjai

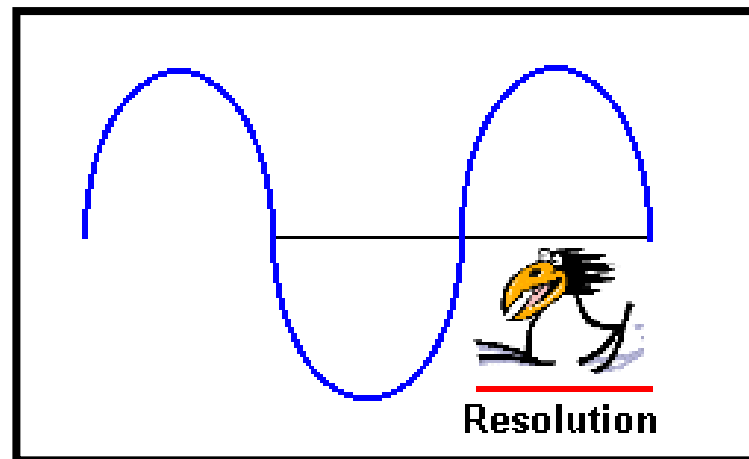
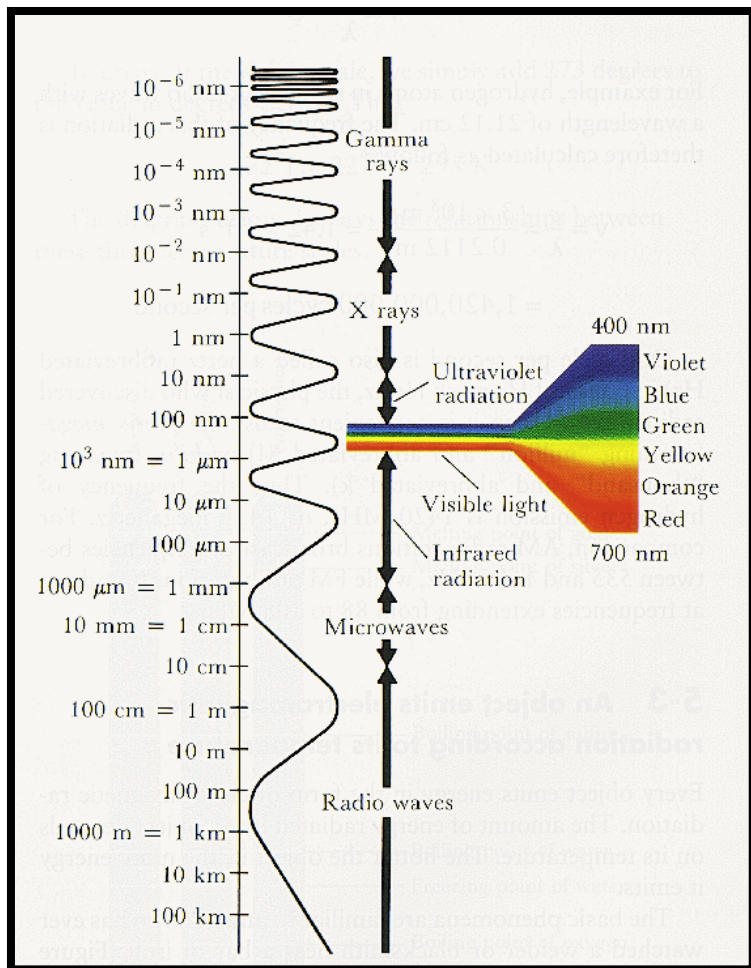
## Szerkezetvizsgálat szintjei:

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

# Kölcsönhatások, amelyeket a vizsgálatokhoz használunk:

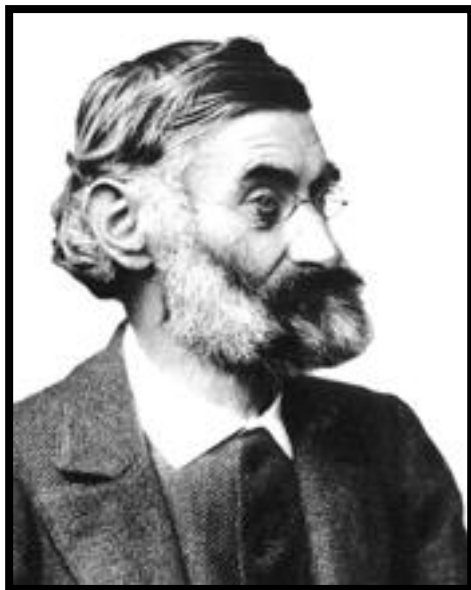
- Elektromágneses sugárzás és anyag kölcsönhatása
  - kontraszthatások
  - diffrakció
- Elektron (részecske és hullám) és anyag kölcsönhatása
  - kontraszthatások
  - diffrakció
  - másodlagos hatások (elektronok és fotonok keltése)
- Atomok közötti vonzó és taszító hatások

# Elektromágneses sugárzás



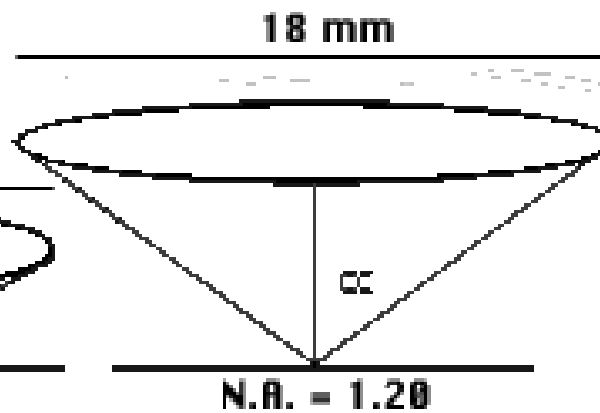
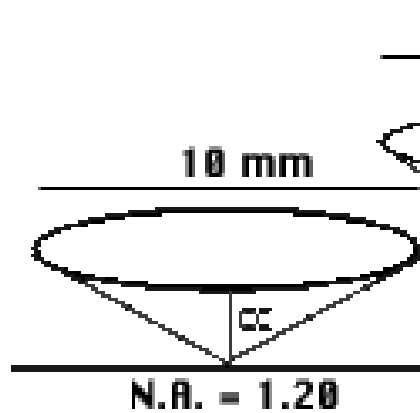
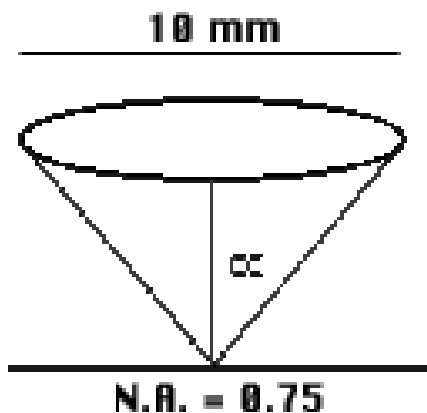
$$\text{Felbontóképesség} \cong \lambda / 2$$

# Felbontóképesség fény esetén



Ernst Abbe  
1840 - 1905

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

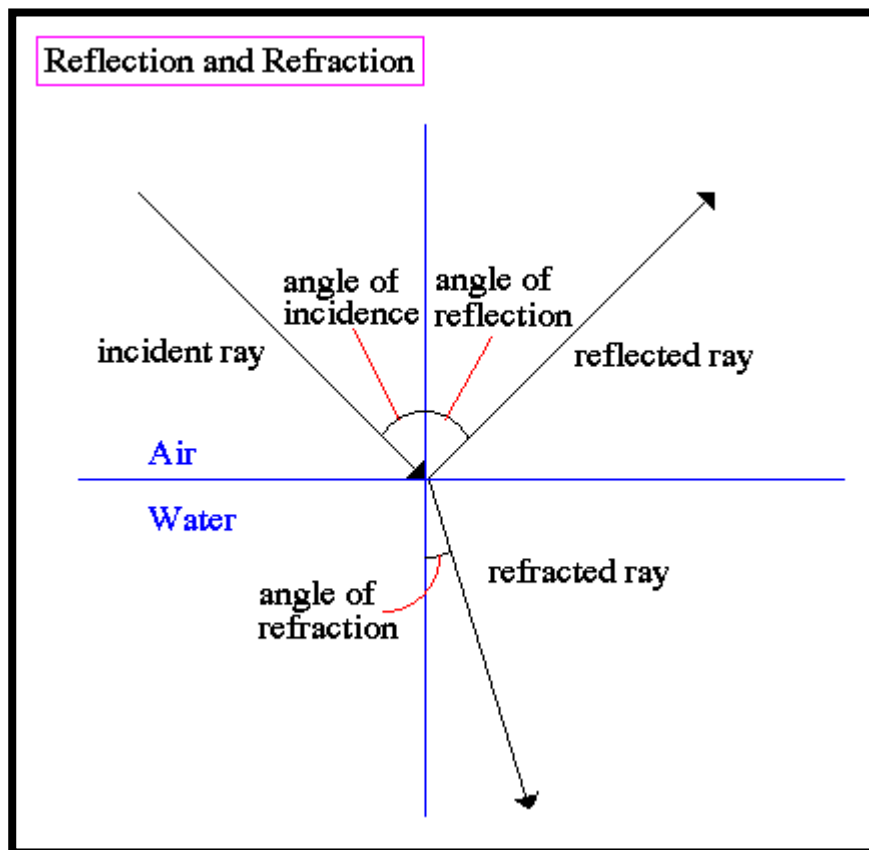


# Legjobb felbontás

- 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  $n=1$



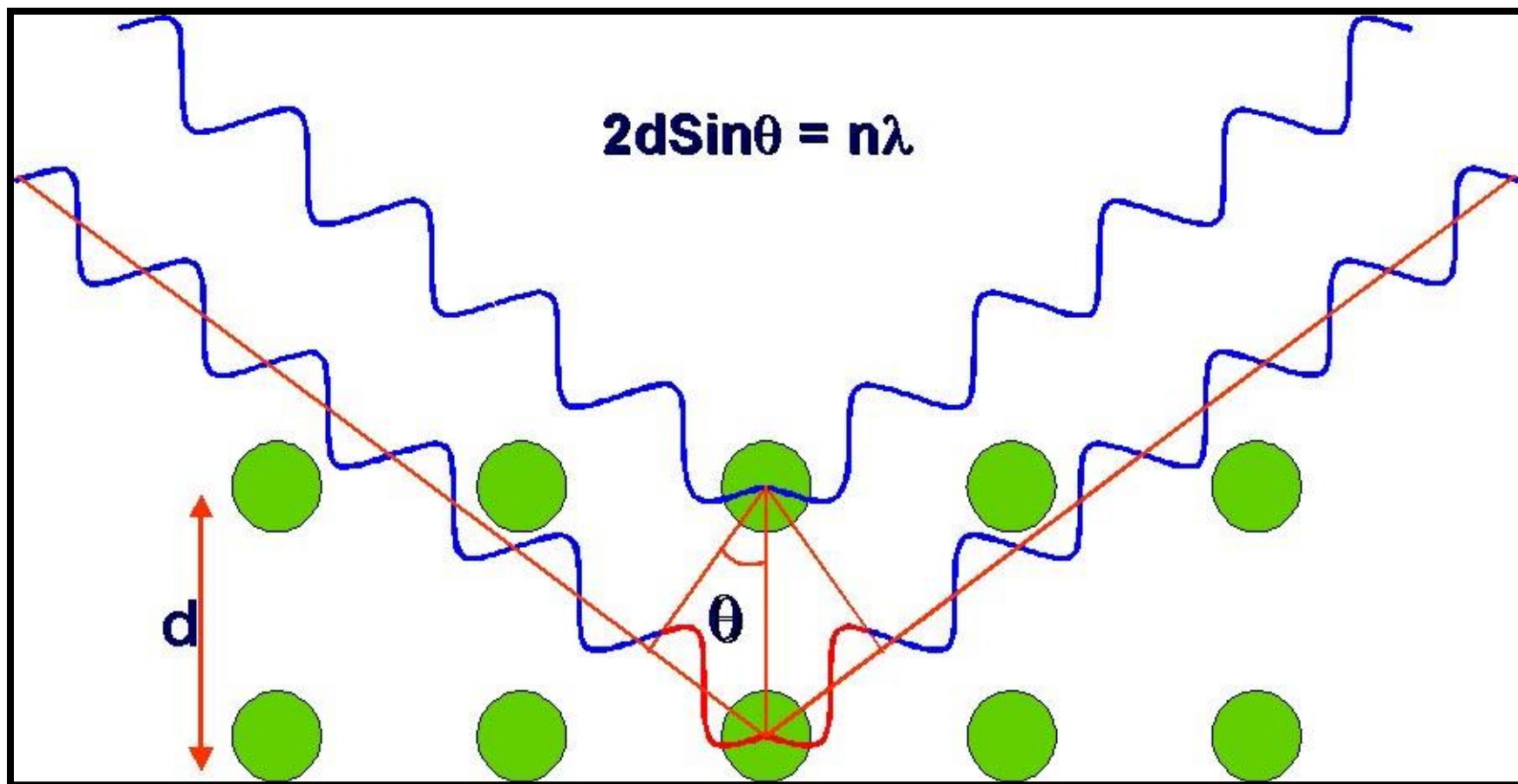
# Felbontóképeség javítása fénymikroszkópnál

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

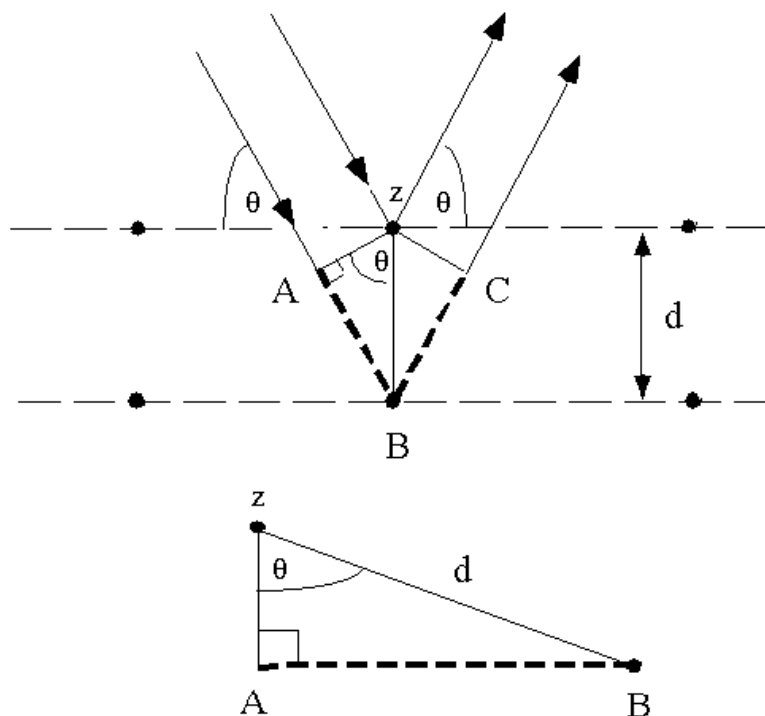
# Röntgendiffrakció:

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

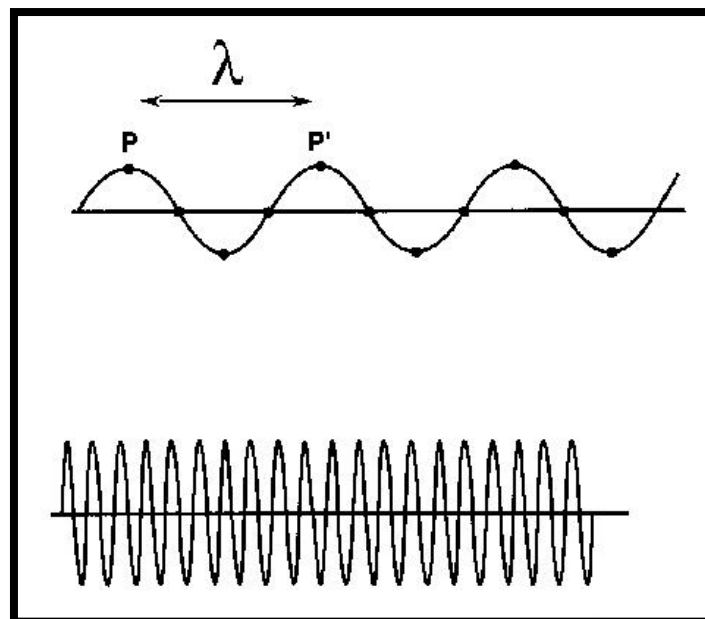
## A vizsgálat eredménye:

- 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





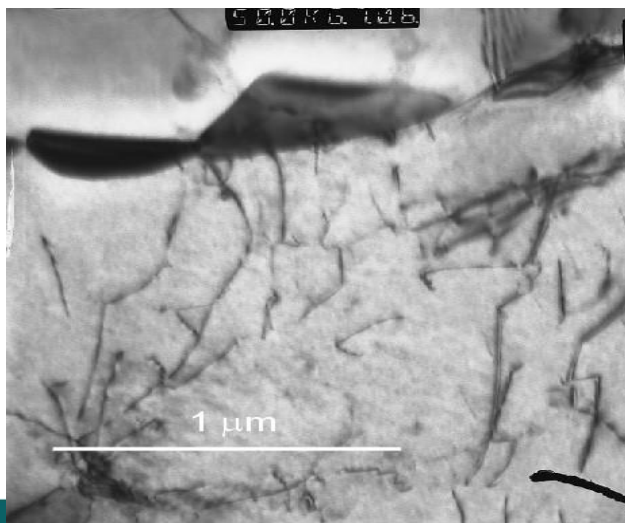
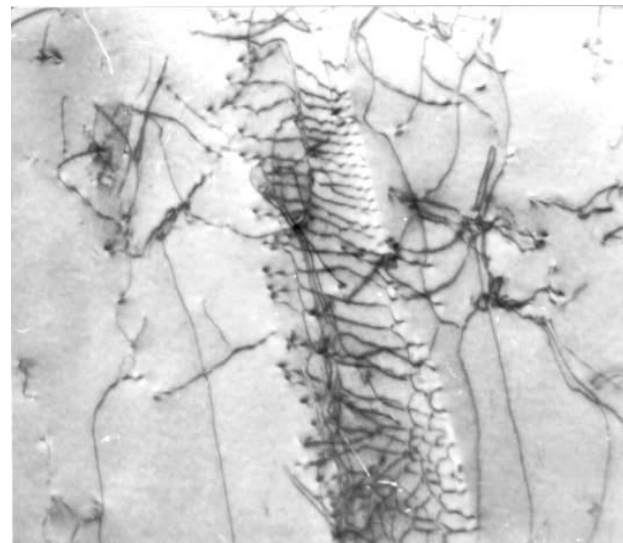
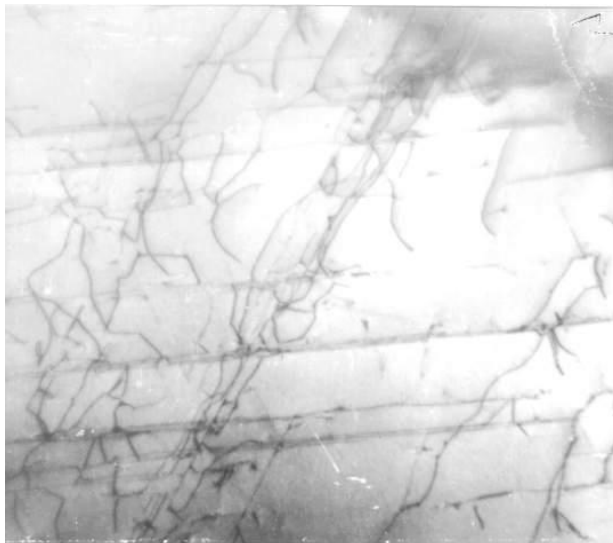
# Transzmissziós elektronmikroszkóp

- 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

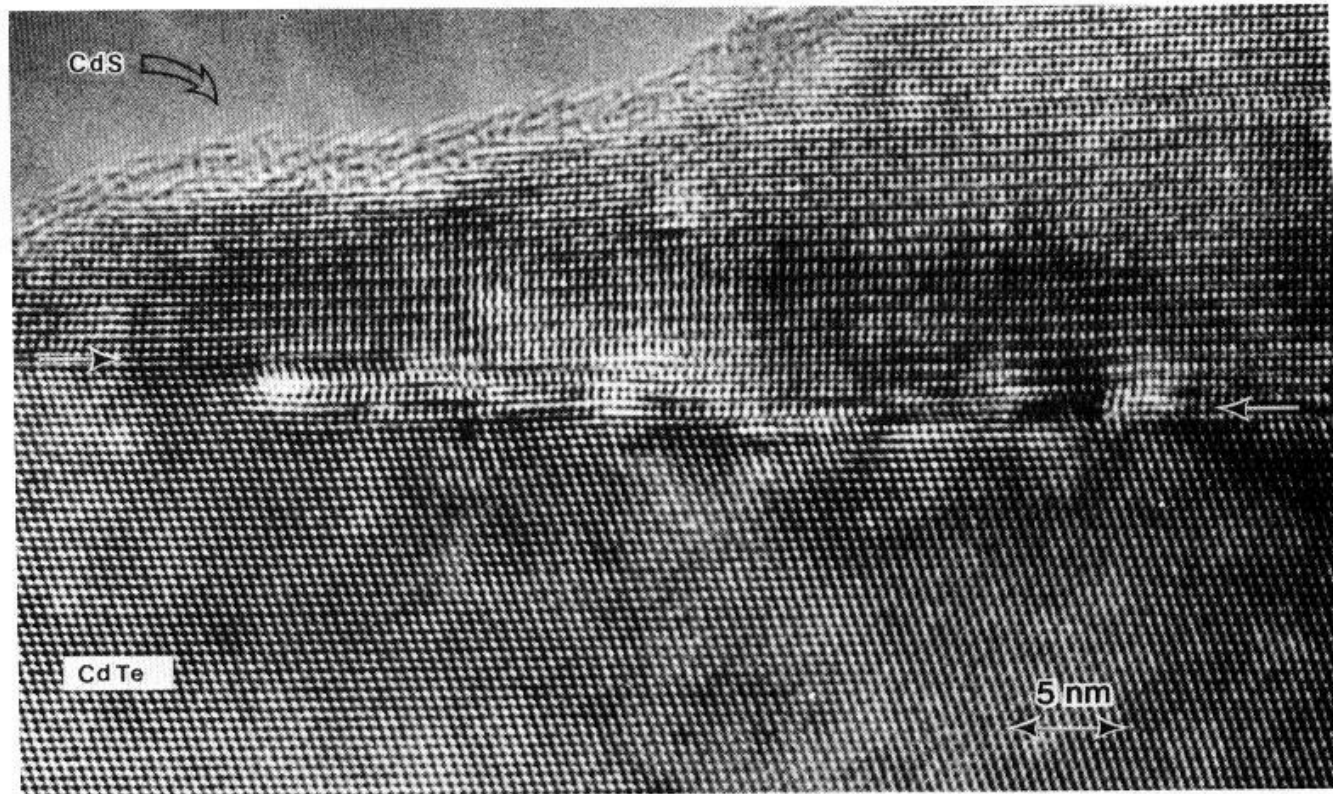
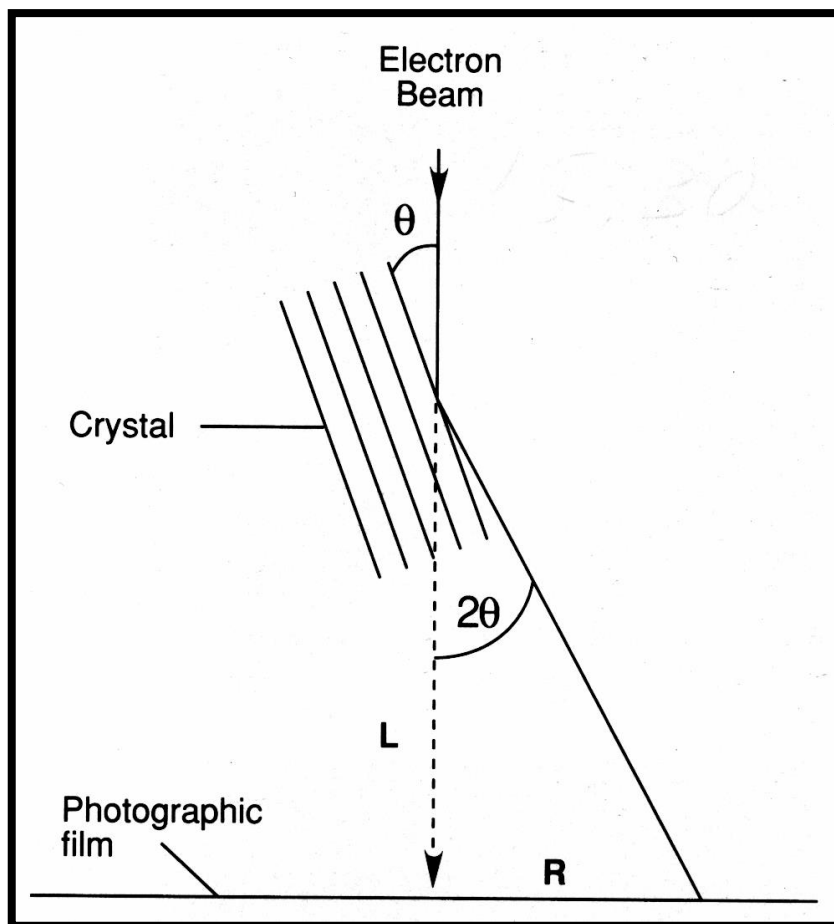


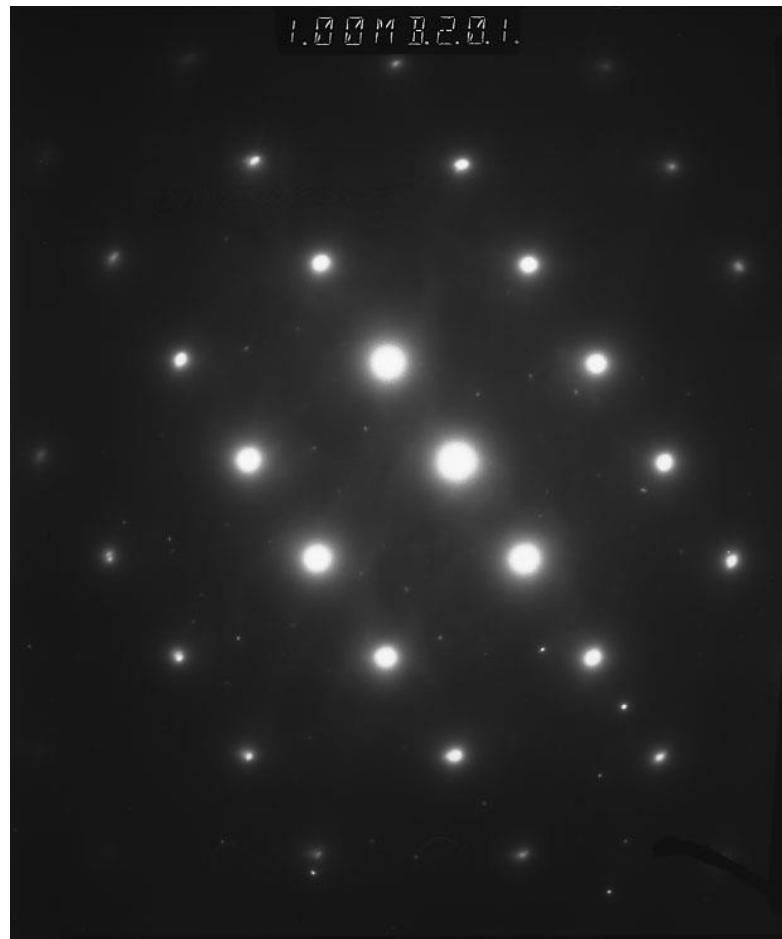
Figure 7.3 Direct lattice resolution micrograph of the interface between CdS and CdTe showing non-uniformity and interface structure (Courtesy R. Sinclair and T. Yamashita)

# 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 képképző egységen (monitoron)
- Képképzés: a minta felületéről kilépő válaszjelek intenzitásával moduláljuk a monitor képpontjainak fényességét



# Válaszjelek

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

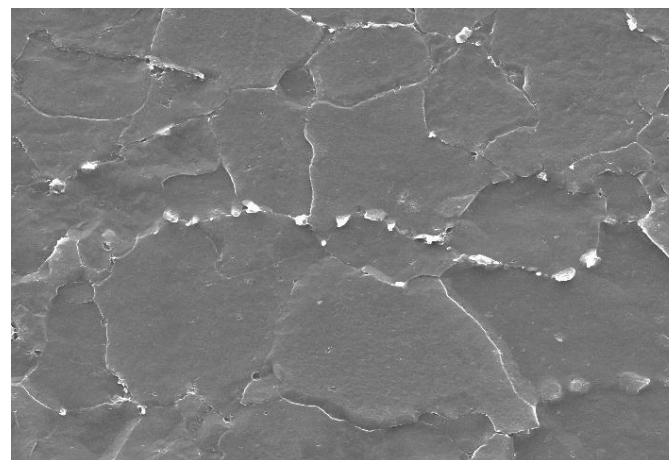
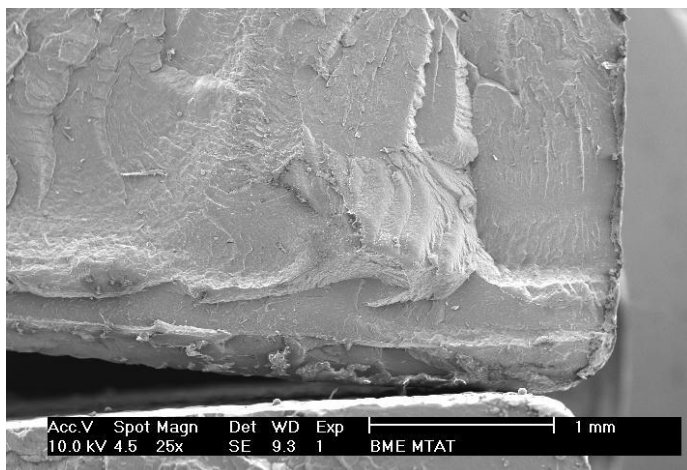
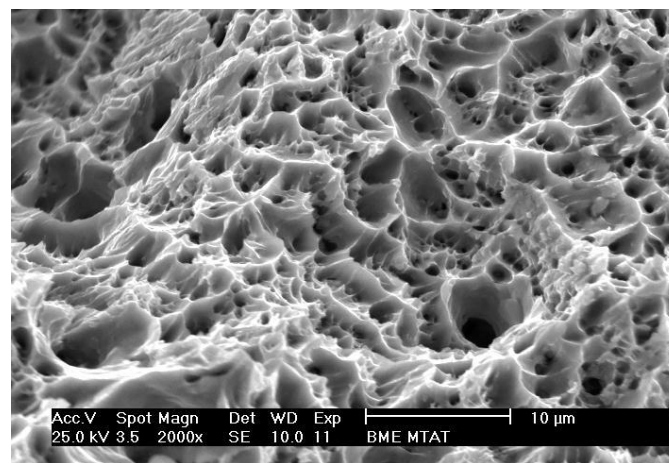
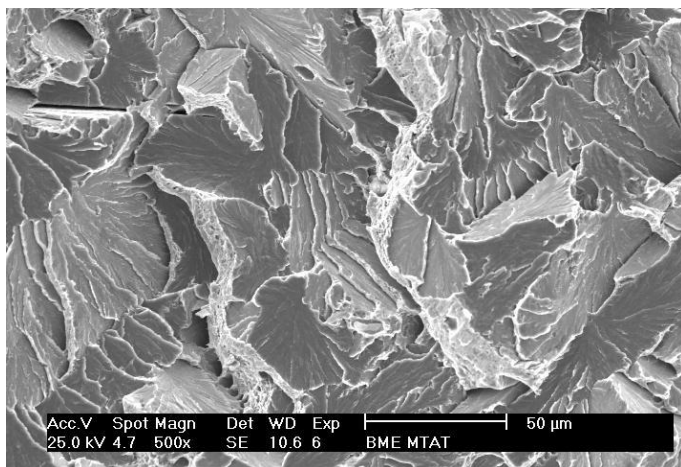
# SEM tulajdonságai

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

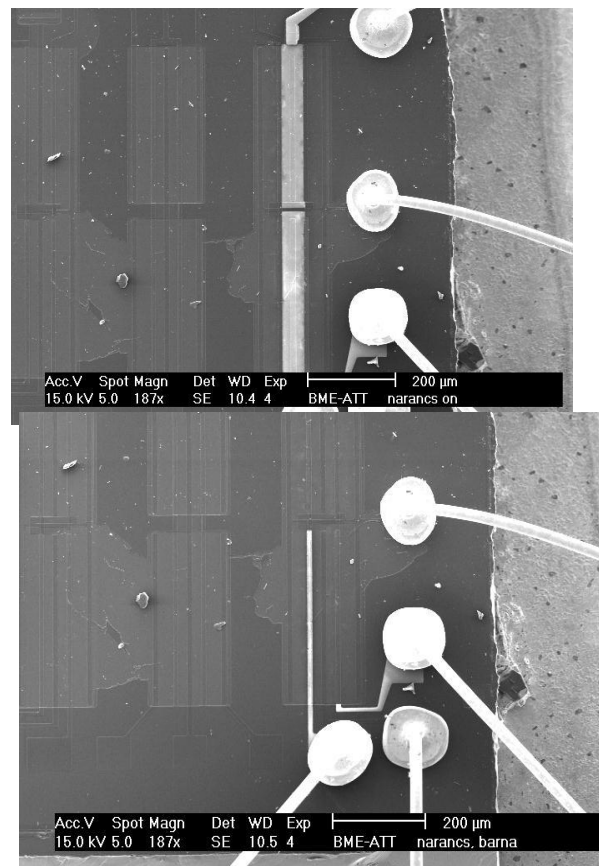
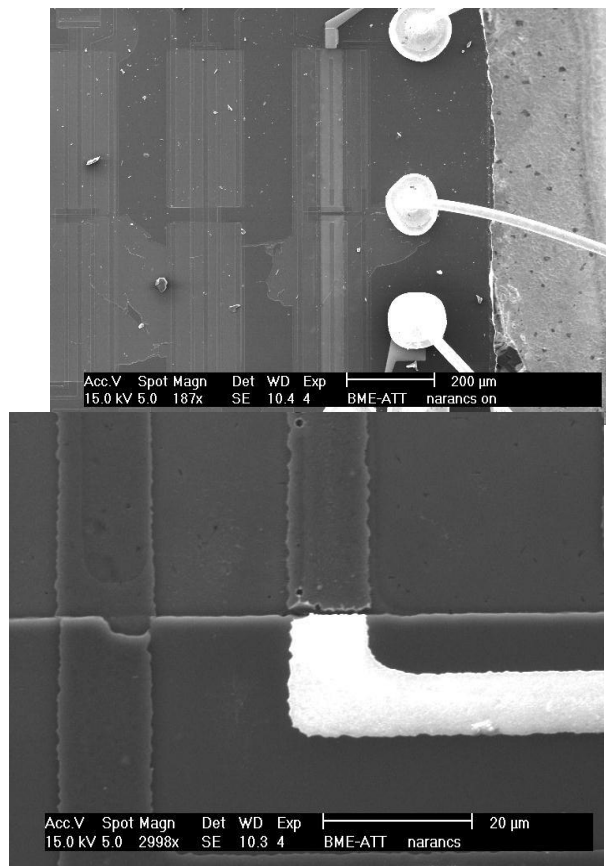
# Mélységélesség



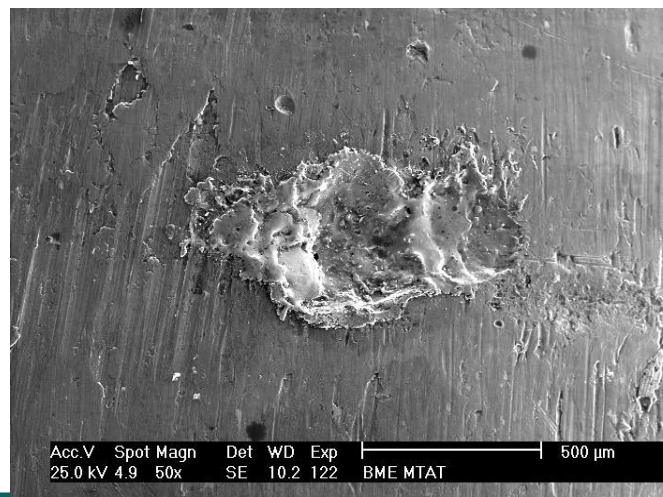
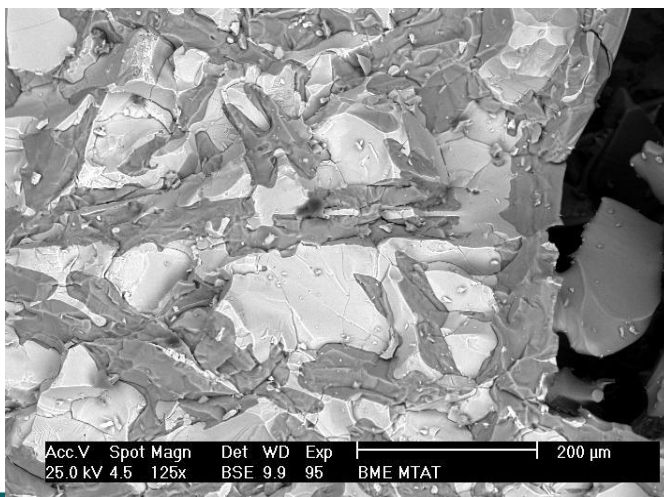
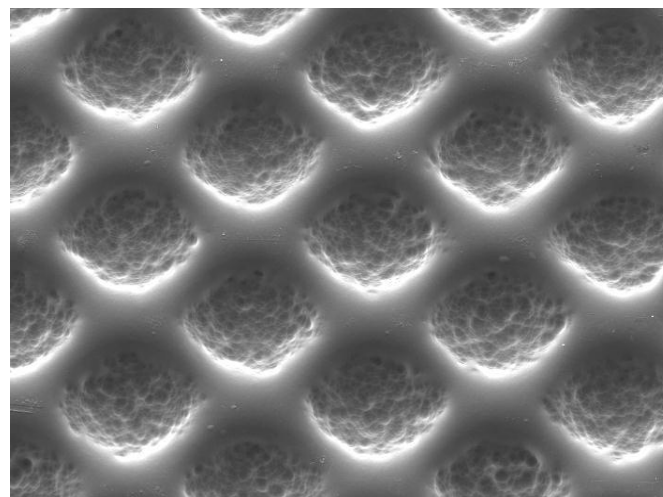
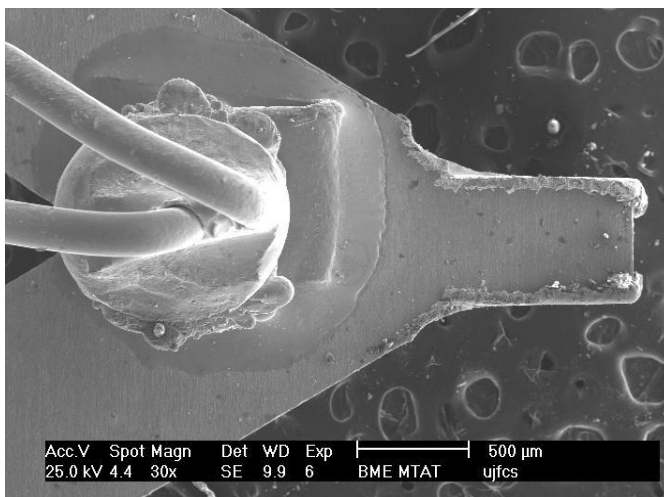
# SEM-vizsgálatok



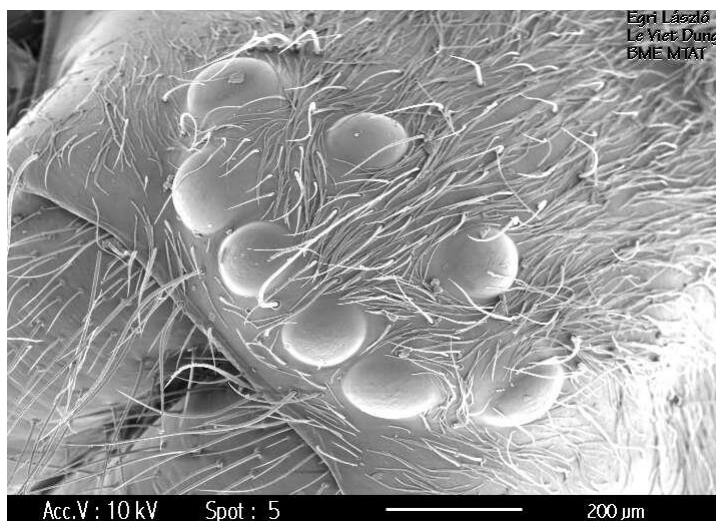
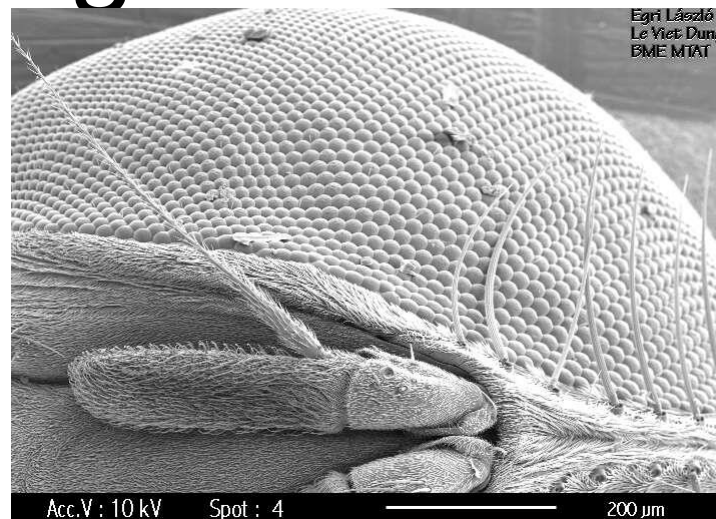
# SEM-vizsgálatok



# SEM-vizsgálatok



# SEM-vizsgálatok

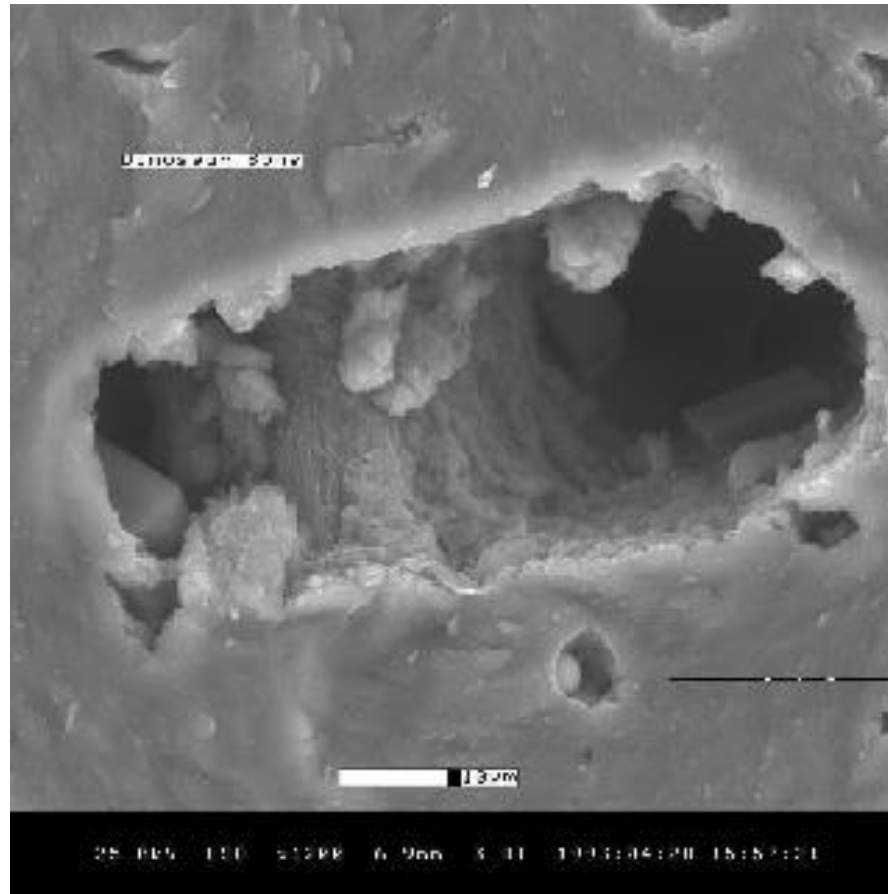


# ESEM

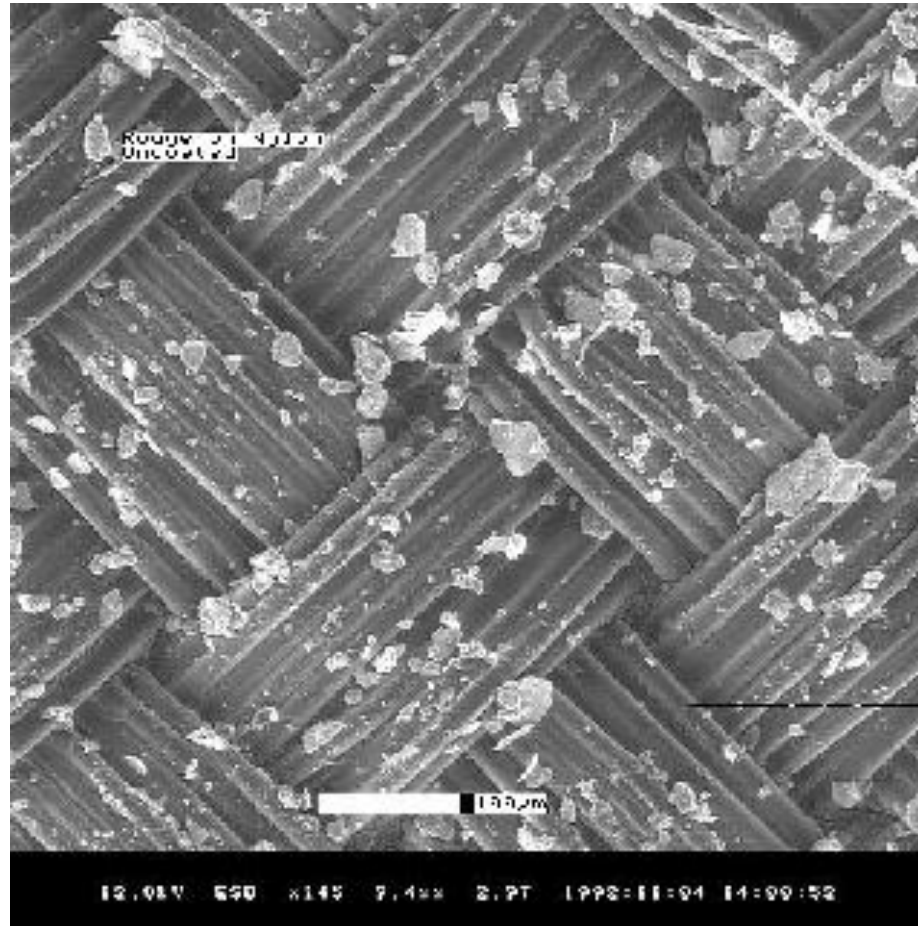
- Environmental Scanning Electron Microscope – környezetszimuláló pásztázó elektronmikroszkóp
- nem kell vákuum
- nem kell vezető minta
- párolgó, olajos, szennyezett minták vizsgálata



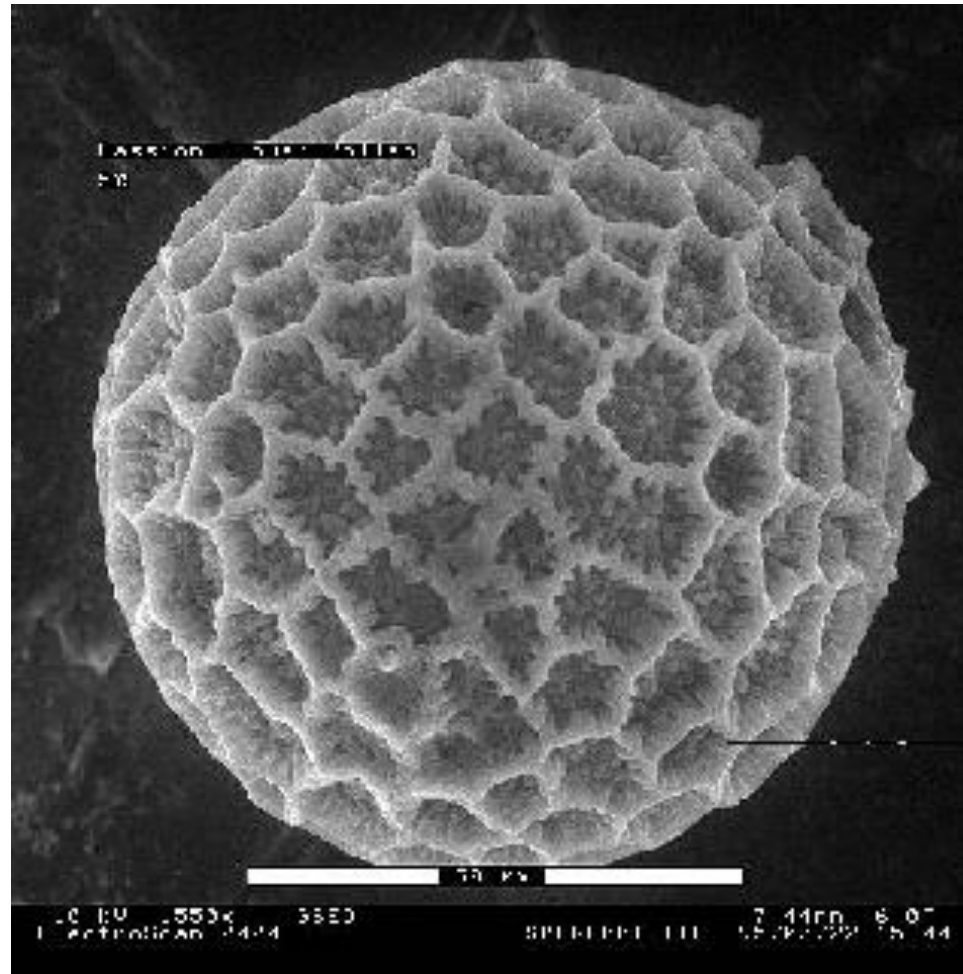
# Dinoszaurusz csont



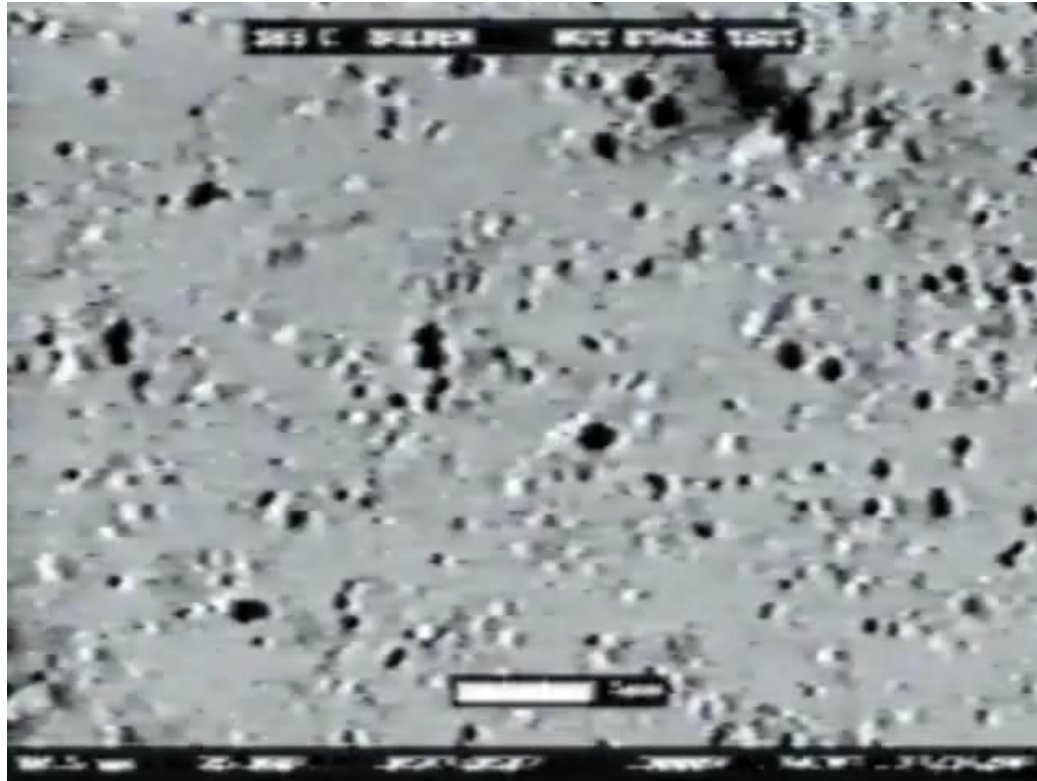
# Rúzs nylonon



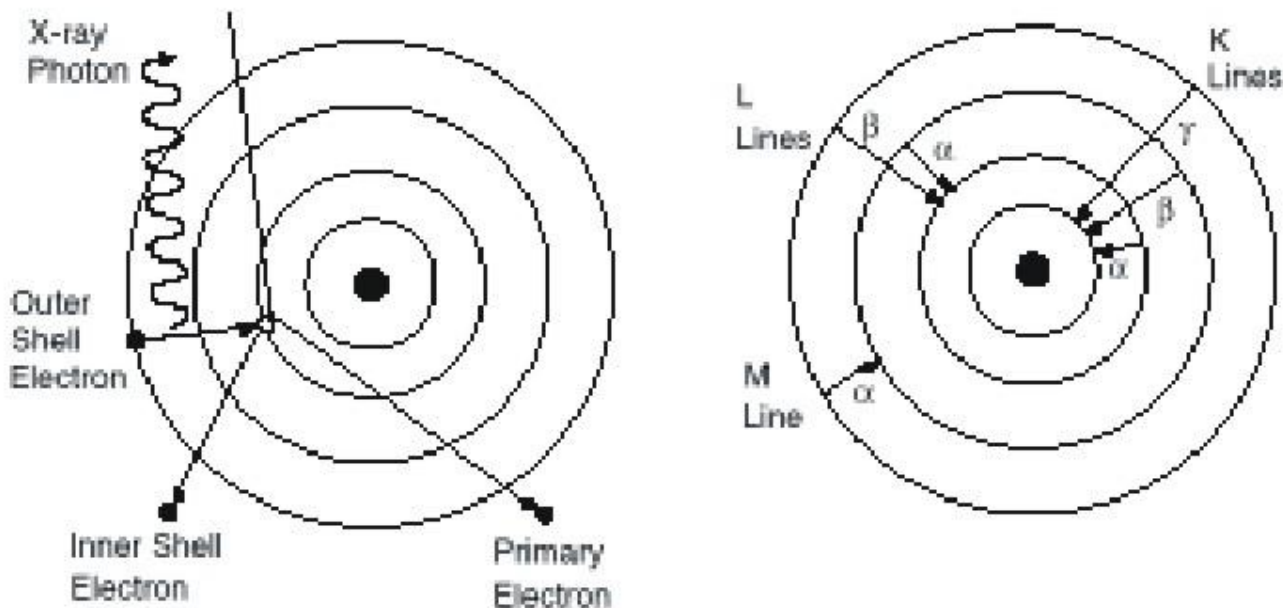
# Pollen



# Eutektikum

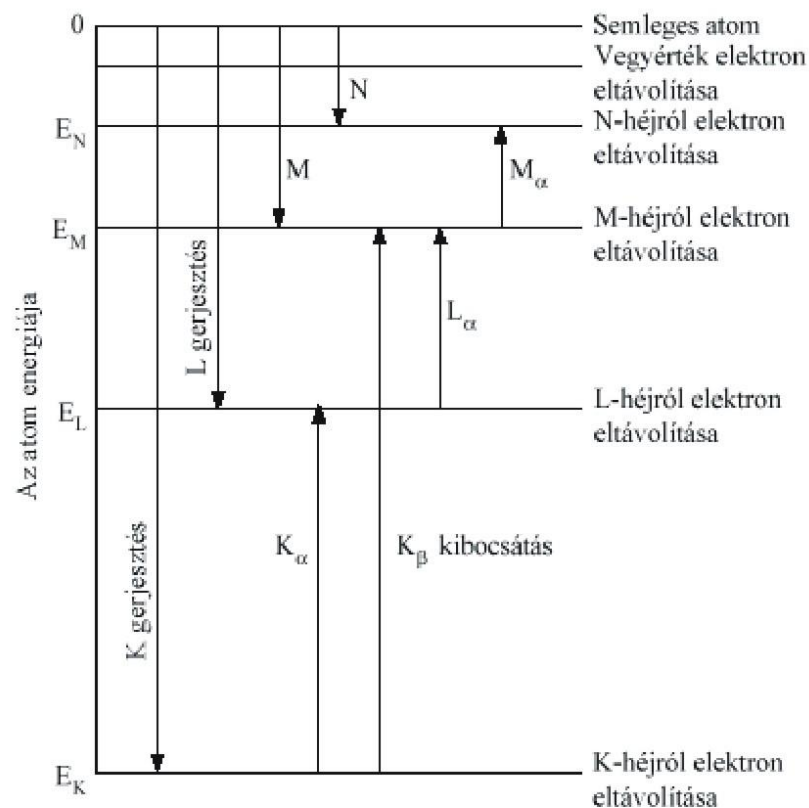


# Elektronsugaras mikroanalízis



- Belső héj ionizáció
- Rekombinálódást követően röntgenfoton kibocsátás

# Karakterisztikus röntgensugárzás

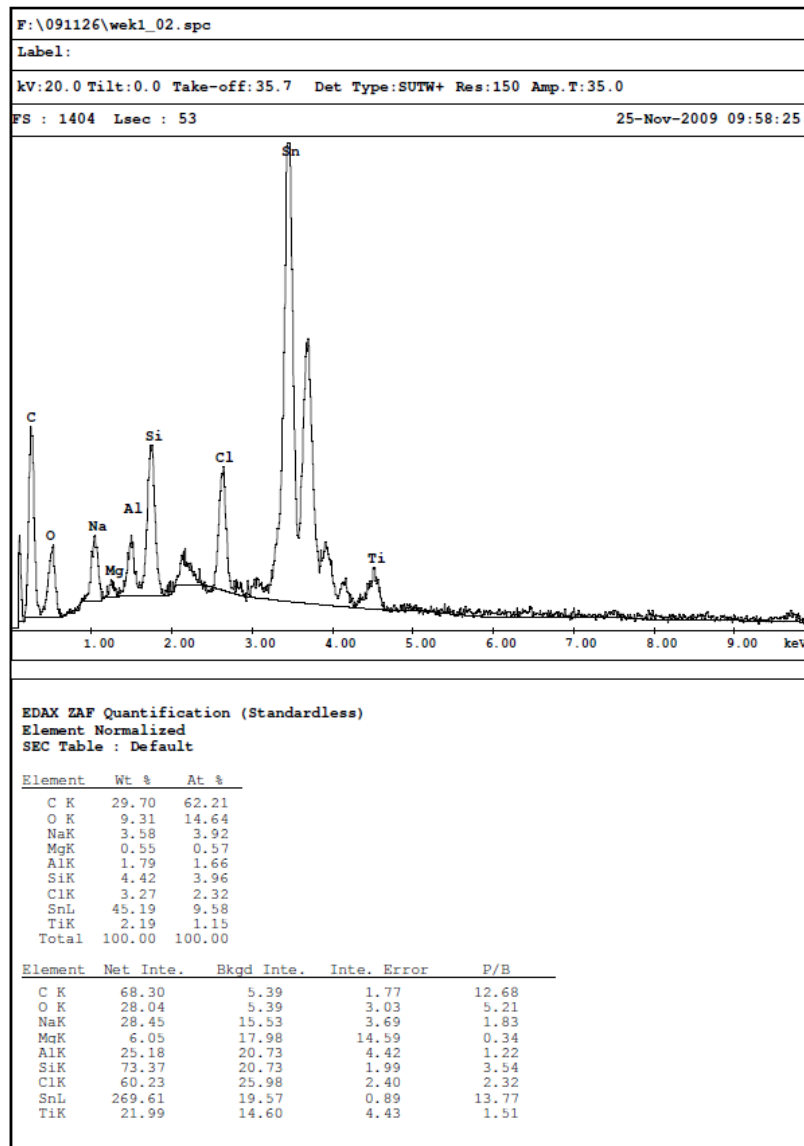


# Elektronsugaras mikroanalízis

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

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

# Energia- diszperzív röntgen- spektrum





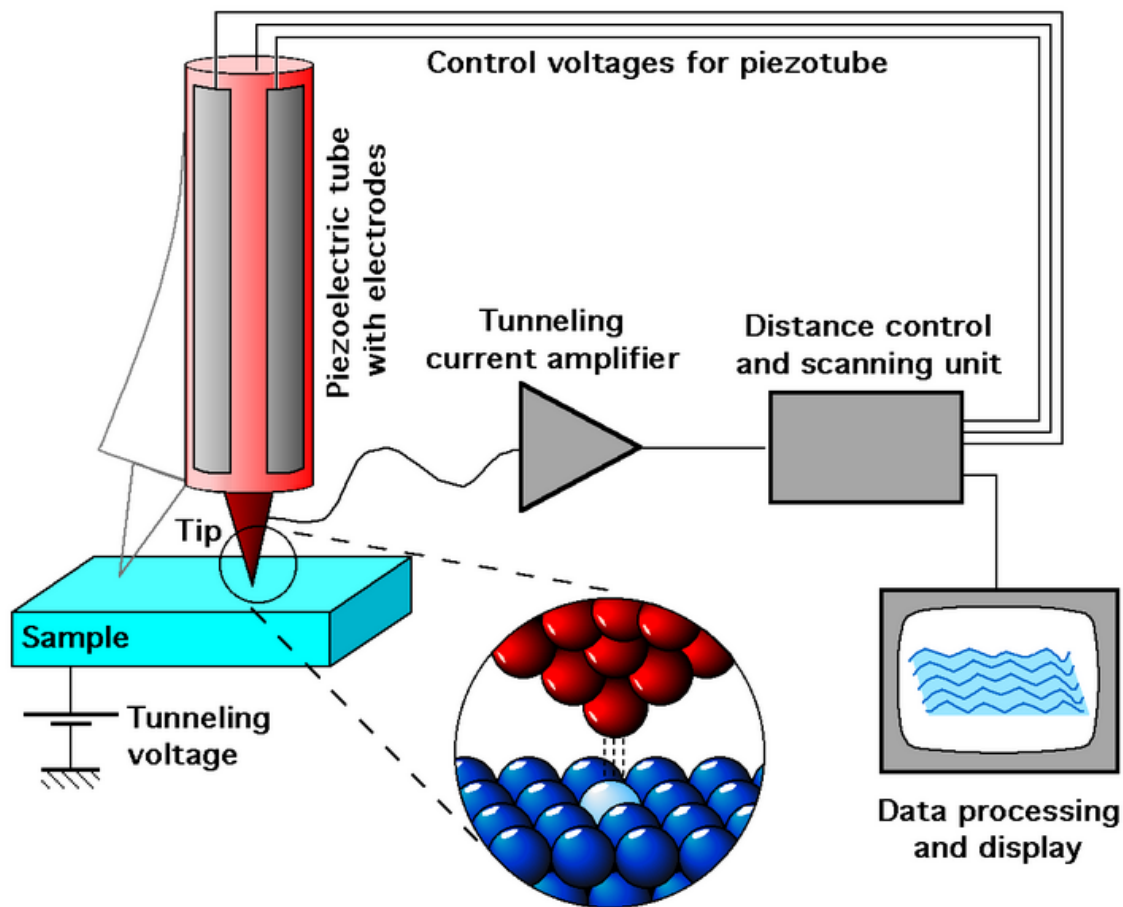
# Elektronsugaras mikroanalízis tulajdonságai

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

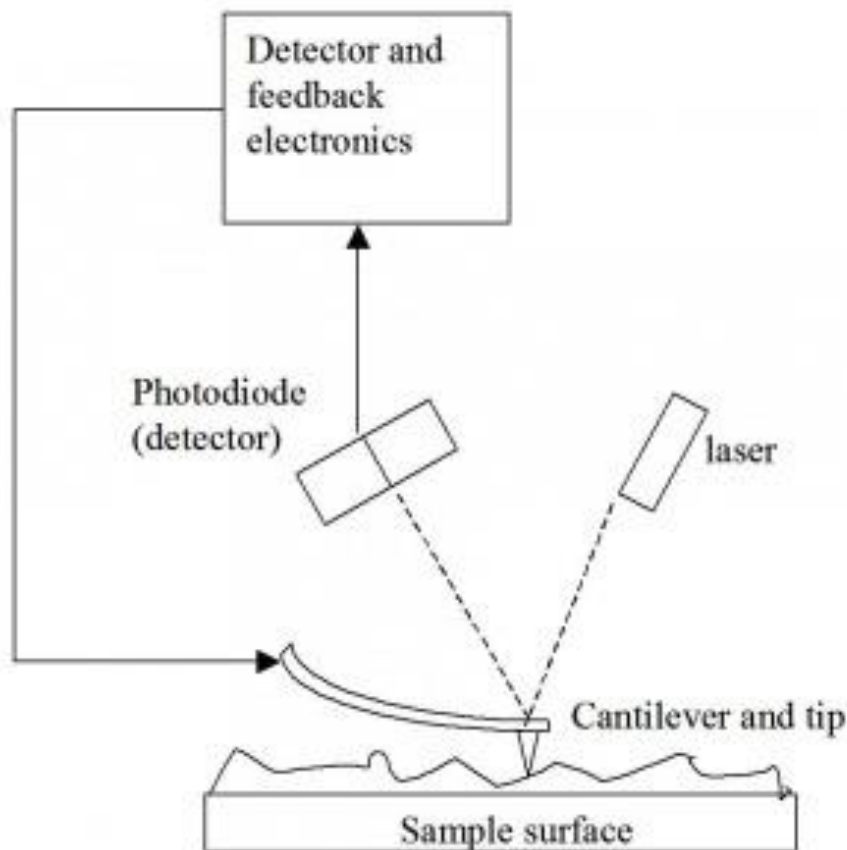
# Röntgenfluoreszcens analízis

- 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

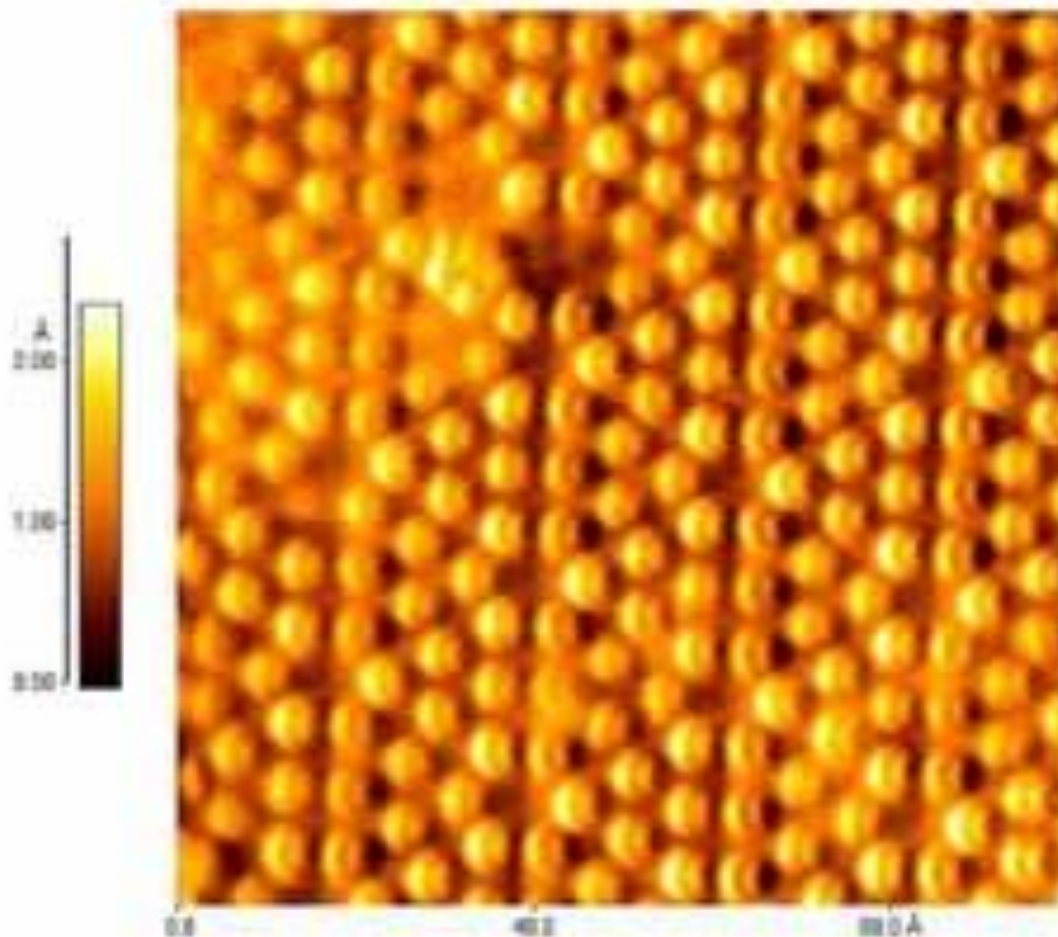
# Pásztázó alagútmikroszkóp



# Atomerő-mikroszkóp

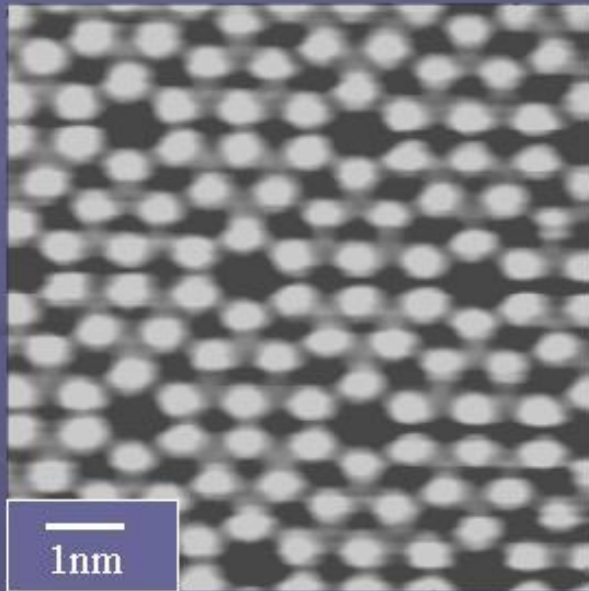


# Atomerő-mikroszkóp

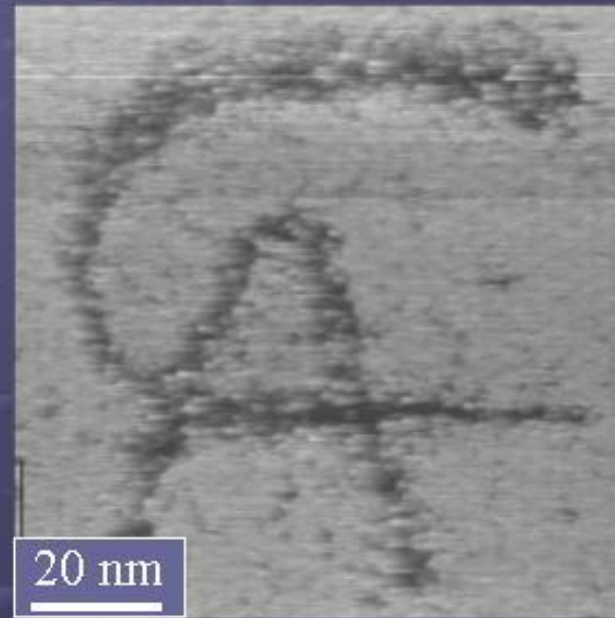


# Atomic level construction with UHV Atomic Force Microscope

- Silicon surface



Steven Praver, University of Melbourne



Line width is 2 nm and depth is 0.2nm