

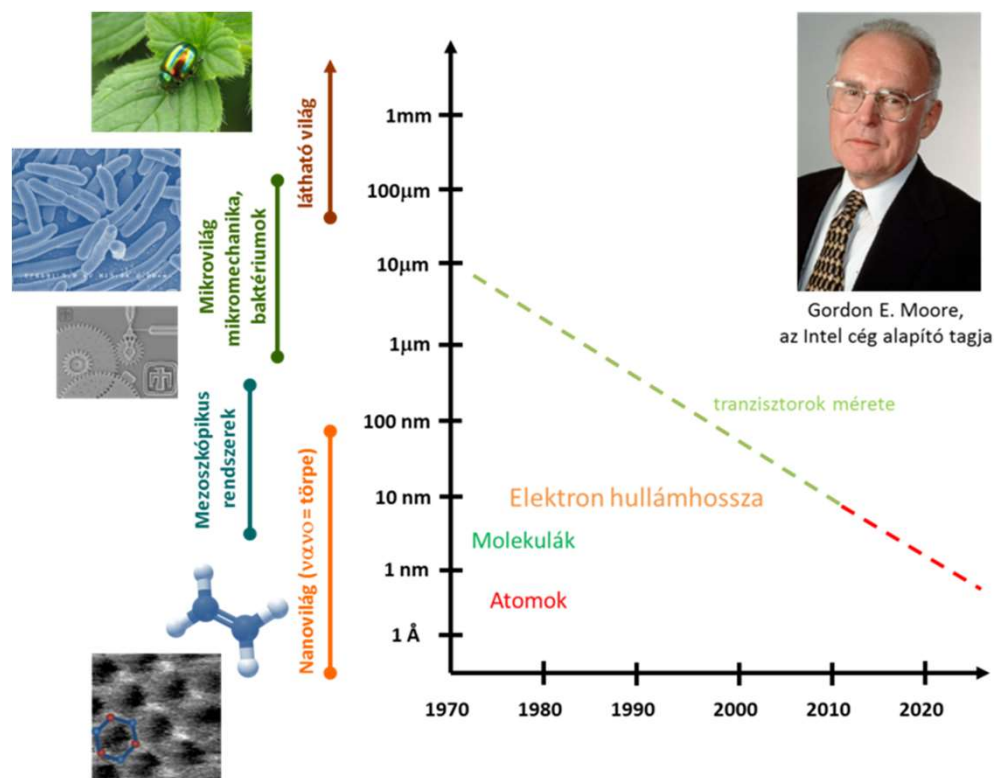
Anyagtudomány

SZERKEZETVIZSGÁLATI MÓDSZEREK

GERZSON MIKLÓS

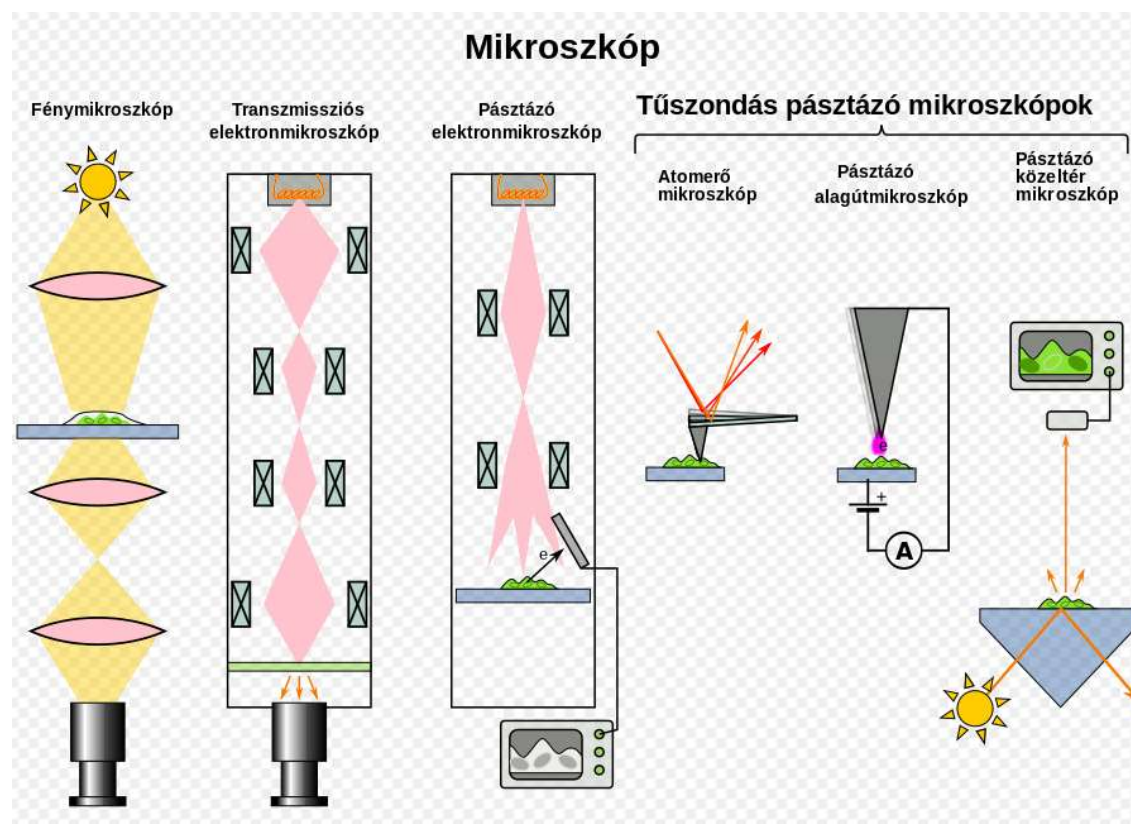
Szerkezetvizsgálat

Tipikus méretskálák és a Moore törvény



Szerkezetvizsgálat

Mikroszkóp típusú anyagszerkezet vizsgálati eszközök



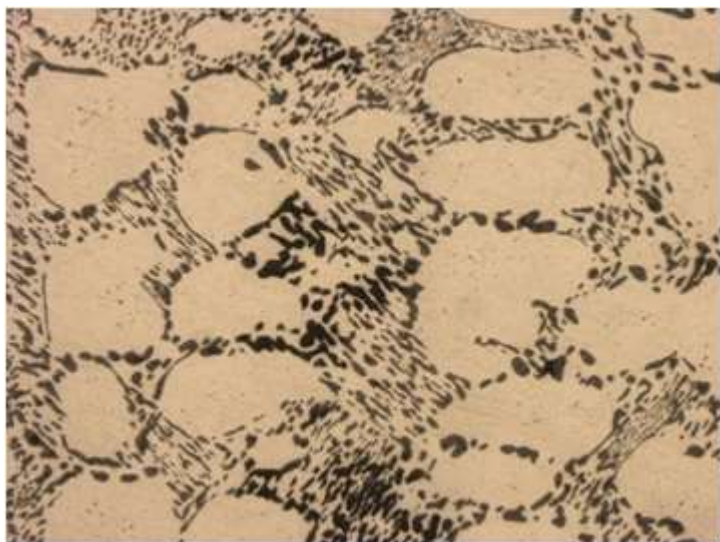
Szerkezetvizsgálat – Optikai mikroszkóp

- **Optikai mikroszkóp**
 - nagyítás: $\sim 1000\times$
 - felbontás: $\sim 1\mu\text{m}$
 - alkalmazási terület:
 - szemcseszerkezet
 - kristályfázisok
 - diszlokációk
 - felületkezelés:
csiszolás, polírozás, kémiai maratás

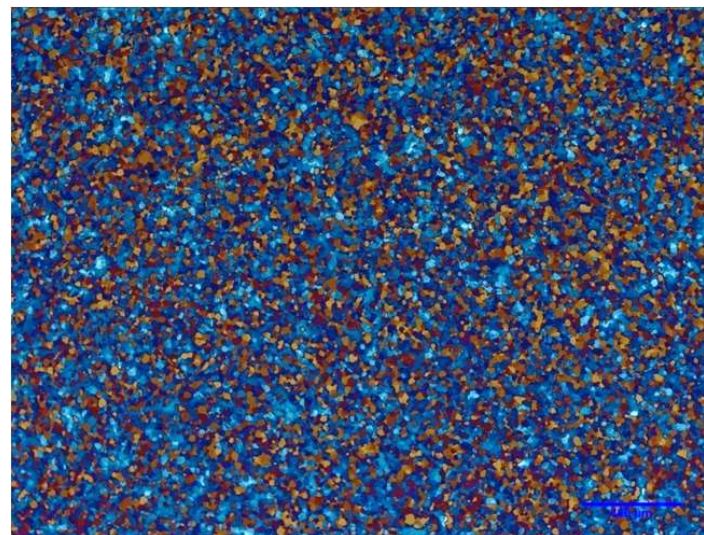


Szerkezetvizsgálat – Optikai mikroszkóp

- Polírozott felületek mikroszkópos képe



Pb-Sn ötvözet



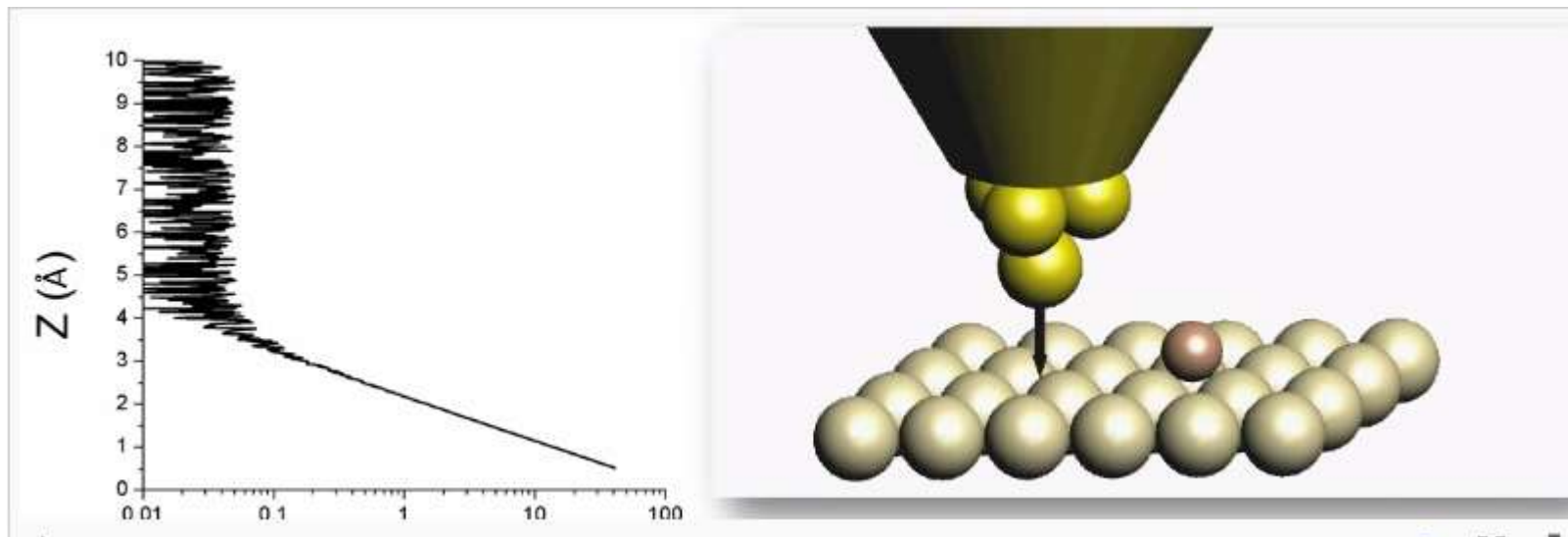
kereskedelmi tisztaságú Ti

Szerkezetvizsgálat – Pásztázó alagútmikroszkóp

- **Pásztázó alagútmikroszkóp** – Scanning Tunneling Microscope (STM)
 - Gerd Binnig, Heinrich Rohrer – 1981 (Nobel-díj 1986)
 - működési elve az alagúteffektuson alapul:
 - egy hegyes tűt nm-es távolságra pozícionálunk a vizsgált minta felületéhez
 - a tűre feszültséget kapcsolunk, ennek hatására alagútáram folyik a tű és a minta között
 - az áram exponenciálisan függ a tű-minta távolságtól

Szerkezetvizsgálat – Pásztázó alagútmikroszkóp

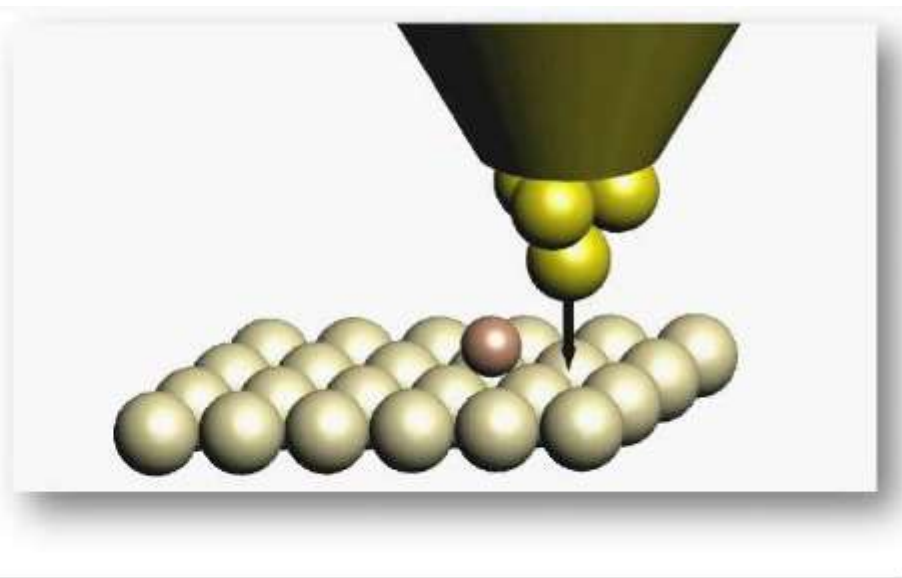
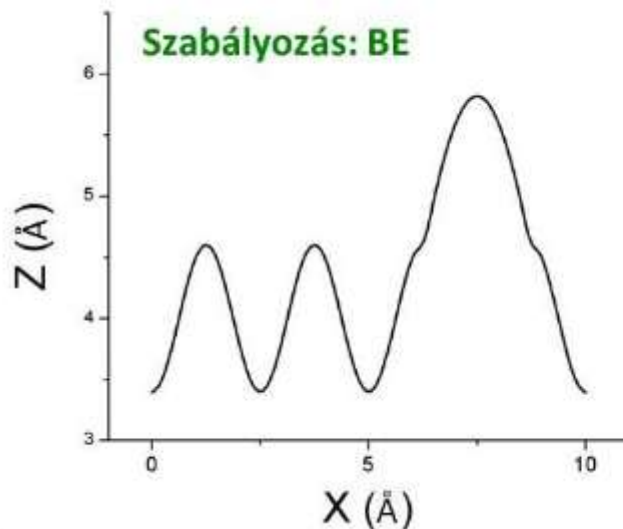
- Pásztázó alagútmikroszkóp működése
- a tű közelítése a felülethez



http://fizipedia.bme.hu/index.php/Nanoszerkezetek_előállítási_és_vizsgálati_technikái

Szerkezetvizsgálat – Pásztázó alagútmikroszkóp

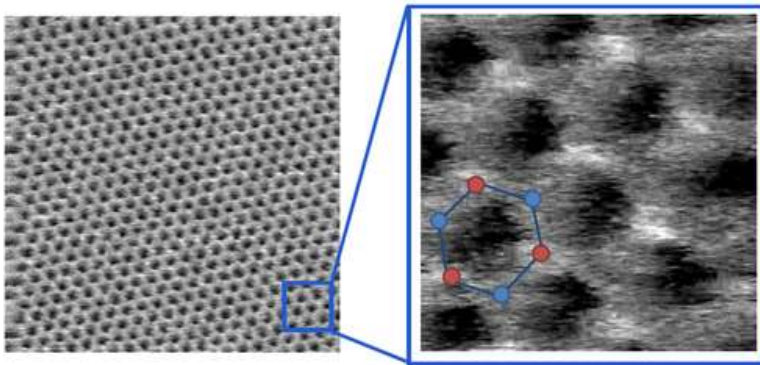
- A mérés kétféle módon végezhető el
 - konstans áramerősséggel: ekkor tűt úgy mozgatja a rendszer, hogy az alagútáram állandó legyen, így atomi felbontás lehetséges



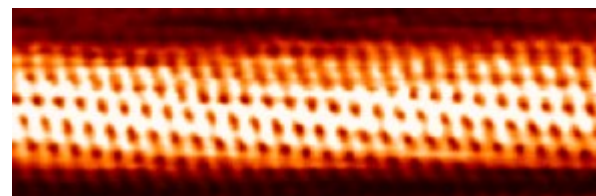
Szerkezetvizsgálat – Pásztázó alagútmikroszkóp

- konstans magasság: a tű ugyanabban a magasságban megy végig a minta felett és a mért áramerősség alapján kapjuk meg a felületet
- kisebb felbontással, de gyorsabban lehet így mérni, akkor előnyös, ha a mérés közben változik az anyag

STM kép grafit felületéről



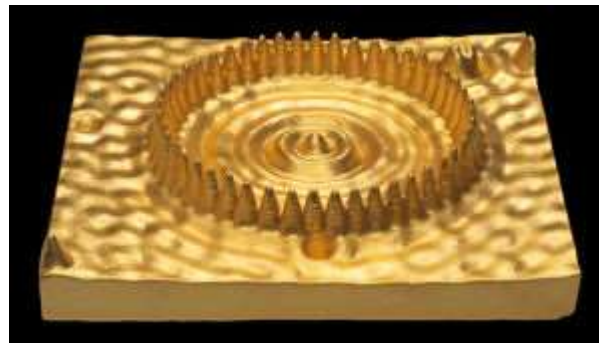
szén nanocsőről



Szerkezetvizsgálat – Pásztázó alagútmikroszkóp

- az STM tű nemcsak képalkotásra, hanem a minta felületének atomi felbontású manipulációjára is alkalmas

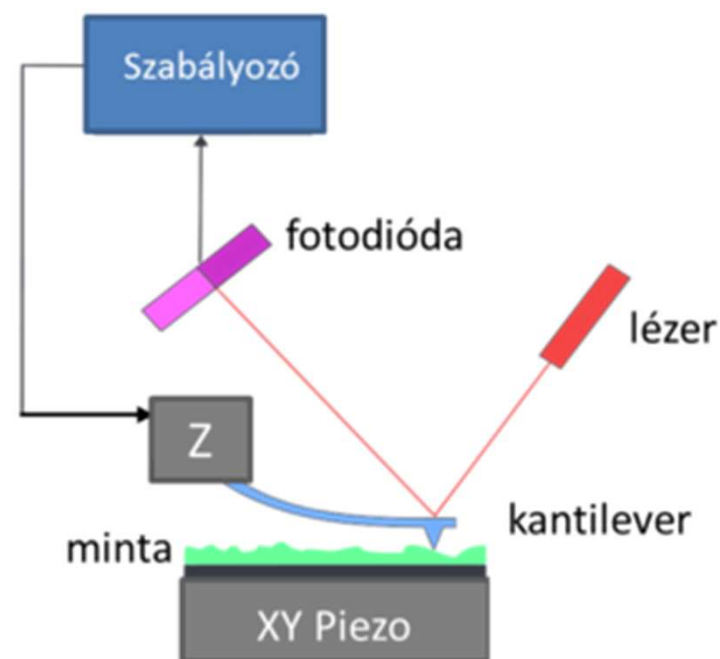
48 vas atom réz felületen



- az STM hátránya, hogy csak elektromosan vezető felületek vizsgálhatók

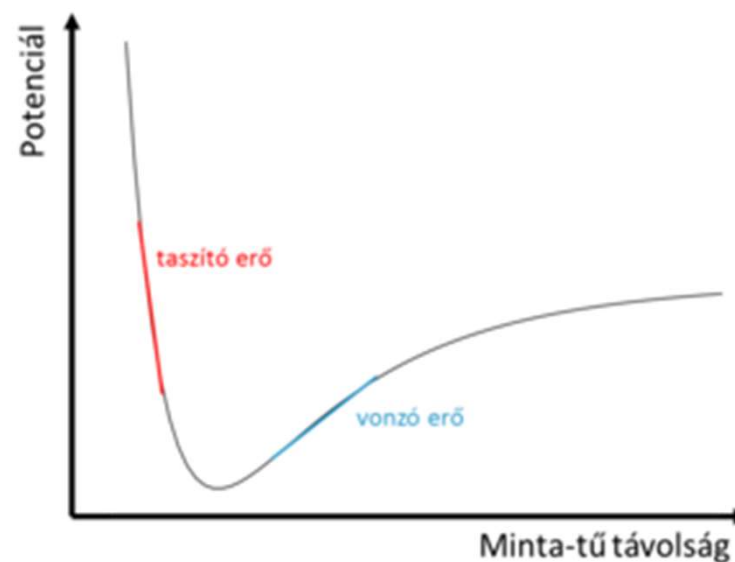
Szerkezetvizsgálat – Atomerő mikroszkóp

- **Atomerő mikroszkóp** – Atomic Force Microscope (AFM)
 - érzékelője a kantilever: egy laprugó a végén egy hegyes tűvel
 - a minta és a tű közötti erőhatást mérik úgy, hogy a laprugóról visszaverődő lézersugár változását méri egy fotodetektor



Szerkezetvizsgálat – Atomerő mikroszkóp

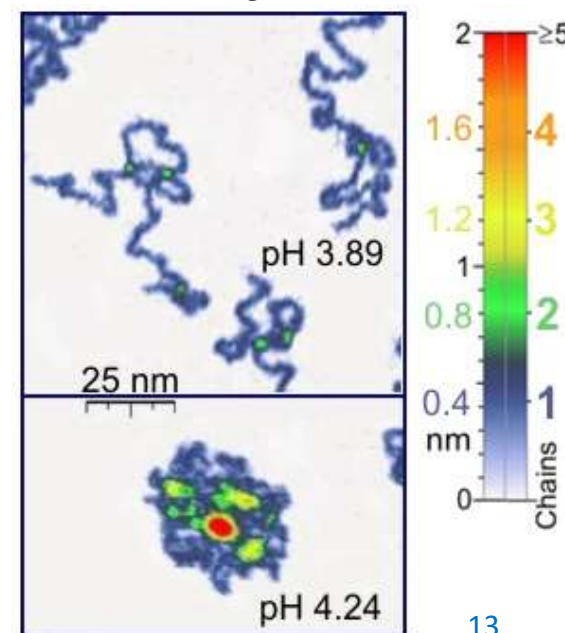
- a minta atomjai és a tű között nN nagyságrendű erő lép fel
- hátránya az STM-hez képest a kisebb érzékenység a minta-tű távolságra és nem monoton a változás
- a tűvel a felülethez közeledve először vonzás (Van der Waals erő) majd a kémiai kötések miatti vonzás és taszítás lép fel



Szerkezetvizsgálat – Atomerő mikroszkóp

- kétféle üzemmód
 - statikus: a tűt a minta felületéhez nyomják, az erő a laprugó lehajlásából határozható meg
 - dinamikus: a laprugót a rezonancia frekvenciáján rezegtetik, a minta és a tű közötti erőhatás miatt megváltozik a rezgés frekvenciája (a rezgés frekvenciája nm – pm nagyságrendű)

polimerlánc képe



Szerkezetvizsgálat – Elektronmikroszkóp

- a mikroszkópok felbontóképessége függ az alkalmazott fény hullámhosszától (Abbe törvény)
- látható fény hullámhossza 400-800 nm
- elektron kettős természete: elektronokból álló sugár és hullám
- fénymikroszkóp felbontóképessége: 0,2 μm
- elektronmikroszkóp felbontóképessége: 0,1 – 0,2 nm

Szerkezetvizsgálat – Elektronmikroszkóp

- **Transzmissziós elektronmikroszkóp** – Transmission electron microscope (TEM)
 - Ernst Ruska (Nobel-díj, 1986)
 - TEM működési elve: az elektronnyaláb vékony mintán transzmittálódik, majd ennek a képét egy képernyőre vetítik (hasonló az optikai mikroszkóphoz)
 - az optika fejlesztése volt a nagy feladat
 - atomi felbontás is elérhető

Szerkezetvizsgálat – Elektronmikroszkóp

- transzmissziós elektronmikroszkóp részei:



vákuumszivattyú

folyékony nitrogénes
hűtőberendezés

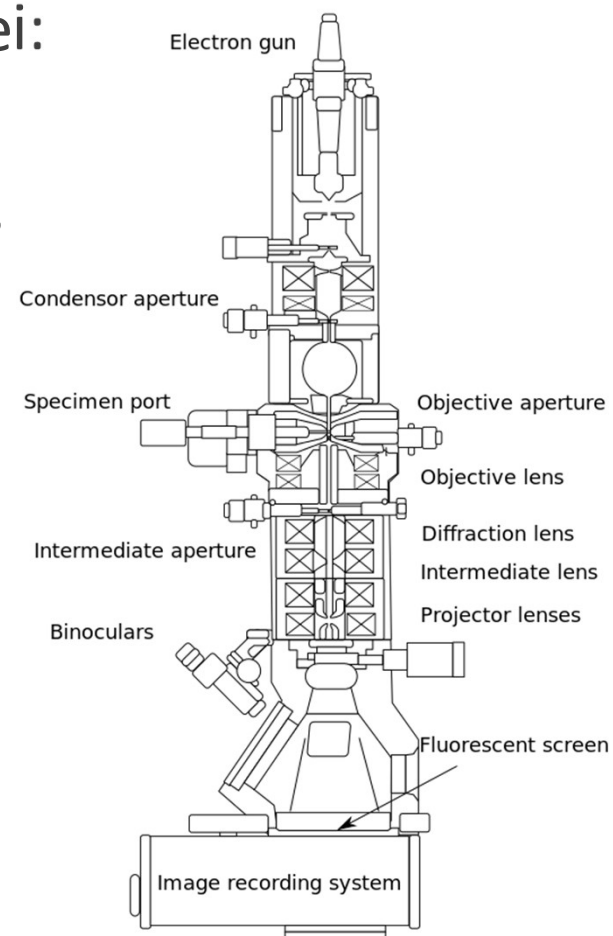
elektronsugár
gerjesztő, fókuszáló,
gyorsító rendszer

elektronoptikai
torony

mintaajtó

elektrondetektor

egyéb egységek

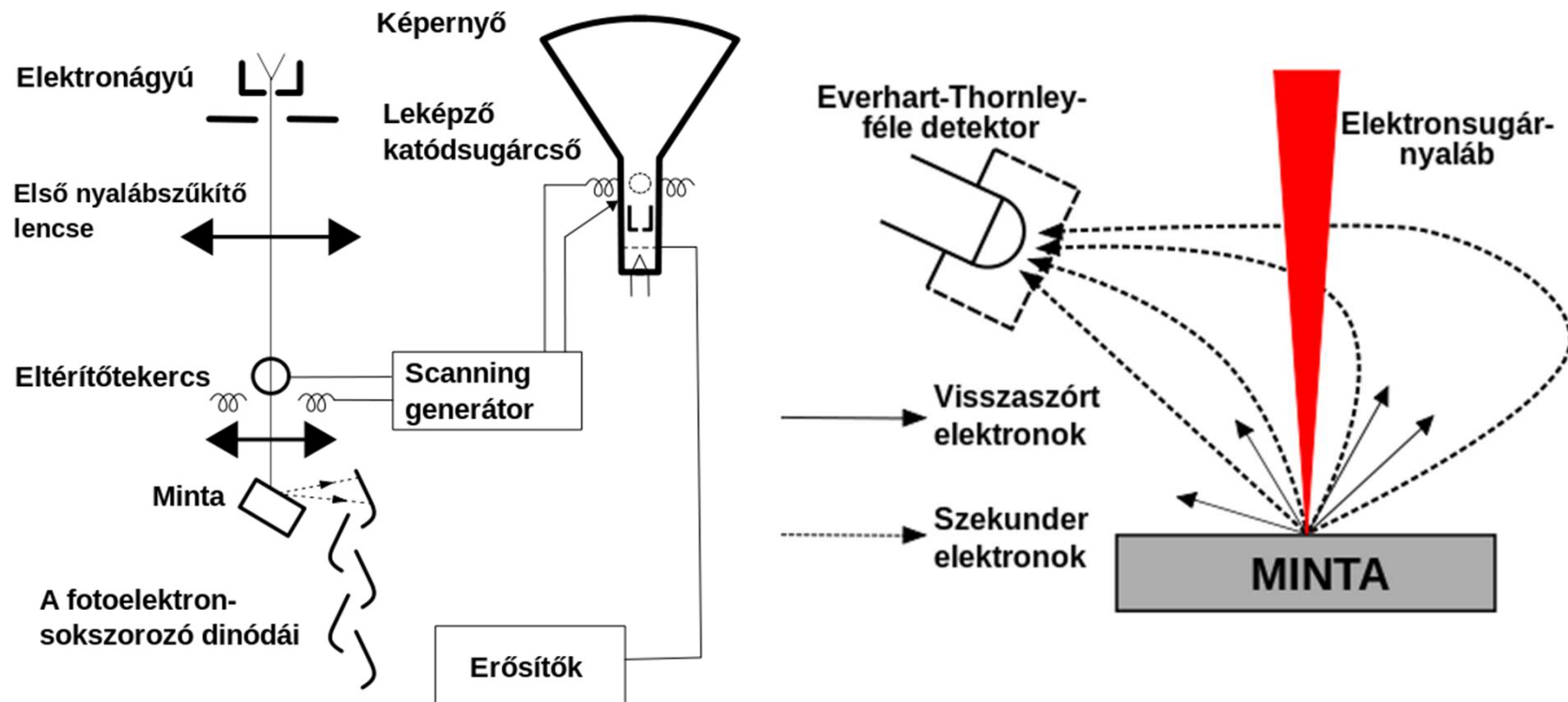


Szerkezetvizsgálat – Elektronmikroszkóp

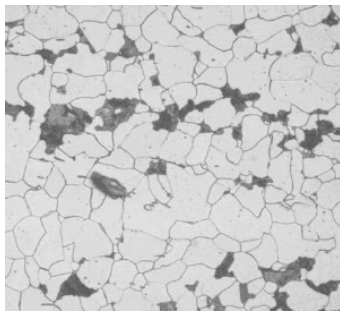
- **Pásztázó elektronmikroszkóp** –Scanning electron microscope (SEM)
 - elektronágyúval előállított, majd felgyorsított elektronnyalábot néhány nm-re fókuszálják a pásztázáshoz
 - a visszavert elektronokat, a másodlagos elektronokat, a keltett röntgensugárzást vagy fényt detektálják
 - a minta felületének elektromosan vezetőnek kell lennie

Szerkezetvizsgálat – Elektronmikroszkóp

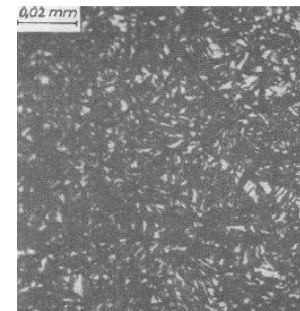
- pásztázó elektronmikroszkóp felépítése



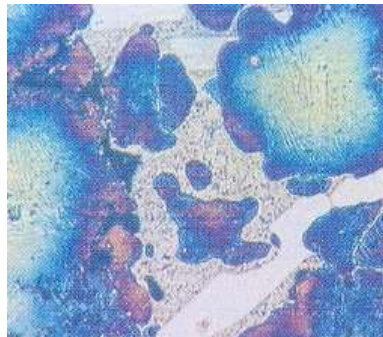
Szerkezetvizsgálat – Elektronmikroszkóp



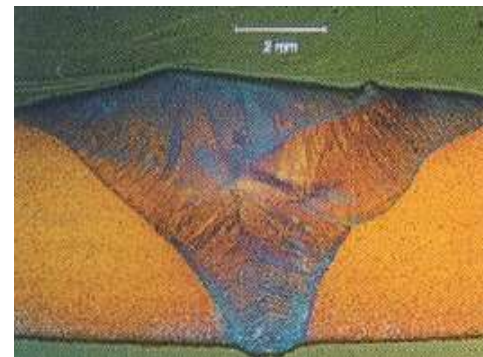
vasötvözet: ferrit fehér
perlit fekete



gyengén ötvözött acél:
ausztenit fehér, perlit fekete



ötvözött vas:
cementit fehér, perlit sötét

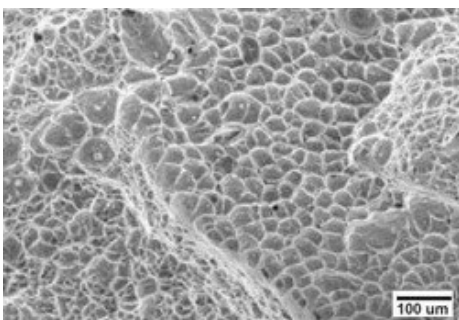


nikkelötvözet hegesztési
varrata

Szerkezetvizsgálat – Elektronmikroszkóp



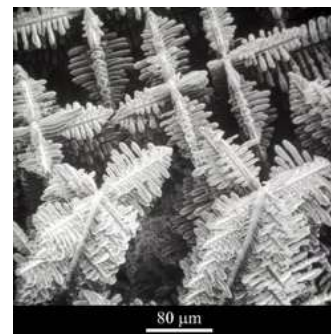
szemcsehatáron létre
jött törés



szívós töret



ónbronz dendrites
szerkezete

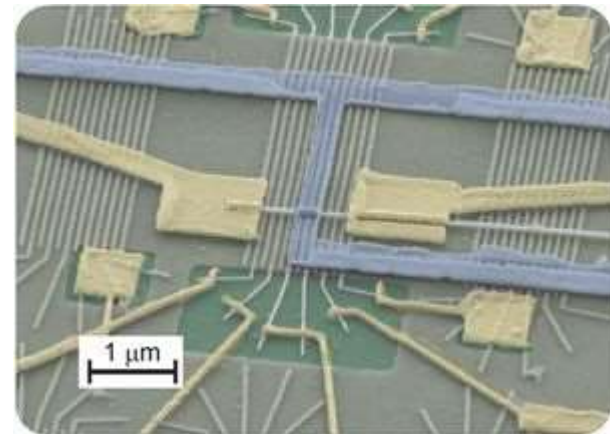


kobalt-réz-szamárium ötvözet

Szerkezetvizsgálat – Elektronmikroszkóp

- a pásztázó elektronmikroszkóp nanoszerkezetek készítésére is használható – elektronsugár litográfia
 - Si lapra hordozóréteg (reziszt) felvitele
 - reziszt pásztázása
 - megvilágított rész feloldása
 - fém párologtatása a felületre
 - a maradék reziszt eltávolítása

nanoáramkör

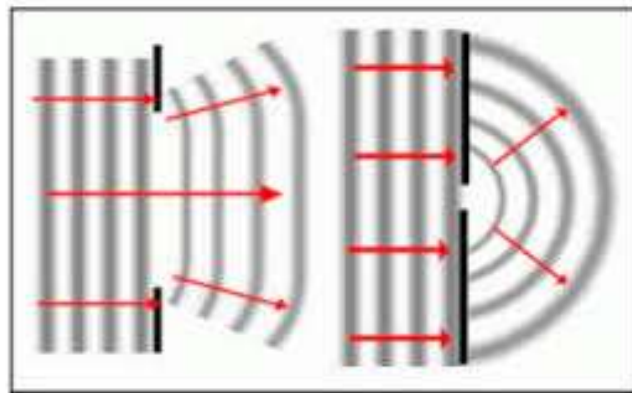


Szerkezetvizsgálat – Röntgenkristallográfia

- A **röntgendiffrakció** rendezett, kristályos felépítésű anyagok szerkezetvizsgálati módszere
 - elve: a röntgensugárzás hullámhossza és az atomok mérete hozzávetőleg megegyezik
 - ha a röntgensugár kristályos anyagon halad át, akkor egyes sugárnyalábok beleütközhetnek a rácspontokon lévő atomokba, és ezért elhajlanak
 - a módosult sugárzást fotólemezekre vetítik, amelyen a felerősödött sugárnyalábok helyén sötétedés, a kioltottak helyén világosodás látható

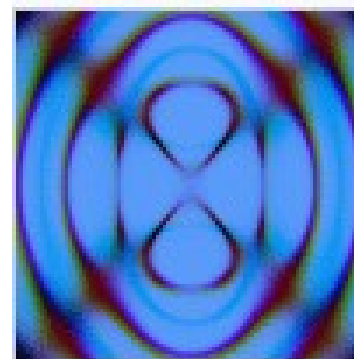
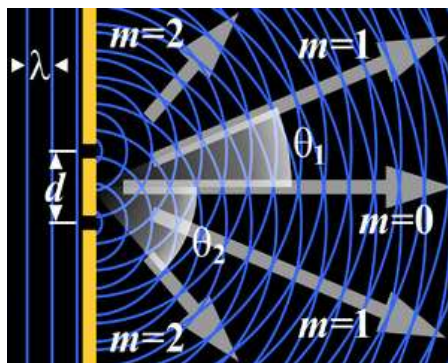
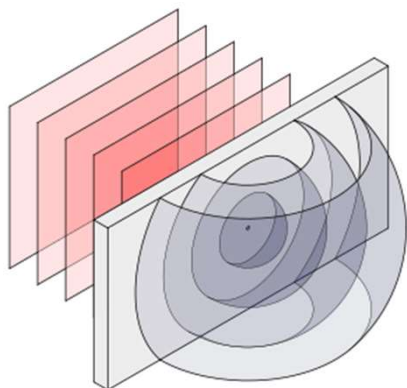
Szerkezetvizsgálat – Röntgenkristallográfia

- diffrakció:
 - ha a hullámok útjába a hullámhosszhoz képest viszonylag nagy méretű réssel ellátott akadályt teszünk, akkor a nyíláson áthaladó hullámok közelítőleg egyenesen haladnak tovább



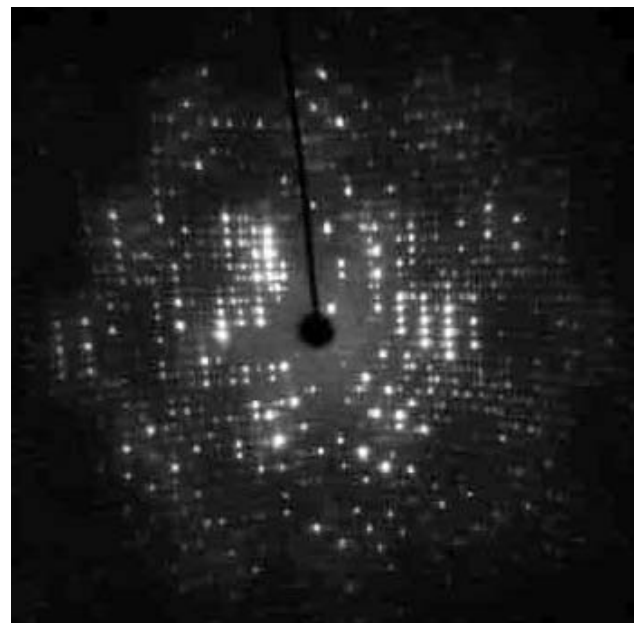
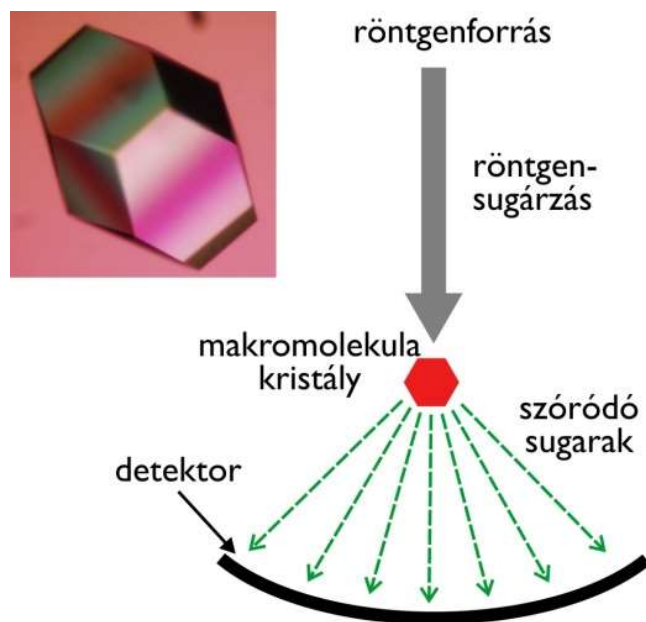
Szerkezetvizsgálat – Röntgenkristallográfia

- ha azonban a rést elegendően kicsire szűkítjük, a hullámok behatolnak abba a térbe is, ami eredetileg az akadály által árnyékolva van – ilyenkor tapasztalható az elhajlás, azaz a diffrakció



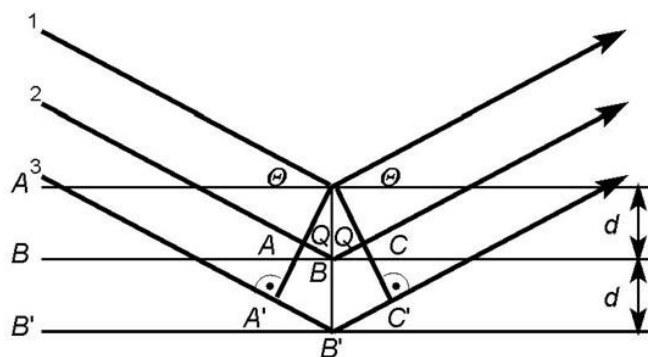
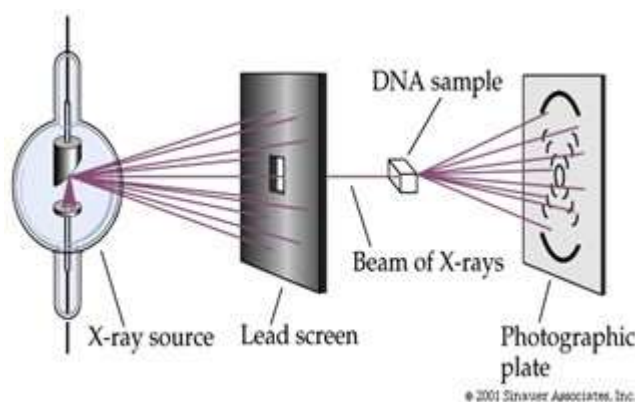
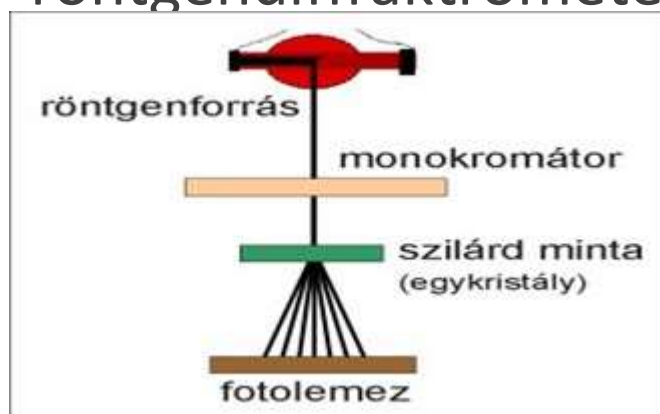
Szerkezetvizsgálat – Röntgenkristallográfia

- a kristály szerkezetének megfelelően helyezkednek el a világos és a sötét foltok



Szerkezetvizsgálat – Röntgenkristallográfia

- röntgendiffraktométer felépítése és működési elve



a röntgensugarak diffrakciója után útkülönbség lép fel, ami egyszerűen meghatározható a hullámok interferenciája során erősítés akkor lép fel, ha azonos fázisú hullámok találkoznak azaz, ha a hullámok útkülönbsége a diffrakció után a beeső sugárzás hullámhosszának egész számú többszöröse így határozható meg a rácssíkok távolsága

Szerkezetvizsgálat – Röntgenkristallográfia

- a mérés elve

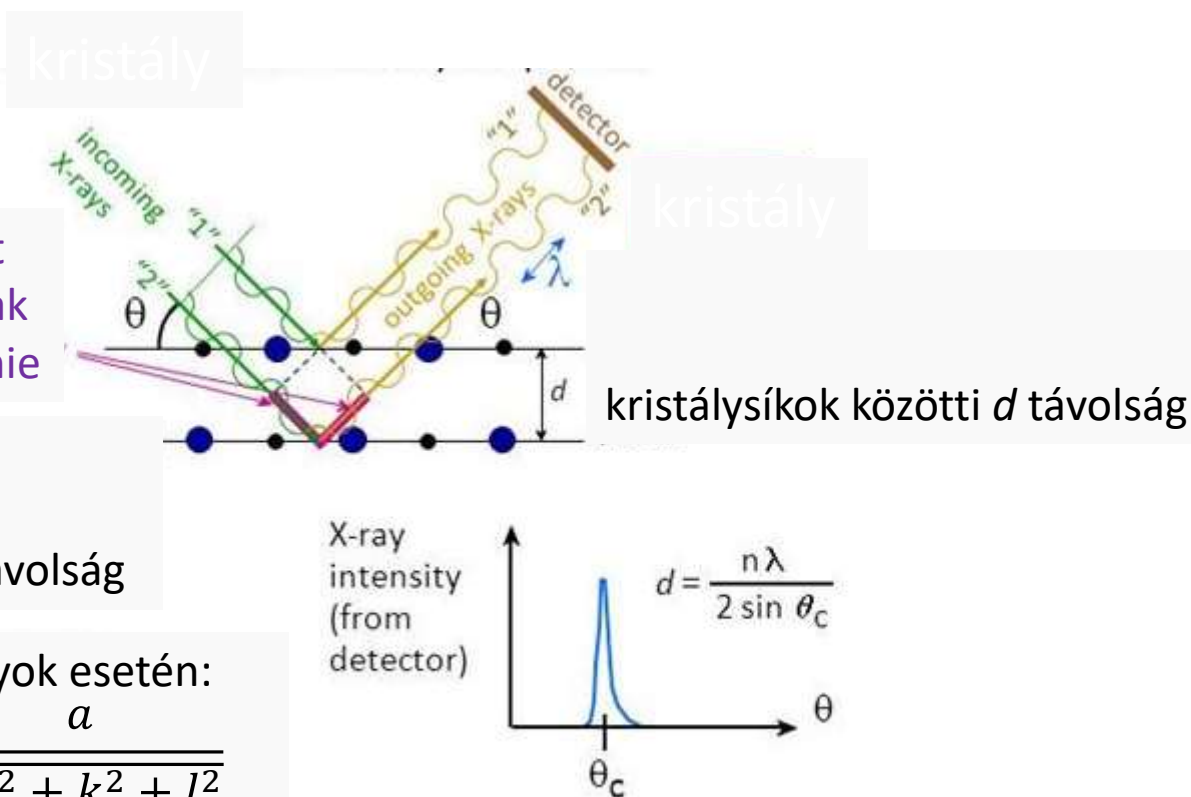
extra út, amit
a „2” sugárnak
meg kell tennie

A θ beesési szög mérése
alapján meghatározható
a kristálysíkok közötti d távolság

Köbös kristályok esetén:

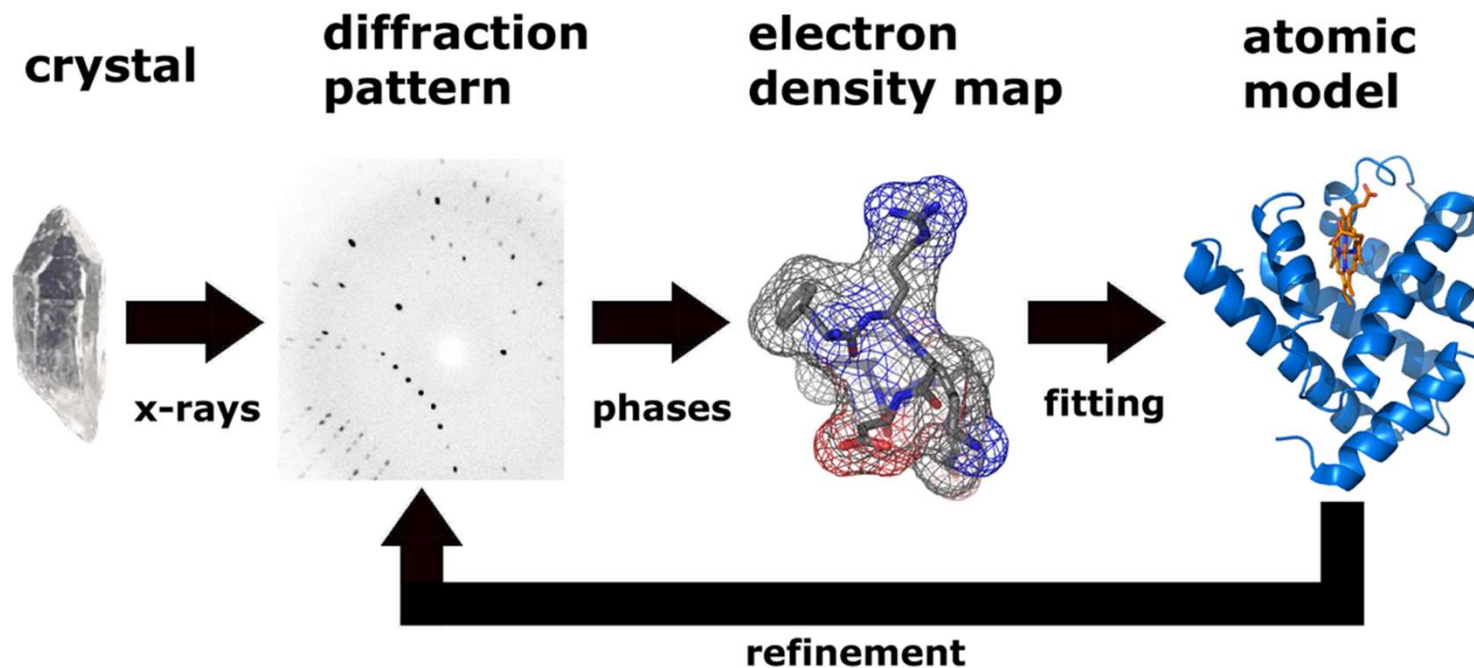
$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

ahol h, k, l a Miller indexek



Szerkezetvizsgálat – Röntgenkristallográfia

- vizsgálat menete



Szerkezetvizsgálat – Röntgenkristallográfia

- vizsgálat menete

