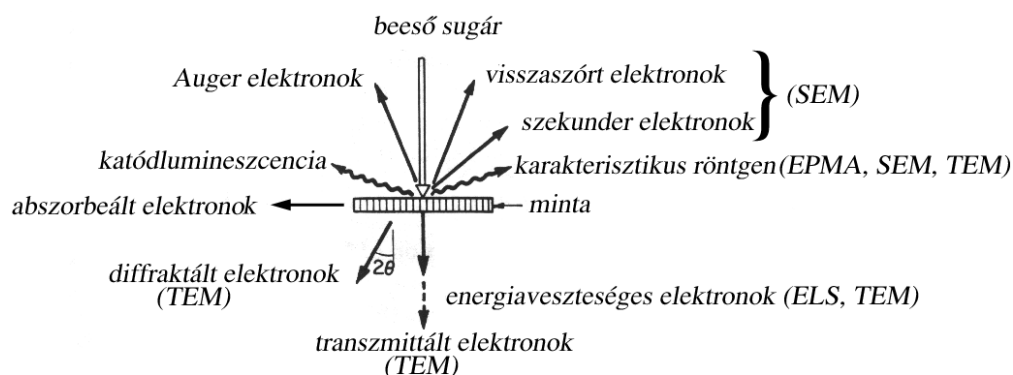


Vázlat a transzmissziós elektronmikroszkópiához (TEM)

dr. Dódony István

A TEM a szilárd anyagok kémiai és szerkezeti jellemzésére alkalmas vizsgálati módszer. Más anyagtudományi módszerekkel összevetve, rendkívüli előnye az atomi méreteket elérő fölbontóképesség. A kereskedelmi forgalomban lévő modern eszközökkel is azonosíthatók és lokalizálhatók az egyedi atomok. A napi gyakorlatban a néhány μm - 4\AA az a tartomány amelyen belül (alkalmas berendezéssel) a vizsgált anyagok kémiai és reális kristályszerkezeti jellemzőit meghatározhatjuk.

A különböző anyag-elektron kölcsönhatásokat mutatja az 1. ábra.



1. ábra

Közepes sűrűségű ($\approx 3\text{g/cm}^3$) minta néhányszor 10nm vastagság mellett, 100 kV -tal gyorsított elektronsugárral ($\lambda_{100\text{kV}} = 0,037\text{\AA}$) még jól vizsgálható TEM-ben. Az átvilágíthatóság függ a az elektronsugár hullámhosszától, azzal fordított arányban áll. A megvilágító rendszer (elektronágyú, kondenzor-lencserendszer, kondenzorblende) beállításával koherens (monokrómás, párhuzamos és állandó fázisviszonyokkal jellemezhető) beeső sugarat állítunk elő.

A TEM elvét a kristálytani alapok, a geometriai- és hullámoptika valamint az elektronsugár anyagon való szóródásának (diffrakciójának) ismeretében értjük meg.

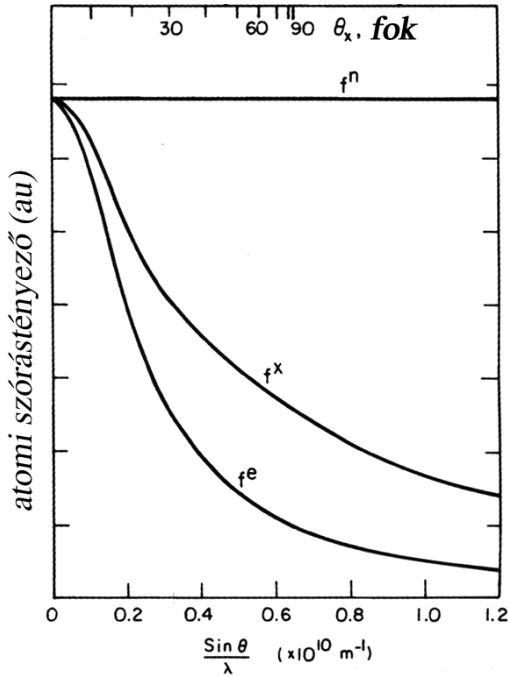
Az elektronok az anyag töltéseivel (elektronokkal és protonokkal) hatnak kölcsön (szóródnak). Így a nagyfölbontású (HR)TEM-ben az anyag vetített töltéssűrűség eloszlása vizuálisan megfigyelhető. A szükséges kristálytani alapok (rács fogalma, jellemzői, szimmetriák, tércsoportok) ismeretét föltételezve írjuk le a kristályos mintán áthaladó elektronsugarakat!

A szórt elektronhullámokat amplitúdójukkal és fázisukkal jellemezzük. Egyedi, környezetétől független tömegponton (atom, ion töltött részecskéin) szóródó elektronhullám fázisa a tömegpontra gömbszimmetrikus, az f^e amplitúdóját - atomi szórástényezőjét - a $\sin\theta/\lambda$ függvényében a 2. ábra szemlélteti. θ az előreszóráshoz mért szög, f^x és f^n a röntgen és neutronsugárzásra vonatkozó atomi szórástényező. A különböző sugárzásokra vonatkozó szórástényezők egymásból számíthatók. A Z rendszámú elem f^e értéke - ahol c , a négy a_i és a négy b_i anyagi állandók - a következő

formában adható meg: $f_z^e = 2,38 \times 10^{-10} * (\lambda / \sin \Theta) * (Z - f_z^x)$,

$$\text{ahol } f_z^x = c + \sum_{i=1}^4 a_i \exp\left(-b_i \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2}\right).$$

A kristályok töltéssűrűség eloszlása folytonos és periódikus térfüggvény. Az elektronsu-



2. ábra

gár ezen a töltéssűrűség eloszláson - akár egy optikai rácson - szóródik, diffraktál. A (hkl) Miller-indexű síkokon szórt sugárzás amplitúdóját és fázisát a megvilágító (direkt) sugárhoz viszonyítva az F_{hkl} -el jelölt struktúrfaktor formulája adja meg:

$$F_{hkl} = \sum_j f_j \left(\frac{\sin \Theta}{\lambda}\right) \exp 2\pi i(hx + ky + lz).$$

Az összegzést az egy elemi cellában lévő (j számú) tömegpont mindegyikére el kell végezni. Θ (hkl) rácssíkokhoz tartozó Bragg-szög, x,y,z pedig a j-dik tömegpont koordinátái. (Euler tétele alapján az

$$\exp 2\pi i(hx+ky+lz) =$$

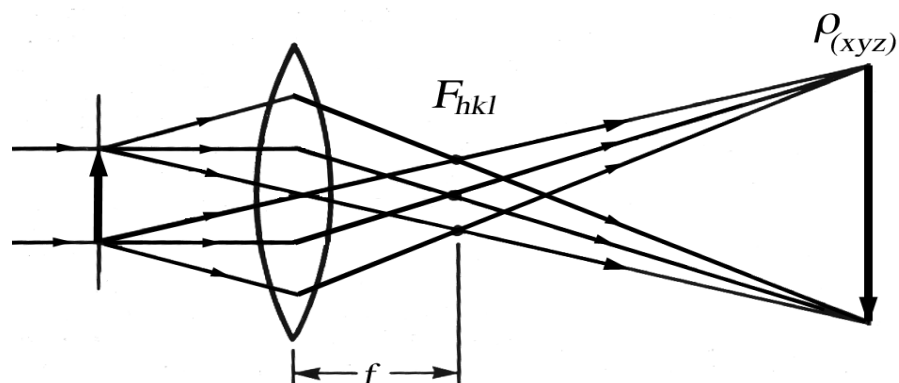
$\cos 2\pi(hx+ky+lz) + i \sin 2\pi(hx+ky+lz)$, azokat a matematikai sorokat, melyek \sin -os és \cos -os tagok összege, Fourier-soroknak ismerjük.) A struktúrfaktor komplex szám, valós komponensét a \cos -os, az imagináriusát a \sin -os tagok összege adja. Az eredő vektor és a valós komponens által bezárt szög a fázis. A diffraktált sugár intenzitása (I): $I = |F_{hkl}|^2$

Ha a beeső elektronsugár párhuzamos a minta [uvw] zónatengelyével - a rendkívül kis hullámhossz következményeként - azok a (hkl) indexű rácssíkok vannak diffrakciós helyzetben, melyek normálisára - **hkl** vektorára - fennáll a **hkl[uvw]=0**, vagyis eme vektorok egymásra merőlegesek. Az [uvw] zónájába tartozó rácssíkok jellemzőit, azok összegeként a minta [uvw] vetületű képén tanulmányozhatjuk. A minta elemi cellájának adott ((x,y,z) koordinátájú) helyén lévő töltéssűrűség értékét a struktúrfaktorok fázishelyes összegzésével kapjuk:

$$\rho_{(xyz)} = \sum_{hkl} F_{(hkl)} \exp 2\pi i(hx + ky + lz)$$

A transzmissziós elektronmikroszkóp lencséinek képalkotási geometriája a fényoptikai lencsékével analóg. Egy gyűjtőlencse a tárgyról fordított állású valódi nagyított képet alkot. A lencse fókuszsíkjaiban az F_{hkl} -ek készlete, míg a képsíkban a $\rho_{(xyz)}$ értékekkel arányos intenzitás (fényesség) van (ld. 3. ábra). Az elektronoptikai lencsék szokásos nagyítása százszoros körüli. Az objektív, intermedier és projektív lencsék rendszerével így milliószeres elektronoptikai nagyítás érhető el. A felvételeket

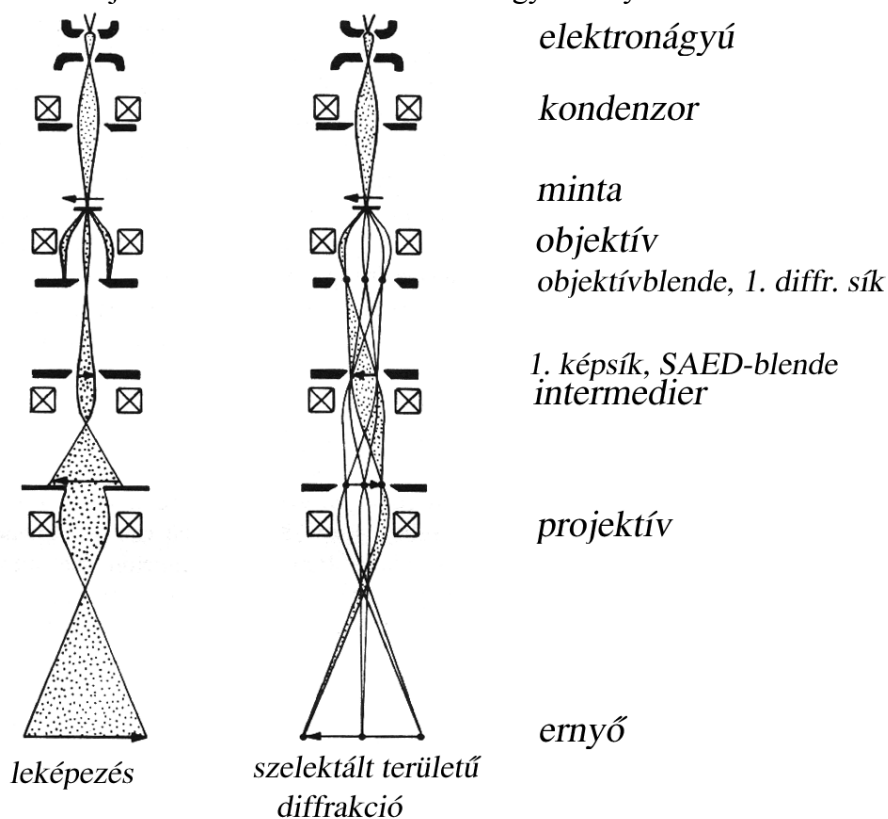
fluoreszcens ernyőn, vagy - újabban - CCD kamerákkal erősített képeken monitoron állíthatjuk be és fotólemezen, vagy digitalizálva számítógépen rögzíthetjük.



3. ábra

A TEM főbb sugármeneteit a 4. ábra mutatja.

Ha az objektív képsíkjában egy blendével kitakarjuk az érdektelen területeket a képből, akkor az intermedier hátsó fókusz síkjáról a projektív lencsével ernyőre fókuszált valódi képen a szelektált terület diffrakciós felvételét (SAED) figyelhetjük meg. TEM-ben $0,3\mu\text{m}$ átmérőjű területekről is készíthetünk egykristály-diffrakciós felvételeket.

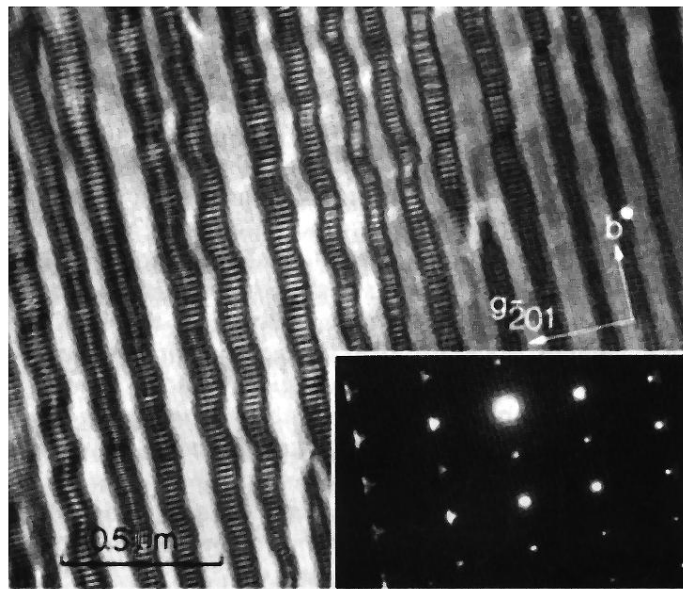


4. ábra

Ha az objektív hátsó fókusz síkjában csak egy F_{hkl} -t választunk ki képképzésre, akkor $2nm$ körüli fölbontással leképezzük a mintánk minden olyan tulajdonságának homogenitását, melyek a struktúrfaktor formulában szerepelnek. Az ilyen, egy sugaras képeket amplitúdókontrasztosnak nevezzük. Ha a kiválasztott az F_{000} , akkor a képet világos-látóteresnek (BF), míg ha az egyik diffraktált sugár, akkor sötét-látóteresnek (DF) nevezzük. Tehát az atomi szórástényezők révén a kémiai homogenitást, míg a tömegpontok koordinátái a szerkezetgeometriai differenciákat jelenítik meg.

Ha az objektív blendébe több sugarat engedünk, akkor a képen az F_{hkl} -ek összegét, vagyis a tárgyfüggvény képét - a $\rho_{(xyz)}$ -t - látjuk a sugarak számával arányos jóságú közelítésben. Az ilyen leképezést fáziskontrasztosnak, vagy nagyfelbontásúnak (HRTEM) nevezzük.

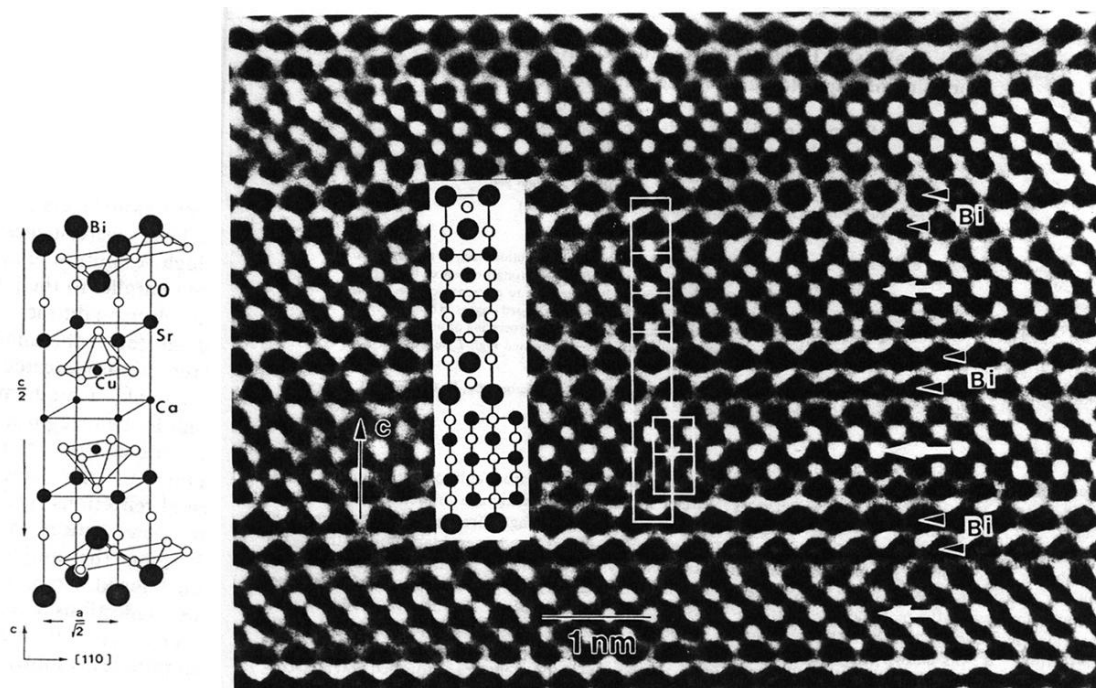
Az 5. ábra példát mutat egy SAED felvétel és DF kép információ tartalmára. A vizsgált minta $(KNa)AlSi_3O_8$ összetételű ásvány (alkáli földpát), ami magas hőmérsékleten homogén szerkezetű és összetételű. Lassú hűlés során a Na és K gazdag fázisok (albit és ortoklász) spinodálisan szételegyednek, majd az albit (010) szerint ikresedik és szimmetriája triklinné válik, míg az ortoklász monoklin marad. A K (Na -



5. ábra

nál) nagyobb atomi szórástényezője tükröződik az ortoklász lamellák világosabb képén. Az albit ikertagokban a rácspontok koordinátája különböző, ami a lamellák síkjára merőleges kontrasztokként észlelhető.

A 6. ábra egy magas hőmérsékleten szupravezető kristály szerkezetmodelljét és atomi fölbontású HRTEM képét mutatja.



6. ábra