

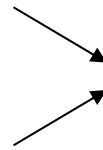
ANYAGSZERKEZET VIZSGÁLATI MÓDSZEREK

- irodalom:
- Pozsgai Imre: A pásztázó elektronmikroszkópia és elektronsugaras mikroanalízis alapjai (Budapest, 1994)
 - Brümmer, Heydenreich, Krebs, Schneider: Szilárd testek vizsgálata elektronokkal, ionokkal és röntgensugárzással (MK, Budapest, 1984)
 - Radnóczy György: A transzmissziós elektronmikroszkópia és elektrondiffrakció alapjai (KLTE egyetemi jegyzet, Debrecen, 1991)
 - Mátrai, Csillag: Kísérleti spektroszkópia (TK, budapest, 1990)
 - Ludwig Reimer: Scanning Electron Microscopy (Springer, 1985)
 - J.I.Goldstein, D.E.Newbury, P.Echlin, D.C.Joy, Ch.Fiori, E.Lifshin: Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis (Plenum Press, 1984)
 - Simonyi Károly: Elektronfizika

anyag és szerkezet vizsgálata

Spektroszkópikus módszerek: anyagi minőség

kémiai állapot



meghatározása

Ezekkel a módszerekkel általában ionok és elektronok energiáját vagy ionok tömegét határozzuk meg. A kapott adatokból tömegszámot mérhetünk, adszorpciós és emissziós energia értékeket nyerhetünk.

Szerkezeti tulajdonságok meghatározására szolgáló módszerek:

Az atomok térbeli elhelyezkedésére adnak információt. A módszerek közül a legfontosabbak: elektron-, röntgen és n° diffrakció, alagúteffektus, elektron emisszió és elektron-ion szórás.

mikroszkópiás módszerek: képalkotás + kombinálva spektroszkópiás módszerekkel



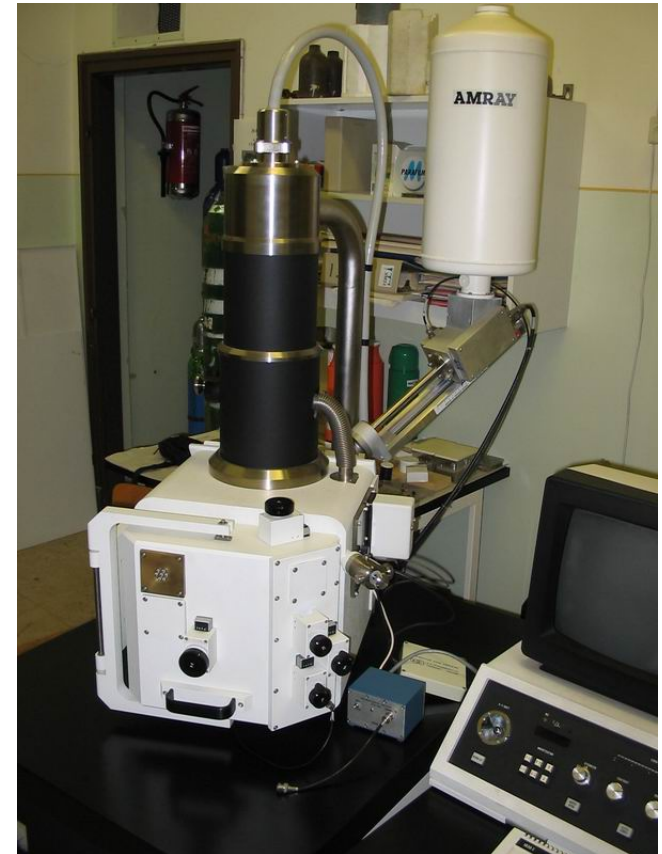
szerkezeti és kémiai összetételi info. is
(de esetleg rosszabb felbontással)

PÁSZTÁZÓ ELEKTRONMIKROSKÓPIA

(Scanning Electron Microscopy, SEM)



AMRAY 1830 I
pásztázó elektronmikroszkóp



Megjegyzés:

a bemutatott ábrák egy része és a példaként megadott beállítások, paraméterek az AMRAY 1830 I SEM-re vonatkoznak

A SEM egy felületvizsgálati módszer :

Az e⁻-nyaláb – minta kölcsönhatásból származó jeleket detektáljuk, majd erősítés után képképzésre (NEM optikai képképzés !) használhatjuk.



A felületet hogyan definiáljuk? Később részletesen látni fogjuk, hogy a minta felszíne alatti néhány nm – néhány μm vastagságú réteg a „felület”.

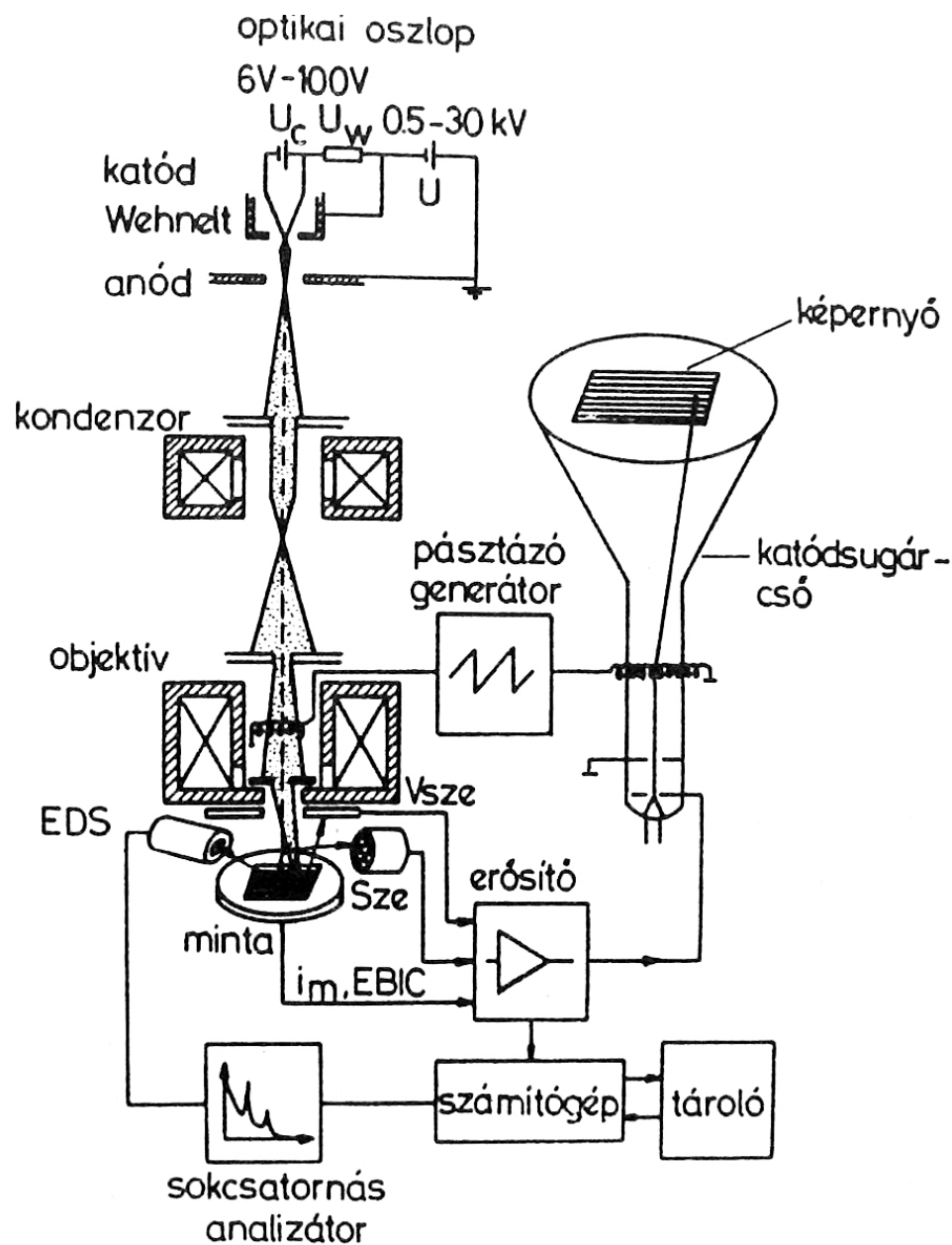
1942 Zworykin (első SEM)

1965- kereskedelmi forgalomban kapható

jellemző paraméterek : **mélységélesség akár 3-4 mm is lehet (opt. mikr. $\sim \mu\text{m}$)**
 laterális felbontóképesség általában $\sim \text{nm}$ ($< 1 \text{ nm}$ is lehet)
 (opt. mikr.-ban $\sim 200 \text{ nm}$,
 TEM-nél $\leq 0.2 \text{ nm}$)
 (lehetne még vizsgálni pl. mélységi feloldás vagy analizált térfogat szerint is)

FELÉPÍTÉSE, MŰKÖDÉSI ELVE:

A mintafelületet egy, a felületre fókuszált e^- - nyalábbal pásztázzuk és a mintából kijövő jeleket detektálás és erősítés után a megjelenítő monitor e^- - nyaláb intenzitásának modulálására használjuk, ami a pásztázó nyalábbal szinkron mozog. Így ha a minta egy adott részéről kevés jel jön, akkor a képen neki megfelelő pont sötét lesz, és fordítva.



ELEKTRON – ANYAG KÖLCSÖNHATÁS

a primer nyaláb-minta kölcsönhatás eredménye lehet:

szekunder e^- (SE, 50 eV-nál kisebb energiájú elektronok)

visszaszórt e^- (BSE, $E > 50$ eV)

abszorbeált e^- (SC, mintaáram)

X $\begin{cases} \text{karakterisztikus} \\ \text{folytonos} \end{cases}$ } röntgen

fénykibocsátás (katódlumineszcencia)

EBIC (= Electron Beam

Induced Current)

melegedés (a besugárzó E
legalább fele hővé alakul)

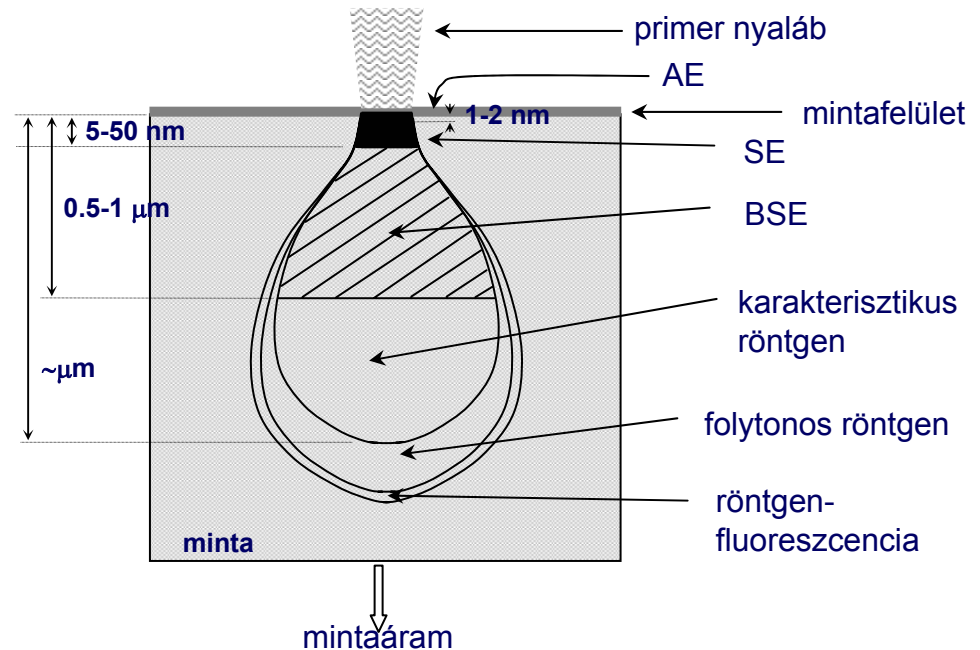
Auger-elektronok (AE)

mágneses kontraszt

potenciálkontraszt

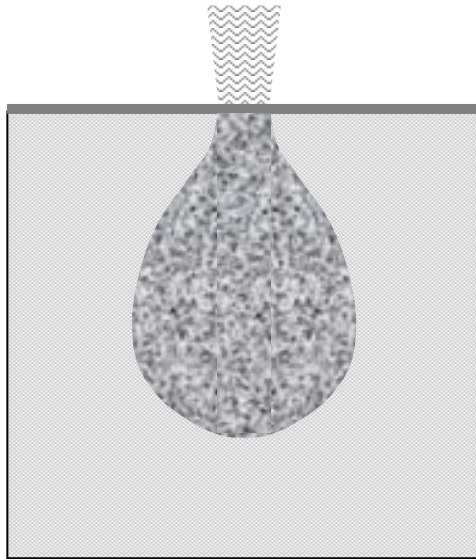
csatornahatás

a kölcsönhatási térfogat :

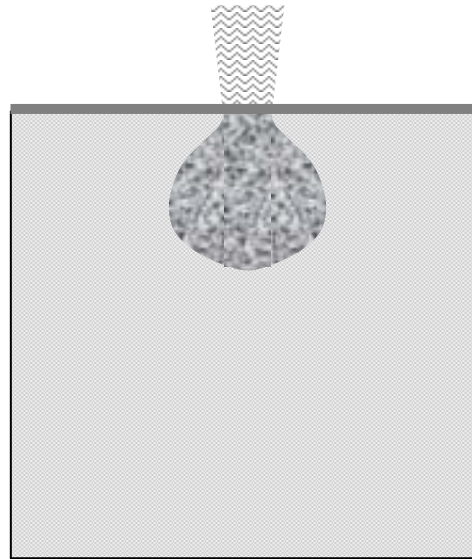


az a térfogat, ahol a primer elektronok kölcsönhatásba lépnek a mintával (rugalmas-és rugalmatlan szórások)
ennek része az **információs térfogat**, ahonnan a jelek ki tudnak
jönni a mintából

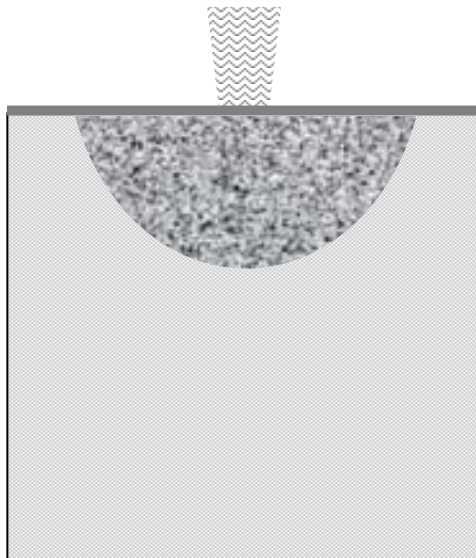
a kölcsönhatási térfogat alakjának és méretének függése a primer E-től és a rendszámtól:



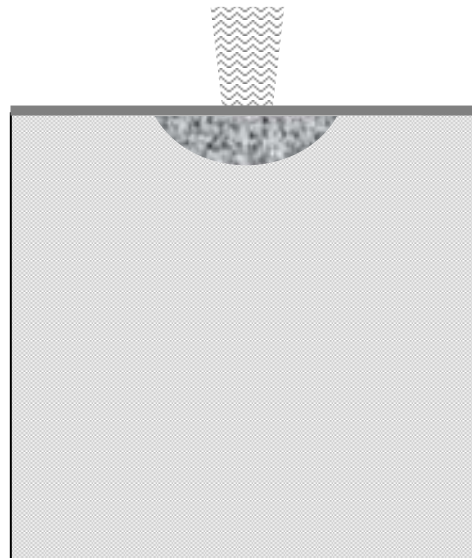
kis Z , nagy E_0



kis Z , kis E_0

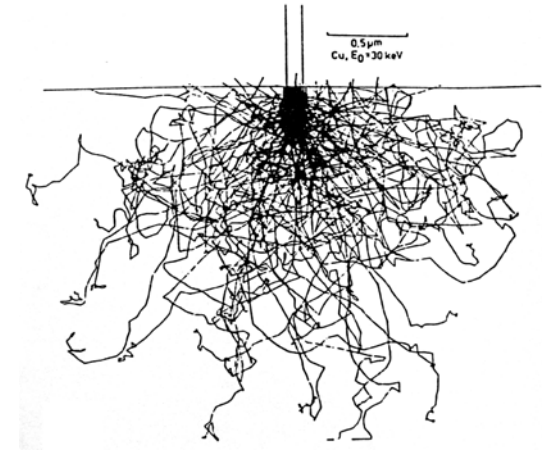


nagy Z , nagy E_0



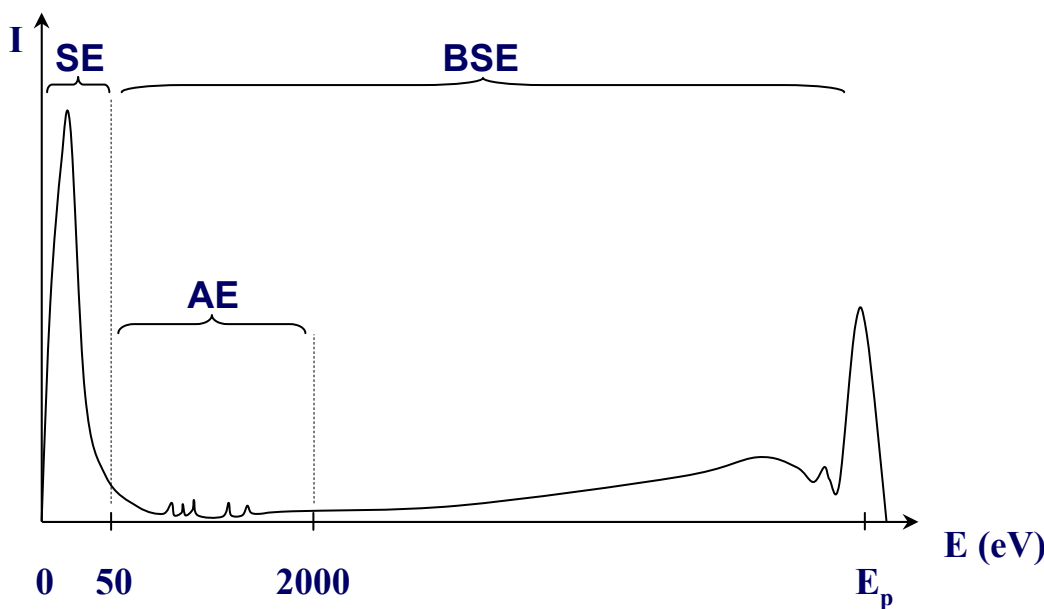
nagy Z , kis E_0

**a kölcs.h.térf. alakja jól
kirajzolható Monte-Carlo
szimulációval:**



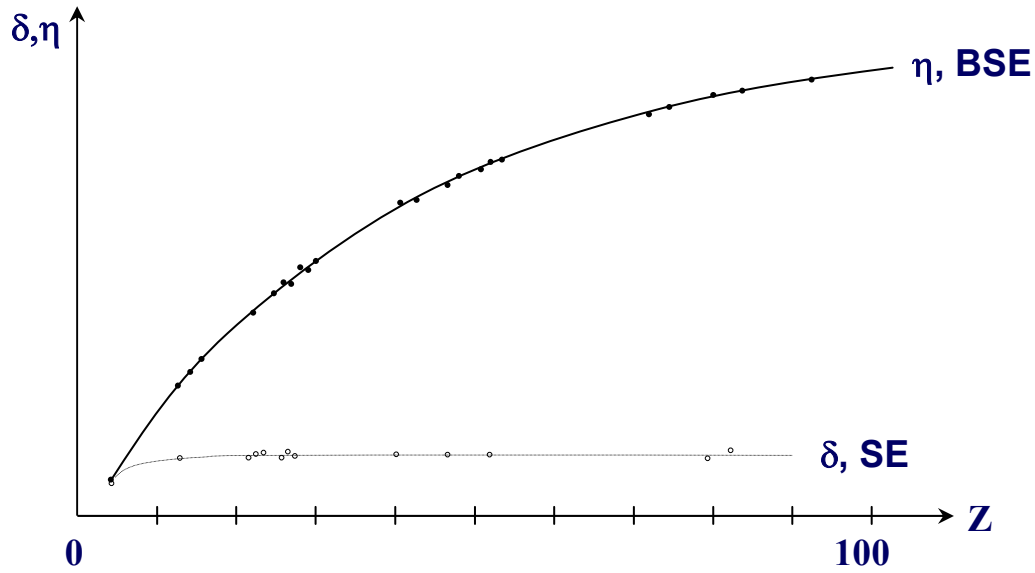
**vagy kísérletileg is megjeleníthető
plexi minta besugárzása és
„előhívása” után**

a szekunder elektronok (SE) és a visszaszórt elektronok (BSE) számának energiafüggése:



(E_p = primer energia)

a visszaszórási együttható (η ,
= a beérkező primer e^- -k azon hányada,
amelyek BSE-ként távoznak)
és a szekunder elektron
hozam (δ , a SE-k száma viszonyítva a
beérk. e^- -k számához)
rendszámfüggése:



melyik jelfajta milyen információt hordoz (milyen információtartalmú kép készíthető):

- SE:** topográfiai (topo) info a mintáról, legjobb laterális felbontás (compo gyakorlatilag nincs mert δ nem függ Z-től)
- BSE:** topo és compo (= kémiai összetételi info, vagy rendszámkontraszt, mert η erősen függ Z-től) a detektortól függően
- SC:** compo (a BSE compo kontraszt inverze, gyenge felbontás)
- X:** kémiai összetétel
- fény:** felületen levő rekombinációs centrumok leképezése, és a nyaláb centrálása
- EBIC:** p-n átmenetek vizsgálata
- AE:** kémiai összetétel és képalkotás – átlagos SEM-ben nem használják
- melegedés:** nem használható semmire

primer e^- – minta kölcsönhatás:



rug. szóródás : az e^- az atommagokon szóródik, $\Delta E \approx 0$
rugtl. szórás : szóródás az e^- – héjon, $\Delta E > 0$ $\left\{ \right.$ idealizált kép

de pl. a folyt. X-sug. a magokon történő rugtl. szóródás miatt van,
másképp az e^- is adhat E-t a magnak (1-2 eV), de ezt inkább rugalmas szórásnak veszik

EELS = elektron-energiavesztési spektroszkópia (Electron Energy Loss Spectroscopy)
ezzel mérhető az energiavesztés

ált. rugtl.-nak nevezik a szórást, ha $\Delta E > 5 \text{ eV}$

ha $\Delta E > 10\text{-}20 \text{ eV}$  a magot „kiüti” a helyéről, de ehhez már ~MeV energia kell

csak TEM-ben lehetséges

rugalmas szóródás:

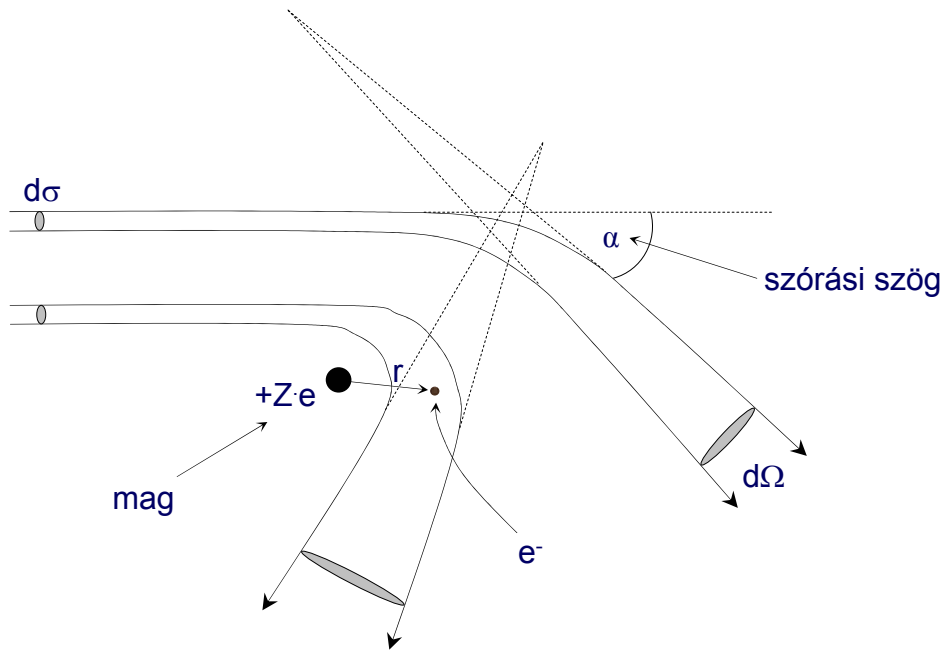
$$F(r) = -\frac{Ze^2}{4\pi\epsilon_0 r^2}$$

Coulomb kölcsönhatás egy Z-e töltésű mag és az e^- nyaláb között



a kezdetben párhuzamos, $d\sigma$ keresztmetszetű nyaláb egy $d\Omega$ térszögű nyalábbá hasad

elektronokra a differenciális szórási hatáskeresztszmet:



$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \frac{Z^2 e^4}{16(4\pi\epsilon_0 E)^2} \cdot \frac{1}{\sin^4\left(\frac{\alpha}{2}\right)} \quad (\text{Rutherford})$$

dielektromos
állandó
az e^- kinetikus
energiája

de: ebben nincs benne a mag körüli elektronok árnyékoló hatása ➡ $\alpha \rightarrow 0$ esetén szingularitás

árnyékolás figyelembe vétele: Wentzel-modell:

$$V(r) = -\frac{Ze^2}{4\pi\epsilon_0} \cdot e^{-\frac{r}{R}} \quad (\text{az árnyékolt Coulomb-potenciál})$$

$$R \approx a_H \cdot \sqrt[3]{Z}$$

($a_H=0,0529\text{nm}$ Bohr-sugár)

ebből a differenciális szórási hatáskeresztmetszet:

(a Schrödinger-egyenletet Born-közelítésben megoldva)

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \frac{Z^2 e^4}{16(4\pi\epsilon_0 E)^2} \cdot \frac{1}{\left(\sin^2\left(\frac{\alpha}{2}\right) + \sin^2\left(\frac{\alpha_0}{2}\right)\right)^2}$$

árnyékolási szög:

$$\alpha_0 = \frac{\lambda}{2\pi R} \quad \text{és}$$

$$\lambda(nm) = \frac{h}{m_0 v} = \frac{1.226}{\sqrt{E(eV)}}$$

(deBroglie hullámhossz)

a teljes rugalmas szórási hatáskeresztmetszet:

$$\sigma = \frac{Z^2 e^4}{4E^2} \cdot \frac{\pi}{\delta(1 + \delta)}$$

árnyékolási paraméter: $\delta = \frac{\alpha_0^2}{4} = 3.4 \cdot 10^{-3} \frac{Z^{2/3}}{E(keV)}$

pontosabb leírás is létezik: Mott-tól:

a nagy rendszámú elemekre nagy az eltérés a Rutherford-féle differenciális hatáskeresztmetszettől $\longrightarrow$ nagy Z-re más az elektronvisszaszórás és az elektrondiffúzió számolása

σ helyett használható a vele fordítottan arányos közepes rugalmas szabad úthossz: λ_e

$$\lambda_e(cm) = \frac{A}{N_0 \rho} \cdot \frac{1}{\sigma(cm^2)}$$

atomsúly (g/mol) $\nearrow$

Avogadro-szám
($6 \cdot 10^{23}$ atom/mol) $\nearrow$

sűrűség (g/cm³) $\nearrow$

n darab különböző folyamat esetén a teljes λ :

$$\frac{1}{\lambda_{össz}} = \frac{1}{\lambda_1} + \frac{1}{\lambda_2} + \frac{1}{\lambda_3} + \dots \frac{1}{\lambda_n}$$

rugalmatlan szóródás:

energiaveszteség van



- **szekunder elektronok gerjesztése**

(a legkülső héjról elektronokat lök ki a primer e^-)

- **röntgensug. gerj.**

(folytonos: a beérkező e^- fékeződik  mint gyorsuló elektromos töltés sugároz

karakterisztikus: a belső héjak ionizálódnak a beérkező e^- hatására)

- **plazmongerj.**

(egy kollektív gerjesztés: a beérkező e^- tere kölcsönhatásba lép a mintában levő szabad e^- - k terével, a közben fellépő 5-30 eV energiaveszteséget EELS-el lehet mérni – de SEM-ben ez nem szokásos)

- **rácsrezgések**

(= fononok keltése: a beérkező energia nagyobb része hővé alakul, hőre érzékeny mintáknál veszélyes lehet)

a rugalmatlan szóródás diff. hatáskeresztmetszete:

$$\frac{d^2\sigma}{dE d\Omega} = \frac{-\text{Im}\left(\frac{1}{\varepsilon(E, \alpha)}\right)}{\pi^2 a_H E_0 \rho(\alpha^2 + \alpha_E^2)}$$

a komplex diel.állandó
($\varepsilon = \varepsilon_1 + i\varepsilon_2$)
(EELS-el ezt lehet mérni)

képzetes része

primer e^-
energia

$\alpha_E = \frac{E}{mv^2}$

karakterisztikus szórási szög

a rugalmatlan ütközés jellemezhető az egységnyi úthosszra jutó átlagos energiaveszteséggel is:

$$-\frac{dE_{\text{átl.}}}{dx} \left[\frac{\text{keV}}{\text{cm}} \right] = 2\pi e^4 N_0 \frac{\rho Z}{AE} \ln(1.166 \frac{E}{J})$$

átlagos ionizációs potenciál:

$J = 9.76Z + 58.5Z^{-0.19}$ [eV] ha $Z \geq 13$

$J = 11.5Z$ [eV] ha $Z \leq 12$

(Berger-Seltzer)

vagy pedig ennek a reciprokával, amit *fékezőerő*-nek neveznek:

$$S = -\frac{1}{\rho} \frac{dE_{\text{átl.}}}{dx}$$



S = „stopping power”

összességében a primer e^- mozgása az anyagban a becsapódás után = rugalmas és rugtl. ütközések egymásutánja, amíg az összes energiáját el nem veszíti vagy visszaszórás miatt elhagyja a mintát (vagy vékony mintánál keresztülhalad a mintán)

electron range

= az az átlagos teljes úthossz, amit a primer e^- megtesz a kölcsönhatási térfogaton belül:

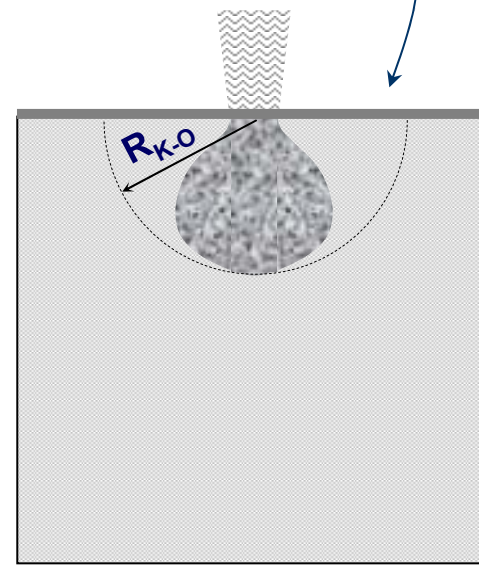
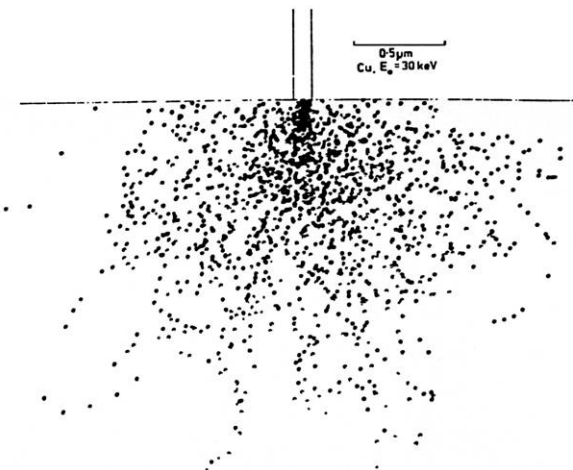
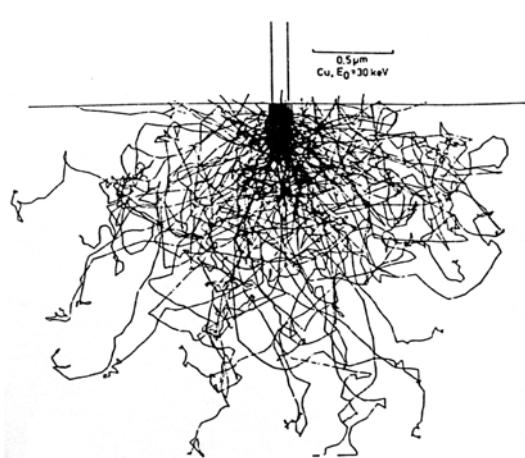
• Beethe-úthossz = $R_B = \int_{E=E_0}^{E=0} \frac{1}{dE/dx} dE \sim E_{\text{primer}} \text{ és } \sim 1/Z$

mivel az e^- - trajektóriák sok különböző irányú egyenes szakaszból tevődnek össze, így $R_B >$ mint az e^- -nak a minta felszínétől számított behatolási mélysége

• Kanaya-Okayama-úthossz = $R_{KO} = \frac{0.0276 A E_0^{1.67}}{\rho Z^{0.889}} [\mu m]$

annak a félgömbnek a sugarával egyenlő, aminek középpontja a primer e^- becsapódási helye és ami átmegy a max. mélységű behatolás helyén

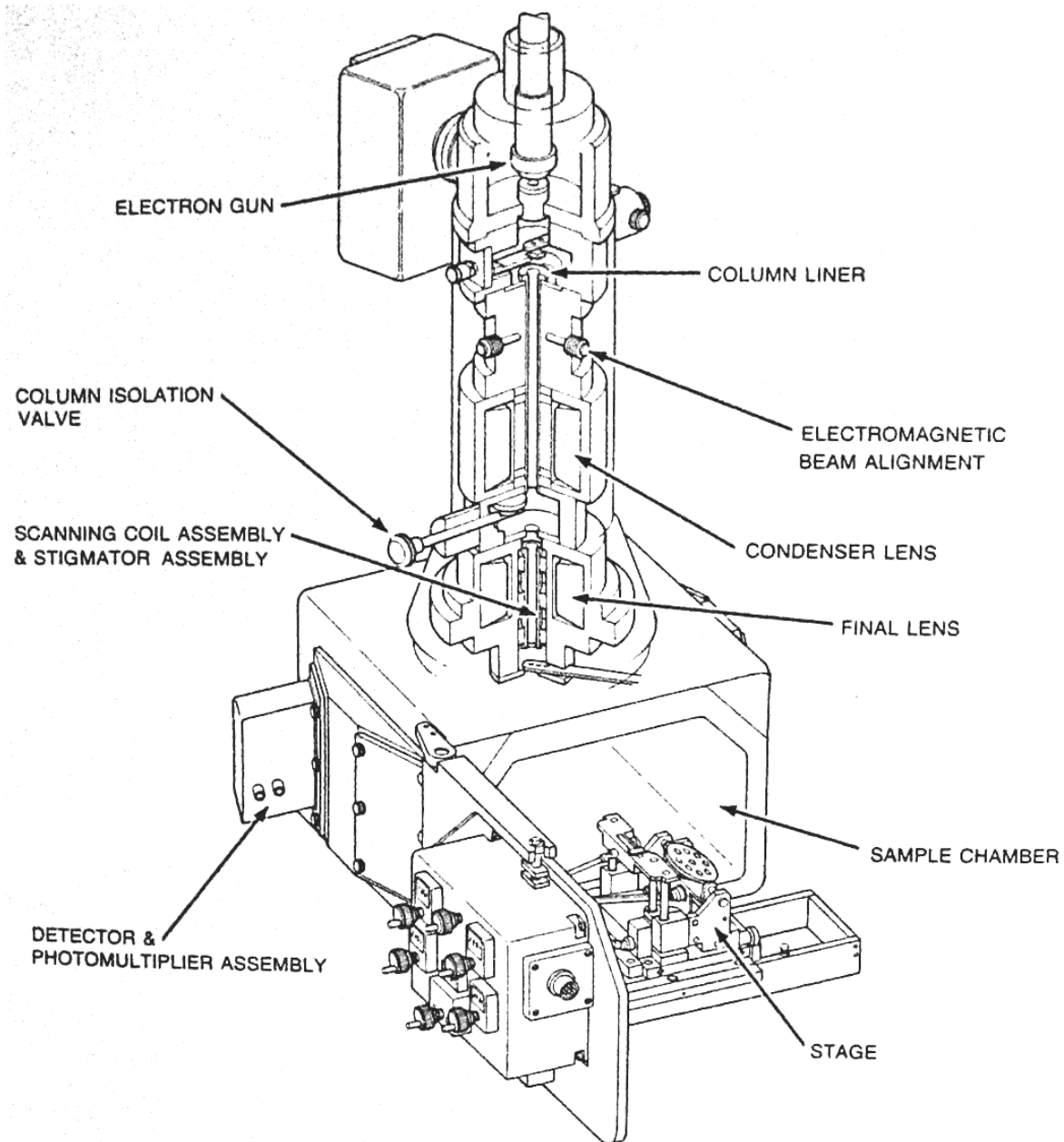
ez pontosabban adja meg a kölcsönhatási tf. mélységét, mint R_B



MC-szimulációval generált e^- trajektóriák és $\text{CuK}\alpha$ keletkezési helyeinek eloszlása

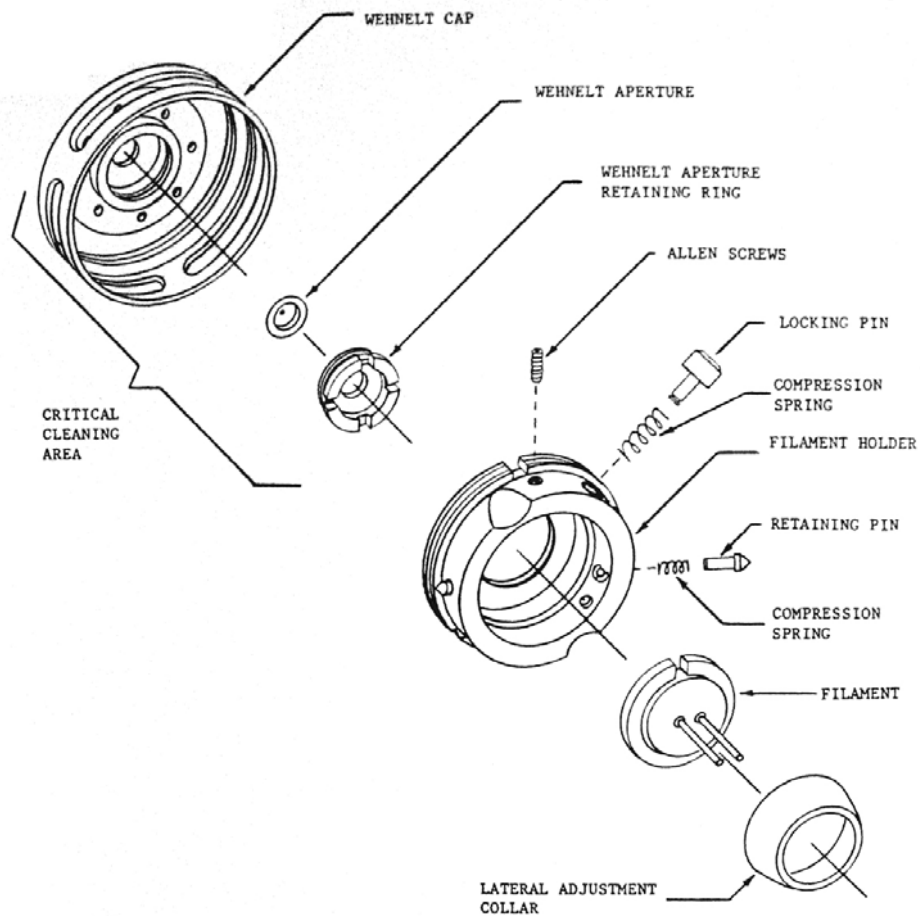
felépítése:

- elektronoszlop
- mintakamra
- vákuumrendszer
- rezgéscsillapítás
- kezelőfelület
- elektronika

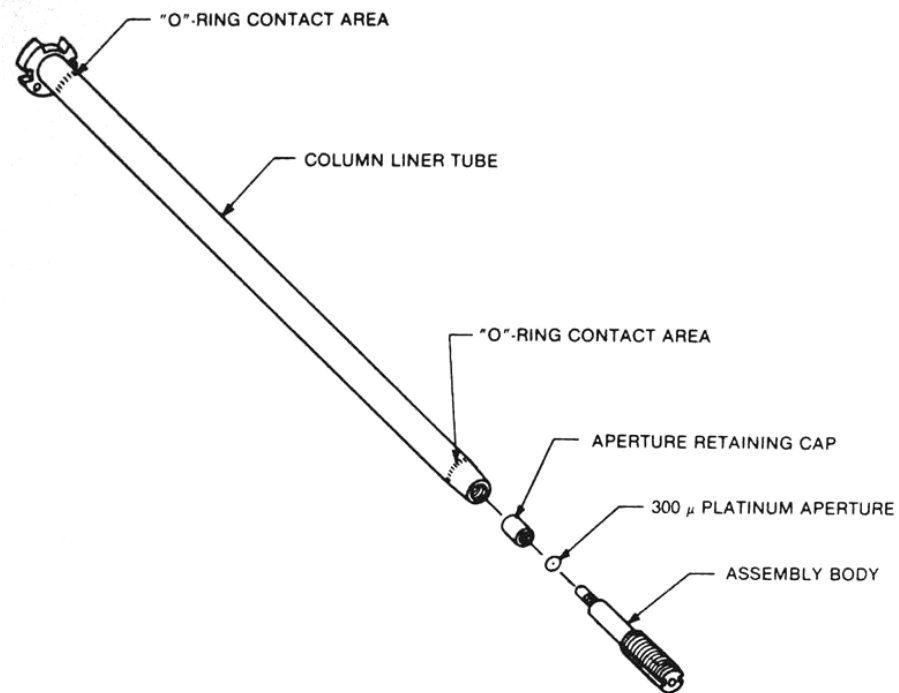


elektronoszlop

katód + Wehnelt-henger:



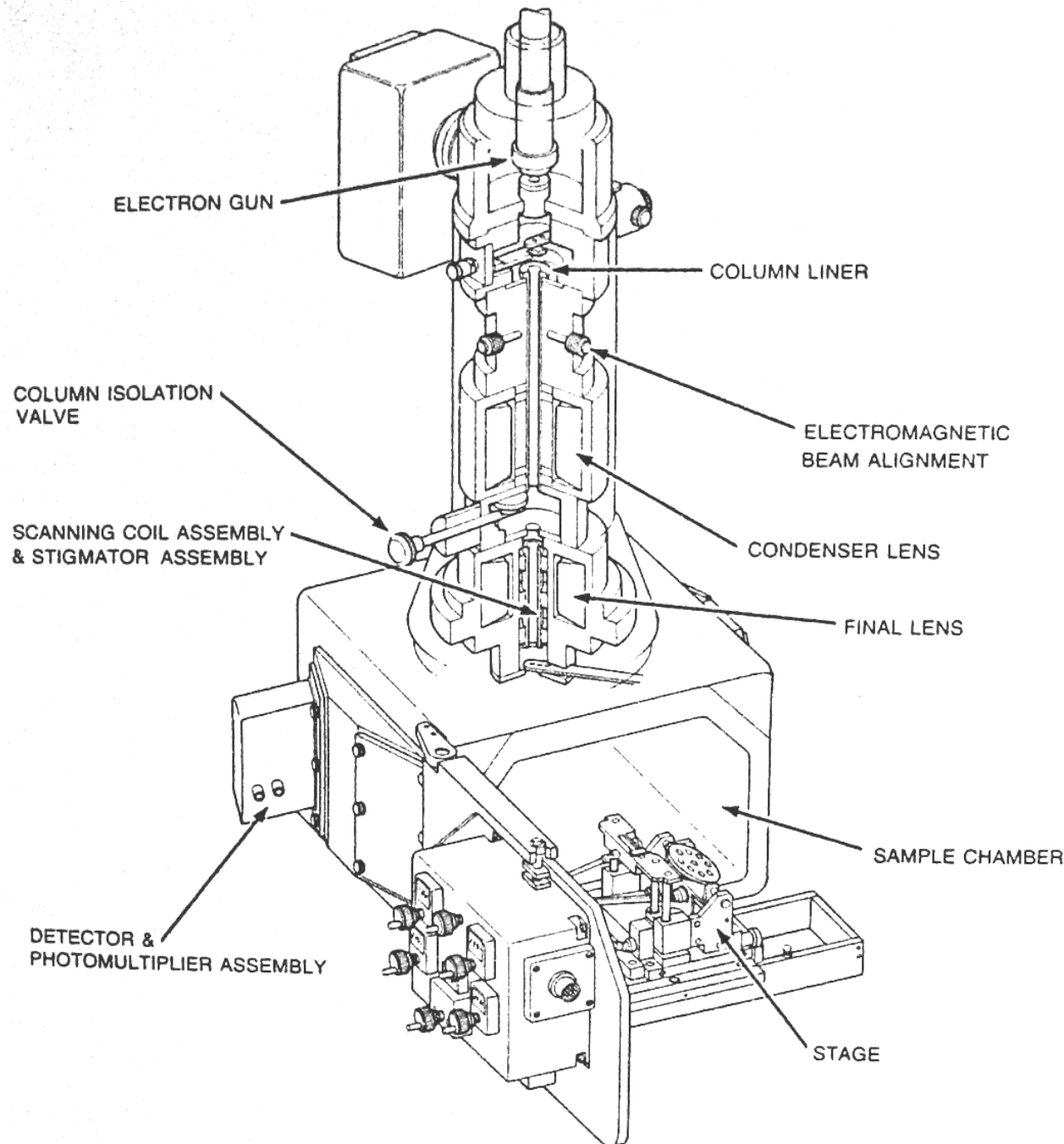
sugárvezető cső:



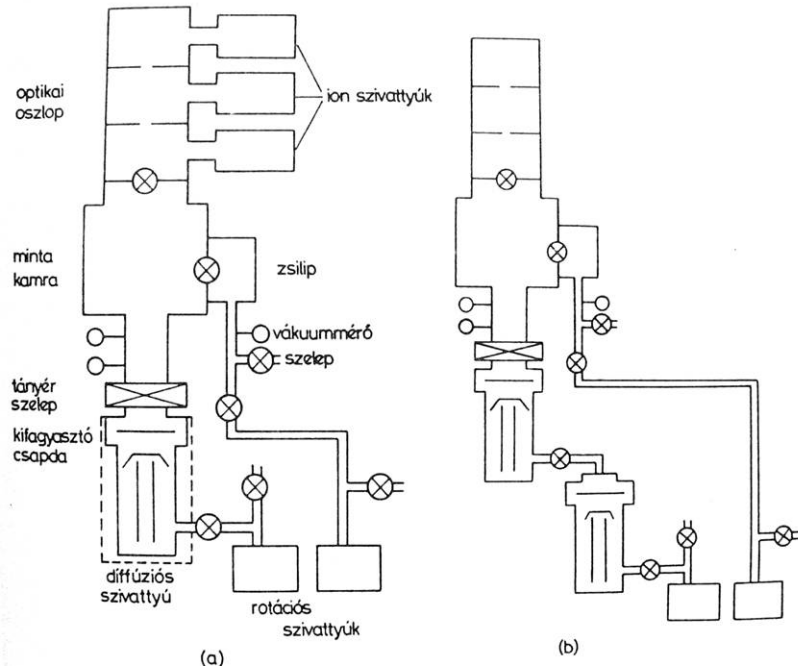
mintakamra

- a teljes kamra nyitható (fellevegőzhető), így nagy méretű minták is berakhatók
- csak egy zsilipkamra levegőzhető fel, a többi rész vákuum alatt marad, csak kisebb méretű minták férnek bele, de így gyorsabb a leszivattyúzás és tisztább a rendszer

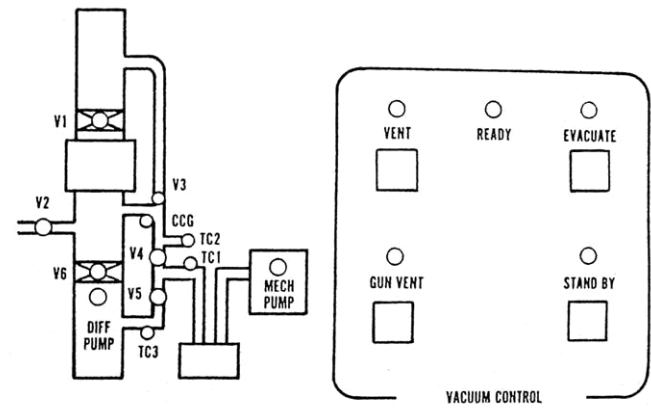
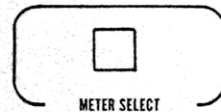
a mintatartón a minta minden irányban mozgatható, forgatható és dönthető



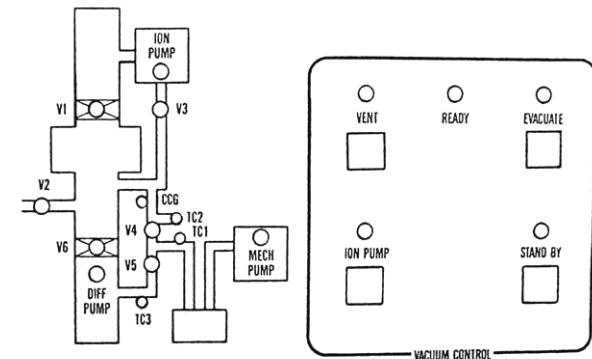
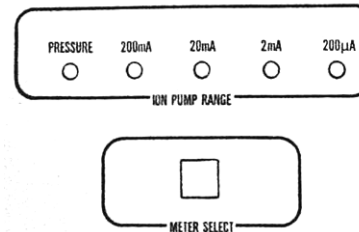
vákuumrendszer



elvi vákuumrendszer-lehetőségek



AMRAY mikroszkópnál használt vákuumrendszer vázlata (legrégibb, legegyszerűbb megoldás, olajdiffúziós szivattyúval)



AMRAY mikroszkópnál használt vákuumrendszer vázlata (iongetter sz. a téremissziós K-hoz + diff.sz.)

ma már csak olajmentes szivattyúkat szoktak használni

elektronoszlop

mintakamra fellevegzése (a sziv.-k és szelepek kapcsolása automatikus)

mintakamra

leszivattyúzás

egyik lehetséges „legegyszerűbb” megoldás

az egész mikroszkóp fellevegzése (automatikus)

turbo sziv.-ból

puffertartály
(a rot.sziv. rezgései
ne menjenek át a
turbósziv.-ra)

szűrő a kipufogó
csonton
(az olajgőz
felfogására)

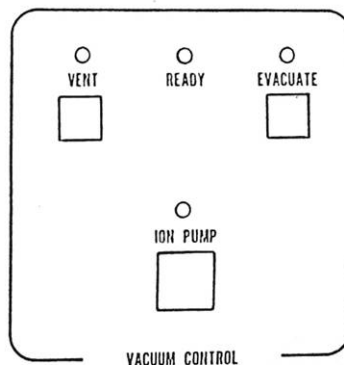
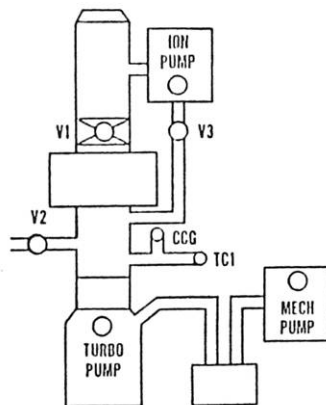
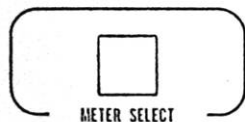
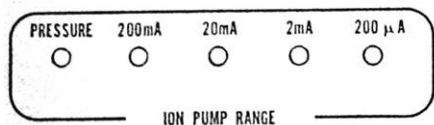
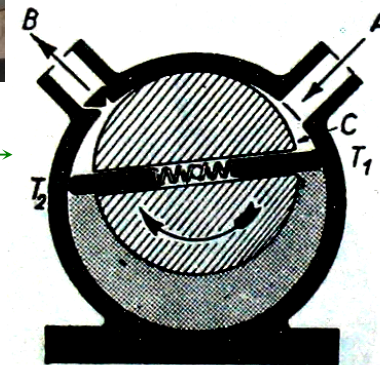
rot. sziv.-hoz

forgó lapátok

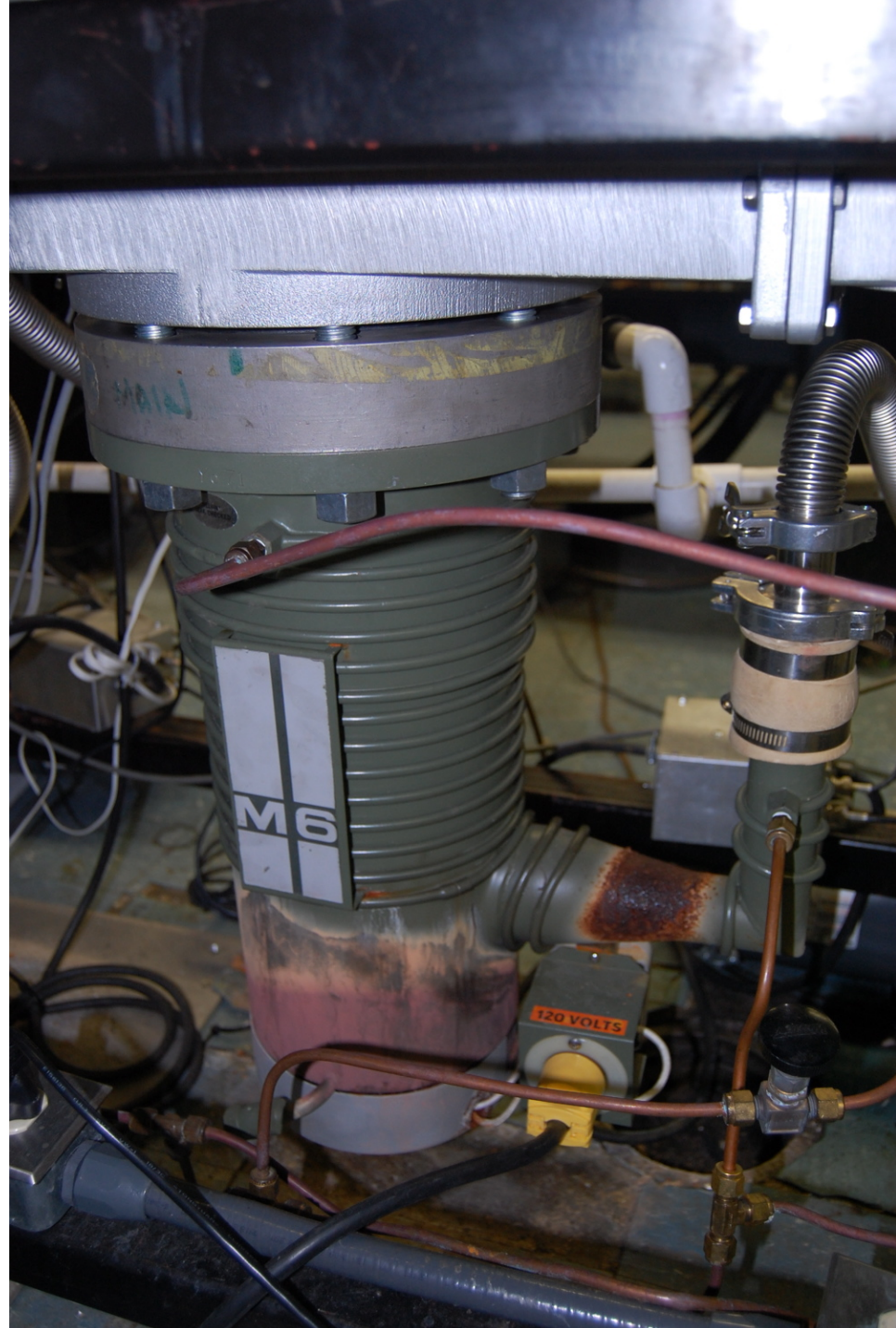
motor
(ford.szám $\approx 40\text{-}60\text{ezer/perc}$)

motor

szivattyú

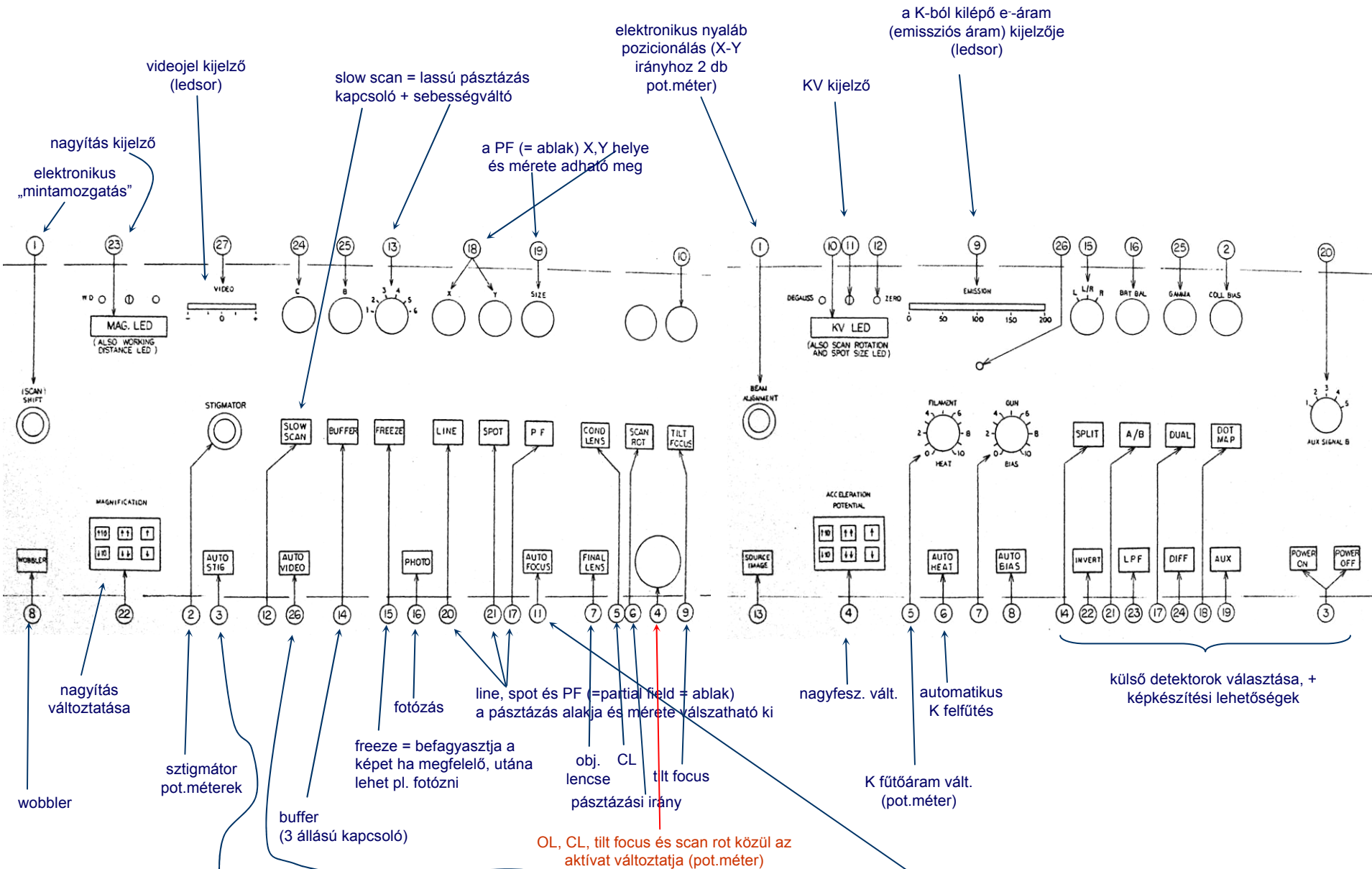


**pl téremissziós katódhoz
iongetter szivattyú kell**



kezelőfelület, elektronika

(AMRAY 1830 I mikroszkóp)



vákuumrendszer: vákuum kell:

- a katód élettartama miatt (izzik, + pozitív ionok bombázzák, rossz vákuumban a katód hamar tönkremenne)

vákuumigény:

W katód: min. 10^{-5} torr ($\approx 10^{-3}$ Pa)

LaB₆, CeB₆ bevonatú katód: min. 10^{-7} torr ($\approx 10^{-5}$ Pa)

téremissziós katód: min. 10^{-9} torr ($\approx 10^{-7}$ Pa),

- a minta szennyeződése miatt (szén krakkolódik a levegőből a mintafelületre, utána az elektronokkal megvilágított felület sötétebbnek fog látszódni),
- a nyaláb szóródása miatt.

vákuumszivattyúk: elővákuum, nagyvákuum és UHV szivattyúk (lehetőleg olajmentes), a különböző helyeket (pl. katód tere, mintakamra, stb...) különböző mértékben kell szivattyúzni, más-más felépítésű SEM-hez más-más szivattyúk kellene.

elektronoszlop részei:

- elektronágyú
- lencsék
- pásztázótekercek
- sztigmátor tekercek

elektronágyú:

SEM laterális felbontóképessége ~ nyalábátmérő (d)



kisebb d jobb

$d \propto I^{-1/3}$

nyalábáram

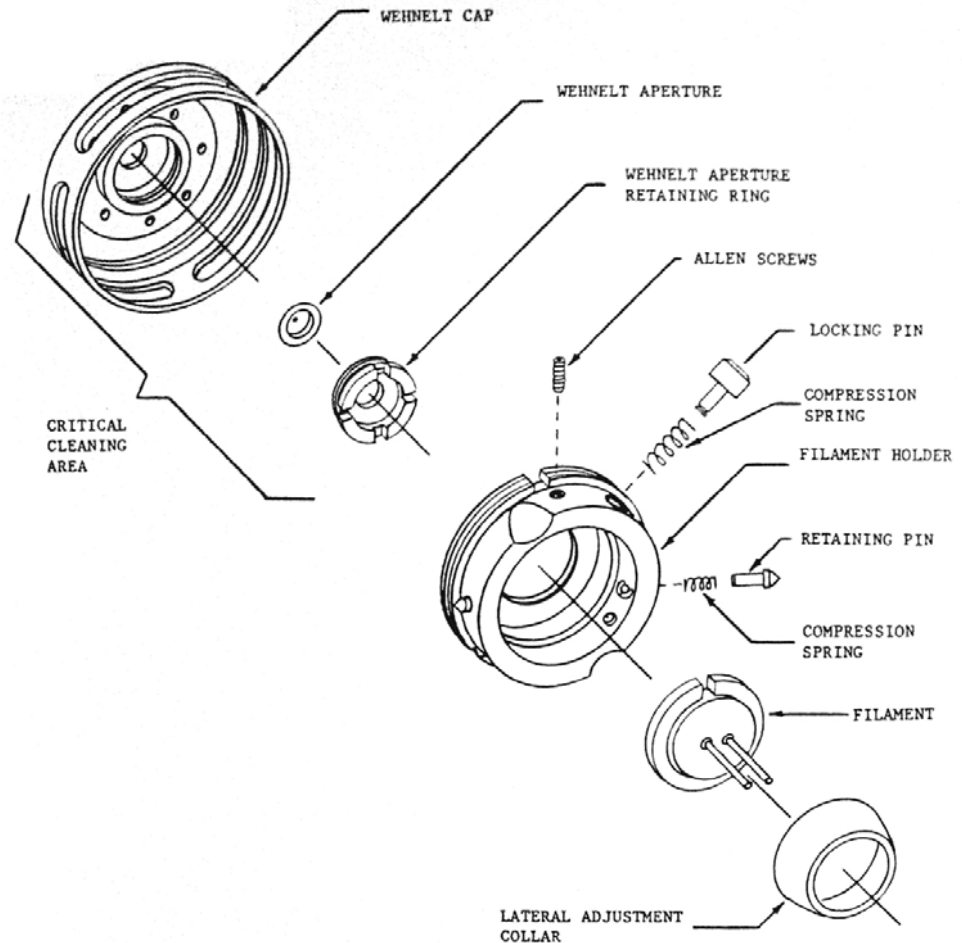
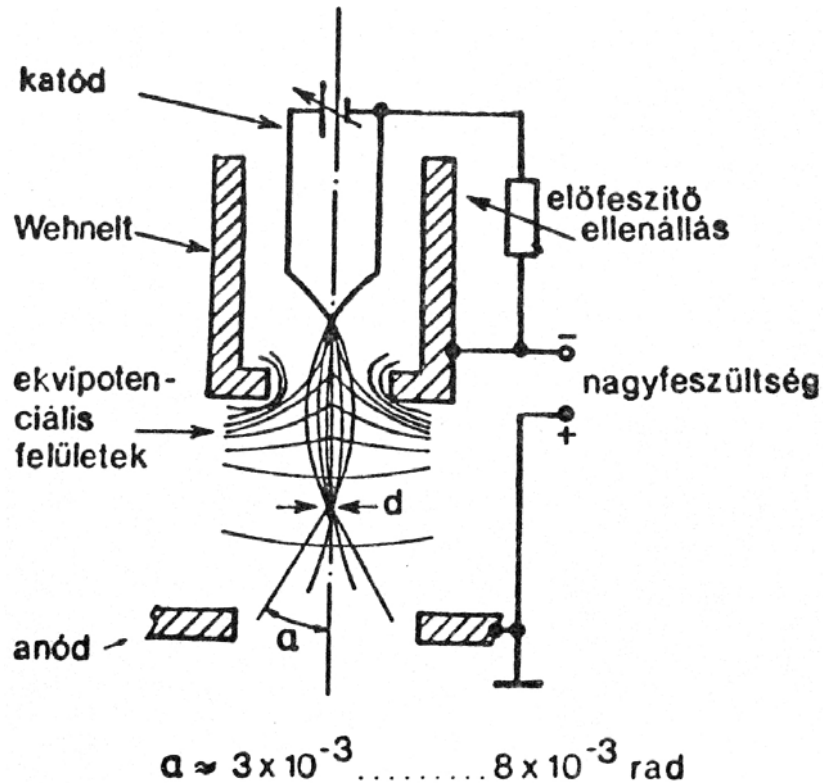
$$I \approx C_s^{-\frac{2}{3}} \beta d^{\frac{8}{3}}$$

szférikus aberrációs koeff.

katód fényesség:

$$\beta := \frac{\text{áramsűrűség}}{\text{tér szög}}$$

$$\beta := \frac{\text{áramsűrűség}}{\text{tér szög}} \left(= \frac{4I}{\pi^2 d^2 \alpha^2} \frac{A}{\text{cm}^2 \text{sr}} \right)$$



termoemissziós K-al épített elektronágyú

katód:

részleteket ld. :

*Termikus-emisszio+termoemisszio.pdf
név alatt*

1. termikus katódok (W-katód) :

termikus emissziós áramsűrűség :

(Richardson-Dushman)

$$j_k = AT^2 e^{-\frac{\Phi}{kT}}$$

a K felületén

a K anyagára jell.

kilépési
munka

pl. W-ra :

$\Phi_W = 4,5 \text{ eV}$

$A_W = 60 \text{ A/cm}^2$

$T = 2700 \text{ K}$

$$\left. \begin{array}{l} \text{pl. W-ra :} \\ \Phi_W = 4,5 \text{ eV} \\ A_W = 60 \text{ A/cm}^2 \\ T = 2700 \text{ K} \end{array} \right\} \longrightarrow j_k(W) = 1.75 \frac{\text{A}}{\text{cm}^2}$$

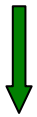
elérhető max. fényesség:

(Langmuir)

$$\beta_{\max} = j_k \cdot \frac{eE_0}{\pi kT} \left[\frac{A}{cm^2 sr} \right]$$

e⁻ töltése

gyorsítófesz.



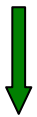
áramsűrűség a mintafelületen:

$$j_m = \pi \beta \alpha^2 = j_k \frac{eE_0}{kT} \alpha^2$$

a minta felületén

az OB nyílásszöge

csak ha NINCS lencsehiba !



áram a mintán:

$$I_m = \frac{d_m^2}{4} \pi j_m = \frac{d_m^2}{4} \pi^2 \beta \alpha^2$$



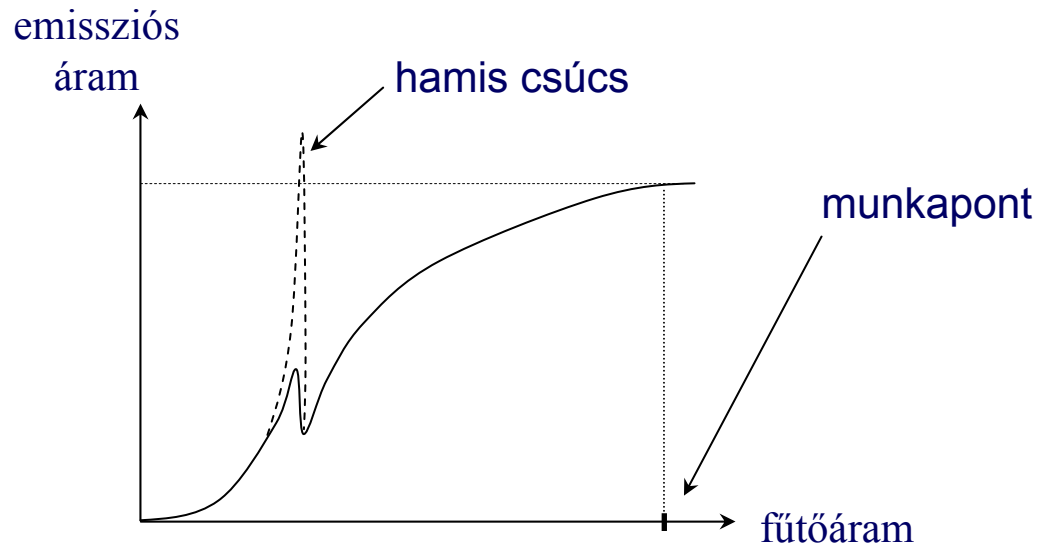
az elérhető minimális nyalábátmérő:

$$d_m = \sqrt{\frac{4 I_m}{\pi^2 \beta} \cdot \frac{1}{\alpha}}$$

(kör alakú nyaláb esetén)

tehát : $d_m = f(A, \Phi, T, E_0, \alpha)$

W-katód felfűtése:



elsősorban új W-katód felfűtésekor általában egy hamis csúcs észlelhető, a W drót anyagának felületi egyenetlenségei miatt. Itt az emisszió akár nagyobb is lehet mint a telítési szakaszban, de nagyon instabil, ezért itt nem lehet a katódot üzemeltetni.

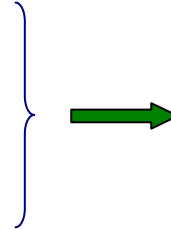
2. LaB_6 , CeB_6 katód:

polikristályos LaB_6

$\Phi \approx 2,4 \text{ eV}$

egykristály LaB_6

$< 2 \text{ eV}$



nagyobb fényességű
mint a W-katód

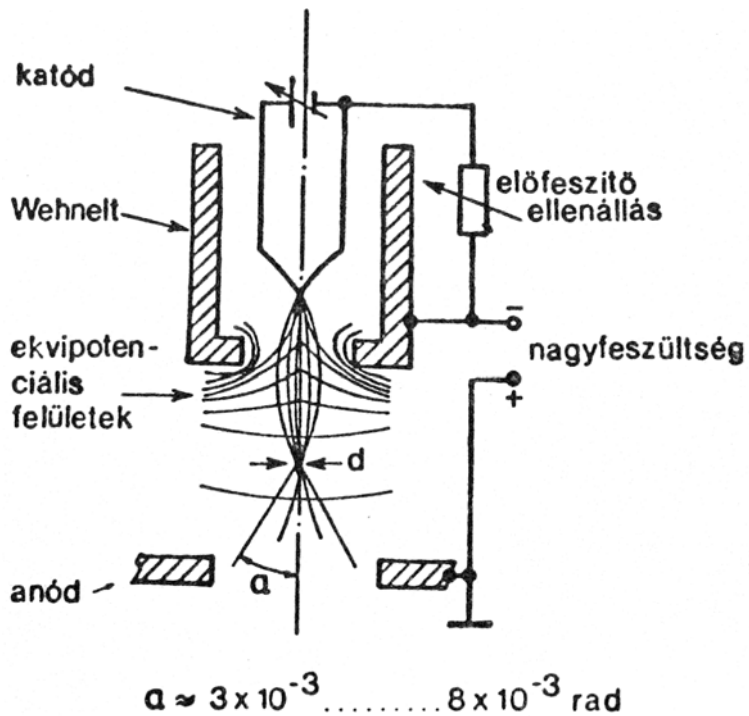
+ hosszabb élettartam

de: jobb vákuum kell
a pc változat kevésbé stabil mint a sc

régebben közvetett fűtésű pc LaB_6 katód,
ma direkt fűtésű sc használnak

vagy CeB_6 : kicsit jobb

Wehnelt-henger:



negatívan előfeszítve (szabályozható: *gun bias*)

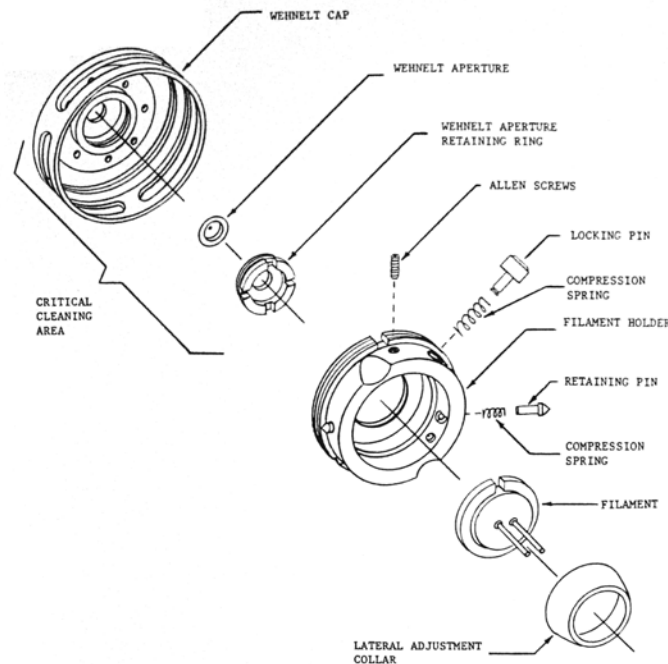


fókuszál



crossover

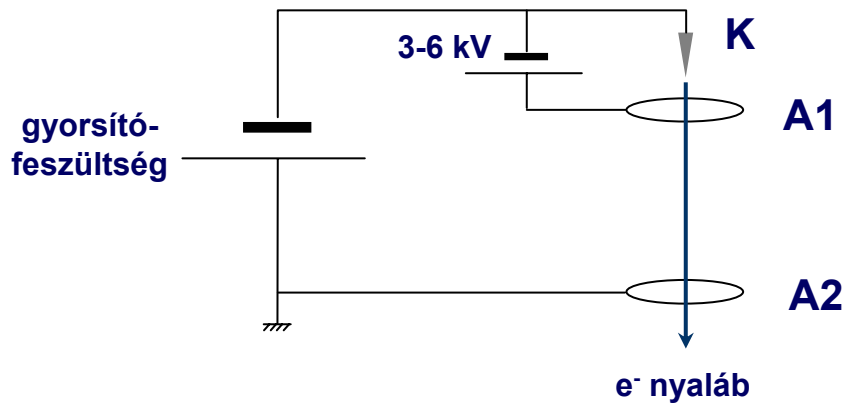
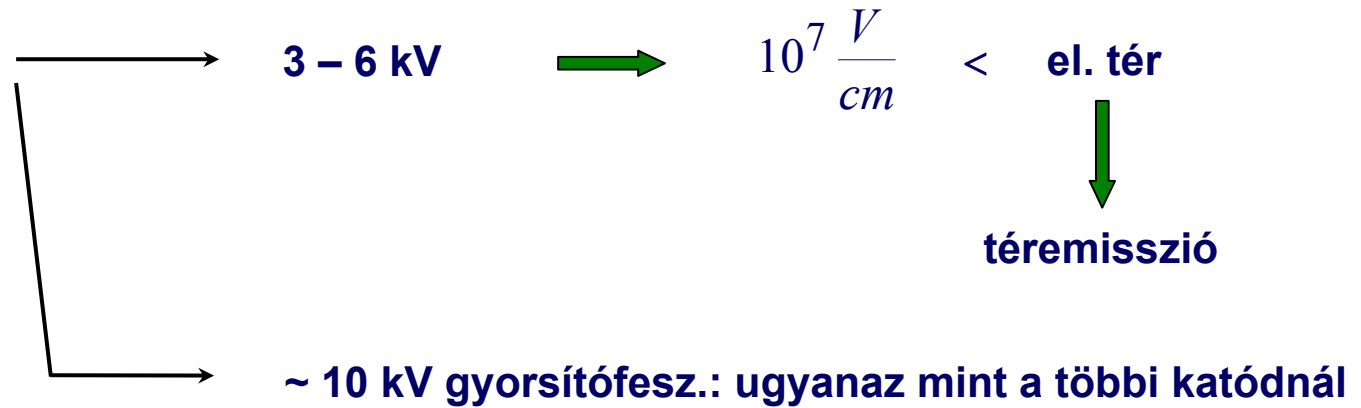
25-50 μm (W)
~10 μm (LaB₆)
(10-100 nm (téremissziós))



3. téremissziós katód

nagyon hegyes (< 100nm lekerekítési sugarú) W – tű

ált. 2 db anód :



hideg – és termikus téremissziós katódok

még jobb vákuum kell: legalább 10^{-9} torr (10^{-7} Pa)

legdrágább de a legjobb: crossover < 10 nm  legalább 1 nm laterális felbontóképesség

legnagyobb fényesség, de mégis kicsi áram  röntgen-analízishez nem túl jó

katódtypusok összehasonlítása:			
	W	LaB ₆	hideg téremissziós
β (A/cm ² sr)	10^6	10^7	10^9
crossover (nm)	$> 2.5 \cdot 10^4$	10^4	< 10
ΔE (eV)	1-2	1-2	0.2-0.3
élettartam (óra)	40	1000	> 2000
vákuumigény (Pa)	10^{-3}	10^{-5}	10^{-7}

lencsék

*részleteket ld. :
Elektromagneses_lencse.pdf
file-ban*

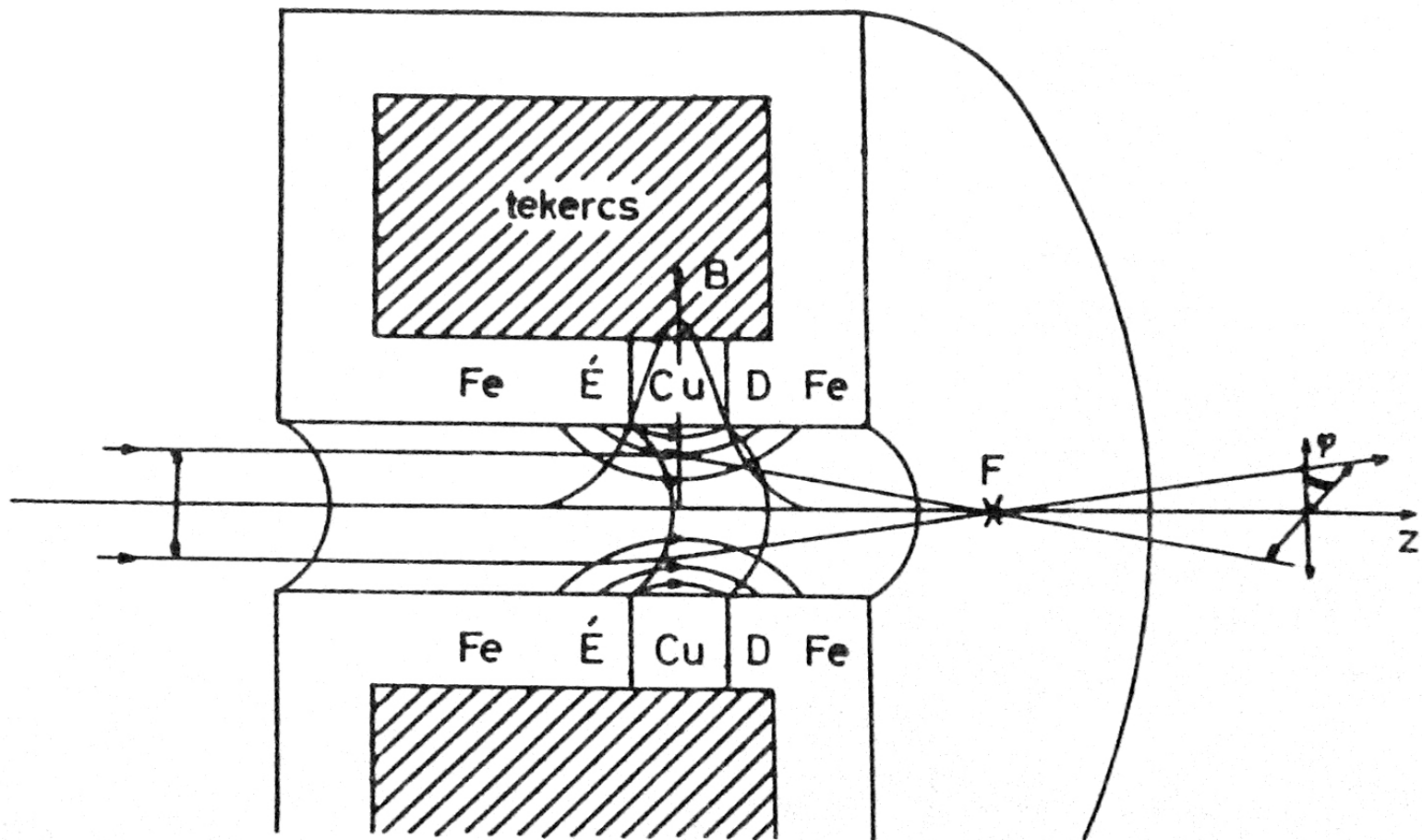
- el.sztatikus is lehetne, de nehéz a kezelése, nagyobbak a lencsehibák
- mágneses $\longrightarrow$ kisebb lencsehibák + könnyebb kezelhetőség: könnyebb az áramot változtatni és állandó értéken tartani egy tekercsben

több lencse is van a mikroszkópban: lencserendszer :

- kondenzor lencse (CL) / lencserendszer (1 vagy 2 lencséből is állhat)
- objektív lencse (OL)

**lencsék feladata : a crossovert kicsinyíteni a mintafelületre
(spot size)**

- CL :** spot size (nyalábátmérő) és nyalábáram változtatása
(a CL értékét -2...+20 között lehet változtatni az
AMRAY mikroszkópon, alapérték 5),
- OL :** nyaláb fókuszálása a mintafelületre



pólussaru, szerepe: a mágneses teret kisebb térrészbe koncentrálja

mágn. térben mozgó e^- – ra Lorentz erő hat:

$$\vec{F} = -e \left(\vec{E} + \vec{v} \times \vec{B} \right)$$



= 0

(mert az egész SEM
földpotenciálban van, és a
katód van felemelve
nagyfeszültségre)



mivel $\vec{v}$ kis szöget zár be az optikai tengellyel



az e^- – k csavarvonal mentén haladnak



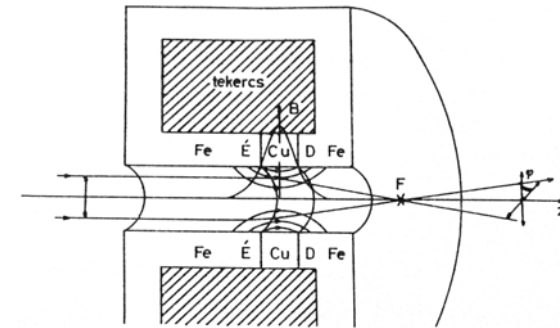
pl. fókuszáláskor a kép “forog”
(de egyes mikroszkópokon kompenzálják)

fókustáv.:

$$\frac{1}{f} = \frac{e/m}{8E_0} \int_{-\infty}^{+\infty} B_z^2(z) dz$$

e^- töltése és tömege

gyorsítófesz.



pl. vékony gyűrű alakú tekercsre:

$$B_z = \mu_0 \frac{NI}{2} \frac{R^2}{(z^2 + R^2)^{3/2}}$$

$$\frac{1}{f} = \frac{3\pi\mu_0^2}{256} \frac{e/m}{E_0} \frac{N^2 I^2}{R}$$

szögelfordulás:

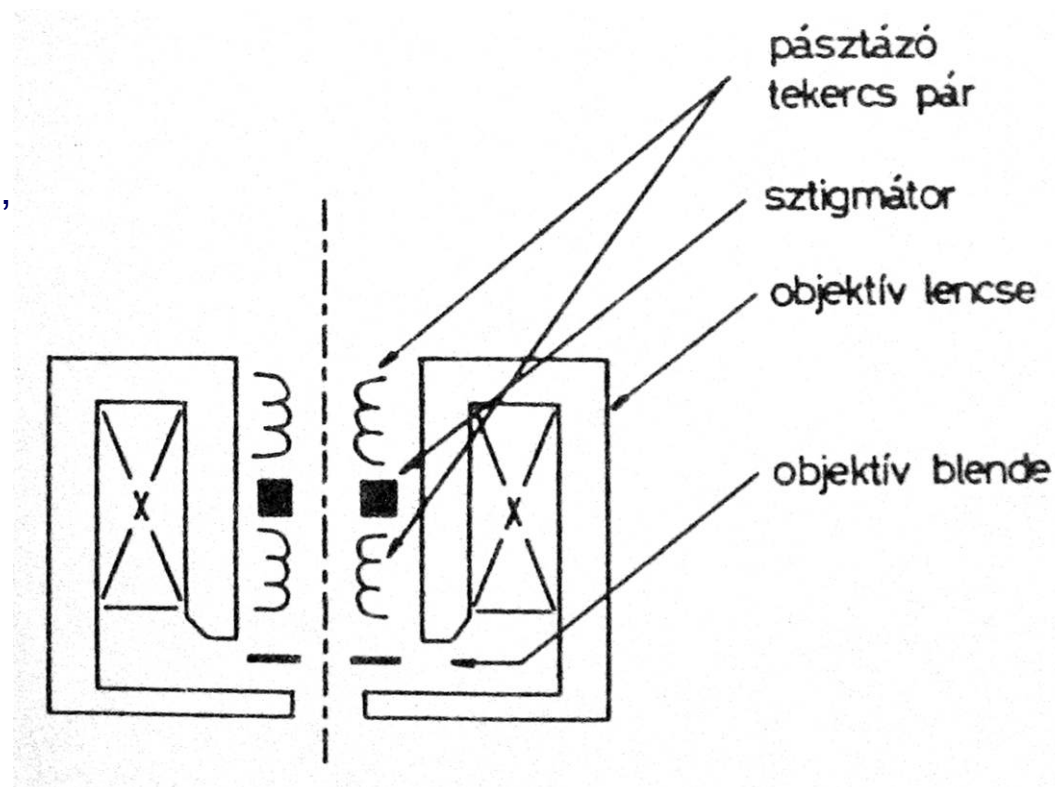
$$\varphi = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{e}{2mE_0}} \int_{-\infty}^{+\infty} B_z(z) dz$$

vékony lencsék abban az értelemben, hogy a lencsetörv. telj.:

$$\frac{1}{f} = \frac{1}{k} + \frac{1}{t}$$

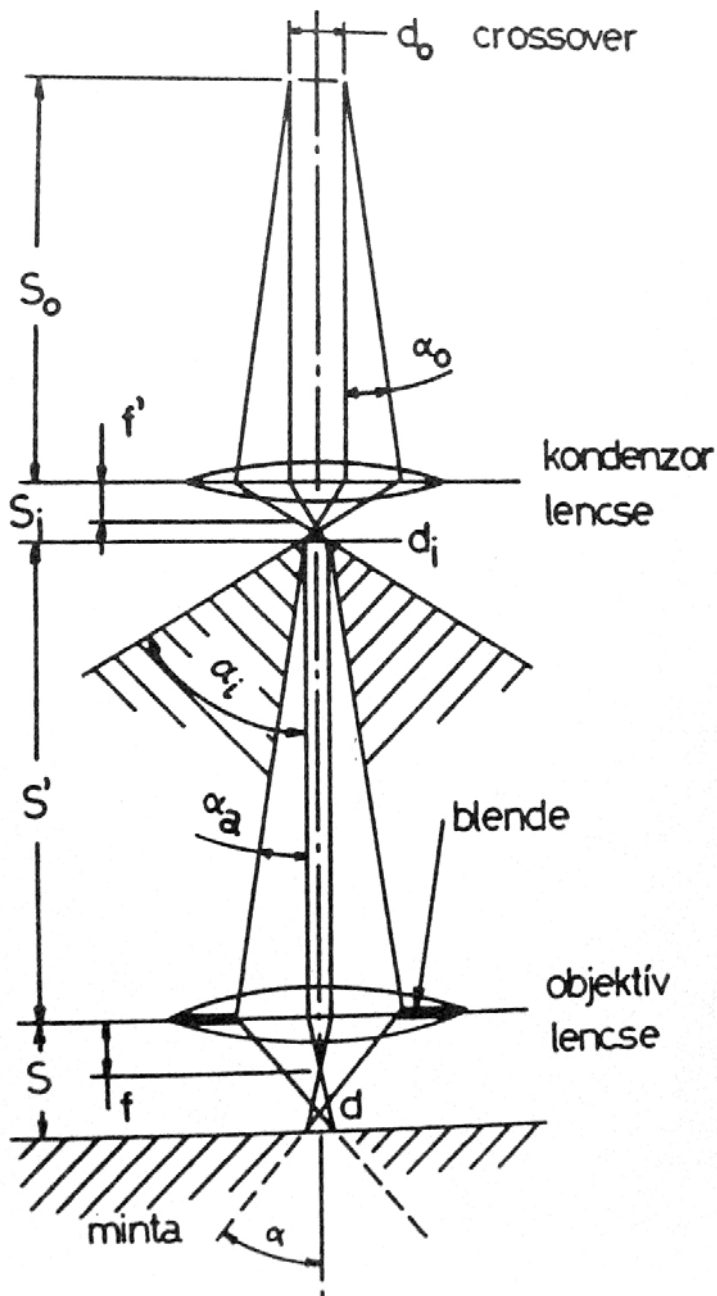
az OL alakja más mint a CL

(pl. h. ne zavarja a SE-detektort,
a mágn. tere ne módosítsa a SE-k pályáját,
elférjenek mellette a detektorok,
a röntgen-det. „rálásson” a mintára)



**bizonyos esetekben a minta az OL
belsejében van elhelyezve**

sugármenet a SEM-ben:



a crossover (d_0) kell kicsinyíteni
a mintára (d)

a teljes kicsinyítés:

$$K_{telj} = K_{CL} \cdot K_{OL} = \frac{S_0 S'}{S_i S} > 1$$

pl.: a CL árama nő



a nyalábot „széthúzzuk”

kevesebb e^- jut az OL-be
és a mintára

de d csökken



nő a felbontás

az OL-be bemenő áram $\left(\frac{\alpha_a}{\alpha_i} \right)^2$ -el arányos

WD = munkatávolság (work distance)

ha WD csökken



foltméret

tás javul

ha WD nő



mélységélesség

lencse **DEGAUSS**: a lencsék maradó mágri
átmágnesezéssel

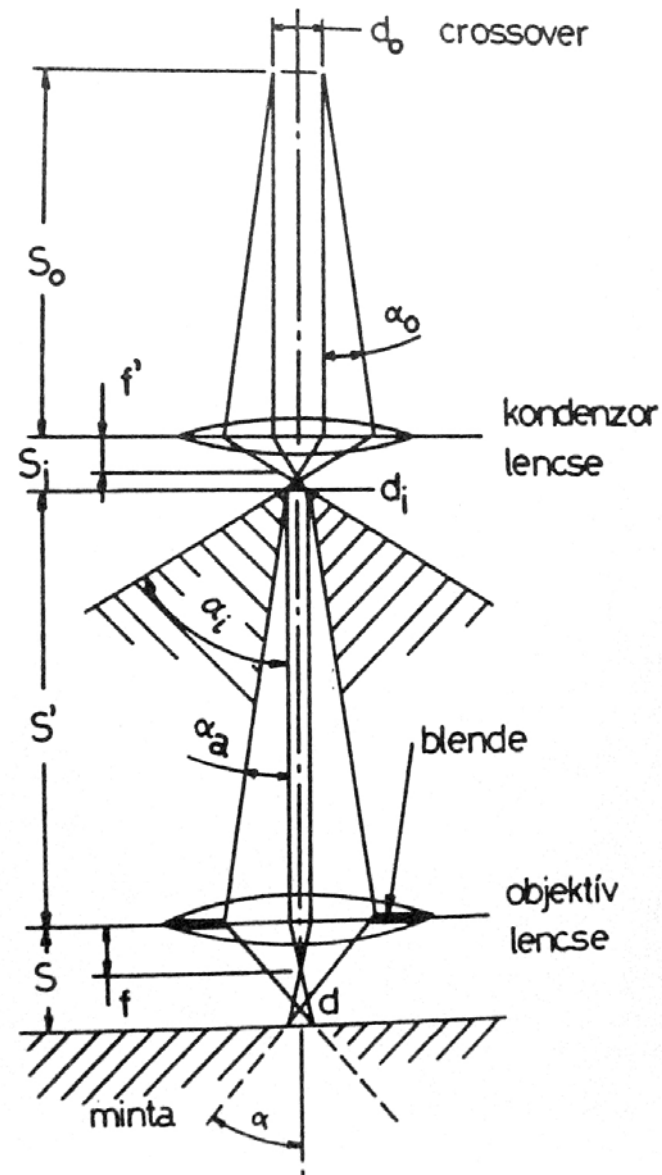


iklikus

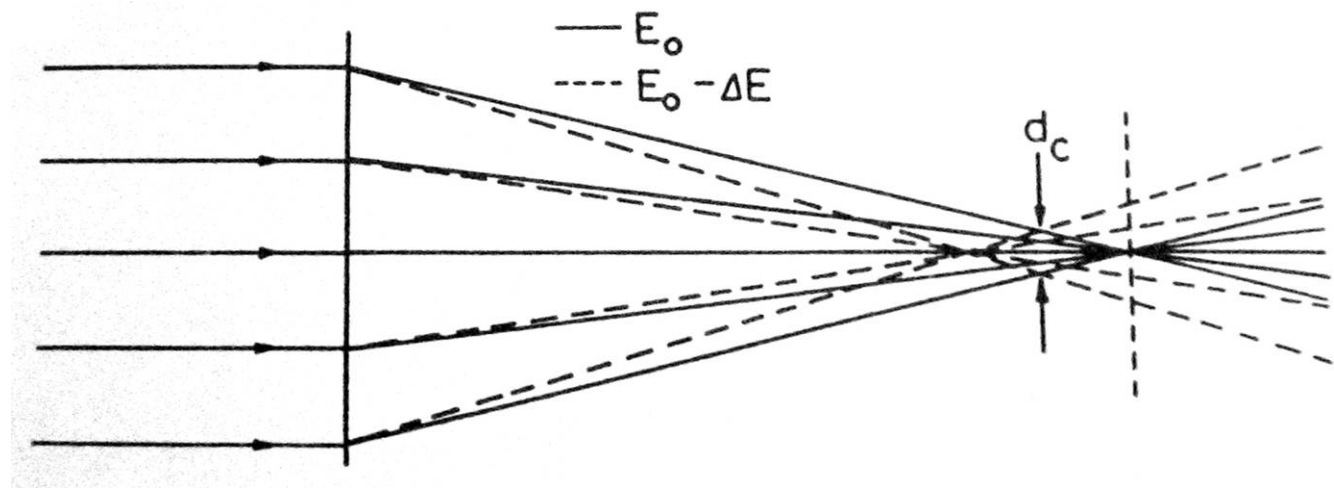
lencsehibák :

1. szini hiba
2. gömbi hi
3. asztigma
4. diffrakciós hiba

(analóg a fényoptikában megszokott lencsehibákkal)



szini hiba:



oka :
az e^- – nyalámban ΔE energiaszórás van

okozhatja:

- a K-ból kilépéskor kül. energiával lépnek ki az e^- – ok
- a nagyfesz. instabil
- a lencseáram instabil

az ábra szerinti legkisebb nyalábátmérő:

$$d_{\min,c} = C_c \cdot \frac{\Delta E}{E_0} \cdot \alpha$$

a blende nyílásszöge

kromatikus aberrációs együttható (a lencsére jellemző)

gömbi hiba:

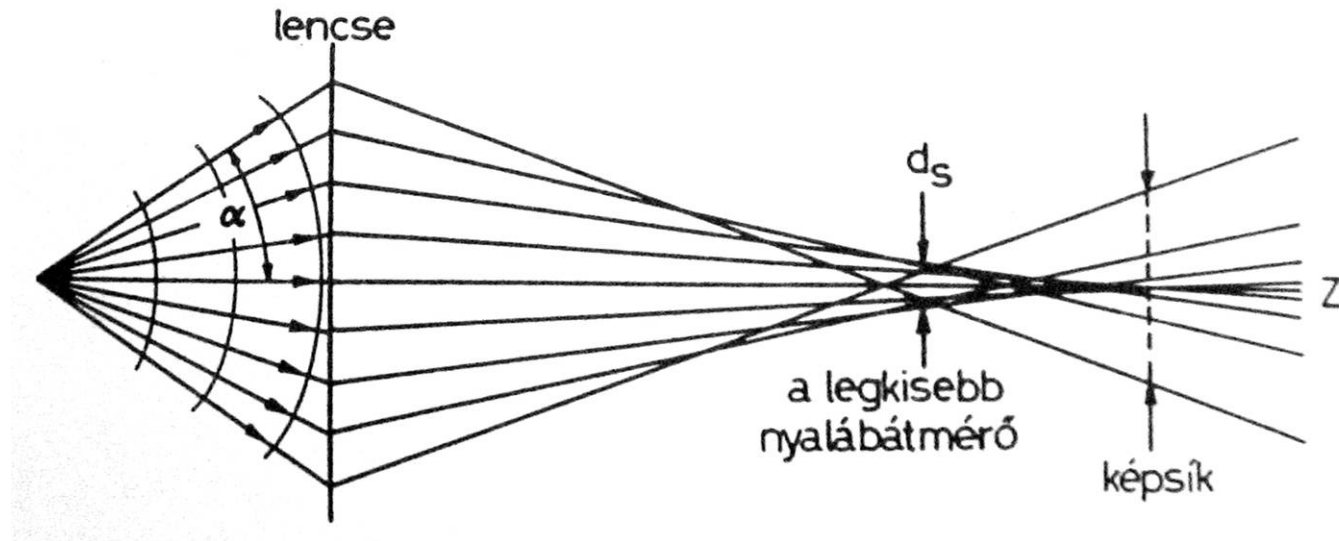
oka :

az optikai tengelytől távolabb haladó elektronokra a fókusztávolság rövidebb

$$d_{\min,s} = C_s \cdot \alpha^3$$



szférikus aberrációs koeff.



kis nagyításnál nagyobb torzítás van (mert a lencse széle is részt vesz a nyaláb-formálásban)



nagyobb nagyítás és/vagy kisebb blende kell

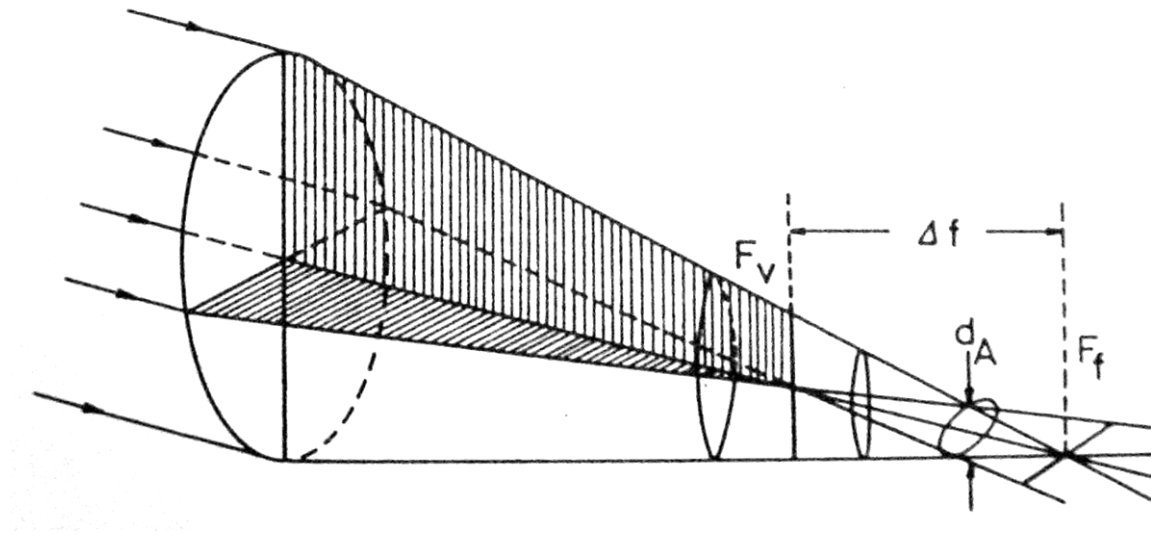
asztigmatizmus:

oka :

a forgásszimmetria nem tökéletes a lencsékre (pólussaru anyaga inhomogén, nem tökéletes hengerszim. megmunkálás, vagy szennyeződés)

$$d_{\min,a} = \Delta f \cdot \alpha$$

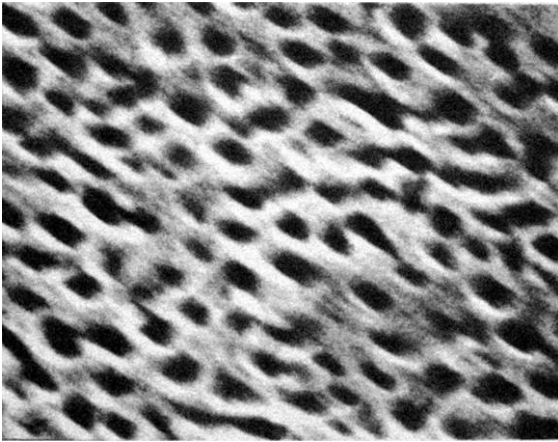
$$\Delta f = f_{\text{merid.}} - f_{\text{szagit.}}$$



korrigálás: sztigmátorok :

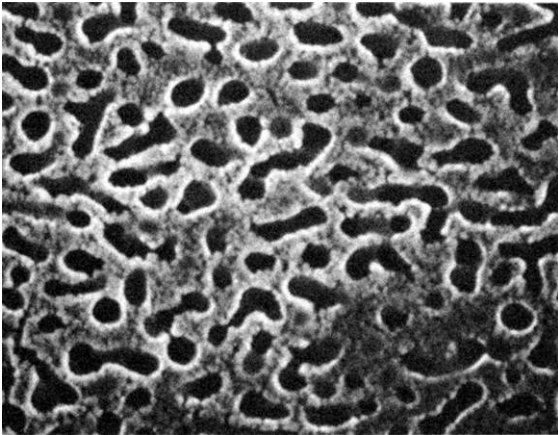
amutomatikusan v. manuálisan (két potenciométerrel lehet szabályozni a korrigáló tér nagyságát és irányát)

de ha szennyeződés kerül pl a sugárvezető csőbe és elektrosztatikusan feltöltődik, akkor nem lehet korrigálni

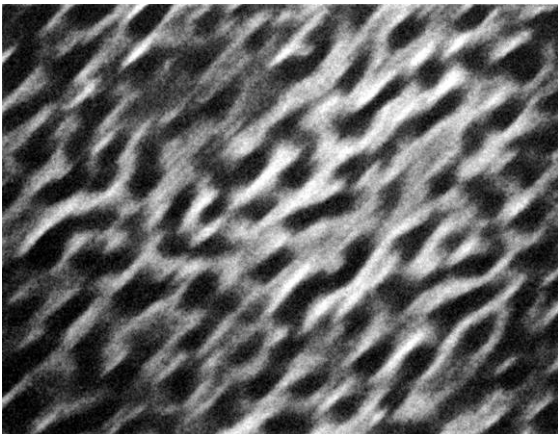


alulfókuszált

**asztigmia esetén alul- és
túlfókuszálásnál az
objektumok két,
egymásra merőleges
irányban „megnyúlnak”**



**helyesen
fókuszált**



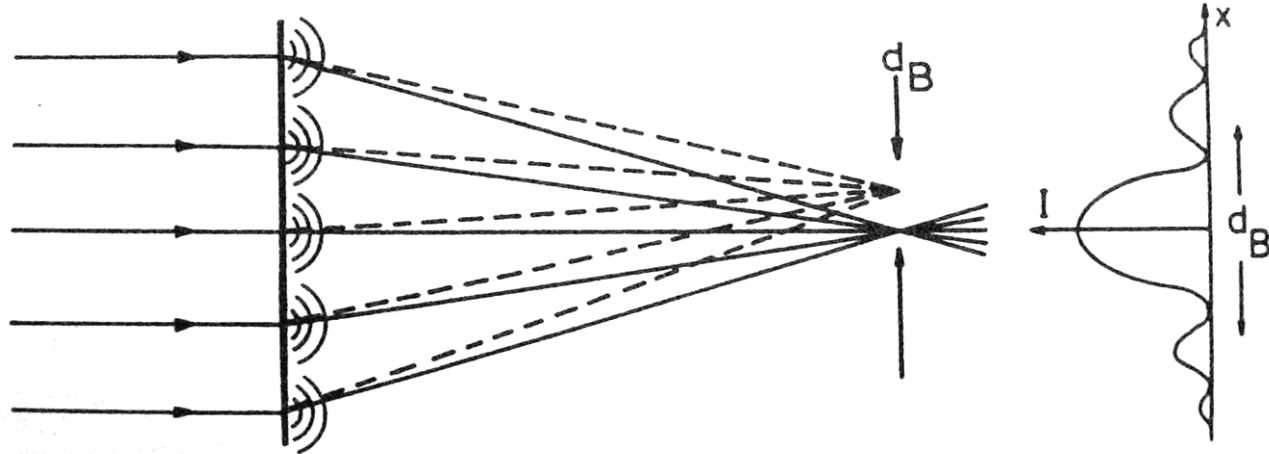
túlfókuszált

diffrakciós hiba:

az OB szélén fényelhajlás



Fraunhofer-diffrakció a fókusz síkban



$$d_{\min,d} = 1.2 \cdot \frac{\lambda}{\alpha}$$

az e^- – nyaláb hullámhossza

α függ az OB – től és WD – től

minimális nyalábátmérő a mintán:

$$d = \sqrt{d_m^2 + d_s^2 + d_c^2 + d_d^2} = f(\alpha)$$

↑
(lencsehibák nélküli min. nyalábátmérő)

ha csak az első 2 tagot tekintjük:

(nagy E_0 esetén a szini hiba elhanyagolható a gömbi hiba mellett)

**szélsőértékszámítással meg
lehet keresni azt az α_{opt}
optimális nyílásszöget,**

**amire a nyalábátmérő minimális és a
nyalábáram maximális**

$$\alpha_{\text{optimális}} = \left(\frac{d_m}{C_s} \right)^{1/3} \quad \longrightarrow$$

$$\left\{ \begin{array}{l} d_{\min} = 1.29 \cdot C_s^{1/4} \cdot \lambda^{3/4} \cdot \left[7.92 \frac{IT}{j_k} 10^9 + 1 \right]^{3/8} \\ I_{\max} = 1.26 \frac{j_k}{T} \left[\frac{0.51 d^{\frac{8}{3}}}{C_s^{\frac{2}{3}} \lambda^2} - 1 \right] \cdot 10^{-10} \end{array} \right.$$

a felbontóképesség az alábbi módokon növelhető :

-nyalábátmérő csökkentése (nyalábáram csökkentése a CL áramának növelésével,
és/vagy kisebb OB)



(5 < CL)

de: jel/zaj romlik

-kis WD választás



C_s is kisebb

-fényesebb katód (nagyobb j_k),

de : adott mikroszkópban nem biztos, hogy lehet

-helyette: nagyobb E_0



nagyobb fényesség + kisebb C_c

de: pl. kis E_0 kell, ha

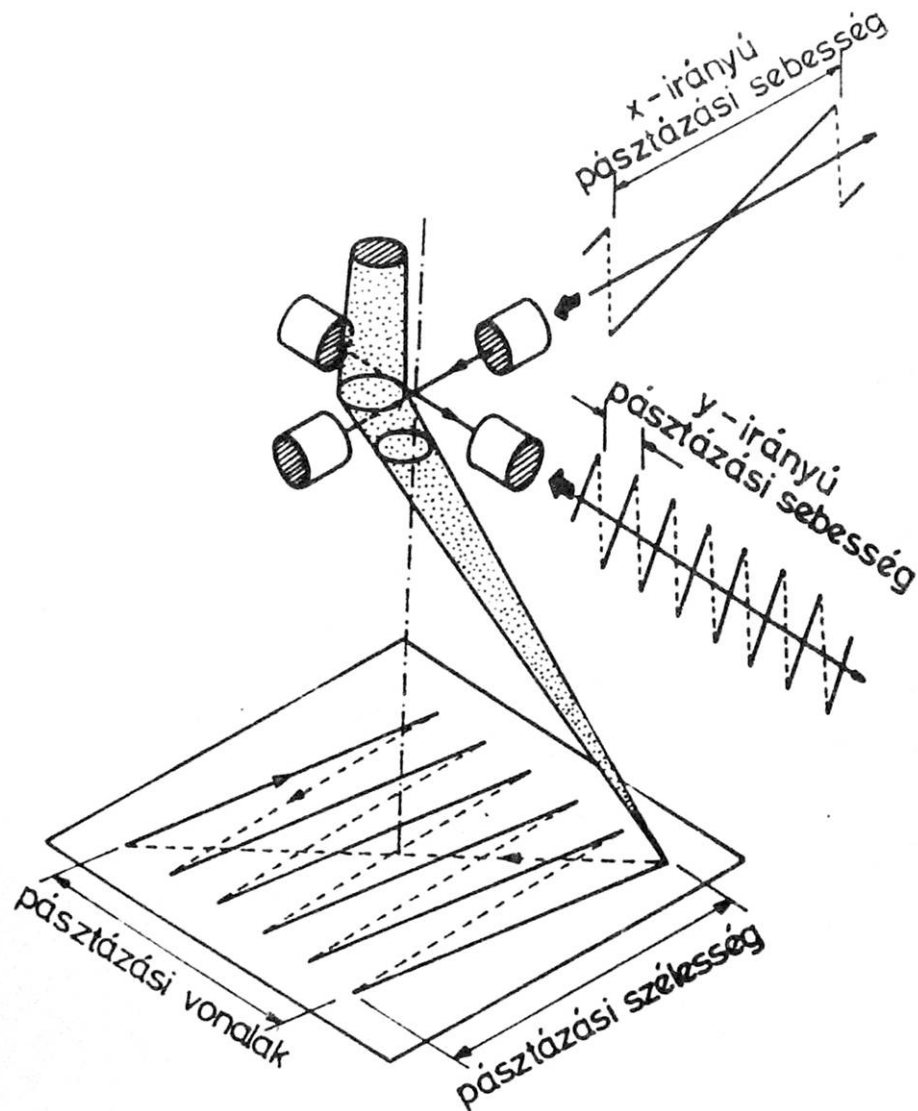
– jobb kontraszt kell
– töltődik a minta

pásztázó tekercsek

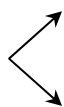
az OL-ben vannak helyezve

vsz. és függ. eltérítés (scan generátor): fűrészfog-rezgés

(a mintán és megjelenítő monitoron is)



pásztázás
lehet



analóg (régebben)

digitális (jobb, pl. automatizált vonalmenti elemzés megoldható)

pásztázás TV-frekvenciával → gyors, de zajos

képjavítás:

slow scan (hosszabb ideig áll egy helyben a nyaláb)

buffer (a videomemóriában levő kép és a detektorról jövő új kép átlagolása)
(Kálmán-filtering)

} jel/zaj javul

z-moduláció: a moduláló jel a monitor Wehnelt-hengerére jut → szokásos intenzitás-moduláció

y-moduláció: a monitor függ. eltérítését modulálják → így igen kis kontraszt is megjeleníthető

nagyítás:

$$N = \frac{\text{kép}}{\text{tárgy}} = \frac{\text{monitor mérete}}{\text{pásztázott terület mérete}}$$



változtatása: a pásztázott területet kell (lehet) vált.

a fotón N értéke hamis lehet
(pl. nyomtatáskor
nagyítjuk/kicsinyítjük)



marker a kép alján (mellé írva a mérete) pontos

KÉPALKOTÁS a SEM-BEN:

Alapfogalmak:

képpont
mélységélesség
kontraszt
jel/zaj viszony
laterális felbontóképesség

képpont :

monitor: **zöld** (szem ebben a frekv. tartományban a legérzékenyebb)

fotó monitor: **kék** (film ebben a frekv. tartományban a legérzékenyebb)

szem felbontóképessége $\approx 0.1 \text{ mm}$ ($= 100 \mu\text{m}$)

fotó monitor e^- - nyaláb átmérője $\approx 0.1 \text{ mm}$

„képpont” mérete a mintafelületen: $d_{kp} = \frac{100\mu\text{m}}{N}$

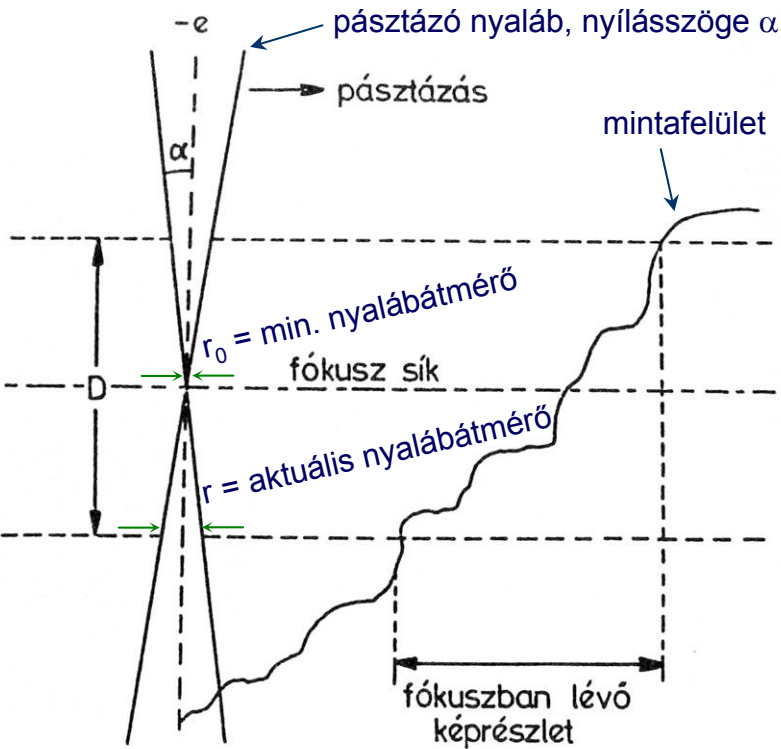
egy képet akkor látunk fókuszáltnak, ha az információs tf. $< d_{kp}$ (egyébként elmosódott)

pl. : $d_{nyaláb} = 50 \text{ nm}$
BSE üzemmód $\longrightarrow$ in.tf. $\sim 100 \text{ nm}$ (mintától függ)
ha $N = 1000x$ $\longrightarrow$ $d_{kp} = \frac{100\mu\text{m}}{1000} = 0.1\mu\text{m}$

ha $N > 1000$ $\longrightarrow$ a kép elmosódott

ha inf. tf. átmérője $\geq 2 \cdot d_{kp}$ $\longrightarrow$ a szem nem látja élesnek a képet

mélységélesség (D) :



a kép ott lesz életlen, amikor a nyaláb szélessége a széttartás miatt legalább $2 \cdot d_{kp}$ méretű lesz

$$\frac{D}{2} \approx \frac{r}{\alpha}$$

ha $r \geq 2 \cdot d_{kp} \rightarrow D = \frac{2 \cdot r}{\alpha} = \frac{0.2}{\alpha N} \text{ nm}$, ahol $\alpha = \frac{R}{WD}$

(szokásos $R = 50 - 300 \mu\text{m}$
 $WD = 5 - 50 \text{ mm}$)

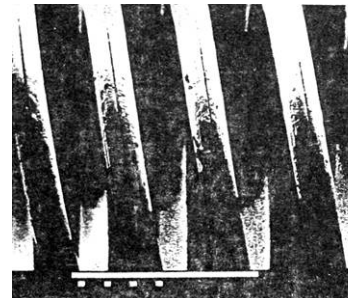
OB sugara
 munkatávolság

pl. : $WD=10\text{mm}$, $R=50\mu\text{m}$, $N=10$



D=4mm

W-spirál képe:



kis WD, nagy OB



nagy WD, kis OB

kontraszt (C) :

két tetsz. pont között a kontraszt a két pont intenzitásaitól függ:

$$C = \frac{|S_2 - S_1|}{S_2}$$

a mintából kilépő e^- -k száma is változhat a hely fgv.-ben vagy az e^- -k pályájában van különbség $\longrightarrow$ kontraszt

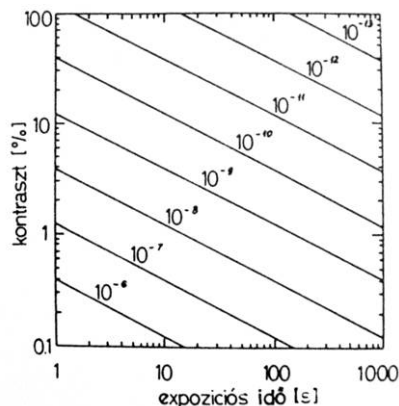
topográfiai
rendszám } kontraszt, SE és BSE üzemmódban

jel/zaj viszony (S/N) :

ha felbontást növeljük $\longrightarrow$ nyálábátmérő csökken $\longrightarrow$ a kép egy idő múlva zajos lesz

$$\frac{S}{N} = \frac{\bar{n}}{\sqrt{n}} = \sqrt{n}$$

két pont között a C szignifikáns, ha $S_2 - S_1 > 5N$ $\longleftarrow$ Rose-kritérium



$$I_{\min} \geq \frac{4 \cdot 10^{-12}}{\epsilon C^2 t}$$

amper

jelbegyűjtés hatásfoka

képkészítés ideje

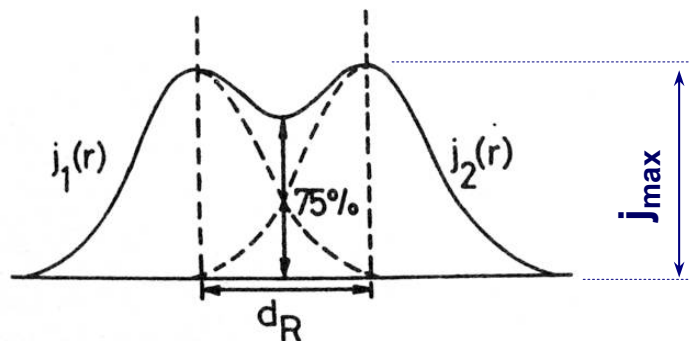
az a min. nyálábáram, ami
adott C kontraszthoz kell

felbontóképesség (laterális felbontóképesség):

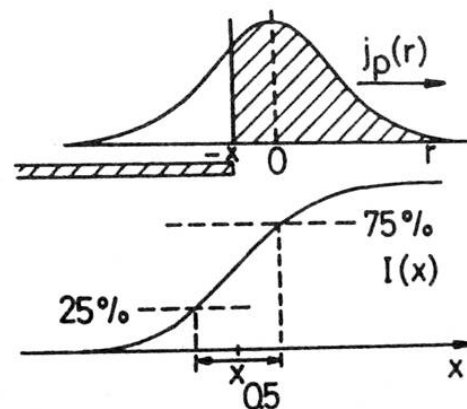
pontfelbontás

vonalfelbontás (v. élfelbontás)

Rayleigh-kritérium: két, d_R táv.-ra levő pont külön látszik, ha az áramsűrűség a felező távolságban $\leq 0.75 \cdot j_{\max}$



(a nyalábban az áramsűrűség kb. Gauss-eloszlású)



élfelbontás

a lat. felbontóképességet meghatározza

- a min. nyalábátmérő (azaz az elektronoptika)
- a kontraszt (azaz a minta és a detektor)
- az inf.térfogat (a minta és a gyorsítófesz.)

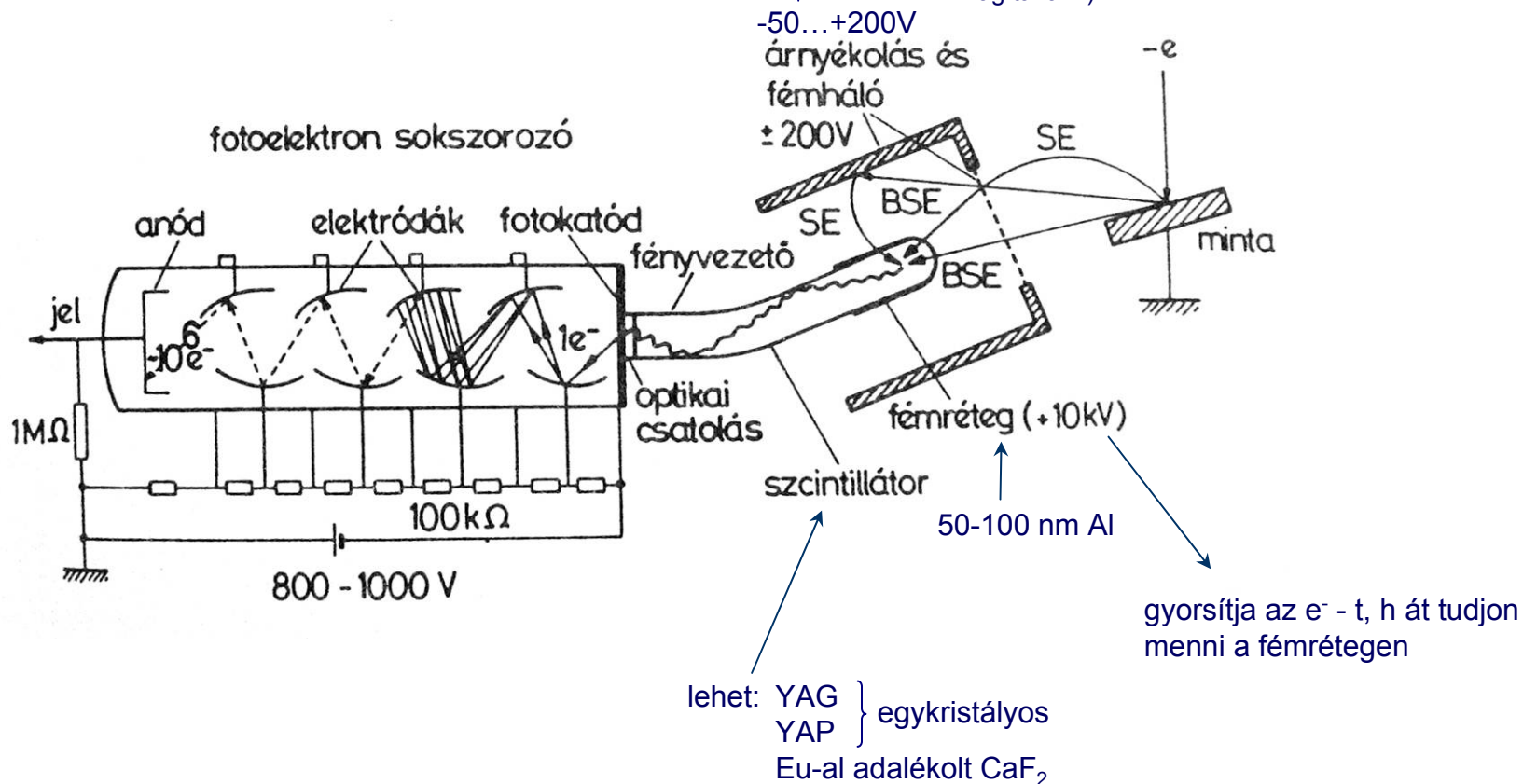
mérése: szén tuskóra párologtatott Au szemcséken

SE-kép, Everhart-Thornley detektor

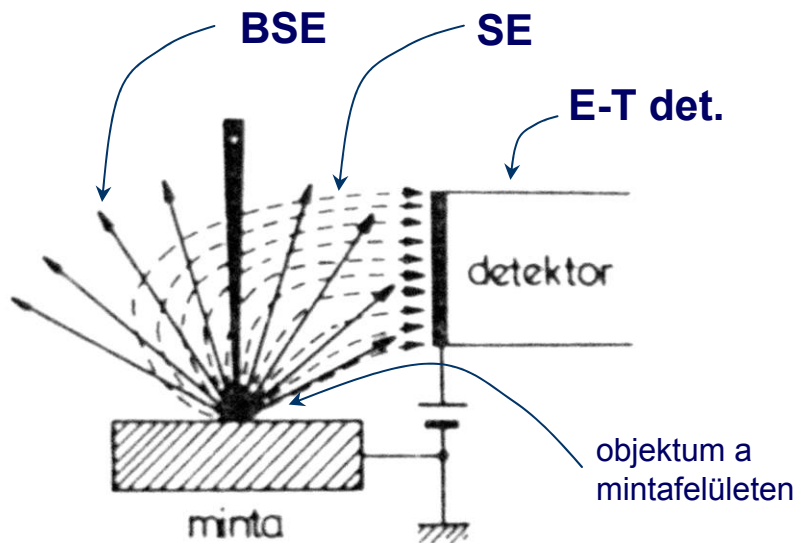
SE és BSE is detektálható

összes SE-t begyűjti, bármilyen irányban is indult a mintafelületről → SE-kép
(mintha a mintafelületet minden irányból megvilágítanánk)

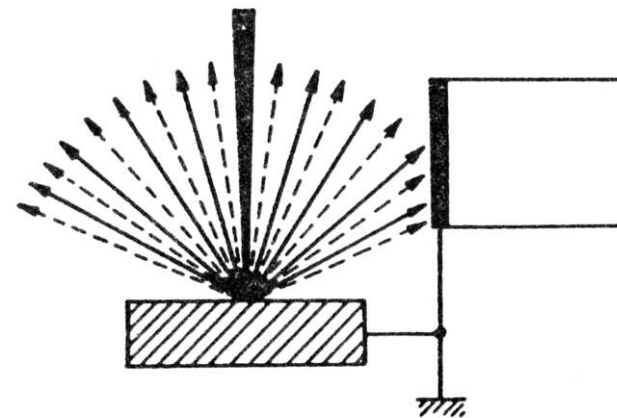
összes SE-t taszítja → csak azon BSE-k tudnak bemenni a det.-ba, amelyek éppen a det. felé lépnek ki a felületből → BSE-kép, **topográfia**
(mintha a mintafelületet egyetlen irányból oldalról világítanánk)



Id. a köv. oldalon

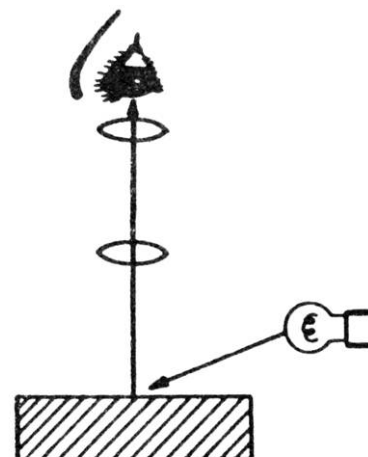
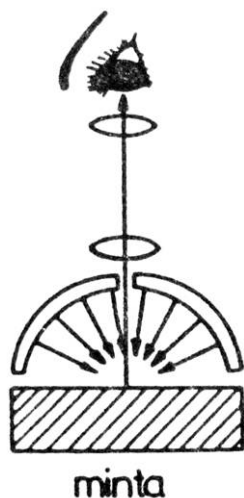


drótháló előfeszítés = +200 V
az objektum minden oldaláról bejutnak
a SE-k a det.-ba



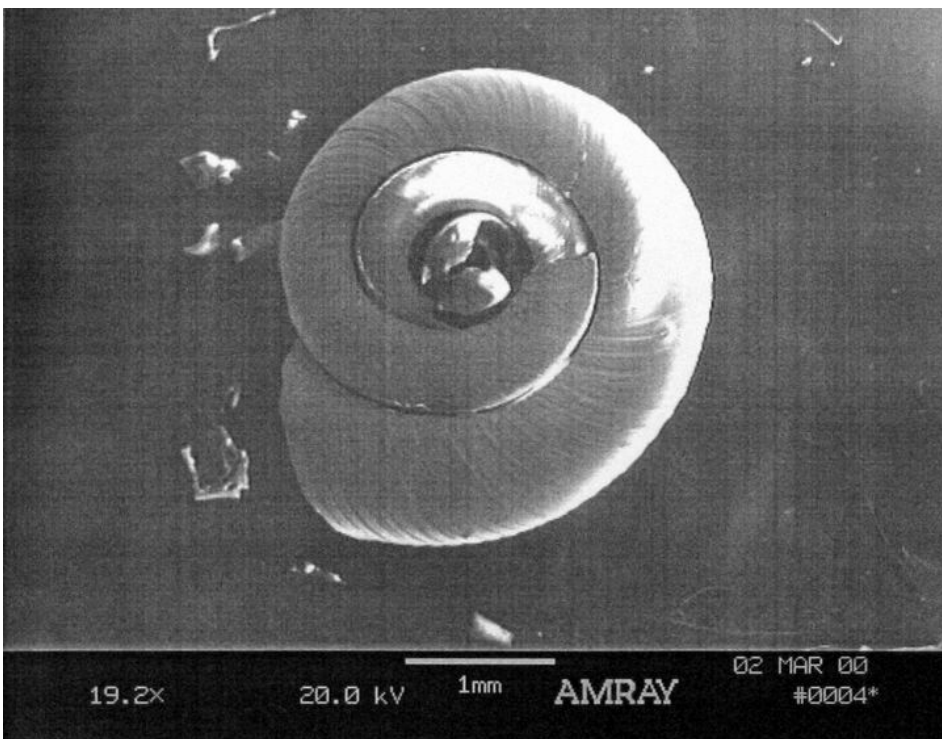
drótháló előfeszítés = -50 V
csak az objektum det.-felőli oldaláról
jutnak be a BSE-k a det.-ba

fényoptikai megfelelője

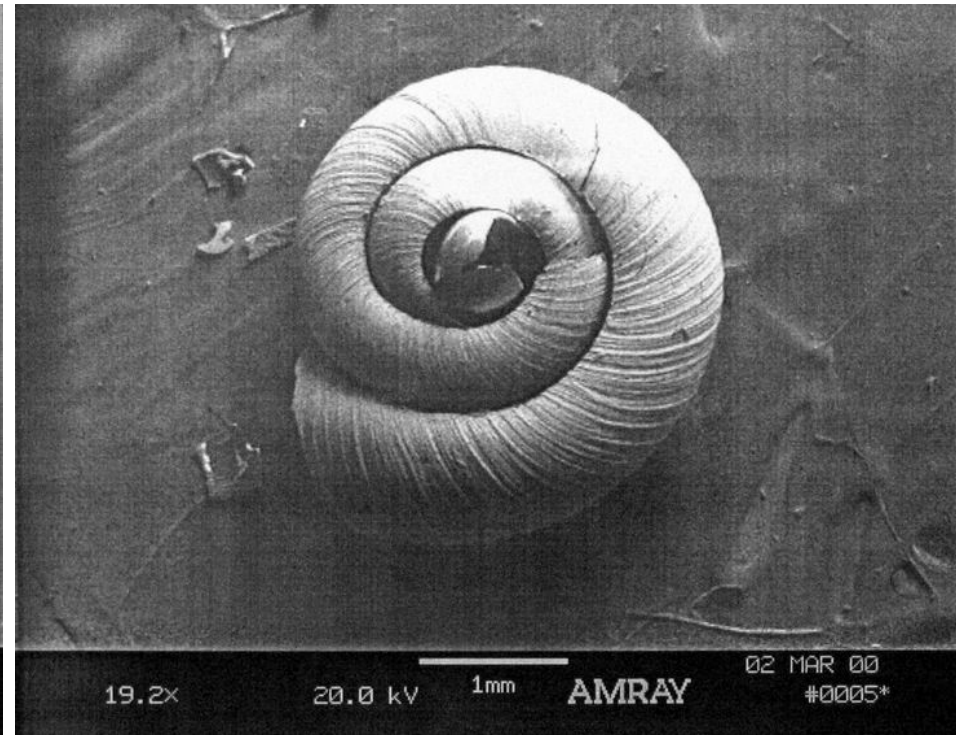


Pl. csigaház képe

SE-kép, E-T det. (+200V), TOPO
minden oldalról látjuk a mintát :



BSE-kép, E-T det. (-50V), a det. felülről
látja a mintát → valódi TOPO
(oldalról /felülről/ megvilágítás):

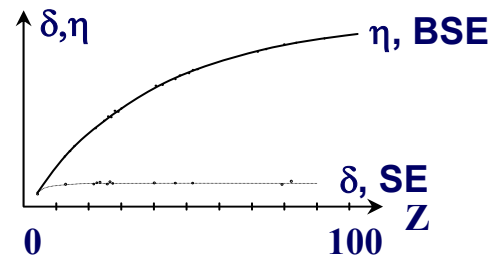


gyors: TV-frekvenciával is használható

a SE-k nem mutatnak erős rendszám kontrasztot (δ alig függ Z-től)



a SE-kép kontrasztja az e- trajektóriák kül.-se miatt van (pl. mágneses kontraszt) ill. a topográfia miatt

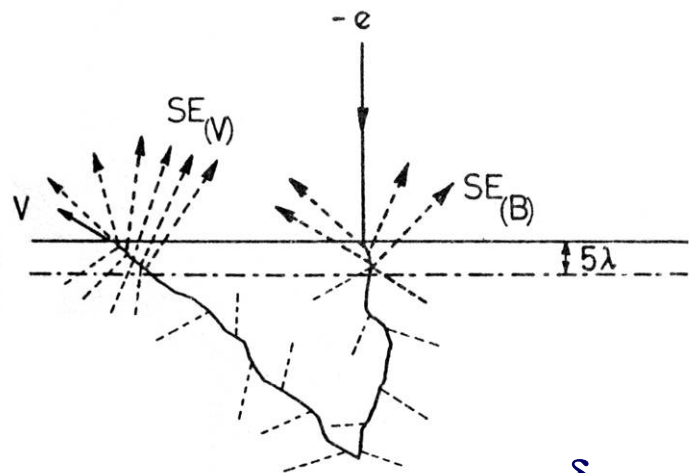


a SE-k mintából való szökési valószínűsége $\sim e^{-\frac{Z}{\lambda}}$

$\leftarrow$ a SE keletkezési mélysége
 $\leftarrow$ közepes szabad úthossz

a SE-k legfeljebb 5λ mélységből tudnak kijönni: - fémekből $\leq 5 \text{ nm}$
 - szigetelőkben $\leq 50 \text{ nm}$

BSE-k is kelthetnek SE-kat, távol a becsapódási helytől $\longrightarrow$ zajt okoz (= felbontóképesség csökken)



δ_b = besug. e^- által keltett SE-hozam
 δ_v = BSE-k által keltett SE-hozam



teljes SE-hozam: $\delta_{\text{telj}} = \delta_b + \eta \cdot \delta_v$

$\frac{\delta_v}{\delta_b} \approx 3 - 4$ mert a BSE-k energiája kedvezőbb a SE keltéshez

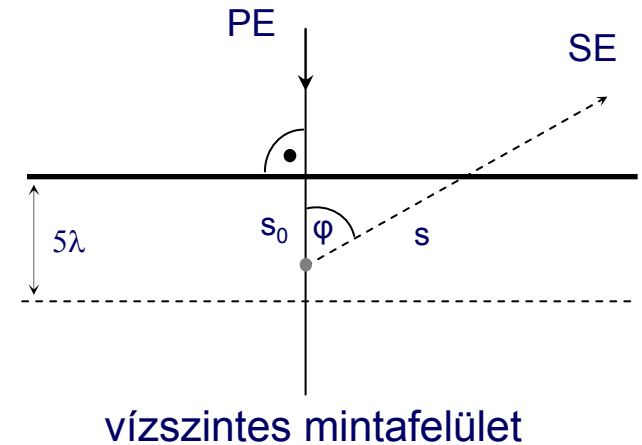
+ a kamra faláról és egyéb helyekről BSE-k által kiváltott SE-k hatása !

a felületre $\perp$ érkező primer nyaláb esetén a SE-k szögeloszlása:

$$\delta(\varphi) \approx \frac{1}{s} \quad \delta_{\perp} \approx \frac{1}{s_0} \quad \frac{s_0}{s} = \cos \varphi$$

$$\delta(\varphi) = \delta_{\perp} \cdot \cos \varphi$$

a $\perp$ távozó SE-hozam



ha gyorsítófesz. nő $\longrightarrow$ s_0 nő $\longrightarrow$ δ csökken

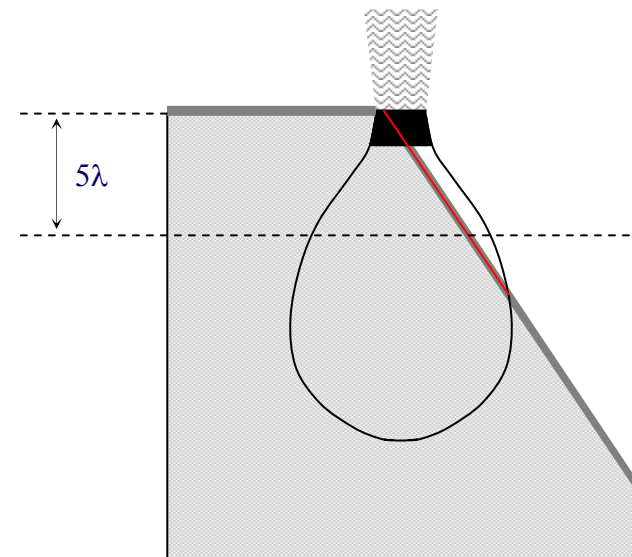
Pl. Al-ra:

50 kV	$\longrightarrow$	$\delta = 0.05$
20		0.1
5		0.4

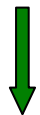
döntött mintafelület esetén:

$$\delta(\vartheta) = \frac{\delta_{\perp}}{\cos \vartheta}$$

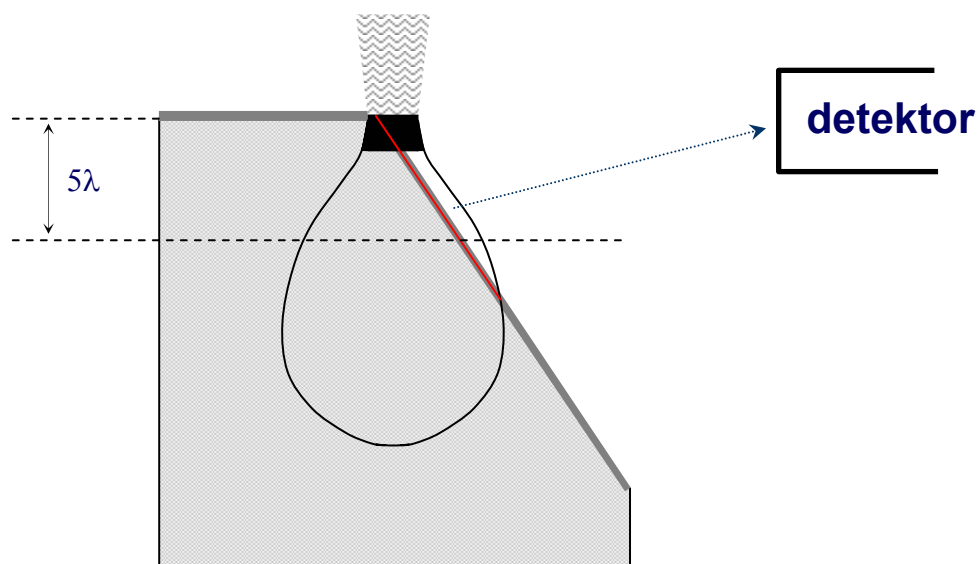
a felület döntési szöge
(tilt angle)



ha a mintát a detektor felé döntjük

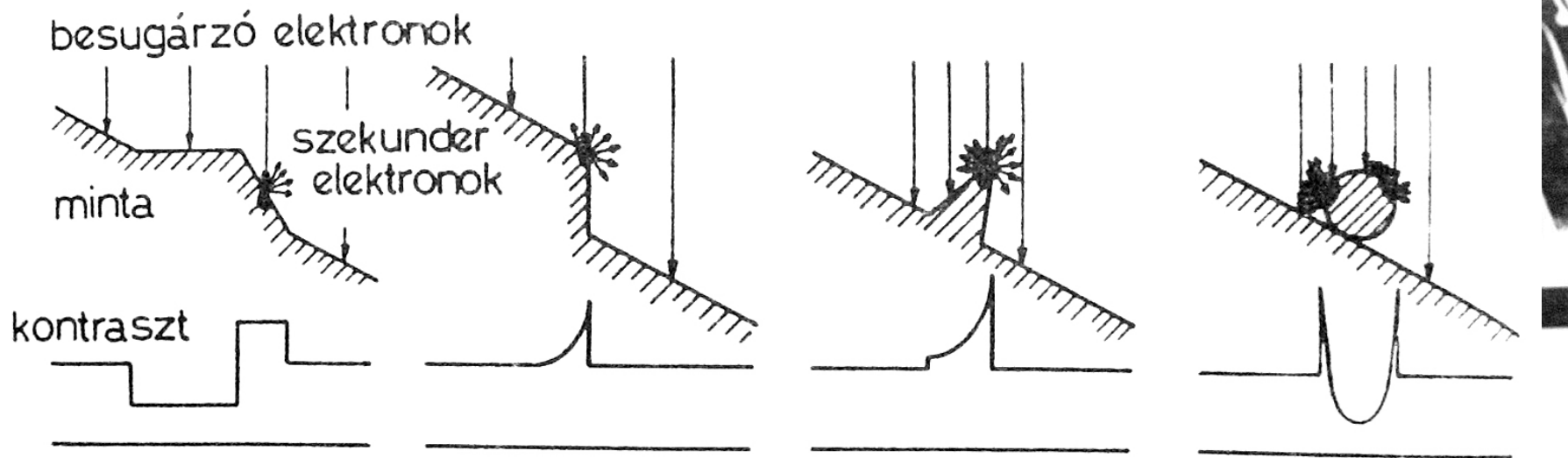


a kép minősége javul



a topográfia (felület domborzata)
a kontrasztra erős hatással van !!!

él- és csúcs hatás SE-k esetén:



él- és csúcs hatás okozta erős kontraszt csökkenthető a gyorsítófesz. csökkentésével !!!

BSE-k, félvezető detektor, Robinson detektor, Austrata detektor:

a visszaszórt e^- - k szögeloszlása:

minden Z -re $\eta > \delta \longrightarrow$ több BSE van, mint SE
(a mintából több lép ki, de a det.-ba nem biztos, h. több lép be)

ha a primer nyaláb $\perp$ esik a mintára, akkor : $\eta(\varphi) = \eta_{\perp} \cdot \cos \varphi$
(ugyanaz, mint SE esetén)

ha nem $\perp$ esik a mintára, akkor viszont :

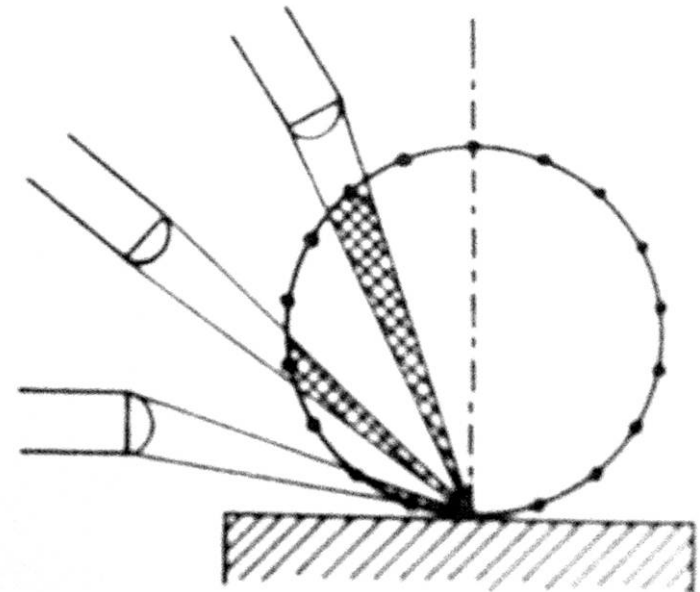
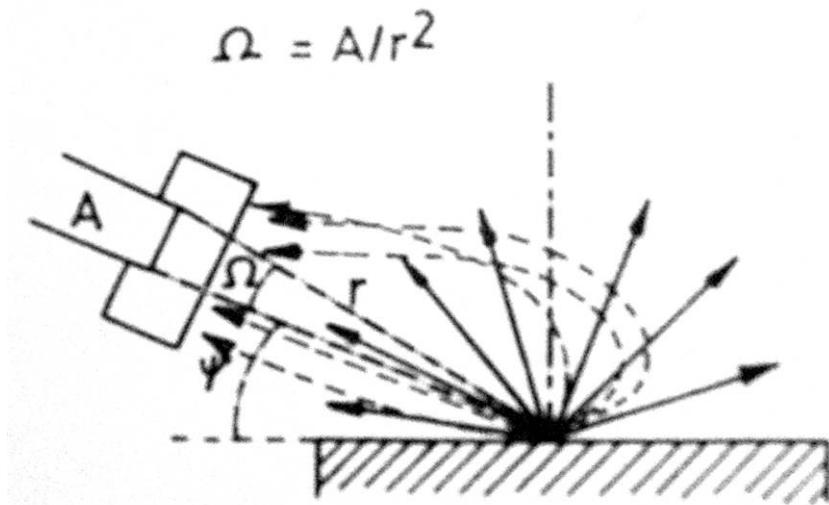
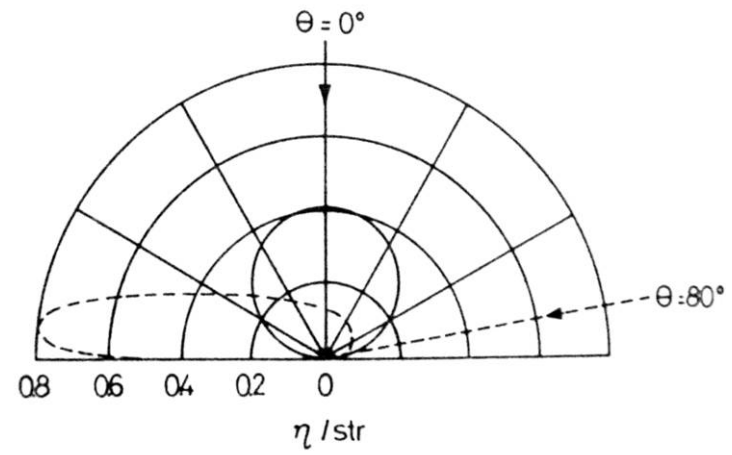
$$\eta(\vartheta) = \frac{1}{(1 + \cos \vartheta)^p}, \quad \text{ahol} \quad p = \frac{9}{\sqrt{Z}}$$

a felület döntési szöge (tilt angle) $\nearrow$ erős „előre” szórás van $\downarrow$ tiszta elemekre $\nwarrow$

többkomponensű anyagokra pedig:

$$\eta = \sum_i c_i \eta_i$$

$$\eta(\varphi) = \eta_{\perp} \cdot \cos \varphi$$

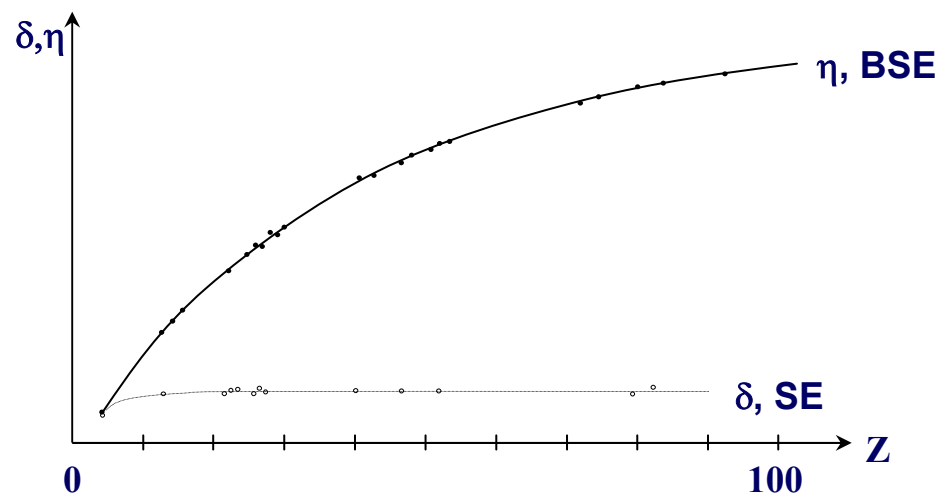


mivel $\eta = \eta(Z)$ $\longrightarrow$ $C = \frac{|S_2 - S_1|}{S_2} = \frac{|\eta_2 - \eta_1|}{\eta_2}$ = rendszámkontraszt

$$\eta(Z) = -0.0254 + 0.016 \cdot Z - 1.86 \cdot 10^{-4} \cdot Z^2 + 8.310^{-7} \cdot Z^3 \quad (\text{Reuter})$$

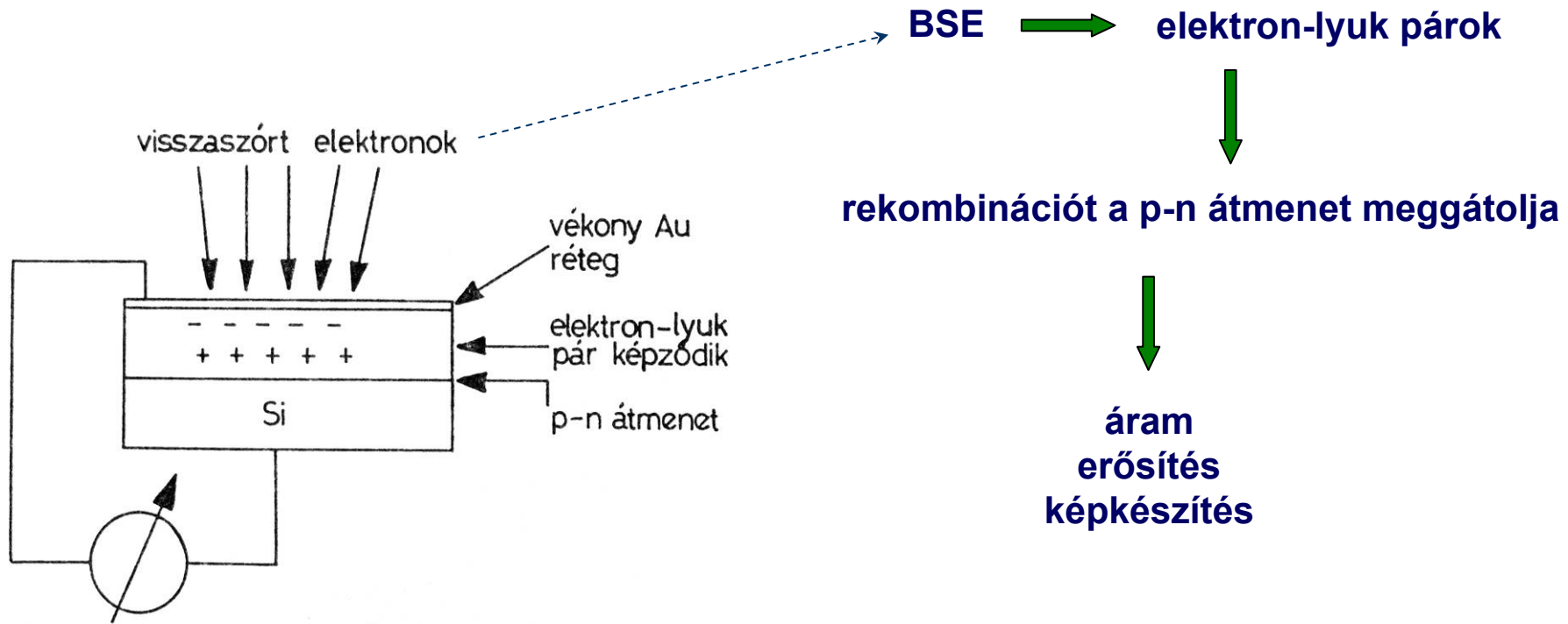
így a C ki is számolható

nagy ΔZ esetén a C nagyobb, mint kis ΔZ elemek esetén;
szomszédos elemek közötti C kis Z-nél nagyobb, mert az $\eta(Z)$ görbe itt meredekebb



BSE detektorok:

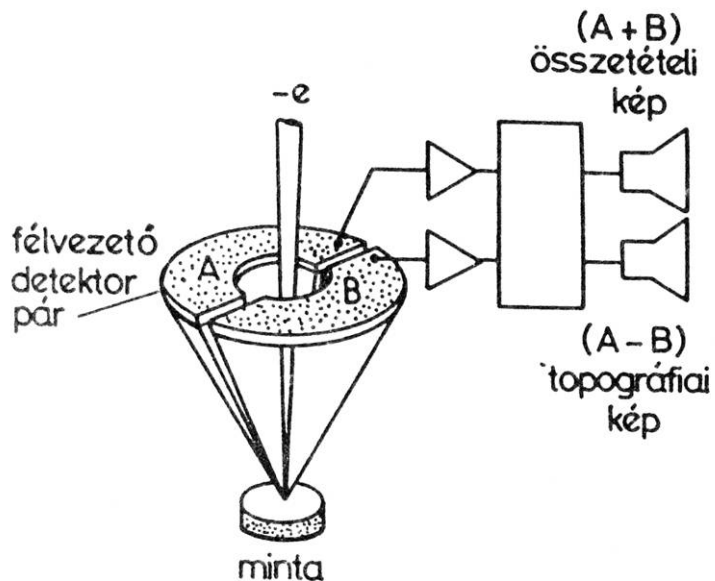
félvezető detektor:



Au-réteg: SE-k ne tudjanak bejutni

Si hordozón készül → nagy felületű det. készíthető + közel tehető a mintához

nagy jelbegyűjtési hatások

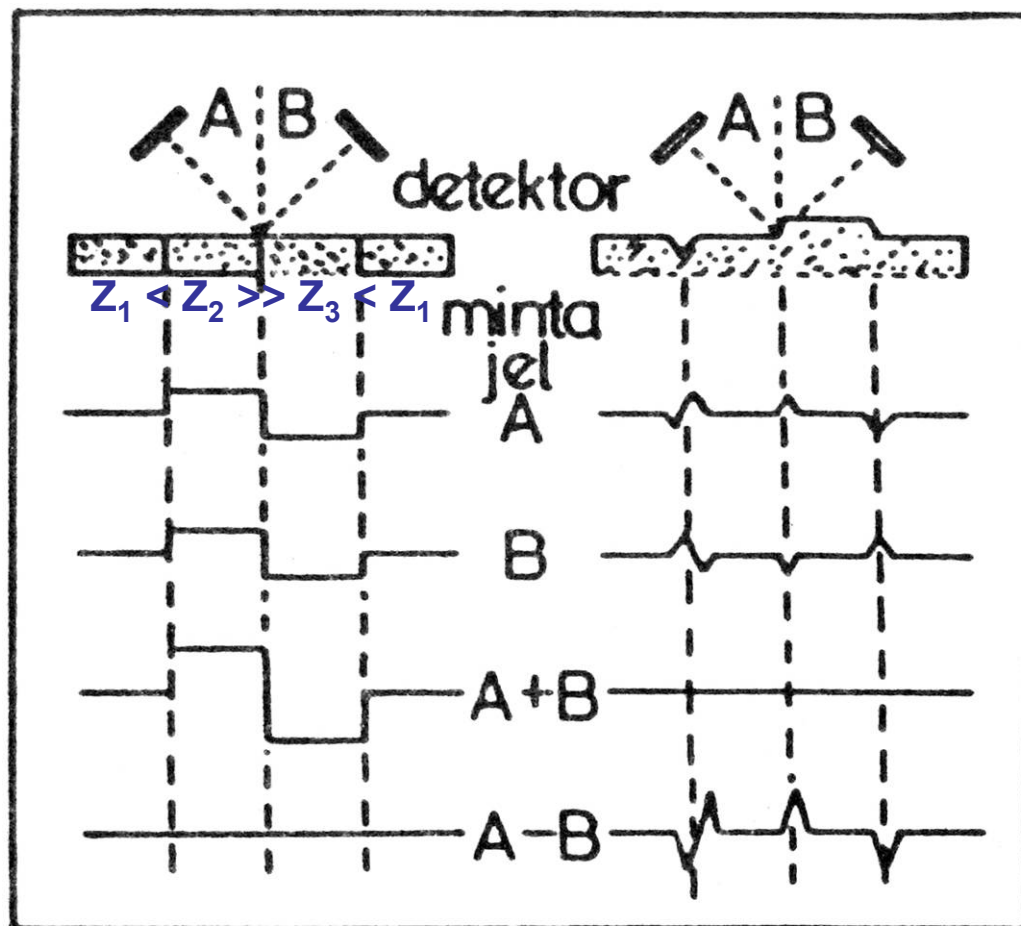


a gyakorlatban sokszor 4 negyed detektor van a 2 fél helyett



többféleképpen lehet összeadni-
kivonni egymásból a jeleket

de : nem lehet eldönteni a valós topográfiát

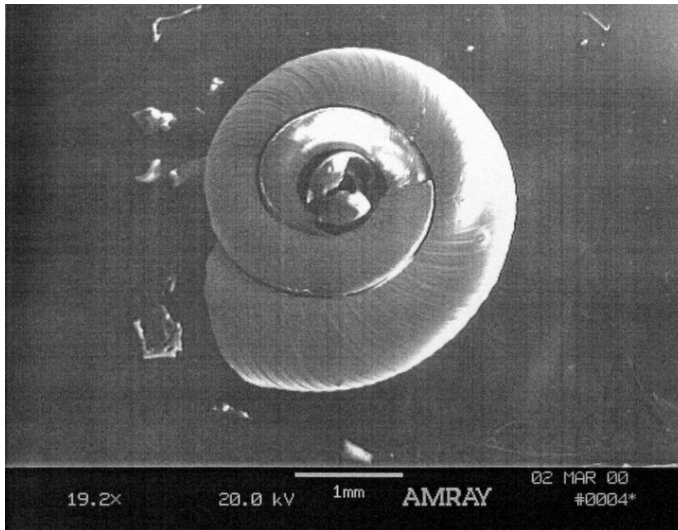


COMPO

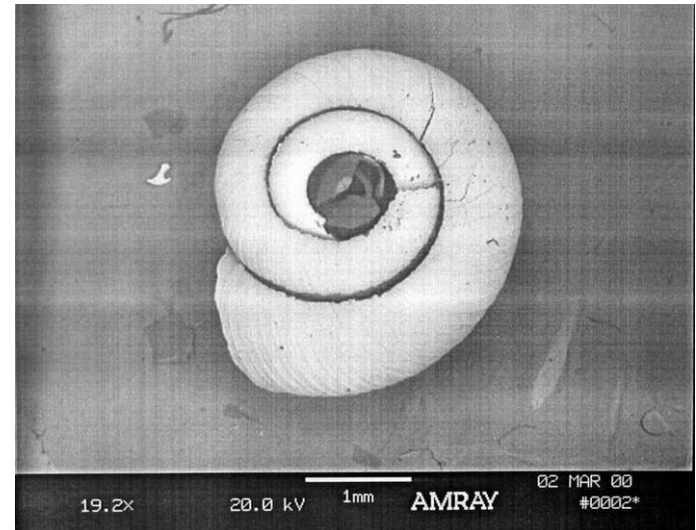
TOPO

(elvi határesetek)

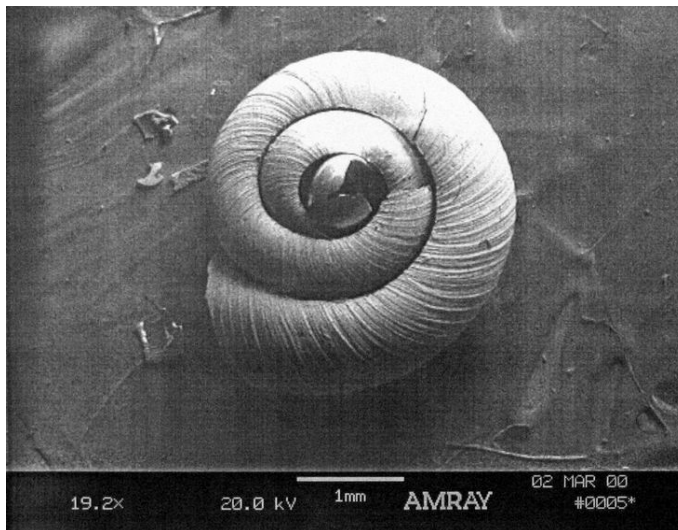
csigaház SE-képe, E-T det. (+200V),
TOPO:



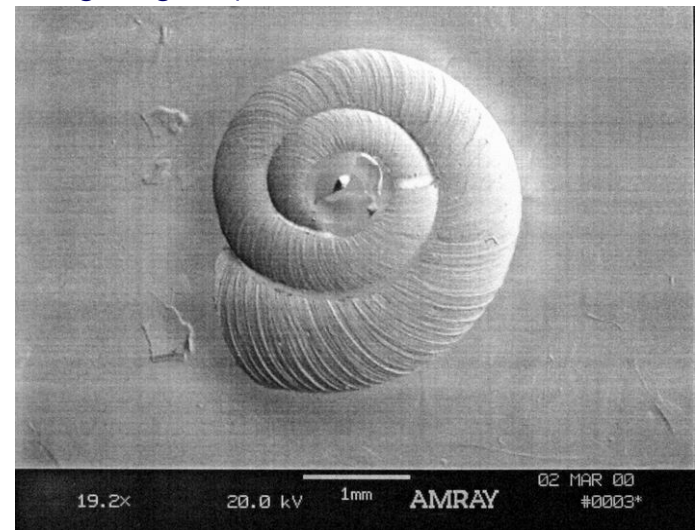
BSE-kép, félvez. det., a 4 negyed jelei
összeadva → COMPO, + TOPO is
mert nem sík a mintafelület:



BSE-kép, E-T det. (-50V), a det. felülről
látja a mintát → valódi TOPO
(oldalról megvilágítás):



BSE-kép, félvez. det., a 4 negyed jelei
++-- állásban → TOPO (oldalról
megvilágítás):



E-T detektor : SE + BSE detektálás is
félvezető det.: csak BSE detektálás

félvezető det.-hoz nagyobb nyalábáram kell, mert kisebb az erősítése



rosszabb laterális felbontóképesség

gyors detektor → TV-frekvenciás kép is készíthető

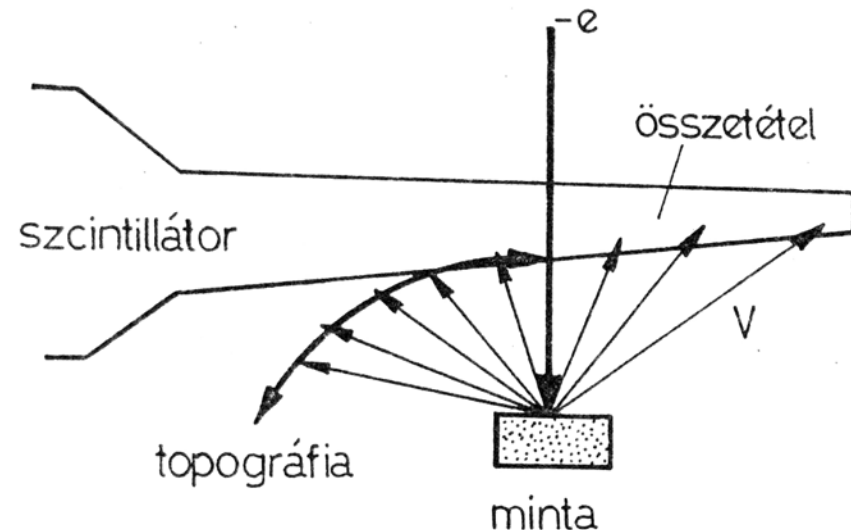
van LV változata is (néhány 100 V gyorsítófesz.)

Robinson-detektor:

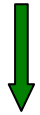
nagy térszöget lát
beérk. e^- - k 90-95 % - t elnyeli
erősítés fotoelektronsokszorozóval
széles szögtartományban detektál



COMPO + TOPO együtt



ha visszahúzzák, h. csak kis szög alatt detektáljon



csak TOPO

tulajdosságai:

0.003Z felbontás
jó laterális feloldóképesség (néhány nm)
jó S/N viszony (~ E-T det.)
gyors (TV frekv. is)

van LV változata is

erre visszahúzni

szcintillátor

topográfia

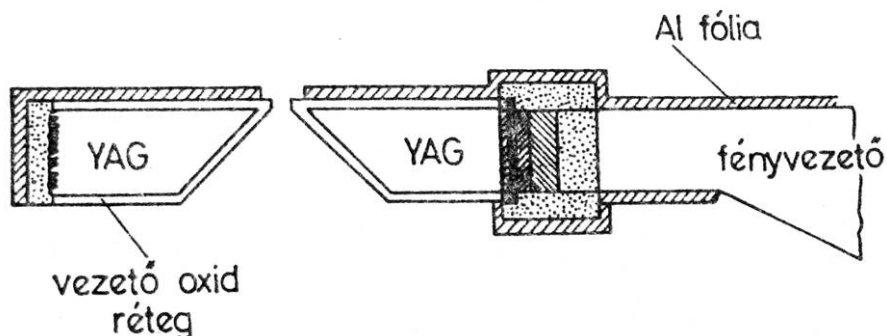
minta

összetétel

V

-e

Autrata-detektor:



a szcintillátor YAG egykristály
($\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Ce}^{+++}$)

tulajdonságai:

jó Z-felbontás
~ nm lat. felbontás
gyors

mintaáramkép

$$I_m = I_0 - I_{BSE} - \underbrace{I_{SE}}$$

elhanyagolható, ha a mintát +50 V feszültséggel előfeszítjük



$$I_m = I_0 - I_{BSE}$$



I_m és I_{BSE} kontrasztja egymás inverze



I_m is COMPO info.-t hordoz

(árnyékhatás nincs)

potenciálkontraszt üzemmód

potenciálkontraszt van, ha a minta kül. részei kül. potenciálon vannak

SE üzemmódban észlelhető csak !

- + előfeszítésű részek : sötét helyek a képen
- előfeszítésű részek : világos helyek a képen

a kontraszt oka: a kilépő e^- - k pályájában levő különbségek

alkalmazási lehetőségek: IC-k vizsgálata működés közben, hibakeresés

kvantitatív fesz.-mérést is lehet végezni :

ki kell küszöbölni a minta felületén levő zavaró lokális elektromos teret
(a minta fölé 1-2 mm – re egy +2000V előfeszítésű hálót tesznek)



nagy térerő az e^- - k kiszedésére

az E-T det. jele lineárisan változzon az alkalmazott előfeszítéssel

ki kell küszöbölni a TOPO és COMPO kontrasztokat

~1 mV fesz. mérhető

sugárszaggatóval nagy sebességű IC-k is vizsgálhatók (stroboszkóp)

EBIC (= Electron Beam Induced Current)

félvezetőkben meghatározható a kisebbségi töltéshordozók diffúziós hossza
a p-n átmenetek helye, szélessége
az el. vezetés szempontjából fontos kristályhibák

katódlumineszcens üzemmód



e^- - besugárzás  **a minta világít**

a kijövő fénnel is lehet képet készíteni (fotoelektronsokszorozóval detektálják)

felhasználható az e^- - nyaláb centrálására, de ehhez beépített opt. mikroszkóp is kell

keletkezése : az e^- - k rekombinálódnak a lyukakkal :

enyhén adalékolt anyagban: az e^- a vez. sávból ugrik a vegy. sávba

erősen adalékolt anyagban: az e^- egy donor nívóról ugrik a vegy. sávba

optikai spektrométer is kell

mágneses kontraszt

I, II és III típusú mágneses kontraszt

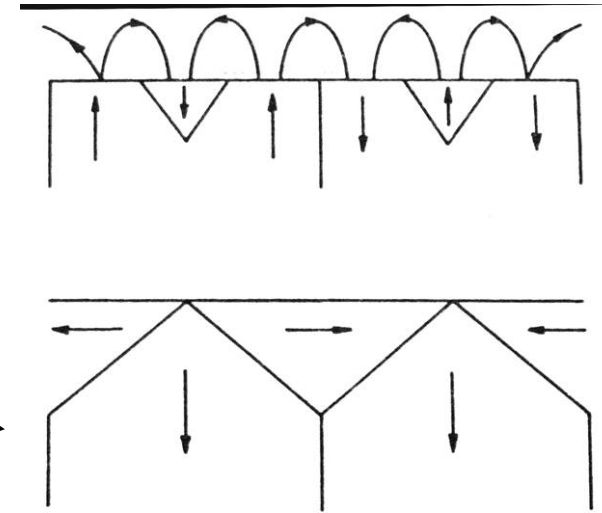
SE-k miatt

BSE miatt

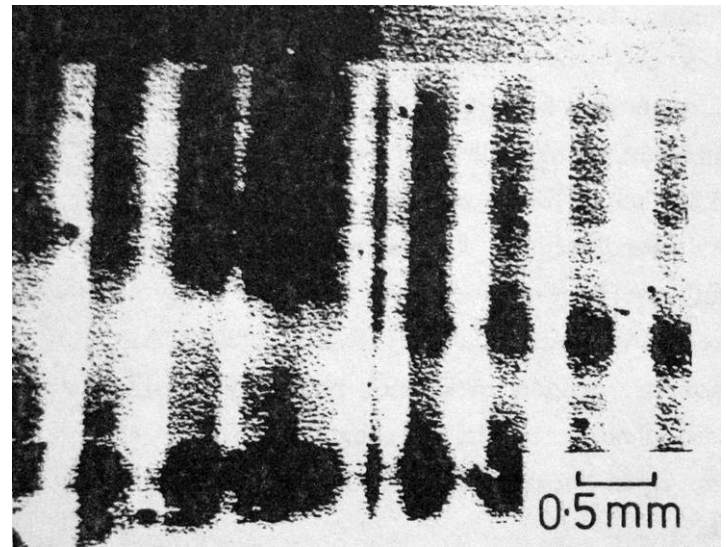
ferromágneses anyagok

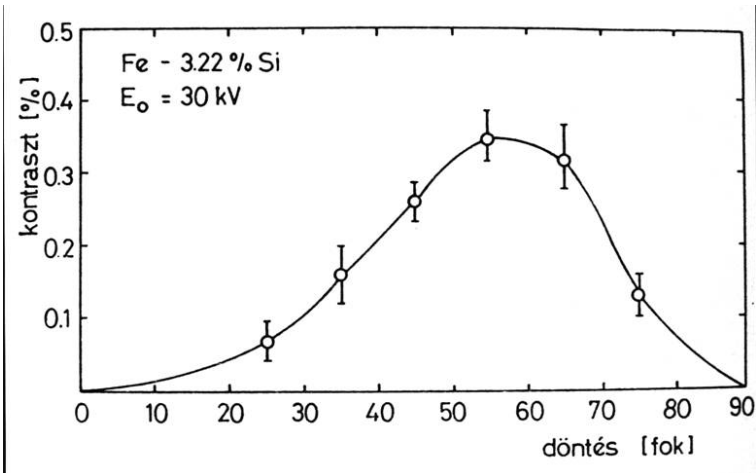
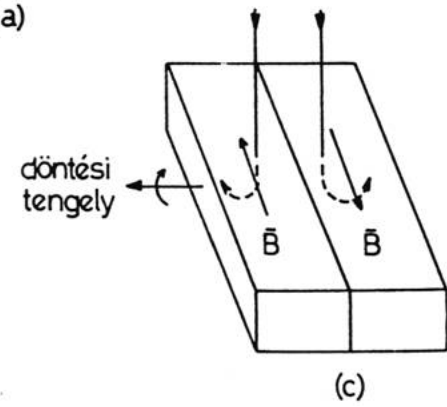
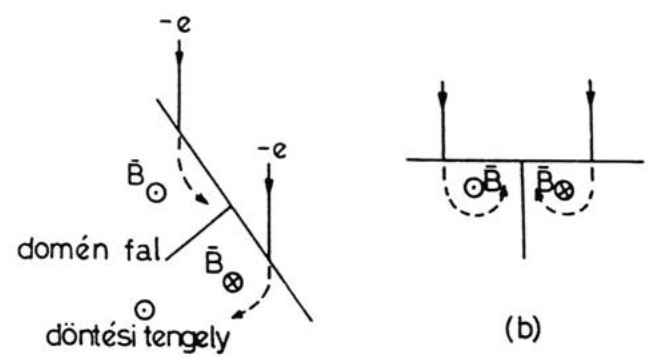
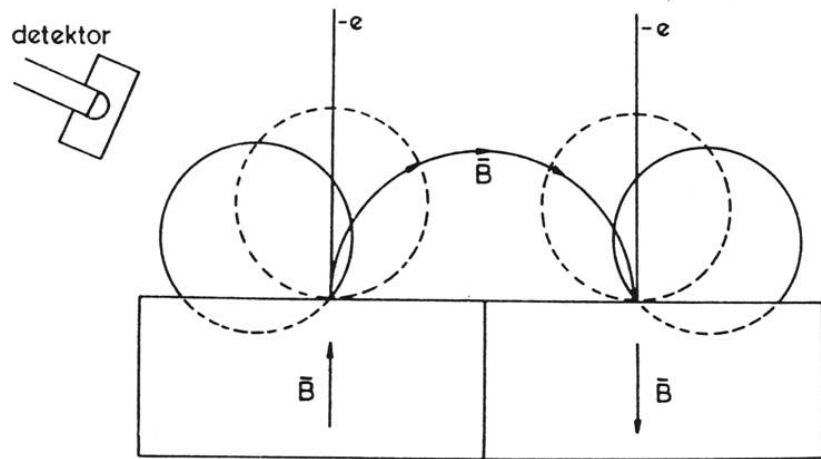
→ egytengelyű anyagok
felületén szórt mágn. tér van
(Co, mágnesszalagok)

→ köbös anizotrópiájú anyagok
(Fe, Ni)

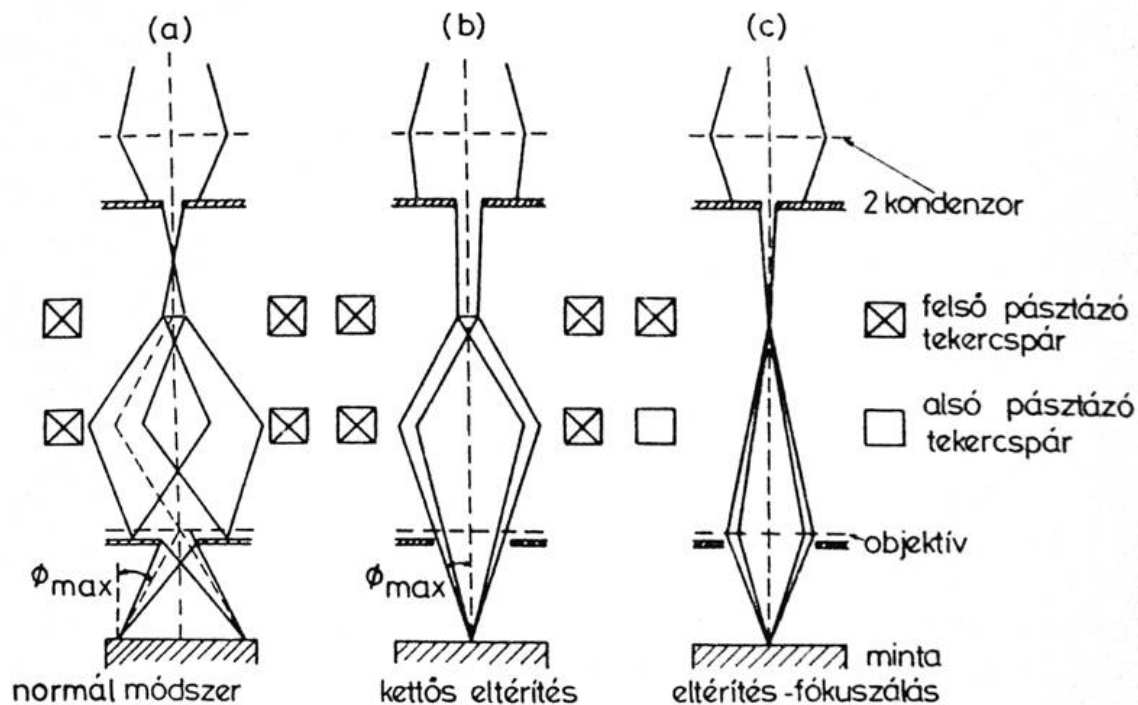
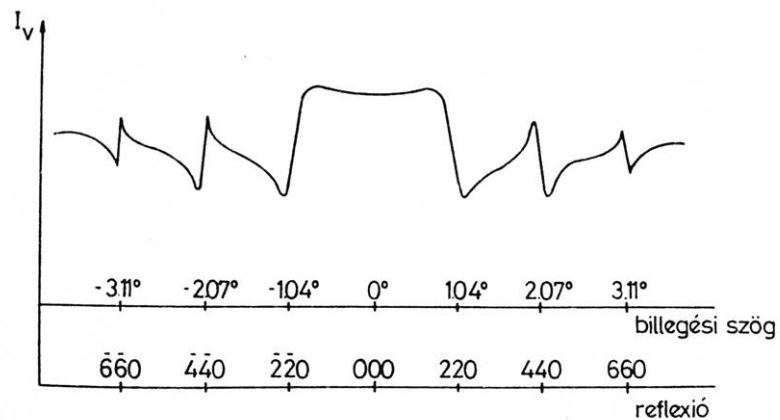
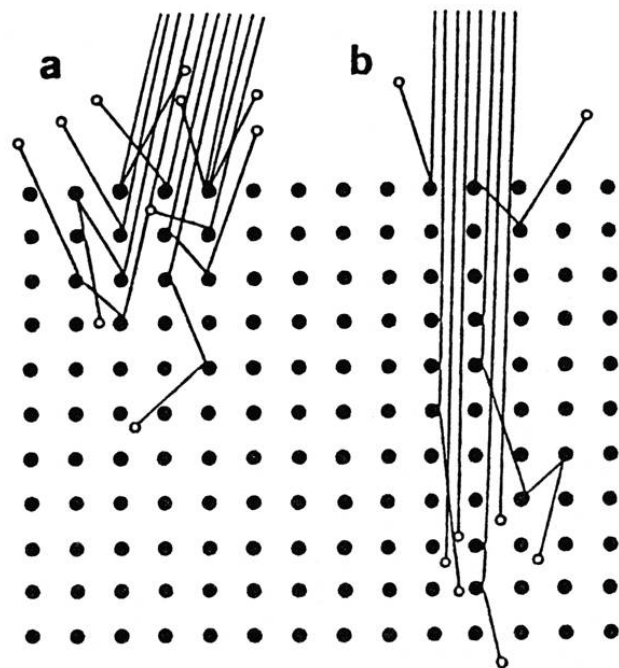


I-es tip. kontraszt:





csatornahatás



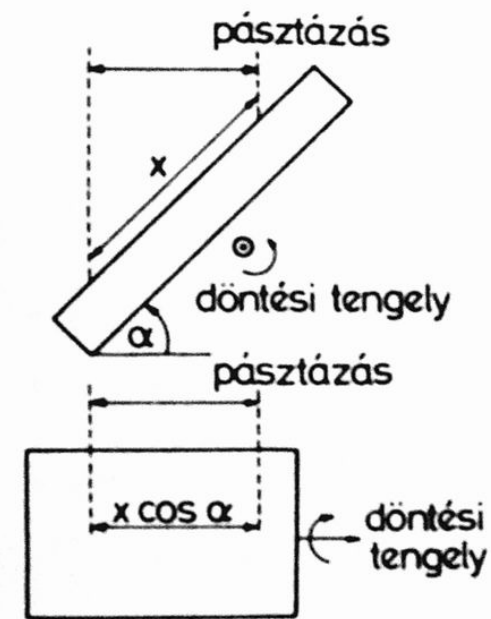
képtorzítások

a minta döntése miatt a döntési teng.-re merőleges távolságok rövidebbnek látszódnak: az x hosszúság csak $x \cdot \cos \alpha$ -nak látszik

(viszont sokszor érdemes dönteni a mintát a detektor felé, mert több jel jut a detektorba és finomabb részletek is észrevehetők)

korrigálni lehet
(de csak sík mintafelületre)

továbbá WD is változik x -irányban, előfordulhat, h. a minta alsó része éles és a felső része nem, vagy fordítva, ezt korrigálja a dinamikus fókusz „TILT FOCUS” pot.méter



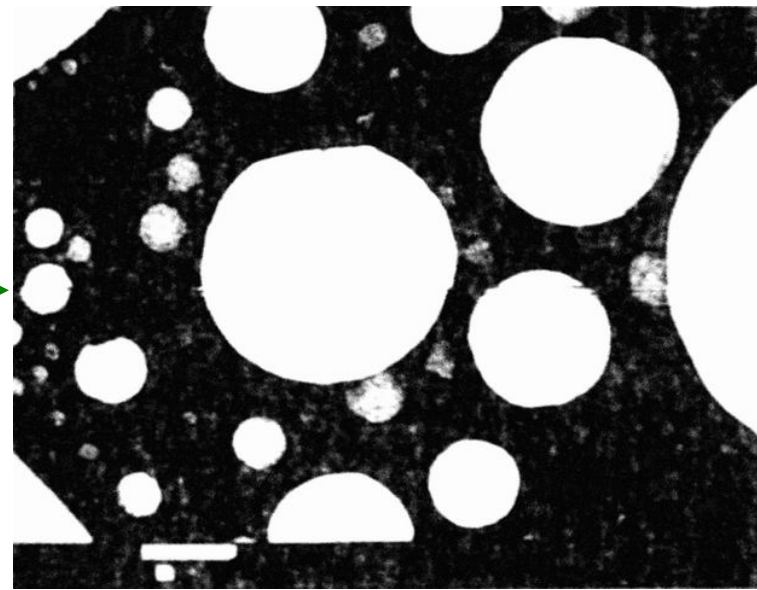
a pásztázás is torzíthat, főleg kis nagyításokon: pl négyzetrácson észrevehető

Moire-effektus: periodikus szerkezet vizsgálatakor a minta és a pásztázás periodicitásai interferálhatnak → a kép csíkos lesz

a minta elektromos feltöltődése is okozhat képhibát: a töltött részek eltaszíthatják a nyalábot → az egyenes vonalak megtörnek, máshol folytatódnak

a külső mágn. tér is felbontóképesség-romlást okozhat

a mikroszkóp mechanikai rezgése is a kép csíkosságát okozza, ld. ebben a síkban (vsz. csíkok) (a padló, azaz az épület rezgése miatt)



a mikroszkóp hibái, helytelen beállításai is képhibákat eredményeznek:

- katód nincs eléggé felfűtve, v túlfűtve → fényerősség-ingadozások
- elektronoszlop nincs jól centrálva, a blendék, a sugárvezető cső koszos → a kép mozog az x-y-síkban (korrigáláshoz a WOBBLER funkció) vagy asztigmia
- a nagyfeszültég instabil: a K és A között, vagy az E-T detektoron, vagy a monitor gyorsítófeszültsége → csíkos kép

a nagyfesz.
instabilitása miatt
csíkos a kép



jelfeldolgozás, képmegmunkálás

detektor → jel → erősítés → képalkotás

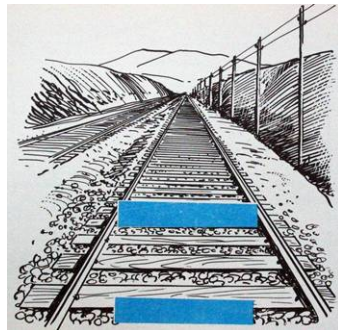
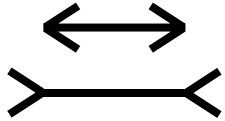
jelfeldolgozás =
analóg jelek (fényerő,
kontraszt)
feldolgozása

képmegmunkálás =
digitalizált képek (jelek)
feldolgozása

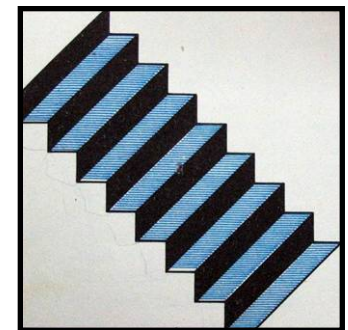
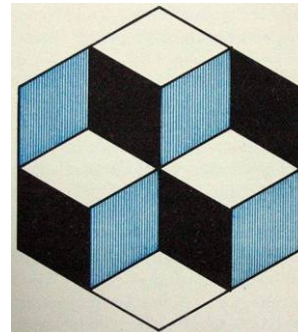
a képet monokromatikus monitoron v. szürkeskálájú képen (fénykép v. nyomtatott kép) nézzük

az ember szeme csak viszonylag kevés szürke-árnyalatot tud megkülönböztetni →
bizonyos info.-k nem láthatók → ezért kell a jel-feldolg. v. képmegmunkálás

egy 2D képet nézve a szem a megszokásnak megfelelően próbálja értelmezni a képet, tehát pl a topográfiát is, de optikai csalódás:



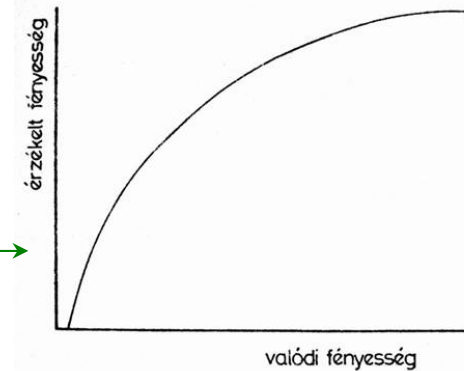
melyik a hosszabb ?



melyik van kint és melyik bent ?

a szem kb 15-20 szürkeárnyalatot tud megkülönböztetni egy képen,
de egyébként igen széles intenzitás tartományban érzékel, csak
nagyon hosszú idő (akkomodációs idő) kell, h. pl. világos után a
sötétben jól lásson

a szem fényérzékelése logaritmikus, azaz a kis fényerősségeknél
jobban meg lehet különböztetni a fényességi fokozatokat mint nagy
fényerősségnél



a szem kb 5%-nál nagyobb intenzitáskülönbséget képes érzékelni

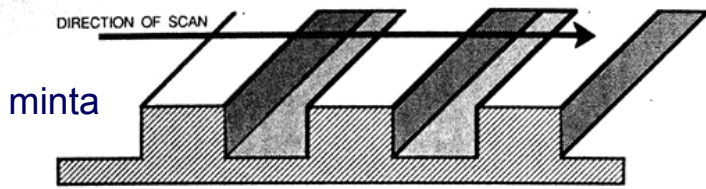
jelfeldolgozás:

egy egész képet nézve lehet széles intenzitás-különbség de gyenge kontraszt
lehet, h nem sok információt kapunk a képből,

vagy

egy adott tartományban megnöveljük a kontrasztot, akkor innen több
információnk lesz de esetleg a kép többi részéről kevesebb

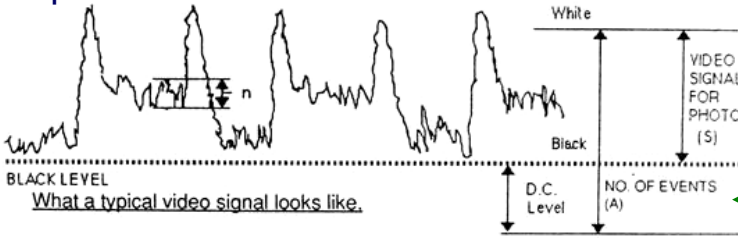
ehhez használható a *differentiális erősítés*
gamma szabályozás
jeldifferenciálás
Y-moduláció



minta

differentiális erősítés: a képből (jelből) kivonják a DC komponenst és a maradék jelet erősítik :

kép



videójel

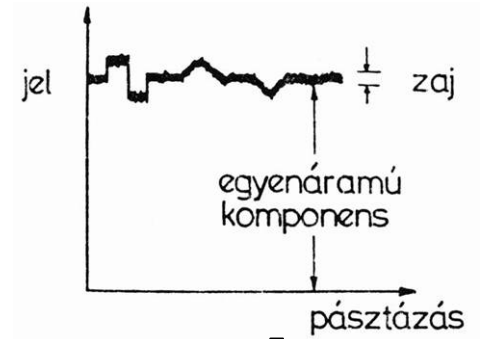
teljes jel nagyság

DC jelszint



DC levágása után még egy simítást is lehet csinálni

zajcsökkentés

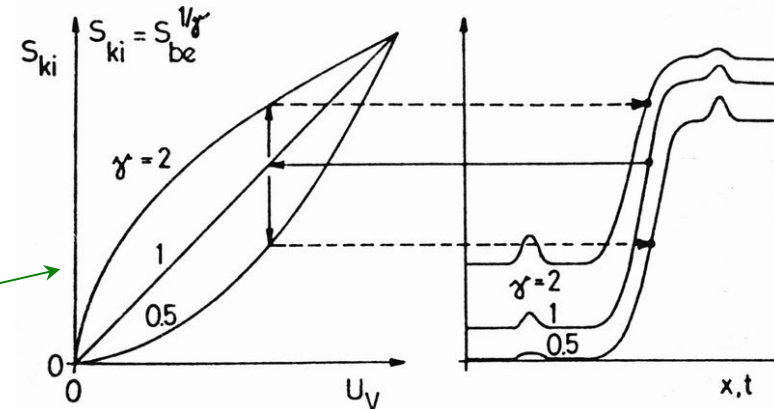


(így persze a zaj is megnő)

gamma szabályozás: ez egy nemlineáris erősítés :

$$\text{kimenő jel} = \text{bemenő jel}^{\frac{1}{\gamma}}$$

kis intenzitású részletek nagy intenzitású részletek } kontrasztja $\begin{cases} \gamma > 1 \\ \gamma < 1 \end{cases}$ esetén növelhető



jeldifferenciálás : a jelet [$U(t) = U_0 \cdot \sin(\omega t)$]
idő szerint deriválják $\longrightarrow \frac{d}{dt} U_0 \cdot \sin(\omega t) = \omega U_0 \cdot \cos(\omega t) = \omega U_0 \cdot \sin(\omega t - \frac{\pi}{2})$

így az U_0 előtti ω egy olyan frekvencia szűrőt jelent, ami a kis frekv.-jú jeleket elnyomja, a nagy frekv.-júakat pedig erősíti

a mintán előforduló élek, szemcsehatárok, stb... nagyobb frekv. jeleket eredményeznek, mint a sima felületek, de a kép plasztikusságát a kis frekv. jelek adják

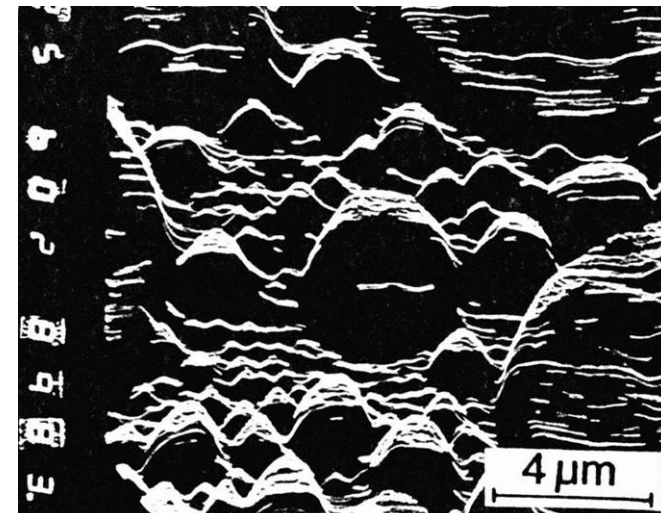
azok az élek, ahol a jel növekszik, a derivált jel pozitív lesz és fordítva, viszont a pásztázási iránnyal párhuzamos élek nem látszódnak a derivált képen (pl. csatornadiagrammon egyes vonalak ilyenek)

a derivált képen árnyékhatás van (mintha a mintafelület oldalról lenne megvilágítva) $\longrightarrow$
kiküszöbölhető pl. a derivált jel abszolút értékének használatával v. a 2. deriválttal

összegezve: az eredeti képen inhomogén részletek felerősödnek, a homogén helyek kontrasztja viszont eltűnik $\longrightarrow$ a kép plasztikussága megszűnik $\longrightarrow$ az eredeti képet hozzá szokták adni a differenciált képhez $\longrightarrow$ plasztikus + kontrasztos

Y-moduláció : a detektorról jövő jeleket a monitor Wehnelt-hengerének előfeszítése helyett (= hagyományos intenzitás moduláció v. Z-moduláció) a függőleges eltérítés vezérlésére haszn.

Ekkor a nyaláb függőleges helyzete nemcsak a pásztázási pozíciótól függ, hanem a jel intenzitásától is
 $\longrightarrow$ nehezebb értelmezni a képet, de így olyan kis kontraszt is megjeleníthető, ami intenzitás-modulációval nem lenne látható



képmegmunkálás:

kép = $n \times m$ -es mátrix, mindegyik a neki megfelelő intenzitást tárolja valahány biten (pl. AMRAY-nél 512×400 pixel $\times$ 12 bit szürkeárnyalat a monitoron és 8 bit a DEC-gépen tárolt képeknél, és $2048 \times 1600 \times 256$ ha a fotómonitorra menő képet digitalizáljuk)

ehhez az analóg képet digitalizálják vagy a mikroszkóp eleve ilyen képet ad

➡ a képen sokkal több info van benne, mint amit szabad szemmel láthatunk

intenzitás hisztogram: a fekete (=0) – fehér (= pl. 4096) skálán ábrázolja az adott szürkeárnyalat előfordulási számát ➡ ha nincs kihasználva a teljes fekete-fehér tartomány, akkor a hisztogramot lehet „nyújtani” ➡ a kontrasztot otólag állítjuk

a képeket lehet színezeni (= hamis színezés), a szem sokkal több színárnyalatot tud megkülönböztetni mint szürkeárnyalatot, másrészt lehet csinálni pl. sztereo képet

pl. a kép:

1	9	1	2	1	1	1	1	1	1
1	1	3	2	1	1	1	1	1	2
1	1	1	1	1	1	1	1	3	1
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
1	2	1	9	9	9	1	1	1	1
1	1	1	9	9	9	1	1	1	1
1	1	1	9	9	9	9	9	1	1
1	1	1	1	9	9	9	1	1	1
1	3	1	1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1	3	1	1

digitális képek megmunkálásához $n \times n$ -es mátrixokat használunk = kernel operátor :
 n = páratlan szám ➡ a mátrixnak van középső eleme

pl. egy 3×3 -as kernel:

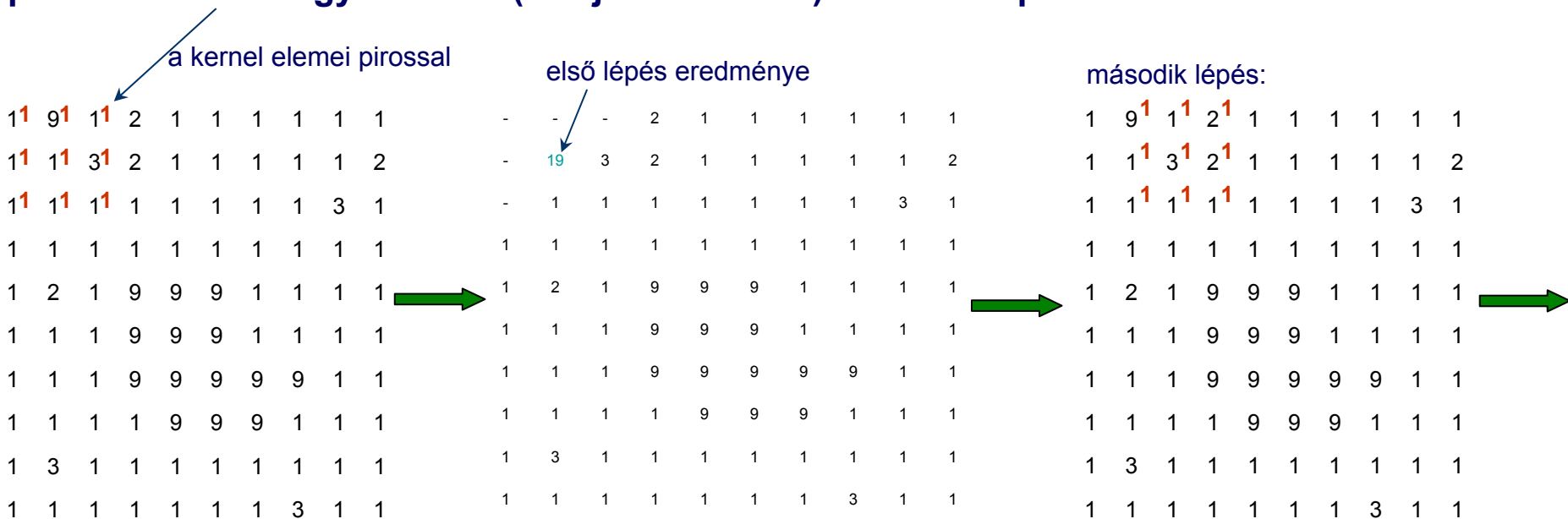
1	1	1
1	1	1
1	1	1

ezt a kernelt rátesszük a kép-mátrix bal felső sarkában levő 3×3 elemre és a következő műveletet végezzük a két mátrix között:

mindegyik kép-mátrix elemet megszorozzuk a felette levő kernel-elemmel, ezeket összeadjuk és az eredményt betesszük a középső elem alatti helyre

utána a kernelt egy lépéssel jobbra visszük és az egész műveletet megismétejük, majd így végigmegyünk az egész képen

az eredmény egy olyan kép lesz, amelyik mindegyik oldalán 1-1 sorral kevesebb pixelből áll pl. a fenti kernel egy simítást (= zajcsökkentést) csinál a képen:



a második lépés eredménye

-	-	-	-	1	1	1	1	1	1
-	19	21	2	1	1	1	1	1	2
-	1	1	1	1	1	1	1	3	1
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
1	2	1	9	9	9	1	1	1	1
1	1	1	9	9	9	1	1	1	1
1	1	1	9	9	9	9	9	1	1
1	1	1	1	9	9	9	1	1	1
1	3	1	1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1	3	1	1

a harmadik lépés eredménye

-	-	-	-	1	1	1	1	1	1
-	19	21	13	1	1	1	1	1	1
-	1	1	1	1	1	1	1	3	1
1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
1	2	1	9	9	9	1	1	1	1
1	1	1	9	9	9	1	1	1	1
1	1	1	9	9	9	9	9	1	1
1	1	1	1	9	9	9	1	1	1
1	3	1	1	1	1	1	1	1	1
1	1	1	1	1	1	1	3	1	1

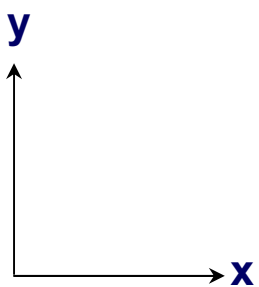
ekkor lesz az új kép

és így tovább...
a jobb alsó
sarokig

ezzel a kernellel csökkenthetők az olyan intenzitás-ugrások, mint ami pl. az eredeti kép bal felső sarkában a 3-as és 1-es között volt (a 3-szoros ugrás helyett lett egy kevesebb mint 2-szeres ugrás)

ezzel a képet lehet simítani
viszont az új képen nagyobbak az intenzitások
még egy osztást is kellene csinálni, h. az intenzitásokat visszatranszformáljuk az eredeti intervallumba

ha pl. éleket akarunk kiemelni (kontrasztot növelni), akkor az alábbi kerneleket használhatjuk:



$$\frac{\partial}{\partial x} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ -1 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

$$\frac{\partial^2}{\partial x^2} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ -1 & 2 & 1 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

$$\frac{\partial}{\partial x} + \frac{\partial}{\partial y} = \begin{bmatrix} 0 & -1 & 0 \\ -1 & 2 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

$$\frac{\partial^2}{\partial x^2} + \frac{\partial^2}{\partial y^2} = \begin{bmatrix} 0 & -1 & 0 \\ -1 & 4 & 1 \\ 0 & 1 & 0 \end{bmatrix}$$

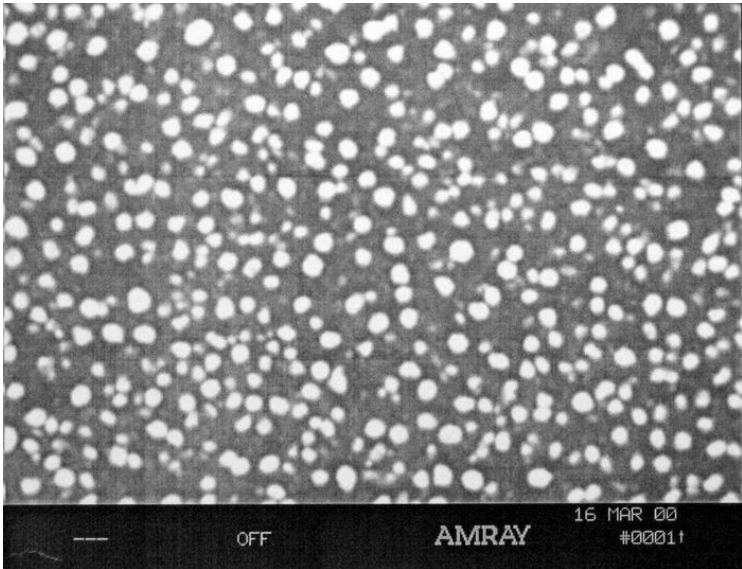
vagy

$$\text{gradxy} = \begin{bmatrix} 0 & -1 & 0 \\ -1 & 4 & -1 \\ 0 & -1 & 0 \end{bmatrix}$$

vagy 1-esek helyett nagyobb számot, de akkor a középső elemet is annyszorosára kell növelni !
a kontraszt is nő

pl.:

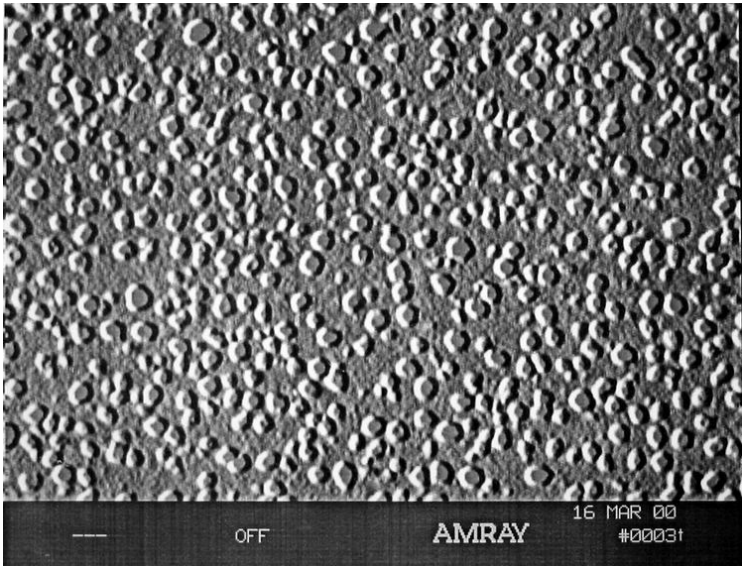
eredeti kép:



deriválás balról,
„nagy” derivált:

gradx =

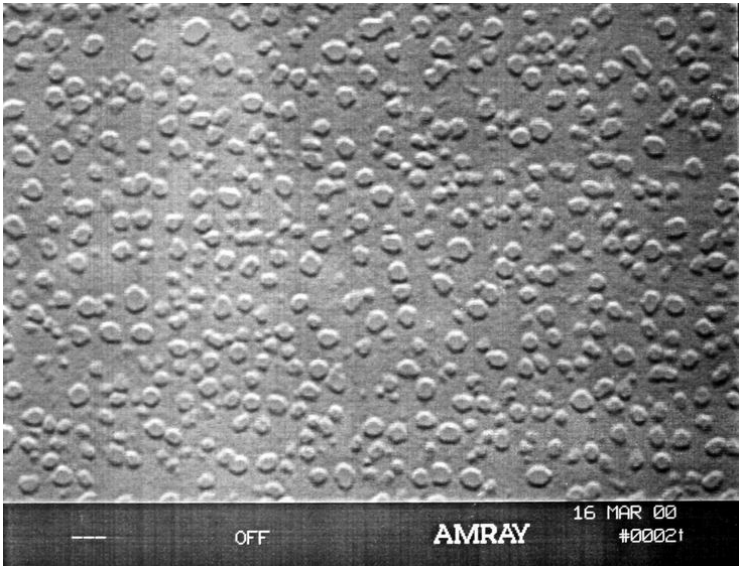
0	0	0
-6	6	0
0	0	0



deriválás felülről,
„kis” derivált:

grady =

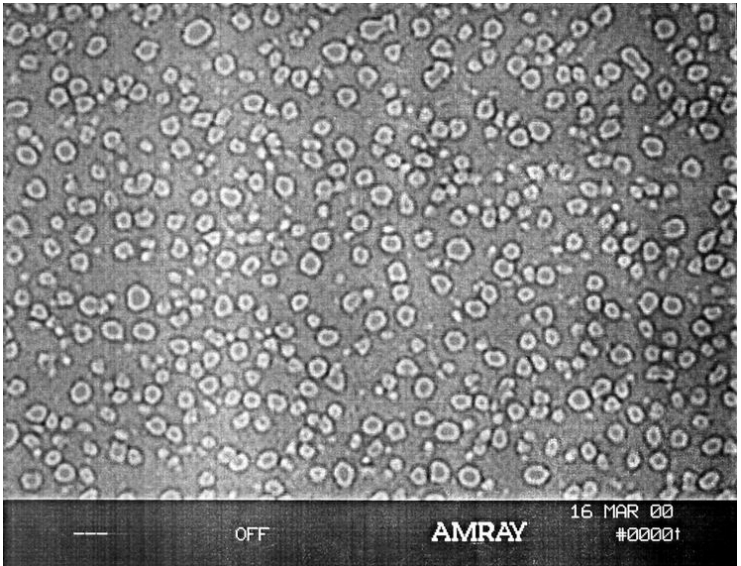
0	-3	0
0	3	0
0	0	0



körbe deriválás,
„kis” derivált:

gradxy =

0	-3	0
-3	12	-3
0	-3	0



MINTAKÉSZÍTÉS

sok minta előkészítés nélkül is vizsgálható, de ha elektromosan nem vezető $\longrightarrow$ be kell vonni a felületét vmi vezető réteggel (fém v. grafit, a vizsgálattól függően), hogy az e^- -ok el tudjanak menni

ha feltöltődik a minta $\longrightarrow$ a töltött hely eltaszítja a nyalábot $\longrightarrow$ az egyes mintarészletek „elcsúszhatnak” egymás mellett a képen, vagy pl. röntgenanalíziskor az e^- nem a beállított gyorsítófeszültségnek megfelelő energiával érkezik a mintára (az ellentér lefékezi) $\longrightarrow$ kevésbé v. egyáltalán nem tud gerjeszteni bizonyos átmeneteket

párologtató források fémek gőzöléséhez:

W, Ta, Mo drót v. csónak, átmenő árammal (nagy árammal !) fűtik

szokásos megoldások:



$\longleftarrow$ drót, a párologtatandó fém egy darabját lehet az aljára tenni



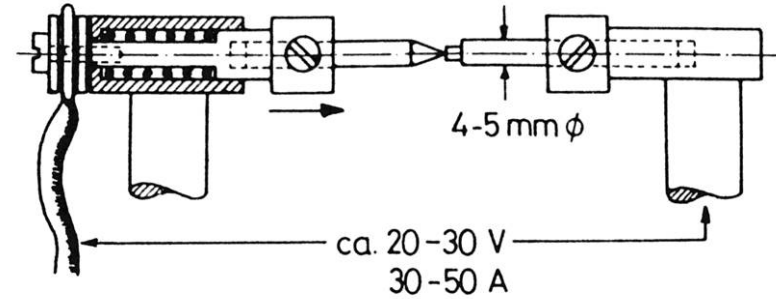
$\longleftarrow$ drótból tekert kosár

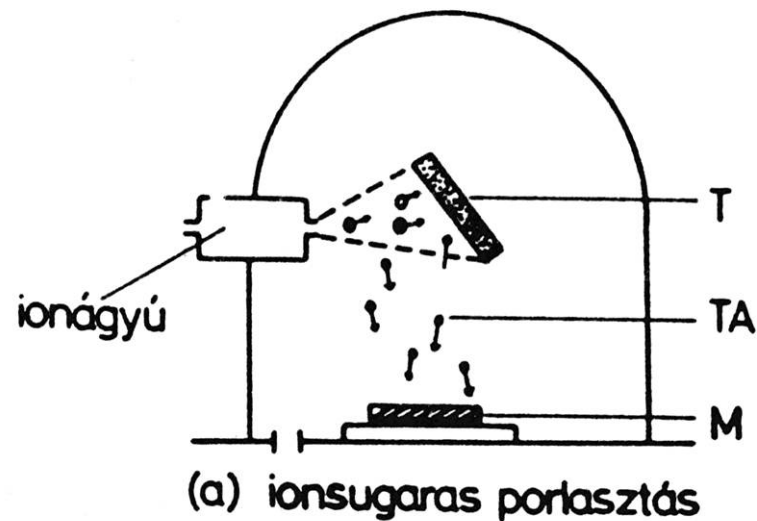
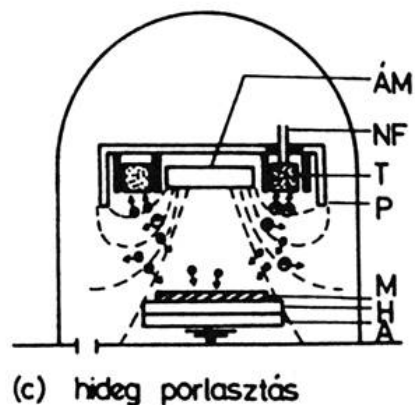
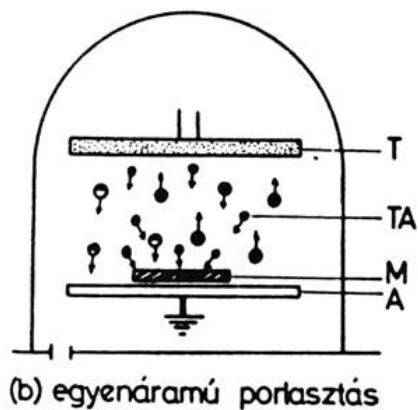
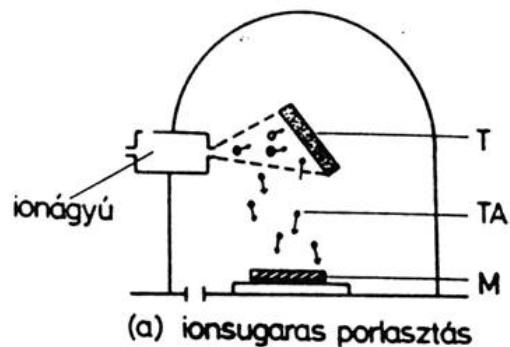
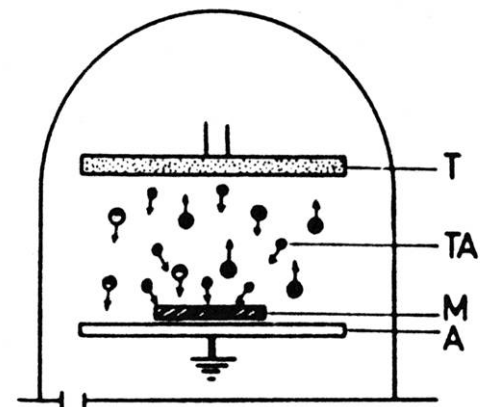
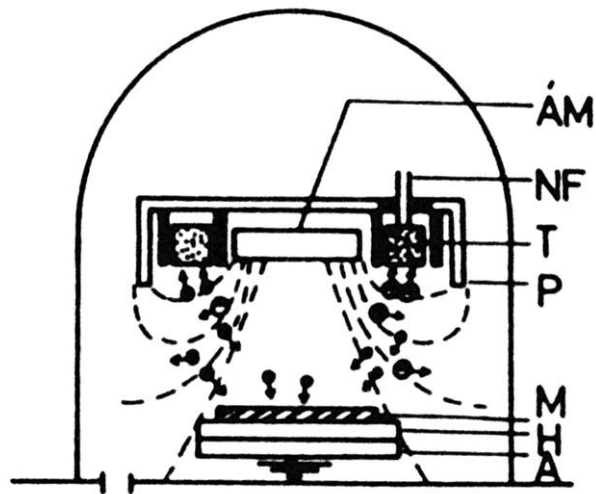


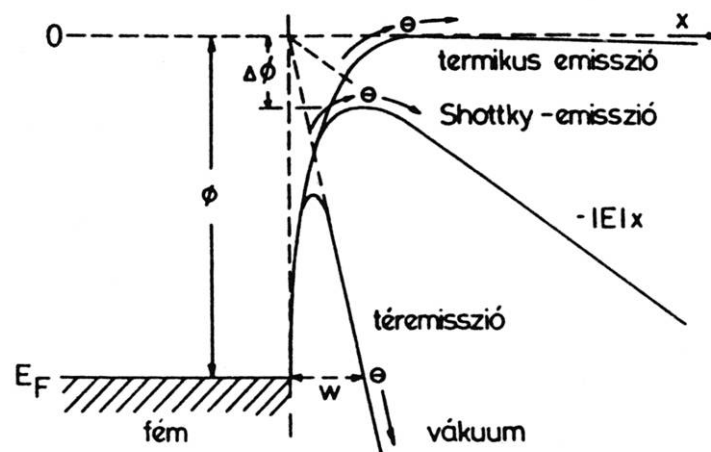
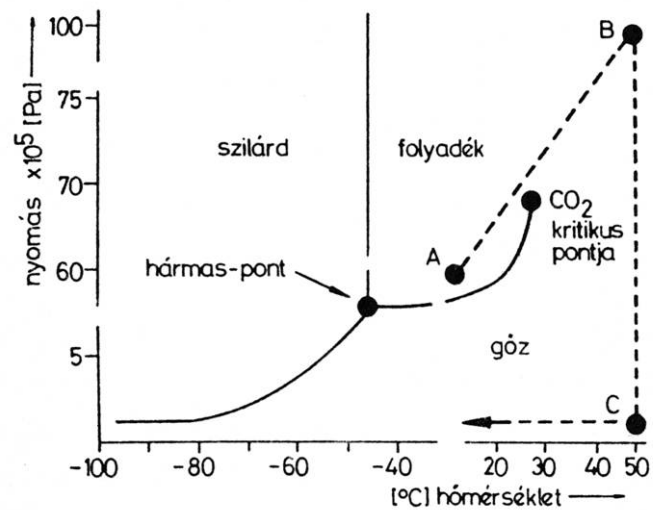
$\longleftarrow$ lemezből készített csónak, abból por alakú fém is párologtatható

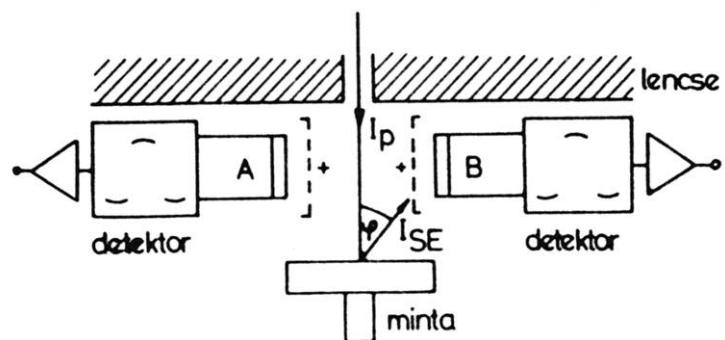
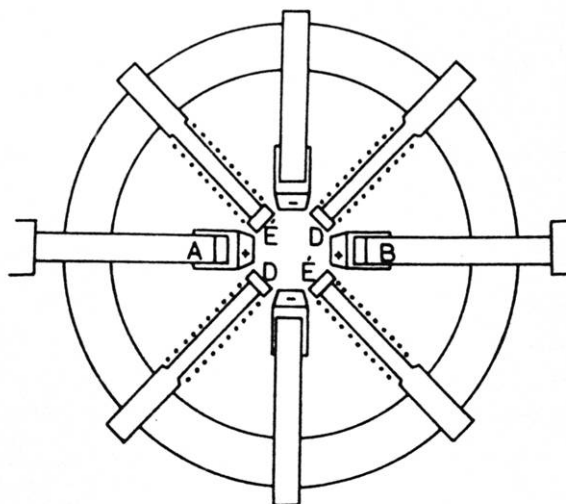
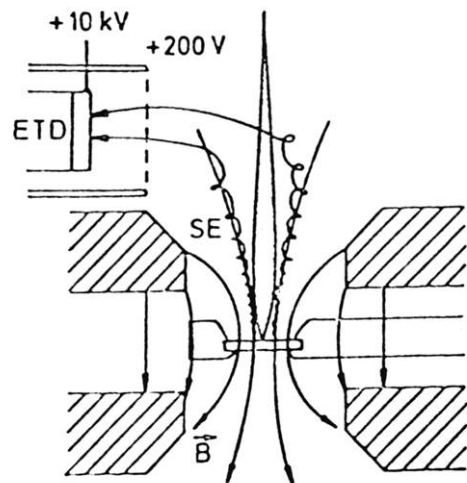
grafitbevonat készítése:

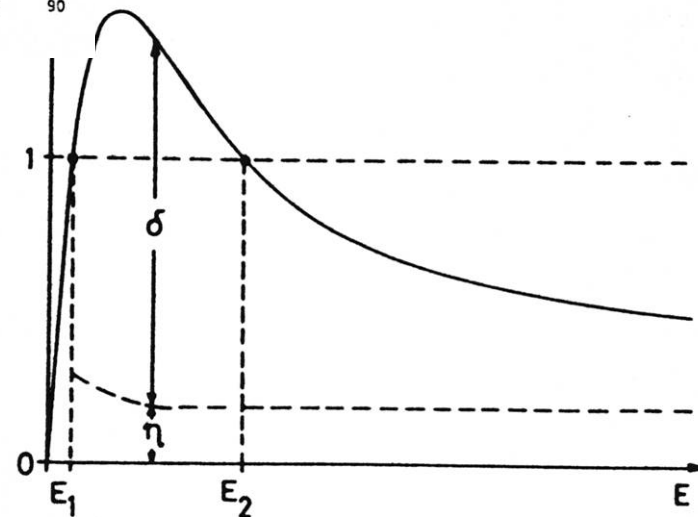
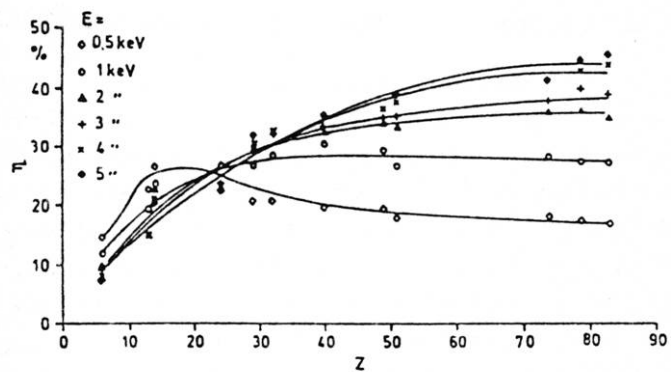
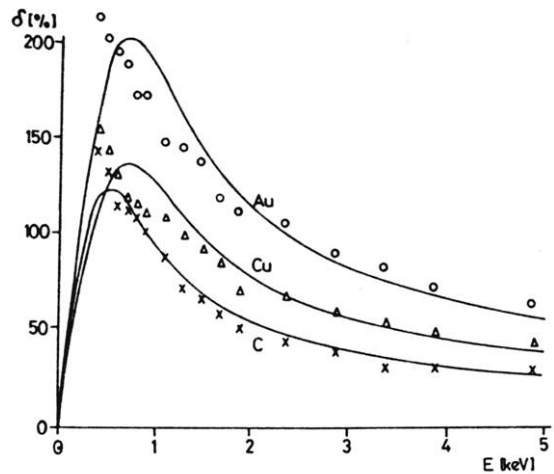
- két kihegyezett grafit rudat nyomunk egymásnak rugóval és rajtuk áramot vezetünk keresztül → a két csúcs erősen felizzik és a szén részecskék minden irányban elrepülnek → üvegbúra alatt kell csinálni (természetesen vákuumban), így annak faláról is visszaverődve több szén jut a mintafelületre
- vagy pedig grafit tartalmú anyagból készített szöveten (cipőfűzőhöz hasonló) hajtjuk át az áramot, a szövet felizzik és a szén elpárolog

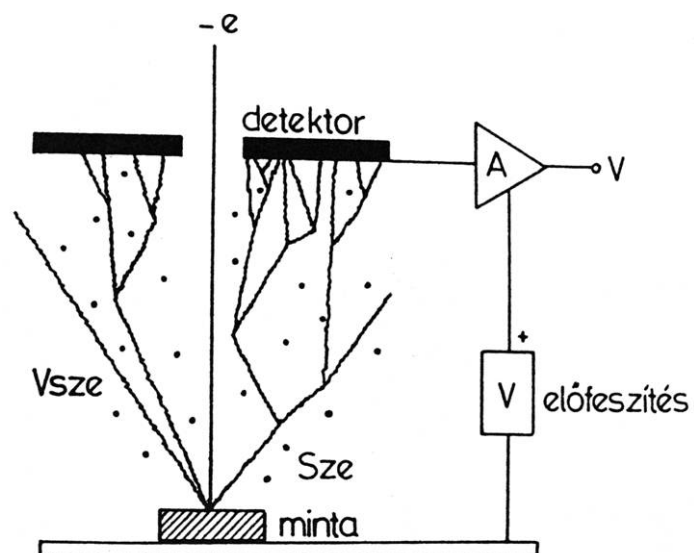
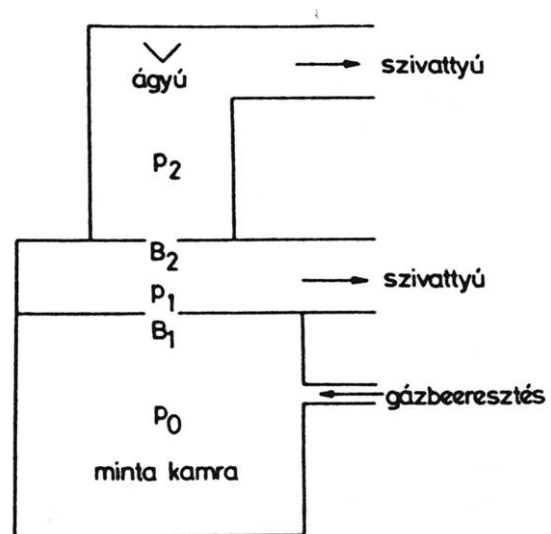












ELEKTRONSUGARAS MIKROANALÍZIS

= elektronmikroszkópokra
szerelhető **röntgenspektroszkóp**

minta kémiai összetételének meghatározása nagyon kis térfogatból

 (nagy felbontóképesség)

gerjesztés elektronsugárral: EPMA (Electron Probe MicroAnalysis), mikroszonda

	EPMA	XRF	Auger	XPS	SIMS/SNMS
rendszám	Z > 11 Z > 4	Z > 8	Z > 2	Z > 2	1-
det.határ					
- abszolút [g]	10 ⁻¹⁴	10 ⁻⁸	10 ⁻¹⁴	10 ⁻⁹	10 ⁻²⁰
- relatív [%]	10 ⁻² %	10 ⁻⁴ %	10 ⁻¹ at%	10 ⁻¹ at%	10 ⁻⁶ at%
pontosság					
- relatív [%]	3	0.2	10		20
lat.felbontás	0.5 µm	100 µm	30 nm	1 mm	30 nm
mélységi felb.					
- porlasztással	---	---	porl. vastagság 10%-a		1 nm
- porl.nélkül	0.5 µm	1 mm	20 nm	2 nm	nincs ért.

↓
önhordó vékonyrétegen 10⁻²⁰ g det. határ és 1-2 nm lat. felb. is elérhető !!!

elemanalízis:

+

—



és X-térkép

röntgensug. keletkezése és kölcsönhatása az anyaggal

Röntgen 1895:

felfedezés

Moseley 1913:

$$\nu = 2.48 \times 10^{15} (Z-1)^2$$



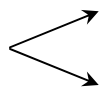
elemanalízis (Casting, 1951)

$\nu - t$ (vagy $\lambda - t$) kell mérni

vagy: $\lambda(\text{nm}) = \frac{1.2396}{E(\text{keV})}$ alapján E-t is mérhetjük

1960-as évek: SiLi detektorok

röntgen-sug.



karakterisztikus

folytonos

a karakterisztikus sug. keletkezése:

gerjesztés



legerjesztődés



karakterisztikus X

Auger e^-

gerjesztés

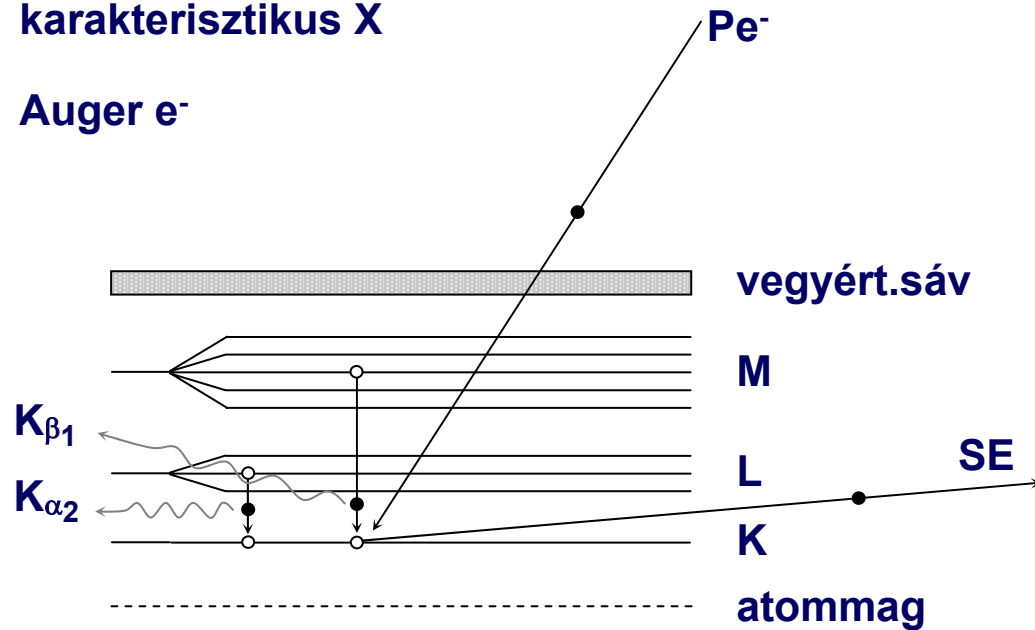
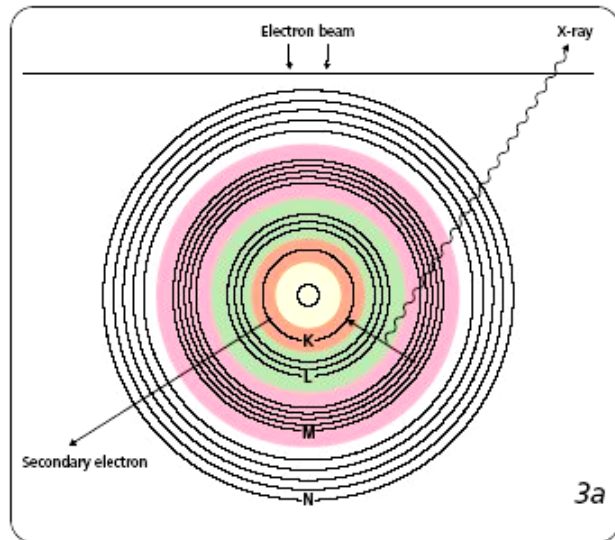


legerjesztődés



karakterisztikus X

Auger e^-



belső héjak ionizálódnak

kiválasztási szabályok



nincs minden átmenet

elemanalízis (és nem vegyületanal.)

folytonos sug. és keletkezése



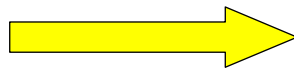
folytonos háttér,
ezen ülnek a karakterisztikus csúcsok

EDS és WDS

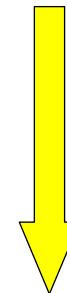
EDS :



Röntgen (X-ray)
detektor
a röntgen-fotonokat
detektálja és
elektronikus jelekké
alakítja

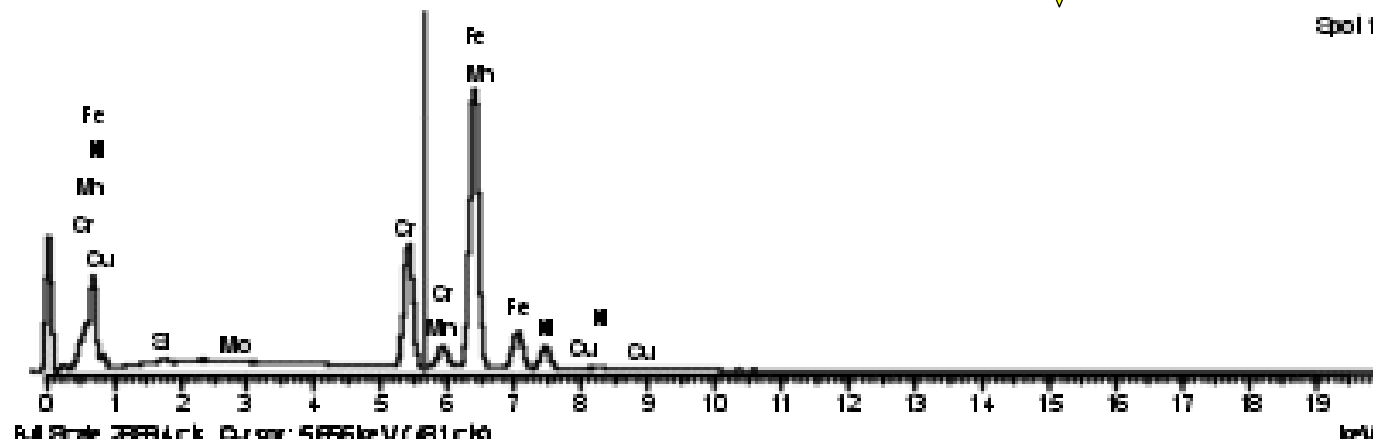


Impulzus
processzor
az elektronikus
jelekből meghatározza
a detektált röntgen
fotonok energiáját



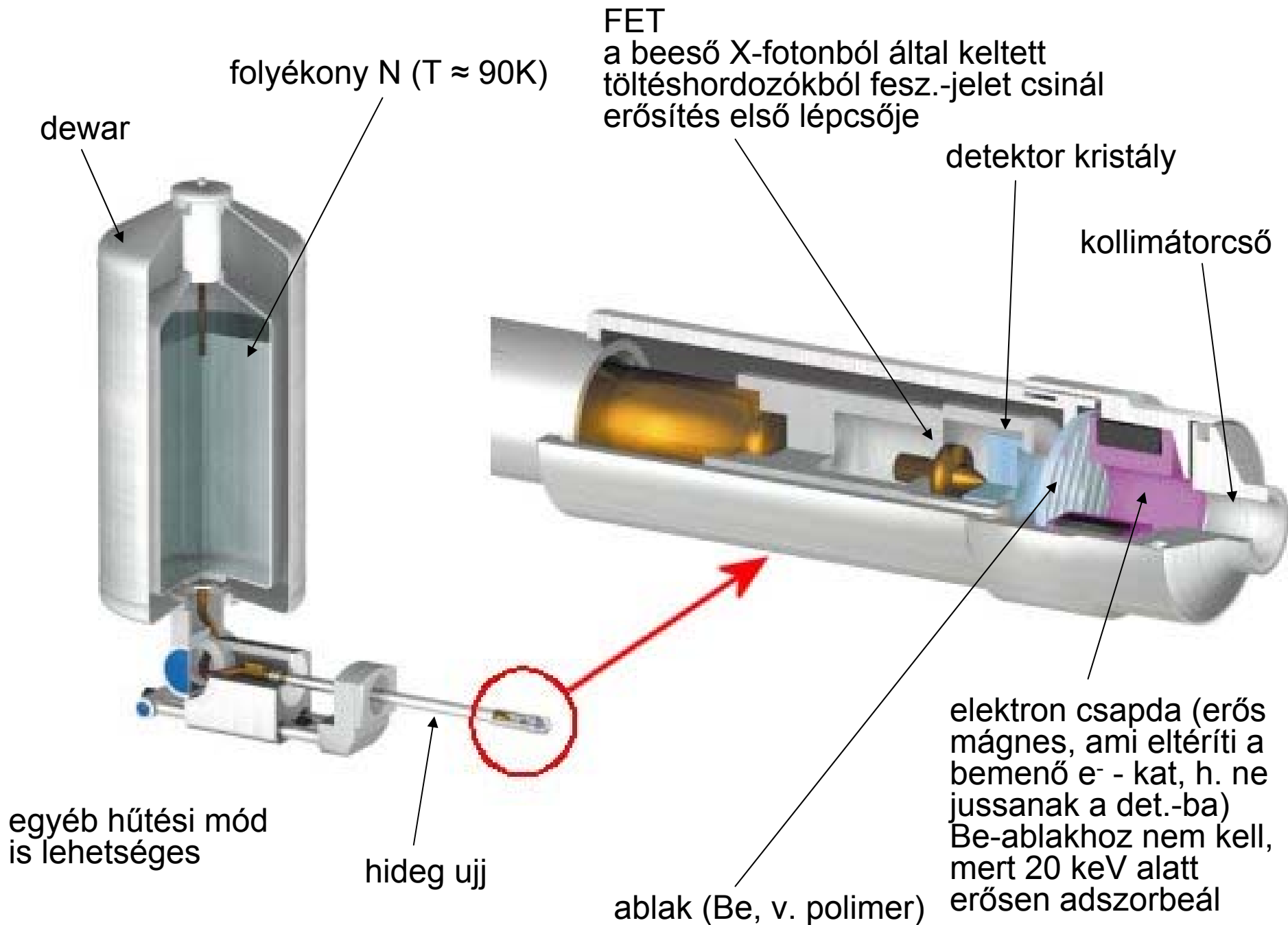
elem	súly%	atom%
Si	0.32	0.68
Cr	18.84	20.00
Mn	1.39	1.42
Fe	70.25	69.31
Ni	8.76	8.24
Cu	0.21	0.20
Mo	0.23	0.15

Total 100.00 100.00

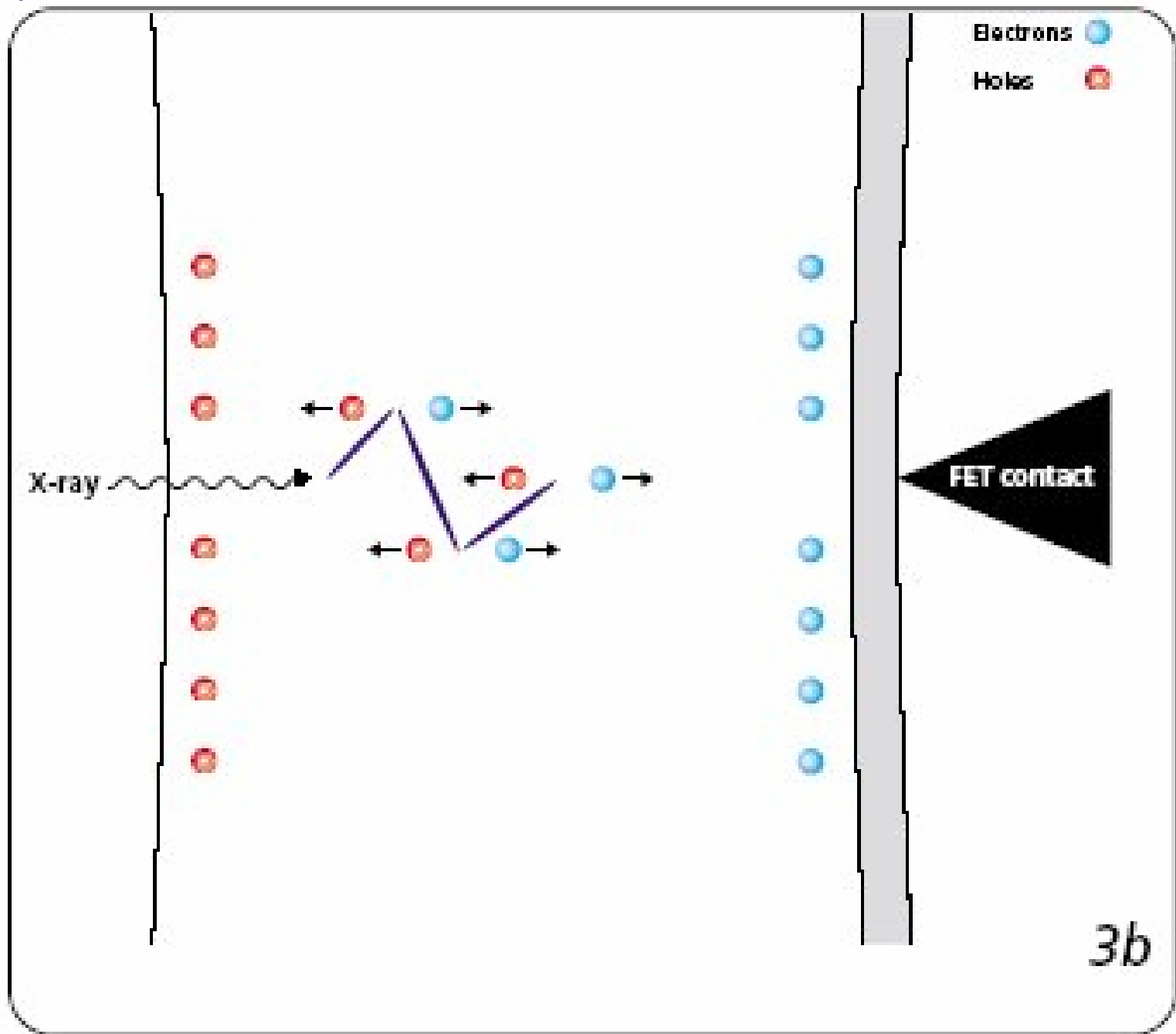


Analizátor

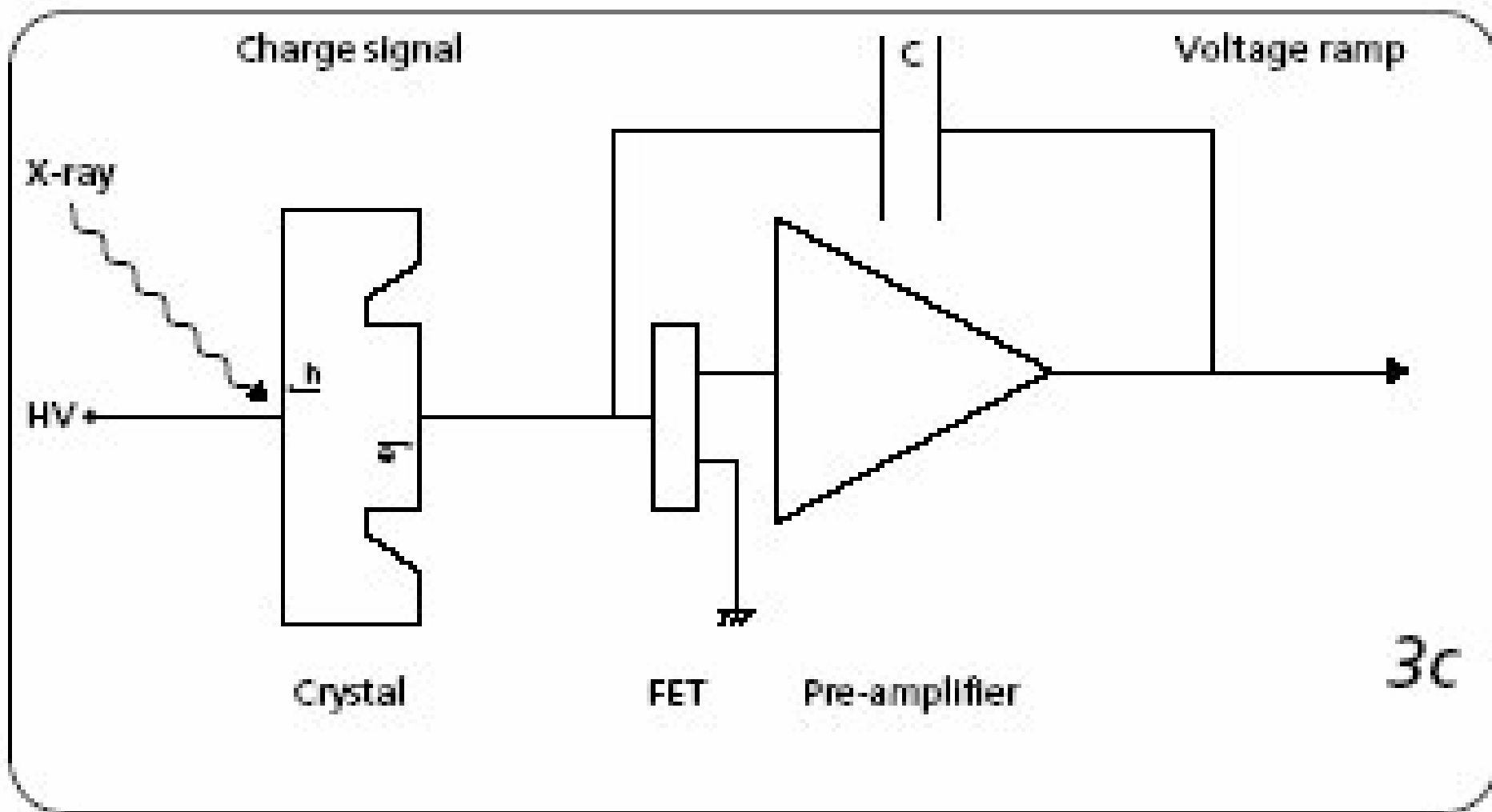
megjeleníti a röntgenspektrumot



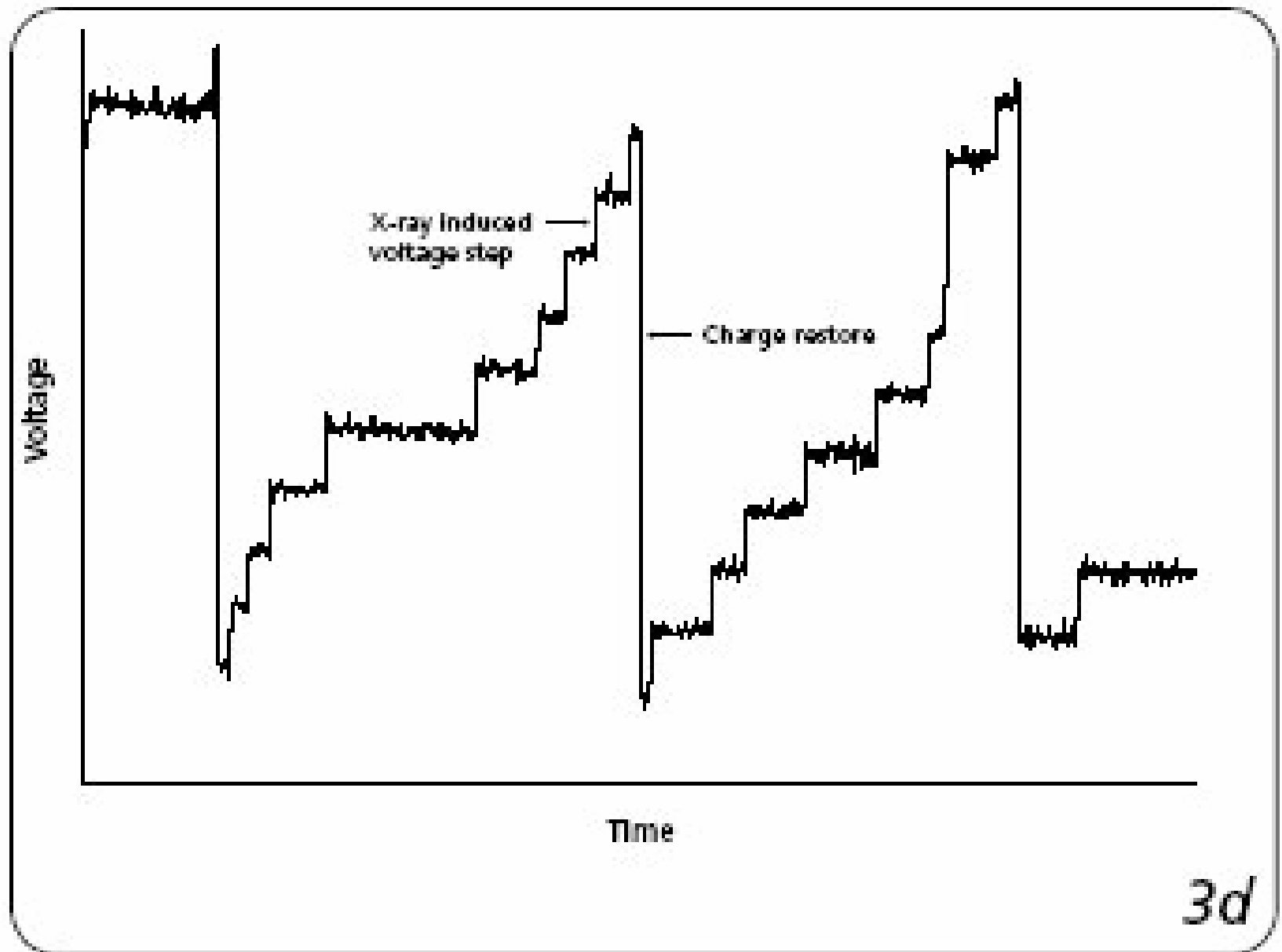
e- - lyuk párok keletkezése a krist.-ban :

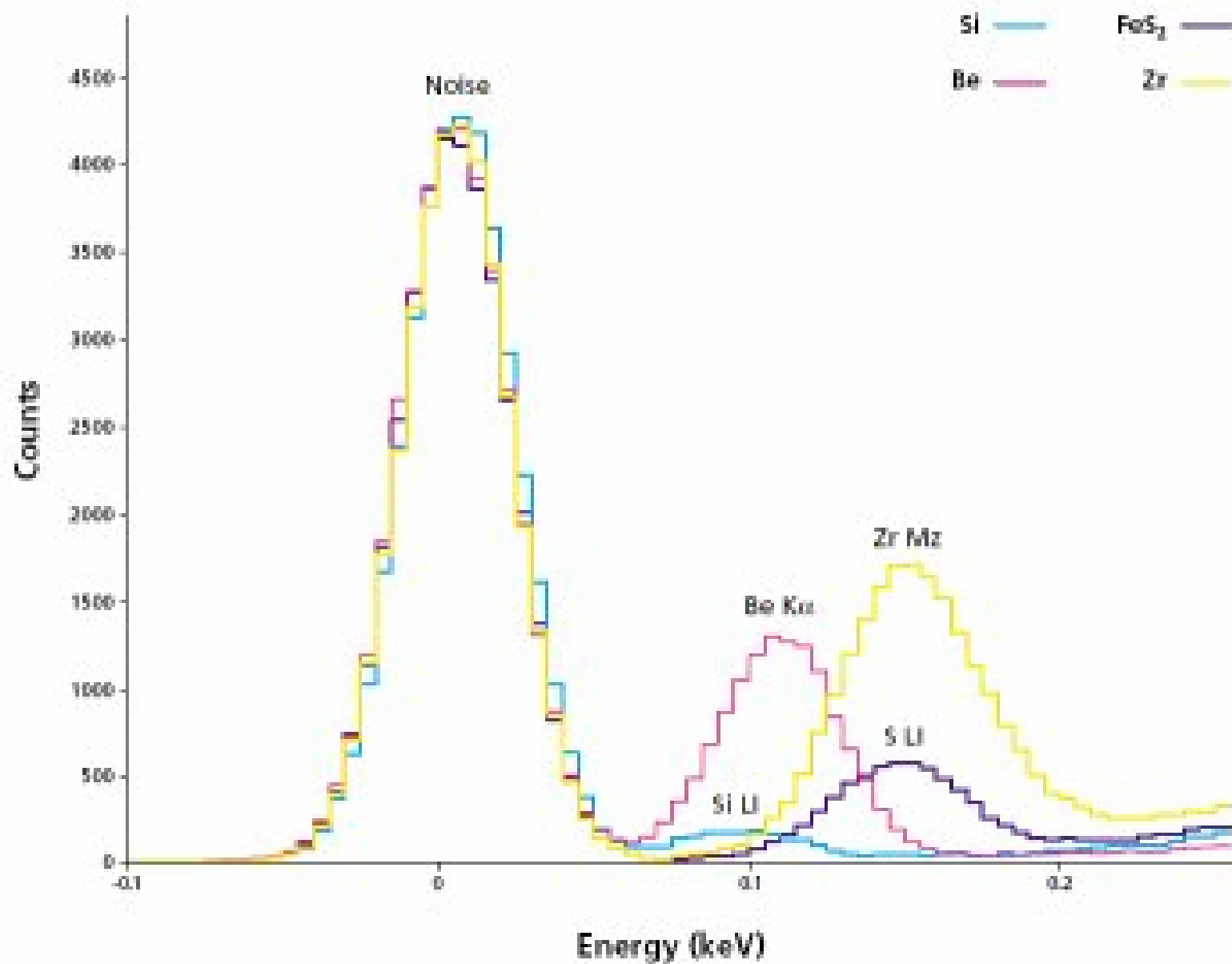


az EDS detektor áramköre :



MnK α röntgen foton által keltett tipikus ramp-jel :





a WDS detektor :

kristály cserélő
motor
(több kül. rácssík-
távolságú krist.-al
lehet „lefedni” a
teljes rendszám
tartományt)

analizátor kristály

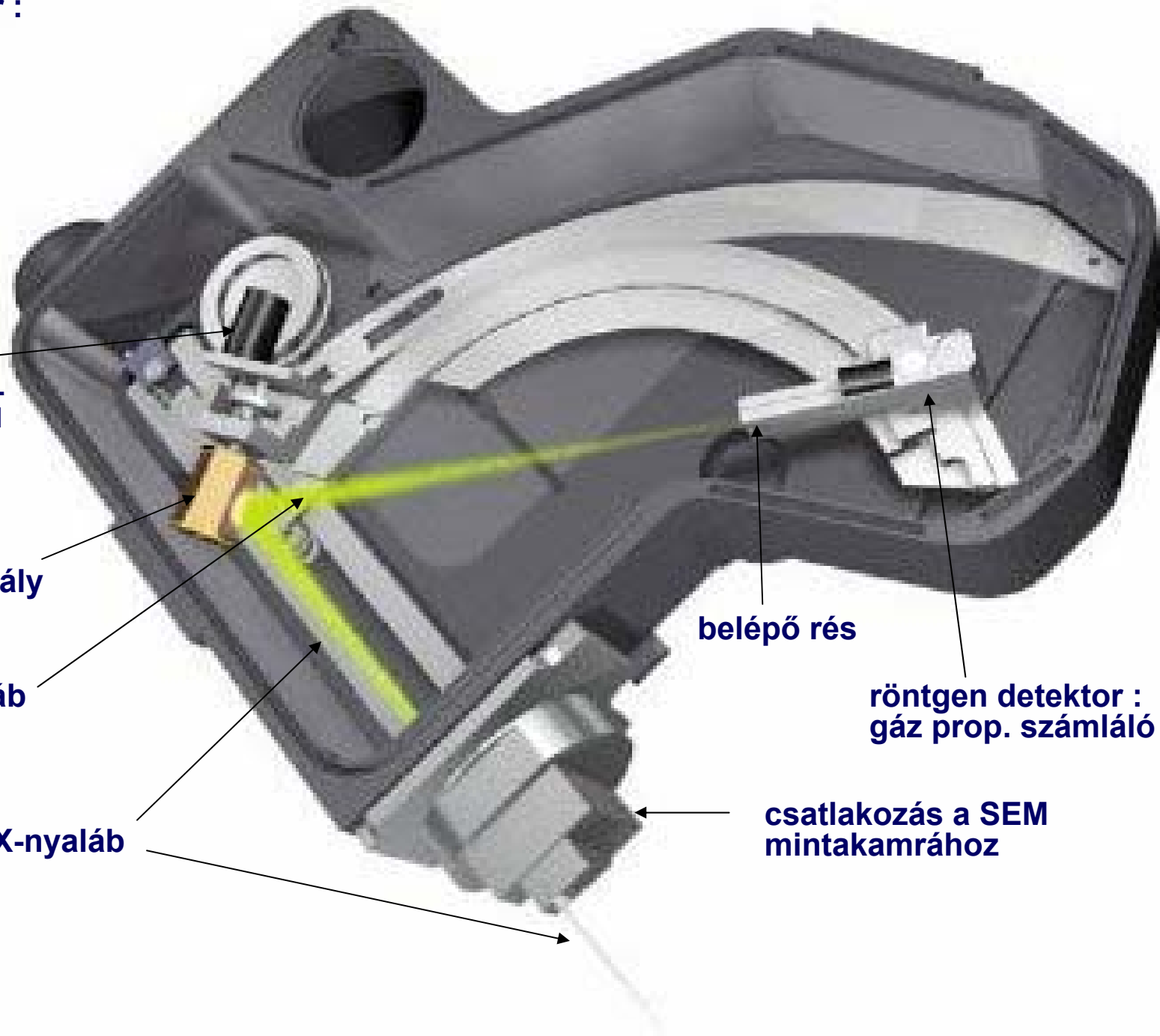
diffraktált nyaláb

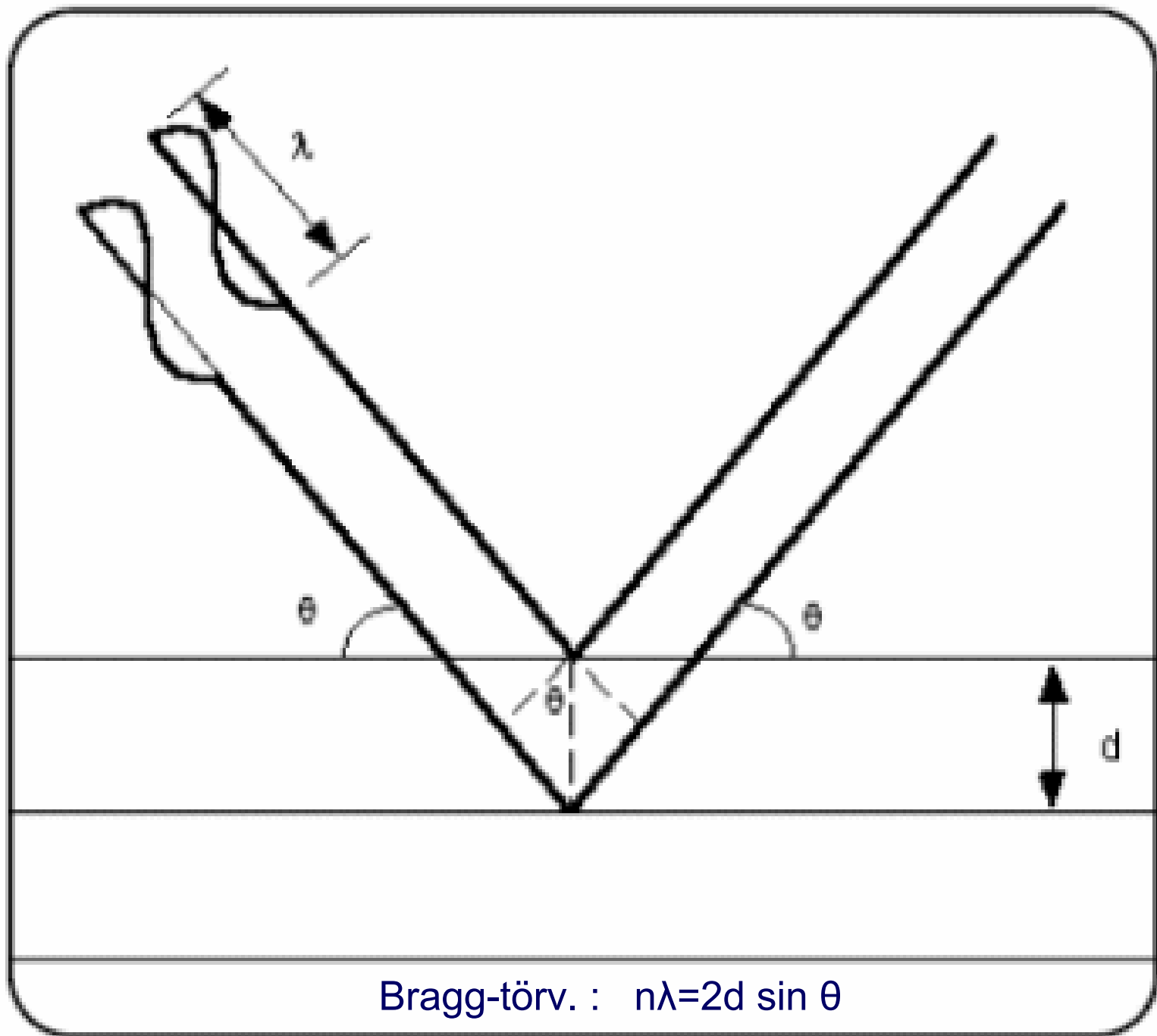
beérkező X-nyaláb

belépő rés

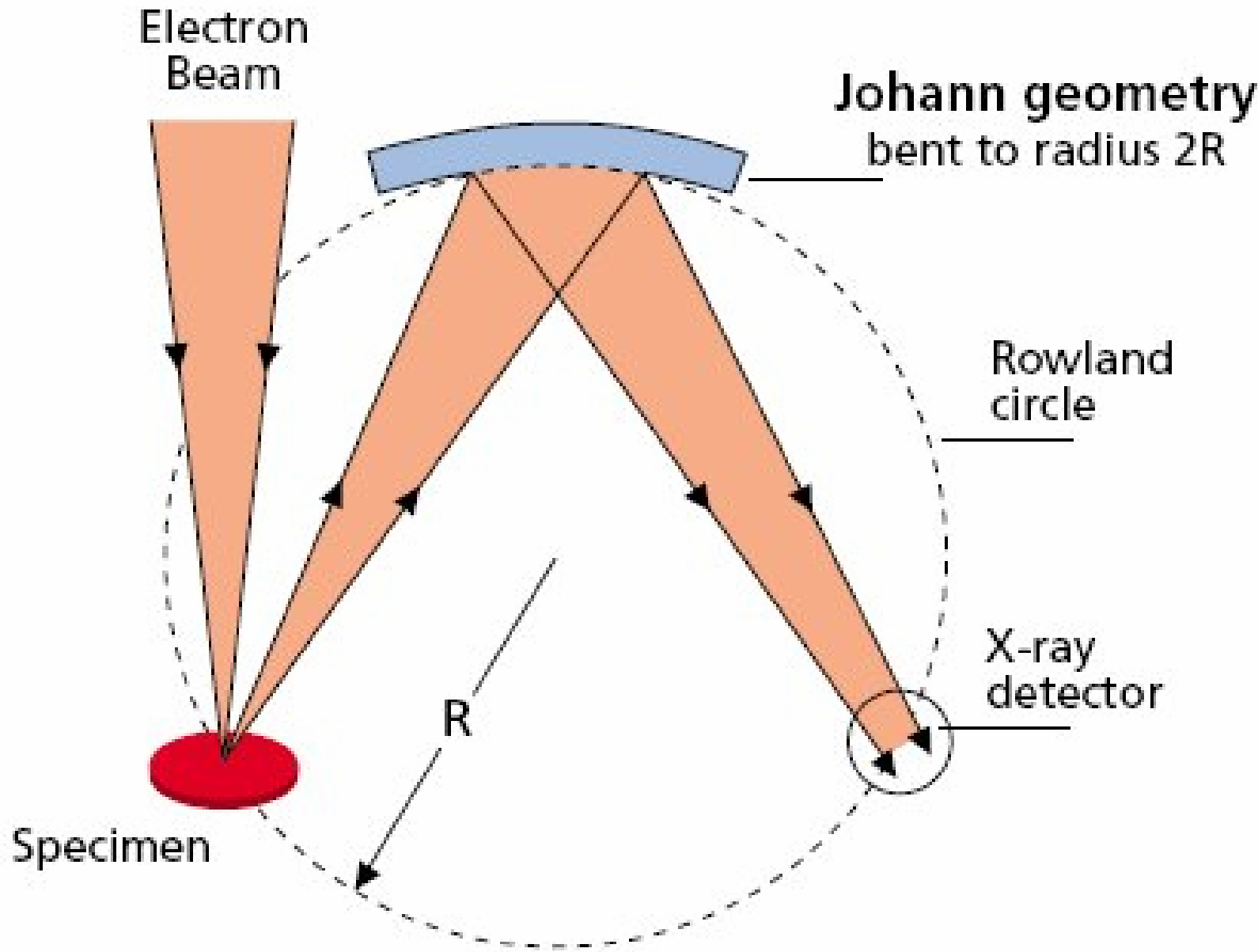
röntgen detektor :
gáz prop. számláló

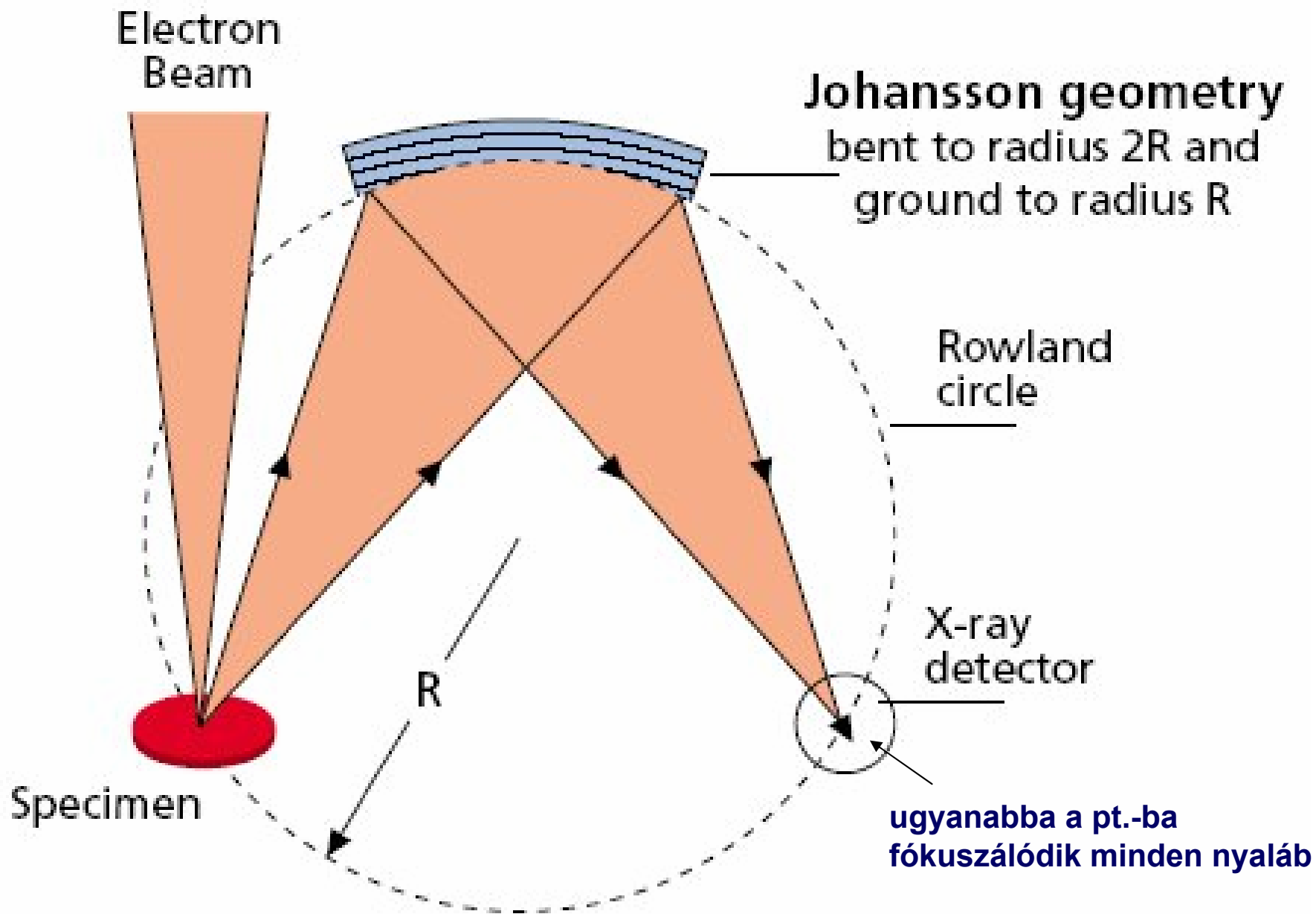
csatlakozás a SEM
mintakamrához





analizátor kristályok :





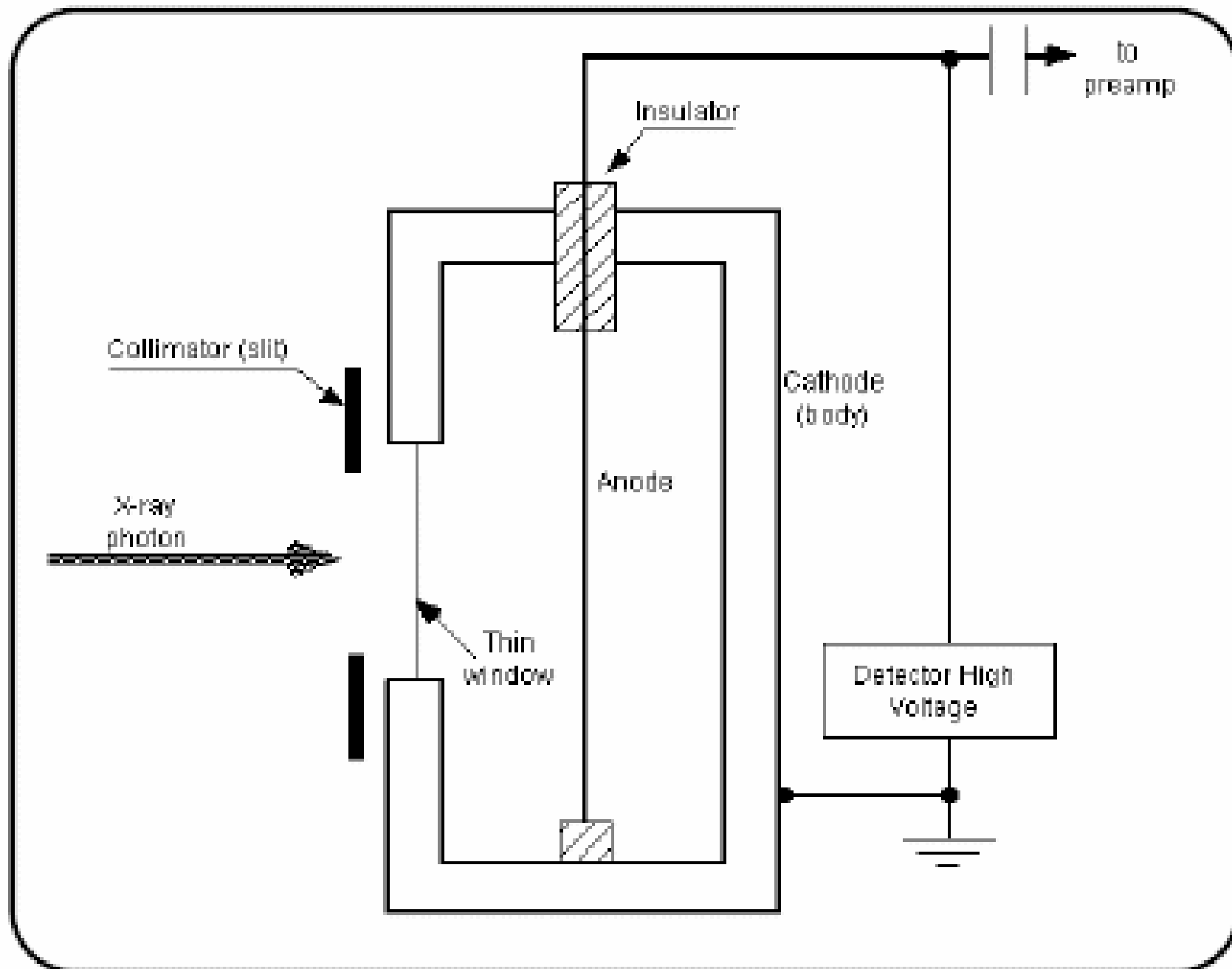
a WDS-nél leggyakrabban használt diffraktáló kristályok :

Crystal Designation	Crystal Type	2d Spacing, Å	Analyzing Range, Å	Analyzing Range eV	Element Range, K α
LIF(220)	Lithium Fluoride	2.8473	0.8087 - 2.6306	15,330 - 4,712	V to Y
LIF(200)	Lithium Fluoride	4.0267	1.1436 - 3.7202	10,841 - 3,332	Ca to Ge
PET	Pentaerythritol	8.74	2.4827 - 8.0765	4,994 - 1,535	Si to Ti
TAP	Thallium acid phthalate	25.75	7.3130 - 23.79	1,695 - 521.2	O to Si
LSM-060	W-Si	~61	~17 - ~56	~729 - ~221	C to F
LSM-080	Ni-C	~78	~22 - ~72	~564 - ~172	B to O
LSM-200	Mo-B ₄ C	~204	~58 - ~190	~214 - ~65	Be and B

a LIF a természetben is előfordul

Low energy (long wavelength) X-rays require larger d-spacing for diffraction and LSM (layered synthetic microstructure) crystals are often used for this purpose. These pseudo-crystals are built up by physical vapor deposition of alternating layers of heavy and light elements. The elements are chosen to maximize scattering efficiency, and the effective d-spacing is dictated by the thickness of the alternating layers.

a gáz proporcionális számláló :



Detectors used in WDS are usually of the gas proportional counter type (Fig. 3). Generally, X-ray photons are diffracted into the detector through a collimator (receiving slit), entering the counter through a thin window. They are then absorbed by atoms of the counter gas. A photoelectron is ejected from each atom absorbing an X-ray. The photoelectrons are accelerated to the central wire causing further ionization events in the gas, so that an “avalanche” of electrons drawn to the wire produces an electrical pulse. The detector potential is set so that the amplitude of this pulse is proportional to the energy of the X-ray photon that started the process. Electronic pulse height analysis is subsequently performed on the pulses to filter out noise. There are two types of gas proportional counters: sealed (SPC) and gas flow (FPC). Generally, SPCs are used for high-energy X-ray lines, while FPCs are used for low energy lines. Sealed proportional counters have a relatively thick window (i.e. beryllium, $\sim 50\mu\text{m}$ thick), in order to prevent leakage of the gas (usually xenon or a xenon-CO₂ mixture) which is sealed into the detector. Gas flow proportional counters commonly use ultrathin ($0.5 - 1\mu\text{m}$ thick) mylar or polypropylene windows, and the counter gas (usually P-10: argon with 10% methane) flows through the detector at a constant rate.

Comparison of EDS and WDS :

Using EDS, all of the energies of the characteristic X-rays incident on the detector are measured simultaneously and data acquisition is therefore very rapid across the entire spectrum. However, the resolution of an EDS detector is considerably worse than that of a WDS spectrometer.

The WDS spectrometer can acquire the high count rate of X-rays produced at high beam currents, because it measures a single wavelength at a time. This is important for trace element analysis. The resolution of the EDS detector is such that situations may arise in which overlap of adjacent peaks becomes a problem. Many of the overlaps can be handled through deconvolution of the peaks. Others, however, are more difficult, particularly if there is only a small amount of one of the overlapped elements. Examples of these more difficult overlap situations are listed in Table 2.

Common Peak Overlaps in EDS Microanalysis
S K α - Mo L α - Pb M α
Na K α - Zn L α
Ni L α - La M α
Zr L α - Pt M α - P K α - Ir M α
Nb L α - Hg M α
Si K α - W M α - Ta M α - Rb L α
Al K α - Br L α
Y L α - Os M α
O K α - V L α
Mn L α - Fe L α - F K α

In practice it is advantageous to use the speed of EDS for an initial survey of an unknown sample because major elements will be rapidly identified. However, if trace elements are present they will not be identified, and it may be difficult to interpret complex overlaps. Following the initial ED survey, WD can be used to check for overlaps and to increase sensitivity for trace elements.

Resolution comparison between EDS and WDS

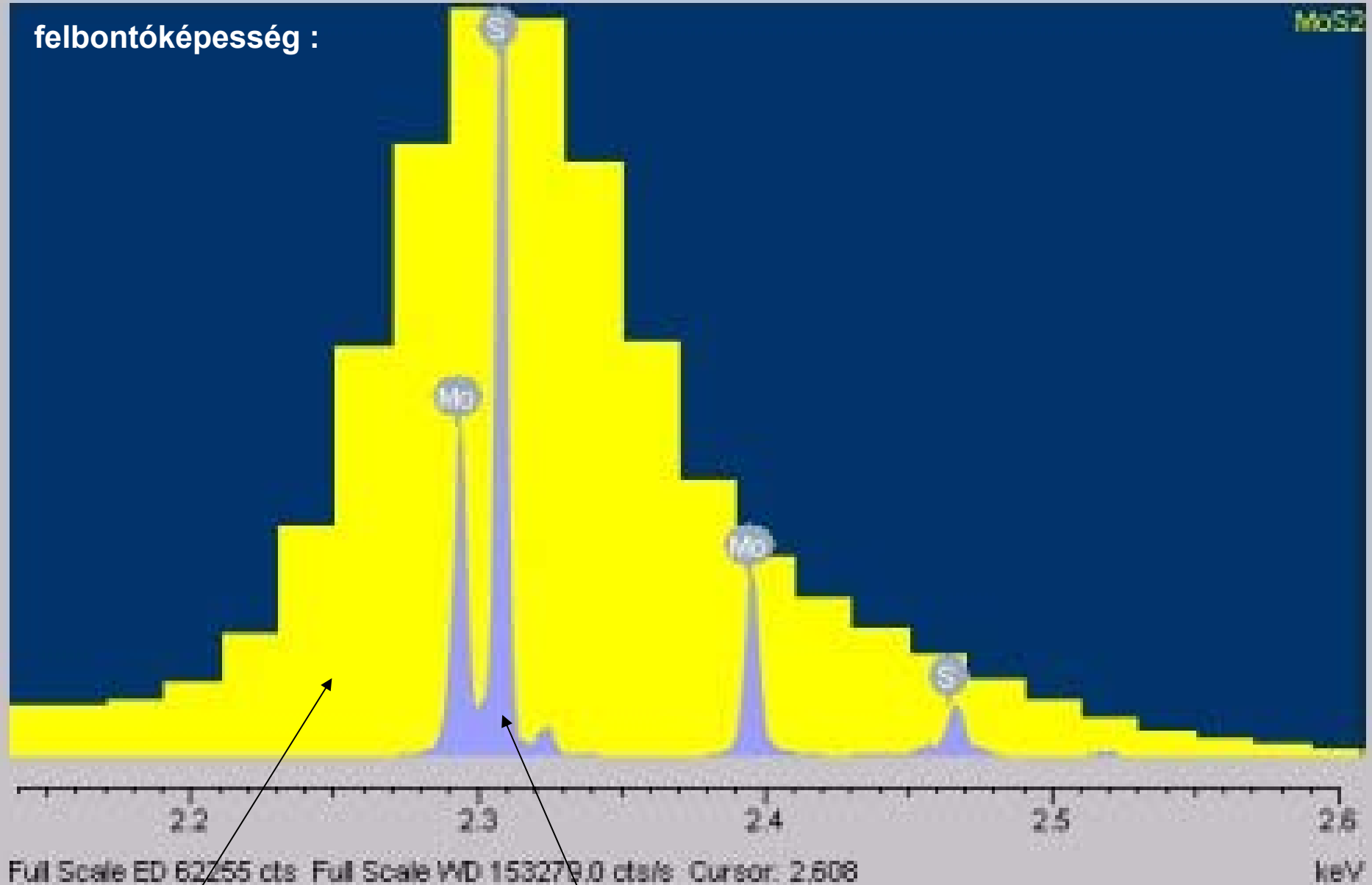
The following example shows how the improved resolution of WDS make peak identification easy.

MoS₂

The WD spectrum for MoS₂ has been acquired from the INCAWave spectrometer using INCAEnergy+ software. Using this application, the WD spectrum acquisition is initiated by highlighting part of the ED spectrum. The two spectra are then superimposed automatically to illustrate the difference in resolution. In the yellow ED spectrum (fig. 4), the molybdenum L α line at 2.293 keV is severely overlapped by sulfur K α at 2.307 keV, but the WD spectrum (in blue) clearly resolves these lines and SK β and MoL β .

felbontóképesség :

MoS₂

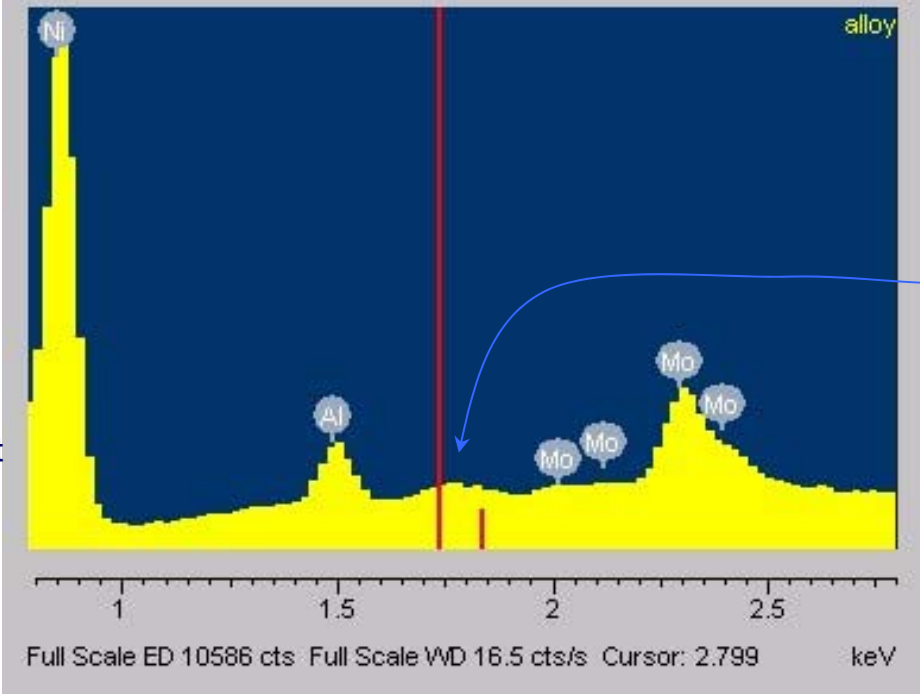


EDS-csúcs :
Mo és S egy csúcsnak látszik

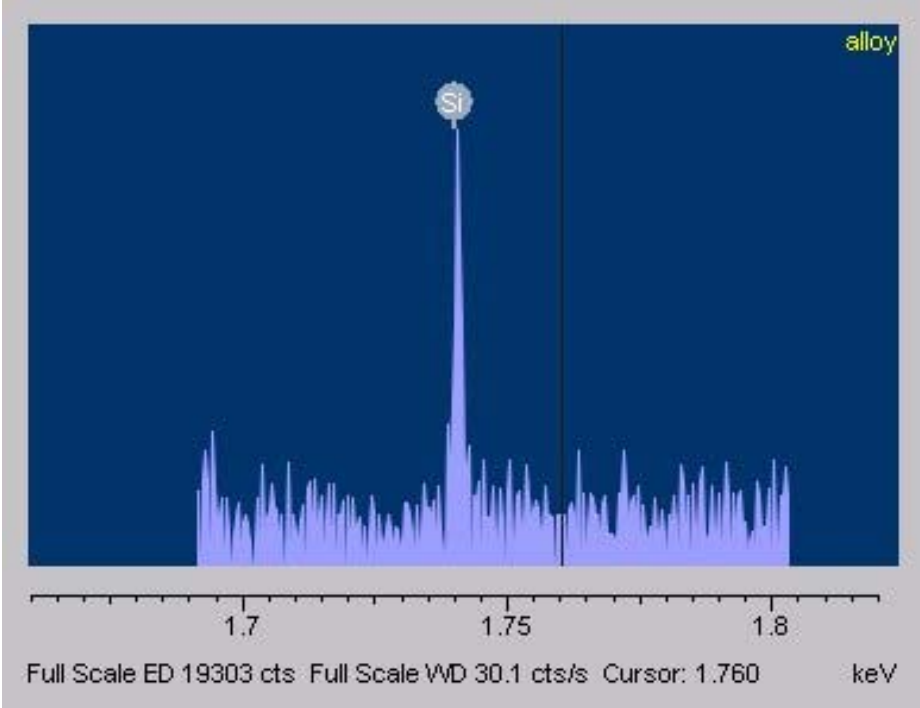
WDS-csúcsok:
Mo és S megkülönböztethető

WDS érzékenysége

ED spectrum from an alloy containing 0.15wt% Si. The red line shows the expected peak position for Si, but it is difficult to be positive about reliable identification. In the WD spectrum (fig 7), the improvement in peak to background ratio means that there is no doubt that Si is present .



EDS spektrum :
a Si jelenléte kérdéses

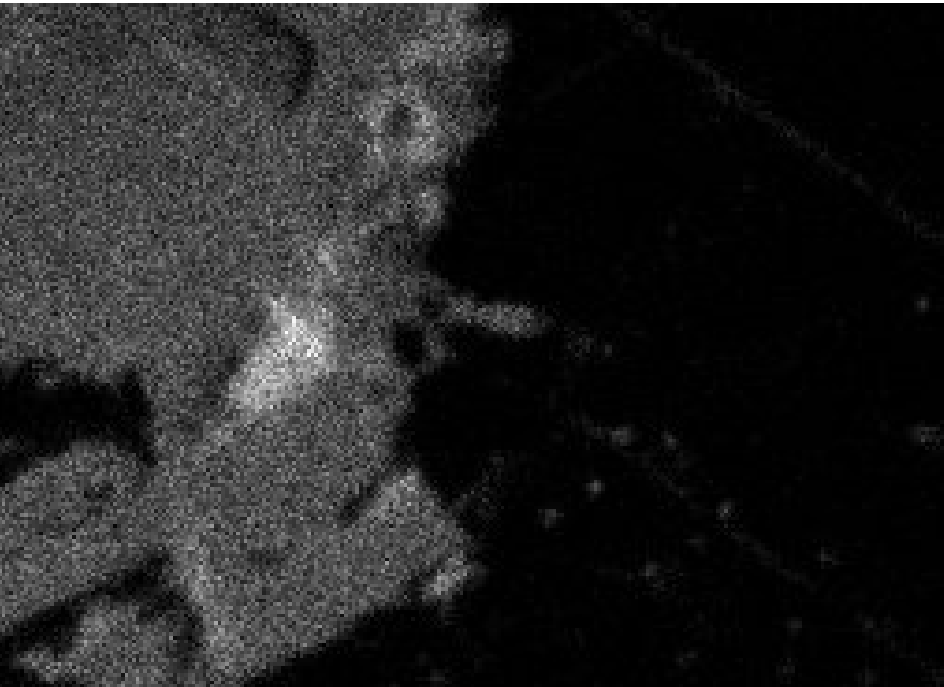


WDS spektrum :
a Si jelenléte egyértelmű
(ugyanaz a minta !)

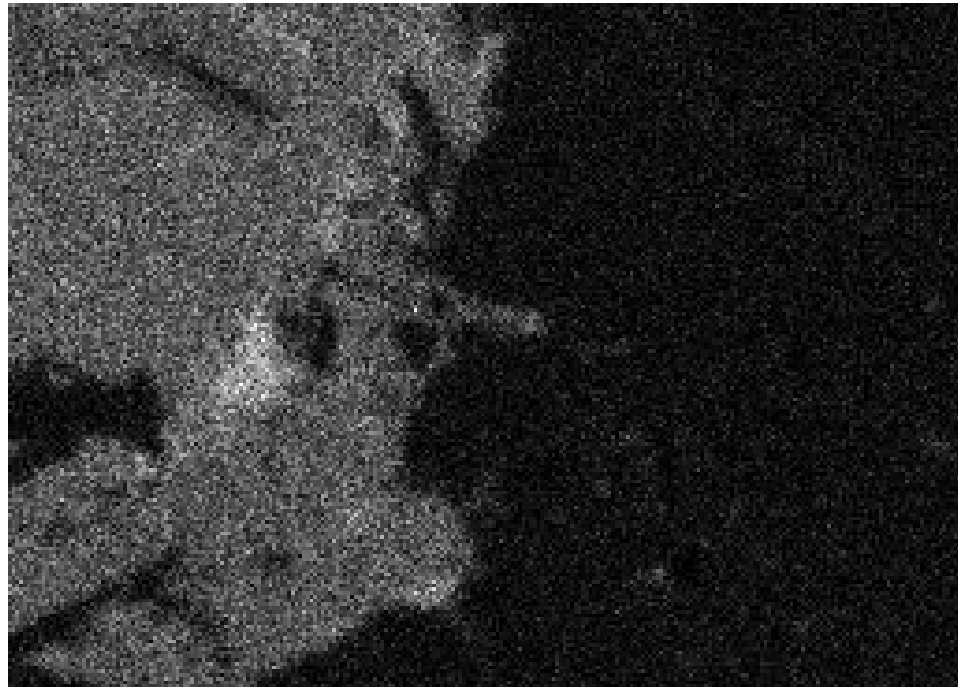
elemtérkép :

When the spectrometer is positioned on a peak, the output pulses can be used for mapping. Although only one element can be mapped at a time, the significant benefit of using the WD signal is its much improved peak to background ratio. The analyst needs to be aware of the limitations of WD mapping at low magnification. If the beam is scanned over a large area, there will be some positions near the edge of the field where the conditions for diffraction are not met. This will result in lost intensity which could result in misinterpretation of the map. In practice, the effect is not noticeable provided the magnification is 500x or above.

WDS-el :



EDS-el :



map of aluminum were acquired simultaneously from a geological sample containing silicate minerals

EDS:

szimultán elemanalízis → gyors;
kis nyalábáram → jobb lat. felb.-
képesség + kisebb mintakárosodás;
egyszerűbb kezelni;
rosszabb energiafelbontás (130-140 eV);
hátteret nehezebb illeszteni;
det. határ $\approx 10^{-14}$ g

WDS:

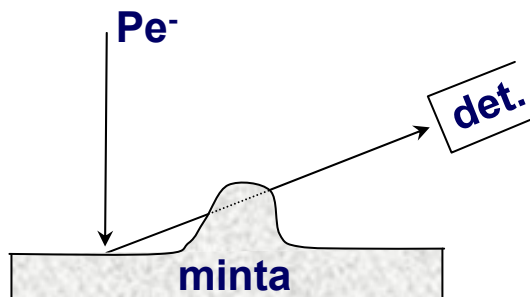
egyszerre csak 1 elem → lassú;
nagyobb nyalábáram kell →
rosszabb lat. felbontás;
jobb energia felbontóképesség
→ kevesebb csúcsátfedés;
kisebb háttér, könnyebb illeszteni;
jobb det. határ: 10^{-16} g;
kis Z esetén jobb

elemanalízis feltételei:

mennyiségi analízishez: sima (sík) felület, vsz. legyen és vezető
kis mintát beágyazni (műgyanta), csiszolni és polírozni,
vezető réteg = szén (grafit)

(ha nem vezető, nyalábot „eldobja”, csökken a tényleges gyorsítófesz., pl. 25 kV
helyett csak 10-15 kV → nem lehet gerjeszteni valamely átmeneteket)

polírozás: gyémánt v. Al_2O_3 paszta, szuszpenzió üveglapon, filcen,



X-intenzitás mérése:

a csúcs szignifikáns legyen: $P-B = 3\sqrt{B}$

műtermékekre figyelni: szökési csúcs, összegcsúcs, kétszeres csúcs, csúcsejtőlódás

csúcs azonosítása: kurzor az E-tengelyen; a kurzorpozícióban mely elemeknek mely csúcsai vannak, vagy adott elemek vonalait rápróbáljuk a spektrumra

menyiségi analízis:

EDS-nél csúcs alatti területből; WDS-nél a csúcsmagasságból (intenzitásból)

analízis  etalonnal (sztenderddel) – ez a régebbi
etalon nélküli

hátteret megilleszteni, levonni, a maradék csúcsokra:

$$k \equiv c_0 = \frac{\text{intenzitás a mintán mérve}}{\text{intenzitás az etalonon mérve}} \quad (\text{nulladik közelítés})$$

pl. sárgaréz = Cu-Zn ötvözet  kell Cu és Zn etalon is

azonos körülmények (azonos nyalábáram, idő) között mérni a mintán és a sztenderden
ha nem, akkor nyalábáramra normálni

nyalábáram mérése:

Faraday-kalitka

mérni kell az analízis előtt és után is és ha nem egyformák,
akkor a kettő átlagára kell normálni

tényleges koncentráció:

$$c = k \cdot Z \cdot A \cdot F$$

korrekciós tagok:

rendszám

fluoreszcencia

abszorpció

ZAF-korrektció

mindegyik c-függő !!!



iteráció kell

még egyszer a konc. meghatározása, pl. egy A-B ötvözetben :

az A komponensben gerjesztett röntgen intenzitás = $I_A = \frac{N_0}{A_A} R \rho c_A \int_{E_c}^{E_0} \frac{Q}{\frac{dE}{dX}} dE$

ioniz. hatás-
keresztmetszet
e⁻ gerj. esetén

Avogadro-szám
az A atomsúlya
konstans

1-η =
= visszaszórási
faktor

az A sűrűsége

az A koncentrációja

$c_A = \frac{I_A}{I_{\text{etalon}}}$

$I_A = f(R, \rho, Q, dE/dx)$

$$c_A = \frac{I_A}{I_{\text{etalon}}}$$

ha felt., h. R, ρ , Q, dE/dx azonos a mintán és etalonon

DE! ez nem igaz $\longrightarrow$ kell a ZAF-korrekción

Z :

- BSE-k szerepe
- a kül. anyagoknak kül. a fékezőképessége (S) az e^- - ra:

$$Z = \frac{R_e}{R} \frac{\int_{E_c}^{E_0} \frac{Q_e}{S_e} dE}{\int_{E_c}^{E_0} \frac{Q}{S} dE}$$

$$S = 78500 \frac{Z}{AE} \ln(1.166 \frac{E}{J})$$

rendszer
atomsúly
energia
átl.ionizációs pot.
($J=13.5Z$ [eV],
vagy $J=9.76Z+58.87^{-0.19}$)

$$Q = 7.92 \cdot 10^{-14} \frac{\ln \frac{E_0}{E_c}}{E_0 E_c}$$

E-szerinti integrál helyett a gyakorlatban

$$\bar{E} = \frac{E_0 + E_c}{2}$$

vagy

$$\bar{E} = \frac{2E_0 + E_c}{3}$$

a mintára: $R = \sum c_i R_i$ és $S = \sum c_i S_i$

a gyakorlatban:
$$Z = \frac{R_e S}{R S_e}$$

A :

a mintában gerjesztett X-sug. int.:

$$I = \int_0^{\infty} \Phi(\rho z) d(\rho z)$$

sűrűség

a mintafelszíntől mért mélység

$\Phi(\rho z)$ = fgv. = a rtg. gerjesztés mélységi eloszlási fgv.-e

a mintából kijövő intenzitás:

$$I^* = \int_0^{\infty} \Phi(\rho z) f\left(\frac{\mu}{\rho}, \Psi\right) d(\rho z)$$

a rtg. fotonra vonatk.
tömegabszorpciós koeff.

a mintafelület és
a det. szöge

$$A = \frac{\left(\frac{I^*}{I}\right)_e}{\left(\frac{I^*}{I}\right)}$$

$\frac{I^*}{I}$ - re a gyakorlatban közelítéseket használnak

a mintára: $\frac{\mu}{\rho} = \sum c_i \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_i$



ez is konc.-függő

F :

pl. a B komponens K vonala tudja gerj. az A komponens L vonalát



az A L csúcs intenzitása nagyobb lesz

$$F = \frac{1}{1 + \frac{I_{A,\text{fluoreszc.}}}{I_{A,\text{elektrongerj.}}}} = f\left(c_B, \mu_B^A, \mu_B, \omega_K(B), A_A, A_B, \frac{E_0}{E_c}, \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_A, \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_B, \dots\right)$$

Diagram illustrating the factors influencing the fluorescence intensity ratio F :

- c_B : az B komponens konc.-ja (concentration of component B)
- μ_B^A : az A-nak a B-re vonatk. absz.koeff.-e (absorption coefficient of A for B)
- μ_B : a B-nek a saját sug.-ra vonatk. absz. (absorption coefficient of B for its own radiation)
- $\omega_K(B)$: az B elem K sug.-nak fluoreszc.-hozama (fluorescence yield of the K line of element B)
- A_A, A_B : A és B atomsúlya (atomic weights of A and B)
- $\frac{E_0}{E_c}$: „túlfeszültség” (overvoltage)
- $\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_A, \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_B$: A és B tömegabszorpciós koeff.-e (mass absorption coefficients of A and B)

szintén konc.-függő ! (also concentration-dependent !)

etalon nélküli analízis :

mivel etalonnal lassú: WDS-el sok komponens esetén minden komponensre mérni + ugyanannyi etalont is lemérni

EDS gyorsabb (egyszerre mér $\forall$ elemet)

EDS paraméterei stabilak $\longrightarrow$ nem kell mindig etalont is mérni, hanem :

rögzített körülmények között meghatározni a tiszta elemek intenzitásait a Z fgv.-ben (méréssel v. számolással)  új mérési beállítás (= más nyalábáram) esetén az előző fgv.-től csak egy konstansban eltérő fgv. lesz érv.:

a const. meghat.-ható abból a feltételből, h. az összes konc. összege = 100 %

feltételezzük, h. $\forall$ elemet tudunk detektálni ! (nincsenek kis Z elemek a mintában)

A $\Phi(\rho z)$ fgv.-en alapuló kvantitatív analízis :

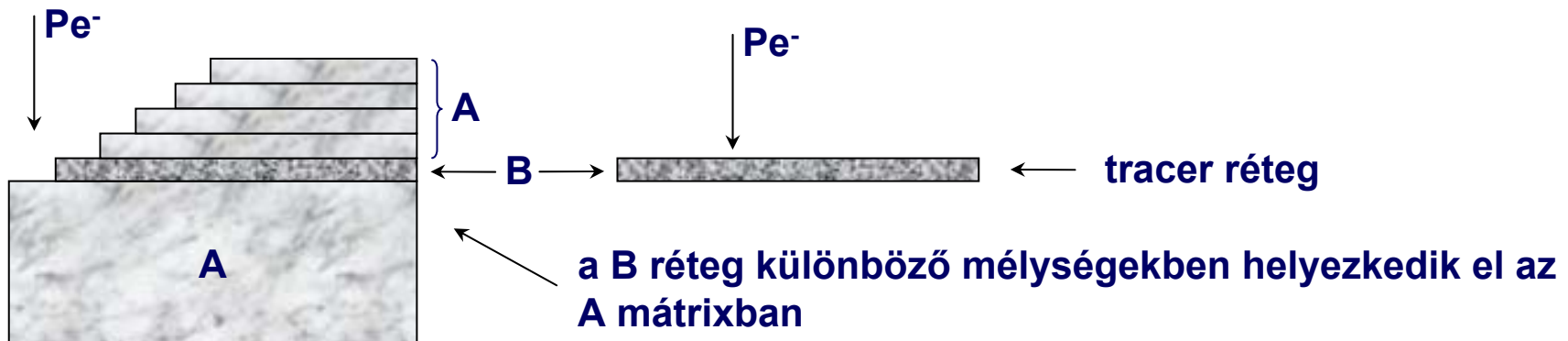
pontosabb mint a ZAF-eljárások

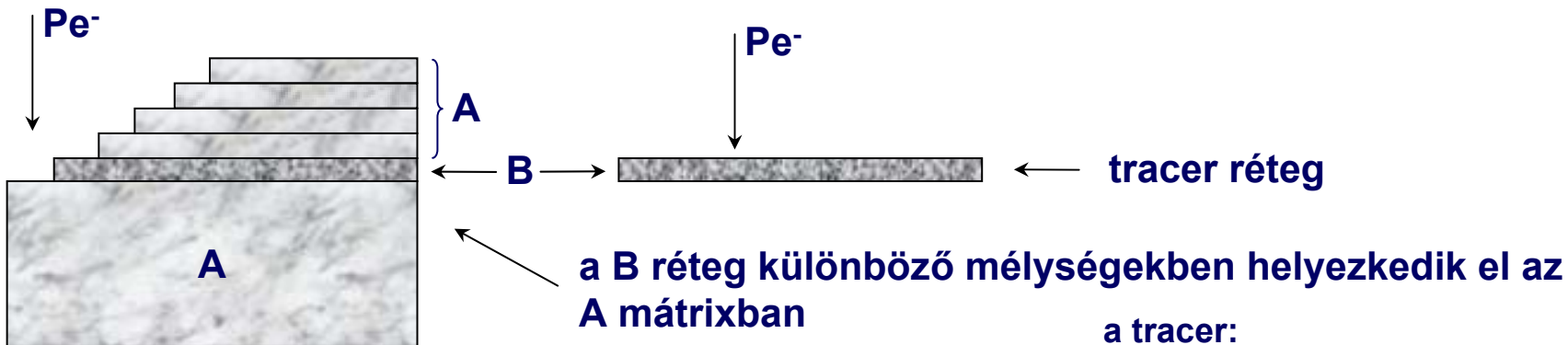
de: $\Phi(\rho z)$ -t nehéz pontosan meghatározni

méréssel
(tracer-mérés)

számolással
(Monte-Carlo
szimuláció)

tracer-méréssel:





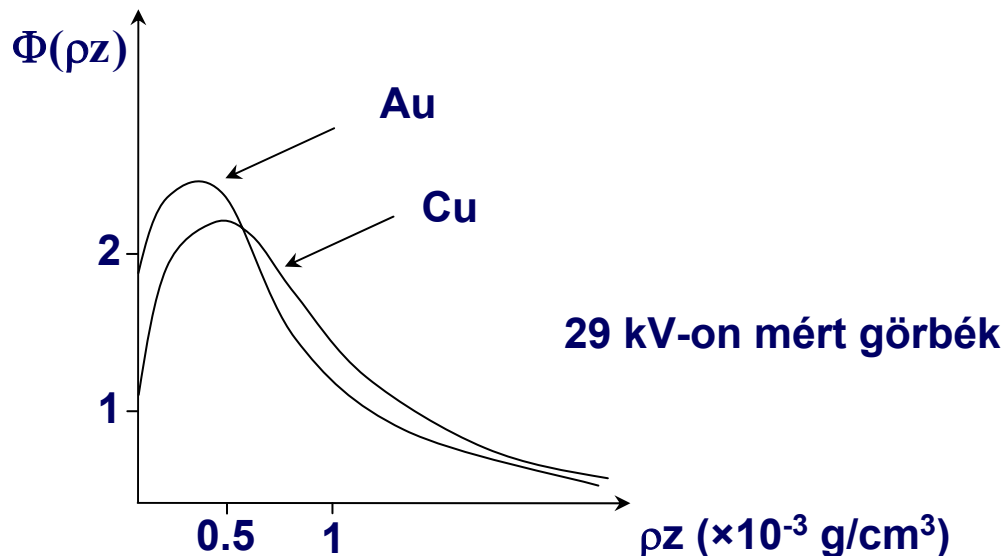
a tracer:

- rendszáma az A-hoz közeli legyen, h. ne vált. meg nagyon az e^- - szórás
- ne legyen erős absz. az A-ban és fluoreszc. se

a z mélységben levő elhanyagolható vastagságú

$$\Phi(\rho z) = \frac{\text{tracer rétegben gerjesztett rtg. intenzitás}}{\text{ugyanolyan vastag önhordó rétegben gerj. rtg. intenzitás}}$$

ha ism. a fedő réteg vastagságát ($\longrightarrow$ ism. az abszorpciót is) és mérjük rtg. spektrométerrel az int.-t $\longrightarrow$ a B-ben gerj. int. meghat.-ható



tapasztalatok:

- $\Phi(\rho z)$ alakja hasonló $\forall$ elemre
- a max. nem a $\rho z=0$ helyen van hanem a felszín alatt; és $\rho z=0$ helyen $\Phi(\rho z) > 1$, mert a BSE-k is gerjesztenek X-sug.-t
- $\Phi(\rho z)$ max. értéke Z-vel nő de a max.-hely csökken

pl. a Z-korrekción a $\Phi(\rho z)$ fgv.-el :

$$Z = \frac{\int_0^{\infty} \Phi(\rho z) d(\rho z)}{\left(\int_0^{\infty} \Phi(\rho z) d(\rho z) \right)_{\text{etalon}}}$$

az A-korrekción is hasonlóan felírható a $\Phi(\rho z)$ fgv.-el
végeredményben a teljes ZAF-korrekción kifejezhető vele

$\Phi(\rho z)$ – re lehet adni „képletet” a ρ és z fgv.-ben, de ezek nem pontosak

a mennyiségi analízishez a gyakorlatban nem szokták meghatározni a $\Phi(\rho z)$ fgv.-t (se
méréssel, se szimulációval) mert sokáig tart

hanem :

kísérletileg sok $\Phi(\rho z)$ fgv.-t felvettek és meghatározták a görbék gyorsítófeszültség-
függését  paraméteres alakban lehet megadni $\Phi(\rho z)$ fgv.-t :

$$\Phi(\rho z) = \gamma \left(1 - \frac{\gamma - \Phi(0)}{\gamma} \cdot e^{-\beta \rho z} \right) \cdot e^{-\alpha^2 (\rho z)^2}$$

az α , β , γ , $\Phi(0)$ paraméterek a Z, E_0 , E_c , A, J fgv.-i
(bonyolultak)

analízis : pont; vonal; terület (térképezés)

érzékeny minta → kisebb E_0 kell → de ekkor lehet, h. v.mely elemeket nem tudunk gerj. (mert $E_0 < E_c$ lesz)

de : ha kisebb E_0 → jobb lehet a lat.- és mélységi felbontás, DE! csökken a beütésszám is

túl nagy CPS se jó → műtermékek

 **CL és gyorsítófesz.-el lehet szabályozni**

WD-t adott értékre (gépkönyv) beállítani

sík és vsz. mintafelület

térképezés : hosszú idő kell, mert a det. határ a mérési idő gyökével ford. arányos

WDS jobb a nagyobb CPS és kisebb háttér miatt

ha egy komponens > 10% van jelen → 10-60 perc

1-10 % → 1-5 óra

< 1 % → nem lehet, csak ha dúsulásban van

EDS-nél 5%-nál kisebb konc.-t nem lehet térképezni

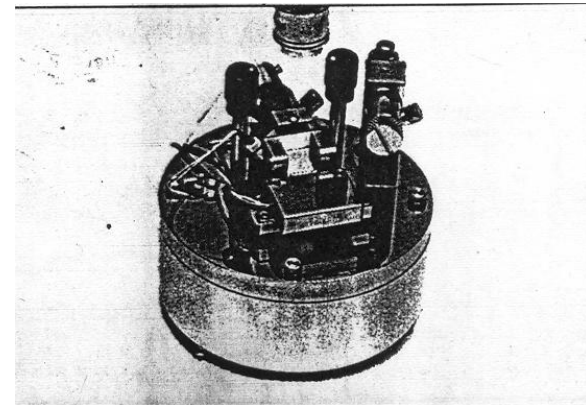
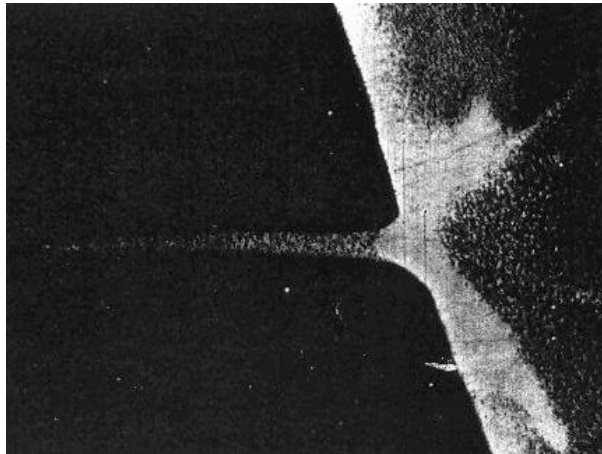
PÁSZTÁZÓ ALAGÚT MIKROSKÓPIA

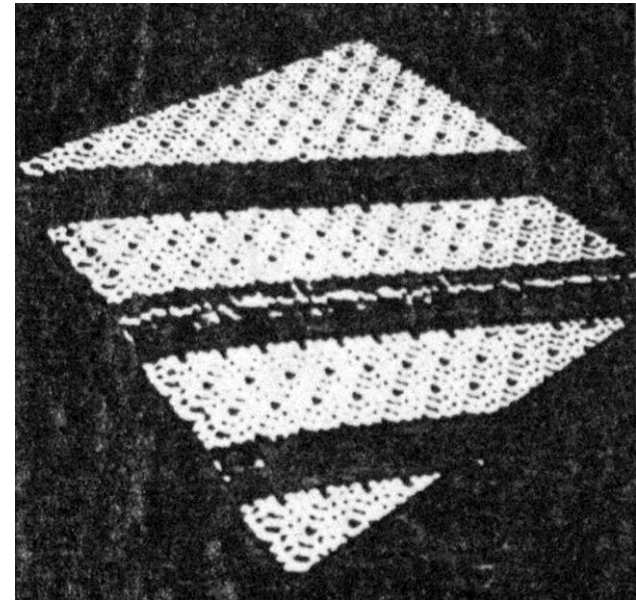
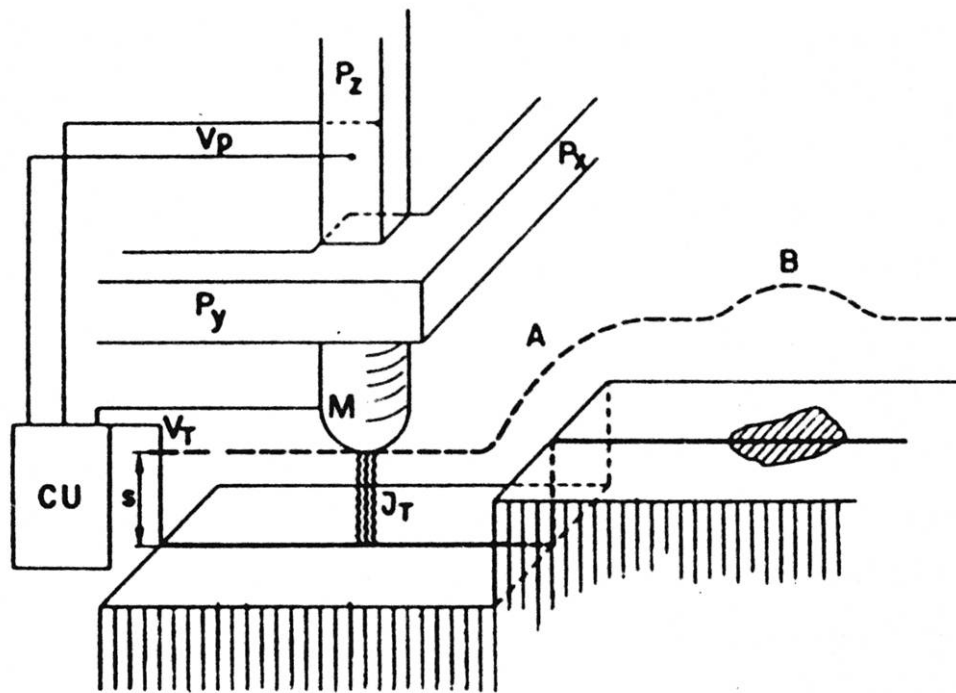
(Scanning Tunneling
Microscopy, STM)

Működési elve :

a kvantummechanikai alagúteffektuson alapszik. Szilárdtestekben az elektronok hullámfüggvénye, ami az elektronok megtalálási valószínűségével is egyenlő, exponenciálisan csökken a felületen a vákuum irányába. A csökkenés hossza tipikusan 0.2 nm. Ha két elektromos vezető ennél közelebb van egymáshoz (de nem érintkezik) akkor nagy valószínűséggel elektronok tudnak egyik fémből átlépni a másikba. Ezt nevezik alagúteffektusnak. Hőegyensúly esetén mindkét irányban folyó alagútáram egyforma. A gyakorlatban egyik elektródára feszültséget kapcsolnak. Az átfolyó áram az exponenciális lecsengés miatt nagyon érzékeny a távolságváltozásra. 0.1 nm magasság változás egy nagyságrend áramváltozást jelent. A gyakorlatban a pásztázó elektród egy atomnyi hegyes.

a pásztázó tű képe :

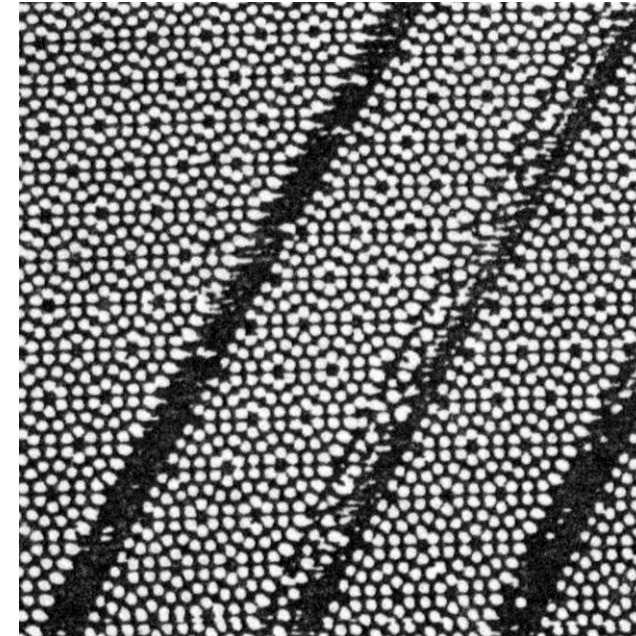




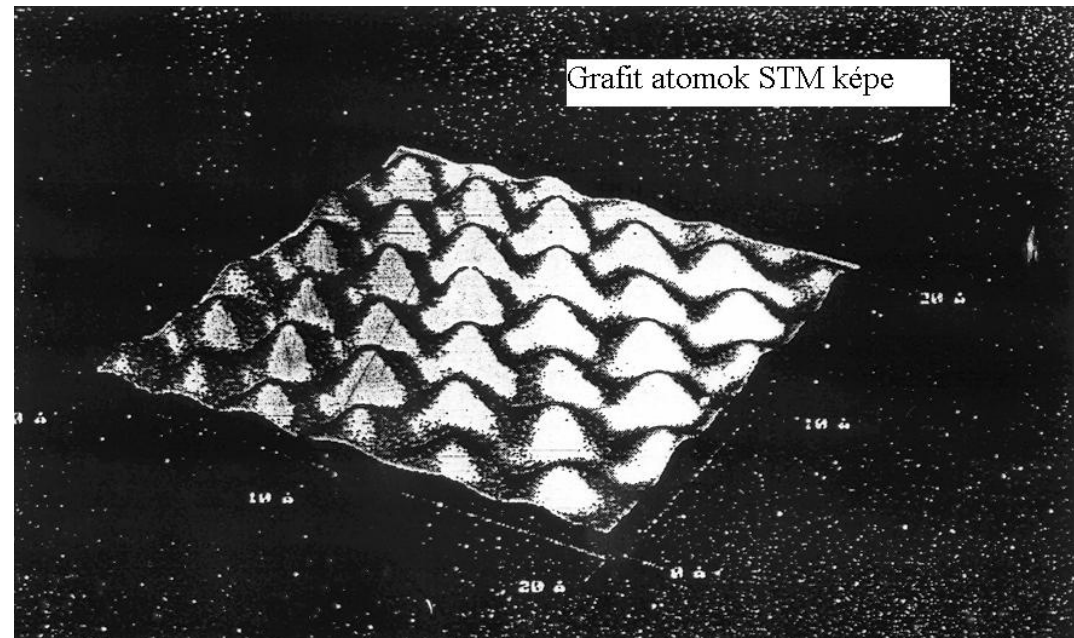
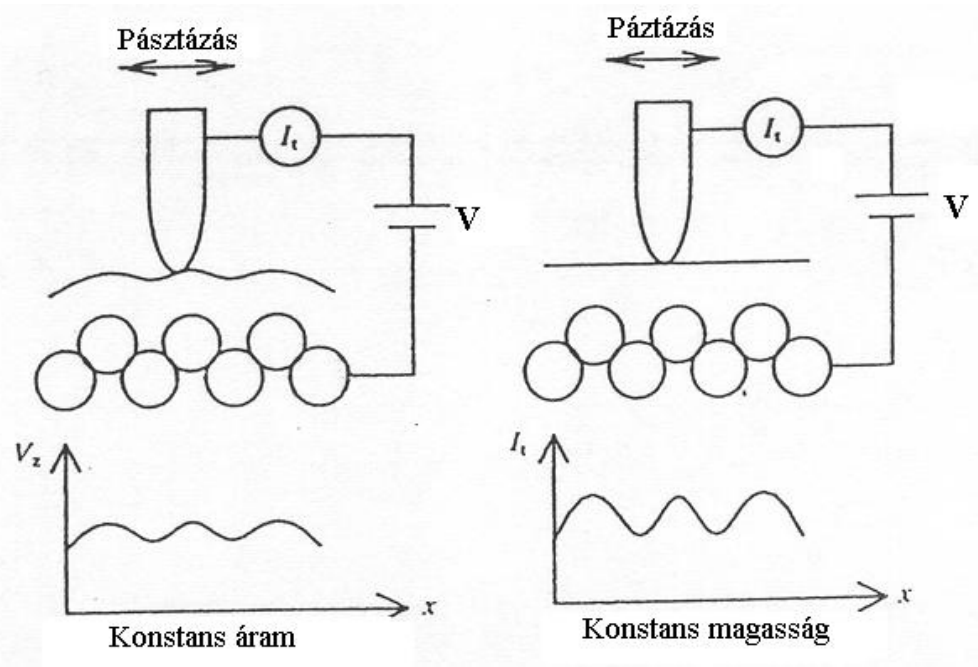
leképezés pásztázással: egy tűvel letapogatjuk a felületet

a minta és tű közé feszültséget kapcsolunk
 a tű közelít a felülethez, figyeljük, hogy mikor indul meg az áram: alagúteffektus
 $I \sim nA$, és exponenciálisan csökken a felülettől távolodva  nagyon precíz mozgítás kell: piezoelektromos kristályok (kerámiák)

konstans áram vagy állandó magasság üzemmód

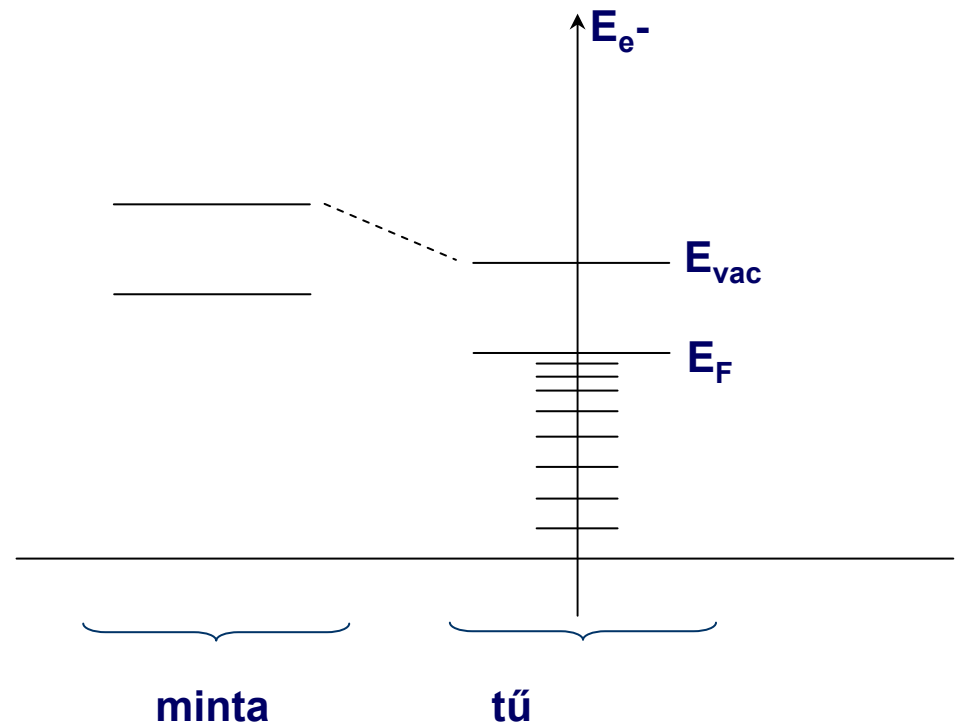


konstans áram vagy állandó magasság üzemmód :



a minta negatív előfeszítésű, így a Fermi felület közelében levő e^- - k tudnak átmenni a tűbe

pozitív előfesz. esetén az E_F fölötti üres helyeket lehet leképezni :



levegőben is működhet
atomi tisztaságú felületet csak UHV-ban lehet vizsgálni
rezgéscsillapítás

STM csak vezető v. félvezető mintákhoz jó
egyéb mintákhoz AFM :

atomerő-mikroszkóppal szigetelők is vizsgálhatók. Ebben az esetben az atomi hegyes tű egy vékony tartókaron van. A kar végén tükör helyezkedik el, amelyet lézer világít meg. Végigpásztázva a felületet atomi elmozdulások mérhetők.

A tű érintkezhet a felülettel (kontakt üzemmód) vagy nagyon közel mozoghat a felülethez (nonkontakt üzemmód). Ez utóbbi esetben a tű elmozdulását atomerők (van der Waals erők), elektrosztatikus vagy mágneses erők okozzák.

PÁSZTÁZÓ ATOMERŐ MIKROSKÓPIA

(Atomic Force Microscopy, STM)

atomerő-mikroszkóppal szigetelők is vizsgálhatók

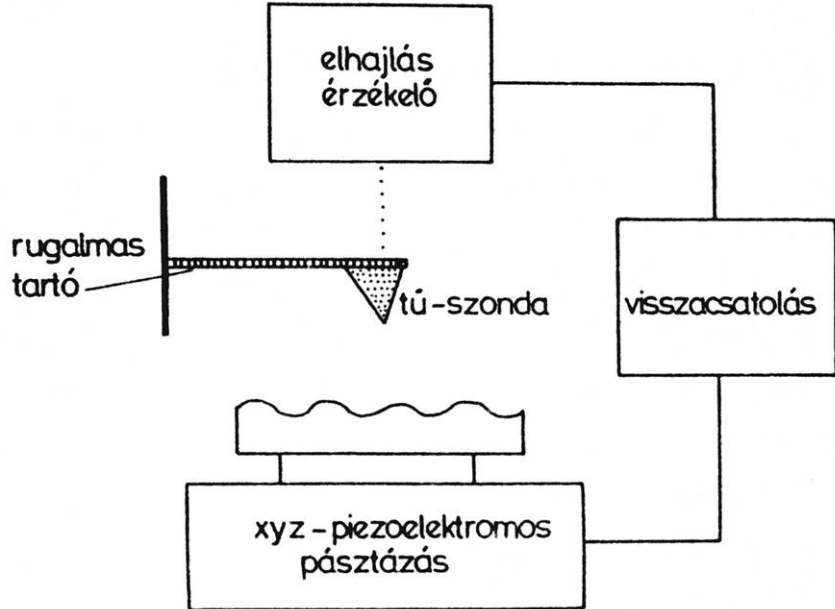
vékony tartókaron (kis „rúgón”) levő atomi hegyességű tűvel (ált. mindkettő Si) tapogatjuk végig a felületet

a tű hegye és a minta atomjainak elektronfelhői átfednek, taszítják egymást, ezt érzékeli a tű

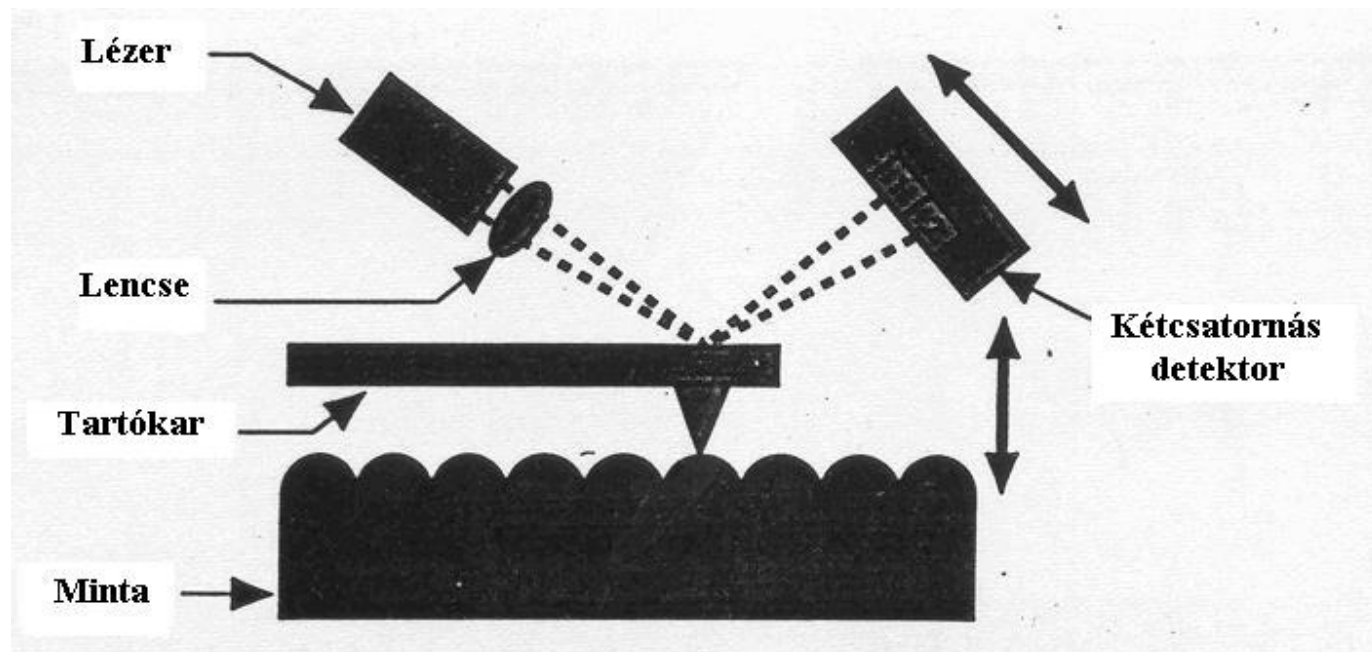
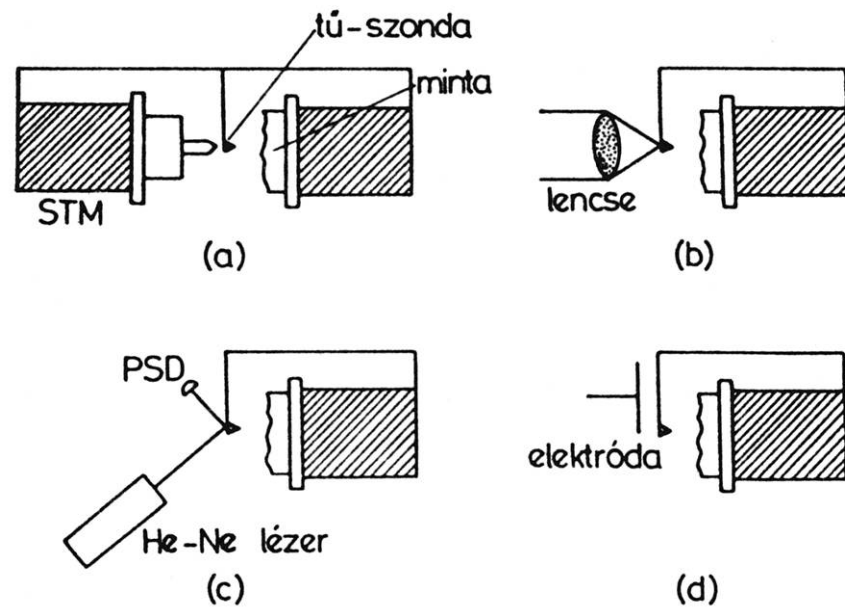
a tű érintkezhet a felülettel (kontakt üzemmód) vagy nagyon közel mozoghat a felülethez (nonkontakt üzemmód). Ez utóbbi esetben a tű elmozdulását atomerők (van der Waals erők), elektrosztatikus vagy mágneses erők okozzák.

tű és minta is deformálódik (a tű súlya miatt), felbontás rosszabb mint STM-nél

tű elmozdulás detektálása STM-mel vagy lézerrel vagy egyéb... :



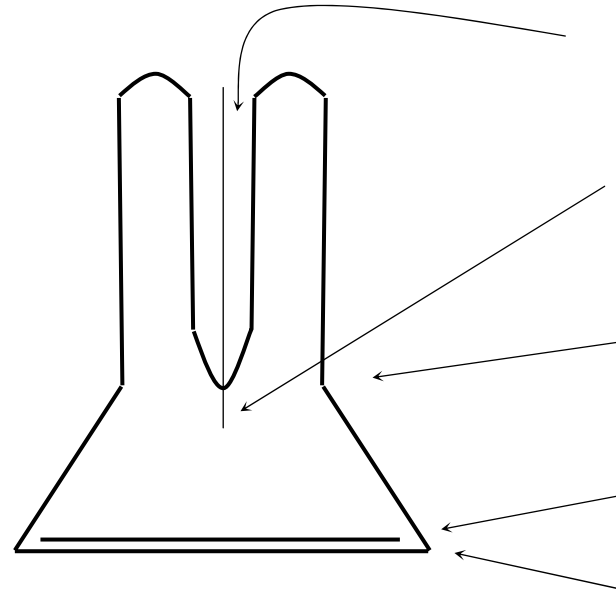
tű elmozdulás detektálása :



AFM továbbfejlesztései:
 mágneses erő mikr.,
 elektrosztatikus
 mikr.,
 hőmikroszkóp

TÉR-ION MIKROSZKÓPIA

első módszer, ami valódi atomi feloldást tudott
felbontóképessége $\sim \text{\AA}$ (= atomok mérete)

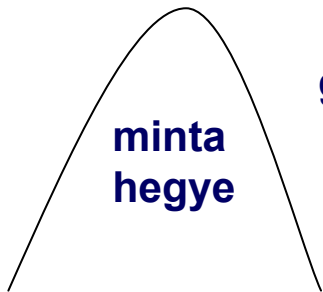


minta hűtése (folyékony He
 $\sim 20 \text{ K}$)

minta (nagyon hegyes tű)

lombik, benne vákuum,
feltöltve 10^{-5} Pa nyomású
gázzal

channel plate
(3-5 kV)
ernyő



gáztatomok

minta
hegye

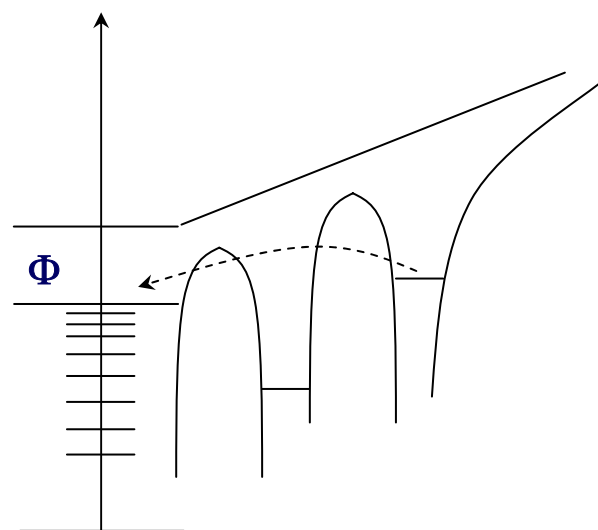
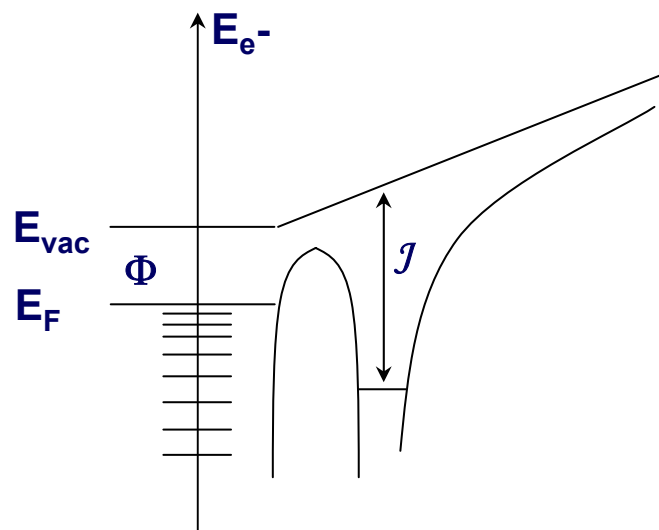
töltött tűhegy gázmolekulákat vonz magához
vagy elpattannak vagy rátapadnak a felület azon
pontjaira, ahol a legnagyobb a térgradiens (ahol
kiálló atomok vannak a felületen)

ezután a gázatom egy e^- -t lead a tűnek (ionizálódik), utána eltaszítódik és a felületre merőlegesen repül az ernyőig: a kép a mintafelület közvetlen leképezése

használható még pl atomok felületen való mozgásának in-situ vizsgálatára

nagyítás ~ milliószoros

térionizáció:

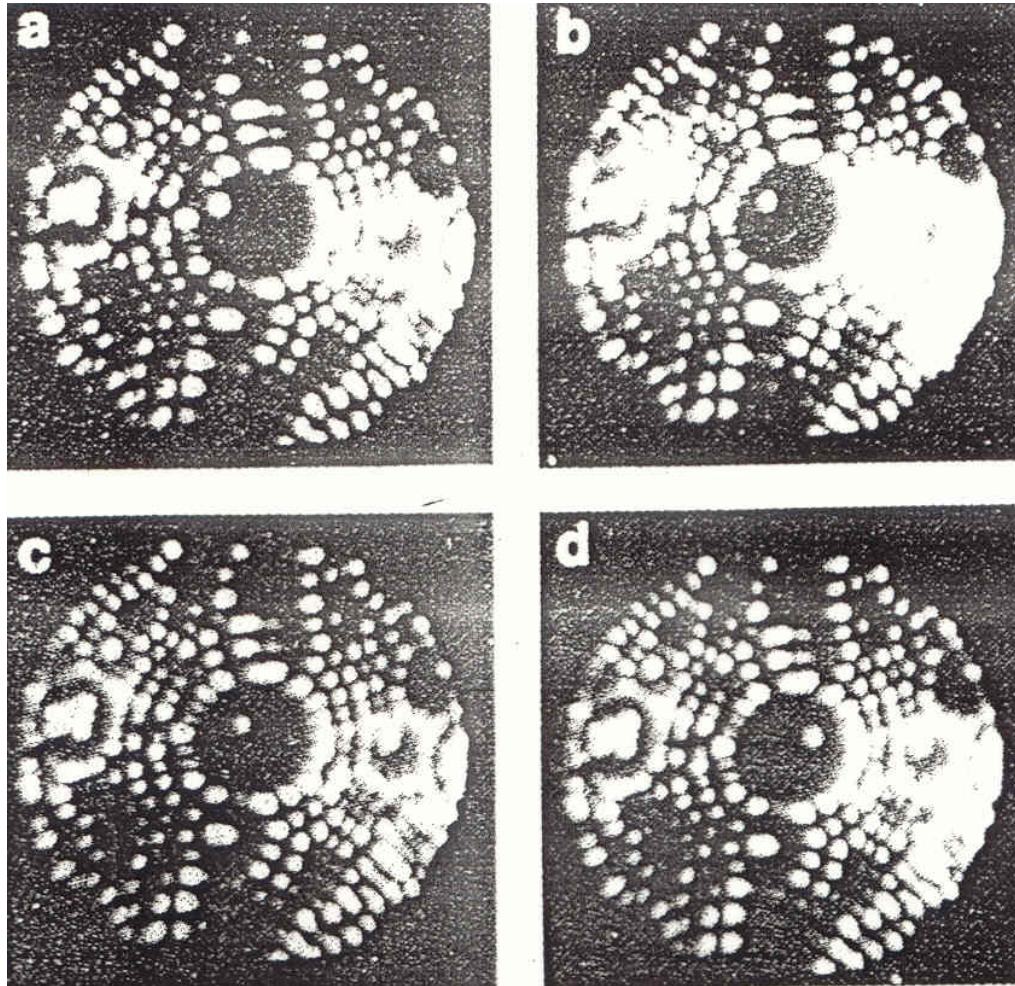


alagúteffektussal
ionizálódhat

térevaporáció: ha a tűhegyen elég nagy fesz. van, akkor az atomok is leszakadhatnak a felületről → elektrokémiai tűgyártás utáni durva felület kisimul

pl :

atomok mozgásának vizsgálata tér-ion mikroszkóppal :



Ródium atom mozgása wolframon, időintervallum: 30-30s

TRANSZMISSZIÓS ELEKTRONMIKROSKÓPIA

(Transmission Electron Microscopy, TEM)

atómi felbontás a szilárdtestek leírásához elegendő
(lentebbi skála, pl atomok, atommagok, gyorsítókkal)

Hold pályasugara $\sim 1 \text{ m}$ $\longleftrightarrow$ $1 \text{ m} \sim 1 \text{ nm} (10^9)$

élet (proteinek, vírusok)

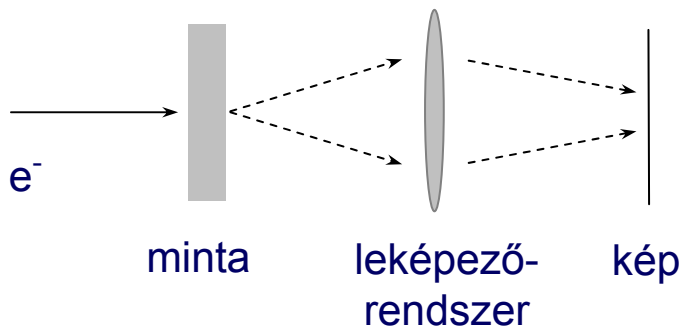
technológia:

1 atom $\longrightarrow$ 1 vezető szál

1 elektron $\rightarrow$ 1 bit

képalkotás

{	fény	----->	optikai mikroszkópia
	elektron	----->	elektronmikroszkópia



elektron: hullám - részecske dualitás



elektronhullám

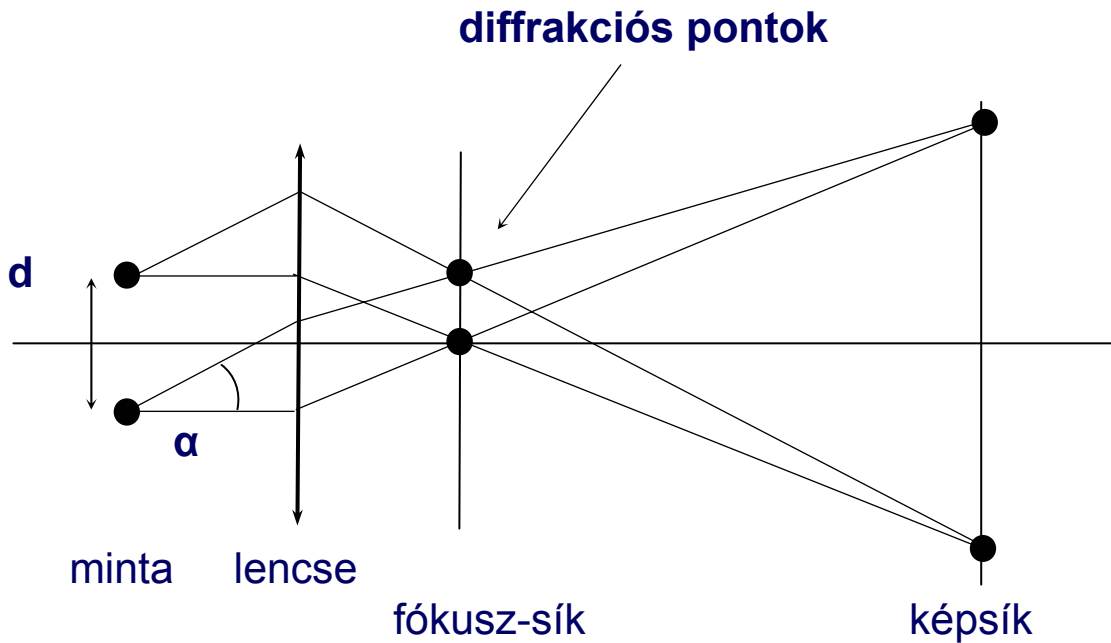
Rayleigh-kritérium:

$$d \approx \frac{\lambda}{n \sin \alpha}$$

fénymikroszkóp: $d \geq 250 \text{ nm}$

d javítható:

- λ csökk.-vel
- num.apertura növ.-vel



elektronmikroszkóp: 100 kV:

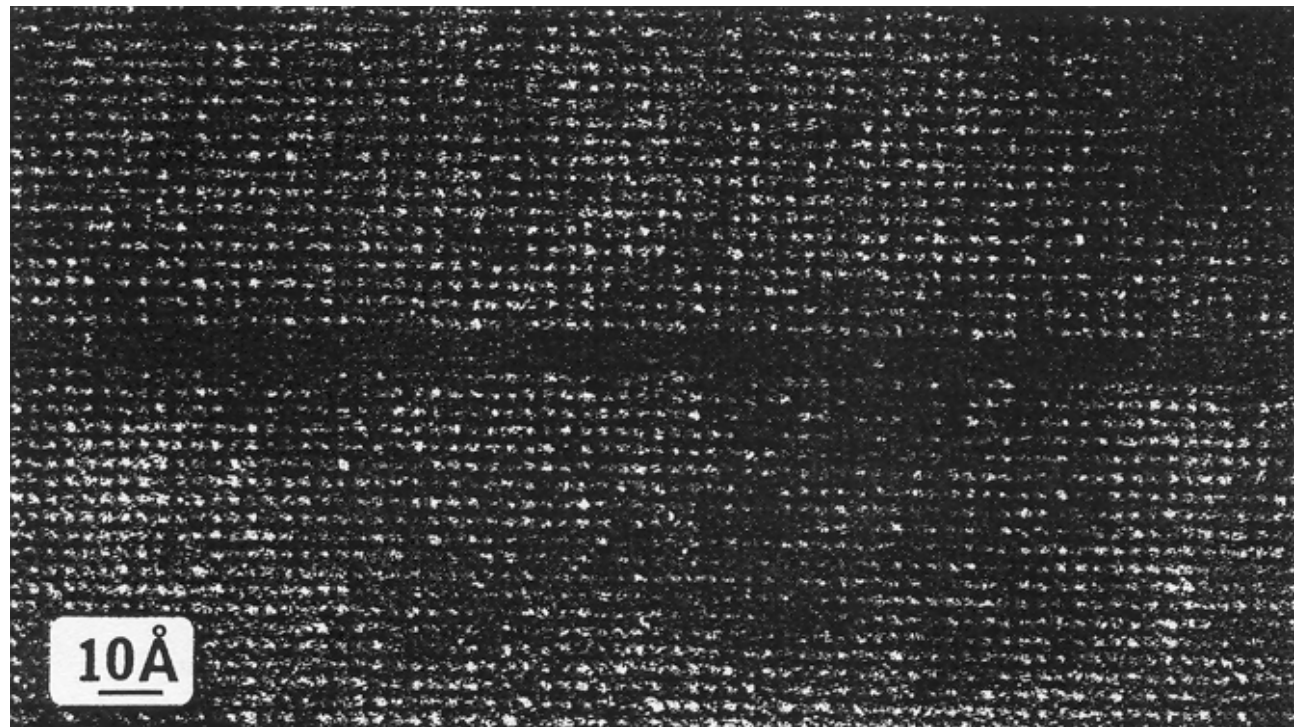
$v = 1.5 \times 10^8 \text{ m/s}$ (fényseb. fele !)

$$\lambda = \frac{h}{p} = \frac{h}{m \cdot v} = 4 \cdot 10^{-3} \text{ nm}$$

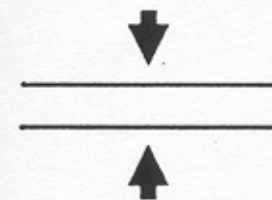
**elvileg 10^{-3} nm feloldás
gyakorlatilag „csak” 0.2 nm**

!!!

elvileg 10^{-3} nm feloldás
gyakorlatilag „csak” 0.2 nm  atomi feloldás :



2 atomic
planes



(0.57 nm)

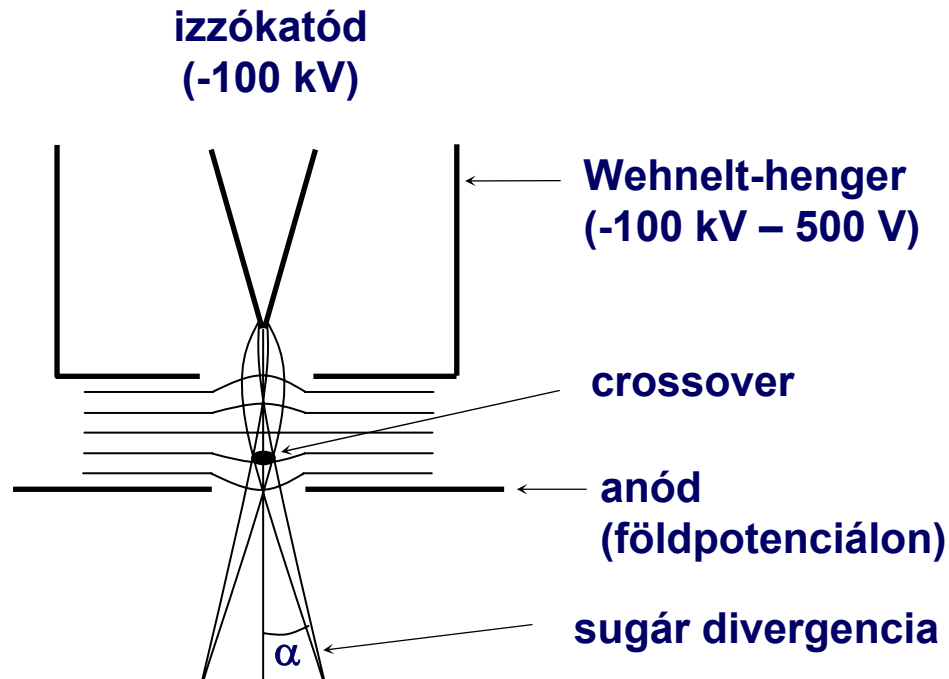
FELÉPÍTÉSE, MŰKÖDÉSI ELVE:

TEM részei:

elektronforrás
kondenzorrendszer
objektívlencse
vetítő rendszer
mintatartó
vákuumrendszer

ezek működésére, felépítésére
vonatkozó részleteket ld. fentebb, a
pásztázó elektronmikroszkópiánál !!!

elektronágyú:

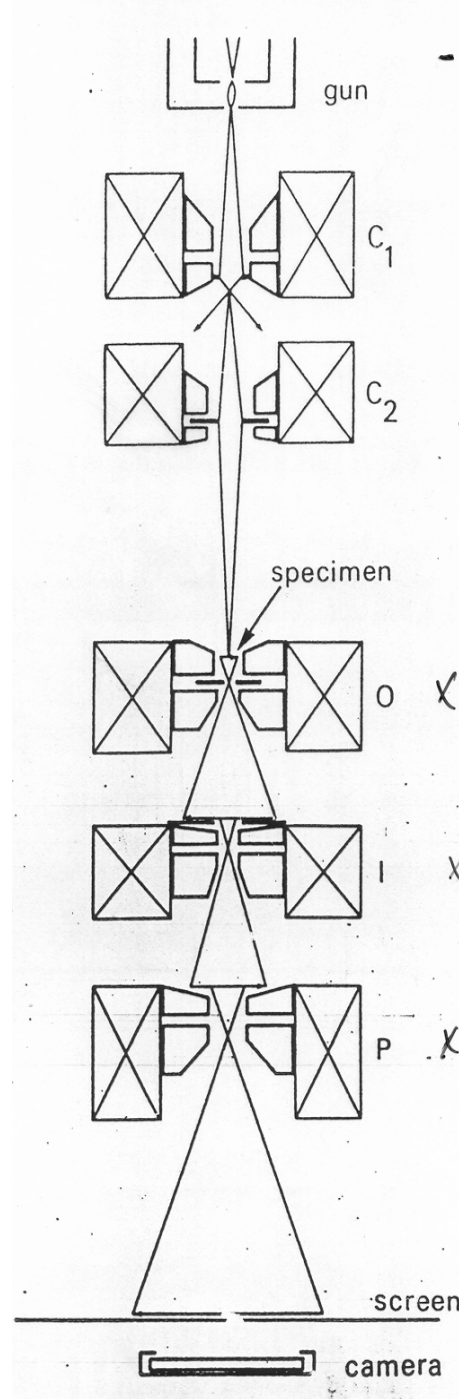


katód: termikus W hajtű v.
közvetett fűtésű hegy, LaB_6 ,
téremissziós (W, hideg v.
meleg)

crossover mérete: 20
 μm – 5 nm

nagyfeszültség (stabilitás !)
lencseáramok (stabilitás !)
vákuum (10^{-3} – 10^{-8} Pa)
blendék (aperturák)
a minta az OL belsejében van
speciális mintakészítés
(vékonyítás, replika,
leúsztatás)

Az elektronok csak ≈ 50 nm-
nél kisebb vastagságú
mintán tudnak keresztül
hatolni. A mintákat
vékonyítani kell.



100KV-600KV 10-50 μm -es
elektronnyaláb

elektronnyaláb fókuszálása

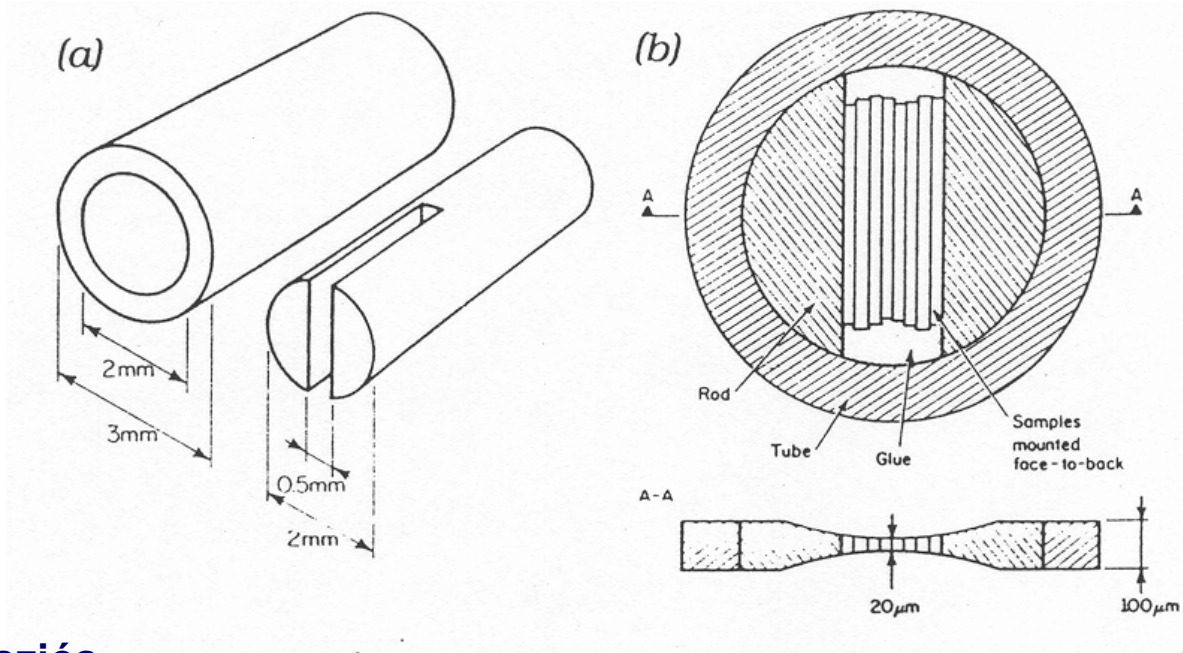
minta helye
x20

x50-500000

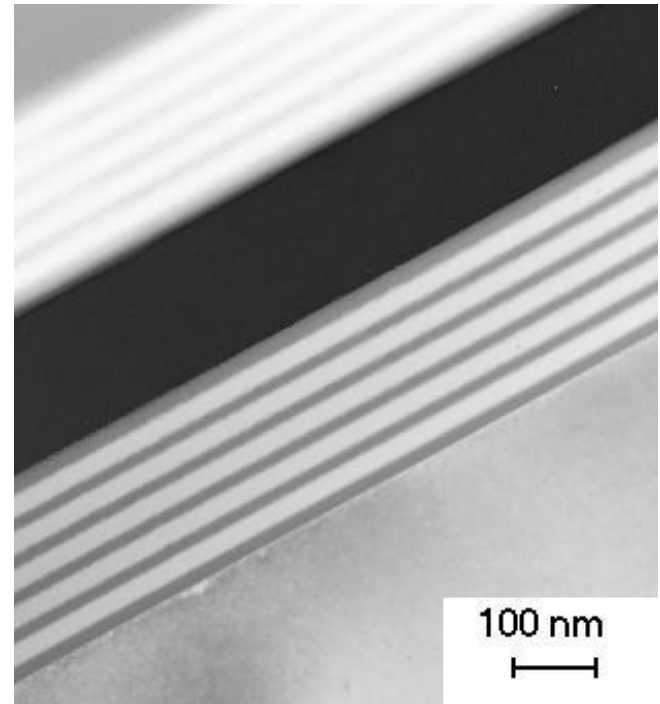
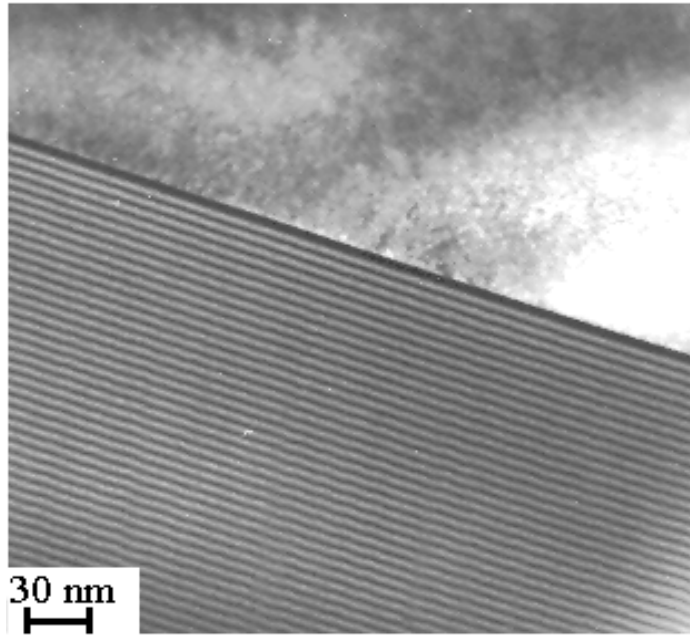
x10

kép

Mintaelőkészítés transzmissziós elektronmikroszkópos vizsgálatra



Amorf Si-Ge multiréteg transzmissziós elektronmikroszkópos felvétele



A mikroszkóp üzemmódjai:

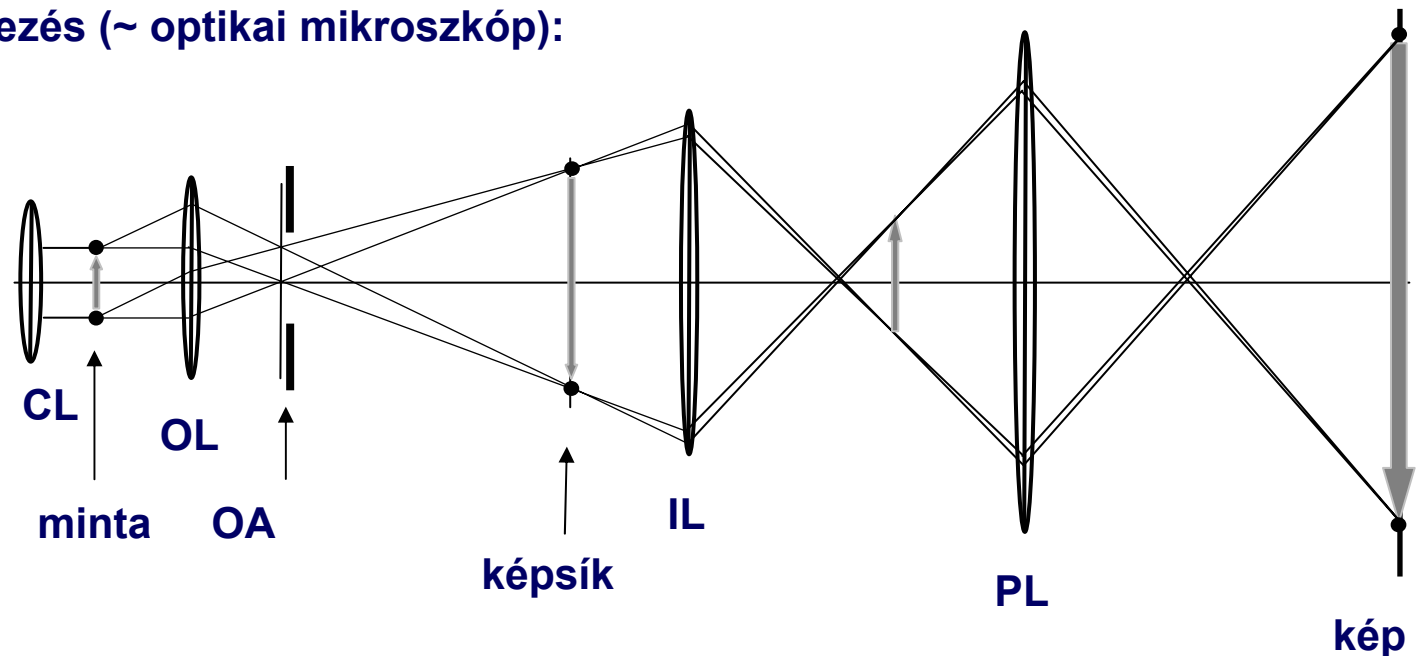
A tárgy egy pontjából különböző irányokba kiinduló nyalábokat a lencse a képsíkban egyesíti, míg a tárgy különböző pontjairól azonos irányba kiinduló párhuzamos nyalábok a fókusz síkban egyesülnek. A fókusz síkban megjelenő intenzitáseloszlást diffrakciós képnek nevezzük, ami az anyag kristályszerkezetéről hordoz információkat. Attól függően, hogy a vetítőrendszerrel az objektív képsíkját vagy fókusz síkját képezzük le az ernyőre beszélhetünk mikroszkópikus illetve diffrakciós leképezésről.

Kémiai analízis is lehetséges: az elektronok a mintát alkotó atomokon rugalmatlanul szóródnak ➡ elektronsugaras mikroanalízis.

képképzés: 2 különböző leképezési mód

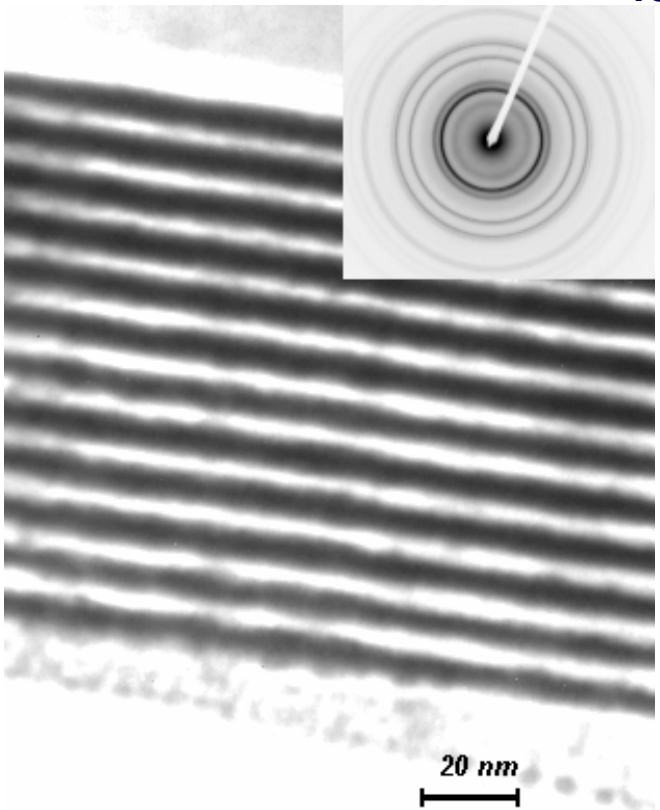
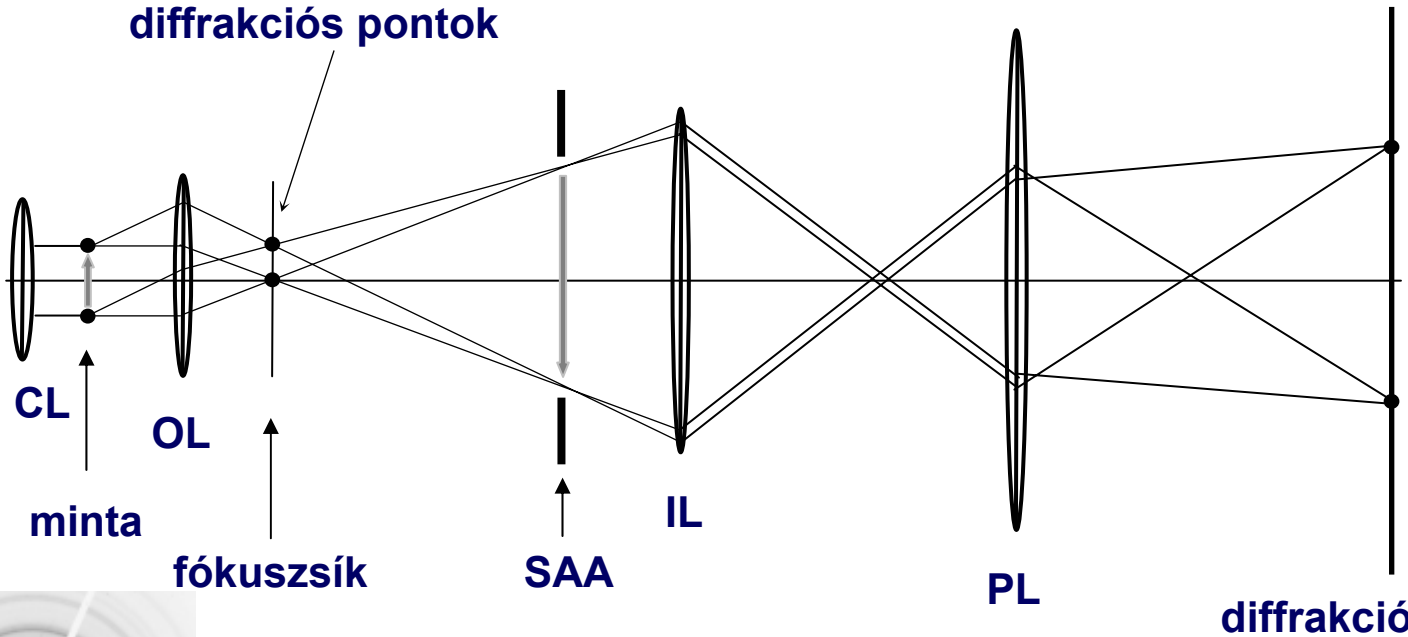
- mikroszkópos
 - diffrakciós
- } leképezés

mikroszkópos leképezés (~ optikai mikroszkóp):



diffrakciós leképezés:

diffrakciós pontok



a vékony mintát átvilágítja a nyaláb

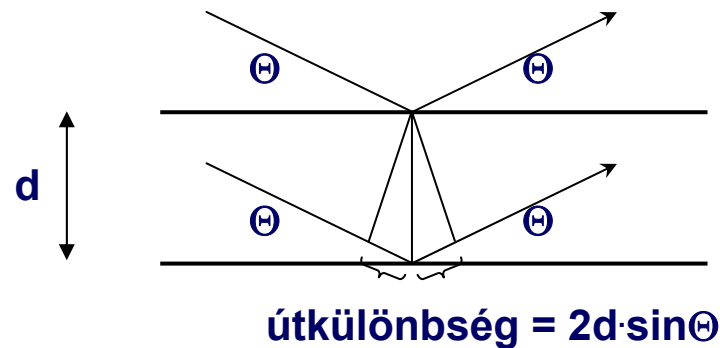
TEM: megvilágító rendszer kevésbé jó, az OL és vetítőrendszer nagyon jó minőségű, felbontóképességet a num. apertura hat. meg (λ és a nyalábdivergencia);

STEM: fordítva: a megvilágítórendszer nagyon jó, igen jól fókuszált nyaláb kell, a képalkotáshoz nem csak e^- , hanem egyéb kiváltott jeleket is haszn., felbontóképességet a foltméret hat. meg

a num. apertura sem javítható akármeddig

elektrondiffrakció :

a kristályrács az optikai rács:



BRAGG: ha $2d \cdot \sin\Theta = n \cdot \lambda$, akkor a szórt hullámok erősítik egymást

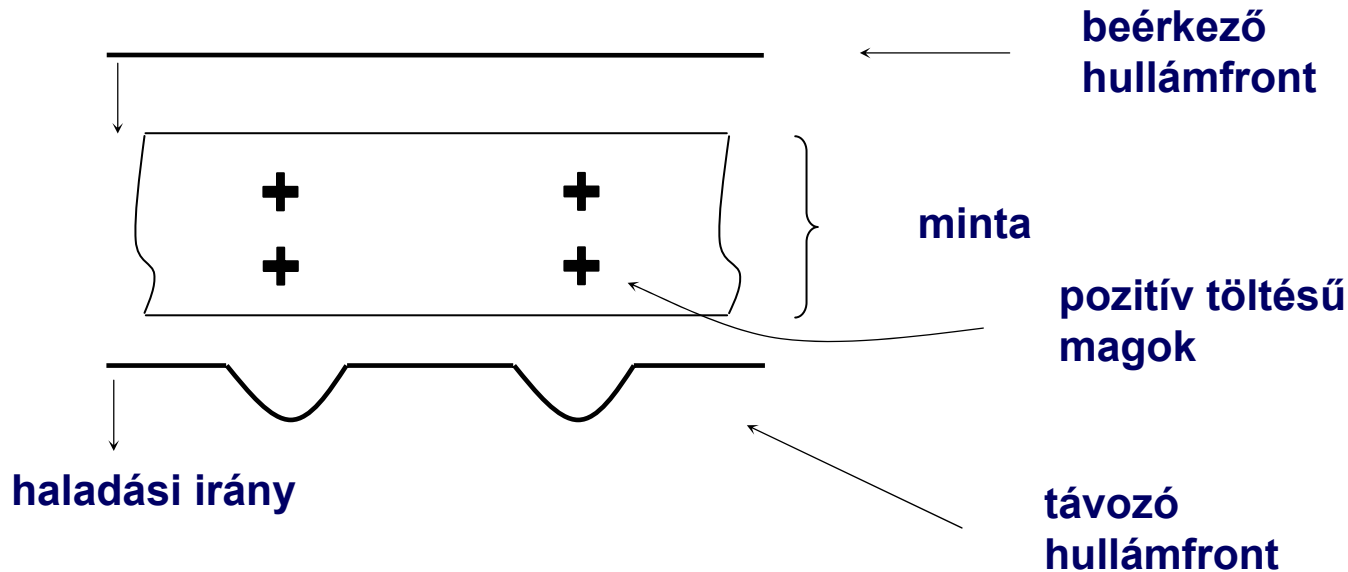


interferencia-maximumok
= difrakciós kép



HREM : (nagyfeloldású tr.el.mikr.)

atomi feloldás esetén, ha egy e^- halad át a krisályon :



a kimenő hullám fázisa hordozza az információt a kristálybeli potenciáltérrel
de a hullámok még interferálhatnak is, így a képen látott sötét-világos foltok mit
ábrázolnak ?



szimuláció, ha megegyezik a látott és szimulált kép, elfogadjuk

a TEM-kat is gyakran felszerelik EDS, vagy WDS-el → működésüket ld. fentebb

AEM : (analitikai elektr.mikr.)

egy speciális TEM, különböző analitikai feltétekkel (röntgen-analizátor, energia-spektrométer, speciális diffrakciós lehetőségek)

összefoglalva a fenti módszereket :

leképezések képképzésnél:

	<i>soros</i>	<i>párhuzamos</i>
<i>belső</i>	pl. SEM, STM	pl. FIM
<i>külső</i>	pl. STEM	pl. TEM, HREM

TEM = transmission electron microscope
(transzmissziós elektronmikroszkóp)

AEM = analytical electron microscope
(analitikai elektronmikroszkóp)

HREM = high resolution electron microscope
(nagyfeloldású elektronmikroszkóp)

STEM = scanning TEM
(pásztázó transzmissziós elektronmikroszkóp)

SEM = scanning electron microscope
(pásztázó elektronmikroszkóp)

STM = scanning tunneling microscope
(pásztázó alagútmikroszkóp)

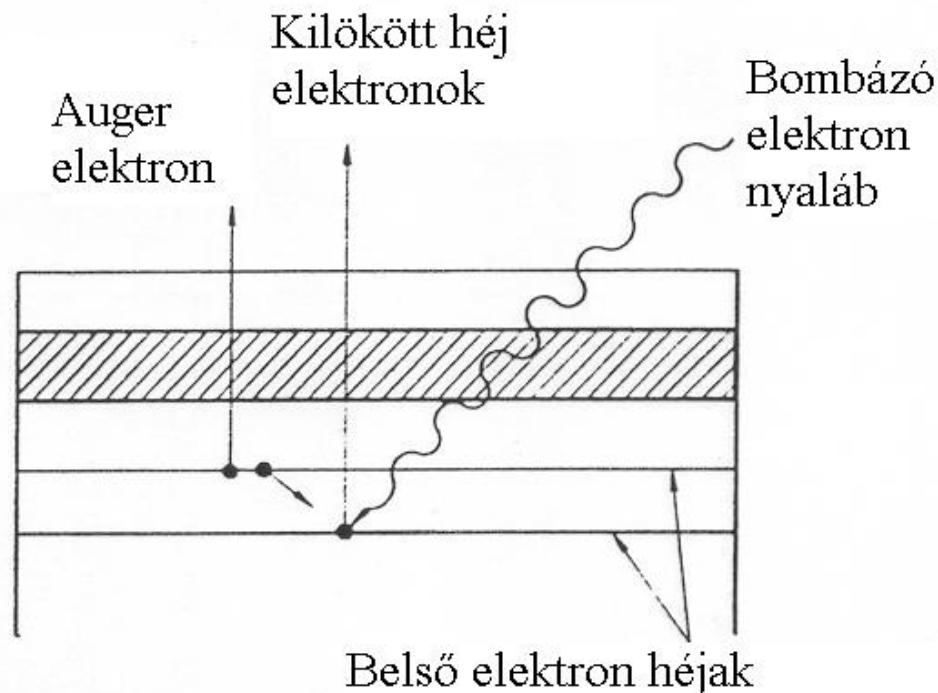
AFM = atomic force microscope
(atomerő mikroszkóp)

FIM = field ion microscope
(térionmikroszkóp)

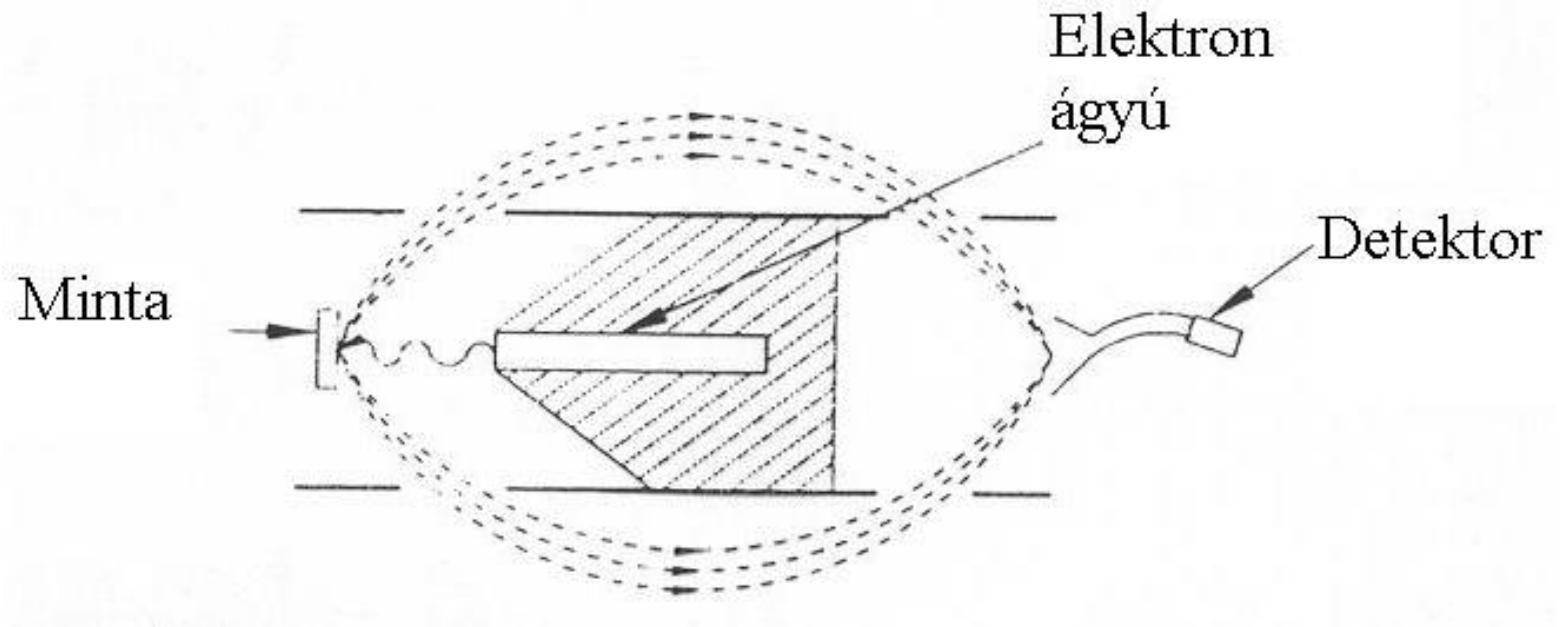
Spektroszkópikus módszerek:

Auger-elektron spektroszkópia:

Az atomot bombázó foton vagy elektron hatására az atom belső elektronhéjáról egy elektron kilökődik. A helyét az atom egy felsőbb elektronhéjáról beugró elektronnal betölti. A két héj közötti energia különbség foton kisugárzásával vagy újabb elektron kilökődésével semlegesítődik. Ez utóbbi kilöködött elektront nevezik Auger-electronnak.

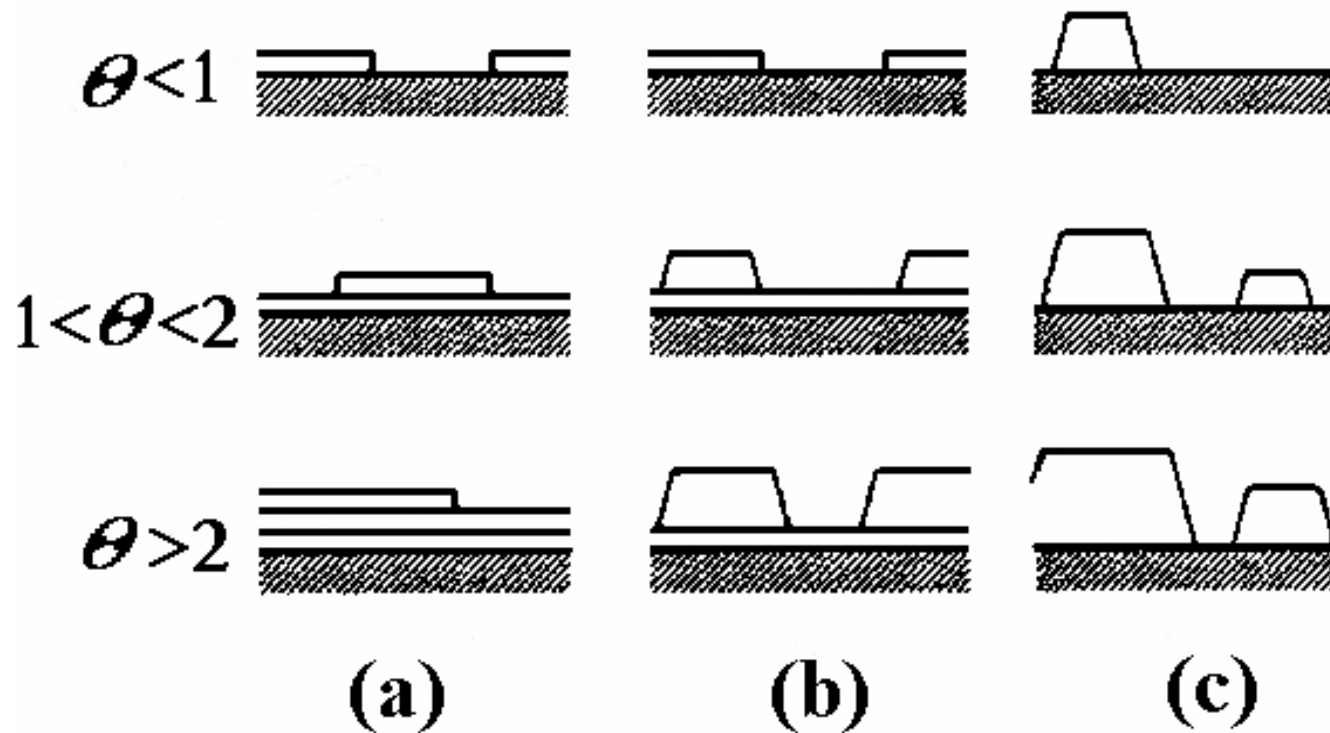


Az Auger-elektronok energiáját rendszerint henger-tükör analízátorral mérik.



Az auger-elektronok energiájából a rétegek felszínén lévő elemek, azok koncentrációja és kémiai állapota határozható meg.

Vékonyrétegek növekedése:



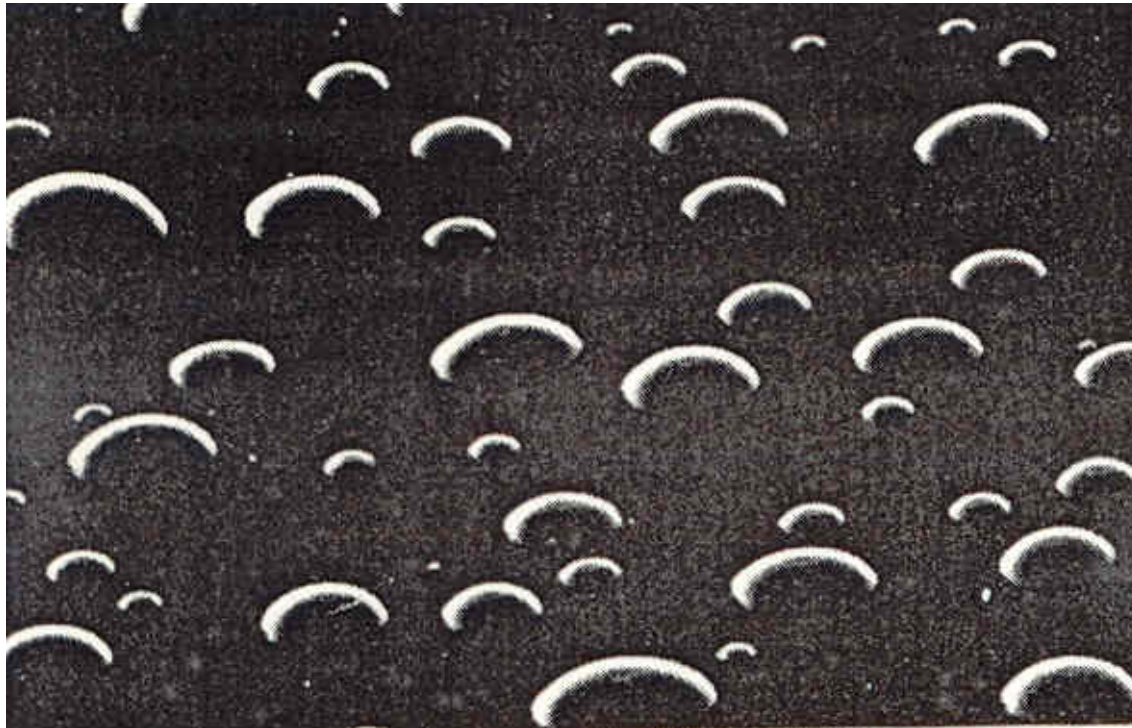
⊕ a monorétegek száma

Réteges növekedés: -Frank van de Merve

a felületre beérkező atomok, molekulák erősebben kötődnek a hodozóhoz mint egymáshoz – az adhéziós erő nagyobb mint a kohéziós erő. Ilyen a félvezető anyagok növekedése.

b. Vegyes réteges és szigetes növekedés. Stranski-Krastanov növekedés

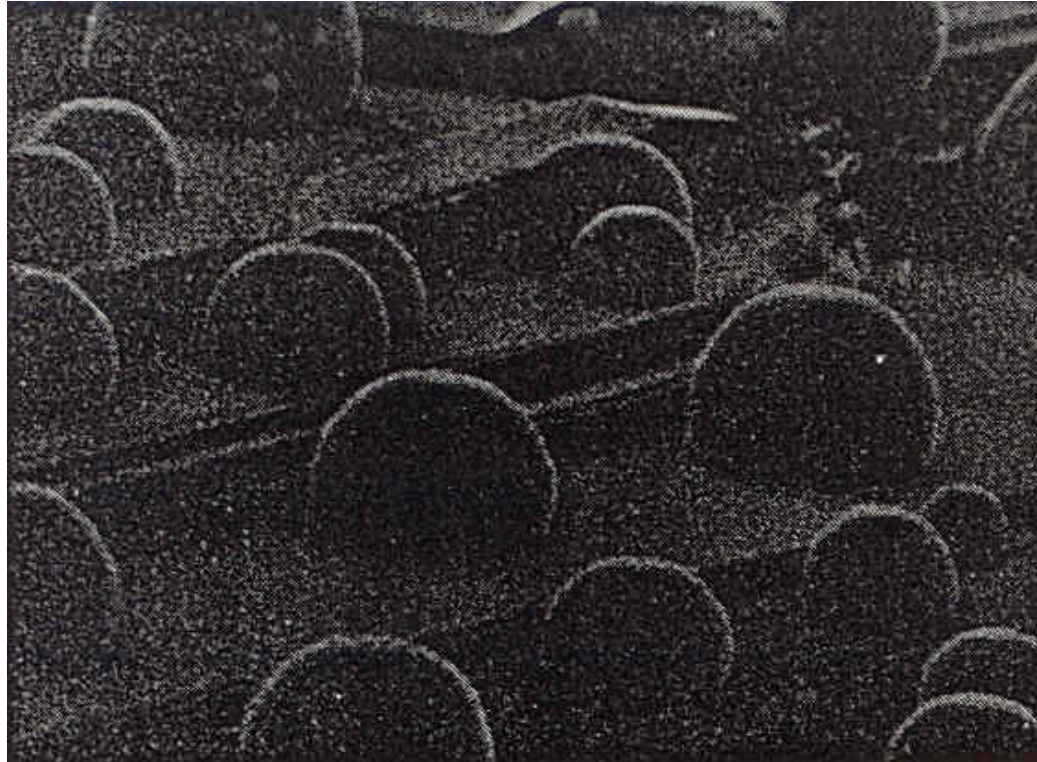
A réteg növekedés első lépéseként a hordozó egy monoréteggel befedődik, majd ezen szigetek kezdenek nőni. A kétdimenziós növekedés hátrondimenzióba megy át nem teljesen érthető okok miatt.



Ólom növekedése germánium hordozón

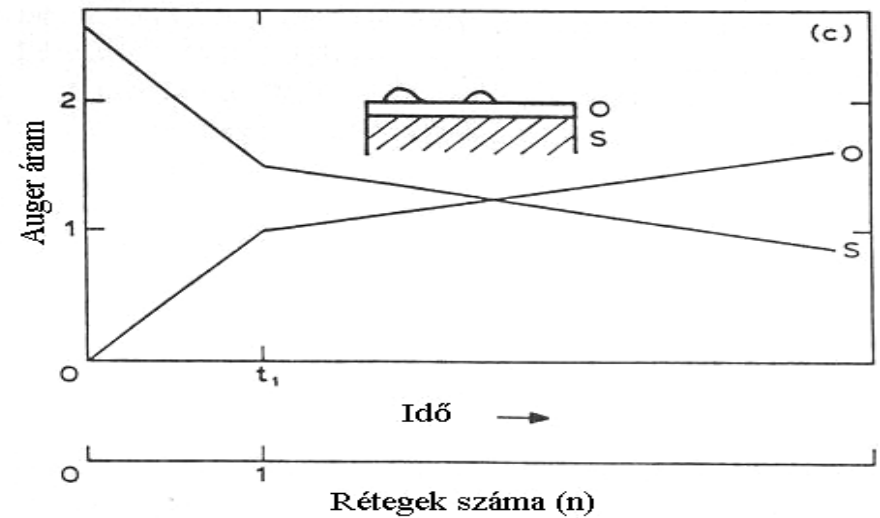
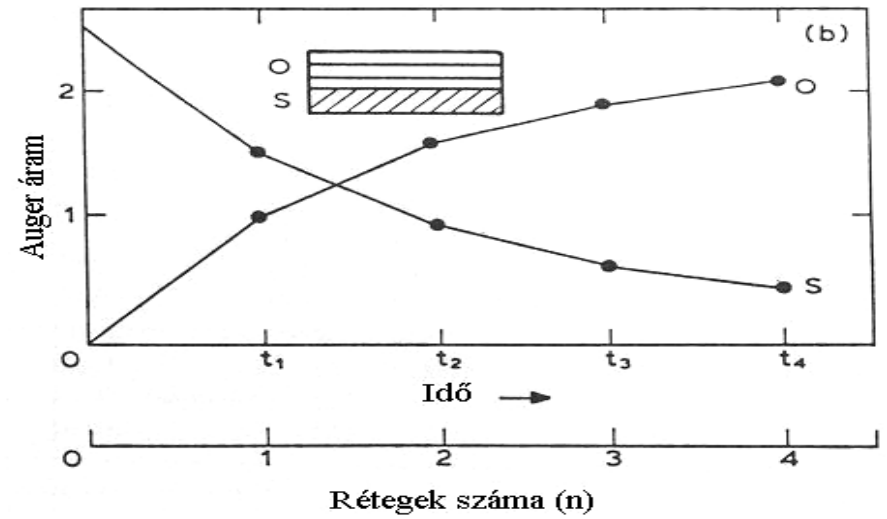
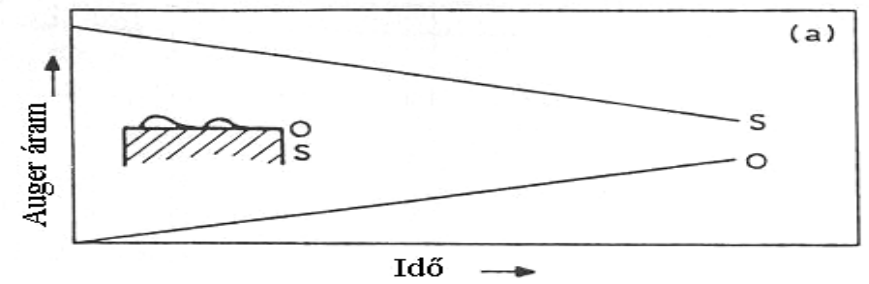
c. Szigetes növekedés. Volmer-Weber növekedés

A hordozón szigetek alakulnak ki. A molekulák közötti kohézió sokkal nagyobb mint a molekulák-hordozó közötti adhézió. Így növekednek fémek szigetelőkön.



Ólom növekedése grafiton.

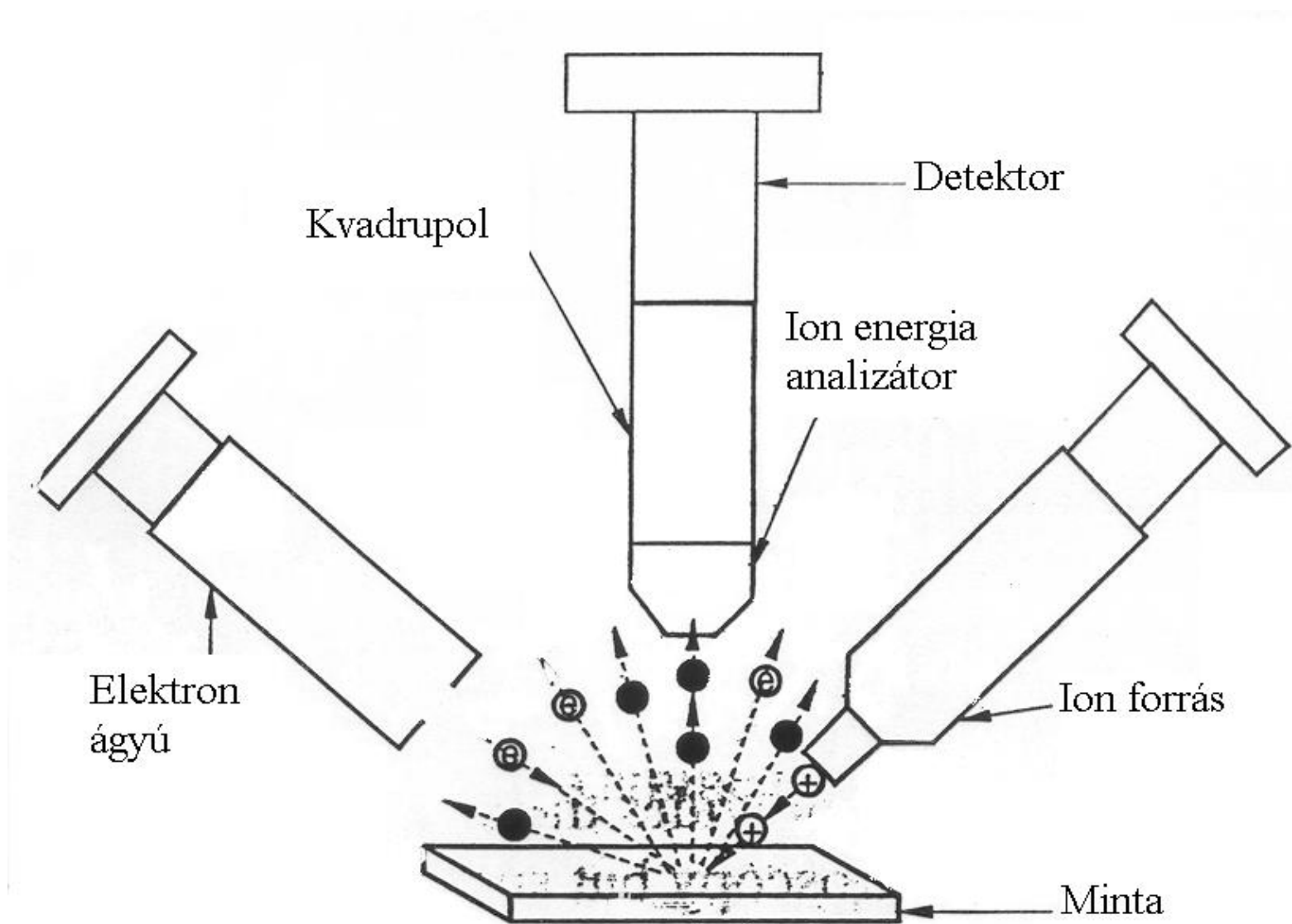
a rétegek növekedésének vizsgálata Auger spektroszkópiával



Szekunder ion vagy szekunder neutrális tömegspektrometria: (SIMS, SNMS)

A vizsgálni kívánt réteget ionokkal bombázzuk. Ennek hatására az anyag porlad, belőle ionok és semleges atomok lépnek ki. Ha a kilépő ionokat vizsgáljuk tömegspektrométerrel, akkor beszélünk szekunder ion tömegspektrometriáról. Amennyiben a semleges atomokat mérjük (a tömegspektrométerbe vezetés előtt külön ionizálni kell őket) szekunder neutrális tömegspektrometriáról beszélünk. Mindkét módszer segítségével a rétegek felületén illetve a rétegekben levő elemek koncentrációját határozhatjuk meg igen nagy érzékenységgel. Akár 0.1-0.01 ppm mennyiségű anyag is mérhető. Ezenkívül lehetőség van a rétegek belsejében az egyes elemek koncentráció változásainak 1 nm mélységifeloldással való nyomonkövetésére. Megfelelő számítógépes háttér (szoftver) segítségével elemtérképek is készíthetők 30 nm-es laterális feloldással.

Szekunder ion tömegspektrométer felépítése:



Tömegspektrométer felépítése:

ionforrás → analizátor → detektor

ionforrás: semleges atomokból, molekulákból ionokat állít elő

analizátor: tömeg/töltés (m/e) szerint szétválogatja az ionokat

detektor: méri az analizátoron átjutó ionáramot amely nA-pA nagyságrendű

Osztályozás: analizátorok fajtái szerint.

Tömegspektrométerek:

a. időbeli szétválasztás elvén működik

b. térbeli szétválasztás elvén működik

Időbeli szétválasztás: repülési idő tömegspektrométer

Azonos energiájú ioncsomagokat hozunk létre. A különböző tömegű de azonos energiájú ionok adott távolságot különböző idő alatt tesznek meg ($\frac{1}{2}mv^2$).

Térbeli szétválasztás: mágneses tömegspektrométer

Az ionok mágneses térben, tömegük, töltésük, gyorsítófeszültség és a mágneses tér nagyságától függően különböző sugarú körpályán mozognak.

A körpálya sugara:

$$r = \frac{1}{B} \left(\frac{2mv_a}{Ze} \right)^{1/2}$$

B: mágneses tér

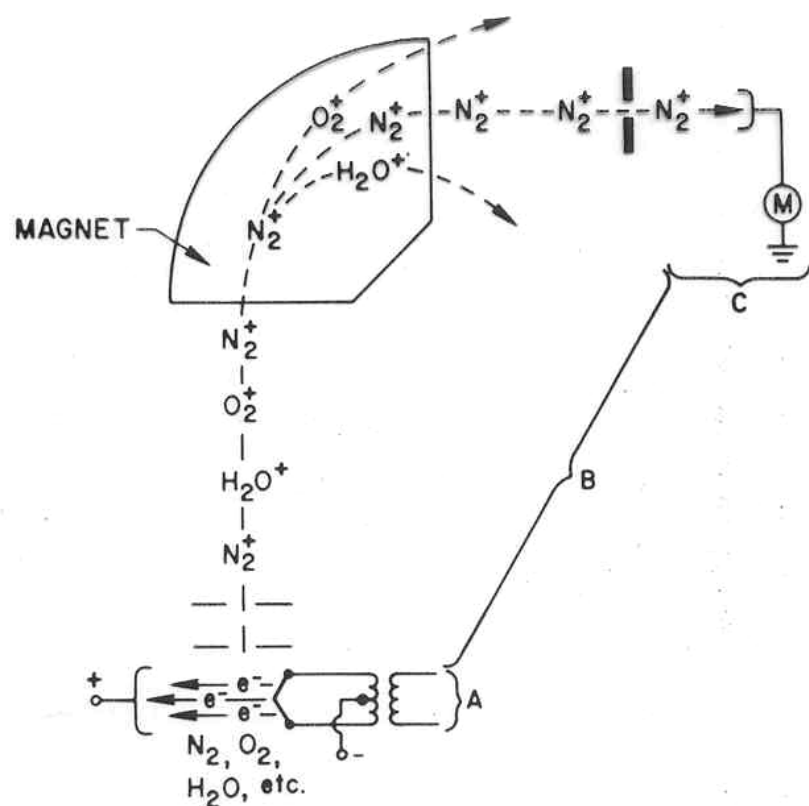
v_a : iongyorsító

Z: ionizáció foka

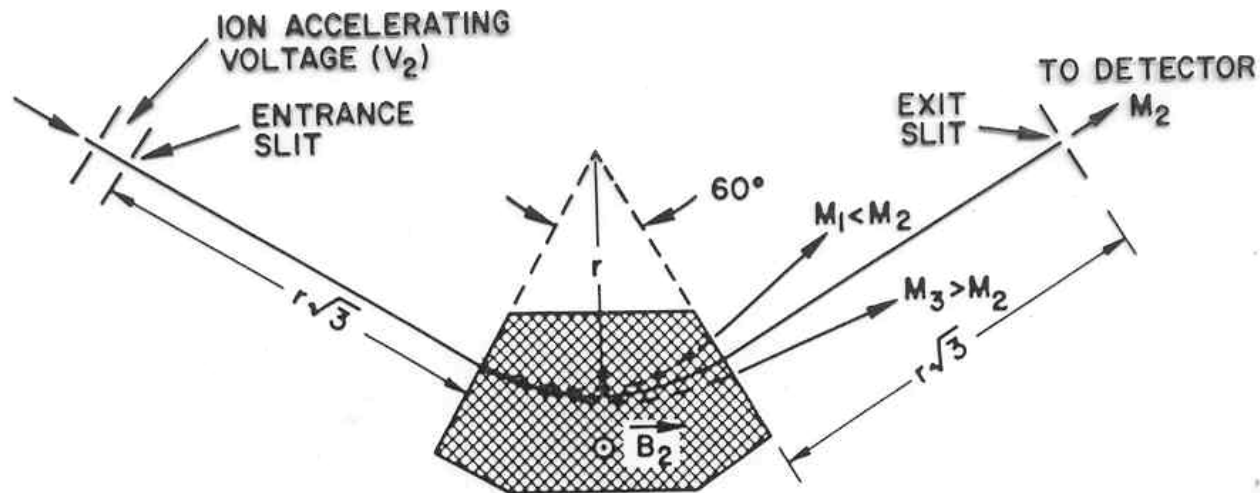
A különböző ionok térbeli szétválogatásához vagy a mágneses teret változtatják egy iondetektor alkalmazása mellett, vagy a tér különböző pontjaiba detektorokat helyeznek el. A mágneses eltérítés leggyakrabban:

180° - 90° - 60°

Mágneses tömegspektrométer →
90°-os eltérítéssel



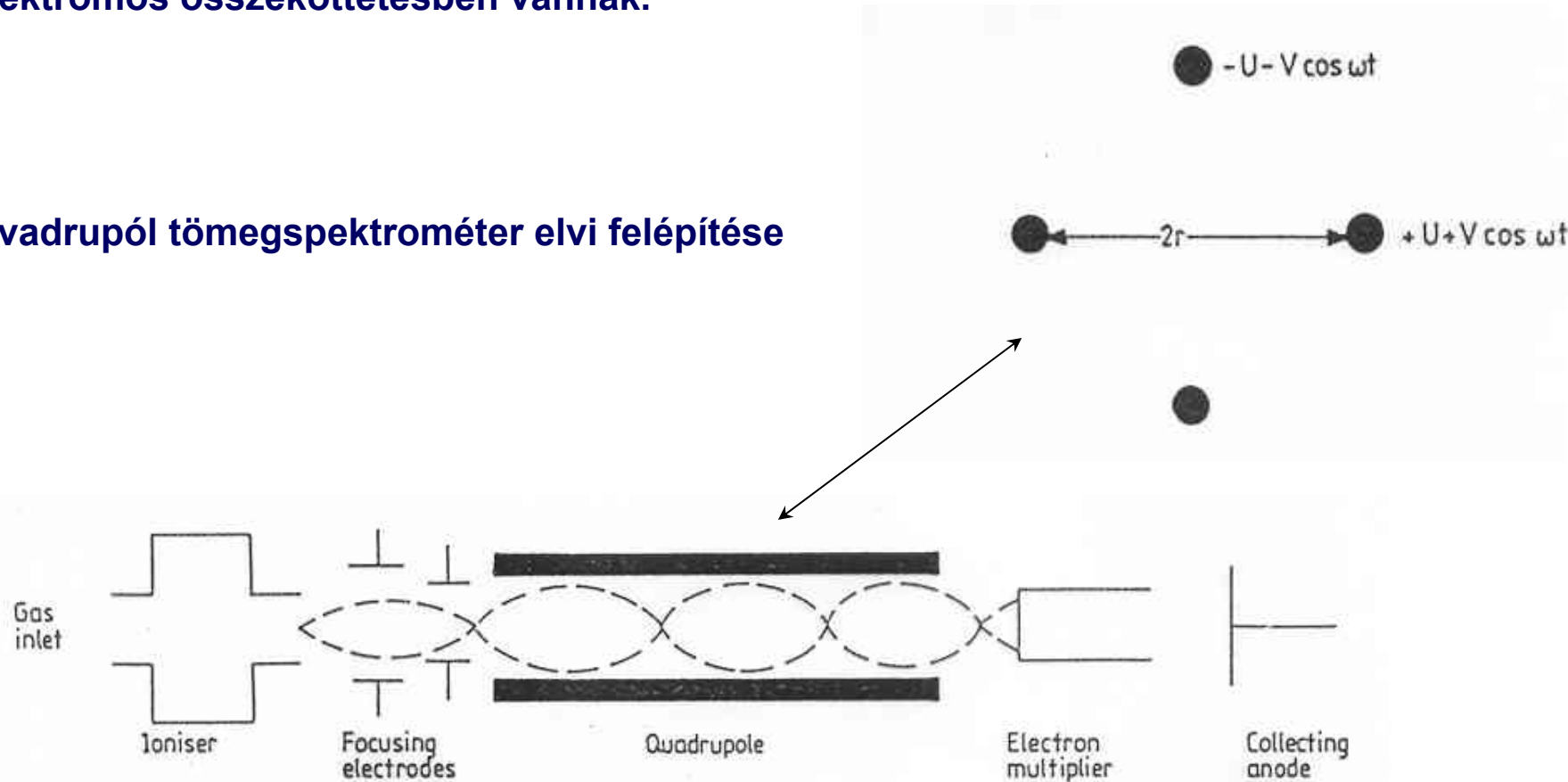
Mágneses tömegspektrométer →
60° eltérítéssel



Kvadrupól tömegspektrométer:

Négy párhuzamos rúdból álló rendszerre egyenfeszültségre szuperponált nagyfrekvenciás feszültséget kapcsolunk úgy, hogy a rudak közül az egymással szemben lévőek elektromos összeköttetésben vannak.

Kvadrupól tömegspektrométer elvi felépítése



Az egyen és nagyfeszültség hatására a rudak között kialakuló tér azzal a tulajdonsággal rendelkezik, hogy a feszültségektől függően csak adott m/e -vel (m = tömeg, e = töltés) rendelkező iont enged át. Változtatva a feszültségeket a rudak közötti mindig más m/e -vel rendelkező ion átjutása lehetséges.

Olajdiffúziós szivattyúval szívott
vákuumrendszer maradékgáz –
spektruma kvadrupól
tömegspektrométerrel vizsgálva.

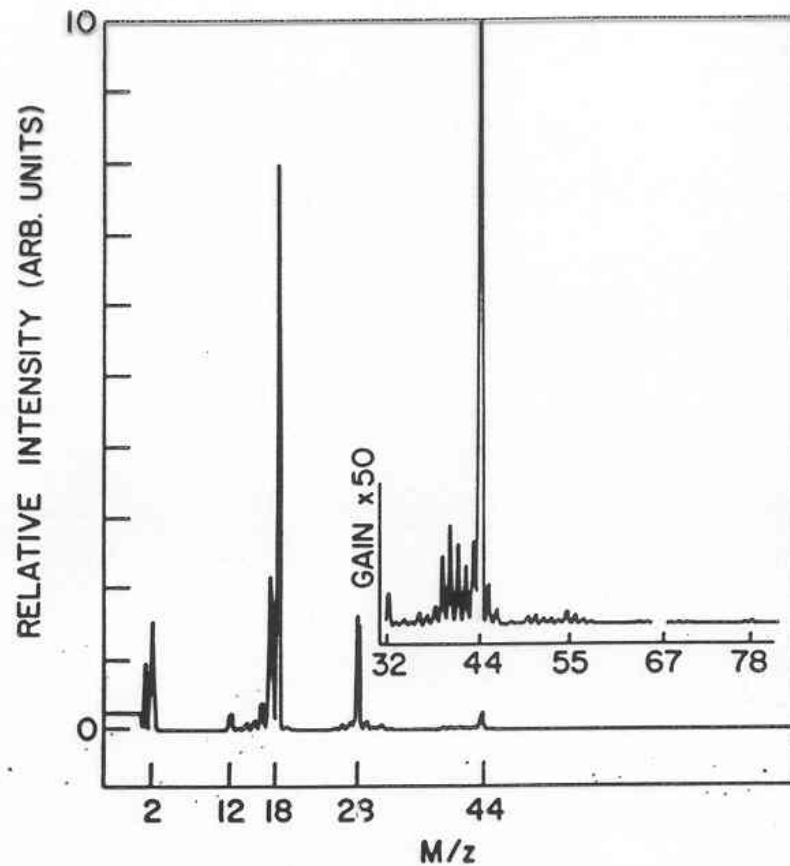


Fig. 8.11 Mass scan taken on a small oil diffusion pumped chamber with an RF quadrupole instrument.

A felbontás definíciója:

Az abszolút felbontás megadja a tömegspektrométer ion-szeparációs képességét adott M tömegnél ΔM csúcsszélesség mellett.

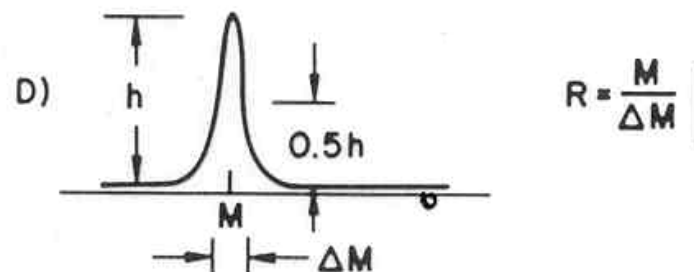
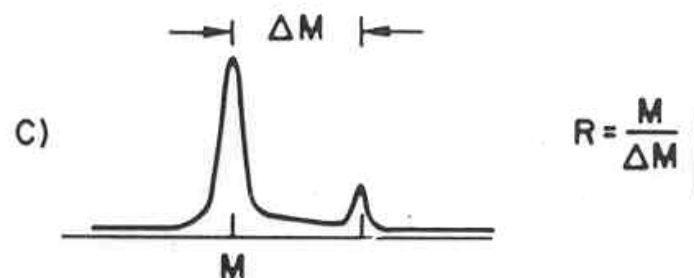
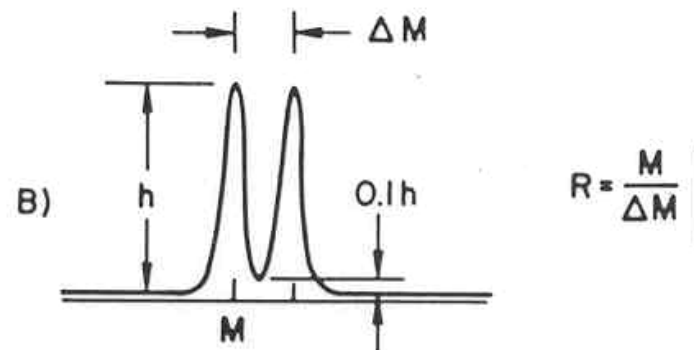
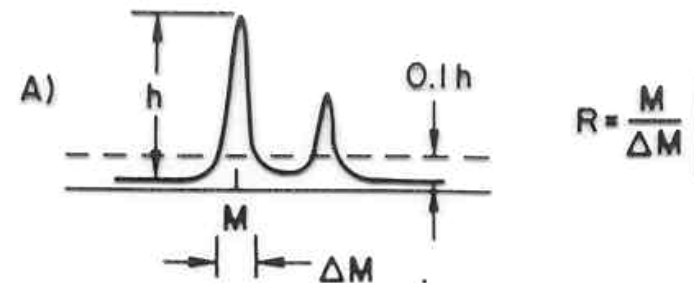
A tömegspektrométerek felbontásának definíciója

Többféle definíció lehetséges. Leggyakrabban ΔM -t a csúcsmagasság 10% vagy 50%-nál mérik. Ha az ábrán látható „B” definíciót használjuk $M/\Delta M$ -nek legalább 2000-nek kell lennie, hogy különbséget tudjunk tenni az $^{32}\text{S}^+$ $m/e=31.9720$ és az $^{16}\text{O}^+$ $m/e=31.9898$ ionok között.

Detektorok:

a tömegspektrométerek működése közben 10^{-6}A és 10^{-16}A közötti ionáramokat kell mérni:

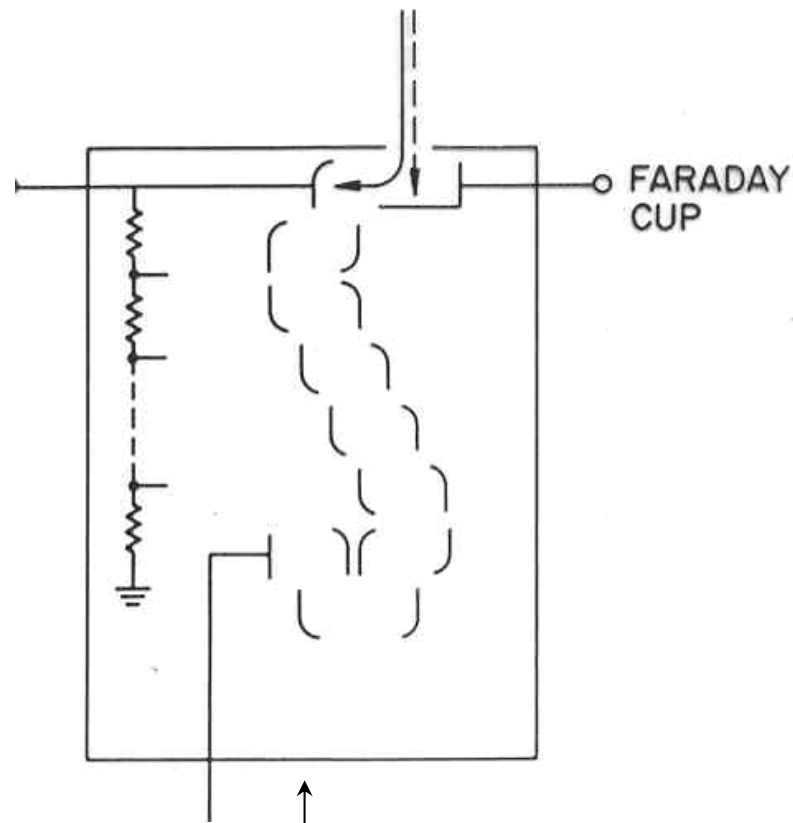
- nagy áramok mérése (10^{-6}A) Faraday-kalitka segítségével,
- kis áramok mérése ($< 10^{-10}\text{A}$) esetén elektronsokszorozó



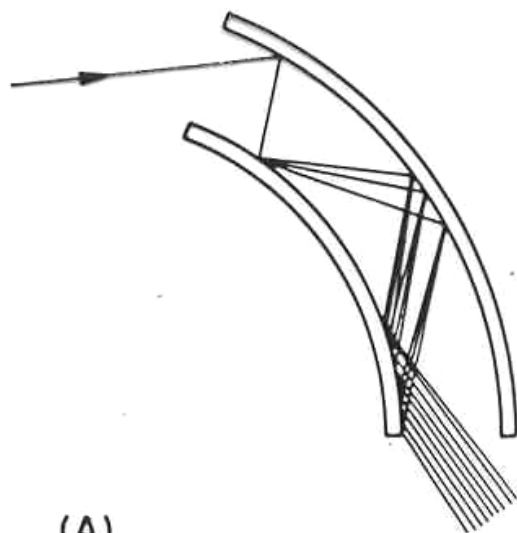
Elektronsokszorozó felépítése:

Ionok ütköznek rendszerint Cu-Be fém vagy $\text{PbO-Bi}_2\text{O}_3$ üveg felületére, ahonnan elektronokat váltanak ki. Az elektronokat nagyfeszültség segítségével elektródák között (üvegcső belsejében) gyorsítjuk.

A gyorsított elektronok a következő elektróda felületéből újabb elektronokat váltanak ki. A sokszorozás 10 elektróda esetén 10^6 .



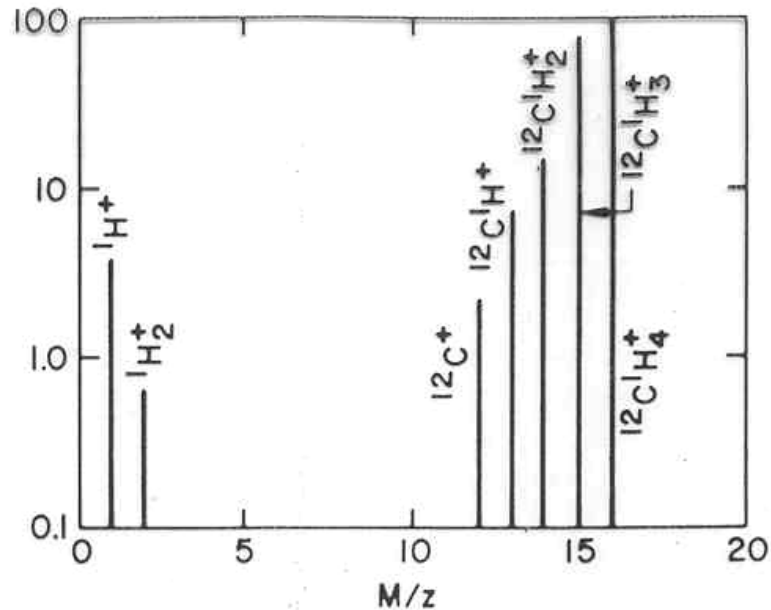
Hagyományos elektronsokszorozó Cu-Be elektródákkal



Channeltron elektron sokszorozó (pl. $\text{PbO-Bi}_2\text{O}_3$ üvegcső)

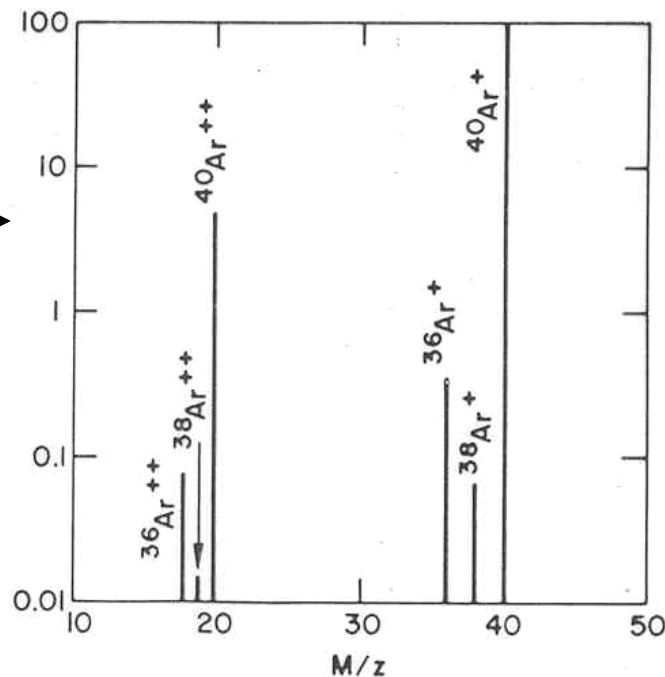
Tömegspektrumok magyarázata:

Molekulák szétesése $\text{CH}_4 \longrightarrow$



Csak metánt vizsgálunk és a tömegspektrumban egy csúcs helyett hét darab csúcsot látunk. A jelenséget a metán molekula szétesése okozza.

Izotópok jelenléte $^{36,38,40}\text{Ar}$ és többszörös ionizáció $\longrightarrow$

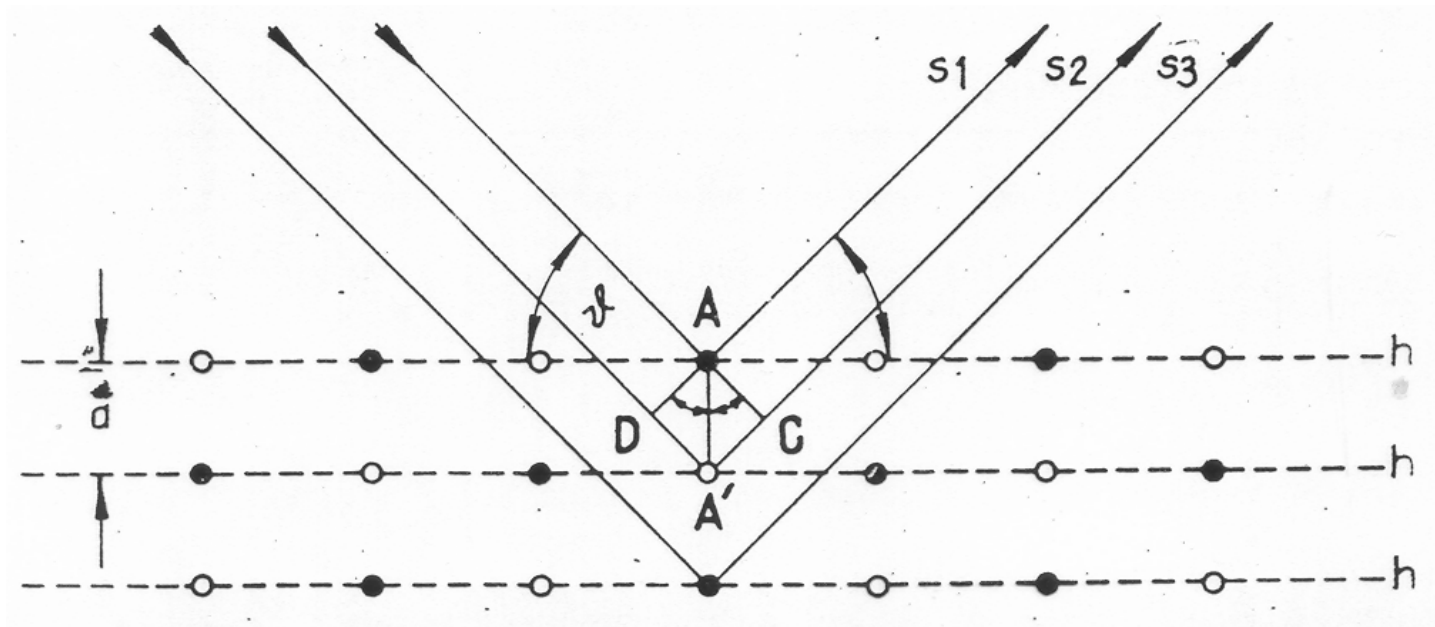


Egy anyagnak több izotópja lehet és ezeknek többszörös ionizáltjai is előfordulhatnak
A felsorolt effektusok kombinációja is előfordulhat.

A szerkezetről információt szolgáltató módszerek:

Röntgen-diffrakció:

A röntgen sugárzásnak az útjába helyezett, hullámhosszával összemérhető méretű akadályon bekövetkező interferenciája folytán előálló irányváltozás (elhajlás)



Visszavert röntgen intenzitást abban az irányban kapunk, amelyre teljesül a Bragg feltétel: $2d \sin \vartheta = m\lambda$, ahol d a síkok távolsága, λ a röntgen sugárzás hullámhossza, m rendűség

A röntgen sugárzás hullámhossza 0.1-1 nm terjed. A kristályokban az atomok távolsága hasonló nagyságrendbe esik, így a periodikusan ismétlődő atomcsoportokon elhajló röntgen sugárzás (diffrakció) mérése lehetőséget ad a kristályok szerkezetének vizsgálatára.

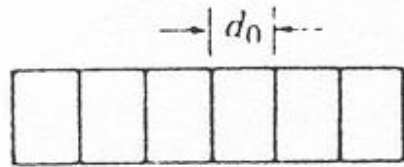
Felhasználás rétegek esetén: Bragg szögekből a kristályszerkezet meghatározása, a Bragg szögek eltolódásából a rétegen belüli feszültségek vizsgálata

Felhasználás multirétegek esetén:

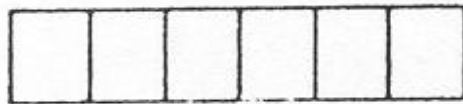
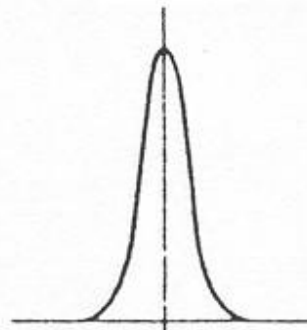
-surlódásos beesésű (kis szögű) röntgen diffrakció, a multiréteg felületére surlódóan beeső röntgen sugár a rétegek határfelületéről visszaverődik és elhajlik (interferálódik). A módszer alkalmas multirétegek határfelületi simaságának 0.2 nanométeres tartományban történő meghatározására.

- nagyszögű (20 foknál nagyobb) röntgen diffrakcióval egy rétegen belüli kristály szerkezet vizsgálható

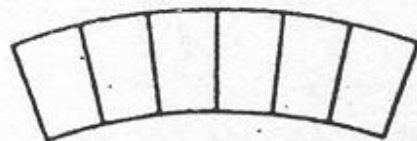
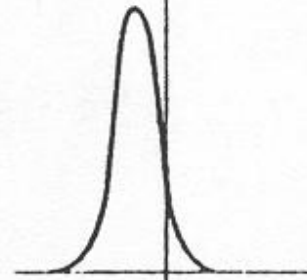
Rétegen belüli feszültség vizsgálata.



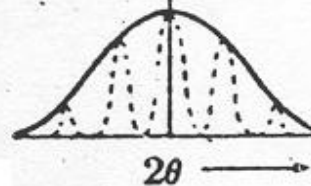
Feszültségmentes állapot



Egyenletes feszültség

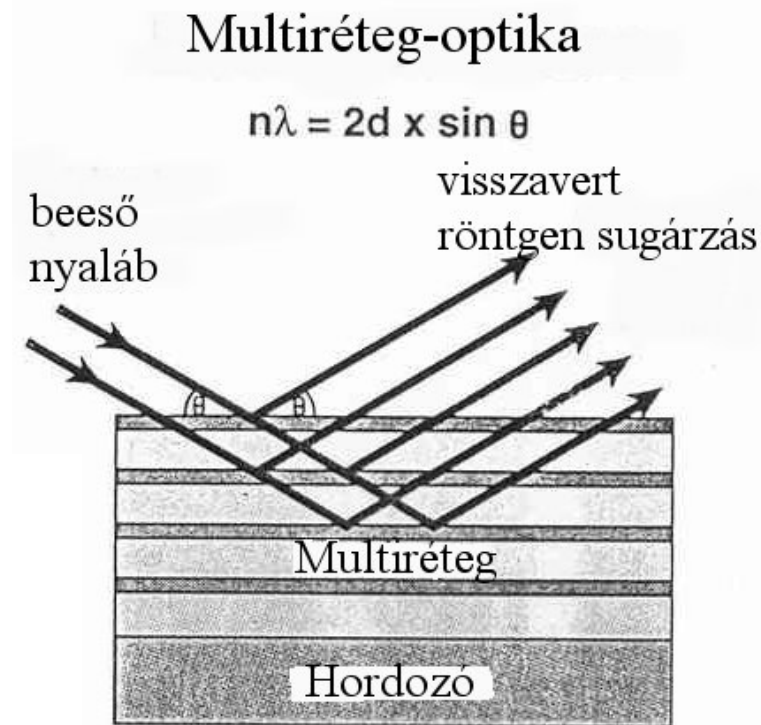
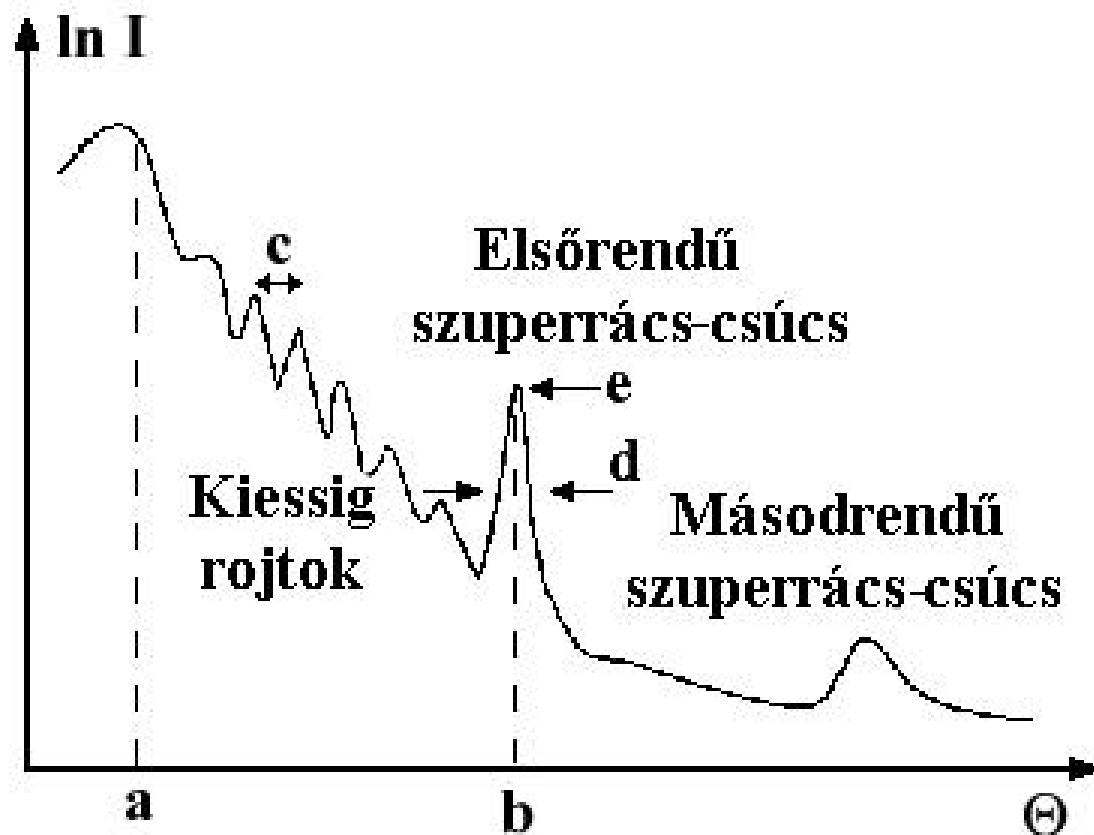


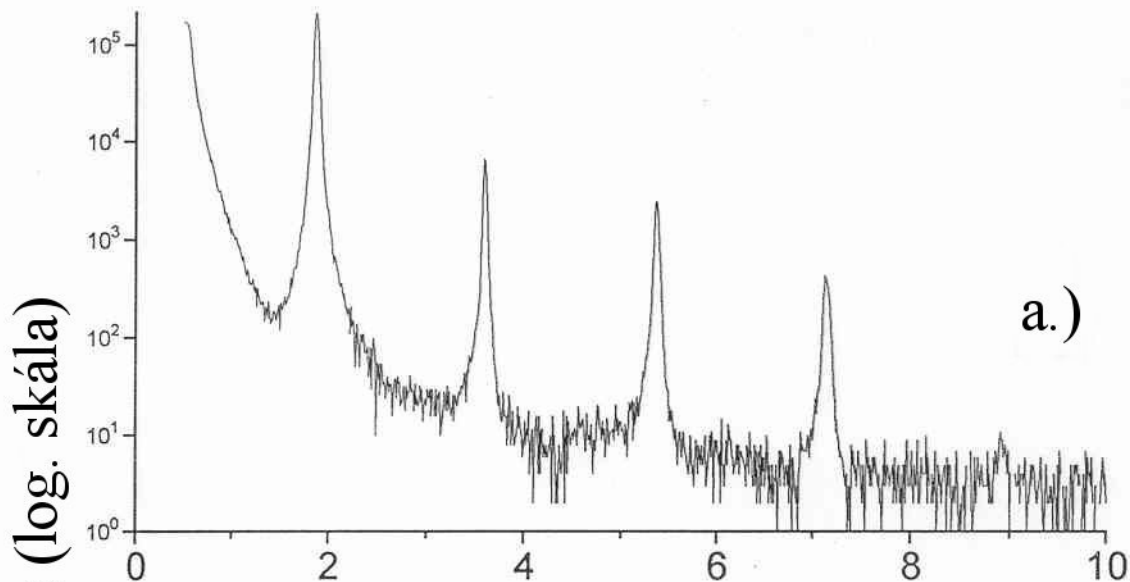
Változó feszültség



A Bragg csúcs helyzetének és alakjának változása különböző feszültséghatások esetén.

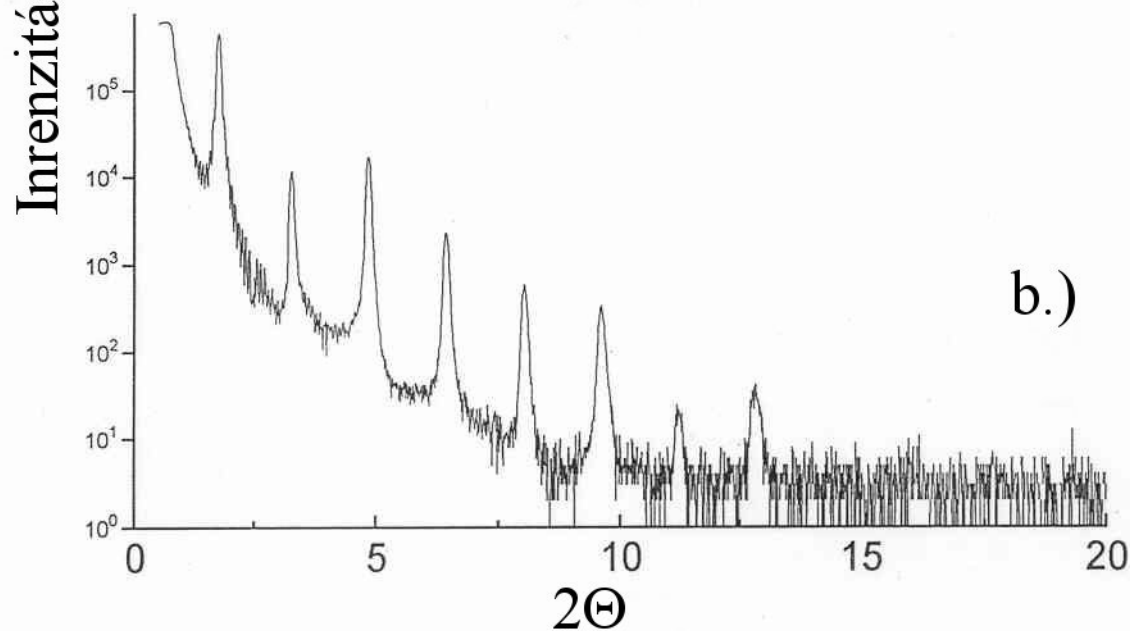
a surlódásos beesésű (kis szögű) röntgen diffrakció





**Si/Ge multiréteg
alacsonyyszögű
röntgenspektruma**

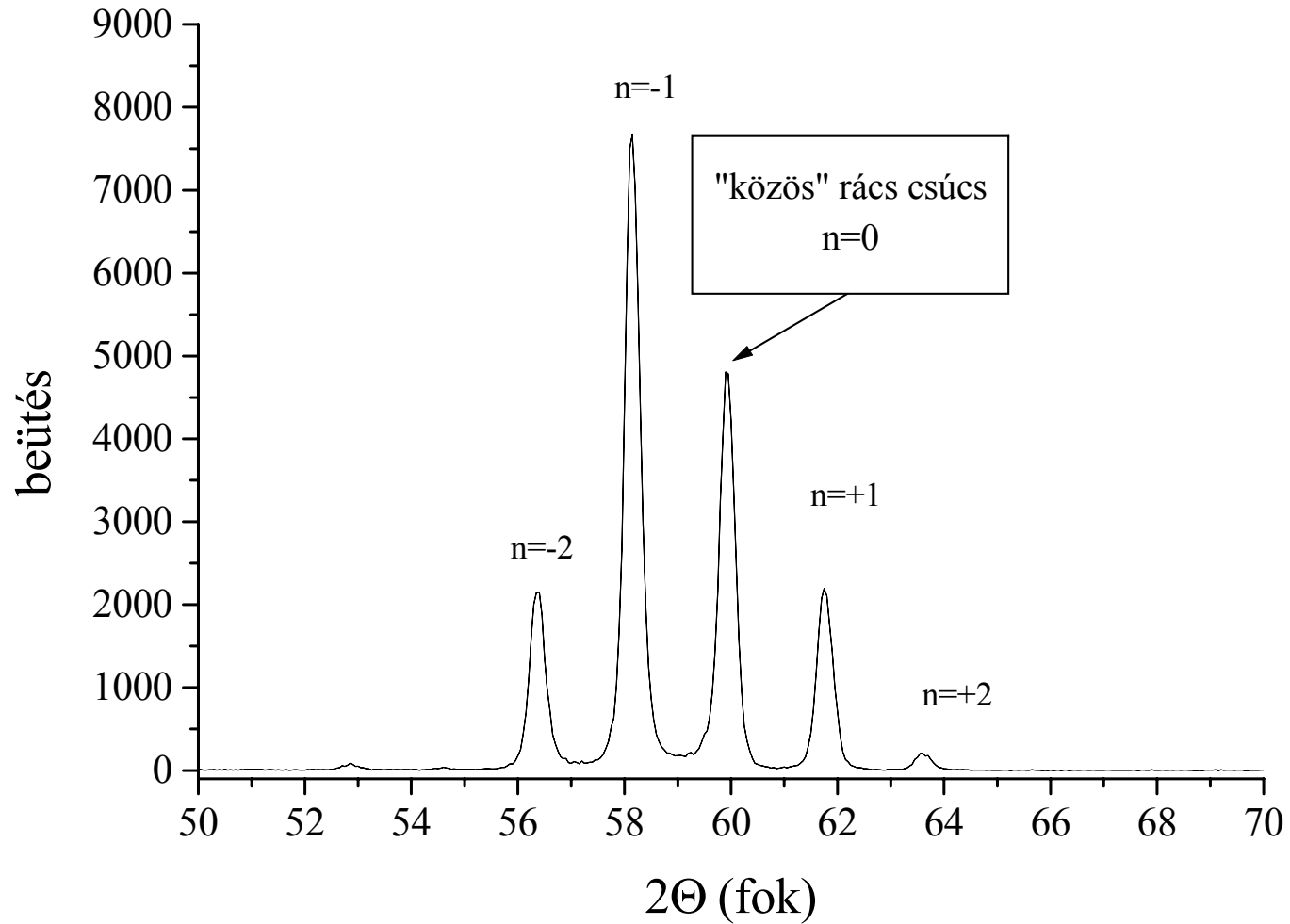
**két réteg vastagsága
5.5nm**



**Mo/V multiréteg
alacsonyyszögű
röntgenspektruma**

**két réteg vastagsága
6nm**

Nagyszögű röntgen spektrum



OPTIKAI SPEKTROSZKÓPIA

atom- és molekulaszpektrumok, színeképek szerkezete, létrejötte, elektronállapot-, rezgési- és forgási átmenetek energiája

optikai spektroszkópok szerkezete, felépítése

rés, elhajlás résen, interferencia

optikai rács, rácsfajták (síkrács, konkávrács, lépcsős rács)

prizmák

képalkotó elemek és ezek jellemzése

autokollimációs elv

prizmás- és rácsos készülékek

sugárzásgyengítők, küvetták, optikai szűrők, monokromátorok

az emberi szem, filmek, fotocellák jellemzése, tulajdonságai

emissziós-, abszorpciós- és lézeres spektroszkópiai módszerek,
UV, IR és mikrohullámú spektroszkópia