

Mérési jegyzőkönyv:

Elektronmikroszkóp vizsgálata

Rakya Péter

mérőtársak: Mezei Márk és Pósfai Márton

mérés időpontja: 2007. február 22.
ledás időpontja: 2007. február 29.

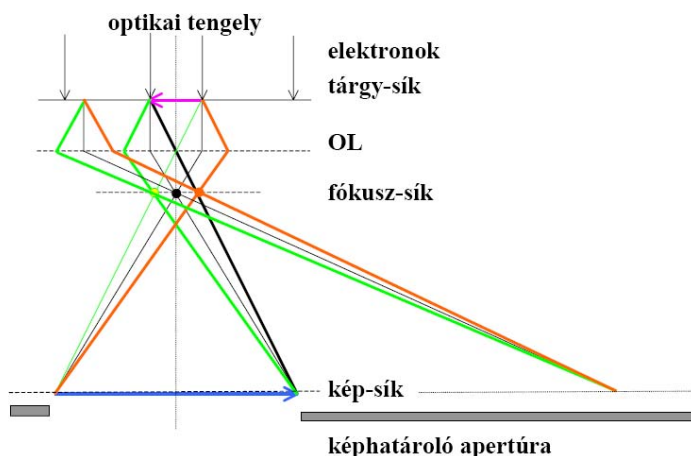
Mérésvezető:
Lábár János

1. Feladat

Ábrán ismertesse röviden a transzmissziós elektronmikroszkóp működési eleveit, főbb üzemmódjait!

Az elektronágyúból kilépő (lényegében monoenergiás) elektronnyaláb nagy kinetikus energiával rendelkező elektronjait mágneses térrel téríthetjük el, mivel a gyors elektronoknak egy elektrosztatikus mező nem tudna lényeges impulzusváltozást biztosítani. A minta elektronágyú felőli oldalán található kondezor lencsék az ágyúból kilépő elektronok egy adott méretű nyalábbb történő homogén elosztását biztosítják. A mintán való áthaladást követően az objektív lencse képe a vetítő rendszer többi lencséjére kerül, majd pedig a képrögzőtőre (pl. film, CCD). Az objektív lencse nagyítása általában rögzített 30-40-szeres, így a teljes nagyítás a vetítő rendszer nagyításától függ.

A leképezést alapvetően három leképezési hiba befolyásolja: diffrakciós hiba, szférikus aberráció és kromatikus aberráció. Ezeknek a hibáknak a következtében egy ideális pontszerű forrás egy jól definiált kiterjedéssel bíró foltba képződik. A numerikus apertúra megfelelő megválasztásával ennek a foltnak a mérete minimalizálható. A transzmissziós elektronmikroszkóp többféle kép-

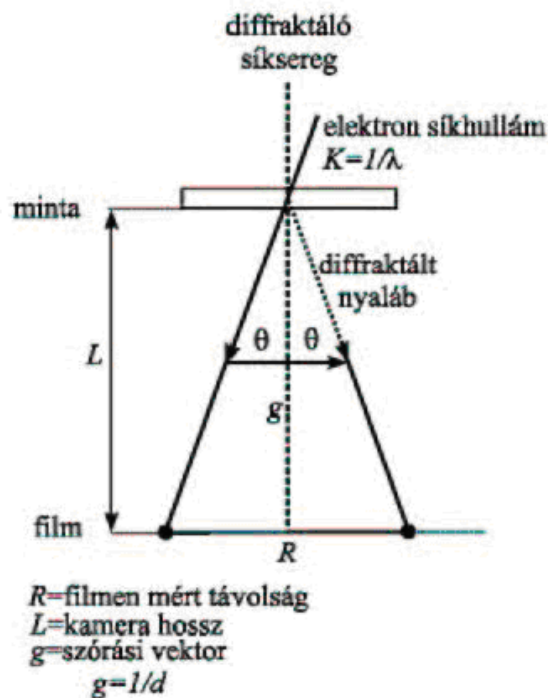


1. ábra. A kétféle képalkotás sematikus ábrája.

alkotásra is képes. A mérés során készíthetünk képet a valódi térbeli szerkezetről (ekkor a vetítőrendszerrel az objektív képsíkját képezzük le), vagy készíthetünk diffrakciós képet is (ekkor a vetítőrendszerrel az objektív fókusz-síkját képezzük le), mikor az anyag szerkezetének Fourier-transzformáltját kapjuk eredményként (1. ábra). Az elektronmikroszkóp két lehetséges üzemmódjában be lehetett azt is állítani, hogy a direkt elektronnyaláb által alkotott képet képezzük le, vagy a minta által kiszórt elektronok alkossák a képet. Az előbbi módot világos látóterű képalkotásnak (BF), a másodikat pedig sötét látóterű képalkotásnak nevezzük (DF).

2. Feladat

Vázolja fel az elektronmikroszkóp diffrakciós leképezése esetén a hullámszámvektor és annak változása (diffrakciós vektor), valamint a mikroszkóp leképezése (negatívra vonatkozó kamera hossz és a negatívon mért távolság, valamint a nagyított papírképen mért távolság) közötti szematikus összefüggést és ebből adja meg, hogy hogyan kell meghatározni a diffrakciós pont papírképen mért távolságából a reflektáló síksereg síkjainak d távolságát (ami az adatkártyán szerepel)! A 2. ábrán látható hasonló háromszögeket felismerve:



2. ábra. Az elektronmikroszkóp diffrakciós leképezésének vázlata. A képen L a kamera hossz, R a filmen mért távolság, g a szórási vektor.

$$\frac{R}{L} \approx \frac{g}{K} = \frac{\lambda}{d} = 2 \sin \theta \approx 2\theta, \quad (1)$$

mivel a kis θ szögek esetét vesszük. A képletben $K = \frac{1}{\lambda} \approx 400 \text{ nm}^{-1}$ (200 keV-es elektronokkal dolgozunk, ahol $\lambda = 0.00251 \text{ nm}$); d az egymással párhuzamos (ugyanazon (hkl) Miller-indexekhez tartozó) szomszédos síkok távolsága.

3. Feladat

Az fcc Al rácsállandója $4,0494 \text{ \AA}$. Mekkora a (200) reflexiónak megfelelő reciprokrács vektor? Mekkora távolságként lenne ez mérhető egy 100 keV-os mikroszkópban ($\lambda = 0.037 \text{ \AA}$)

és $L = 1$ m kamera hossz mellett felvett diffrakciós ábrán?

Az előző feladat (1) egyenlete, valamint a köbös rácsra vonatkozó $d_{hkl} = a / \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$ összefüggés alapján alapján jó közelítéssel igaz az, hogy:

$$R_{hkl} = \frac{L\lambda}{d_{hkl}} = \frac{L\lambda}{a} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \Rightarrow \boxed{R_{200} = 18.27 \text{ mm}} \quad (2)$$

Tehát a megadott beállítások mellett a $\mathbf{v}(200)$ vektor hossza 18.27 mm lenne.

4. Feladat

Mit jelent, hogy egy adott Bravais-rácsot kioltási szabály jellemez? Lapcentrált köbös (fcc) valós térbeli kristályrács esetén mi a kioltási szabály (melyik reciprokrács vektorok látszanak a diffrakciós ábrán)?

Adott kristályrács esetén azokban a (hkl) reflexiókra, amelyekre az

$$F_{hkl} = \sum_j f_j e^{2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)} \quad (3)$$

szerkezeti amplitúdó (j szerint a Bravais-cella bázisaira összegzünk) nullát ad, a bázisok atomjairól érkező szórt hullámok kioltják egymást. Az $F_{hkl} = 0$ feltételt teljesítő (hkl) Miller-indexekre vonatkozó algebrai összefüggéseket nevezzük kioltási szabályoknak. Lapcentrált köbös (fcc) kristályrács esetén a Bravais-cella 4 bázisainak koordinátái:

j	x_j	y_j	z_j
1	0	0	0
2	1/2	1/2	0
3	0	1/2	1/2
4	1/2	0	1/2

A szórási amplitúdóról feltételezve, hogy minden bázisra $f_j = f$:

$$F_{hkl} = f \left[1 + \cos(\pi(h+k)) + \cos(\pi(k+l)) + \cos(\pi(h+l)) \right] \quad (4)$$

Ez akkor és csak akkor lesz nulla (és lesz kioltás), ha a Miller-indexek közül pontosan kettőnek egyezik meg a paritása. Diffrakciós képet tehát akkor kapunk, amikor mindhárom Miller-index paritása megegyezik. A szerkezeti amplitúdó eltűnése független a mérési körülményektől, így nem jelenhet meg a kioltás helyén diffrakciós folt. Ezzel ellentétben, abban az esetben ha a Bravais-rács nem primitív, megjelenhetnek más effektusok is, melyek kioltást eredményeznek, ezek azonban az alkalmazott méréstechnikától függenek. Általában a bázisokra vonatkozó szimmetriákra vezethetőek vissza az ilyen kioltások: csúszósíkok, vagy csavartengelyek jelennek meg, stb.

5. Feladat

Mi az a zónatengely?

A zónatengely a reciprokrács adott síkjának pontjai által meghatározott síkseregek közös metszészvonala. (Mindegyik reciprokrácsvektor merőleges egy valós síkseregre.) A zónatengely tehát *merőleges a vizsgált diffrakciós síkra*, így a kis hullámhosszú „elektronmegvilágítást” érdemes éppen ebből az irányból irányítani, tehát a zónatengely egy valós iránynak tekintendő. Zónatengely irányából nézve a direkt rácsot, az atomokat oszlopos rendben való elhelyezkedése jellemzi.

6. Feladat

Egy adott zónatengely irányából elektron síkhullámmal megvilágított egykristály diffrakciós ábráját vizsgálja.

a.) Mekkora szöget zárnak be (külön-külön) az ábrán látható egyes (a középpontból a diffrakciós pontokba mutató) reciprokrács vektorok a zónatengellyel?

- A definíciók alapján, amit a jegyzet is közöl, világos, hogy a zónatengely merőleges a középpontból a diffrakciós pontokba mutató reciprokrács vektorokra.

b.) Függ-e a szög attól, hogy milyen kristályosztályba tartozó kristályt vizsgálunk?

- A definícióban nem szerepel megkötés a kristályosztályra, így az érvényes bármilyenre a belőle származtatott következményekhez hasonlóan. Így tehát a szög nem függhet a kristályosztálytól.

c.) Függ-e a szög attól, hogy mekkora energiájú elektronokkal vettem fel a diffrakciós ábrát?

- Az előző érveléshez hasonlóan belátható, hogy a szög az elektronok energiájától sem függ.

7. Feladat

Köbös valóstérbeli rácsnak milyen a reciprokrácsa? Milyen típusú Miller-index-szel jellemzett irányból kell nézni a reciprokrácsot, hogy négyzetrácsot lássunk?

Szilárdtest fizikai tanulmányaink során megtanultuk, hogy köbös rácsnak a reciprokrácsa is köbös. Ahhoz, hogy négyzetrácsot lássunk egy kétdimenziós, azaz zónatengely irányából megvilágított rács diffrakciós képén, [100] típusú irányból kell nézni a direkt rácsot, vagyis a köbös rács valamelyik oldalára merőlegesen. (Hiszen ekkor kapunk olyan síkot, mely négyzetrácsot tartalmaz és a négyzetrács Fourier-transzformáltja szintén négyzetrács.)

8. Feladat

Tudja, hogy saját diffrakciós felvételen az erős (nagy intenzitású) pontok az Al reflexióinak felelnek meg.

a.) A mellékelt diffrakciós adatkártya (JCPDS 4-787) segítségével határozza meg, hogy melyik típusú reflexiók lehetnek ezek és mekkora a kamera állandó ($L\lambda$)!?

Az alumínium a megkapott (JCPDS 4-787) diffrakciós adatkártya alapján köbös rácsban kristályosodik, melynek rácsállandója $a = 4.0494 \text{ \AA}$. A diffrakciós felvételen egy négyzetrács látható. Az előző feladat szerint tehát egy az origóhoz legközelebbi pont (pl A_1) egy (100) típusú síksereg diffrakciós képeinek felel meg, ha ezt a 4. feladatban említett kioltási szabály nem akadályozná meg. Megmutattuk, hogy csak azonos paritású indexekkel ellátott síkseregeről kaphatunk képet, így a képen egy adott (origóhoz legközelebbi) pontnak mondjuk (200) lehet egy jó indexelése. A diffrakciós kártya alapján ehhez a síksereghez $d = 2.024 \text{ \AA}$ síktávolság tartozik. Köbös rács esetén:

$$R_{hkl} = \frac{L\lambda}{d_{hkl}} = \frac{L\lambda}{a} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}, \quad (5)$$

ahol R_{hkl} az Al mátrixában az origótól mért távolságok. A pontok kiterjedését és a négyzetrácsjelleg tulajdonságait figyelembe véve, kézenfekvőnek tűnik a szemközti pontpárok távolságát megmérni és egy megfelelő egész számmal osztani a mért értéket. Megjegyezzük, hogy az (5) egyenlet nem érzékeny arra, ha összefésüljük a négyzetrács mindkét irányában mért értékeket, melyeket az alábbi táblázat szemléltet (A d távolságokat az adatkártyáról olvashatjuk le a Miller-indexek segítségével.):

vektor	távolság R [mm]	Miller-index (hkl)	d [\AA]	Kamera állandó ($L\lambda$) [$\text{mm}\text{\AA}$]
$\overrightarrow{OA_1}$	47.3 ± 0.5	(200)	2.024	96 ± 1
$\overrightarrow{OA_{-1}}$	47.3 ± 0.5	($\bar{2}00$)	2.024	96 ± 1
$\overrightarrow{OA_2}$	94.75 ± 0.25	(400)	1.0124	95.9 ± 0.3
$\overrightarrow{OA_{-2}}$	94.75 ± 0.25	($\bar{4}00$)	1.0124	95.9 ± 0.3
$\overrightarrow{OB_1}$	47.0 ± 0.5	(020)	2.024	95 ± 1
$\overrightarrow{OB_{-1}}$	47.0 ± 0.5	(0 $\bar{2}0$)	2.024	95 ± 1
$\overrightarrow{OC_{1-1}}$	67.0 ± 0.25	($\bar{2}20$)	1.431	95.9 ± 0.4
$\overrightarrow{OC_{-11}}$	67.0 ± 0.25	($\bar{2}20$)	1.431	95.9 ± 0.4

A táblázatban a vonal alatti rész azoknak a pontoknak az adatait szemlélteti, melyek a négyzetrácsban átlós irányban helyezkednek el az origótól. A távolságukat hasonlóan mérhetjük, az indexeket pedig úgy számolhatjuk ki, hogy előállítjuk olyan vektorok összegeként, melyeket az origóból a négyzetek oldalai mentén mérünk fel. Sajnos az általam vizsgált nagyított képen csak 4 pontpár távolságát lehet lemérni. (Ez nyolc pont origótól mért távolságát jelenti, azonban ezek közül csak

4 releváns) (A nem az origón átmenő szakaszokkal nem érdemes próbálkozni, mert a leképezés hibájából eredő effektusokkal ezek csak pontatlanítanák a mérést.) A távolságmérések igyekeztem a javasolt 0.5 mm pontossággal leolvasni, ezt jó közelítéssel be is tartottam. Egyszerű hibaszámolósos eljárással ekkor a kameraállandóra az alábbi érték adódik:

$$L\lambda = (95.7 \pm 0.6) \text{ mm}\text{\AA} \quad (6)$$

b.) Ha tudja, hogy a 200 keV-es elektronok hullámhossza 0.0251 \AA , akkor mekkora kamerahossznak felel ez meg? Ez adja az alábbi feladatokhoz az ábra belső kalibrációját.

Az előző feladrész eredményét felhasználva a kérdésre a válasz nagyon egyszerűen adódik:

$$L = (3800 \pm 30) \text{ mm} \quad (7)$$

A számolásokkor eltekintettünk az elektronok hullámhosszának 10^{-5} nagyságrendű hibájától. A felvétel kiértékelésében a diffrakciós pontok kiterjedése okozza a legnagyobb hibát. Ezért egyrészt az átellenben lévő pontok egymástól mért távolságát határoztuk meg, másrészt minél távolabbi pontokat választottunk. Így a középpontól mért távolságot értelemszerűen, egy osztással határoztuk meg.

9. Feladat

Az előző feladat eredményét felhasználva és a köbös kristályra érvényes (8) összefüggés segítségével (vektoriálisan helyesen) indexelje be a látott reflexiókat, valamint ellenőrizze, hogy a foton mért szögekkel összhangban van-e indexelése.

$$\cos \varphi = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2} \sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}} \quad (8)$$

Az alábbi táblázatban összegezzük a diffrakciós ábrán bejelölt pontokra vonatkozó, az előző feladatban meghatározott indexeit:

vektor	hogyan áll elő	indexek (hkl)
\vec{OA}_1	\vec{OA}_1	(200)
\vec{OA}_{-1}	$-1 \cdot \vec{OA}_1$	($\bar{2}$ 00)
\vec{OA}_2	$2 \cdot \vec{OA}_1$	(400)
\vec{OA}_{-2}	$-2 \cdot \vec{OA}_1$	($\bar{4}$ 00)
\vec{OB}_1	\vec{OB}_1	(020)
\vec{OB}_{-1}	$-1 \cdot \vec{OB}_1$	(0 $\bar{2}$ 0)
\vec{OC}_{1-1}	$\vec{OA}_1 + \vec{OB}_{-1}$	($\bar{2}$ $\bar{2}$ 0)
\vec{OC}_{-11}	$\vec{OA}_{-1} + \vec{OB}_1$	($\bar{2}$ 20)

Számoljuk ki az alábbi ponthármasok által bezárt szögeket (O az origót jelenti):

$$\angle(A_1OB_1) = \arccos\left(\frac{2 \cdot 0 + 0 \cdot 2 + 0 \cdot 0}{\sqrt{2^2 + 0^2 + 0^2} \sqrt{0^2 + 2^2 + 0^2}}\right) = \arccos 0 = 90^\circ$$

mérve: $\angle(A_1OB_1) \approx 90^\circ$

$$\angle(A_1OA_{-2}) = \arccos\left(\frac{2 \cdot (-4) + 0 \cdot 0 + 0 \cdot 0}{\sqrt{2^2 + 0^2 + 0^2} \sqrt{(-4)^2 + 0^2 + 0^2}}\right) = \arccos(-1) = 180^\circ$$

mérve: $\angle(A_1OB_1) \approx 180^\circ$

$$\angle(A_1OC_{1-1}) = \arccos\left(\frac{2 \cdot 2 + 0 \cdot (-2) + 0 \cdot 0}{\sqrt{2^2 + 0^2 + 0^2} \sqrt{2^2 + (-2)^2 + 0^2}}\right) = \arccos \frac{1}{\sqrt{2}} = 90^\circ$$

mérve: $\angle(A_1OB_1) \approx 45^\circ$

Látjuk hogy az összevetett értékek valóban nem ellentmondóak, vagyis az indexelésünk összhangban van a méréssel.

10. Feladat

Határozza meg az elektronsugár irányát (mely zónatengely felől nézzük)!

Az 5. és 6. feladatokban részletesen ismertettük a zónatengely tulajdonságait: A zónatengely merőleges az összes diffrakciós ábrán látható reciprokrácsvektorra. A zónatengely irányát tehát két alumínium reciprokrácsvektor vektoriális szorzata adja. Így pl. [200] és [020] szorzatából:

$$\text{Legyenek: } \mathbf{v}(200) = 2\mathbf{A} + 0\mathbf{B} + 0\mathbf{C} = 2\mathbf{A} \quad \mathbf{u}(020) = 0\mathbf{A} + 2\mathbf{B} + 0\mathbf{C} = 2\mathbf{B} \quad (9)$$

Mivel köbös szerkezetről van szó, ezért: $\mathbf{A} \times \mathbf{B} = \mathbf{C}$. Így

$$\mathbf{v} \times \mathbf{u} = (2\mathbf{A}) \times (2\mathbf{B}) = 4\mathbf{C} \sim \mathbf{C}. \quad (10)$$

Tehát a zónatengelyünk a reciprokrácsban [001] irányú. Mivel azonban a zónatengely valós fogalom, érdemes a direkt rácshoz viszonyítani. Mivel a reciprokrács vektorok merőlegesek az ugyanolyan indexű síkseregre, a zónatengely irányát a (001) Miller-indexű síksereg normális irányával is megadhatjuk.

11. Feladat

Hány különböző (szimmetria miatt ekvivalens) indexelése lehet az adott hkl -reflexióknak?

Köbös kristály esetén a Miller-indexek csak azonos paritású számokat tartalmazhatnak, tehát a (200) típusú a legkisebb felhasználható. A tengelyeket szabadon választhatjuk meg, azaz a hkl indexek szabadon permutálhatóak, irányukat is beleértve. Az egyetlen megkötés, hogy két reciprokrács vektor összege is reciprokrácsvektor legyen, és hogy ez koordinátáinként is teljesüljön.

Ez utóbbi azt jelenti, hogy pl. egy (100) típusú és egy (010) típusú vektor összege (110) típusú legyen. Az első vektor (x) megválasztására így $3 \cdot 2$ (3 helyre írhatunk ± 2 -t) lehetőségünk van, a második vektor (y) már csak 4 (2 helyre írhatunk ± 2 -t) féleképpen választható meg. Ahhoz hogy megtartsuk a tengelyrendszer jobbkezes irányítottságát, a harmadik (z) tengely indexelése már egyértelmű. Így 24-féle ekvivalens indexeléssel láthatjuk el a reciprokrácsot. Az alábbi táblázat 3 ekvivalens indexelést mutat be:

vektor	Első típus $(hkl)_1$	Második típus $(hkl)_2$	Harmadik típus $(hkl)_3$
$\overrightarrow{OA_1}$	(200)	(00 $\bar{2}$)	(020)
$\overrightarrow{OA_2}$	(400)	(00 $\bar{4}$)	(040)
$\overrightarrow{OB_1}$	(020)	(020)	(200)
$\overrightarrow{OB_{-1}}$	(0 $\bar{2}$ 0)	(0 $\bar{2}$ 0)	($\bar{2}$ 00)
$\overrightarrow{OC_{1-1}}$	(2 $\bar{2}$ 0)	(0 $\bar{2}$ $\bar{2}$)	($\bar{2}$ 20)

12. Feladat

Foglalja össze röviden a precipitációs keményedés lényegét!

A precipitációs keményedés olyan kétkomponensű anyagoknál lehetséges, amelyek fázisdiagramján megtalálható egy szilárd oldat, egy kétfázisú rész és egy intermetallikus fázis is (a mellékelt fázisdiagrammon jelölve az összetétellel együtt). Szükséges még egy hőmérséklettől függő telítettségi görbe a szilárd oldat és a kétfázisú rész határán és az, hogy az intermetallikus fázis egy meghatározott arányra legyen jellemző, függőleges szakasz határozza meg.

Beoldó hőkezelés után kvencselt anyag szerkezete a gyors lehűtés miatt nem tud megváltozni a beoldó hőkezelés utánihoz képest, így a szilárd oldat fázisra jellemző szerkezettel találkozhatunk. A beoldó hőkezelés után lassan hűtött anyagban a hőmozgás miatt kialakuló nagy diffúziós úthossz a szemcsehatárokon elinduló változásokat okoz, hiszen ott a leglazább a kristályszerkezet. Az $Al-Cu$ rendszerben egyensúlyi körülmények között a fázisdiagramon γ -val jelölt intermetallikus fázis válik ki a szemcsehatárokon, idegen fázis kerül a kristallitok közé, amely hátrányos mechanikai tulajdonságokat okoz.

A kvencselt anyag szerkezetében viszonylag alacsony hőmérsékleten a kicsi diffúziós úthossz miatt sok kicsiny mag körül kezd kiválni az intermetallikus fázis. Ha nagyon hosszú ideig öregítjük a mintát, ezek a magok növekszenek, a sok kicsiny magból kevesebb nagy lesz, ahogyan a rendszer a kétfázisú állapot felé törekszik. A kvencselt anyagban jellemzően könnyen terjedhetnek diszlokációk, amelyeket az öregítéssel megjelenő sok kicsiny mag jelentősen gátol a mozgásban, ekkor az anyag igen kemény, előnyös tulajdonságai vannak például a repülőgépipar számára. A túlregített mintában jelentősen lecsökken a magok száma, így az anyag felpuhul, tulajdonságai a kevincselt anyagéhoz hasonlóak. Láthatjuk, hogy a minta termikus előéletére lehet következtetni a kiválások vizsgálatából.

13. Feladat

Az Al -reflexiók fenti mérését kalibrációként használva határozza meg a mért diffrakciós ábráról, hogy a halvány pontok mekkora d -értékeknek felelnek meg!

A már ismertetett technikával végeztük el a mérést. A d -értéket a (2) egyenlettel számíthatjuk ki, relatív hibáját pedig a kamera állandó (szisztematikus) relatív hibájából és a távolságmérés relatív hibájából származtatható:

$$\frac{\delta d}{d} = \frac{\delta(L\lambda)}{L\lambda} + \frac{\delta R}{R}$$

Az adatokat az alábbi táblázat szemlélteti:

Vektor	Hossz: R [mm]	d [Å]	relatív hiba
\vec{Oa}_1	33.00 ± 0.25	2.93 ± 0.04	1.5 %
\vec{Oa}_2	33.50 ± 0.25	2.89 ± 0.04	1.5 %
\vec{Oa}_3	32.50 ± 0.25	2.96 ± 0.04	1.5 %
\vec{Oa}_4	32.75 ± 0.25	2.95 ± 0.04	1.5 %
\vec{Ob}_1	28.75 ± 0.25	3.36 ± 0.05	1.6 %
\vec{Ob}_2	28.75 ± 0.25	3.36 ± 0.05	1.6 %
\vec{Ob}_3	28.25 ± 0.25	3.42 ± 0.05	1.6 %
\vec{Ob}_4	28.25 ± 0.25	3.42 ± 0.05	1.6 %
\vec{Ob}'_4	56.75 ± 0.25	$1/2(3.41 \pm 0.04)$	1.2 %
\vec{Ob}'_{-4}	56.75 ± 0.25	$1/2(3.41 \pm 0.04)$	1.2 %
\vec{Ob}'_1	57.50 ± 0.25	$1/2(3.36 \pm 0.04)$	1.2 %
\vec{Ob}'_{-1}	57.50 ± 0.25	$1/2(3.36 \pm 0.04)$	1.2 %

A táblázatban láthatóan csoportosítva vannak az értékek annak függvényében, hogy milyen mértékben hordozhatják ugyanazt a információt. Mérési hibán belül így igazából csak két releváns adatunk van:

$$|\vec{Oa}| = (2.93 \pm 0.04) \text{ Å} \quad |\vec{Ob}| = (3.39 \pm 0.04) \text{ Å} \quad (11)$$

A DF képek alapján eldönthető, hogy a halvány diffrakciók valószínűleg több kristallit járulékaként értelmezhetőek, mivel a képeken egymáshoz viszonyítva különböző irányban elfordult kiválások láthatóak. Az egymáshoz 90° -ban elfordult alakzatok így tehát legalább két különböző kristallit miatt jöhettek létre.

14. és 15. Feladat

Állapítsa meg, hogy a halvány reflexiók a tetragonális metastabil Θ' , vagy az egyensúlyi tetragonális Θ fázistól származnak-e?

- metastabil tetragonális fázis Θ' : $a = 4,077 \text{ \AA}$, $c = 5,81 \text{ \AA}$
- egyensúlyi tetragonális fázis Θ : $a = 6,065 \text{ \AA}$, $c = 4,873 \text{ \AA}$

A síkok távolságára érvényes formula:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (12)$$

Az alábbi táblázat a két típusú fázisra vonatkozó d távolságokat tartalmazza, melyeket a fenti egyenlet segítségével lehet meghatározni:

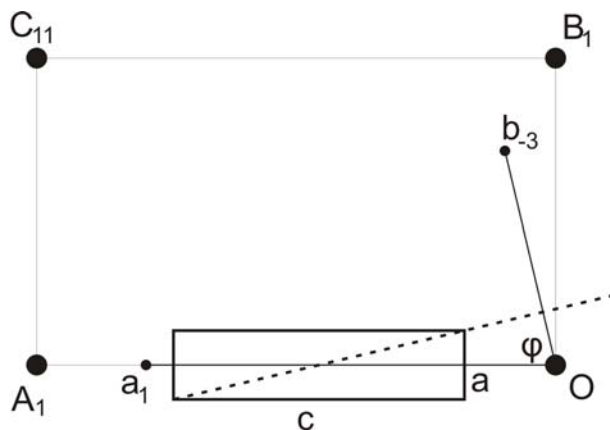
Miller-index (hkl)	Θ' fázisban d [\AA]	Θ fázisban d [\AA]
(001)	5,81	4,87
(002)	2,91	2,44
(003)	1,93	1,62
(100)	4,08	6,07
(101)	3,34	3,80
(102)	2,37	2,26
(103)	1,75	1,57
(200)	2,04	3,03
(201)	1,92	2,57
(202)	1,67	1,90
(203)	1,40	1,43
(300)	1,36	2,02
(301)	1,32	1,87
(302)	-	1,56
(110)	2,88	4,28
(111)	2,58	3,21
(112)	2,05	2,12
(113)	1,61	1,52
(210)	1,82	2,71
(211)	1,74	2,37
(212)	1,54	1,81
(213)	1,33	1,39
(220)	1,44	2,14
(221)	1,40	1,96
(222)	-	1,61
(310)	-	1,98
(311)	-	1,78
(312)	-	1,51
(320)	-	1,68
(321)	-	1,59
(322)	-	1,38
(330)	-	1,43
(331)	-	1,37

A táblázatban a $d > 1,3 \text{ \AA}$ eredményt adó sorok szerepelnek csak, ezek ugyanis elegendőek mérési eredményeink osztályozásához.

A táblázatbeli értékek és a mérési adatok összehasonlításából az alábbi eredmények adódnak: az \vec{Oa} vektorok egyértelműen Θ' fázis adják és a (002), vagy hibahatáron belül az (110) indexű reflexióktól származnak. Az \vec{Ob} vektorok pedig egyértelműen Θ' fázis (101) reflexiójától származnak. Az eredményekből levonhatjuk a következtetést, hogy csak Θ' fázist látjuk, tehát a minta nincs túlóregedve.

16. Feladat

A mintáról készült DF képek alapján, melyeket két irányból készítettünk el, biztosan állítható, hogy mivel a kiválások két egymásra merőleges irányból nézve is pálca formájúnak látszódnak, a kiválások négyzetlapok. Érdekes kérdés megvizsgálni azt is, hogy a kiválások celláinak milyen a relatív orientációja az Al mátrixához képest. A 3. ábra a diffrakciós ábra egy kinagyított



3. ábra. A kétféle képalkotás sematikus ábrája.

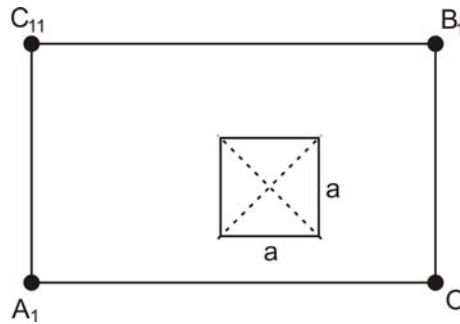
részét ábrázolja néhány kiválasztott ponttal, melyek megegyeznek a diffrakciós ábrán bejelölt pontokkal. Tegyük fel, hogy az \vec{Oa} reciprokrácsvektorok a (002) reflexiótól származnak. Ekkor a tetragonális cellát két forgási szabadságtól eltekintve a 3. ábrán látható módon helyezhetjük el. (Az \vec{Oa} vektor merőleges a tetragonális szerkezet fedőlapjára.) A kettő forgás közül az egyik 90° -os elfordulásoknak felel meg az ábra síkjára merőleges tengely körül. (Ugyanilyen reflexiótól adódhat a többi „a” pont is, azonban megmutatjuk, hogy az $a_{\pm 4}$ és $a_{\pm 2}$ pontok nem származhattak ettől a reflexiótól.) A másik forgási szabadság a cella magasságtengelye körüli forgás lehetne, azonban, ha feltesszük, hogy néhány b pont is ilyen cellaállítás egyéb reflexióitól származhat, csak olyan beállítások lehetségesek, melyekben a cella téglalap oldala párhuzamos a diffrakció síkjával. Ekkor ugyanis a b pontok a (101) típusú reflexióknak tudhatók be. (A 3. ábrán szaggatottal bejelölt, a lap síkjára merőleges sík.) Erre a síkseregpre merőlegesnek kellene lennie valamelyik \vec{Ob} vektornak. Hogy enne utánajárjunk, számítsuk ki a 3. ábrán bejelölt φ szöveget. Könnyen utánagondolhatunk, hogy:

$$\angle(a_1 O b_{-3}) = \varphi = \arctan \frac{c}{a} \approx 56^\circ \quad (13)$$

A diffrakciós ábrán megmérve ugyanezt a szöveget nagyon jó egyezést tapasztalunk. Ezt a szöveget természetesen az ellentétes irányban is felmérhetjük (b_2 pont). Különböző a pontokhoz ilyen módon hozzárendelhetjük a b pontokat az ugyanolyan cellabeállítások értelmében:

$$\begin{aligned}
 a_1 &\leftrightarrow b_{-3}, b_2 \\
 a_{-1} &\leftrightarrow b_{-2}, b_3 \\
 a_3 &\leftrightarrow b_1, b_4 \\
 a_{-3} &\leftrightarrow b_{-1}, b_{-4}
 \end{aligned}
 \tag{14}$$

Ezek a cellák egymáshoz képest 90° -kal vannak elforgatva a 3. ábrára merőleges tengely körül. Ebben a konstrukcióban azonban nem találtunk párokat az $a_{\pm 2}$ és $a_{\pm 4}$ pontokhoz. Az alábbiakban megmutatjuk, hogy ezek egy másik cellaállítás reflexióihoz tartoznak. A 4. ábra megint a diff-



4. ábra. A kétféle képalkotás sematikus ábrája.

rakciós ábra egy kinagyított része, benne pedig az $a_{\pm 2}$ és $a_{\pm 4}$ diffrakciópontokért felelős cella. Az előző feladatrészen ugyanis megemlítettük, hogy az \vec{Oa} vektorok származhatnak az (110) reflexiótól is. Az ilyen típusú reflexiók az ábrán szaggatottan bejelölt síkoktól származhatnak. Ezek egymásra merőlegesek és a normálvektoraik épp a $\vec{Oa_{\pm 2}}$ és $\vec{Oa_{\pm 4}}$ reciprokvektor irányúak. A kristallitok celláinak tehát két típusú beállítását különböztettük meg, azonban ha belegondolunk a felvázolt cellák térbeli elhelyezkedésére, rájövünk, hogy lényegében nincs is köztük különbség: mindkét esetben a cellák oldalai párhuzamosak az Al rács oldalaival. Ezzel tehát meg is adtuk a kiválás és az Al mátrix relatív orientációját.