



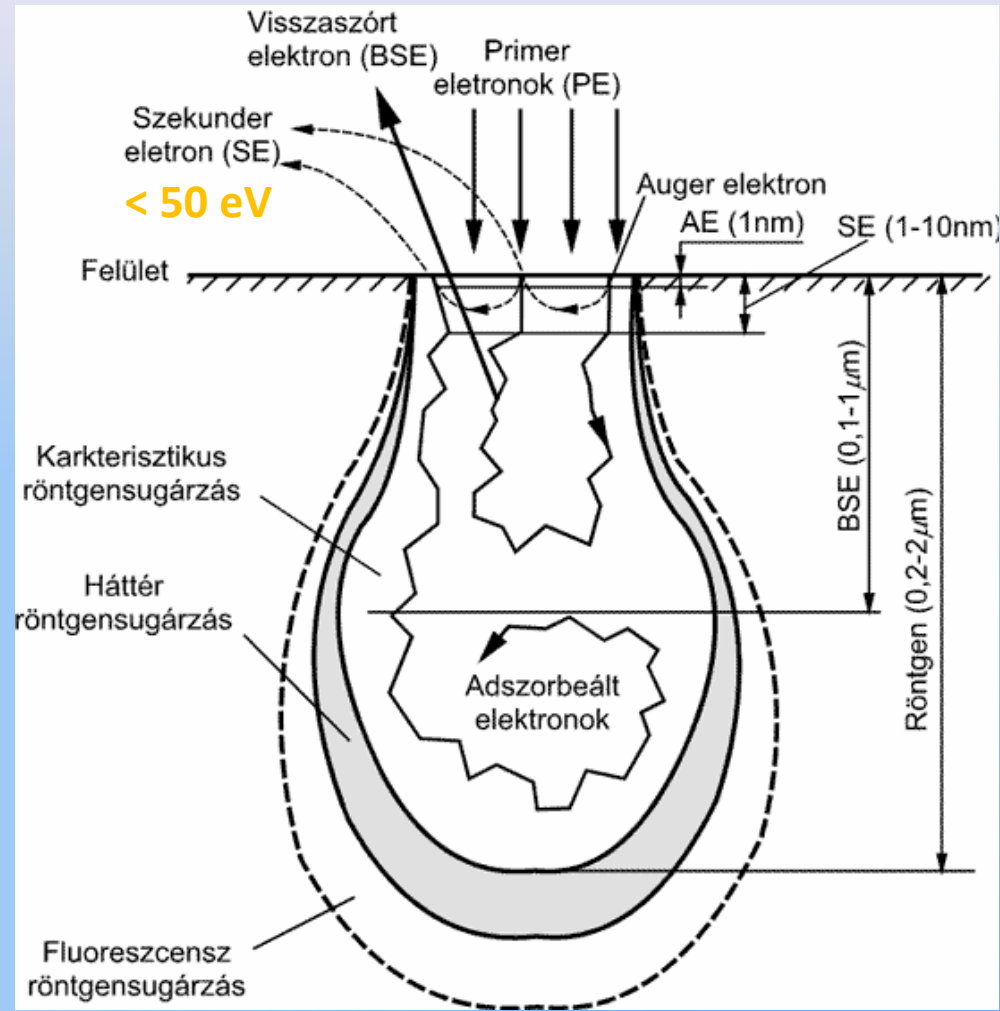
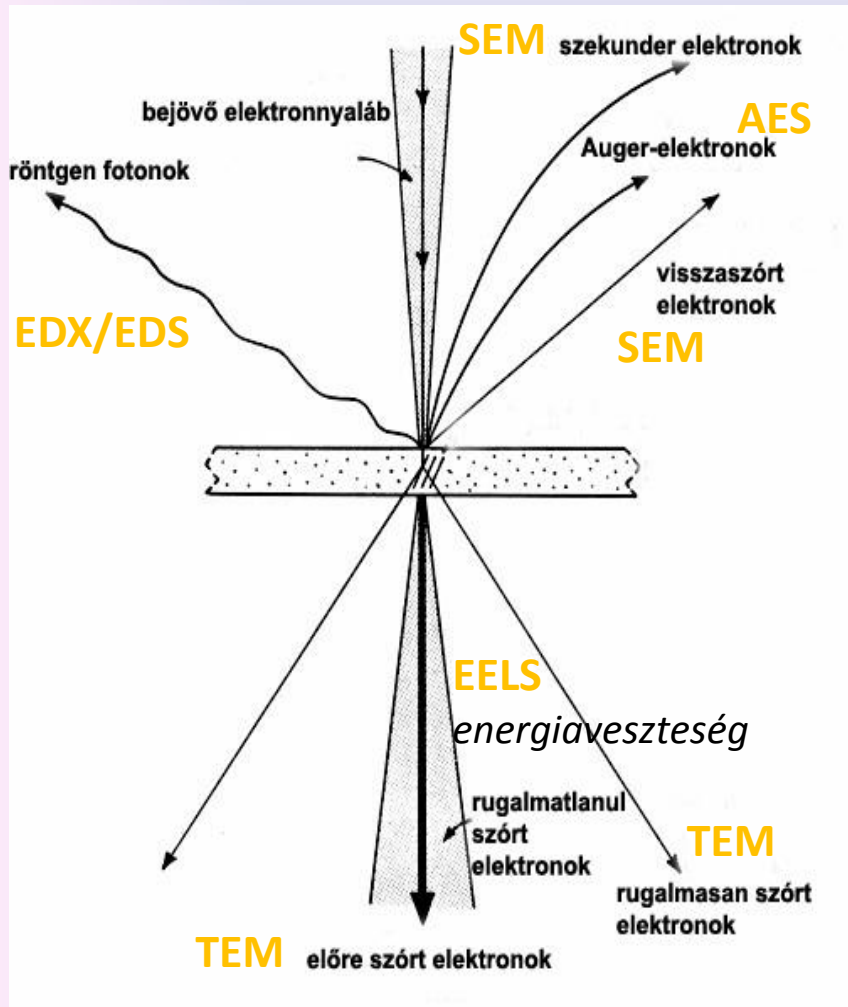
**Az anyag és az elektronsugárzás  
köölcsönhatásain alapuló anyagvizsgálati  
módszerek áttekintése (Elektron  
spektroszkópia (Auger, XPS) és mikroszkópia  
(SEM, TEM))**

**Dr. Rácz Adél, tudományos munkatárs,  
EK MFA  
[racz.adel@energia.mta.hu](mailto:racz.adel@energia.mta.hu)**

# Vázlat

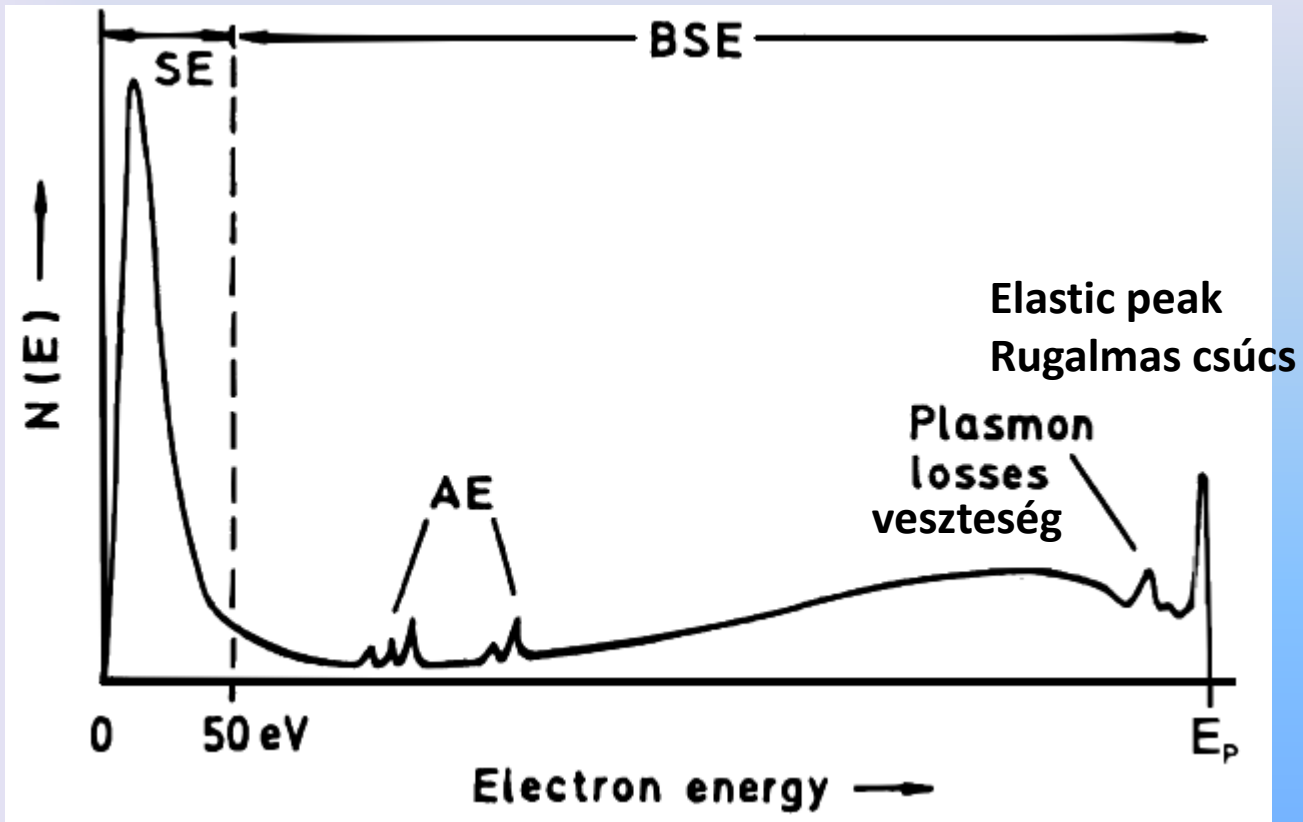
- Elektron-anyag kölcsönhatás: „termékek”
- Auger elektron spektroszkópia (AES)
- Röntgen-fotoelektron spektroszkópia (XPS/ESCA)
- Pásztázó elektron mikroszkópia (SEM)
- Transzmissziós elektron mikroszkópia (TEM)

# Folyamatok



<http://metal.elte.hu/oktatas/alkfizlab/meresleirasok/SEM3.pdf>

[https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tamop425/0033\\_SCORM\\_MFFAT6101/sco\\_32\\_03.htm](https://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tamop425/0033_SCORM_MFFAT6101/sco_32_03.htm)



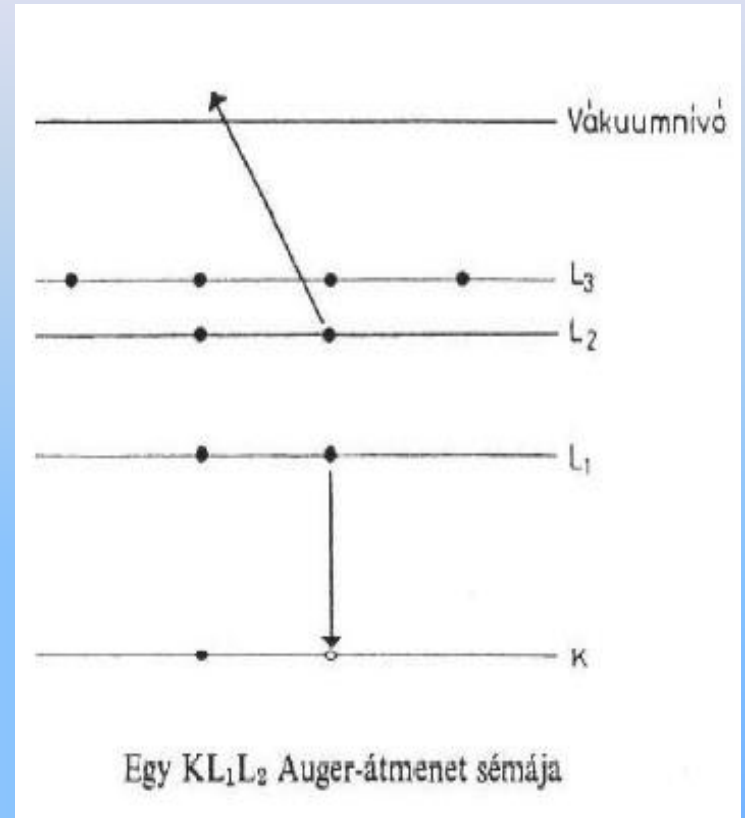
Reimer, L. 1998. Scanning Electron Microscopy. 2nd edn. Heidelberg: Springer Verlag. ISBN 3-540-63976-4.

- Felületanalitika: AES, XPS, ARXPS
  - Ultranagy **vákuum** (UHV):  $10^{-9}$  mbar
- Mikroszkópia: SEM, TEM
  - Nagy **vákuum**:  $10^{-5}$  mbar

1Pa=0.01 mbar

# Auger elektron spektroszkópia (AES)

- Bombázás **1-10 keV**-os elektron nyalábbal
- $E_{KLL} = E_K - E_{L1}^* - E_{L2}^*$
- Rugalmatlan szabad úthossz: néhány tized nm!



# Koncentráció számolás

$$I_A = I_0 \sigma_A(E_p) [1 + r_M(E_A, \Theta)] T(E_A) \int_0^\infty N_A(z) \exp\left[\frac{-z}{\cos \theta \lambda_M}\right]$$

$I_0$  a primer elektronáram erőssége és  $E_p$  a primer elektronok energiája,  $\sigma_A(E_p)$  a W-héjon történő Auger átmenet hatáskeresztmetszete,  $r_M(E_A, \alpha)$ , az elektron visszaszórási tényező,  $E_A$  az Auger energia (az adott Auger átmenetből származó elektronok kinetikus energiája,  $T(E_A)$  a berendezés transzmissziós együtthatója,  $N_A(z)$  az A atom  $z$  mélység szerinti eloszlása,  $\lambda_M$  az  $i$ . elemből kilépő elektron közepes szabad úthossza,  $\Theta$  az elektron pályájának a szöge a felület normálisához képest.

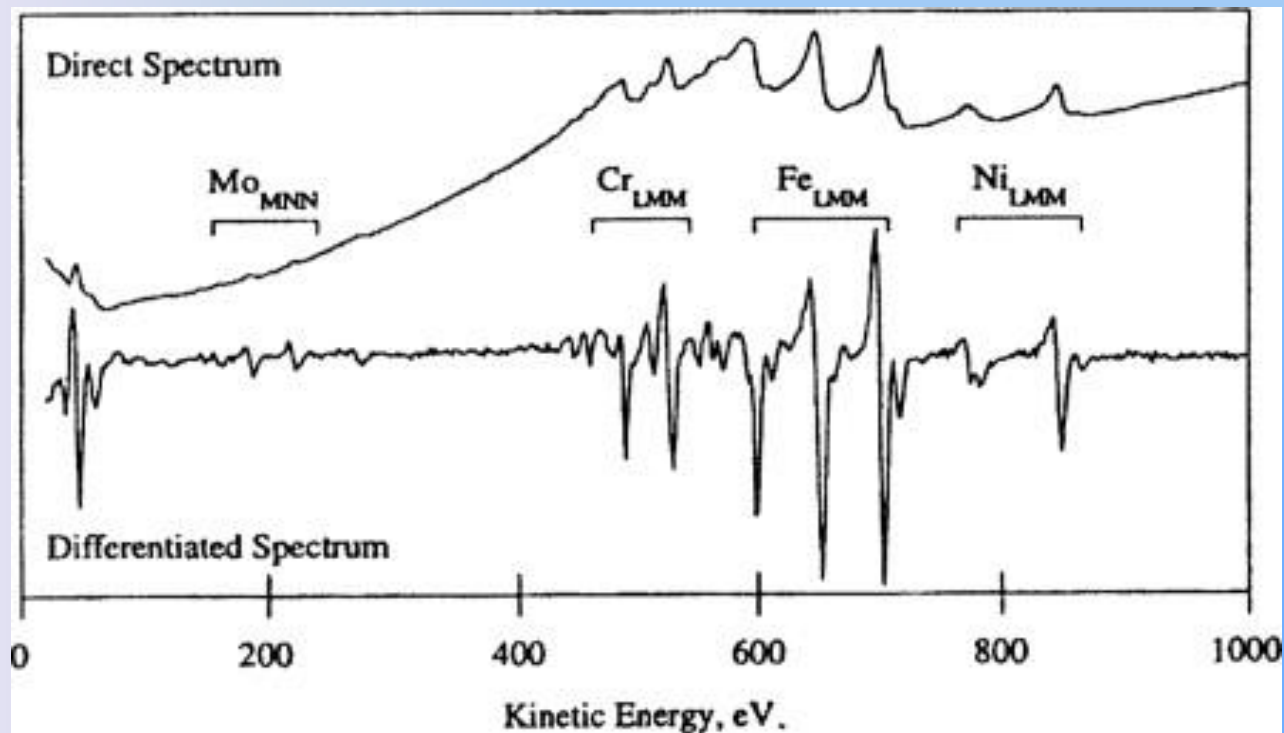
$$I_A = I_0 S_i N X_i$$

**Érzékenységi tényezők**

$$X_i = \frac{I_i(WXY)/S_i}{\sum_k I_k(WXY)/S_k}$$

# Spektrumok

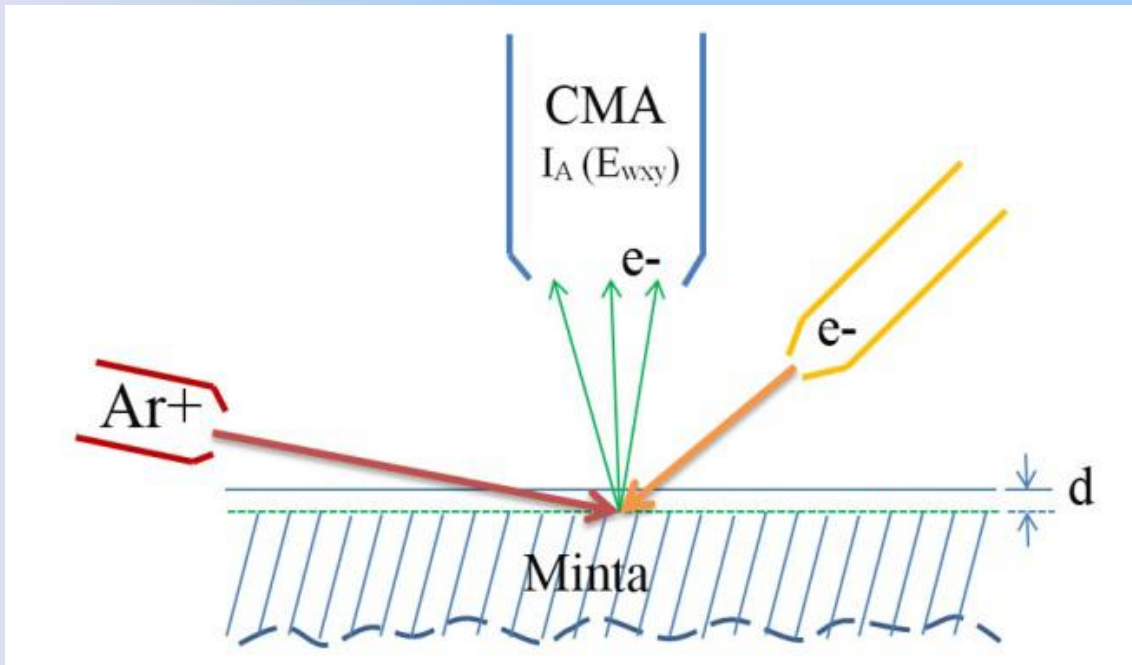
- Differenciális: háttér csökkentése
- Direkt: csúcsfelbontás kötésiállapot meghatározására





# Mélységi profilírozás

- minta bombázása argon ionokkal - > *mélységi koncentráció eloszlás*
- felületi durvulás, keveredés elkerülésére minta forgatás, súrlódó beesés, kis energia (1 keV)



# AES módszer jellemzői

- H és He kivételével minden elem kimutatására alkalmas.
- Érzékenység: 1-5 at%
- Információs mélység: 3 atomi réteg
- Laterális felbontás: kb. 10 nm
- Ionporlasztással kiegészítve mélyebb rétegek is (mélységi profilok)
- Szigetelő mérése problémás lehet

# Röntgen-fotoelektron spektroszkópia (XPS)

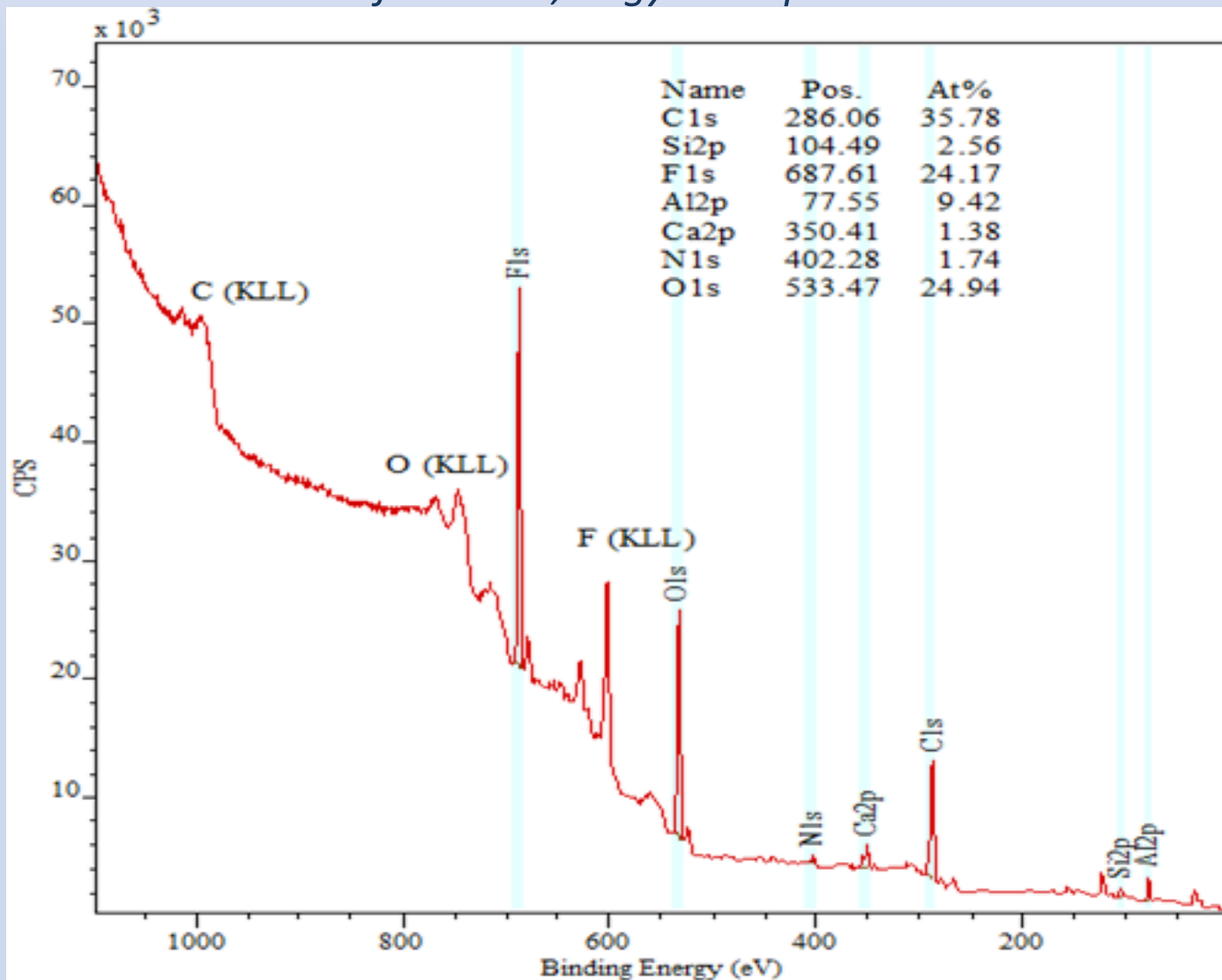
- A vizsgált mintát **150-1500 eV** energiájú fotonokkal (röntgensugárral) gerjesztjük és a sugárzás által keltett elektronokat detektáljuk energiájuk szerint szétválasztva.
- $E_{\text{röntgen}} = E_{\text{kin}} + E_{\text{kötési}}$
- *Röntgensugárzás* keltése: Izzó wolfram szálból (katód) kilépő elektronok magnézium/alumínium anódot bombáznak

# Mennyiségi elemzés

- **Áttekintő spektrum:** kisebb felbontás, nagyobb lépésköz

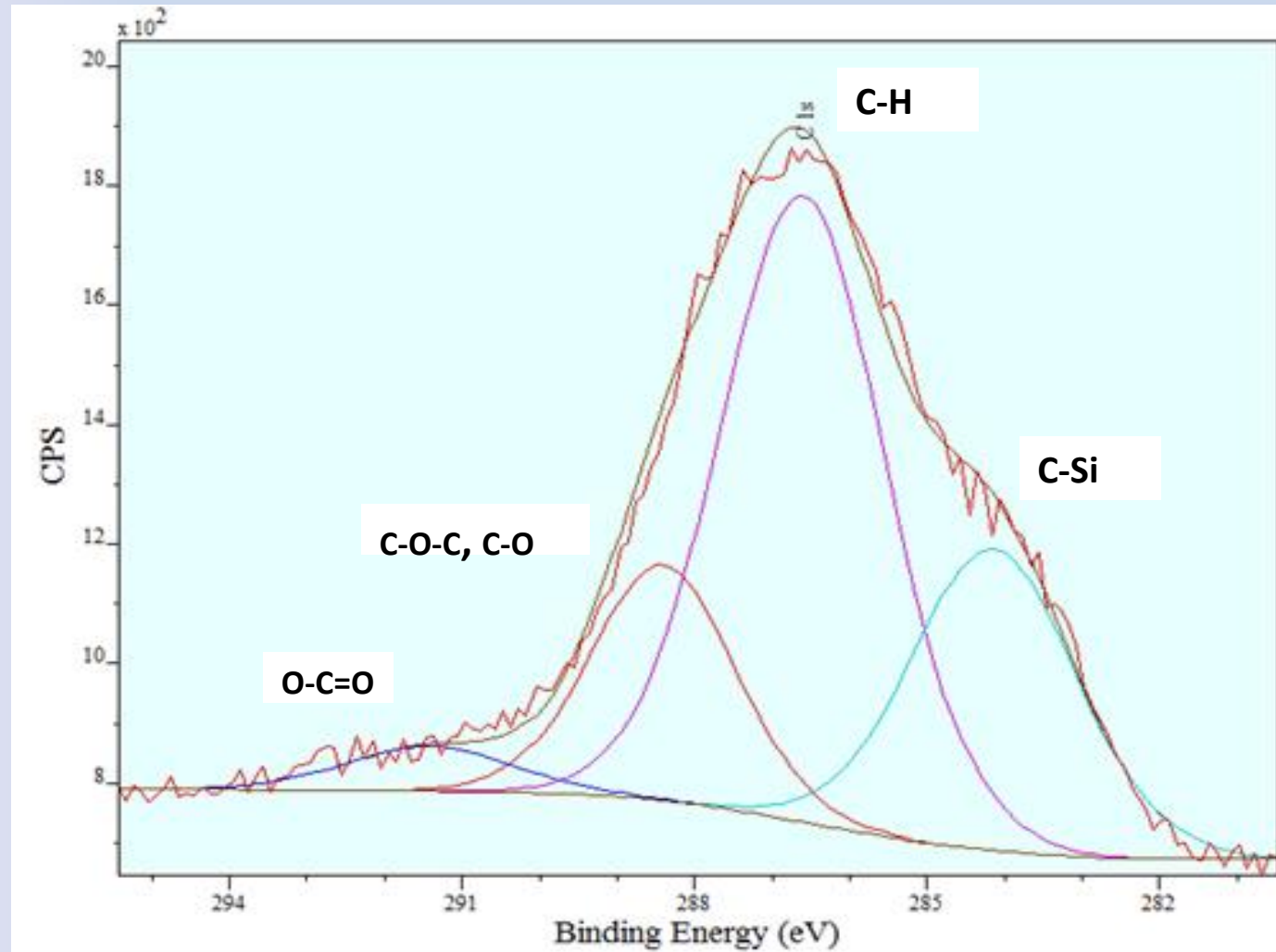
$$c_x = \frac{n_x}{\sum_i n_i} = \frac{I_x/S_x}{\sum_i I_i/S_i}$$

Csúcs alatti  
területek



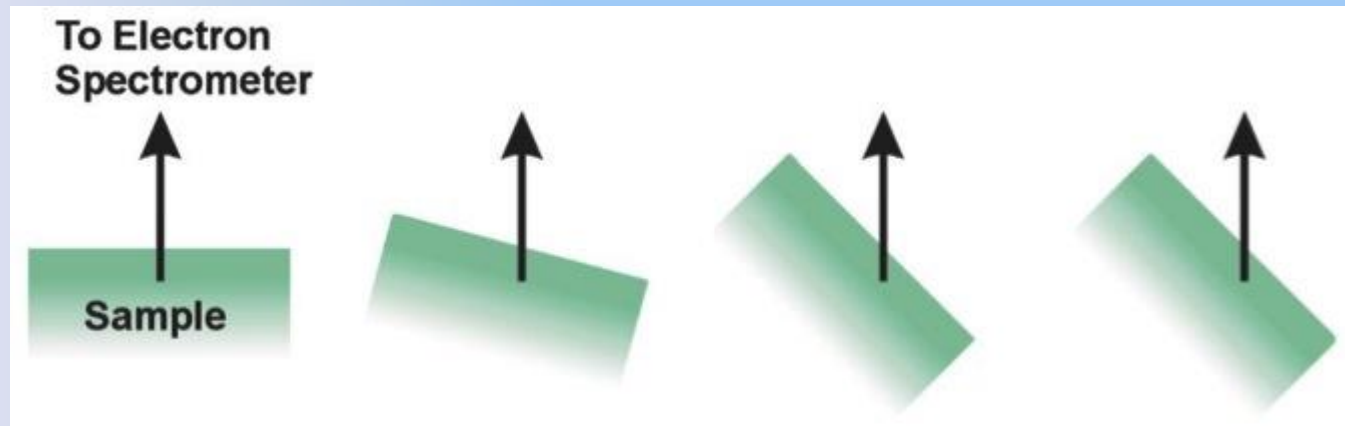
# Kötésállapotok, részletes spektrum

Nagy felbontás, kis lépésköz a fotoelektron csúcs szűk környezetében



# Szögfüggő XPS (ARXPS)

- Ha a réteg túl vékony, a mélységi profilírozáshoz
- Ha a porlasztás károsítaná a mintát -> nem destruktív technika
- A minta döntésével különböző mélységből kapjuk az információt – kb. *maximum* 10 nm mélységig



[https://xpssimplified.com/angle\\_resolve\\_xps.php](https://xpssimplified.com/angle_resolve_xps.php)

# XPS módszer jellemzői

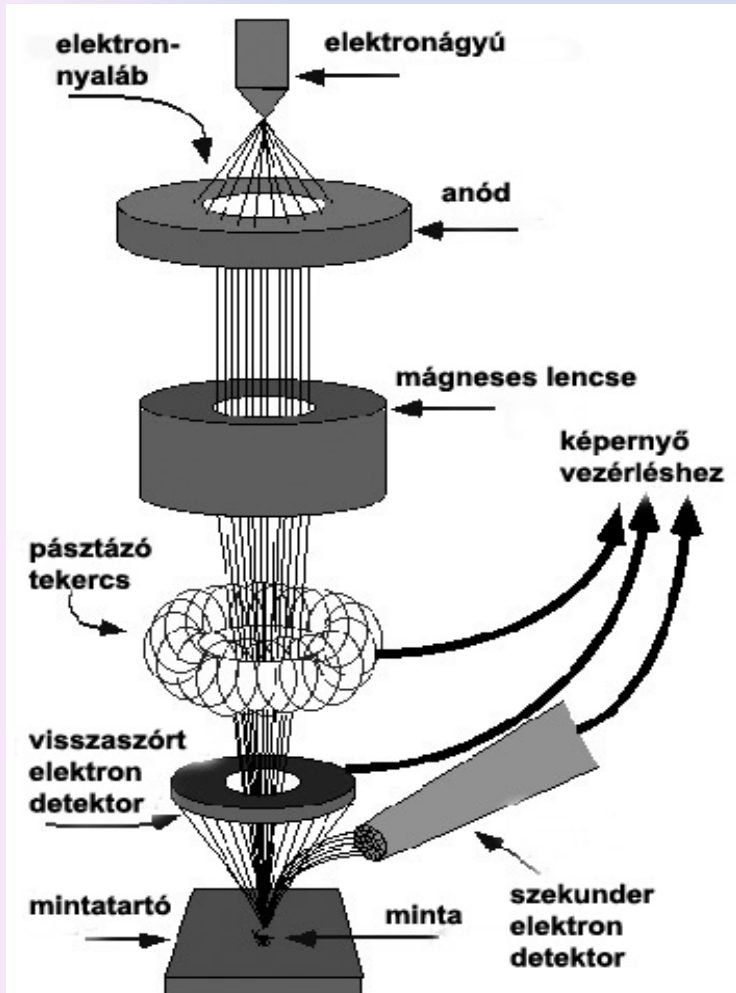
- H és He kivételével minden elem kimutatására alkalmas.
- Érzékenység: 0.1 at%
- Információs mélység: 5-10 atomi réteg
- Laterális felbontás: 2-5  $\mu\text{m}$ , szinkrotron sugárzással kb. 20 nm
- Mélységi profilok: porlasztás + szögfüggő XPS
- Szigetelő mérésre is alkalmas (néhány eV-os töltődés –kompenzálás)

# Pásztázó elektron mikroszkópia (SEM)

- A vizsgálathoz szükséges elektronok forrása az elektronágyú, mely elektronnyalábot állít elő. - **200 eV-35 keV**
- A kis átmérőjű (min. 1nm) nyalábbal pontról-pontra végigpásztázza minta felületét. Az elektronok kölcsönhatásba lépnek a vizsgált anyaggal, detektorok az ekkor keletkező jeleket detektálják.
- A detektorok jele modulálja egy megjelenítő képernyő pontjainak intenzitását. Ha a mintafelület emissziója megváltozik, ez a változás a képernyőn is megjelenik (szinkronban pásztázás a mintafelületen és a képernyőn).
- Tehát a mintáról pontról pontra vett információt ugyanabban a sorrendben jeleníti meg egy képernyőn, így áll elő a kép. Nincs klasszikus értelemben vett (optikai) képképzés, a *képet elektronikus módon állítja elő.*

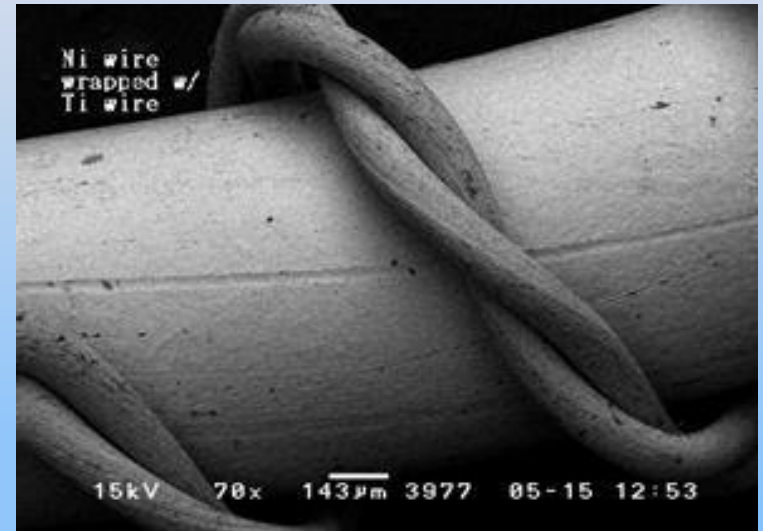
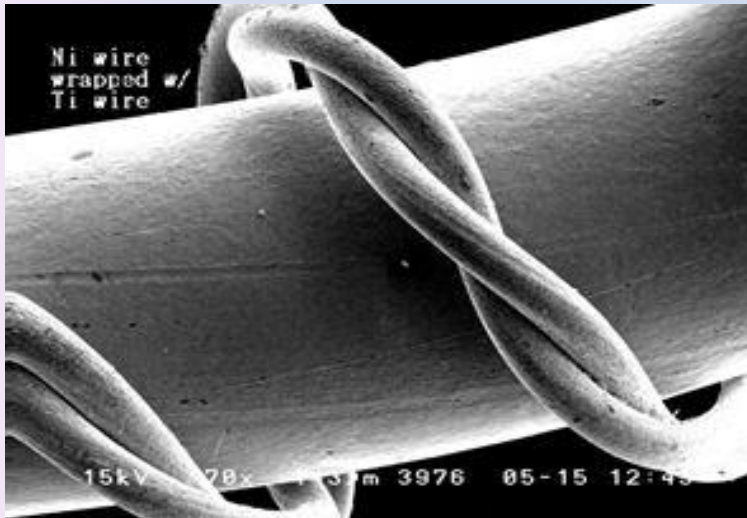


# Pásztázó elektron mikroszkópia (SEM)



- Elektronforrás: katód, V-alakban hajlított volfrám (W) izzószál, (vákuumigénye:  $10^{-5}$  mbar)
- Elektronok energiája:  **$E=0,2-30\text{keV}$**
- Elektromágneses lencserendszer: jól fókuszált sugárnyaláb előállításához
- Detektorok: szekunder elektron detektor, visszaszórt elektron detektor, *röntgen detektor : EDS/EDX*
- Elektromosan vezető minta kell – szigetelő minták előkészítése

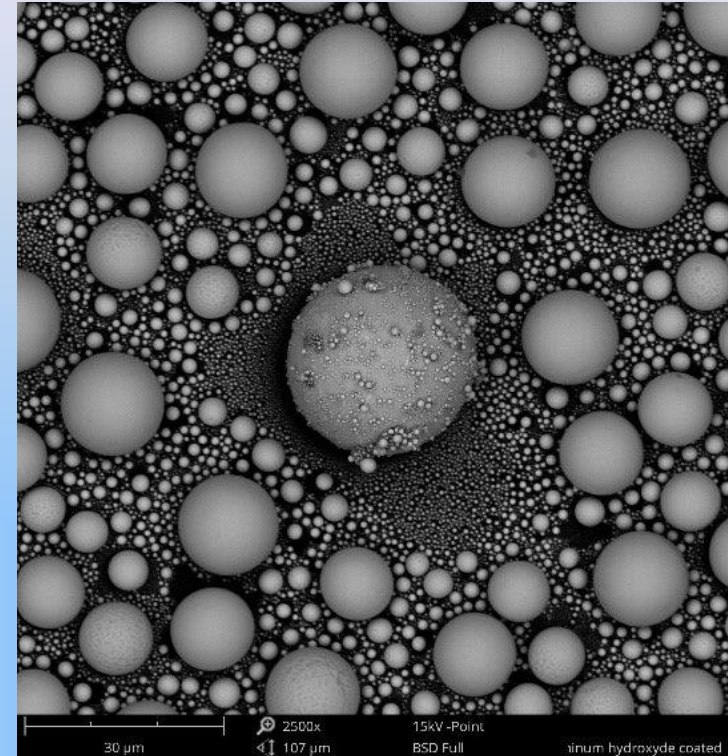
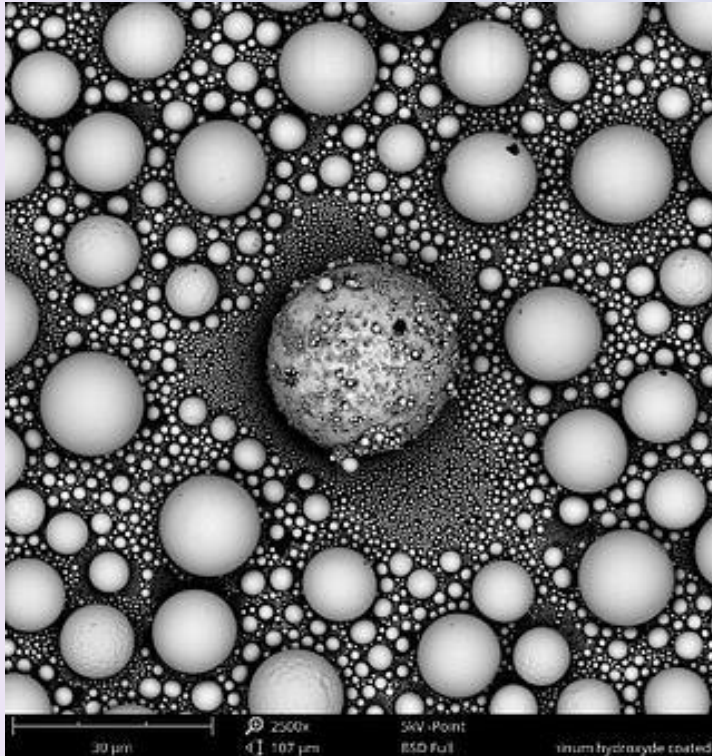
# Szekunder (SE) – visszaszórt elektron kép (BSE)



- Felület közeli vékony rétegről információ – **morfológia**

Kontraszt -> rendszám  
 $^{28}\text{Ni}$ ,  $^{22}\text{Ti}$ :sötétebb

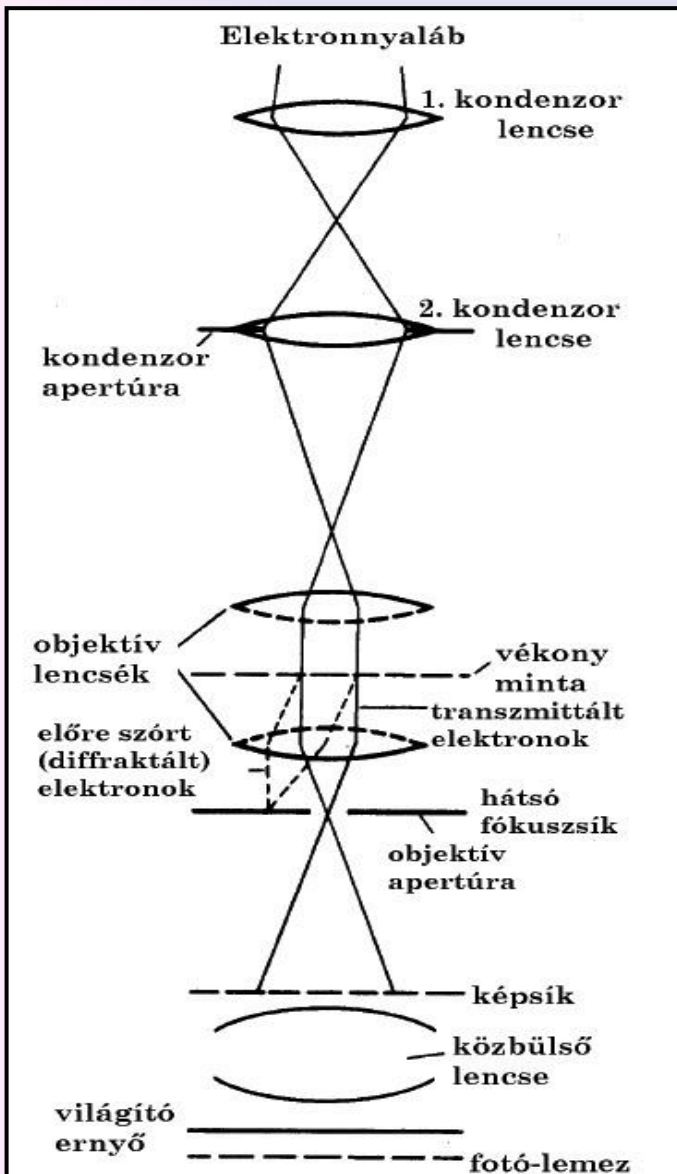
# Gyorsító feszültség szerepe



- Feszültség növekedésére (5 ->15 keV, behatolási mélység nő) a felületi szén szennyezők kevésbé láthatók

<https://blog.phenom-world.com/sem-technology-electron-beam-microscopy>

# Transzmissziós elektronmikroszkópia (TEM)



- A leképezést felgyorsított elektronokkal (elektronhullámmal) végezzük (forrás: W-katód, nagyfeszültség:  $E=100-400\text{keV}$ , vákuumigénye:  $10^{-5}$  mbar).
- Elektromágneses lencsék: képalkotás, sugárnyaláb térítése/fókuszálása.
- A párhuzamos nyaláb áthalad a mintán, innen származik a *transzmissziós* megnevezés (100 nm-nél vékonyabb minta szükséges).
- Az elektronhullám intenzitás-eloszlását vetítjük tovább a fluoreszcens hordozóra (világító ernyő).
- Detektor: film/CCD kamera (charge coupled device) .
- *Valódi, nagyított* képet állítunk elő.

- Üzem módok:
  - *Képi*: Ha az objektív lencse képsíkját vetítjük a képrögzítőre: nagyított kép
  - *Diffrakciós*: objektív lencse hátsó fókusz síkját vetítjük a képrögzítőre: diffrakciós kép (kristályos fázisok)
- Felbontó képesség: akár **0.5 Angström!** – atomi feloldás
- Analitikai feltételek: EELS (elektron energia veszteség spektroszkópia), EDS
- Anyagi információ párhuzamosan szerkezeti információval (amorf, kristályos fázisok)

# Mintaelőkészítés

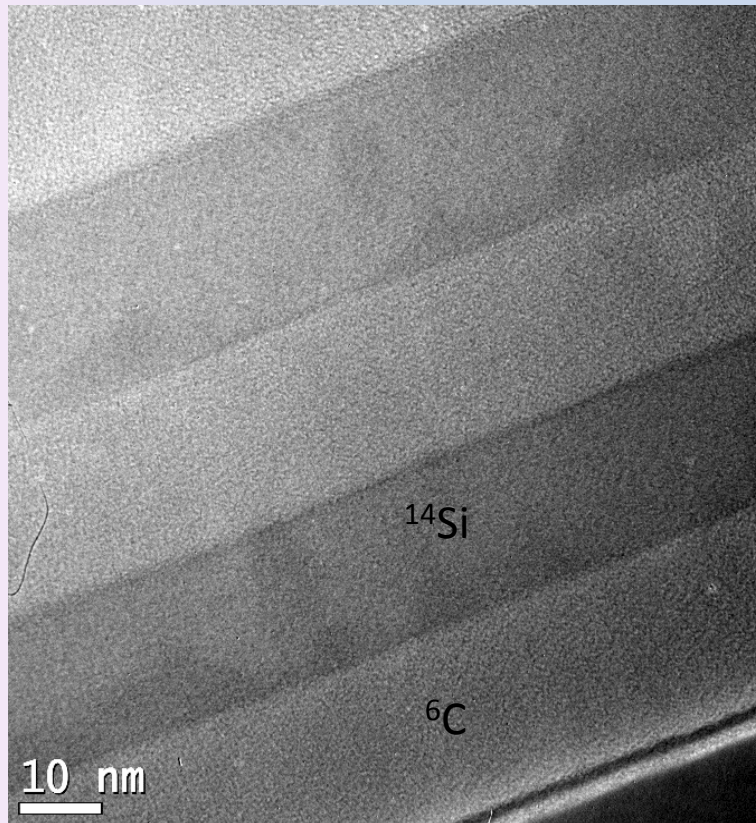
< 100 nm vastag mintára van szükség

- Szuszpenzió készítése
- Replika készítése
- Fagyasztva törés
- Ionsugaras vékonyítás
- Ultramikrotómos vágás

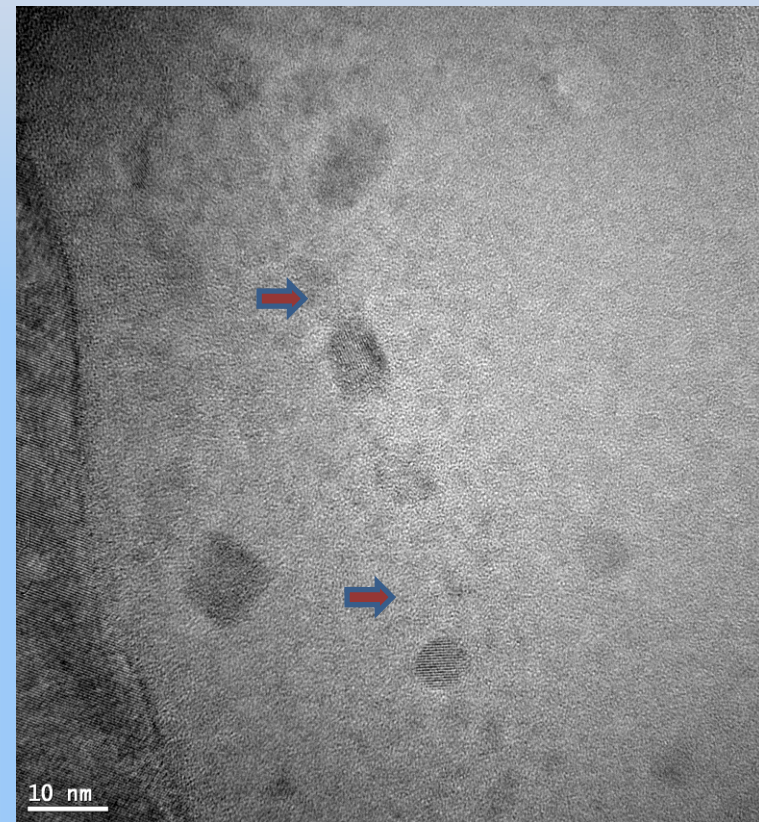


# Keresztmetszeti TEM (XTEM) - leképezések

*Bright field* leképezés: az apertúrán a képképzéshez csak a **direkt** nyalábot használjuk.



Világosabb: kisebb rendszám  
Sötétebb: nagyobb rendszám

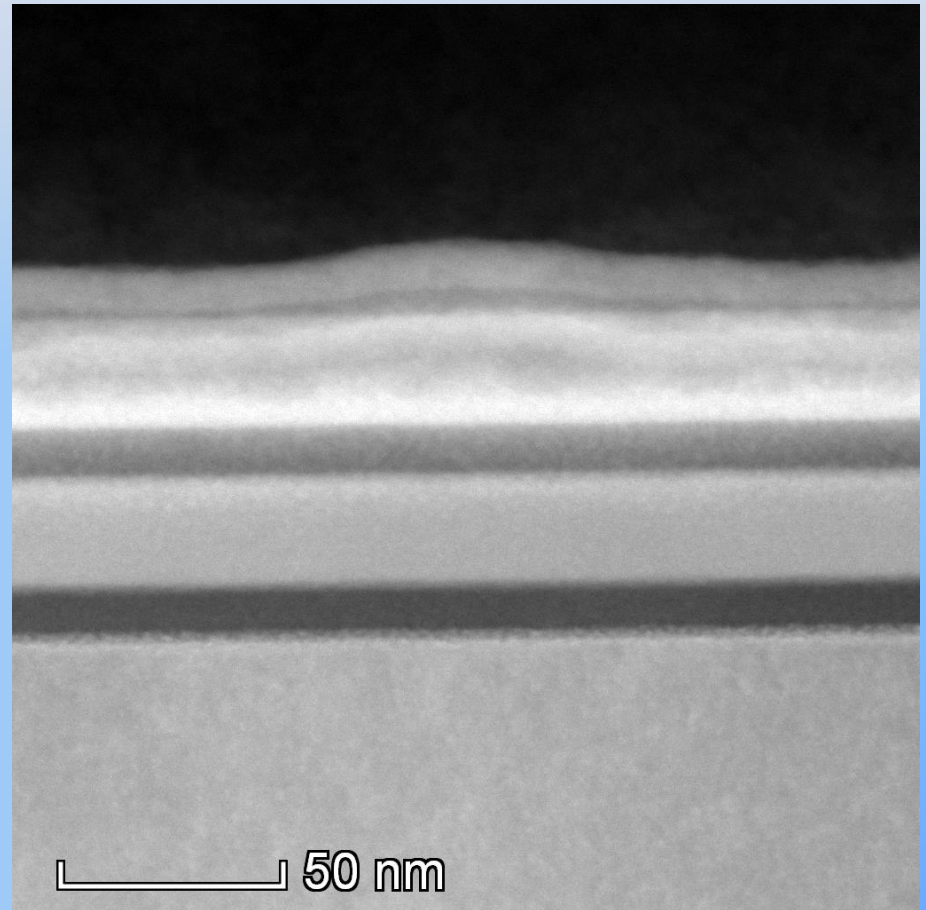


Kristályos fázis

*Dark field* leképezés: az apertúrán a képképzéshez csak **szórt** nyalábot engedünk át, a direkt nyalábot kizárjuk

Világosabb: nagyobb rendszám

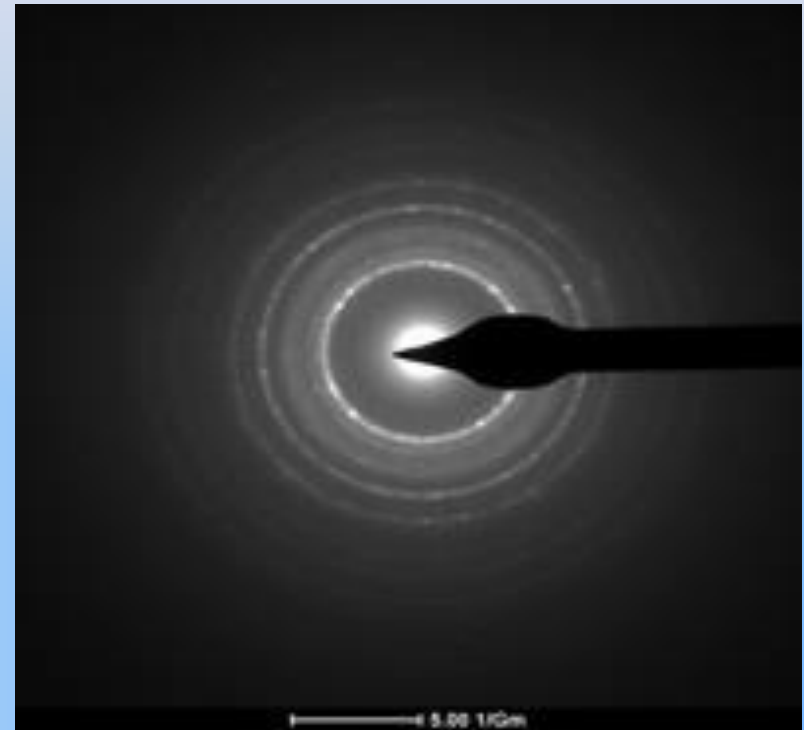
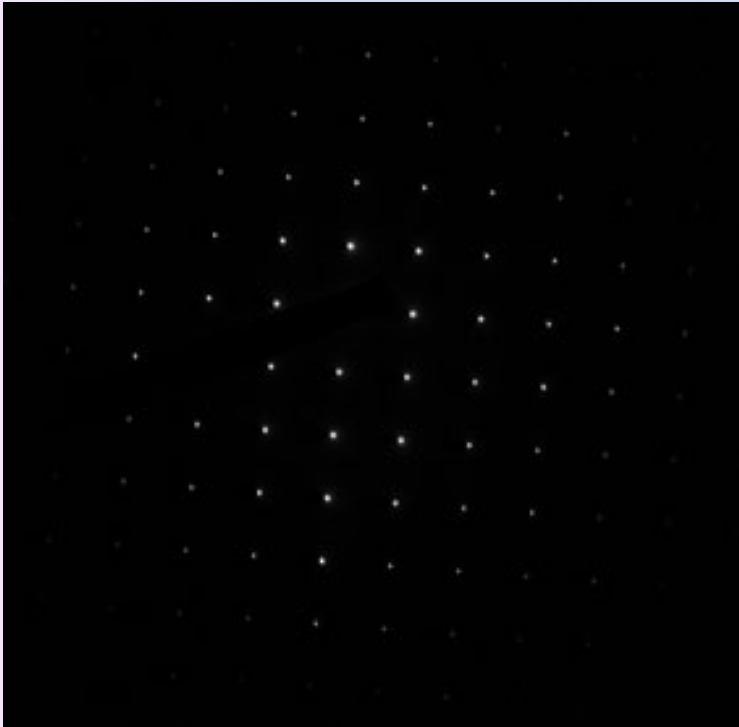
Sötétebb: kisebb rendszám



Kép készítője: Dr. Fogarassy Zsolt



# Diffrakciós kép – kristályok



<https://myscope.training/legacy/tem/background/concepts/image-generation/diffractionimages.php>

# Ajánlott irodalom

- [https://fizipedia.bme.hu/index.php/Szil%C3%A1rdtestfel%C3%B3kletek\\_anal%C3%ADzise\\_Auger\\_elektron\\_spektroszk%C3%B3pi%C3%A1val](https://fizipedia.bme.hu/index.php/Szil%C3%A1rdtestfel%C3%B3kletek_anal%C3%ADzise_Auger_elektron_spektroszk%C3%B3pi%C3%A1val)
- [https://fizipedia.bme.hu/images/2/2c/XPS\\_leiras.pdf](https://fizipedia.bme.hu/images/2/2c/XPS_leiras.pdf)
- D. Briggs, M.P. Seah: Practical Surface Analysis, Vol 1.: Auger and X-ray Photoelectron Spectroscopy, *John Wiley & Sons*, New York, 1992
- <http://metal.elte.hu/oktatas/alkfizlab/meresleirasok/SEM3.pdf>
- <http://metal.elte.hu/oktatas/alkfizlab/meresleirasok/TEM.pdf>



# Köszönöm a figyelmet!

