

ANYAGSZERKEZET VIZSGÁLATOK



ANYAGTUDOMÁNY ÉS
TECHNOLÓGIA TANSZÉK
Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem

Elektronikai technológia és anyagismeret – VIETAB00

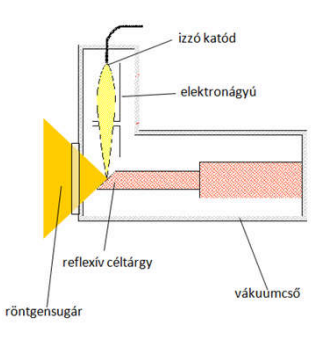
Anyagszerkezet vizsgálatok

SZERKEZETVIZSGÁLAT SZINTJEI

- Atomi elrendeződés vizsgálata (*röntgendiffrakció, transzmissziós elektronmikroszkóp, atomerő-mikroszkóp*)
- Mikroszerkezet vizsgálata (*páztázó elektronmikroszkóp, röntgenspektroszkópia*)
- Makroszerkezet vizsgálata (*klasszikus metallográfia – „materialográfia”*)

Szerkezetvizsgálat2/39

RÖNTGENSUGÁRZÁS KELTÉSE

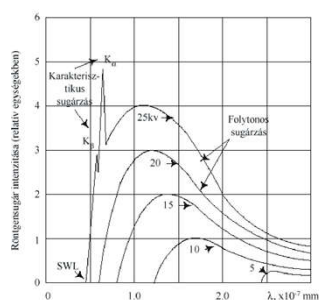


- Izzókátódos röntgenforrás (elektronok a gyorsítófeszültség hatására a reflexív céltárgyba (anódba) csapódnak, és így röntgensugárzás keletkezik).
- 20-300 kV gyorsítófeszültség

Szerkezetvizsgálat3/39

ANYAGSZERKEZET VIZSGÁLATOK

FÉKEZÉSI ÉS KARAKTERISZTIKUS RÖNTGENSUGÁRZÁS



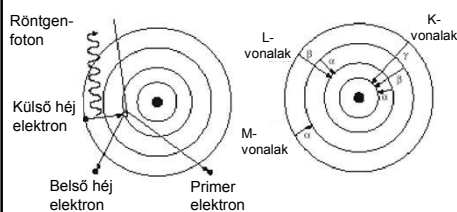
Fékezési röntgensugárzás: elektronok fékeződése az atomok Coulomb-terében.

A gyorsítófeszültség növelésének hatására csökken a legkisebb hullámhossz (SWL – Shortest WaveLength).

Szerkezetvizsgálat

4/39

KARAKTERISZTIKUS RÖNTGENSUGÁRZÁS



Kvantumszámok jelölismódja	
fizikusok	vegészek
által	által
$M_{1/2}$	$3d_{3/2}$
$M_{3/2}$	$3d_{5/2}$
M_2	$3p_{3/2}$
M_1	$3p_{1/2}$
M_0	$3s_{1/2}$
$L_{3/2}$	$2p_{3/2}$
$L_{1/2}$	$2p_{1/2}$
L_1	$2s_{1/2}$
K	$1s_{1/2}$

- Belső héj ionizáció (a becsapódó primer elektronok kiütik az anód egy atomjának egy belső elektronját)
- Rekombinálódást követően röntgenfoton kibocsátás (egy külső elektron beugrik a megüresedett helyre, és a két elektronhéj energia-különbségének megfelelő energiájú röntgenfoton emittálódik)

Szerkezetvizsgálat

5/39

RÖNTGENSUGÁRZÁS ALKALMAZÁSA

A beeső röntgensugárzás:

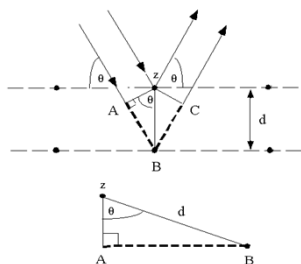
- elhajlik a kristályrácscon: *röntgendiffrakció*
- szekunder röntgensugárzást vált ki: *röntgenfluoreszcencián* alapuló elemösszetétel-vizsgálat
- különböző abszorpciójú anyagokon intenzitást veszít: *átvilágító röntgenvizsgálat*

Szerkezetvizsgálat

6/39

ANYAGSZERKEZET VIZSGÁLATOK

BRAGG-EGYENLET



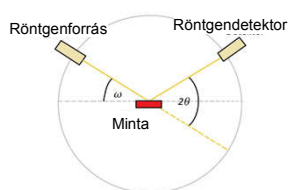
$$n\lambda = 2d \sin \Theta$$

Egy λ hullámhosszúságú röntgensugárzás az egymástól d távolságra lévő kristálysíkokról Θ szögben verődik vissza, n pozitív egész szám.

Szerkezetvizsgálat

7/39

A VISSZAVERŐDÉS SZÖGFÜGGÉSÉNEK DETEKTÁLÁSA - DIFFRAKTOMÉTER

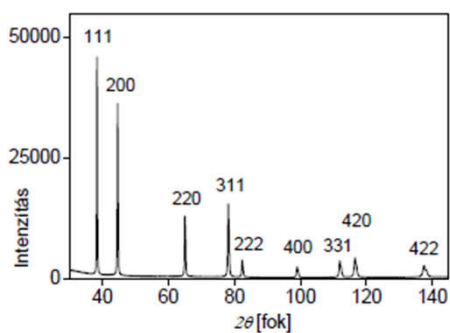


A röntgenforrás és a röntgendetektor szinkronban forog ω szögsebességgel a vízszintesen elhelyezett minta körül, és így detektálják az adott Θ szöghöz tartozó röntgenintenzitást.

Szerkezetvizsgálat

8/39

DIFFRAKTOGRAM



Szerkezetvizsgálat

9/39

ANYAGSZERKEZET VIZSGÁLATOK

DIFFRAKTOGRAM KIÉRTÉKELÉSE

- JCPDS adatbázis
- ~250 000 kristályos fázis adatai
- A rekordok tartalmazzák a fázisok tulajdonságait, a mért csúcsok indexelését és azok egymáshoz viszonyított intenzitását
- Számítógéppel segített azonosítás

Szerkezetvizsgálat

10/39

TRANZMISSZIÓS ELEKTRONMIKROSKÓP

Felbontóképesség (d): a legkisebb távolság a mintán, amelynek végpontjait az optikai rendszer önálló pontokként képezi le.

$$d = \frac{\lambda}{2n \sin \alpha} \quad \lambda_{\text{fény}} = 360 - 720 \text{ nm} \quad \lambda_{\text{elektron}} = 1 \dots 3 \text{ pm}$$

(n: törésmutató, a: objektívlencse nyílásszöge) (TEM-re jellemző érték)

Ha fény helyett elektronhullámot használunk a leképzésre, akkor több nagyságrenddel nagyobb felbontóképességet érhetünk el.

Szerkezetvizsgálat

11/39

TRANZMISSZIÓS ELEKTRONMIKROSKÓP

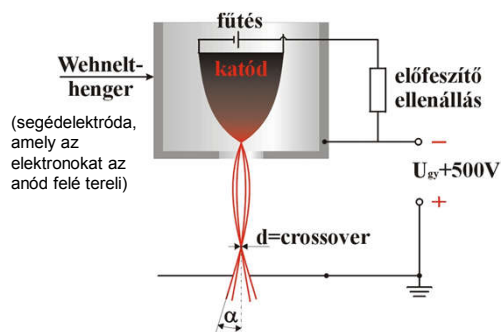


Szerkezetvizsgálat

12/39

ANYAGSZERKEZET VIZSGÁLATOK

A TERMOEMISSZIÓS ELEKTRONÁGYÚ FELÉPÍTÉSE

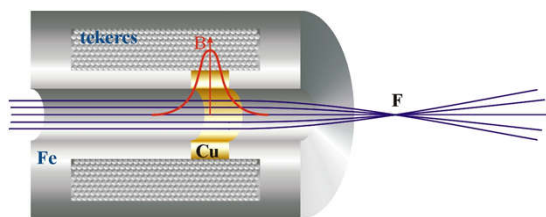


Szerkezetvizsgálat

13/39

ELEKTROMÁGNESES LENCSEK

- Lorentz-törvény: $\vec{F} = -q \cdot (\vec{E} + \vec{v} \times \vec{B})$

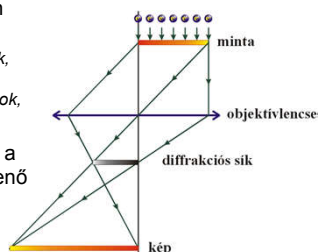


Szerkezetvizsgálat

14/39

A TRANSZMISSZIÓS ELEKTRONMIKROSKÓP ÜZEMMÓDJAI

- Képkalkotás – a képsíkban megjelenő kép továbbnagyítása (szemcsék, szemcsehatárok, kristályhibák, diszlokációs szerkezet, kiválások, inhomogenitások)
- Elektrondiffrakciós ábra – a diffrakciós síkban megjelenő kép továbbnagyítása (kristályszerkezet, kristálytani orientáció)



Szerkezetvizsgálat

15/39

ANYAGSZERKEZET VIZSGÁLATOK

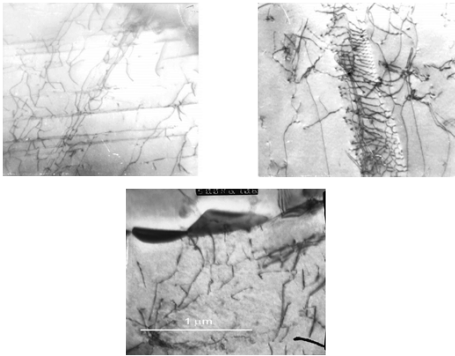
MINTAELŐKÉSZÍTÉS

- Vékony ($d_{\max}=100$ nm!) mintára van szükség, hogy az elektronnyaláb kellő intenzitással tudjon rajta áthaladni
- Elektrolitos maratás, jet-módszer
- Mintavétel helye bizonytalan

Szerkezetvizsgálat

16/39

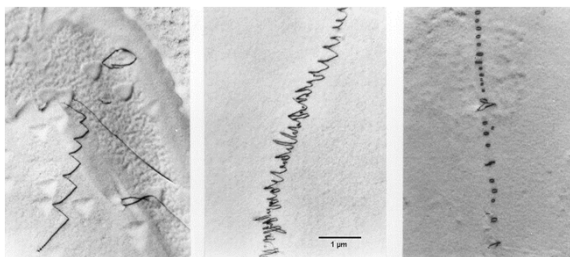
DISZLOKÁCIÓS SZERKEZET



Szerkezetvizsgálat

17/39

DISZLOKÁCIÓK



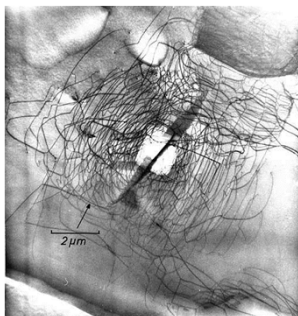
Diszlokáció-hurkok létrejötte

Szerkezetvizsgálat

18/39

ANYAGSZERKEZET VIZSGÁLATOK

DISZLOKÁCIÓK



Tranzisztor emittére egy monolit IC felszínén.

Mechanikai behatás.

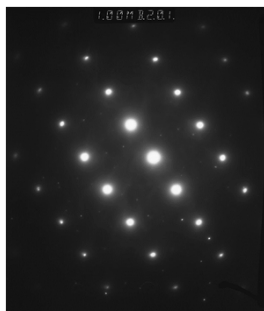
Mikrorepedés kialakulása.

A fellépő mechanikus feszültség következtében diszlokációk keletkeztek.

Szerkezetvizsgálat

19/39

ELEKTRONDIFFRAKCIÓS ÁBRA



Az elektronnyalábnak a vizsgált minta egyes kristálysíkjain történő reflexiója következtében a diffrakciós síkban egy pontszerű ábra jelenik meg, ahol az egyes pontok helyzetéből következtetni lehet a kristály típusára és orientációjára.

Szerkezetvizsgálat

20/39

PÁSZTÁZÓ ELEKTRONMIKROSKÓP

- Jól fókuszált (0,5-50 nm) elektronnyaláb
- Szinkronizált pásztázás a minta felületén és a képkötő egységen (monitoron)
- Képkötés: a minta felületéről kilépő válaszjelek intenzitásával moduláljuk a monitor képpontjainak fényességét

Szerkezetvizsgálat

21/39

ANYAGSZERKEZET VIZSGÁLATOK

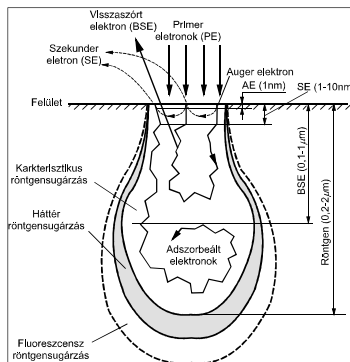
VÁLASZJELEK

- Visszaszórt elektronok
- Szekunder elektronok
- Karakterisztikus röntgensugárzás
- Fény
- Hő
- Mintaáram

Szerkezetvizsgálat

22/39

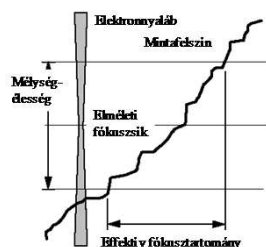
ELEKTRON-ANYAG KÖLCSÖNHATÁS



Szerkezetvizsgálat

23/39

MÉLYSÉGÉLESSÉG



A pásztázó elektronmikroszkópnak rendkívül jó a mélységélessége.

Szerkezetvizsgálat

24/39

Anyagszerkezet vizsgálatok

ANYAGSZERKEZET VIZSGÁLATOK

VÁKUUM SZEREPE

- Szénhidrogének krakkolódása
- Gázatomok ionizációja – katód károsodása
- Elektronok szabad úthosszának növelése

Szerkezetvizsgálat

25/39

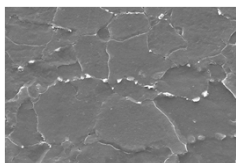
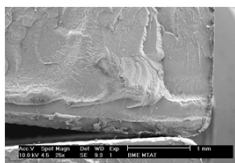
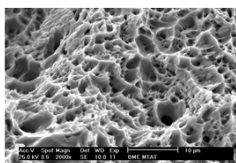
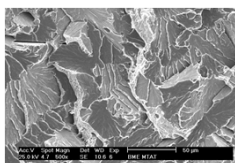
TÖLTŐDÉS, FÉMBEVONÁS

- Elektromosan nem vezető minták feltöltődnek
- Vékonyréteg fémbevonás (Au, Ag, Pd)
- Szénbevonás gőzöléssel (flash-gőzölés)
- Kisvákuum üzemmód (bejuttatott vízmolekulák semlegesítik a negatív töltést)

Szerkezetvizsgálat

26/39

SEM-VIZSGÁLATOK I. TÖRETFELÜLETEK

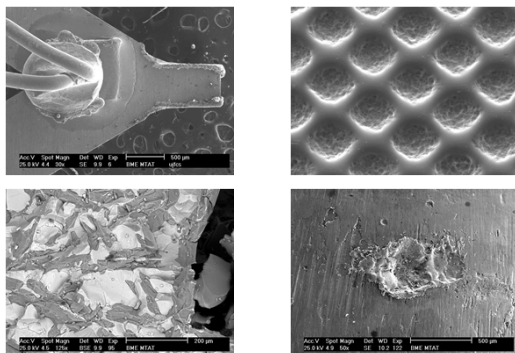


Szerkezetvizsgálat

27/39

ANYAGSZERKEZET VIZSGÁLATOK

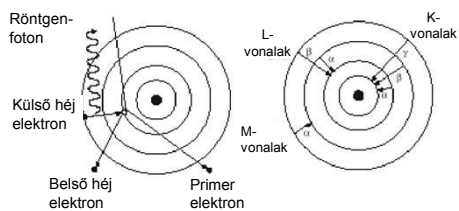
SEM-VIZSGÁLATOK II. ÉRDEKESSÉGEK



Szerkezetvizsgálat

28/39

ELEKTRONSUGARAS MIKROANALÍZIS

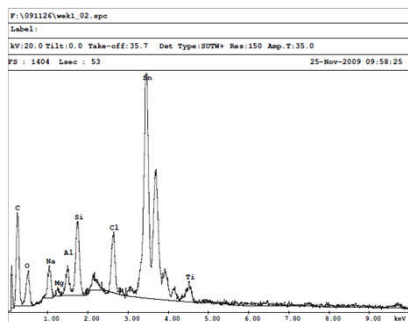


- Belső héj ionizáció (a becsapódó primer elektronok kiütik az anód egy atomjának egy belső elektronját)
- Rekombinálódást követően röntgenfoton kibocsátás (egy külső elektron beugrik a megüresedett helyre, és a két elektronhéj energiakülönbségének megfelelő energiájú röntgenfoton emittálódik)

Szerkezetvizsgálat

29/39

ENERGIA-DISZPERZÍV RÖNTGEN-SPEKTRUM



Szerkezetvizsgálat

30/39

ANYAGSZERKEZET VIZSGÁLATOK

OPTIKAI MIKROSKÓPOS VIZSGÁLAT CÉLJA

- fázisok elkülönítése
- szemcsék mérete, alakja, ezek eloszlása
- hibák (repedések, üregek, korrózió, stb.)
- vizsgálható mérettartomány: 0,5 mm-től felfelé

Szerkezetvizsgálat

31/39

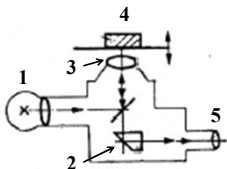
OPTIKAI MIKROSKÓP



Szerkezetvizsgálat

32/39

OPTIKAI MIKROSKÓP



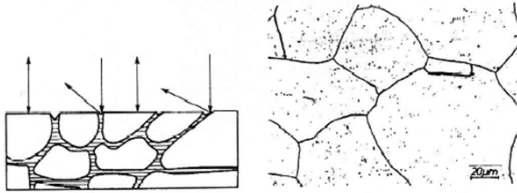
Reflexiós megvilágítás, mivel a vastag fém minták nem világíthatók át, így a mintáról visszaverődő fénnel alkotunk képet. A fényforrás (1) fénye egy plánpárhuzamos üveglemez (2) segítségével áthalad az objektívlencsén (3). A mintáról (4) visszaverődő fényből az OL képet alkot, amely az okulárlencsén (5) jut el a megfigyelőhöz.

Szerkezetvizsgálat

33/39

ANYAGSZERKEZET VIZSGÁLATOK

MARATÁS HATÁSA

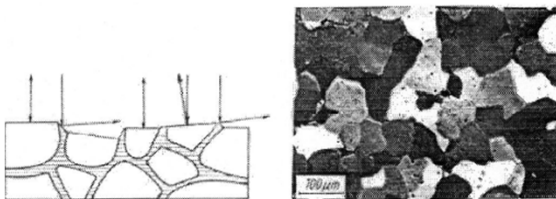


Homogén, irányfüggetlen marószér, árkot mar a szemcsehatárok mentén.

Szerkezetvizsgálat

34/39

MARATÁS HATÁSA

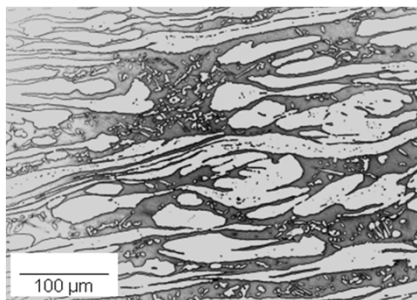


Homogén, irányfüggő marószér, a szemcsék felületeinek síkját változtatja meg, így a különböző szemcsék különböző irányba szórják a fényt – diszlokált reflexió.

Szerkezetvizsgálat

35/39

MARATÁS HATÁSA



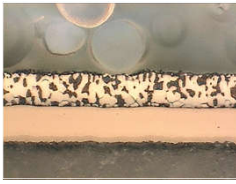
Heterogén marószér

Szerkezetvizsgálat

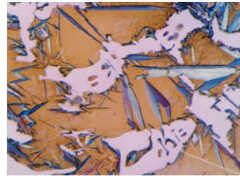
36/39

ANYAGSZERKEZET VIZSGÁLATOK

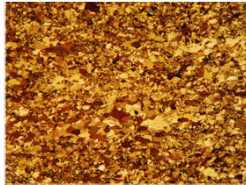
PÉLDA



- Rétegfelépítés
- Rétegvastagság



- Szerkezeti felépítés



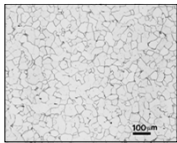
- Deformálódás mértéke/
lágyítás

Szerkezetvizsgálat

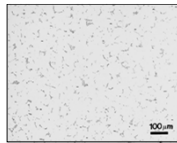
37/39

MARATÓ OLDATOK ÖSSZEHASONLÍTÁSA

Ferrites acél



3% Nital
Ferritszemcsehatárokat
és cementitot emel ki



4% Pikral
Cementitot emel ki

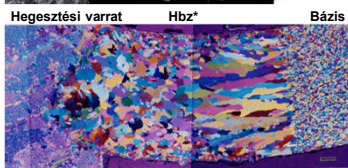


Beraha
Szemcsefelületeket
színezi a kristallográfiai
szemcsebeállítástól
függően

Szerkezetvizsgálat

38/39

MARATÓ OLDATOK ÖSSZEHASONLÍTÁSA



A varratot 3%-os Nitallal
maratták (fent), ez
kívánivalókat hagy maga
után.

Ezzel szemben a Klemml
szerinti marató anyag
(lent) jó kontrasztot mutat.
A hőbeáramlási zóna és a
bázisanyag nagyon erős
elhatárolódása látszik.

(A_{c1} hőmérséklet).

*Hőbeáramlási zóna

Szerkezetvizsgálat

39/39