

Válaszok Dódony István bírálóm kérdéseire

Köszönöm Dódony Istvánnak, hogy körültekintően, javító és egyben segítő, tanító szándékkal bírálta dolgozatomat. Köszönettel tartozom neki, amiért a konstruktív bírálat mellett részletekbe menően – elsősorban a házi védésemet megelőző időszakban – tanácsokkal látott el és az érintett témában ismereteimet bővítette.

Azt írja, hogy: „Az atomi szintű leképzés feltétele a legmodernebb, gömbi hibakorrigált elektronmikroszkópia alkalmazása.” Kérem, véleményezze, hogy Cs nélkül, valamint Cs-korrektó nélkül lehet e atomi szintű képalkotás!

Az atomi szintű képalkotás kétféle megközelítésben érhető el: pásztázó transzmissziós elektronmikroszkópia (STEM) és fáziskontrasztú transzmissziós elektronmikroszkópia (TEM) alkalmazásával.

Előbbi segítségével – a megvilágító rendszer gömbi hiba korrekciója nélkül – már a '70-es években sikerült egyedi nehéz (U) atomok leképezése, azonban ehhez szükséges volt a mintáról előzetesen rendelkezésre álló információ. T.i. a leképezendő atomok speciális laterális eloszlása lehetővé tette, hogy a Cs-korrektó nélküli megvilágítás is elegendő lehessen. Napjaink modern STEM mikroszkópjai Cs korrektorok segítségével Ångstrom alatti átmérőjű pásztázó nyalábot képesek előállítani. Efféle megvilágítással és nagyszögű, gyűrűs sötét látóterű detektorral (HAADF) egyedi atomi oszlopok Z-kontrasztú leképezése lehetséges.

Fáziskontrasztú TEM használatával a (periodikus vagy aperiodikus) vizsgált szerkezet vetített potenciáljának a fényesség-eloszlási függvénnyel (point spread function) elkent képe képezhető le. E nagyfeloldású felvételek kontrasztviszonyai függenek a minta orientációján túl többek között a gömbi hiba mértékétől, minta vastagságától és az alkalmazott defókusztól. Ennek megfelelően a felvételek interpretálása (azaz a sötét és világos pontok fizikai jelentéssel való fölruházása) számítógépes szimuláció-sorozattal való összevetést tesz szükségessé. Ha a minta elég vékony ahhoz, hogy a sugár-minta kölcsönhatásban kinematikus közelítéssel élhetünk és Scherzer-defókuszban dolgoztunk, egy felvétel is elegendő lehet, egyéb esetben fókuszsorozat készítése szükséges a megfelelő szimulációs modell illesztéséhez.

Fáziskontrasztú TEM technikák felbontását a lehetséges objektív apertúra méretéből adódó diffrakciós limit és a gömbi hiba együttesen határozzák meg. Fontos megjegyezni azonban, hogy a fényoptikai fáziskontraszt mikroszkópiában használatos Zernike-féle fázislemez $\pi/2$ fázistolásával analóg fázistolás elektronmikroszkópban éppen a gömbi hibának köszönhető. Ennek megfelelően a gömbi hiba szolgáltatja az atomi felbontáshoz szükséges fáziskontrasztot (a TEM-es fázislemez kísérletek még nem hoztak gyakorlatba átültetett eredményt).

A leképező rendszer gömbi hiba korrekciója nélkül csak a legegyszerűbb szerkezetek egyes periodicitásai képezhetők le úgy, hogy intuitív módon atomi leképezésről beszélhessünk, azonban a gyakorlatban a legtöbb eset nem ilyen. Cs korrektor szükséges ahhoz, hogy a defókusz mellett a Cs értékét is megválaszthassuk: ennek segítségével kialakítható olyan kontrasztátviteli karakterisztika, mellyel a legtöbb szerkezet esetén létezik megfelelő orientáció ahhoz, hogy atomi oszlopok pozícióit elkülönítve jeleníthessük meg.

Az 5.2b ábra jobb alsó részén furcsa az Al kristály képe. Miért?

Az 5.2 ábrán bemutatott szemcsehatár szakasz (jobbra lefelé) egy hármass határba fut bele. A minta döntése következtében az említett helyen a számunkra érdektelen 3. szemcse rácsa (is) látható.

Hogyan értelmezzük az 5.7 ábrán az {111} ikerhát szerkezetét, amikor annak két oldalán lévő {111} síkok antifázis viszonyban vannak? A szövegben (62. oldal) erről így szól: „A szemcsehatár {111} síkú koherens ikerhatár karakterisztikájú”. Koherens e az antifázis határ?

Az {111} határsíkú koherens ikerhatár alatt a dolgozatomban {111} határsíkú $\Sigma 3$ CSL határt értek. Az elméleti bevezető során utalok rá, hogy energetikailag igen kedvező, ha e speciális orientációs viszony esetén {111} határsík alakul ki, hiszen így e sík egybeeső rácspontokat érint. Az opponensi kérdés rámutat, hogy e megfogalmazásom pontatlan.

A CSL-érték (ez jelen esetben $\Sigma 3$) csupán a szomszédos szemcsék orientációs viszonyáról ad információt, a szemcsék határral párhuzamos és arra merőleges (rácsvektornál kisebb) eltolásáról (displacement) és atomi relaxációról nem mond semmit. Ezért a következő megfogalmazás szerencsésebb: {111} határsíkú $\Sigma 3$ orientációs viszony megteremti annak lehetőségét, hogy a határsíkon egybeeső rácspontok helyezkedjenek el: ez az, amiért e speciális miszorientáció gyakran {111} határsíkkal jár együtt.

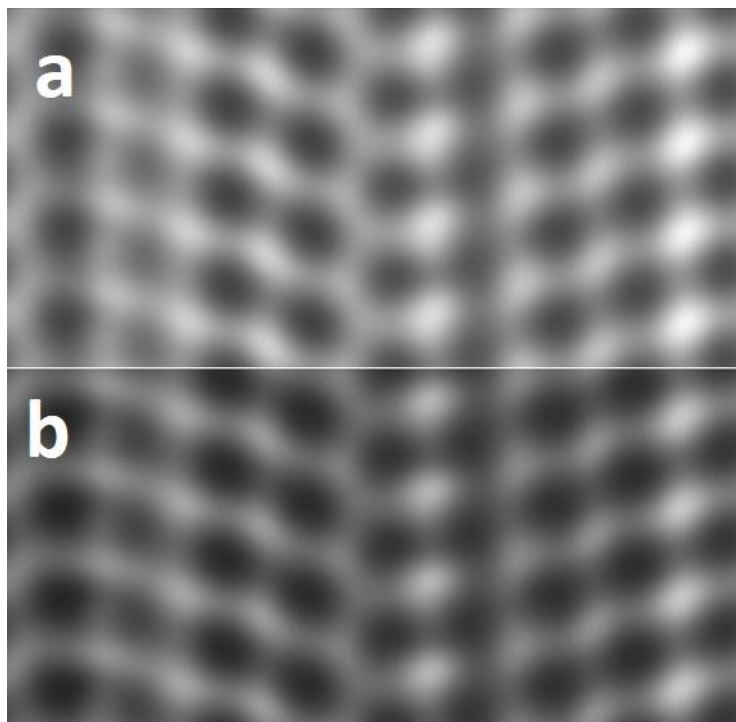
Az említett ábrán látható, hogy az (111) határsíkra a szomszédos szemcsékben ($\sim 70^\circ$ -alatt) ráfutó {111} síkok világos kontrasztú vonalai nem találkoznak a határon, hanem „ellenfázisban” váltják egymást.

Az első kérdésre adott válaszómban kitértem rá, hogy nagyfeloldású fáziskontrasztú TEM kép kontrasztviszonyainak részletes fizikai tartalmú magyarázatához a kísérlet során fókuszsorozat készítésére és ezek számítógépes szimulációval való összevetésére van szükség. Mivel jelen esetben fókuszsorozat nem áll rendelkezésünkre, a szemcsehatár mentén megjelenő kontrasztviszonyok magyarázata nem egyértelmű. Ennek megfelelően a határon megfigyelhető kontrasztváltás magyarázatául a rendelkezésre álló felvételek alapján például az alábbiak jönnek szóba:

1. A szemcsehatáron vastagságugrás történik. JEMS szimuláció alapján a kontrasztváltozás legalább 3-4 elemi cellányi vastagságugrást tesz szükségessé. E feltételezésnek ellentmond, hogy a szemcsehatáron lévőhöz hasonló kontrasztváltás megfigyelhető ugyanazon szemcsén belül is a szemcse különböző területei között (lásd: 5.6 ábra).
2. Irodalomból ismert az fcc fémekben ikerhatár rétegződési hibával való kombinációja illetve alumíniumban „microtwin”-nek nevezett rétegződési hibák kialakulása*. Tekintettel arra, hogy az említett határ mentén (az 5.7 ábra jobb felső részén) és annak környezetében (az 5.6 ábra jobb felső részén) is jól megfigyelhetők rétegződési hibára utaló kontrasztok, fölmerül a kérdéses határszakasz rétegződési hibával való kölcsönhatása. E feltételezés gyenge pontja, hogy a rétegződési hiba végeire jellemző kontrasztok itt nem ismerhetők föl.
3. A mintatartó mechanikájának, a kijelzés pontosságának, továbbá a kívánt döntés számítási hibáinak köszönhetően a kívánt döntési pozíció elérése kézi finomhangolást igényel. Ennek bizonytalansága tízed fok nagyságrendű. Csak akkor várhatunk azonos kontrasztviszonyokat a szomszédos szemcsékben, ha azokat pontosan azonos irányból nézzük – a kérdéses határszakasz esetén azonos [110] zónairányt várunk. Ettől való bármilyen eltérés eltérő hatással van az egymáshoz képest rögzített orientációs viszonytal rendelkező szemcsékre. A vizsgált határszakasz képének JEMS szoftverrel való szimulációja rámutatott, hogy az egzakt

[110] zónairánytól való 0.2°-os eltérés eredményezhet a megfigyelthez hasonló kontrasztváltozást egymáshoz képest a szomszédos szemcsékben (1. ábra).

Tekintettel arra, hogy szimuláció segítségével – ugyan a mérttel nem pontosan egyező, de hasonló kontrasztviszony állt elő, a nem egzakt [110] orientációtól származó hatást tartom nagyon valószínűnek. Ezzel együtt a rétegződési hibával való kombinálódást sem tudom kizárni. A vastagságugrásból eredő hatást a teljesség kedvéért említtem, az 1. pontban leírtaknak megfelelően ezt nem tartom valószínűnek.



1. ábra. Alumínium ikerhatár JEMS szoftverrel szimulált képe (a határ síkja a képek középvonalán, képre merőlegesen, függőlegesen húzódik). A szimuláció 300 kV-on működő JEOL3010 mikroszkóppal való leképezésnek, a közös [110] zónától 0.2°-kal kitért helyzetnek felel meg. Vastagság: 27 nm (a) és 30 nm (b), defókusz 55 nm.

*

Hofmeister, H., Dubiel, M., Tan, G. L. & Schicke, K.-D.: Configuration of twins in glass-embedded silver nanoparticles of various origin, Phys. Stat. Sol. (a) 202., No.12, 2321-2329 (2005)

Iijima, S. & Ichihashi, T.: Stacking disorders and twin deformation in small metal clusters, Materials Transactions, JIM, 31, No.7, 582-587 (1990)

Han, W. Z., Cheng, G. M., Li, S. X., Wu., S. D. & Zhang Z. F.: Deformation induced microtwins and stacking faults in aluminum single crystal, PRL, 101, 115505 (2008)