

Korszerű mérési módszerek – a jegyzet kivonata

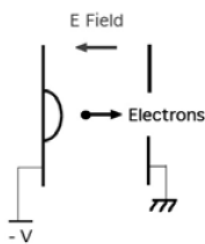
Kedves olvasó! Ez a kivonat csupán szubjektív vizsgára tanulási segédanyagom. A teljes jegyzet a szilárdtestfizikai tanszék honlapján megtalálható és mindenképp szükséges a megértéshez.

Források és detektorok

Gerjesztjük a vizsgált anyagot és várjuk mi lesz a válasza.

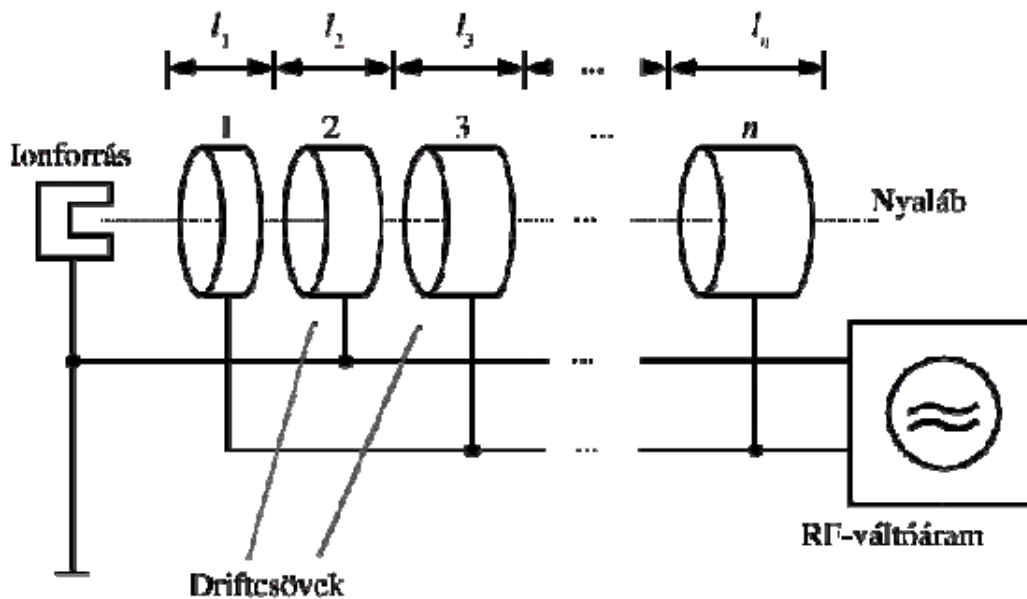
Gyorsítók – lineáris (RTG, CRT, LINAC), körpálya (Ciklotron,...)

A *lineáris gyorsítók* mérete arányos az általuk kihozható legnagyobb energiával és gyorsítandó részecske méretével. A legegyszerűbb a vákuumcső lyukas elektródákkal.



Feszültségük attól függ, milyen generátorral vannak meghajta + milyen elvet használnak ki (v d Graaf töltés ~ 25 MV, Tandem üzemmód ~ 50 MV). A Tandemnél először negatív ionokat gyorsítanak, majd pozitívvá tesszük őket és rágyorsítunk mégegyszer.

A gyorsítás lehet RF (rádió frekvencia) elvű is!



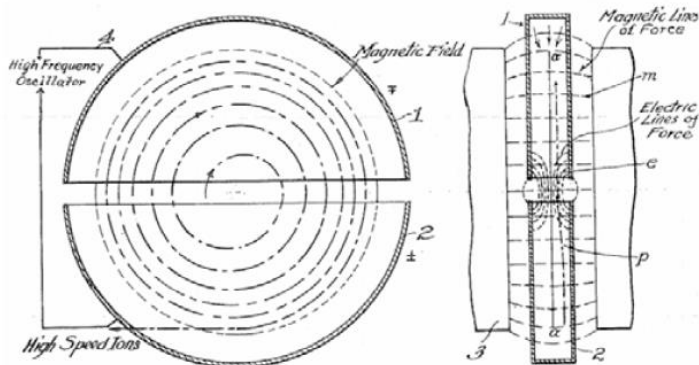
A képen a RF gyorsítást alkalmazó LINAC elve látható. Az elektródák távolsága változik a forrástól távolodva. Tőle távolodva egyre nagyobb a távolság. A gyűrűkön kívül van gyorsulás.

Ciklotron

Lorentz erő a centripetálissal tart ellen. Ebből megkapjuk a pálya sugarát. A keringés körfrekvenciája független a pálya sugarától!

$$\omega = \frac{q}{m} B.$$

Ez addig igaz, míg a sebesség nem éri el a relativisztikus tartományt. RF generátor hajtja.



A feszültség a két D alakú elektródára kerül. Gyorsulás a résekben történik, minden periódusban kétszer. Energiája ~ 100MeV. Ha elmegyünk a relativisztikus hatásig, a gerjesztőfrekvenciát hangolni kell, hogy tovább lehessen gyorsítani. Ezeket a gépeket már szinkrociklotronnak és izokron ciklotronnak(ez a mágneses terét

változtatja kompenzálásuk) nevezzük.

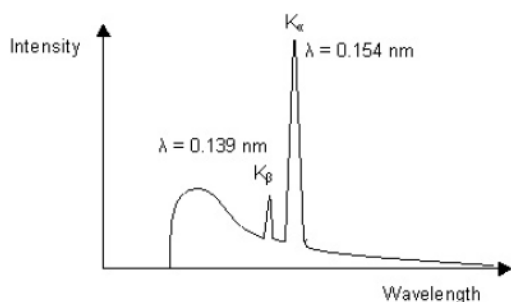
Pár szó a szinkrotronról (LHC) : A pályasugár állandó, B -t növelik folyamatosan. A RF is követi a változásokat. Lépcsőzetes gyorsításról beszélünk (lépésenként). Tárológyűrűben ~20 órán át eltartható sugár. TeV nagyságrend is elérhető szembeütközéssel.

- Lépései:
1. Linac
 2. Booster
 3. Tároló ($r = 350\text{m}$)

A pálya sokszög alakú, eltérítő mágnesekkel. Itt eléggé sugároz, ahogy irányt vált.

RTG források

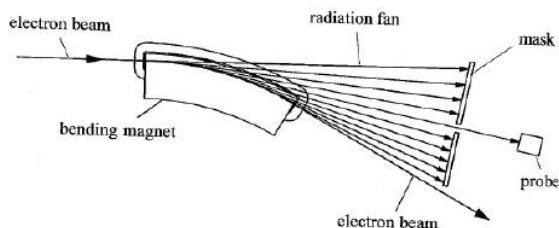
Elsősorban RTG cső, ami nem túl nagy intenzitású. Fékezési és karakterisztikus is jön belőle.



A csőn berilium ablak, ahol a sugárzás kijöhet. Hűteni kell, melegszik, erodálódik. Az anód cserélhető, vagy forgatható (10 szeres élettartam). A fékezési sugárzás a folytonos háttér, ezen a K vonalak, melyek energiája ~8,17 keV. Az anód anyaga többnyire Cu, Mo, Ag, W,...

Szinkrotron sugárzás

Nagy fényességű RTG. A gyorsított nyaláb a sokszög csúcsaiban gyorsul, itt pedig széles spektrumú elmág sugárzás lép ki az érintő irányába. Az intenzitás a tömeg harmadik



hatványával fordítottan arányos, ezért érdemes minél kisebb részecskéket használni. A nyaláb energiaspektruma széles. A szükséges sugarakat monokromátorral választjuk ki. Az intenzitás 100-10000 szer nagyobb, mint a csőnél, kicsi a divergencia (ezredfok), nagy (1—2 centi) nyalábméret,

polarizált nyaláb. A korszerűket felszerelik undulátorokkal és wigglerekkel. Ezek a pálya egyenes részén zaklatják a nyalábot mágneses térrel. A wigglernél nagy az elektronnyaláb oszcillációja, ezért széles spekijű és nagy divergenciájú nyaláb jön ott. Az undulátornál keskeny a speki, a div. kicsi. Doppler és Lorentz kontrakció beleszól abba mekkora frekijű sugárzás jön ki. A nyerhető hullámhossz a kemény RTG tartományban van (0,1-0,01 nm).

Neutron források

Kicsit nehezebb, mint a proton, spinje van. Úgy hat kölcsön, mintha ideális gáz lenne, felveszi a körny. hőmérs.-ét. Az neutronok termikus energiájából szobahőmérsékleten számolható átlagos sebességük (2733m/s), így hullámhosszuk szintén kemény RTG nagyságrendű 300K-en (0,145nm). Átlagos energiájuk azonban kb. 39eV!

A sebességeloszlásuk MB eloszlás. Hasadási reaktorból jönnek, ahol a fluxusuk nagyon kicsi (jóval rosszabb, mint a RTG), ezért moderátorokat használunk. Felveszik a kívánt hullámhossznak megfelelő hőmérsékletet és a moderátor kihozza őket a reaktor belsejétől (grafit, hidrogén, deutérium, nehézvíz, víz).

Spallációs n forrás

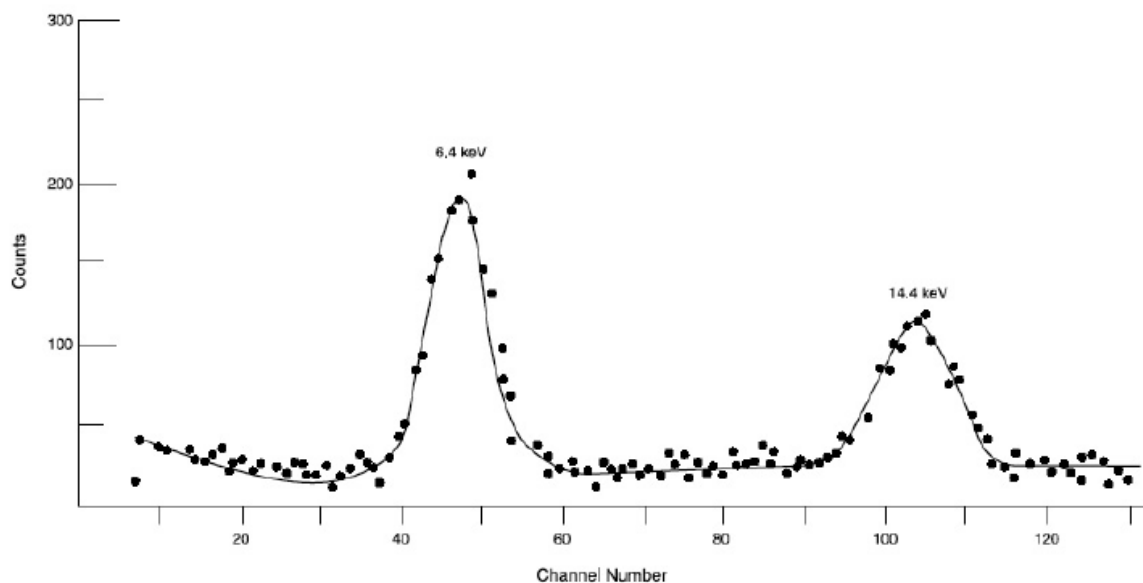
Gyorsított (ciklotron) protonnyalábot zúgatunk nagy céltárgyba (Pb, W, U), ahol az magreakciót vált ki, a mag felforr és egy csomó neutront küld a környezetbe.

Be, Ni reflektorokkal lehet megakadályozni az elszökést.

Detektorok

RTG és Gamma detektorok

A belép E energiájú részecske ionizálja a detektor anyagát. A kiváltott foton nagyobb energiájú is lehet, mint ami egy elektron kiütéséhez kell, ezért a bejövő sugárzó rész energiája több lépésben (kaszád) omlik le. Átlagosan E/delta elektron válik szabaddá. Ezeket kondi segítségével gyűjtjük és örülünk hogy van adat. A kaszkádfolyamat statisztikus jellegű.



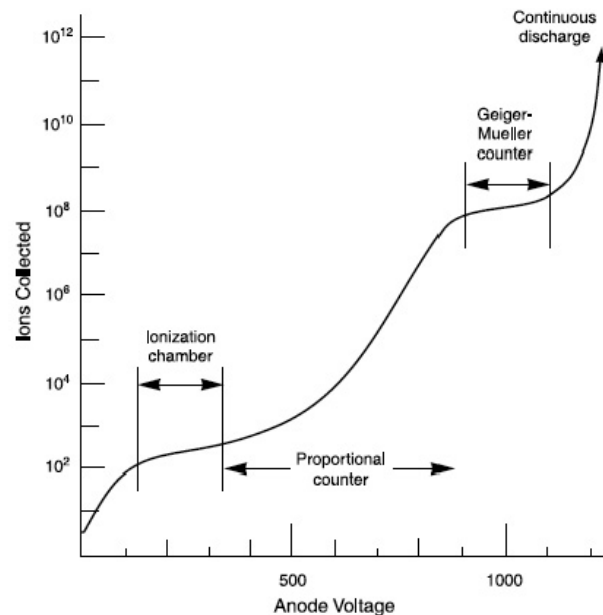
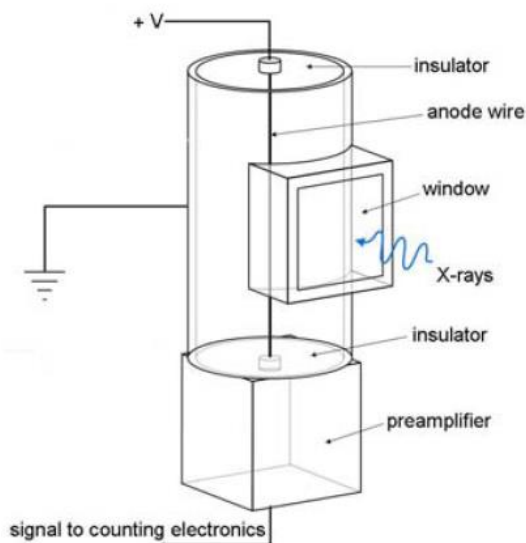
Egy bejövő foton által kiváltott elektronok száma ideális esetben Poisson eloszlást követ. Ennek szórásnégyzete megegyezik a várható értékkel.

$$\sigma^2 = \langle n \rangle = \frac{E}{\delta}$$

Viszont ez általában sajnos nem teljeseül, ezért a dolog eltér egy (F) faktorial, amit Fano faktornak nevezünk.

Gáztöltésű detektorok

Ionizációs kamra, proporcionális és GM cső. Működési elv azonos, feszültség más. Nemesgáz töltet plusz hűtőgáz, hogy visszaálljon az eredeti állapot a dolgok után. (Xe, Ne, Kr + Metán). Hagyományos töltőgáz a P10 (90Ar+10Metán).



Mint látható, a három fajta a feszültség értékében tér el. Az ionizációs feszültsége pont arra elég, hogy összeszedje az ionizáció által kezdett részecskéket. Nagy fluxusú sugárzások mérésére jó. A proporcionális főleg energiámérésre használjuk, hiszen a görbe majdnem lin. szakaszát használja. 400-900 V hatására főleg az elektronok tudnak gyorsulni nagy szabad úthosszuk miatt, ezek tovább ionizálnak, így kaszkád – gáz erősítés (100000 faktor). A Fano faktor ~1,5. Energiafelbontása kb. 20%. Használjuk RTG, gamma detektálásra, de elektron és alfa detektálásra is hasonló cső használható. Neutron detektálásra trükközni kell, ahol aktív atomot tartalmaz a cső (He, BF). Létezik pozícióérzékeny változat is, amivel 2D helyzetet lehet adni.

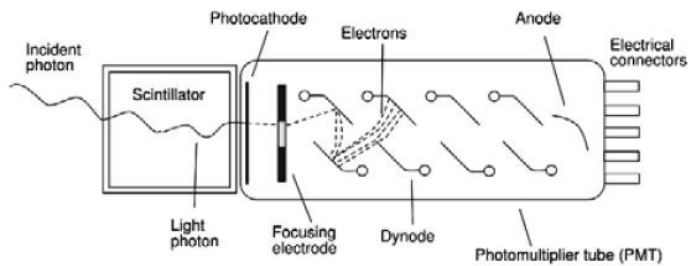
GM cső feszültsége 1000V. Már egy beérkezés is végigionizál, ezért nagy az érzékenység. Ritka események detektálására használjuk (0,1-0,2 ms válaszidő). Csak ritka eseményekre jó tehát!

Szilárdtest detektorok

Nagy tisztaságú Ge, Si egykristály, pn rétegek, zárófesz, kiürített réteg. Li ötvözéssel eltűnik a maradék szennyezés, cserébe hűteni kell (-196°C). Bejövő foton hatására elektron-lyuk párok. Sokkal kisebb az elektron létrehozásához szücs. energia, mint a gáztöltetnél, emiatt a stat. ingadozás is kisebb. Fano ~0,15, felbontás akár 1-5%. Az utóbbi időben nagytisztaságú Ge kristályokat csinálnak, így nem kell Li szennyezés, tehát hűtés sem.

Szcintillációs detektor

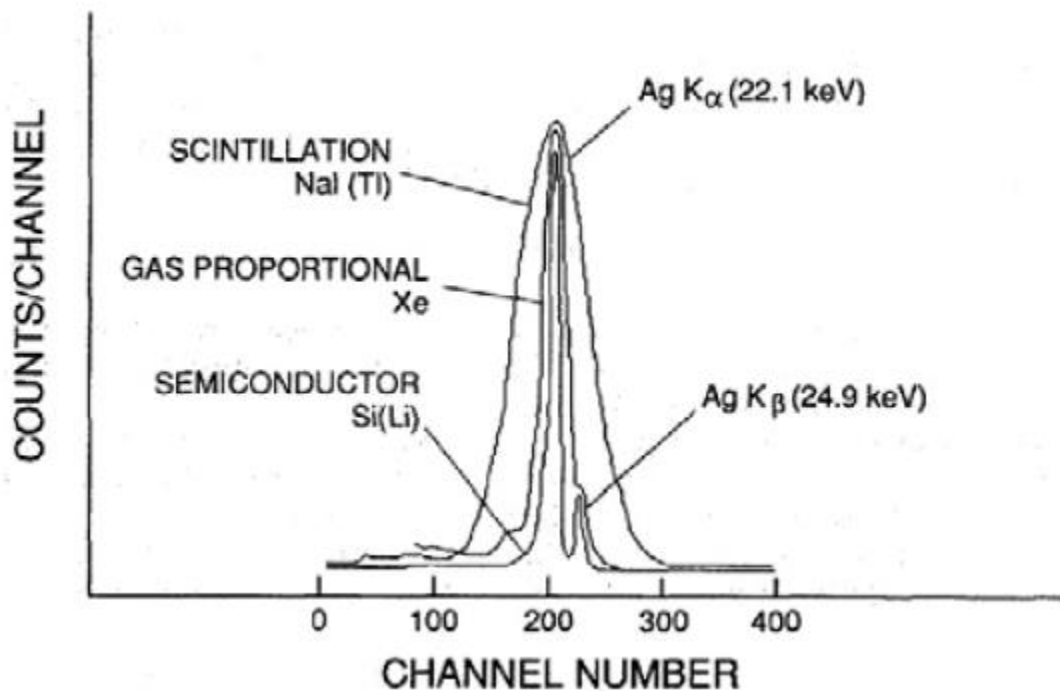
Látható fényjelet adnak. Szennyezéssel növelhető a hatásfok. NaI kristály Ta atomokkal szennyezve. Az energiával arányos számú felvillanás. Fotosokszorozó van utánakötve.



A beérkező elektronok a dinódából a fényelektr. hatás révén újakat váltanak ki, melyeket a tér gyorsít és így nő meg a számuk a legvégére. A sokszorozó faktor 10K-100K. Fano faktor ~ 1 . A felbontása azonban rosszabb, mint a gáztöltésű: 50-60%.

Sokcsatornás analizátor

A bejövő impulzusokat nagyság szerint sorbarakja. Lényegében hisztogramot készít. Jellemzi a csatornák száma és egy-egy csatorna szélessége.

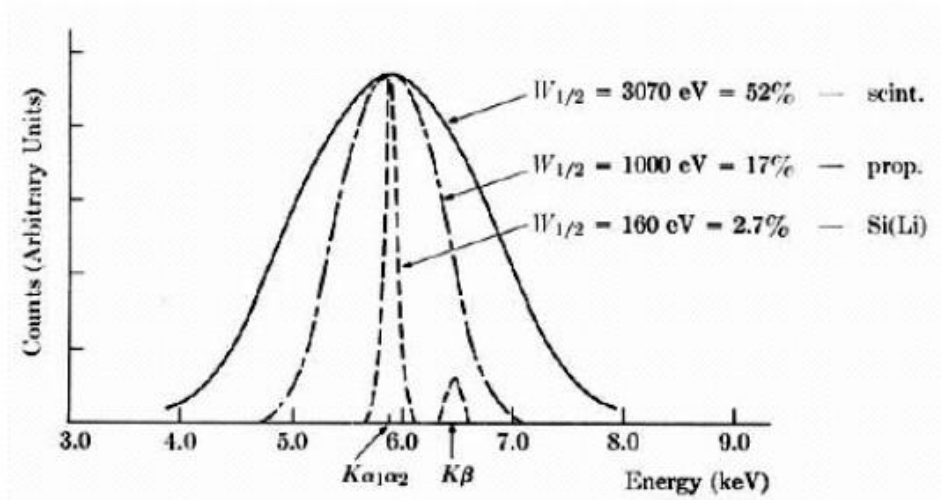


Képképző detektorok

CCD és Imaging plate.

A CCD sok MOSFET egyásután, elektronok a fotonok hatására, gyűlnek a potigödörben, majd a léptetőelektronika kiolvassa őket és összeállítja a képet. Az imaging plate-nél $BaBrF:Eu^{2+}$ szemcsék végzik a piszkosmunkát. Itt a fény hatására a $2+$ ból $3+$ lesz, egy F centrum képződik, majd a kiolvasásnál ezt megvilágítják és ez képez képet, visszaállítható, többször használható, ma még jóval nagyobb, mint a CCD.

A képen összehasonlítjuk a kül. detektorok felbontását.

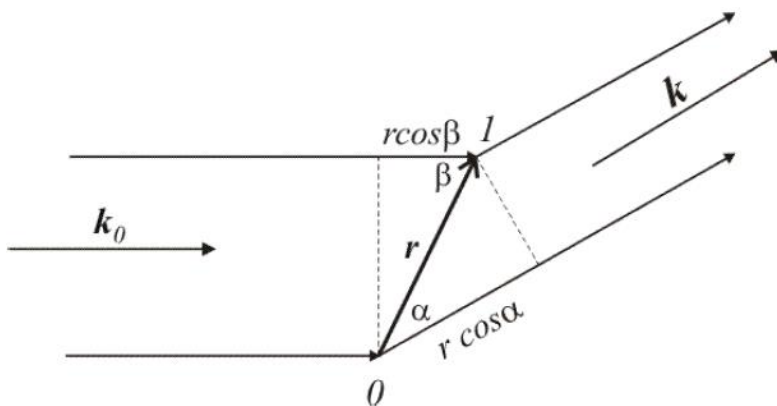


Diffrakációs módszerek

Az anyagszerkezeti meghatározások alapmódszerei. Egy szerkezeti periódusságot jellemző állandónál kisebb hullámhosszú hullámot bocsátunk és a mintán való áthaladás után detektáljuk annak Fraunhofer képét. Rácsállandók általában 0,4-0,8 nm. Az alkalmazott hullám RTG, elektron, neutron.

Szórások egyszerű elmélete: kinematikai modell. Közelítő feltevéseink: a szórás rugalmas (energiája nem változik, hullámhossz megmarad), koherens (fáziskül. állandó), gyenge (elég egyszeres szórással számolni).

Geometriai alapjai (kedvenc ábrám)



Két szórócentrum. A szórás minden irányba történik, azt vizsgálom, hogy a mintától távol (matematikai végtelenben) a szög függvényében milyen interferencia kép alakul ki. Ez a Fraunhofer diffrakció.

Szórás két szórócentrumól

$$A(\mathbf{k}) = a_0 e^{i(\omega t - \mathbf{k}x + \delta_1 + \delta)} = A_0 e^{i\delta} = A_0 e^{-i\Delta \mathbf{k}r}$$

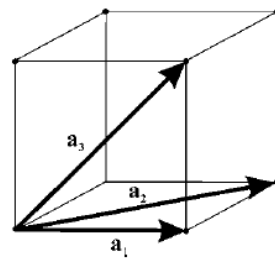
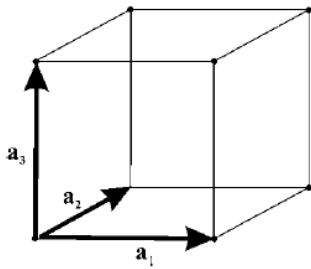
Az A0-ban benne az időfüggés, és a fázistolás is. Hogy ne kelljen cipelni, többnyire egynek vesszük. A k irányban az interferencia eredményeként kialakuló amplitúdó.

$$A(\mathbf{k}) = \int_V \rho(\mathbf{r}) e^{-i\Delta\mathbf{k}\mathbf{r}} d^3 r .$$

Az integrált a szórt közeg megvilágított V térfogatra végezzük. Ró az r vektor végpontja körül kis térfogatban a szórócentrumok sűrűsége. Ez maga a Fourier trafó. Méréseinkben többnyire az intenzitást mérjük, ami ennek az absz.érték négyzete. Izotrop esetben elegendő az autokorrelációs függvény egy dim. vetületét használni, amit g(r) radiális eloszlásfüggvénynek.

Leírás kristályrác esetén

A fentieknél jóval több információ kapható a kristályból. Rácsvektorok, bázisvektorok. Minimális térfogatú cella az elemi cella (több is lehet). Az ebben lévő rácspontok száma egy.



Kristályszerkezet, ha a rácspontokhoz bázist rendelünk. Sokszor nem elemi cellát használunk, hanem olyat, ami jobban tükrözi a szimmetriát (Bravais). A rács síkjait a Miller-indexekkel jellemezzük.

Lehetséges bázisvektor választás köbös kristály esetén

Reciprok tér, reciprok vektorok, WS, Brillouin zókák. Ha

forogtjuk a rácsot, vele forog a reciprok rács is. A rács a valódi térben a reciprok rács a Fourier térben írja le a rácsot. Itt a g(r) [radiális eloszlás] függvényeknek kivételesen nagy szerepük van, mert ezek mondják meg milyen irányokban lesz maximum a diffrakciós kísérletekben.

Bragg feltétel

Vizsgáljuk tovább a diffr. hullám amplitúdóját. Az integrál felbontható 2 részre. Először egy atomra integráljunk.

$$f_j(\mathbf{g}) = \int_V \rho_j(\mathbf{r}_e) e^{-i\Delta\mathbf{k}\mathbf{r}_e} d^3 \mathbf{r}_e = \int_V \rho_j(\mathbf{r}) e^{-i\Delta\mathbf{k}\mathbf{r}} d^3 \mathbf{r} .$$

Ezt formafaktornak nevezzük és ez egy atom szórássűrűségének Fourier-trafója. Összegezzük őket úgy hogy figyelembe vesszük a cellában elfoglalt helyüket. Itt már Fourier-sorokról beszélünk, nem integrálról.

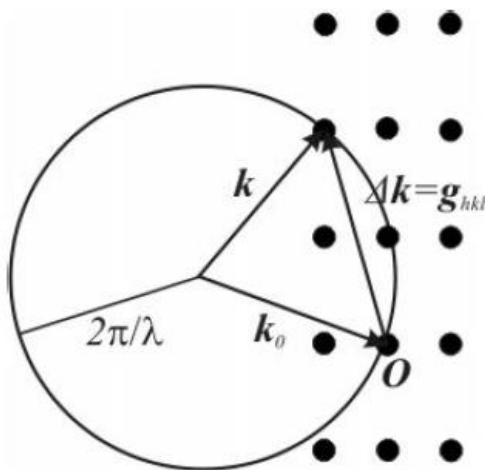
$$F_{hkl} = \sum_j f_j e^{-i\Delta\mathbf{k}\mathbf{r}_j} .$$

Ez az F_{hkl} szerkezeti tényező minden cellára azonos. A második tag (exp) pedig a rácsösszeg. A szumma olyan oszcilláló függvény, ami maximumot ad ahol a reciprok rácsvektor és rácsvektor szorzata 2π -egész szám többszöröseit adja. A $\Delta k = g$ feltétel a Bragg feltétel. Másik megfogalmazásban:

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

Ewald szerkesztés

Nem más mint a Bragg feltétel geometriai ábrázolása. k_0 sugárral rajzolunk egy gömböt. A lehetséges k vektorok a gömb sugarai. olyan k irányokban mérünk nagy intenzitású szórt nyalábot, ahol a Δk éppen megegyezik egy reciprokrács vektorral.



Az Ewald-szerkesztés

Nem biztos, hogy a feltétel teljesül. A külvizsgálati módszerek lényege éppen az, hogy biztosítsák a Bragg feltétel teljesülését.

Az atomi formafaktornak a Bragg feltételt is magában hordozó alakja a következő:

$$f_j(\mathbf{g}) = \int_V \rho_j(\mathbf{r}) e^{-i\mathbf{g}\mathbf{r}} d^3\mathbf{r}.$$

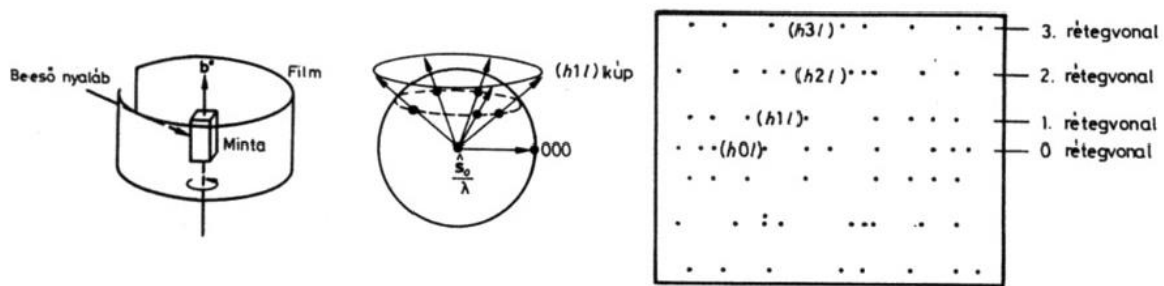
Ró jellege attól függ mivel méretegünk éppen. RTG foton az elektronokon szóródik, az elektron az atommagon és az elektronok Coulomb potenciáján (itt tehát majd két tagú lesz)...

Szisztematikus kioltás: bár a Bragg teljesül, mégsem kapunk minden esetben elhajlási maximumot. Minden atomra más-más vonalak hiányoznak. Ezzel jól lehet azonosítani a dolgokat.

Mikor az atomok helyzete nem olyan szabályos mint pl. bcc esetben, akkor a szerkezeti tényezőnek képzetes része is van, tehát fázisa is. Ez azonban nem kapható meg a mérésből, pedig szükség lenne rá. Ez a fázisprobléma.

Egykristály diffrakciós módszerek

Forgókristály módszer (ezzel küszöböljük ki azt, hogy véletlen helyzetben néha nincs diff.kép) – monokromatikus nyaláb kell. Diff. maximum, ahol a reciprokrács egy pontja az Ewald gömb felületére kerül. Ha egy reciprokrács vektor mentén forgatom a kristályt, akkor a diff. kép rétegvonalakban elhelyezkedő pontokból áll.



Másik módszer a Laue. Itt polikromatikus RTG hullámot használunk. A kialakuló kép összetett, de sokat mond a rács szimmetriáiról, ezért a kristály orientálására jól használható.

Polikristályos diffrakció (pordiffr.)

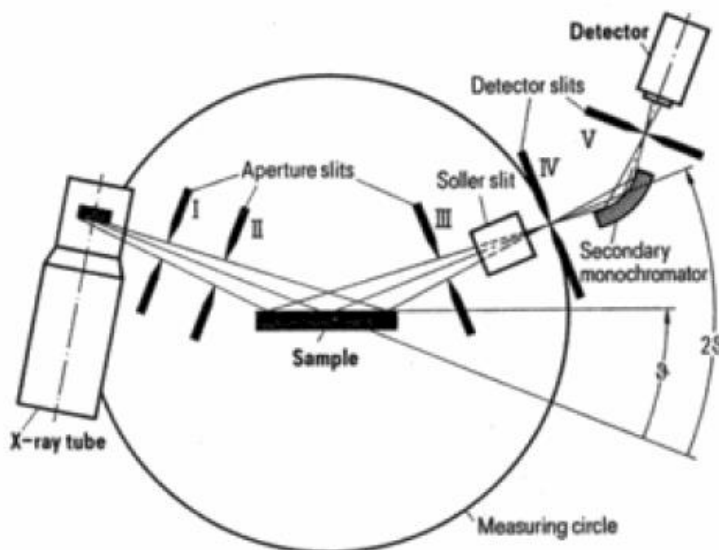
Valamennyi kristályirány minden irányban előfordul. A F térben ez úgy szemléltethető, hogy minden rekrácpontnak egy rekrácpont középpontú gömb felel meg. A minta köré helyezett fölmenn a fim és kép metszésének megfelelő íveken jelennek meg a nyaláb nyomai. Minden rekrácpontnak két ív felel meg. Minél kisebb a szemcse, annál szélesebb a vonal. A vonalszélességből pedig a kristályszemcsék mérete meghatározható.

$$\Delta\theta = \frac{\lambda}{L \cos\theta}, \quad \text{Itt } L \text{ a kristalitok mérete.}$$

Ez az összefüggés kb. 10 nm-ig, felfelé meg úgy 1 mikrométerig érvényes. Másrészt a kristály hőmérséklete is hat a dologra. A rács kollektív rezgést végez, melyek elemi gerjesztései a fononok. Ezt jól leírja a Debye modell.

RTG diffrakció

Nem a Debye-Scherrer elrendezést használja, hanem Bragg-Brentano.



A beeső és kimenő szög a normálisához képest azonos. A minta és detektor szöge együtt változik. Sugárforrás RTG cső, kell még nyálábosztó hozzá, párhuzamosítás, monokromátor egykristály (pirolitikus grafit).

A RTG egyik hátránya, hogy alacsony rendszámú elemek nehezen vizsgálható vele, mert kicsi a formafaktor.

A hagyományos RTG cső intenzitása azonban sok esetben kevés, ezért fordulunk néha a szinkrotron sugárzásához. Ez impulzus üzemmódban működik, ami előnyös zajszűrés szempontjából (+kis divergencia, polarizáltság, nagy nyálábátmérő).

Neutron diffrakció

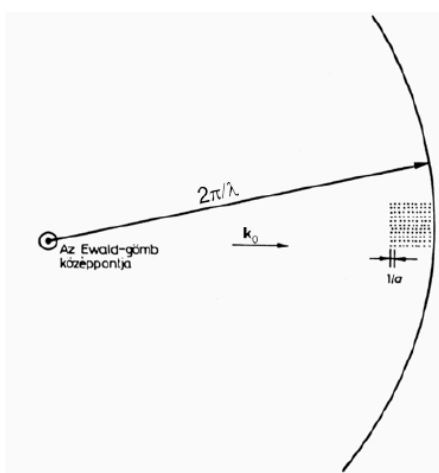
Az atomi formafaktor jellege kül. az RTG fotonokétól. A hullámhossz itt is 0,1 nm nagyságrendű, azonban ez a magokon szóródik, ami egymilliomod nm. Emiatt a mag felülete síknak tekinthető és nem kell fáziskülönbségeket számolgatni, amiatt a formafaktor szögfüggetlen lesz. Forrása atomreaktor, vagy spallációs. Okosan kell gazdálkodni vele, mert kevés van, ezért reflektálják. A spallációs fluxusa nagyságrendekkel nagyobb.

A moderátorból kijutó nyáláb az ideális gázhoz hasonlóan MB eloszlású lesz, ahol az eloszlás csúcsának helyét a moderátor hőmérséklete szabja meg. A neutron energia a fonon, magnon termikus energiák nagyságrendjébe esik. Alkalmas a fonon, magnon gerjesztések diszperziós relációjának kimérésére.

Szóval: szórási hatáskeresztmetszete kisebb, mint a RTG, az atomi formafaktor szögfgtln (ennek elnevezése szórási hossz), a kilépő nyáláb pí fázistolást szenved, pordiffrakcióra is jó (itt rögtön Fourier komponenseket ad – minél több, annál pontosabb a szerkezet rekonstrukciója), szóródik az elektronrendszer kompenzálatlan spinkomponensén is – de mivel ez már jóval nagyobb, mint a mag, ez a fajta szórás már szögfüggő lesz.

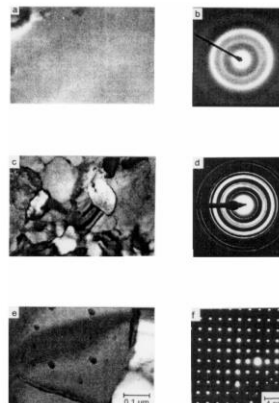
Elektron diffrakció sajátosságai

A magok és az elektronrendszer Coulomb potiján szóródik. Az atomi formafaktor két tagból áll, de hasonló mint a RTG szórásnál. A TEM ben van kihasználva. Ennek két üzemmódja van. Az egyik a diffrakciós kép ($E \sim 200-300 \text{ keV} / 0,0022 \text{ nm}$). A hullámhossz a rácsállandóhoz képest 2 nagyságrenddel kisebb, a rectérben az Ewald sugara ennyivel hosszabb. A Bragg szög ezért kicsi. Az Ewald felületet sírknak tekinthető, több recrácspontra is teljesül a Bragg. Az elektrondiffrakciós felvételeken mindig a recrác egy metszetét látjuk.



Az Ewald-szerkesztés elektrondiffrakció esetén

Amorf diffrakciós kép széles, diffúz vonalából áll. Polikristályos esetben a gyűrűk szép élesek. Az egykristálynál már a pontok jelennek meg.



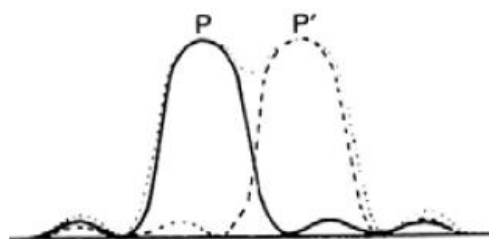
Spektroszkópia

Bunsen, Kirchoff, Balmer...

Eredetileg a látható fény tartományában volt értelmezve, ma már használjuk mindenre, ami létezik (akár töltött részecskék + anyag is). Az x tengelyen többnyire freki, hullámszám, csatornaszám látható, az y pedig intenzitás, beütésszám, stb. Az ágazatok elnevezése utal a gerjesztés és kiváltott termék formájára. Abszorpciós és emissziós spektroszkópiák felsorolása. A hatás vizsgálata detektorral történik (hűdemeglepő). A vizsgált elektromágneses hullámok összetettek lehetnek, ezért fel kell tudni bontani őket valamilyen diszperzív elemmel. Ilyen a prizma, rács és interferométer. Ezen rendszerek fontos paramétere a *felbontóképesség*.

$$R = \frac{\lambda}{\Delta\lambda},$$

A $\Delta\lambda$ a Raleigh által megszabott hullámhossz tartomány. A diszp. elemek a λ hullámszám spektrumvonalat elhajlási spektrum formájában jelenítik meg. A csúcson csúcson, az egész harang alakú görbe. A λ és λ' vonalakat akkor tudja a rendszer megkülönböztetni, ha az egyik maximuma legalább a másik minimumában van.



Prizma

Felbontása a R kritérium felhasználásával:

b a prizma alapjának hossza, mellette a prizma diszperziója látható. A felbontóképesség nő a prizma méretével! Az ólomüveg a látható tartományban bont fel jól a kvarc inkább az alacsonyabb hullámhosszú tartományban (UV). A prizma felbontóképessége a legkisebb!

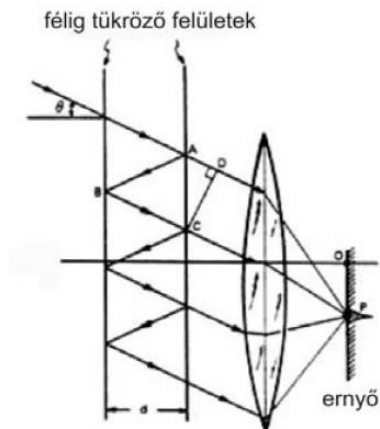
$$\frac{\lambda}{\Delta\lambda} = b \frac{dn}{d\lambda}$$

Rács

$\frac{\lambda}{\Delta\lambda} = kN$ N a megvilágított vonalak száma, k az elhajlási rend. A fehér fény színeként állítja elő egymást követő rendekben. Távolabbi rendek szélesednek és átfednek. 10 centis 12K vonásos rács felbontóképessége 10^5 nagyságrendű. Sokkal jobb, mint a prizma. A prizma előnye viszont, hogy ott egy spektrire koncentrálódik minden és nincs átfedés, viszont az RTG tartományban már nem működik a prizma.

Interferométer

Fabry-Perot:



Fabry-Perot-etalon

A csíkrendszer maximumai ott alakulnak ki, ahol

$$N\lambda = 2d \cos\theta$$

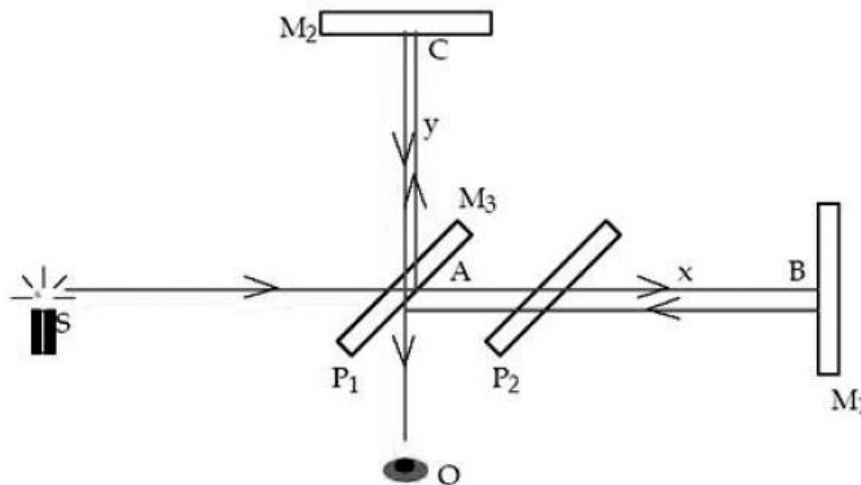
Nagyobb szögekhez egyre kisebb N érték tartozik! Széttartó monokrom nyaláb esetén a maximumok koncentrikus körök lesznek. A vonalszélesség attól is függ hány nyaláb vesz részt az interferenben. Mennél több – annál élesebb (keskenyebb) vonal. Hány hány visszaverődés van, az az R reflexióképességtől függ. Ezt gyakran az F finesse paraméterrel is jellemezzük. Minél nagyobb, annál nagyobb R, annál szebb a kép. A felbontóképesség is kifejezhető vele.

$$F = \frac{\lambda}{\Delta\lambda} = NF$$

Két használati mód van: széttartó nyaláb esetén a koncentrikus csíkokat vizsgáljuk. A másik a párhuzamos módszer. Ilyenkor a detektor a lencse fókuszában van és az intenzitást nézzük. Zeeman effektus jól tanulmányozható vele.

F trafós speki Michelson-intferométerrel

Nagyfelbontású méréseket ezzel csinálunk!



A planparalell lemez arra kell, hogy megegyezzenek az optikai úthozak. A mért intenzitás pontosan úgy írható fel, mint a matematika F trafó művelete. Innen a név.

$$I(x) = 2 \int_0^{+\infty} B(k) \cos kx dk = \int_{-\infty}^{+\infty} B(k) \cos kx dk .$$

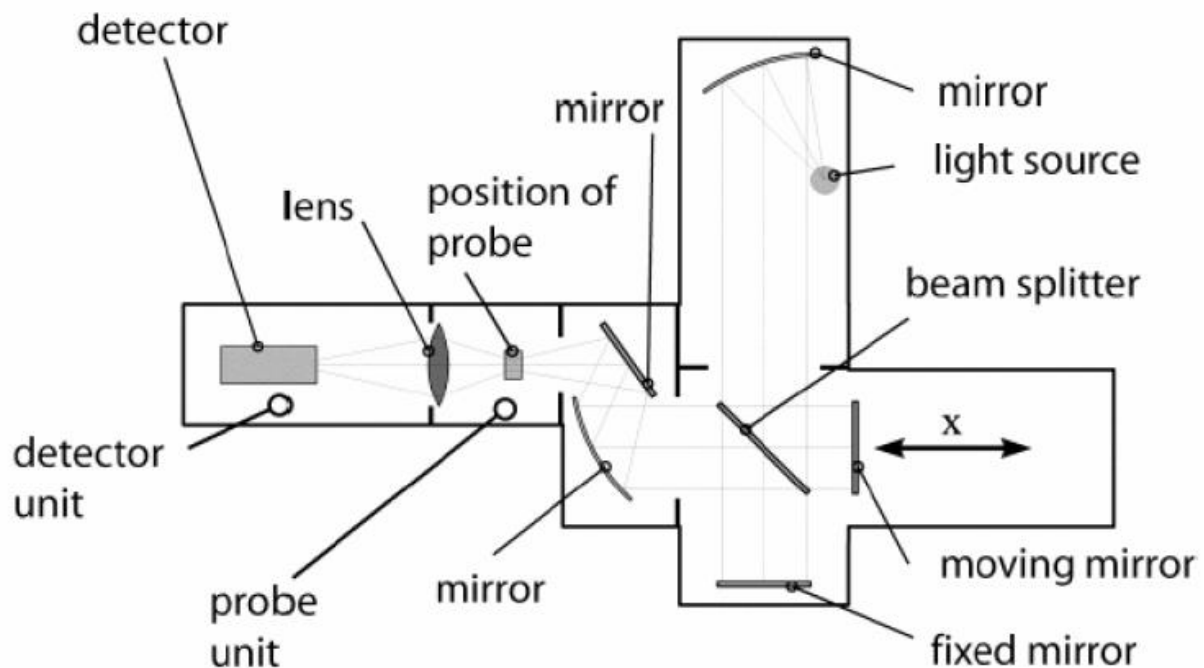
$$I(x) = \int_{-\infty}^{+\infty} B(k)(\cos kx + i \sin kx)dk = \int_{-\infty}^{+\infty} B(k)e^{ikx} dk$$

Az inverz F trafóval az együttes jel frekvenciaspektruma határozható meg.

$$B(k) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} I(x)e^{-ikx} dx .$$

A mérést követően tehát a $B(k)$ függvény meghatározható, ami a spektrum az $1/\lambda$ függvényében. Ez volt az elmélet, a valódi eszköz azonban eltér az ideálistól, hiszen nem a végtelenig integrálunk, hanem valami határok között, ami információvesztést okoz. Emiatt az átviteli függvénnyel kell szorozni az intenzitást, ami a szabályok szerint F trében konvolúció lesz.

Az F trafó előnyei: gyors, egyszerre méré az egész spektrumot, a forrás jelének nagyobb része halad át a mérőeszközön.



Infravörös speki

Ez az energia még nem tud elektront gerjeszteni, ezért a rezgésre megy rá, illetve a fonon rezgési módusokra. Ujjlenyomatszerűen használható. Gerjesztés akkor, ha a gerjesztőhullám energiája \sim gerjesztési módus energiájával. Ha a gerjesztőhullám kevés ahhoz, hogy atomot, elektront lökjön ki a molekulából, akkor minden irányba szóródó elmag hullámot fogunk

érzékelni. Ez azt jelenti, hogy az elmag hullám KH-ba lépett az anyaggal, kényszerrezgést okozott, emiatt van a sugárzás.

Raman

Látható, vagy UV tartomány. Rayleigh szórás (ha a centrum kicsi) vagy Mie, ha nagy. Polarizálható részecskében az el. kényszerrezg. végez ami miatt rezgő dipólmomentum jön létre. Ez sugároz. Az intenzitás a freki 4. hatványával arányos.

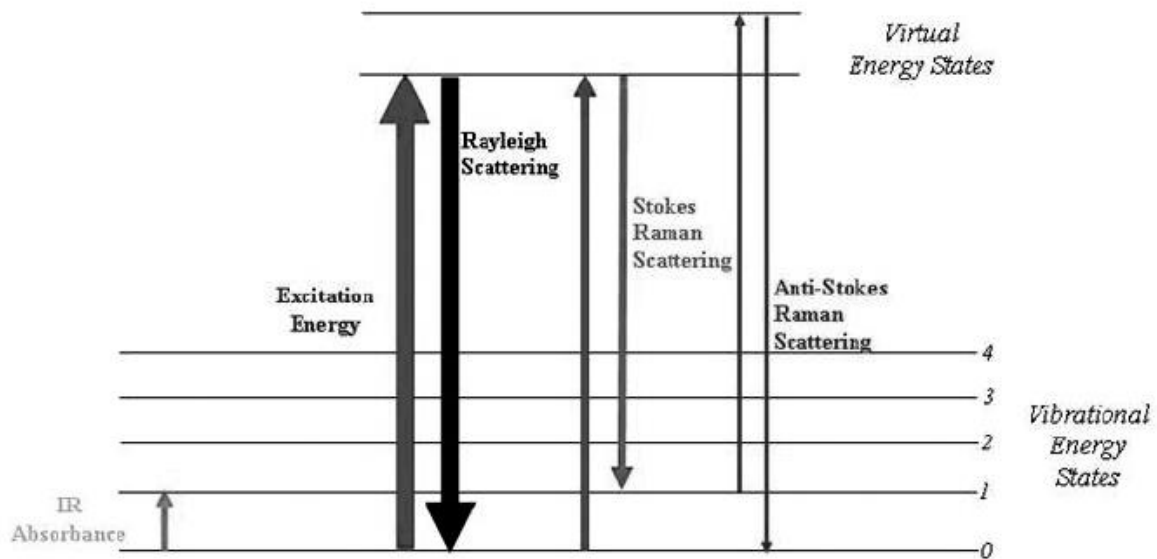
$$I \approx \frac{1}{r^2} v^4 (1 + \cos^2 \theta)$$

Kék ég, vörös naplemente, stb.

Attól függően, hogy az molekula alaphelyzetből lett-e felgerjesztve és hova tért vissza, több helyzetet különböztethetünk meg.

A gerjesztés hatására egy virtuális energiaszintre kerül, ami nem egyensúlyi helye, így elfoglal valamilyen szintet.

Ha alaphelyzetből ment fel és oda is ment vissza, akkor Rayleigh szórás. Ha alaphelyzetből ment fel és egy gerjesztettbe esik vissza, akkor Stokes Raman, ha gerjesztettből indult és alaphelyzetbe megy, akkor Anti-Stokes Raman. Ebben a sorrendben csökken a valószínűségük.



A spektroszkóp lehet energiadiszperzív, vagy diszp. elemen alapuló is. Raman a molekularezgésekre használják. Nagy a jelentősége a nanorészecskék vizsgálatában. Szén nanocsövek, fullerének, stb. A gyenge Raman effektust pl. arany vagy ezüst felhordással lehet megerősíteni. Ennek a felületi plazmonrezgése felerősítik a jelet. A Raman és IR egymást kiegészítő technikák!

Atomi spektrum

Az atom elektronjainak gerjesztésén alapszik. Külső héjak kis energiával ionizálhatók, belsőbbekhez több száz (akár ezer) eV szükséges.

Optikai speki

A hidrogén színképével kezdte Balmer, amire Rydberg korrekciójával már tudjuk is a formulát:

$$\frac{1}{\lambda} = R_H \left(\frac{1}{2^2} - \frac{1}{n^2} \right),$$

A csillagászatban pl. pótolhatatlan nagy szerepe van a dolognak. Kémia és biosz alkalmazza pl. az induktív csatolású plazma módszert is, ahol 7-8 ezer K + 40MHz RF gerjesztés is van.

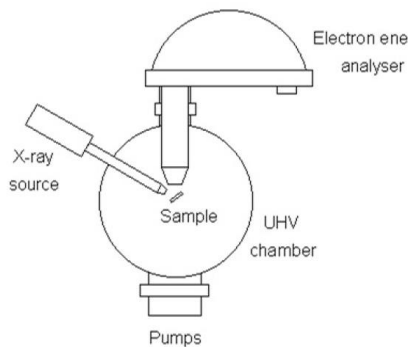
RTG speki

A belső héjak gerjesztéséhez több keV kell (RTG foton). Ez a foton szóródhat rugalmasan (diffrakció), vagy rugalmatlanul (Compton), de abszorbeálódhat is (fotoeffektus).

Egy benti héjról kiütött elektron a fentebbi héjról pótlódik, míg egy rtg foton távozik, így viszont a fentebbin van lyuk, ami még fentebbről töltődik és ... így alakul ki a RTG speki. Ha a visszatöltéskor keletkező foton nem távozik, hanem átadja energiáját egy magasabb energián lévő elektronnak és az ettől kilökődik, akkor beszélünk Ozsé elektronnak. Ez is egy spekifajta. Mindegy mi történik épp, mindig olyan spektruot kapunk, ami jellemző arra az atomra, ahonnan származik.

RTG fotoelektron speki – XPS

A kilökött elektron energiájánál mérésén alapszik. Nagyvákuum, monokromatikus gerjesztés. Elsztat analizátorral vagy elektron-sokszorozó csővel, sokcsatissal detektálható.

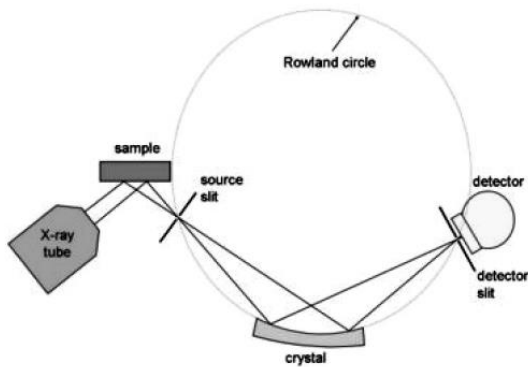


Az XPS berendezés vázlatos elrendezése

RTG fluoreszcencia speki – XRF

Nem károsító módszer. Forrás egy RTG cső vagy szinkrotron (de lehet jó energiájú elektron vagy más töltött részecske is). Mivel a kicsi elemekről csak kis áthatolóképességű foton távozik, a legkönnyebb elem a Na, amit jól lehet mérni vele. Félvezető detektorral vagy

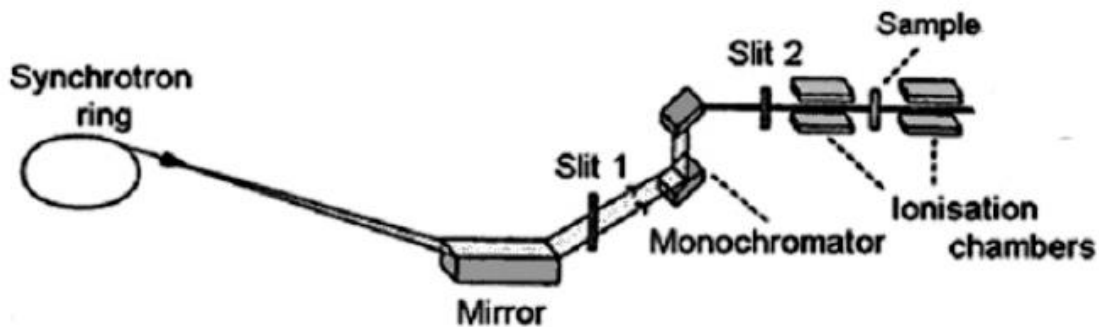
proporcionális kamrával detektálunk. Illetve egy másik mód a LiF egykristály használata.



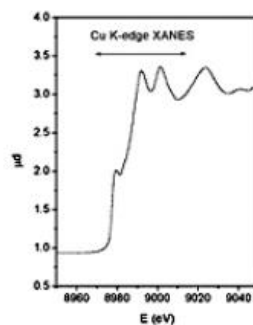
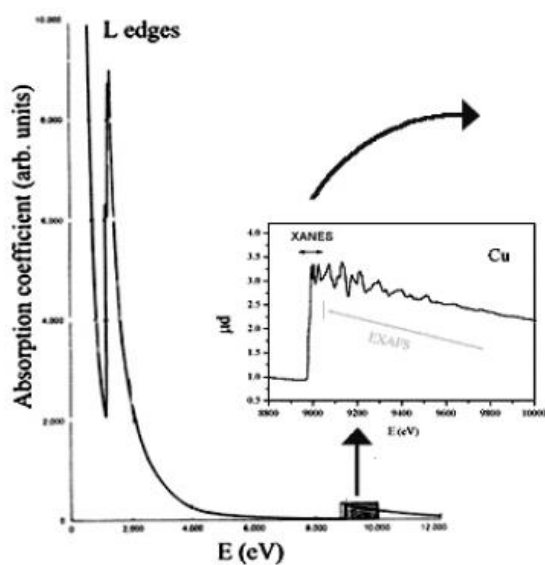
RTG abszorpciós speki

A szinkrotronok korától fontos eszköz! Jóval nagyobb intenzitást bocsátunk a mintára és nézzük mi megy be és mi jön ki.

$$I = I_0 e^{-\mu d}$$



Az energia nő – abszorpciós tényező csökken, míg a minta atomjának egyik belső elektronjának gerjesztési energiájának közelébe jut.



Ugrás van a függvényben. Ha ráközelítünk, látjuk, hogy finomszerkezete van, hiszen a gerjesztés fotonja elegendő a gerjesztéshez (az élnél éri el a kilökési energiát). Az él utáni az elrepülő elektron gömbhullám mivolta miatt van. Ha gázban van a minta, az él után nincs finomszerk. Fontos kémiai szerkezetvizsgálati eszköz lett.

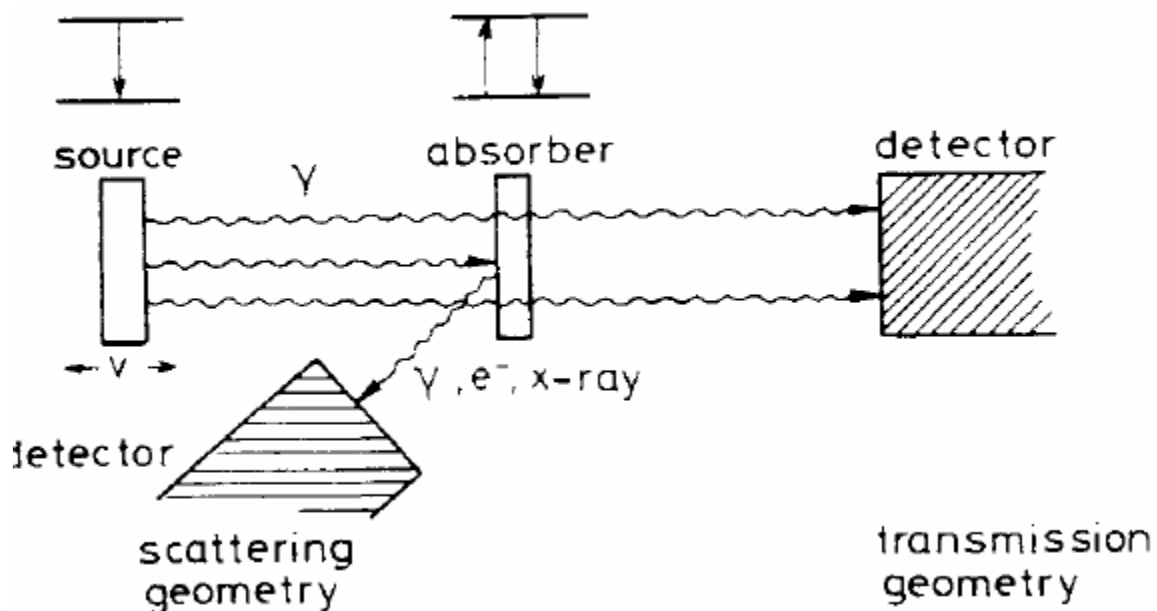
Leginkább amorf anyagok és folyadékok molekuláinak szerkezetvizsgálatához szolgálnak mással alig pótolható információval.

Mössbauer speki

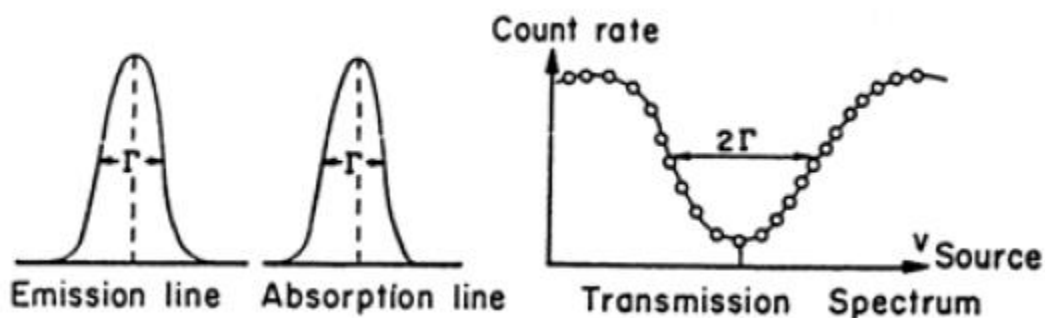
Rendkívül kifinomult, a finomszerkezetre van ráállva.

Forrás gerjesztett atomja legerjedés közben emittál egy 11,4keV fotont. Az emissziós görbe Lorentz, maximuma E -nél van. Az abszorpciós szintén Lorentz, azonos félértékszélességgel. Ahhoz, hogy a gamma foton abszorpciója megtörténjen, a két görbének át kell fedni.

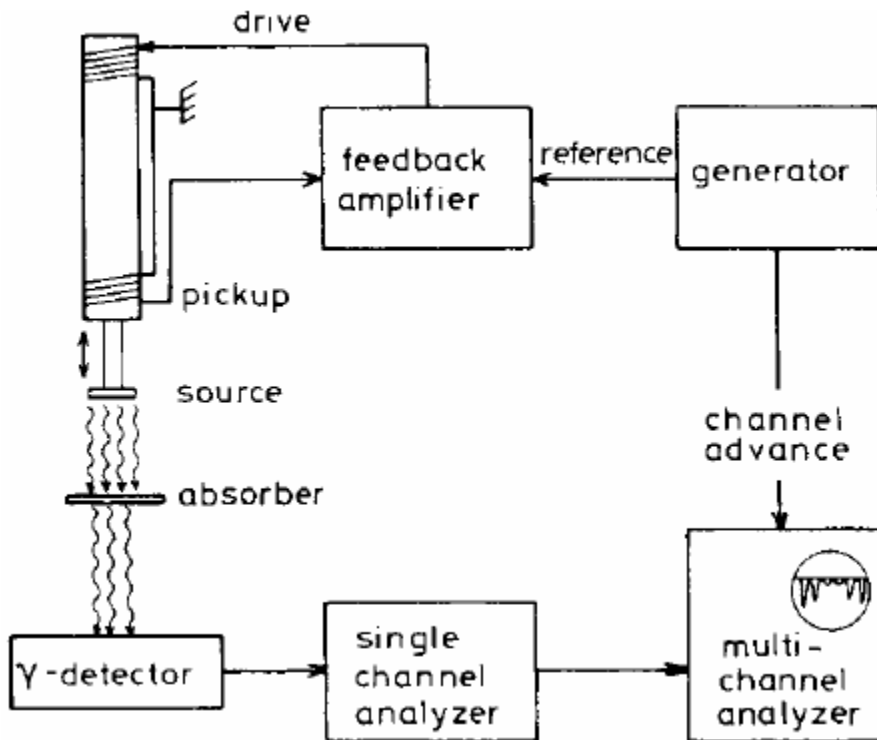
Gázban ez nem nagyon jön össze több dolog miatt, mert hátralökődik a gerjesztőmag, mikor kilökődik a foton. Ez a félértékszélességgel összevethető, messzebb viszi egymástól a két görbét. Szilárd anyagnál azonban a rács tartja az atomokat. A visszalökési energia csak arra elég, hogy a rács egésze felvegye (hiszen még a fononrezgést sem tudja gerjeszteni) a visszalökési energiát – szóval mintha nem is lenne. Tehát az effektus: a forrás gammaemissziója és a gamma abszorpciója a mintában visszalökés mentesen történik meg, ezért a két görbe közel marad egymáshoz, így rezonancia abszorpcióról beszélhetünk.



Ez a klasszikus összeállítás! A forrás \sim cm/s mozog (változó sebességgel). A gamma foton energiája a Doppler miatt megváltozik. Ezzel elérhető az, hogy a két emissziós görbét egymásra toljuk (ez pont a két görbe konvolúciója). Ebből egy dupla félértékszélességű abszorpciós görbét kapunk.



Van egy viszaszórási elrendezés is, ilyenkor kiválasztunk valamit (reemittált gammafoton, konverziós elektron, konverziós rgt) és ezeket mérjük. Általában szcintillációs detektort használunk, utána egy sokcsatis (ami diszkriminátor) – ami a gamma mellett a rgt fotonokat szűri,... Összeállítás:



Hiperfinom kölcsönhatások

Ha a gamma fotont kibocsátó mag rácspan van, a gerjesztési szintek energiáját befolyásolják a magot körülvevő elektronok, valamint a környező magoktól származó elektromos és mágneses terek. A változás pont az emissziós görbe félértékszélességével egyező nagyságrendű.

A Mössbauer alkalmazásai

Jellemző arra a fázisra, amiből származik, ezért fázisazonosításra tökéletesen alkalmas. Ismeretlen összetétel esetén a spektrum dekompozíciója információt nyújt az összetételről. Az izomér eltolás mértéke nagyon fontos egyes kémiai információk miatt. A mágneses fázisok vizsgálatában kiemelkedő szerepe van a MS-nak.

Mikroszkópia

Az első mikik fényel működtek, kb. 1600-as évektől ismertek (~300 nagyítás). 1800-as évek közepén megjelennek az ívlámpák, melyek már ki tudták szolgálni jó optikákat. Jobban, mint a napfény és a gyertya fénye. 1847 – Carl Zeiss első mikije (neve ma is faszaságot jelent).

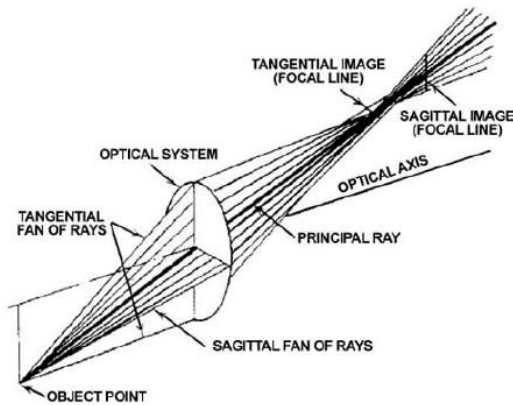
Lencsehibák

1. *Gömbi hiba* (szferikus aberr.) – ahogy a lencse tengelyétől egyre távolabbi fénysugara

érkeznek, a fókuszpont nem esik egybe. Lehet javítani diafragmával, de ez rontja a num. apertúrát is. Két egymáshoz tett síkdomború lencse jót tesz neki.

2. *Színi eltérés (asztigmatizmus)* – a lencse anyagának diszperziója okozza, vagyis hogy a törésmutató hullámhossz függő. Kül. anyagkombinációkkal és lencserendszerekkel ez is korrigálható valamelyest.

3. *Asztigmatizmus* - az optikai tengelyen kívülről jövő nyalábokra igaz.



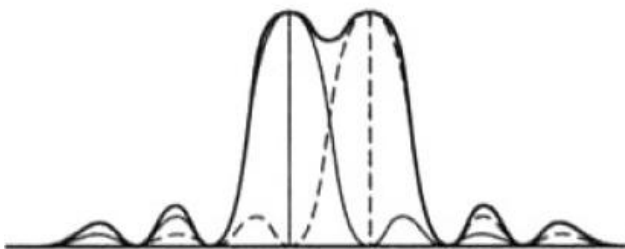
A tangenciális és szagittális fókuszpontok nem esnek egybe. Ha az egyiknek fókusza van, a másiknak fókuszvonala. A két fókusz táv és hossza arányos a lencse látószögének négyzetével.

Lencse leképezése

Abbe vizsgálta a hullámoptika alapján. Optikai rácsot tekintünk és a rajta történő elhajlást. A rácsot monokrom párhuzamos nyalábokkal világítjuk meg, az elhajlik és párhuzamos nyalábok indulnak el különböző szögekben. Ezeket a nyalábokat a lencse fókuszsíkjára egyesíti pontokká. Ugyanaz a kép, mint amit a lencse nélkül látnánk a végtelenben (Fraunhofer kép). A fókuszsíkon tehát a Fraunhofer kép jön létre. Ez a megvilágított tárgy F trafója. A trafót nem a lencse hozza létre (!) csak megfigyelhetővé teszi. Minden magasabb komponens hozzáadása a kép élességét fokozza. Fázisuk is van, erre azonban a szemünk nem érzékeny! Nem periodikus tárgynak is F trafója jön létre, de ez már folytonos F trafó.

Lencse felbontása

Ez az egyik legfontosabb paraméter. A minta két pontja közti legkisebb távolság ahol még különállónak látszanak. Több tényező befolyásolja. Az egyik ilyen az Airy korong (párhuzamos nyaláb megy át a lyukon, amin létrejövő diffr. miatt a Fraunhofer elhajlási kép egy világos korong, amit koncentrikus sötét-világos rendszer vesz körbe. Ha lencsét használunk leképezésre, hasonló jelenség következik be a lencse véges mérete miatt. Nem csak az elhajl. kép, hanem minden képe egy középső fénypól és a körülötte lévő körökből áll. Minél kisebb a lencse átmérője, annál nagyobb lesz a középső folt. Ha külön akarjuk látni a két pontot a képen (felbontás) akkor az egyik pont Airy korongjának minimumhelyén kell lenni a másik maximumának.



Ezek alapján kell számolni a felbontóképességet. Ha a tárgy és objektív között n törésmutatójú közeg van, akkor

$$d = 0,61 \frac{\lambda}{n \sin u} = 0,61 \frac{\lambda}{NA}$$

NA a numerikus apertúra (fénygyűjtő képesség [$n \cdot \sin u$]). Ha nem önállóan világító pontokról van szó, akkor

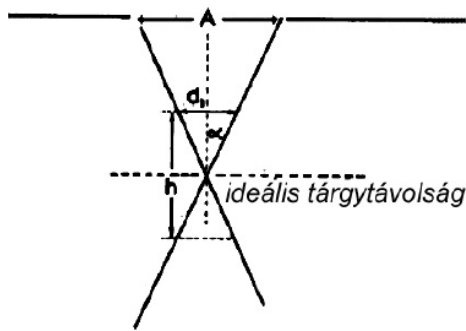
$$d = \frac{\lambda}{\sin u}$$

Ha figyelembe vesszük, hogy $\sin u$ max 1 lehet és törésmutató ~ 1 , kimondhatjuk, hogy a diffrakción alapuló optikai mikik *maximális felbontása a hullámhossz fele*.

Nagyítás

Kép és tárgy hányadosa. Maximális nagyítás az az érték, ami a felbontható legkisebb távolságot akkorára hozza, ami a szem felbontásának plafon. Lehet ennél nagyobb is, de fölösleges, nem ad új infót homályos sötét lesz tőle a kép.

Mélységélesség

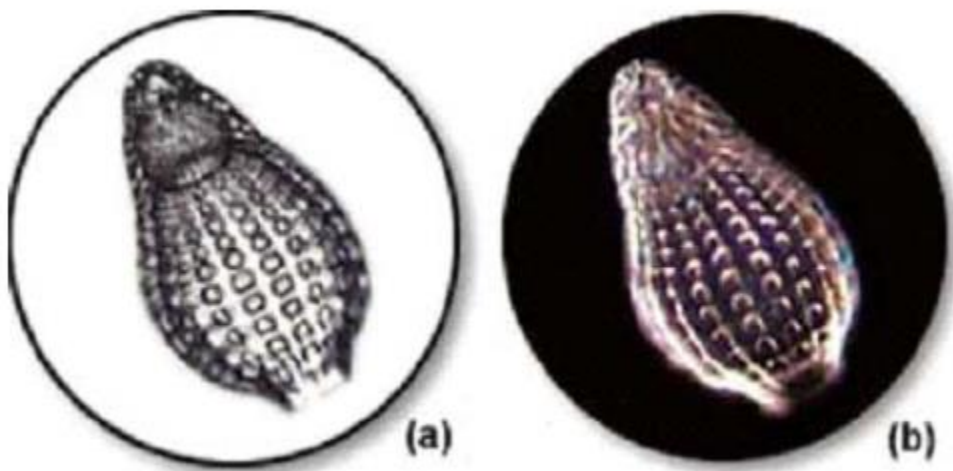


A h magasságot hívjuk a mélységélesség tarományának. Kb. megegyezik a maximális felbontással. Növelésének lehetőségei: növelem a hullámhosszot, csökkentem a numerikus apertúrát (diafragma).

Megvilágítás szerepe

Nagyon nagy, főleg a nagy nagyításoknál. A kép világos látoterű, ha alulról világítom meg és felülről nézem. Ilyenkor transzmissziós üzemmódban használom a mikit. A nulladrendű elhajlás is benne van a buliban. Előnye, hogy egyszerű, de kicsi a kontraszt.

Sötét látoterű a kép, ha oldalról világítom. A nulladrend így nem jut be az objektívba, csak a magasabb rendek, azokból viszont több is. Részletgazdagság nő, de részletek nem felbonthatóak!



Fém-mikroszkóp: felül világítunk, ott is nézzük a visszavert dolgokat. Topológia.

Fluoreszcencia miki

A minta fluoresz. fényét (ami a megvilágítónál kisebb frekijű) vizsgáljuk, ami nem koherens szóval nincs interfer. Biosz használja.

Fáziskontraszt miki

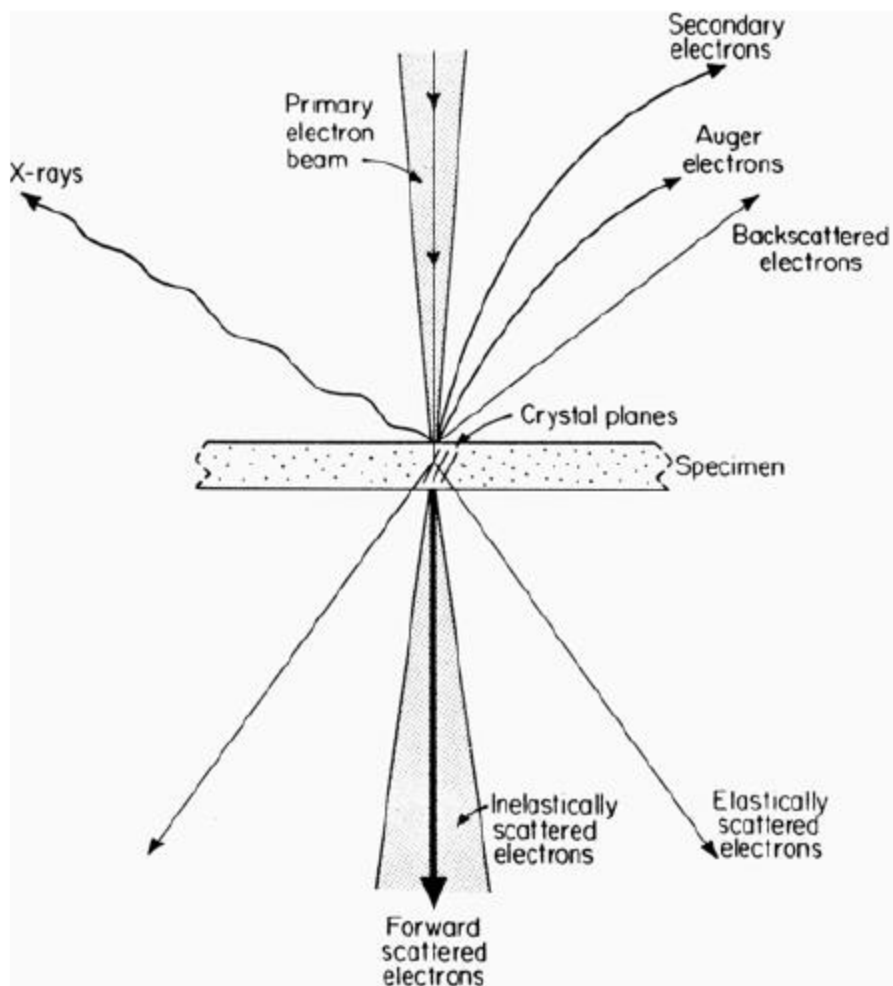
Előhozza a szemünk által láthatatlan fázisviszonyokat olyan képekből, amik amúgy nagyon rosszul használhatók lennének. A fázisváltató tárgyak fázisváltóztatását amplitúdóváltozásra konvertálja – Nobel díjas találmány. Lényeg: nulladrend fázisát eltolom $\pi/2$ -vel ugyanakkor amplitúdóját lecsökkentem, ettől kontrasztos lesz a kép.

Konfokális lézermiki

HiRes fluoreszcencia optika miki. Átlátszó minták rétegfelvételei készíthetők vele. A képet PC állítja össze. A tárgy megvilágítása egy lencserendszer segítségével pontról pontra zajlik. A fókuszon kívülről érkező fény nem jut a detektorba.

Elektronmikroszkópia

Nagy E el. nyaláb. Két nagy család: transzmissziós és pásztázó. Nézzük milyen elektronok játszanak szerepet.



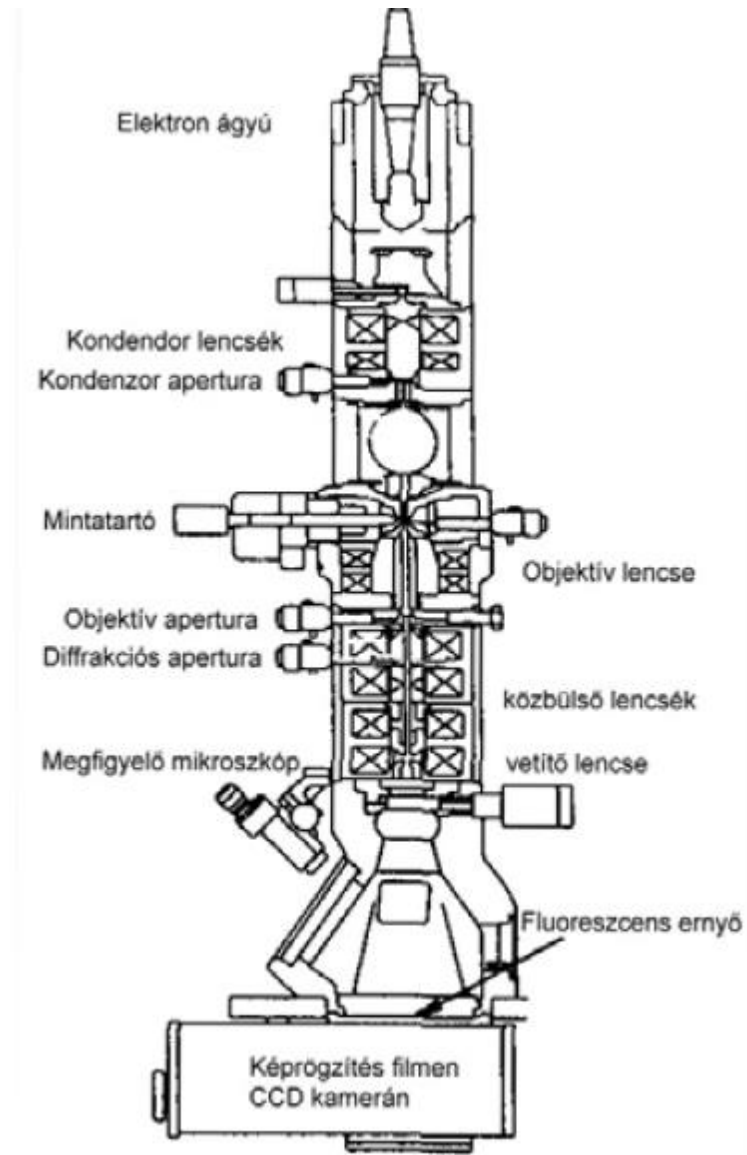
Előreszórtnál: nincs Eveszteség. Többségük ilyen. (TEM)

Rug.tln: kis E veszteség, kis szóródás.

Rug.: Nincs E veszteség, ~fok nagyságrendű irányváltás. (TEM diff, TEM sötét látókör, HREM)
 Szek.el.: külső elektronok, melyeket kiütött a mikró (SEM)
 Visszaszórt: rug. és rugtln. nagyszögű szórás szenvedettek. (SEM)
 A RTG és Oszé ismerős.

TEM

E~200-400keV, hullámhossz ezred nanométer.



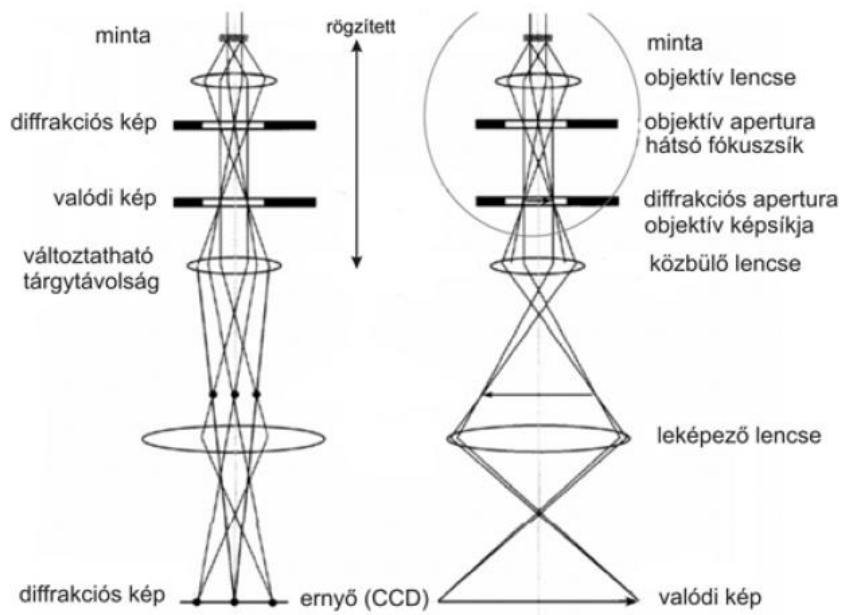
Katód kétféle lehet: izzó (W vagy LaB₆) Vákuumigénye 10⁻⁶ torr. Téremissziós (W hegygel) nagyobb vákuum kell neki.

Az izzókatód egyszerűbb, igénytelenebb, de kicsi int. és élettartam.

Az elektronokat mágneses lencsékkel zaklatjuk, hogy oda menjenek ahova kell. Néhány eltérés a sima lencsékhez képest (pl. hogy ezek tekercsek ☺) továbbá a Lorentz erő miatt ezek helikális pályán mozognak, fókusz táv a tekercs áramával változtatható. Látószöge kisebb, mint a sima lencséé.

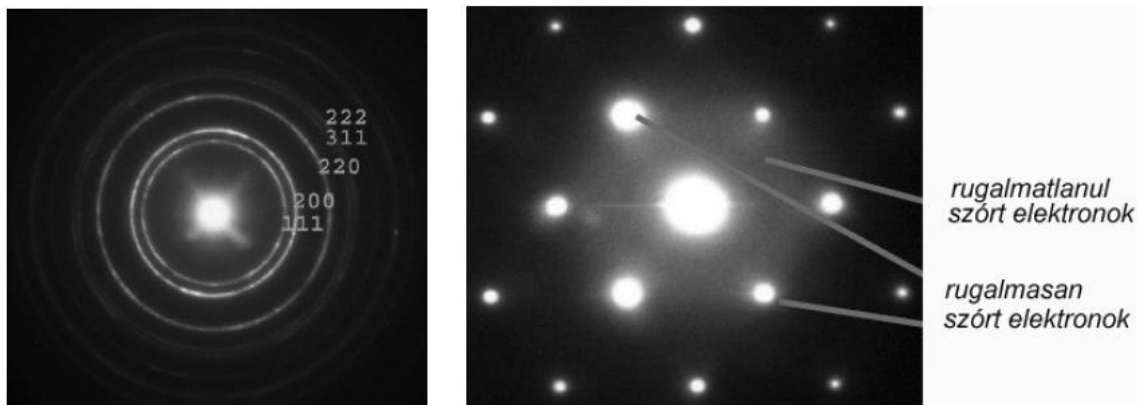
Ezeknek a lencséknek is vannak lencsehibái, de ez kiküszöbölhető úgy, hogy az optikai tengely közelében kell dolgozni velük.

A TEMnek két üzemmódja van: diffrakciós és képképző.



Diffrakciós üzemmódban hogy a kívánt diffrakciós képet kapjuk, a mintát megfelelő szögben kell állítani.

Polikristályos anyag diffrakciós képe a koncentrikus körök, az egykristályé pedig a reciprok rács sík pontjai. Ha amorf, akkor a párkorr. f. F trafója látszik.

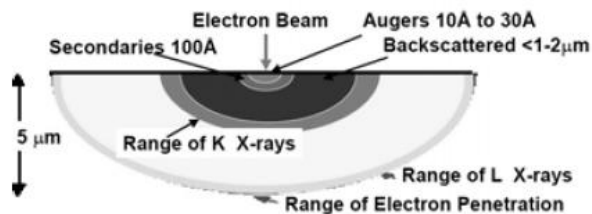


Polikristály (balra) és egykristály (jobbra) diffrakciós képe TEM-ben

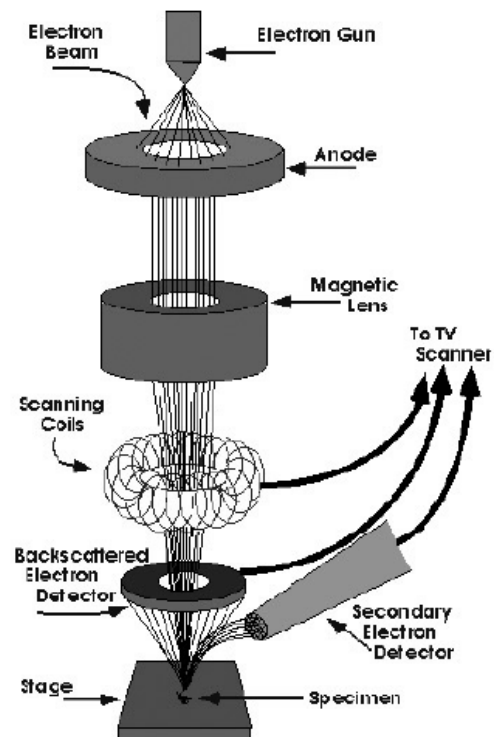
Képképző üzemmódban háromféle képet hozhatunk létre (világos látóterű ha csak az előreszórt nyalábot engedjük át, sötét látóterű, ha az egyik rug. szórt nyalábot – elvileg azonos intenzitást hordoz a kettő, csak a sötét kontrasztosabb). A nagyfelbontású képhez több diffr. nyaláb kell (hiszen ezek pont a F komponensek, tehát ezektől lesz szép a kép). Nagyfelbontású képet csak vékony mintáról lehet készíteni.

Pásztázó elektronmikroszkópia

Soros módon, pontról-pontra hozza léptre a képet. Forrás hasonló, mint a TEMben. $E \sim 30 \text{ keV}$. Nyaláb átmérője 1 nm körüli. Itt a szekunder elektronokat, visszaszórt elektronokat és a röntgen fotonokat használjuk a képképzésre.



Ezzel a módszerrel vastag minta is oké. Kiseb előkészítést igényel, mint a többi fajta. A koszt el kell távolítani, valamint a földelésről gondoskodni. Ha nem vezető a minta, arannyal vagy szénnel hordják fel (szén jobb)



Szekunder elektronok képeinek jóságai

Energia széles eloszlású, de az érték kicsi $\sim 50 \text{ eV}$. Kis mélységből jönnek. Morfológiára jó. 3D minőségű képet ad.

Visszaszórt elektronok képe

Nem minden SEM tudja begyűjteni. $E \sim 15 \text{ keV}$. Nehezebb összeszedni.

Pásztázó mikik

STM, AFM, SNOM – scanning near field optical mic.)

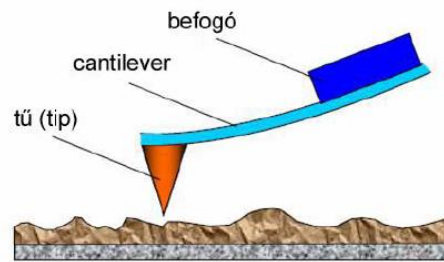
STM: vezető kell hozzá, mert áram folyik a mintán mérés közben. Minta felülete fölött nm-el hegyes tű és pásztáz. V nagyságrendű előfeszítő feszültség van, aminek hatására alagútáram keletkezik. Három üzemmód: állandó áram, állandó magasság, egyhelyben állás. Csak azokat az átmeneteket vizsgáljuk, ahol az alagutolás közben az elektron energiája nem változik (rugalmas alagúteff.).

Az alagútáram a minta elektronjainak állapotfüggvényétől függ. Ha pásztázás nélkül egy helyben tartom a tűt és változtatom a feszítőt miközben mérem az alagútáram változását, akkor a kapott görbe meredeksége arányos az adott pont béli elektron állapotsűrűséggel.

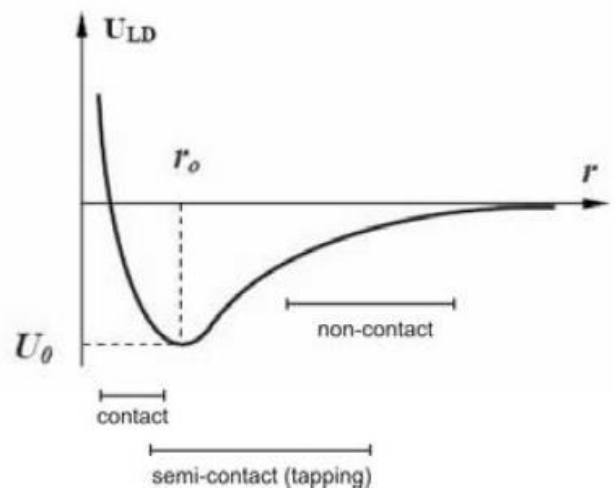
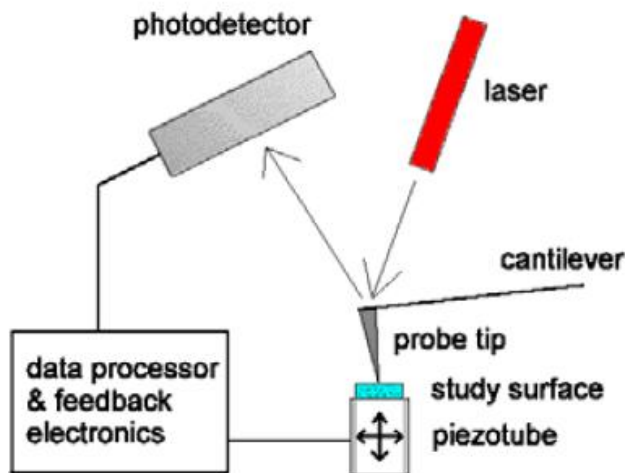
Erőmikroszkópia

Az AFM az STM-ből nőtt ki! Általában az STM berendezés AFM-re is jó, csak ki kell cserélni a fejet. Tű és minta felülete közötti erőhatást mérjük. A minta itt lehet fém, félvezető és szigetelő is. Itt is három üzemmód: kontakt, kontakt-nélkül és fél-kontakt.

Kontakt nélkül 1-100 nm magasságban mozog. itt a vdW erők hatnak, taszító jelleggel. Ha töltés van a felületen akkor vonzó és taszító jelleg egyaránt lehet. Gyakori, hogy a pára kicsapódik, ilyenkor a tű kvázi vízben mozog és kapilláris jellegű erőket is figyelembe kell venni. Ezek is lehetnek vonzók is meg nem is.



Az AFM cantilever, a tű és a minta



Ez a két kép szupercukin elmagyarázza mi a fasz van.

Kontakt üzemmódban felület-tű-táv ~ 1 nm. A Coulomb erők és Pauli-elv miatt nagy taszítás van. Atomi felbontás így érhető el (de így károsít is). Kontakt vagy nemkontakt esetben is az állandó erő üzemmódot preferálják. Gyakori a félkontaktos megoldás is (ütögetős üzemmód). Ilyenkor a kis csumpa a saját frekvijével rezeg és ennek során rövid időre kontakthelyzetbe kerül. Azért jó módszer ez, mert rövid a kontakt, kicsi a roncsolás lehetősége. A rezgés amplitúdóváltozásából számolgatunk így.

Pásztázó köztér optikai miki

A felbontást növeli meg a diffrakciós határ megkerülésével úgy, hogy a hullámhossznál kisebb apertúrával világítjuk meg a tárgyat. Apertúra: fémmel borított hegyes üvegszál (30-50 nm átmérő). A felbontást gyakorlatilag ennek a mérete szabja meg. Az apertúra közelében a a fényforrás közeltere hat (én sem tudom mit jelent...). A megvilágított pontról érkező fényt a berendezés összegyűjtögeti és PC összerakja. Tök jó benne, hogy nem károsít, ezért a bioszosok szeretik, mi meg örülünk, hogy ők boldogok.