

# F10

## ANALYS AV MATERIALS MIKROSTRUKTUR

### MÅL:

Du ska efter laborationen förstå hur man med hjälp av ett antal fysikaliska analysmetoder kan karakterisera den inre strukturen, mikrostrukturen, hos ett material.

### FÖRBEREDELSE:

Instuderingsfrågorna längst bak i PM **skall** vara lösta.

---

Namn.....

Kurs.....

Utförd den.....

Handledare.....

Godkänd den.....

av.....

## INLEDNING.

Syftet med laborationen är att visa hur vi med hjälp av ett antal fysikaliska analysmetoder kan karaktärisera den inre strukturen, mikrostrukturen, hos ett material.

De analysmetoder vi skall använda bygger på olika typer av mikroskopi, mikroanalys och diffraktion. Idén är att vi skall ta ett för Dig helt okänt material, och med hjälp av de tillgängliga instrumenten undersöka grundämnessammansättning, kristallstruktur, kornstorleksfördelning, fassammansättning samt olika gitterdefekter hos materialet. Efter laborationen kommer Du förhoppningsvis dessutom att ha en någorlunda god uppfattning om vilka möjligheter och begränsningar de använda analysmetoderna har.

Ett materials mikrostruktur har ett avgörande inflytande på mekaniska och kemiska egenskaper t ex kryphållfasthet och oxidationsmotstånd. Det är därför av stor vikt att kunna karaktärisera mikrostrukturen hos t ex olika konstruktionsmaterial, för att utifrån denna kunna dra slutsatser om hur olika belastningar och miljöer påverkar materialet samt hur produktionsparametrar skall väljas för att ge ett material med optimala egenskaper.

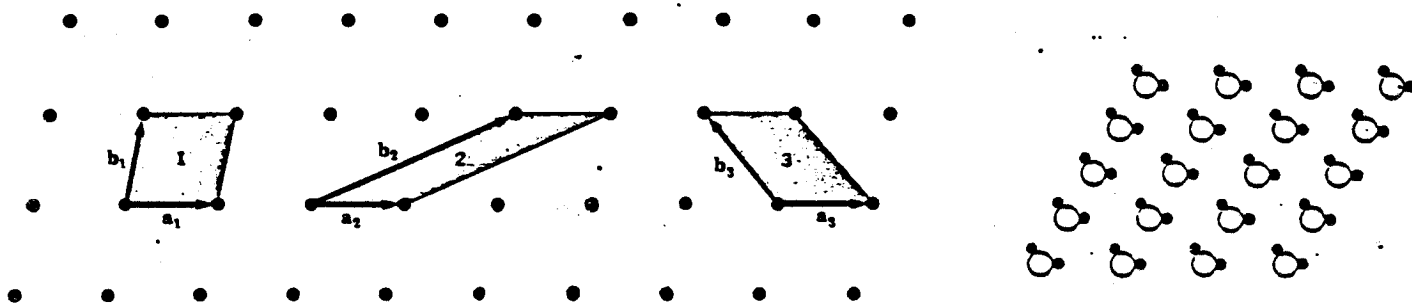
Innan laborationstillfället skall Du ha löst uppgifterna som finns i pm.

## KRISTALLOGRAFI.

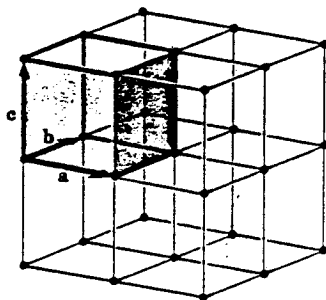
### Ordning.

Atomer, joner och molekyler i fasta kroppar kan vara fördelade i rymden på olika sätt, från fullständig ordning till fullständig oordning. I amorfa ämnen kan en viss grad av ordning, närordning, finnas. Det innebär att varje atom, jon eller molekyl omger sig med närmsta grannar av samma slag på ett relativt regelbundet sätt. Någon fjärrordning existerar dock inte i ett amorf material. Glas är ett exempel på ett material med amorf struktur.

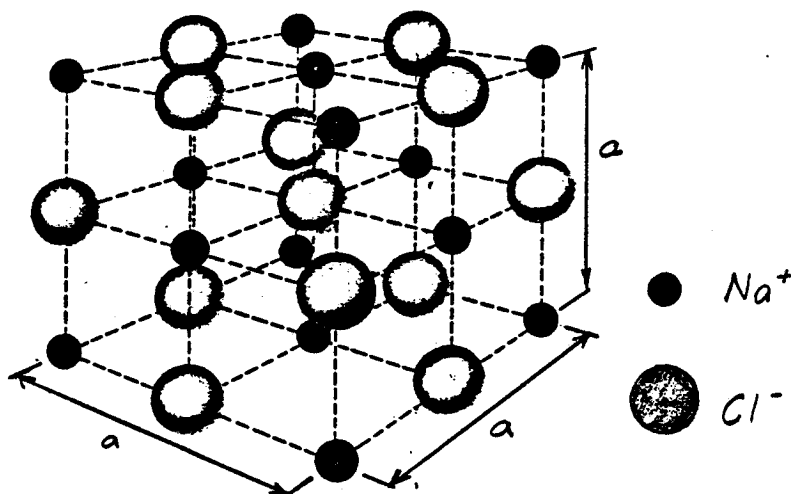
En kristall har en högre grad av ordning än ett amorf ämne; här existerar också en fjärrordning av atomer, joner eller molekyler. I fjärrordningen kan man utskilja en minsta enhet, en sk enhetscell eller elementarcell, som, om den upprepas i alla riktningar, bygger upp hela kristallen. I figur 1 visas exempel på fjärrordning i 2 dimensioner och ett val av enhetscell. Kristallstrukturen NaCl i figur 2 får exemplifiera periodicitet i rymden och hur man här kan lägga in en enhetscell.



Figur 1: Tvådimensionella periodiska mönster. I figuren till vänster har olika val av enhetscell markerats. I figuren till höger har varje gitterpunkt tillordnats en bas.



Figur 2 a: Tredimensionellt periodiskt mönster med inlagd enhetscell markerad.



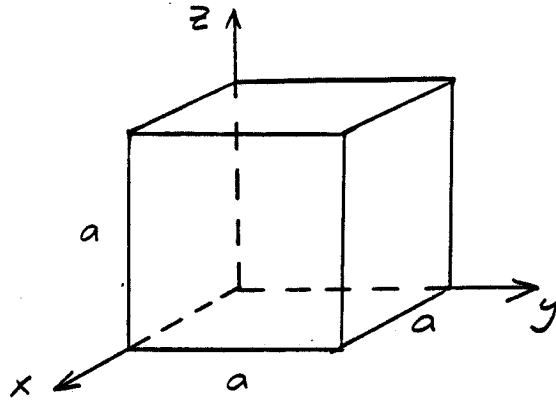
Figur 2 b: Enhetscellen för NaCl. Enhetscellens kantlängd betecknas med  $a$ .

### Gitter och kristallstruktur.

Ett gitter består av en samling regelbundet ordnade punkter, och är därför en rent matematisk konstruktion. I figur 1 och 2 kommer gittret att bestå av de punkter som markerar enhetscellens hörn. Varje sådan gitterpunkt kan tillordnas en bas bestående av en eller flera atomer, joner eller molekyler, se figur 1. Basen har exakt samma sammansättning och orientering för varje gitterpunkt. Genom att sålunda addera en bas till varje gitterpunkt bildas en kristallstruktur. Gittret anger således enhetscellens symmetri, medan kristallstrukturen anger var i enhetscellen atomer, joner och molekyler befinner sig.

Man kan geometriskt visa att det finns 14 olika gitterstrukturer vilka indelas i sju kristallsystem. Vi skall i fortsättningen endast titta på kubiska gitterstrukturer. Det innebär att enhetscellen har formen av en kub, figur 3, vars kantlängd vi brukar beteckna med  $a$ . För enhetscellen för NaCl i figur 2 gäller  $a = 5,63 \text{ \AA}$ , och för Cu som också har kubisk struktur är  $a = 3,61 \text{ \AA}$ .

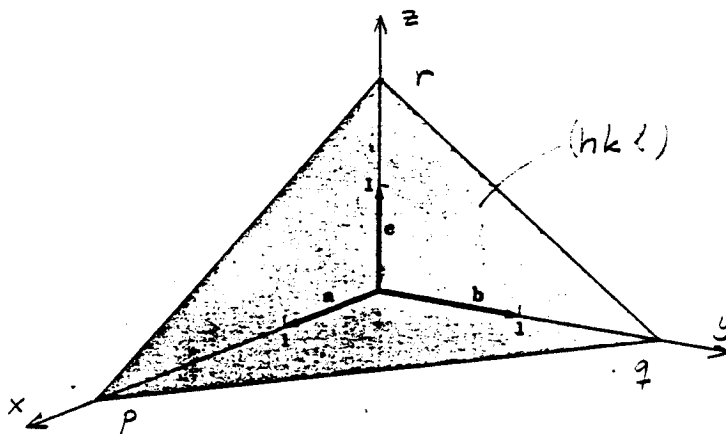
I det tredimensionella gittret kommer alltså enhetscellens hörn att utgöra gitterpunkter. I gittret kan man tänka sig olika plan genom gitterpunkterna. De plan som är parallella och går genom identiska punkter säges höra till samma planskara.



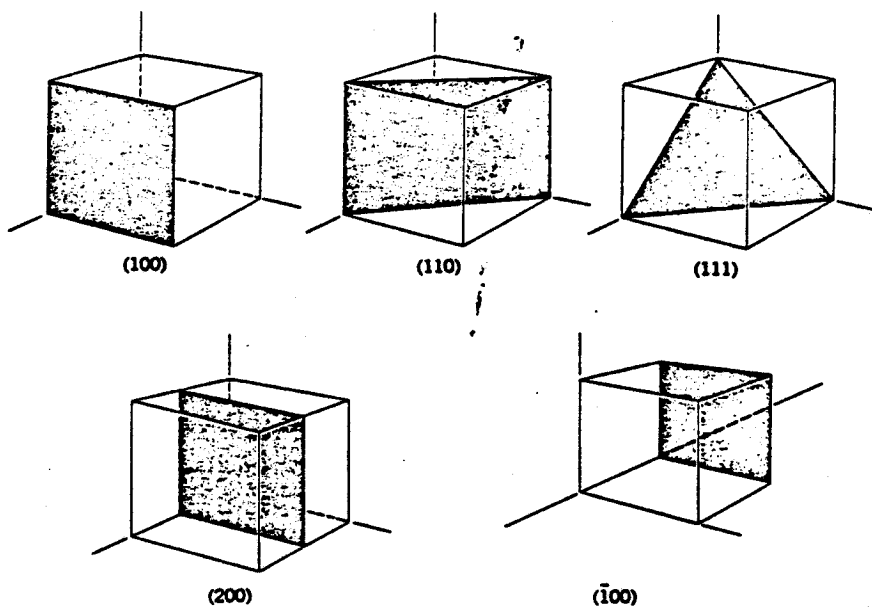
Figur 3: Enhetscellen i en kubisk struktur. Cellens kantlängd betecknas med  $a$ .

En planskara är sålunda bestämd av planens lutning mot koordinat-axlarna. För att definiera en viss planskara används Millers indices. För att få fram Millers index för en planskara är det lättast att titta på endast ett plan i denna skara. Beteckna planets skärningspunkt med x-axeln med  $p \cdot a$ , y-axeln med  $q \cdot a$  och z-axeln med  $r \cdot a$ , invertera koordinaterna vilket ger  $\frac{1}{p}$ ,  $\frac{1}{q}$  och  $\frac{1}{r}$ , multiplicera samtliga bråk med minsta gemensamma nämnare vilket ger tre heltalskoordinater som i ordning betecknas med  $h k l$ .  $(h k l)$  är Millerindex för planskaran.

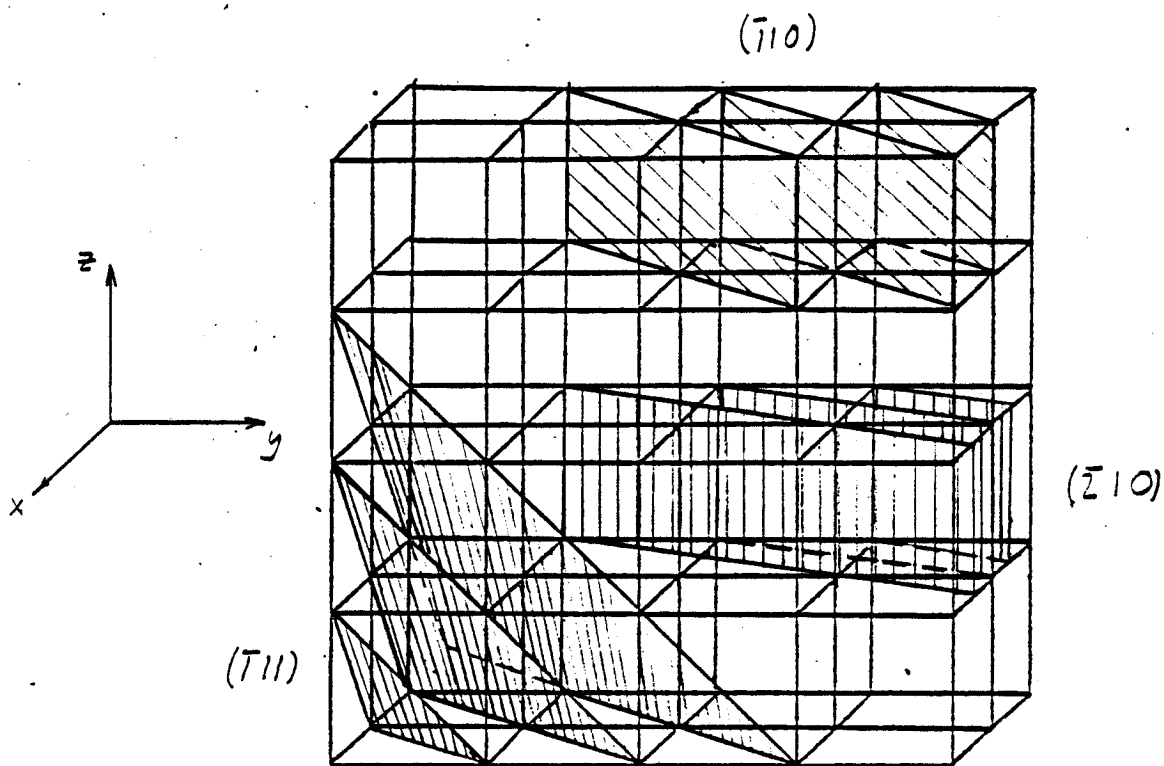
Exempel på detta visas i figur 4.



Figur 4 a: Millerindex  $(hkl)$  för markerat plan. Planets skärningspunkter med x, y- och z-axlarna är  $p$ ,  $q$  respektive  $r$ .



Figur 4 b: Lågindicerade plan markerade i enhetsceller för kubisk struktur. Enhetscellernas hörn utgör gitterpunkter.



Figur 4 c: Olika planskaror markerade i kubiskt gitter.

Man kan visa att för avståndet  $d_{hkl}$  mellan planen i en skara i en kubisk gitterstruktur gäller:

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (\text{typiskt } \sim 1 - 4 \text{ \AA})$$

De flesta kristallina material är polykristallina. Det innebär att gittret inte har samma orientering i rummet genom hela materialet. Varje liten volym med en speciell orientering av gittret kallas för korn, och gränserna mellan kornen kallas korngränser. Ett korn är i storleksordningen 1 - 5  $\mu\text{m}$  i keramiska material, t ex  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{SiC}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , och upp till 100  $\mu\text{m}$  i metalliska konstruktionsmaterial, t ex vissa stål.

### Faser.

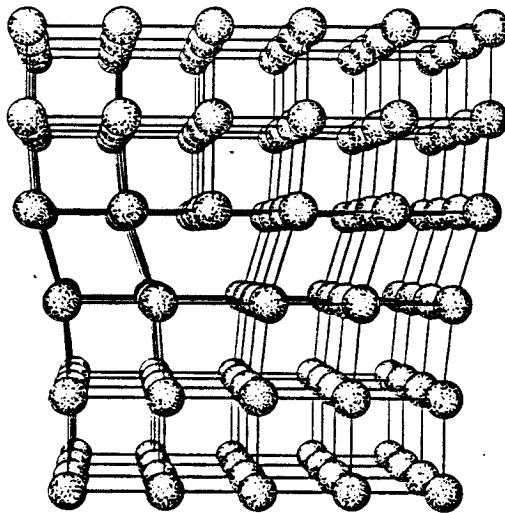
Ett material förekommer sällan rent, dvs det ingår i allmänhet flera olika grundämnen i kristallstrukturen. En liten del av ett grundämne kan i vissa fall lösas in i en befintlig kristallstruktur. Detta kan ske antingen genom att atomerna ersätter värdämnet i kristallstrukturen, det kallas substitutionslösning, eller genom interstitiell inlösning. Vid den senare kommer atomerna att ligga mellan atompositionerna i kristallstrukturen hos värdämnet. Om inte detta går kommer ämnena att bilda en ny förening som kan ha en annan kristallstruktur. I båda fallen talar man om faser hos materialet. Många material är flerfasiga.

Faserna kan förekomma i olika korn, eller bilda utskiljningar, partiklar, inne i kornen av en annan fas eller i korngränserna.

En legering är en fast lösning av två eller flera grundämnen. Exempel på detta är mässing (Cu - Zn) och brons (Cu - Sn).

### Gitterdefekter.

En kristall är sällan perfekt, utan innehåller ett antal olika defekter. Dessa kan i vissa fall ha inverkan på materialets beteende under olika villkor. Vakanser innebär att atomer "fattas" i kristallstrukturen, dvs det finns en obesatt atomposition. Inlösta atomer, antingen substitutionellt eller interstitiellt lösta, hör också till defekter i kristallstrukturen. Om ett plan i strukturen delvis fattas, se figur 5, talar man om dislokationer. Generering och förflyttning av dessa defekter har stor betydelse vid plastisk deformation.



Figur 5: Strukturen hos en kantdislokation. Defekten kan ses som att ett halvt atomplan fattas i strukturen.

### MIKROSTRUKTUR.

Nu kan vi tala om vad som karakteriserar ett materials mikrostruktur:

- Materialets sammansättning
- Fassettsammansättning och fasernas fördelning i mikrostrukturen
- Utskiljningar, storlek och sammansättning
- Kristallina faser - amorfa faser
- Kristallstrukturen hos de ingående faserna
- Kornstorlek
- Defektstruktur inne i kornen

För att karakterisera mikrostrukturen hos ett okänt material har vi på labben tillgång till följande analysmetoder och instrument:

- Ljusoptiskt mikroskop
- Svepelektronmikroskop (SEM)
- Mikroanalys med hjälp av energidispersiv röntgenanalys (EDX)
- Röntgendiffraktometer
- Transmissionselektronmikroskop (TEM)



## MIKROSKOPI.

Avsikten med mikroskopi är att avbilda detaljer som är så små att ett oövrat öga inte kan urskilja dem.

Den högsta förstoring som kan erhållas med ett mikroskop begränsas inte av själva linssystemet, utan av egenskaperna hos det ljus som används vid avbildningen. För att beskriva detta används begreppet upplösning, som talar om hur pass små föremål som kan avbildas med mikroskopet.

### Upplösning.

När en positiv lins avbildar ett punktformigt objekt kommer bilden att få en viss intensitetsfördelning, se figur 6, punkten kommer att avbildas som en fläck. Två intilliggande punkter kommer att ge två överlappande intensitetsfördelningar i bildplanet, och ligger punkterna tillräckligt nära kan ögat inte särskilja dem i bilden, se figur 7. Det minsta avstånd punkterna kan ha och ge för ögat särskiljbara bilder, kallas upplösningens gränns,  $s_{\min}$ . Man kan visa att för en cirkulär lins gäller:

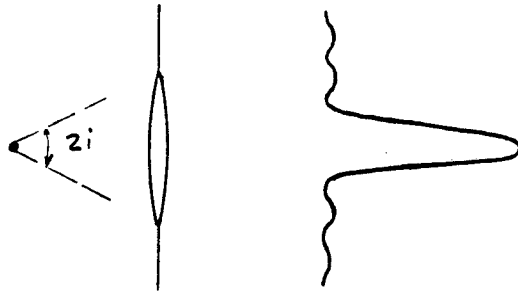
$$s_{\min} = \frac{0,61 \lambda}{n \cdot \sin i}$$

$\lambda$  - våglängden hos ljuset som används för avbildning

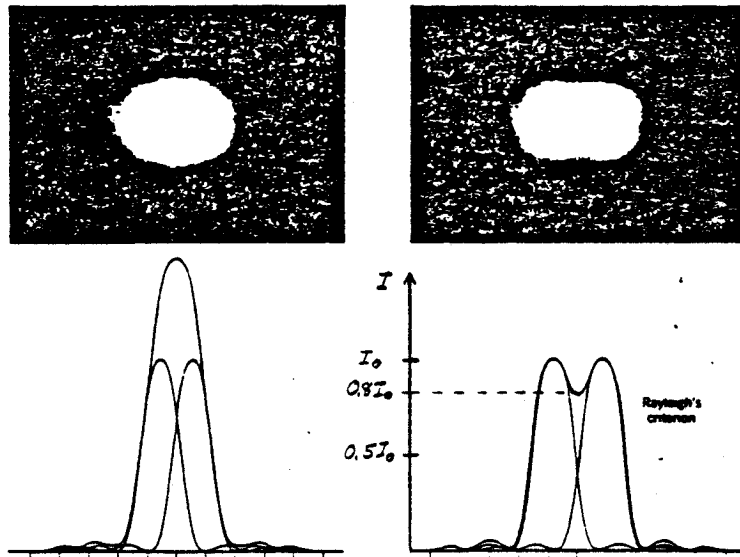
$n$  - brytningsindex för mediet som omger linsen

$i$  - halva öppningsvinkeln mot linsen.

$s_{\min}$  är sålunda i samma storleksordning som våglängden hos den använda strålningen.  $s_{\min}$  sätter alltså en fysikalisk gräns för den förstoring man kan erhålla med ett optiskt system, och önskar man arbeta med höga förstoringar är det därför nödvändigt att påverka värdet på  $s_{\min}$ . Det kan man t ex göra genom att byta medium runt linsen, det ändrar  $n$ . Exempel på detta är användandet av immersionsolja vid ljusoptisk mikroskopering. Det andra alternativet för att förbättra  $s_{\min}$  är att ändra  $\lambda$ , dvs använda olika typer av ljus för avbildning. Vid ljusoptisk mikroskopi används vanligt synligt ljus,  $\lambda = 400 - 800$  nm, vilket ger en upplösning på omkring 500 nm. Ljusets vågnatur satte länge gränsen för den förstoring man kunde erhålla med ett optiskt system, men när man på 30-talet i Berlin började använda elektroner för avbildning och konstruerade de första elektronmikroskoperna öppnades nya möjligheter.



Figur 6: Punktformigt föremål som avbildas av en lins. I bildplanet fås en viss intensitetsfördelning.



Figur 7: Då två punktformiga föremål avbildas samtidigt av en lins kommer intensitetsfördelningarna att överlappa. Då Rayleigh kriteriet är uppfyllt har man precis utskilja två föremål i bilden. Punkterna har då det inbördes avståndet  $s_{\min}$ .

### Vågor - partiklar.

Enligt de Broglie's relation  $\lambda = \frac{h}{m v}$

$\lambda$  - våglängd

$h$  - Plancks konstant

$m$  - partikelns massa

$v$  - partikelns hastighet

kan partiklar i rörelse tillskrivas vågegenskaper.

Omvänt kan en vågrörelse tillskrivas partikelegenskaper, till exempel gäller för ljus, som är en elektromagnetisk vågrörelse, att denna kan ses som en ström av partiklar, fotoner. Detta kallas "våg-partikel dualismen". Tillämpas de Broglies samband på elektroner som satts i rörelse genom att accelereras genom en potentialskillnad  $U$  erhålles:

$$e U = \underbrace{\frac{1}{2} m v^2} \implies v = \sqrt{\frac{2 e U}{m}} ;$$

elektronernas rörelseenergi  
efter passage genom potentialskillnaden  $U$

$$\lambda = \frac{h}{m \cdot v} = \frac{h}{m \cdot \sqrt{\frac{2 e U}{m}}} = \frac{h}{\sqrt{2 m e U}}$$

$e$  = elektronens laddning

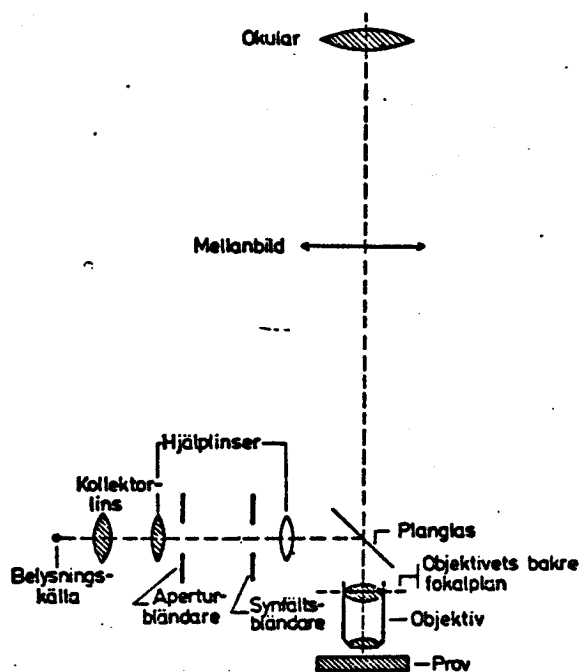
$m$  = elektronens massa

$v$  = elektronens hastighet

Om  $U$  mäts i volt fås  $\lambda = \frac{1,23}{\sqrt{U}}$  nm, och om  $U = 100$  kV blir  $\lambda = 0,0039$  nm. Detta värde på  $U$  är vanligt i dagens transmissionselektronmikroskop, och tar man hänsyn till linsfel fås ett  $s_{\min}$  på någon Å.

### Ljusoptiskt mikroskop.

I ett metallmikroskop arbetar man med påfallande belysning, vilket innebär att ljus reflekterat från en yta används för att ge information om ytans struktur. Strålgången i ett metallmikroskop återges i princip i figur 8. En ojäm yta kommer att reflektera det infallande ljuset i olika riktningar, vilket kommer att ge upphov till kontrast i den bild av ytan som ögat ser. Vid undersökning av brottytor, sprick-

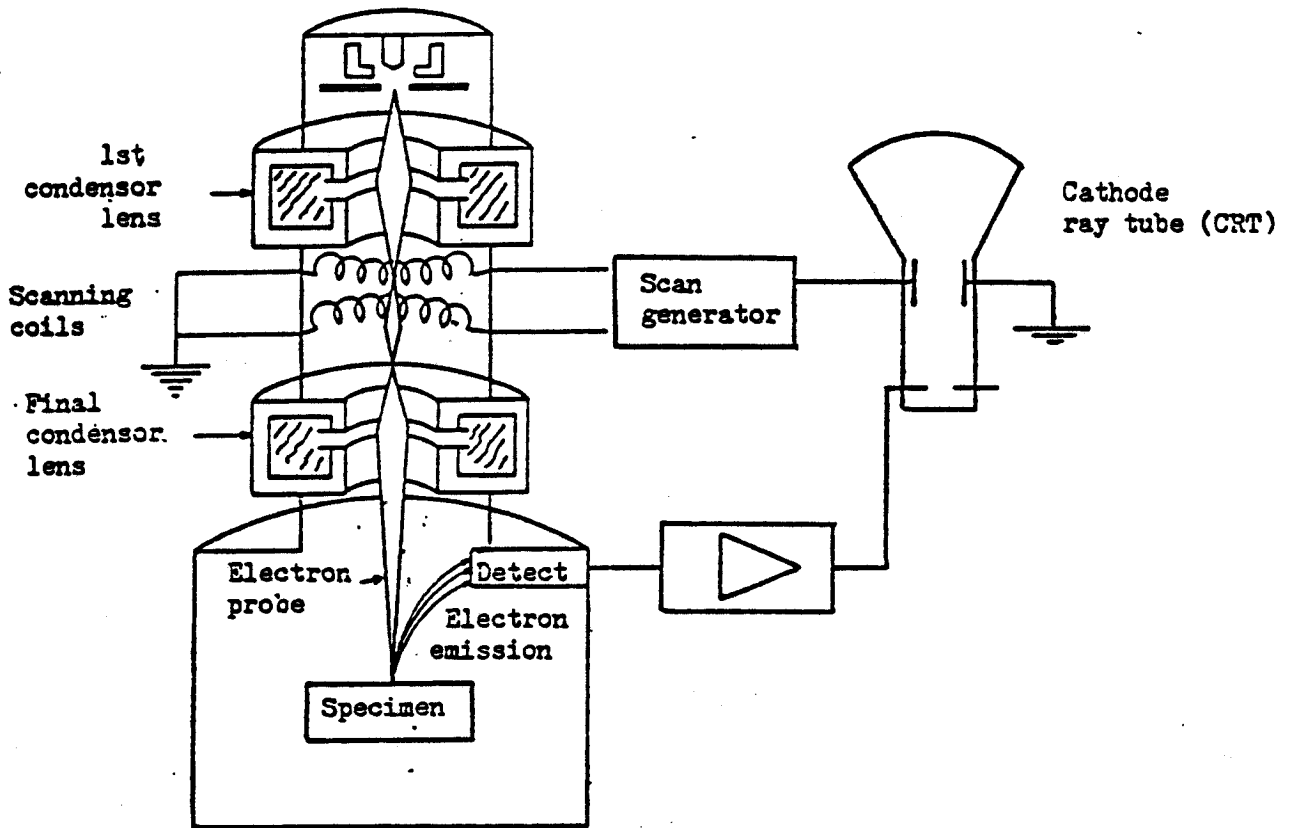


Figur 8: Strålgången i ett metallmikroskop.

bildning eller korrosionsangrepp, sker studiet av materialet till en början utan att någon provberedning har vidtagits. På grund av det ringa skärpedjupet hos ett ljusoptiskt mikroskop, kan man dock inte studera ojämna ytor annat än vid mycket låga förstoringar. Krävs högre förstoring är man hänvisad till svepelektronmikroskopet (SEM). För att studera mikrostrukturen med hjälp av ett metallmikroskop utsätter man provet vanligen för slipning, polering (mekanisk eller elektrolytisk) samt etsning. Etsning innebär att materialet sänks ned i en vätska (vanligen en syra) som det är lösligt i. Lösningshastigheten är olika i olika riktningar i kristallstrukturen, varför de korn som ligger i ytan kommer att angripas olika mycket av etsvätskan. Detta resulterar i en relief i provytan, som i metallmikroskopet ger upphov till en kontrastrik bild.

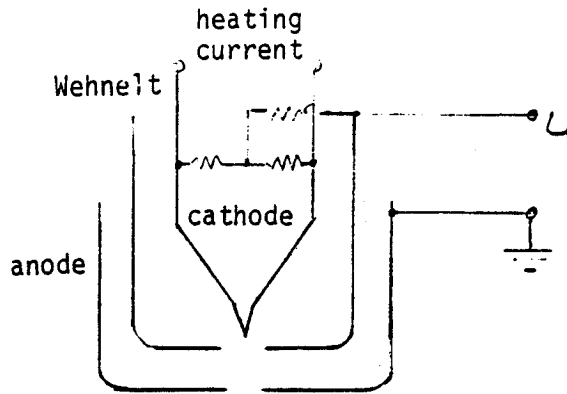
#### Svepelektronmikroskopet (SEM).

SEM används för avbildning av ytors struktur, och ger information om topografi och sammansättning hos den undersökta ytan. Ett SEM har en upplösning på 7-10 nm, vilket ger det ett stort skärpedjup även vid höga förstoringar.

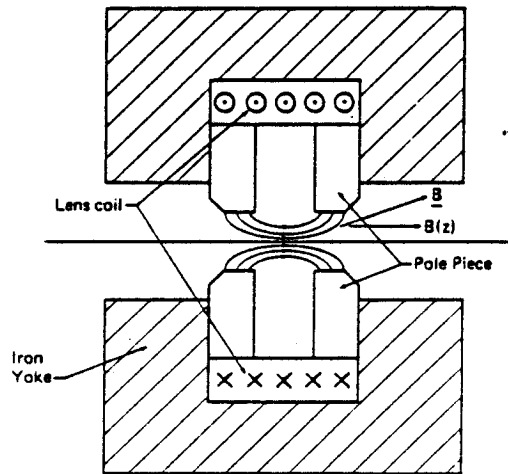


Figur 9: Schematisk skiss över uppbyggnaden av ett SEM.

Figur 9 visar en principskiss över uppbyggnaden av SEM. Elektroner emitteras från en elektronkanon där de accelererats av en spänning på 10 - 40 kV, och passerar ett system av magnetiska linser, se figur 10 och 11. Då elektronstrålen träffar provytan kommer denna att emittera elektroner, vilka till en del kommer att detekteras. Via en förstärkare styr intensiteten hos den detekterade elektronströmmen intensiteten hos strålen i ett katodstrålerör (CRT). För att bygga upp en bild av provet sveper man den infallande elektronstrålen i ett raster över provytan, och synkront med detta sveper elektronstrålen i CRT över bildskärmen. Sålunda kommer varje punkt på bildskärmen att motsvara en punkt på provytan, och intensiteten i bilden beror på hur många från provet emitterade elektroner som hamnar i detektorn. Förstoringen i SEM bestäms av förhållandet mellan bildskärmens area och den över-svepta arean på provets yta.



Figur 10: Principen för en elektronkanon. En ström skickas genom en glödtråd av W (systemets katod) som då upphettas och emitterar elektroner. Dessa accelereras av en potentialskillnad U, och lämnar elektronkanonen genom en bländaröppning i anoden.



Figur 11: En magnetisk lins fungerar i princip som magnetfältet inuti en strömförande spole. En laddad partikel, i vårt fall en elektron, som kommer in i magnetfältet kommer att påverkas av en kraft  $F$ , och böja av.

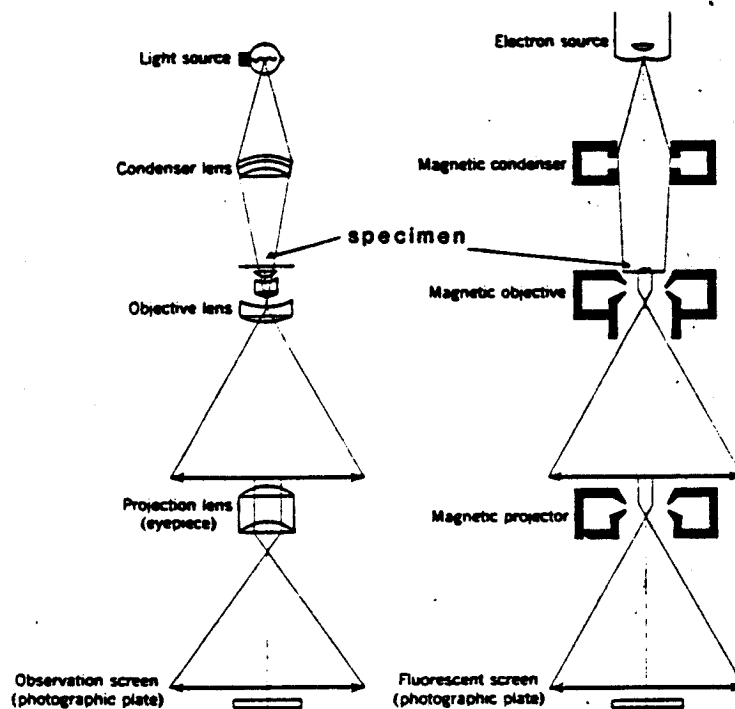
$$F = (\nabla \times B) \cdot q$$

Ju starkare ström desto starkare  $B$ , och desto mer kommer elektronen att böja av. Genom att variera strömmen i lindningen på spolen påverkas elektronens bana och "linsens styrka". Man kan visa att detta resulterar i att elektronerna går i spiralbanor genom linssystemet.

## Transmissionselektronmikroskop (TEM).

Den bild som erhålles i ett TEM representerar ett snitt genom materialets mikrostruktur.

Den principiella uppbyggnaden av TEM framgår av figur 12. Elektroner emitterade från elektronkanonen får passera ett system av magnetiska linser. De närmast elektronkanonen kallas kondensorlinser, och används för att justera elektronstrålens diameter och konvergens nere på provet. Objektivlinsen är den avbildande linsen i systemet, och ger den första bilden av provet. Delar av denna bild förstöras sedan ytterligare av mellanlins och projektionslins. Efter linssystemet får elektronerna träffa en fluorescerande skärm, på vilken en bild av materialets mikrostruktur nu kan iakttagas. Den här delen av mikroskopet kallas för kolonnen, och är under vakuum,  $\sim 10^{-6}$  torr, för att elektronernas väg genom linssystemet inte skall bromsas upp. För att elektronerna skall kunna transmittteras av provet, måste detta vara mycket tunt, cirka 1000 - 2000 Å. Ett TEM arbetar med betydligt högre accelerationsspänningar än SEM, vanligen mellan 100 och 200 kV.



Figur 12: Bilden till höger visar uppbyggnaden av TEM. Denna kan sägas vara analog med ett ljusoptiskt mikroskop, figuren till vänster.

Då de infallande elektronerna träffar provet, kommer atomplanen i provet att diffraktera elektronerna. Detta kan enkelt beskrivas med Braggs lag, (se avsnittet om röntgendiffraktion), där  $\theta$  nu är mycket liten, cirka  $0,5^\circ$ . Objektivlinsen bryter ihop elektronstrålar diffrakterade i en specifik riktning av en planskara (hkl) till en punkt i fokalplanet. Detta resulterar i ett punktmönster, ett elektrondiffraktionsmönster i objektivlinsens fokalplan. Genom att lägga in en objektivbländare och välja ut någon av strålarna i diffraktionsmönstret och låta endast den fortsätta genom linssystemet, kan man få en kontrastrik bild av provets mikrostruktur. Elektrondiffraktionsmönstret i sig kan bla användas för att bestämma kristallens struktur och orientering.

I TEM kan man således studera fasernas fördelning i mikrostrukturen, utskiljningar, kornstorlekar och korngränser, samt gitterdefekter t ex dislokationer.

Upplösningen i ett modernt TEM som arbetar med 200 kV accelerations-spänning är 1 - 2 Å, och den högsta förstoringen som kan erhållas med instrumentet runt  $400 \cdot 10^3$  gånger.

## MIKROANALYS.

### Röntgenstrålning.

Röntgenstrålning är den energirika strålning ( $\lambda$  typisk  $\sim 1 - 2$  Å) som uppkommer då t ex elektroner med hög energi träffar en yta. Man talar om karaktäristisk och kontinuerlig röntgenstrålning.

### Karaktäristisk röntgenstrålning.

I atomen omges atomkärnan av ett antal elektroner som befinner sig på bestämda energinivåer (orbitaler), som indelas i elektronskal. Dessa har olika beteckningar beroende på hur pass nära kärnan de ligger; närmast ligger K-skalet, sedan L-skalet, M-skalet osv, se figur 13. Om en atom bestrålas med energirik strålning, t ex elektroner med hög energi, kan en elektron i något av de inre skalen, t ex K-skalet, ta upp så mycket energi att den övergår till en orbital i ett yttre skal. Därvid bildas en vakans i K-skalet. Detta är ett tillstånd där atomen har högre energi än i sitt grundtillstånd, varför det är ett energetiskt ofördelaktigt tillstånd. Atomen förlorar därför snabbt energi igen genom att en elektron från något yttre elektronskal, t ex L-skalet, faller in till K-skalet och fyller va-



kansen. Detta sker samtidigt som en högenergetisk elektromagnetisk strålning, karaktäristisk röntgenstrålning, emitteras från atomen.

Frekvensen  $\nu$  hos den emitterade karaktäristiska röntgenstrålningen ges av

$$\nu = \frac{1}{h} (E_q - E_p)$$

där  $h$  = Plancks konstant

$E_q$  och  $E_p$  är energier hos de orbitaler mellan vilka övergången sker.

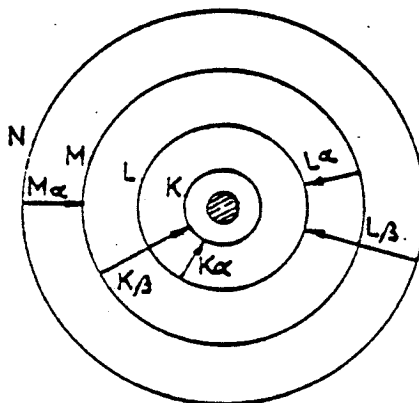
Den våglängd,  $\lambda$ , strålningen då får ges av

$$\lambda = \frac{c}{\nu} \text{ där } c = \text{ljushastigheten}$$

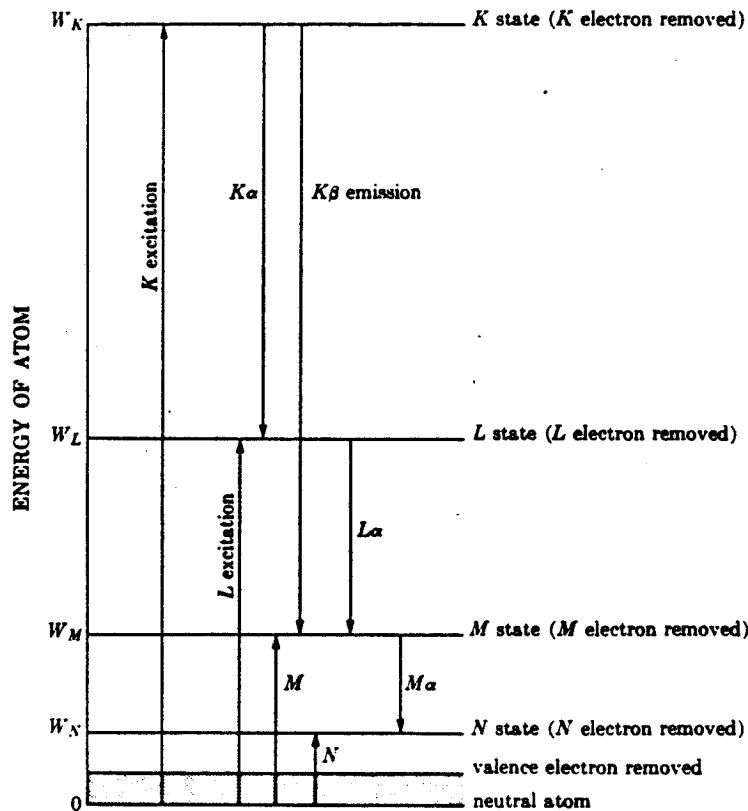
Energier hos de olika elektronskalen är karaktäristisk för de olika grundämnena, varför den karaktäristiska röntgenstrålningen har specifika energier för varje grundämne. Figur 13 visar schematiskt uppkomsten av karaktäristisk röntgenstrålning samt beteckningar på denna.

#### Kontinuerlig röntgenstrålning.

En stor del av de energirika elektroner som faller in mot provet, kommer att bromsas upp i provet och ge upphov till röntgenstrålning av varierande våglängd. Detta resulterar i en kontinuerlig bakgrund till den karaktäristiska strålningen.



Figur 13 a: Atomens olika elektronskal, samt beteckningar för karaktäristiska röntgenenergi.



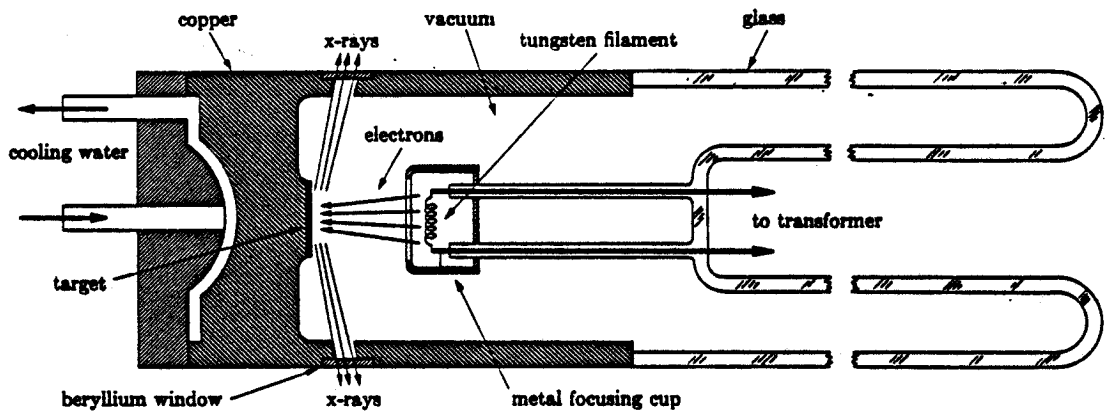
Figur 13 b: Schematiskt diagram över atomens energinivåer. Excitations och emissionsprocesser för alstring av karakteristisk röntgenstrålning är markerade med pilar.

### Energidispersiv röntgenanalys (EDX).

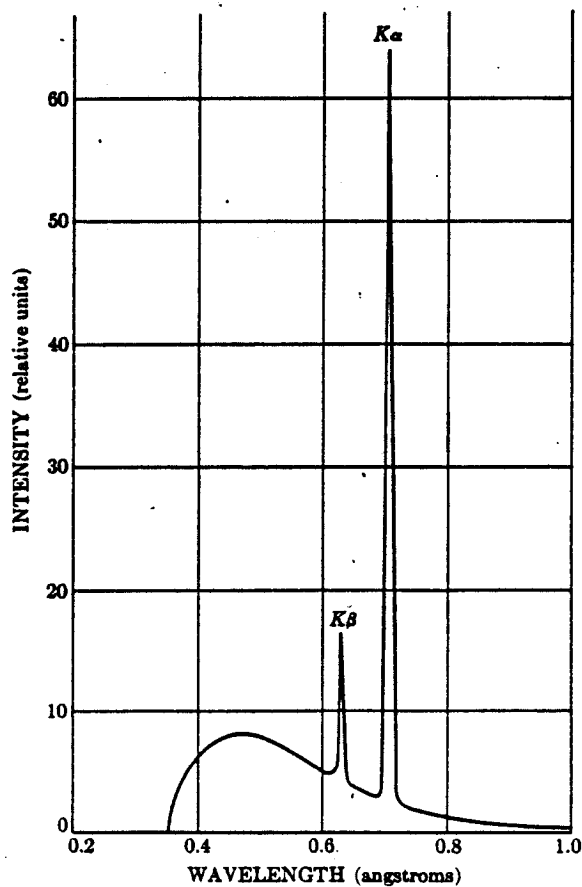
I SEM har man möjlighet att detektera energierna hos den karakteristiska röntgenstrålningen som emitteras från provet. Det ger ett spektrum med intensitet som funktion av energin hos röntgenstrålningen. Med hjälp av detta kan sedan en identifiering av i provet ingående grundämnen göras och med ett datorprogram är det möjligt att göra en kvantitativ beräkning av ämnenas halter från upptagna spektra.

### Röntgenrör.

Alstring av röntgenstrålning för analysändamål sker i ett röntgenrör, se figur 14. En ström  $I$  sänds genom en glödtråd varvid denna hettas upp, och emitterar elektroner. Dessa elektroner accelereras mot en anod av ett potentialfall  $U$ . När elektronerna träffar anoden kommer röntgenstrålning att emitteras, dels strålning karakteristiskt för anodmaterialet, och dels kontinuerlig strålning, bromsstrålning. Ett spektrum från ett röntgenrör ser ut som i figur 15.



Figur 14: Schematisk skiss av ett röntgenrör,



Figur 15: Spektrum från röntgenrör med Mo-anod som arbetar vid 35 kV. Den karakteristiska strålningen  $K_{\alpha}$  och  $K_{\beta}$  är överlagrade på bromsstrålningen.

Typiska värden på I och U är 20 mA respektive 30 kV, och vanliga anodmaterial i röntgenrör är Au, Cr och W.

I röntgendiffraktometern vill man använda monokromatisk strålning. Detta åstadkommes t ex genom att den polykromatiska strålningen från röntgenröret får passera ett filter i form av en metallfolie av ämnet med atomnumret närmast lägre än det i anoden. Därvid kommer i princip endast  $K_{\alpha}$ -strålningen att fortsätta efter filtret.

### DIFFRAKTION.

Monokromatisk strålning, dvs  $\lambda =$  konstant, som infaller mot en fri atom kommer att spridas i ett kontinuerligt vinkelintervall på grund av växelverkan med elektronerna som omger atomkärnan. Om strålningen däremot får träffa en kristall, kan man observera att den böjs av, diffrakteras, i vissa bestämda riktningar. Detta beror på samverkan mellan spridning från ett stort antal atomer i kristallen. Riktningar och relativa intensiteter hos diffrakterad strålning beror på atomnummer och kristallstruktur. Den växelverkan mellan infallande strålning och kristall som kan iakttagas, kan enkelt ses som att de olika atomplanen i kristallen diffrakterar strålningen.

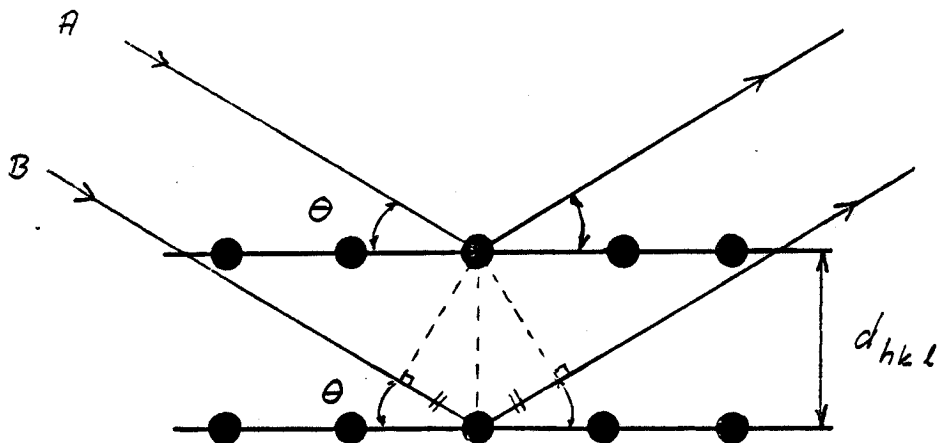
Figur 16 får illustrera hur vi kan se diffraktion i en kristall.

Strålarna A och B kommer från samma ljuskälla och antages vara i fas. Strålarna träffar planet (hkl) under glansvinkel  $\theta$ . Stråle B kommer nu att gå en längre vägsträcka än A i kristallen, och den optiska vägskillnaden mellan strålarna blir enligt figur 16  $2 d_{hkl} \sin \theta$ . För att A och B skall interferera konstruktivt, dvs för att en diffrakterad stråle skall kunna registreras, måste den optiska vägskillnaden mellan strålarna vara ett helt antal våglängder. Detta ger

$$2d_{hkl} \sin \theta = n \lambda \quad n = 0, 1, 2, \dots$$

Detta är Braggs lag.

Om ett polykristallint prov bestrålas med monokromatisk strålning, kommer de olika planen (hkl) att ge upphov till diffrakterade strålar i olika riktningar bestämda av vinkeln  $\theta$ .  $\theta$  kan man mäta, vilket gör att  $d_{hkl}$  går att experimentellt bestämma och en fasidentifiering kan göras. Detta görs i en röntgendiffraktometer.

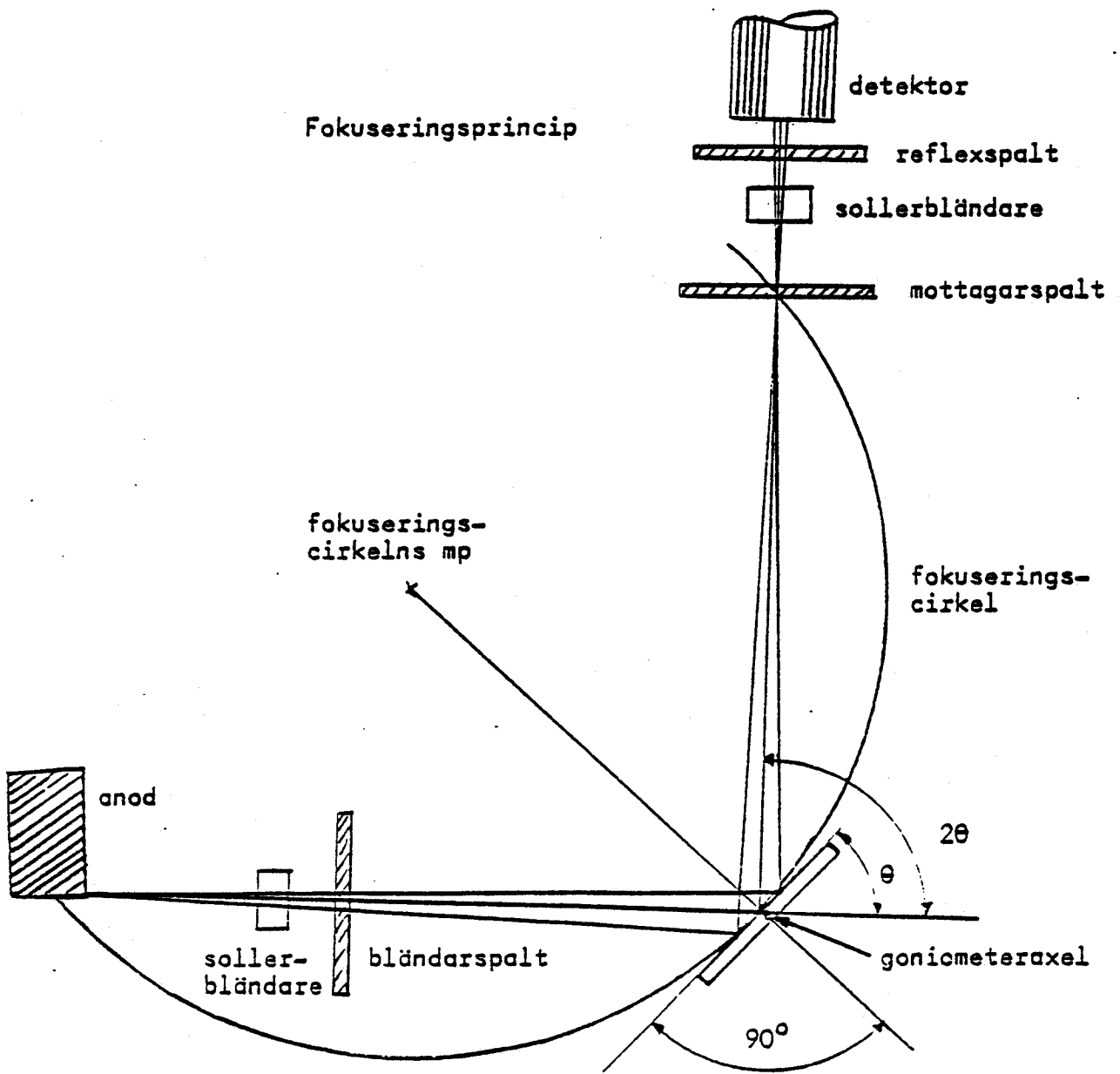


Figur 16: Strålning som diffrakteras av planskaran( $hkl$ ). De i figuren markerade sträckorna av stråle B's väg genom kristallen är vardera  $d_{hkl} \cdot \sin \theta$ .

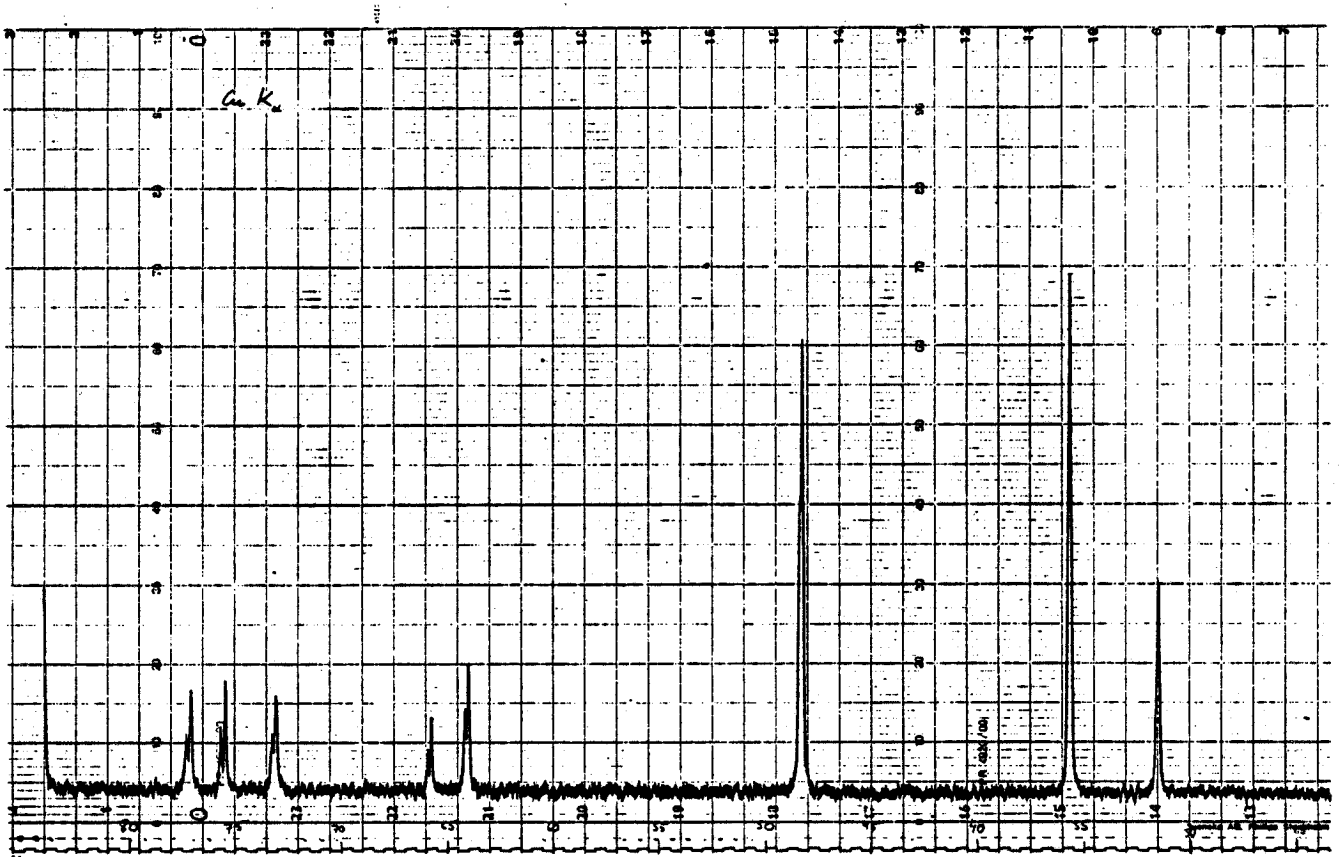
### Röntgendiffraktometern.

Röntgendiffraktometern är i princip uppbyggd som visas i figur 17. Röntgenrör, prov och detektor ligger på en cirkelbåge, diffraktometer-cirkeln. Röntgenstrålning träffar provet med glansvinkeln  $\theta$ , varvid någon planskara( $hkl$ ) i provet ger diffrakterad strålning som detekteras av detektorn. Infallande stråle och diffrakterad stråle bildar vinkeln  $2\theta$ . I diffraktometern har man möjlighet att svepa över olika  $\theta$ -värden så att alla möjliga( $hkl$ )-plan i provet kan ge diffrakterad strålning. Detektorn kommer då att röra sig längs diffraktometercirkeln med en vinkel  $2\theta$  då provet vrides kring goniometeraxeln vinkeln  $\theta$ . Den av detektorn detekterade intensiteten hos diffrakterad strålning går via bl a förstärkare till en skrivare, som ger ett spektrum som visar intensitet som funktion av vinkeln  $2\theta$ , se figur 18. Genom att avläsa vinkeln  $2\theta$  för topparna i spektrat och sedan använda Braggs lag, kan  $d_{hkl}$  för den diffrakterande planskaran ( $hkl$ ) bestämmas. De i provet ingående faserna kan sedan indentifieras.

Identifieringen görs med hjälp av tabellverk där de planavstånd som ger de starkaste reflexerna för olika ämnen och föreningar finns tabellerade. När den okända fasen bestämts, ger relevant ASTM (American Society for Testing and Materials) kort ytterligare information om diffraktionsdata, kristallstruktur och planavstånd.



Figur 17: Principen för röntgendiffraktometern.



Figur 18: Röntgendiffraktogram från pulverprov av WC. .

### ARBETSGANG.

På labben skall ett materials mikrostruktur karaktäriseras med hjälp av de metoder som beskrivits i lab.pm. Laborationen kommer till stor del att ha formen av en demonstration, men teknologerna skall själva utvärdera de resultat som erhålles.

Efter en introduktion studeras olika prover i ljusoptiskt mikroskop och SEM. Ytterligare information om materialet får vi med hjälp av EDX i SEM. En röntgendifraktometerkörning ger vilka olika faser som ingår i materialet. Resultaten från dessa analysmetoder utvärderas och uppgifterna i lab.pm går igenom. Slutligen demonstreras TEM, och vilka ytterligare resultat den metoden ger.

### Rapport.

För att bli godkänd på laborationen krävs en godkänd lab.rapport. Uppställningen av rapporten skall vara enligt Nancy Fjällbrants kompendium "Muntlig och Skriftlig Presentation", sid. 12-13.

Följande rubriker skall finnas med i nedan angivna ordning.

- Sammanfattning:  
Kort avsnitt som talar om resultatet av undersökningen samt vilka analysmetoder som använts.
- Innehållsförteckning
- Inledning/Teori:  
Varför görs undersökningen och hur?  
Vilka analysmetoder används, och vilken information ger dessa?
- Experimentellt:  
Beskriver arbetsgången, samt hur olika prover behandlats. Delar kan t ex skrivas i punktform.
- Resultat och Diskussion:  
De resultat analysmetoderna gav presenteras, samt varför dessa leder till dragna slutsatser om materialets mikrostruktur.
- Slutsatser:  
Kan skrivas i punktform.
- Referenser.



UPPGIFTER.

- ① Ljus från en punktförmig källa passerar en positiv lins och bryts samman till en bild. Ange intensitetsfördelningen i bilden.
- ② Vad säger Rayleigh-kriteriet?
- ③ Ange formeln för upplösningsevne i ett mikroskop. Vilka storheter ingår i formeln?
- ④ Beräkna upplösningen hos ett optiskt mikroskop, vars objektivs halva öppningsvinkel är  $27^\circ$ , när blått ljus och immersionsolja med brytningsindex 1,60 används.
- ⑤ Ange de Broglies formel för materievågor. Vad innebär detta samband?
- ⑥ Ett TEM arbetar med 200 kV accelerationsspänning.
  - a) Beräkna elektronstrålens våglängd (utan relativistisk korrektion).
  - b) Öppningsvinkeln  $2\alpha$  kan i detta fall sättas lika med 0,01 rad. Beräkna upplösningsevnen.
- ⑦ Ange Braggs lag samt i denna ingående storheter. Vad innebär detta samband?
- ⑧ Ange ett typiskt värde på  $d_{hkl}$  i en metall.
- ⑨ Vilka accelerationsspänningar används vanligen i ett SEM?
- ⑩ Vilken signal ger upphov till avbildningen i ett SEM?
- ⑪ Vilken annan strålning kan vi detektera i SEM? Vilken information ger den, och vad kallas denna teknik?
- ⑫ Hur bestäms förstoringen i SEM?
- ⑬ Ange bästa upplösningsevnen hos SEM.