

10. November 2008

Protokoll zum Versuch
Transmissionselektronenmikroskop (TEM)
im Fortgeschrittenenpraktikum

Klaus Steiniger, Alexander Wagner, Gruppe 850
klaus.steiniger@physik.tu-dresden.de, alexander.wagner@mailbox.tu-dresden.de

Betreuer: Frau Reibold

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung	3
1.1 Grundlagen	3
1.2 Bildentstehung am TEM	4
2 Durchführung	5
2.1 Aufgabenstellung	5
2.2 Geräte und Hilfsmittel	5
2.3 Messverfahren	5
2.3.1 Abbildung von Latex-Kugeln	5
2.3.2 Abbildung von Goldinseln	5
2.3.3 Hochauflöste Abbildung der Goldinseln	6
2.3.4 Abbildung eines Molybdänoxidkristalls	6
3 Auswertung	6
3.1 Abbildung von Latex-Kugeln	6
3.2 Abbildung der Goldinseln	7
3.3 Ermittlung der Netzebenenabstände an einer HRTEM-Abbildung	8
3.4 Abbildung eines Molybdänoxidkristalls	8
4 Hausaufgaben	9

1 Einleitung

1.1 Grundlagen

Man benutzt in der Wissenschaft Elektronenmikroskope, um auch kleinste Objekte stark vergrößert und hochauflöst darzustellen. Ein Lichtmikroskop ist hierbei begrenzt durch die Wellenlänge des Lichtes, denn nach Abbe gilt für die Auflösung (minimaler Abstand δ_{min} von zwei Punkten, die man noch unterscheiden kann):

$$\delta_{min} = 0.61 \frac{\lambda}{N_A} = 0.61 \frac{\lambda}{n \sin \alpha}$$

Hierbei ist N_A die Numerische Apertur der Linse, n die Brechzahl des Materials vor der Linse und α der halbe Objektivöffnungswinkel.

Um die Auflösung bei begrenzter numerischer Apertur zu erhöhen, benötigt man also Strahlung mit geringer Wellenlänge. Elektronen eignen sich aufgrund ihrer Ladung, da Elektronenstrahlen durch relativ einfache technische Realisierungen (s. magnetische Linsen) beeinflusst werden können. Nach deBroglie ergibt sich die Wellenlänge einer solchen Elektronenwelle zu

$$\lambda = \frac{h}{p}$$

Bei einer Beschleunigungsspannung von 200 kV beträgt die Wellenlänge ungefähr 2.5 pm, was die Auflösungsgrenze in die Größenordnung von 1 Å bringt. Eine bessere Auflösung ist derzeit nicht möglich, da die erheblichen Abbildungsfehler (s.u.) der magnetischen Linsen hier die technische Grenze setzen.

Um den Elektronenstrahl zu fokussieren und abzulenken, nutzt man, wie schon erwähnt, sog. magnetische Rundlinsen. Das sind kurze Spulen, deren Flächennormale parallel zur Strahlrichtung steht. Deshalb werden Mittelpunktstrahlen nicht beeinflusst, wohingegen Randstrahlen aufgrund des inhomogenen Magnetfeldes eine Ablenkung senkrecht zur Strahlrichtung erfahren und es entsteht eine schraubenförmige Bewegung. Bei dem von uns genutzten Mikroskop (Tecnai G²) wird dieser Effekt jedoch kompensiert.

Zu den Abbildungsfehlern: Die drei wesentlichen Abbildungsfehler heißen Astigmatismus, sphärische und chromatische Abberation.

- Astigmatismus (Punktlosigkeit) bezeichnet den Fehler, der entsteht, wenn Strahlen schräg zur optischen Achse einfallen. Diese werden dann in der Brennebene nicht zu einem Punkt vereinigt, da eine Strahlebene (Meridionalebene) unter einem anderen Einfallsinkel die Linse trifft, als die andere Ebene (Sagittalebene).
- Die sphärischen Abberation tritt bei achsenfernen Strahlen auf und wird im Tecnai G² durch den CS-Korrektor korrigiert.
- Der Fehler, der aufgrund der unterschiedlichen Brechzahlen von verschiedenen Wellenlängen entsteht, nennt man chromatische Abberation. Hierbei wird durch das optische System die einfallende Welle in seine Spektralanteile zerlegt, bei nahezu monochromatischem Elektronenstrahl spielt dieser Effekt jedoch eine untergeordnete Rolle.

1.2 Bildentstehung am TEM

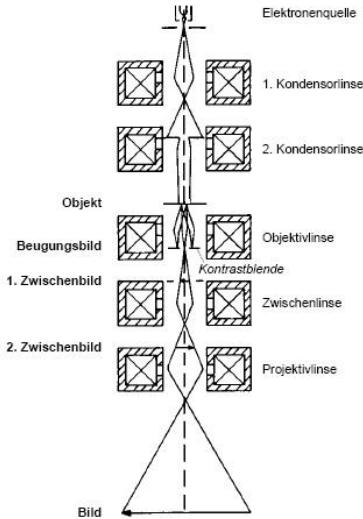


Abbildung 1: Strahlengang am TEM

Das entstehende Bild kann zum Einen durch eine Okular-Apparatur direkt betrachtet werden, oder durch Anheben des Leuchtschirmes von einer Slow-Scan CCD-Kamera aufgenommen werden.

Das Mikroskop wird in zwei Modi betrieben: Im Abbildungsmodus wird das 1. Zwischenbild des Objektes auf dem Bildschirm abgebildet, im Beugungsmodus bildet man durch Veränderung der Beugungslinse die Brennebene des Projektivs und somit das Beugungsbild ab. Mit Hilfe der Kontrastblende kann man im Beugungsmodus nur bestimmte Beugungsreflexe einblenden, und erhält dann im Abbildungsmodus eine jeweilige Kontrastabbildung. Blendet man alle Reflexe mit Ausnahme des Nullstrahles aus, erhält man die sogenannte Hellfeldabbildung, bei der jedes gebeugte Elektron ausgeblendet wird, und man ein Bild mit starken Kontrasten erhält. Ausblendung des Nullstrahles und auswählen eines Beugungsreflexes im Beugungsmodus, ergibt im Abbildungsmodus die Dunkelfeldabbildung, bei der als Bild nur die in eine bestimmte Richtung gebeugten Elektronen sichtbar gemacht werden.

Die beiden eben beschriebenen Kontrastbilder werden zusammengefasst bezeichnet als Streuabsorptionskontraste. Daneben existieren aber auch noch Beugungskontraste, welche man bei kristallinen Materialien beobachten kann. Hierbei erzeugt die Materialbeschaffenheit

- Biegekonturen, welche dann vorliegen, wenn das Material am Ort des Elektronenstrahls durchgebogen ist. Der Einfallswinkel der Elektronenstrahlen ist somit nicht über die gesamte Oberfläche konstant. Dadurch kann nur lokal die BRAGG-Bedingung erfüllt sein. Dies führt wiederum zum Ausblenden der abgebeugten Elektronen.

- Zum Anderen können auch Dickenkonturen auftreten, bei dem der Elektronenstrahl durch lokal höhere Materialdicke stärker abgeschwächt wird.

2 Durchführung

2.1 Aufgabenstellung

1. Einweisung in Aufbau und Betrieb eines Elektronenmikroskops
2. Abbildung von Latexkugeln auf amorpher C-Lochfolie als Übung zum Fokussieren der Abbildung
3. Abbildung von Goldinseln auf C-Folie und Aufnahme eines Elektronenbeugungsbildes zur Ermittlung der Netzebenenabstände aus den Ringgradien
4. Hochauflöste Abbildung einer Goldinsel und Ermittlung der Netzebenenabstände aus der HRTEM-Abbildung
5. Hell- und Dunkelfeldabbildung eines Molybdänoxidkristalls und Aufnahme des Elektronenbeugungsbildes

2.2 Geräte und Hilfsmittel

- FEI Tecnai G² Transmissionselektronenmikroskop
- Software zur Steuerung der CCD-Kamera und Auswertung der Bilder

2.3 Messverfahren

2.3.1 Abbildung von Latex-Kugeln

Um das fokussieren am TEM zu üben sollten wir Latex-Kugeln, welche auf amorphe C-Lochfolie aufgedampft waren, abbilden. C-Loch Folie eignet sich sehr gut als Trägermaterial, denn die mittlere freie Weglänge der Elektronen ist in ihr dicker als die Folie selbst. Somit werden wenig Elektronen abgebeugt. Für die Abbildung haben wir zunächst auf der Folie die Latex-Kugeln gesucht, sie dann einmal mit Unterfokus (weißer Saum an den Rändern) und einmal mit Überfokus (schwarze Linien am Rand) abgebildet. Um die Kugeln zu finden haben wir Unterfokus eingestellt, denn so war der Kontrast besser. Die eingestellte Vergrößerung betrug 8700x und belichtet haben wir 0.5 s.

2.3.2 Abbildung von Goldinseln

Die nächste Aufgabe bestand darin, Gold, das ebenfalls auf eine C-Loch-Folie aufgedampft war, abzubilden. Hierfür haben wir zunächst eine Vergrößerung von ca. 115000x eingestellt und dann Bilder des Hellfelds und des Dunkelfelds mittels Blenden erstellt. Zusätzlich noch ein Bild ganz ohne Blende zum Vergleich.

Als nächstes haben wir ein Elektronenbeugungsbild einer fokussierten Goldinsel erstellt

um daraus den Abstand der Netzebenen im Kristallgitter zu bestimmen. Hierfür war es nötig den Nullstrahl, mittels einer kleinen Blende kurz vor dem Bildschirm, zu entfernen, um nicht die CCD-Kamera zu beschädigen. Auch die Belichtungszeit wurde auf 0.01 s heruntergestellt.

2.3.3 Hochauflöste Abbildung der Goldinseln

Nun haben wir eine HRTEM-Abbildung des Hellfeldes erstellt. Die eingestellte Vergrößerung von 650000x reichte aus, um die Netzebenen und teilweise auch Atome sichtbar zu machen. Aus diesen Abbildungen haben wir mittels eines Tools, welches die Helligkeitsverteilung entlang einer selbst eingezeichneten Linie anzeigt, den Abstand der Netzebenen bestimmt.

2.3.4 Abbildung eines Molybdänoxidkristalls

Zum Schluss haben wir noch einmal, ähnlich wie bei den Goldinseln, Hell- und Dunkelfeldbilder, sowie ein Beugungsbild von Molybdänoxidkristallen aufgenommen. Diesmal betrug die eingestellte Vergrößerung 8700x.

3 Auswertung

3.1 Abbildung von Latex-Kugeln

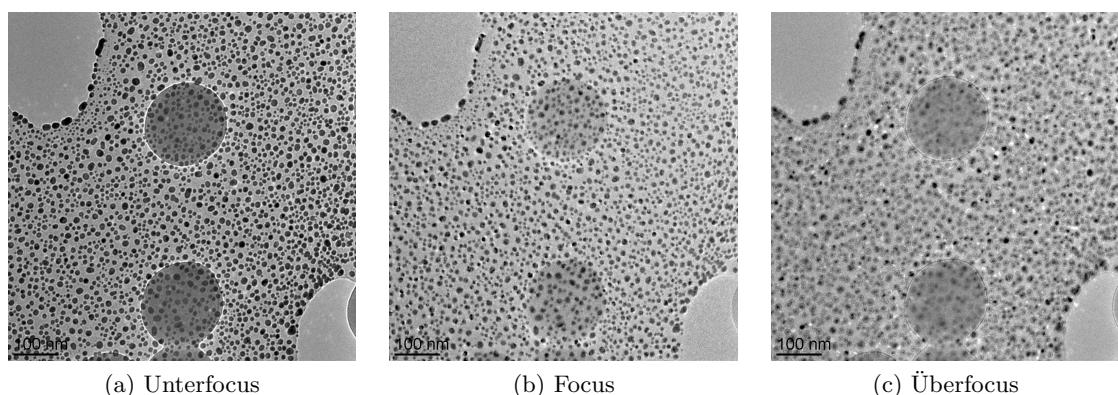


Abbildung 2: Latexkugeln

Auf den Bildern kann man deutlich einen weißen Saum für den Unterfokus, sowie einen schwarzen Rand für den Überfokus erkennen. Um den Fokus einzustellen, haben wir versucht, das Mittel zu finden.

Bei den großen klaren Löchern handelt es sich um die Löcher der C-Loch-Folie. Die kleineren schwarzen Kugeln sind die Goldinseln und bei den Großen handelt es sich um Latexkugeln. Der strukturelle Hintergrund ist die C-Loch-Folie selbst.

3.2 Abbildung der Goldinseln

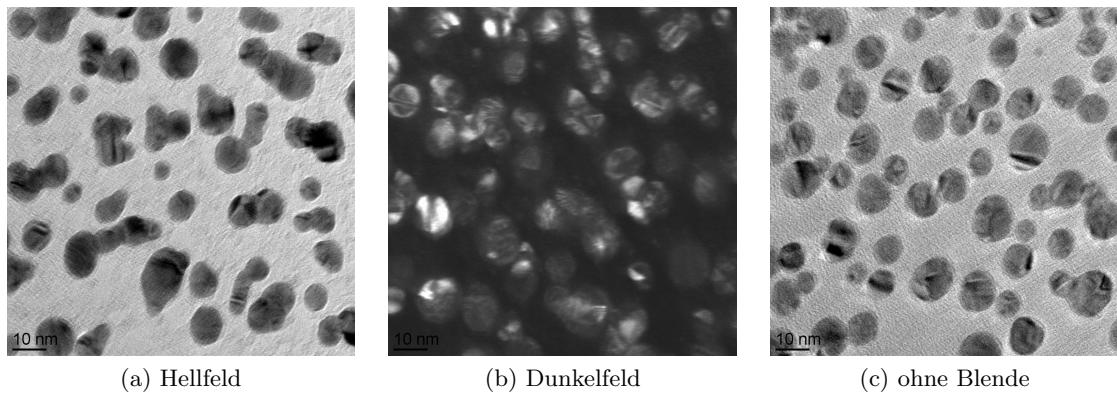


Abbildung 3: Goldinseln

Zunächst erkennt man, dass das Hellfeldbild einen besseren Kontrast und einen nicht so strukturierten Hintergrund gegenüber dem Bild ohne Blende besitzt. Das liegt daran, dass die in den Strahlengang gebrachte Blende abgebeugte Elektronenwellen abfängt. Diese können nun nicht mehr auf dem Schirm einen Lichtblitz erzeugen, wo eigentlich keiner sein sollte.

Bei der Dunkelfeldabbildung wird nur die gebeugte Welle hindurchgelassen und der Nullstrahl abgeblendet. Man sieht also nur Goldinseln und keinen Hintergrund. Dadurch entsteht ein größerer Kontrast, allerdings ist die Intensität auch wesentlich geringer.

Das Beugungsbild der Goldfolie entspricht einem typischen Debye-Scherrer-Diagramm. Durch die unterschiedliche Orientierung der Kristalle werden die einfallenden Strahlen, die die BRAGG-Bedingung erfüllen, an unterschiedlichen Netzebenenfamilien (mit verschiedenen Abständen) gebeugt. Man kann also anhand der Ringradien Rückschlüsse auf die Netzebenenabstände ziehen. (s. Hausaufgaben)

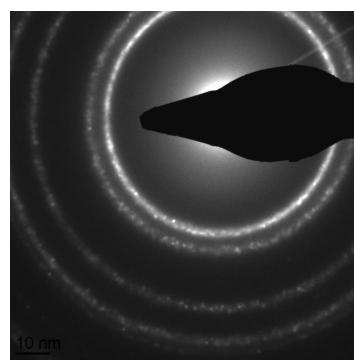
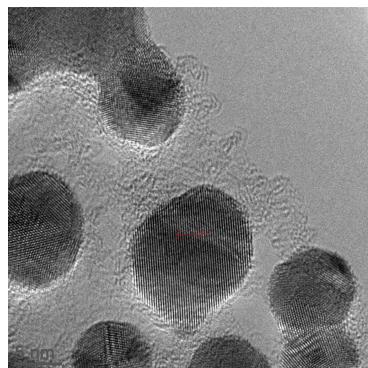
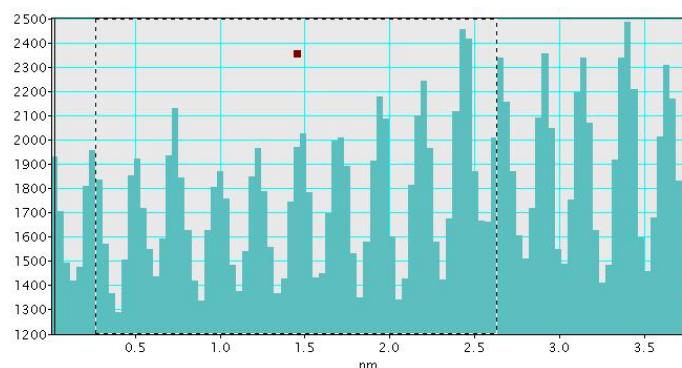


Abbildung 4: Beugungsbild von Gold

3.3 Ermittlung der Netzebenabstände an einer HRTEM-Abbildung



(a) Netzebenen und Atome der Goldinseln

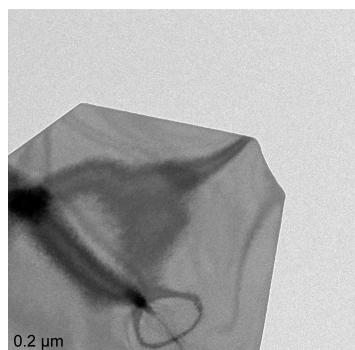


(b) Diagramm der Helligkeitsverteilung

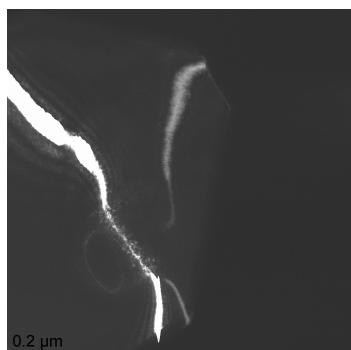
Abbildung 5: Hochauflöstes TEM-Bild

Das Diagramm der Helligkeitsverteilung ist dem rot markierten Bereich entnommen. Der ermittelte Abstand der Netzebenen beträgt 2.344 \AA , das sollte der Ebenenfamilie $\{hkl\} = \{111\}$ mit einem Netzebenenabstand von 2.356 \AA entsprechen.

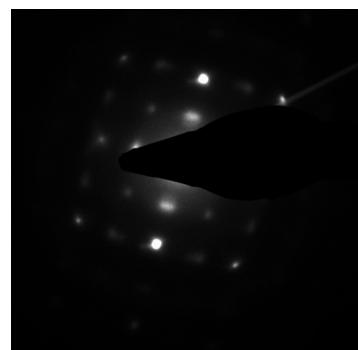
3.4 Abbildung eines Molybdänoxidkristalls



(a) Hellfeld



(b) Dunkelfeld



(c) Beugungsbild

Abbildung 6: Molybdänoxid

In der Dunkelfeldabbildung des Molybdänoxids sieht man deutlich helle Streifen. Das ist eine typische Biegekontur. Entlang dieser Linien ist das Kristallgitter gerade so ausgerichtet, dass die BRAGG-Bedingung erfüllt ist, also Elektronen an den Netzebenen abgebeugt werden.

Das Beugungsbild des Molybdänoxidkristalls ist sehr regelmäßig, allerdings bloß ein kleiner Ausschnitt des eigentlich entstehenden Laue-Diagramms. Was man sieht ist die Projektion der Schnittfläche zwischen Ewaldkugel und First-Order-Laue-Zone, im reziproken Gitter. Laue-Diagramme als Beugungsbilder treten an Einkristallen auf.

4 Hausaufgaben

Die Gleichung zur Berechnung der Netzebenenabstände aus den Beugungsringen lautet

$$d_{hkl} = \lambda D / r$$

mit $D = 0.922\text{m}$ Kamerakonstante, $\lambda(2000\text{KV}) = 2.507 \cdot 10^{-12}\text{m}$ Wellenlänge der Elektronen und dem Radius r der Ringe (vgl. mit Abbildung 4). Die Netzebenenabstände lassen sich auch theoretisch berechnen:

$$d_{hkl} = \frac{a}{(h^2 + k^2 + l^2)^{1/2}}$$

wobei $a = 0.408\text{nm}$ für Gold. Außerdem muss man die Auswahlregeln für die hkl beachten. Es gilt: Reflexe treten nur auf wenn die hkl nur gerade Zahlen oder nur ungerade Zahlen annehmen.

Die Ergebnisse haben wir in folgender Tabelle zusammengestellt. Die Angegebenen r sind schon Maßstabsgerecht umgerechnet. Außerdem sind nicht beschriftete Werte in Å angegeben.

$h \ k \ l$	theoretisches d_{hkl}	$r_{gemessen} \rightarrow d_{hkl,gemessen}$
1 1 1	2.356	9.69mm \rightarrow 2.385Å
2 0 0	2.040	11.11mm \rightarrow 2.081Å
2 2 0	1.442	15.75mm \rightarrow 1.468Å
1 1 3	1.230	16.17mm \rightarrow 1.272Å