Versuch 3.9: Elektronenbeugung

Vorbereitung:

1. Aufbau einer Beugungsapparatur [1] , [Anhang]
2. Vakuum–Erzeugung und –Messung [5] , [6]
    a) Drehschieber–Pumpen
    b) Öldiffusionspumpen
    c) Wärmeleitungs–Vakuummeter
    d) Kaltkathoden–Ionisations–Vakuummeter
3. Grundlagen der Elektronen–Beugung [1] , [2] , [3] , [4]
    a) Elektronen–Strahlen
    b) BRAGGsche Gleichung
    c) Reziprokes Gitter
    d) EWALDsche Konstruktion
    e) Kinematische Beugungs–Theorie

Literatur:

[1] *E. Bauer* Elektronenbeugung
S. 15-21 , 33-38 , 59-96 , 107-109 .
[2] *L. Reimer* Elektronenmikroskopische Untersuchungs– und Präparations–Methoden
S. 85-111 , 124-128 .
[3] *K. Sagel* Tabellen zur Röntgen–Strukturanalyse
[4] *G. Schimmel* Elektronenmikroskopische Methodik
S. 1-5 , 16-46 .
[5] *R. Jaeckel* Kleinste Drucke
S. 40-51 , 63-68 , 85-104 , 140 ff. . .
[6] *Leybold–Heraeus* Berechnungsgrundlagen für die Vakuumtechnik
S. 8-11 , 19-21 , 46-47 .

Zu [4] und [6] befinden sich Kopien in der Vorbereitungsmappe.

1. Einführung

Die Methode der Elektronen–Beugung hat sich als wichtiges Hilfsmittel bei der Untersuchung von Oberflächen und dünnen Schichten erwiesen. Die ersten Elektronen–Beugungs–Experimente wurden 1927 von DAVISSON und GERMER durchgeführt. Sie untersuchten die Reflexion von langsamen Elektronen (30 – 40 eV) an einem Einkristall. Dabei fanden sie, daß die Elektronen entsprechend wellenoptischen Gesetzmäßigkeiten gestreut wurden.

De Broglies Hypothese, daß ein Teilchen mit dem Impuls p durch eine Welle mit der Wellenlänge

$$\lambda = h/p \qquad \text{oder} \qquad \vec{p} = \hbar\vec{k} \tag{1}$$
$$\text{mit} \qquad |\vec{k}| = \frac{2\pi}{\lambda}$$

dargestellt werden kann, war somit bewiesen.

Wenn Elektronen eine Beschleunigungsspannung U durchlaufen haben, so besitzen sie den Impuls

$$p = \sqrt{2m_0eU} \cdot \sqrt{1 + \frac{eU}{2m_0c^2}} = \sqrt{2m_0eU^*} \ , \tag{2}$$

wobei die relativistisch korrigierte Strahlspannung $U^* = U \cdot (1 + \frac{eU}{2m_0c^2})$ durch diese Gleichung definiert ist. U^* unterscheidet sich von U in dem Maße, wie sich die Strahlenergie eU zur Ruhenergie des Elektrons $m_0c^2 = 511$ keV verhält. Für $U = 50$ keV ist U^* also 5% größer als U und damit ist dann p um $2,5\%$ größer als klassisch berechnet.

Zahlenmäßig ergibt sich aus (1) und (2)

$$\lambda = \frac{hc}{\sqrt{2\ m_0c^2\ eU^*}} \qquad \text{mit} \quad \text{hc} \simeq 2\pi \cdot 1,97\text{keV Å}$$

$$\lambda = \frac{0,38783\text{Å}}{\sqrt{U^*}} \qquad \text{, wenn } U^* \text{ in keV gemessen wird.} \tag{3}$$

Die kinematische Beugungs–Theorie geht davon aus, daß alle Atome des Kristalls in gleicher Weise durch eine einfallende ebene Welle bestrahlt werden und daß dann jedes Atom als Streu–Zentrum wirkt. Die Amplitute der Streu–Welle ergibt sich also durch phasenrichtige Addition der Beiträge aller Atome. Nur für die Richtungen, in denen sich die Einzelbeiträge gleichphasig addieren, ergeben sich Reflexe, in die übrigen Richtungen löschen sich die Beiträge gegenseitig aus.

Reflexe gibt es nur für die Richtungen, für die man im Kristall derart eine Gitterebenen–Schar finden kann, daß einfallender und reflektierter Strahl für diese Ebenen das Reflexions–Gesetz ($Einfallswinkel = Ausfallswinkel$) erfüllen. Eine Gitterebenen–Schar ist eine Schar äquidistanter, paralleler Ebenen, die alle Gitterpunkte enthalten. Wegen der Erfüllung des Reflexions–Gesetzes sind die Beiträge zur Streuwelle von allen Gitterpunkten innerhalb einer Ebene phasengleich. Sofern sich nun die Phase der Beiträge von benachbarten Ebenen um ein ganzahliges Vielfaches von 2π unterscheidet, so interferieren die Beiträge von sämtlichen Gitterpunkten des Kristalls positiv miteinander. Dies führt auf die Braggsche Gleichung:

$$2d \sin\Theta = n\lambda \tag{4}$$

Die Wellenlänge von 50keV Elektronen beträgt nur $\lambda = 0,0536$Å, d.h. die Streuwinkel werden so klein, daß man in (4) den Sinus durch sein Argument ersetzen darf.

Mithilfe des reziproken Gitters läßt sich das gesagte besonders einfach beschreiben. Die Differenz der Wellenvektoren von reflektierter und von einfallender Welle $\vec{k}, \vec{k_0}$ muß ein Vektor des reziproken Gitters $\vec{g}$ sein.

$$\vec{k} - \vec{k_0} = \vec{g} \tag{5}$$

Obwohl die Streuung im Kristall an ausgedehnten Atomen erfolgt, ergibt sich für den idealen Kristall das reziproke Gitter streng punktförmig, die Reflexe sind scharf.

Da bei elastischer Streuung der Betrag des Wellenvektors erhalten bleibt $|\vec{k}| \simeq |\vec{k_0}|$, spannt $\vec{k_0}$ mit allen reflektierten $\vec{k}$–Vektoren die EWALD–Kugel auf. Verdreht man den Kristall und damit auch das reziproke Gitter langsam gegen die Bestrahlungs–Richtung, so leuchten immer nur kurz die Reflexe auf, deren reziproke Gitterpunkte sich gerade auf der EWALD–Kugel befinden. Ist aber z.B. der Kristall in Richtung der einfallenden Welle sehr dünn, so sind die reziproken Gitterpunkte bezüglich dieser Richtung nur unscharf. Die EWALD–Kugel durchschneidet gleichzeitig sehr viele Reflexe, trotzdem ist in diesem Fall $\Delta\vec{k}$ scharf, weil die reziproken Gitterpunkte bezüglich der beiden andern Richtungen scharf definiert sind.

Da bei der Beugung von $50keV$ –Elektronen die $\vec{k}$ –Vektoren sehr groß sind $|\vec{k}| = 117$Å^{-1} im Vergleich zu den Gittervektoren $|\vec{g}| \approx 0,25$Å^{-1}, ergeben sich sehr kleine Streuwinkel und die EWALD–Kugel wird praktisch zu einer ebenen Fläche.

Die Intensitäten der Reflexe künnen für genügend dünne Proben mit Hilfe der kinematischen Theorie berechnet werden, sonst benötigt man dafür die dynamische Theorie. Die Wechselwirkung der Elektronen mit dem Objekt ist so groß, daß praktisch immer deutliche Abweichungen zur kinematischen Theorie auftreten. Dennoch ist sie für das Verständnis und als eine Abschätzung wertvoll.

In kinematischer Näherung gilt für die Intensität der gestreuten Strahlung

$$\frac{I_s}{I_0} = I_e \cdot |F_{hkl}|^2 \cdot |G|^2 \tag{6}$$

$$I_0 = \text{Primär–Intensität}, F_{hkl} = \text{Strukturfaktor}$$

$$I_e = (\frac{e^2 m}{2h \cdot 4\pi\epsilon_0 r})^2 \cdot (\frac{\lambda}{\sin\Theta})^4$$

I_e beschreibt die Streuung eines Elektrons an einem Kern der Ladung $Z = 1$ (RUTHERFORD–Streuung).

$I_e \cdot |F|^2$ entspricht der Streuung an einer Elementar–Zelle. Die Gesamt–Intensität setzt sich, wie bei der Beugung am Gitter, aus dem Produkt der Streuung am Einzelobjekt (Spalt bzw. Elementarzelle) und dem Gitterfaktor $|G|^2$ zusammen.

In der Elementarzelle liegen n Atome mit den Atomformfaktoren $f_E j$ für Elektronen–Streuung an den Stellen $\vec{r_j} = x_j\vec{a_1} + y_j\vec{a_2} + z_j\vec{a_3}$. Die $\vec{a_i}$, $(i = 1, 2, 3)$ sind die drei Basis–Vektoren der Elementarzelle. Da die elastische Elektronen–Streuung am durch die Hüllen–Elektronen abgeschirmten Kern–Potential Ze stattfindet, kann man $f_E = Z - f_{Rntgen}$ setzen. Die Genauigkeit dieser Näherung nimmt mit wachsendem Z ab. Die Elektronen, die inelastisch an den Hüllen–Elektronen gestreut werden, liefern nur einen diffusen Streu–Untergrund.

Für den Strukturfaktor erhält man:

$$F_{hkl} = \sum_{j=1}^{n} f_{Ej} \cdot \exp[2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)]. \tag{7}$$

Bei polykristallinen Präparaten (speziell bei Aufdampf–Schichten) ergibt sich die Intensität der DEBYE-SCHERRER–Ringe aus einer Mittelung über alle Orientierungen. Im Experiment bestimmt man nicht I_s aus Gleichung (6) , sondern die integrale Intensität J. Bei Berücksichtigung des LORENTZ–Faktors ergibt sich für kleine Winkel ([1] Seite 37,38) :

$$J = \text{const} \cdot |F_{hkl}|^2 \cdot H_F \cdot \Theta^{-6} \tag{8}$$

Hierbei ist H_F der Flächenhäufigkeitsfaktor. Er gibt an, wie viele Kristallflächen Interferenzringe gleichen Durchmessers ergeben. H_F kann um so größere Werte annehmen, je höher die Symmetrie des Gitters ist [3].

Nicht berücksichtigt wurde in (6) bzw. (8) , daß auf Grund der thermischen Bewegung der Atome die F_{hkl} temperaturabhängig sind.

$$F \to F \cdot e^{-M} \quad , \quad e^{-M} = \text{DEBYE-WALLER–Faktor}$$

siehe [4] Seite 87 oder [1] Seite 37 .

Aufgaben:

1. Beschäftigen Sie sich vor Versuchsbeginn mit dem Aufbau des Beugungsgerätes (siehe Anhang), speziell mit der Vakuum–Anlage und machen Sie sich die Funktion der einzelnen Schalter, Anzeigen und Ventile klar.

2. Sie erhalten eine bekannte Substanz (Eichsubstanz) und eine unbekannte Substanz. Von den Proben ist eine Simultan–Beugungsaufnahme herzustellen.

3. Die zu untersuchenden Substanzen haben kubische Symmetrie. Es ist der Strukturfaktor (7) für das kubisch raumzentrierte und das kubisch flächenzentrierte Gitter zu berechnen.

4. Stellen Sie sich eine Tabelle $R^2 = h^2 + k^2 + l^2$ geordnet nach R^2 zusammen, indem Sie die (hkl) systematisch durchlaufen. R^2 ist dabei ganzzahlig, es reicht aus, wenn man R^2 bis z.B. 36 laufen läßt. In dieser Tabelle sollten Sie weiterhin vermerken, ob der betreffende Ring im bcc oder im fcc Gitter erlaubt ist. Diese Tabelle ist einfach zu erstellen, ist aber beim Indizieren der Ringe eines kubischen Gitters sehr nützlich.

5. Das Beugungsbild ist zu indizieren. Gittertyp und Gitterkonstante der unbekannten Substanz sind zu bestimmen. Um welche Substanz handelt es sich?

6. Schätzen Sie für die Eichsubstanz die Intensitäten der Reflexe ab und vergleichen Sie sie mit den nach (8) berechneten.

Der Abstand Objekt–Photoplatte beträgt 482 mm.

Vor dem Ausmessen der Ringradien müssen Sie zuerst den Mittelpunkt der Ringe markieren. Dazu zeichnen Sie mit Zirkel auf weißes Papier einen Kreis passender Größe und verschieben darauf dann das Diagramm, bis beide konzentrisch sind.

Die Markierung der Mitte und das Vermessen der Radien muß extrem präzise auf 0,1mm genau erfolgen, um eine eindeutige Indizierung der Ringe zu gewährleisten. Es ist sinnvoll, neben dem Radius eines Ringes auch seine Schwärzung zu notieren, um eine übersichtliche Zuordung der Tabelle zu dem Foto herzustellen und um einen weiteren Hinweis auf die Kristall-Struktur der unbekannten Probe zu erhalten.

Der Aufbau der Beugungsapparatur

Erläuterungen zu den Abbildungen:

26	Hochspannungsanschluß
50	Entladungsrohr
53	Verschiebung des Anodenzylinders
54	Verdrehung des Anodenzylinders
55	Meßanschluß für Kathodenstrom

56 Einblickfenster für Plasma-Säule unter der Kathode
57 Konus mit Anodenblende $\Theta = 0,2mm$
58 Gaseinlaß–Ventil für Plasma–Entladung
66 Justierschrauben Kugelschliff
67 Justierschrauben Planschliff
71 Justier–Trieb Kondensor
75 Konus mit Kondensorblende
82 Lupe
86 Einblickfenster auf Leuchtschirm
87 Nullstrahlfänger
88 Einstelltrieb für Nullstrahlfänger
89 Leuchtschirm-Hebel
90 Leuchtschirm
91 Leuchtschirm–Arretierung
95 Registrier–Kammer
96 Photoplatten–Schleuse
248 Wärmeleitungs–Vakuummeter II
249 Kaltkathoden–Ionisations–Vakuummeter
351 Objektblende

R.Sp.