

Elektronen-Energieverlustspektroskopie (EELS)

Ort: Institut für Physik, Labor K12

Betreuer: Dr. S. Schulze (Tel. 3204, 3200; e-mail schulze@physik.tu-chemnitz.de; AFW-Bau 455 / 403 / K12)

Dauer: 1 Versuchstag

Die Energieverluste schneller Elektronen in einem Festkörper sind in erster Linie ein Abbild der möglichen Anregungen der Festkörperelektronen. Folglich ist mit dieser Methode eine umfassende Charakterisierung des untersuchten Materials prinzipiell möglich. Die hauptsächlichen inelastischen Streumechanismen sind Streuung an Phononen, Einzelelektronenanregungen sowie die Anregung longitudinaler Dichteschwingungen im Valenzelektronenensemble des Festkörpers (Plasmonen). Die Messung der Dispersion der Plasmonenenergie $E_p(q)$ ist Gegenstand dieses Versuchs.

Versuchsablauf

- Einschalten des Elektronenspektrometers
- Einschleusen der Al-Probe ins Elektronenmikroskop
- Justieren der Arbeitsparameter am Mikroskop und am Spektrometer
- Messungen zur Kalibrierung der Strahlkipfung am Beugungsbild des polykristallinen Al
- Aufnahme der Plasmonspektren bei 10 unterschiedlichen Streuwinkeln
- Bestimmung bei den jeweiligen Streuwinkeln übertragenen Wellenvektoren mit Hilfe der Kalibrierungsdaten (Regression)
- Bestimmung der Lagen der Plasmonpeaks
- Bestimmung des quadratischen Koeffizienten der Dispersion der Plasmonenergie (Regression)

Stichworte

Elektronen-Energieverlustspektroskopie (EELS), Streuung schneller Elektronen (elastisch und inelastisch), dielektrische Funktion, Plasmon, random phase approximation (RPA), Transmissions-Elektronenmikroskopie, dynamischer Strukturfaktor, Kramers-Kronig-Relationen

Versuchsdurchführung

Beschreibung der Meßapparatur

Zur Messung der EELS-Daten steht ein Transmissionselektronenmikroskop Philips CM20 FEG, ausgerüstet mit einem abbildenden Energiespektrometer (GIF) von der Firma GATAN, zur Verfügung. Das TEM besitzt eine sogenannte heiße Feldemissionskatode oder auch Schottky-Emitter. Die Arbeitstemperatur der Emissionsspitze liegt bei 1800 K, die anliegende Spannung ist zwischen 2,2 kV und 6,0 kV einstellbar, womit die Kathode des Gerätes einen Strom von etwa (15...100) mA liefert. Die emittierten Elektronen werden auf die Strahlenergie von bis zu 200 kV beschleunigt. Ein elektronenoptisches System fokussiert den Strahl zunächst je nach Einstellung auf die Strahlblende C1, von hier durchläuft er zwei Kondensorlinsen und die Blende C2. Zusätzliche Ablenkeinheiten ermöglichen die Justierung der Strahlrichtung in einem wählbaren Winkel zur optischen Achse des Systems, wobei der Durchtrittsort durch die Probe konstant auf der optischen Achse des Systems bleibt.

Die elektronenoptische Abbildung der Probe erfolgt durch ein Objektiv und zwei Projektive (dreistufige Abbildung). Im Diffraktionsmodus bilden die Projektive das in der hinteren Brennebene des Objektivs entstehende Beugungsbild ab. Dieser Modus wird im allgemeinen auch für EELS-Messungen genutzt.

Das GIF (Abb.4.1) besitzt als energiedispersives Element einen magnetischen 90°-Sektorfeldanalysator. Solche Elemente sind selbstfokussierend, d.h. sie bilden von einem Punkt in ihrer Eintrittsbildebene ausgehende Elektronenbahnen gleicher Energie in einem Punkt ihrer Austrittsbildebene ab. Zusätzliche Quadru- und Sextupollinsen verstärken die Energiedispersion dq/dE und korrigieren Nichtlinearitäten der energiedispersiven Abbildung. Die Eintrittsbildebene ist der letzte Cross Over im TEM. Im Abbildungsbetrieb entsteht dort ein Beugungsbild, während im Beugungsmodus eine Objektabbildung in dieser Ebene vorliegt.

Der Austrittsbildebene folgt fast nocheinmal ein ganzes Elektronenmikroskop. Ein elektronenoptisches System aus magnetischen Hexapol- und Oktupollinsen sorgt für die Abbildung der Austrittsbildebene auf eine slow scan CCD-Kamera mit 1024x1024 Pixeln. Hier entsteht ein Bild, das dem in der Eintrittsbildebene entspricht, wegen der Energiedispersion im Energieanalysator jedoch mit dem Energiespektrum des Strahls eindimensional gefaltet. Der in der Eintrittsbildebene vorliegende Strahlquerschnitt muß also möglichst klein sein um das von der CCD-Kamera registrierte Signal als Energiespektrum interpretieren zu können.

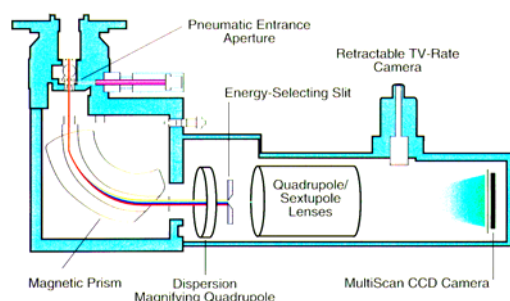


Abb. 1 Aufbau des abbildenden Elektronenspektrometers GIF

Aufgabenstellung

1. Bestimmen Sie die Massendichte eines dünnen Aluminiumfilms aus seiner Plasmonenenergie!
2. Bestimmen Sie den Koeffizienten a der Plasmonendispersion von Aluminium aus winkelaufgelösten EELS-Messungen!

Versuchsdurchführung

Beachten Sie vor allem folgende

Maßregeln für die Arbeit am CM20FEG:

- Bedienen Sie das CM20 und des Energiespektrometers nur unter direkter Aufsicht oder nach ausdrücklicher Aufforderung durch den Betreuer.
- Bei Auftreten Ihnen unerklärlicher Betriebszustände oder Störungen sowie bei Meßpausen bzw. nach Beendigung der Messung schließen Sie bitte sofort das gun valve ! In den ersten beiden Fällen verständigen Sie sofort den Betreuer oder einen Mitarbeiter des Labors!
- Betreten Sie den CM20-Raum nur mit sauberem Schuhwerk und halten Sie den Raum sauber. Insbesondere sollten Sie es unterlassen, Speisen oder Getränke in den Raum zu bringen oder dort zu verzehren.
- Vermeiden Sie es, auf die am Boden liegenden Kabeltunnel zu treten und bewegen Sie sich vor allem wegen der bei der Arbeit notwendigen Minimalbeleuchtung entsprechend vorsichtig !
- Betätigen Sie keine Wandschalter im Raum außer den Ihnen vom Betreuer gezeigten Lichtschaltern !

Nach dem Einschleusen der Probe ins TEM ist zunächst ein homogenes Schichtstück auf der Probe zu suchen. Dann wird die euzentrische Probenhöhe eingestellt und die Fokussierung des Objektivs geprüft. Nehmen Sie die zweitgrößte Bereichsblende, schalten Sie auf Beugungsbetrieb und wählen die größte Kameralänge (4.20 m). Zentrieren und fokussieren Sie das Beugungsbild! Dann justieren Sie die Strahlableitung im Hinblick auf die Lage der Eintrittsblende des PEELS-Spektrometers. Wählen Sie dazu die kleinste Spektrometereintrittsblende (0.6mm) und starten Sie den View-Modus des Meßprogramms. Nach dem Hochklappen des Fluoreszenzschirms sehen Sie die periodisch ausgelesenen Spektren auf dem Rechnermonitor. Das ermöglicht Ihnen die Feinjustierung der Strahlkipfung. Die richtige Justierung der Primärstrahlposition ist dann erreicht, wenn der Nullverlust im Spektrum seine maximale Höhe hat. Jetzt schalten Sie auf den Dunkelfeldmodus um (Taste [DF] - Dark Field) und setzen Sie die Winkelanzeige der Strahlableitung mit der Taste [RESET] am Mikroskop auf (0.00) zurück. Im Dunkelfeldmodus ist eine wesentlich feinere Steuerung der Strahlkipfung ($\pm 0.01^\circ$) gegenüber dem normalen Beugungsmodus möglich und es steht eine Anzeige des Kippwinkels in relativen Einheiten (näherungsweise in degree) zur Verfügung. Durch Verwendung des Steuerungsprogrammes Tilt auf dem Macintosh-Rechner läßt sich die Steuerung der Strahlkipfung nochmal um das zehnfache verfeinern.

Dessen Anzeige ist zunächst zu kalibrieren. Hierzu nutzen Sie die Bragg-Reflexe der poly-Al-Schicht. Notieren Sie sich Ablenkwinkel (in den relativen Geräteeinheiten) und zugehörige Beugungsringe bzw. q -Werte für die Versuchsauswertung. Die q -Werte können den Angaben in Anhang A entnommen werden. Nachdem Sie alle nachweisbaren Beugungsringe ausgemessen haben, stellen Sie die Ablenkung auf 0 zurück und überprüfen Sie die Ablenkungsjustage abermals mit dem Spektrometer. Nötigenfalls justieren Sie nochmals.

Zur Messung selbst wählen Sie etwa 10 Ablenkwinkel im Bereich von 0 bis etwa zum 0.6-fachen Winkel des ersten Beugungsringes. Für die Messungen bei Streuwinkeln größer 0 muß Integrationszeit zur Aufnahme der Spektren der jeweiligen Intensität angepaßt werden. Um die Zeitdauer der Messung abzukürzen, sollten Sie zunächst die „Bilder“ der Spektren durch das Programm Digital Micrograph im Rechnermemory registrieren lassen und die Daten erst nach Abschluß der Messung in eindimensionale EELS-Spektren des Programms EL/P wandeln und speichern. Ermitteln Sie die Lagen der Plasmonpeaks.

Hinweise zur Auswertung

Stellen Sie die Ablenkung in Geräteeinheiten über den entsprechenden q -Werten dar. Tragen Sie Fehlerbalken an und ermitteln Sie zunächst graphisch eine Ausgleichsgerade. Tragen Sie dann in einem zweiten Diagramm die von Ihnen ermittelten Werte der Plasmonenergie über q auf, wobei Sie sowohl den Fehler in q als auch den Fehler der Plasmonenergie berücksichtigen sollen. Ermitteln Sie den sich aus (3.25) ergebenden Wert für a .

Treffen Sie Aussagen zu den Einflüssen des Energieverlusts auf den Fehler in q aufgrund des Objektivfarbfehlers sowie aufgrund der Kalibrierung der Strahlkipfung unter Benutzung elastischer Streuprozesse.

Bestimmen Sie die Halbwertsbreite des Nullverlustpeaks!

Vergleichen Sie die erhaltenen Spektren qualitativ miteinander. Die Spektren sollten dem Versuchsprotokoll beigelegt werden.

Literatur

H. Raether: Excitation of Plasmons and Interband Transitions by Electrons ; Springer Berlin-Heidelberg-New York (1980)

P. Schattschneider: Fundamentals of inelastic scattering; Springer Wien (1986)

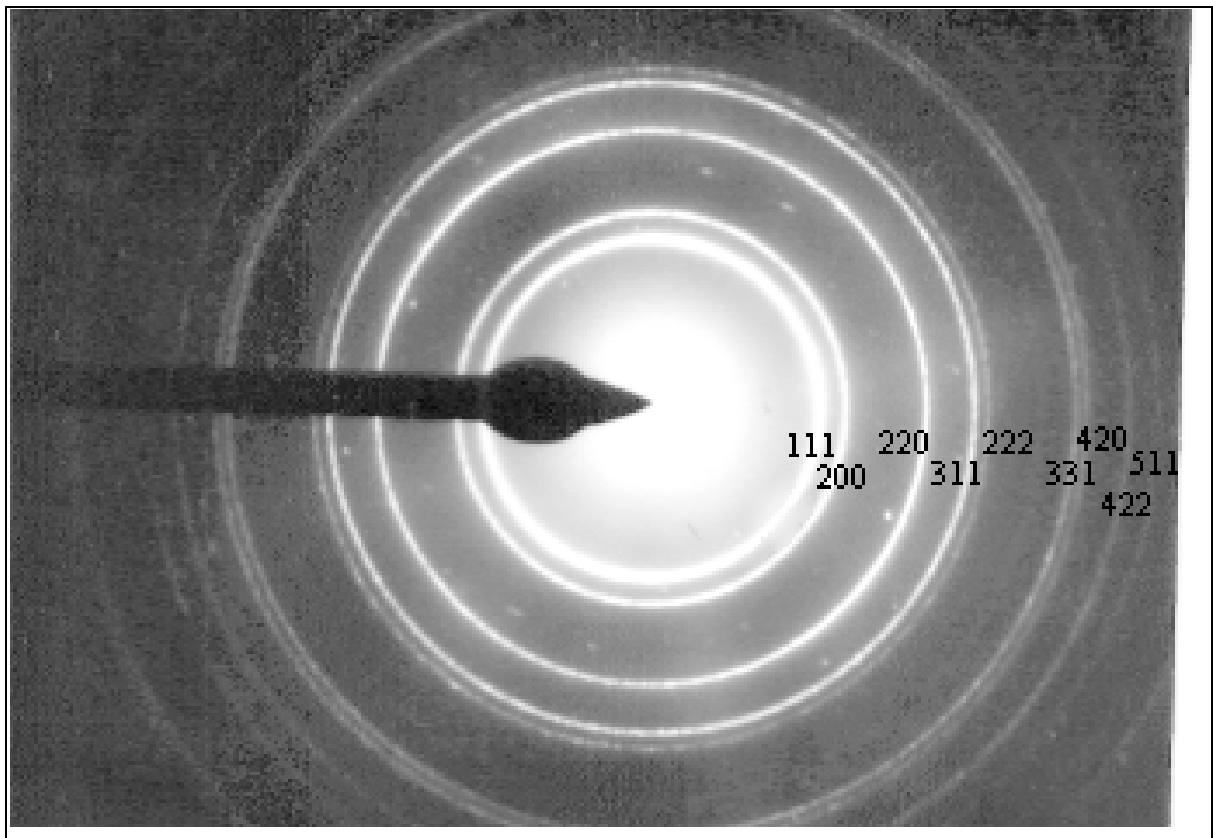
R.F. Egerton: Electron Energy-Loss Spectroscopy in the Electron Microscope; Plenum New York-London, 1989

L. Reimer: Fast alles über Elektronenmikroskopie; CD-ROM, Plano (1999)

Außerdem sind Ausführungen zum Praktikumsthema in den meisten Büchern zur Festkörperphysik zu finden, z.B. in Ch. Kittel: Introduction to Solid State Physics.

Anhang A

Beugungsbild von poly - Al (fcc, $a=4.032\text{\AA}$)



h k l	d [nm]	$q = 2\pi/d$ [1/nm]
1 1 1	0.233	26.991
2 0 0	0.202	31.167
2 2 0	0.143	44.076
3 1 1	0.122	51.684
2 2 2	0.116	53.982
(4 0 0)	0.101	62.333)
3 3 1	0.093	67.926
4 2 0	0.090	69.691
4 2 2	0.082	76.342
3 3 3	0.078	80.973
5 1 1	0.078	80.973
4 4 0	0.071	88.152
5 3 1	0.068	92.192