

Elektronenmikroskopie

Ort : Institut für Physik, Labor 403
Professur Analytik an Festkörperoberflächen
Betreuer: Dr. S. Schulze, Tel.: 531 3204, Büro 455
Dauer : 2-tägig

Für die Durchstrahlungselektronenmikroskopie werden Proben mit Dicken unter 100 nm hergestellt, wofür gebräuchliche Bedampfungs- und Abdrucktechniken zum Einsatz kommen. Die hergestellten Proben werden im analytischen Durchstrahlungselektronenmikroskop untersucht. Dabei kommen die hochauflösende Abbildung mit Energiefilterung in verschiedenen Abbildungsmoden und die Elektronenbeugung zum Einsatz.

Meß- und Arbeitsprogramm

I. Präparation

1. Einweisung in die Bedienung der Hochvakuum-Bedampfungsanlage.
2. Auf NaCl-(100)-Spaltflächen wird ein 10..30nm dicker Kohlefilm aufgedampft. Die NaCl-Kristalle sind unmittelbar vor Einbau in die Apparatur zu spalten.
3. In destilliertem Wasser werden die Kohlenstofffilme vom Substrat abgelöst und in ein zweites Bad überführt. Nach 10min können Sie die Kohlenstofffilme auf drei Objektträgernetze (Kupfermaschenweite 100 µm) auffischen.
- 4.a. Zwei der befilmten Objektträgernetze werden mit Magnesiumoxid beraucht. Dazu werden Magnesiumspäne an Luft verbrannt und die Netze kurz durch den Rauch geschwenkt.
- 4.b. Eines der berauchten Netze wird im Metall-Pumpstand schräg (45°) mit Kohle-Platin bedampft. Dieses kann in einem Beschichtungsvorgang gemeinsam mit der NaCl-Spaltfläche gemäß Arbeitsschritt 4.c. erfolgen.
- 4.c. Eine NaCl-Spaltfläche wird mit Schleifpapier bearbeitet. Von dieser Oberfläche fertigen Sie unter schräger Bedampfung (45°) einen Kohle-Platin-Abdruck an. Ein Stückchen Platindraht wird dazu als kleiner Haken über die Spitze der Kohleelektrode gelegt. Der Abdruckfilm wird dann nach der in 3. beschriebenen Weise weiterbehandelt (1 Objektträgernetz befilmen).
5. Dampfen Sie aus einem Verdampferschiffchen eine geringe Menge eines Überraschungs-Substanzgemisches auf eine frische Kochsalzspaltfläche und befilmen Sie damit ein Objektträgernetz.

II. Arbeiten am Elektronenmikroskop

1. Einweisung in die Bedienung des Gerätes
2. Abbildung der MgO-Proben und Kohle-Platin-Abdrucke bei geeigneten Abbildungsmaßstäben. Beobachtung von interessanten Kontrasterscheinungen: Beugungskontraste wie Extinktion und Fresnel-Säume, Streuabsorptionskontraste bei den Abdrucken
3. Anfertigen von Beugungsbildern von der MgO-Probe und von einer polykristallinen Metallschicht (Kohle-Platin-Abdruck)
4. Ermittlung der Zusammensetzung der Überraschungs-Substanz durch Elektronen-Energieverlustspektroskopie (EELS). Versuch einer Phasenunterscheidung mittels energiegefilterter Abbildung (ESI).

III. Auswertung

1. Vermessen Sie die Beugungsbilder mit einem Rechnerprogramm. Vergleichen Sie die Ringdurchmesser mit den für Platin zu erwartenden Durchmessern. Indizieren Sie in einem Beugungsbild die von MgO erhaltenen Punktreflexe und bestimmen Sie die Einstrahlrichtung des Elektronenstrahls.
2. Diskutieren Sie ausführlich die Mechanismen der Kontrastentstehung unter besonderer Berücksichtigung der von Ihnen abgebildeten Kontrasterscheinungen. Gehen Sie dabei insbesondere auf die Entstehung von Streuabsorptions- und Beugungskontrasten ein und erläutern Sie das Zustandekommen von Extinktionskonturen und Fresnelsäumen.
3. Erläutern Sie das Verfahren der EELS sowie die Verfahrensweise der energiegefilterten Abbildung, die zur Erzeugung Ihrer ESI-Aufnahmen verwendet wurden.

Stichwortverzeichnis

Durchstrahlungselektronenmikroskopie (TEM), energiegefilterte Abbildung (ESI), Elektronenbeugung, Probenpräparation, Abdrucktechnik, Kohle-Platin-Abdruck, Kristallgitter

Literaturangaben

- Schulze, S.: *Elektronenmikroskopische Strukturanalysenmethoden*, Kurzfassung fürs Praktikum -> Literaturmappe
- Bewilogua, K.: *Phasenidentifizierung mittels Elektronenbeugung*, Zusammenfassung fürs Praktikum -> Literaturmappe
- Reimer, L.: *Transmission Electron Microscopy*. 3rd ed., Berlin: Springer 1993. (Bildentstehung, Elektron-Objekt-Wechselwirkung, Bildinterpretation) -> Literaturmappe
- Weißmantel, Ch., Hamann, C., u.a.: *Grundlagen der Festkörperphysik*. 2. unv. Aufl., Berlin: Dt. Vlg. d. Wiss. 1981. (Kristallstruktur, Strukturfaktor, Beugungsverfahren)
- Bergmann, Schaefer: *Lehrbuch der Experimentalphysik*. Bd. 6 Festkörper, Berlin: de Gruyter 1992. (Kristallstruktur)
- Bethge, Heidenreich: *Elektronenmikroskopie in der Festkörperphysik*. Berlin: 1982. -> Literaturmappe
- Liekfeld: *Elektronenmikroskopie*. Stuttgart: 1979.
- Heimendahl, v.: *Einführung in die Elektronenmikroskopie*. Braunschweig: 1970.-> Literaturmappe
- Schulze, G. E.: *Metallphysik*, Akademie-Verlag Berlin 1974

Liste der Geräte

1. Pumpstand B 30 für Bedampfungen
2. Durchstrahlungselektronenmikroskop CM20 mit abbildendem Energiefilter GIF
3. Macintosh und PC

Wichtige Hinweise

- Die Bedienung des Pumpstandes und insbesondere des Elektronenmikroskops muß sich ausschließlich auf die vom Betreuer vorgeführten Arbeitsgänge beschränken. Bei allen Problemen mit der Gerätebedienung ist unverzüglich der Betreuer zu konsultieren.
- Beachten Sie besonders die Hinweise Ihres Betreuers über die Verwendung des Elektronenkanonen-Schutzventils (Gun valve) am CM20!
- Hüten Sie sich bei jeder Betätigung der Blenden-Justierschrauben bewusst davor, diese mit der Blenden-Demontageschraube zu verwechseln! Sonst wird's teuer!