Versuchsbericht zu

Elektronenmikroskopie:
– SEM & TEM –

Festkörperspektroskopie Gruppe 1

Leonhard Segger (l_segg01@uni–muenster.de)
Alex Oster (a_oste16@uni–muenster.de)

durchgeführt am 19-21.02.2020
betreut von Julian Sickel

25. Februar 2020

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung

2. Probenpräparation

Die Proben, welche für diese Untersuchung angefertigt werden, sollen aus Goldclustern (durchschnittlich ca. 20 nm Durchmesser) auf einer dünnen Graphitschicht bestehen. Um solche Proben herzustellen, wird zunächst Kohlenstoff auf dünne Glasplatten aufgedampft. Anschließend werden die Glasplatten in destilliertes Wasser getaucht, sodass sich die dünnen Graphitschichten von ihnen lösen. Da diese Schichten nicht stabil genug sind, um in das Mikroskop eingebaut zu werden, werden dünne Kupfergitter mit 400 Maschen auf 25,4 mm^2 verwendet. Auf diese wird dann ein Stück der schwimmenden Graphitschicht gelegt. Nach dem Trocknen werden die Gitter mit dem Kohlenstoff in eine Halterung eingesetzt und der Aufdampfprozess wiederholt, nun jedoch mit Gold. Das Resultat sind die gewünschten Proben, da sich das Gold in Clustern auf dem Kohlenstoff ablagert.

3. SEM

Das für diese Untersuchung verwendete Rasterelektronenmikroskop detektiert mit einem SE-Detektor die Sekundärelektronen. Zusätzlich kann zeitgleich das Röntgenspektrum der untersuchten Probe aufgenommen werden.
Zunächst werden verschiedene Beispielproben unter dem Mikroskop betrachtet und dann eine der zuvor hergestellten Proben untersucht, damit die Auflösungsgrenze bestimmt werden kann. Daraufhin wird das Spektrum einer Messingprobe aufgenommen und mit denen einer Kupfer- und einer Zinkprobe verglichen, um den jeweiligen Gehalt in dem Messing zu bestimmen. Zuletzt wird eine Probe mit vier unbekannten Elementen betrachtet. Dafür sollen die auftretenden Elemente anhand ihrer Röntgenspektren bestimmt werden und eine Karte der Elemente angefertigt werden.

3.1. Beispielproben und Auflösungsgrenze

...

3.2. Untersuchung einer Messingprobe

Die zu untersuchende Messinprobe befindet sich wie auch die Kupfer- und die Zinkprobe an verschiedenen Stellen der gleichen Halterung. Beispielhaft ist dies in **??** dargestellt. Um nur das Spektrum einer bestimmten Probe aufzunehmen, wird nur der Bereich, welcher von Interesse ist, abgebildet. Dafür wird die Probe innerhalb des Mikroskops in den Mittelpunkt des Elektronenstrahls gefahren und die Vergrößerung erhöht, damit nur die zu untersuchende Legierung bzw. das Element sichtbar ist.
In **??** sind die aufgenommen Spektren für Messing, Kupfer und Zink zu erkennen. Ihre Charakteristischen Peaks entsprechen den Anhand der Amplituden von Legierung und reinen Elementen, lässt sich die Anteile letzterer in der Messingprobe schließen. Dafür werden Gauß-Anpassungen an den Peaks vorgenommen.

...

3.3. Untersuchung unbekannter Elemente

...

4. TEM

5. Schlussfolgerung

A. Anhang

A.1. Unsicherheiten

Jegliche Unsicherheiten werden nach GUM bestimmt und berechnet. Die Gleichungen dazu finden sich in 1 und 2. Für die Unsicherheitsrechnungen wurde die Python Bibliothek „uncertainties“ herangezogen, welche den Richtlinien des GUM folgt. Für die Unsicherheiten der Parameter in Annäherungskurven wurden die y-Unsicherheiten der anzunähernden Werte beachtet und die Methode der kleinsten Quadrate angewandt. Dafür steht in der Bibliothek die Methode „scipy.optimize.curve_fit()“ zur Verfügung. Für digitale Messungen wird eine rechteckige Verteilung mit $\sigma_X = \frac{\Delta X}{2\sqrt{3}}$ und für analoges Ablesen wird eine Dreiecksverteilung mit $\sigma_X = \frac{\Delta X}{2\sqrt{6}}$ angenommen. Die jeweiligen ΔX sind im konkreten Abschnitt zu finden.

$$x = \sum_{i=1}^{N} x_i; \quad \sigma_x = \sqrt{\sum_{i=1}^{N} \sigma_{x_i}^2}$$

Abbildung 1: Formel für kombinierte Unsicherheiten des selben Typs nach GUM.

$$f = f(x_1, \ldots, x_N); \quad \sigma_f = \sqrt{\sum_{i=1}^{N} \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \sigma_{x_i} \right)^2}$$

Abbildung 2: Formel für sich fortpflanzende Unsicherheiten erster Ordnung nach GUM.