

## H5: Materiaalonderzoek met behulp van elektronen

### 5.1 elektronen: diffractie

transmissie-  
elektronenmicroscop

= beeld wordt opgebouwd door  $e^-$  die doorheen een dun specimen gaan  
> is gevoelig aan de structuur doorheen het hele specimen  
> geeft info over de interne structuur

$e^-$  tov x-stralen

we weten dat  $e^-$  ook als golven kunnen beschouwd worden

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

voor een  $e^-$  met lading  $e$ , massa  $m$  en versnelspanning  $V$  hebben we:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meV}} = \frac{1,23}{\sqrt{V}} \text{ nm}$$

> voor typische  $V$  komen we een golflengte 0,00251 nm

> zeer klein tov afstanden tss vlakken van atomen in kristallen

> heeft een impact op de diffractiehoeken en toepassing van diffractievoorwaarden

#### 5.1.1 atomaire verstrooiingsfactor

elastische verstrooiing  
inelastische verstrooiing

= golflengte blijft dezelfde na verstrooiing  
= " NIET "

verstrooiing van  $e^-$

$e^-$  interageren met materie via Coulomb-krachten

>  $e^-$  worden elastisch verstrooid door interactie met potentiaal  $V(r)$  van het rooster

> de atomaire verstrooiingsfactor  $f_{el}$  voor  $e^-$  is een maat voor de sterkte van interactie

> via Poisson-vgl kunnen we voor een sferische  $e^-$ -wolk met dichtheid  $\rho(r)$  stellen:

$$\nabla^2 V(r) = -\frac{\rho(r)}{\epsilon}$$

en dus is  $f_{el}$ :  $f_{el}(k) = \frac{me^2}{8\pi\epsilon_0 h^2} \frac{1}{k^2} (Z - f_X(k))$

met  $k = \sin\theta/\lambda$

$Z$  = atoomnummer

$f_{el}$  van  $e^-$  tov  $f_X$  van X-stralen

$f_{el}$  en  $f_X$  zijn niet evenredig, maar volgen wel dezelfde trend

> we hebben echter wel:  $f_{el}$  is groter dan  $f_X$

gevolgen:

1: meer dynamische verstrooiing

> effecten van meervoudige reflecties kunnen niet verwaarloost worden

2: kleine verstrooiingsobjecten kunnen voldoende verstrooiing genereren voor  $e^-$

>  $e^-$ -diffractie kan toegepast worden op heel kleine samples

#### 5.1.2 inelastische verstrooiing van elektronen

inelastische verstrooiing van  $e^-$

bij inval van  $e^-$  op een sample treedt er ook inelastische verstrooiing op

> geeft aanleiding tot:

1: creëren van een elektronengat in een diepe atoomschil

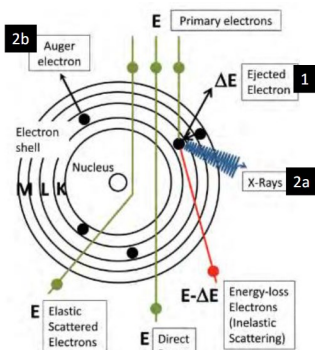
> gat wordt gevuld, wat gepaard kan gaan met uitzenden van straling  
of: energie wordt afgegeven aan een ander  $e^-$

2: opwekken van roostertrillingen -> opwarming

3: opwekken van collectieve oscillaties van zwak gebonden  $e^-$  in metalen

>> echter: men zal voornamelijk elastische verstrooiing waarnemen bij diffractie  
anderzijds: inelastische verstrooiing geeft extra info over het materiaal

verder: hoe dikker de sample, hoe meer inelastische verstrooiing

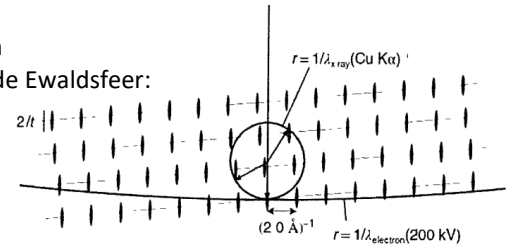


### 5.1.3 Ewald constructie voor een elektronenbundel

Ewaldsfeer en diffractievoorwaarden voor  $e^-$

richting vd elastisch verstrooide bundels wordt bepaald door de diffractievoorwaarden  
 > uit wet van Bragg: hoe kleiner de golflengte, hoe kleiner de diffractiehoeken  
 >  $e^-$  hebben heel kleine diffractiehoeken  
 > Ewaldsfeer met grote straal  
 > verder zijn de roosterpunten breder uitgesmeerd in de reciproke ruimte

>> minder beperkende diffractievoorwaarden  
 nl: er liggen heel veel reciproke punten op de Ewaldsfeer:



### 5.1.4 Laue zones

Zero en hogere orde Laue spots

beschouw een éénkristal georiënteerd zodat de  $e^-$  invallen op de symmetrie-as  
 > door Ewaldsfeer zien we dat het  $e^-$  diffractiepatroon verschillende reciproke roosterpunten uit de 000 laag bevat

> noem deze set diffractiespots de *0de orde Laue zone*  
 > zien we op het diffractiepatroon als puntjes

Het patroon kan spots bevatten door hoger gelegen lagen  
 > deze zijn de *hogere orde Laue zones*  
 > zien we op het diffractiepatroon als concentrische cirkels

Laue wiskundig

De Laue zones voldoen aan de regel van Weiss:

$$hu + kv + lw = N$$

met N de orde vd Laue zone

[uvw] de richting vd invallende  $e^-$  bundel

hkl de coords van toegestane reflecties in de Nde orde Laue zone

beschouw een kristal volgens de [001] zone-as

> uit geometrie volgt:  $d_{hk0} = \frac{ML\lambda}{D_{hk0}}$

met L de cameralengte vd TEM

M de vergroting

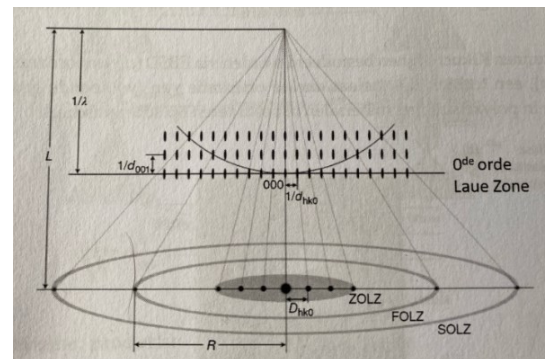
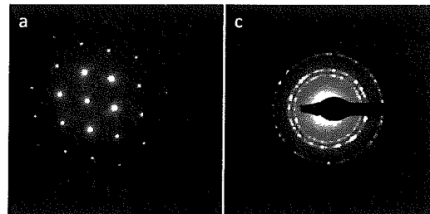
$D_{hk0}$  de afstand tss 000 en de hk0 reflecties in het diffractiepatroon

> de reflecties in de ZOLZ voldoen aan:  $0h+0k+1l = 0n$

> hebben de indices hk0

De straal van de FOLZ (hk1 reflecties), R, geeft bijkomende info:

$$d_{001} = \frac{2M^2L^2\lambda}{R^2}$$



3D structuur bepalen

Kantel de sample tov de invallende  $e^-$  bundel  
 > diffractiepatronen van verschillende oriëntaties  
 > opbouwen van 3D beeld

### 5.1.5 Kikuchi lijnen

#### Kikuchi lijnen

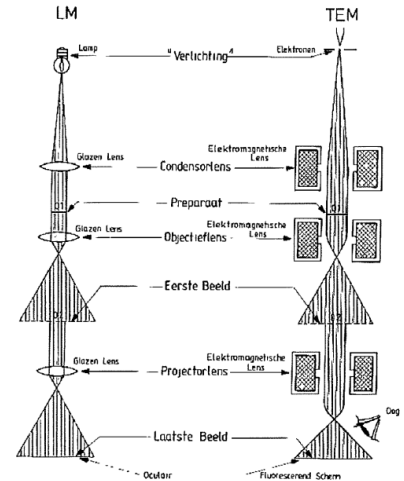
= patronen gevormd door inelastische verstrooiing van  $e^-$   
 nl:  $e^-$  met klein verlies aan kinetische energie vormen diffuse bundel rond de centrale bundel  
 > kunnen opnieuw elastisch verstrooid worden  
 > ontstaan van een stel schijnbaar rechte, parallelle lijnen in het TEM beeld

Nu: elastische verstrooiing van eerder inelastisch verstrooide  $e^-$  zorgt voor een minimum, een donkere lijn, in het diffusiepatroon  
 > er ontstaat een intensere lijn op een afstand die bepaald wordt door de afstand tss de vlakken waaraan diffractie optreedt

## 5.2 elektronen: microscopie

#### transitie $e^-$ microscop TEM

lichtbron belicht een sample dat semitransparant is voor  $e^-$   
 > lenzensysteem vormt een vergrote afbeelding vh object op een fluorescerend scherm



### 5.2.1 elektronen: productie

#### productie van $e^-$

- 1: verhitte wolfram haarspeld  
 > voeg stukje  $LaB_6$  toe als emitter voor betere resolutie
- 2: veldemitters (FEG = field emission gun)  
 = kathode die op een uiterst scherpe punt eindigt  
 > door aanleggen van elektrisch veld worden  $e^-$  losgemaakt uit de punt
- 3: niet-opgewarmde FEG  
 > zeer hoge resolutie

### 5.2.2 elektromagnetische lenzen

#### lenzen in een $e^-$ microscop

- 1: condenserlens en apertuur  
 > focussen invallende  $e^-$  op het specimen en bepalen diameter van  $e^-$  bundel
  - 2: objectieflens  
 > vormt eerste geïnverteerde beeld  
 > elastisch verstrooide  $e^-$  worden gefocuseerd in het achterste brandvlak vd objectieflens
  - 3: projectielens  
 = vergroot beeld en projecteert het op het fluorescent scherm / camera  
 > projectielens kan gefocuseerd worden op het tssbeeld gevormd door de objectieflens of het diffractiepatroon in het achterste brandvlak vd objectieflens
- $e^-$  worden elastisch verstrooid onder zeer kleine hoeken  
 > zowel directe  $e^-$  bundel als de elastisch verstrooide  $e^-$  bundel kunnen in focus gebracht worden  
 > we kunnen wisselen tss beeld in reële ruimte en reciproke ruimte

#### vb: Select Area Electron Diffraction SAED

= parallelle  $e^-$  bundel valt in op de sample  
 > volume vd sample dat bijdraagt bij tot diffractiepatroon kan aangepast worden met behulp van de apertuur

#### resolutie

voor 100keV zou een resolutie van 0,02nm mogelijk zijn  
 > echter, dit wordt beperkt door lensfouten, zoals sferische aberratie

<b>5.2.3 sample</b>	
samples	<p>samples moeten semitransparant zijn voor <math>e^-</math></p> <p>&gt; moeilijk om sample op juiste plaats te verdunnen voor TEM</p>
<b>5.2.4 contrast in TEM beelden</b>	
contrast van TEM	<p>1: Massa-dikte contrast = intensiteit vd doorgaande bundel is afh vd dikte vd sample</p> <p>2: diffractiecontrast = kies met de apertuur om het beeld op te bouwen met enkel directe, ongediffracteerde <math>e^-</math> of met <math>e^-</math> die onder een bepaalde hoek gediffracteed zijn</p> <p>3: fasecontrast = contrast ontstaan door interferentie van meerdere gediffracteerde bundels</p>
constructie van 3D beelden	<p>resultierend beeld is altijd een 2D projectie vh inwendige vd sample</p> <p>&gt; doe een serie 2D projecties onder versch hoeken om het 3D beeld op te bouwen</p>
<b>5.2.5 rastertransmissie-elektronenmicroscopie</b>	
scanning TEM	<p>focus de <math>e^-</math> bundel in een spot ter hoogte vd sample</p> <p>&gt; meet het doorgelaten signaal als een functie vd bundelpositie</p> <p>&gt; scan de <math>e^-</math> bundel over de sample</p> <p>&gt; beeld wordt punt per punt opgebouwd</p>
high-angle annular dark field detector HAADF	<p>= <math>e^-</math> worden onder grote hoeken verstrooid</p> <p>&gt; contrast in het beeld wordt door inelastisch verstrooide <math>e^-</math> gegenereerd</p> <p>nl: elastisch verstrooide <math>e^-</math> kunnen de detector niet bereiken</p> <p>&gt; we kunnen onderscheid maken tss chemische elementen op basis van signaalintensiteit</p>
<b>5.3 elektronen: inelastische verstrooiing</b>	
spectroscopie	<p>Voeg een spectrometer toe aan de TEM</p> <p>&gt; geeft info over de chemische en elektronische structuur vh materiaal</p> <p><math>e^-</math> kunnen energie verliezen aan</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- roostertrillingen</li> <li>- elektron-oscillaties</li> <li>- excitatie van discrete <math>e^-</math> overgangen in atomen</li> <li>- creatie van secundaire <math>e^-</math></li> </ul> <p>&gt; spectrometer meet hoeveel <math>e^-</math> een energieverlies ondergaan</p> <p>&gt; geeft ons info over welke interactie het <math>e^-</math> heeft ondergaan</p>