

# Elektronenbeugung

29. März 2019

## Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Elektronenbeugung</b>	<b>4</b>
1.1	Versuchszubehör . . . . .	4
<b>2</b>	<b>Theorie</b>	<b>5</b>
2.1	Einleitung . . . . .	5
2.2	Formalismus . . . . .	5
2.3	Streuung am Kristall . . . . .	8
<b>3</b>	<b>Wichtige Hinweise</b>	<b>12</b>
3.1	Betrieb der Elektronenquelle . . . . .	12
3.2	Strahlenschutz . . . . .	12
<b>4</b>	<b>Experiment</b>	<b>14</b>
4.1	Prinzip und Aufbau . . . . .	14
<b>5</b>	<b>Aufgaben</b>	<b>15</b>

## **Elektronenbeugung**

---

### **Zusammenfassung**

Mittels Elektronenbeugung lassen sich amorphe-, poly- und monokristalline Festkörper aufgrund der verschiedenen Beugungsbilder voneinander unterscheiden. Für poly- und monokristalline Substanzen können zudem die Kristallstruktur sowie die Gitterkonstanten bestimmt werden. In diesem Versuch sollen verschiedene Proben auf ihre Struktur hin untersucht werden.

# 1 Elektronenbeugung

## 1.1 Versuchszubehör

- Elektronenquelle
- Vakuumpumpstand (Vorvakuum- und Turbopumpe)
- “Fullrange” Vakuum Messgerät
- Streukammer für Targetleiter
- Diverse Targetmaterialien (Gold, Glimmer)
- Heizband 2m, 200W
- Heizungsregler
- Hochspannungsnetzgerät 0 bis 50kV
- Digicam
- Computer

## 2 Theorie

### 2.1 Einleitung

In seiner viel beachteten Doktorarbeit postulierte Louis de Broglie 1923 den Dualismus von Welle und Teilchen, indem er über die Beziehung

$$p = \frac{h}{\lambda} = \hbar k \quad (1)$$

jedem Teilchen mit dem Impuls  $p$  ein ebenes Wellenfeld mit der Wellenlänge  $\lambda$  zuordnete. Am 3. März 1927 erschien dann in der Zeitschrift Nature ein von Davidson und Germer verfasster "Letter to the editor", in welchem die Autoren den Nachweis von Elektronenbeugung an einem Nickelkristall bekanntgaben. Rund ein Jahr später meldeten an gleicher Stelle Paget und Reid die Beobachtung von Elektroneninterferenzen, die den rund zehn Jahre früher entdeckten Debye-Scherrer-Ringen bei Streuung von Röntgenstrahlung an einer polykristallinen Probe ähnlich waren. Damit war der experimentelle Durchbruch gelungen, denn sowohl Licht als auch Materie trugen nun nachweisbar Teilchen- und Wellencharakter.

### 2.2 Formalismus

Ausgehend von der von Einstein im Rahmen der speziellen Relativitätstheorie postulierten Beziehung zwischen Energie und Impuls

$$E^2 = (m_0 c^2)^2 + p^2 c^2 \quad (2)$$

wobei  $E$  der Gesamtenergie,  $m_0$  der Ruhemasse des Teilchens und  $c$  der Lichtgeschwindigkeit entspricht. Über die Beziehung für Lichtquanten

$$E = h\nu \quad (3)$$

mit der Planckschen Konstante  $h$  und  $\nu$  der Frequenz des Lichts, folgt für Elektronen mit einer Elementarladung von  $e$  nach dem durchlaufen einer Potenzialdifferenz  $U$  eine Gesamtenergie von

$$E = eU + m_0 c^2. \quad (4)$$

Daraus folgt direkt die untenstehende Gleichung für die Wellenlänge  $\lambda$  der einfallenden Elektronen-Materiewellen

$$\lambda = \frac{hc}{\sqrt{e^2 U^2 + 2U m_0 c^2}}. \quad (5)$$

## Elektronenbeugung

---

Wir wollen im folgenden klassisch weiterrechnen, da die relativistischen Korrekturen bei den kinetischen Energien der beschleunigten Elektronen, welche weniger als 10% der Ruhemasse des Elektrons (511 keV) nur wenige % betragen. In diesem Falle genügt es, anstelle der relativistisch invarianten Dirac Gleichung, die Schrödingergleichung zu lösen.

Wir betrachten die Streuung der Elektronen an einem Kugelsymmetrischen Atom. Das einfallende Elektron bewegt sich in einem Potential  $V(r)$ . Die entsprechende Schrödinger Gleichung lautet

$$\left(-\frac{\hbar^2}{2m}\Delta + V(\vec{r})\right)\Psi(\vec{r}) = E\Psi(\vec{r}). \quad (6)$$

Für  $|\vec{r}| \rightarrow \infty$  muss Gleichung 6 die Randbedingung

$$\Psi(\vec{r}) = e^{i\vec{k}\vec{r}} + f(\theta)\frac{e^{ikr}}{r} \quad (7)$$

erfüllen. Dabei beschreibt der erste Term die einfallende ebene Welle, der zweite steht für die auslaufende Kugelwelle mit der Streuamplitude  $f(\theta)$ . Es gilt die einfache Beziehung

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = |f(\theta)|^2 \quad (8)$$

Mit  $k^2 = \frac{2mE}{\hbar^2}$  eingesetzt in Gleichung 6 erhält man

$$(\Delta + k^2)\psi(\vec{r}) = \frac{2m}{\hbar^2}V(\vec{r})\psi(\vec{r}) \quad (9)$$

Die *Born'sche Näherung* ist erste Approximation  $\psi_1(\vec{r})$  der Schrödinger-Gleichung 6 mit Ansatz  $\psi_0(\vec{r}) = e^{i\vec{k}_i\vec{r}}$ , unter der Bedingung, dass  $V \ll E$  erfüllt ist. Sie lässt sich schreiben als

$$\psi_1(\vec{r}) = e^{i\vec{k}\vec{r}} - \frac{e^{i\vec{k}r}}{r} \frac{m}{2\pi\hbar^2} \int d^3r' e^{i(\vec{k}_i - \vec{k}_f)\vec{r}'} V(\vec{r}') \quad (10)$$

Die Bedingung  $V \ll E$  ist in unserem Falle aber gut erfüllt, da  $V$  in einem Festkörper in der Größenordnung von einigen 10 eV liegt,  $E$  aber 50 keV beträgt. Aus Gleichung 10 folgt

## Elektronenbeugung

---

$$f(\theta) = -\frac{m}{2\pi\hbar^2} \int d^3r \ e^{i(\vec{k}_i - \vec{k}_f)\vec{r}} V(\vec{r}). \quad (11)$$

Aus  $|\vec{K}| = (\vec{k}_i - \vec{k}_f)$  folgt:  $K = 2k \sin \frac{\theta}{2}$ . Eingesetzt in die Born'sche Näherung folgt

$$f(\theta) = -\frac{m}{2\pi\hbar^2} \int d^3r \ e^{i(\vec{K}\vec{r})} V(\vec{r}). \quad (12)$$

Umgeformt mit der Greenschen Formel, welche eine Beziehung zwischen einem Integral über das Volumen  $V$  und einem Integral über dessen Oberfläche  $\delta V$  herstellt, und mit der Poissongleichung für das elektrostatische Potential  $\Phi$  (Ladung  $\rho$  ist Quelle des elektrischen Feldes) ein  $\Delta\Phi = \frac{\rho(\vec{r})}{\epsilon_0}$  und  $\Delta V = -e\Delta\Phi = \frac{e}{\epsilon_0}\rho(\vec{r})$  folgt

$$\int d^3r \ e^{i(\vec{K}\vec{r})} V(\vec{r}) = -\frac{e}{K^2\epsilon_0} \int d^3r \ e^{i(\vec{K}\vec{r})} \rho(\vec{r}). \quad (13)$$

Obige Beziehung eingesetzt in die Born'sche Näherung ergibt

$$f(\theta) = -\frac{me^2}{2\pi\epsilon_0\hbar^2} \cdot \frac{1}{4k^2 \sin^2 \frac{\theta}{2}} \int d^3r \ e^{i(\vec{K}\vec{r})} \cdot -\frac{\rho(\vec{r})}{e}. \quad (14)$$

Die Grösse

$$f_\epsilon = \int_{Atom} d^3r \ e^{i(\vec{K}\vec{r})} \cdot -\frac{\rho(\vec{r})}{e} \quad (15)$$

heisst Atomformamplitude und das Quadrat ihres Betrages Atomformfaktor. Für die Streuung an  $N$  identischen Atomen bedeutet dies

$$f(\theta) = -\frac{me^2}{2\pi\epsilon_0\hbar^2} \cdot \frac{1}{4k^2 \sin^2 \frac{\theta}{2}} \cdot f_\epsilon \cdot \sum_{n=1}^N e^{i(\vec{K}\vec{r}_n)}. \quad (16)$$

Definieren wir nun den Strukturfaktor

$$S(\vec{K}) = \frac{1}{N} \cdot \left| \sum_{n=1}^N e^{i(\vec{K}\vec{r}_n)} \right|^2 \quad (17)$$

## Elektronenbeugung

---

dann erhalten wir den Wirkungsquerschnitt

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left( \frac{me^2}{8\pi\epsilon_0\hbar^2k^2} \right)^2 \cdot \frac{N}{\sin^4 \frac{\theta}{2}} \cdot |f_\epsilon|^2 \cdot S(\vec{K}). \quad (18)$$

Ausgerechnet für Wasserstoff ergibt dies

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left( \frac{me^2}{8\pi\epsilon_0\hbar^2k^2} \right)^2 \cdot \frac{N}{\sin^4 \frac{\theta}{2}} \cdot Z^2 \cdot S(\vec{K}). \quad (19)$$

Zum Vergleich: die klassische Rechnung nach Rutherford ergibt

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left( \frac{me^2}{2\pi\epsilon_0p_e^2} \right)^2 \cdot \frac{N}{16 \cdot \sin^4 \frac{\theta}{2}} \cdot Z^2. \quad (20)$$

Die Gleichungen 19 und 20 sind identisch, bis auf die Strukturfunktion  $S(\vec{K})$ , welche durch die quantenmechanischen Interferenzen der Materiewellen zustandekommt.

Für die relativistische Rechnung folgt aus der Lösung der Dirac-Gleichung die *Mott-Streuformel*

$$\frac{d\sigma}{d\Omega_{rel.}} = \frac{d\sigma}{d\Omega_{n.rel.}} \cdot \left[ 1 + \left( \frac{\hbar k}{mc} \cdot \cos \frac{\theta}{2} \right)^2 \right] \quad (21)$$

Für 50 keV Elektronen gilt  $\cos \frac{\theta}{2} \simeq 1$  und  $\left( \frac{\hbar k}{mc} \right)^2 \simeq 0.21$ .

### 2.3 Streuung am Kristall

In diesem Kapitel versuchen wir  $S(\vec{K})$  explizit auszurechnen. Dazu teilen wir die Kristallstruktur in eine Basis plus ein reguläres Gitter auf, wobei die Basis (Gruppe aus Atomen) auf jedem Gitterpunkt wiederholt wird.

$$S(\vec{K}) = \frac{1}{N} \cdot |F_\epsilon(\vec{K})|^2 \cdot |G(\vec{K})|^2 \quad (22)$$

wobei

$$|F_\epsilon(\vec{K})|^2 = \left| \sum_j f_{\epsilon j} e^{i(\vec{K}d_j)} \right|^2 \quad (23)$$

## Elektronenbeugung

---

geometrischer Strukturfaktor heisst. Der geometrische Strukturfaktor führt, wie sich später noch zeigt, zu Auslöschbedingungen, das heisst zu destruktiven Interferenzen im quantenmechanischen Materiewellen-Bild.

Das Gitter sei durch die Vektoren  $\vec{a}_1, \vec{a}_2$  und  $\vec{a}_3$  aufgespannt

$$|G(\vec{K})|^2 = \left| \sum_{n_1=0}^{N_1-1} \sum_{n_2=0}^{N_2-1} \sum_{n_3=0}^{N_3-1} e^{i\vec{K}(n_1\vec{a}_1+n_2\vec{a}_2+n_3\vec{a}_3)} \right|^2. \quad (24)$$

Diese Gleichung lässt sich umformen zu

$$|G(\vec{K})|^2 = \left( \frac{\sin \frac{1}{2} N_1 \vec{K} \vec{a}_1}{\sin \frac{1}{2} \vec{K} \vec{a}_1} \right)^2 \cdot \left( \frac{\sin \frac{1}{2} N_2 \vec{K} \vec{a}_2}{\sin \frac{1}{2} \vec{K} \vec{a}_2} \right)^2 \cdot \left( \frac{\sin \frac{1}{2} N_3 \vec{K} \vec{a}_3}{\sin \frac{1}{2} \vec{K} \vec{a}_3} \right)^2. \quad (25)$$

Die Funktion

$$f(x) = \left( \frac{\sin(M\pi x)}{\sin(\pi x)} \right)^2 \quad (26)$$

besitzt Maxima bei ganzzahligen Werten von  $x$ , die für grosse  $x$  sehr steil werden. Ihre Höhe beträgt  $M^2$ . Definieren wir  $N^2 = N_1^2 N_2^2 N_3^2$ , dann können wir schreiben

$$|G(\vec{K})|^2 = \begin{cases} N^2 & \text{wenn } \frac{1}{2} \vec{K} \vec{a}_i \text{ ganz} \\ 0 & \text{sonst} \end{cases} \quad (27)$$

Dies ist die Laue-Bedingung.

Wechseln wir nun vom Ortsraum in den Impulsraum, dann wird das *reziproke Gitter*, beschrieben durch  $\vec{b}_1, \vec{b}_2$  und  $\vec{b}_3$ , zur relevanten Grösse. Die Vektoren im reziproken Gitter sind über die Relation

$$\vec{b}_1 = \frac{\vec{a}_2 \times \vec{a}_3}{\vec{a}_1 \cdot (\vec{a}_2 \times \vec{a}_3)} + \text{zykl.} \quad (28)$$

und

$$\vec{a}_i \vec{b}_j = 2\pi \delta_{ij} \quad (29)$$

mit jenen des direkten Gitters verknüpft. Im Fourierraum (Impulsdarstellung) machen wir folgenden Ansatz

## Elektronenbeugung

---

$$\vec{K} = j_1 \vec{b}_1 + j_2 \vec{b}_2 + j_3 \vec{b}_3 \quad (30)$$

und  $j_i$  sei zunächst eine beliebige Zahl.  $|G(\vec{K})|$  ist maximal, wenn  $|\vec{K}|$  ein Vektor des reziproken Gitters ist. In der Ewaldschen Konstruktion werden im reziproken Gitter von einem Gitterpunkt  $O$  aus die Vektoren  $\vec{k}_i$  und  $\vec{k}_f$  aufgetragen, welche mit  $|\vec{k}_i| = |\vec{k}_f|$  die Ewaldsche Kugel aufspannen (Abb. 1). Liegt ein Punkt des reziproken Gitters auf der Kugeloberfläche, so ist  $|\vec{K}|$  ein Vektor des reziproken Gitters und in Richtung von  $\vec{k}_f$  liegt ein Intensitätsmaximum. Enthalten die Vorfaktoren in Gleichung 30 einen gemeinsamen Teiler  $n$ , kann dieser ausgeklammert werden und die auf  $n$  normierten Vorfaktoren heissen Millersche Indizes und beschreiben die Ordnung der Streuung.

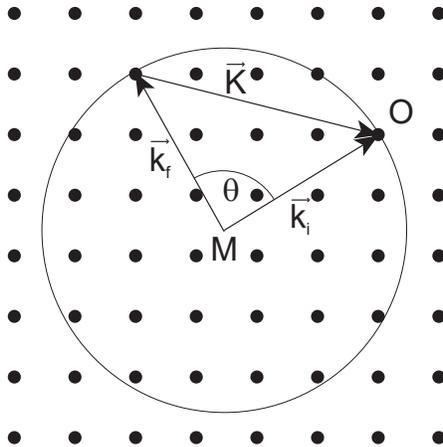


Abbildung 1: In der Ewaldschen Konstruktion wird der Vektor  $\vec{k}_i$  an einen beliebigen Punkt  $O$  des reziproken Gitters angehängt. Dies liefert uns den Mittelpunkt  $M$  der Ewaldschen Kugel. Auf dieser liegen alle möglichen Endpunkte von  $\vec{k}_f$ . Liegt ein Punkt auf der Kugeloberfläche, dann ist auch  $\vec{K}$  ein Vektor des reziproken Gitters und in Richtung von  $\vec{k}_f$  finden wir ein Intensitätsmaximum.

Analog zur Ewald-Konstruktion im reziproken Gitter kann die Bragg-Bedingung im direkten Gitter formuliert werden. Sie lautet

## Elektronenbeugung

---

$$n\lambda = 2d \cdot \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \quad (31)$$

dabei beschreibt  $d$  einen Netzebenenabstand. Netzebenen sind definiert durch drei Punkte des Kristallgitters. Es gibt auch im Einkristall beliebig viele Netzebenen. Durch die Kristallorientierung relativ zum einfallenden Elektronenstrahl entsteht eine gewisse Selektion.

Im Spezialfall des kubischen Gitters mit der Gitterkonstanten  $a$ , gilt die folgende Beziehung zwischen  $a$ ,  $d$  und den Miller Indizes  $h$

$$d = \frac{a}{\sqrt{h_1^2 + h_2^2 + h_3^2}} \quad (32)$$

Aus den Gleichungen 31 und 32 lässt sich die Gitterkonstante  $a$  für ein kubisches Gitter bestimmen:

$$a = \frac{\lambda}{2 \cdot \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)} \sqrt{h_1^2 + h_2^2 + h_3^2} \quad (33)$$

Für kubisch-flächenzentriert und kubisch-raumzentriert Kristalle werden aufgrund der Symmetrie nicht alle Ringe des kubischen Gitters beobachtet. Für gewisse Kombinationen der Millerschen Indizes ist der Strukturfaktor gleich null, i.e. der differenzielle Wirkungsquerschnitt verschwindet.

### 3 Wichtige Hinweise

#### 3.1 Betrieb der Elektronenquelle

- Das Vakuum muss besser als  $5 \cdot 10^{-6}$  mbar sein, um sicher auf die maximale Spannung von 50 kV zu gelangen (Gefahr des Durchschlagens, bei höherem Druck). Ausserdem oxydiert und altert das Filament bei schlechtem Vakuum schneller. Und ein Filamentwechsel ist viel aufwendiger, als das Ersetzen einer Glühbirne!
- Hochspannung langsam erhöhen (0.5 kV / sec).
- Filamentstrom langsam erhöhen (auf mindestens 2.1 maximal 2.3 A).
- Gitterspannung (Bias Voltage) langsam erhöhen und Emissionsstrom beobachten. Dieser darf 300  $\mu A$  nicht überschreiten, da sonst die Hochspannung zusammenbrechen kann.
- Das Vakuum wird durch das Filamentglühen schlechter. Druck im Auge behalten!
- Optimierung der verschiedenen Parameter: Filamentstrom, Emissionsstrom und Strahlstrom. Entwickle ein Gefühl für die Abhängigkeit des Strahlstromes vom Filamentstrom und der Gitterspannung.
- Lass das Filament nie länger als nötig glühen.
- Sollte ein Belüften des Systems notwendig sein, auf jeden Fall vorher den **Filamentstrom, sowie die Hoch- und Gitter-Spannung auf Null setzen!!!**

#### 3.2 Strahlenschutz

- Die Versuchsanordnung *Elektronenbeugung* ist eine Quelle für Röntgenstrahlung (wie eine Röntgenröhre), mit einer Maximalenergie der Photonen von 50 keV. Die Intensität der emittierten Röntgenstrahlung hängt ab von:
  - der Elektronenenergie (Die Absorption im Fenster ist energieabhängig)
  - dem eingestellten Strahlstrom
  - der gewählten Targetfolie

## Elektronenbeugung

---

- der Targetleitergeometrie (maximale Emission durch das Fenster, wenn die Targetleiter unter  $45^\circ$  zum Strahl steht; maximale Emission durch den Schirm, ohne Targetfolie.)
- Bei maximalen Strahl- und Target-Parametern wurde am Ort des Glasfensters eine Belastung von bis zu 1 mSv/h gemessen. Am Ort des Schirms wurden bis zu 0.1 mSv/h gemessen.
- **Vorsichtsmassnahmen:** Aufenthalt unmittelbar vor dem Fenster möglichst kurz halten. Ausser zur Justierung des Targets oder zur Strahlfleckkontrolle, den Bleideckel auf das Fenster setzen.
- Die Bleiabschirmungen müssen beim Betrieb immer angebracht sein; einzige Ausnahme, siehe oben.
- Zum Vergleich: Die mittlere Jahresdosis (*natürlichen Ursprungs*) in der Schweiz beträgt ungefähr 4 mSv. Radon-Folgeprodukte tragen dazu fast die Hälfte bei. (Quelle: BAG Broschüre, bzw. Internet Site: [http://www.hsk.psi.ch/bag\\_broschure.html#kap5](http://www.hsk.psi.ch/bag_broschure.html#kap5))
- Durch das konsequente Befolgen der obenerwähnten Vorsichtsmassnahmen ist die während der Durchführung dieses VP2 Versuchs akkumulierte Dosis von wenigen  $\mu Sv$  gegenüber der Belastung durch natürliche Quellen vernachlässigbar klein.

# 4 Experiment

## 4.1 Prinzip und Aufbau

Ziel dieses Versuches ist es, die Struktur von verschiedenen Festkörpern (in der Form von dünnen Folien) mittels Elektronenbeugung zu untersuchen. Die Proben müssen sehr dünn gehalten werden (d.h. 8 nm im Falle der Goldprobe und unter  $1\mu\text{m}$  für die Glimmerprobe (mica)), da die gebeugten Elektronen auf einem Fluoreszenzschirm in Transmission nachgewiesen werden, und die Eindringtiefe für Elektronen mit einer Energie von maximal 50 keV gering ist. Die fluoreszierende Schicht absorbiert die auftreffenden Elektronen und wandelt deren Energie in Photonen mit Wellenlängen von einigen hundert nm, also in Licht im sichtbaren Bereich. Der Fluoreszenzschirm kann entweder direkt beobachtet werden, was für die Justage nötig ist, oder mit der Digicam abgebildet werden. Die Bilder können anschließend auf dem Computer mit Bildbearbeitungssoftware ausgemessen werden. Die Gitterlinien des Fluoreszenzschirms werden dabei als Masstab benutzt.

## **5 Aufgaben**

Weshalb - und für welche Kombinationen der Miller Indizes - verschwindet der differentielle Wirkungsquerschnitt im kubischen Gitter? Gib die Auslöschbedingungen auch für kubisch flächen- und kubisch raumzentrierte Gitter an.

Erkläre die qualitativ unterschiedlichen Beugungsmuster für die Streuung an mono- und polykristallinen Proben.

Leite die Äquivalenz der Laue und Bragg Bedingung her.

Miss die Beugungsbilder für die verschiedenen Targetmaterialien (Glimmer, Gold) und photographiere jeweils das Beugungsmuster.

Bestimme anhand der Aufnahmen die Strukturen der verschiedenen Targetmaterialien und berechne, die Gitterkonstanten.