

F9

ELEKTRONMIKROSKOPI

MÅL:

1. Förstå princip för transmissionselektronmikroskop, TEM.
2. Förstå princip för svepelektronmikroskop, SEM.
3. Kunna tillämpa grundläggande begrepp från fasta tillståndets fysik på elektronmikroskopi.

FÖRBEREDELSE:

Inhämta baskunskaper i fasta tillståndet, såsom reciproka gittret, elektrondiffraktion, kristallstrukturer, samt kunskaper i vågfysik såsom linsteori och materievågor.

Namn.....

Kurs.....

Utförd den.....

Handledare.....

Godkänd den.....

av.....

INNEHÅLLSFÖRTECKNING

| | |
|---|----|
| 1 INLEDNING | 1 |
| 2 TEORI | 1 |
| 2.1 Stråloptik..... | 1 |
| 2.2 Upplösning..... | 2 |
| 2.3 Elektrondiffraktion..... | 4 |
| 3 TRANSMISSIONSELEKTRONMIKROSKOP | 6 |
| 3.1 Inledning..... | 6 |
| 3.2 Princip..... | 6 |
| 3.3 Uppbyggnad..... | 7 |
| 4 SVEPELEKTRONMIKROSKOP | 8 |
| 4.1 Inledning..... | 8 |
| 4.2 Princip..... | 8 |
| 4.3 Uppbyggnad..... | 8 |
| 4.4 Förstoring..... | 9 |
| 4.5 Fokusering..... | 9 |
| 4.6 Skärpedjup..... | 10 |
| 4.7 Upplösning..... | 11 |
| 4.8 Bildskapande..... | 12 |

1 INLEDNING

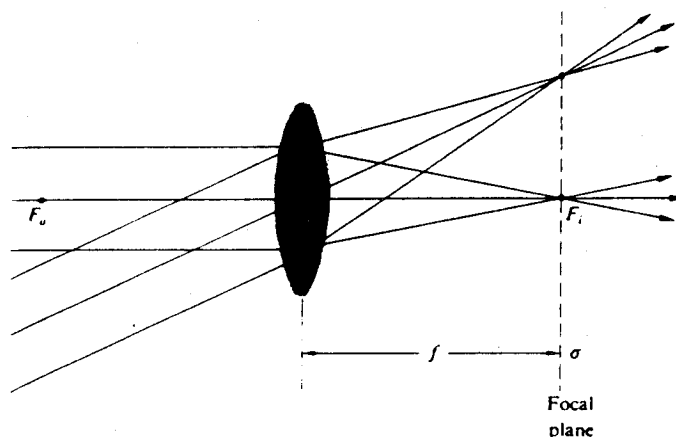
Elektronmikroskopi är ett ämnesområde som utvecklats snabbt de senaste 20 åren. Det finns ett flertal olika typer av elektronmikroskop, men under denna laboration skall två olika typer studeras, nämligen transmissionselektronmikroskop (TEM) och svepelektronmikroskop (SEM). Som namnet elektronmikroskop antyder används elektroner för bildformning i stället för fotoner som i optiska mikroskop (OM).

Fördelen med att använda elektroner i stället för fotoner vid avbildningen är att upplösningen blir bättre, d v s man kan särskilja mindre saker på bilden. Upplösningen för ett TEM är 0.5 nm, att jämföras med ca 500 nm för ett OM. Det skiljer alltså en faktor 1000. Ett SEM har något sämre upplösning (5 nm) än ett TEM, men har i gengäld andra fördelar, t ex ett stort skärpedjup.

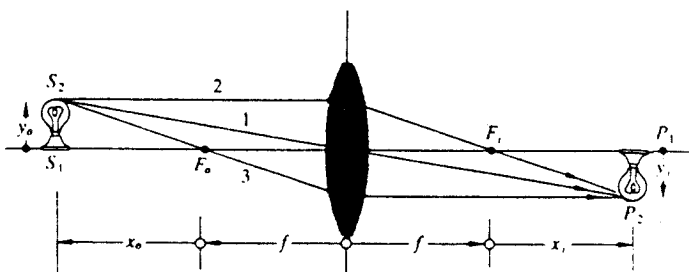
2 TEORI

2.1 Stråloptik.

För att ändra riktning på strålar används linser. Vill man styra fotoner kan man t ex använda glaslinser, som i kameror. Vill man styra elektroner kan man använda magnetiska linser, som i elektronmikroskop. En magnetisk lins kan närmast liknas vid en elektromagnetisk spole. Det visar sig att strålgången i magnetiska linser och konvexa glaslinser kan beskrivas med samma matematiska formler.



Figur 1. En konvex lins.

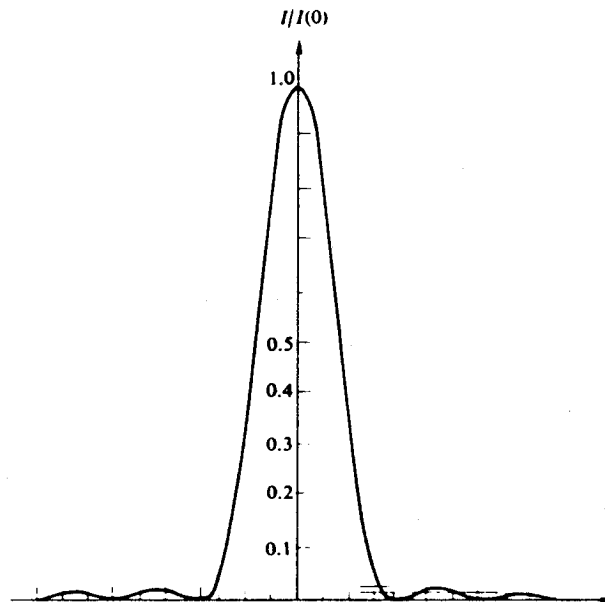


Figur 2. Strålgång i en lins.

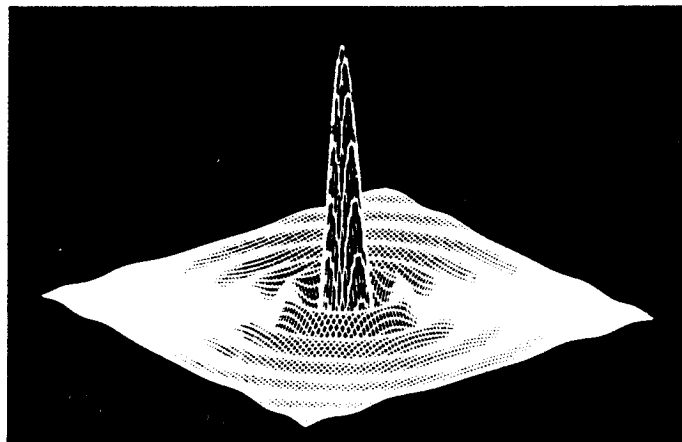
Till varje konvex lins finns ett fokalplan, se figur 1. Strålar som är parallella på objekt-sidan, i figur 1 till vänster om linsen, bryts samman till en punkt i fokalplanet. En stråle, som går igenom centrum på linsen, bryts inte. Till varje lins finns också ett bildplan, se figur 2. Strålar härrörande från en punkt på objektet bryts samman till en punkt i bildplanet. Lägg märke till att bilden spegelvänds.

2.2 Upplösning

Om en våg skickas genom en cirkulär bländare (apertur, öppning) fås en intensitetsfördelning (Airy-mönster) enligt figur 3 och 4 på grund av diffraktion.

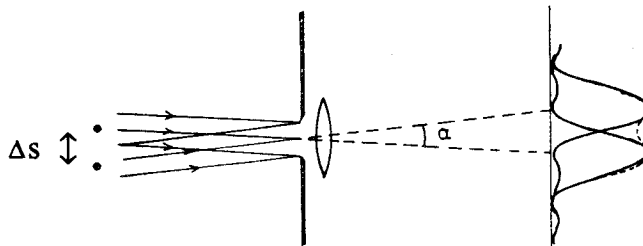


Figur 3. Airy-mönster. Cirkulär apertur.

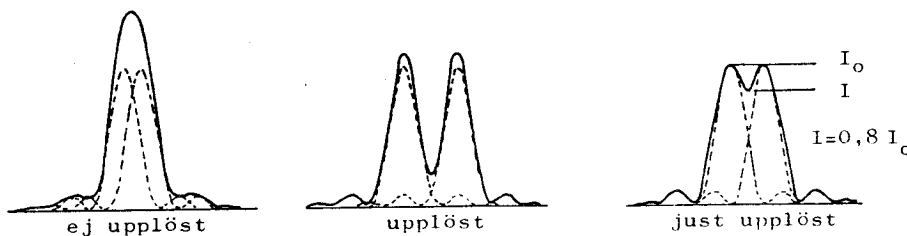


Figur 4. Airy-mönster. Cirkulär apertur.

Ett ofta förekommande begrepp inom stråloptik är upplösning. Vad innebär det om upplösningen är t ex $1 \mu\text{m}$? En tumregel är att de minsta partiklar som kan särskiljas är ungefär $1 \mu\text{m}$ stora. En mer exakt definition gjordes av lord Rayleigh. Betrakta figur 5 och 6. Där finns två överlagrade Airy-mönster härstammande från varsin punkt på objektsidan. Om punkterna är för nära varandra kan man inte på bildsidan se att det är två punkter. Är punkterna långt isär kan man utan problem urskilja båda punkterna. Det avstånd som är mellan punkterna när man precis kan urskilja att det är två punkter kallas upplösningen.



Figur 5. Två överlagrade intensitetsmönster.

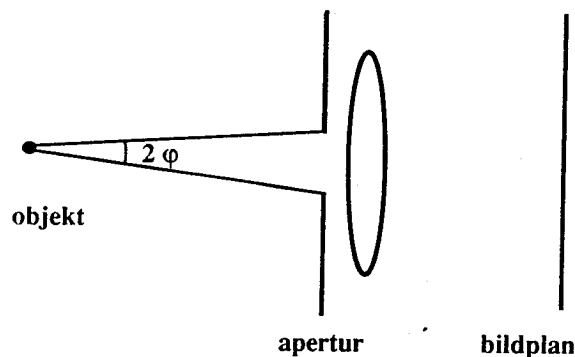


Figur 6. Upplösning.

Man kan härleda att för upplösningen Δs gäller:

$$\Delta s = \frac{0.61 \lambda}{n \sin \varphi} \quad [\text{T.1}]$$

där Δs och φ är definierade i figur 6 och 7, samt n är brytningsindex. Observera att upplösningen är våglängdsberoende.



Figur 7.

Enligt de Broglie gäller att en partikel i rörelse har en våglängd, λ , som är:

$$\lambda = \frac{h}{p} = \frac{h}{m v} \quad [T.2]$$

där m är massan, v hastigheten och h Planck's konstant.

Om v görs stor blir våglängden för elektronerna liten (delar av Å). Detta möjliggör hög upplösning enligt ekvation (T.1). I verkligheten blir upplösningen något sämre än vad teorin ger, bl a beroende på linsfel och defekter i mikroskopet. Totalt blir upplösningen ca 5 Å för ett TEM.

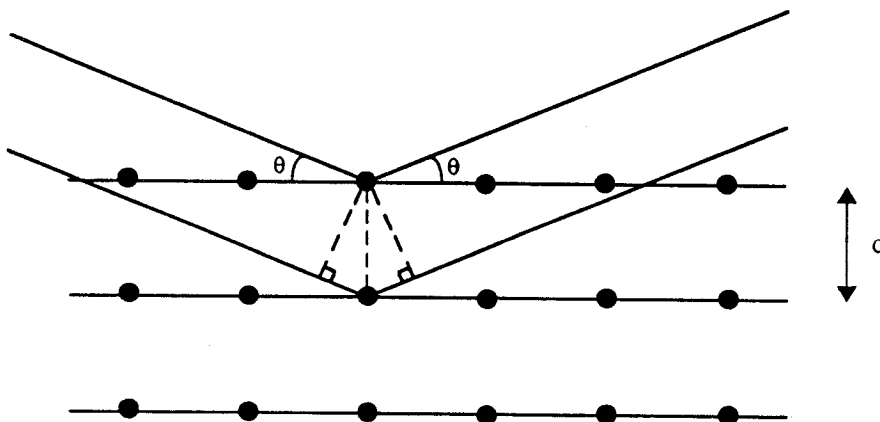
Upplösningen begränsas av att man har en apertur mellan provet och bildskärmen, samt att mikroskopet aldrig går att tillverka helt perfekt.

2.3 Elektrondiffraktion

I en kristall finns oändligt många atomplan. En grupp av parallella plan med ett visst avstånd d mellan två närliggande plan kallas för en planskara. Vad kan hända när man skickar en elektronvåg genom en kristall? Antingen går den rakt igenom kristallen eller så diffrakteras (sprids) den av någon planskara. Bara de planskaror som är så orienterade i kristallen att Braggs lag är uppfyllt ger upphov till diffraktion. Braggs lag lyder:

$$2 d_{hkl} \sin \theta = \lambda \quad [T.3]$$

där d och θ är definierade i figur 8 och λ är våglängden på elektronerna. Vad ekvationen säger är att endast om strålar från två närliggande plan ger upphov till konstruktiv interferens så får man diffraktion av den infallande elektronstrålen.



Figur 8. Braggspridning.

I figur 8 är endast en planskara utritad, men flera planskaror kan samtidigt uppfylla Braggs lag och på så sätt ge upphov till flera diffrakterade strålar.

Alternativt kan Braggs lag uttryckas i det 'reciproka rummet' och lyder då

$$\Delta \mathbf{k} = \mathbf{G}_{hkl}$$

[T.4]

där \mathbf{G}_{hkl} är en reciprok gittervektor och $\Delta \mathbf{k}$ är ändringen i vågvektor mellan infallande och diffrakterad stråle.

3 TRANSMISSIONSELEKTRONMIKROSKOP

3.1 Inledning

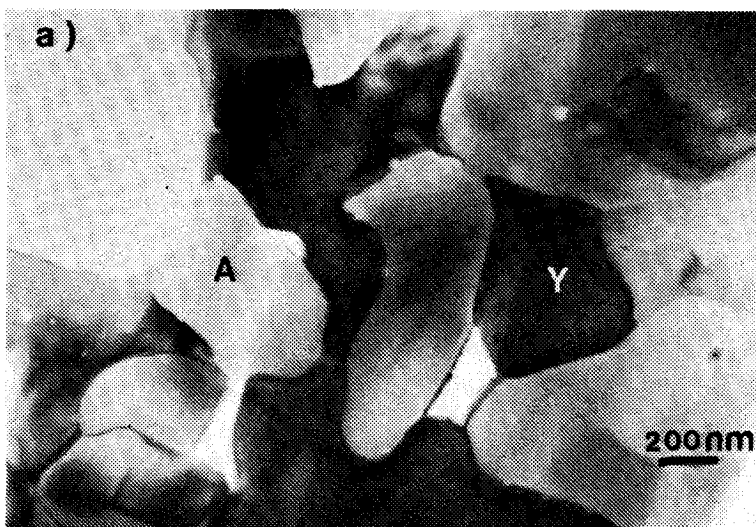
TEM inom materialforskning används främst vid studier av korngränser, mikrostruktur och dislokationer. En stor fördel med TEM är den höga upplösningen, ca 5 Å.

Nackdelar är att provet måste vara elektriskt ledande, vara tunt, samt befinna sig i vakuum under mikroskopering.

3.2 Princip

Principen för ett TEM är följande:

Ett prov bestrålas med elektroner. Provet måste vara tunt (100 nm) för att elektroner skall kunna tränga igenom. På undersidan av provet fås en stråle som gått rakt igenom, samt ett flertal diffrakterade strålar. Vilka strålar beror på vilka planskaror som uppfyller Braggs lag, vilket beror på kristallens orientering i förhållande till den infallande elektronstrålen. Ett vanligt stål består av flera små korn, d v s är polykristallint. Varje korn är en enkristall och kornen är godtyckligt orienterade i förhållande till varandra. Detta innebär att om ett prov som är polykristallint bestrålas kommer strålfördelningen att vara olika under varje korn (p g a Braggs lag). Detta faktum gör att man kan skapa en bild där olika korn kommer att te sig olika ljusa, se figur 9. Hur detta görs i detalj kommer att beskrivas under laborationen.



Figur 9. TEM-bild av polykristallint prov. (Foto: C. O'Meara)

Sammanfattningsvis kan sägas att orsakerna till att man får en bild är:

- 1) Infallande elektroner kan beskrivas som en elektronvåg
- 2) Braggs lag ger diffraktion
- 3) Strålfördelningen från olika korn är (vanligtvis) olika

3.3 Uppbyggnad

Ett TEM's uppbyggnad visas i figur 10.

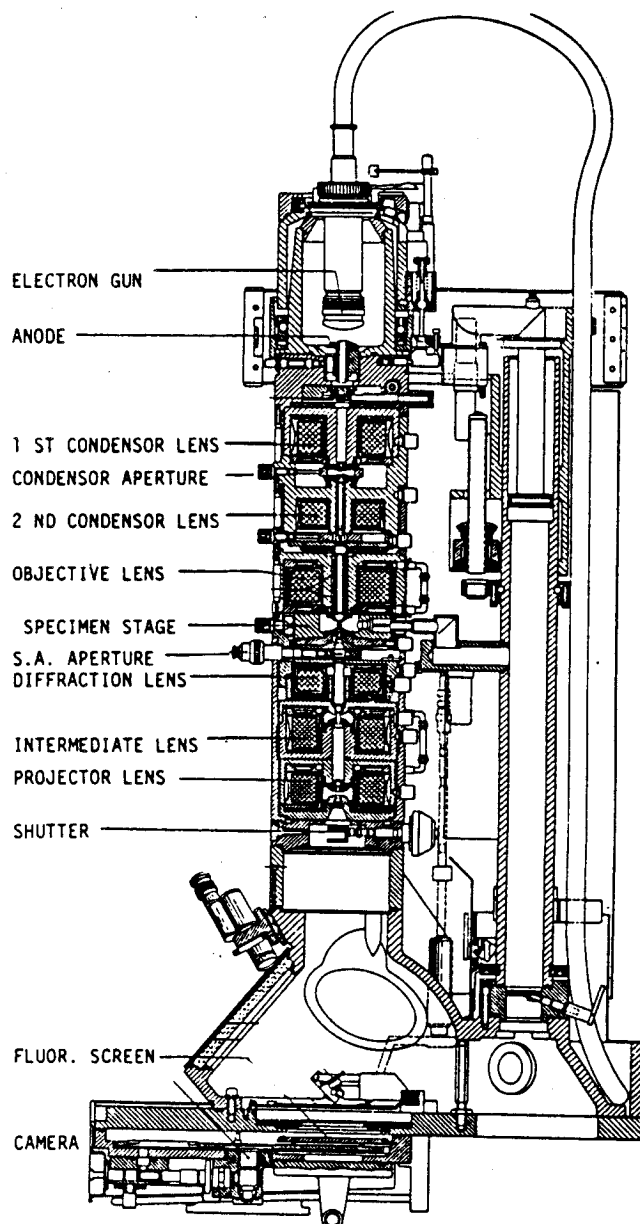
Elektroner alstras av en elektronkälla, accelereras via en potentialskillnad (ca 100 kV) och färdas sedan med konstant hastighet genom resten av mikroskopkolonnen.

Kondensorlinsernas uppgift i TEM är att forma en fokuserad elektronstråle med liten diameter och hög strömtäthet på den delen av provet som skall avbildas.

Objektivlinsen är den viktigaste delen i mikroskopet. Det är denna lins som är den bildskapande linsen.

De efterföljande linserna förstorar endast den bild som objektivlinsen skapat.

Slutbilden betraktas på den fluorescerande skärmen längst ned i mikroskopet.



Figur 10. Transmissionselektronmikroskop.

4 SVEPELEKTRONMIKROSKOP

4.1 Inledning

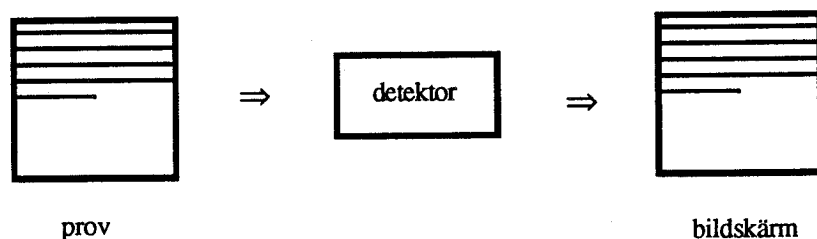
Svepelektronmikroskop (SEM) är ett instrument som används inom vitt skilda områden såsom materialfysik, biologi och elektronik. En stor fördel med ett SEM är dess stora skärpedjup. Det är denna egenskap som främst bidragit till att SEM används i så stor utsträckning inom flera olika ämnesområden. En annan fördel med SEM är att man kan använda tjocka prover (~ decimeter).

Vid höga förstoringar ger ett optiskt mikroskop en tvådimensionell bild av provet, d v s skärpedjupet är väldigt litet, medan ett SEM bibehåller sitt stora skärpedjup.

Nackdelar med ett SEM är att man måste ha provet i vakuum under mikroskopering, samt att provet måste vara elektriskt ledande.

4.2 Princip

En elektronstråle sveps över provytan samtidigt som en annan sveps över en bildskärm. När elektronstrålen med hög energi träffar provet alstras många olika signaler. Man väljer att detektera en viss typ av signal. Denna signals intensitet låter man styra intensiteten på elektronstrålen som träffar bildskärmen. En punkt på provet motsvaras alltså av en punkt på bildskärmen, se figur 11.



Figur 11. Provet och bildskärmen sveps synkront. Bilden motsvarar provet punkt för punkt.

4.3 Uppbyggnad

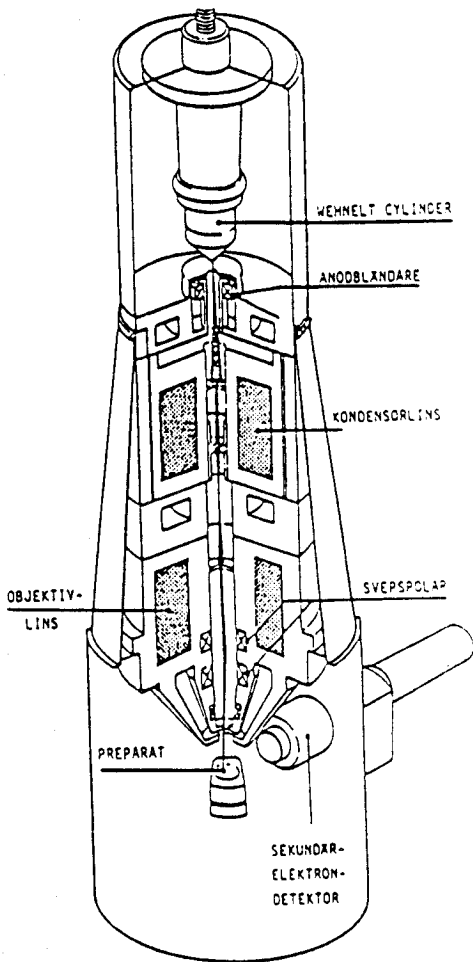
Ett SEM's uppbyggnad visas i figur 12 och (schematiskt) i figur 13.

Elektroner alstras av en elektronkälla, accelereras via en potentialskillnad (ca 30 kV) mellan två plattor och färdas sedan med konstant hastighet genom resten av mikroskopkolonnen.

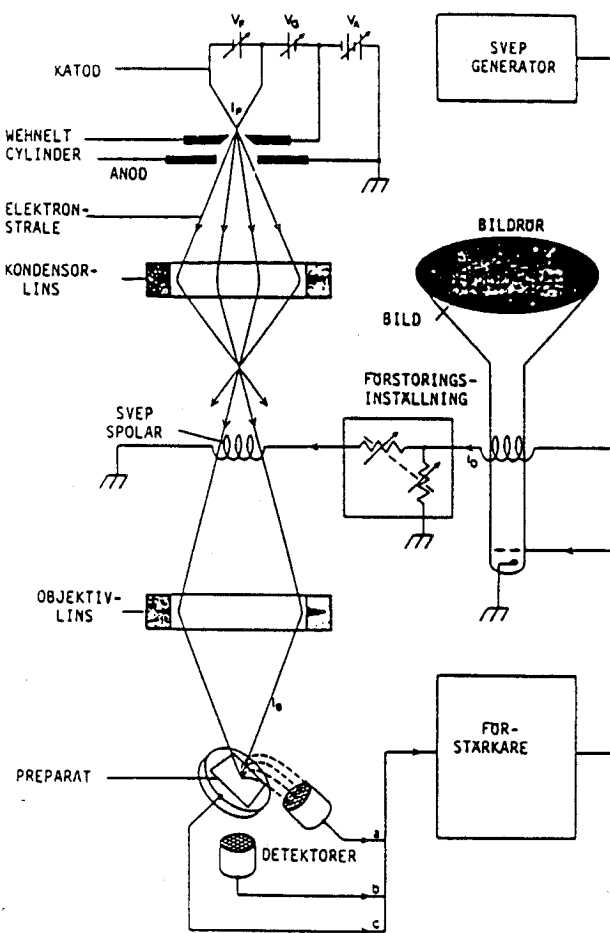
Magnetlinsernas enda uppgift i SEM är att forma en fokuserad elektronstråle med liten diameter och hög strömtäthet på provet.

Svepet av elektronstrålen över provet styrs av svepspolarna. Genom att öka strömmen i dessa spolar, ökar svepets längd över provet.

Detektorn omvandlar signalen från provet till en elektrisk signal som används för att styra bildskärmsstrålens intensitet.



Figur 12. Ett svepelektronmikroskop.



Figur 13. Schematisk uppställning.

4.4 Förstoring

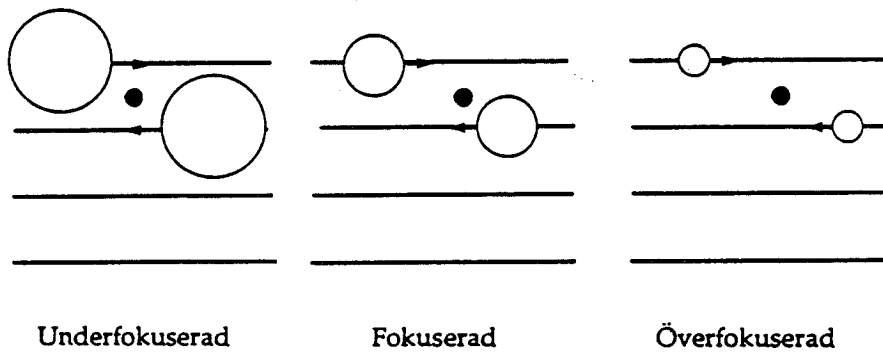
Ett SEM har inga förstörande linser, utan förstoringen M ges av

$$M = \frac{\text{bildskärmens kantlängd}}{\text{sveplängden på provet}} \quad [\text{S.1}]$$

Om man vill ändra förstoringen ändrar man helt enkelt sveplängden över provet.

4.5 Fokusering

Sedan man valt förstoring måste man välja stråldiameter så att varje punkt på provytan träffas en och endast en gång av elektronstrålen. Definitionen av över- och underfokuserad bild visas i figur 14. En underfokuserad bild ger bl a sämre upplösning och en överfokuserad bild ett sämre signal/brusförhållande.



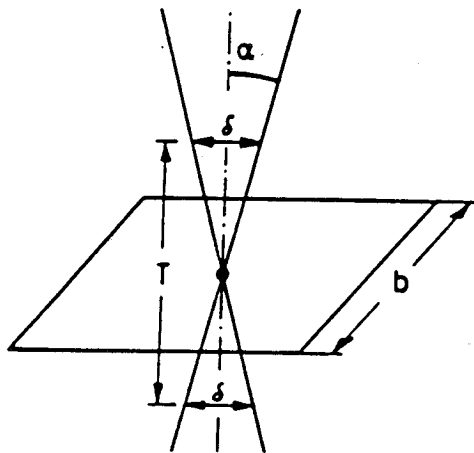
Figur 14. Den svarta punkten motsvarar en punkt på provet. De större cirklarna visar elektronstrålens utseende. Om elektronstrålen har för stor diameter kommer den svarta punkten på provet att ge information till två punkter på bildskärmen, d v s upplösningen minskar (underfokuserad bild). Om bilden är överfokuserad är stråldiametern för liten och man får ett dåligt signallbrus-förhållande.

4.6 Skärpedjup

Med skärpedjup avses det höjdiintervall på provet inom vilket man har en godtagbar upplösning. Antag att bildskärmen är 10 x 10 cm och är uppbyggd av 1000 linjers svep. Upplösningen på skärmen, Δ , blir då 0.1 mm. Detta motsvaras av en upplösning δ på provet:

$$\delta = \frac{\Delta}{M} \quad [S.2]$$

Orsaken till att skärpedjupet, T , är begränsat är att den fokuserade elektronstrålen ser ut som en 'dubbel-kon', se figur 15. Strålens diameter är alltså höjdberoende.



Figur 15. Skärpedjupet vid avbildning av en yta.

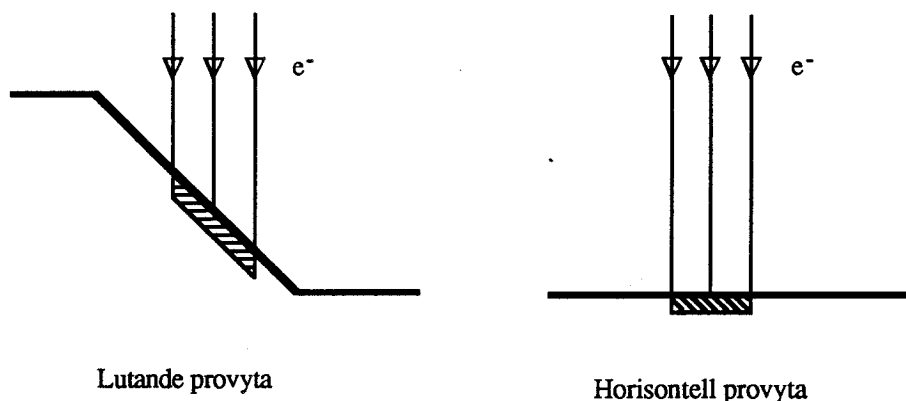
Ur figur 15 fås geometriskt:

$$\tan \alpha = \frac{\delta}{T} \Rightarrow [\alpha \text{ liten}] \Rightarrow \alpha = \frac{\delta}{T} \quad [S.3]$$

4.8 Bildskapande

Det är vanligen bara sekundärelektroner och bakåtspridda elektroner som används för att generera en bild. Röntgenstrålningen används oftast till att göra en kemisk analys i en punkt, d v s man stannar elektronstrålen på det ställe man vill undersöka.

Om man detekterar sekundärelektroner kommer bildkontrasten i första hand att bero på provets topografi. Förklaringen är att sekundärelektronerna som når detektorn endast kommer från provets ytskikt. Antalet elektroner som träffar detektorn beror på hur många elektroner som knockats ut från provet. Om en viss del av provytan lutar kommer den att synas som ljus på bilden, eftersom volymen som träffas av elektronstrålen är större än om provytan är plan, se figur 17.



Figur 17. Fler sekundärelektroner slås ut om provytan lutar. Sekundärelektroner från det streckade området kan nå detektorn.

Om man detekterar bakåtspridda elektroner fås kontrast på grund av att 'studscoefficien-ten' för de infallande elektronerna beror på atomslaget i provet. Ju fler elektroner som finns per atom (högre atomnummer) i provet, desto högre 'studscoefficien-t'.

I figur 18 visas en bild tagen med en sekundärelektrondetektor och figur 19 med en de-tek-tor för bakåtspridda elektroner.

Sammanfattningsvis kan sägas om bildformning i SEM:

| |
|--|
| <p>Sekundärelektroner: Bildkontrasten beror på topografin.</p> <p>Bakåtspridda elektroner: Bildkontrasten beror på att provet inne- håller olika grundämnen.</p> |
|--|

vilket leder till att

$$T = \frac{\Delta}{\alpha M}$$

[S.4]

4.7 Upplösning

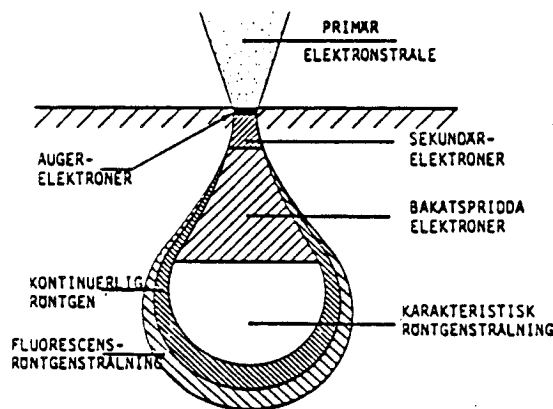
Upplösningen beror bl a på vilken signal man detekterar. De signaler man oftast använder är sekundärelektroner, bakåtspridda elektroner samt röntgenstrålning.

1. Sekundärelektroner. Dessa elektroner tillhörde från början provet, men slogs loss av den infallande elektronstrålen. Sekundärelektronerna har en energi på ca 30 eV.

2. Bakåtspridda elektroner. Dessa elektroner tillhörde från början den infallande elektronstrålen, studsade på provet och nådde detektorn. Bakåtspridda elektroner har en energi på ca 20 keV, d v s ungefär samma som infallande elektroner.

3. Röntgenstrålning. I och med att elektroner slås ut ur sina banor kommer andra elektroner att falla ned till energinivåer som blivit lediga, samtidigt som karakteristisk röntgenstrålning (fotoner) sänds ut. Denna strålning kan detekteras och på så sätt tala om vilket atomslag provet består utav, d v s man kan göra en kemisk analys.

Om man studerar från vilka områden i provet de olika signalerna kommer ifrån kan resultatet illustreras som i figur 16.



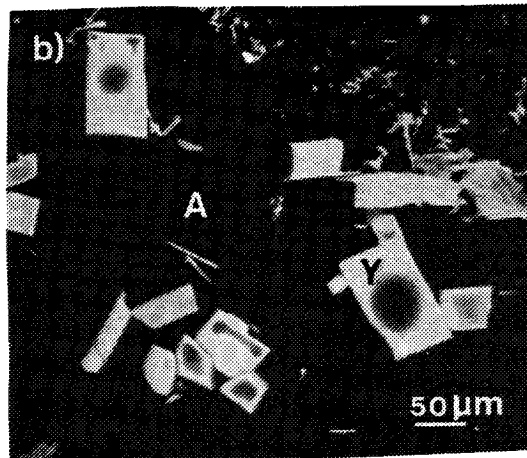
Figur 16. Områden som olika signaler kommer ifrån.

Orsaken till att områdena är olika stora är att helt olika fysikaliska mekanismer ligger bakom uppkomsten av de olika signalerna. I och med att områdena är olika stora beror upplösningen på vilken signal som används. Ungefärliga värden på maximala upplösningen finns i tabell 1.

| Tabell 1. Maximal upplösning. | |
|-------------------------------|-----------|
| Sekundärelektroner | 5 nm |
| Bakåtspridda elektroner | 100 nm |
| Röntgenstrålning | 1 μ m |



Figur 18. Detektor för sekundärelektroner använd. (Foto: H. Nordén)



Figur 19. Detektor för bakåtspridda elektroner använd. Den ljusa regionen, Y, innehåller högre koncentration av atomer med högt atomnummer än det mörka området A. (Foto: C. O'Meara)

INSTUDERINGSFRÅGOR LAB F9.

Dessa 11 frågor skall besvaras före laborationen.

1) Vad betyder strukturfaktor? _____

2) Vad är strukturfaktorn för fcc, bcc respektive sc (simple cubic)? _____

3) Vad är Ewaldsfären? _____

4) Vad är en reciprok gittervektor? _____

5) Vad är upplösningen för OM, SEM och TEM? _____

6) Vad menas med ett fokalplan? _____

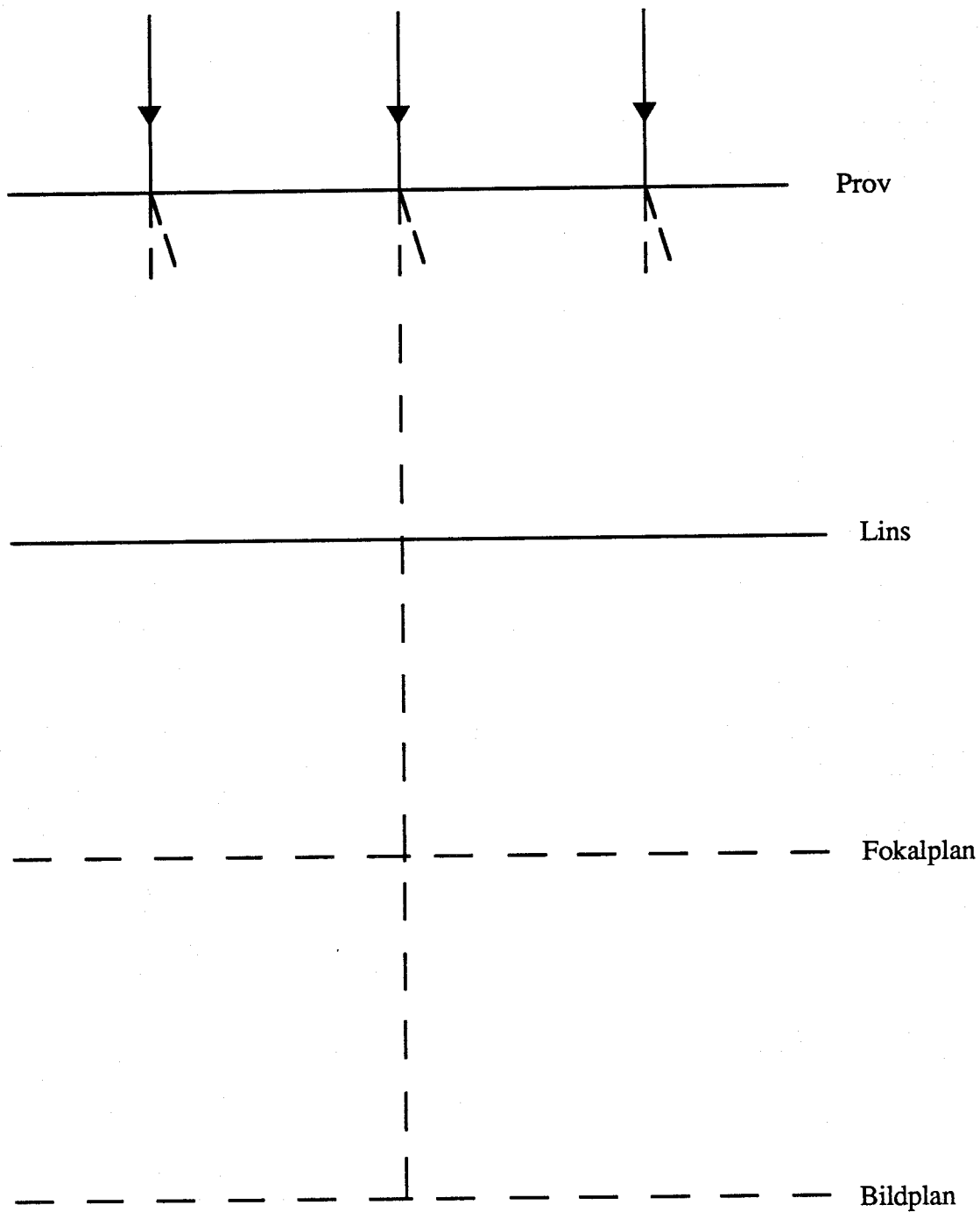
7) Vad innebär elektrondiffraktion? _____

8) Vad har kondensorlinserna för uppgift i ett TEM? _____

9) Vad har svevspolarna för uppgift i ett SEM? _____

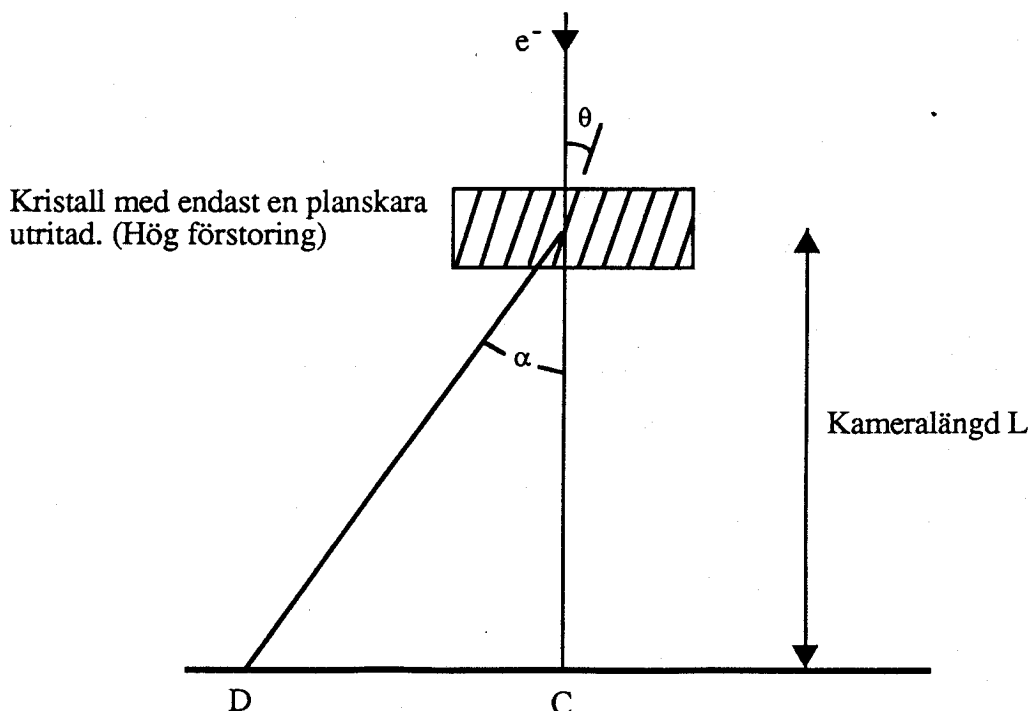
10) Vad menas med bakåtspridda elektroner? _____

11) Rita strålgången från provet till bildplanet.



ARBETSUPPGIFTER LAB F9

- I ett 100 kV elektronmikroskop används en objektivbländare med diameter $15 \mu\text{m}$. Detta motsvaras av en öppningsvinkel $2\phi = 0.6^\circ$.
 - Beräkna den teoretiska upplösningssgränsen.
 - Vad är den verkliga upplösningssgränsen?
- Beräkna den teoretiska upplösningssgränsen för ett optiskt mikroskop med halva öppningsvinkeln $\phi = 27^\circ$ om man använder blått ljus ($\lambda = 400 \text{ nm}$) och immersionolja ($n = 1.6$).
- Antag att en viss planskara befinner sig i exakt Braggläge. Figuren visar strålgången i ett av de spridande planen. θ är mycket liten.
 - Hur stor är vinkeln α mellan den spridda strålen och den transmitterade strålen, uttryckt i θ ?
 - Hur stor är sträckan CD på bildskärmen, uttryckt i L och θ ?
 - Hur stort är avståndet d mellan två närliggande plan uttryckt i θ ?
 - Uttryck CD som funktion av d.
 - Vad är sambandet mellan G (reciprok gittervektor) och d? Vilken viktig slutsats kan man dra om CD?



4. Betrakta bilden av diffraktionsmönstret. Accelerationsspänning 100 kV. Provet är fcc. Kameralängden L är 0.558 m.
- Beräkna avståndet d för de olika planskaror som givit upphov till punkter i diffraktionsmönstret. Det räcker att beräkna de två största d -värdena.
 - Indicera diffraktionsmönstret.
 - Bestäm gitterparametern a .
 - Bestäm den infallande strålens *riktning*.