

# Elektronenbeugung zur Analyse von Kristallorientierungen dünner Filme

Institut für Physik – Humboldt-Universität zu Berlin

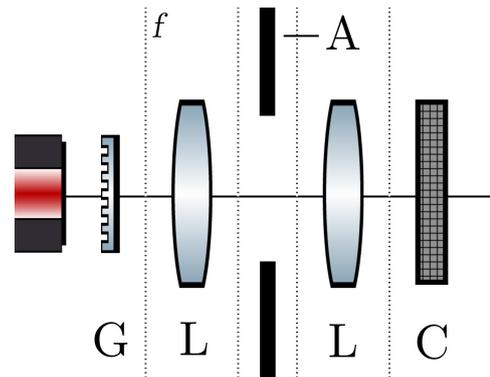
M. Dreyer (573838), H. Vogel (573003)

28. November 2017

**Abstract** Im vorliegenden Versuch wurden die Kristalleigenschaften von dünnen Schichten mit einem Transmissionselektronenmikroskop untersucht. Mithilfe eines bekannten GaAs-Substrats konnte der Längenmaßstab kalibriert und ein unbekanntes Material der Epitaxieschicht als ZnTe bestimmt werden. Die Funktionsweise des Elektronenmikroskops wurde zuvor an einem optischen System mit Laserlicht verdeutlicht. Dabei konnten auch die Vergrößerung und effektive Kameralänge des Linsensystems ermittelt werden.

## 1 Beugung von Licht am Gitter

Im ersten Teil des Versuches wird die Beugung von Licht an zwei zweidimensionalen Gittern untersucht. Ein Abbild der Gitter sowie deren Beugungsmuster wird mithilfe eines Linsensystems (siehe Abb. 1) mit einer CCD-Kamera aufgenommen. Im Folgenden werden die Vergrößerung  $M$  der Abbilder und die Kameralänge  $L$  des optischen Systems ermittelt.



**Abbildung 1** Aufbau zur Beugung von Licht am Gitter – G: Gitter – L: Linse mit Brennweite  $f$  – A: Blende – C: CCD-Kamera

### 1.1 Versuchsaufbau

Das Gitter wird mit einem geweiteten Laserstrahl beschienen. Die Strahlen durchlaufen eine Sammellinse, eine Blende und eine weitere Sammellinse bevor sie auf die Kamera treffen. Der Abstand zwischen den optischen Elementen beträgt 2 Brennweiten  $f$ . Somit kann ein 1:1 Abbild erfolgen.

Mithilfe der Blende kann der Bereich des abzubildenden Gitters verändert werden. Dies ist hilfreich, da das Gitter verschiedene Bereiche mit unterschiedlicher Gitterkonstante hat.

Soll das Beugungsmuster auf der Kamera erscheinen, so muss diese in die Brennweite  $f$  der Linse verschoben werden.

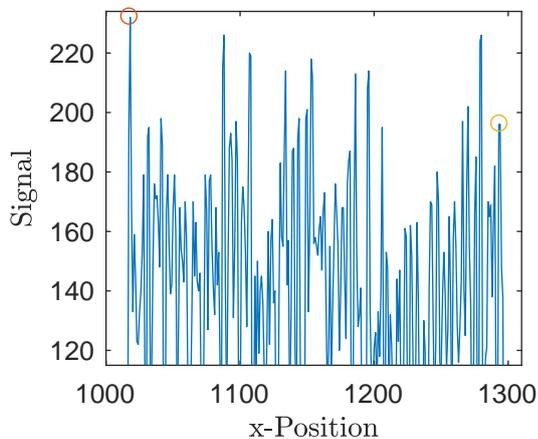
### 1.2 Bestimmen der Vergrößerung $M$

Untersucht wurden Gitterbereiche mit 30 bzw. 40 Linien pro mm. Die Bereiche sind jeweils ein Millimeter breit. Das Abbild auf der Kamera wird in quadratischen Pixeln mit einer Seitenlänge von  $3,69 \mu\text{m}$  gemessen. Beschreibt  $P$  die Zahl der Pixel für die Breite des Gitters, gilt für die Vergrößerung:

$$M = \frac{P \cdot 3,69 \mu\text{m}}{1 \text{ mm}}$$

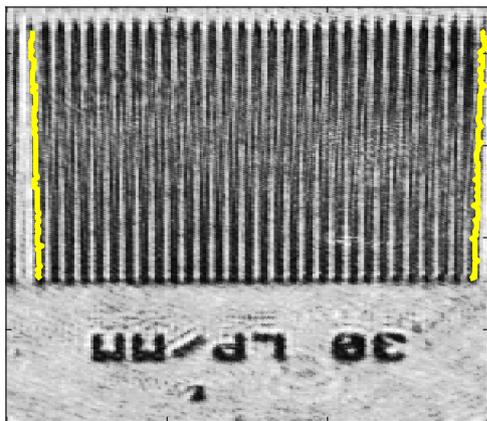
Die Breite  $P$  wird über die Intensitätsmaxima einer Zeile im Bild ermittelt. Hierbei wurde das Signal invertiert, damit das Ende des Gitters auch ein Maximum und kein Minimum ist. Bei einem maximalen

Wert für das Signal von 255 wird ein Schwellenwert von 160 für ein Maximum festgelegt (siehe Abb. 2/5).

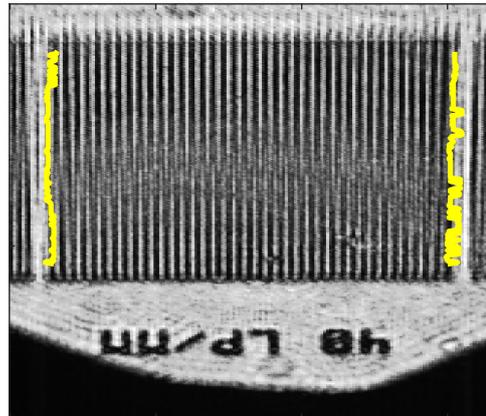


**Abbildung 2** Signalstärke in Abhängigkeit der x-Position (Gitter mit 30 Linien/mm) für eine Zeile in der Mitte des Gitters – Kreise: Erstes/Letztes Maximum

Dieses Verfahren wird für ca. 100 Zeilen durchgeführt. In Abb. 3/4 sind die Maxima jeder Zeile dargestellt. Aus diesen Abbildungen ist erkennbar, dass die Auswertung für das Gitter mit 30 Linien/mm genauer ist, weshalb im Folgenden dieser Wert für  $P$  verwendet wird.



**Abbildung 3** Abbild des Gitters mit 30 Linien pro mm – gelb: Ermittelte Rand des Gitters/Maxima

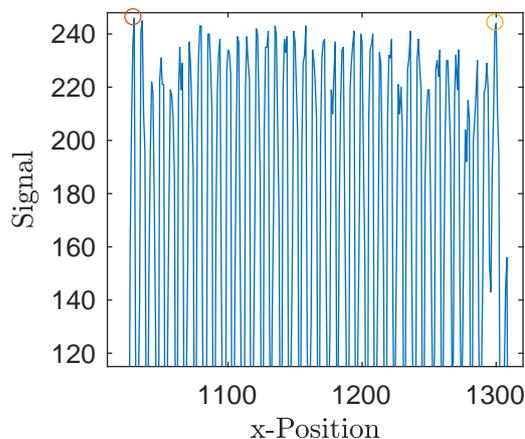


**Abbildung 4** Abbild des Gitters mit 40 Linien pro mm – gelb: Ermittelte Rand des Gitters/Maxima

Es ergibt sich mit  $P = (276 \pm 4)$  eine Vergrößerung von:

$$M = (1,018 \pm 0,015).$$

Zum Vergleich liegt der Wert von  $P$  für das andere Gitter bei  $P = (277 \pm 4)$ .



**Abbildung 5** Signalstärke in Abhängigkeit der x-Position (Gitter mit 40 Linien/mm) für eine Zeile unten am Gitter – Kreise: Erstes/Letztes Maximum

In den Abbildungen 2/5 ist erkennbar, welchen Einfluss der Newtonsche Ring in der Mitte der Abbilder auf die Klarheit des Profils hat. In Abb. 5 sind die Gitterspalte deutlich von einander unterscheidbar – in Abb. 2 kann man kaum auf eine Regelmäßigkeit schließen.

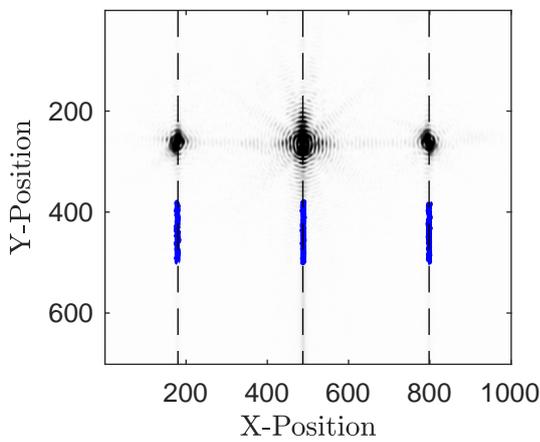
### 1.3 Bestimmung der Kameralänge $L$

Für die Beugung von Licht an einem Gitter gilt mit Kleinwinkelnäherung die Beziehung:

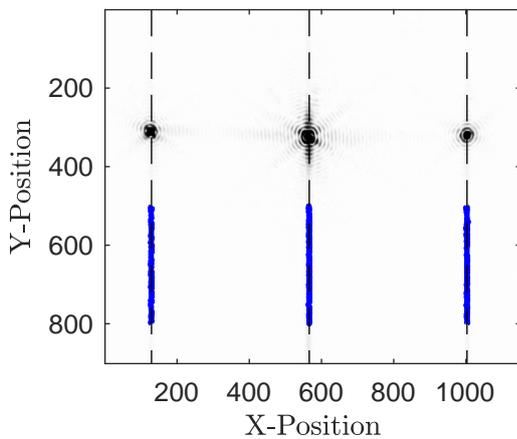
$$L = \frac{d \cdot \Delta x}{m\lambda},$$

wobei  $L$  der Abstand zwischen Gitter und Schirm,  $d$  den Gitterabstand,  $\Delta x$  den Abstand des Maximas  $m$ -ter Ordnung und  $\lambda$  die Wellenlänge des Laserlichtes beschreibt.

Im Folgenden werden nun die Beugungsbilder der beiden Gitter untersucht. Dazu wird die Kamera in die Brennebene der zweiten Linse verschoben.

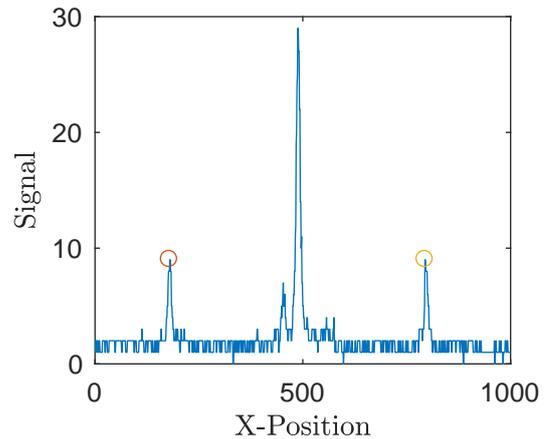


**Abbildung 6** Beugungsbild des Gitters mit 30 Linien/mm – blau: Ermittelte Maxima der vertikalen Linien



**Abbildung 7** Beugungsbild des Gitters mit 40 Linien/mm – blau: Ermittelte Maxima der vertikalen Linien

Der Abstand zwischen den ersten Maxima wird nun ermittelt. Dazu werden nicht die Beugungskreise, sondern die vertikalen Linien (siehe Abb. 6/7 mittig) verwendet, da diese genauer zu bestimmen sind. Hierfür kann derselbe Algorithmus wie im vorigen Kapitel verwendet werden (siehe Abb. 8).



**Abbildung 8** Signalstärke in Abhängigkeit der x-Position für das Beugungsbild vom Gitter mit 30 Linien/mm – Kreise: Maximum der vertikalen Linien

Um einzuschätzen, wie gut das Verfahren ist, wurden die Maxima sowie deren Mitte in Abb. 6/7 eingezeichnet und die Linien mit einer gestrichelten Linie ange deutet. Es ergeben sich Pixelabstände von  $(620 \pm 2)$  und  $(875 \pm 2)$ . Die weiteren Messergebnisse sind in Tabelle 1 dargestellt.

| $d$ [ $\mu\text{m}$ ] | $\Delta x$ [ $\mu\text{m}$ ] | $L$ [mm]         |
|-----------------------|------------------------------|------------------|
| 33,33                 | $(1144 \pm 4)$               | $(71,7 \pm 0,3)$ |
| 25                    | $(1611 \pm 4)$               | $(75,7 \pm 0,3)$ |

**Tabelle 1** Berechnung der Kameralänge für ein Gitter mit 30 sowie 40 Linien/mm. Zur Berechnung wurde benutzt, dass die Gitter 1 mm breit und die Wellenlänge 532 nm beträgt.

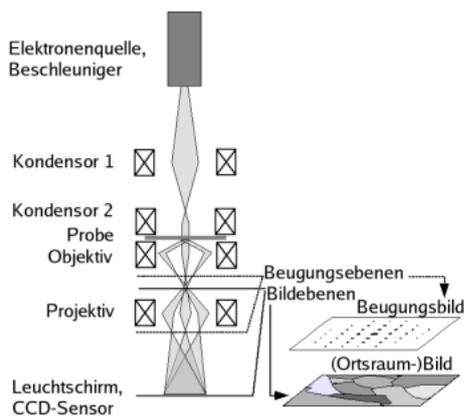
## 2 Beugung von Elektronen an Kristallgittern

Der zweite Teil des Versuches nutzt die Beugung von Elektronen an Kristallgittern, um deren Material,

Gitterparameter und Orientierung zu bestimmen. Dazu stehen ein Transmissionselektronenmikroskop vom Typ JEOL JEM2200FS FEG TEM sowie eine zu untersuchende Probe mit bekanntem Substrat (*GaAs*) und unbekannter Epitaxieschicht zur Verfügung.

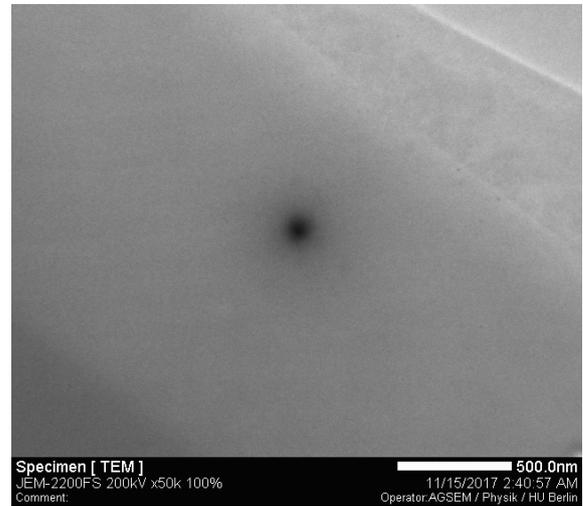
## 2.1 Versuchsaufbau

Im Transmissionselektronenmikroskop werden magnetische und elektrische Felder ähnlich einem optischen Linsensystem eingesetzt, um dünne Schichten mit einem Elektronenstrahl zu untersuchen. Wie im ersten Versuchsteil ergibt sich auch bei dieser Abbildung eine Bildebene und eine Beugungsebene. Die Beugungsebenen entstehen in der hinteren Brennebene von Objektiv und Projektiv. Aus dem Beugungsbild können die Abstände verschiedener Beugungsordnungen ausgemessen und so die Gitterparameter ermittelt werden. Messungen in der Beugungsebene können durchgeführt werden, nachdem der Elektronenstrahl, wie in der Versuchsanleitung beschrieben, justiert wurde. Für möglichst scharfe Beugungsbilder muss die Beleuchtung durch parallele Strahlen erfolgen. Um zwischen den Messungen an unterschiedlichen Stellen der Probe zu wechseln, wird die Probe verschoben, ohne die Blende zu verändern, damit keine störenden Verzerrungen auftreten.



**Abbildung 9** Schematischer Aufbau eines Transmissionselektronenmikroskops [5]. Deutlich zu erkennen sind die unterschiedlichen Informationen aus der Beugungsebene und der Bildebene.

## 2.2 GaAs-Substrat



**Abbildung 10** Abbild Substrat

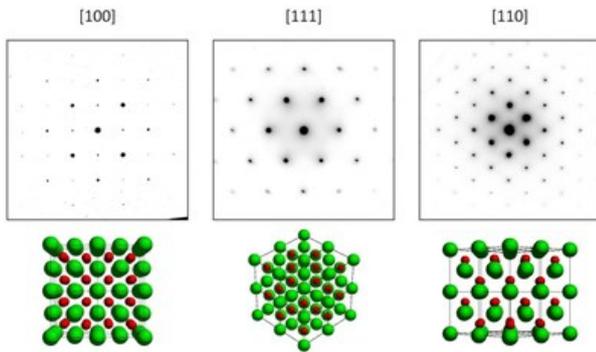
Zunächst wird eine der Beugungsordnungen sechs Mal ausgemessen, um den zufälligen Fehler der Beugungsabstände  $d$  als Standardabweichung abschätzen zu können (Tabelle Fehlerabschätzung). Dieser ergibt sich als

$$u_d = 0,8\%$$

Eine Abschätzung des Gerätefehlers wird aufgrund der Komplexität des TEM nicht durchgeführt.

|                    | $d$ [nm] |
|--------------------|----------|
| Messung 1          | 0,0559   |
| Messung 2          | 0,0562   |
| Messung 3          | 0,0558   |
| Messung 4          | 0,0551   |
| Messung 5          | 0,0557   |
| Messung 6          | 0,0560   |
| Mittelwert         | 0,0558   |
| Standardabweichung | 0,0004   |
| Relativer Fehler   | 0,8%     |

**Tabelle 2** Ausmessung einer Beugungsordnung zur Fehlerabschätzung



**Abbildung 11** Verschiedene Kristallorientierungen [1]: kubisch, hexagonal, rhombisch (v.l.n.r.), oben ist jeweilige Beugungsbild zu sehen, unten das Kristallgitter

Aus den Messungen der Beugungsabstände unterschiedlicher Kristallachsen ergeben sich zwei Achsen mit ähnlicher Größe

$$a = (0,333 \pm 0,003) \text{ nm}$$

und

$$b = (0,335 \pm 0,003) \text{ nm}$$

sowie zwei Achsen, mit deutlich unterschiedlicher Größe

$$c = (0,294 \pm 0,003) \text{ nm}$$

und

$$d = (0,204 \pm 0,001) \text{ nm}$$

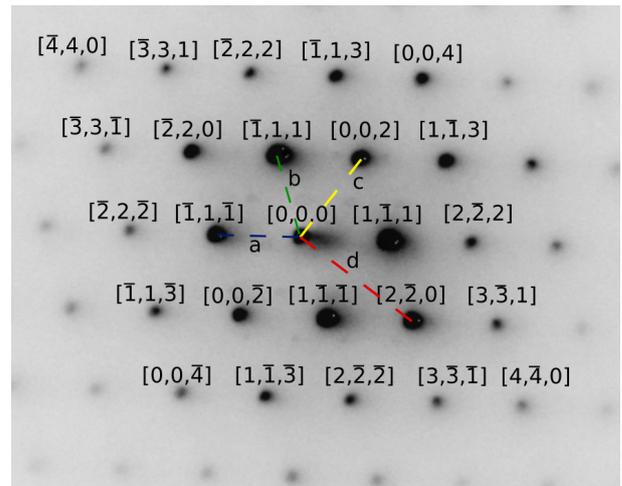
Dies lässt auf eine rhombische Kristallorientierung (siehe Abb. 11) schließen. Da das Substrat bekannt ist, können die Messergebnisse im Beugungsbild kalibriert werden. Der Gitterabstand von GaAs beträgt laut Referenz [1] für  $[2,0,0]$

$$g_{2,0,0} = 0,287 \text{ nm.}$$

Damit kann der gemessene Wert mit dem Faktor

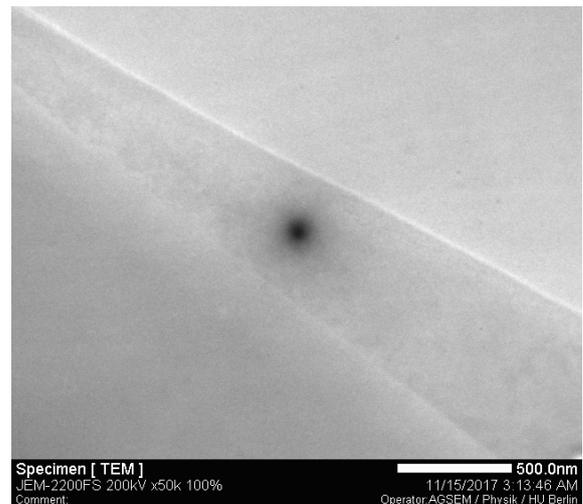
$$L\lambda \approx \frac{c}{g_{2,0,0}} \approx 1,024$$

kalibriert werden, um die Beugungsabstände und Material der Epitaxieschicht zu untersuchen.



**Abbildung 12** Beugungsbild Substrat – aus den Abständen a, b, c und d ergibt sich die rhombische Orientierung, eingezeichnet sind die Millerschen Indizes  $[h,k,l]$ .

## 2.3 Epitaxieschicht



**Abbildung 13** Abbild Epitaxieschicht

Mithilfe des Kalibrationsfaktors ergeben sich folgende korrigierte Messwerte für die Gitterabstände im Beugungsbild der Epitaxieschicht:

$$a = (0,354 \pm 0,003) \text{ nm,}$$

$$b = (0,356 \pm 0,003) \text{ nm,}$$

$$c = (0,306 \pm 0,003) \text{ nm}$$

$$d = (0,219 \pm 0,002) \text{ nm.}$$

Im Rahmen des Fehlers können a und b wieder als gleich groß angesehen werden, während sich c und d deutlich davon unterscheiden. Es handelt sich erneut um ein rhombisch orientiertes Kristallgitter. Hierbei stellt c den Gitterabstand zu  $[2,0,0]$  dar.

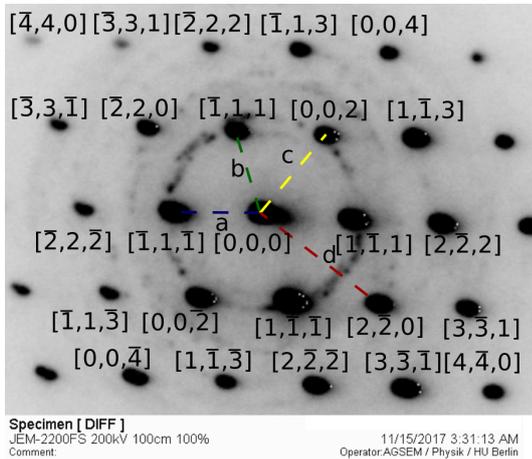


Abbildung 14 Beugungsbild Epitaxieschicht

## 2.4 Grenzschicht

An der Grenzschicht zwischen Substrat und Epitaxieschicht (siehe Abb. 15) können die Gitterparameter der beiden Materialien ebenfalls miteinander verglichen werden. Die gleiche Orientierung und Kristallfamilie von Epitaxieschicht und Substrat wird in Abb. 16 sofort deutlich. Aus der relativen Verzerrung der Beugungsabstände kann das Schichtmaterial bei bekanntem Substrat mit einer einzigen Messung ermittelt werden.

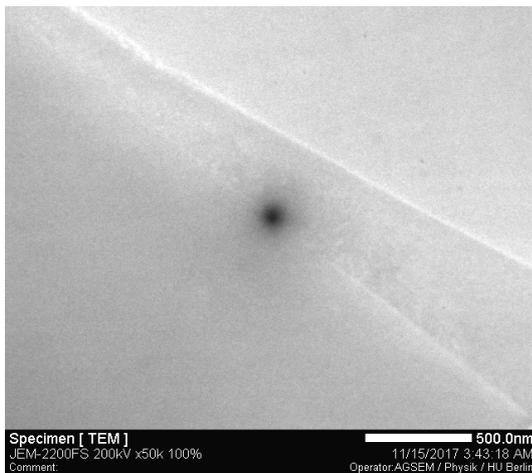


Abbildung 15 Abbild Grenzschicht

**Bestimmen des Gitterparameters  $a$  der unbekanntenen Schicht** Da die Materialien offenbar die selbe Kristallstruktur haben, unterscheiden sich alle Abstände zwischen den Maxima nur um einen konstanten Faktor  $q$ . Anhand eines A4 Ausdrucks vom Beugungsmuster wurden die Abstände zwischen Maxima für beide Materialien gemessen und der Quotient  $q$  gebildet. Bei 12 Messwerten ergibt sich  $q = (1,0796 \pm 0,0021)$  und somit für den Gitterparameter  $a$  (Kantenlänge der kubischen Kristallstruktur) des unbekanntenen Materials:

$$a = 5,6535 \text{ \AA} \cdot q = (6,103 \pm 0,012) \text{ \AA}.$$

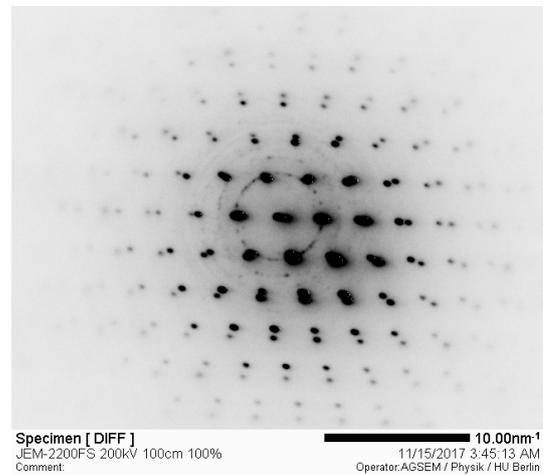


Abbildung 16 Beugungsbild an der Grenzschicht

Hierbei ist es nötig, zu wissen, welches Material zu welchen Maxima gehört. Im vorigen Kapitel wurde jedoch klar, dass die Gitterabstände bei GaAs kleiner sind als bei dem unbekanntem Material. Bei komplizierteren Beugungsbildern könnte es schwieriger werden, die Beugungsordnungen den Materialien zuzuordnen.

## 3 Auswertung

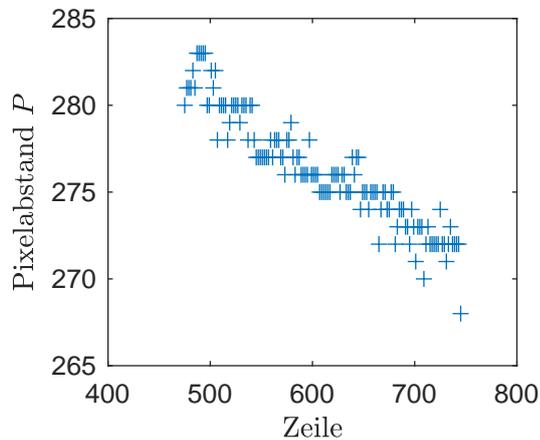
### 3.1 Lichtbeugung am Gitter

#### 3.1.1 Bestimmen der Vergrößerung

Im Vergleich war das Abbild des 30er Gitters etwas klarer als das des 40er Gitters (siehe Abb. 3/4). Jedoch sind die Fehler bezüglich  $P$  für beide mit 4 Pixeln gleich.

Die Ränder des 30er Gitters sind zwar besser zu bestimmen – die Ränder entfernen sich jedoch mit der Höhe immer weiter (siehe Abb. 9). Dies könnte ein Anzeichen für eine kissenförmige Verzeichnung sein. Betrachtet man das Bild des 40er Gitters, kann eine Verzeichnung jedoch nicht sicher bestätigt werden.

Sieht man sich die Gitterlinien genauer an, fällt es auf, dass es keine einzelnen Linien gibt, sondern eine Art Zickzackmuster vorliegt. Bei dem Gitter mit 30 Linien/mm fällt das Muster genau so, dass es in der Höhe zu einer Verbreiterung kommt. Dieser Abbildungsfehler steht möglicherweise im Zusammenhang mit dem Newtonschen Ring, welcher sich durch die Mitte des Bildes zieht.



Um das Muster sichtbar zu machen, wurde jeweils die Höhe der zweiten Linse verändert. Das könnte einen Einfluss auf die Vergrößerung und somit Kameralänge  $L$  haben. Wenn sich die Linse symmetrisch zur optischen Achse befindet, sollte man eher die Höhe der Kamera statt Linse verstellen, um das System möglichst wenig zu beeinflussen.

### 3.1.3 Gitter mit atomarer Gitterkonstante

Verringert man in dem Versuch den Abstand zwischen den Gitterlinien, so vergrößert sich der Abstand  $\Delta x$  zwischen den Beugungsmaxima (vorausgesetzt  $L$  und  $\lambda$  sind konstant). Nähert sich die Länge des Spaltabstands der Größe der Wellenlänge wird es problematisch. Geometrisch gilt für den Gangunterschied

$$d \sin \varphi = m\lambda$$

was zu

$$d \leq m\lambda$$

führt. Damit noch mehrere Maxima sichtbar sind, muss der Spaltabstand  $d$  kleiner als die Wellenlänge des verwendeten Lichts sein. Möchte man ein Gitter mit  $d \approx 0,5 \text{ nm}$  auflösen, sollte man Licht mit einer Wellenlänge von wenigen hundert pm verwenden. Bei elektromagnetischen Wellen ist man hier im Bereich der Röntgenstrahlung. Andererseits können auch Materiewellen – wie bspw. Elektronen mit einer kinetischen Energie von mehreren keV – verwendet werden.

## 3.2 Elektronenbeugung an Kristallen

### 3.3 Bestimmung des Materials über getrennte Beugungsbilder

Mithilfe der Transmissionselektronenmikroskopie konnten die Orientierungen des Substrats sowie der Epitaxieschicht der Probe ermittelt werden. Beide Schichten waren rhombisch orientiert. Nach Kalibration der Messwerte kommen mehrere Materialien für die Epitaxieschicht infrage (Siehe Tabelle Materialien). Um den zufälligen Messfehler zu reduzieren und weitere Materialien auszuschließen könnte die Auswertung der Gitterabstände automatisiert erfolgen. Außerdem weisen die Newtonschen Ringe im

Beugungsbild der Epitaxieschicht darauf hin, dass die Einstellungen des TEM für den Beugungsmodus nicht ideal gewählt wurden und der Elektronenstrahl möglicherweise nicht parallel war. Die Breite der Beugungspunkte ist abhängig von der Breite der Wellenlänge des Elektronenstrahls.

| Gitterabstand für [2,0,0] [ $\text{\AA}$ ] |                   |
|--|-------------------|
| Messwert                                   | (3,06 $\pm$ 0,03) |
| InAs                                       | 3,029             |
| CdSe                                       | 3,041             |
| GaSb                                       | 3,046             |
| ZnTe                                       | 3,052             |

**Tabelle 3** Mögliche Materialien der Epitaxieschicht

### 3.4 Bestimmung des Materials über das Beugungsbild der Grenzschicht

Im Vergleich zum vorigen Kapitel ergibt sich bei der Analyse des Beugungsbildes an der Grenzschicht ein 5-mal genauerer Wert bzgl. der Gitterparameter. Hier wurde der Parameter  $a$  (Kantenlänge der kubischen Kristallstruktur) ermittelt. Dies entspricht dem doppelten Gitterabstand für [2,0,0] (siehe Tab. 3). Im Vergleich zu anderen möglichen Kandidaten (siehe Tab. 4) umfasst die Messunsicherheit zwei Kandidaten: GaSb und ZnTe. Hierbei ist jedoch erkennbar, dass GaSb genau am Rand des Fehlerintervalls und ZnTe mittig vom letzteren liegt.

| Material | Gitterparameter $a$ [ $\text{\AA}$ ] |
|----------|--------------------------------------|
| Messwert | (6,103 $\pm$ 0,012)                  |
| GaSb     | 6,091                                |
| ZnTe     | 6,104                                |

**Tabelle 4** Mögliche Materialien der Epitaxieschicht

Auch bei Betrachtung von Tab. 3 passt ZnTe am besten zum Messwert. Im Rahmen der Messgenauigkeit kann aber eine eindeutige Identifizierung nicht gemacht werden.

Bei diesem Verfahren würde eine Abstandsmessung per Software mit automatischer Peak-Erkennung zu einem genaueren Ergebnis führen. Zum einen werden die Mitten der Maxima besser erkannt und zum anderen ist die Effizienz höher.

## 4 Anhang

Im Folgenden sind die Beugungsbilder (reziprokes Bild) der TEM-Aufnahmen zu sehen. Zur Berechnung der einzelnen Gitterabstände mussten die gemessenen Beugungsabstände mit der doppelten Zahl der überstrichenen Ordnungen multipliziert werden.

### 4.1 Messungen Substrat

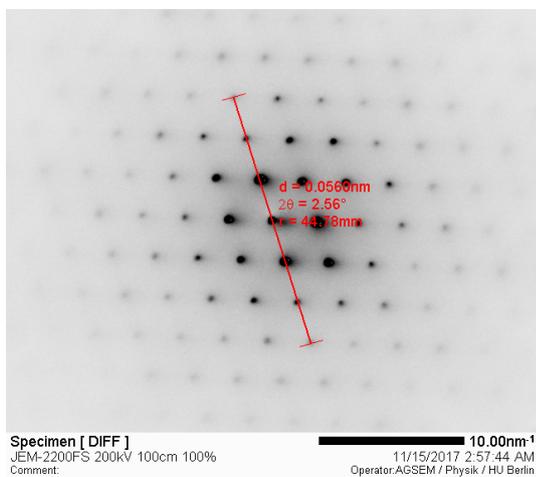


Abbildung 18 Substrat – Messung 1

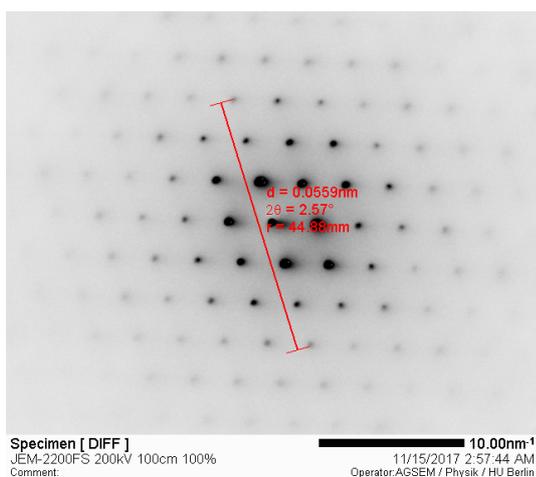


Abbildung 19 Substrat – Messung 2

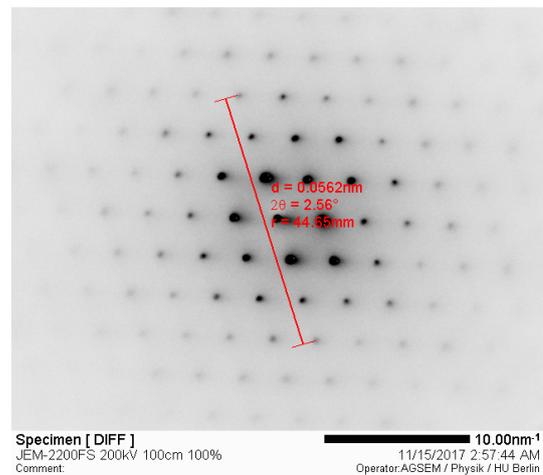


Abbildung 20 Substrat – Messung 3

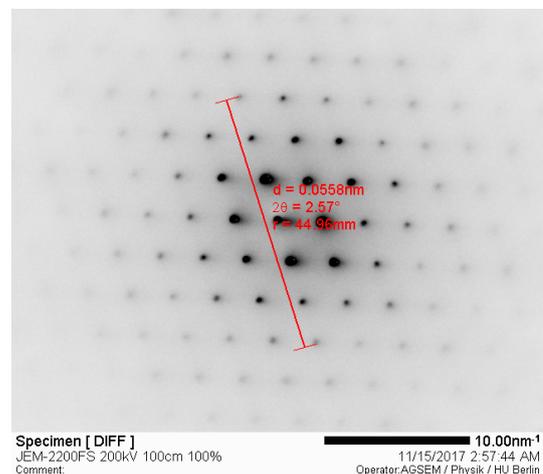


Abbildung 21 Substrat – Messung 4

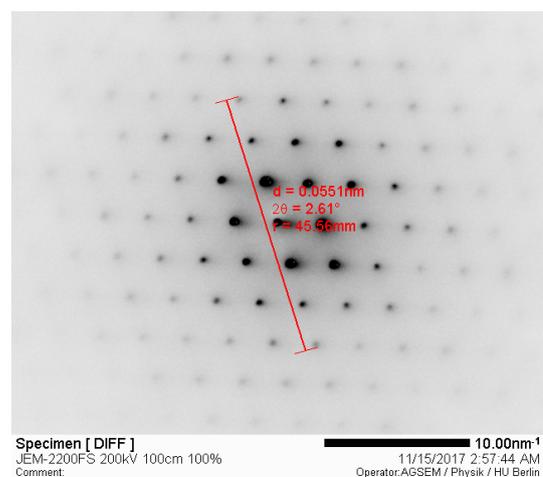


Abbildung 22 Substrat – Messung 5

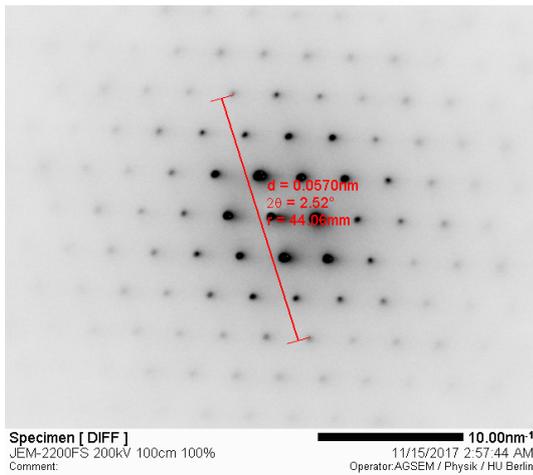


Abbildung 23 Substrat – Messung 6

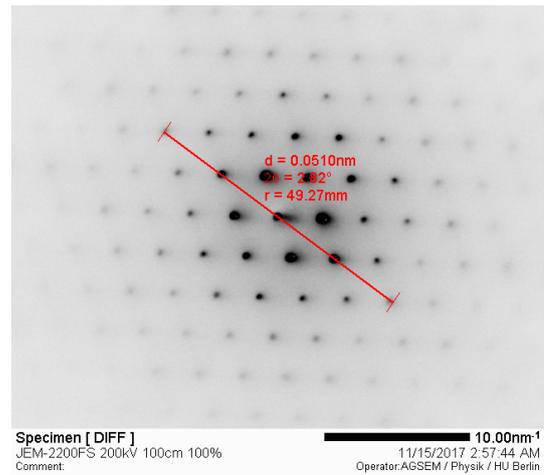


Abbildung 26 Substrat – Messung 9

## 4.2 Messungen Epitaxieschicht

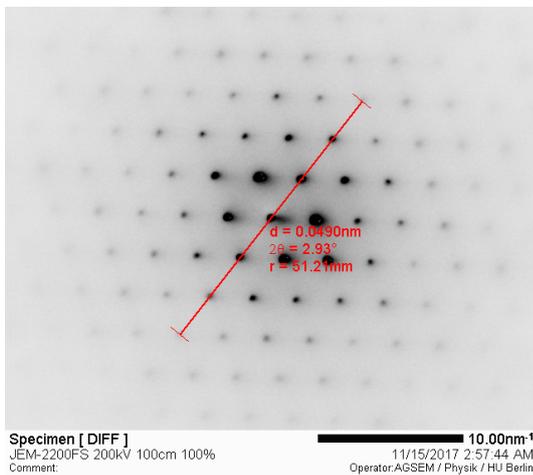


Abbildung 24 Substrat – Messung 7

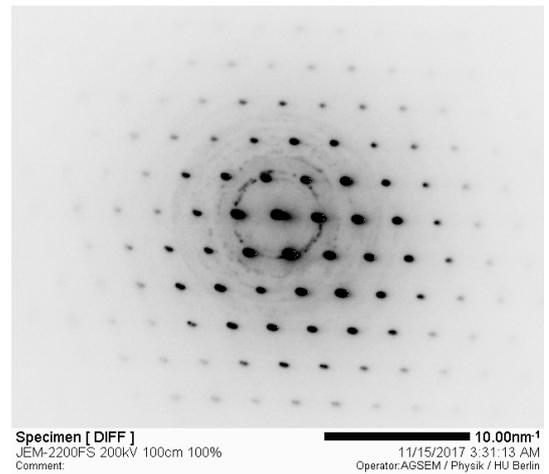


Abbildung 27 Epitaxieschicht – Messung 1

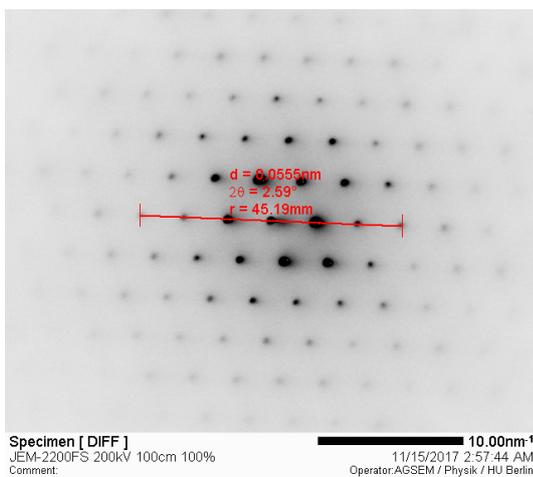


Abbildung 25 Substrat – Messung 8

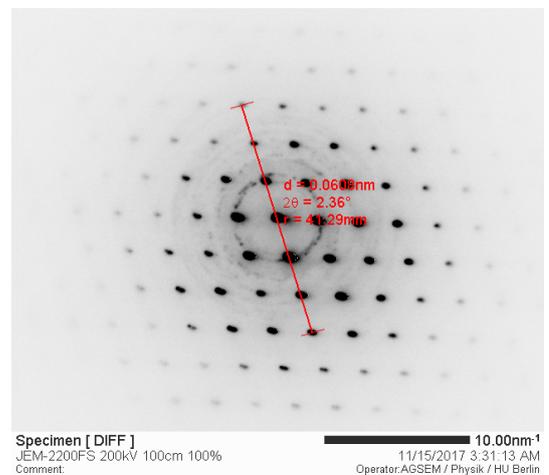


Abbildung 28 Epitaxieschicht – Messung 2

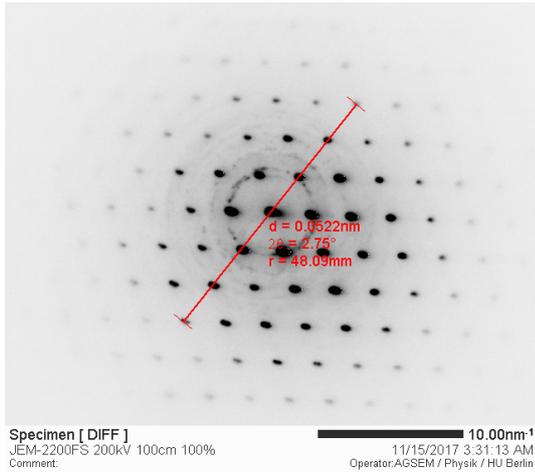


Abbildung 29 Epitaxieschicht – Messung 3

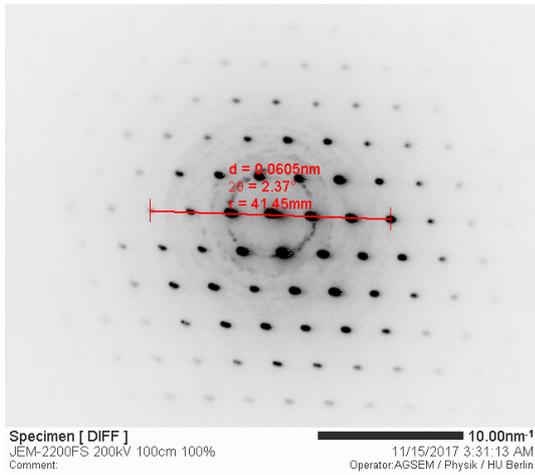


Abbildung 30 Epitaxieschicht – Messung 4

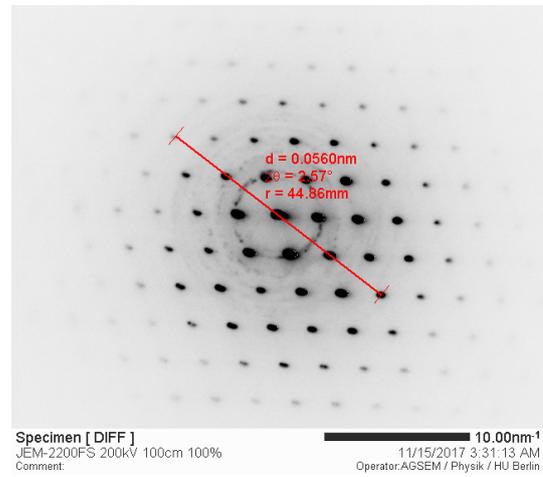


Abbildung 31 Epitaxieschicht – Messung 5

## Literatur

- [1] Holm Kirmse, Johannes Müller und Christoph T. Koch: *Electron diffraction for analysing crystal orientation of thin films*, 2017, [URL: [www.physics.hu-berlin.de/en/sem/teaching/fpraktikum\\_versuch\\_elektronenbeugung\\_2017\\_11\\_02.pdf](http://www.physics.hu-berlin.de/en/sem/teaching/fpraktikum_versuch_elektronenbeugung_2017_11_02.pdf)], überprüft am 28.11.2017, 10:00 Uhr GST
- [2] *instruction electron diffraction 2200fs*, [URL: [www.physics.hu-berlin.de/en/sem/teaching/instruction\\_electrondiffraction](http://www.physics.hu-berlin.de/en/sem/teaching/instruction_electrondiffraction)], überprüft am 28.11.2017, 10:00 Uhr GST
- [3] Thor Labs: *18mm Calibration Targets*, 2013, [URL: [www.physics.hu-berlin.de/en/sem/teaching/r111s1p-specsheet.pdf](http://www.physics.hu-berlin.de/en/sem/teaching/r111s1p-specsheet.pdf)], überprüft am 28.11.2017, 10:00 Uhr GST
- [4] Point Grey: *Grasshopper 3*, 2016, [URL: [www.physics.hu-berlin.de/en/sem/teaching/ptgrey\\_grashopper\\_gs3-u3-28s4c-c\\_datasheet.pdf](http://www.physics.hu-berlin.de/en/sem/teaching/ptgrey_grashopper_gs3-u3-28s4c-c_datasheet.pdf)], überprüft am 28.11.2017, 10:00 Uhr GST
- [5] Ufalke: *Strahlengang im TEM*, 2006, [URL: [de.wikipedia.org/wiki/Transmissionselektronenmikroskop#/media/File:Strahlengang\\_TEM.jpg](http://de.wikipedia.org/wiki/Transmissionselektronenmikroskop#/media/File:Strahlengang_TEM.jpg)], überprüft am 28.11.2017, 10:00 Uhr GST