

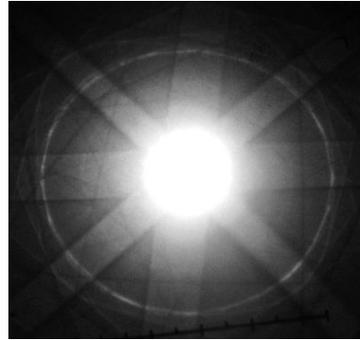
4. Beugungsmuster im TEM

SAED



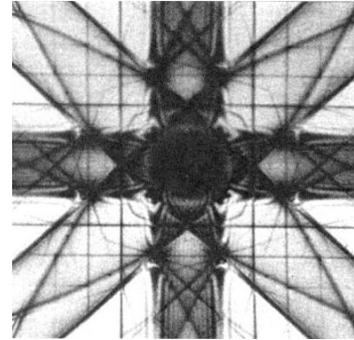
- Selected Area Electron Diffraction
- Ortsauflösung $\geq 200\text{nm}$
- Standardmethode
- Phasenanalyse (+EDX)
- Bestimmung einfacher Orientierungsbeziehungen
- BF, DF-Untersuchung

Kikuchi



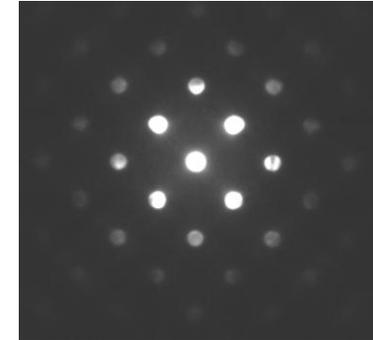
- Kikuchi-Beugung
- Ortsauflösung $\geq 50\text{nm}$
- Probenorientierung (Kippexperimente)

CBED



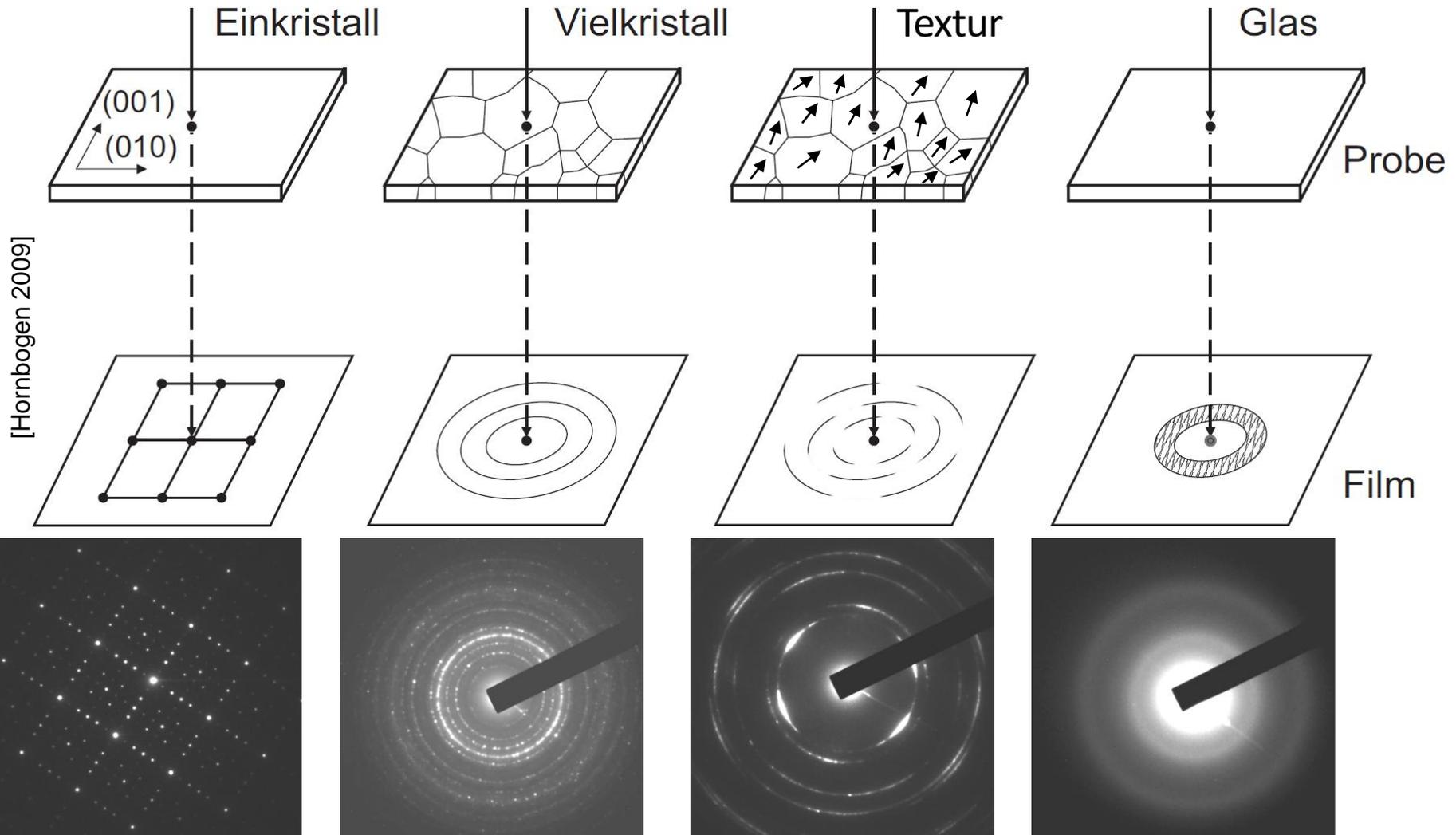
- Convergent Beam Electron Diffraction
- Ortsauflösung $\geq 10\text{nm}$
- Umfassendere kristallographische Information
- Bestimmung von: Raumgruppe, Probendicke, Gitterparameter, Burgers Vektoren

NBED



- Nano Beam Electron Diffraction
- Laterale Auflösung $\approx 1\text{nm}$ \rightarrow Gitterdefekte
- Beugungsanalyse von Nanomaterialien

4.1 SAED (SAD)

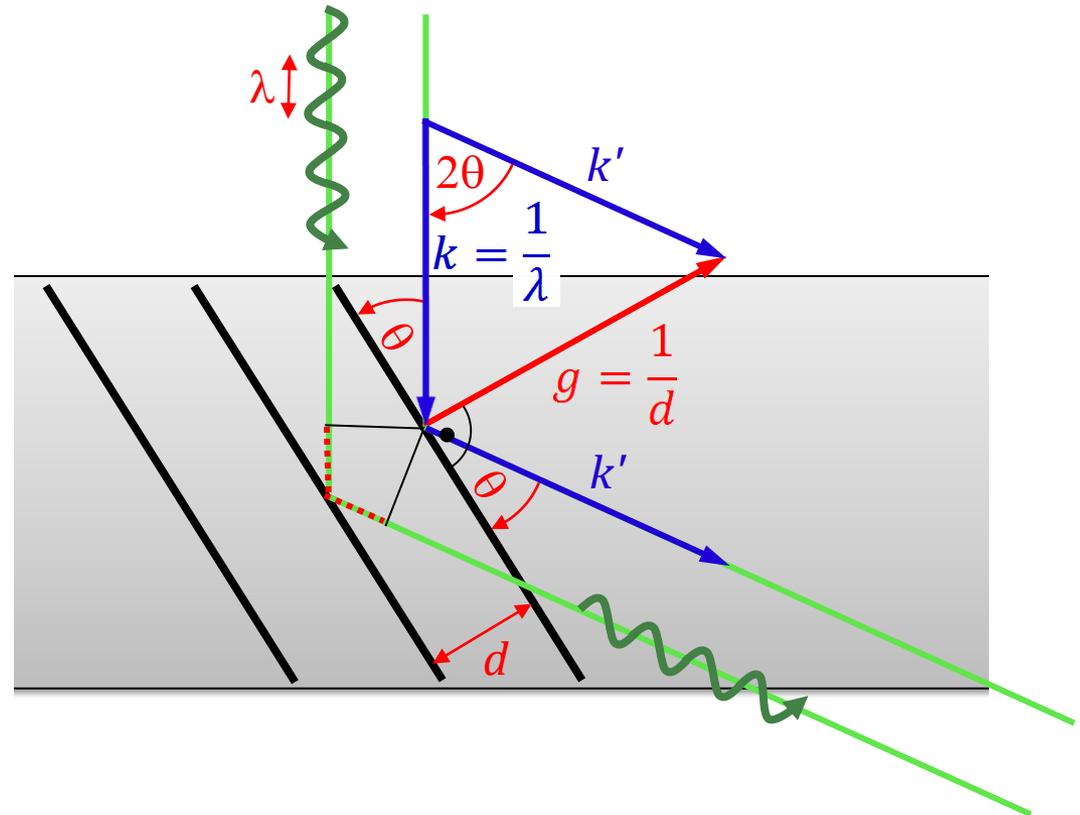


4.1 Bragg- und Laue-Bedingung

- Bragg:

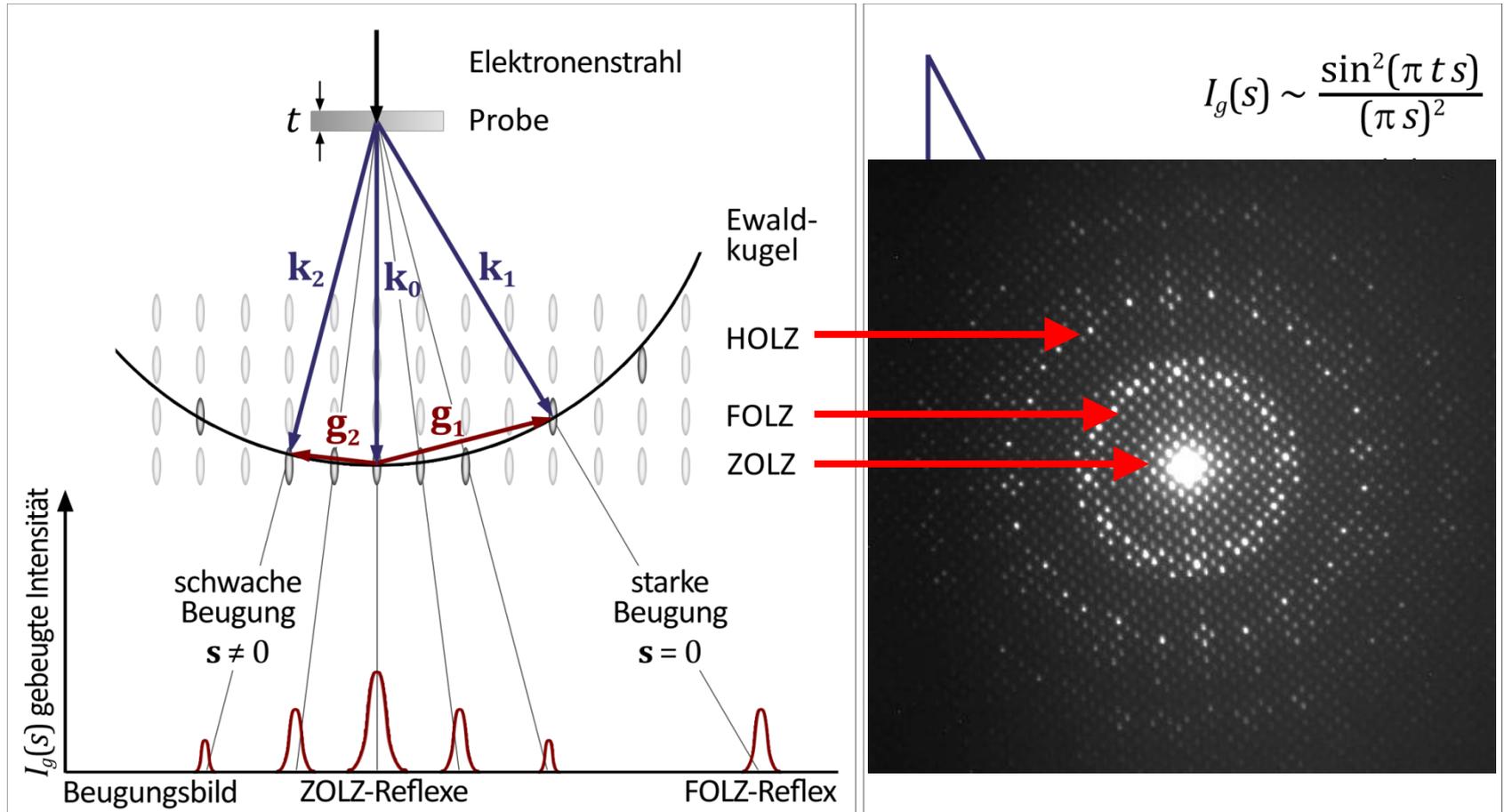
$$n\lambda = 2d \sin \theta$$
 realer Raum
- Laue:

$$k - k' = g$$
 reziproker Raum



→ Ewald-Kugel & reziprokes Gitter

4.1 Ewald-Kugel



- thin-foil effect: reziproke Gitterpunkte entarten zu Stäbchen entlang der Probendicke $t \rightarrow$ Anregungsfehler s

4.1 Strahlengang im Beugungs-Modus

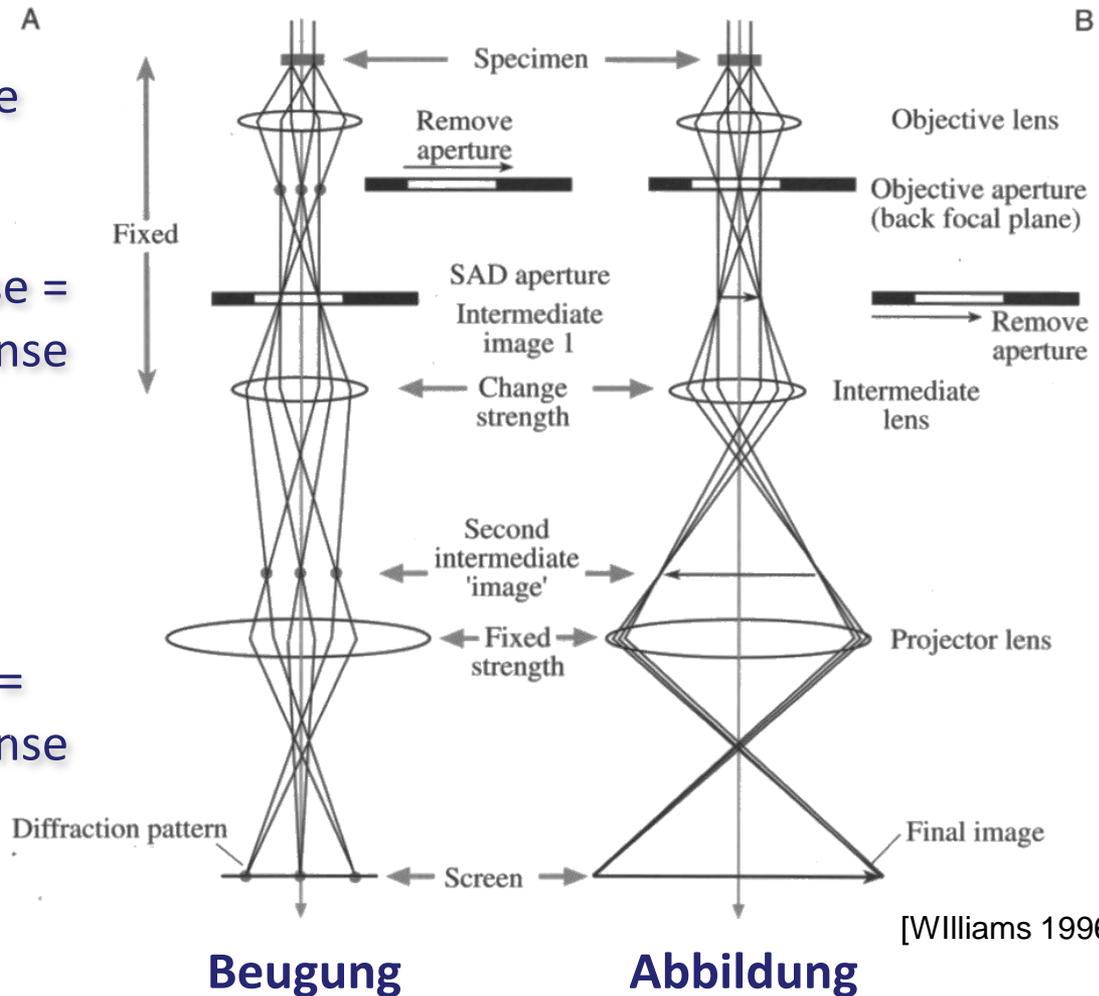
- Beugungsbild in hinterer Fokusebene der Objektivlinse

A) Beugungs-Modus

- Fokusebene d. Objektivlinse = Objektebene d. Zwischenlinse
- SAD-Blende bestimmt Bildausschnitt

B) Abbildungs-Modus

- Bildebene d. Objektivlinse = Objektebene d. Zwischenlinse
- Objektiv-Blende bestimmt Kontrast

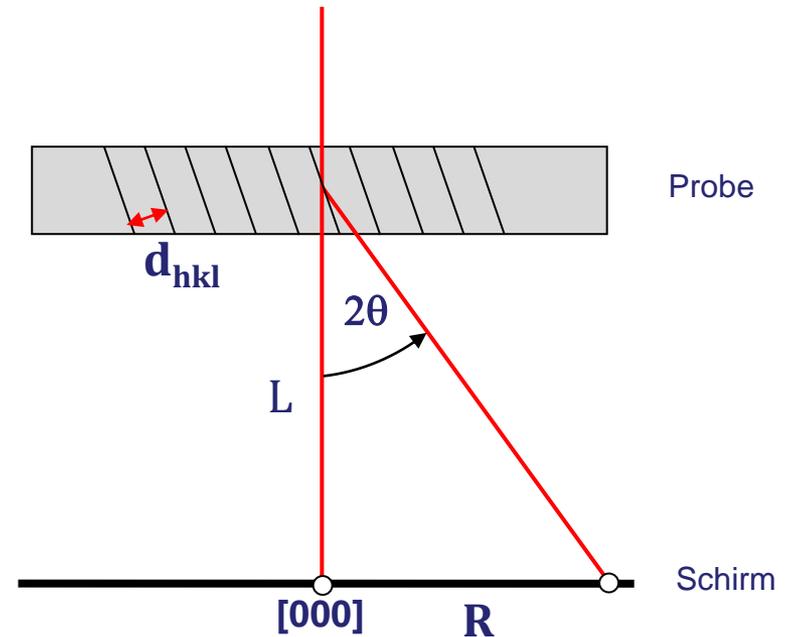


4.1 Indizieren von SADP

- Bestimmung von Netzebenenabständen d_{hkl}

$$d_{hkl} = \lambda \frac{L}{R}$$

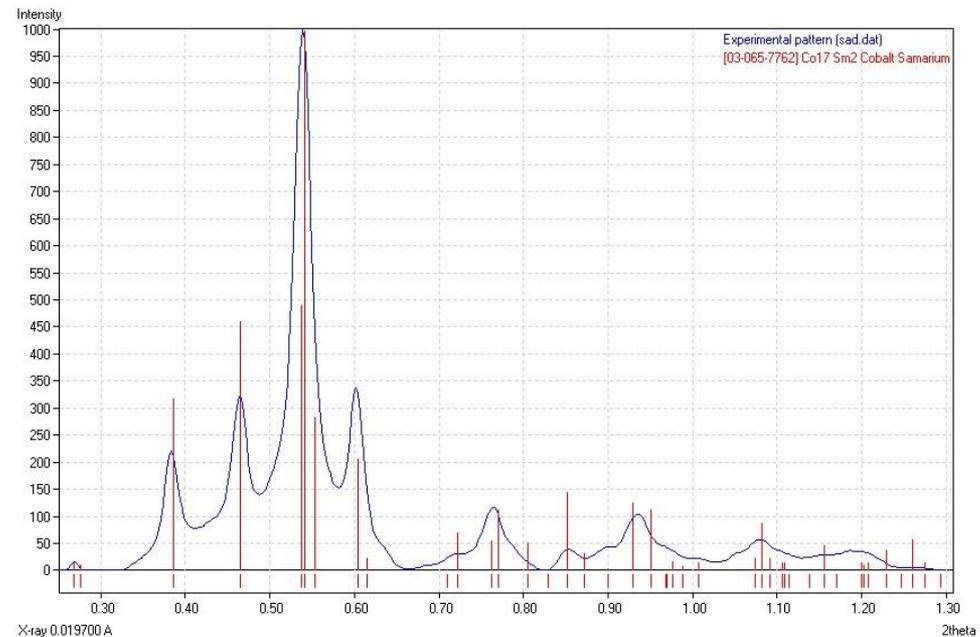
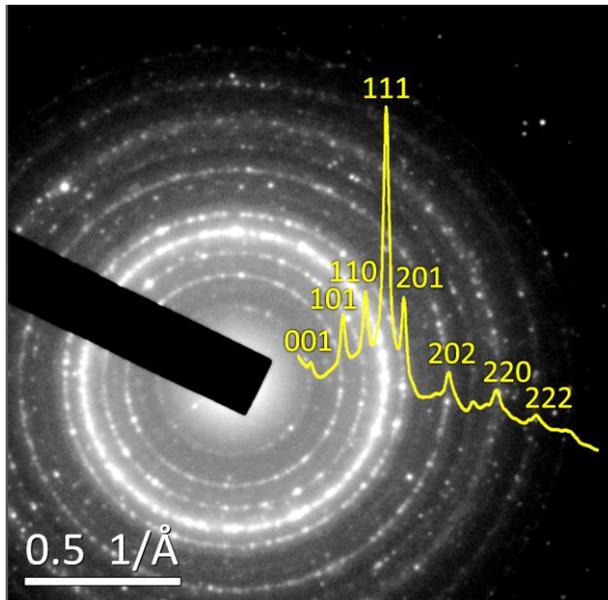
- Kameralänge L
 - Abhängig von Nachvergrößerung
 - wird über Beugungsstandard (mono-Si, poly-TiCl) bestimmt



- L ...Kameralänge (Abstand Probe-Schirm)
- R ...Entfernung Reflex zu direkten Strahl $[000]$
- d_{hkl} ...Netzebenenabstand

4.1 Indizieren von SAD-Ringmustern

- Zusammensetzung bekannt (EDS) → mögliche Kristallstrukturen eingrenzen
- d_{hkl} aus Ringradien bestimmen
- Vergleich mit Powder Diffraction Files (ICDD)



4.1 Indizieren von SAD-Punktmustern

- Ausnutzen von Winkeln φ und Längen g zum Ursprung [000]:
 - i. g -Vektoren d. rez. Gitters parallel zu Ebenennormalen des Raumgitters
 \rightarrow Winkel zwischen g -Vektoren = Winkel zwischen Ebenennormalen

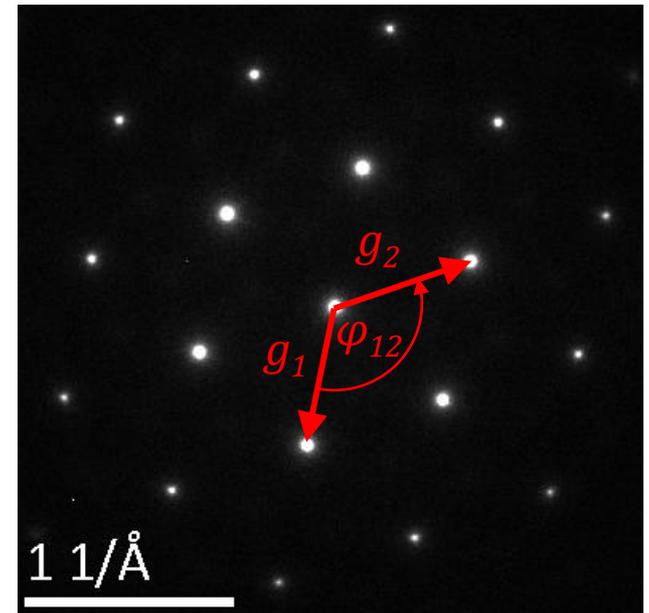
$$\cos \varphi = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2} \sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}}$$

- ii. Längen der Beugungsvektoren g bzw. deren Verhältnisse

$$|g| = \frac{1}{d_{hkl}} = \frac{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{a}$$

- iii. Normalenrichtung \rightarrow Kreuzprodukt

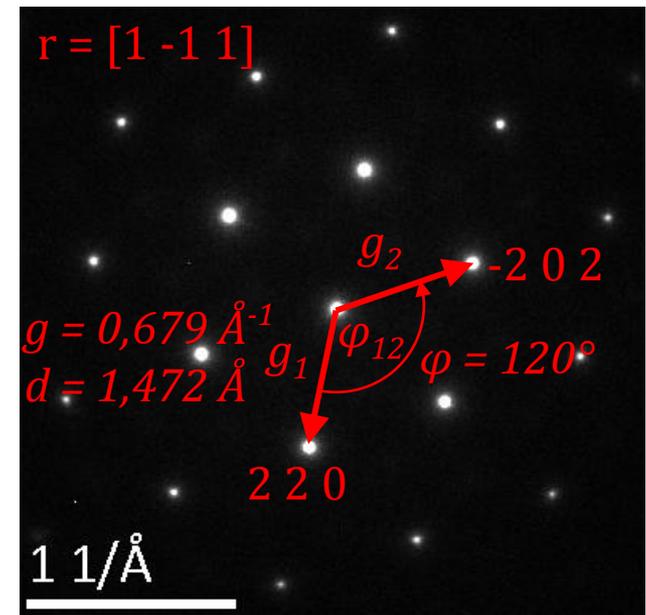
$$\vec{r} = \vec{g}_1 \times \vec{g}_2$$



4.1 Indizieren von SAD-Punktmustern

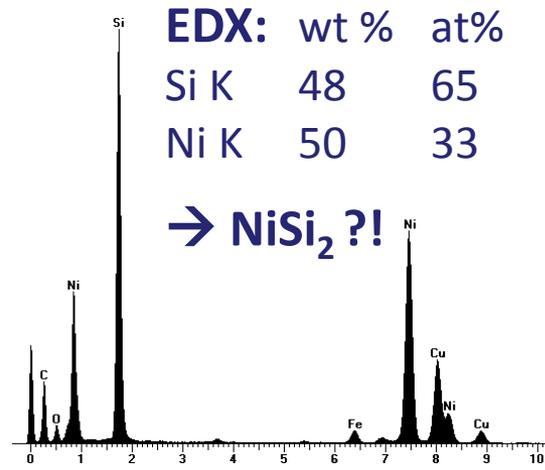
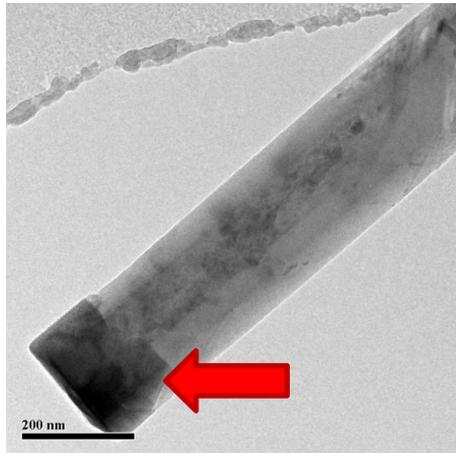
Vorgehensweise zum indizieren eines Punktmusters

- 1) Probe in niedrig indizierten Pol (Zonenachse) kippen → symmetrisches DP
- 2) $|g|$ bzw. d_{hkl} bestimmen → mit Liste vergleichen (Powder Diffraction Files)
alternativ: Längenverhältnisse bestimmen und vergleichen
→ Ebenenfamilie (Kandidaten)
- 3) erster Reflex: Indizierung ($h_1 k_1 l_1$) festlegen
- 4) Weitere Reflexe: Indizierung ($h_i k_i l_i$) über Winkelbeziehung φ_{1i} festlegen
→ *trial and error*
- 5) Normalenrichtung: Kreuzprodukt (rechte-Hand-Regel)



Phasenidentifikation mittels EDS & SAD

• Katalysatorpartikel an Si-Nanowire



Entry # 00-065-9452

Phase classification

Name	Nickel Silicide
Formula	NiSi ₂
Pearson symbol	cF12
Corundum factor	5.25
Quality	C (calculated)

Crystal structure

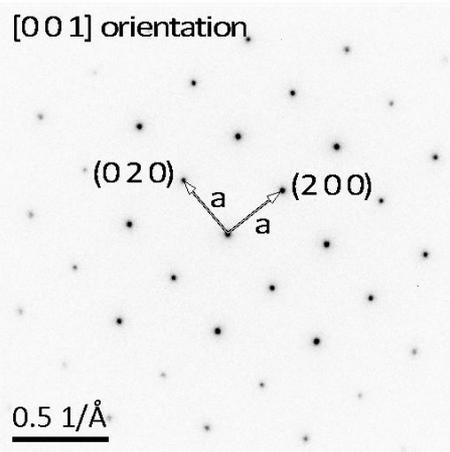
Published crystallographic data

Space group	Fm-3m (225)
Crystal system	cubic
Cell parameters	a=5.383 Å
Cell volume	155.98 Å ³
Z	4

Diffraction data

Published diffraction lines

d [Å]	Int.	hkl	Remark
3.10788	869	1 1 1	
2.6915	1	2 0 0	
1.90318	999	2 2 0	
1.62304	242	3 1 1	
1.55394	1	2 2 2	
1.34575	113	4 0 0	
1.23494	64	3 3 1	
1.20368	2	4 2 0	
1.0988	177	4 2 2	
1.03596	35	5 1 1	
		4 4 0	
		5 3 1	

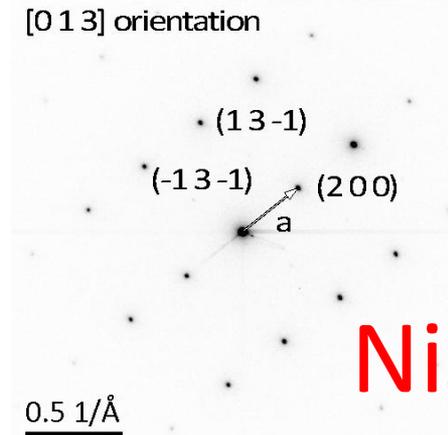


**Kippen entlang
a-Achse um ≈18°**

→

**berechneter
Winkel([001],[013])
= 18,43°**

←

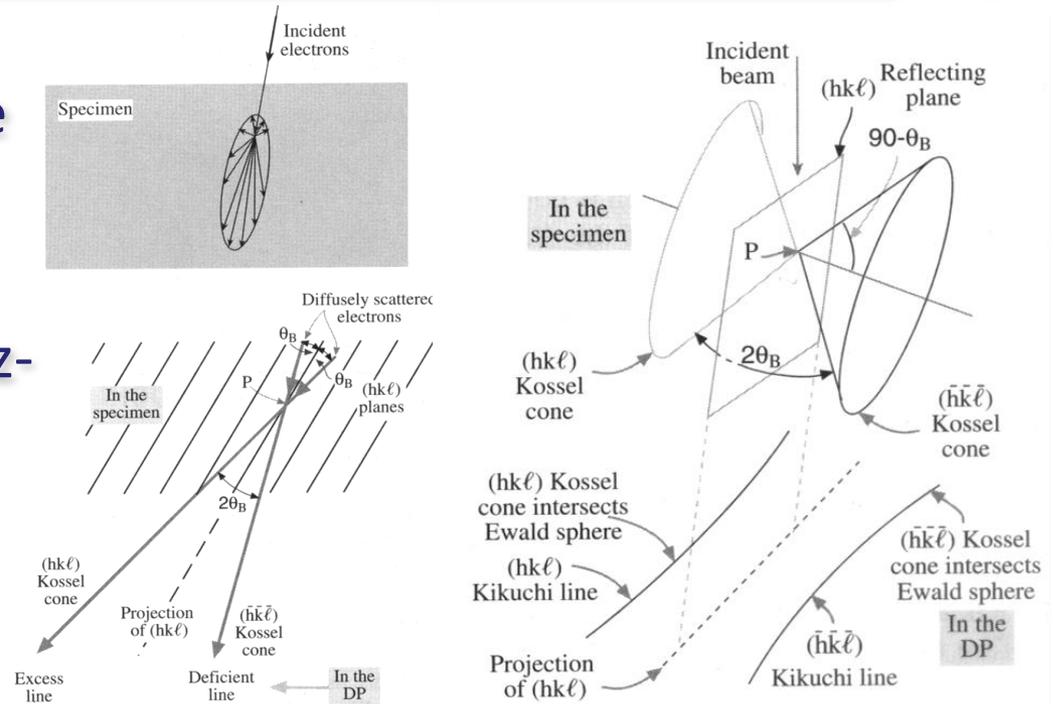


NiSi₂ !!!

[Molnar et al. NanoLett 2013]

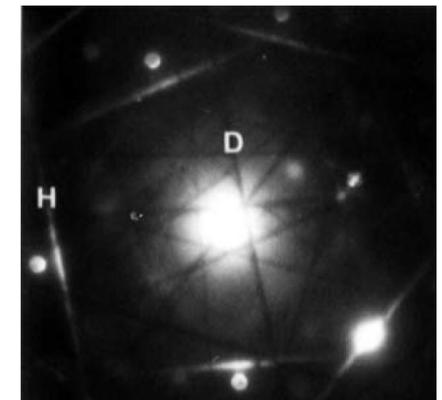
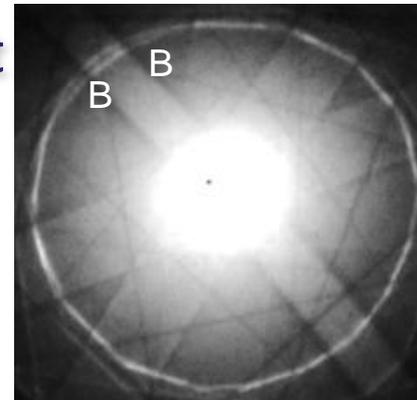
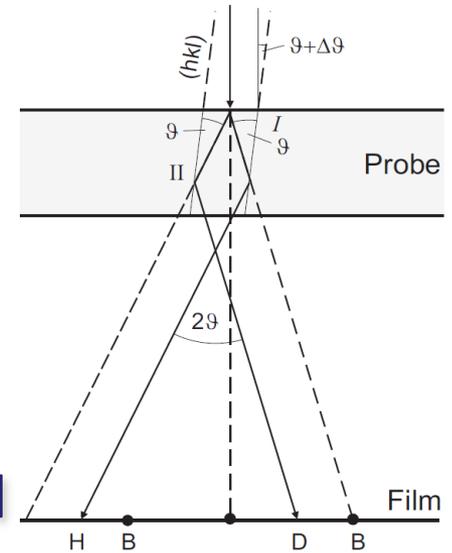
4.2 Kikuchi-Beugung

- dickere Probenbereiche
→ diffuse Streuung
- einige gestreute e^- mit Bragg-Winkel θ_B zu Netzebenen → Beugung
- 2 Beugungskonusse (Kossel-Konusse) pro Netzebene
- Konusse schneiden Schirm nahe optischer Achse (θ klein)
→ 2 parallele Kikuchi-Linien im Beugungsbild
- Spur der beugenden Netzebene genau mittig zwischen Kikuchi-Linien



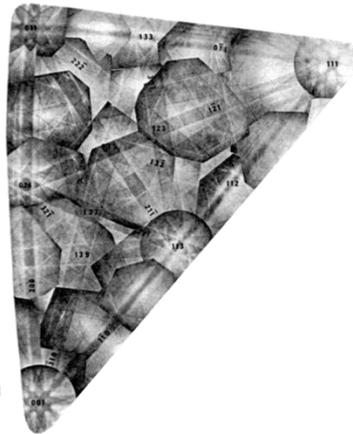
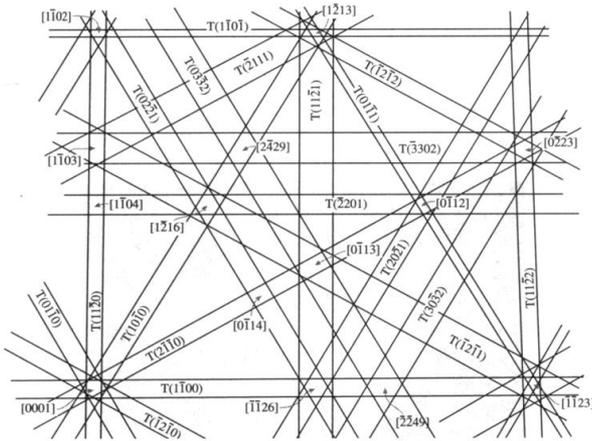
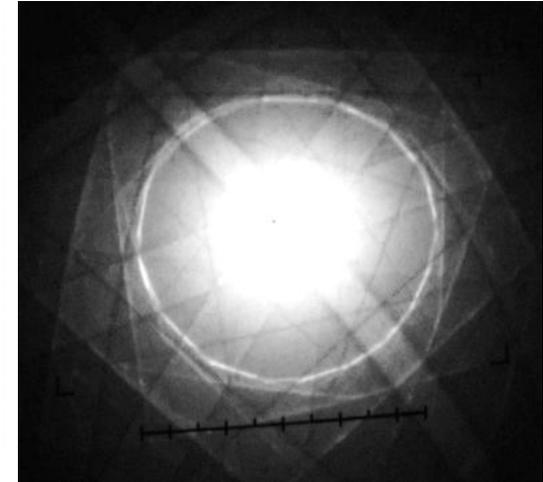
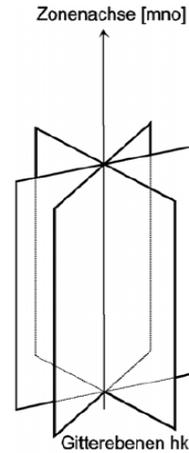
4.2 Kikuchi-Linien

- Abstand zwischen Linienpaar = $g = 1/d$
- Deficient Lines (D) :
dunkel, näher am direkten Strahl
- Excess Lines (H) :
hell, weiter weg von direkten Strahl
- Ursache: gestreute e^- , die näher am direkten Strahl sind, haben höhere Intensität, werden aber weiter weg gebeugt
- Kikuchi Band (B):
Linienpaar gleich nah am direkten Strahl \rightarrow Netzebene genau senkrecht zu Schirm



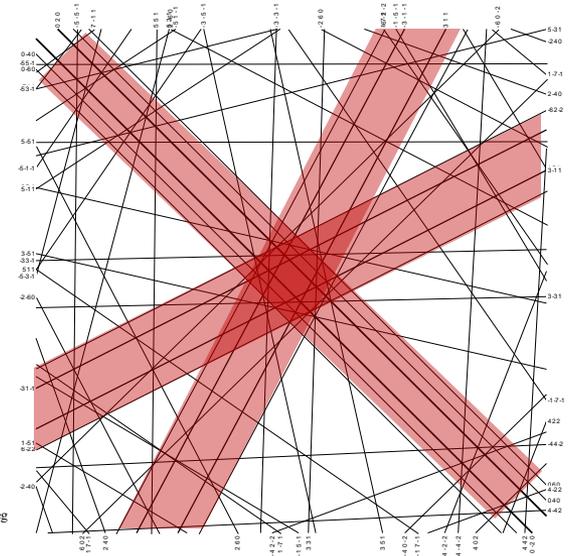
4.2 Orientieren mit Kikuchi-Beugung

- Kikuchi-Maps
 - Bestimmung der Kristallorientierung
 - Kipp-Experimente im TEM, mit Hilfe simulierter Muster



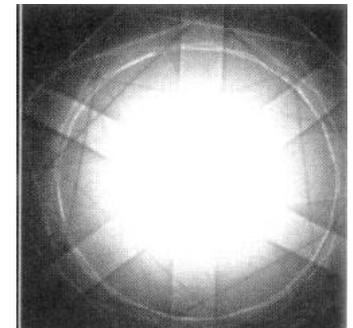
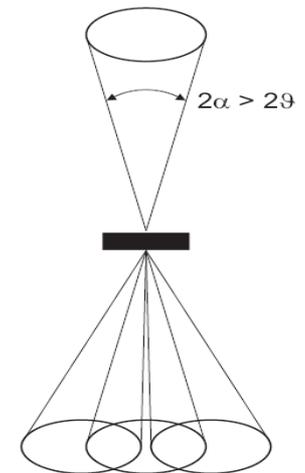
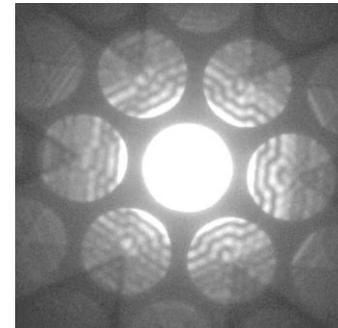
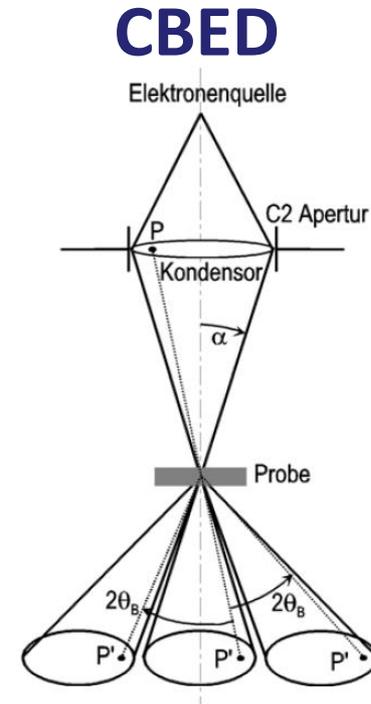
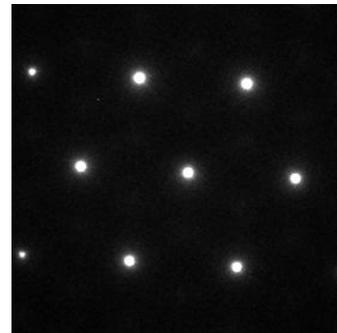
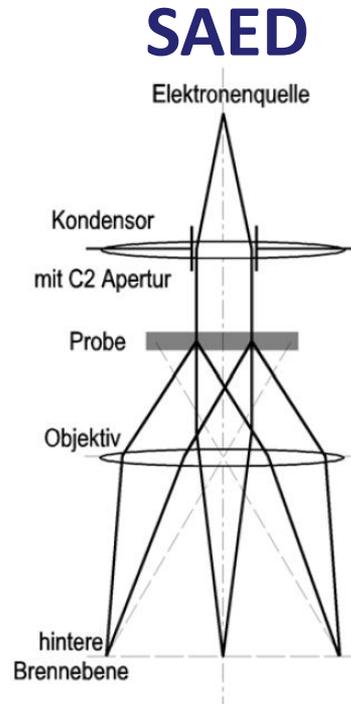
- Für EBSD in REM genutzt (Rückwärtsstreuung)

Nickel
Face Centered Cubic
a = 0.3590 nm
b = 0.3590 nm
c = 0.3590 nm
α = 90.000 deg
β = 90.000 deg
γ = 90.000 deg
Acc.Volt : 300 kV
Incident Direction
[-0.317 0.001 0.949]
Horizontal Direction
(0.668 0.710 0.222)
Angular Range : 7.24021 deg
Min. Spacing : 0.05 nm

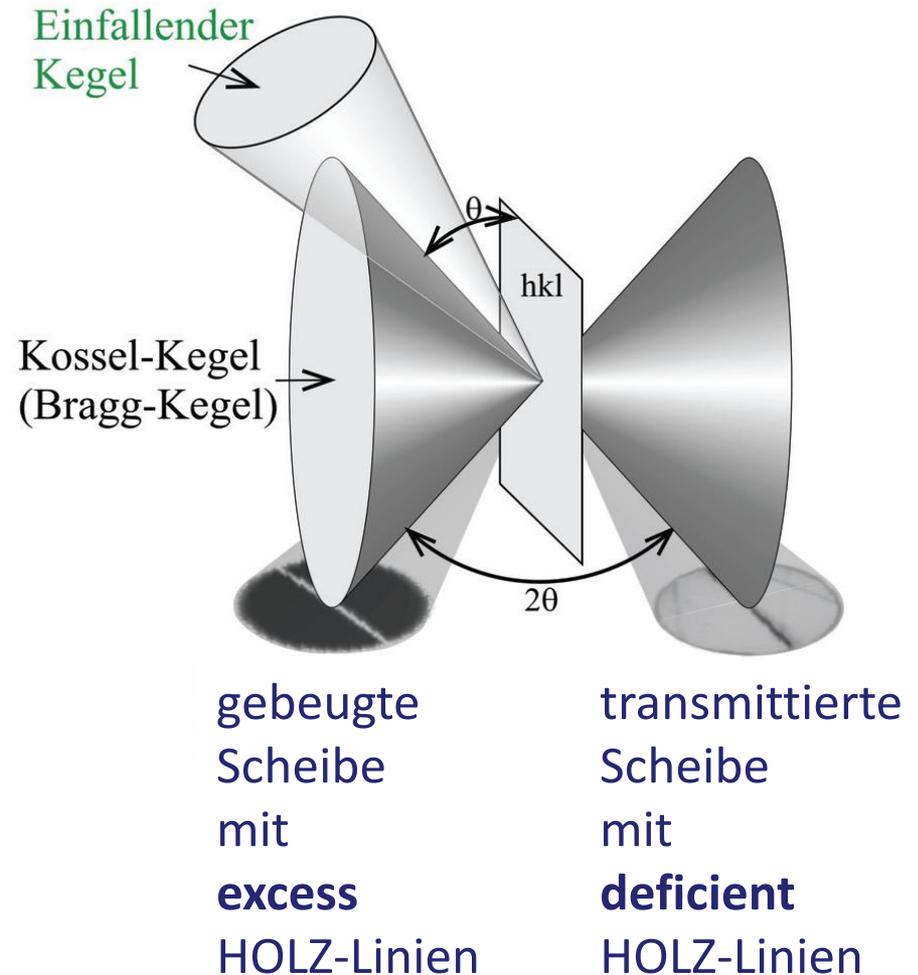


4.3 CBED konvergente Beugung

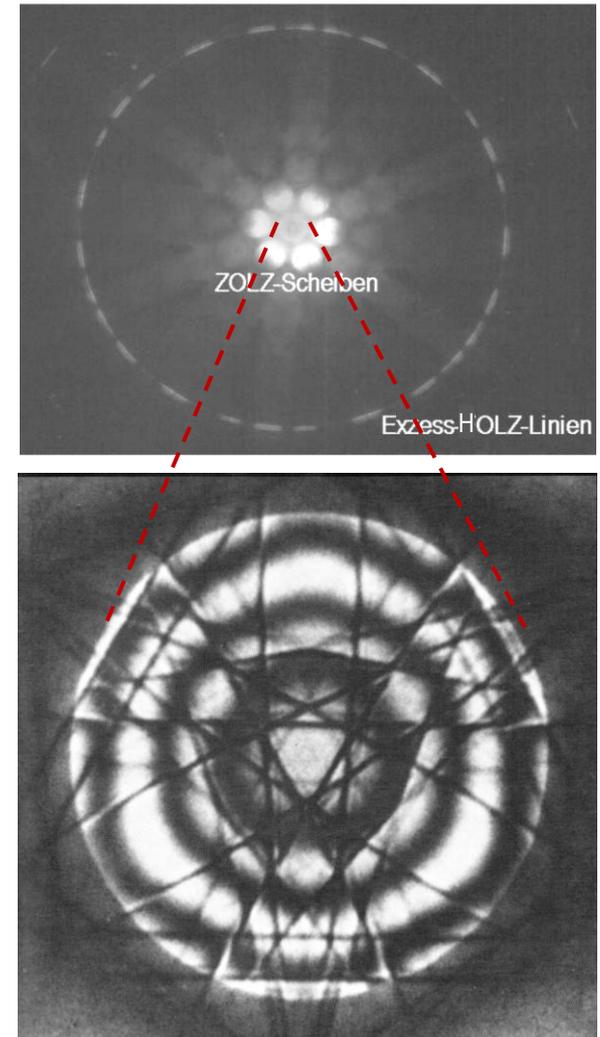
- konvergente Beleuchtung
 - Reflexe werden zu Beugungsscheiben
 - Durchmesser der Beugungsscheiben wird durch Konvergenzwinkel α bestimmt



- Strahlkegel wird durch Konvergenz schon angeboten
→ für Linienmuster keine diffuse Streuung im Material nötig
- Netzwerk feiner Linien innerhalb der Beugungsscheiben
→ HOLZ-Linien (High Order Laue Zone)

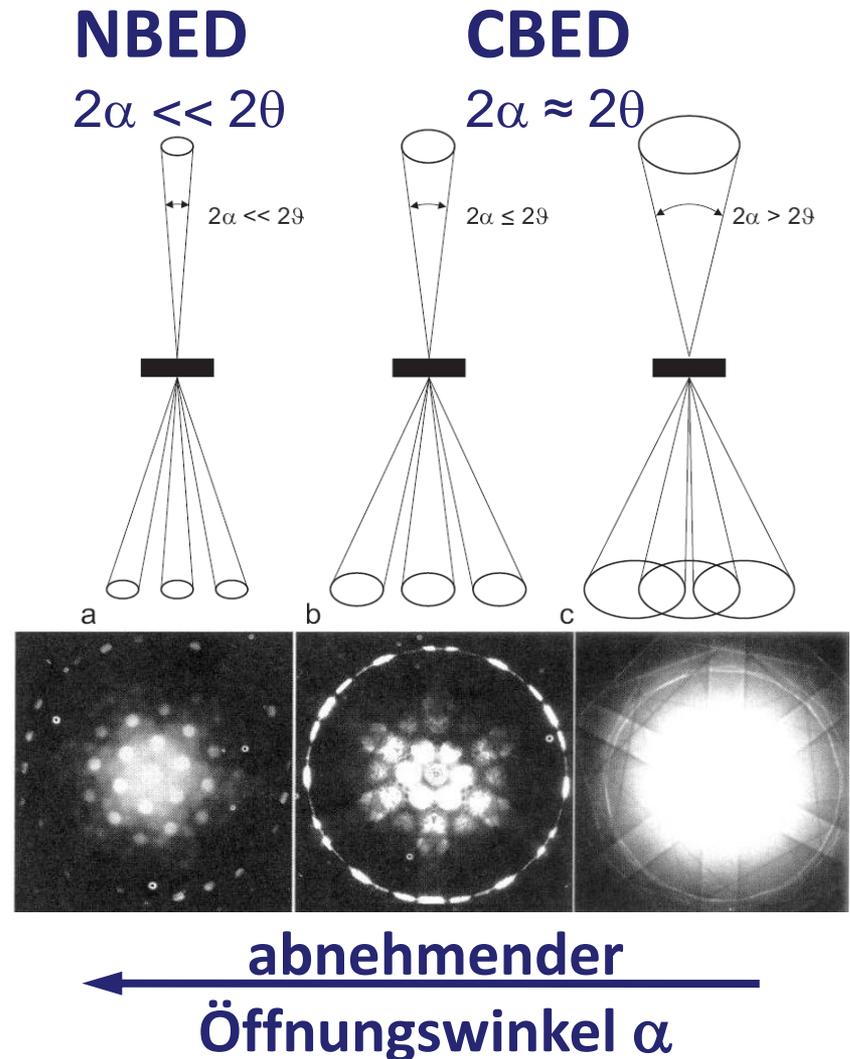


- **deficient-HOLZ-Linien:**
in HOLZ-Reflexe (Excess-HOLZ-Linien)
gebeugte Intensität fehlt in der
zentralen Scheibe
→ zentrale Scheibe enthält Information
höherer Beugungsordnungen
- Bestimmung von:
 - Punkt- bzw. Raumsymmetrie
 - Probendicke
 - präzise Gitterparameter
 - mech. Spannungen (Gitterdefekte)

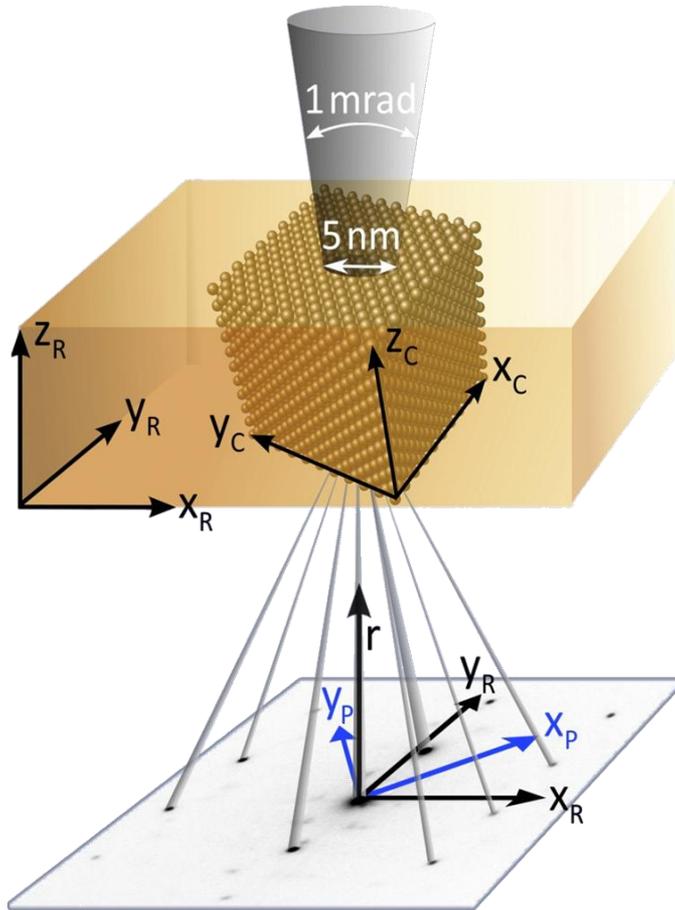


4.4 NBED Nano Strahl Beugung

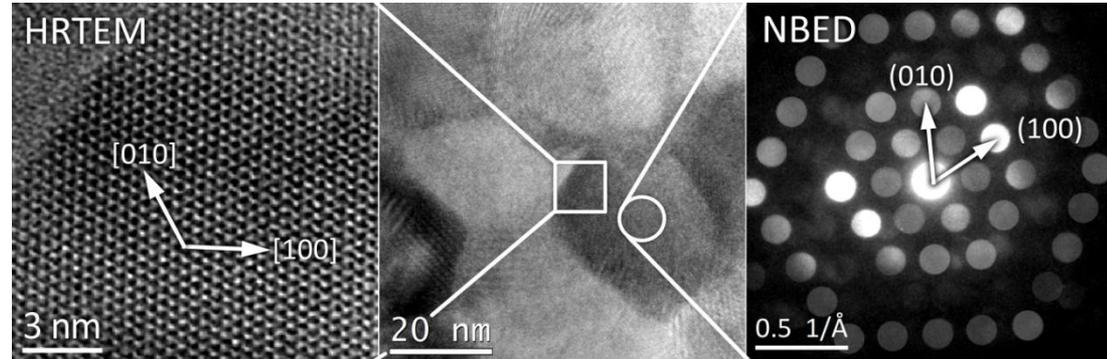
- maximale laterale Auflösung $\leq 1\text{nm}$
- Öffnungswinkel $2\alpha \ll 2\theta$
 $\approx 1\text{ mrad} = 0,06^\circ$
- Übergang zu Punkt-Beugungsmuster
- Beugungsscheiben ohne HOLZ-Linien



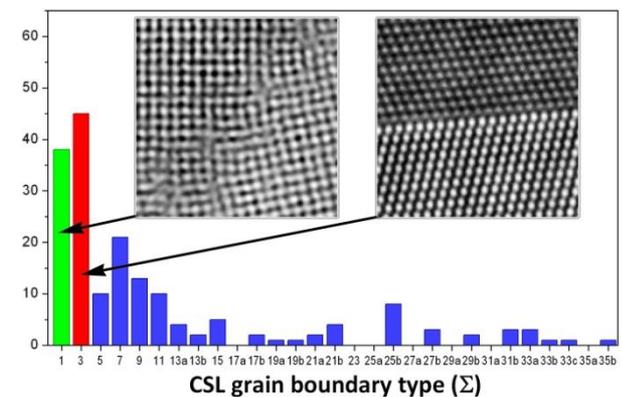
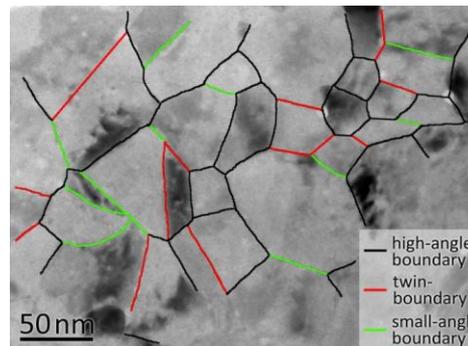
4.4 NBED



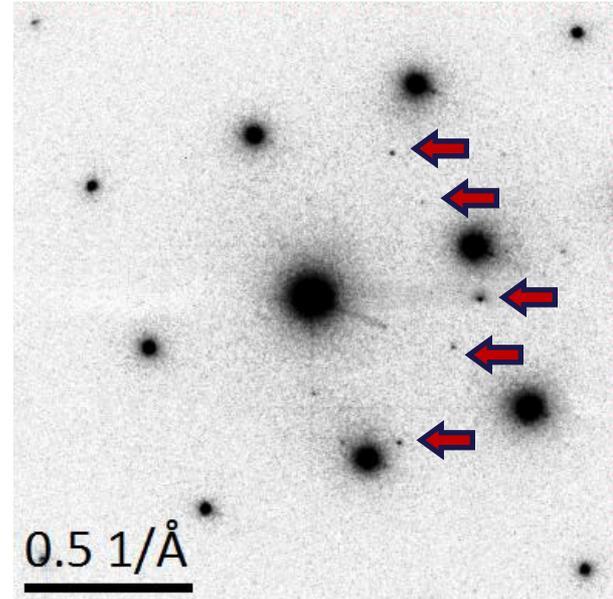
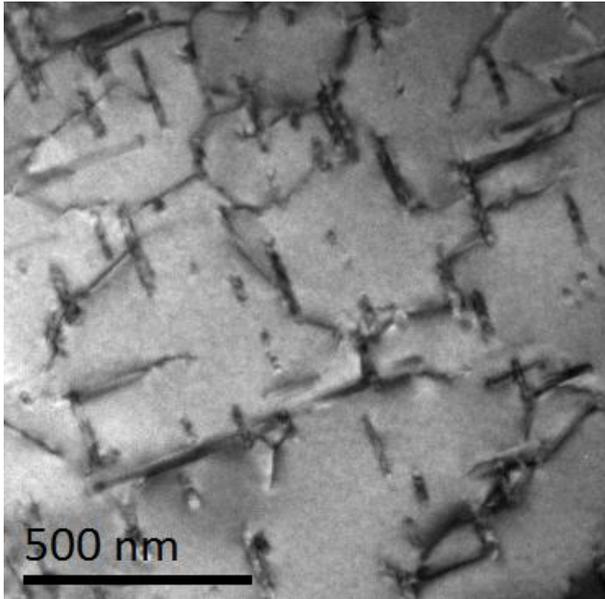
[Seyring et al. ACSNano 2011]



- Strahldurchmesser $\geq 1\text{ nm}$
 \rightarrow Beugungsanalyse mit lateraler Auflösung $\approx 2\text{ nm}$

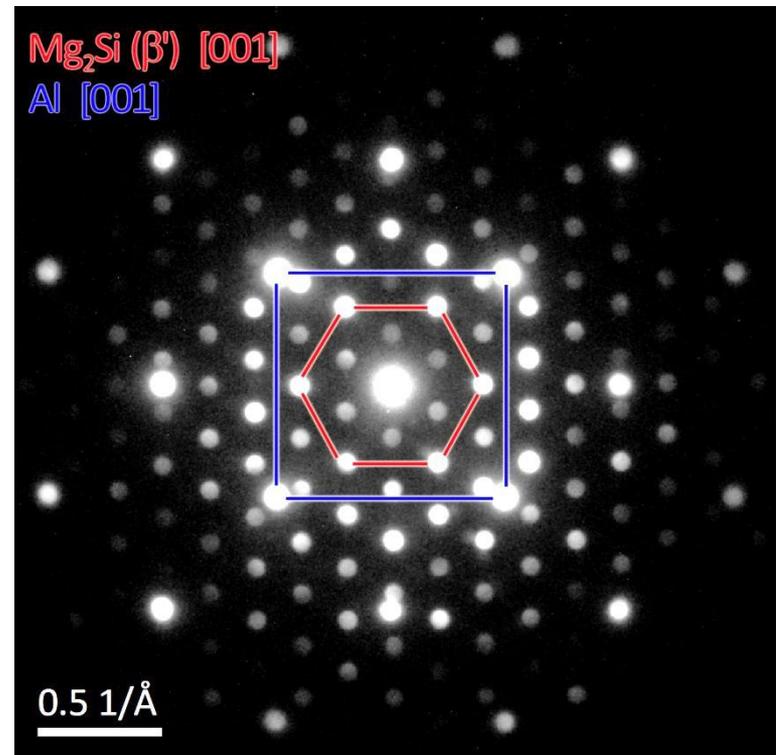
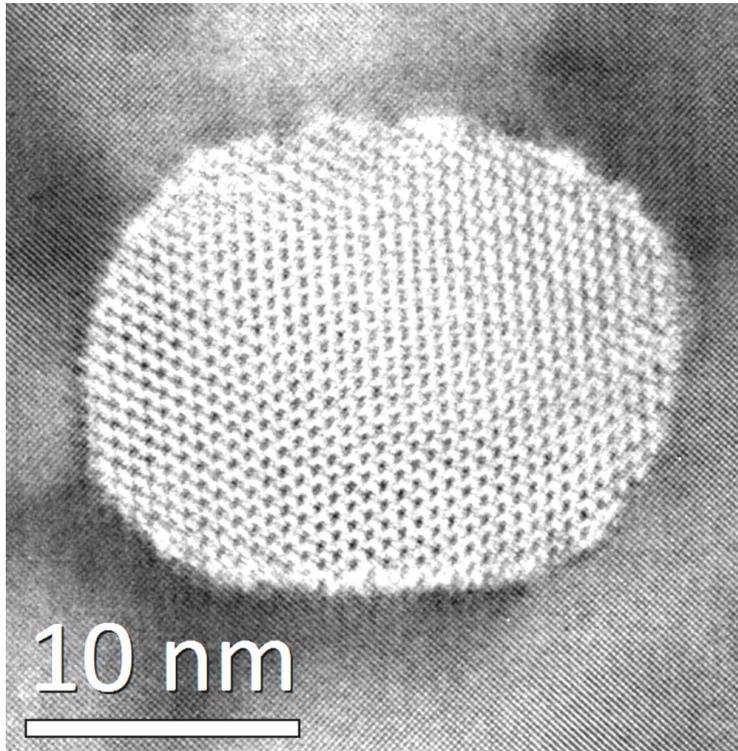


4.4 Ausscheidungen in Al-Mg-Si



- geringer Volumenanteil der Mg_2Si Ausscheidungen
→ ermöglicht keine Phasenanalyse per SAD

4.4 Ausscheidungen in Al-Mg-Si



[Seyring et al. Pract.Met. 2012]

- Ausscheidungen: hexagonale β' -Phase
- $[001]_{Al} \parallel [001]_{\beta'}$; $(220)_{Al} \parallel (100)_{\beta'}$