

**MÖGLICHKEITEN ZUR BESTIMMUNG VON
LINSENFEHLERN UND STRUKTURFAKTOREN IN DER
TRANSMISSIONSELEKTRONENMIKROSKOPIE**

Andreas Thesing

**Diplomarbeit im Fach Physik
Physikalisches Institut der
Westfälischen Wilhelms-Universität Münster**

April 1999

INHALTSVERZEICHNIS

1. EINLEITUNG	3
2. THEORIE	5
2.1. Linsenfehler	5
2.1.1. Sphärische Aberration	5
2.1.2. Chromatische Aberration	10
2.1.3. Astigmatismus	11
2.1.4. Koma	12
2.2. Theorie der Bildentstehung	14
2.2.1. Zusammenhang zwischen Übertragungsfunktion und Diffraktogramm	14
2.2.2. Berücksichtigung der partiellen Kohärenz	20
2.2.3. Berücksichtigung von Astigmatismus und Koma in der Übertragungsfunktion	22
2.2.4. Ziel der Diffraktogrammauswertung	25
3. EICHUNG VON KAMERALÄNGEN, VERGRÖßERUNGEN UND RAUMFREQUENZEN	27
3.1. Eichgrößen im Beugungsmodus: Bestimmung von Kameralängen	27
3.2. Eichung der Vergrößerung und der Raumfrequenzen	31
4. DIFFRAKTOGRAMMAUSWERTUNG UND BESTIMMUNG VON LINSENFEHLERN	40
4.1. Methode zur Bestimmung der sphärischen Aberration und des Defokus	40
4.2. Probleme bei der Diffraktogrammauswertung	44
4.2.1. Fehlinterpretationen von lokalen Maxima und Minima	44
4.2.2. Einfluß der Einhüllenden	48
4.2.3. Meßunsicherheiten der Kanäle	52
4.2.4. Abhängigkeit vom Defokus	53
4.2.5. Numerierung n_i und Defokusrasten-Bestimmung	63
4.3. Ergebnisse für die sphärische Aberration und die Defokusrasten-Übersetzung	64
4.4. Verfahren zur Bestimmung des Astigmatismus und der Koma	67
5. BESTIMMUNG VON STRUKTURFAKTOREN	69
5.1. Theorie	69
5.2. Bestimmung des Strukturfaktors	71
5.3. Kontrolle der sphärischen Aberration	78
6. ZUSAMMENFASSUNG	80
ANHANG	82

LITERATURVERZEICHNIS

84

DANKSAGUNG

86

1. EINLEITUNG

In der Transmissionselektronenmikroskopie wird die Intensitätsverteilung in der Bildebene sowohl durch probenabhängige, als auch durch geräteabhängige Beiträge bestimmt. Der Einfluß des Gerätes kann im Rahmen einer linearen Übertragungstheorie in Form einer Übertragungsfunktion beschrieben werden. Sie enthält die Linsenfehler des Mikroskops.

Die Analyse von Diffraktogrammen, die sich aus der Fourier-Transformation der Bildintensität berechnen lassen, ermöglicht die Bestimmung der Übertragungsfunktion und der Linsenfehler. Bei Verwendung von dünnen Proben, die die schwache Phasenobjekt-Näherung erfüllen, faktorisiert die Diffraktogramm-Intensität in einen geräteabhängigen und einen probenabhängigen Anteil, der mit dem Atomformfaktor und dem Strukturfaktor Strukturinformationen enthält. Der geräteabhängige Anteil ist das Betragsquadrat der Übertragungsfunktion, welche aus einer Einhüllenden und einer oszillierenden Funktion besteht. Letztere ist von den Linsenfehlern abhängig.

Ziel dieser Arbeit ist es, durch die Bestimmung der sphärischen Aberration und der Defokussierung am JEOL JEM-3010 und am ZEISS EM 902 die betreffenden Übertragungsfunktionen zu charakterisieren. Dabei werden zwei Methoden verwendet, die auf der Diffraktogrammauswertung basieren. Die erste geht von der Verwendung ideal amorpher Proben aus, die nur aus einem Element bestehen. Das hat zur Folge, daß der oszillierende Charakter in dem Diffraktogramm allein der Übertragungsfunktion zugesprochen wird. Der probenabhängige Anteil der Diffraktogramm-Intensität hat darauf dann keinen Einfluß. Die Auswertung der Abfolge von hoher und niedriger Intensität dient dabei zur Bestimmung der sphärischen Aberration und des Defokus. Dieses Verfahren nimmt den Hauptteil der Arbeit ein.

In der zweiten Methode geht man von realen amorphen Proben aus. Das Diffraktogramm kann aber durch Division durch ein Beugungsdiagramm zu der betreffenden Probe von der Strukturinformation befreit werden. Das Resultat hängt dann bei Erfüllung der schwachen Phasenobjekt-Näherung nur von Geräteparametern ab und dient zur quantitativen Bestimmung der Übertragungsfunktion. Dabei weist es ein oszillierendes Intensitätsprofil auf, aus dem sich die Linsenfehler berechnen lassen. Für die Durchführung dieser Arbeiten wurden elastisch gefilterte Bilder dünner Proben aus Kohlenstoff und Germanium aufgenommen.

1. EINLEITUNG

Ist die Übertragungsfunktion bekannt, so ist es möglich über die Division von Diffraktogrammen durch diese Funktion den Strukturfaktor zu ermitteln.

2. THEORIE

2.1. Linsenfehler

2.1.1. Sphärische Aberration

Die sphärische Aberration wirkt sich bei einer Linse in der Art aus, daß Strahlen, die einen Winkel ϑ mit der optischen Achse einschließen, mit steigendem ϑ stärker fokussiert werden (siehe Abb. 2.1) [Rei 97]. Die Elektronen schneiden dann die Gauß'sche Bildebene in einem Abstand

$$r_s = c_s \vartheta^3 M \quad (2.1)$$

vom paraxialen Bildpunkt, wobei c_s der sphärische Aberrationskoeffizient und M die Vergrößerung ist. Dementsprechend wird bei einem Öffnungswinkel α_0 ein Objektpunkt in der Gauß'schen Bildebene als Scheibe mit dem Durchmesser

$$d_{s,G} = 2c_s \alpha_0^3 M \quad (2.2)$$

abgebildet. Das Bündel aller durch die Linse laufenden Strahlen nimmt dabei hinter ihr in der sogenannten Ebene der geringsten Zerstreuung einen minimalen Durchmesser von

$$d_{s,\min} = 0,5c_s \alpha_0^3 M \quad (2.3)$$

an. Die Größenordnung von c_s liegt in der Regel bei 0,5 - 2 mm.

Abb. 2.1 verdeutlicht die Abbildungsverhältnisse bei einer Linse mit sphärischer Aberration. Vom Objektpunkt P geht eine gestreute Kugelwelle aus, die konzentrische Wellenfronten gleicher Phase aufweist. Durch eine ideale Linse (Linse ohne sphärische Aberration) würden die Phasen so verschoben, daß hinter ihr eine Kugelwelle entstehen würde, die auf den Punkt P', den Bildpunkt in der Gauß'schen Bildebene, zulaufen würde. Die Elektronen-Trajektorien stehen gemäß den Gesetzen der geometrischen Optik senkrecht auf den Wellenfronten, so daß im Falle einer Linse mit sphärischer Aberration die Wellenfronten hinter ihr im Außenbereich stärker gekrümmt sind, da Strahlen mit größerem ϑ stärker fokussiert werden als bei einer idealen Linse.

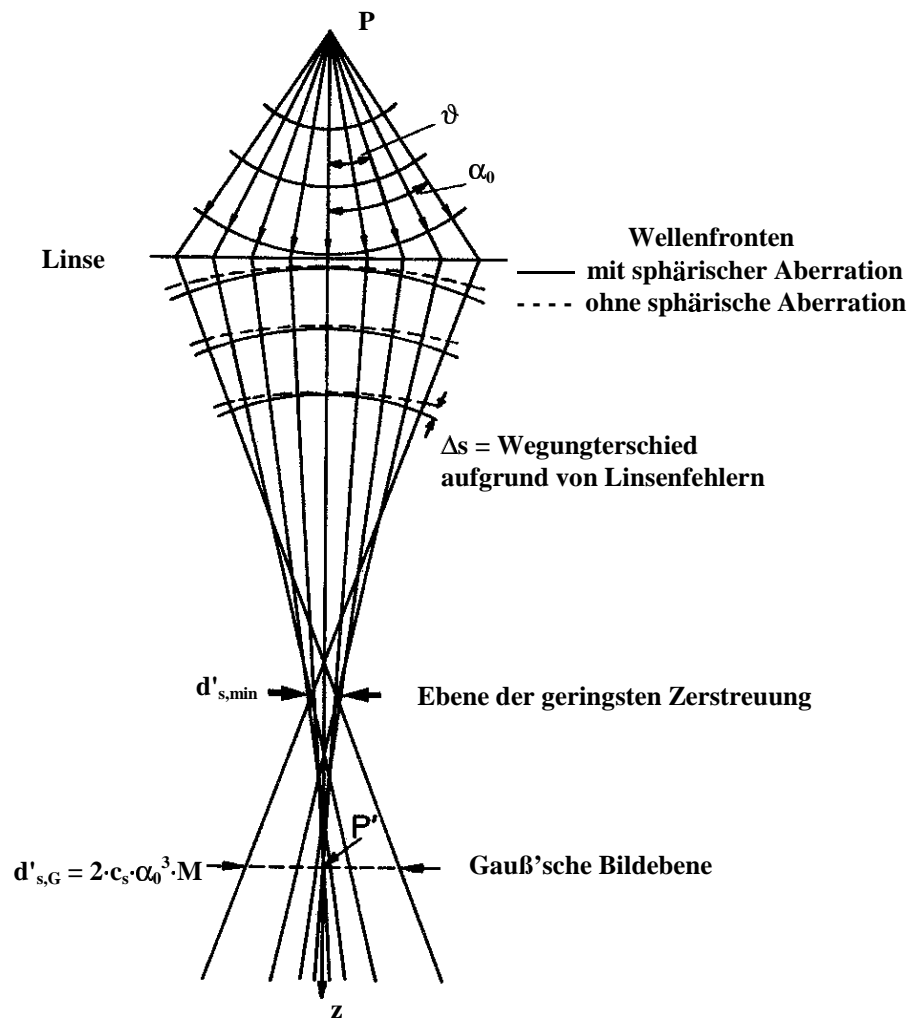


Abb. 2.1) Elektronen-Trajektorien und Wellenfronten bei einer Linse mit sphärischer Aberration (vgl. [Rei 97])

Zwischen den Wellenfronten hinter einer realen Linse und denen hinter einer (hypothetisch) idealen Linse existiert ein optischer Wegunterschied Δs (siehe Abb. 2.1). Dieser wird aber nicht nur durch die sphärische Aberration, sondern auch durch eine Defokussierung der Linse beeinflusst. Diese kann sowohl durch eine Verschiebung Δa der Probe, als auch durch eine Änderung Δz der Brennweite f erreicht werden. Um einen Ausdruck für die Phasenverschiebung bei einer Wellenlänge λ

$$\chi(\vartheta) = \frac{2\pi}{\lambda} \Delta s \quad (2.4)$$

2. THEORIE

zu finden, die durch den optischen Wegunterschied Δs verursacht wird und vom Streuwinkel ϑ abhängt, betrachtet man Abb. 2.2. In ihr werden die Strahlengänge in einer ideal

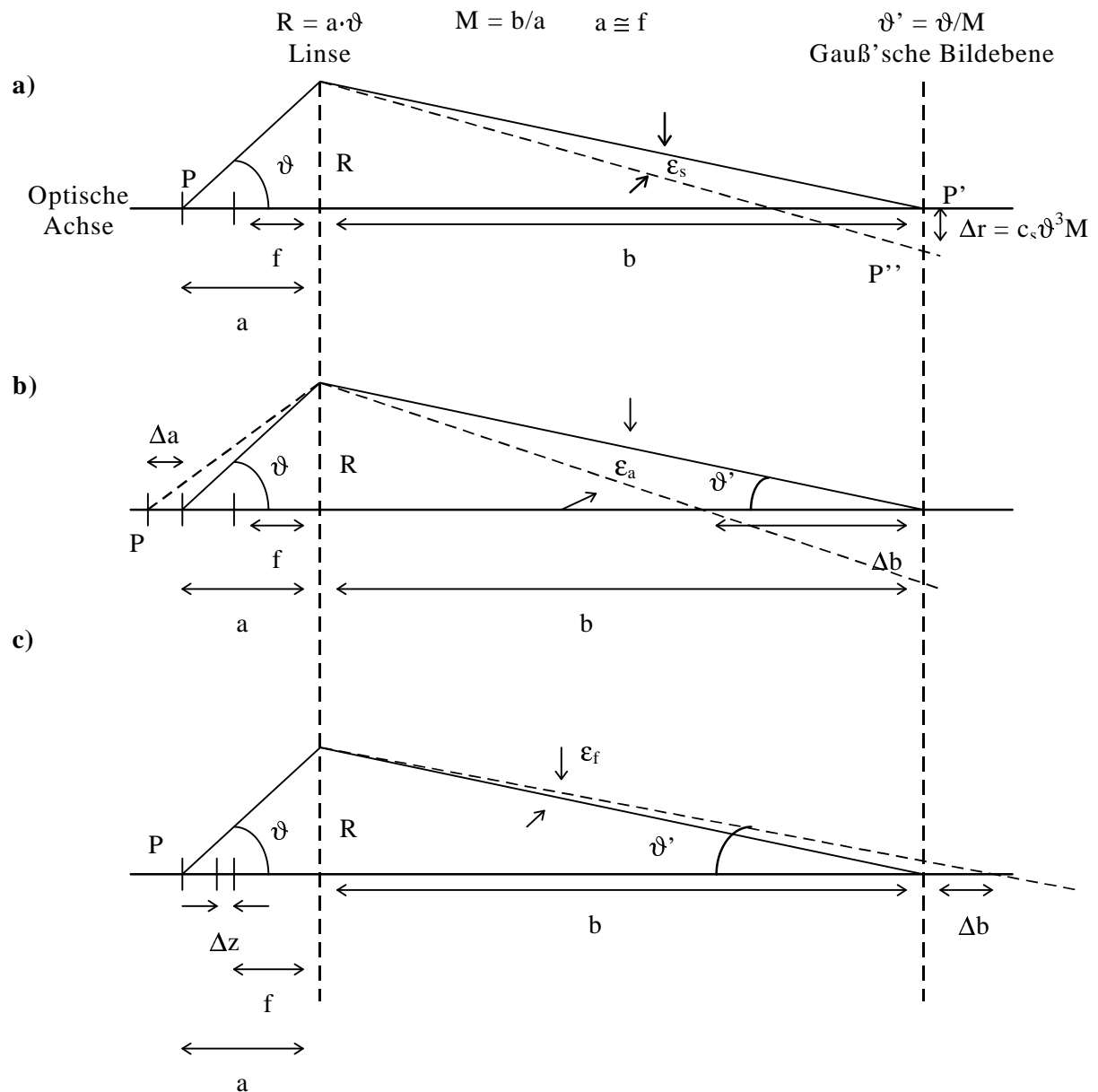


Abb. 2.2) Winkelabweichungen ε zwischen Strahlen hinter einer idealen Linse ($c_s = 0$, $\Delta a = 0$, $\Delta z = 0$) und einer realen Linse, die bei a) durch eine sphärische Aberration $c_s \neq 0$, bei b) durch eine Verschiebung $\Delta a \neq 0$ der Probenposition und bei c) durch eine Veränderung $\Delta z \neq 0$ der Brennweite verursacht werden

(— : Strahlengang hinter einer idealen Linse,
 - - - : Strahlengang hinter Linse mit $c_s \neq 0$ bzw. $\Delta a \neq 0$ bzw. $\Delta z \neq 0$)

2. THEORIE

eingestellten Linse ($c_s=0$, $\Delta z=0$, $\Delta a=0$) und einer Linse mit bestimmten Linsenfehlern ($c_s \neq 0$ bzw. $\Delta a \neq 0$ bzw. $\Delta z \neq 0$) verglichen. Es wird dargelegt, wie ein Strahl vom Punkt P auf der Probe ausgeht und die Linse im Abstand $R \approx a \cdot \vartheta$ (ϑ liegt in der Größenordnung von 10 mrad) von der optischen Achse erreicht. Besitzt die Linse keine sphärische Aberration und betragen Δz und Δa Null, schneidet der Strahl die optische Achse in der Gauß'schen Bildebene im Punkt P', liegt aber eine sphärische Aberration vor, trifft er die Gauß'sche Bildebene im Punkt P'', der von P' den Abstand

$$\Delta r = c_s \cdot \vartheta^3 \cdot M$$

hat. Es liegt demnach eine Winkelabweichung ε_s zwischen diesen beiden Strahlen vor.

Aus Abb. 2.2 läßt sich ε_s für eine gegebene sphärische Aberration ableiten. Es gilt

$$\varepsilon_s \approx \frac{\Delta r}{b} = c_s \vartheta^3 \frac{M}{b}.$$

Setzt man darin die Relationen

$$\vartheta = \frac{R}{a}, \quad M = \frac{b}{a} \quad \text{und} \quad a \cong f$$

ein, ergibt sich

$$\varepsilon_s = c_s \frac{R^3}{f^4}. \quad (2.5)$$

Für die Winkel zwischen defokussiertem und fokussiertem Strahl erhält man unter Ausnutzung der Linsengleichung und einiger Näherungen im Falle der Defokussierung durch Verschiebung der Probenposition [Rei 97]

$$\varepsilon_a = \Delta a \frac{R}{f^2} \quad (2.6)$$

und bei Defokussierung durch Variation des Linsenfokus

$$\varepsilon_f = -\Delta z \frac{R}{f^2}. \quad (2.7)$$

Die gesamte Winkelabweichung ε findet man durch die Addition der einzelnen Winkel ε_s , ε_a und ε_f

2. THEORIE

$$\varepsilon = \varepsilon_s + \varepsilon_a + \varepsilon_f = c_s \frac{R^3}{f^4} + (\Delta a - \Delta z) \frac{R}{f^2}. \quad (2.8)$$

Um den Zusammenhang zwischen ε und dem Wegunterschied Δs zu erfassen, betrachtet man Abb. 2.3. Sie stellt einen vergrößerten Außenbereich einer Linse im Abstand R von der optischen Achse dar, und zeigt zwei Trajektorien, die im Abstand R und $R + dR$ auf diese Linse treffen, und ihre orthogonalen Wellenfronten. Im Falle einer realen Linse laufen die Strahlen in dem Punkt P'' zusammen, während sie durch eine ideale Linse auf den Punkt P' fokussiert werden. Durch die so entstehende Winkelabweichung ε zwischen den Wellenfronten hinter diesen Linsen (siehe Abb. 2.3) wird ein Wegunterschied

$$ds = \varepsilon \cdot dR$$

zwischen ihnen verursacht. Um nun die Phasenverschiebung $\chi(\vartheta)$ relativ zur optischen Achse zu erhalten, muß über die Wegunterschiede ds integriert und Gl. (2.8) verwendet werden:

$$\chi(\vartheta) = \frac{2\pi}{\lambda} \Delta s = \frac{2\pi}{\lambda} \int_0^R ds = \frac{2\pi}{\lambda} \int_0^R \varepsilon dR$$

$$\chi(\vartheta) = \frac{2\pi}{\lambda} \left[\frac{1}{4} c_s \frac{R^4}{f^4} + \frac{1}{2} (\Delta a - \Delta z) \frac{R^2}{f^2} \right].$$

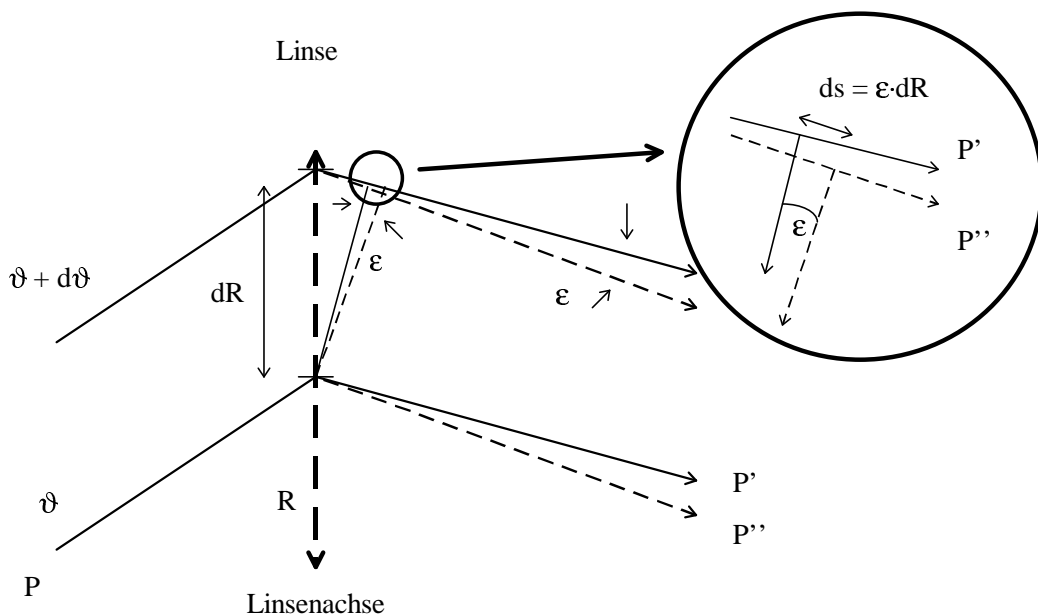


Abb. 2.3) Teil des Außenbereichs einer Linse im Abstand R von der optischen Achse

Mit $\vartheta \approx \frac{R}{f}$ und einem Defokus $\Delta f = \Delta a - \Delta z$ ergibt sich

$$\chi(\vartheta) = \frac{\pi}{2\lambda} (c_s \vartheta^4 + 2\Delta f \vartheta^2), \quad (2.9)$$

bzw. mit der Raumfrequenz $u = \frac{\vartheta}{\lambda}$

$$\chi(u) = \frac{1}{2} \pi c_s \lambda^3 u^4 + \pi \Delta f \lambda u^2. \quad (2.10)$$

Die Defokussierung Δf wird nach dieser Definition bei einer Unterfokussierung negativ.

2.1.2. Chromatische Aberration

Infolge der chromatischen Aberration werden Elektronenstrahlen mit unterschiedlicher Energie (bzw. unterschiedlicher Wellenlänge) unterschiedlich stark fokussiert. Auch Schwankungen von Linsenströmen I haben Einfluß auf die Brennweite f . Weil diese proportional zur Energie E der Elektronen und zu I^2 ist [Rei 97], führen Variationen in E und I zu einer Schwankung

$$\Delta f_c = f \left(\frac{\Delta E}{E} - 2 \frac{\Delta I}{I} \right) \quad (2.11)$$

der Brennweite. Hier stehen ΔE und ΔI für die Energie- bzw. die Linsenstrombreite. Die chromatische Aberration wird also durch die Fluktuation der Linsenströme und der Beschleunigungsspannung, die Energiebreite (des ausgesandten Strahls) und durch Energieverluste innerhalb der Probe beeinflusst. Des weiteren sorgt die Energiebreite ΔE dafür, daß ein Punkt auf der Probe als eine Scheibe mit dem Durchmesser

$$d_c = \frac{1}{2} \cdot c_c \cdot \frac{\Delta E}{E} \cdot \frac{1 + E / E_0}{1 + E / 2E_0} \cdot \alpha_0 \cdot M \quad (2.12)$$

abgebildet wird. Hier steht c_c für den chromatischen Aberrationskoeffizienten [Rei 97]. Der Einfluß der chromatischen Aberration auf den Strahlengang ist schematisch in Abb. 2.4 dargestellt.

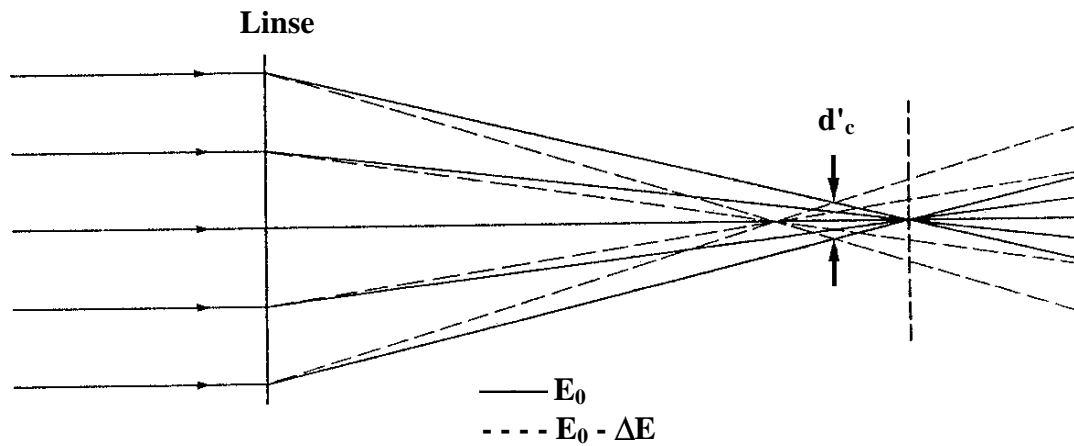


Abb. 2.4) Einfluß der chromatischen Aberration auf den Strahlengang bei Elektronen mit der Energie E_0 bzw. $E_0 - \Delta E$ (siehe [ReiPfef 77])

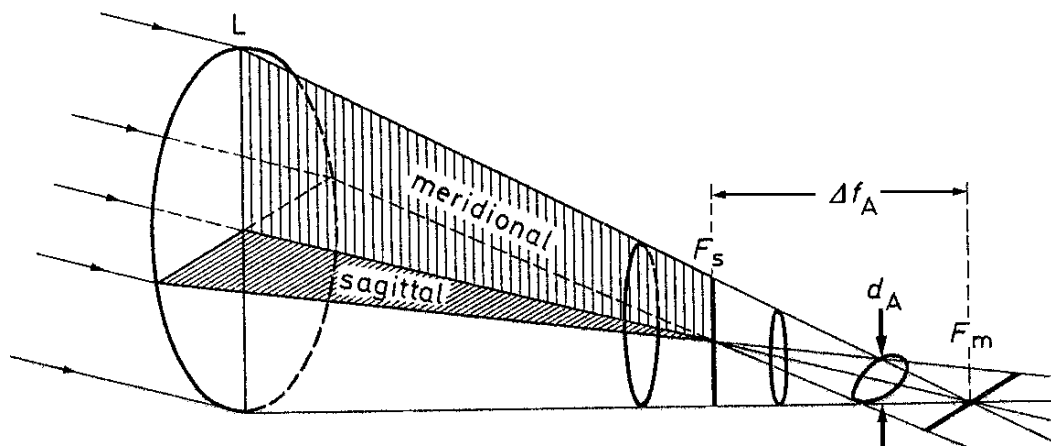


Abb. 2.5) Einfluß des Astigmatismus auf ein Strahlenbündel (siehe [ReiPfef 77])

2.1.3. Astigmatismus

Der Astigmatismus sorgt dafür, daß zwei senkrecht aufeinander stehende ebene Elektronenbündel unterschiedlich stark fokussiert werden und somit zwei Strichfoki F_s und F_m existieren. Abb. 2.5 illustriert den axialen Astigmatismus. Die Wirkung dieses Linsenfehlers

kommt der einer überlagerten Zylinderlinse gleich, so daß er durch eine andere Zylinderlinse mit dazu senkrechter Orientierung korrigiert werden kann. Diese Korrekturlinse wird durch magnetische oder elektrische Korrekturfelder aufgebaut und als Stigmator bezeichnet. Ursachen für den Astigmatismus können magnetische Inhomogenitäten des Polschuhmaterials, mechanische Unrundheiten der Linsenbohrung oder Aufladungseffekte in dieser Bohrung oder einer Aperturblende sein [ReiPfef 77].

2.1.4. Koma

Zur Veranschaulichung der Beeinflussung der Abbildung durch die Koma dient Abb. 2.6 [Hech 94]. Es sind zwei Strahlenkegel eingezeichnet, die von einem außeraxialen Objektpunkt S ausgehen und die Linse in einer kreisförmigen Begrenzung 1 großen Durchmessers und einer kreisförmigen Begrenzung 1' kleinen Durchmessers schneiden. Die Strahlen, die vom Punkt S aus durch das Punktpaar 1 auf der Linse passieren, werden in Punkt 1 auf der Bildebene Σ_i zusammenlaufen, während die Strahlen, die durch das Punktpaar 1' auf der Linse laufen, in Punkt 1' in der Bildebene zusammentreffen.

Unterhalb der Abbildung des Strahlenganges sind schematisch die betreffenden Ringe auf der Linse mit der Punktfolge 1-2-3-4-1-2-3-4 (großer Durchmesser) und der Punktfolge 1'-2'-3'-4'-1'-2'-3'-4' (kleiner Durchmesser) dargestellt, wobei den Punktpaaren 1 bzw. 2 etc. die dazugehörigen Punkte 1 bzw. 2 etc. in der Bildebene Σ_i zugeordnet werden (entsprechendes gilt für die Punkte 1', 2' etc.). Diese sind ebenfalls schematisch unterhalb der Strahlengangabbildung abgedruckt. Die Darstellung bezieht sich auf den Fall der positiven Koma, bei der der Abstand des Mittelpunktes des Kreises auf der Bildebene (Komakreis) von der optischen Achse umso größer wird, je größer der Ring auf der Linse ist [Hech 94]. Im Falle einer negativen Koma wächst in der Bildebene der Abstand des Komakreiszentrums von der optischen Achse mit kleiner werdenden Ringen auf der Linse.

Quantitativ kann man die Koma folgendermaßen beschreiben:

Ein Strahlenkegel mit einem Öffnungshalbwinkel ϑ , der von einem Objektpunkt S im Abstand r von der optischen Achse ausgeht, wird als Kreis mit dem Radius R abgebildet. Dabei gilt für den Radius

$$R \propto \vartheta^2, r.$$

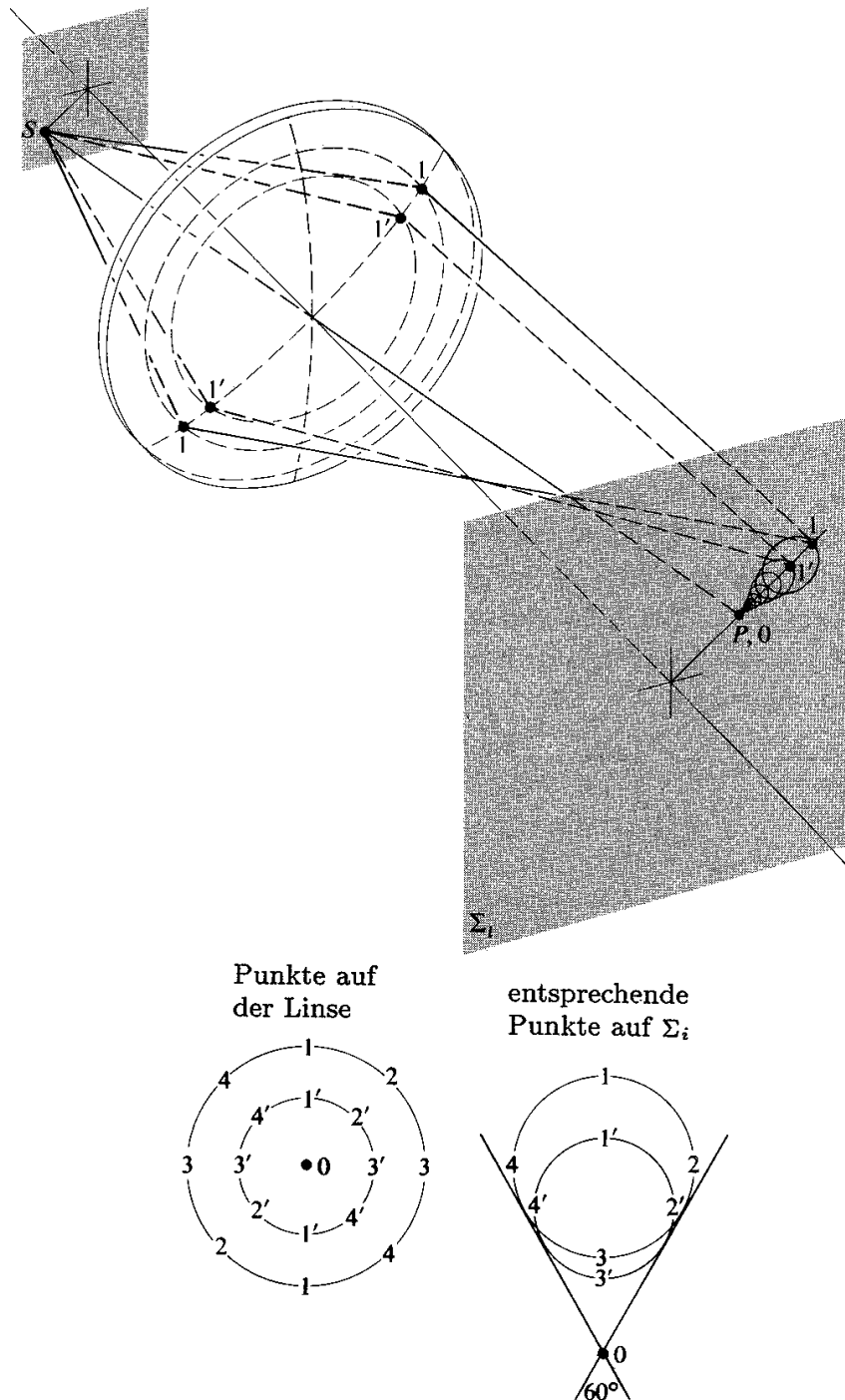


Abb. 2.6) Einfluß der Koma auf den Abbildungsstrahlengang (siehe [Hech 94])

Das Zentrum des Kreises ist bezüglich des Gauß'schen Bildpunktes in radialer Richtung um den doppelten Radius verschoben [Rei 97]. Für unterschiedliche Öffnungshalbwinkel ϑ liegen die Kreismittelpunkte auf einer Geraden. Diese Gerade muß nicht wie in Abb. 2.6 auf der Verbindungslinie zwischen Gauß'schem Bildpunkt und Schnittpunkt der Bildebenen mit der optischen Achse liegen [Gla 52]. Sie kann mit ihr auch einen Winkel einschließen, der eine

spezifische Eigenschaft des Magnetfeldes ist, das bei einer elektromagnetischen Linse vorliegt. Die in Abb. 2.6 dargestellte Koma ist somit ein Spezialfall, der bei Glas-Linsen und in rein elektrischen Feldern auftritt.

2.2. Theorie der Bildentstehung

2.2.1. Zusammenhang zwischen Übertragungsfunktion und Diffraktogramm

Um die Abbildung in einem Elektronenmikroskop wellenoptisch zu beschreiben, greift man auf die Fresnel'sche Beugungstheorie zurück. Damit wird die Ausbreitung von Wellen zwischen den abbildungsrelevanten Ebenen in einem Mikroskop berechnet.

Abb. 2.7 zeigt stark vereinfacht die wesentlichen Bestandteile eines Mikroskops. Dabei steht ψ_e für die einfallende, ψ_T für die durch das Objekt transmittierte und ψ_B für die in der Bildebene vorzufindende Welle, g für die Gegenstands-, b für die Bild- und f für die Brennweite. Die einzelnen Komponenten wie Objekt, Linse und Apertur beschreibt man durch die jeweiligen Transmissionsfunktionen $T(x, y)$, $T_L(x, y)$ und $T_A(x, y)$ [Goo 88, Kohl 91]. Mit Hilfe dieser Funktionen und der Fresnel'schen Beugungsformel berechnet man die vom Objekt transmittierte Wellenfunktion ψ_T und deren Propagation durch die abbildenden Bestandteile des Mikroskops.

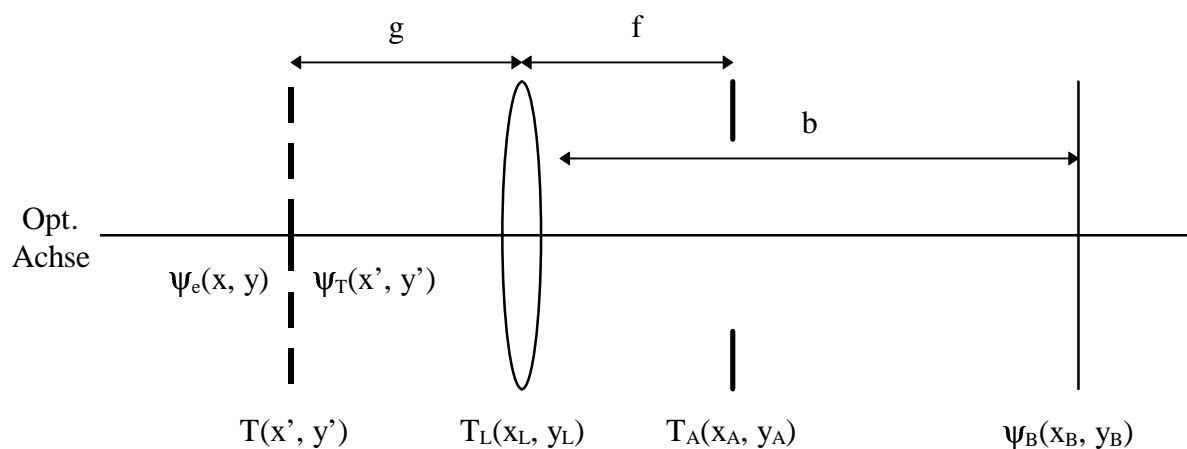


Abb. 2.7) Kennzeichnung und Anordnung der Mikroskopbestandteile

So ergibt sich für die Wellenfunktion in der Ebene (x', y') unmittelbar hinter dem Objekt

$$\Psi_T(x', y') = T(x', y') \Psi_e(x', y', z'). \quad (2.13)$$

Als Ausdruck für die Wellenfunktion direkt vor der Linse (Ebene (x_L, y_L)) erhält man

$$\Psi_L(x_L, y_L) = \frac{\exp\{ikg\}}{i\lambda g} \int \Psi_T(x', y') \exp\left\{i \frac{k}{2g} [(x_L - x')^2 + (y_L - y')^2]\right\} dx' dy'. \quad (2.14)$$

In Gleichung (2.14) wird über die Objektebene integriert.

Danach werden die Transmissionsfunktionen der Linse $T_L(x_L, y_L)$ und der Aperturblende $T_A(x_A, y_A)$ in ihren betreffenden Ebenen (x_L, y_L) und (x_A, y_A) berücksichtigt. Dabei wird der Einfluß der Linsenfehler auf den Strahlengang durch die Phasenverschiebung $\chi(\underline{u})$ (Gl. (2.10)) in der Aperturebene erfaßt, die gleichbedeutend mit der hinteren Brennebene ist. Die beiden Transmissionsfunktionen lassen sich ausdrücken als

$$T_L(x_L, y_L) = \exp\left\{-i \cdot \frac{k}{2 \cdot f} [x_L^2 + y_L^2]\right\},$$

$$T_A(x_A, y_A) = |T_A(x_A, y_A)| \cdot \exp\{-i \cdot \chi(x_A, y_A)\}.$$

Der Betrag $|T_A(x_A, y_A)|$ der Apertur-Übertragungsfunktion beträgt 1 für die Raumfrequenzen, die durch die Apertur bzw. Objektivaperturblende nicht ausgeblendet werden. Für die anderen nimmt sie den Wert 0 an. Man erhält für die Intensität in der hinteren Brennebene

$$I_A(x_A, y_A) = |\Psi_A(x_A, y_A)|^2$$

$$I_A(x_A, y_A) = \frac{1}{\lambda^2 f^2} \left| \hat{\Psi}_T\left(-k \frac{x_A}{f}, -k \frac{y_A}{f}\right) \right|^2, \quad (2.15)$$

wobei Ψ_A für die Wellenfunktion in der hinteren Brennebene, $\hat{\Psi}_T$ für die Fourier-Transformierte von Ψ_T und k für $\frac{2\pi}{\lambda}$ stehen. Die Variablen x_A und y_A stellen die Ortskoordinaten in der hinteren Brennebene dar. Diese ist konjugiert zu der Beugungsbildebene. Bei einer Einstellung des Mikroskops auf den Beugungsmodus ist somit der Ausdruck (2.15) ein Maß für die Beugungsbild-Intensität.

2. THEORIE

Für eine quantitative Berechnung der Bildintensität bei einem Abbildungsvorgang ist die Kenntnis der Transmissionsfunktion $T(x, y)$ des Objekts erforderlich. Um diese zu bestimmen, werden hier die folgenden Näherungen verwendet:

- 1) Für die Energie E des einfallenden Elektrons soll bei Betrachtung dünner Proben

$$E \gg |V(\underline{r})| \quad (2.16)$$

gelten. $V(\underline{r})$ ist dabei das Streupotential (Coulomb-Potential) und \underline{r} der Ortsvektor. Das Elektron mit der Anfangsgeschwindigkeit v durchquert das Potential fast unabgelenkt, erhält aber eine zusätzliche Phasenschiebung

$$\varphi(x, y) \approx -\frac{1}{\hbar v} \int_{-\infty}^{\infty} V(\underline{r}) dz. \quad (2.17a)$$

Für die Transmissionsfunktion des Objektes gilt dann

$$T(x, y) = \exp\{i\varphi\} \quad (2.17b)$$

$$T(x, y) = \exp\left\{-\frac{i}{\hbar v} \int_{-\infty}^{\infty} V(x, y, z) dz\right\}.$$

Es wirkt somit wie ein reines Phasenobjekt. Wegen der Beziehung $E \gg |V(\underline{r})|$ wird diese Näherung Hochenergie-Näherung genannt.

- 2) Es werden nur schwache Phasenobjekte, also Objekte mit einer Phasenschiebung $\varphi \ll 1$ berücksichtigt. Man bezeichnet dies als schwache Phasenobjekt-Näherung (WPO-Näherung; weak phase-object). Damit lassen sich dünne Präparate leichter Elemente beschreiben.

Mit Hilfe dieser Näherungen erhält man für die Intensität in der Bildebene

$$\begin{aligned} I_B(x_B, y_B) &= |\Psi_B(x_B, y_B)|^2 = \frac{1}{M^2} \cdot \left\{ 1 + i \cdot \left[\frac{1}{\lambda^2 f^2} \cdot \int \varphi(x, y) \cdot \exp\{-i \cdot \chi(x_A, y_A)\} \cdot \right. \right. \\ &\quad \left. \left| T_A(x_A, y_A) \right| \cdot \exp\left\{-i \cdot \frac{k}{b-f} (x_A(x_B + Mx) + y_A(y_B + My))\right\} dx_A dy_A \right] \\ &\quad \left. - i \cdot \left[\frac{1}{\lambda^2 f^2} \cdot \int (\text{siehe obigen Integranden}) dx_A dy_A \right] + O(\varphi^2) \right\} \end{aligned}$$

2. THEORIE

unter der Voraussetzung, daß $\chi(x_A, y_A)$ spiegelsymmetrisch ist. Der Term $\overline{[\dots]}$ steht hier für das komplex Konjugierte von $[\dots]$.

Definiert man nun den Kontrast

$$C(x_B, y_B) = \frac{|\Psi_B(x_B, y_B)|^2 - |\Psi_B^{ohne}(x_B, y_B)|^2}{|\Psi_B^{ohne}(x_B, y_B)|^2} \quad (2.18)$$

mit der Wellenfunktion Ψ_B und der Intensität $|\Psi_B(x_B, y_B)|^2$ in der Bildebene (x_B, y_B) bei vorhandenem Objekt und mit der Wellenfunktion Ψ_B^{ohne} in der Bildebene in Abwesenheit des Objekts, so folgt dann für dessen Fourier-Transformation \hat{C} der einfache Ausdruck

$$\hat{C}(\underline{u}) = 2\hat{\phi}(\underline{u})[\sin(\chi(\underline{u})) \cdot |T_A(\underline{u})|]. \quad (2.19)$$

Dabei ist die Raumfrequenz \underline{u} definiert als $\underline{u} = \frac{1}{\lambda} \underline{\vartheta}$. Für den Fall, daß bis auf die sphärische Aberration und den Defokus alle anderen Linsenfehler vernachlässigbar sind, ist $\chi(\underline{u})$ die Phasenverschiebung (2.10), die in Kapitel 2.1 diskutiert wurde

$$\chi(u) = \frac{1}{2} \pi c_s \lambda^3 u^4 + \pi \Delta f \lambda u^2.$$

Die Funktion $\hat{\phi}$ ist die Fourier-Transformation von ϕ aus Gl. (2.17a) und kann umformuliert werden in

$$\hat{\phi}(\underline{u}) = \lambda \cdot f_B(\underline{u}). \quad (2.20)$$

Hier kennzeichnet $f_B(\underline{u})$ die Streuamplitude, für die man für ein schwaches Phasenobjekt

$$f_B(\underline{u}) = -\frac{m}{2\pi\hbar^2} \hat{V}(\underline{u}) \quad (2.21)$$

findet [Kohl 91], wobei \hat{V} die Fourier-Transformation des Streupotentials V ist. Dieser Ausdruck kann dann umgeformt werden in

$$f_B(\underline{u}) = \sum_{j=1}^n f_j(\underline{u}) \exp\{-i2\pi \underline{u} \cdot \underline{r}_j\} \cdot G(\underline{u}) \quad (2.22)$$

für kristalline Proben und in

$$f_B(\underline{u}) = \sum_{j=1}^n f_j(\underline{u}) \exp\{-i2\pi \underline{u} \cdot \underline{r}_j\} \quad (2.23)$$

für amorphe Proben. Hier wird vorausgesetzt, daß die Atome im wesentlichen unabhängig voneinander sind. Dabei ist n die Anzahl der Atome in der Elementarzelle bzw. bei amorphen Proben die Anzahl aller Atome, \underline{r}_j deren Ortsvektor, $f_j(\underline{u})$ die Atomformamplitude und $G(\underline{u})$ die Gitteramplitude.

Den Anteil

$$L(\underline{u}) = |T_A(\underline{u})| \cdot \sin(\chi(\underline{u})) \quad (2.24)$$

aus Gl. (2.19) definiert man als Phasenkontrast-Übertragungsfunktion, so daß die Fourier-Transformation des Kontrastes die Form

$$\hat{C}(\underline{u}) = 2 \cdot \lambda \cdot f_B(\underline{u}) \cdot L(\underline{u}) \quad (2.25)$$

annimmt und also in eine Objekteigenschaft (gegeben durch $f_B(\underline{u})$) und eine Geräteeigenschaft (gegeben durch $L(\underline{u})$) faktorisiert.

Die Diffraktogramm-Amplitude wird nun als

$$A_D(\underline{u}) = \hat{C}(\underline{u}) = 2 \cdot \lambda \cdot f_B(\underline{u}) \cdot L(\underline{u}) \quad (2.26.A)$$

definiert. Somit ergibt sich für die Diffraktogramm-Intensität

$$|A_D(\underline{u})|^2 = |\hat{C}(\underline{u})|^2 = 4 \cdot |\lambda \cdot f_B(\underline{u})|^2 \cdot |L(\underline{u})|^2. \quad (2.27.A)$$

Da hier mit dem Kontrast gearbeitet wird, steckt also nach dieser Definition nur die Information über den gestreuten Anteil der Welle hinter dem Objekt in dem Diffraktogramm.

Man kann auch die gesamte Welle hinter dem Objekt in die Diffraktogramm-Amplitude einfließen lassen, indem man sie als Fourier-Transformation der Bildintensität festlegt [Mö 94]:

$$A_D(\underline{u}) = FT(I(x_B, y_B)) = FT(|\Psi_B(x_B, y_B)|^2). \quad (2.26.B)$$

Bei Auflösung der Definition des Kontrastes Gl. (2.18) nach $|\Psi_B(x_B, y_B)|^2$ und anschließender Fourier-Transformation wird deutlich, daß sich Gl. (2.26.A) von Gl. (2.26.B)

2. THEORIE

nur durch einen konstanten multiplikativen Faktor und eine additive δ -Funktion unterscheidet, wobei letztere dem Zentralstrahl (ungestreuter Anteil) entspricht. Die Diffraktogramm-Intensität läßt sich dann umformen in

$$|A_D(\underline{u})|^2 = |A(\underline{u})|^2 \cdot 4 \cdot |T_A(\underline{u})|^2 \sin^2(\chi(\underline{u})) = 4 \cdot |A(\underline{u})|^2 |L(\underline{u})|^2, \quad (2.27.B)$$

wobei $A(\underline{u})$ die elastische Streuamplitude ist, für die bei amorphen Proben, die aus einem Element bestehen

$$A(\underline{u}) = f(\underline{u}) \cdot S(\underline{u}) \quad (2.28)$$

gilt [Mö 94]. Die Voraussetzung dafür ist, daß die Atome im wesentlichen unabhängig voneinander sind. Der Ausdruck $f(\underline{u})$ stellt hier den Atomformfaktor und $S(\underline{u})$ den Strukturfaktor dar. Die elastische Streuamplitude $A(\underline{u})$ enthält also die gleiche Information wie ein Beugungsbild.

Die Bilder, aus denen in dieser Arbeit die Diffraktogramme berechnet wurden, wurden mit einer Slow-Scan-CCD-Kamera aufgenommen. Die Diffraktogramm-Berechnung erfolgte dabei über eine Software (Digital Micrograph), welche die Definition über die Fourier-Transformation der Bildintensität (siehe Gl. (2.26.B)) verwendet. Deshalb wird für die folgenden Kapitel die Definition (2.26.B) für die Diffraktogramm-Amplitude zu Grunde gelegt. Der Ausdruck (2.27.B) für die Intensität ist noch unvollständig, da noch andere Faktoren, wie z. B. die partielle Kohärenz (siehe Kapitel 2.2.2), berücksichtigt werden müssen, auf die aber in den folgenden Kapiteln noch eingegangen werden soll.

Es sei hier darauf hingewiesen, daß die oben dargestellte Beschreibung des Abbildungsvorganges mittels der Kontrastübertragungsfunktion nur gilt [Bu/Kri 88], wenn

- a) die Isoplanasiebedingung erfüllt ist, also der Mikroskoptransfer unabhängig vom Ort ist und
- b) ein linearer Zusammenhang zwischen der Bildintensität und der Wellenfunktion Ψ_T direkt hinter der Probe vorliegt, d.h.

(1) das Superpositionsprinzip $a \cdot \Psi_{T,1}(\underline{r}) + b \cdot \Psi_{T,2}(\underline{r}) \rightarrow a \cdot I_1(\underline{r}) + b \cdot I_2(\underline{r})$ gilt und

(2) eine Trennung zwischen Objekt- und Mikroskopeigenschaften vorgenommen werden kann.

Dies wird dadurch gewährleistet, daß hier dünne Phasenobjekte betrachtet werden (siehe Hochenergie-Näherung und schwache Phasenobjekt-Näherung (WPO-Näherung)).

Unter diesen Bedingungen läßt sich die Bildintensität auf

$$I(\underline{r}) \propto t(\underline{r}) * \Psi_s(\underline{r}) \quad (2.29)$$

zurückführen, wobei $*$ eine Faltung der beiden beteiligten Funktionen deutlich macht, während $t(\underline{r})$ für die Punktverwaschungsfunktion und $\Psi_s(\underline{r})$ für den gestreuten Anteil der Wellenfunktion direkt hinter der Probe steht. Die Punktverwaschungsfunktion $t(\underline{r})$ ist die Fourier-Transformation der Übertragungsfunktion $L(\underline{u})$, so daß sich die Aussage (2.29) aus der Fourier-Rücktransformation der Gl. (2.26.A) bzw. der Gl. (2.26.B) unter Berücksichtigung der Gl. (2.27.B) gewinnen läßt.

2.2.2. Berücksichtigung der partiellen Kohärenz

Die Bestrahlungsinkohärenz, d. h. die im Experiment immer vorhandene Energie- und Winkelverteilung der auf die Probe fallenden Elektronen, ist ein auflösungsbegrenzender Faktor, der sich auch im Diffraktogramm widerspiegelt und dessen Einfluß im folgenden untersucht werden soll. Zusätzliche Beiträge, die mit in Betracht gezogen werden müssen, sind Instabilitäten in der Hochspannung und der Linsenstromversorgung, Störmagnetfelder, Probendrift und -vibrationen und eine begrenzte Auflösung des Aufnahme-Mediums.

All diese Faktoren können im Rahmen einer linearen Abbildungstheorie näherungsweise als Einhüllende $E(\underline{u})$ im Diffraktogramm beschrieben werden [Bu/Kri 88], wenn die Winkelbreite des halben Öffnungswinkels der Beleuchtung weniger als ca. 5 mrad und die Energiebreite weniger als ein paar eV beträgt. Diese Einhüllende gibt die Abschwächung der Kontrastübertragung aufgrund der auflösungsbegrenzenden Wirkung der obigen Beiträge wieder. Somit ergibt sich für die Diffraktogramm-Intensität

$$|A_D(\underline{u})|^2 = |E(\underline{u})|^2 |A(\underline{u})|^2 \cdot 4 \cdot |T_A(\underline{u})|^2 \sin^2(\chi(\underline{u})), \quad (2.30)$$

wobei $E(\underline{u})$ als Produkt von Partial-Einhüllenden ausgedrückt werden kann [Bu/Kri 88, Kri 76a]

$$E(\underline{u}) = E_t(\underline{u}) \cdot E_s(\underline{u}) \cdot E_i(\underline{u}). \quad (2.31)$$

Dabei bezieht sich E_t auf die zeitliche (temporale) Inkohärenz (Defokus-Breite), E_s auf die räumliche (spatial) Inkohärenz (Winkel-Breite) und E_i auf die gerätetechnischen (instrumentalen) Instabilitäten.

Für eine Gaußverteilung des Defokus mit einer Halbwertsbreite δ ergibt sich E_t als [Bu/Kri 88]

$$E_t(u) = \exp \left[\frac{-(\pi \delta \lambda \cdot u^2)^2}{16 \cdot \ln 2} \right]. \quad (2.32)$$

Dabei steht u für den Betrag von \underline{u} ($|\underline{u}| = u$). Die Größe δ hat ihre Ursache in der Energiebreite des einfallenden Strahls und den Instabilitäten der Hochspannung und der Stromversorgung für die Objektivlinse:

$$\delta = c_c \left[\left(\frac{\Delta E}{E_0} \right)^2 + 2 \left(\frac{\Delta I}{I_0} \right)^2 \right]^{1/2}. \quad (2.33)$$

Hier kennzeichnet c_c die chromatische Aberration der Objektivlinse, E_0 die Durchschnittsenergie des Elektronenstrahls, ΔE die Halbwertsbreite der gesamten Energieverteilung, ΔI die Halbwertsbreite der Stromverteilung der Objektivlinse während der Bildaufnahme und I_0 den Durchschnittsstrom der Linse. In der gesamten Energiebreite ΔE sind mehrere Phänomene berücksichtigt. So steckt in ihr sowohl die Energiebreite, die ihre Ursachen in der Geschwindigkeitsverteilung der aus der Elektronenquelle emittierten Elektronen und dem Boersch-Effekt hat, als auch Hochspannungsinstabilitäten.

Kann man die Beleuchtungswinkelverteilung näherungsweise als Gaußverteilung mit einer Halbwertsbreite α_0 ansehen, was im Falle einer defokussierten Beleuchtung der Probe möglich ist, so gilt für den Einhüllendenanteil $E_s(u)$ [Bu/Kri 88]:

$$E_s(u) = \exp \left\{ \frac{- \left[\pi \alpha_0 (\Delta f \cdot u + c_s \lambda^2 \cdot u^3) \right]^2}{4 \cdot \ln 2} \right\}. \quad (2.34)$$

Wenn dagegen die Bestrahlung fokussiert ist, ist eine scharf begrenzte (top-hat) Winkelverteilung mit einem Durchmesser α_0 zur Berechnung von $E_s(u)$ besser geeignet. Man erhält

$$E_s(u) = \frac{2J_1[\pi\alpha_0(\Delta f \cdot u + c_s \lambda^2 \cdot u^3)]}{\pi\alpha_0(\Delta f \cdot u + c_s \lambda^2 \cdot u^3)}. \quad (2.35)$$

Hier steht J_1 für die Bessel-Funktion erster Ordnung. Bei einem Vergleich von $E_t(u)$ mit $E_s(u)$ erkennt man, daß die Abschwächung der Kontrastübertragung, die durch die Energiebreite verursacht wird, vom Defokus Δf unabhängig ist, während die durch die Winkelbreite begründete Abschwächung eine Defokusabhängigkeit aufweist.

Der Ausdruck für die Diffraktogramm-Intensität wird aber noch durch weitere Faktoren modifiziert. So wird für den Fall, daß Koma und Astigmatismus nicht vernachlässigbar sind, die Form des Diffraktogramms durch diese Linsenfehler zusätzlich beeinflusst, worauf im nächsten Abschnitt eingegangen werden soll.

2.2.3. Berücksichtigung von Astigmatismus und Koma in der Übertragungsfunktion

In Kapitel 2.1.1, das sich mit der sphärischen Aberration befaßt, wurde auf die Phasenverschiebung

$$\chi(u) = \frac{1}{2} \pi c_s \lambda^3 u^4 + \pi \Delta f \lambda u^2$$

eingegangen, die die Welle hinter der Linse erfährt, falls Linsenfehler wie der zwei-zählige und der drei-zählige Astigmatismus und die Koma vernachlässigbar sind. Bevor letztere mit in dem Ausdruck für die Phasenverschiebung berücksichtigt werden, soll zuerst eine Normierung durchgeführt werden, durch die man einen Ausdruck für $\chi(\underline{u})$ erhält, der unabhängig von λ und c_s ist. Dazu führt man [Zem 78] für die Raumfrequenz den Ausdruck

$$\underline{q} = \underline{u} \cdot \sqrt[4]{c_s \lambda^3} = (q \cdot \cos \varphi, q \cdot \sin \varphi) \quad (2.36)$$

ein und verwendet den Norm-Defokus

$$\Delta = \frac{-\Delta f}{\sqrt{c_s \lambda}}, \quad (2.37)$$

2. THEORIE

der für den Fall, daß die Brennweite länger ist als diejenige, die man für die Gauß'sche Abbildung benötigt, positiv wird. Die Ortskoordinaten sind nach der Normierung durch

$$\underline{R} = \frac{\underline{r}}{\sqrt[4]{c_s \lambda^3}} \quad (2.38)$$

gegeben. Schreibt man nun zusätzlich die axiale Koma in der Form $b = B \cdot \exp\{i\beta\}$ und den zwei-zähligen und den drei-zähligen Astigmatismus als $a_2 = A_2 \cdot \exp\{2i\alpha_2\}$ bzw. $a_3 = A_3 \cdot \exp\{3i\alpha_3\}$, so ergibt sich für die Phasenschiebung [Zem 78]

$$\chi(\underline{q}) = 2\pi \cdot \left[\frac{1}{4} \cdot q^4 - \frac{1}{2} \Delta \cdot q^2 - \frac{1}{2} A_2 \cdot q^2 \cdot \cos(2 \cdot (\varphi - \alpha_2)) \right. \\ \left. + B \cdot q^3 \cdot \cos(\varphi - \beta) + A_3 \cdot q^3 \cdot \cos(3 \cdot (\varphi - \alpha_3)) \right] \quad (2.39a)$$

oder in komplexer Schreibweise mit $w = q \cdot \exp\{i\varphi\}$

$$\chi(w) = 2\pi \cdot \left[\frac{1}{4} \cdot w^2 \bar{w}^2 - \frac{1}{2} \cdot \Delta \cdot w \bar{w} - \operatorname{Re} \left(\frac{1}{2} \cdot a_2 \cdot \bar{w}^2 - b \cdot w \bar{w}^2 - a_3 \cdot \bar{w}^3 \right) \right]. \quad (2.39b)$$

Hier steht \bar{w} für das komplex Konjugierte von w . Führt man nun die Kippung Q_0 des Strahls (in den vorigen Kapiteln wurde nur axiale Beleuchtung betrachtet!) mit einem Azimuthwinkel φ_0 , also

$$w_0 = Q_0 \cdot \exp\{i\varphi_0\} \quad (2.40)$$

ein, so erhält man folgende Aussage über die Phasenkontrast-Übertragungsfunktion [Zem 78]:

$$L(w, w_0) \propto \exp\{-i\chi_u(w, w_0)\} \cdot \sin(\chi_v(w, w_0)). \quad (2.41)$$

Daraus folgt für die Intensität im Diffraktogramm

$$|A_D(w, w_0)|^2 \propto \sin^2(\chi_v(w, w_0)), \quad (2.42)$$

wobei $\chi_v(w, w_0)$ und $\chi_u(w, w_0)$ nur gerade bzw. ungerade Potenzen in der Raumfrequenz beinhalten und die folgende Form haben:

$$\chi_v(w, w_0) = 2\pi \cdot \left[\frac{1}{4} \cdot w^2 \bar{w}^2 - \frac{1}{2} \cdot \left[\Delta - 2 \cdot w_0 \bar{w}_0 - 4 \cdot \text{Re}(b \bar{w}_0) \right] \cdot w \bar{w} - \frac{1}{2} \cdot \text{Re} \left[(a_2 - w_0^2 - 2bw_0 - 6a_3 \bar{w}_0) \cdot \bar{w}^2 \right] \right], \quad (2.43a)$$

$$\chi_u(w, w_0) = 2\pi \cdot \left[\text{Re} \left[w_0 \cdot w \bar{w}^2 + w_0 \bar{w}_0^2 \cdot w - \Delta \bar{w}_0 \cdot w - a_2 \bar{w}_0 \cdot \bar{w} + b(\bar{w}_0^2 \cdot w + 2w_0 \bar{w}_0 \cdot \bar{w} + w \bar{w}^2) + a_3(3\bar{w}_0^2 \bar{w} + \bar{w}^3) \right] \right]. \quad (2.43b)$$

Nimmt man nun einen Koeffizientenvergleich bezüglich w und \bar{w} zwischen $\chi_v(w, w_0)$ und $\chi(w)$ (Gl. (2.39b)) vor, so stellt sich heraus, daß das Diffraktogramm bei gekippter Beleuchtung durch einen effektiven Defokus

$$D(w_0) = \Delta - 2w_0 \bar{w}_0 - 4 \cdot \text{Re}(b \bar{w}_0) \quad (2.44)$$

und einen effektiven Astigmatismus

$$a(w_0) = a_2 - w_0^2 - 2bw_0 - 6a_3 \bar{w}_0 = A \cdot \exp\{2i\alpha\} \quad (2.45)$$

charakterisiert wird. Dann hat χ_v die Form

$$\chi_v(w, w_0) = 2\pi \cdot \left[\frac{1}{4} \cdot w^2 \bar{w}^2 - \frac{1}{2} D(w_0) \cdot w \bar{w} - \frac{1}{2} \text{Re} \left[a(w_0) \cdot \bar{w}^2 \right] \right]. \quad (2.46)$$

Betrachtet man axiale Beleuchtung ($w_0 = 0$), so beträgt der effektive Defokus $D(0) = \Delta$ und der effektive Astigmatismus $a(0) = a_2$, und die axiale Koma und der drei-zählige Astigmatismus treten im Term $\sin(\chi_v(w, w_0 = 0))$ der Phasenkontrast-Übertragungsfunktion nicht auf. Sie stecken aber noch in $\chi_u(w, w_0 = 0)$ und sorgen somit nach Gl. (2.41) für eine Phasenverschiebung, die für unterschiedliche Raumfrequenzen w verschieden ist. Dadurch wird das Auflösungsvermögen verschlechtert [Zem 78].

Das Fehlen von b und a_3 bei axialer Beleuchtung ($w_0 = 0$) in dem Ausdruck für die Diffraktogramm-Intensität (siehe Gl. (2.42)) bedeutet außerdem, daß die eventuelle Existenz des drei-zähligen Astigmatismus und der Koma in Diffraktogrammen ungekippter Beleuchtung nicht erkannt werden kann. Sie können aber aus Diffraktogramm-Azimuth-Serien, d.h. bei konstantem Kippungsbetrag $|w_0| = \text{konst.}$ und variierenden Kippungsazimutwinkeln, bestimmt werden. Die so erhaltenen Diffraktogramme werden graphisch entsprechend ihrer Kippungsazimutwinkel angeordnet, so daß sich jeweils zwei

mit entgegengesetzter Kippung gegenüberliegen. Diese Anordnung nennt man (Diffraktogramm-) Tableau. Für den Fall $b = a_3 = 0$ würde nach Gl. (2.43a) $\chi_v(w, w_0)$ die Form

$$\chi_v(w, w_0) = 2\pi \cdot \left[\frac{1}{4} \cdot w \bar{w}^2 - \frac{1}{2} [\Delta - 2w_0 \bar{w}_0] \cdot w \bar{w} - \frac{1}{2} \operatorname{Re}[(a_2 - w_0^2) \cdot \bar{w}^2] \right]$$

annehmen und somit für die Symmetrie

$$|A_D(w, w_{0,1} = R_0 \cdot \exp\{i\varphi_0\})|^2 = |A_D(w, w_{0,2} = R_0 \cdot \exp\{i(\varphi_0 + \pi)\})|^2$$

im Tableau sorgen. Das bedeutet, daß dann bei $|w_0| = \text{konst.}$ die Diffraktogramme unter den Kippungsazimuthwinkeln φ_0 und $\varphi_0 + \pi$ gleich aussehen müssen. Diese Symmetrie wird durch die Existenz der Koma und des drei-zähligen Astigmatismus zerstört.

2.2.4. Ziel der Diffraktogrammauswertung

Das hauptsächliche Ziel der Diffraktogrammauswertung in dieser Arbeit ist die genaue und zuverlässige Bestimmung der sphärischen Aberration und des Defokus. Diese Größen stecken als Ausdruck $\sin^2\left(\frac{1}{2}\pi c_s \lambda^3 u^4 + \pi \cdot \Delta f \cdot \lambda u^2\right)$ in der Diffraktogramm-Intensität. Er sorgt für eine oszillierende Intensitätsverteilung, was sich im Diffraktogramm in dem Fall, daß Koma und zwei-zähliger und drei-zähliger Astigmatismus vernachlässigbar sind, in einer Abfolge aus dunklen und hellen Ringen äußert.

Die Kenntnis der Raumfrequenzpositionen dieser Ringe bildet hier die Basis für die Linsenfehlerbestimmung, so daß hier, aber auch für andere Ziele der Diffraktogrammauswertung, eine Eichung der Raumfrequenzen nötig ist. Dazu eignen sich Aufnahmen oder Diffraktogramme von kristallinen Proben wie z. B. Gold [Bu/Kri 88], bei denen die Netzebenenabstände bekannt sind. Auf die Eichung der Raumfrequenzen wird in Kapitel 3 eingegangen.

In Kapitel 5 soll die Bestimmungsmöglichkeit für Strukturfaktoren aus Diffraktogrammen vorgestellt werden. Für diese Methode werden Germanium-Proben verwendet, die teilweise mit Gold-Inseln bedeckt sind, wobei Gold zur intrinsischen Eichung verwendet wird. Auf die

2. THEORIE

Präparation dieser Germanium-Proben mit teilweiser Gold-Insel-Bedeckung soll im Anhang kurz eingegangen werden.

3. EICHUNG VON KAMERALÄNGEN, VERGRÖßERUNGEN UND RAUMFREQUENZEN

3.1. Eichgrößen im Beugungsmodus: Bestimmung von Kameralängen

Um den Beugungsvorgang zu beschreiben, verwendet man die Bragg-Beziehung. Über den Wegunterschied $2d \cdot \sin \vartheta_B$ zwischen Strahlen, die an zwei parallelen aufeinanderfolgenden Netzebenen mit dem Gitterabstand d unter einem Winkel ϑ_B reflektiert werden, errechnet sich die Bragg-Bedingung bei einer Wellenlänge λ zu [Kit 93]

$$2d \cdot \sin \vartheta_B = n \cdot \lambda. \quad (3.1)$$

Dabei steht ϑ_B für den Braggwinkel. Betrachtet man nun nur den ersten Beugungsreflex (d.h. $n = 1$), so findet man

$$2 \cdot \sin \vartheta_B = \frac{\lambda}{d}. \quad (3.2)$$

Bei der quantitativen Auswertung von Beugungsdiagrammen wird die Bragg'sche Gleichung auf die Situation in Abb. 3.1 übertragen. Dabei ist die hier interessierende Eichgröße im Beugungsmodus die Kameralänge bzw. Beugungslänge L , die in der Abstrahierung in Abb. 3.1 den Abstand zwischen Probe und Photoplatte kennzeichnet. Die Größe R ist der Abstand zwischen dem Zentralfleck und dem gewünschten Beugungsreflex.

Aus Abb. 3.1 erhält man

$$\tan(2 \cdot \vartheta_B) = \frac{R}{L}. \quad (3.3)$$

Die Braggwinkel ϑ_B sind sehr klein und liegen zwischen $0^\circ \leq \vartheta_B \leq 3^\circ$ [Plat 93]. Deshalb kann hier die Näherung

$$2 \cdot \sin(\vartheta_B) \cong \tan(2 \cdot \vartheta_B) \cong 2 \cdot \vartheta_B \quad (3.4)$$

angewandt werden. Setzt man über diese Beziehung die Gleichungen (3.2) und (3.3) gleich, so ergibt sich für die Kameralänge bei Betrachtung des ersten Beugungsreflexes

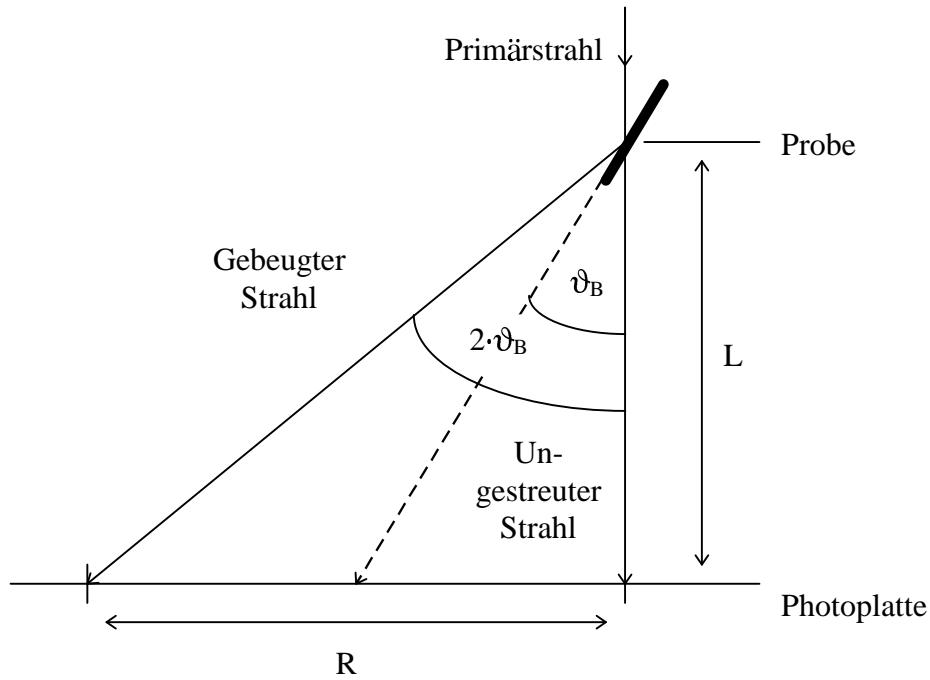


Abb. 3.1) Beugungsverhältnisse im Elektronenmikroskop zur Definition der Kameralänge L

$$L \cong \frac{Rd}{\lambda} \quad \text{bei } n = 1. \quad (3.5)$$

Um bei der Berechnung der Wellenlänge relativistische Effekte zu berücksichtigen, werden hierfür die Ausdrücke

$$E_{ges} = \sqrt{p^2 c^2 + E_0^2} \quad (3.6)$$

für die relativistische Gesamtenergie des Elektrons ($E_0 = m_0 c^2$: Ruheenergie des Elektrons; m_0 : Ruhemasse des Elektrons; c : Lichtgeschwindigkeit) und

$$p = \hbar k \quad (3.7)$$

für den Impuls des Elektrons ($\hbar = 1,0546 \cdot 10^{-34} \text{ Js}$, $k = \frac{2\pi}{\lambda}$ mit der Wellenlänge λ) verwendet. Somit erhält man für die Wellenlänge λ

$$\lambda = 2\pi \cdot \frac{c\hbar}{e} \left(\sqrt{U(U + 1,022 \cdot 10^6 \text{ V})} \right)^{-1}, \quad (3.8)$$

wobei e für die Elementarladung ($e = 1,6022 \cdot 10^{-19} \text{ C}$) und U für die Beschleunigungsspannung stehen.

3. EICHUNG VON KAMERALÄNGEN, VERGRÖßERUNGEN UND RAUMFREQUENZEN

Für die Bestimmung der Kameralängen bezüglich der Photoplattenebene beim ZEISS EM 902 mit einer Beschleunigungsspannung von $U = 80 \text{ kV}$ wurden für jede Kameralänge Beugungsbilder von polykristallinem Gold erstellt, von denen die Aufnahme bei einer Beugungslänge von 906 mm in Abb. 3.2 zu sehen ist.

Abb. 3.2) Beugungsbild von polykristallinem Gold bei einer Kameralänge von 906 mm

Aufgrund des polykristallinen Charakters der Probe sind im Beugungsbild wegen der Vielzahl von Kristallorientierungen Debye-Scherrer-Ringe anstatt von diskreten Beugungsreflexen zu sehen. Dies ermöglicht, bei der Messung von R eine Mittelung durchzuführen, indem für verschiedene Richtungen der Abstand des betreffenden Beugungsringes vom 0-Reflex bestimmt wird. Um den zu untersuchenden Debye-Scherrer-Ringen den dazugehörigen Netzebenenabstand d zuordnen zu können und somit für die Berechnung der Kameralängen den Ausdruck (3.5) verwenden zu können, muß die Kristallstruktur der Probe bekannt sein. Gold

hat eine kubisch flächenzentrierte Kristallstruktur mit einer Gitterkonstante von $a = 0,40783$ nm [Rei 97]. Somit gilt für den Netzebenenabstand

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}, \quad (3.9)$$

wobei h, k, l die Miller'schen Indizes kennzeichnen. Bei einer Beschleunigungsspannung von 80 kV ergibt sich für das ZEISS EM 902 eine Wellenlänge von $\lambda = 4,180$ pm, so daß man für die Kameralängen bezogen auf die Photoplattenebene nach Ausmessung von R auf der Photoplatte die in Tab. 3.1 gezeigten Ergebnisse erhält.

Tab. 3.1) Ergebnisse für die Kameralängen $L(\text{real})$ bezogen auf die Photoplattenebene (zu den in der Tabelle angegebenen statistischen Unsicherheiten ist ein systematischer Fehler von ca. 5 % hinzuzuaddieren: siehe Text!)

Nr. d. Kameralänge	Herstellerangabe $L(\text{Hersteller})$ für die Kameralängen/mm	Messwert $L(\text{real})$ für die Kameralängen/mm	$\frac{L(\text{real})}{L(\text{Hersteller})}$
I.	390	534 ± 1	$1,37 \pm 0,01$
II.	650	906 ± 1	$1,39 \pm 0,01$
III.	1040	1546 ± 2	$1,49 \pm 0,01$
IV.	1820	2728 ± 2	$1,50 \pm 0,01$
V.	2860	4223 ± 69	$1,48 \pm 0,02$

Die in Tab 3.1 angegebenen Meßunsicherheiten bezüglich der Kameralängen $L(\text{real})$ und des Verhältnisses $\frac{L(\text{real})}{L(\text{Hersteller})}$ beinhalten nur die (statistischen) Variationen in der Messung von R für verschiedene Richtungen. Eine wichtige Fehlerquelle, die hier aber quantitativ nur schwer berücksichtigt werden konnte, ist die Variation der Probenhöhe bei zeitlich auseinanderliegenden Messungen. Beim ZEISS EM 902 kann man deshalb die Kameralängen nicht genauer als mit einer Meßunsicherheit von ca. 5% messen [vgl. Wrig 68]. Auch die Schwankung der Primärenergie wurde hier nicht mit einkalkuliert. Vor diesem Hintergrund kann man die Abweichung der Herstellerwerte von den Real-Werten für die Beugungslängen

im Rahmen der Meßunsicherheiten nahezu durch einen konstanten Faktor charakterisieren, mit dem die Herstellerangaben multipliziert werden müssen, um die tatsächlichen Kameralängen zu erhalten. Dieser Faktor liegt ca. bei 1,4 - 1,5, wenn sich die Messungen auf die Photoplattebene beziehen, die oberhalb der Kameraebene liegt.

3.2. Eichung der Vergrößerung und der Raumfrequenzen

Die Vergrößerungseichung mit Hilfe von kristallinen Proben kann durch Ausmessen der Netzebenenabstände im Bild oder durch Ausmessung der durch diese hervorgerrufenen Maxima in der Diffraktogramm-Intensität erfolgen. Es besteht also eine Kopplung zwischen Vergrößerungs- und Raumfrequenzeichung. Die für diese Arbeit verwendete CCD-Kamera MSC 794 deckt eine Bildgröße von 1024×1024 Pixeln ab, die eine Ausdehnung von $24 \mu\text{m} \times 24 \mu\text{m}$ besitzen. Der Zusammenhang zwischen Raumfrequenz und Vergrößerung M läßt sich für diese Kamera darstellen als

$$\frac{1}{M} \text{ Pixel} \hat{=} 40,69 \cdot 10^{-9} \frac{1}{\text{nm}}, \quad (3.10)$$

wobei 1 Pixel die kleinste Bildeinheit im Diffraktogramm ist. Nach erfolgter Vergrößerungseichung kann dann mit Hilfe von Gl. (3.10) die Raumfrequenzeichung erfolgen.

Die Alternative zu dieser Methode ist, mit der Raumfrequenzeichung den Anfang zu machen. Man analysiert Diffraktogramme zu Aufnahmen von Präparaten mit bekannten Netzebenenabständen und ordnet den Reflexen im Frequenzraum Reflexordnungszahlen n zu, so daß ihnen über die Bragg-Bedingung (3.1) ein Winkel ϑ zugewiesen werden kann. Über die Definition der Raumfrequenz

$$\underline{u} = \frac{\vartheta}{\lambda} \quad (3.11)$$

kann somit die Raumfrequenzeichung abgeschlossen werden. Die Beziehung (3.10) dient anschließend zur Vergrößerungseichung.

Für diese Arbeit wurde zuerst letztere aufgenommen und als Basis für die Raumfrequenzeichung eingesetzt. Dabei beziehen sich die Eichungen auf die Kameraebene.

3. EICHUNG VON KAMERALÄNGEN, VERGRÖßERUNGEN UND RAUMFREQUENZEN

Die Messungen wurden außerdem zum Vergleich der realen Vergrößerungen mit den Displayangaben am Mikroskop herangezogen.

Die Eichung der kleineren Vergrößerungen zwischen ca. 5000 und 30000 wurde an einem Kreuzgitter-Standard vorgenommen [vgl. Rei 67, Lan 90, Holz 95]. Der Abstand der Ebenen betrug 462,963 nm. Abb. 3.3a zeigt einen solchen Eichstandard bei einer realen Vergrößerung von 5080, aufgenommen an dem ZEISS EM 902. In Abb. 3.3b ist das dazugehörige Diffraktogramm zu sehen.

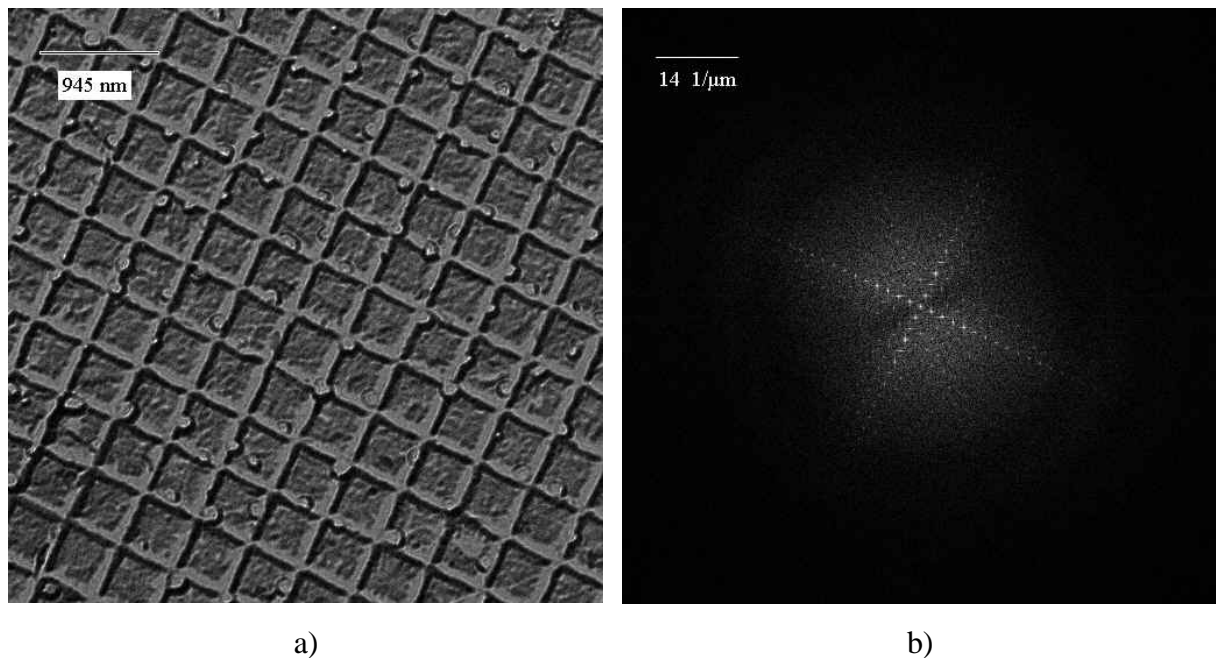


Abb. 3.3a) Gitterstandard mit einem Ebenenabstand von 462,963 nm bei einer realen Vergrößerung von 5080 beim ZEISS EM 902

Abb. 3.3b) Diffraktogramm zu Abb. 3.3a

Für Vergrößerungen zwischen ca. 30000 und 400000 wurden Katalasekristalle verwendet. Sie weisen zwei Gitterebenenabstände c_0 und a_0 mit

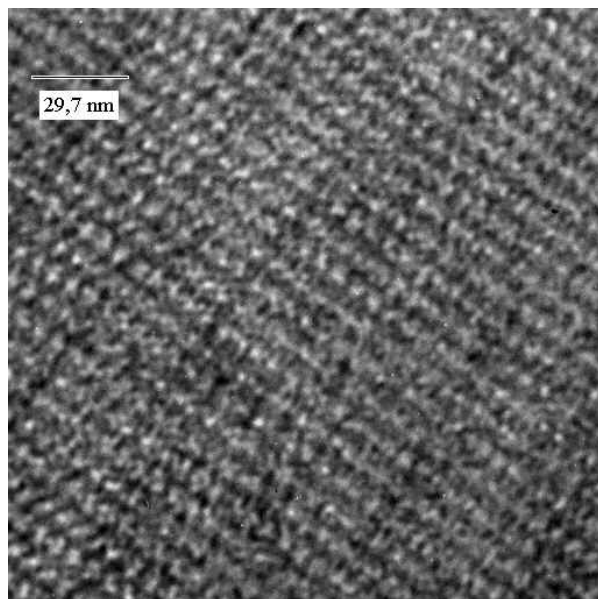
$$c_0 = 17,5 \text{ nm}, a_0 = 6,85 \text{ nm}$$

auf [Wrig 68], wobei allerdings für die Eichung mit der c_0 -Ebene Gitterlinien mit dem halben Abstand

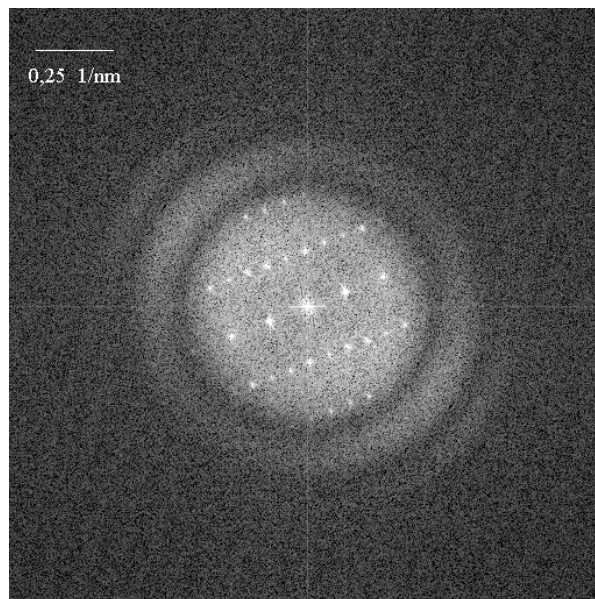
$$0,5 \cdot c_0 = 8,75 \text{ nm}$$

herangezogen werden. Abb. 3.4a zeigt eine am ZEISS EM 902 erstellte Aufnahme von Katalasekristallen bei einer realen Vergrößerung von 131000 (Displayanzeige 85000). In Abb.

3. EICHUNG VON KAMERALÄNGEN, VERGRÖßERUNGEN UND RAUMFREQUENZEN



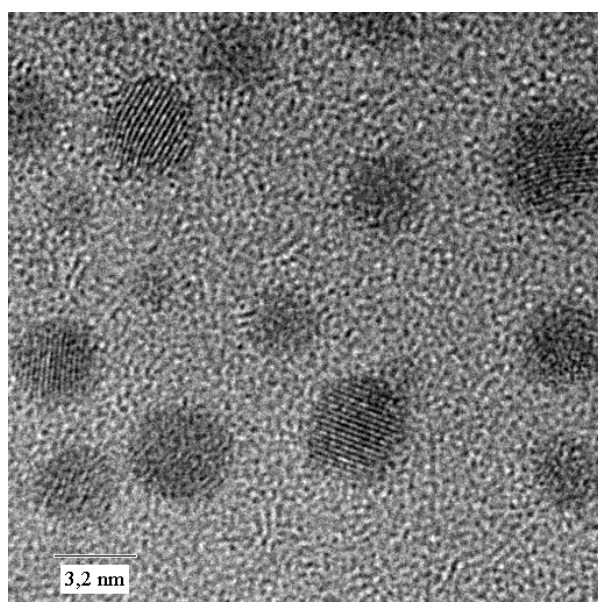
a)



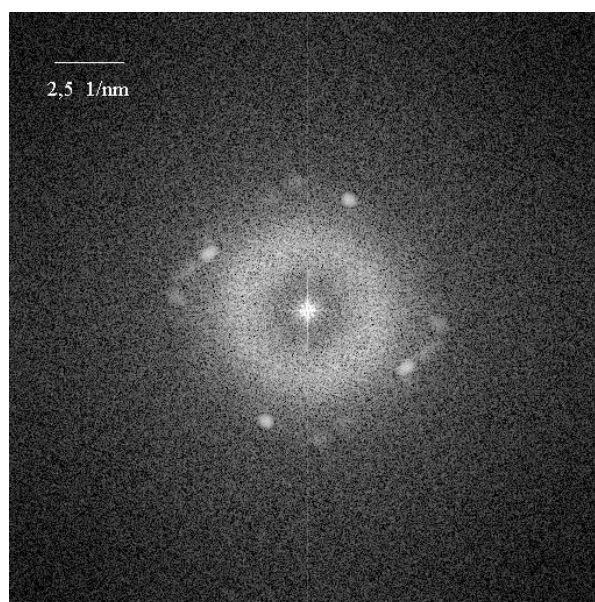
b)

Abb. 3.4a) Katalasekristalle bei einer realen Vergrößerung von 131000 am ZEISS EM 902

Abb. 3.4b) Diffraktogramm zu einer Katalasekristallabbildung bei einer realen Vergrößerung von 79900 am ZEISS EM 902



a)

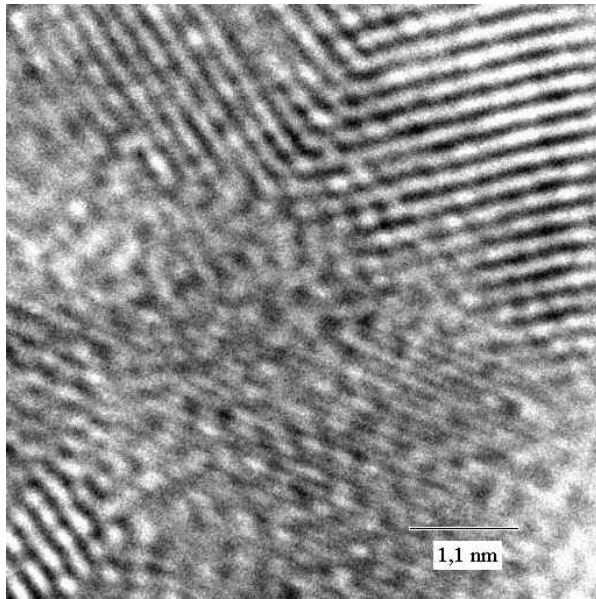


b)

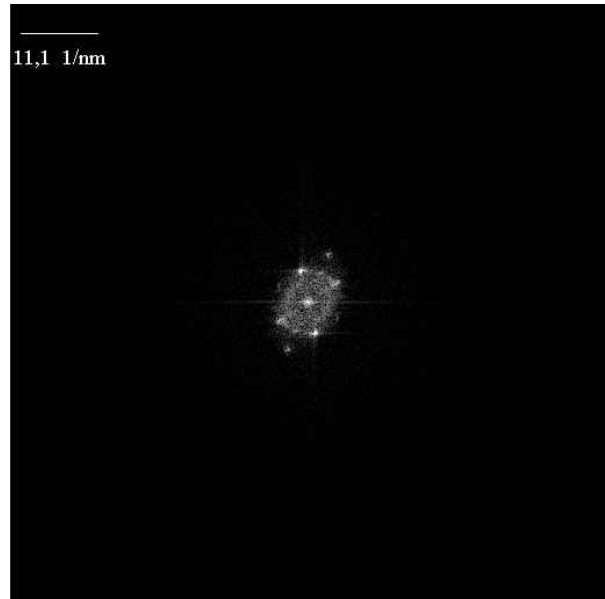
Abb. 3.5a) Gold-Inseln auf Germanium-Trägerfilm bei einer realen Vergrößerung von 1047000 (JEOL JEM-3010)

Abb. 3.5b) Diffraktogramm zu Abb. 3.5a

3. EICHUNG VON KAMERALÄNGEN, VERGRÖßERUNGEN UND RAUMFREQUENZEN



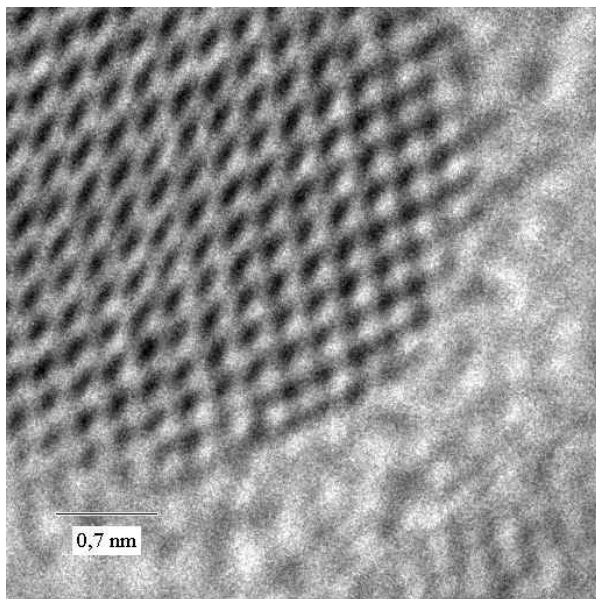
a)



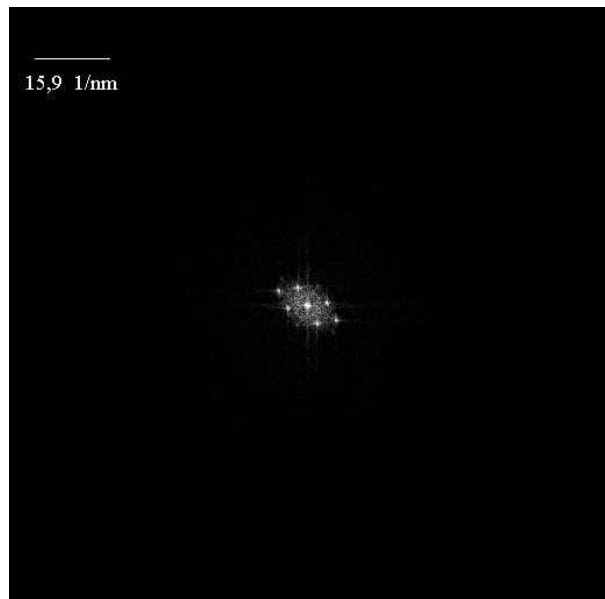
b)

Abb. 3.6a) Gold-Inseln auf Germanium-Trägerfilm bei einer realen Vergrößerung von 4121000 (JEOL JEM-3010, $\Delta E = 20$ eV)

Abb. 3.6b) Diffraktogramm zu Abb. 3.6a



a)



b)

Abb. 3.7a) Gold-Inseln auf Germanium-Trägerfilm bei einer realen Vergrößerung von 6105000 (JEOL JEM-3010, $\Delta E = 20$ eV)

Abb. 3.7b) Diffraktogramm zu Abb. 3.7a

3.4b ist das Diffraktogramm zu einer Katalasekristallabbildung am ZEISS EM 902 bei einer realen Vergrößerung von 79900 (Displayangabe 50000) zu sehen.

3. EICHUNG VON KAMERALÄNGEN, VERGRÖßERUNGEN UND RAUMFREQUENZEN

Für hohe Vergrößerungen ab ca. 500000 wurden Hochauflösungsbilder von Gold-Inseln erstellt. Hier konnten im wesentlichen die Ebenen mit den Gitterebenenabständen

$$d(111) = 0,235 \text{ nm}, d(200) = 0,204 \text{ nm}, d(220) = 0,144 \text{ nm} \text{ (siehe Gl. (3.9))}$$

zur Eichung verwendet werden. In Abb. 3.5a, 3.6a und 3.7a sind Aufnahmen von Gold-Inseln am JEOL JEM-3010 bei unterschiedlichen Vergrößerungen zu sehen, während in Abb. 3.5b, 3.6b und 3.7b die dazugehörigen Diffraktogramme dargestellt sind. In Abb. 3.5a sind mehrere Gold-Inseln auf einem Germanium-Trägerfilm erkennbar und die Ebene $d(111)$ konnte aufgelöst werden. Abb. 3.6a und Abb. 3.7a zeigen mehrere Netzebenen.

Um bei der Vergrößerungseichung reproduzierbare Werte zu erhalten, sind einige Probleme zu beachten:

- 1) Aufgrund des magnetischen Aufbaus der Linsen können bei Veränderung des Linsenstromes Hysteresse-Effekte auftreten [Rei 67]. Man kann den Einfluß dieser Effekte einschränken, indem man beim Einstellen der Vergrößerung zunächst auf maximale Vergrößerung (maximale Linsenanregung) stellt und danach auf die gewünschte Vergrößerung zurückschaltet. Auch beim anschließenden Scharfstellen des Objektes können Hysteresse-Effekte auftreten.
- 2) Die Hochspannung sollte zeitlich konstant sein.
- 3) Nach unterschiedlichen Einschleusvorgängen kann die Lage der Probe variieren. Aus Unterschieden in der Probenhöhe resultieren Unterschiede in der Vergrößerung. Die dadurch entstehende Meßunsicherheit kann bei ca. 5 % liegen [Wrig 68].
- 4) Die Konstanz der Linsenströme muß gewährleistet sein [Rei 67]. Dieser Punkt hängt eng mit Punkt 3) zusammen, denn die Scharfstellung des Objektes wird durch die Fokussierung der Objektivlinse auf die Probenposition erreicht. Eine Änderung der Probenhöhe zieht somit die Notwendigkeit der Verstellung des Objektivlinsenstromes nach sich. Dies kann aber unabhängig von der Position der Probe auch nötig sein, wenn aufgrund von Dickenunterschieden in der Probe die Objektivlinse von einer Probenstelle zu einer anderen neu fokussiert werden muß.

Punkt 3) und 4) beeinflussen die Genauigkeit der Vergrößerungseichung beim ZEISS EM 902 und beim JEOL JEM-3010 unterschiedlich stark. So gibt es beim ersten Gerät nicht die Möglichkeit, die Probenhöhe nach dem Einschleusvorgang zu verstellen. Deshalb ist den Angaben in Tab. 3.2, in der die Ergebnisse für die Vergrößerungseichung für das ZEISS EM 902 stehen, zusätzlich noch ein relativer Fehler von ca. 5 % zuzuordnen. Diese Fehlereinschätzung ist beim JEOL JEM-3010 schwieriger. Die Meßergebnisse für dieses

Gerät sind in Tab. 3.3 zu sehen. Auch zu den dortigen Angaben ist ein relativer Fehler hinzuzufügen, der allerdings als kleiner anzusehen ist als beim ZEISS EM 902. Der Grund dafür liegt darin, daß dort nach dem Einschleusen die Probenhöhe eingestellt wird, indem solange die Probenposition verändert wird, bis ein Bezugspunkt auf der Probe optimal fokussiert ist. Dabei ist die Objektivlinse maximal angeregt. Ein Maß für die Anregung dieser Linse ist der DV-Wert, der im Falle optimaler Anregung 0 beträgt. Die Abstufung der Probenhöhenetappen, um die man die Höhe des Präparates ändern kann, ist in der Regel jedoch nicht fein genug, um so ausreichend fokussieren und Netzebenen auflösen zu können. Deshalb muß man als Bezugspunkt auf der Probe, den es optimal zu fokussieren gilt, Partikel oder Flächen größerer Ausdehnung wählen. Aus diesem Grund ist meistens eine weitere Fokussierung nötig, die dann über die Veränderung des Objektivlinsenstromes erfolgt. Darum ist die Linsenanregung möglicherweise nicht ideal eingestellt. Die dadurch resultierende Vergrößerungsvariation ist um so kleiner, je näher die Höhe des Bezugspunktes, der zur Einstellung der Probenhöhe gedient hat, an derjenigen der zu untersuchenden Gitterebenen oder Probenstrukturen liegt. Um den DV-Wert und somit die Vergrößerungsvariation möglichst gering zu halten, empfiehlt es sich, die Probenhöheneinstellung mit Hilfe der Fokussierung einer Lochkante in der Probe vorzunehmen.

In den Ergebnistabellen Tab. 3.2 und Tab. 3.3 werden die gemessenen, realen Vergrößerungen $M(\text{real})$ mit ihren Display-Angaben $M(\text{Dis})$ verglichen. Die Werte für $M(\text{real})$ entstanden aus der Mittelung über die jeweilig gemessenen Einzelvergrößerungen aus mehreren Bildern, während die in den Tabellen angegebenen Meßunsicherheiten aus der Mittelung über die Ungenauigkeiten dieser Einzelvergrößerungen errechnet wurde. Letztere Meßungenauigkeiten ergaben sich daraus, daß besonders bei höheren Vergrößerungen die betrachteten Netzebenen als „breitere Linien“ sichtbar waren, denen keine scharfe Pixel-Position zugewiesen werden konnte, sondern eine „Pixel-Unsicherheit“ von 1 bis 3 Pixel zugeordnet werden mußte. Um diese Meßunsicherheit für eine Einzelvergrößerung so gering wie möglich zu halten, wurde nicht der Abstand zwischen zwei benachbarten Gitterebenen auf der Aufnahme abgemessen, sondern die Entfernung möglichst vieler nebeneinander liegender Netzebenen. Somit ergibt sich also für die Vergrößerung

$$M = \frac{\text{Abstand zwischen } n \text{ Gitterebenen auf der Aufnahme}}{n \cdot \text{Gitterebenenabstand}}. \quad (3.12)$$

3. EICHUNG VON KAMERALÄNGEN, VERGRÖßERUNGEN UND RAUMFREQUENZEN

Bei der Betrachtung der Ergebnisse aus Tab. 3.2 ist für das ZEISS EM 902 ein Anstieg der dort angegebenen Meßunsicherheiten bei den Vergrößerungen $M(\text{Dis}) = 3000 - 20000$ und $M(\text{Dis}) = 50000 - 250000$ zu erkennen. Der Grund dafür liegt darin, daß bei steigender Vergrößerung immer weniger Gitterebenen des jeweiligen Eichpräparates zu sehen sind und diese zunehmend breiter auf der Aufnahme erscheinen.

Tab. 3.2) Ergebnisse für die Vergrößerungseichung für das ZEISS EM 902 in der Kameraebene (*zu den angegebenen Fehlern ist ein systematischer Fehler von ca. 5 % zu addieren: siehe Text!*)

M(Dis)	M(real)	$\frac{M(\text{real})}{M(\text{Dis})}$	Eichpräparat
3000	5080 ± 60	$1,69 \pm 0,02$	Gitterstandard
4400	7400 ± 200	$1,68 \pm 0,04$	Gitterstandard
7000	10300 ± 200	$1,47 \pm 0,03$	Gitterstandard
12000	19900 ± 600	$1,66 \pm 0,05$	Gitterstandard
20000	32600 ± 1900	$1,63 \pm 0,09$	Gitterstandard
30000	48100 ± 600	$1,60 \pm 0,02$	Katalase
50000	79900 ± 500	$1,60 \pm 0,01$	Katalase
85000	131000 ± 800	$1,54 \pm 0,01$	Katalase
140000	232000 ± 2700	$1,66 \pm 0,02$	Katalase
250000	390600 ± 8300	$1,56 \pm 0,03$	Katalase

Beim Vergleich von $M(\text{real})$ mit $M(\text{Dis})$ ergibt sich, daß die Display-Angaben mit einem Faktor von 1,5 bis 1,7 multipliziert werden müssen, um die realen Vergrößerungen zu erhalten. Von einem linearen Gesetz zwischen $M(\text{real})$ und $M(\text{Dis})$ kann noch gesprochen werden. Nun muß aber ein zusätzlicher Fehler von ca. 5 % berücksichtigt werden, der aus der Probenhöhenvariation und der Tatsache resultiert, daß nach gewünschter Veränderung der Vergrößerung durch die neue Fokussierung wieder Hysterese-Effekte zu erwarten sind.

Dadurch sind die Schwankungen des Faktors $\frac{M(\text{real})}{M(\text{Dis})}$ zu erklären, die doch zu groß sind, als daß man bei einem generalisierten Faktor von 1,6 (aus der Mittelung über die Einzelfaktoren

entstanden) für alle Vergrößerungen genaue Ergebnisse erhalten würde. Die Faktoren $\frac{M(\text{real})}{M(\text{Dis})}$ stimmen aber im Rahmen der Meßunsicherheiten überein.

In Tab. 3.3 werden die experimentellen Ergebnisse für die Vergrößerungen $M(\text{real})$ beim JEOL JEM-3010 mit den Display-Angaben $M(\text{Dis})$ verglichen. Auffällig ist, daß die Ergebnisse für den Quotienten $\frac{M(\text{real})}{M(\text{Dis})}$ bei Katalasekristallen als Eichpräparat nur sehr unzufriedenstellend mit denen bei Gold-Inseln als Eichpräparat zusammenpassen. Eine Begründung dafür kann der Sachverhalt sein, daß die Literaturangaben zu den Gitterebenenabständen der Katalasekristalle nur endlich genau sind und ihnen eine Meßunsicherheit zugeordnet werden muß [vgl. Wrig 68]. Außerdem muß man berücksichtigen, daß bei den Kristallen eine Strahlenschädigung aufgetreten sein könnte.

Für eine recht zuverlässige Vergrößerungseichung können aber die mit Gold-Inseln erhaltenen Ergebnisse herangezogen werden. Hier ergibt sich für das JEOL JEM-3010, wie beim ZEISS EM 902, ein einigermaßen konstanter Zusammenhang zwischen $M(\text{real})$ und $M(\text{Dis})$.

Bestimmt man den Mittelwert aus allen Einzelwerten von $\frac{M(\text{real})}{M(\text{Dis})}$, so erhält man den Wert 20,8. Die maximale Abweichung von diesem Mittelwert beträgt allerdings 7 % (bei $M(\text{Dis}) = 100000$) und die relative statistische Abweichung, die mit Hilfe der Standardabweichung berechnet wurde, etwas über 1 %.

In der Diskussion der Ursachen für diese Abweichungen muß wohl die Linsenstromversorgung noch immer mit einbezogen werden, da sich bis zu einem gewissen Grad Variationen in dem Objektivlinsenstrom bezüglich der maximalen Linsenanstrengung für Meßwerte bei unterschiedlichen Vergrößerungen nicht vermeiden lassen.

Ein weiterer Faktor, der sich auf die Genauigkeit der Vergrößerungseichung auswirken kann, ist die richtige Zuordnung der Gitterebenen auf der Aufnahme. Für die Identifikation der Netzebenen kann das Diffraktogramm zur Hilfe herangezogen werden. Dann ist es besonders hilfreich, wenn in der Kameraaufnahme der Gold-Inseln unterschiedliche Netzebenen aufgelöst sind. Durch Bildung der Verhältnisse der einzelnen Abstände der Ebenen im Bild oder der Reflexe im Diffraktogramm kann bei Gold die Netzebenenidentifizierung mit Hilfe von Gl. (3.9) erfolgen. Allerdings kann ein Spezialfall auftreten, der die Bildinterpretation erschwert: im Diffraktogramm kann der Reflex 1. Ordnung ($n = 1$) bezüglich der doppelten Gitterebene (311) bei $2 \cdot d(311) = 2 \cdot 0,123 \text{ nm} = 0,246 \text{ nm}$ mit dem Reflex 1. Ordnung ($n = 1$) bezüglich der Gitterebenen (111) bei $d(111) = 0,235 \text{ nm}$ verwechselt werden; dies kann dann

3. EICHUNG VON KAMERALÄNGEN, VERGRÖßERUNGEN UND RAUMFREQUENZEN

eintreten, wenn der Reflex bezüglich der einfachen Ebenen (311) im Diffraktogramm bei einer Raumfrequenz liegt, die nicht durch die Übertragungsfunktion übertragen wird. Dieses Problem ist dann gelöst, wenn im Bild zusätzlich eine andere Netzebene aufgelöst ist, so daß ein zusätzlicher Vergleichswert vorliegt.

Tab. 3.3) Ergebnisse für die Vergrößerungseichung für das JEOL JEM-3010 in der Kameraebene (die hier angegebenen Fehler sind als minimale Fehler zu betrachten: siehe Text! Abkürzungen: n. b. = nicht bekannt; * = nur ein Meßwert!)

M(Dis)	M(real)	$\frac{M(\text{real})}{M(\text{Dis})}$	Eichpräparat
4000	78800 ± 600	19,7 ± 0,2	Katalase
5000	99900 ± 800	20,0 ± 0,2	Katalase
6000	119200 ± 1000	19,9 ± 0,2	Katalase
8000	149000 ± 1400	18,6 ± 0,2	Katalase
10000	181700 ± 1500	18,2 ± 0,2	Katalase
12000*	217200 ± 2700*	18,1 ± 0,2*	Katalase
15000	n. b.	n. b.	
20000	n. b.	n. b.	
25000	n. b.	n. b.	
30000	605000 ± 38000	20,2 ± 1,3	Gold-Inseln
40000	779000 ± 44000	19,5 ± 1,1	Gold-Inseln
50000	1047000 ± 35000	20,9 ± 0,7	Gold-Inseln
60000	1298000 ± 24000	21,6 ± 0,4	Gold-Inseln
80000	1569000 ± 47000	19,6 ± 0,6	Gold-Inseln
100000	2218000 ± 48000	22,2 ± 0,5	Gold-Inseln
120000	2635000 ± 45000	22,0 ± 0,4	Gold-Inseln
150000	3213000 ± 58000	21,4 ± 0,4	Gold-Inseln
200000	4121000 ± 72000	20,6 ± 0,4	Gold-Inseln
250000	4967000 ± 66000	19,9 ± 0,3	Gold-Inseln
300000	6105000 ± 77000	20,4 ± 0,3	Gold-Inseln

4. DIFFRAKTOGRAMMAUSWERTUNG UND BESTIMMUNG VON LINSENFEHLERN

4.1. Methode zur Bestimmung der sphärischen Aberration und des Defokus

Kapitel 2 befaßte sich u. a. mit dem Ausdruck für die Diffraktogramm-Intensität

$$|A_D(\underline{u})|^2 = |E(\underline{u})|^2 |A(\underline{u})|^2 \cdot 4 |T_A(\underline{u})|^2 \sin^2 \chi(\underline{u}).$$

Da in der Phasenverschiebung $\chi(\underline{u})$ die sphärische Aberration c_s und die Defokussierung Δf enthalten sind, ermöglicht die Diffraktogramm-Analyse, c_s und Δf zu bestimmen. Hierfür muß auf die Strukturinformation $A(\underline{u})$ eingegangen werden. Betrachtet man amorphe Proben, die nur aus einem Element bestehen, so ergibt sich bei einem Atomformfaktor $f(\underline{u})$ und einem Strukturfaktor $S(\underline{u})$

$$A(\underline{u}) = f(\underline{u}) \cdot S(\underline{u}) \quad \text{mit} \\ S(\underline{u}) = \sum_{j=1}^N \exp\{-2 \cdot \pi \cdot i \cdot \underline{u} \cdot \underline{r}_j\}. \quad (4.1)$$

Es wird dabei vorausgesetzt, daß die Atome unabhängig voneinander sind. Hier wird über alle Atompositionen \underline{r}_j summiert, so daß N die Gesamtzahl der Atome im betrachteten Volumen ist. Somit ergibt sich [Kohl 91]

$$|A(\underline{u})|^2 = |f(\underline{u})|^2 \cdot \sum_{j,j}^N \exp\{i \cdot \underline{u} \cdot (\underline{r}_j - \underline{r}_j)\} = |f(\underline{u})|^2 \cdot \left[\sum_{j=1}^N 1 + \sum_{j \neq j=1}^N \exp\{i \cdot \underline{u} \cdot (\underline{r}_j - \underline{r}_j)\} \right]. \quad (4.2)$$

Hier schlägt Krivanek vor, ideal amorphe Proben zu betrachten. Bei ihnen läßt sich der Term $|S(\underline{u})|^2$ im Vergleich zu real amorphen Proben vereinfachen. Aufgrund der statistischen

Abstandsverteilung in ideal amorphen Proben ist für $\underline{u} \neq 0$ der Ausdruck mit $\sum_{j \neq j=1}^N$ ungefähr 0,

so daß man als Endausdruck für $|A(\underline{u})|^2$

$$|A(\underline{u})|^2 \approx N \cdot |f(\underline{u})|^2 \quad (4.3)$$

findet. Die Diffraktogramm-Intensität ideal amorpher Proben, bestehend aus einem Element, besitzt nun folgende Form

$$|A_D(\underline{u})|^2 \approx |E(\underline{u})|^2 \cdot 4 \cdot N \cdot |f(\underline{u})|^2 \cdot |T_A(\underline{u})|^2 \cdot \sin^2 \chi(\underline{u}). \quad (4.4)$$

Konzentriert man sich auf den Verlauf der einzelnen Faktoren in der Gleichung, so findet man in dem auswertbaren Raumfrequenzbereich des Diffraktogrammes $|f(\underline{u})|^2 > 0$, $|T_A(\underline{u})|^2 > 0$, $|E(\underline{u})|^2 > 0$. Außerdem ist $f(\underline{u})$ eine monoton fallende Funktion und $|T_A(\underline{u})|$ für den übertragenen Raumfrequenzbereich konstant 1.

Man kann also in der Regel davon ausgehen, daß die Nullstellen und die Maxima \underline{u}_i im Diffraktogramm durch die Sinus-Funktion bestimmt sind. Somit ergibt sich [Kri 76b, Bu/Kri 88]

- eine Nullstelle bzw. ein Minimum bei Erfüllung von

$$\chi(\underline{u}_i) = \frac{n_i \cdot \pi}{2}, \quad n_i \text{ gerade} \quad (4.5a)$$

- ein Maximum bei Erfüllung von

$$\chi(\underline{u}_i) = \frac{n_i \cdot \pi}{2}, \quad n_i \text{ ungerade.} \quad (4.5b)$$

Setzt man für $\chi(\underline{u})$ den Ausdruck (2.10) aus Kapitel 2 ein, so erhält man bei Raumfrequenzen \underline{u}_i , die ein Maximum oder eine Nullstelle aufweisen [Kri 76b, Bu/Kri 88]:

$$\frac{n_i}{u_i^2} = c_s \cdot \lambda^3 \cdot u_i^2 + 2 \cdot \Delta f \cdot \lambda. \quad (4.6)$$

Trägt man also in einem Diagramm die aus dem Diffraktogramm ermittelten Raumfrequenzen u_i zu den beobachteten Intensitätsmaxima und -nullstellen in der Form $\frac{n_i}{u_i^2}$ in Abhängigkeit von u_i^2 auf, so erhält man eine Gerade mit der Steigung $c_s \cdot \lambda^3$ und dem y-Achsenabschnitt $2 \cdot \Delta f \cdot \lambda$ [Kri 76b]. Somit kann man aus der so erhaltenen Steigung die sphärische Aberration und aus dem Achsenabschnitt den Defokus bestimmen.

Es sei hier darauf hingewiesen, daß die sphärischen Aberrationen der Zwischenlinse und der danach im Strahlengang eines TEM (Transmissionselektronenmikroskop) folgenden Linsen

vernachlässigt werden können [Rei 97]. Nur die Objektivlinse spielt eine Rolle. Der Grund dafür liegt darin, daß bei einer Vergrößerung M_{Obj} dieser Linse der Öffnungswinkel α für die folgende Linse von α_0 auf $\alpha = \frac{\alpha_0}{M_{Obj}}$ verkleinert wird. In der Ebene der geringsten

Zerstreuung hinter einer Linse ist der Strahldurchmesser nach Gl. (2.3) proportional zu α^3 . Bei diesen kleinen Winkeln α haben die Linsen hinter der Objektivlinse auf den kleinsten Strahldurchmesser also keinen entscheidenden Einfluß. Somit sind die gemessenen Werte für die sphärische Aberration c_s der Objektivlinse zuzuordnen.

Um die oben beschriebene Meßmethode anwenden zu können, wurden (elastisch gefilterte) Aufnahmen von amorphen Kohlenstoff-Filmen (C) und amorphen Germanium-Filmen (Ge) unter axialer Beleuchtung mit einer Slow-Scan-CCD-Kamera erstellt. Für die Korrektur des Astigmatismus wurden die Objektivlinsen-Stigmatoren solange variiert, bis das Diffraktogramm (vor allem in der Nähe des Gauß'schen Defokus, d. h. bei der Defokuseinstellung mit dem niedrigsten Bildkontrast und einer breiten Kontrastübertragung bis zur ersten Diffraktogramm-Nullstelle) eine radiale Symmetrie aufwies und somit davon auszugehen war, daß nur die sphärische Aberration und die Defokussierung Einfluß auf seine Intensitätsverteilung hatten. Abb. 4.1 zeigt Diffraktogramme mit unterschiedlich starkem Astigmatismus.

Die Proben wurden mit einer Dicke von 5 - 20 nm präpariert, um die WPO-Näherung zu erfüllen. Aus den so erhaltenen Bildern wurde mittels Berechnung der FFT (Fast-Fourier-Transformation) über die Software „Digital Micrograph“ das Diffraktogramm erstellt. Um den Einfluß des Rauschens zu reduzieren und um eine quantitativ auswertbare Darstellung des Diffraktogramms zu erhalten, die nur vom Betrag u ($u = |\underline{u}|$) der Raumfrequenz abhängt, wurde eine zirkulare Mittelung über das Diffraktogramm durchgeführt, d. h. es wurde über die Linescans azimuthal gemittelt. Zur weiteren Einschränkung des Rauschens wurde mit Hilfe eines Glättungsmechanismus das erhaltene gemittelte Diffraktogramm geglättet.

Für die Bestimmung der Nullstellen bzw. Minima und der Maxima im Diffraktogramm und der anschließenden Ermittlung der sphärischen Aberration und der Defokussierung nach obiger Methode wurde ein Programm mit dem Namen „Diff-Analyse_Proc_6“ geschrieben. Damit eine möglichst direkte Auswertung und eine Automatisierung gewährleistet werden konnte, wurde dieses Programm in der Script-Sprache zu der Software „Digital Micrograph“ verfaßt.

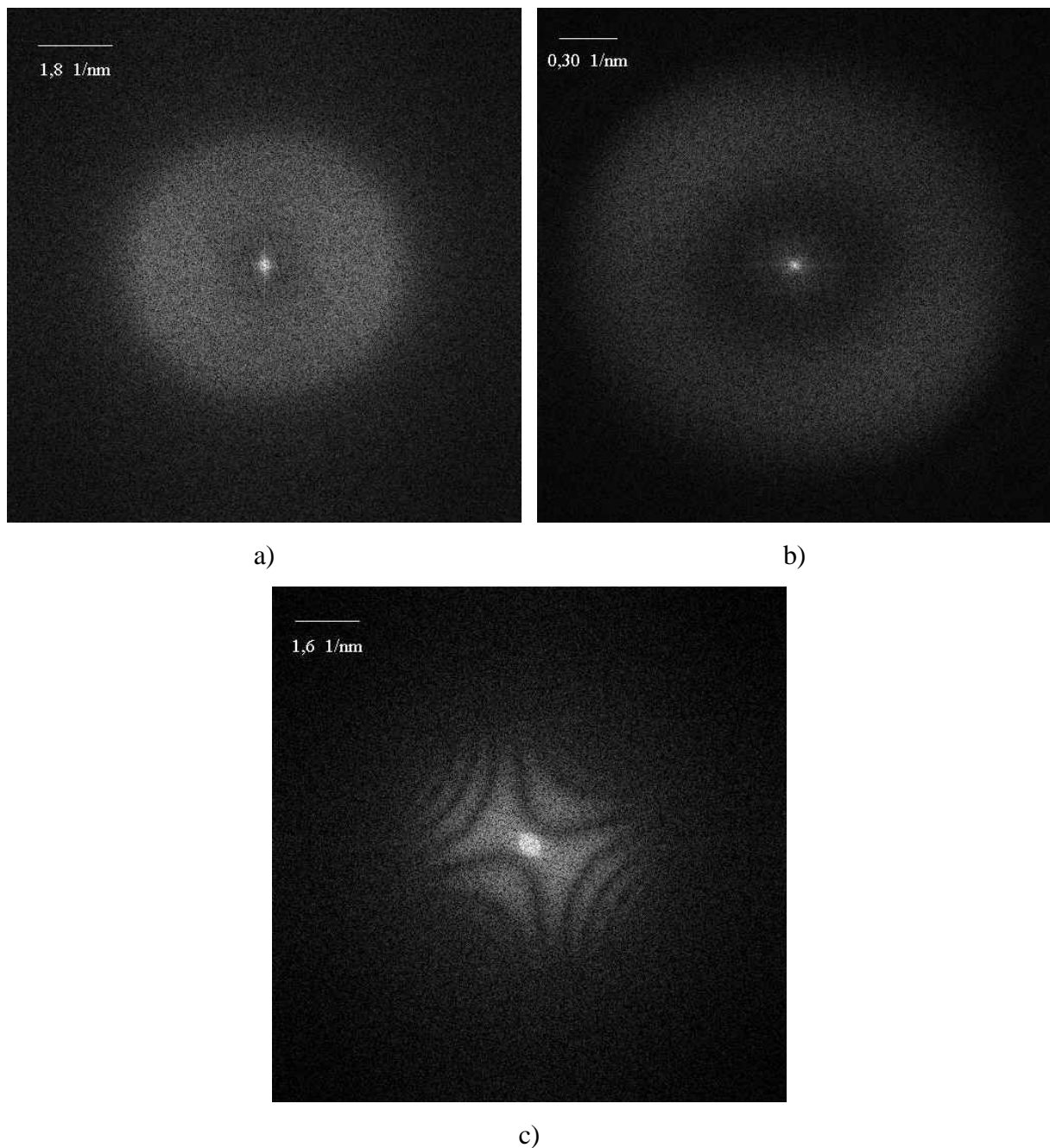


Abb. 4.1a) Diffraktogramm zu einer Germanium-Aufnahme am JEOL JEM-3010 in der Nähe des Gauß'schen Defokus bei korrigiertem Astigmatismus

Abb. 4.1b) Diffraktogramm zu einer Kohlenstoff-Aufnahme am ZEISS EM 902 in der Nähe des Gauß'schen Defokus bei leichtem Astigmatismus

Abb. 4.1c) Diffraktogramm zu einer Aufnahme von Gold-Inseln auf Germanium am JEOL JEM-3010 bei starkem Astigmatismus

4.2. Probleme bei der Diffraktogrammauswertung

4.2.1. Fehlinterpretationen von lokalen Maxima und Minima

Um die sphärische Aberration und den Defokus aus den Nullstellen bzw. den Maxima eines experimentellen Diffraktogramms bestimmen zu können, muß zunächst deren Position ermittelt werden. Dies ist insofern schwierig, als neben den Extremstellen, die die Bedingungen (4.5a) bzw. (4.5b) erfüllen, noch andere lokale Extrema existieren können.

Abb. 4.2a zeigt eine Aufnahme von Germanium bei einer Vergrößerung von 779000 und einer Energiebreite von $\Delta E = 20$ eV am JEOL JEM-3010 (Meßwerte für den Defokus und die sphärische Aberration aus diesem Bild: $\Delta f = 117$ nm, $c_s = 0,65$ mm), Abb. 4.2b das dazugehörige Diffraktogramm und Abb. 4.2c den zirkular gemittelten, geglätteten Linescan des Diffraktogramms in einfach logarithmischer Darstellung ($\lg(|A_D(u)|^2)$) in Abhängigkeit von dem Raumfrequenzbetrag u).

Aufgrund der Definition der Diffraktogramm-Amplitude $A_D(\underline{u}) = FT(I(x_B, y_B))$ ist in dem gemessenen Diffraktogramm nicht nur der gestreute Anteil der Wellenfunktion, sondern auch der ungestreute Beitrag enthalten. Letzterer äußert sich durch den Zentralstrahl, der durch den hohen Peak bei der Raumfrequenz 0 in dem zirkular gemittelten, geglätteten Linescan des Diffraktogramms dargestellt ist. Diese Überlagerung von Zentralstrahl und Übertragungsfunktion sorgt für das erste Minimum, das also keine Nullstelle dieser Funktion ist und für die Berechnung von c_s , Δf und der Übertragungsfunktion nicht betrachtet werden darf.

Ein weiteres Problem stellt das Minimum der Phasenverschiebung $\chi(\underline{u})$ bei negativer Defokussierung dar. Dieses sorgt für ein lokales Maximum oder ein lokales Minimum im Diffraktogramm, das in der Regel nicht die Bedingung (4.5a) bzw. (4.5b) erfüllt. Somit darf auch diese Extremstelle nicht für die Bestimmung von c_s und Δf verwendet werden.

Dies läßt sich in Abb. 4.3 und Abb. 4.4 im Zusammenhang mit der richtigen Numerierung der Faktoren n_i für Maximal- und Nullstellen u_i veranschaulichen, die für die Erhaltung richtiger Ergebnisse für c_s und Δf wesentlich ist. Abb. 4.3a zeigt die Phasenverschiebung $\chi(\underline{u})$ nach Gl.

(2.10) bei negativem Defokus. Das Minimum von χ liegt hier bei $\chi(u) > -\frac{\pi}{2}$. In Abb. 4.3b ist die Funktion $|\sin\chi(u)|$ zu sehen.

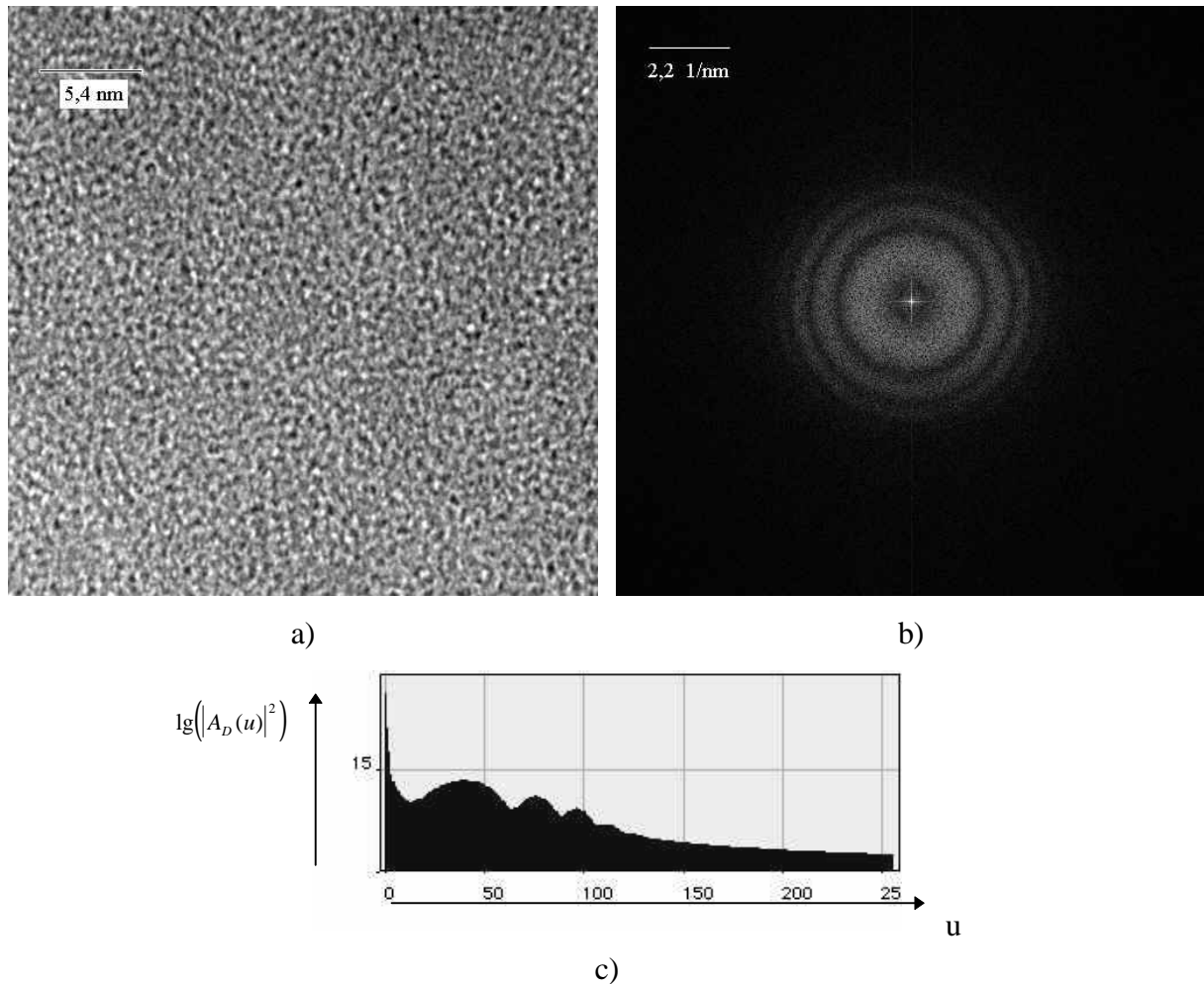


Abb. 4.2a) Aufnahme von Germanium bei einer Vergrößerung von 779000 (JEOL JEM-3010, $\Delta E = 20$ eV, Messwerte $\Delta f = 117$ nm, $c_s = 0,65$ mm)

Abb. 4.2b) Diffraktogramm zu Abb. 4.2a

Abb. 4.2c) Zirkular gemittelter, geglätteter Linescan des Diffraktogramms aus Abb. 4.2b in einfach logarithmischer Darstellung (Raumfrequenz-Achse in willkürlicher Skalierung)

Das Minimum von $\chi(u)$ sorgt also in dem Fall in Abb. 4.3 für ein lokales Maximum im Diffraktogramm, welches nicht die Bedingung $\chi(u_i) = \frac{n_i \cdot \pi}{2}$ (n_i ungerade) erfüllt. Würde in der Übertragungsfunktion nicht zusätzlich eine Einhüllende $E(u)$ enthalten sein, die mit steigender Raumfrequenz stark abfällt, könnte man es daran erkennen, daß seine Intensität im Diffraktogramm kleiner wäre als die der anderen Maxima. Statt dessen muß man als Kontrolle darüber, ob die Maxima und die Nullstellen richtig gewählt wurden und ob die Numerierung

der Faktoren n_i korrekt vorgenommen wurde, überprüfen, ob die Auftragung dieser Extremstellen in der Form $\frac{n_i}{u_i^2}$ in Abhängigkeit von u_i^2 eine Gerade ergibt [Kri 76b].

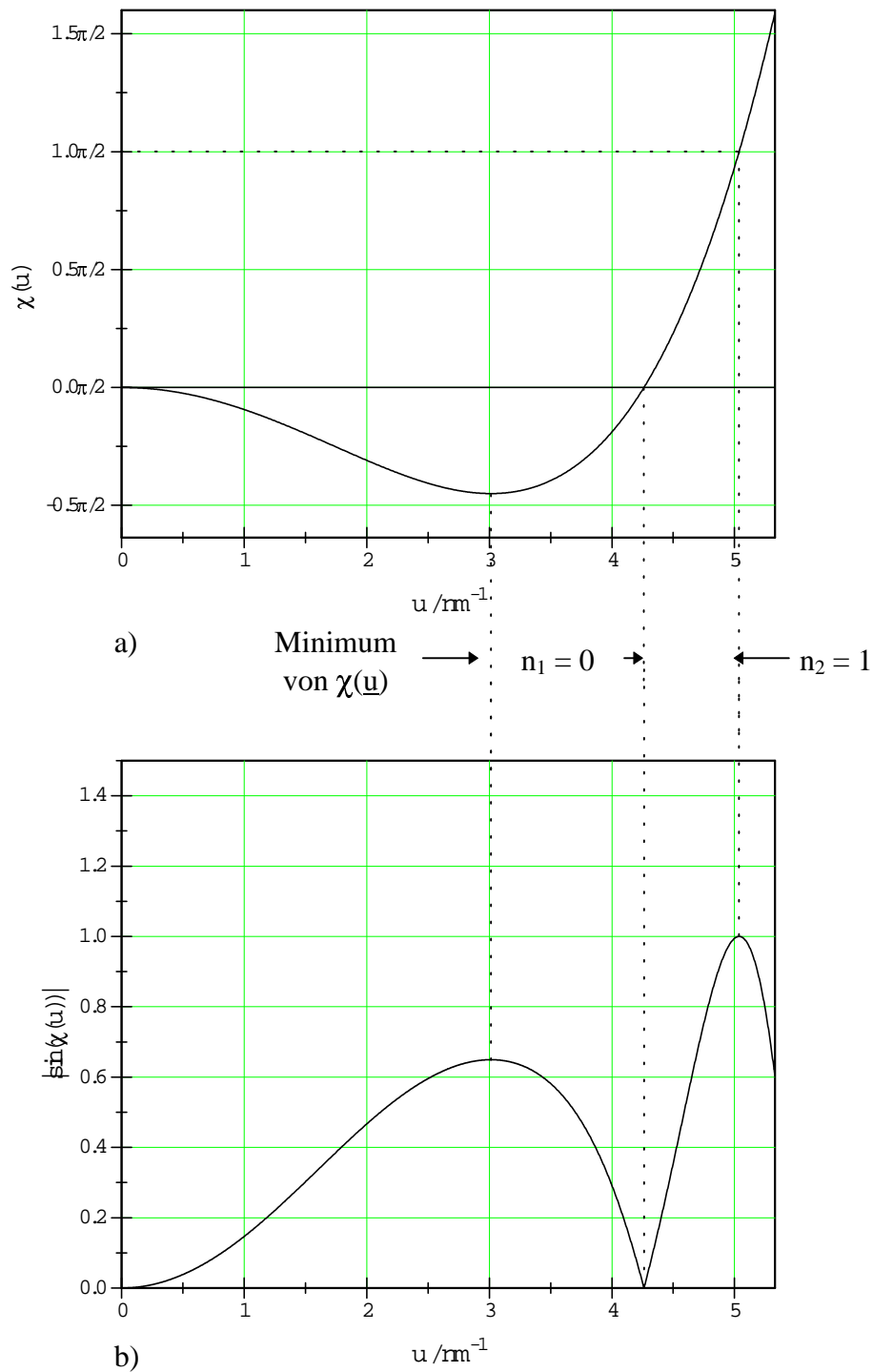


Abb. 4.3a) Phasenverschiebung $\chi(u)$ bei negativem Defokus ($\Delta f = -25 \text{ nm}$)

Abb. 4.3b) Funktion $|\sin \chi(u)|$ als Maß für die Übertragungsfunktion

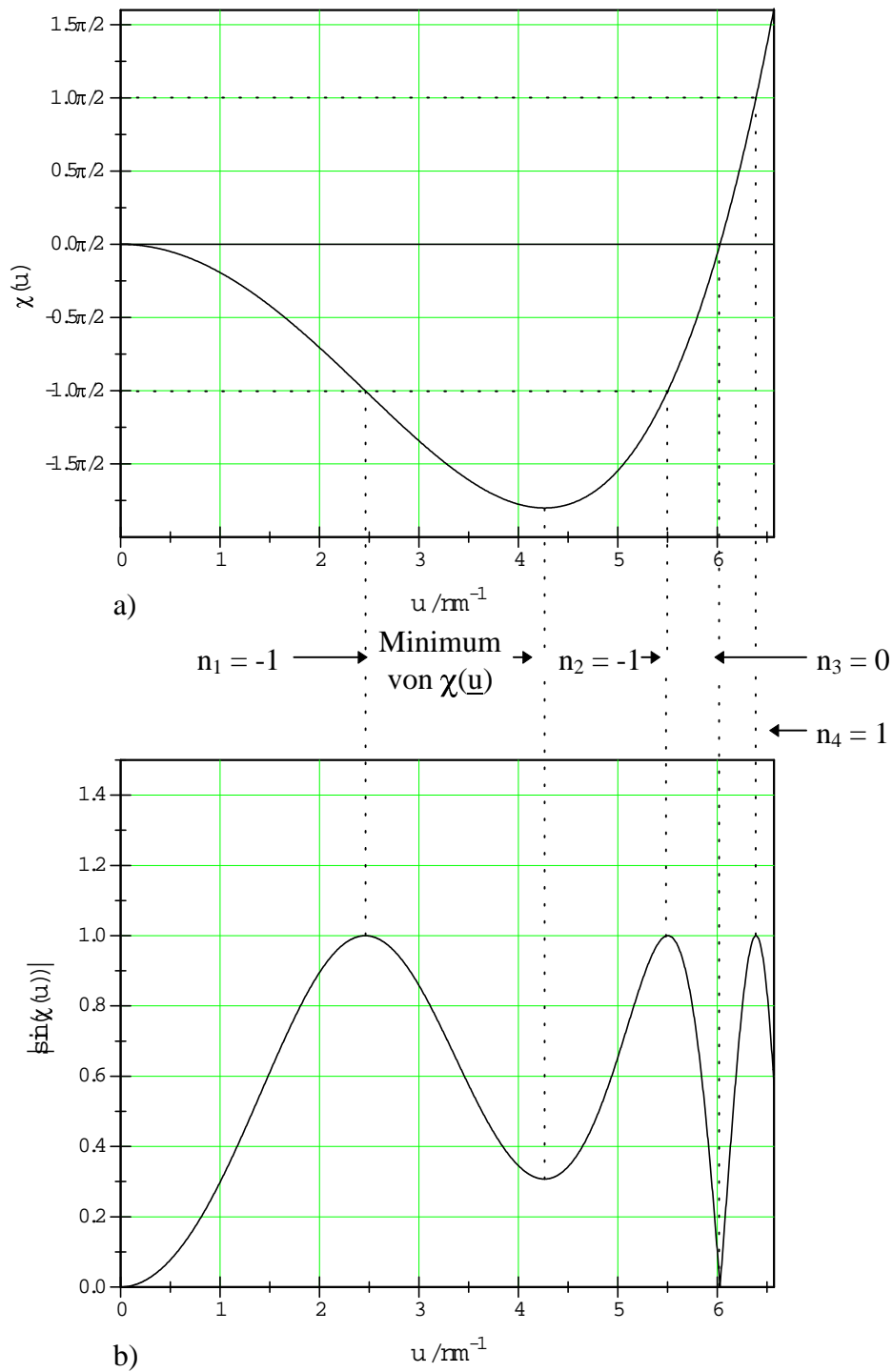


Abb. 4.4a) Phasenverschiebung $\chi(u)$ bei negativem Defokus ($\Delta f = -50 \text{ nm}$)

Abb. 4.4b) Funktion $|\sin\chi(u)|$ als Maß für die Übertragungsfunktion

In Abb. 4.4a ist nun ein Fall dargestellt, in dem das durch das Minimum von χ hervorgerufene lokale Extremum in $|\sin\chi(u)|$ ein Minimum ist. Abb. 4.4b zeigt die zu dieser Situation gehörende Funktion $|\sin\chi(u)|$.

Die Numerierungsabfolge für die Faktoren n_i ist im Falle von Abb. 4.3 0, 1, 2, 3, ..., in Abb. 4.4 ist sie -1, -1, 0, 1, 2, Solche Abfolgen hat man bei betragsmäßig kleinen oder mittleren negativen Defokus-Werten zu erwarten. Ist der Defokus stark negativ, ist die Numerierungsabfolge -1, -2, -3, -4, ... für die gemessenen Maxima und Nullstellen in $|\sin\chi(u)|$. Gerade in dem Bereich, in dem die Numerierung nicht eindeutig ist, ist aber die Übertragungsfunktion am empfindlichsten gegenüber der zu bestimmenden sphärischen Aberration.

4.2.2. Einfluß der Einhüllenden

Die Einhüllende $E(u)$ kann für eine Verschiebung oder eine schlechte Erkennbarkeit von Extremwerten der Funktion $|\sin\chi(u)|$ sorgen, so daß die Extremwerte, die man aus dem experimentell bestimmten Diffraktogramm erhält, die Meßwerte für c_s und Δf verfälschen. In solchen Fällen werden die so bestimmten Raumfrequenzen für die Extremstellen u_i bei der Auftragung von $\frac{n_i}{u_i^2}$ in Abhängigkeit von u_i^2 keine Gerade ergeben. Von dieser Verschiebung der Extremstellen ist besonders das erste Maximum neben dem Zentralstrahl betroffen. Die Lage der Minima im Diffraktogramm, die den Nullstellen in der Kontrast-Übertragungsfunktion entsprechen, bleibt von der Einhüllenden unbeeinflusst. Man kann sich aber in der Regel bei der Auswertung nicht allein auf diese Minima beschränken, sondern muß die Maxima mit berücksichtigen, da für eine zuverlässige Bestimmung von c_s die Diffraktogramme bei niedrigen Defokus-Werten aufgenommen werden müssen (siehe Abschnitt 4.2.4), was zur Folge hat, daß im Diffraktogramm nur wenig Extremstellen sichtbar sind.

Abb. 4.5a zeigt eine simulierte Einhüllende $E(u) = E_t(u) \cdot E_s(u)$ (vgl. Gln. (2.31), (2.32), (2.34)) bei einer Wellenlänge $\lambda = 4,180$ pm (entspricht der Wellenlänge beim ZEISS EM 902), $\delta = 8$ nm, $\alpha_0 = 2$ mrad, $\Delta f = 350$ nm, $c_s = 2,2$ mm und $M = 131000$. In Abb. 4.5b ist die Funktion $|\sin\chi(u)|$ bei gleichem c_s -Wert, Δf -Wert, λ und M zu sehen. Abb. 4.5c stellt das Produkt $E(u) \cdot |\sin\chi(u)|$ dar.

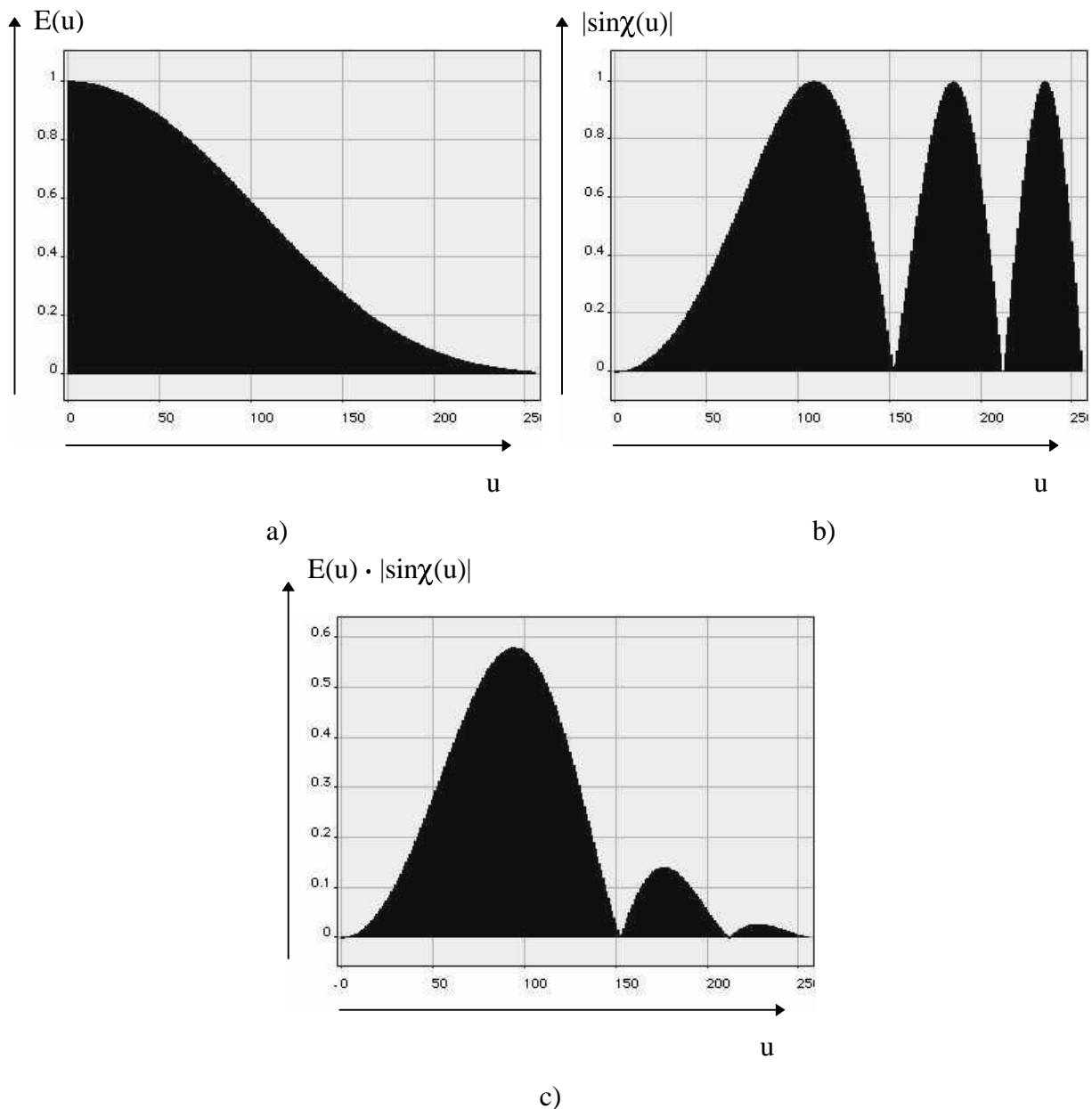


Abb. 4.5a) Simulation einer Einhüllenden $E(u) = E_t(u) \cdot E_s(u)$ bei $\lambda = 4,180 \text{ pm}$, $c_s = 2,2 \text{ mm}$,
 $\Delta f = 350 \text{ nm}$, $\delta = 8 \text{ nm}$, $\alpha_0 = 2 \text{ mrad}$, $M = 131000$

Abb. 4.5b) Funktion $|\sin\chi(u)|$ unter den gleichen Bedingungen wie in Abb. 4.5a

Abb. 4.5c) Produkt $E(u) \cdot |\sin\chi(u)|$

(Raumfrequenz-Achse in willkürlicher, aber einheitlicher Skalierung)

Beim Vergleich der Funktion $|\sin\chi(u)|$ mit dem Produkt $E(u) \cdot |\sin\chi(u)|$ fällt eine Verschiebung der Extremstellen auf. So sind bei der Funktion $|\sin\chi(u)|$ die Maxima bei den Kanälen (Maß für die Raumfrequenzen) 109, 185 und 235 zu finden. Bei $E(u) \cdot |\sin\chi(u)|$ entdeckt man die gleichen Extrema bei den Kanälen 94, 176 und 228. Diese Verschiebung der Maxima äußert

sich auch im Experiment. Abb. 4.6a zeigt einen zirkular gemittelten, geglätteten Linescan eines Diffraktogramms eines Germanium-Films bei $M = 779000$, aufgenommen am JEOL JEM-3010. Betrachtet man für die Berechnung von c_s und Δf das erste Maximum nicht mit, so ergeben sich die Meßwerte $c_s = 0,55 \pm 0,13$ mm und $\Delta f = 160 \pm 3$ nm. Berücksichtigt man allerdings das erste Maximum, erhält man für die sphärische Aberration und den Defokus $c_s = -0,31 \pm 0,68$ mm und $\Delta f = 170 \pm 8$ nm. Insbesondere die Werte für die sphärische Aberration weichen stark voneinander ab, wobei der zuletzt angegebene Wert unrealistisch ist, da c_s nicht negativ sein kann. Hinzu kommt, daß seine Meßunsicherheit sehr groß ist.

Ein weiterer Anhaltspunkt dafür, daß bei der Auswertung das erste Maximum nicht berücksichtigt werden sollte, ist auch in Abb. 4.6b dargestellt. Dort sind die gemessenen

Extremstellen des Diffraktogramms aus Abb. 4.6a in der Form $\frac{n_i}{u_i^2}$ in Abhängigkeit von u_i^2

aufgetragen. Dabei ist dort eine Gerade dann relativ gut zu erkennen, wenn man das erste Maximum nicht mit einbezieht. Es zerstört bei Mitberücksichtigung den Verlauf einer Geraden. Der dazugehörige Wert $\frac{n_1}{u_1^2}$ ist viel zu hoch. Durch die Einhüllende ist also die

Raumfrequenz u_1 zu einer niedrigeren Raumfrequenz verschoben worden. Dies kann auch bei höheren Maxima beobachtet werden, wie in Abb. 4.7c zu sehen ist. Dort sind diese aus Abb. 4.6 experimentell bestimmten Maxima um einen Kanal nach rechts verschoben worden, mit

dem Resultat, daß das Kriterium besser erfüllt ist, in dem die Auftragung von $\frac{n_i}{u_i^2}$ in

Abhängigkeit von u_i^2 eine Gerade bildet (Geradenkriterium). Allerdings ist dieser Effekt kleiner als beim ersten Maximum, macht sich aber im berechneten Wert von c_s bemerkbar, wie im Abschnitt 4.2.3 gezeigt wird. Der schwächer werdende Einfluß hängt mit der abnehmenden Breite der Maxima von $|\sin\chi(u)|$ bei steigenden Raumfrequenzen zusammen. Auch der geringer werdende Abfall der Einhüllenden spielt eine Rolle.

Da durch das erste Maximum das Geradenkriterium aufgrund der Einhüllenden gestört wird, wurde es generell bei der Berechnung von c_s und Δf nicht berücksichtigt. Um die Dämpfung der Kontrast-Übertragung durch die Einhüllende bei hohen Raumfrequenzen so langsam wie möglich zu machen und um so die Anzahl der sichtbaren Diffraktogramm-Ringe zu erhöhen, wurde versucht, eine möglichst parallele Beleuchtung der Probe zu erreichen. Dies kann unter anderem durch die Wahl von möglichst kleinen Kondensorblenden gewährleistet werden. Dabei sinkt allerdings die Intensität in den Bildern ab [Bu/Kri 88], was besonders bei

4. DIFFRAKTOGRAMMAUSWERTUNG UND BESTIMMUNG VON LINSENFEHLERN

größerer Vergrößerungen hinderlich ist, welche für eine genaue Messung von c_s nötig sind. Man kann dieses Problem durch eine Erhöhung der Belichtungszeit der Kamera abmildern.

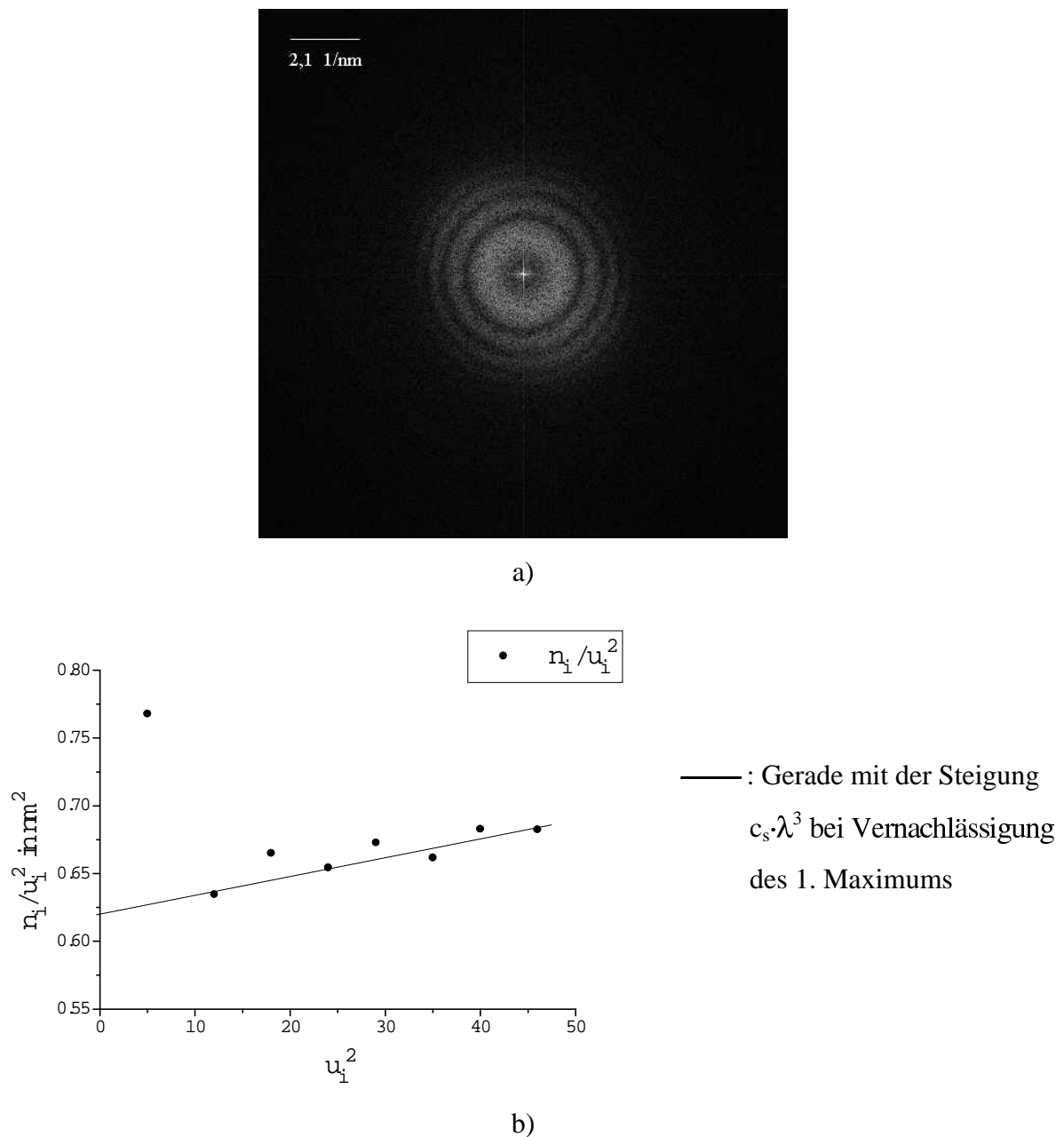


Abb. 4.6a) Diffraktogramm eines Germanium-Films bei $M = 779000$, $\Delta f = 160\text{nm}$ und $c_s = 0,62\text{ mm}$ (Endergebnis für c_s aus allen Messungen) am JEOL JEM-3010 ($\Delta E = 20\text{ eV}$)

Abb. 4.6b) Auftragung der Maxima und Nullstellen aus obigem Diffraktogramm in der Form

$$\frac{n_i}{u_i^2} \text{ in Abhängigkeit von } u_i^2$$

Diese Lösung ist aber wegen einer immer vorhandenen Probendrift nicht uneingeschränkt verwendbar. Es kommt also darauf an, für die Faktoren Beleuchtungskohärenz, Intensität und Belichtungszeit einen geeigneten Kompromiß zu finden.

4.2.3 Meßunsicherheiten der Kanäle

Ein weiteres Problem bei der Auswertung der Diffraktogramme ist die Meßunsicherheit der Kanäle für die Raumfrequenzen der Nullstellen- und Maximapositionen. Diese liegt mindestens bei ± 1 Pixel. Auch diese Unsicherheit kann starke Auswirkungen auf die Messung der sphärischen Aberration haben. In Abb. 4.7a ist der zirkular gemittelte, geglättete Linescan zu Abb. 4.6a in einfach logarithmischer Darstellung zu sehen. Abb. 4.7b stellt die Auftragung der Maximum- und Nullstellen-Positionen u_i aus diesem Linescan in der Form

$\frac{n_i}{u_i^2}$ in Abhängigkeit von u_i^2 dar. Dies ist auch in Abb. 4.7c der Fall, allerdings sind die

Maxima um einen Kanal in Richtung steigender Raumfrequenzen verschoben worden, um den daraus resultierenden Effekt auf die Bestimmung der sphärischen Aberration c_s zu demonstrieren.

Die Auswertung von Abb. 4.7b ergibt einen Meßwert für die sphärische Aberration von $c_s = 0,55 \pm 0,13$ mm. Analysiert man Abb. 4.7c, erhält man $c_s = 0,65 \pm 0,10$ mm. Eine Kanalunsicherheit von ± 1 Kanal in der Extremstellenposition kann also schon einen relativ großen Einfluß haben. Abb. 4.7c demonstriert noch einmal den Einfluß der Einhüllenden. Eine Verschiebung der Maxima um einen Kanal nach rechts liefert hier eine bessere Gerade und einen genaueren Meßwert für c_s .

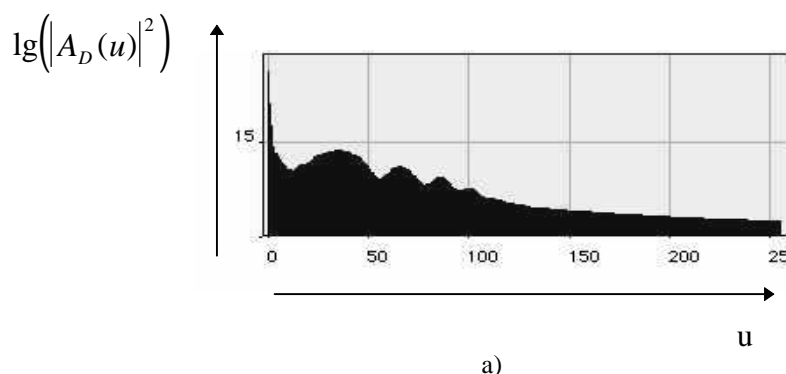
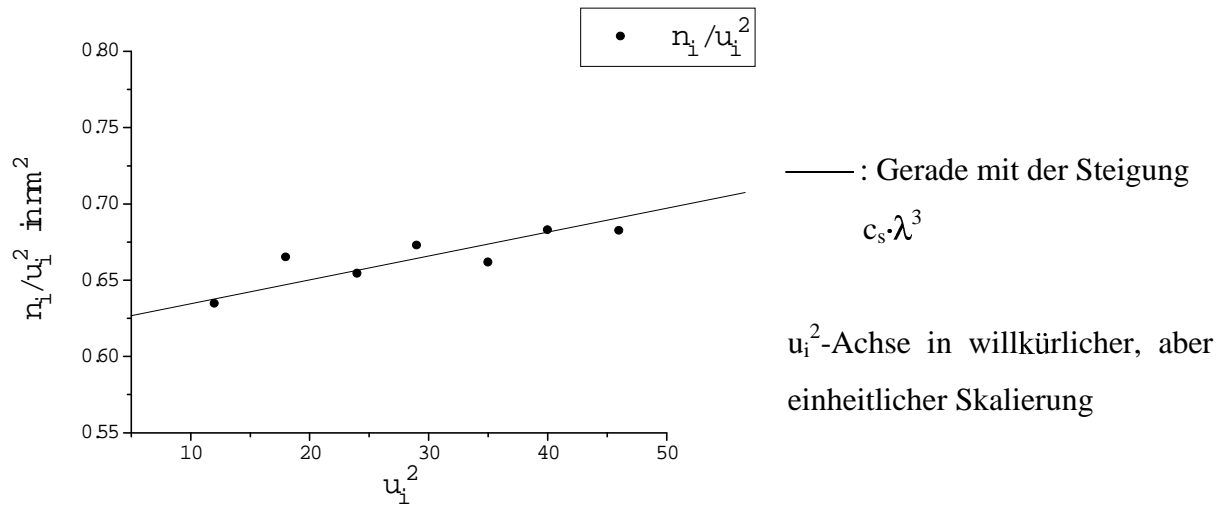
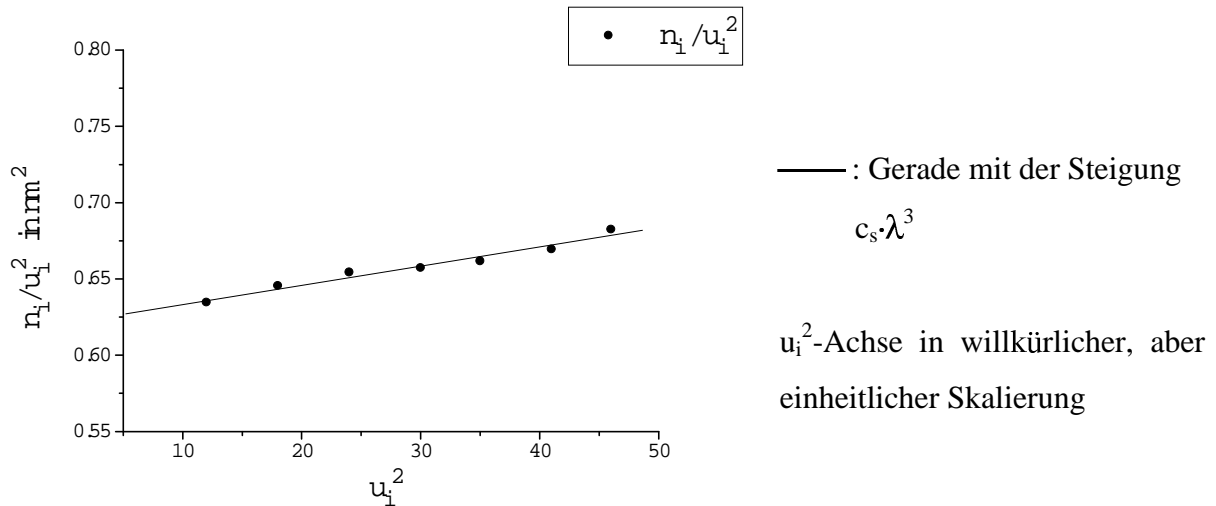


Abb. 4.7a) Zirkular gemittelter Linescan zu Abb. 4.6a in einfach logarithmischer Darstellung



b)



c)

Abb. 4.7b) Auftragung von $\frac{n_i}{u_i^2}$ in Abhängigkeit von u_i^2

Abb. 4.7c) Auftragung von $\frac{n_i}{u_i^2}$ in Abhängigkeit von u_i^2 nach Verschiebung einiger Maxima um 1 Kanal zu höheren Raumfrequenzen hin

4.2.4. Abhängigkeit vom Defokus

Die Berechnung von c_s wird genauer, wenn man viele Stützstellen, also viele Maxima und Nullstellen im Diffraktogramm zur Verfügung hat. Nun sind bei hohen Defokusbeträgen mehr Diffraktogramm-Ringe zu sehen, als bei niedrigen. Daraus darf aber nicht geschlossen

werden, daß die Messung der sphärischen Aberration bei Verwendung hoher Defoki genauer wird. Dafür gibt es im wesentlichen zwei Gründe.

Der erste ist stark an die Unsicherheiten der Kanäle bzw. der Raumfrequenzen (siehe Abschnitt 4.2.3) gekoppelt, bei denen Diffraktogramm-Nullstellen und -Maxima auftreten.

Abb. 4.8 soll schematisch dieses Problem verdeutlichen. Dort sind mehrere Hyperbeln $\frac{n}{u^2}$ zu sehen, die in Abhängigkeit von u^2 aufgetragen sind. Ferner sieht man in Abb. 4.8a und 4.8b

Geraden, die diese Hyperbeln schneiden und durch die Meßpunkte $\frac{n_i}{u_i^2}$ verlaufen. Dabei

gehören die zwei Abbildungen zu unterschiedlichen Defokuswerten und bei der Raumfrequenz u_i tritt ein Maximum bzw. eine Nullstelle im Diffraktogramm auf. Die Bestimmung der Steigung dieser Geraden ist dann nach der Methode von Krivanek [Kri 76b] gleichzeitig eine Bestimmung der sphärischen Aberration c_s . Allerdings sind die Meßwerte für u_i in Abb. 4.8 idealisiert. Werden die Raumfrequenzen zu den Extremstellen mit einer Meßungenauigkeit δu_i gemessen, so ist nach den Gesetzen der Fehlerrechnung die Meßunsicherheit für u_i^2 , also die Meßunsicherheit für die horizontale Richtung in Abb. 4.8,

$\delta(u_i^2) = \frac{\partial(u_i^2)}{\partial u_i} \cdot \delta u_i = 2 \cdot u_i \cdot \delta u_i$. Diese Ungenauigkeit in u_i wirkt sich auch auf die

Genauigkeit für $\frac{n_i}{u_i^2}$ und dementsprechend auf die Genauigkeit von c_s aus. Letztere wird bei

höheren Defokusbeträgen schlechter [KuHi 81]. Der Grund dafür ist die Meßunsicherheit

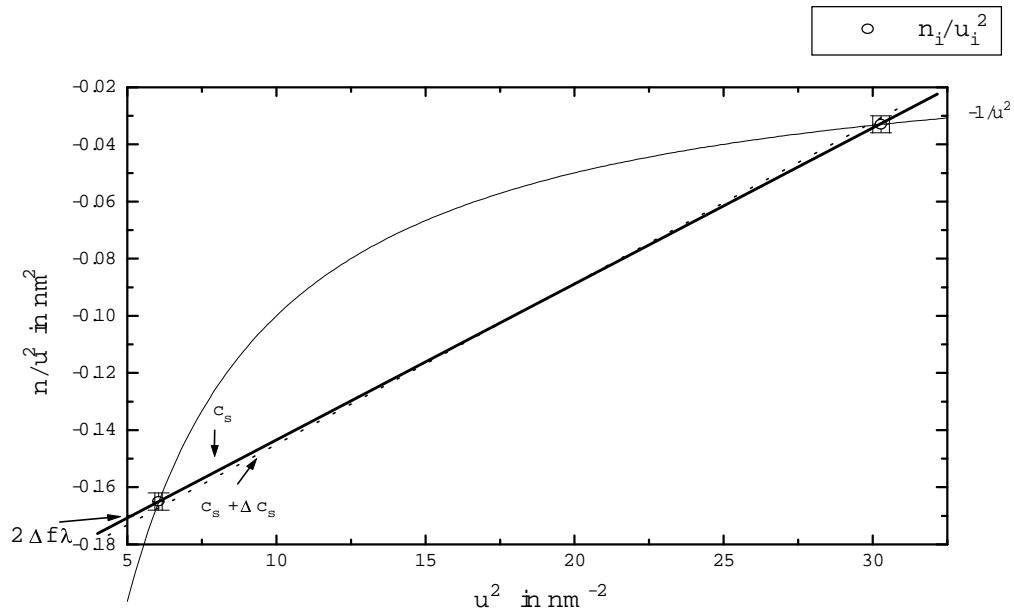
$\delta\left(\frac{n_i}{u_i^2}\right) = 2 \cdot \frac{n_i}{u_i^3} \cdot \delta u_i$ für die Größe $\frac{n_i}{u_i^2}$. Wegen der 3. Potenz bezüglich u_i wird diese bei

fallenden Raumfrequenzen größer. Wie Abb. 4.8 zeigt, liegen aber gerade bei Diffraktogrammen, deren Betrag des Defokus $|\Delta f|$ hoch ist, die meßbaren Extrema besonders bei niedrigen Raumfrequenzen. Aufgrund der dadurch entstehenden hohen Meßunsicherheiten

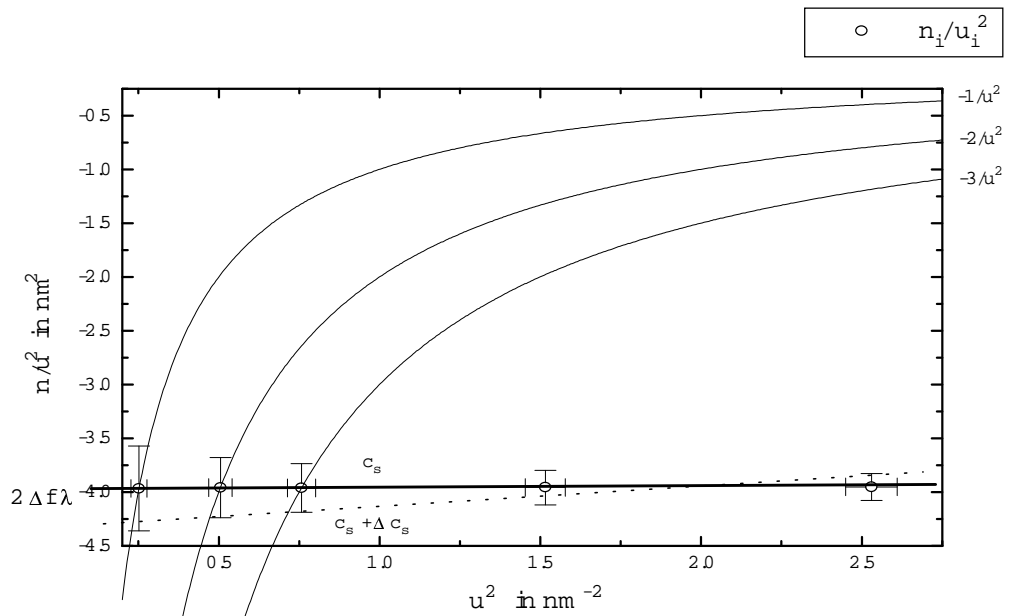
bezüglich $\frac{n_i}{u_i^2}$ ist die Gerade wie in Abb. 4.8b nicht eindeutig durch die Meßpunkte bzw.

Fehlerbalken zu legen. So resultiert eine relativ hohe Ungenauigkeit für c_s bei hohen Beträgen für Δf , die z. B. in Abb. 4.8b bei einem Defokus $\Delta f = 1000$ nm so groß ist, daß sogar eine negative sphärische Aberration im Rahmen der Meßunsicherheiten liegen würde. Das Ergebnis für die sphärische Aberration kann aber nicht negativ sein. Im Gegensatz zum Fall

4. DIFFRAKTOGRAMMAUSWERTUNG UND BESTIMMUNG VON LINSENFEHLERN



a)



b)

Prinzip der Bestimmung von c_s : Geraden durch die Meßpunkte $\frac{n_i}{u_i^2}$ aus Diffraktogrammen

— : Gerade mit der Steigung $c_s \cdot \lambda^3$;

- - - : Gerade mit der Steigung $(c_s + \Delta c_s) \cdot \lambda^3$

Ungenauigkeit in $\frac{n_i}{u_i^2}$ (vertikal): $\delta\left(\frac{n_i}{u_i^2}\right) = \left| 2 \cdot \frac{n_i}{u_i^3} \cdot \delta u_i \right|$;

Ungenauigkeit in u_i^2 (horizontal): $\delta(u_i^2) = 2 \cdot u_i \cdot \delta u_i$

Abb. 4.8a) Punkte $\frac{n_i}{u_i^2}$ in Abhängigkeit von u_i^2 bei $c_s = 0,7$ mm, $\Delta f = -50$ nm, $\lambda = 1,983$ pm

Abb. 4.8b) Punkte $\frac{n_i}{u_i^2}$ in Abhängigkeit von u_i^2 bei $c_s = 0,7$ mm, $\Delta f = -1000$ nm, $\lambda = 1,983$ pm

$\Delta f = 1000 \text{ nm}$ ist bei moderaten Defokusbeträgen wie in Abb. 4.8a ($\Delta f = -50 \text{ nm}$) die Bestimmung der Steigung der Geraden und somit die Ermittlung von c_s genauer.

Der zweite Grund dafür, daß die Bestimmung der sphärischen Aberration c_s nicht an Diffraktogrammen mit großer Defokussierung vorgenommen werden sollte, liegt in der funktionalen Abhängigkeit der Übertragungsfunktion von c_s . Bei hohen Defoki ist diese Abhängigkeit in dem Raumfrequenzbereich, der durch die CCD-Kamera übertragen wird und gleichzeitig von der Einhüllenden $E(u)$ eingeschränkt wird, sehr schwach. Der Einfluß der Defokussierung auf die Kontrast-Übertragungsfunktion ist dann wesentlich größer als der der sphärischen Aberration. Dies soll im folgenden gezeigt werden.

Für die Bestimmung der Positionen, bei denen Maxima oder Nullstellen der Übertragungsfunktion auftreten, setzt man den Ausdruck für die Phasenverschiebung $\chi(u)$ (Gl. (2.10)) in die Bedingung (4.5a) bzw. (4.5b) ein und erhält

$$u_i = \sqrt{\sqrt{\left(\frac{\Delta f}{c_s \cdot \lambda^2}\right)^2 + \frac{n_i}{c_s \cdot \lambda^3}} - \frac{\Delta f}{c_s \cdot \lambda^2}} \quad (4.7a)$$

für die Raumfrequenzen u_i , die größer als die Extremstelle zu dem Minimum von $\chi(u)$ sind (Δf kann hier sowohl positive als auch negative Werte annehmen). Für die Positionen u_i , die kleiner als die Extremstelle zu dem Minimum von $\chi(u)$ sind und die somit nur bei negativer Defokussierung auftreten, findet man

$$u_i = \sqrt{-\sqrt{\left(\frac{\Delta f}{c_s \cdot \lambda^2}\right)^2 + \frac{n_i}{c_s \cdot \lambda^3}} - \frac{\Delta f}{c_s \cdot \lambda^2}}, \quad \Delta f < 0, n_i < 0. \quad (4.7b)$$

Es muß dabei für $\Delta f < 0$ und negative n_i auf jeden Fall die Bedingung

$$n_i \geq -\frac{(\Delta f)^2}{c_s \cdot \lambda} \quad (4.7c)$$

gewährleistet sein. Um diese Ergebnisse besser für die Interpretation der experimentellen Diffraktogramme anwenden zu können, werden hier die Raumfrequenzen u_i mit Hilfe der Eichbeziehung (3.10) auf Diffraktogramm-Kanäle x_i umgeschrieben. Somit gilt

$$x_i = \left(M \cdot 40,69 \cdot 10^{-9} \frac{1}{nm} \right)^{-1} \sqrt{\sqrt{\left(\frac{\Delta f}{c_s \cdot \lambda^2} \right)^2 + \frac{n_i}{c_s \cdot \lambda^3}} - \frac{\Delta f}{c_s \cdot \lambda^2}} \quad (4.8a)$$

für die Extremwert-Kanäle, die größer sind als der Extremwert-Kanal zum Minimum von $\chi(u)$ und

$$x_i = \left(M \cdot 40,69 \cdot 10^{-9} \frac{1}{nm} \right)^{-1} \sqrt{-\sqrt{\left(\frac{\Delta f}{c_s \cdot \lambda^2} \right)^2 + \frac{n_i}{c_s \cdot \lambda^3}} - \frac{\Delta f}{c_s \cdot \lambda^2}} \quad (4.8b)$$

für die Extremwert-Kanäle, die bei negativer Defokussierung kleiner sind als der Extremwert-Kanal zum Minimum von $\chi(u)$.

Damit die Abhängigkeit der Kanalzahl x_i vom Defokus Δf analysiert werden kann, vergleicht

man die Größen $\left(\frac{\Delta f}{c_s \cdot \lambda^2} \right)^2$ und $\frac{n_i}{c_s \cdot \lambda^3}$:

$$\left(\frac{\Delta f}{c_s \cdot \lambda^2} \right)^2 \bigg/ \left| \frac{n_i}{c_s \cdot \lambda^3} \right| = \left| \frac{\Delta f^2}{n_i \cdot c_s \cdot \lambda} \right|. \quad (4.9)$$

Die Mikroskope, für die die Linsenfehler bestimmt wurden, sind das ZEISS EM 902 mit einer Beschleunigungsspannung $U = 80$ kV und das JEOL JEM-3010 mit $U = 297$ kV. Nach Gleichung (3.8) ergibt sich somit für die Wellenlängen

$$\lambda = 4,180 \text{ pm} \quad (\text{ZEISS EM 902}), \quad (4.10a)$$

$$\lambda = 1,983 \text{ pm} \quad (\text{JEOL JEM-3010}). \quad (4.10b)$$

Für die sphärische Aberration wurde für das ZEISS EM 902 $c_s = 3,87 \pm 0,56$ mm gemessen und für das JEOL JEM-3010 $c_s = 0,62 \pm 0,15$ mm (siehe Abschnitt 4.3). Aus diesem Grund kommt man für diese Mikroskope zu den Ergebnissen (ohne Meßungenauigkeiten)

$$\left(\frac{\Delta f}{c_s \cdot \lambda^2} \right)^2 \bigg/ \left| \frac{n_i}{c_s \cdot \lambda^3} \right| = \left| \frac{\Delta f^2}{n_i} \right| \cdot 6,2 \cdot 10^{-5} \frac{1}{nm^2} \quad (\text{ZEISS EM 902}), \quad (4.11a)$$

$$\left(\frac{\Delta f}{c_s \cdot \lambda^2} \right)^2 \bigg/ \left| \frac{n_i}{c_s \cdot \lambda^3} \right| = \left| \frac{\Delta f^2}{n_i} \right| \cdot 8,1 \cdot 10^{-4} \frac{1}{nm^2} \quad (\text{JEOL JEM-3010}). \quad (4.11b)$$

Aufgrund der 2. Potenz in Δf ist $\left(\frac{\Delta f}{c_s \cdot \lambda^2}\right)^2$ oft schon bei moderaten Beträgen des Defokus sehr

viel größer als $\frac{n_i}{c_s \cdot \lambda^3}$. Hier werden nun als Beispiel Extremstellen mit $|n_i| \leq 4$ beim ZEISS

EM 902 betrachtet. Man findet in diesem Fall bei $|\Delta f| \geq 800$ nm:

$$\left(\frac{\Delta f}{c_s \cdot \lambda^2}\right)^2 \geq 10 \cdot \left|\frac{n_i}{c_s \cdot \lambda^3}\right|.$$

Ist beim JEOL JEM-3010 $|n_i| \leq 6$, so gilt bei $|\Delta f| \geq 300$ nm das gleiche. Deshalb läßt sich in diesen Fällen die Näherung

$$\sqrt{a^2 + x} \approx a + \frac{x}{2 \cdot a} \quad (4.12)$$

mit $a = \frac{\Delta f}{c_s \cdot \lambda^2}$ und $x = \frac{n_i}{c_s \cdot \lambda^3}$ durchführen.

Unter dieser Bedingung erhält man in den oben angesprochenen Fällen für die Extremwert-Kanäle x_i

$$x_i \approx \left(M \cdot 40,69 \cdot 10^{-9} \frac{1}{nm}\right)^{-1} \cdot \sqrt{\frac{n_i}{2 \cdot \Delta f \cdot \lambda}} \quad (4.13)$$

für $\Delta f > 0$ und für Extremstellen vor dem lokalen Minimum von $\chi(u)$ bei $\Delta f < 0$ (d. h. $n_i < 0$). Anhand Gl. (4.13) kann man erkennen, daß beim ZEISS EM 902 für $|n_i| \leq 4$ und $|\Delta f| \geq 800$ nm die Positionen der Extremwerte bei positivem Defokus und der Minima und Maxima vor dem lokalen Extremum von $\chi(u)$ bei negativem Defokus im Diffraktogramm nahezu von der sphärischen Aberration unabhängig sind. Das gleiche gilt für das JEOL JEM-3010 für alle n_i mit $|n_i| \leq 6$ und $|\Delta f| \geq 300$ nm. Für Werte n_i , die die oben angegebenen Grenzen überschreiten, ist die Abhängigkeit von der sphärischen Aberration noch relativ gering, so daß sich dann die in Abschnitt 4.2.3 angesprochene Meßunsicherheit der Kanäle stark auswirkt. Auch für die Verwendung dieser Extremwerte ist also mit großen Ungenauigkeiten in der Bestimmung der sphärischen Aberration zu rechnen.

In den oben betrachteten Beispielen steckt nur in den Extremwert-Kanälen x_i , die bei negativer Defokussierung größer als der Extremwert-Kanal zum Minimum von $\chi(u)$ sind, eine Abhängigkeit von c_s . Diese Extrema der Funktion $|\sin(\chi(u))|$ jenseits des Minimums von $\chi(u)$

sind infolge der Dämpfung durch die Einhüllende $E(u)$ im experimentellen Diffraktogramm bei hohen Defoki jedoch nicht mehr zu erkennen.

Mit den obigen Betrachtungen kann man die Meßergebnisse für die sphärische Aberration begründen.

So waren die Meßwerte für c_s beim ZEISS EM 902 nur in dem Defokusbereich $-550 \text{ nm} \leq \Delta f \leq 660 \text{ nm}$ brauchbar. Des weiteren konnten für die Bestimmung der sphärischen Aberration hier nur Bilder mit einer Vergrößerung $M \geq 131000$ eingesetzt werden. Bei der nächst kleineren Vergrößerung $M = 79900$ waren in dem Bereich $-540 \text{ nm} \leq \Delta f \leq 660 \text{ nm}$ nur bis zu ca. 3 Extremstellen im Diffraktogramm zu sehen, wovon das erste Maximum aus oben genannten Gründen nicht mitbetrachtet wurde (Abschnitt 4.2.2). Dies sorgte für extrem ungenaue Ergebnisse für c_s und hat die Ursache darin, daß der von der Kamera übertragene Raumfrequenzbereich mit niedriger werdender Vergrößerung kleiner wird.

Die obigen Ausführungen bezüglich der Abhängigkeit der Übertragungsfunktion von der sphärischen Aberration bei bestimmten Defokuswerten begründen außerdem, daß beim JEOL JEM-3010 nur bei Defokussierungen von $-240 \text{ nm} \leq \Delta f \leq 215 \text{ nm}$ sinnvolle Werte für c_s auftraten.

Um die erklärten Probleme zu veranschaulichen, zeigt Abb. 4.9 zwei Kohlenstoffaufnahmen bei $M = 131000$ unter unterschiedlichen Defokuswerten am ZEISS EM 902 und die dazugehörigen Diffraktogramme und Linescans in einfach logarithmischer Darstellung im Vergleich. Außerdem sind die Diffraktogramm-Extremstellen in der Form $\frac{n_i}{u_i^2}$ in Abhängigkeit von u_i^2 aufgezeichnet (u_i^2 -Achse in willkürlicher, aber einheitlicher Skalierung!).

Vergleicht man die Auftragungen $\frac{n_i}{u_i^2}$ in Abhängigkeit von u_i^2 miteinander, so erkennt man, daß im Fall $\Delta f = 656 \text{ nm}$ das Geradenkriterium noch einigermaßen erfüllt ist, während im Falle $\Delta f = 1654 \text{ nm}$ keine Gerade vorliegt. Die Auswertung des Diffraktogramms mit $\Delta f = 656 \text{ nm}$ ergibt einen Meßwert $c_s = 3,77 \pm 0,82 \text{ mm}$, während eine Analyse des Diffraktogramms mit $\Delta f = 1654 \text{ nm}$ $c_s = 13,97 \pm 15,82 \text{ mm}$ liefert. Dieser Wert ist unrealistisch und mit einer sehr großen Meßunsicherheit behaftet. Dieses Phänomen läßt sich mit den vorausgegangenen Erklärungen begründen.

Abb 4.10 zeigt die gleichen Effekte beim JEOL JEM-3010. Dargestellt sind zwei Diffraktogramme zu Aufnahmen von Germanium-Filmen bei $M = 605000$, die einen Defokus

4. DIFFRAKTOGRAMMAUSWERTUNG UND BESTIMMUNG VON LINSENFEHLERN

von 95 nm und 446 nm aufweisen. Auch die dazugehörigen zirkular gemittelten, geglätteten Linescans in logarithmischer Darstellung und die Auftragung von $\frac{n_i}{u_i^2}$ in Abhängigkeit von u_i^2 sind abgebildet. Der Fall $\Delta f = 95$ nm erfüllt noch relativ gut das Geradenkriterium und liefert einen Meßwert für die sphärische Aberration von $c_s = 0,60 \pm 0,08$ mm, während die Analyse des Diffraktogramms zu $\Delta f = 446$ nm das Geradenkriterium verletzt und einen unsinnigen Wert $c_s = -0,10 \pm 0,81$ mm ergibt. Gibt man bei der Auswertung im Fall $\Delta f = 446$ nm $c_s = 0,7$ mm vor, so erhält man einen neuen Defokuswert von 443 nm. Diese geringe Abweichung vom Ursprungsdefokuswert zeigt ebenfalls die geringe Abhängigkeit von c_s bei höherer Defokussierung.

Der Defokusbereich, für den relativ genaue Meßwerte für c_s zu erwarten sind, wird aber nicht nur durch die oben beschriebenen Effekte eingeschränkt, sondern noch durch einen weiteren. Bei Defokussierungen mit sehr niedrigem Betrag, die nahe am Gauß'schen Defokus liegen, sind im übertragenen Raumfrequenzbereich keine Ringe maximaler oder minimaler Intensität im Diffraktogramm sichtbar, die für die Analyse verwendet werden könnten. Nur das erste Maximum ist zu sehen. Dieses ist aber sehr breit. Dementsprechend kann dem ersten Maximum keine Raumfrequenz zugeordnet werden. Da man für die Methode von Krivanek

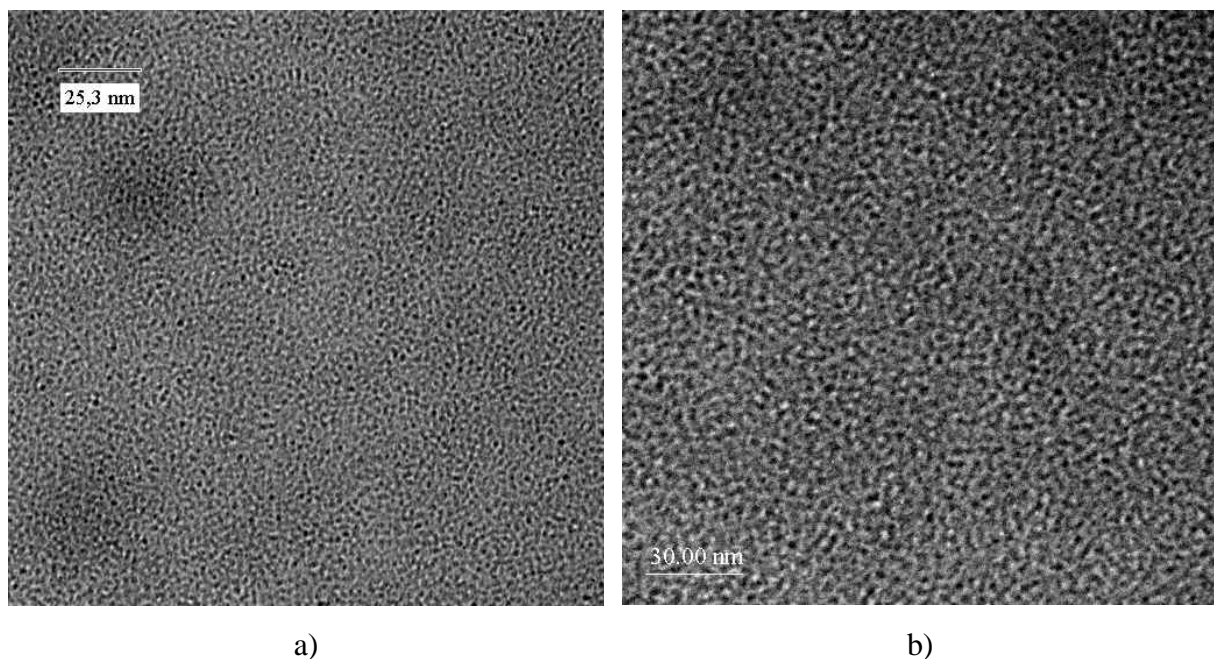
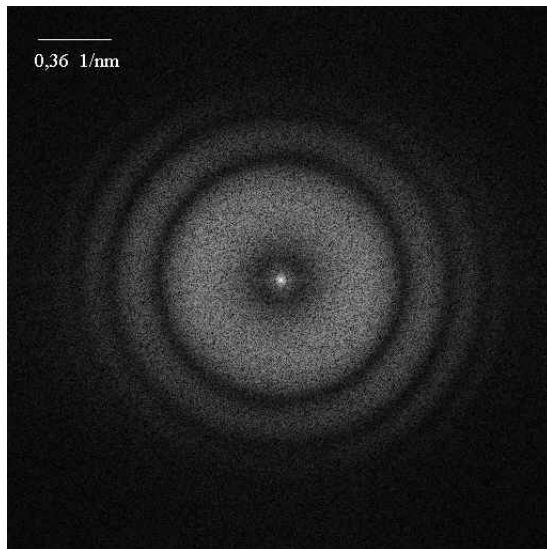


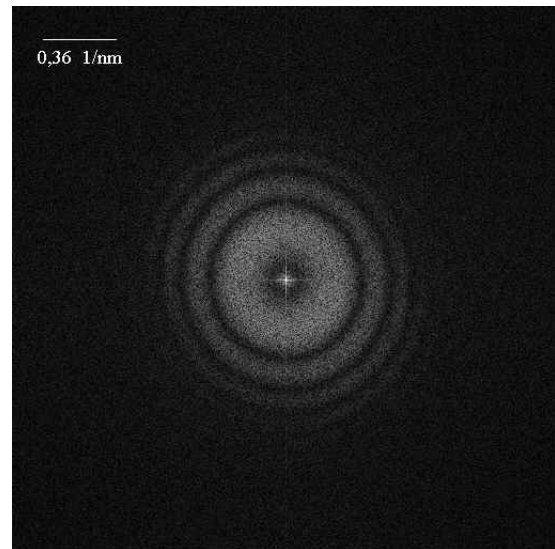
Abb. 4.9a) Aufnahme einer Kohlenstoffolie ($M = 131000$, $\Delta f = 656$ nm, ZEISS EM 902)

Abb. 4.9b) Aufnahme einer Kohlenstoffolie ($M = 131000$, $\Delta f = 1654$ nm, ZEISS EM 902)

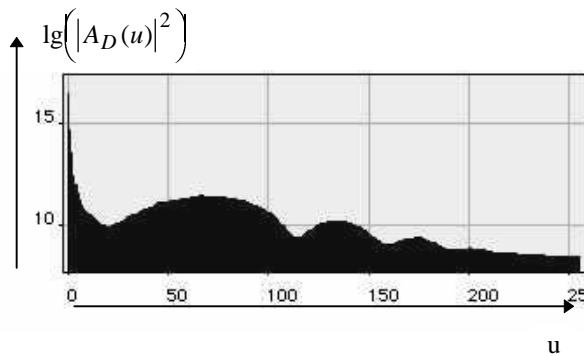
4. DIFFRAKTOGRAMMAUSWERTUNG UND BESTIMMUNG VON LINSENFEHLERN



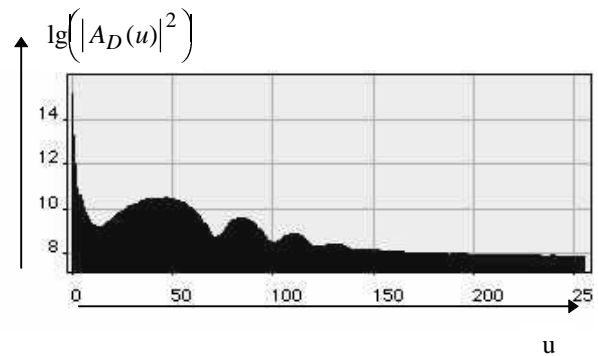
c)



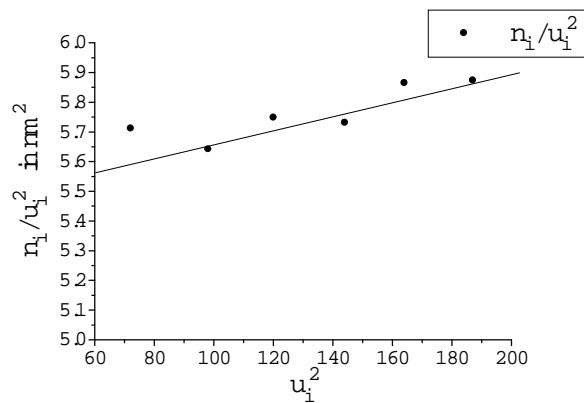
f)



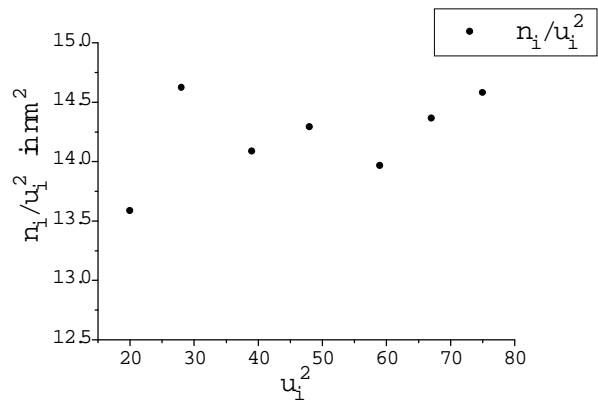
d)



g)



e)



h)

Abb. 4.9c) Diffraktogramm zu Abb. 4.9a)

Abb. 4.9d) Zirkular gemittelter, geglätteter Linescan vom Diffraktogramm aus Abb. 4.9c in einfach logarithmischer Darstellung

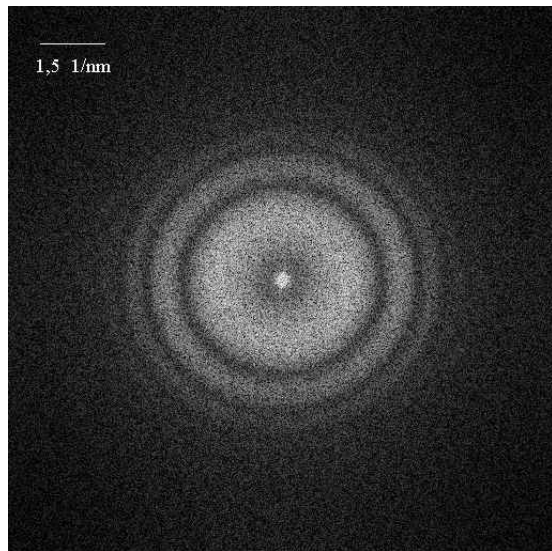
Abb. 4.9e) Auftragung von $\frac{n_i}{u_i^2}$ in Abhängigkeit von u_i^2 für Extremstellen aus Abb. 4.9d

Abb. 4.9f) Diffraktogramm zu Abb. 4.9b)

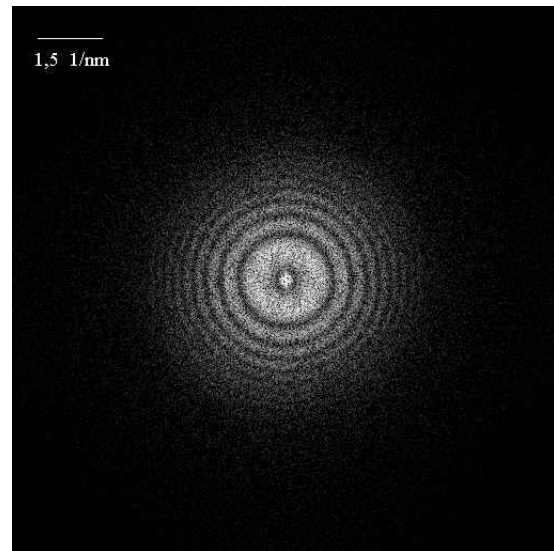
Abb. 4.9g) Zirkular gemittelter, geglätteter Linescan vom Diffraktogramm aus Abb. 4.9f in einfach logarithmischer Darstellung

Abb. 4.9h) Auftragung von $\frac{n_i}{u_i^2}$ in Abhängigkeit von u_i^2 für Extremstellen aus Abb. 4.9g

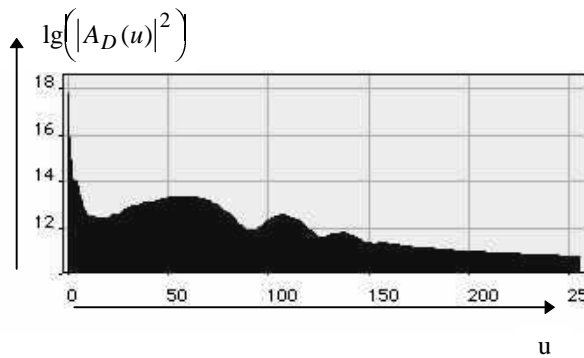
4. DIFFRAKTOGRAMMAUSWERTUNG UND BESTIMMUNG VON LINSENFEHLERN



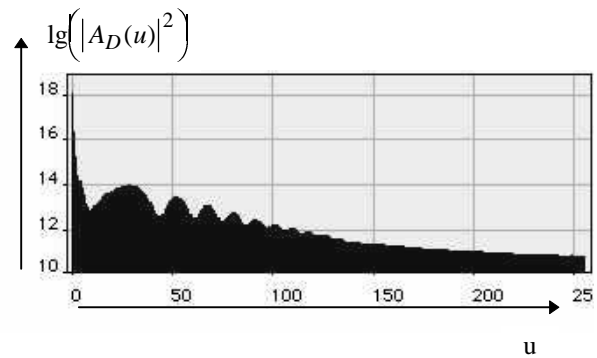
a)



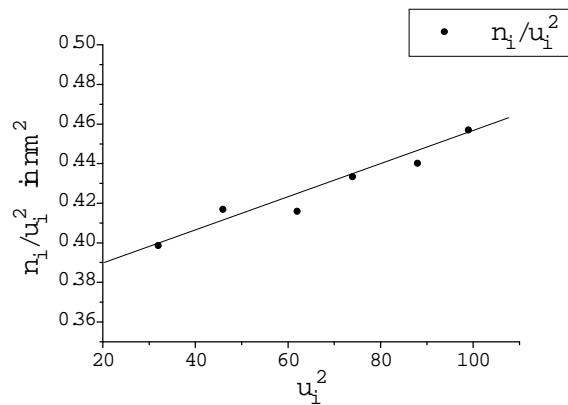
d)



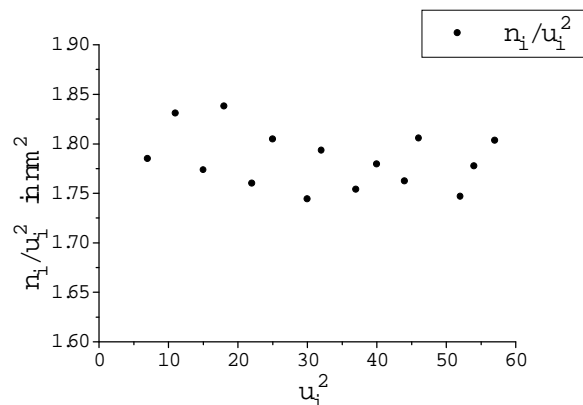
b)



e)



c)



f)

Abb. 4.10a) Diffraktogramm eines Ge-Films ($M = 605000$, $\Delta f = 95$ nm, JEOL JEM-3010)

Abb. 4.10b) Zirkular gemittelter, geglätteter Linescan vom Diffraktogramm aus Abb. 4.10a in einfach logarithmischer Darstellung

Abb. 4.10c) Auftragung von $\frac{n_i}{u_i^2}$ in Abhängigkeit von u_i^2 für Extremstellen aus Abb. 4.10b

Abb. 4.10d) Diffraktogramm eines Ge-Films ($M = 605000$, $\Delta f = 446$ nm, JEOL JEM-3010)

Abb. 4.10e) Zirkular gemittelter, geglätteter Linescan vom Diffraktogramm aus Abb. 4.10d in einfach logarithmischer Darstellung

Abb. 4.10f) Auftragung von $\frac{n_i}{u_i^2}$ in Abhängigkeit von u_i^2 für Extremstellen aus Abb. 4.10e

mindestens zwei Extremstellen im Diffraktogramm lokalisieren muß, um die sphärische Aberration und den Defokus zu bestimmen, sind also diese Bilder, die in der Nähe des Gauß'schen Defokus aufgenommen wurden, unbrauchbar (vgl. Abb. 4.1a).

4.2.5 Numerierung n_i und Defokusrasten-Bestimmung

Die Bestimmung des Defokus war nicht solch extremen Ungenauigkeiten ausgesetzt wie die der sphärischen Aberration. Sie erfolgte bei den Diffraktogrammen relativ genau. Die Defokussierung konnte dabei nur um ganze Vielfache eines bestimmten Defokusschrittes - einer Defokusraste - verändert werden, dessen Betrag von der Vergrößerung abhängig war. Um den Mikroskopisten zu ermöglichen, für aufgenommene Bilder den Defokus zu bestimmen, wurden Messungen zur quantitativen Bestimmung dieses Schrittes bzw. dieser Raste durchgeführt. Dazu wurden Diffraktogramme unter verschiedenen Defokussierungen erstellt, deren Defokusrastenabstufung bekannt war, und die betreffenden Werte Δf aus ihnen ermittelt.

Für die Erhaltung korrekter Werte für die Defokussierung Δf und die sphärische Aberration ist eine richtige Numerierung der Faktoren n_i für die Extremstellen unerlässlich. Diese sollte man im Idealfall mit dem Geradenkriterium kontrollieren können. Abb. 4.9h und Abb. 4.10f) zeigen aber, daß dieses Kriterium oft nicht erfüllt ist (bei höheren Defokusbeträgen). Um dieses Problem zu umgehen, wurden die Defokus-Serien bei hohem negativen Defokus oder hohem positiven Defokus gestartet. Dort liegt die Numerierung der sichtbaren Extrema bei $n_i = -1, -2, -3, -4, -5, \dots$ bzw. $n_i = 1, 2, 3, 4, 5$. Danach wurde die Defokussierung von Bild zu Bild um eine konstante (bekannte) Rasteneinstellung geändert. Den Faktoren n_i mußten somit in genau den Fällen falsche Zahlen zugeordnet worden sein, wenn die berechneten Defokus-Werte für die unterschiedlichen Diffraktogramme sich nicht um einen einigermaßen konstanten Betrag unterschieden.

4.3. Ergebnisse für die sphärische Aberration und die Defokusrasten-Übersetzung

Die Meßergebnisse für die sphärische Aberration und die Defokusrastenübersetzung sind für das ZEISS EM 902 in Tab. 4.1 und für das JEOL JEM-3010 in Tab. 4.2 dargestellt. Die Ursachen für die Meßunsicherheiten wurden in Abschnitt 4.2 diskutiert.

Tab. 4.1a) Meßergebnis für die sphärische Aberration $c_s(\text{real})$ beim ZEISS EM 902 im Vergleich zu der Herstellerangabe $c_s(\text{Hersteller})$

$c_s(\text{real})$	$c_s(\text{Hersteller})$
$3,87 \pm 0,56 \text{ mm}$	2,2 mm

Tab. 4.1b) Meßergebnis für die Defokusrasten-Übersetzung für das ZEISS EM 902 (*die mit „n. b.“ gekennzeichneten Werte sind nicht bekannt!*)

M(Dis)	$\Delta f/\text{nm}$ fein (Hersteller)	$\Delta f/\text{nm}$ fein (real)	$\Delta f/\text{nm}$ medium (real)
7000	480	964 ± 135	n. b.
12000	240	446 ± 29	1689 ± 58
20000	120	207 ± 4	834 ± 15
30000	120	245 ± 5	972 ± 16
50000	60	101 ± 3	n. b.
85000	30	51 ± 1	215 ± 15
140000	15	n. b.	94 ± 9
250000	15	n. b.	n. b.

Die Defokussierung läßt sich mit den Defokusrasten nicht beliebig weit herauf- bzw. herunterschalten. Nach einer bestimmten Anzahl von Schritten wird ein Zustand erreicht, in dem der Defokus in dem Bereich liegt, in dem die Defokus-Serie gestartet wurde. Diese Schrittzahl wird mit fallender Vergrößerung kleiner. Dieses Phänomen macht eine genaue Defokusrasten-Übersetzung für Vergrößerungen $M(\text{Dis}) < 7000$ nach oben geschilderter Methode unmöglich. Schon die Meßunsicherheit in der Übersetzung der Defokusraste für die

Vergrößerung $M(\text{Dis}) = 7000$ ist deshalb sehr groß. Aus diesem Grund wurde bei dieser Vergrößerung auf eine Bestimmung des Defokus-Schrittes in der Medium-Einstellung der Fokussierung verzichtet.

Beim Vergleich der Ergebnisse für die Defokusrasten $\Delta f(\text{real})$ mit ihren Herstellerangaben $\Delta f(\text{Hersteller})$ fällt auf, daß bis auf eine Ausnahme ($M(\text{Dis}) = 30000$) die Herstellerangaben im Rahmen der Meßunsicherheiten mit einem Faktor von 1,7 - 1,8 zu multiplizieren sind, um die Meßergebnisse zu erhalten. Für die Defokus-Schritte bei einer Fokuseinstellung auf „Medium“ standen keine Vergleichswerte vom Hersteller zur Verfügung. Die Meßergebnisse erscheinen aber hier glaubwürdig, weil man die Defokusrasten $\Delta f(\text{real})$ bezüglich der Fein-Fokussierungseinstellung mit einem konstanten Faktor von ca. 4 multiplizieren muß, um die Meßwerte $\Delta f(\text{real})$ zu finden, die zu der Einstellung der Fokussierung auf „Medium“ gehören. Für die Bestimmung der sphärischen Aberration konnte man sich nur auf auswertbare Bilder mit einer Vergrößerung von $M(\text{Dis}) = 85000$ stützen. Wie im obigen Abschnitt besprochen, ist eine Auswertung bei kleineren Vergrößerungen nicht sinnvoll. Die erhaltenen Ergebnisse für c_s streuen bei diesen Bildern relativ stark. Deshalb wurde über diese Werte gemittelt. Das Problem bei der Vergrößerung $M(\text{Dis}) = 85000$ ist aber, daß man nur in Schritten von ca. 51 nm fokussieren kann (siehe Tab. 4.2b), aber gleichzeitig für eine genaue Messung einen gewissen Defokusbetrag nicht überschreiten darf (siehe obigen Abschnitt). Aus diesem Grund sind pro Defokus-Serie bei dieser Vergrößerung nicht viele Einzelmeßwerte für c_s dabei, die für eine Bestimmung der sphärischen Aberration durch Berechnung des Mittelwertes verwendet werden können. Dementsprechend ist die Meßunsicherheit für die sphärische Aberration des ZEISS EM 902 relativ hoch (die Unsicherheit in der Genauigkeit der Vergrößerung wurde dabei nicht berücksichtigt). Eine bessere Genauigkeit ist für den Fall zu erwarten, daß auswertbare Diffraktogramme bei den höheren Vergrößerungen zur Verfügung stehen.

Der gemessene Wert für die sphärische Aberration weicht von dem Herstellerwert um einen multiplikativen Faktor von ca. 1.8 ab. Eine derartige Abweichung kann aber aufgrund der langen Betriebsdauer des ZEISS EM 902 möglich sein.

Der Vergleich des Endergebnisses für die sphärische Aberration $c_s(\text{real})$ des JEOL JEM-3010 mit der Herstellerangabe liefert ein positives Ergebnis: im Rahmen der Meßunsicherheit stimmen beide Werte überein (Tab. 4.2a). Der Wert für die sphärische Aberration resultiert

Tab. 4.2a) Ergebnis für die sphärische Aberration $c_s(\text{real})$ beim JEOL JEM-3010 im Vergleich zu der Herstellerangabe $c_s(\text{Hersteller})$

$c_s(\text{real})$	$c_s(\text{Hersteller})$
$0,62 \pm 0,15 \text{ mm}$	$0,7 \text{ mm}$

Tab. 4.2b) Meßergebnisse für die sphärische Aberration beim JEOL JEM-3010 bei unterschiedlichen Vergrößerungen unter Berücksichtigung ihrer Meßunsicherheiten

$M(\text{Dis}) = 30000$			$M(\text{Dis}) = 40000$		
$M(\text{real})$	$\frac{M(\text{real})}{M(\text{Dis})}$	c_s/mm	$M(\text{real})$	$\frac{M(\text{real})}{M(\text{Dis})}$	c_s/mm
605000	20,2	$0,63 \pm 0,16$	779000	19,5	$0,60 \pm 0,11$
567000	18,9	$0,81 \pm 0,21$	735000	18,4	$0,76 \pm 0,14$
643000	21,5	$0,49 \pm 0,13$	823000	20,6	$0,48 \pm 0,09$

Tab. 4.2c) Meßergebnis für die Defokusrasten-Übersetzung (Schritt = 1 nm (Display)) für die Vergrößerung $M(\text{Dis}) = 30000$ unter Berücksichtigung der Meßunsicherheit in der Vergrößerung für das JEOL JEM-3010

$M(\text{real})$	$\frac{M(\text{real})}{M(\text{Dis})}$	$\Delta f(\text{Dis})/\text{nm}$	$\Delta f(\text{real})/\text{nm}$
605000	20,2	1	$0,710 \pm 0,013$
567000	18,9	1	$0,809 \pm 0,015$
643000	21,5	1	$0,629 \pm 0,012$

dabei aus der Mittelung von Einzelmeßwerten, die man aus Diffraktogrammen zu unterschiedlichen Vergrößerungen erhielt. Um diese Ergebnisse zu vergleichen, sind in Tab. 4.2b für die Vergrößerungen $M(\text{Dis}) = 30000$ und $M(\text{Dis}) = 40000$ die dazugehörigen Mittelwerte von c_s zu sehen. In ihr wird außerdem die Variation der sphärischen Aberration veranschaulicht, die sich bei einer Veränderung der Vergrößerung im Rahmen ihrer Meßunsicherheiten ergibt (vgl. Tab. 3.3). Dabei passen die Werte für c_s bei unterschiedlichen

Vergrößerungen sehr gut zueinander. Die Änderungen der sphärischen Aberration aufgrund der Meßunsicherheiten der Vergrößerung sind mit den statistischen Fehlern vergleichbar.

In Tab. 4.2c sind die Ergebnisse für die Defokusrasten-Übersetzung bei einer Vergrößerung von $M(\text{Dis}) = 30000$ beim JEOL JEM-3010 unter Berücksichtigung der Meßunsicherheiten der Vergrößerung zu sehen. Diese Meßungenauigkeiten haben einen weit größeren Einfluß auf das Ergebnis einer Defokusraste Δf als die statistischen Fehler.

4.4. Verfahren zur Bestimmung des Astigmatismus und der Koma

Bei bekannter sphärischer Aberration c_s kann man auf die normierten Formen der Raumfrequenzen (q) und des Defokus (Δ) zurückgreifen (siehe Abschnitt 2.2.3). Für die Bestimmung des zwei-zähligen und des drei-zähligen Astigmatismus und der axialen Koma betrachtet man $\chi_v(w, w_0)$ [Zem 78]. Die Bedingung für die Nullstellen im Diffraktogramm ist

$$\chi_v(w, w_0) = \frac{n_i \cdot \pi}{2}, \quad (n_i = 0, \pm 2, \pm 4, \dots) \quad (4.14)$$

mit
$$\chi_v(w, w_0) = 2\pi \cdot \left[\frac{1}{4} \cdot w^2 \bar{w}^2 - \frac{1}{2} D(w_0) \cdot w \bar{w} - \frac{1}{2} \text{Re} \left[a(w_0) \cdot \bar{w}^2 \right] \right].$$

Einsetzen der Bedingung ergibt

$$\frac{n_i}{4} = \frac{1}{4} \cdot w^2 \bar{w}^2 - \frac{1}{2} \cdot D(w_0) \cdot w \bar{w} - \frac{1}{2} \cdot \text{Re} \left[a(w_0) \cdot \bar{w}^2 \right] \quad (4.15a)$$

oder in reeller Schreibweise

$$\frac{n}{4} = \frac{1}{4} \cdot q^4 - \frac{1}{2} \cdot D(w_0) \cdot q^2 - \frac{1}{2} \cdot A \cdot q^2 \cdot \cos(2 \cdot (\alpha - \varphi)). \quad (4.15b)$$

Dabei waren der effektive Astigmatismus $a(w_0)$ und der effektive Defokus $D(w_0)$ definiert als

$$a(w_0) = a_2 - w_0^2 - 2bw_0 - 6a_3 \bar{w}_0 = A \cdot \exp\{2i\alpha\}, \quad (4.16)$$

$$D(w_0) = \Delta - 2w_0 \bar{w}_0 - 4 \cdot \text{Re}(b \bar{w}_0). \quad (4.17)$$

Bestimmt man bei einem Diffraktogramm $a(w_0)$ und $D(w_0)$, so sorgt die Betrachtung einer Nullstelle bei bekannter Kippung w_0 für drei Gleichungen zur Berechnung von a_2 , a_3 , Δ und b

4. DIFFRAKTOGRAMMAUSWERTUNG UND BESTIMMUNG VON LINSENFEHLERN

(Gleichungen (4.15a) bzw. (4.15b), (4.16) und (4.17)). Nun bilden die komplexen Zahlen a_2 , a_3 und b einen Satz aus sechs reellen Parametern, für deren Bestimmung drei Gleichungen allein nicht ausreichen. Deshalb nimmt man unter einer Kippung mit einem bestimmten Betrag mehrere Bilder unter unterschiedlichen Azimuthwinkeln auf [Zem 78], um ein überbestimmtes Gleichungssystem zu erhalten, welches auch durch die Betrachtung mehrerer Nullstellen im Diffraktogramm und durch die Aufnahme von Azimuth-Serien unter mehreren Kippungsbeträgen erweitert werden kann. Für die Bestimmung des effektiven Astigmatismus $a(w_0)$ und des effektiven Defokus verwendet man ein Least-Square-Programm [LaMü 71].

5. BESTIMMUNG VON STRUKTURFAKTOREN

5.1. Theorie

Für die Bestimmung der Linsenfehler reichte die Darstellung (2.30) für die Diffraktogramm-Intensität aus. Da durch den Ausdruck $|A(\underline{u})|^2$ Strukturinformation in Diffraktogrammen enthalten ist, kann sie aus ihnen bei bekannter Übertragungsfunktion gewonnen werden. Dabei richtet sich das Interesse besonders auf den Strukturfaktor realer Proben. Es sei hier darauf hingewiesen, daß für die Bestimmung der sphärischen Aberration und des Defokus bei der von Krivanek entwickelten Methode von ideal amorphen Proben ausgegangen wird, bei denen sich das Betragsquadrat des Strukturfaktors $|S(\underline{u})|^2$ durch einen vereinfachten Ausdruck darstellen läßt. Um den Strukturfaktor $S(\underline{u})$ bzw. die Strukturinformation $|A(\underline{u})|^2$ realer Proben berechnen zu können, ist aber die Ermittlung aller Größen notwendig, die die Diffraktogramm-Intensität beeinflussen. Gl. (2.30) reicht für diesen Fall nicht mehr aus.

Betrachtet man die experimentell bestimmte Diffraktogramm-Amplitude

$$I_{\text{exp}}(\underline{u}) = \left| \text{FFT}(I(x_B, y_B)) \right| = \left| A_D(\underline{u}) \right|_{\text{exp}},$$

so ergibt sich dafür im Falle einer Näherung, in der das Rauschen im Diffraktogramm als additiver Untergrund aufgefaßt wird, bei elastisch gefilterten Hellfeld-Abbildungen [vgl. Mö 94]

$$\begin{aligned} I_{\text{exp}}(\underline{u}) &= Y \cdot \left(B_{\text{ges}}(\underline{u}) + \text{MTF}_{\text{CCD}}(\underline{u}) \cdot \text{MTF}_{\text{foil}}(\underline{u}) \cdot E_i(\underline{u}) \cdot I_{\text{calc}}(\underline{u}) \right), \\ I_{\text{calc}}(\underline{u}) &= |A(\underline{u})| \cdot E_t(\underline{u}) \cdot E_s(\underline{u}) \cdot D(\underline{u}), \\ D(\underline{u}) &= \left| \sin[\chi(\underline{u}) + \eta(\underline{u})] \right| \end{aligned} \quad (5.1)$$

mit Y: Kalibrierkonstante für die Intensitätsskala;

B_{ges} : Untergrund, der sich aus dem Schrotrauschen B_{CCD} der CCD-Kamera und aus nichtlinearen Interferenzen in der Bildebene zusammensetzt; bei Erfüllung der schwachen Phasenobjekt-Näherung können letztere vernachlässigt werden und B_{ges} wird auf das Schrotrauschen reduziert; man kann B_{CCD} durch eine FFT einer ohne Objekt erstellten Aufnahme erhalten;

MTF_{CCD} : Übertragungsfunktion der CCD-Kamera;

- MTF_{foil}: Fokusbildmischung durch Folienneigung;
- E_i: Dämpfungen durch Schwingungen oder Drift der Probe während der Belichtungszeit (senkrecht zum Strahl), die für eine Einhüllende (Einhüllende aufgrund instrumentaler Instabilitäten) sorgen: siehe Gl. (2.31);
- I_{calc}: theoretische Diffraktogramm-Amplitude;
- A(u): Strukturanteil, der die gleiche Information wie ein Beugungsbild besitzt: $A(\underline{u}) = f(\underline{u}) \cdot S(\underline{u})$ (siehe Gl. (2.28)) mit $S(\underline{u}) = \sum_j \exp\{-2 \cdot \pi \cdot i \cdot \underline{u} \cdot \underline{r}_j\}$, wobei hier über alle Atompositionen \underline{r}_j summiert wird;
- E_t(u): chromatische Einhüllende (aufgrund partieller zeitlicher Kohärenz);
- E_s(u): Einhüllende mit der Ursache in der endlichen Konvergenz des einfallenden Strahls (partielle räumlicher Kohärenz);
- D(u): ideale Kontrast-Übertragungsfunktion, die die Form von L(u) einnimmt, wenn gilt: Apertur-Übertragungsfunktion $|T_A(\underline{u})| = 1$ und $\eta(\underline{u}) = 0$;
- $\chi(\underline{u})$: Phasenschiebung durch Linsenfehler (Gl. (2.10));
- $\eta(\underline{u})$: durch Verletzung der WPO-Näherung verursachte zusätzliche Phasenschiebung; ist die WPO-Näherung erfüllt, gilt $\eta(\underline{u}) = 0$.

Für den Ausdruck (5.1) durften nichtlineare Beiträge vernachlässigt werden, da für die Messungen dünne amorphe Proben leichter Elemente verwendet wurden. Dies ist außerdem der Grund dafür, daß bei der Analyse und Auswertung der Diffraktogramme von der Gültigkeit der schwachen Phasenobjekt-Näherung ausgegangen und somit $\eta(\underline{u})$ auf 0 gesetzt wird. Unter diesen Voraussetzungen läßt sich B_{ges} durch B_{CCD} darstellen.

Der Strukturanteil $|A(\underline{u})|$ hängt bei isotropen amorphen Proben nicht vom Azimutwinkel φ ab, und auch bei den anderen Faktoren, die die Diffraktogramm-Amplitude beeinflussen (siehe Gl. (5.1)), sollte bei erfolgter Korrektur des Astigmatismus kaum eine φ -Abhängigkeit vorliegen. So wird hier, genau wie bei der Bestimmung von c_s und Δf , für die $|A(\underline{u})|$ -Bestimmung eine radiale Mittelung über das Diffraktogramm vorgenommen.

Da außerdem nicht alle Faktoren aus Gl. (5.1) einzeln bekannt sein müssen, sondern es nur darauf ankommt, ihren Gesamteinfluß aus ihrer Kopplung zu kennen, können die Faktoren MTF_{foil}, E_i, E_t und E_s zu einer Funktion MTF_{ges}(u) zusammengefaßt werden. Der Einfluß von MTF_{CCD} auf die Diffraktogramm-Intensität hängt von der Vergrößerung ab. Weil die Modifizierung durch die anderen Größen, die zu MTF_{ges} zusammengefaßt werden, nicht von

ihr abhängt, wird MTF_{CCD} nicht mit in diese Funktion eingeschlossen. Dies führt auf die Beziehung

$$I_{\text{exp}}(u) = Y \cdot [B_{\text{ges}}(u) + \text{MTF}_{\text{CCD}}(u) \cdot \text{MTF}_{\text{ges}}(u) \cdot |A(u)| \cdot |\sin(\chi(u))|] \quad (5.2)$$

mit $u = |\underline{u}|$.

5.2. Bestimmung des Strukturfaktors

Um den unbekannten Strukturfaktor eines Objekts zu errechnen, ist es notwendig, die Phasenverschiebung $\chi(u)$, also die sphärische Aberration c_s und den Defokus Δf , die Übertragungsfunktion der CCD-Kamera $\text{MTF}_{\text{CCD}}(u)$, den Rauschanteil $B_{\text{ges}}(u)$ und die Funktion $\text{MTF}_{\text{ges}}(u)$ zu kennen. Zur Bestimmung dieser Größen und Funktionen wird auf dem gleichen Netz, auf dem sich das zu untersuchende Objekt befindet, eine dünne amorphe Referenzfolie aus Ge oder C angebracht, so daß für diese Folie Gl.(5.2) verwendet werden kann. Aus der Abbildung des Objekts mit unbekanntem Strukturfaktor $S(\underline{u})$ (unbekannter Struktur $A(\underline{u})$) wird das Diffraktogramm errechnet und es wird ein Diffraktogramm zu der Referenzfolie aufgenommen. Die Ermittlung der Größen, die Einfluß auf die Diffraktogramme haben, läuft über mehrere Schritte ab.

1) Bestimmung von Defokus und sphärischer Aberration

Der Defokus, unter dem das unbekannte Objekt abgebildet wurde, läßt sich indirekt über eine Defokusrastenübersetzung messen, die vorher an der Referenzfolie nach der Methode erstellt wurde, die in Kapitel 4 vorgestellt wurde. Auch die sphärische Aberration kann so bestimmt werden, falls sie unbekannt sein sollte.

2) Bestimmung der Übertragungsfunktion MTF_{CCD} der Kamera

Die Übertragungsfunktionen der verwendeten CCD-Kameras wurden nach dem Verfahren von de Ruijter und Weiss [RuiWei 92] mit einer Modifikation berechnet, die von Hülk und Daberkov [HüDab 98] ausgeht. Als wahre Übertragungsfunktion wird dabei die aliasing-freie Übertragungsfunktion angesehen.

5. BESTIMMUNG VON STRUKTURFAKTOREN

Zu Aliasing und Fehlabschätzungen von MTF_{CCD} kann es dann kommen, wenn Raumfrequenzen auf der von der Kamera erstellten Aufnahme vorliegen, die größer als die Nyquist-Frequenz der Kamera sind. Dies sollte auch bei Diffraktogrammaufnahmen berücksichtigt werden. Bei ihnen sollte deshalb mit einer geeigneten Aperturblende dafür gesorgt werden, daß die übertragenen Raumfrequenzen unterhalb der Nyquist-Frequenz der CCD-Kamera gehalten werden.

In dem Verfahren zur Bestimmung von MTF_{CCD} wird zunächst mit Hilfe mehrerer Gauß-Funktionen eine aliasing-freie Modell-Übertragungsfunktion $MTF_{\text{mod,frei}}$ erstellt. Daraus wird die Übertragungsfunktion $MTF_{\text{mod,Alias}}$ berechnet, die sich bei vorhandenem Aliasing ergibt. Diese wird nun mit dem Betrag der FFT (Fast-Fourier-Transformation) eines Leerbildes verglichen, das am Mikroskop (ohne Probe) aufgenommen wurde. Die Parameter der Gaußfunktionen werden nun solange verändert, bis die Differenz zwischen FFT-Betrag des Leerbildes und $MTF_{\text{mod,Alias}}$ minimal ist. Die so gefundene Funktion $MTF_{\text{mod,Alias}}$ ist dann die gesuchte Übertragungsfunktion MTF_{CCD} .

3) Bestimmung des Untergrundes

Im Idealfall besteht der Rauschanteil B_{ges} nur aus dem Schrotrauschen. Man kann B_{ges} dadurch bestimmen, indem man bei gleichmäßiger Beleuchtung der Kamera ein Bild ohne Probe aufnimmt. Der Betrag der FFT dieses Bildes wird dann errechnet und seine Intensität an derjenigen im modulationsfreien Bereich des Diffraktogramms der amorphen Referenzfolie anskaliert.

4) Eichung und Division durch das Beugungsbild

Um nun die Funktion MTF_{ges} bestimmen zu können, wird das gemessene Diffraktogramm der Referenzfolie durch den Faktor $|A(\underline{u})|$ dividiert, nachdem der Rauschanteil $B_{\text{ges}}(\underline{u})$ bestimmt und vom Diffraktogramm subtrahiert wurde. $|A(\underline{u})|^2$ entspricht genau dem Beugungsbild des betreffenden Referenzfilms. Für eine korrekte Division des Diffraktogramms durch das Beugungsbild müssen beide im Raumfrequenzraum geeicht werden.

Bei dieser Eichung werden Gold-Inseln auf der amorphen Referenzfolie verwendet, deren Präparation auf einem amorphen Germanium-Film im Anhang beschrieben wird. Nimmt

man nun mit der CCD-Kamera sowohl ein Beugungsbild dieser Probe als auch ein Bild auf, dessen Diffraktogramm berechnet wird, so sind in diesen neben den diffusen Ringen der amorphen Probe die Reflexe für das Gold zu sehen. Damit kann man Diffraktogramm und Beugungsbild zueinander eichen. Ein Vorteil dieser intrinsischen Eichung ist, daß die Meßunsicherheit in der quantitativen Raumfrequenzeichung, die durch die Probenhöhenvariation verursacht wird, die Genauigkeit der Division nicht beeinträchtigt.

Zur Bestimmung von MTF_{ges} darf die Division von Diffraktogramm und Beugungsbild nicht direkt mit den Bildern von goldbedeckten Stellen erfolgen, da für ein schweres Element wie Gold die schwache Phasenobjekt-Näherung nicht erfüllt ist und das Gold auch nicht amorph vorliegt, d. h. man erhält in Diffraktogrammen keine Beugungsringe sondern -Spots. Deshalb wird nur die Eichung von Beugungsbild und Diffraktogramm nach obiger Methode mit Gold-Inseln durchgeführt. Diese wird dann auf ein Beugungsbild und das Diffraktogramm angewandt, für die rein amorphen Proben (hier Germanium) eingesetzt wurden. Somit sind Proben nötig, in der die Referenzfolie aus einem amorphen Film besteht, der nur teilweise mit Gold-Inseln bedeckt ist.

Ein weiteres Problem, mit dem man bei dieser Arbeitsweise konfrontiert wird, ist ein eventuell auftretender Dickegradient in der Probe, so daß die Aufnahme der Gold-Inseln und die Aufnahme des rein amorphen Films bei etwas unterschiedlichen Schichtdicken stattfinden können. In diesem Fall sind die Abbildungsverhältnisse in den beiden Bildern nicht gleich, was bei exakter Arbeitsweise aber gewährleistet sein sollte [der Unterschied in den Verhältnissen kann in unterschiedlichen Defokus-Werten liegen oder darin, daß die WPO-Näherung für beide Aufnahmen unterschiedlich gut erfüllt ist]. Aus diesem Grund wurden für die weitere Arbeit Probenstellen gesucht, in denen am Bildrand Gold-Inseln vorhanden waren und im überwiegenden Teil der Aufnahme nur Germanium zu sehen war. Ein solches Bild und das dazugehörige Diffraktogramm sind in Abb. 5.1a und 5.1b zu sehen. Für die Eichung wird dann das gesamte Bild verwendet, während für die Division durch das Beugungsbild ein Diffraktogramm eingesetzt wird, das aus einem Teilbereich der Aufnahme berechnet wurde. In diesem Bereich sollte nur der amorphe Trägerfilm zu sehen sein.

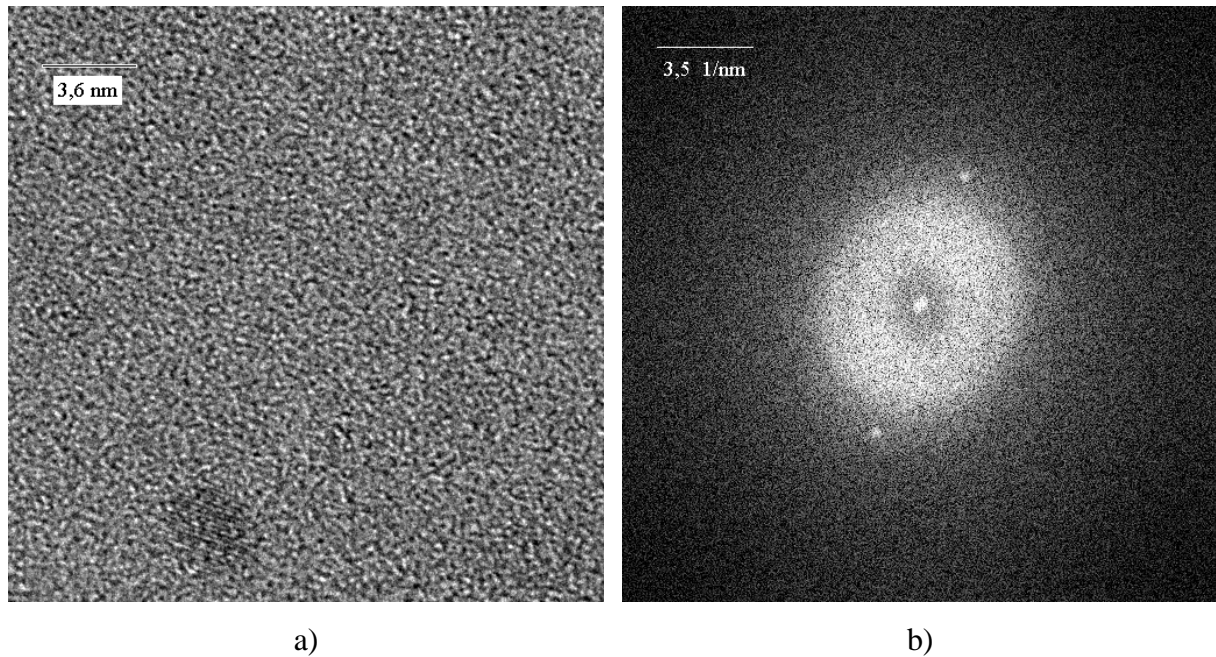


Abb. 5.1a) Gold-Insel auf einem Germanium-Trägerfilm bei einer Vergrößerung von $M = 1047000$ (JEOL JEM-3010)

Abb. 5.1b) Diffraktogramm zu Abb. 5.1a

5) Bestimmung von MTF_{ges}

Nach Abzug des Rauschanteils und Durchführung der Eichung und der Division durch das Beugungsbild kann bei bekannter $MTF_{CCD}(u)$ die Funktion $MTF_{ges}(u)$ ermittelt werden. Dividiert man das bearbeitete Diffraktogramm durch $MTF_{CCD}(u)$, so erhält man ein experimentelles Ergebnis für $MTF_{ges}(u) \cdot |\sin(\chi(u))|$. Aus diesem oszillierenden Term müssen $MTF_{ges}(u)$ und die Defokussierung errechnet werden, die bei der Aufnahme des Diffraktogramms des Trägerfilms (Referenzfolie) vorlag.

Dazu wird dieser Term mit dem Ausdruck $\exp\{-n \cdot u^2\}$ verglichen ($n \in R$). Der Parameter n wird dabei solange variiert, bis die Division des oben bearbeiteten Diffraktogramms durch $\exp\{-n \cdot u^2\}$ eine Funktion ergibt, in der alle Maxima ungefähr die gleiche Höhe besitzen. Der so erhaltene Ausdruck muß ein Maß für $|\sin(\chi(u))|$ sein, so daß eine anschließende Auswertung nach der in Kapitel 4 beschriebenen Methode die Phasenverschiebung $\chi(u)$ (bzw. den Defokus des Diffraktogramms und die sphärische Aberration) liefert. Aus dem experimentellen Ergebnis zu $MTF_{ges}(u) \cdot |\sin(\chi(u))|$ und der so bestimmten Funktion $|\sin(\chi(u))|$ kann die Übertragungsfunktion MTF_{ges} gewonnen werden. Eine Division von $MTF_{ges}(u) \cdot |\sin(\chi(u))|$ durch die ermittelte Sinus-Funktion ergibt aber in

den Raumfrequenzbereichen um den Nullstellen von $\sin(\chi(u))$ Singularitäten und somit dort falsche Ergebnisse. Um auch für diese Raumfrequenzbereiche zuverlässige Aussagen über $MTF_{ges}(u)$ zu erhalten, wird ein zweites Diffraktogramm zu einer Aufnahme der amorphen Referenzfolie unter geeigneter Defokussierung erstellt und in der Form bearbeitet wie in den Schritten 3) bis 5) beschrieben.

Es ist darauf hinzuweisen, daß bei der Untersuchung von unbekannten Strukturen $|A(u)|$ unterschiedlicher Proben stets MTF_{ges} neu bestimmt werden muß. Das liegt daran, daß Vibrationsterme wie z. B. eine mögliche Drift in dieser Funktion enthalten sind. Diese können zeitlich variieren und von dem speziell verwendeten Probenhalter abhängen.

Ein Hauptproblem bei der obigen Methode liegt bei der Defokus-Bestimmung zu der Abbildung des Objekts mit der unbekannten Struktur-Information $|A(u)|^2$. Sie kann über eine Defokusrasten-Übersetzung durchgeführt werden, für die eine Defokus-Serie auf einem amorphen Film nötig ist. Diese Aufnahme von Bildern mit unterschiedlichen Defokus-Einstellungen muß immer an der gleichen Probenstelle durchgeführt werden, um durch einen eventuell auftretenden Dickegradienten in der Probe keine verfälschten Ergebnisse zu erhalten. Mittels dieser Defokus-Serie kann dann relativ genau auf die Defokussierung in dem für die obige Arbeit interessanten Diffraktogramm geschlossen werden.

Faktoren, die die betreffende Defokus-Serie und die Verwendung des obigen Diffraktogramms zur Bestimmung der Funktion MTF_{ges} etc. unmöglich machen können, sind Kontamination und Drift.

Durch die Kontamination bilden sich Filme aus Kohlenstoff oder organischen Substanzen auf der Probe, so daß ihre Schichtdicke immer größer wird. Dadurch ändert sich mit steigender Schichtdicke die Defokussierung (Defokusänderung mit der Zeit), ohne daß man den Linsenstrom variieren muß. Dann liefert die obige Defokus-Serie extrem ungenaue Ergebnisse und ist unbrauchbar. Außerdem kann die betreffende Probenstelle für weitere Messungen unbrauchbar sein, da eventuell die WPO-Näherung nicht mehr erfüllt ist und sich die Strukturinformation $|A(u)|^2$ geändert hat.

Eine eventuell auftretende Probendrift verhindert, daß man für die Aufnahme der Defokus-Serie auf der gleichen Probenstelle bleibt, und somit kann ein möglicherweise vorhandener Dickegradient für nicht ganz korrekte Ergebnisse sorgen. Außerdem schneidet sie in einem Diffraktogramm in einer Richtung die Übertragung höherer Raumfrequenzen ab, so daß man bei der radialen Mittelung über dieses Diffraktogramm mit Informationsverlusten und

Ungenauigkeiten konfrontiert wird. Abb. 5.2 zeigt ein Diffraktogramm, das zu einer Germanium-Abbildung bei einer Vergrößerung von $M(\text{real}) = 605000$ am JEOL JEM-3010 gehört, bei der eine Probendrift vorhanden war.

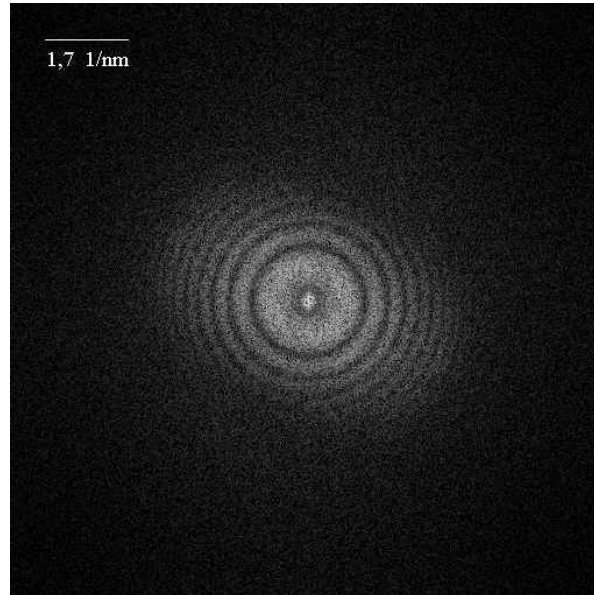


Abb. 5.2) Diffraktogramm zu einem Germanium-Film bei einer Vergrößerung von $M(\text{real}) = 605000$ bei vorhandener Probendrift (JEOL JEM-3010)

Die unbekannte Strukturinformation $|A(\underline{u})|^2$ kann nach der Bestimmung der obigen Größen ermittelt werden, indem von dem experimentellen Diffraktogramm der Rauschanteil subtrahiert wird und das Ergebnis durch MTF_{ges} und MTF_{CCD} dividiert wird. Anschließend muß noch $|\sin(\chi(\underline{u}))|$ berücksichtigt werden. Eine Division durch den dafür experimentell bestimmten Term sorgt aber in bestimmten Raumfrequenzbereichen für Singularitäten, so daß die Berechnung der Struktur in diesen Bereichen eine Auswertung eines zweiten Diffraktogramms dieses Objektes nach den Punkten 1) bis 5) erfordert. Es ist aber für dieses Diffraktogramm notwendig, daß es unter einem geeigneten Defokus aufgenommen wird, der sich von dem der ersten Abbildung des Objekts unterscheidet.

Das Schema in Abb. 5.3 soll die in diesem Kapitel beschriebene Methode zur Bestimmung von unbekannten Strukturtermen $|A(\underline{u})|$ noch einmal im Überblick darstellen. Bei diesem Verfahren bildet die Kenntnis der Übertragungsfunktion die Basis. Da die Atomformfaktoren $f(\underline{u})$ tabelliert sind, kann man somit aus dem Ergebnis für $|A(\underline{u})|$ auf den Strukturfaktor $S(\underline{u})$ schließen. Die in dieser Arbeit diskutierten Übertragungsfunktionen gelten dabei für elastische Streuprozesse.

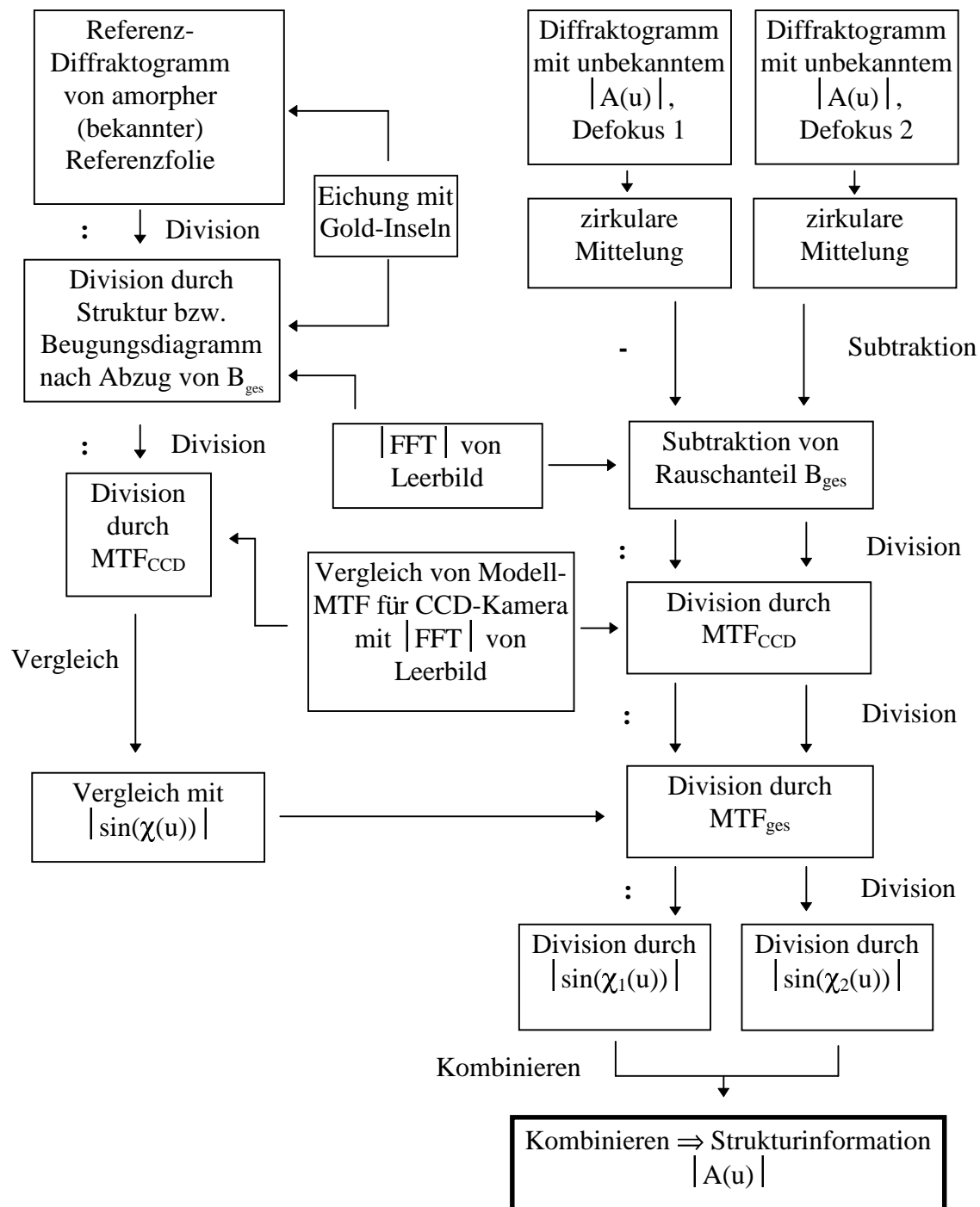


Abb. 5.3) Schematische Darstellung der Methode zur Bestimmung von $|A(u)|$ im Überblick

Durch Anwendung der obigen Methode können auch (theoretische) Beugungsbilder kleiner Objekte erstellt werden. Bei der Aufnahme von Beugungsbildern wird durch Plazierung einer Selektorblende in der Zwischenbildebene der nicht interessierende Bildbereich ausgeblendet. Dadurch erhält man ein möglichst „reines“ Beugungsbild. Bei kleinen Objekten müssen hohe Vergrößerungen gewählt werden, um sie auf dem Leuchtschirm zu sehen. Da gleichzeitig der

Selektorblendenausschnitt mit vergrößert wird, kann es zu Situationen kommen, in denen die Selektorblende nicht ausreicht, um nur das zu untersuchende Objekt einzublenden und die andere Bildinformation auszublenden. Ist die Übertragungsfunktion bekannt, kann die Strukturinformation und somit das Beugungsbild aus dem Diffraktogramm berechnet werden.

5.3. Kontrolle der sphärischen Aberration

Um die Ergebnisse der obigen Methode zu überprüfen und um den bisher erhaltenen Meßwert für die sphärische Aberration c_s des JEOL JEM-3010 zu kontrollieren, wurde die Division von Diffraktogramm und Beugungsbild nach obigem Schema durchgeführt. B_{ges} , MTF_{CCD} und MTF_{ges} wurden ermittelt. Somit konnte nach Gl. (5.2) ein Ausdruck für $Y \cdot |\sin(\chi(u))|$ aus dem experimentellen Diffraktogramm errechnet werden. Dabei ergaben die Rechnungen das in Abb. 5.4 dargestellte Ergebnis für $Y \cdot |\sin(\chi(u))|$. Es bezieht sich dabei auf ein Diffraktogramm zu einer Germanium-Abbildung bei einer Vergrößerung von $M(\text{real}) = 605000$ am JEOL JEM-3010.

Um aus diesem Ergebnis die sphärische Aberration und den Defokus zu bestimmen, wurde das Programm „Diff-Analyse_Proc_6“ angewandt, das für die Auswertung von Diffraktogrammen geschrieben wurde. Dies erbrachte folgende Werte für die Linsenfehler:

$$c_s = 0,62 \pm 0,10 \text{ mm}, \Delta f = -104 \pm 2 \text{ nm}.$$

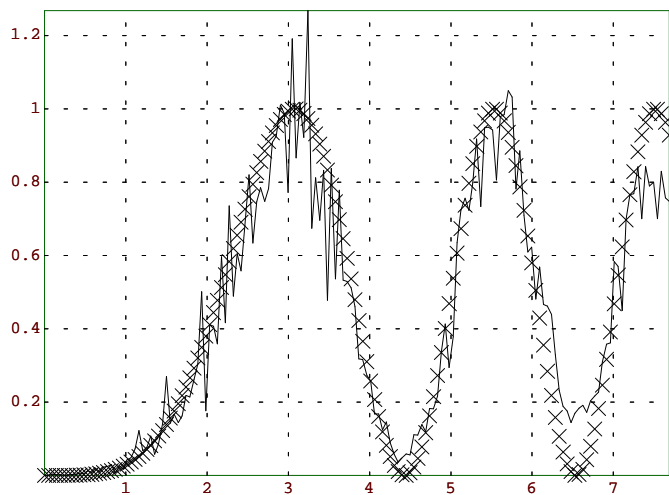
Dabei ist die Meßunsicherheit für c_s als größer anzusehen als hier angegeben. Der Grund dafür liegt darin, daß aufgrund der statistischen Schwankungen in dem Ergebnis für $Y \cdot |\sin(\chi(u))|$ (siehe Abb. 5.4) insbesondere die Positionen der Maxima nicht eindeutig festzulegen waren. Dieses Problem ließ sich aber nur schwer in die Fehler-Rechnung einarbeiten. Es ist allerdings festzustellen, daß der so erhaltene Wert für die sphärische Aberration c_s sehr gut mit dem Meßwert übereinstimmt, der bei der Verwendung der Methode nach Krivanek erhalten und in Kapitel 4 vorgestellt wurde.

Eine parallel ausgeführte quantitative Auswertung des Ergebnisses, bei der mit Hilfe eines genetischen Optimierungsalgorithmus der Term $|\sin(\chi(u))|$ an das in Abb. 5.4 abgebildete Ergebnis angefitet wurde, ergab für die sphärische Aberration und den Defokus die Werte

$$c_s = 0,71 \text{ mm}, \Delta f = -107 \text{ nm}.$$

5. BESTIMMUNG VON STRUKTURFAKTOREN

Die Abweichungen der beiden Meßergebnisse sind vor allem durch die statistischen Unsicherheiten in dem Ergebnis aus Abb. 5.4 bedingt. Die Werte stimmen aber im Rahmen der Meßungenauigkeiten überein.



Ergebnisse für c_s und Δf nach Anwendung des genetischen Optimierungsalgorithmus:

$c_s = 0.71 \text{ mm}$

$\Delta f = -107 \text{ nm}$

— : experimentelles Ergebnis nach Division des experimentellen Diffraktogramms durch das Beugungsbild

××× : Ergebnis nach Anwendung des genetischen Optimierungsalgorithmus

Abb. 5.4) Ergebnis für $Y \cdot |\sin(\chi(u))|$ nach Division des experimentellen Diffraktogramms zu einem Germanium-Film durch das Beugungsbild unter Berücksichtigung der beteiligten Faktoren ($M(\text{real}) = 605000$, JEOL-JEM 3010)

6. ZUSAMMENFASSUNG

Bei der Bestimmung der Phasenkontrast-Übertragungsfunktion eines Transmissions-elektronenmikroskops nimmt die Ermittlung der sphärischen Aberration und des Defokus eine wesentliche Stellung ein. Die Grundlage für die Bestimmung dieser Parameter basiert in dieser Arbeit auf der Untersuchung von Diffraktogrammen amorpher Proben. Dabei müssen diese die Hochenergie-Näherung und die schwache Phasenobjekt-Näherung (WPO-Näherung) erfüllen, was bei dünnen Proben leichter Elemente wie z. B. Kohlenstoff gewährleistet ist. So wurden für das ZEISS EM 902 mit einer Beschleunigungsspannung von 80 kV Kohlenstoff-Proben und für das JEOL JEM-3010 mit einer Beschleunigungsspannung von 297 kV Germanium-Folien eingesetzt.

Für die Messung der sphärischen Aberration wurden zwei Meßmethoden verwendet, wobei wir uns vor allem auf die von Krivanek vorgeschlagene Vorgehensweise konzentrierten. Dort ging man von ideal amorphen Proben aus. Die Meßunsicherheit der sphärischen Aberration wurde dabei durch mehrere Faktoren beeinflusst. So wurde gezeigt, daß die Einhüllende in der Übertragungsfunktion für eine Verschiebung der Maxima ihres sinusförmigen Beitrages verantwortlich ist, deren Positionen neben denen der Nullstellen für eine Ermittlung der sphärischen Aberration bestimmt werden müssen. Eine besonders wichtige Fehlerquelle ist die Abhängigkeit der Übertragungsfunktion vom Defokus, die dafür sorgt, daß nur bei niedrigen oder mäßigen Defokus-Werten eine Auswertung von Diffraktogrammen zuverlässige Ergebnisse für die sphärische Aberration liefert. Dagegen ließ sich über einen weiten Defokus-Bereich eine recht genaue Bestimmung des Defokus selbst erzielen. Weitere Punkte, die für Unsicherheiten in der Messung der sphärischen Aberration und der Defokussierung verantwortlich waren, sind die Ungenauigkeit in der Ermittlung der Extrema-Positionen im Diffraktogramm und Fehlinterpretationen von lokalen Extremstellen in der Übertragungsfunktion. Als Fehlerquelle sind auch Meßunsicherheiten in der Vergrößerungsseichung zu berücksichtigen.

Die zweite Methode, die für die Bestimmung der sphärischen Aberration ausgenutzt wurde, basiert auf einer Division eines Diffraktogramms zu einer amorphen dünnen Probe durch das dazugehörige Beugungsdiagramm, welches nur die Strukturinformation $|A(\underline{u})|^2$ enthält. Die Raumfrequenzeichnung, die als Fehlerquelle angesehen werden kann, hat auf diese Division keinen negativen Einfluß, da eine intrinsische Eichung mit Gold-Inseln durchgeführt wurde. Für die Ausführung dieser Methode ist aber im allgemeinen die Aufnahme mehrerer Bilder

6. ZUSAMMENFASSUNG

notwendig, die teilweise an der gleichen Probenstelle erstellt werden müssen. Deshalb sind die wichtigsten Fehlerquellen Probendrift, Kontamination und ein möglicher Dickegradient in der Probe. Die letzten zwei Faktoren oder ein Zusammenspiel dieser Beeinträchtigungen kann für die Außerkraftsetzung der schwachen Phasenobjekt-Näherung oder eine Veränderung der Defokussierung sorgen. Dies hat dann Unsicherheiten in der Bestimmung der sphärischen Aberration zur Folge.

Durch die zweite Meßmethode wurde das Ergebnis für die sphärische Aberration des JEOL JEM-3010 von $c_s = 0,62 \pm 0,15$ mm bestätigt, das mit dem Bestimmungsverfahren nach Krivanek erzielt wurde. Für das ZEISS EM 902 ergab sich $c_s = 3,87 \pm 0,56$ mm.

Die Kenntnis der sphärischen Aberration ermöglicht es, bei bekannter Phasenkontrast-Übertragungsfunktion die Strukturinformation $|A(\underline{u})|^2$ und insbesondere den Strukturfaktor zu berechnen, indem man Diffraktogramm und Übertragungsfunktion durcheinander dividiert.

ANHANG

Präparation von Gold-Inseln auf Germanium-Filmen

Bei der Probenpräparation kommt es bei einer Aufgabenstellung wie in dieser Arbeit darauf an, dünne amorphe Filme (Schichtdicke $d \leq 20$ nm) zu erzeugen, damit man bei der Diffraktogrammauswertung noch immer von der schwachen Phasenobjekt-Näherung (WPO-Näherung) ausgehen kann und somit die in der Theorie angesprochenen Ausdrücke für die Diffraktogramm-Intensität noch Gültigkeit besitzen. Für Eichungszwecke werden hier nun Proben benötigt, die zum einen eine dünne amorphe Schicht aus Germanium (Ge) oder Kohlenstoff (C) als Trägerfilm aufweisen, und zum anderen teilweise mit Gold-Inseln bedeckt sind (für die genauen Hintergründe für die Verwendung dieser Proben: siehe Kapitel 3 und 5). Für diese Arbeit wurden Proben mit Germanium als Trägerfilm hergestellt.

Ihre Erstellung lief über vier Schritte ab.

- 1) Zunächst wurden in einer Hochvakuum-Bedampfungsanlage vorher gereinigte Glasobjektträger mit Graham'schen Salz (Natriumpolyphosphat) bedampft. Dadurch konnte der später aufgedampfte Germanium-Film besser vom Objektträger abgeflottet werden. Die Erhitzung bis zur Verdampfung sollte langsam erfolgen, da sonst das Salz aus dem Wolframschiffchen springt, welches das Verdampfungsmaterial trägt.
- 2) Bei einem Vakuum von ca. $2,5 \cdot 10^{-5}$ mbar im Rezipienten, das mit einer Penningröhre gemessen wurde, wurden diese Träger dann mit einem Germaniumfilm bedampft. Dabei wurde festes Germanium verwendet, denn bei der Erhitzung von Germanium-Pulver springt dieses aus dem Wolframschiffchen.
- 3) Nach der Aufdampfung wurde die Germaniumschicht in destilliertem Wasser abgeflottet. Dazu wurde der Objektträger schräg in eine flache Petrischale [Bra 79] gestellt und die Schale nach und nach mit destilliertem Wasser aufgefüllt. Mit Cu-Präparationsnetzen konnten dann die auf der Wasseroberfläche schwimmenden Ge-Stücke aufgefangen werden, um sie dann auf nasses Filtrierpapier zu legen und trocknen zu lassen. Die Benutzung von nassem Filtrierpapier bietet sich an, weil der abgeflottete Film nur am Rand der Stege des Cu-Netzes haftet, falls die Netze zum Trocknen auf trockenes Papier gelegt

werden [Bra 79]. Eine ausreichende Haftung des Films liegt aber erst vor, wenn er sich auf die Stege des Cu-Netzes legt. Die Hauptschwierigkeit bei der Herstellung sehr dünner Folien liegt bei der Trocknung der Folien. Durch die Adhäsionskräfte beim Kontakt der dünnen Filme mit dem nassen Filtrierpapier wurden diese oft zerstört und von der Netzchenoberfläche durch die Maschen auf das Papier gerissen.

- 4) Nun galt es, auf den Germanium-Filmen Gold-Inseln aufzudampfen, aber gleichzeitig auf den Proben noch Zonen zu behalten, in denen nur der Trägerfilm vorhanden war. Hierfür verwendete man eine von Plate entworfene Netzchenhalterung [Plat 93], in die man freie Cu-Netzchen legte und darüber in einem Winkel von ca. 45° verdreht die Cu-Netzchen mit der aufgedampften Ge-Schicht plazierte und mit einem Ring befestigte. Bei einem folgenden Bedampfungsprozeß deckten nun die Stege der freien Netze die darüber liegenden Maschen mit dem Trägerfilm teilweise ab, so daß diese nicht vollständig mit Gold bedampft wurden.

Damit eine Beschädigung des Trägerfilms vermieden wird, sollte man bei der Plazierung der Netze beachten, daß entweder dieser von dem unbeschichteten Cu-Netzchen weggerichtet ist oder daß er auf der glatten Seite des freien Cu-Netzchens aufliegt.

Um nun bei der Herstellung von Gold-Inseln auf dem Trägerfilm die größte Inseldichte zu erhalten, befestigte man die Anordnung mit den zu bedampfenden Netzchen in einem Abstand von 20 cm [Bra 79, Jach 94] von der Bedampfungsquelle, die aus einem Wolframschiffchen mit einer zu verdampfenden Masse von 1,2 mg Gold [Bra 79, Jach 94] bestand. Die Aufdampfung der Gold-Inseln erfolgte bei einem Vakuum von ca. $2,5 \cdot 10^{-5}$ mbar im Rezipienten. Ein zu starkes Erhitzen des Goldes während dieses Vorganges konnte dazu führen, daß es aus dem Schiffchen heraussprang. Deshalb wurde letzteres zuerst langsam bis zum Schmelzpunkt des Goldes erhitzt [Bra 79], so daß dieses Tropfenform annahm und zerfloß. Danach wurde schnell auf helle Gelbglut erhitzt und das Gold restlos verdampft.

LITERATURVERZEICHNIS

- [Bra 79] P. Bracker „Testpräparate zur Bestimmung des Auflösungsvermögens eines Rasterelektronenmikroskopes“, Staatsexamen, Münster 1979
- [Bu/Kri 88] O. L. Krivanek in „High Resolution Transmission Electron Microscopy and Associated Techniques“ (P. Buseck, J. Cowley, L. Eyring, eds., Oxford University Press, Oxford, 1988, 519 - 567)
- [Gla 52] W. Glaser „Grundlagen der Elektronenoptik“, Springer-Verlag, Wien 1952
- [Goo 88] J. W. Goodman „Introduction to Fourier Optics“, McGraw-Hill, New-York 1988
- [Hech 94] E. Hecht „Optik“, Addison-Wesley, Bonn 1994
- [Holz 95] S. Holzhausen „Aufzeichnung und Auswertung von Bildserien bei unterschiedlichen Energieverlusten im energiefilternden Transmissionselektronenmikroskop“, Diplomarbeit, Münster 1995
- [HüDab 98] C. Hülk, I. Daberkov „Easy Methods for Accurate Characterization of CCD Cameras“, Proc. 14th Int. Congr. Electr. Micr. 1998 (Cancun) Vol. I, 189 (Inst. of Physics, Bristol)
- [Jach 94] T. Jacholke „Bestimmung des Auflösungsvermögens eines Rasterelektronenmikroskopes an inselförmigen Aufdampfschichten mittels digitaler Fourier-Transformation“, Diplomarbeit, Münster 1994
- [Kit 93] C. Kittel „Einführung in die Festkörperphysik“, R. Oldenbourg Verlag, München 1993
- [Kohl 91] H. Kohl „Hochauflösende Elektronenmikroskopie“ (Skript zur Vorlesung), Sommersemester 1991, TH Darmstadt
- [Kri 76a] O. L. Krivanek „Studies of the Envelope of the EM Contrast Transfer Function“, Proc. 6th European Electron Microscopy Congress 1976 Vol. I, 263 (TAL International, Israel)
- [Kri 76b] O. L. Krivanek „A Method For Determining the Coefficient of Spherical Aberration from a Single Electron Micrograph“, Optik **45** (1976), 97 - 101

- [KuHi 81] M. Kuzuya, M. Hibino „The Effect of Defocus on the Determination of the Spherical Aberration Coefficient from A Micrograph of an Amorphous Phase Object“, J. Electron Microsc., **30** (1981), 114 - 120
- [LaMü 71] J. Lang, R. Müller „A Procedure for Nonlinear Least Squares Refinement in Adverse Practical Conditions“, Computer Physics Communications **2** (1971), 79 - 86
- [Lan 90] M. Langenfeld „Methoden zur Untersuchung der Strahlenschädigung organischer Substanzen in einem energiefilternden Elektronenmikroskop“, Diplomarbeit, Münster 1990
- [Mö 94] G. Möbus „Optimierung der digitalen Kontrastauswertung hochaufgelöster elektronenmikroskopischer Aufnahmen innerer Grenzflächen“, Dissertation, MPI für Metallforschung, Stuttgart 1994
- [Plat 93] U. Plate „Analyse der dentalen Hartgewebsbildung mit Methoden der Energiefilternden Transmissionselektronenmikroskopie“, Dissertation, Münster 1993
- [Rei 67] L. Reimer „Elektronenmikroskopische Untersuchungs- und Präparationsmethoden“, Springer-Verlag, Berlin 1967
- [Rei 97] L. Reimer „Transmission Electron Microscopy“, Springer-Verlag, Berlin 1997
- [ReiPfef 77] L. Reimer, G. Pfefferkorn „Raster-Elektronenmikroskopie“, Springer-Verlag, Berlin 1977
- [RuiWei 92] W. J. de Ruijter, J. K. Weiss „Methods to Measure Properties of Slow-Scan CCD Cameras for Electron Detection“, Rev. Sci. Instrum. **63** (1992), 4314 - 4321
- [Wrig 68] N. G. Wrigley „The Lattice Spacing of Crystalline Catalase as an Internal Standard of Length in Electron Microscopy“, J. Ultrastructure Res. **24** (1968), 454 - 464
- [Zem 78] F. Zemlin, K. Weiss, P. Schiske, W. Kunath, K.-H. Herrmann „Coma-Free Alignment of High Resolution Electron Microscopes with the Aid of Optical Diffractograms“, Ultramicroscopy **3** (1978), 49 - 60

DANKSAGUNG

Diese Arbeit wurde in der elektronenmikroskopischen Abteilung des Physikalischen Institutes der Westfälischen Wilhelms-Universität Münster angefertigt.

Mein Dank gilt **allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern der elektronenmikroskopischen Abteilung** für das gute und freundliche Arbeitsklima und für die hilfreiche Unterstützung.

Dabei danke ich vor allem:

Herrn Prof. Dr. Helmut Kohl für die Ermöglichung und Förderung dieser Diplomarbeit, für die interessante Aufgabenstellung und seine fachlichen Ratschläge.

Herrn Dipl. Phys. Rainer Knippelmeyer für zahlreiche Hilfeleistungen: fachliche und hilfreiche Diskussionen, Verfügungstellung von Daten, Einführung in seine Arbeiten zur Bestimmung des Strukturfaktors, intensive Unterstützung und Zusammenarbeit in experimentellen und theoretischen Arbeiten und konstruktiver Kritik dieser Arbeit.

Herrn Dipl. Phys. Ingo Müller für die Einarbeitung in das ZEISS EM 902, für hilfreiche Diskussionen und seine umfassende Unterstützung bei der Bewältigung gerätetechnischer und computertechnischer Probleme.

Frau Dr. Ute Golla für die Einweisung in das JEOL JEM-3010, ihre umfassende Hilfestellung bei technischen Problemen mit diesem Gerät, ihre ständige Ansprechbarkeit und Tips für die Präparation.

Dem **Techn. Ass. Herrn Markus Silder** für die technische Unterstützung, schnelle Anfertigung der Fotos und die Besorgung der Katalase-Kristalle.

Herrn Dr. Ulrich Plate für die Verfügungstellung der Gold-Proben für die Kameralängenbestimmung, für hilfreiche Diskussionen und seine Hilfeleistungen bei technischen Problemen des ZEISS EM 902.

Herrn Dipl. Phys. Norbert Overbeck und **Herrn Dipl. Phys. Hilmar Hoffmeister** für hilfreiche Diskussionen und Hilfestellungen bei computergraphischen Problemen.

Für die Hilfe bei technischen Problemen am JEOL JEM-3010 möchte ich auch **Frau Dr. Ljuba Kerschhofer** danken.

Ein besonders herzlicher Dank gilt **meinen Eltern** für ihre liebevolle Unterstützung und ihre Bemühungen, mir ein möglichst sorgenfreies Studium zu ermöglichen.

Für die Unterstützung und ihre Aufbauarbeit möchte ich auch **meinen Brüdern Rudolf und Michael, meiner Schwester Claudia** und **meinem Schwager Frank** danken.

Außerdem danke ich allen, die mir dabei geholfen haben, in den letzten Jahren nicht nur an Physik zu denken.

Ich versichere hiermit, bei der Danksagung niemanden absichtlich vergessen zu haben!

Hiermit versichere ich an Eides Statt, die vorliegende Arbeit selbständig angefertigt und keine
außer den angegebenen Hilfsmitteln benutzt zu haben.

Münster, den