

Experimentelle Physik

**Charakterisierung von CCD-Kamerasystemen  
in der Transmissionselektronenmikroskopie  
und deren Einsatz bei der Erstellung von  
Elementverteilungsbildern**

Inaugural-Dissertation  
zur Erlangung des Doktorgrades  
der Naturwissenschaften im Fachbereich Physik  
der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät  
der Westfälischen Wilhelms-Universität Münster

vorgelegt von  
**Christoph Hülk**  
aus Lüdinghausen  
1998

Dekan:	Prof. Dr. N. Schmitz
Erster Gutachter:	Prof. Dr. H. Kohl
Zweiter Gutachter:	Prof. Dr. E. Nembach
Tag der mündlichen Prüfungen:	08.02. u. 10.02.1999
Tag der Promotion:	10.02.1999

# Inhaltsverzeichnis

<b>1. EINLEITUNG .....</b>	<b>1</b>
<b>2. ELEKTRONENBILDREGISTRIERUNG .....</b>	<b>2</b>
2.1 EINFÜHRUNG.....	2
2.2 CHARGE-COUPLED DEVICE ALS ORTSAUFGEÖSTER LICHTDETEKTOR.....	3
2.3 ELEKTRONENOPTISCHE CCD-BILDREGISTRIERANLAGE.....	7
2.3.1 <i>Aufbau und Funktion einer CCD-Bildregistrieranlage</i> .....	7
2.3.1.1 Durchsichtleuchtschirm.....	8
2.3.1.2 Faserplatte als Lichtleiter.....	10
2.3.1.3 CCD-Sensor.....	12
2.3.2 <i>Linearität und Sensitivität des Systems</i> .....	17
2.3.3 <i>Standardbildkorrektur</i> .....	18
<b>3. CHARAKTERISIERUNG VON CCD-BILDREGISTRIERANLAGEN.....</b>	<b>23</b>
3.1 SENSITIVITÄT .....	24
3.2 ORTSAUFLÖSUNG.....	26
3.2.1 <i>Theoretische Beschreibung der lateralen Übertragung</i> .....	26
3.2.2 <i>Meßverfahren zur Bestimmung der Ortsauflösung</i> .....	34
3.2.2.1 Laterale Intensitätsverteilungen.....	34
3.2.2.2 Stochastische Methoden.....	52
3.2.3 <i>Einfluß des Aliasing bei den Meßverfahren</i> .....	58
3.3 RAUSCHVERHALTEN DES SYSTEMS .....	69
3.3.1 <i>Theoretische Beschreibung der Detection Quantum Efficiency</i> .....	69
3.3.2 <i>Meßverfahren der Detection Quantum Efficiency</i> .....	70
3.3.2.1 Entfaltung .....	71
3.3.2.2 Korrelationsfaktor .....	75
3.3.2.3 Binning.....	76
3.3.2.4 Einzelparameter.....	79
3.3.3 <i>Einfluß der Bildkorrektur auf die DQE</i> .....	88
3.3.4 <i>Raumfrequenzabhängige DQE</i> .....	93

<b>4. AUFZEICHNUNG VON ELEMENTVERTEILUNGEN .....</b>	<b>96</b>
4.1 EINFÜHRUNG.....	96
4.2 THEORIE DER AUFZEICHNUNG VON ELEMENTVERTEILUNGEN.....	97
4.2.1 Aufbau eines energiefilternden TEMs.....	97
4.2.2 Elektronenenergieverlustspektrum .....	99
4.2.3 Abbildung mit Energieverlustelektronen .....	101
4.2.4 Untergrundkorrektur .....	107
4.2.5 Mehrfachstreuprozesse .....	108
4.2.6 Signal-zu-Rausch-Verhältnis in Elementverteilungsbildern.....	110
4.3 EXPERIMENTELLE UNTERSUCHUNG VON ELEMENTVERTEILUNGEN.....	112
4.3.1 Modellpräparat.....	112
4.3.2 Aufzeichnung der Bilderserie.....	115
4.3.3 Verarbeitung der Bilderserie .....	119
4.3.4 Schichtdickenbestimmung.....	122
4.3.5 Bestimmung der Beleuchtungsapertur $Q_B$ .....	126
4.3.6 Einfluß der MTF auf das Elementverteilungsbild.....	127
4.3.7 Einfluß der DQE auf das SNR in Elementverteilungen .....	134
4.3.8 Näherung der MTF durch eine sinc-Funktion.....	137
<b>5. ZUSAMMENFASSUNG .....</b>	<b>139</b>
<b>6. ABKÜRZUNGEN.....</b>	<b>141</b>
6.1 Produktbezeichnungen.....	142
<b>7. LITERATURVERZEICHNIS.....</b>	<b>143</b>

# **1. Einleitung**

Die Aufzeichnung der Abbildung eines Festkörpers in der Transmissionselektronenmikroskopie erfordert einen ortsauflösenden Elektronendetektor. Zur Analyse der systematischen Fehler, die bei der Bildaufzeichnung entstehen, ist eine genaue Charakterisierung des Elektronendetektors unerlässlich. Die Photoplatte ist bis heute der Standarddetektor zur Aufnahme der Elektronenbilder, und es existiert eine Reihe unterschiedlicher Verfahren zur Bestimmung ihrer Eigenschaften. Die Entwicklung von Aufzeichnungssystemen auf der Basis von Charge-Coupled Devices (CCD) führte zu einer Erweiterung der Untersuchungsmethoden in der Transmissionselektronenmikroskopie. Zum Beispiel ist die Erstellung von Elementverteilungsbildern erst durch den Einsatz von CCD-Bildregistrieranlagen möglich geworden. Eine direkte Übertragung der Methoden zur Charakterisierung von Photoplaten auf CCD-Kamerasysteme ist jedoch nicht möglich. In dieser Arbeit werden verschiedene Verfahren zur Bestimmung der Eigenschaften von CCD-Bildregistrieranlagen verglichen und durch die Berücksichtigung von Bildkorrekturen, Aliasing und anderer Parameter weiterentwickelt. Zur Untersuchung der Einflüsse des CCD-Kamerasystems auf die Abbildung eines Festkörpers werden Elementverteilungsbilder einer Silicon-on-Insulator Struktur aufgezeichnet. Die Ergebnisse zeigen nicht nur die erfolgreiche Korrektur der systematischen Fehler bei der Aufzeichnung, sondern verdeutlichen auch die Notwendigkeit der Charakterisierung des CCD-Kamerasystems zur Bestimmung der realen Objektstruktur.

Diese Arbeit ist in drei Abschnitte gegliedert. Im ersten Abschnitt werden Aufbau und Funktionsweise von CCD-Kamerasystemen als ortsauflösende Elektronendetektoren beschrieben. Der zweite Teil beinhaltet den Vergleich und die Weiterentwicklung verschiedener Charakterisierungsverfahren von CCD-Bildregistrieranlagen anhand von drei kommerziell erhältlichen Systemen (MultiScan-CCD Kamera 794 der Firma Gatan GmbH, BioCam 1024 CCD-Kamera der Firma Soft Imaging System und dual-scan HS-SS 1024 CCD-Kamera der Firmen Proscan und LEO). Der abschließende, dritte Teil dieser Arbeit beschäftigt sich am Beispiel der MultiScan-CCD Kamera 794 mit der Frage, welchen Einfluß die Detektoreigenschaften auf Elementverteilungsbilder haben und in wieweit diese bei deren Interpretation berücksichtigt werden müssen?

## **2. Elektronenbildregistrierung**

### **2.1 Einführung**

Die Information eines optischen Bildes steckt in der örtlichen Änderung der Bildhelligkeit. In einem elektronenoptischen Bild entspricht diese Helligkeit der Anzahl der Elektronen, die auf ein Bildelement aufgetroffen sind. Demnach gibt ein Bild die örtliche Variation der Ladungsdichteverteilung wieder. Da sowohl der Elektronenstrom als auch der Streuprozess im Objekt stochastische Größen sind, enthält die Ladungsdichteverteilung der Elektronen einen hohen Rauschanteil, der durch ausreichende Akkumulation verringert werden muß. Eine Bildregistrieranlage in der Transmissionselektronenmikroskopie muß deshalb ein integrierender, orts aufgelöster Detektor für Elektronen sein.

Seit Beginn der Elektronenmikroskopie ist die Photoplatte das favorisierte Registriermedium. Sie wird bis heute als Standardbildaufzeichnungsmethode am Transmissionselektronenmikroskop (TEM) eingesetzt. Dieses begründet sich in den sehr guten Eigenschaften der Photoplatte: die einfache Steuerung der Akkumulation der Elektronen über die Belichtungszeit und das große Bildfeld mit einer hohen Anzahl von Bildpunkten [Zei92]. Allerdings erfordert die Registrierung der Ladungsdichteverteilung mit einer Photoplatte einen langen Verarbeitungsprozeß, welcher eine sofortige Überprüfung und Auswertung der Bilder verhindert. "On-line" Prozeduren würden im Gegensatz dazu z.B. eine exakte Justage des TEMs mittels der aufgezeichneten Bilder ermöglichen [siehe z.B. Kri93].

Dieses führte zu der Entwicklung von elektronischen Registrieranlagen. Die ersten Realisierungen konvertierten dazu das elektronenoptische Bild mittels Transmissionsleuchtschirm in ein lichtoptisches und setzten zur eigentlichen Aufzeichnung bekannte Fernseh(TV)-Technologie ein. Die Möglichkeit der direkten Beobachtung elektronenoptischer Bilder auf einem Monitor ("On-line") wurde hierdurch geschaffen. Die Speicherung der TV-Bilder erfolgte durch eine Analog/ Digital-Wandlung in speziellen Bildverarbeitungskarten auf einem Computer, so daß die weitere Bearbeitung der dann digitalen Bilder möglich wurde. Die Verwendung der TV-Technologie bringt allerdings entscheidende Nachteile für die Aufzeichnung

elektronenoptischer Bilder mit sich. Die Systeme erzeugen einen hohen Dunkelstrom und ein großes Verstärkungsrauschen, wodurch die Dynamik auf maximal 200 Grauwerte beschränkt ist. Zusätzlich ist die Akkumulationszeit der Bilder durch die TV-Norm (CCIR-TV-Standard: 50 Halbbilder / s) bestimmt, und eine Reduzierung des Rauschanteils kann nur durch eine computerunterstützte Integration über eine hohe Anzahl von Einzelbildern erreicht werden. Aufgrund der hohen Sensitivität solcher Bildregistrieranlagen unter der Verwendung von Low-Light-Level-TV-Kameras [Her73] werden sie bis heute in der Elektronenmikroskopie für die Untersuchung strahlungsempfindlicher Präparate eingesetzt. Die Dage-MTI 66 Series Silicon-Intensifier-Target (SIT)-Kamera [Cro69] im Physikalischen Institut in Münster liefert z.B. ca. 50 digitale Einheiten (digital number, DN) pro einfallendem Primärelektron.

Einen gewaltigen Schritt in der Entwicklung der elektronenoptischen Bildaufzeichnung lieferte der Einsatz von Charge-Coupled-Device (CCD)-Kameras, da die CCD-Technologie wesentlich bessere Basiseigenschaften für die Aufzeichnung elektronenoptischer Bilder besitzt. Im nächsten Abschnitt werden Aufbau und Funktion eines CCDs erläutert. Darauf aufbauend wird die Integration dieser Technologie in eine elektronenoptische Bildregistrieranlage beschrieben.

## **2.2 Charge-Coupled Device als orts aufgelöster Lichtdetektor**

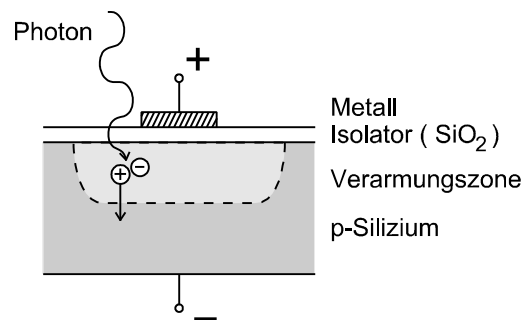
Charge-Coupled Devices wurden 1970 in den Bell Telephone Laboratories [Boy70] erfunden. Neben der Möglichkeit der einfachen Ladungsspeicherung wurde schnell das enorme Potential dieser Technik als lichtempfindlicher Sensor erkannt. Seitdem haben CCDs ein großes Anwendungsgebiet als Lichtdetektor gefunden. Neben dem Einsatz in Video-Kameras entstand gerade in jüngster Zeit ein weiterer großer Anwendungsmarkt für Standard-CCDs durch die digitalen Photographie. CCDs mit hoher Qualität wurden zunächst in der Astronomie eingesetzt [Dav79, Kri80] und werden heute in fast allen Bereichen der wissenschaftlichen Bildaufzeichnung wie z.B. Lichtmikroskopie [Aik89] oder Röntgendiffraktometrie [Nad87] verwendet. In der Elektronenmikroskopie wurden erste vielversprechende Versuche mit einer CCD-Kamera von Mochel u.a. [Moc86]

durchgeführt, denen eine Reihe von speziell für die Elektronenmikroskopie konstruierten Bildregistrieranlagen mit CCDs folgten [Spe88, Moo90, Dab91, Kuj92, Fan93].

Ein CCD-Sensor besteht aus einer Matrix von Metall-Oxid-Halbleiter (MOS)-Kondensatoren, die das einfallende Licht quantitativ registrieren können. Treffen Photonen auf die Oberfläche des MOS-Kondensators, so generieren diese in der durch die positive Spannung am Metallkontakt erzeugten Verarmungszone des p-dotierten Siliziums Elektron-Loch-Paare. Während die Löcher über das Siliziumsubstrat abfließen bzw. im Silizium rekombinieren, werden die entstandenen Elektronen bedingt durch die Isolatorschicht kapazitiv akkumuliert (Abb. 2.1). Diese im CCD erzeugten Elektronen werden als „well“-Elektronen bezeichnet. Zur Lokalisation der „well“-Elektronen an der Stelle des jeweiligen MOS-Kondensators werden diese durch Potentialbarrieren voneinander getrennt, somit erhält man einen ortsauflösenden Detektor. Die resultierenden Potentialtöpfe haben eine rechteckige Grundfläche und sind die Bildpunkte (picture element, Pixel) des Sensors. Die lichtempfindliche Detektionsfläche des CCDs wird durch ein Gitter der Pixel lückenlos erfasst. Die Kantenlänge eines solchen Pixels beträgt 6 - 27  $\mu\text{m}$ .

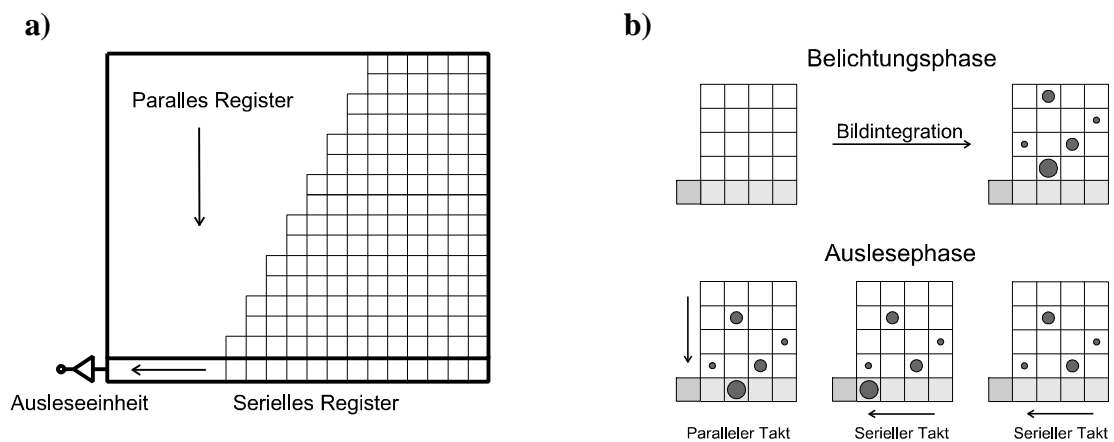
**Abb. 2.1:**

Aufbau des MOS-Kondensators eines CCD-Sensors. Das einfallende Photon erzeugt in der Verarmungsschicht des p-Siliziums Elektron-Loch-Paare. Während das entstehende Loch rekombiniert, werden die Elektronen in dem durch die Isolatorschicht entstehenden Kondensator gespeichert. Die Anzahl der gespeicherten Elektronen ist dabei proportional zu der Anzahl der einfallenden Photonen.



Der Ausleseprozeß der akkumulierten „well“-Elektronenverteilung erfolgt durch die Kombination eines parallelen mit einem seriellen Register (Abb. 2.2a). Das parallele Register bilden dabei die MOS-Kondensatoren der lichtempfindlichen Detektionsfläche. Durch permanente Potentialbarrieren wird die Pixelmatrix des CCDs zu einer Reihe von

Halbleiterstegen, entlang welcher die Elektronen transportiert werden. Ein Takt des parallelen Registers schiebt die Ladungspakete einer vollständigen Pixelreihe in das serielle Register. In dem aus einer einzelnen Pixelreihe bestehenden seriellen Register werden diese Ladungen nacheinander in die Ausleseeinheit geschoben. Nach dem vollständigen Auslesen des seriellen Registers folgt wieder ein Takt des parallelen Registers. Der Ablauf des Ausleseprozesses ist in der Abbildung 2.2b dargestellt.



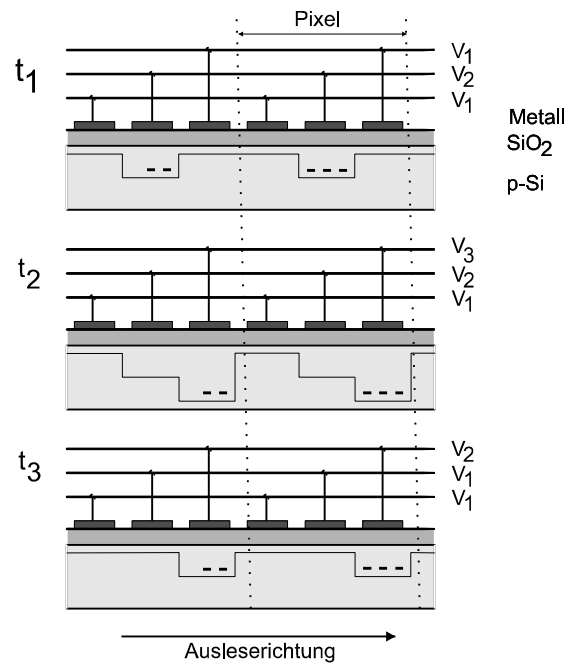
**Abb. 2.2:**

Aufzeichnung eines Bildes durch einen CCD-Sensor. Die Zeichnung a) zeigt die Kombination eines parallelen mit einem seriellen Register als Ausleseeinheit. In b) ist der Ablauf des Ausleseprozesses dargestellt. Nach der Belichtungsphase, in der die Bildintegration stattfindet, beginnt die Ladungsmengenvermessung mit Hilfe des parallelen und seriellen Registers. Ein paralleler Takt verschiebt dabei alle Ladungspakete um einen Pixel nach unten. Die so ins serielle Register gelangten Ladungspakete werden dann alle nach links in die Ausleseeinheit geschoben, bevor wieder ein paralleler Takt folgt.

Zum eigentlichen Transport der Elektronenpakete in den Registern werden zusätzliche Metallkontakte an dem MOS-Kondensator eines Pixels aufgebracht, so daß aus einem großen MOS-Kondensator eine Anzahl kleinerer Kondensatoren entsteht. Bei einer geeigneten Spannungsabfolge an diesen Kondensatoren können die Ladungspakete der "well"-Elektronen durch feldgestützte Diffusion bewegt werden. Dieses zeigt die Abbildung 2.3. Zur Verschiebung über einen Pixel (Takt) ist eine dreifache Wiederholung des kompletten, dargestellten Prozesses erforderlich.

**Abb. 2.3:**

Transfer der Ladungen in den Registern. Durch zeitliche Variation ( $t_1 < t_2 < t_3$ ) der Spannungen an den Metallkontakten ( $V_1 < V_2 < V_3$ ) werden die Ladungspakete durch feldgestützte Diffusion verschoben. Drei der dargestellten Abläufe entsprechen dabei der Verschiebung um einen Pixel.



Um die Erzeugung von „well“-Elektronen durch einfallende Photonen während des Ausleseprozesses zu verhindern, werden unterschiedliche Verfahren eingesetzt. In der TV- bzw. Videotechnik entstehen Bilder aus zwei nacheinander aufgezeichneten Halbbildern, bei denen jeweils nur jede zweite Pixelreihe zum Bild beiträgt. Deshalb unterteilt man das parallele Register von Video-CCDs in Paare von Halbleiterstegen. Ein Steg dient jeweils als Bildzone zur Detektion der Photonen, und der andere lichtdicht beschichtete Steg wird zum Auslesen der Ladungspakete verwendet. Dieses ermöglicht eine hohe Aufzeichnungsrate von Bildern, da während des Ausleseprozesses des CCDs das nachfolgende Bild schon detektiert werden kann. Leider geht durch diese Technik aber die Hälfte der Detektionsoberfläche verloren, so daß bei CCDs zur wissenschaftlichen Anwendung ein anderes Verfahren eingesetzt werden muß. Man arbeitet dabei mit einer zeitlichen Trennung von Detektions- und Auslesevorgang vergleichbar mit der Aufnahme und Entwicklung eines Photofilms. Zuerst wird der Sensor mittels eines Verschlusses eine definierte Zeit bestrahlt, um anschließend im „Dunkeln“ ausgelesen zu werden. Dadurch sind aber nur geringe Bildwiederholungsraten des Systems zu erreichen. Ein wesentlicher Unterschied zwischen Video-CCDs und solchen für wissenschaftliche Zwecke ist also die Art des Auslesevorgangs. Eine genaue Beschreibung der Architektur und Arbeitsweise von CCD-Sensoren für wissenschaftliche Anwendungen geben z.B. Janesick u.a. [Jan87].

## 2.3 Elektronenoptische CCD-Bildregistrieranlage

Im vorherigen Kapitel wurde der CCD-Sensor als Lichtdetektor beschrieben. Die Registrierung von Elektronen mit einem CCD-Sensor ist prinzipiell auch möglich. Dabei wird die kinetische Energie der einfallenden Primärelektronen (PE) zur Erzeugung der "well"-Elektronen in den MOS-Kondensatoren benutzt. Diese Art der Elektronendetektion ist in der Transmissionselektronenmikroskopie aufgrund der hohen Energie der PE jedoch nicht sinnvoll. Die Elektronen würden eine so hohe Anzahl von „well“-Elektronen erzeugen, daß die Dynamik des Systems auf wenige PE beschränkt wäre. Des weiteren würde die hohe Energie der PE den CCD innerhalb sehr kurzer Zeit zerstören. Deshalb wird wie bei den Systemen, die mit einer TV-Bildröhren-Kamera arbeiten, das elektronenoptische Bild mit Hilfe eines Durchsichtleuchtschirms in ein lichtoptisches Bild konvertiert und das entstehende Lichtbild mit dem CCD-Sensor aufgezeichnet. Die ersten Versuche zur Realisierung von CCD-Bildregistrieranlagen verwendeten zur Lichtübertragung eine Spiegel-Linsen-Kombination [Moc86], die aber bald durch wesentlich kompaktere und effizientere Faseroptiken ersetzt wurden [Spe88].

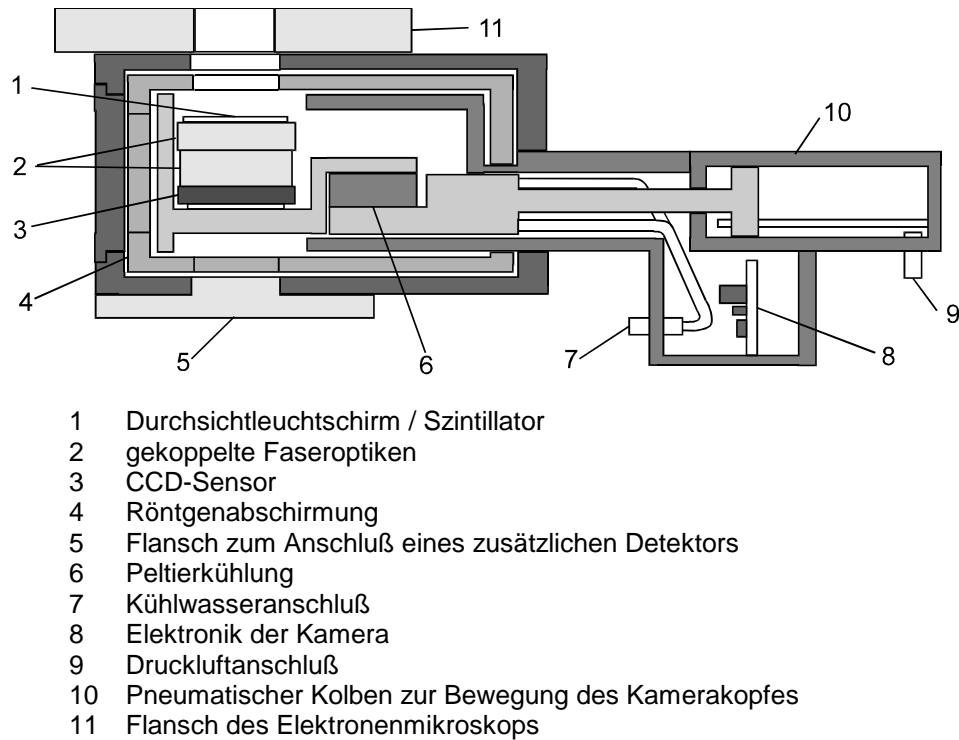
### 2.3.1 Aufbau und Funktion einer CCD-Bildregistrieranlage

Die Konstruktion, Funktionsprinzipien und grundlegenden Eigenschaften einer modernen elektronenoptischen CCD-Bildregistrieranlage sollen in diesem Kapitel am Beispiel der MultiScan-1024x1024 CCD-Kamera 794 (MSC794) der Firma Gatan GmbH erläutert werden. Ein solches System ist im Frühjahr 1996 an einem Zeiss EM902 in der Elektronenmikroskopischen Abteilung des Physikalischen Instituts der WWU Münster installiert worden.

Der schematische Aufbau dieser Kamera ist in Abbildung 2.4 dargestellt, wobei in bezug auf die Gesamtkonstruktion der MSC794 hier nur auf die Besonderheit der Rückziehbarkeit des Kamerakopfes durch eine pneumatische Steuerung hingewiesen werden soll. Dadurch ist dieses spezielle Kamerasystem während des normalen Betriebes schnell und problemlos aus dem Strahlengang des TEMs zu entfernen und ermöglicht so den gleichzeitigen Betrieb eines weiteren Detektors, z.B. eine Szintillator-Photomultiplier-Kombination zur seriellen Aufzeichnung von Elektronenenergie-

verlustspektren. Die Komponenten der eigentlichen CCD-Bildregistriereinheit sind der Szintillator, die Faseroptik und der CCD-Sensor. Diese drei Komponenten werden im folgenden ausführlich behandelt.

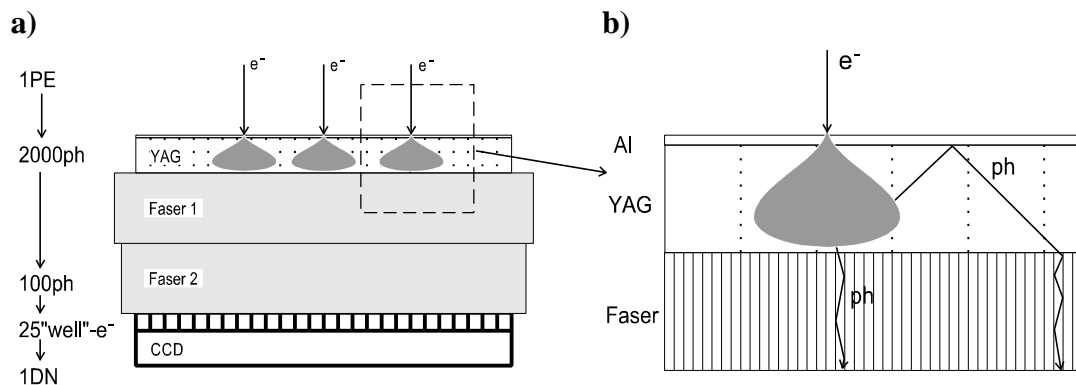
**Abb. 2.4:** Schematischer Aufbau der MultiScan CCD-Kamera 794 der Firma Gatan GmbH.



### 2.3.1.1 Durchsichtleuchtschirm

Den schematischen Aufbau der aus den drei Komponenten bestehenden, elektronenoptischen Bildaufzeichnungseinheit zeigt die Abbildung 2.5a. Das Eingangselement des Systems ist der Durchsichtleuchtschirm, der aus einem einkristallinen Yttrium-Aluminium-Granat (YAG)-Szintillator besteht. Die Primärelektronen (PE) des elektronenoptischen Eingangsbildes treffen mit einer Energie von 80keV auf das Szintillationsmaterial des Leuchtschirms. Dort werden die PE in einem Streuvolumen durch Mehrfachstreuprozesse abgebremst und erzeugen durch Kathodolumineszenz Photonen, deren Anzahl proportional zur umgewandelten kinetischen Energie ist [Fün54]. Um eine hohe Empfindlichkeit des Systems zu gewährleisten, sollte die Schichtdicke des Szintillators so gewählt werden, daß die

gesamte kinetische Energie der PE in Photonen konvertiert wird. Eine ideale Anpassung der Szintillatordicke entspricht der mittleren Reichweite der PE, da so eine hohe Empfindlichkeit ohne Ortsauflösungsverluste durch zusätzliche Ausbreitung des Lichtes im Szintillatormaterial erreicht wird [Liu92].



**Abb. 2.5:**

Aufbau der elektronenoptischen Bildregistriereinheit der MSC794. a) Die Einheit besteht aus einem YAG-Szintillator, einer gekoppelten Faseroptik und einem CCD-Sensor. Das Flußdiagramm neben der Zeichnung stellt die einzelnen Konvertierungsprozesse bei der Detektion eines Primärelektrons durch das Systems dar. Die Abbildung b) zeigt vergrößert das Streuvolumen der Primärelektronen im YAG, um das Übersprechen von Photonen durch Reflexion an der Metallbeschichtung (Al) des Szintillators zu veranschaulichen.

Das Szintillatormaterial ist ein Nichtleiter, der sich durch Elektronenbeschuß auflädt, deshalb wird der Szintillator an der Oberseite mit einer dünnen Metallschicht versehen. Die Reflexion des Lichtes an der Metallschicht sorgt dabei zusätzlich für eine höhere Einkopplungsrate der Photonen in die Faseroptik. Diese Standardbeschichtung hat sich schon lange in anderen Systemen wie z.B. Szintillator-Photomultiplier-Kombinationen bewährt. Bei der Bildaufzeichnung liefert die Beschichtung aber einen entscheidenden Nachteil: Die Reflexion des Lichtes führt zur Einkoppelung in Fasern weit entfernt vom eigentlichen Streuvolumen des PE (Abb.2.5b) und erzeugt dadurch eine starke Reduzierung der Ortsauflösung des Systems. Aus diesem Grund ist die MSC794 mit einer Antireflexionsschicht zwischen der Metallschicht und dem Szintillator ausgestattet, die nach dem Prinzip eines Fabry-Perot-Filters [Hec89] arbeitet. Die positive Auswirkung dieser Antireflexionsschicht auf die Ortsauflösung des Detektors

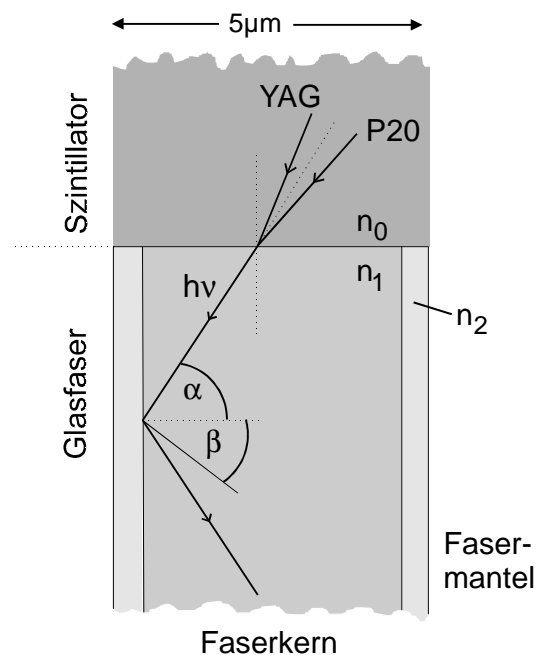
zeigen Nüchter u.a. [Nüc95]. Eine andere denkbare Möglichkeit wäre, z.B. die Metallschicht durch eine leitende Kohlenstoffschicht zu ersetzen.

### 2.3.1.2 Faserplatte als Lichtleiter

Das im Szintillator erzeugte lichtoptische Bild wird durch Faserplatten auf den CCD übertragen (Abb. 2.5a). Die Faserplatten bestehen aus einer hohen Anzahl von Lichtleitern, deren räumliche Verteilung am Ein- und Ausgang identisch ist. Im Lichtleiter selbst wird das Licht durch Totalreflexion transportiert, da die Faser aus einem hochtransparenten Kern besteht, der mit einem Material mit einem geringeren Brechungsindex ummantelt ist. Die Schemazeichnung der Abbildung 2.6 verdeutlicht diesen Vorgang. Übertragen wird sämtliches Licht, welches unter einem Winkel  $\alpha$  größer als der Grenzwinkel  $\beta$  in die Faser einkoppelt [Hec89].

**Abb 2.6:**

Schemazeichnung der Übertragung des im Szintillator erzeugten Lichtes durch die Faseroptik. Die Abbildung zeigt einen Querschnitt durch eine einzelne Glasfaser mit dem darüber angeordneten Szintillator. Aufgrund der unterschiedlichen Brechungsindizes wird das Licht zunächst an der Grenzfläche zwischen dem Szintillator (YAG:  $n_0 = 1.83$  [Liu92], P20:  $n_0 = 1.2$  [Her84]) und der Glasfaser ( $n_1 \approx 1.5$ ) gebrochen. Die eigentliche Glasfaser besteht aus einem Faserkern und einem Fasermantel mit einem Brechungsindex  $n_2 < n_1$ . Alle Strahlen mit einem Winkel  $\alpha$  größer als der Grenzwinkel der Totalreflexion  $\beta$  werden durch die hochtransparente Glasfaser quasi verlustfrei übertragen.

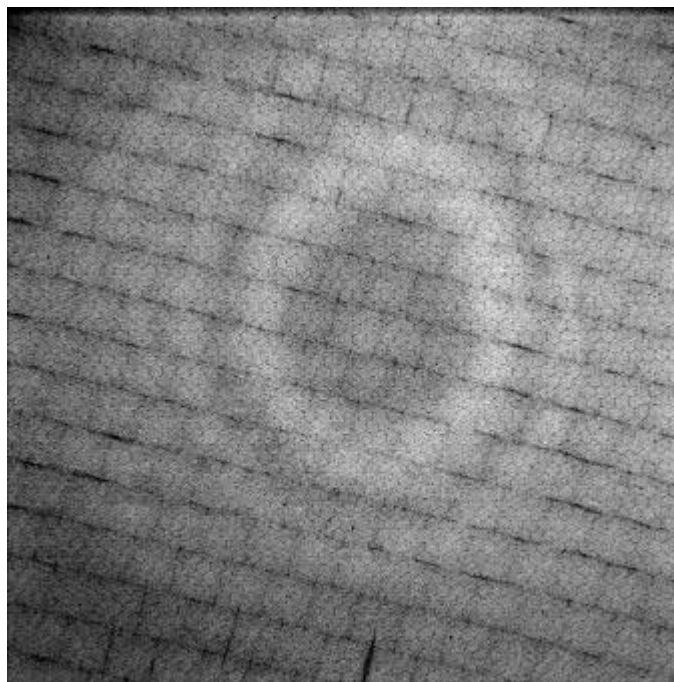


In kommerziell erhältlichen Bildregistrieranlagen für die Transmissionselektronenmikroskopie arbeitet man mit 1:1 Faseroptiken, d.h. das Bild wird unvergrößert übertragen. Die einzelnen Fasern haben dabei einen Durchmesser von ungefähr  $5\mu\text{m}$ . Faserplatten entstehen durch das Zusammenfügen vieler Faserbündel, wobei herstellungsbedingt an den Grenzen ein 2-4 Fasern breiter Bereich auftritt, in dem es zu

einer Reduzierung der transmittierten Lichtintensität kommt. Dieses ist die Ursache des sogenannten „chicken-wire“-Musters (Abb.2.7), welches ein typischer Bildübertragungsfehler von Faserplatten ist.

Aus technischen Gründen ist die Faseroptik zusätzlich oft aus zwei einzelnen Platten zusammengesetzt, wobei die Oberfläche der einen Faseroptik sehr sorgfältig an die Oberfläche des CCD-Sensors angepaßt ist und die andere Optik als Träger des Szintillatormaterials dient. Gekoppelt werden die beiden Faseroptiken durch ein Immersionsöl mit dem Brechungsindex der Faserplatten. Diese Anordnung erlaubt z.B. einen relativ einfachen Wechsel des Szintillators. Die Kopplung kann bei geringer Abweichung des Brechungsindex allerdings zu unerwünschten, optischen Interferenzstrukturen wie Newton-Ringen führen (Abb.2.7). Die zusätzlich im Bild zu erkennenden dunklen, parallelen Streifen sind nach Angaben des Herstellers [Hil96] Artefakte, die auf den Schleifprozeß des YAG-Einkristalls zurückzuführen sind.

Durch das Verhältnis von Faserquerschnitt (ca.  $5\mu\text{m}$ ) zu Pixelgröße ( $24\mu\text{m}$ ) des CCD-Sensors erreicht man trotzdem eine unverzerrte Übertragung des Lichtbildes. Die Übertragungsfehler führen nur zu Intensitätsschwankungen in den einzelnen Bildpunkten.



**Abb. 2.7:**

Leerbild der MSC794. Neben dem "chicken-wire"-Muster verursacht durch die Faseroptiken erkennt man Newton-Ringe und Schleifspuren auf dem einkristallinen YAG-Szintillator.

### 2.3.1.3 CCD-Sensor

Die Aufzeichnung elektronenoptischer bzw. der daraus generierten lichtoptischen Bilder stellt auch spezielle Anforderungen an den in das System integrierten CCD-Sensor:

#### **Hohe Dynamik**

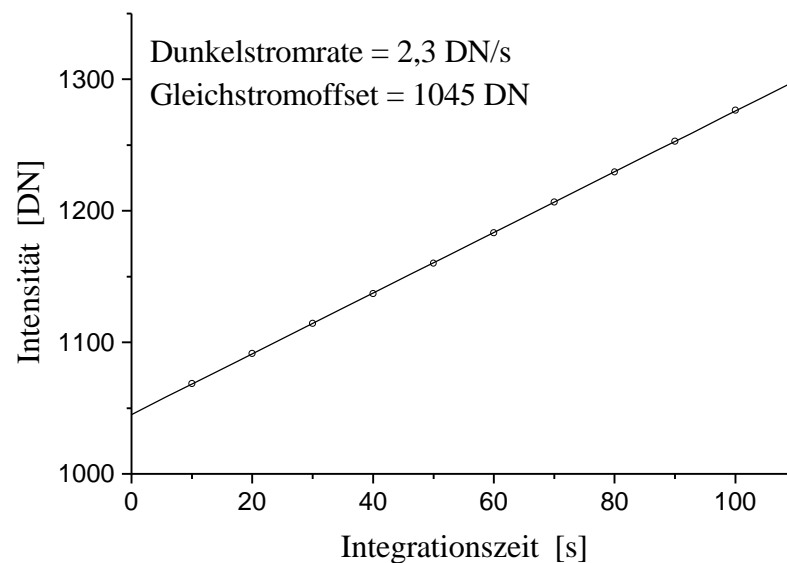
Hohe Dynamik entspricht einer hohen Speicherkapazität von „well“-Elektronen in den einzelnen Pixel, welches in der Transmissionselektronenmikroskopie z.B. für die Registrierung von Beugungsdiagrammen benötigt wird. Erreicht wird dieses in dem CCD-Sensor durch eine große Pixelfläche. Der in der MSC794 integrierte Sensor Tektronix TK1024M hat z.B. eine Pixelgröße von  $24 \times 24 \mu\text{m}^2$ , woraus eine Kapazität von  $3.7 \times 10^5$  "well"-Elektronen pro Pixel resultiert [Rui95]. Ein weiterer entscheidender Faktor für die Dynamik des CCDs ist die Digitalisierungstiefe des Analog/Digital-Wandlers. Die MSC794 liefert ein digitales Bild mit 14bit (16384) Datentiefe. Diese können aber nicht vollständig genutzt werden. Erstens darf ein System prinzipiell nicht voll angesteuert werden, da die obere Grenze durch Abschneiden von Rauschanteilen eine Verfälschung der Bildinformationen bewirken würde [Dai74, Kap.1]. Zweitens arbeitet die Ausleseelektronik der MSC794 mit einem hohen Gleichstromoffset von 1045 digitalen Einheiten (digital number, DN). Die maximale Dynamik kann somit mit ca. 14000 DN angegeben werden.

#### **Geringes Dunkelstromrauschen**

Während der Akkumulationszeit der „well“-Elektronen im Leitungsband entstehen gleichzeitig Leitungselektronen durch Phonon-Elektron-Stöße, welche ebenfalls in den Potentialtöpfen der MOS-Kondensatoren gesammelt werden. Dieses Störsignal wird als Dunkelstrom bezeichnet, da es auch ohne Photonenbeschuss ein Signal im CCD erzeugt. Die Zustandsdichte der thermisch generierten Leitungselektronen kann in erster Näherung als Boltzmann-Verteilung angenommen werden, da die Energielücke zwischen Leitungsband und Fermi-niveau im Silizium (0.56eV) groß gegenüber der mittleren Energie der Phononen (wenige meV) ist [Kop89]. Daraus folgt eine lineare Abhängigkeit des Dunkelstroms von der Belichtungs- bzw. Speicherzeit (Abb.2.8) und eine exponentielle Abhängigkeit von der Temperatur. Eine experimentell überprüfte Gleichung für die Temperaturabhängigkeit des Dunkelstroms ist z.B. bei Blouke u.a.

[Blo87] zu finden. Die Abhängigkeit des Dunkelstroms von der Temperatur wird bei der MSC794 zur Kontrolle der Temperatur des CCDs verwendet, wobei eine Verdoppelung des Dunkelstroms bei einer Temperaturzunahme von 7°C bei dieser Kamera angenommen wird [Hil96]. Der Eichpunkt der Kurve wird bei 20°C Raumtemperatur gesetzt.

Zur Reduzierung des bei der Aufzeichnung von Bildern störenden Dunkelstroms werden die CCD-Sensoren auf mehrstufige Peltierkühlelemente montiert, die Temperaturen von -30 bis -40°C erreichen. Bei der MSC794 sind aus bautechnischen Gründen (Rückziehbarkeit der Kamera) CCD und Peltierelement nur durch eine Kältebrücke aus Kupfer gekoppelt.



**Abb. 2.8:**

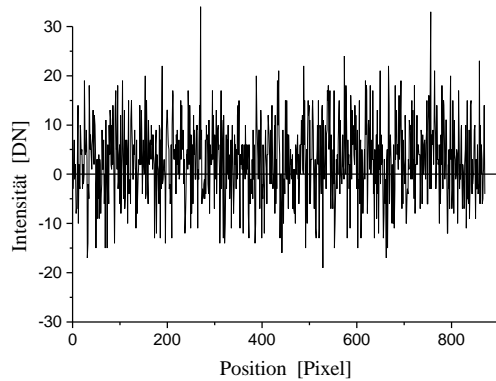
Das Diagramm zeigt den Dunkelstrom der MSC794 in Abhängigkeit von der Integrationszeit. Die Integrationszeit des Dunkelstroms entspricht der eingestellten Belichtungszeit der Kamera, wobei diese aber nicht belichtet bzw. mit Elektronen bestrahlt wird. Die lineare Regression der Meßpunkte ergibt eine Dunkelstromrate von 2.3 DN/s und einen Gleichstromoffset von 1045DN für die MSC794.

### **Geringes Ausleserauschen**

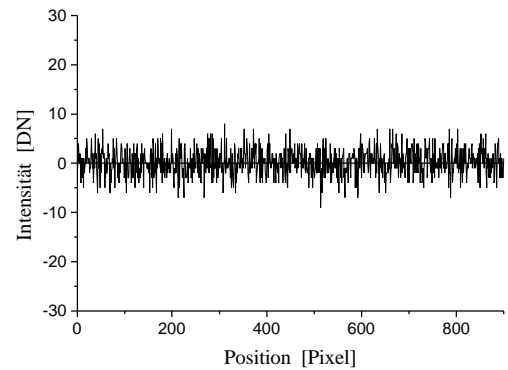
Das Auslesen des CCD-Sensors und die anschließende Signalverarbeitung produzieren ein Rauschen, welches sich aus einer Reihe von Einzelfaktoren wie Verstärkerrauschen des Vorverstärkers, Rauschen durch das Zurücksetzen der Ausleseeinheit, Ladungstransferrauschen und Rauschen durch den Analog/ Digital-Wandler zusammensetzt [Jan87]. In CCDs für wissenschaftliche Zwecke wird durch einen speziellen Aufbau der elektronischen Schaltkreise das Rauschen des Vorverstärkers zum dominierenden Faktor. Dessen Verstärkerrauschen wiederum kann durch eine geringe Taktfrequenz beim Ausleseprozeß des CCD-Sensors (Slow-Scan CCDs) entscheidend reduziert werden. Die Bildwiederholungsraten von Slow-Scan CCDs sind dadurch allerdings sehr gering (z.B. max. 0.5 Bilder/ s bei 500kHz ), so daß einige "on-line"-Prozeduren nicht mehr sinnvoll durchzuführen sind. Eine variable Bildwiederholungsrate würde die Einsatzmöglichkeiten einer Kamera erheblich erhöhen. Deshalb bietet die MSC794 die Möglichkeit, drei verschiedene Auslesegeschwindigkeiten zu benutzen. So kann z.B. eine Probenstelle ausgewählt (2.5MHz), das TEM justiert (710kHz) und anschließend das eigentliche Bild (380kHz) aufgezeichnet werden. Eine simple Softwaresteuerung dient dabei der Auswahl der entsprechenden Taktfrequenz des CCD-Sensors.

Um den beschriebenen Einfluß der Taktfrequenz auf das Ausleserauschen zu untersuchen, wurde das Rauschen durch die Differenz zweier Dunkelbilder (ohne Elektronenbestrahlung) mit einer sehr kurzen Belichtungszeit bestimmt. Eine geringe Belichtungszeit unterdrückt die Überlagerung mit Dunkelstromrauschen. Linienprofile der Differenzbilder veranschaulichen die Reduzierung des Ausleserauschens durch die Taktfrequenz (Abb. 2.9). Unter Berücksichtigung der Verdoppelung der Varianz durch die Subtraktion der Bilder können auch die jeweiligen Standardabweichungen des Ausleserauschens bestimmt werden (Tab. 2.1).

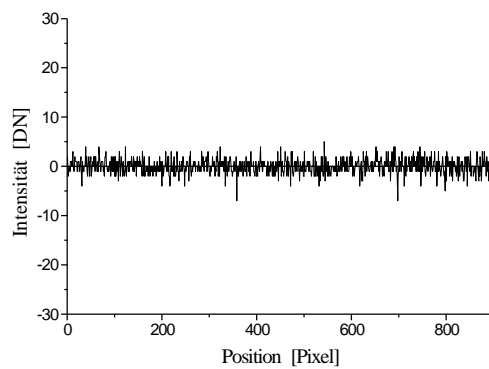
a)



b)



c)

**Abb. 2.9:**

Ausleserauschen in Abhängigkeit von der Auslesegeschwindigkeit des CCD-Sensors. Die Diagramme zeigen jeweils Linienprofile des Differenzbildes zweier Dunkelbilder mit 0.05s Belichtungszeit und einer Taktfrequenz von a) 2.5MHz, b) 710kHz und c) 380kHz.

**Tabelle 2.1:** Ausleserauschen der MSC794 bei unterschiedlichen Auslesegeschwindigkeiten

Firmenbezeichnung	Taktfrequenz	Standardabweichung des Ausleserauschens
turbo	2.5 MHz	7.85 DN
focus	710 kHz	1.95 DN
record	380 kHz	1.05 DN

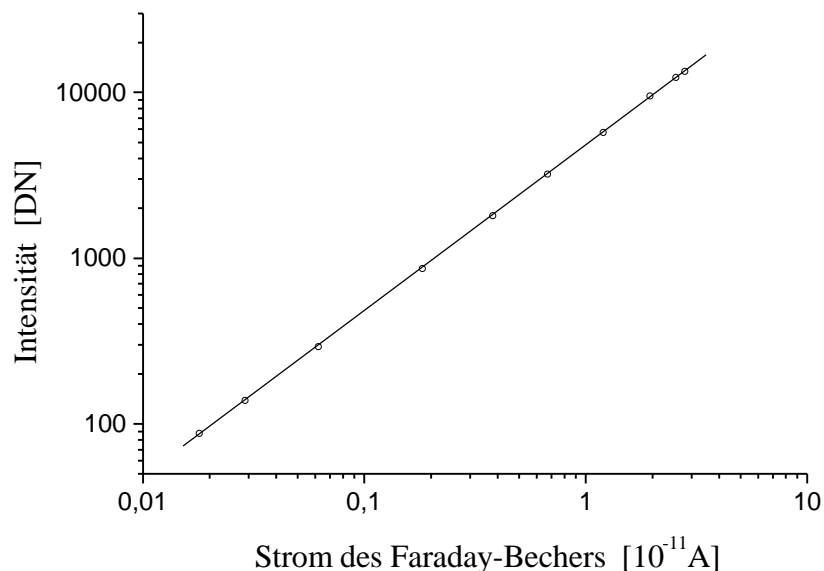
## **Antiblooming**

Als Blooming eines CCD-Sensors bezeichnet man das Überspringen von „well“-Elektronen in benachbarte Pixel bei Überstrahlung des Sensors. Dieses Überspringen geschieht aufgrund der geringeren dynamischen Potentialbarrieren vorzugsweise entlang der Ausleserichtung des parallelen Registers, so daß z.B. der intensive Reflex eines Beugungsbildes im CCD-Bild einen Streifen produziert. Eine Antiblooming-Funktion einer CCD-Kamera stellt eine Möglichkeit zur Unterdrückung bzw. Reduzierung dieses Effektes dar. Eine ausführliche Beschreibung des Effektes und verschiedene technische Realisierungen von Antiblooming-Funktionen sind z.B. bei Kosonocky u.a. [Kos74] zu finden.

Die MSC794 ist mit einer Antiblooming-Technik ausgestattet, wobei die Untersuchungen der Antiblooming-Funktion hier auf die Veränderungen der allgemeinen Charakteristik der CCD-Kamera beschränkt werden. Der entscheidende Unterschied besteht dabei im Dunkelstromverhalten. Während mit eingeschaltetem Antiblooming eine Akkumulierungsrate von 2.3 DN/s gemessen wurde, erhöhte sich diese auf 13.2 DN/s durch das Abschalten der Funktion. Dieser Unterschied im Dunkelstromverhalten ist von der integrierten Softwareroutine zur Bestimmung der Temperatur der MSC794 anfänglich nicht berücksichtigt worden, weshalb auf absolute Temperaturangaben bei den Messungen verzichtet werden muß. Eine Kontrolle der Kühlung erfolgte immer direkt mittels Dunkelbilder, wobei eine Rate von 2-5 DN/s bei eingeschalteter Antiblooming-Funktion als ausreichend angesehen wurde. Das Ausleserauschen zeigt keine Abhängigkeit von der Antiblooming-Funktion, was verständlich ist, da das Blooming während der Belichtungsphase entsteht bzw. unterdrückt wird. Aufgrund der Resultate bzgl. des Dunkelstroms sind die weiteren Messungen mit eingeschalteter Antiblooming-Funktion erfolgt.

### 2.3.2 Linearität und Sensitivität des Systems

In den vorangegangenen Abschnitten sind einige Eigenschaften einer CCD-Bildregistrierungsanlage (Bildübertragungsfehler, Dunkelstrom und Ausleserauschen) bei der Beschreibung der Einzelkomponenten erläutert worden, da diese jeweils hauptsächlich durch einzelne Komponenten bestimmt werden. Bei der Untersuchung der Linearität und Sensitivität muß aber das gesamte System betrachtet werden. Die Linearität wurde durch Vergleichsmessungen mit einem Faraday-Becher überprüft. Der Becher hatte eine Eingangslochblende mit einem Durchmesser  $d = 3\text{mm}$  und war unterhalb der MSC794 an das EM902 angeflanscht (siehe Abb.2.4: Flansch zum Anschluß eines zusätzlichen Detektors). Durch die Rückziehbarkeit der MSC794 konnten jeweils direkt hintereinander der Elektronenstrom durch den Faraday-Becher gemessen und ein Bild mit der Kamera aufgezeichnet werden. Die Abbildung 2.10 zeigt in doppelt-logarithmischer Auftragung die mittleren Grauwerte der Bilder in Abhängigkeit vom Elektronenstrom. Die Steigung der Regressionsgeraden beträgt  $m = 1,00036$ . Dies zeigt die hervorragende Linearität des Kamerasystems über den gesamten Dynamikbereich.



**Abb. 2.10:**

Linearität der Bildregistrieranlage. Aufgetragen ist der Mittelwert eines aufgezeichneten Bildes in Abhängigkeit vom Strom der einfallenden Elektronen gemessen mit einem Faradaybecher. Da die Belichtungszeit der CCD-Kamera, die Pixelfläche und die Blende des Faraday-Bechers bei allen Messungen konstant waren, sind diese bei der Überprüfung der Linearität nicht berücksichtigt worden.

Des weiteren kann durch eine lineare Regression dieser Meßpunkte eine exakte Bestimmung der Sensitivität des Systems erfolgen. Die Gleichung

$$S = \left( \frac{\bar{I}_{CCD}}{M \Delta^2} \right) / \left( \frac{t I_{Faraday}}{e P (d/2)^2} \right),$$

mit der mittleren Intensität  $\bar{I}_{CCD}$  des registrierten Bildes in DN,  
dem Vergrößerungsfaktor  $M$  zwischen den Registrierungsebenen  
der Kantenlänge  $\Delta$  eines Pixel des CCD-Sensors und  
dem Strom des Faraday-Bechers  $I_{Faraday}$  ,  
der Belichtungszeit  $t$  der CCD-Kamera,  
der Elementarladung  $e$ ,  
dem Durchmesser  $d$  der Lochblende des Faraday-Bechers

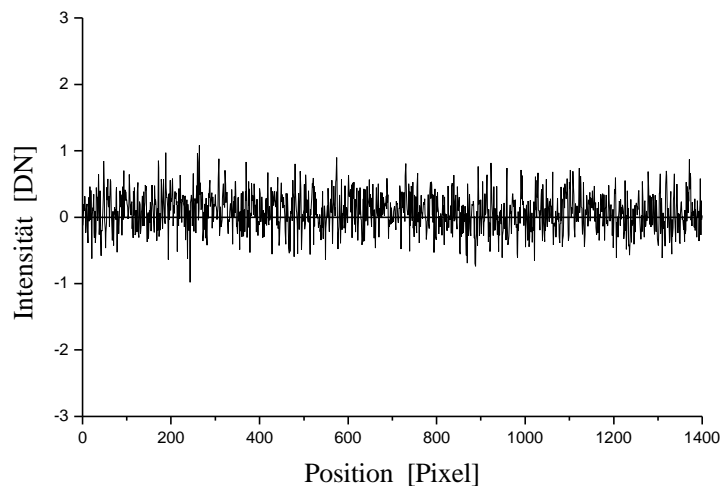
beschreibt den Zusammenhang zwischen der Sensitivität und den Meßgrößen aus der Abbildung 2.10. Mit einem Vergrößerungsfaktor  $M = 1.085$  zwischen Kamera und Faraday-Becher, einer Pixelkantenlänge  $\Delta = 24\mu\text{m}$ , einer Belichtungszeit  $t = 1\text{s}$  und einem Lochblendendurchmesser  $d = 3\text{mm}$  wurde so für die MSC794 eine Sensitivität  $S = 1.0 \pm 0.02 \text{ DN / PE}$  ermittelt.

### 2.3.3 Standardbildkorrektur

Die grundlegenden Eigenschaften von CCD-Bildregistrieranlagen sind anhand einer MSC794 demonstriert worden. Sie sind auf sämtliche fasergekoppelten Bildregistrieranlagen mit integrierter Slow-ScanCCD-Kamera in der Transmissions-elektronenmikroskopie übertragbar. Die beschriebenen Eigenschaften der Systeme liefern aber grundlegende Verfälschungen der Ladungsdichteverteilung elektronenoptischer Bilder durch die Detektion, deshalb ist eine nachträgliche Korrektur der Bilder mittels digitaler Bildverarbeitung erforderlich.

Jedes aufgezeichnete Bild enthält z.B. einen konstanten Offset der Ausleseelektronik und eine zeitabhängige Dunkelstromstruktur bedingt durch kleine Unterschiede der Pixel bei der Akkumulierung von thermisch generierten Elektronen. Dieser additive Basisanteil in den Bildern kann durch Subtraktion eines Bildes ohne Bestrahlung (Dunkelbild) bei ansonsten gleichen Aufnahmebedingungen korrigiert werden.

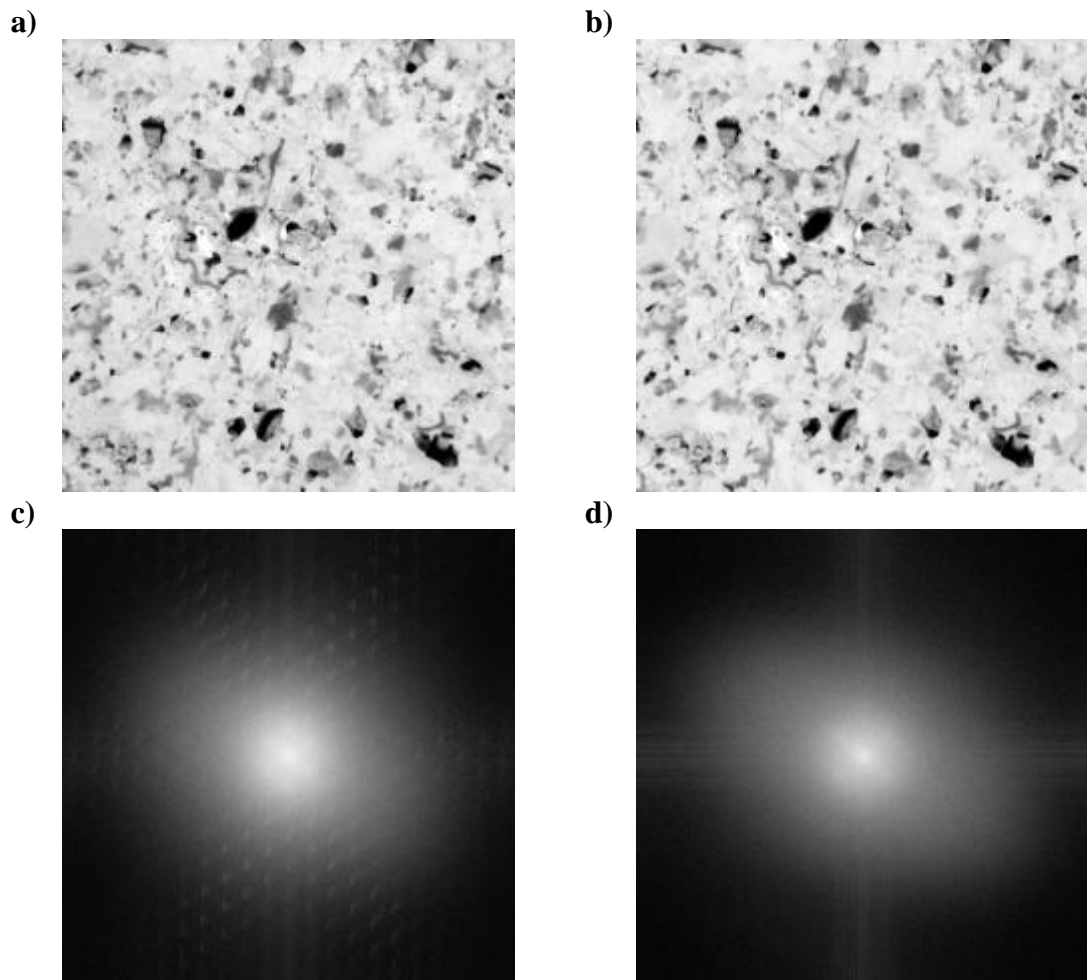
Zur Kontrolle wurden zwei Dunkelbilder mit einer Aufnahmezeit von  $t = 10\text{s}$  voneinander subtrahiert. Das Resultat darf keinen additiven Offset mehr enthalten. Ein Linienprofil durch das Differenzbild bestätigt das Korrekturverfahren (Abb.2.11), wobei eine 30fache Mittelung des Profils zur Reduzierung des Rauschens erfolgte.



**Abb. 2.11:**

Kontrolle der Dunkelstromkorrektur durch das Differenzbild zweier Dunkelbilder mit 10s Belichtungszeit. Ein diagonales Linienprofil zeigt, daß ein Offset im korrigierten Bild nicht mehr vorhanden ist. Zur Reduzierung des Rauschens wurde das Linienprofil 30fach gemittelt.

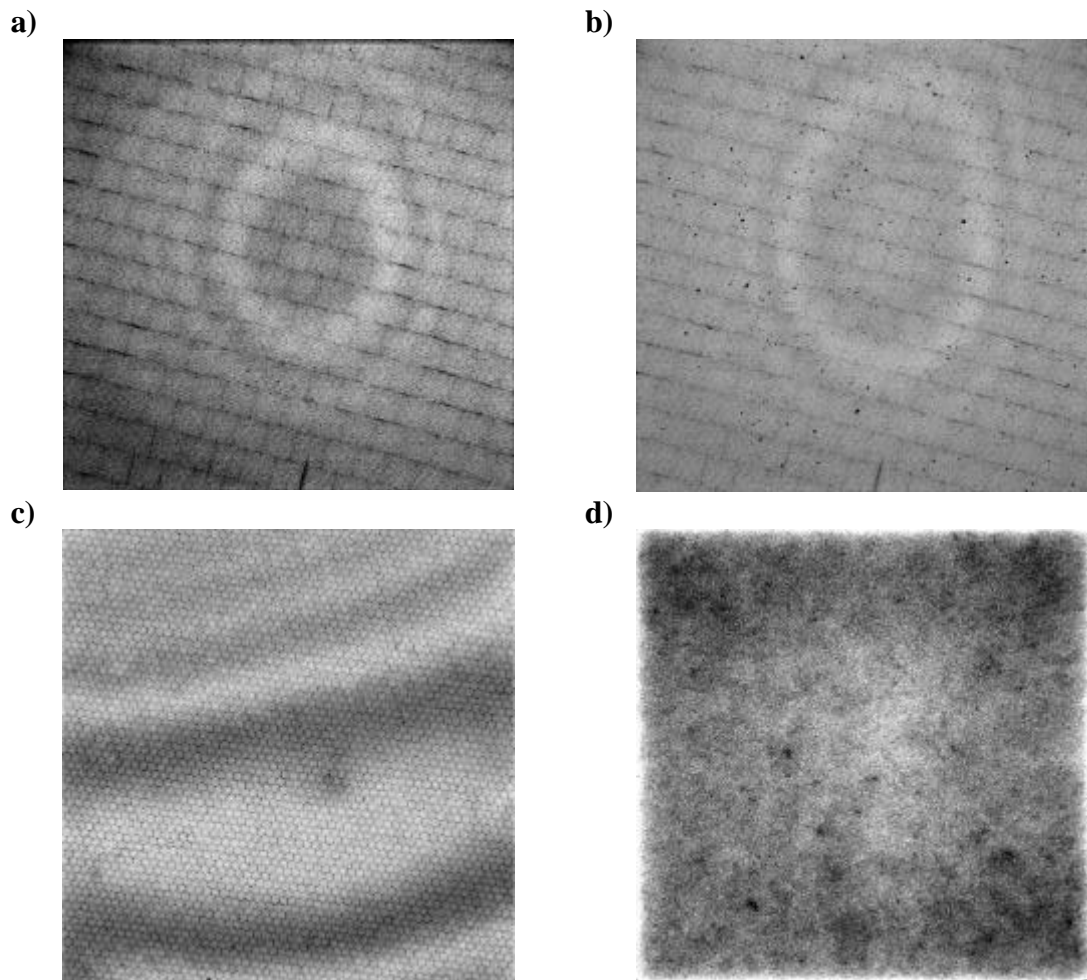
Eine zweite notwendige Korrektur resultiert aus den Bildübertragungsfehlern, welche eine räumlich unterschiedliche Sensitivität des Systems hervorrufen. Diese Empfindlichkeits- bzw. Verstärkungsunterschiede können durch die Aufnahme eines gleichmäßig ausgeleuchteten Bildes ohne Präparat (Leerbild) gemessen werden. Die MSC794 zeigt z.B. im Leerbild Intensitätsunterschiede bis zu 10% (Abb.2.7), welches mit Angaben des Herstellers übereinstimmt [DS96]. Die Variation der Verstärkung in den Bildern ist ein multiplikativer Verfälschungsfaktor und kann durch Division mit einem normierten dunkelbildkorrigierten Leerbild korrigiert werden. Die Effizienz des Verfahrens demonstriert ein Vergleich der Bilder einer polykristallinen Aluminiumschicht aufgezeichnet mit der MSC794 ohne und mit Verstärkungskorrektur (Abb. 2.12a und 2.12b). In den Fouriertransformierten der Bilder (Abb.2.12c und 2.12d) wird das Resultat der Korrektur besonders deutlich.



**Abb. 2.12:**

Vergleich der Bilder einer polykristallinen Aluminiumschicht a) ohne und b) mit Standardbildkorrektur. In den Fouriertransformierten der Bilder c) und d) wird der Einfluß der Korrektur besonders deutlich.

Obwohl die Leerbilder verschiedener Kamerasysteme teilweise sehr unterschiedliche Strukturen zeigen (Abb. 2.13a, c, d), kann das Verfahren allgemein angewandt werden. Die Verstärkungskorrektur von CCD-Bildregistrieranlagen funktioniert, solange die Intensitätsunterschiede im Leerbild nicht zu groß sind. Große Intensitätsunterschiede führen in der Regel zu Nichtlinearitäten im Übertragungsprozeß.



**Abb. 2.13:**

Darstellung verschiedener Leerbilder von CCD-Kamerasystemen. a) MSC794 ohne Kontamination, b) MSC794 mit einer starken Kontamination durch Ölderivate, c) BioCam, d) HS-SS.

Eine Ursache für stärkere, nicht korrigierbare Intensitätsunterschiede kann z.B. eine Kontamination des Szintillators durch Restgase im Rezipienten des Mikroskops sein. Der komplette Kamerakopf der MSC794 wird durch die Peltierelemente stark gekühlt und wirkt damit als Kältefalle für die Restgase im Vakuum des TEMs. Bei einem EM902 wird der Vakuumbereich, an dem die MSC794 angeflanscht ist, nur mit einer Drehschieberpumpe evakuiert. Ölderivate des Schmiermittels mit relativ hohen Dampfdrücken erzeugen deshalb eine Verunreinigung des Rezipienten. Der Niederschlag dieser Derivate auf dem Szintillator der MSC794 führte zu Intensitätsreduzierungen bis auf 25% des Mittelwertes des Bildes (Abb.2.13b). Dieses

produzierte Nichtlinearitäten im Abbildungsprozeß, so daß die Bilder nicht mehr vollständig korrigiert werden konnten. Ein Leerbild enthielt nach einer Standardbildkorrektur noch Intensitätsunterschiede von 10%. Eine Reinigung der Oberfläche mittels Spülungen mit Lösungsmittel wurde erforderlich. Zur Reduzierung des Kontaminationsproblems wurden anschließend die Kühlungsphasen der MSC794 minimiert, und am Eingang der Drehschieberpumpe ist eine Öladsorbtionsfalle installiert worden. Des weiteren wird die Kamera jedes Wochenende erwärmt (im System integrierte Funktion des Herstellers), um Kontaminationsschichten wieder zu lösen. Diese Maßnahmen zeigen eine deutliche Verbesserung des Kontaminationsverhaltens des Systems.

### **3. Charakterisierung von CCD-Bildregistrieranlagen**

Die Charakterisierung elektronenoptischer Bildregistrieranlagen kann für die Aufzeichnung von Bildern mit niedriger bis mittlerer Elektronendosis durch drei grundlegende Eigenschaften erfolgen:

Die **Sensitivität** als Maß für die Empfindlichkeit des Systems.

Die **Ortsauflösung** als Kriterium der lateralen Übertragungseigenschaften.

Das **Rauschverhalten** des Systems zur Beschreibung der statistischen Eigenschaften.

In dieser reduzierten Aufzählung der Kenngrößen ist enthalten, daß die Dynamik in diesem elektronenmikroskopischen Arbeitsgebiet keine entscheidende Rolle spielt. Des weiteren wurde die Linearität eines solchen Systems exemplarisch im Kapitel 2.3.2 für die MSC794 gezeigt und kann aufgrund von Untersuchungen der Linearität der Teilkomponenten solcher Systeme (Szintillator [Liu92], CCD-Sensor [Blo87]) als gegeben vorausgesetzt werden.

Die Bestimmung der Kenngrößen eines CCD-Bildregistriersystems ist in der Elektronenmikroskopie ein sehr aktuelles Problem, so daß gerade in den letzten Jahren eine Reihe verschiedener Meßverfahren zur Charakterisierung solcher Systeme vorgeschlagen wurden. Die ersten Charakterisierungsmethoden entstanden bei der Entwicklung bzw. Optimierung der Systeme und erfordern eine sehr genaue Kenntnis der Eigenschaften von Einzelkomponenten [Dab91, Kuj92]. Diese Details sind bei kommerziell erhältlichen Systemen häufig gesetzlich geschützt oder werden von den Firmen geheim gehalten. Andere Meßverfahren benötigen ein sehr spezielles technisches Equipment des TEMs, z.B. ein elektrostatisches Biprisma zur Erzeugung elektronenoptischer Hologramme [Rui92]. Auch neuere Vorschläge [Wei95, Zuo96, Zwe96] enthalten immer noch sehr komplexe Messungen und Berechnungen zur Bestimmung der Kenngrößen. In dieser Arbeit werden die drei oben aufgeführten Basiseigenschaften für drei kommerziell erhältliche CCD-Systeme bestimmt. Zunächst werden verschiedene in der Literatur vorgeschlagene Verfahren getestet und miteinander verglichen. Darauf aufbauend wird die Entwicklung einer einfachen, exakten und

schnellen Methodik zur Erfassung der Ortsauflösung und des Rauschverhaltens von elektronenoptischen CCD-Bildregistrieranlagen vorgestellt [Hül98].

Bevor die Eigenschaften von CCD-Bildregistrieranlagen diskutiert werden, sollen zunächst die drei Systeme vorgestellt werden, bei denen die Bestimmung der drei grundlegenden Eigenschaften durchgeführt wurde.

Bei den drei Kamerasystemen handelt es sich, um

1. Eine **MultiScan-CCD Kamera 794** der Firma Gatan GmbH, die im Physikalischen Institut der WWU Münster an einem Zeiss EM902 montiert ist.
2. Eine **BioCam 1024 CCD-Kamera** der Firma Soft Imaging System, die im Applikationslabor von Philips Electron Optics in Eindhoven an einem CM100 installiert war.
3. Eine **dual-scan HS-SS 1024 CCD-Kamera** der Firmen Proscan und LEO, die am Deutschen Krebsforschungszentrum in Heidelberg an ein LEO EM912 Omega adaptiert ist.

### 3.1 Sensitivität

Die wichtigsten Basisdaten der drei untersuchten Kamerasysteme sind in der Tabelle 3.1 zusammengestellt, wobei die Sensitivität enthalten ist. Die Sensitivität gibt die Anzahl der digitalen Einheiten pro Primärelektron (PE) an. Zur Bestimmung dieses Parameters muß also die einfallende PE-Dosis eines Bildes gemessen werden. Eine solche Messung kann z.B. durch einen Faraday-Becher erfolgen (Kap.2.3.2). Die auffallend hohen Sensitivitäten der BioCam (8.2 DN/PE) und HS-SS (7.7 DN/PE) entstehen durch die polykristallinen Pulverszintillatoren, die für vergleichbare Dicken eine ungefähr fünfmal so hohe Lichtausbeute gegenüber einem YAG-Einkristall (ohne ARF) liefern [Kuj95, Liu92]. Der Grund für die hohe Sensitivität dieser Systeme ist die spezielle Anpassung für die Untersuchung strahlungsempfindlicher Präparate (Biologie, Medizin). Eine optimale Anpassung auf dieses Anwendungsgebiet sollte sogar Einzelelektronennachweise ermöglichen [Kuj95, Liu92]. Die hohe Sensitivität führt aber zu einem starken Abfall der Dynamik. In den Materialwissenschaften z.B für die Registrierung

von Beugungsdiagrammen wird aber gerade eine große Dynamik benötigt. Eine Anpassung auf ein solches Anforderungsprofil wird mit der Sensitivität der MSC794 von 1.0 DN/PE erreicht. Die Sensitivität eines Systems kann also nur sinnvoll im Zusammenhang mit dem jeweiligen Arbeitsbereich beurteilt werden.

**Tabelle 3.1:** Kenngrößen der drei untersuchten Kamerasysteme.

Kamerasystem	MSC794	BioCam	HS-SS
Szintillator	YAG with ARF <sup>1</sup>	P20	P20
Pixelgröße	24µm x 24µm	24µm x 24µm	19µm x 19µm
Bildgröße [Pixel]	1024 x 1024	1024 x 1024	1024 x 1024
Digitalisierungstiefe	8bit / 14bit	12bit	8bit / 14bit
Auslesefrequenz [MHz]	2.5, 0.71, 0.38	0.5	3.3, 1.0
Softwarepaket	DigitalMicrograph	analySIS	analySIS
Sensitivität	1.0 DN/PE	8.2 DN/PE <sup>2, 3</sup>	7.7 DN/PE <sup>2</sup>
Energie der PE	80keV	100keV	100keV <sup>4</sup>

<sup>1</sup> ARF = Antireflexionsschicht

<sup>2</sup> Die Strommessung zur Bestimmung der PE-Dosen erfolgte mittels Leuchtschirm (CM100) bzw. Stromauffängerplatte der Plattenkamera (EM912).

<sup>3</sup> Bei der BioCam gibt es zwei verschiedene elektronische Verstärkungsfaktoren der Ausleseinheit, von denen bei allen Messungen nur die höhere Verstärkung verwendet wurde.

<sup>4</sup> Die durchgeführten Messungen erfolgten mit 100keV trotz möglicher 120keV am EM912.

## 3.2 Ortsauflösung

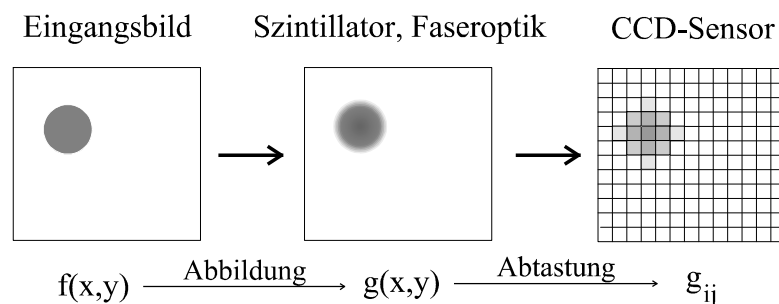
Die Ortsauflösung einer CCD-Bildregistrieranlage beschreibt das laterale Auflösungsvermögen des Systems. Um diese Begrifflichkeit näher zu erläutern, erfolgt zunächst eine theoretische Beschreibung der Bildübertragung in einer CCD-Bildregistrieranlage. Die verschiedenen, verwendeten Meßverfahren zur Bestimmung der Ortsauflösung werden anschließend mittels dieses Formalismus erläutert.

### 3.2.1 Theoretische Beschreibung der lateralen Übertragung

Eine CCD-Bildregistrieranlage erzeugt aus der kontinuierlichen Stromdichteverteilung  $f(x,y)$  eines elektronenoptischen Bildes ein digitales Bild  $g_{ij}$  von heute typischerweise 1024 x 1024 Pixel. Die Übertragung des kontinuierlichen Eingangsbildes kann zur theoretischen Beschreibung der Ortsauflösung des Systems durch ein zweistufiges Modell

$$f(x,y) \xrightarrow{\text{Abbildung}} g(x,y) \xrightarrow{\text{Abtastung}} g_{ij}$$

simuliert werden. Die Abbildung stellt dabei den Vorgang der Primärelektron-Photon-Konvertierung im Szintillator und den Lichttransfer durch die Faseroptik dar. Sie liefert als Ausgangssignal das ebenfalls kontinuierliche Photonenbild  $g(x,y)$ . Die folgende Abtastung ist die Diskretisierung durch den CCD-Sensor und ergibt das digitale Bild  $g_{ij}$ . Eine anschauliche Darstellung dieses Modells zeigt die Abbildung 3.1.



**Abb. 3.1:**

Darstellung eines zweistufigen Modells zur Beschreibung der lateralen Übertragungseigenschaften einer CCD-Bildregistrieranlage.

Eine Theorie von Übertragungssystemen liefert ein aus der elektronischen Nachrichtenübertragung bekannter Formalismus zur Beschreibung der Veränderung eines Signals bei der Übertragung durch ein System [Lük90]. Übertragen auf die Optik ist nur eine Erweiterung des Formalismus auf zwei Dimensionen erforderlich [Eli53].

Da die Abtastung eine sehr spezielle Art der Übertragung darstellt, wird zunächst nur die Übertragung des Eingangsbildes  $f(x,y)$  durch die kontinuierliche Abbildung nach  $g(x,y)$  betrachtet. Im allgemeinen kann die Übertragungseigenschaft eines Systems, also der Zusammenhang zwischen dem Eingangssignal  $f(x,y)$  und dem Ausgangssignal  $g(x,y)$ , durch einen Operator  $S\{\}$

$$g(x,y) = S\{f(x,y)\}$$

beschrieben werden. Eine besondere Klasse von Übertragungssystemen bilden die linearen und stationären (linear and shift-invariant, LSI)-Systeme, bei denen der Operator  $S\{\}$  durch ein Faltungsprodukt beschrieben werden kann [Lük90, Dai74]. Die Linearität einer CCD-Bildregistrieranlage ist am Beispiel der MSC794 untersucht worden und kann allgemein als gegeben angenommen werden. Die Stationarität fordert bei den lateralen Übertragungseigenschaften eines Systems die Unabhängigkeit vom Ort der Übertragung. Ein einzelnes PE als Eingangssignal müßte also an jedem Ort des Systems das gleiche Ausgangssignal erzeugen. Diese Eigenschaft wird vom Szintillator, der Konvertierungseinheit der PE in Photonen, aufgrund der Statistik der Einzelprozesse nur im Mittel über eine hohe Anzahl von einfallenden PE erfüllt. Die Stationarität kann aber als gute Näherung angenommen werden.

In der Nachrichtentechnik beschreibt man die Übertragung eines LSI-Systems durch eine Faltung mit der sogenannten Impulsantwortfunktion (Antwort des Systems auf einen  $\delta$ -Eingangsimpuls). Dessen optisches Analogon ist die Punktverwaschungsfunktion (point spread function, PSF), die im Bereich der elektronenoptischen Bildregistrierung als Antwort des Systems auf ein einfallendes PE ( $\delta$ -Eingangsimpuls) aufgefaßt werden kann. Ein PE erzeugt Photonen im Szintillator in einem gewissen Streuvolumen, wodurch eine Verwaschung des scharfen PE-Impulses hervorgerufen wird (Abb. 2.5b).

Die Übertragungsgleichung des optischen LSI-System ist somit das Faltungsprodukt

$$g(x, y) = \iint f(x', y') PSF_{kont}(x - x', y - y') dx' dy' = f(x, y) \otimes PSF_{kont}(x, y). \quad (3.1)$$

Der Index "kont" der PSF-Funktion steht für "kontinuierlich" und soll nochmals verdeutlichen, daß die Diskretisierung durch den CCD-Sensor an dieser Stelle noch nicht berücksichtigt wurde. Da die Beschreibung der Übertragung durch das System hier auf die lateralen Eigenschaften beschränkt, wird die Sensitivität des Systems nicht berücksichtigt, was durch eine Normierung der PSF

$$\int PSF_{kont}(x, y) dx dy = 1$$

erreicht werden kann. Der Verstärkungsfaktor des Systems ist somit gleich eins. Die Übertragungseigenschaften des optischen Systems können nach Gleichung 3.1 durch die Bestimmung der  $PSF_{kont}$  vollständig beschrieben werden.

Interessanterweise wird in diesem Zusammenhang immer nur der Einfluß des Szintillators besprochen, obwohl der Einfluß der Faseroptik auf die Abbildung anhand der Leerbilder (Abb. 2.13) deutlich zu erkennen ist. Die Ursache dafür ist, daß die Faseroptik, obwohl sie Ursache der deutlichen Intensitätsunterschiede in einem nicht korrigierten Leerbild ist, keinen Einfluß auf die Ortsauflösung des Gesamtsystems hat. Dieses resultiert aus der großen Anzahl von Fasern, die zur Intensität eines Bildpunktes beitragen. Die Faseroptik erzeugt deshalb keine Korrelation zwischen den Pixeln eines Bildes [Liu92], wie sie durch die Streuung der Photonen im Szintillator hervorgerufen wird.

Die Systembeschreibung durch eine Faltung legt den Wechsel in den Fourierraum nahe, weil dadurch das Faltungsprodukt in eine einfache Multiplikation übergeht. Angenommen  $F(u, v)$ ,  $G(u, v)$  und  $OTF(u, v)$  seien jeweils die Fouriertransformierte von  $f(x, y)$ ,  $g(x, y)$  und  $PSF_{kont}(x, y)$ , dann wird aufgrund des Faltungssatzes [Bro85] aus Gleichung 3.1

$$G(u, v) = F(u, v) OTF(u, v) . \quad (3.2)$$

Die  $OTF(u,v)$  bezeichnet man als optische Übertragungsfunktion. Die komplexe OTF wird üblicherweise als ein Produkt von Modulationsübertragungsfunktion (modulation transfer function, MTF) und Phasenübertragungsfunktion (PTF) beschrieben. Da die Konvertierung des Eingangsbildes im Szintillator aber eine vollständig inkohärente Photonenverteilung produziert, ist die Phasenübertragungsfunktion bei den elektronenoptischen CCD-Bildregistrieranlagen zu vernachlässigen. Die Abbildung kann als rein laterale Verwaschung aufgefaßt werden, und die PSF ist somit eine reelle Funktion. Des weiteren wird in dieser Arbeit gezeigt werden, daß die PSF durch eine Reihe von Gaussfunktionen mit positiven Koeffizienten beschrieben werden kann. Da die Fouriertransformierte einer Gaussfunktion wieder eine Gaussfunktion ergibt, resultiert aus der Reihenentwicklung, daß die Fouriertransformierte der PSF reell und positiv ist. Damit entspricht die optische Übertragungsfunktion der MTF. Im folgenden wird deshalb die  $OTF(u,v)$  durch die  $MTF(u,v)$  ersetzt.

Um die MTF besser zu verstehen, kann als Eingangssignal eine sinusförmige Intensitätsverteilung betrachtet werden. Das Bild enthält dann nur eine Raumfrequenz. Die Übertragung durch das LSI-System resultiert in keiner Veränderung der Raumfrequenz, sondern nur in einer Reduzierung der Amplitude. Diesen Dämpfungsfaktor der verschiedenen Raumfrequenzen eines Bildes gibt gerade die MTF an [Dai74].

Die bisherige Beschreibung des CCD Kamerasystems als LSI-System erfaßt nur den Abbildungsprozeß und nicht die Abtastung des kontinuierlichen Bildes, aus dem das Pixelbild resultiert (vgl. Abb. 3.1). Die Abtastung geschieht durch die rechteckigen Pixel des CCD-Sensors, über dessen Fläche die Intensitäten jeweils integriert werden. Diese Integration der Pixel des CCD-Sensors über eine quadratische Fläche kann mathematisch durch eine Erweiterung des Faltungsprodukts der Gleichung 3.1 erfolgen.

Die Integration entspricht einer zweidimensionalen Rechteckfunktion an der jeweiligen Pixelposition  $x_i, y_j$ .

$$g_{ij} = g(x_i, y_j) = \iint dx' dy' f(x', y') \iint dx dy PSF_{kont}(x - x', y - y') \Theta(x - x_i, y - y_j) \quad (3.3)$$

mit

$$\Theta(x - x_i, y - y_j) = \Theta(x - x_i) \Theta(y - y_j),$$

wobei für  $x$  und  $y$

$$\Theta(x - x_i) = \begin{cases} 1 & \text{für } x_i - 0.5 \leq x \leq x_i + 0.5 \\ 0 & \text{sonst} \end{cases}$$

ist. Die Pixellänge wird dabei als auf eins normiert angenommen.

Die Gleichung 3.3 ist eine vollständige Beschreibung der lateralen Übertragungseigenschaften des diskretisierten LSI-Systems und liefert das Ausgangssignal  $g_{ij}$ , wenn  $f(x, y)$  und  $PSF_{kont}$  bekannt sind. Leider ist die Fragestellung in der Elektronenmikroskopie genau umgekehrt: Wie bekommt man aus dem diskreten Ausgangssignal  $g_{ij}$  das kontinuierliche Eingangssignal  $f(x, y)$ ?

Das kontinuierliche Eingangssignal ist aber aufgrund der Integration in den Pixel nicht exakt zu rekonstruieren (Annahme: Aufzeichnung eines elektronenoptischen Bildes erfüllt nicht das Abtasttheorem (Gl. 3.7)). Man versucht aber eine Rekonstruktion bis zur Größe der Pixel zu erreichen. Das Konzept zur Rekonstruktion des Eingangsbildes besteht in der Transformation der Diskretisierung des CCD-Sensors auf das elektronenoptische Eingangsbild, so daß der Übertragungsprozeß vollständig diskret beschrieben werden kann. Erste Ansätze für dieses Konzept sind bei Ishizuka [Ish93] bei der Analyse des Rauschverhaltens von CCD-Systemen zu finden. Eine ausführliche mathematische Herleitung des Konzepts zur Beschreibung der lateralen Übertragungseigenschaften solcher Systeme lieferten Weickenmeier u.a. [Wei95].

Die Diskretisierung des Pixelgitters wird auf die gesamte Abbildungskette übertragen, also das Eingangssignal und auch die  $PSF_{kont}$  werden schon als in Pixel diskretisiert angenommen. Die Integralgleichung (Gl. 3.3) wird dadurch zu einer Summengleichung

$$g_{ij} = \sum_{\mathbf{m}} f_{\mathbf{m}} PSF_{i-\mathbf{m}, j-\mathbf{n}} \quad , \quad (3.4)$$

wobei  $PSF_{i-mj-n}$  die diskretisierte  $PSF_{kont}$  und  $f_{ij}$  das diskrete Eingangssignal bezeichnen. Durch diesen Ansatz hängt der Einfluß der PSF nur noch vom Abstand zwischen Pixeln ab. Mit Hilfe der diskreten Faltung (Gl. 3.4) bzw. Entfaltung ist dann eine Rekonstruktion von Eingangsbildern bis zur Pixelgröße des CCD-Sensors möglich [Wei95]. Die Diskretisierung der  $PSF_{kont}$  durch das Pixelgitter führt aber zu einer Abhängigkeit vom Ort  $(x,y)$  des einfallenden PE, so daß es sich nicht mehr um ein stationäres System handelt. Eine Lösung liefert wieder das Betrachten einer großen Anzahl von  $PSF_{i-mj-n}$  als Mittelung über die verschiedenen diskreten Punktverwaschungsfunktionen, wodurch das System wieder als ein LSI-System angesehen werden kann [Par84]. Im folgenden wird deshalb mit der Abkürzung " $PSF$ " die diskrete gemittelte Punktverwaschungsfunktion bezeichnet.

Um den Einfluß der ausführlich beschriebenen Diskretisierung auf die Übertragungseigenschaften des Gesamtsystems zu verdeutlichen, wird wieder ein Wechsel in den Frequenz- bzw. Fourierraum vollzogen. Gleichung 3.4 wird durch die Transformation in den Fourierraum zu

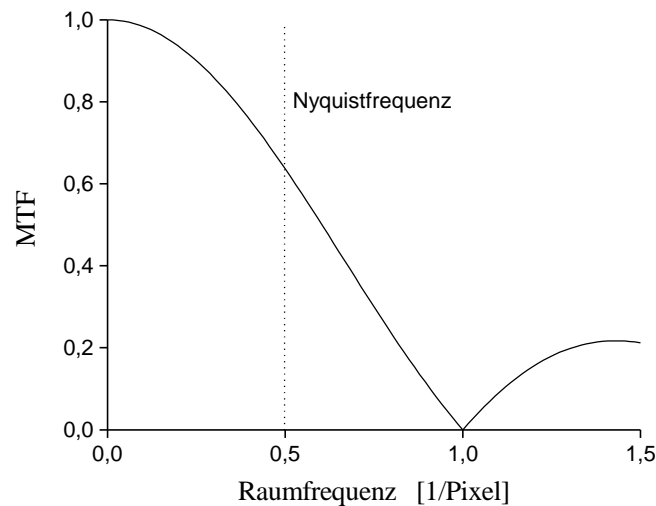
$$G_{mn} = F_{mn} MTF_{mn} \quad (3.5)$$

und entspricht einer Diskretisierung der kontinuierlichen Übertragungsgleichung (Gl. 3.2). Die Indizes  $m$  und  $n$  sind die diskreten Raumfrequenzen des Systems.

Den Einfluß der Abtastung auf die Übertragungseigenschaften veranschaulicht die Betrachtung eines idealen Detektors. Im kontinuierlichen Fall ist die MTF des idealen Detektors für alle Raumfrequenzen gleich eins, d.h. es werden keine Raumfrequenzen des Eingangsbildes gedämpft. Die MTF eines idealen Detektors mit einer Abtastung mittels quadratischer Pixel wird dagegen durch die Funktion

$$MTF_{mn}^{ideal} = \frac{\sin(\mathbf{pm})}{\mathbf{pm}} \frac{\sin(\mathbf{pn})}{\mathbf{pn}}, \quad (3.6)$$

beschrieben, welche auch im idealen Fall zu einer Dämpfung von Raumfrequenzen führt. Diese theoretische MTF ist die Fouriertransformierte der idealen, diskreten PSF, die im Ursprungspixel  $PSF_{00} = 1$  und ansonsten gleich null ist. Abbildung 3.2 zeigt diese MTF für eine horizontal oder vertikal ausgerichtete Struktur.



**Abb. 3.2:**

Modulationsübertragungsfunktion eines idealen, diskretisierenden CCD-Detektors. Die eingezeichnete Nyquistfrequenz ist nach dem Abtasttheorem die Grenze der fehlerfrei zu übertragenden Frequenzen.

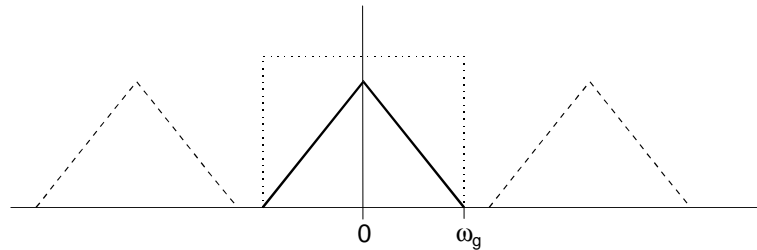
Ein weiterer Aspekt der Abtastung einer Funktion betrifft die Grenze der fehlerfreien Diskretisierung einer Funktion. Eine Diskretisierung muß dazu das sogenannte Abtasttheorem [Lük90]

$$w \leq \frac{1}{2\Delta} = w_{ny} \quad , \quad (3.7)$$

mit  $w$  als Frequenz der Funktion,  $\Delta$  als Abtastrate und der Nyquistfrequenz  $w_{ny}$  erfüllen. Dieses Theorem resultiert aus der periodischen Wiederholung des Frequenzspektrums mit einem Abstand  $1/\Delta$  aufgrund der Abtastung mit  $\Delta$ . Bei Einhaltung des Abtasttheorems beeinflussen sich die einzelnen Spektren nicht gegenseitig (Abb.3.3a), und die Funktion kann fehlerfrei rekonstruiert werden. Überschreitet die maximale Frequenz der Funktion aber die Nyquistfrequenz, kommt es durch die Überlappungen der Spektren zu nichtlinearen Verzerrungen, dem Aliasing (Abb. 3.3b).

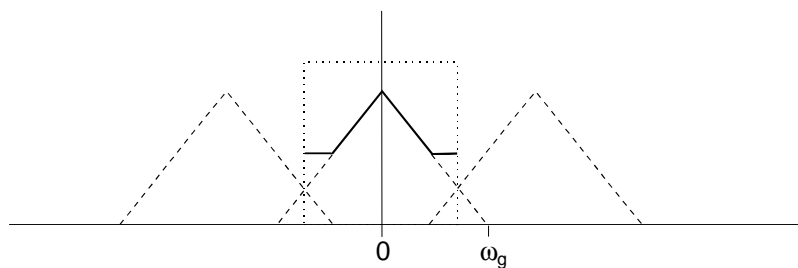
a)

**Überabtastung:**  $\frac{1}{2\Delta} > \omega_g$



b)

**Unterabtastung:**  $\frac{1}{2\Delta} < \omega_g$



**Abb. 3.3:**

Periodische Wiederholung des Frequenzspektrums durch die Diskretisierung einer Funktion. Bei Überabtastung a) beeinflussen sich die Spektren nicht. Bei Unterabtastung b) kommt es zur Überlagerung der Spektren und damit zur nichtlinearen Verzerrung der Spektren, dem Aliasing.

Da die Abtastrate der Bildregistrieranlage durch die Pixellänge vorgegeben ist, stellt sich die Frage, welche Raumfrequenzen das elektronenoptische Eingangsbild  $f(x,y)$  enthält. Das allgemeine Verhalten der Raumfrequenzen im elektronenoptischen Bild eines TEMs beschreibt die Kontrastübertragungsfunktion, die eine adäquate Funktion zur MTF des Kamerasystems ist. Sie variiert in Abhängigkeit von festen (chromatische und sphärische Aberration der Objektivlinse) und variablen Größen (Fokus, Objektivaperturblende, Vergrößerung), weshalb keine eindeutige Aussage bzgl. des Frequenzspektrums eines Bildes getroffen werden kann. Im allgemeinen (insbesondere bei geringen Vergrößerungen) enthält ein elektronenoptisches Bild aber Raumfrequenzen oberhalb der Nyquistfrequenz, die zu Aliasing bei der Übertragung führen. Das Aliasing wird deshalb bei der Bestimmung der Ortsauflösung der Systeme noch eine wichtige Rolle spielen.

Die aus dem Abtasttheorem abgeleitete maximale fehlerfrei zu übertragenden Raumfrequenz ist in Abbildung 3.2 eingezeichnet worden und zeigt, daß die MTF des idealen, diskreten Detektors bereits bei der Nyquistfrequenz auf einen Wert von 0.63 abgefallen ist.

### ***3.2.2 Meßverfahren zur Bestimmung der Ortsauflösung***

Die Verfahren zur Bestimmung der Ortsauflösung von CCD-Kameras zur Elektronenbildaufzeichnung sind nahezu identisch mit denen, die für optische CCD-Kamerasysteme entwickelt wurden und deren Grundlagen wiederum auf der Messung der Übertragungseigenschaften von Photomaterialien beruhen. Für die Entwicklung der elektronenoptischen Charakterisierungsverfahren war somit eine Menge Vorarbeit geleistet worden. Die Meßverfahren der Antwortfunktion der Optik, der PSF, resultieren wie in der Nachrichtentechnik für LSI-Systeme aus der exakten Kenntnis des Eingangs- und Ausgangssignals des Systems, so daß die PSF bzw. MTF daraus berechnet werden kann (siehe Gl. 3.2 und Gl. 3.5).

Das Ausgangssignal ist das durch das System aufgezeichnete Bild (Photo, digitales Bild) und liegt somit automatisch vor. Die Problematik steckt also in der genauen Kenntnis des Eingangsbildes. Um ein definiertes Eingangssignal aus Photonen oder Elektronen zu generieren, muß man entweder die laterale Intensitätsverteilung oder die genaue Statistik der Teilchen erfassen. Die Diskussion der Meßverfahren für die CCD-Bildregistrieranlagen erfolgt deshalb in zwei Abschnitten: Laterale Intensitätsverteilungen und stochastische Methoden. Bevor die Meßmethoden der Ortsauflösung von CCD-Bildregistrieranlagen diskutiert werden, soll noch hingewiesen werden auf einen Übersichtsartikel von Dainty [Dai71], der den Einsatz verschiedener Methoden bei der Charakterisierung von Photomaterialien ausführlich beschreibt.

#### **3.2.2.1 Laterale Intensitätsverteilungen**

Eine erste Methode lateraler Intensitätsverteilungen zur Messung der MTF eines optischen Systems liefert die anschauliche Beschreibung der Funktion als Dämpfung einer Raumfrequenz. Eine sinusförmige Intensitätsverteilung als Eingangssignal beinhaltet genau eine Raumfrequenz, deren Intensitätsreduzierung bzw. Dämpfung nach

der Übertragung durch das System direkt vermessen werden kann. Der große Vorteil dieses Verfahrens liegt in der Möglichkeit, die MTF für einzelne Raumfrequenzen bestimmen zu können, wodurch Verzerrungen durch die periodische Wiederholung des Spektrums (Aliasing) nicht entstehen können. In der Lichtoptik produziert man derartige Eingangsbilder z.B. durch Interferometrie. Sie dienten früh zur Charakterisierung von Photomaterial [Col54]. Aufbauend auf diese Arbeiten wurde die Methode auch bei CCD-Sensoren eingesetzt [Fel90]. Eine Transformation des Verfahrens in die Elektronenmikroskopie führt zur Elektronenholographie [Rei97, Kap.6.5], die ein sehr spezielles Gebiet der Transmissionselektronenmikroskopie darstellt und leider nicht zur Verfügung stand. Eine Vermessung der MTF eines elektronenoptischen CCD-Systems mit der Sinus-Methode zeigen deRuijter und Weiss [Rui92] .

Die Sinus-Methode ist aber sehr zeitaufwendig, so daß andere Meßverfahren entwickelt wurden. Die Übertragung eines Signals kann als Linearkombination der Übertragung von Signalen beschrieben werden. Dieses führt durch die Superposition von PSFs entlang einer Linie (hier die y-Achse) zur Linienverwaschungsfunktion (line spread function, LSF)

$$LSF(x) = \int_{-\infty}^{+\infty} PSF(x, y') dy' \quad , \quad (3.8)$$

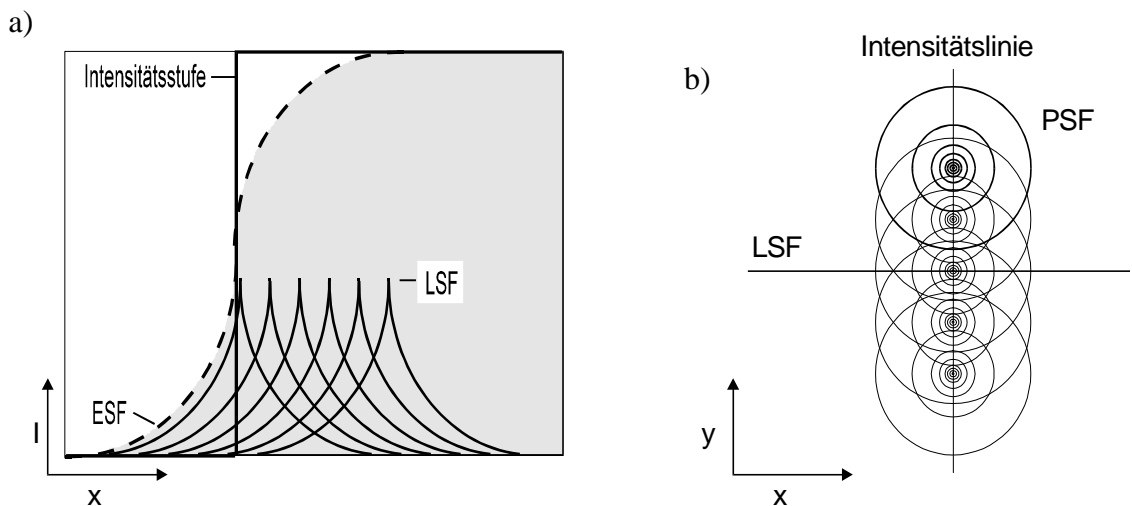
die die Antwort des Systems auf ein linienförmiges  $\delta$ -Eingangssignal angibt. Dieser erste Schritt vom Punkt- zum Linieneingangsbild beinhaltet immer noch die Schwierigkeit der Generierung einer  $\delta$ -Linie. Eine Lösung dieses Problems bietet eine weitere Superposition von LSFs senkrecht zur Linie, wodurch die Kantenverwaschungsfunktion (edge spread function, ESF)

$$ESF(x) = \int_{-x}^{+\infty} LSF(x') dx' \quad (3.9)$$

entsteht. Als Eingangsbild zur Messung der ESF wird nur noch eine exakte Intensitätsstufe benötigt. Aus der gemessenen ESF kann dann die LSF durch eine einfache Differentiation

$$LSF(x) = \frac{d}{dx} [ESF(x)] \quad (3.10)$$

berechnet werden. Abbildung 3.4 zeigt zur Verdeutlichung nochmal schematisch die Zusammenhänge der Funktionen PSF, LSF und ESF der sogenannten Kantenmethode zur Bestimmung der Ortsauflösung eines optischen LSI-Systems. Unter der Voraussetzung, daß die PSF rotationssymmetrisch und reell ist, kann mit Hilfe einer Abeltransformation aus der bestimmten LSF die PSF ermittelt werden [Jon58], so daß durch die Messung der ESF die PSF zu bestimmen ist. Noch einfacher ist die Bestimmung der MTF, da bei Rotationssymmetrie der PSF die  $MTF(u,v)$  zu einer eindimensionalen  $MTF(\mathbf{w})$  mit  $\mathbf{w}^2 = u^2 + v^2$  reduziert werden kann, welche exakt die Fouriertransformierte der  $LSF(x)$  ist [Jon58]. Der große Vorteil der Kantenmethode liegt in der relativ einfachen Möglichkeit, Eingangsbilder mit einer stufenförmigen Intensitätsverteilung durch den Einsatz von Blenden zu erzeugen. Dieses gilt sowohl für die Licht- als auch für die Elektronenoptik.



**Abb. 3.4:**

Schematische Darstellung der Zusammenhänge zwischen den Funktionen der Kantenmethode. Die Abbildung a) zeigt die Faltung der Intensitätsstufe mit der LSF, die zur ESF führt. Die Zeichnung b) beschreibt die Entstehung der LSF durch die Faltung einer Intensitätslinie mit der PSF.

Eine Schwierigkeit bei dem Kantenverfahren stellt die Übertragung auf die Diskretisierung durch einen CCD-Sensor dar. Die Abtastung mit einem quadratischen Pixelmuster bewirkt eine Richtungsabhängigkeit der PSF, so daß die MTF durch eine eindimensionale Funktion nicht vollständig beschrieben werden kann. Die Kantenmethode liefert die MTF und damit die Ortsauflösung aber nur für eine definierte Richtung. Um das Verfahren trotzdem für CCDs nutzen zu können, beschränkt man sich auf MTF-Messungen durch eine Intensitätsstufe exakt parallel zu den Pixelreihen [Cha85]. Somit können die kontinuierlichen Gleichungen direkt in das Pixelmuster übertragen werden.

$$(3.8) \Rightarrow LSF_m = \sum_n PSF_{mn}$$

$$(3.9) \Rightarrow ESF_m = \sum_{m'=-m}^{\infty} LSF_{m'} \quad (3.11)$$

$$(3.10) \Rightarrow LSF_m = ESF_m - ESF_{m+1} \quad (3.12)$$

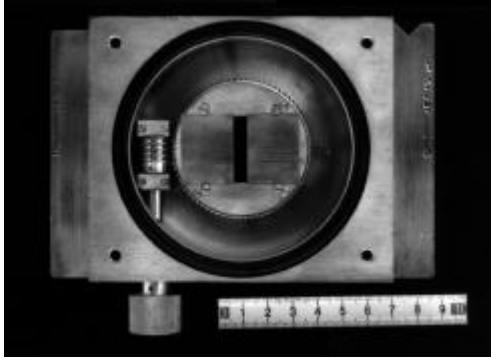
Die Ableitung der ESF aus Gleichung 3.10 wird dabei zur Differenz der um einen Pixel verschobenen ESF-Bilder. Die MTF ist somit eine diskrete Fouriertransformation der  $LSF_\mu$ . Diese Beschränkung der Kantenmethode auf die beiden Richtungen ist bedingt durch den CCD-Sensor und gilt deshalb für licht- und elektronenoptische CCD-Bildregistriersysteme.

Die Anwendung des Meßverfahrens in der Elektronenmikroskopie erfordert bestimmte, experimentelle Bedingungen. Eine elektronenoptische Blende liefert nur dann eine exakt stufenförmige Intensitätsverteilung als Eingangsbild für das Kamerasystem, wenn sie nicht durch eine elektronenoptische Linse abgebildet wird, da die Aberationen der Linse zu einer Verwaschung der Kante führen würden. Die Blende sollte weiterhin möglichst nah vor dem Szintillator des Systems installiert werden, damit Ungenauigkeiten der Blendenkante bei der Abbildung nicht zusätzlich vergrößert werden. Dieses erfordert ein exakt gerades Material von ca. 25mm Länge, das zusätzlich als elektronenoptische Blende fungiert. Erste publizierte Messungen mit der Kantenmethode in der Transmissionselektronenmikroskopie wurden von Daberkow u.a. [Dab91] mit einer Platinblende durchgeführt, die direkt auf dem Szintillator des Systems montiert war.

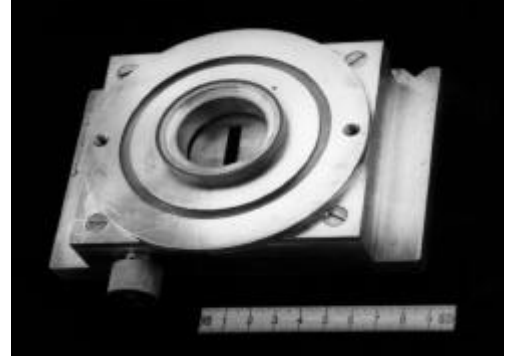
Dieses beinhaltet aber die Gefahr einer mechanischen Zerstörung des Szintillators. Auch ist eine präzise Ausrichtung der Kante nicht möglich. Mooney u.a. [Moo93] setzen als Blende den im TEM integrierten Nullstrahlstopper für Beugungsbilder ein, der eine relativ große Distanz zum Kamerasystem aufweist und häufig keine exakte elektronenoptische Blende darstellt. Eine praktikable Lösung, um eine Blende dicht vor der Kamera zu installieren, fanden Weickenmeier u.a. [Wei95], indem sie eine eigens gefertigte Blende auf einen durchbohrten Träger der Plattenkamera des TEMs befestigten. Die Justierung der Blendenrichtung entlang einer Pixelreihe erfolgte durch eine drehbar montierte Kamera. Diese Art der Blendenmontage wurde bei der MTF-Messung nach der Kantenmethode bei der HS-SS in Heidelberg angewandt.

Die Anwendung der Meßanordnung bei der MSC794 verhinderte eine fehlende Drehbarkeit des Kamerasystems. Deshalb wurde ein spezieller Adapterflansch mit integrierten drehbaren Blenden entwickelt (Abb.3.5), der eine exakte Richtungsjustierung der Blenden ermöglicht. Zusätzlich wurde ein sehr geringer Abstand zwischen Blende und Szintillator (Vergrößerungsfaktor 1.08) erreicht. Das Material, aus dem die Blenden gefertigt wurden, ist ein unmagnetisches Messingblech von 1mm Dicke. Die als elektronenoptische Blende fungierende Kante ist unter einem Winkel von ca.  $5^\circ$  geschliffen und mit Diamantpaste präzise poliert worden. Für die Restrauigkeit der Blendenkante lieferten lichtoptische Untersuchungen Werte kleiner als  $4\mu\text{m}$ . Das Ausrichten der Blende im Experiment erfolgte durch ein on-line Linienprofil entlang der angeschnittenen Pixelreihe. Linienprofile entlang der Kante verdeutlichen die Genauigkeit von Blende und Justage (Abb.3.6). Die Problematik entstehender Röntgenstrahlung an den Innenwänden des Drehtellers (Abb.3.5) konnte durch die Beschränkung des Bestrahlungsbereichs mittels entsprechender Blenden des TEMs beseitigt werden.

a)

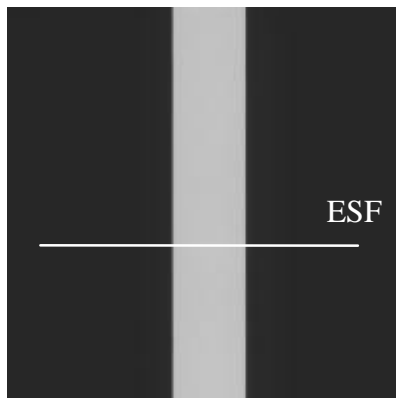


b)

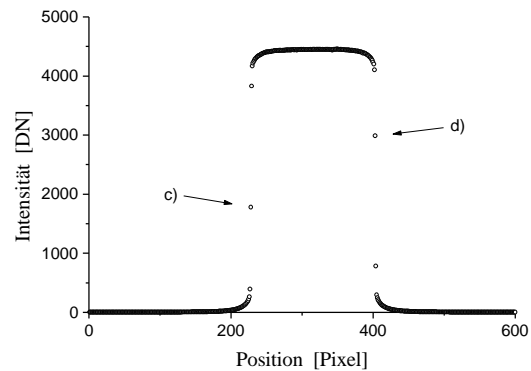
**Abb. 3.5:**

Adapterflansch mit integrierten, drehbaren Blenden. a) zeigt den geöffneten Flansch. Zu erkennen sind der Drehmechanismus und in der Mitte ein Spalt, der durch die Verwendung von zwei Kantenblenden entsteht. In b) ist der geschlossene Flansch dargestellt, mit dem die MSC794 an das Zeiss EM902 befestigt wurde.

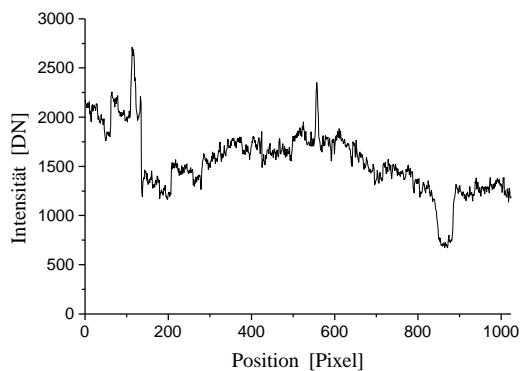
a)



b)



c)



d)

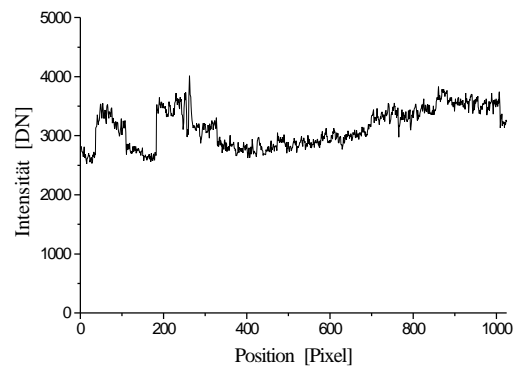
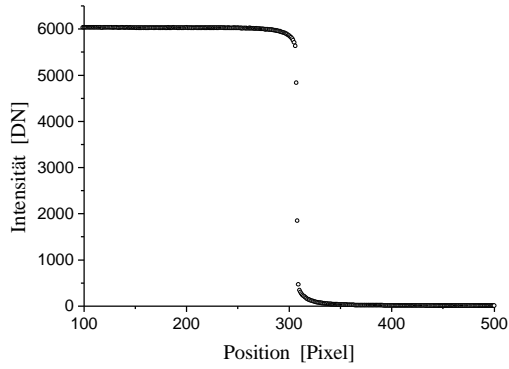
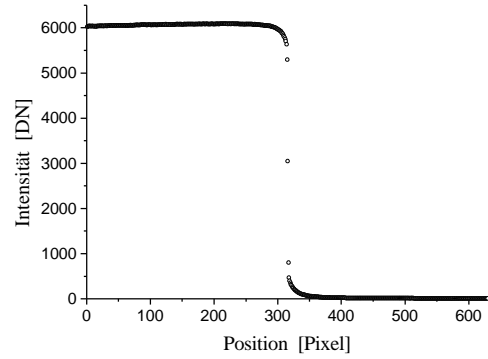
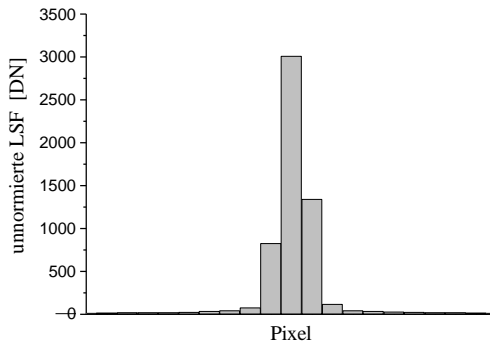
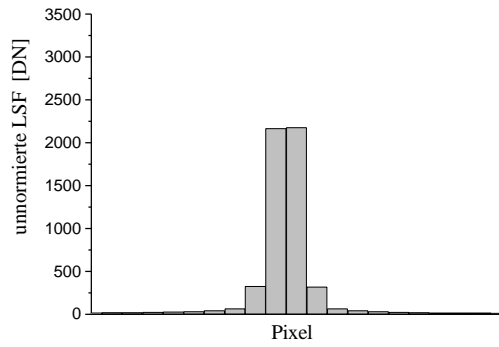
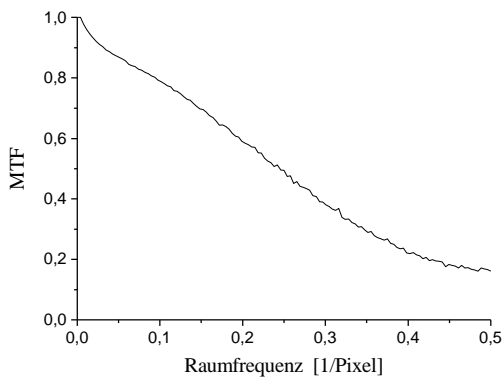
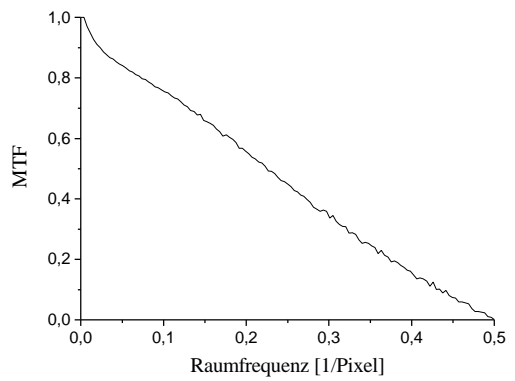
**Abb. 3.6:**

Abbildung a) zeigt ein mit dem Adapterflansch aufgezeichnetes Doppelkantenbild. In b) ist die resultierende ESF des Kantenbildes dargestellt (500fach gemitteltes Linienprofil). Der Verlauf der ESF ist in dem Bild a) eingezeichnet. Die unteren Diagramme zeigen die Linienprofile entlang der Kanten (im Bild von oben nach unten). Die jeweilige Pixelreihe der beiden Linienprofile ist in der ESF (b) ) markiert worden. Die geringen Intensitätsunterschiede der Profile demonstrieren die Genauigkeit der Blende und die exakte Justage der Kanten zum Pixelmuster.

Der Drehmechanismus des Adapterflansches lieferte eine einfache Möglichkeit, die MTF für die beiden Pixelrichtungen zu bestimmen. Bei den noch folgenden MTF-Messungen wurde aber kein signifikanter Unterschied ( $< 5\%$  bei der Nyquistfrequenz) festgestellt, weshalb im folgenden keine Differenzierung der MTF nach der Ausrichtung der Blende vorgenommen wird.

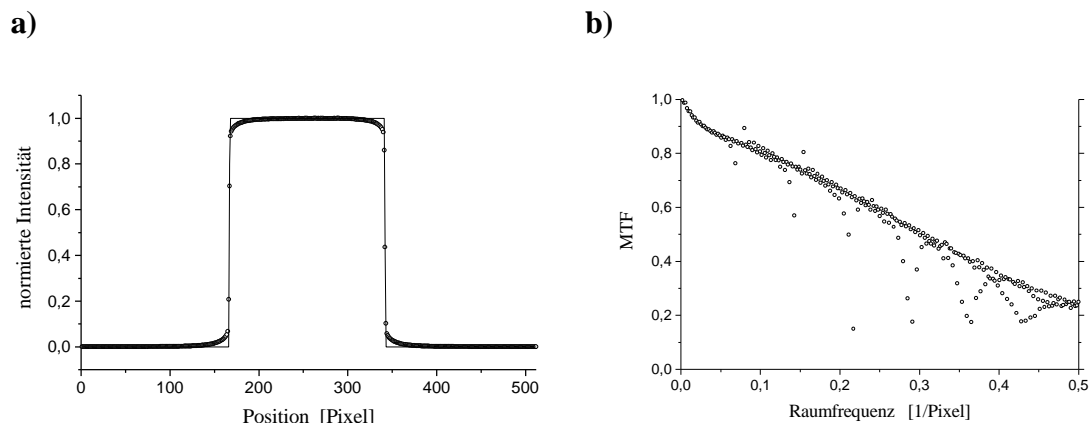
Mit dem Flansch gemessene ESFs der MSC794 sind in den Diagrammen a) und b) der Abbildung 3.7 dargestellt. Das geringe Rauschen in den Linienprofilen resultiert aus einer 500fachen Mittelung entlang der Blendenkante. Die gezeigten ESFs unterscheiden sich nur in den Übergangspixeln der Kante, hervorgerufen durch einen unterschiedlichen Anschnitt des Kantenpixels durch die Blende. Die aus diesen ESFs nach der Gleichung 3.12 berechneten LSFs zeigen eine deutliche Abhängigkeit vom Pixelanschnitt (Abb. 3.7c, d). Eine diskrete Fouriertransformation der LSFs liefert die MTFs (Abb. 3.7e, f), wobei der Verlauf im Bereich der Nyquistfrequenz die Diskrepanz zwischen den beiden Messungen noch einmal verdeutlicht. Aufgrund dieser Unzulänglichkeit der Kantenmethode bei der Messung der MTF einer CCD-Kamera kann das Verfahren trotz optimaler Ausrichtung der Kante entlang einer Pixelreihe nicht direkt zur Bestimmung der Ortsauflösung verwendet werden.

**a)****b)****c)****d)****e)****f)****Abb. 3.7:**

Bestimmung der Ortsauflösung durch direkte Anwendung der Kantenmethode. Die linken und rechten Diagramme unterscheiden sich nur durch den unterschiedlichen Pixelanschnitt der Blende. Die Diagramme a) und b) zeigen jeweils experimentell bestimmte ESFs. Die Diagramme c) und d) darunter beinhalten die daraus durch Ableitung der ESF berechneten LSFs. Die unteren Diagramme e) und f) zeigen die durch Fouriertransformation der LSF bestimmten MTFs.

Messungen mit dieser direkten Kantenmethode sind in der Literatur bei deRuijter [Rui95] zu finden, der das Problem des Pixelanschnitts durch einen Winkel zwischen Kante und Pixelreihe löst, so daß der Anschnitt entlang der Kante kontinuierlich variiert. Die Differenzierung der ESF zur Bestimmung der LSF nach Gleichung 3.12 ist dabei aber fehlerbehaftet, da die Annahme eines Kantenverlaufs entlang der y-Achse bei einer schrägen Kante nicht mehr gegeben ist.

Einen anderen Ansatz zur Auswertung der gemessenen ESF liefert die Gleichung 3.5. Die ESF ist das Resultat der Faltung der Intensitätsstufe des Eingangssignals mit der LSF des Kamerasystems. Ein Wechsel in den Fourierraum (Gl. 3.5) ergibt ein einfaches Produkt zwischen der Fouriertransformierten des Eingangssignals und der MTF, der Fouriertransformierten der LSF. Oder anders formuliert, die Division der Fouriertransformierten von experimenteller ESF und Eingangssignal liefert die MTF des Systems. Das Eingangssignal konstruiert man als ein eindimensionales Stufensignal, welches einen Pixelanschnitt berücksichtigt. Der Anschnitt kann aus der gemessenen ESF abgeschätzt werden. Diese modifizierte Kantenmethode berücksichtigt somit in erster Näherung den Einfluß des Pixelanschnitts und liefert bereits eine gute Abschätzung der MTF, wie weitere Messungen noch bestätigen werden (z.B. Abb. 3.11c).



**Abb. 3.8:**

Bestimmung der MTF einer CCD-Kamera durch Division der Fouriertransformierten von experimenteller ESF und einer konstruierten Modellkante liefert die MTF (b)) des Systems. Die Konstruktion des eindimensionalen Kanteneingangsbildes (a)) erfolgt dabei unter Berücksichtigung des Pixelanschnitts abgeschätzt durch den Verlauf der experimentellen ESF.

Bei der Auswertung dieser Methode mit kommerziellen Programmen ist es wichtig, darauf zu achten, daß die Datensätze ein  $2^N$ -Format besitzen, da in kommerziellen Programmen üblicherweise anstelle der diskreten Fouriertransformation eine auf Symmetrieüberlegungen beruhende schnelle Fouriertransformation (FFT) [Pre92] eingesetzt wird. Eine Abweichung von dem  $2^N$ -Format wird in den Programmen durch Reduzierung der Daten mittels Interpolation korrigiert. Dieses führt zu erheblichen Verfälschungen der Resultate. Des weiteren wurde bei dieser Methode eine Doppelstufe als Eingangssignal verwendet, die durch den Einsatz von zwei zueinander exakt parallelen Blenden produziert werden kann. Dadurch entstehen keine Probleme durch die periodische Fortsetzung der Struktur durch die FFT-Routine.

Prinzipiell besteht die Möglichkeit der Überprüfung der MTF-Bestimmung durch eine Entfaltung der gemessenen ESF. Dieses muß zur Intensitätsstufe des Eingangssignals führen. Trotz intensiver Mittelung der experimentellen Daten enthält die MTF aber noch einen so hohen Rauschanteil, daß eine solche Überprüfung der MTF nur zu nicht sinnvoll interpretierbaren Resultaten führt. Zur Erinnerung wird noch einmal darauf hingewiesen, daß die Rekonstruktion des Eingangelektronenbildes gerade die Intention der MTF-Bestimmung einer Bildregistrieranlage ist. Dieses stellt deshalb auch das eigentliche Bewertungskriterium einer Meßmethode dar.

Die Lösung des Rauschproblems bei der modifizierten Kantenmethode (keine Ableitung der ESF) sind Simulationsrechnungen, mit denen die experimentellen Daten zur Auswertung angefügt werden können. Im Bereich der Übertragungseigenschaften allgemeiner, abbildender Systeme in der Optik ist von Smith schon 1972 [Smi72] vorgeschlagen worden, eine Modell-LSF durch eine Reihe hermitescher Polynome zu generieren. Eine Faltung einer Intensitätsstufe als Eingangsbild mit so einer Modell-LSF ergibt eine Modell-ESF, die an die experimentellen Daten angefügt werden kann. Die Fouriertransformierte der Modell-LSF ergibt dann eine rauschfreie MTF des Systems.

Ein Algorithmus für derartige Simulationsrechnungen für elektronenoptische CCD-Bildregistrieranlagen ist von Zuo [Zuo94] erstmals vorgeschlagen worden, wobei die Diskretisierung und der Pixelanschnitt der Blende bereits berücksichtigt wurden. Aufbauend auf die Vorschläge von Zuo haben Weickenmeier u.a. [Wei95] die Simulationen weiterentwickelt und theoretisch beschrieben. Diese Beschreibung diente als Grundlage zur Entwicklung der eigenen Simulationsrechnungen zur Bestimmung der MTF.

Die Berücksichtigung des Pixelanschnittes erzeugt in Gleichung 3.11 einen zusätzlichen Term

$$ESF_m = \sum_{m'=-m+1}^{\infty} LSF_{m'} + x_{Bl} LSF_{-m}$$

mit  $x_{Bl}$  als Parameter für den Teil des Pixels, der durch die Blende nicht abgedeckt wird. Die Blende verdeckt bei dieser Beschreibung einen Teil des Pixels bei  $\mu=0$ . Die Berechnung der Modell-ESF als Simulation der gemessenen ESF erfordert noch eine Modellfunktion für die LSF. Zuo schrieb die  $LSF(x)$  als Summe von Gaussfunktionen und diskretisierte diese als  $LSF_{\mu}$ . Erweitert wurde dieses Modell von Weickenmeier u.a., indem schon die als rotationssymmetrisch angenommene PSF als Summe von Gaussfunktion

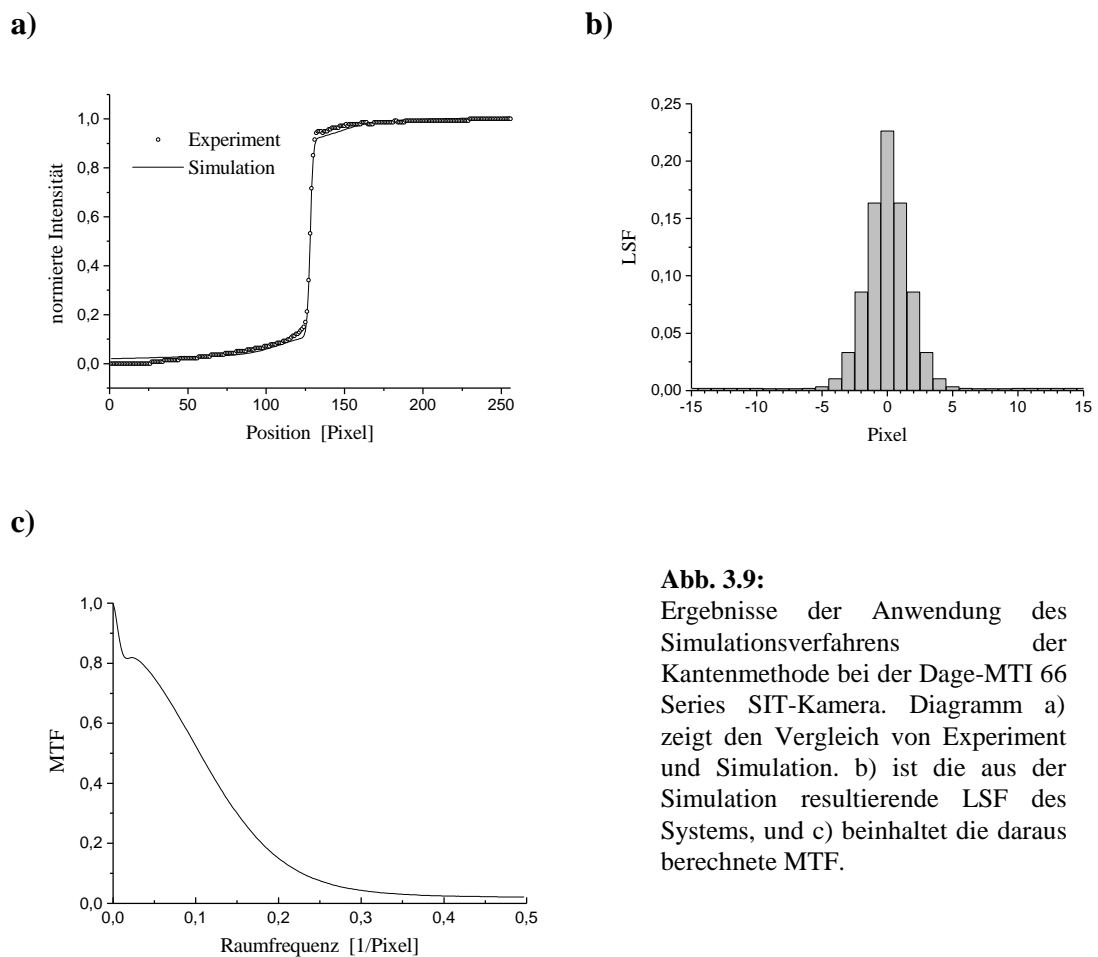
$$PSF(x, y) = \sum_i a_i \exp[-b_i(x^2 + y^2)] \quad (3.13)$$

mit den Parametern  $a_i$  und  $b_i$  aufgefaßt wird. Die resultierenden, diskreten  $PSF_{mm}$  und  $LSF_{\mu}$  können aus Gleichung 3.13 mit dem im vorherigen Kapitel beschriebenen Formalismus einfach berechnet werden. Des weiteren wird auch hier eine Normierung der Fläche unter der PSF auf eins eingeführt, so daß durch die Simulation keine Verstärkung der Signale des Eingangsbildes bei der Abbildung entsteht.

Die Simulation der experimentellen ESF erfolgt durch Optimierungsrechnungen mittels  $\chi^2$ -Test, der als Summe der Quadrate der Differenzen von Modell und Experiment einen Wert für die Übereinstimmung beider Funktionen angibt. Die freien Parameter der Optimierung bilden neben den Parametern der Gaussfunktionen  $a_i$  und  $b_i$ , der Pixelanschnitt  $x_{Bl}$  und ein Normierungsfaktor, der die Intensitäten zwischen Modell und Experiment anpaßt. Als Optimierungsalgorithmus wurde die Simplex-Methode mit "simulated annealing" verwendet [Pre92].

Da das dargestellte Simulationsverfahren der Kantenmethode direkt auf andere elektronische Bildregistriersysteme in der Elektronenmikroskopie übertragbar ist, wurde der Algorithmus zuerst an einer ebenfalls am Zeiss EM902 montierten SIT-TV-Kamera, einer Dage-MTI 66 Series, getestet [Hül95, Ple96]. Das System besitzt einen P20-Szintillator und zur Übertragung des Lichtbildes eine Spiegel-Linsen-Kombination. Die Blende konnte durch die Drehbarkeit der am Weitwinkelpport angeschlossenen Kamera

unmittelbar vor dem Durchsichtleuchtschirm fest montiert werden. Ein Auszug dieser Arbeiten ist in Abbildung 3.9 dargestellt. Direkt zu erkennen ist die fehlende Symmetrie der ESF, welche durch die Theorie (Gl. 3.9) aber für die ESF gefordert wird. Die Symmetrie ist deshalb ein entscheidendes Kriterium zur Überprüfung der Korrektheit der gemessenen ESF-Daten. Die Ursache der nicht vorhandenen Symmetrie der ESF konnte in diesem Fall nicht gefunden werden. Ein präzises Anfitzen der Kurve durch Simulationsrechnungen ist nicht möglich, weshalb die LSF und MTF nur als Näherungen angesehen werden können. Die LSF zeigt eine Halbwertsbreite von ca. 4 Pixeln, was zu einem starken Abfall der MTF weit unterhalb der Nyquistfrequenz führt.

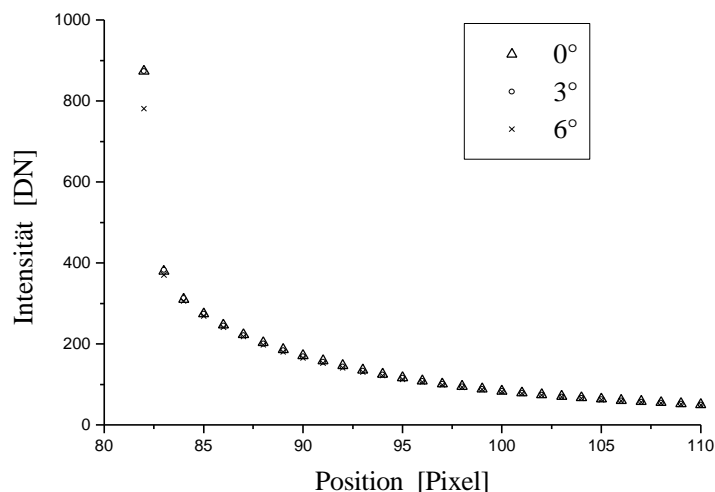


**Abb. 3.9:**

Ergebnisse der Anwendung des Simulationsverfahrens der Kantenmethode bei der Dage-MTI 66 Series SIT-Kamera. Diagramm a) zeigt den Vergleich von Experiment und Simulation. b) ist die aus der Simulation resultierende LSF des Systems, und c) beinhaltet die daraus berechnete MTF.

## Resultate der Kantenmethode

In diesem Kapitel sollen nun die nach der Kantenmethode in Kombination mit den beschriebenen Simulationsrechnungen bestimmten LSFs bzw. MTFs der drei CCD-Bildregistrieranlagen dargestellt und diskutiert werden. Für die MSC794 und die HS-SS wurde die Installation der Blende vor dem Kamerasystem schon im vorherigen Abschnitt erläutert. Bei der BioCam wurde die Blende auf einem dünnen Metallring direkt vor dem Szintillator montiert. Obwohl intensive Justierungsversuche unternommen wurden, war hiermit eine genaue Orientierung der Kante entlang einer Pixelreihe nicht durchzuführen. Um die Messung trotzdem korrekt auswerten zu können, war eine Analyse der Abhängigkeit der ESF vom Drehwinkel zwischen der Kante und der Pixelreihe erforderlich. Im Bereich lichtoptischer CCD-Systeme zeigen Untersuchungen einen gravierenden Einfluß des Drehwinkels auf die durch die Kantenmethode bestimmte MTF [Won91], allerdings ist die direkte Übertragbarkeit auf die elektronenoptischen CCD-Registrieranlagen aufgrund des Szintillators und der Faseroptik(en) fraglich. Deshalb wurden empirische Untersuchungen der Winkelabhängigkeit durchgeführt, die durch den Drehmechanismus der Blende im entwickelten Adapterflansch der MSC794 leicht zu realisieren waren.



**Abb. 3.10:**

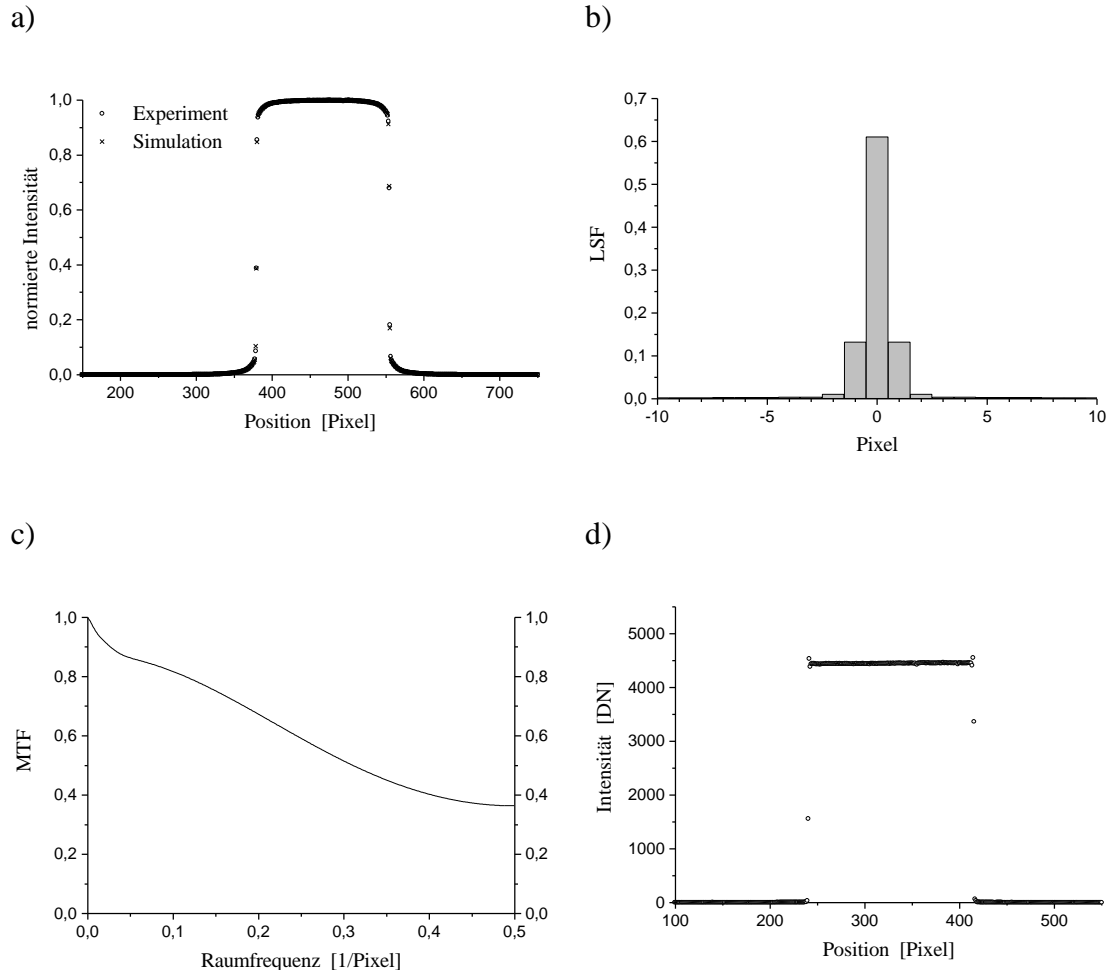
Vergleich der ESF in Abhängigkeit vom Drehwinkel der Kante relativ zur Pixelreihe. Eine Mittelung der ESFs erfolgte dabei jeweils in Richtung der Kanten. Zur Verdeutlichung der geringen Unterschiede ist nur ein geringer Teil der ESF dargestellt.

Die Messungen erfolgten im Bereich von  $0^\circ$  bis  $7^\circ$  in  $1^\circ$ -Winkelschritten. In Abbildung 3.10 ist eine Auswahl der Ergebnisse dargestellt. Zur Verdeutlichung auch kleiner Abweichungen beschränkt sich das Diagramm auf einen geringen Teil der ESF. Auch bei der Untersuchung der Winkelabhängigkeit muß zur Unterdrückung des Rauschens in den gemessenen ESFs eine Mittelung von Linienprofilen erfolgen. Eine 400fache Mittelung entlang der Kantenrichtung zeigte dabei die geringsten Differenzen der ESFs mit unterschiedlichem Drehwinkel der Kante. Aufgrund dieser Resultate wurde bei der ESF der BioCam dieses Mittelungsverfahren verwendet.

Die Resultate der Kantenmethode in Verbindung mit Simulationsrechnungen sind für die drei Kamerasysteme in den Abbildungen 3.11, 3.12 und 3.13 zusammenfassend dargestellt. Die Diagramme a) in den Abbildungen zeigen jeweils die gemessenen ESFs und die dazugehörigen Modell-ESFs der Simulationsrechnungen. Bei allen Systemen erfassen die Simulationen exakt den Verlauf der experimentellen Daten. Die Diagramme b) beinhalten die Modell-LSF der Simulationen, wobei die Pixeldarstellung gewählt wurde, da genauere Angaben trotz des kontinuierlichen Ansatzes der Simulation aufgrund der Diskretisierung prinzipiell nicht möglich sind. Die aus der diskreten Fouriertransformation der LSFs resultierenden MTFs liefern die Graphen c).

Neben dem direkten Vergleich von Experiment und Modell bietet sich durch die rauschfreie Simulation eine Überprüfung der Ergebnisse mittels Entfaltung der experimentellen Kantenbilder an. Zur Entfaltung der Bilder (nicht der gemittelten Linienprofile) werden die zweidimensionalen  $MTF_{mn}$  benötigt (Gl. 3.5), welche durch Fouriertransformation der diskreten Modell-PSF berechnet werden können. Das Resultat der Entfaltung der experimentellen Kantenbilder mit der  $MTF_{mn}$  muß die Intensitätsstufe des jeweiligen Eingangsbildes  $F_{mn}$  ergeben.  $F_{mn}$  darf dann maximal ein Zwischenpixel aufweisen, das durch den Pixelanschnitt der Blende produziert wird. Die Ergebnisse der Überprüfung durch die Entfaltung der ESF-Bilder werden in Analogie zur ESF als gemittelte Linienprofile des entfalteten Kantenbildes dargestellt (Diagramme d)).

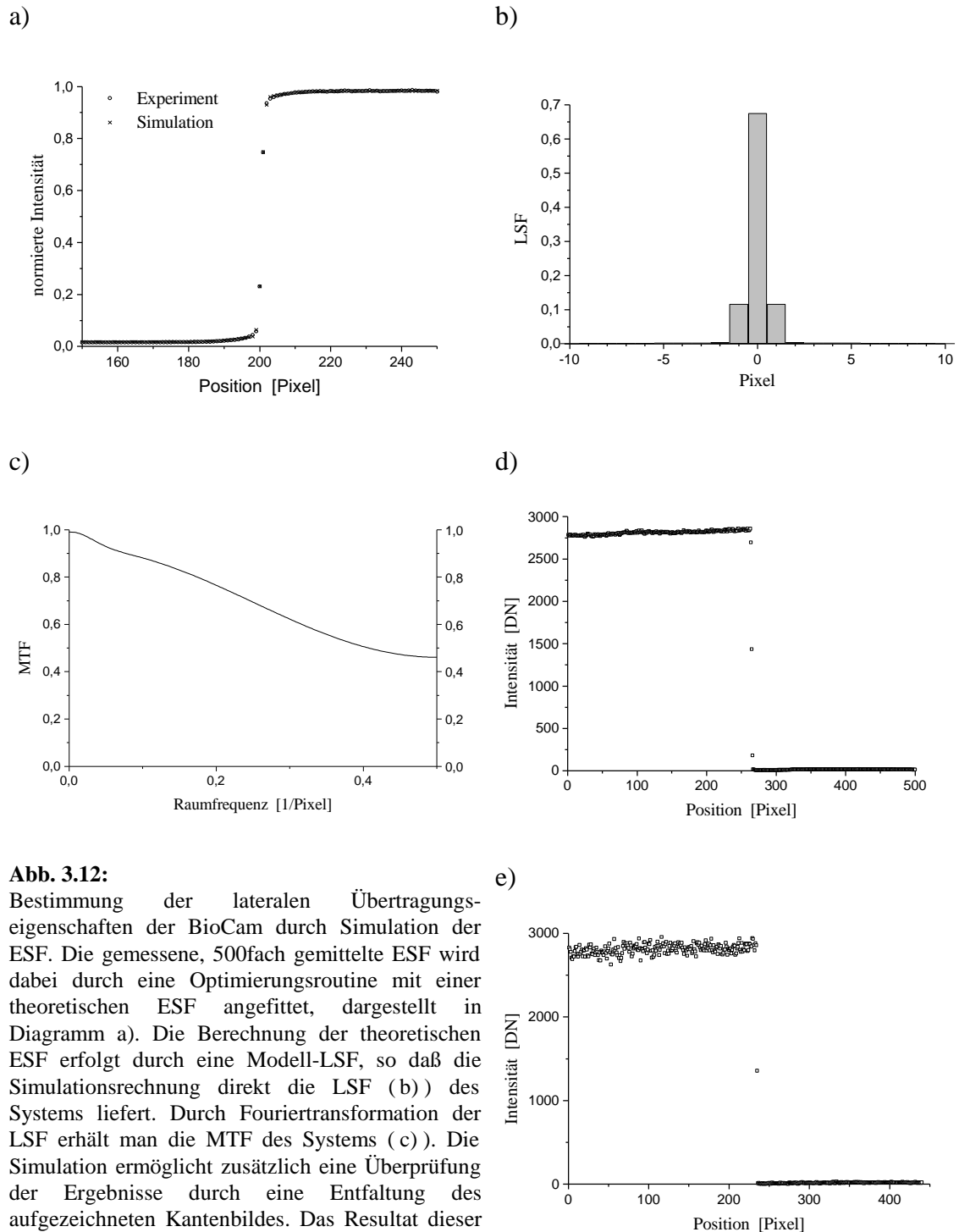
# MSC794



**Abb. 3.11:**

Bestimmung der lateralen Übertragungseigenschaften der MSC794 durch Simulation der ESF. Die gemessene, 500fach gemittelte ESF wird dabei durch eine Optimierungsroutine mit einer theoretischen ESF angefitet, dargestellt in Diagramm a). Die Berechnung der theoretischen ESF erfolgt durch eine Modell-LSF, so daß die Simulationsrechnung direkt die LSF (b)) des Systems liefert. Durch Fouriertransformation der LSF erhält man die MTF des Systems (c)). Die Simulation ermöglicht zusätzlich eine Überprüfung der Ergebnisse durch eine Entfaltung des aufgezeichneten Kantenbildes. Das Resultat dieser Entfaltung wird auch durch ein 500fach gemitteltes Linienprofil über die Kante dargestellt (d)). Es zeigte sich, daß der Kantenverlauf nur durch ein Zwischenpixel bestimmt wird, welcher durch den Pixelanschnitt der Blende entsteht.

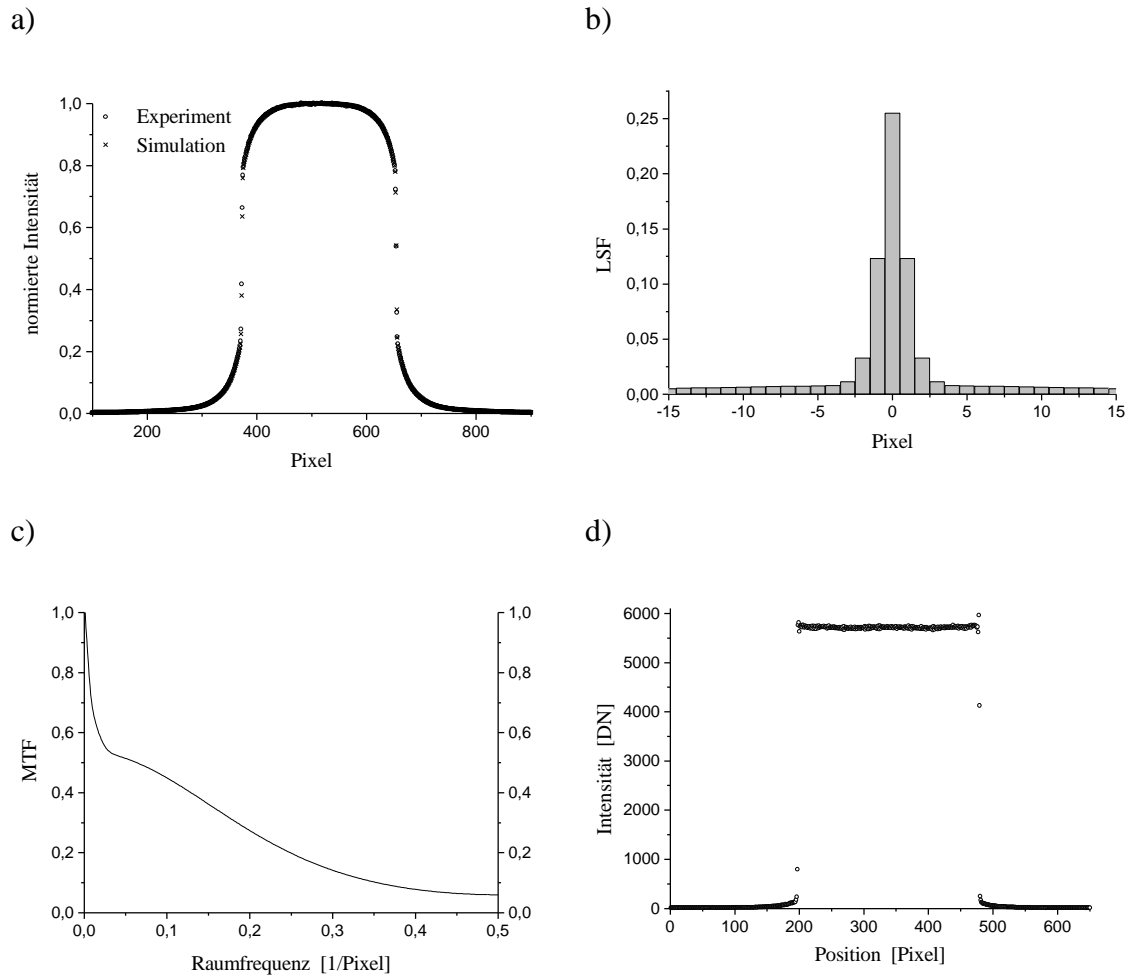
# BioCam



**Abb. 3.12:**

Bestimmung der lateralen Übertragungseigenschaften der BioCam durch Simulation der ESF. Die gemessene, 500fach gemittelte ESF wird dabei durch eine Optimierungsroutine mit einer theoretischen ESF angefitet, dargestellt in Diagramm a). Die Berechnung der theoretischen ESF erfolgt durch eine Modell-LSF, so daß die Simulationsrechnung direkt die LSF (b)) des Systems liefert. Durch Fouriertransformation der LSF erhält man die MTF des Systems (c)). Die Simulation ermöglicht zusätzlich eine Überprüfung der Ergebnisse durch eine Entfaltung des aufgezeichneten Kantenbildes. Das Resultat dieser Entfaltung wird auch durch ein 500fach gemitteltes Linienprofil über die Kante dargestellt (d)). Es zeigte sich, daß der Kantenverlauf drei Zwischenpixel enthält. Die Ursache der zwei zusätzlichen Zwischenpixel ist die Mittelung entlang der um  $5^\circ$  verdrehten Kante, wie ein ungemitteltes Linienprofil (e)) verdeutlicht.

# HS-SS



**Abb. 3.13:**

Bestimmung der lateralen Übertragungseigenschaften der HS-SS durch Simulation der ESF. Die gemessene, 500fach gemittelte ESF wird dabei durch eine Optimierungsroutine mit einer theoretischen ESF angefitet, dargestellt in Diagramm a). Die Berechnung der theoretischen ESF erfolgt durch eine Modell-LSF, so daß die Simulationsrechnung direkt die LSF (b)) des Systems liefert. Durch Fouriertransformation der LSF erhält man die MTF des Systems (c)). Die Simulation ermöglicht zusätzlich eine Überprüfung der Ergebnisse durch eine Entfaltung des aufgezeichneten Kantenbildes. Das Resultat dieser Entfaltung wird auch durch ein 500fach gemitteltes Linienprofil über die Kante dargestellt (d)). Es zeigte sich, daß der Kantenverlauf durch ein Zwischenpixel bestimmt wird, welches durch den Pixelanschnitt der Blende entsteht. Zusätzlich ist im abgeblendeten Bereich ein Intensitätsanstieg festzustellen, der durch eine Unsymmetrie der gemessenen ESF entsteht.

Die Entfaltung liefert bei der **MSC794** exakt das geforderte Zwischenpixel. Bei der **BioCam** sind drei Zwischenpixel zu erkennen. Die Ursache der zwei zusätzlichen Zwischenpixel ist bei dieser Messung aber die Mittelung entlang der schrägen Kante. Während sich bei der experimentellen ESF der Einfluß der Verdrehung der Blende und die Mittelung entlang der Kante gerade kompensieren (Abb. 3.10), führt diese Mittelung aber bei der entfalteten Kante zu Verfälschungen. Dieses verdeutlicht ein ungemitteltes Linienprofil der entfalteten Kante der BioCam (Abb. 3.12e), welches den geforderten einzelnen Zwischenpixel zeigt. Bei der **HS-SS** Kamera ist nach der Entfaltung im unbestrahlten Bereich noch ein deutlicher Intensitätsanstieg zur Stufe hin festzustellen, der im bestrahlten Bereich nicht invertiert auftritt. Die Entfaltung zeigt somit eindeutig eine Unsymmetrie der gemessenen ESF, welches auf eine Unkorrektheit bei der Aufnahme der ESF schließen läßt. Ursache dieser Unsymmetrie können eigentlich nur die Elektronenblenden sein. Diese aber waren baugleich zu denen der anderen Messungen. Ein Unterschied bestand nur im Abstand der Blende zum Kamerasystem. Während bei der MSC794 und der BioCam der Abstand wenige Millimeter betrug, waren es bei der HS-SS ca. 20cm. Dieses könnte zu einer Verfälschung der Messung geführt haben. Eine genauere Ursachenanalyse war aus technischen Gründen aber nicht möglich.

Ein Vergleich der erzielten Ergebnisse mit Messungen anderer Autoren ist nur für die MSC794 möglich. Hier zeigt sich eine sehr gute Übereinstimmung mit den Resultaten der Messungen einer SSC694 der Firma Gatan GmbH mit Antireflexionsschicht von Nüchter u.a. [Nüc95]. Allerdings beinhalten die entfalteten Bilder bei Nüchter u.a. in den Intensitätsstufen einen Übergang von zwei Zwischenpixeln, welcher ein Indiz für eine nicht exakte Simulation der experimentellen ESF sein könnte.

### 3.2.2.2 Stochastische Methoden

Bei den im vorherigen Kapitel diskutierten Meßverfahren der Ortsauflösung wurde davon ausgegangen, daß Eingangssignal und Ausgangssignal bei der Übertragung durch ein System eindeutig zu bestimmen sind. Tatsächlich enthält ein Elektronenbild aber durch die statistischen Prozesse der Entstehung einen hohen Rauschanteil, so daß immer eine Unsicherheit in den Bildern enthalten ist. Die stochastischen Verfahren benutzen im Gegensatz dazu gerade dieses Rauschen in den Bildern zur Ermittlung der Ortsauflösung. Die Grundlagen dieser Verfahren kommen aus der elektronischen Signalübertragung [Lük90, Kap.6] und wurden anschließend auf optische Systeme übertragen [z.B. Dai74, Kap.6.3].

Betrachtet man ein ideales, homogen ausgeleuchtetes Leerbild, so enthält das Eingangsbild keine Objektstruktur. Die Folge ist ein Frequenzspektrum konstanter Amplitude. Die Dämpfung dieses Spektrums durch die Übertragung kann direkt zur Bestimmung der MTF verwendet werden. Ein homogen ausgeleuchtetes, leeres Elektronenbild enthält aber zusätzlich einen Rauschanteil. Zur Ermittlung der MTF aus einem Leerbild muß deshalb der Einfluß der Übertragung auf das Rauschen untersucht werden. Eine Veränderung des Rauschens von Bildern entsteht durch die Korrelation einzelner Bildpunkte untereinander. Die Ursache einer solcher Korrelation kann z.B. die durch ein einfallendes PE entstehende Photonenbirne im Szintillator sein. Wenn die Grundfläche der Streubirne größer ist als die eines Pixels, kommt es zu einer Mittelung, die das Rauschen beeinflusst.

Zur Beschreibung der Korrelation von Bildpunkten in Rauschbildern verwendet man die Autokorrelationsfunktion, die die Ähnlichkeit in Abhängigkeit von der lateralen Verschiebung angibt. Für den Fall der kompletten Unabhängigkeit der Bildpunkte hat die Funktion im Ursprung den Wert Eins und ist ansonsten null. Eine Ähnlichkeit ist nur vorhanden, wenn das Bild nicht verschoben wird. Die Berechnung der Autokorrelationsfunktion (ACF) eines LSI-Systems gibt das Wiener-Lee-Theorem [Lük90] an, wobei nur die diskretisierte Form

$$ACF(g_{ij}) = ACF(f_{ij}) \otimes ACF(PSF_{ij})$$

angegeben wird (vgl. Gl. 3.4). Das Faltungsprodukt impliziert auch hier einen Wechsel in den Frequenzraum, wobei die Transformation der Gleichung mittels des Wiener-Khintchin-Theorems [Lük90] erfolgt. Dieses besagt, daß die Fouriertransformierte (FT) der Autokorrelationsfunktion eines Signals gleich dem Betragsquadrat der Fouriertransformierten des Signals

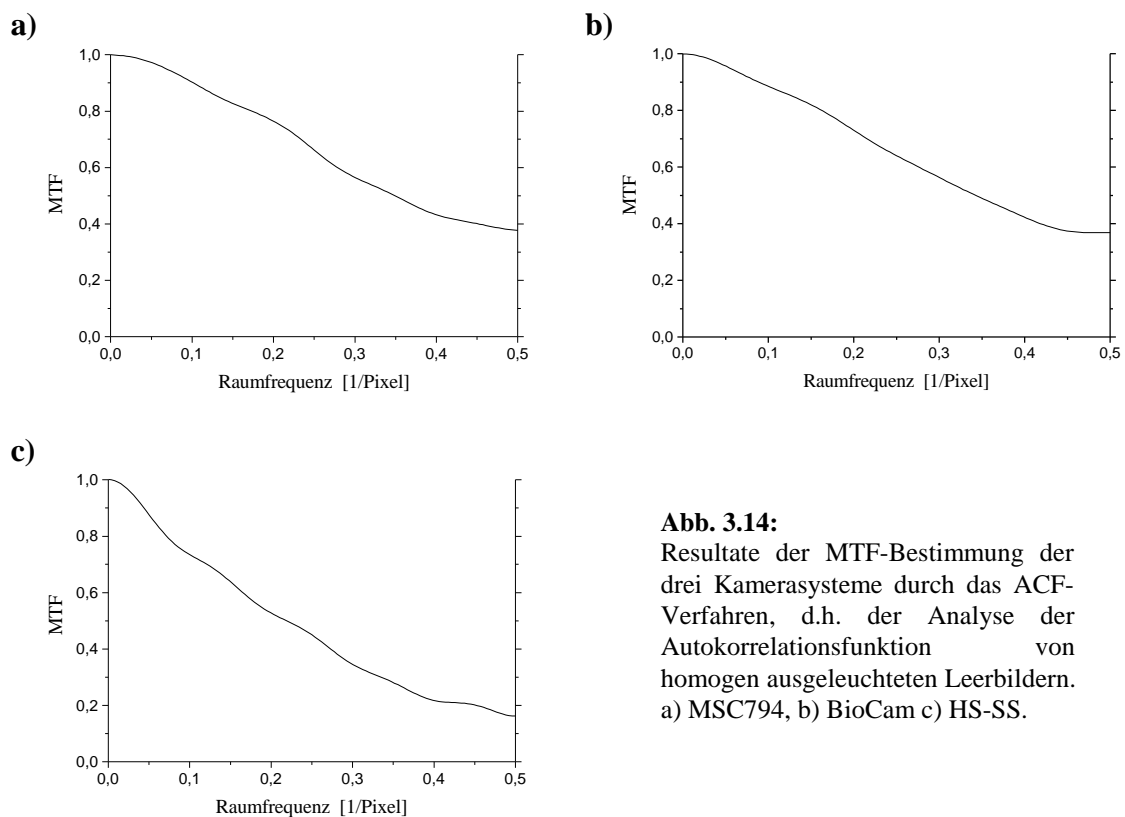
$$FT\{ACF(g_{ij})\} = |FT\{g_{ij}\}|^2 = |G_{mn}|^2 = |F_{mn}|^2 MTF_{mn}^2 \quad (3.14)$$

ist. Die Betragsquadrate der Fouriertransformierten der Signale werden als Wiener- oder Leistungsdichtespektren bezeichnet. Nach der Gleichung 3.14 kann die MTF also durch die Division der Wiener-Spektren von Ausgangs- und Eingangssignal bestimmt werden. Zur Anwendung des Verfahrens als MTF-Meßmethode fehlt noch die Generierung eines definierten stochastischen Eingangssignals. Weißes Rauschen hat ein vollständig konstantes Wiener-Spektrum und wäre für die Methode ein ideales stochastisches Eingangssignal. Dieses Rauschen ist aber physikalisch nicht realisierbar, weil deren Leistung unendlich groß wäre. Wenn im weiteren trotzdem der Begriff "weißes Rauschen" verwendet wird, so handelt es sich immer nur um eine Näherung auf der Grundlage der Konstanz des Wiener-Spektrums über einen großen Bereich des Frequenzraums.

Die ersten Anwendungen dieser stochastischen Methode in der Optik findet man wieder im lichteoptischen Bereich, wo weißes Rauschen als Eingangssignal durch ein Laserfleckbild produziert werden kann. Ein solches Bild erzeugt ein homogener Diffuser bei Bestrahlung mit einem Laser. Das Bild ist dann ein Fraunhofer Beugungsbild der kohärenten, stochastisch gestreuten Laserstrahlen. Das Wiener-Spektrum des Bildes wird dabei nur durch die Intensitätsverteilung des Diffusers bestimmt. Wird Homogenität des Diffusers vorausgesetzt, beeinflußt nur die Form der Diffuserfläche (Blende) das Spektrum, so daß das stochastische Eingangssignal einfach berechnet werden kann [Gol65]. Ortsauflösungsmessungen mit Laserfleckbildern werden sowohl in der Charakterisierung von Photomaterialien [Har70] als auch im Bereich von CCD-Kameras [Bor86] eingesetzt. Die großen Vorteile dieser Methode sind offensichtlich. Es sind keine Meßkomponenten höchster Qualität erforderlich, und auch eine präzise Justierung der Apparatur entfällt.

Die Übertragung auf ein elektronenoptisches Eingangsbild ist aufgrund der natürlich vorhandenen Stochastik eines Elektronenbildes relativ einfach. Der Erwartungswert der Zahl der Elektronen, die in einem Pixel registriert werden, ist durch das Quadrat der Elektronenwellenfunktion bestimmt. Die tatsächlich detektierten Elektronen in einem Pixel hingegen sind eine Stichprobe aus der Poisson-Statistik des Elektronenstroms und liefern somit ein stochastisches Signal. Um ein solches Eingangssignal als weißes Rauschen nähern zu können, muß eine hohe Anzahl von PE mittels eines Leerbildes bei homogener Ausleuchtung (defokussierter Kondensor, geringe Vergrößerung) aufgezeichnet werden. Die Anzahl der PE des Eingangsbildes, die auf die Fläche eines Pixels treffen, ist über den gesamten CCD-Sensor vollständig unkorreliert. Die Anzahl der Elektronen pro Pixel darf aber nicht zu hoch sein, damit fehlende Dynamik der Bildregistrieranlage nicht die Statistik des Bildes verfälscht [Dai74, Kap.1]. Da der erfaßte Bereich des CCD-Sensors wesentlich geringer ist als der gleichmäßig ausgeleuchtete Bereich, entfällt der Einfluß von Blenden im Gegensatz zum Laserfleckenbild in der Lichtoptik. Ein registriertes, standardbildkorrigiertes Bild eines solchen weißen Rauschens zeigt Abbildung 3.15a. Soll dieses nach der Gleichung 3.14 ausgewertet werden, liegt interessanterweise das Problem gerade in dem Rauschen des Eingangsbildes. Das Wiener-Spektrum des Eingangssignals wird nur konstant, wenn über eine unendliche Anzahl von Bildern gemittelt wird. Die zu bestimmende MTF ist deshalb immer mit einem Rauschanteil überlagert.

Messungen der PSF bzw. MTF mittels der im folgenden als ACF-Verfahren bezeichneten Methode findet man in der Literatur bei Ishizuka [Ish93]. Er verwendet zur Reduzierung des Rauschanteils folgenden Ansatz: Unter der Annahme, daß die PSF sich auf wenige Pixel beschränkt, kann das Rauschen durch ein Maskieren der Autokorrelationsfunktion mittels einer zentrischen Lochmaske vor der Fouriertransformation deutlich reduziert werden. Der Grund ist die gleichmäßige Verteilung des Rauschens über die gesamte Korrelationsfunktion. Messungen der MTF nach diesem Verfahren (Abb. 3.14) zeigen allerdings, daß die Filterung der Funktion auch das Verhalten der MTF bei geringeren Raumfrequenzen stark beeinflusst, so daß die MTF trotz Reduzierung des Rauschens nur tendenziell erfaßt werden kann. Eine Entfaltung von Bildern durch eine nach dem ACF-Verfahren bestimmten MTF ist deshalb nicht möglich. Im Bereich der Nyquistfrequenz ist aber eine gute Übereinstimmung mit der Kantenmethode (Abb. 3.11, 3.12, 3.13) festzustellen.



**Abb. 3.14:**  
 Resultate der MTF-Bestimmung der drei Kamerasysteme durch das ACF-Verfahren, d.h. der Analyse der Autokorrelationsfunktion von homogen ausgeleuchteten Leerbildern.  
 a) MSC794, b) BioCam c) HS-SS.

Bei dieser vollständig zweidimensionalen Methode konnte nochmals direkt die Abhängigkeit der MTF von der ausgewählten Pixelrichtung untersucht werden. Auch hierbei wurde kein signifikanter Unterschied zwischen den beiden Richtungen festgestellt.

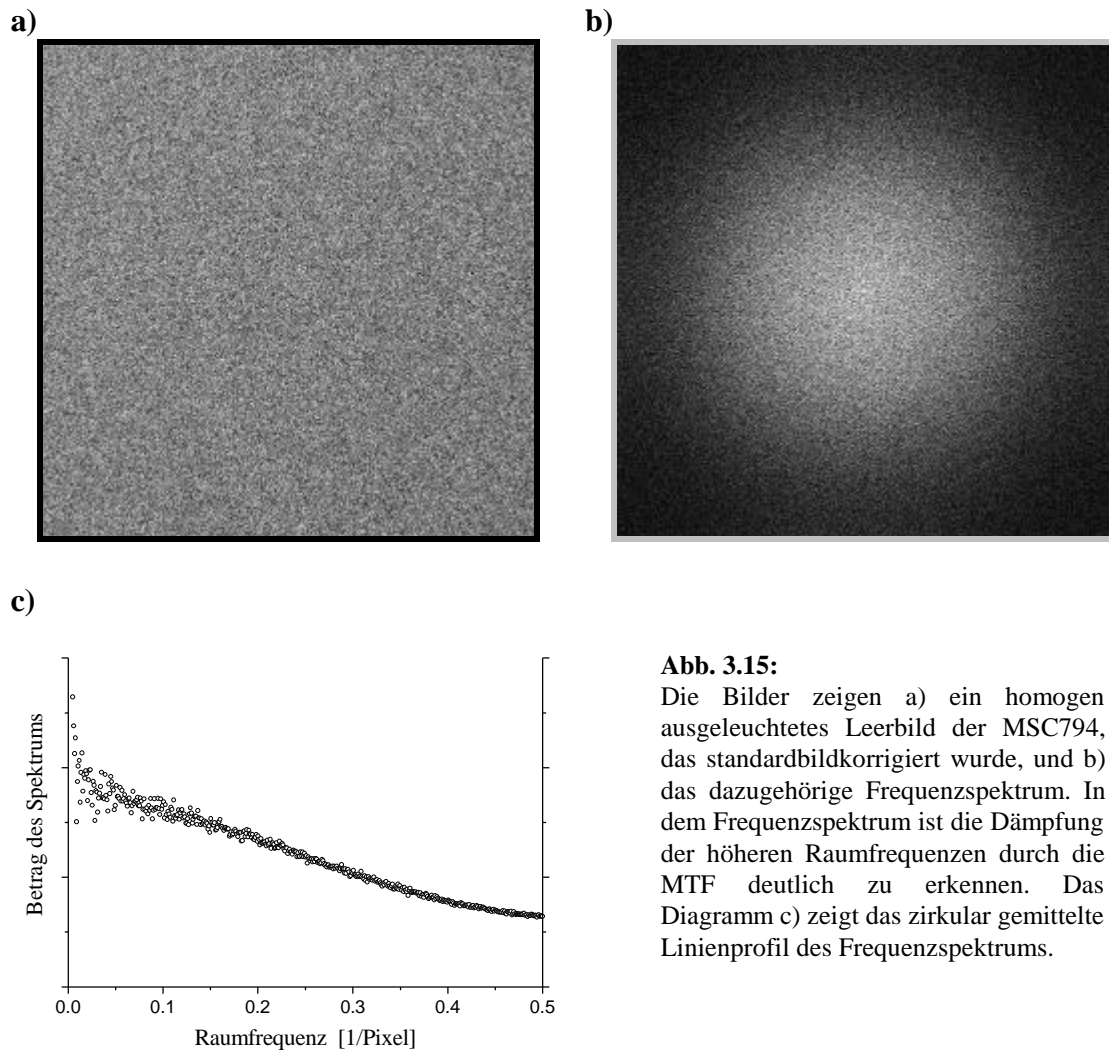
Ein anderes stochastisches Verfahren wurde von deRuijter u.a. [Rui92] in das Arbeitsgebiet der Charakterisierung elektronenmikroskopischer Bildregistrieranlagen eingeführt und soll im folgenden mit dem Begriff "stochastische Methode" bezeichnet werden. Betrachtet man das Fourierspektrum bzw. den Betrag des Spektrums eines elektronenoptischen Leerbildes (weißes Rauschen), so ist festzustellen, daß dieses bereits eine mittlere konstante Amplitude aller Raumfrequenzen enthält, dem ein Rauschen überlagert ist. Der Betrag der Fouriertransformierten eines Leerbildes kann somit beschrieben werden als

$$|G_{mn}| = |\bar{F}| MTF_{mn} + \mathcal{F} MTF_{mn} \quad (3.15)$$

mit 
$$\bar{F} = \frac{1}{N^2} \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N F_{ij}$$
 als mittlere konstante Amplitude

und  $\sigma_F$  als Unsicherheit des Rauschanteils.

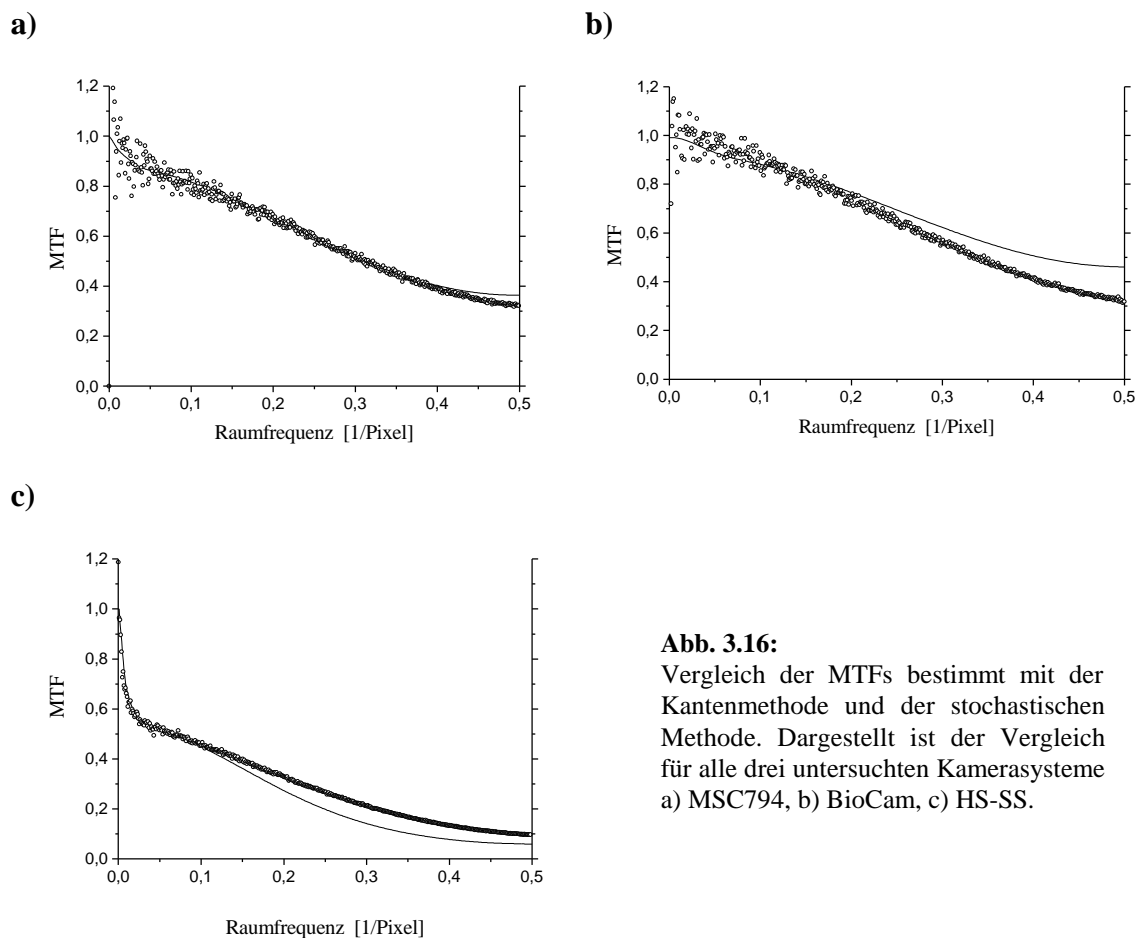
Wenn der Betrag von  $\sigma_F \ll \bar{F}$  ist, liefert die Fouriertransformierte eines Leerbildes bis auf einen konstanten Faktor direkt die zweidimensionale MTF (Abb. 3.15b), ohne daß das Wiener-Spektrum berechnet werden muß. Zur Reduzierung von  $\sigma_F$  kann eine große Anzahl von Bildern gemittelt werden, welches aber eine sehr zeitaufwendige Prozedur ist. Unter der Vernachlässigung der Richtungsabhängigkeit der MTF durch die Pixelstruktur der CCD-Kamera, d.h. die PSF wird auch nach der Diskretisierung als rotationssymmetrisch angenommen, kann eine einfache zirkulare Mittelung des Betrages des fouriertransformierten Leerbildes erfolgen [Rui92].



**Abb. 3.15:**

Die Bilder zeigen a) ein homogen ausgeleuchtetes Leerbild der MSC794, das standardbildkorrigiert wurde, und b) das dazugehörige Frequenzspektrum. In dem Frequenzspektrum ist die Dämpfung der höheren Raumfrequenzen durch die MTF deutlich zu erkennen. Das Diagramm c) zeigt das zirkular gemittelte Linienprofil des Frequenzspektrums.

Dieses radiale Mittelungsverfahren funktioniert sehr gut bei den hohen Raumfrequenzen, weil dort dementsprechend viele Werte zur Verfügung stehen. Problematischer ist der Bereich der nullten Raumfrequenz aufgrund der geringen Anzahl der Meßpunkte, aber gerade dieser Bereich wird zur Bestimmung des konstanten Faktors benötigt. Die MTF wird per definitionem bei der nullten Raumfrequenz auf eins normiert. Ein radial gemitteltes Linienprofil veranschaulicht die Schwierigkeit der Bestimmung des konstanten Faktors durch die nullte Raumfrequenz (Abb. 3.15c). Einen Lösungsansatz dieses Problems liefert Kujawa [Kuj95], der willkürlich einen kleinen zentralen Bereich definiert, über den gemittelt wird, um so den konstanten Faktor zu bestimmen. Dieses Mittelungsverfahren funktioniert aber nur zufriedenstellend, wenn die MTF im Bereich der nullten Raumfrequenz eine geringe Steigung aufweist. In dieser Arbeit standen durch die Kantenmethode Vergleichsmessungen der MTF zur Verfügung, die zur Normierung der MTFs der stochastischen Methode herangezogen wurden. Die so bestimmten MTFs der Systeme und als Vergleich die Resultate der Kantenmethode zeigt die Abbildung 3.16.



**Abb. 3.16:**  
Vergleich der MTFs bestimmt mit der Kantenmethode und der stochastischen Methode. Dargestellt ist der Vergleich für alle drei untersuchten Kamerasysteme a) MSC794, b) BioCam, c) HS-SS.

Als erstes fällt die starke Differenz der Resultate bei der HS-SS Kamera auf. Ein zusätzlicher Vergleich mit der ACF-Methode (Abb. 3.14) legt auch hier den Verdacht nahe, daß bei der Messung nach der Kantenmethode Fehler aufgetreten sind. Dieses bestätigt den bei der Beschreibung der Kantenmethode aufgrund der Unsymmetrie der ESF geäußerten Verdacht (vgl. Kap. 3.2.2.1). Betrachtet man die Ergebnisse der BioCam, so ist eine Überbewertung der Übertragungseigenschaften der Kamera durch die Kantenmethode festzustellen. Die Ursache dieser Überbewertung dürfte in dem Drehwinkel der Kante relativ zu dem Pixelgitter liegen. Der Versuch den Einfluß dieses Winkels durch die empirischen Untersuchungen zu eliminieren, scheint nicht vollständig gelungen zu sein. Bei der Analyse der Ergebnisse der MSC794 findet man eine Diskrepanz der beiden Meßverfahren nur im Bereich der Nyquistfrequenz. Die Ursachen dieser Diskrepanz sind aber keine experimentellen Ungenauigkeiten sondern die bisher fehlende Berücksichtigung des Aliasing bei den Bestimmungsmethoden der MTF. Im nächsten Abschnitt wird dieser Effekt ausführlich beschrieben und diskutiert.

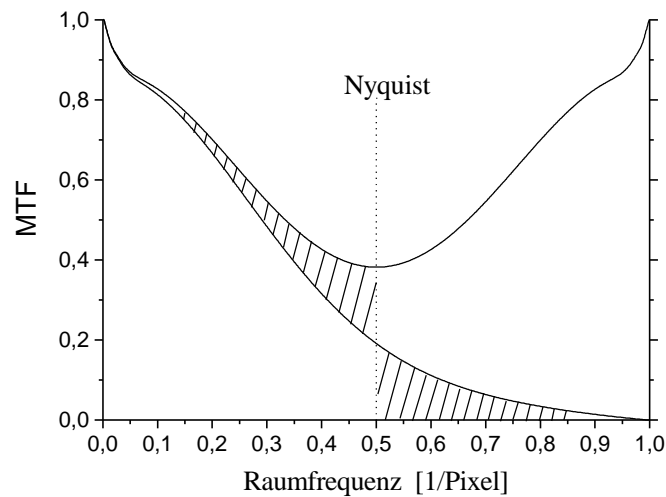
### ***3.2.3 Einfluß des Aliasing bei den Meßverfahren***

Der Effekt des Aliasing als nichtlineare Verzerrung des Spektrums ist bei der theoretischen Beschreibung von CCD-Bildregistrieranlagen in Kapitel 3.2.2.1 bereits erwähnt worden und soll an dieser Stelle noch einmal kurz erklärt werden. Die Diskretisierung der Bilder durch den CCD-Sensor erzeugt im Frequenzraum eine periodische Wiederholung des Spektrums der Bilder (Abb.3.3). Solange bei der Aufzeichnung das Abtasttheorem erfüllt wird, kommt es dadurch zu keiner Überlagerung der Spektren, und die Informationen des Eingangsbildes werden korrekt durch das registrierte Bild wiedergegeben. Enthält das Bild jedoch Raumfrequenzen oberhalb der Nyquistfrequenz, kommt es zu einer Überlagerung der Spektren (Abb. 3.3b). Dieses führt zu einer nichtlinearen Verzerrung der Spektren, dem Aliasing. Dieser Effekt ist bei der bisherigen Behandlung der MTF-Messungen vernachlässigt worden.

Die Verfälschung der MTF durch Aliasing ist bei diskretisierenden optischen Systemen wie CCD-Kameras ein aus der Lichtoptik durchaus bekanntes Problem [Cam77, Wit82, Bor86, Rei91]. In diesem Arbeitsgebiet wurden zur Vermeidung des Aliasing bei der MTF-Messung spezielle experimentelle Verfahren wie z.B. die Verwendung eines

durchstimmbaren Frequenzbandes als Eingangssignal entwickelt [Sen93], welche aber auf die Elektronenmikroskopie nicht direkt übertragbar sind. In der Elektronenmikroskopie gibt es nur unzureichende Ansätze zur Vermeidung des Aliasing. De Ruijter [Rui95] zeigt z.B. Versuche mit einer schrägen Kante bei einer klassischen Kantenmethode. Die dabei aber entstehende Problematik der fehlerbehafteten Differenzierung wurde bereits diskutiert (siehe Kap. 3.2.2.1). Ein anderes Verfahren wird von van Zwet u.a. [Zwe96] vorgeschlagen. Sie betrachten die Gesamtübertragungsfunktion von TEM und Kamerasystem bei verschiedenen Vergrößerungen. Aufgrund des variierenden Einflusses der MTF kann diese bei bekannter Kontrastübertragungsfunktion des TEMs aus den Messungen bestimmt werden. Eine Normierung der MTF ist aufgrund des Abfalls der Übertragungsfunktion eines TEMs auf den Wert null bei niedrigen Raumfrequenzen dabei aber nicht möglich, so daß nur eine relative MTF bestimmt werden kann.

Die Analyse des Aliasing bei den verwendeten MTF-Meßmethoden befaßt sich als erstes mit der Kantenmethode. Somit wird die Untersuchung zunächst auf den Fall einer eindimensionalen Funktion beschränkt, welches auch auf die bisherigen Erläuterungen des Aliasing zutrifft. Betrachtet man die Simulationsrechnungen zur Kantenmethode, so wird ein kontinuierliches Frequenzspektrum des elektronenoptischen Eingangsbildes durch den Ansatz der PSF als Summe kontinuierlicher Gaussfunktionen (Gl. 3.13) berücksichtigt. Diese PSF bzw. die daraus berechnete LSF wird dann zur Generierung der Modell-ESF als Näherung der experimentellen Daten mit dem Pixelmuster diskretisiert. Hierbei entsteht das Aliasing im Spektrum, da die kontinuierliche PSF bzw. LSF-Funktion Raumfrequenzen oberhalb der Nyquistfrequenz enthält. Die Konsequenzen für die aus der Simulation bestimmte MTF verdeutlicht die Abbildung 3.17. Durch die Wiederholung des Spektrums bei der doppelten Nyquistfrequenz kommt es zur Anhebung der Original-MTF. Exakt bei der Nyquistfrequenz entsteht sogar eine Verdoppelung.



**Abb. 3.17:**

Verzerrung der MTF bei der Kantenmethode durch Aliasing. Durch die Wiederholung des Spektrums bei der doppelten Nyquistfrequenz kommt es zu einer Anhebung der unteren Funktion, Original-MTF. Die obere Funktion zeigt die aus dem Aliasing resultierende MTF. Die schraffiert eingezeichneten Flächen entsprechen sich und verdeutlichen, daß der Teil des Originalspektrums, der sich oberhalb der Nyquistfrequenz befindet, durch die Wiederholung spiegelverkehrt einen Beitrag zum Spektrum mit Aliasing liefert.

Da diese Verzerrung nicht linear ist, gibt es keine analytischen Rechenverfahren zur Korrektur des Aliasing. Eine aliasingfreie korrekte MTF ist nur zu erreichen, wenn entweder das Spektrum der Eingangsraumfrequenzen durch die Nyquistfrequenz bei der Messung begrenzt werden kann oder das Eingangssignal nur einzelne Raumfrequenzen enthält wie bei der Sinus-Methode zur Bestimmung der MTF mittels Elektronenholographie [Rui92].

Das Simulationsverfahren der Kantenmethode bietet aber eine andere Möglichkeit, um das Aliasing der MTF zu verhindern. Mit der Annahme, daß die Modell-PSF die kontinuierliche Übertragungsfunktion exakt beschreibt, bietet sich die Möglichkeit, die MTF des Systems analytisch zu berechnen, so daß keine Überlagerung der Spektren entsteht. Dazu wird zunächst die MTF in die zwei Teile des Übertragungsmodells (Abb. 3.1) aufgeteilt

$$MTF(u) = MTF_{kont}(u) MTF_{pixel}(u) \quad . \quad (3.16)$$

Diese beiden Teile sind analytisch gegeben

$$MTF_{pixel}(u) = \frac{\sin(\mathbf{p}u)}{\mathbf{p}u}$$

und

$$MTF_{kont}(u) = FT\{ LSF_{kont}(x) \} = \mathbf{p} \sum_i \frac{a_i}{b_i} \exp\left(-\frac{\mathbf{p}^2 u^2}{b_i}\right) ,$$

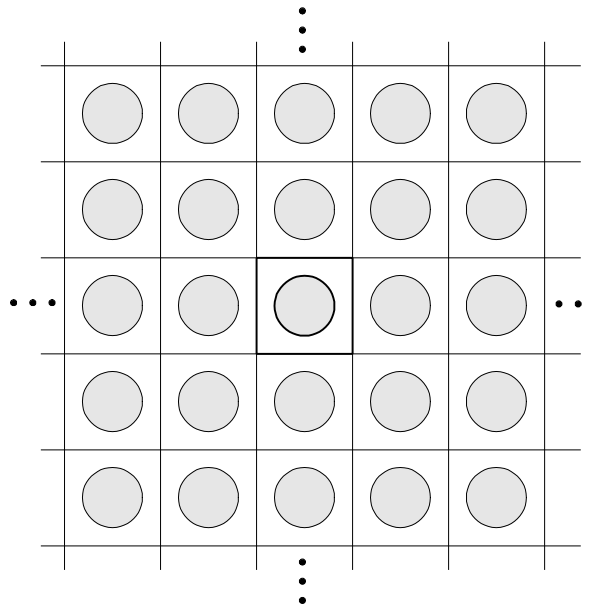
wobei die Funktion

$$LSF_{kont}(x) = \int_{-\infty}^{\infty} PSF_{kont}(x, y') dy' = \int_{-\infty}^{\infty} \left( \sum_i a_i \exp\left[-b_i(x^2 + y'^2)\right] \right) dy'$$

aus der kontinuierlichen Modell-PSF (Gl. 3.13) berechnet wird. Somit kann die vollständige MTF des Systems unter der Annahme der Korrektheit der Modell-PSF analytisch berechnet werden. In der Abbildung 3.17 ist bereits der Vergleich der analytisch berechneten (Gl. 3.16) und durch FFT der diskretisierten LSF erhaltenen MTF dargestellt worden. Die Simulation der Kantenmethode kann somit zur Bestimmung einer aliasingfreien, eindimensionalen MTF verwendet werden.

Die Berücksichtigung des Aliasing bei der Kantenmethode ist die Lösung eines eindimensionalen Problems. Anders verhält es sich bei der stochastischen Methode, wo durch die zirkulare Mittelung des Spektrums alle Raumrichtungen zum Resultat beitragen. Die Abtastung eines zweidimensionalen Bildes erzeugt eine periodische Fortsetzung der zweidimensionalen Spektralfunktion, wie es in Abbildung 3.18 schematisch dargestellt ist. Bei Überschreiten der Nyquistfrequenz kommt es auch hier zur Überlappung der Spektren, welches aufgrund der zwei Dimensionen ein wesentlich komplizierteres Problem ist. Während man in der Lichtoptik bei der CCD-Charakterisierung mittels Rauschbild (Laserfleckbild) eine Beschränkung der Raumfrequenzen durch eine Blende erreicht [Bor86], ist dies in der Elektronenoptik sehr schwierig. So müßte z.B. eine Objektivaperturblende für die MSC794 am Zeiss EM902 bei einer Vergrößerung von 5000 einen Grenzwinkel von ungefähr 0.4mrad ( $\varnothing = 2\mu\text{m}$ ) besitzen. Die geringe Vergrößerung wird dabei durch die Näherung des Eingangsbildes als weißes Rauschen gefordert. Eine ungenaue Zentrierung einer dementsprechend kleinen Blende (Faktor 10 kleiner als die kleinste Standardblende des

EM902) und Beugungseffekte an der Blende würden die Charakteristik des Rauschbildes verändern, wodurch es nicht mehr als weißes Rauschen genähert werden könnte.



**Abb. 3.18:**

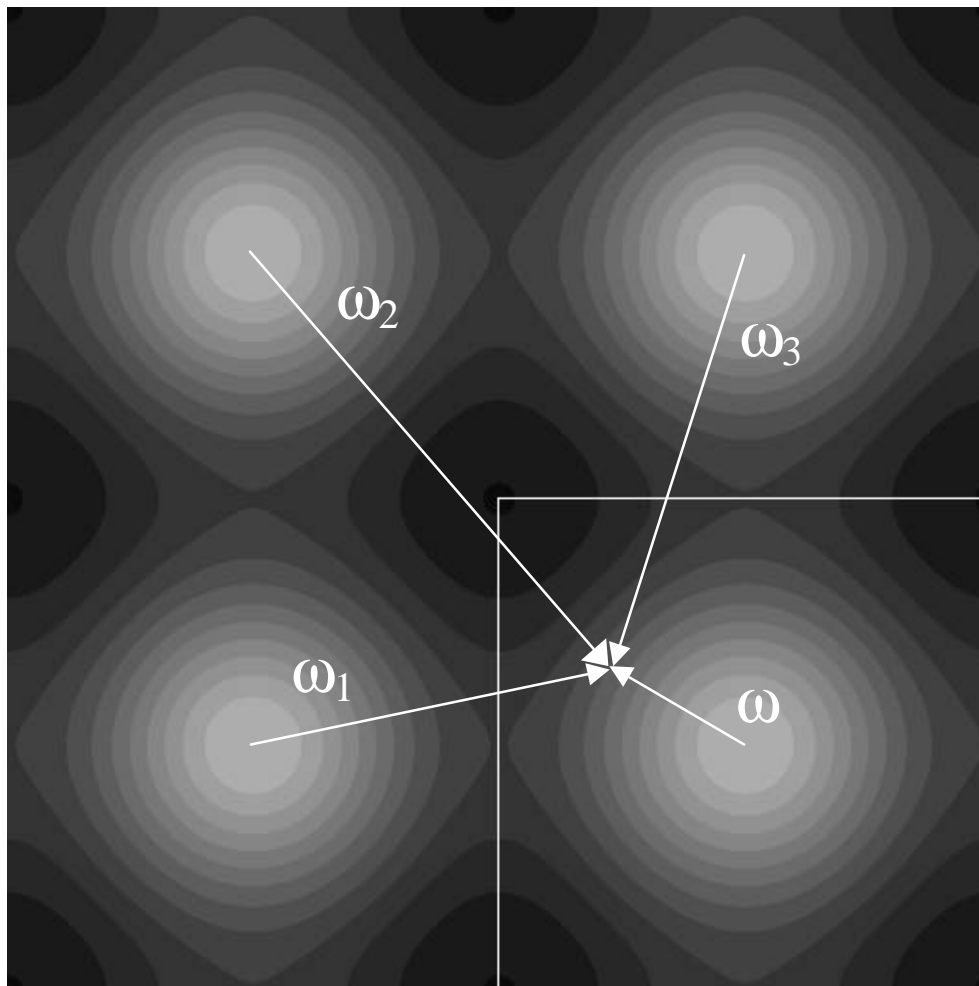
Die Schemazeichnung zeigt die zweidimensionale periodische Wiederholung eines Frequenzspektrums, wie sie bei der Diskretisierung eines Bildes entsteht. In der Mitte der Zeichnung ist das Originalspektrum dargestellt, welches bei Überabtastung durch die Wiederholung nicht beeinflusst wird. Der Kreis als Symbol für das Spektrum soll eine Rotationssymmetrie des Originalspektrums andeuten.

Deshalb muß das Aliasing bei der stochastischen Methode auch näher analysiert werden. Eine erste Vereinfachung bei der Betrachtung einer durch Aliasing verzerrten zweidimensionalen MTF folgt aus der vierzähligen Symmetrie der Funktion (Abb. 3.18). Die Analyse kann deshalb auf ein Viertel des Gesamtspektrums beschränkt werden. Berücksichtigt man weiterhin die aus der Kantenmethode gewonnen Resultate für eine aliasingfreie MTF, so kann als Näherung davon ausgegangen werden, daß die MTF oberhalb der doppelten Nyquistfrequenz auf null abfällt (Abb.3.17). Die Betrachtung der Verzerrung der MTF erfordert somit nur noch die Berücksichtigung von drei benachbarten Spektren.

$$MTF_{alia}(\vec{w}) = MTF(\vec{w}) + MTF(\vec{w}_1) + MTF(\vec{w}_2) + MTF(\vec{w}_3) \quad (3.17)$$

Zum besseren Verständnis zeigt die Abbildung 3.19 eine anschauliche Darstellung der Gleichung 3.17. In dem Bild befindet sich im rechten unteren Quadranten die zu

berechnende verzerrte MTF (weiß eingerahmt). Von dieser zweidimensionalen Funktion wird durch die Formel 3.17 wiederum nur der obere linke Quadrant bestimmt (Resultat der Symmetriebetrachtungen). Die Abbildung 3.19 zeigt auch deutlich die durch das Aliasing auftretenden Verzerrungen einer rotationssymmetrischen Modellfunktion. In x- und y-Richtung sind stärkere Anhebungen der Funktion zu erkennen als in einer Diagonalen des Spektrums.

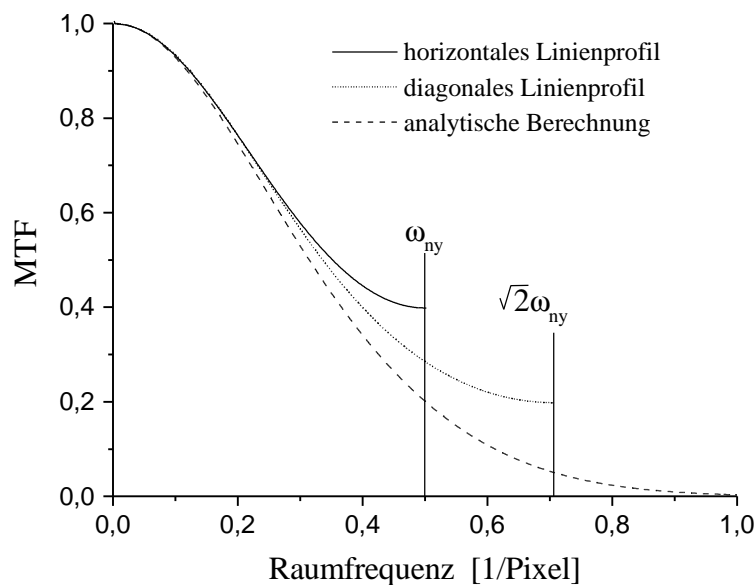


**Abb. 3.19:**

Verzerrung eines rotationsymmetrischen Frequenzspektrums (unten rechts) durch Aliasing. Deutlich zu erkennen ist, daß die Rotationsymmetrie durch das Aliasing zerstört wird. Die eingezeichneten Vektoren zeigen die Summation durch Aliasing, wie sie durch die Überlappung der Originalspektren entsteht.

Eine Überprüfung der Gleichung 3.17 kann aufgrund der nichtlinearen Verzerrung nur an ausgezeichneten Punkten erfolgen. Die Kontrollroutine benutzt dabei eine kontinuierliche Modell-PSF bestehend aus einer Gaussfunktion (vgl. Gl. 3.13), die bei der doppelten Nyquistfrequenz praktisch auf null abgefallen ist. Es werden verschiedene

Linienprofile der FFT der diskretisierten Modell-PSF mit einer analytisch berechneten MTF (Gl. 3.16) verglichen (Abb. 3.20). Das horizontale Linienprofil zeigt die erwartete Verdoppelung der MTF bei der Nyquistfrequenz  $\omega_{ny}$ . Das Linienprofil entlang der Diagonalen liefert exakt die Vervierfachung der Amplitude der MTF bei  $\sqrt{2}\omega_{ny}$ . Dieses folgt aus der Berechnung der Verzerrung eines rotationssymmetrischen Spektrums nach Gleichung 3.17 für einen Eckpunkt des Spektrums. Es zeigt sich somit, daß die Diskretisierung einer kontinuierlichen Funktion exakt die Verzerrungen des Spektrums entsprechend der Gleichung 3.17 liefert.



**Abb. 3.20:**

Überprüfung der Aliasingimulation durch den Vergleich eines durch Aliasing verzerrten Spektrums mit dem entsprechenden analytisch berechneten Spektrum. Die Abbildung zeigt ein horizontales und diagonales Linienprofil des verzerrten, zweidimensionalen Spektrums und das ursprünglich rotationssymmetrische, berechnete Spektrum. Bei dem horizontalen Linienprofil zeigt sich die Verdoppelung der Amplitude bei der Nyquistfrequenz  $\omega_{ny}$ . Das diagonale Linienprofil liefert die erwartete Vervierfachung im Eckpunkt des Spektrums ( $\sqrt{2}\omega_{ny}$ ).

### Aliasingimulation bei der stochastischen Methode

Der im letzten Abschnitt erläuterte Aliasing-Effekt bei einer zweidimensionalen MTF demonstriert nachhaltig, daß von einer Rotationssymmetrie der MTF nach der Diskretisierung durch den CCD-Sensor nicht mehr ausgegangen werden kann. Diese Näherung verwendet aber die stochastische Methode bei der zirkularen Mittelung der

MTF. Motiviert durch die Möglichkeit der Aliasingkorrektur bei der Kantenmethode wurde deshalb eine Simulationsroutine der FFT (genauer des Betrages einer FFT) eines Leerbildes entwickelt. Die Grundüberlegungen dieser Simulation sind schon im vorherigen Abschnitt bei der allgemeinen Beschreibung des zweidimensionalen Aliasing einer Funktion erläutert worden. Bei der Simulation der "aliased" MTF (Abb. 3.19) bei der stochastischen Methode muß die Gleichung 3.17 nur entsprechend erweitert werden [Hül98]. Unter der Vernachlässigung des Rauschterms ( $\mathbf{dF} \ll \bar{F}$ ) in Gleichung 3.15 gilt

$$G_{mn} = \bar{F} MTF_{mn} .$$

Das Aliasing des Rauschbildes beschreibt dann die Gleichung

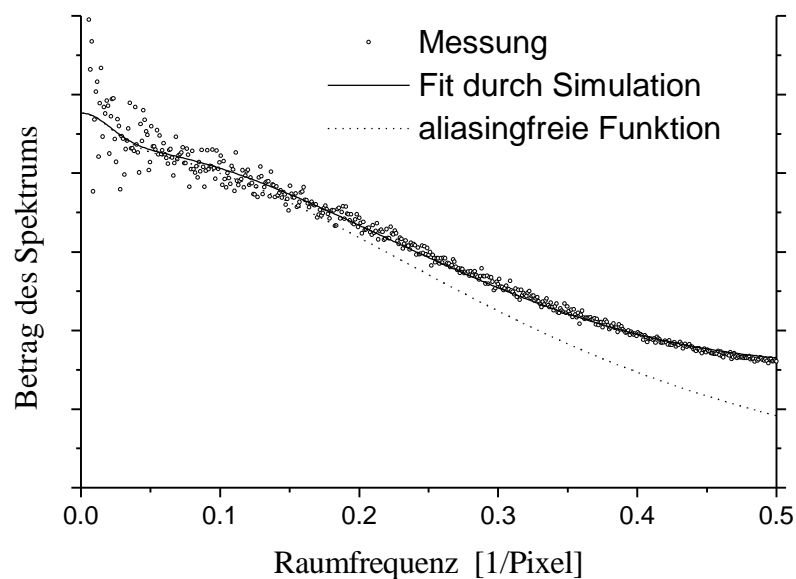
$$\begin{aligned} G_{mn}^{alia} &= G_{mn} + G_{m_1 n_1} + G_{m_2 n_2} + G_{m_3 n_3} \\ &= \bar{F} \left( MTF_{mn} + MTF_{m_1 n_1} + MTF_{m_2 n_2} + MTF_{m_3 n_3} \right) , \end{aligned}$$

wobei die Zahlen an den Indizes analog zu den Vektorbezeichnungen in Abbildung 3.19 gewählt wurden. Mit einer rotationssymmetrischen Modell-MTF

$$MTF_{mn} = \sum_{j=1}^3 c_j \exp\left(-d_j (m^2 + n^2)\right)$$

kann somit der Betrag der FFT eines Leerbildes unter Berücksichtigung des Aliasing simuliert werden. Die Rotationssymmetrie der MTF ist dabei eine direkte Folge der in dieser Arbeit schon mehrfach verwendeten Näherung der Rotationssymmetrie der PSF. Die Simulation nähert die experimentellen Daten durch eine Modellfunktion, wobei ein  $\chi^2$ -Test zur Optimierung der Simulation verwendet wird (vgl. Kantenmethode). Die Variablen der Optimierung sind die Gaussparameter  $c_j$ ,  $d_j$  der Funktion  $MTF_{mn}$  und die mittlere Amplitude  $\bar{F}$  des Spektrums des Eingangsbildes. Als Optimierungsverfahren wurde ein einfaches Iterationsverfahren benutzt, bei dem die Parameter mehrfach nacheinander einzeln variiert werden. Die Anzahl der Gaussfunktionen wurde beruhend auf Erfahrungswerten der Kantenmethode auf drei beschränkt. Somit wurde eine akzeptable Rechenzeit der Optimierungsroutine erreicht. Die Startwerte der

Gaussparameter wurden empirisch bestimmt. Den Startwert für  $\bar{F}$  bildet in Anlehnung an Kujawa [Kuj95] der Mittelwert eines kleinen Gebietes um die nullte Raumfrequenz. Das Resultat einer Simulationsrechnung zur Bestimmung einer aliasingfreien MTF zeigt Abbildung 3.21 am Beispiel einer Messung mit der MSC794. Das Diagramm beinhaltet die Fouriertransformierte eines Leerbildes mit der dazugehörigen Aliasingimulation, jeweils dargestellt durch zirkular gemittelte Linienprofile. Das aus der Optimierung resultierende, aliasingfreie Spektrum ist zur Verdeutlichung des Aliasing-Einflusses ebenfalls eingezeichnet worden.



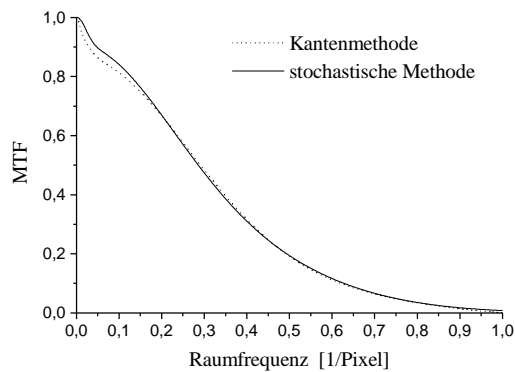
**Abb. 3.21:**

Simulation des Aliasing bei der stochastischen Methode zur Bestimmung der MTF am Beispiel der MSC794. Der Vergleich des Spektrums eines Leerbildes mit der Simulation durch zirkular gemittelte Linienprofile ist dargestellt. Die aus der Simulation resultierende, aliasingfreie Spektrumsfunktion verdeutlicht die nichtlineare Verzerrung durch das Aliasing.

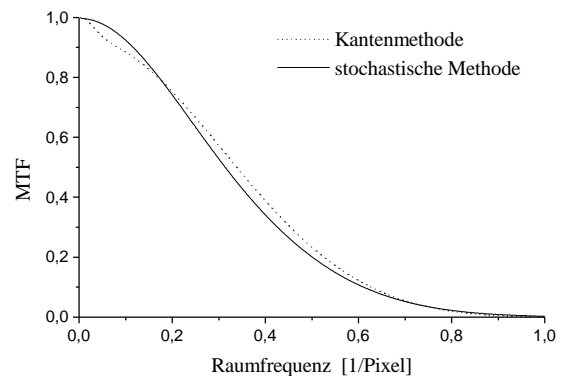
### Vergleich der aliasingfreien Modulationsübertragungsfunktionen

Ein Vergleich der durch Simulationen bestimmten aliasingkorrigierten Übertragungsfunktionen zeigt abschließend die Abbildung 3.22. Dabei werden jeweils die durch analytische Fouriertransformation der Modell-PSF bei der Kantenmethode berechnete MTF und die durch die Aliasingimulation der stochastischen Methode bestimmte MTF der drei untersuchten Kamerasysteme verglichen.

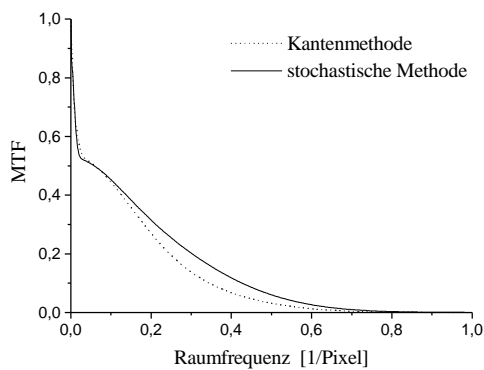
a)



b)



c)



**Abb. 3.22:**

Vergleich der aliasingfreien MTFs der drei untersuchten Kamerasysteme. Die Diagramme zeigen jeweils die aliasingfreien MTFs von Kantenmethode und stochastischer Methode. a) MSC794, b) BioCam, c) HS-SS.

Für die MSC794 liefern die Korrekturen bis auf den Bereich kleiner Raumfrequenzen einen nahezu identischen Verlauf der MTF. Es zeigt sich kein Unterschied der MTFs im Bereich der Nyquistfrequenz, wie er beim Vergleich der Kantenmethode und der stochastischen Methode ohne die Aliasing-Korrektur (Abb. 3.16a) festzustellen war. Die Ursache war also die unterschiedliche Verzerrung der MTFs durch Aliasing. Während bei der Kantenmethode eine Verdoppelung auftritt, ist der Effekt aufgrund der zirkularen Mittelung der zweidimensionalen Spektren bei der stochastischen Methode geringer. Bei der BioCam zeigt sich eine Abnahme der Diskrepanz zwischen der Kantenmethode und der stochastischen Methode nach der Korrektur des Aliasing (Abb. 3.16b). Das unterschiedliche Aliasing hat die Differenz der Ergebnisse der MTF-Bestimmung zusätzlich verstärkt.

Bei der HS-SS ist die Ursache des Unterschiedes der Ergebnisse schon diskutiert worden (Kap. 3.2.2.1). Die Korrektur des Aliasing hat bei der HS-SS im Gegensatz zur BioCam sogar die Diskrepanz zwischen den Meßmethoden noch weiter verstärkt.

Zusammenfassend ist zu sagen, daß eine direkte Analyse experimenteller Daten zur Bestimmung der Ortsauflösung elektronenoptischer Bildregistrieranlagen keine zufriedenstellenden Resultate liefert. Neben dem Problem des Rauschens der experimentellen Daten treten Verfälschungen der Ergebnisse durch die Überlappung der Spektren, dem Aliasing, auf. Simulationsverfahren bilden bei der Kantenmethode und bei der stochastischen Methode ein probates Mittel, diese Schwierigkeiten zu beseitigen. Vergleicht man die beiden Meßverfahren, so ist festzustellen, daß die Kantenmethode aufgrund der Anforderungen an die elektronenoptische Blende und deren Justage eine wesentlich größere Anzahl möglicher Fehlerquellen besitzt. Die mit der Aliasing-Korrektur erweiterte stochastische Methode wird deshalb als Verfahren zur Bestimmung der Ortsauflösung einer elektronenoptischen CCD-Bildregistrieranlage favorisiert.

## 3.3 Rauschverhalten des Systems

### 3.3.1 Theoretische Beschreibung der Detection Quantum Efficiency

Der ausführlich diskutierte Begriff der Ortsauflösung ist eine aus der Lichtoptik sehr vertraute Größe und stellt ein Maß dar, ob ein Bilddetail durch das jeweilige System korrekt aufgezeichnet werden kann. Ein Aspekt, der bei dieser Begrifflichkeit vollständig vernachlässigt wird, ist der Kontrast, der das Verhältnis der Intensität des Objektdetails zu der mittleren Intensität der Umgebung beschreibt. Er ist ein Maß für die Wahrnehmbarkeit eines Bilddetails.

Ein elektronenoptisches Bild gibt die örtliche Änderung der Ladungsdichteverteilung der eingefallenen Elektronen wieder. Der Kontrast  $C$  eines solchen Bildes kann als das Verhältnis der durch das Objekt verursachten lateralen Änderung der Ladungsdichteverteilung  $\Delta N$  zur mittleren Ladungsdichteverteilung  $N$  definiert werden. Die Bestimmung der mittleren Ladungsdichteverteilung ist aufgrund der Stochastik in elektronenoptischen Bildern mit einer Unsicherheit behaftet, die der Poisson-Statistik genügt. Der Kontrast wird entscheidend vom Signal-zu-Rausch-Verhältnis (signal-to-noise ratio, SNR) beeinflusst. Diesen fundamentalen Zusammenhang beschreibt die Gleichung

$$C^2 = \frac{SNR^2}{D\Delta^2} \quad (3.18)$$

mit der Elektronendosis  $D$  und der Kantenlänge  $\Delta$  eines quadratischen Bilddetails. Sie wurde bereits 1948 von Rose [Ros48] allgemeingültig für Poissonrauschen aufgestellt. Die minimale Kantenlänge eines Bilddetails entspricht einem Bildpunkt des Aufzeichnungssystems. Bei einer CCD-Bildregistrieranlage ist  $\Delta$  die Kantenlänge eines Pixels. Die Gleichung 3.18 zeigt die Proportionalität zwischen dem Kontrast und dem SNR eines Bildes. Bei der Betrachtung des Rauschens eines aufgezeichneten elektronenoptischen Bildes muß aber nicht nur das Poisson-Rauschen des Elektronenstroms berücksichtigt werden, sondern auch der Einfluß der Registrieranlage. Ein quantitatives Maß für die dem Bild durch den Detektionsprozeß zugefügten

Rauschanteile liefert die DQE (detection quantum efficiency), die für ein lineares System definiert ist als

$$DQE = \frac{SNR_{out}^2}{SNR_{in}^2} . \quad (3.19)$$

Die DQE gibt das Verhältnis zwischen den Quadraten der SNRs am Ein- und Ausgang des Detektors an. Dieses Konzept ist von Rose [Ros46] eingeführt worden als quantitativer Parameter zum Vergleich verschiedener Quantendetektionssysteme. Die Sensitivität eines Detektors stellt kein ausreichendes Kriterium dar, weil das Rauschen der Bilder durch diesen Parameter nicht erfaßt wird. Ein Übersichtsartikel von Jones zeigt die Funktionalität des Konzepts der DQE im Bereich der Lichtdetektoren wie Photomaterialien, Photozellen, TV-Kameras und sogar dem menschlichen Auge [Jon59]. Das menschliche Auge hat nach Jones z.B. einen DQE-Wert von 0.01. Für die Elektronenmikroskopie liefern Herrmann und Krahel eine ausführliche Beschreibung der Charakterisierung von elektronischen Bildregistrieranlagen mittels der DQE [Her84].

### ***3.3.2 Meßverfahren der Detection Quantum Efficiency***

Die Bestimmung der DQE scheint nach der Definitionsgleichung in der Elektronenmikroskopie problemlos zu sein. Wird als Eingangsbild wie bei der stochastischen Methode zur Bestimmung der Ortsauflösung ein Leerbild ("weißes Rauschen") verwendet, so unterliegt das Signal der Poissonstatistik und liefert

$$SNR_{in}^2 = \frac{N^2}{\text{var } N} = N \quad (3.20)$$

für das Eingangssignal des Kamerasystems. Das  $SNR_{in}$  kann somit unter Berücksichtigung der Sensitivität des jeweiligen Systems (siehe Tab. 3.1 in Kapitel 3.1) direkt aus dem Mittelwert des registrierten Bildes berechnet werden. Ermittelt man also das  $SNR_{out}$  über den Mittelwert und die Varianz des registrierten Bildes, sollte die DQE bestimmt sein. Die so erhaltenen DQE-Werte sind für die MSC794: 3.9, für die BioCam: 2.4 und für die HS-SS: 7.3.

Die Werte sind erstaunlicherweise alle größer als eins, welches einer irrealen Reduzierung des Rauschens durch das Detektorsystem entsprechen würde. Der Maximalwert der DQE ist per definitionem aber auf eins festgelegt. Der Maximalwert beschreibt den Fall, daß die Detektion ohne Addition irgendeiner Form von Rauschen erfolgt. Die Ursache dieser Diskrepanz liegt in der PSF der Bildregistrieranlage, die zu einer Korrelation der Einzeldetektoren (Pixel) und damit zu einer Mittelung führt, die die Statistik verfälscht. Die Definition der DQE setzt in der Form der Gleichung 3.19 aber eine Unabhängigkeit der Einzeldetektoren voraus. Die in dieser Form direkt ermittelte DQE ist deshalb nur eine "scheinbare" DQE. Im folgenden sollen verschiedene Methoden zur Korrektur des PSF-Einflusses und damit zur Bestimmung der "realen" DQE eines CCD-Kamerasystems diskutiert werden.

### 3.3.2.1 Entfaltung

Ein Lösungsansatz zur Entkoppelung der einzelnen Pixel leitet sich direkt aus den Ausführungen über die Ortsauflösung des Systems ab. Die bisher nur zur Überprüfung der Kantenmethode benutzte Entfaltung eines Bildes sollte eine Entkoppelung der Pixel eines Bildes bewirken, so daß die "reale" DQE bestimmt werden kann. Fehlerquellen stellen dabei allerdings additive signalunabhängige Rauschanteile (Dunkelstromrauschen, Ausleserauschen des CCD-Sensors) dar. Da diese Anteile bei der Aufzeichnung eines Bildes nicht von der PSF beeinflußt werden, führt eine Entfaltung mit der PSF zu Verfälschungen dieser Rauschanteile [Ros82]. Zur Analyse dieser Fehlerquellen wird die Fouriertransformierte eines Bildes mit signalunabhängigem Rauschanteil näher betrachtet. Die Fouriertransformierte kann geschrieben werden als

$$G_{mn} = F_{mn} MTF_{mn} + \Delta N_{mn} \quad ,$$

wobei  $\Delta N_{mn}$  die Fouriertransformierte des signalunabhängigen Rauschens beschreibt.

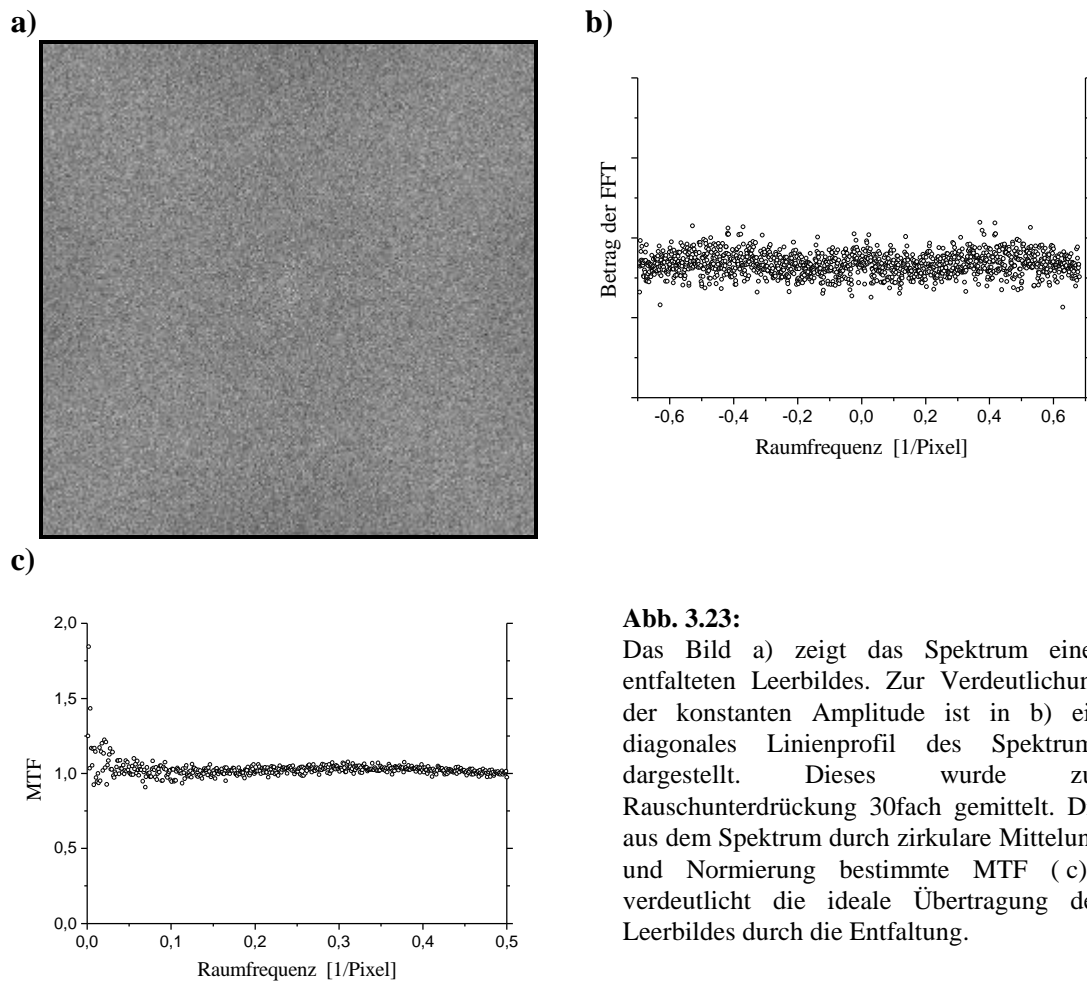
Die Entfaltung, im Fourierraum eine einfache Division, liefert somit

$$\frac{G_{mn}}{MTF_{mn}} = F_{mn} + \frac{\Delta N_{mn}}{MTF_{mn}} \quad .$$

Das eigentliche Eingangsbild ist mit einem durch die signalunabhängigen Rauschterme verursachten Term überlagert.

Im Bereich der Analyse von verrauschten Bildern sind verschiedene Restaurationsverfahren zur Reduzierung dieses Effektes (z.B. Wiener-Entfaltung [Ros82, Kap 7.3]) entwickelt worden, die aber zu nichtlinearen Verfälschungen der Daten führen. Dieses verhindert eine quantitative Auswertung der restaurierten Bilder. Gerade im Bereich von CCD-Kamerasystemen stellt die genaue Eingangsbildrekonstruktion ein aktuelles und interdisziplinäres Problem dar. So entwickelten Snyder u.a. [Sny93] bei der Rekonstruktion von Aufnahmen des Hubble Telescopes eine iterative, statistische Methodik zur Berücksichtigung der speziellen Eigenschaften eines CCD-Sensors (PSF, Konversionsrauschen, Ausleserauschen, Dunkelstromrauschen usw.). Aber auch dieses Verfahren ist nur im Bereich der qualitativen Analyse einzusetzen. Die Bestimmung der DQE erfordert aber eine quantitative Auswertung der Bilder.

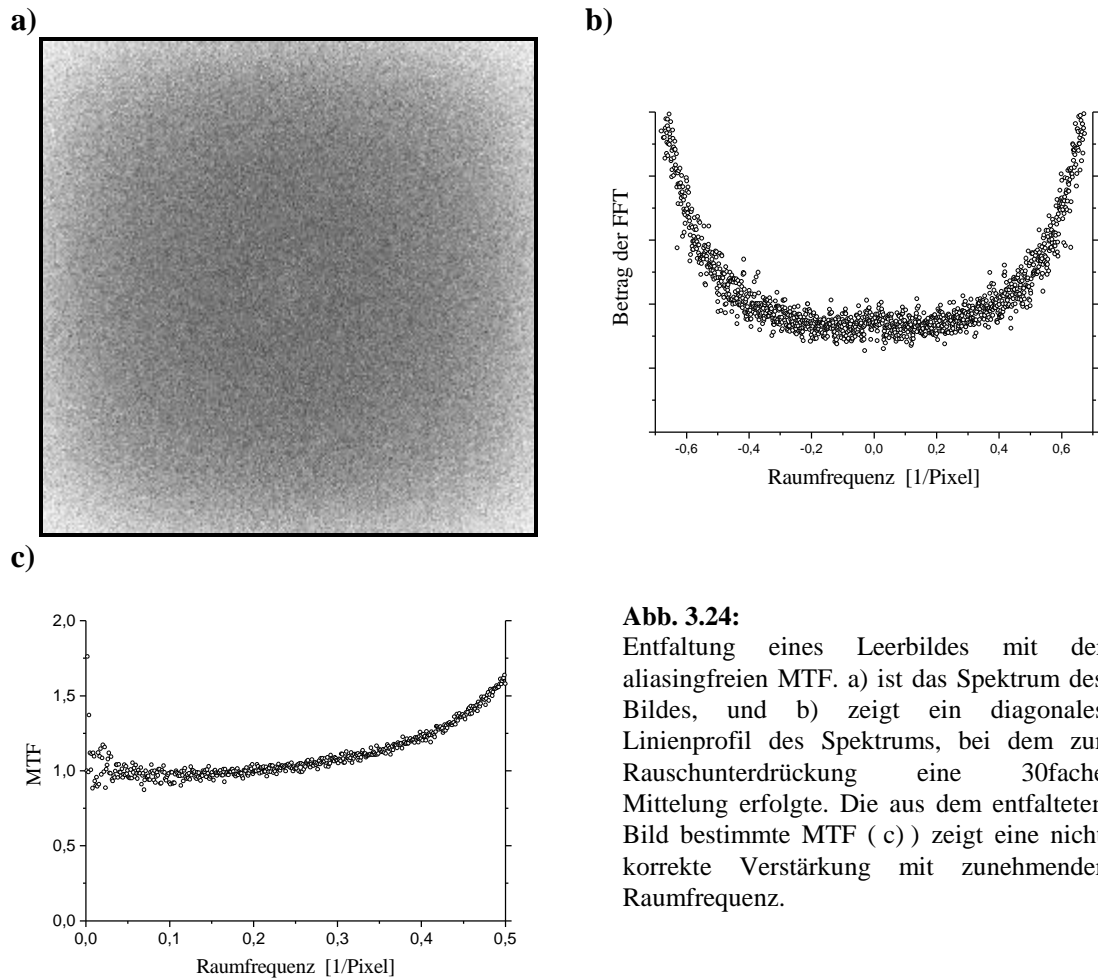
Im Bereich der quantitativen Analyse in der Elektronenmikroskopie liefert eine direkte Entfaltung mittels der MTF zuverlässige Ergebnisse, wenn der additive signalunabhängige Rauschanteil gering gehalten wird [Rui94]. Der Anwendungsbereich der Entfaltung beschränkt sich deshalb auf Bilder mit einer hohen Elektronendosis und kurzer Belichtungszeit. Die Korrektur der unterschiedlichen Dämpfung der Raumfrequenzen erzeugt dann unter der Vernachlässigung des geringen additiven Rauschens eine ideale Übertragung des Bildes. Die Übertragungsfunktion hat bei allen Raumfrequenzen den Wert eins. Das Spektrum eines entfalteten Leerbildes (weißes Rauschen) zeigt die Abbildung 3.23a. Ein diagonales Linienprofil des Spektrums bestätigt die Konstanz der mittleren Amplitude für die verschiedenen Raumfrequenzen (Abb. 3.23b). Die durch zirkuläre Mittelung bestimmte MTF hat einen konstanten mittleren Wert von eins (Abb. 3.23c). Zum Vergleich mit einem nicht entfaltenen Leerbild betrachte man die Abbildung 3.15 in Kapitel 3.2.2.2.



**Abb. 3.23:**

Das Bild a) zeigt das Spektrum eines entfalteten Leerbildes. Zur Verdeutlichung der konstanten Amplitude ist in b) ein diagonales Linienprofil des Spektrums dargestellt. Dieses wurde zur Rauschunterdrückung 30fach gemittelt. Die aus dem Spektrum durch zirkuläre Mittelung und Normierung bestimmte MTF (c)) verdeutlicht die ideale Übertragung des Leerbildes durch die Entfaltung.

Eine weitere Fehlerquelle bei der Entfaltung ist das Aliasing der MTF, welches bei den geringen Vergrößerungen bei der Aufzeichnung eines elektronenoptischen Bildes mit einer CCD-Bildregistrieranlage immer auftritt. Eine Entfaltung mit der aliasingfreien MTF würde die Raumfrequenzen bis zur Nyquistfrequenz eigentlich korrekt anheben, aber gleichzeitig die Artefakte durch Raumfrequenzen oberhalb der Nyquistfrequenz enorm verstärken. Die Übertragungsfunktion eines so entfalteten Bildes steigt bei wachsender Raumfrequenz auf Werte oberhalb von eins (Abb.3.24), was einer physikalisch unlogischen Verstärkung dieser Raumfrequenzen entspricht. Aufgrund dieser Resultate im Vergleich zu der Abbildung 3.23 ist die Entfaltung der Bilder mit der "aliased" MTF durchgeführt worden. Festzuhalten bleibt aber, daß die Entfaltung eines Bildes beim Auftreten von Aliasing immer fehlerbehaftet ist.



Durch eine Minimierung der diskutierten Fehler bei der Entfaltung eines registrierten, elektronenoptischen Bildes kann diese Methode trotzdem zur Bestimmung der DQE eingesetzt werden. Die Messung liefert für die MSC794 eine DQE von 0.65, für die BioCam eine DQE von 0.62 und für die HS-SS eine DQE von 0.1. Diese Werte sind alle kleiner als eins und stellen somit realistische Meßergebnisse dar. Das die Resultate nicht nur mit der Definition der DQE übereinstimmen, sondern auch wirklich die DQE der CCD-Kamerasysteme wiedergeben, wird durch einen Vergleich mit anderen Meßmethoden deutlich (Tab. 3.3 am Ende des Kapitels 3.3.2).

### 3.3.2.2 Korrelationsfaktor

Eine Variante der Berücksichtigung des PSF-Einflusses auf die DQE wurde von Ishizuka [Ish93] durch den "mixing factor" eingeführt. In dieser Arbeit wird der Kehrwert dieses Faktors verwendet und als Korrelationsfaktor bezeichnet. Zur Erklärung dieses Faktors soll zunächst in Gleichung 3.18 die Poisson-Statistik des Elektronenstroms berücksichtigt werden. Dieses liefert die Formel

$$DQE = \frac{\bar{I}_{out}^2 / \text{var}(I_{out})}{N} = S \frac{\bar{I}_{out}}{\text{var}(I_{out})} . \quad (3.21)$$

Der Parameter  $S$  ist die Sensitivität des Systems. Im folgenden wird der Einfluß der Korrelation der Pixel durch die PSF auf die Einzelparameter der Gleichung 3.21 untersucht. Aufgrund der Normierung der PSF sind der Mittelwert  $\bar{I}_{out}$  und die Sensitivität  $S$  unabhängig von der PSF. Der entscheidende Parameter ist die Varianz des Bildes. Die Varianz unter Einfluß der PSF-Mittelung kann mit Hilfe von Gleichung 3.4

$$\text{var}(g_{ij}) = \text{var}\left(\sum_{\mathbf{m}} f_{\mathbf{m}} PSF_{i-\mathbf{m},j-\mathbf{n}}\right) = \sum_{\mathbf{m}} \text{var}(f_{\mathbf{m}} PSF_{i-\mathbf{m},j-\mathbf{n}}) = \text{var}(f) \left[\sum_{\mathbf{m}} PSF_{\mathbf{m}}^2\right] = K \text{var}(f)$$

berechnet werden. Der vorletzte Schritt der Gleichungskette ist dabei vom weißen Rauschen eines Elektronenleerbildes abzuleiten. Das weiße Rauschen führt zu einer Unabhängigkeit der Varianzberechnung vom Ort, so daß dieser Term aus der Summe gezogen werden kann. Der Korrelationsfaktor  $K$  zur Beschreibung der PSF-Mittelung wird also definiert als

$$K = \sum_{\mathbf{m}} PSF_{\mathbf{m}}^2 = \frac{1}{N_{\text{Pixel}}} \sum_{\mathbf{m}} MTF_{\mathbf{m}}^2 . \quad (3.22)$$

Den letzten Gleichungsterm der Gleichung 3.22 liefert die Anwendung des Parsevalschen Theorems [Lük90] und zeigt den Bezug zur MTF des Systems. Da die ideale MTF über das gesamte Spektrum den konstanten Wert eins hat, folgt aus Gleichung 3.22, daß  $K$  den Maximalwert von eins nicht überschreiten kann. Voraussetzungen zur Definition dieses Faktors sollen hier nicht besprochen werden, da sie denen entsprechen, die im Kapitel 3.2.2.1 im Zusammenhang mit der Diskretisierung

der kontinuierlichen PSF behandelt worden sind. Des weiteren sind diese auch von Ishizuka [Ish93] beschrieben. Die Berechnung des Korrelationsfaktors K erfolgte im Gegensatz zur Entfaltung der Rauschbilder durch die Aliasing korrigierten MTFs, da die Raumfrequenzen oberhalb der Nyquistfrequenz einen erhöhten K-Wert (ca. 20% bei der MSC794 und BioCam) erzeugen und so die DQE-Werte fälschlicherweise erhöhen würden (siehe auch [Ish93]). Die bestimmten K-Werte der drei Kamerasysteme sind 0.2 für die MSC794, 0.22 für die BioCam und 0.06 für die HS-SS.

Die Berücksichtigung des Korrelationsfaktors bei der Bestimmung der DQE (Gl.3.21) ergibt

$$DQE = K S \frac{\bar{I}_{out}}{\text{var}(I_{out})} \quad (3.23)$$

und liefert anstelle der Entfaltung des Ausgangsbildes einen multiplikativen Faktor in der Bestimmungsgleichung der DQE. Die mit Hilfe des Korrelationsfaktors bestimmten DQE-Werte sind für die MSC794 0.72, für die BioCam 0.62 und für die HS-SS 0.32. Bei der MSC794 und der BioCam ist eine sehr gute Übereinstimmung mit den Werten der Entfaltung festzustellen. Der große Unterschied bei der HS-SS ist auf eine mangelhafte Entfaltung zurückzuführen (Tab. 3.3 am Ende des Kapitels 3.3.2).

### 3.3.2.3 Binning

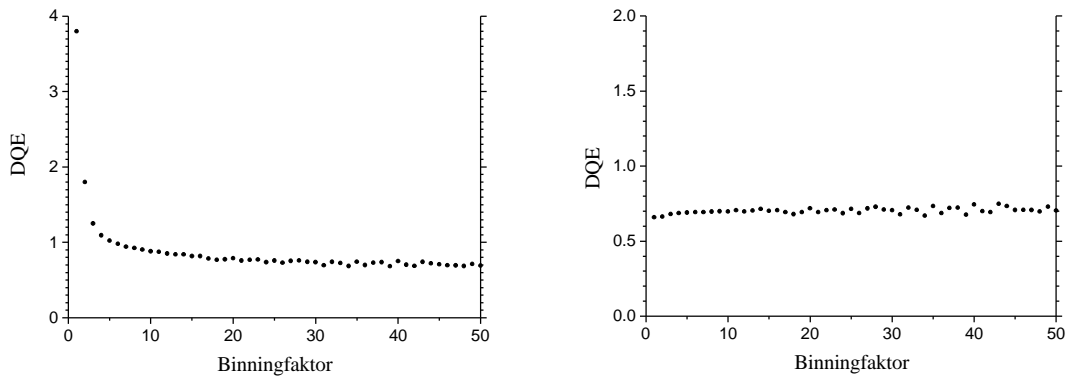
Ein großer Nachteil der bisher diskutierten DQE-Meßmethoden ist die erforderliche exakte Bestimmung der MTF, wobei die Berücksichtigung des Aliasing eine zusätzliche wichtige Rolle spielt. Meßfehler der MTF übertragen sich somit direkt auf die DQE-Werte. Betrachtet man die Definition der DQE, so setzt diese unabhängige Detektoren voraus, wobei allerdings keine Einschränkungen in bezug auf Form oder Größe erfolgen. Man kann also die Größe der Einzeldetektoren variieren. Die Zunahme der Detektorfläche würde zu einer Abnahme der Korrelation zwischen den Detektoren führen, weil die PSF nur noch am Rand der Detektoren einen Mittelungseffekt erzeugt. Eine CCD-Kamera bietet über die Funktion des "Binning" (Zusammenfassen von  $n \times n$  Pixeln) eine einfache Möglichkeit zur Realisierung einer Vergrößerung der Detektorfläche. Die Idee des sogenannten "Binningverfahrens" zur Bestimmung der "realen" DQE ist, den Einfluß der PSF auf die DQE mittels einer sukzessiven

Vergrößerung der Detektorfläche immer weiter zu reduzieren. Dazu werden in einem aufgezeichneten und standardkorrigierten Leerbild nachträglich die Flächen der Einzeldetektoren erhöht. Dieses geschieht durch eine Software-Routine, die jeweils  $b^2$  Pixel zu einem Detektor kombiniert.  $b$  wird dabei als Binningfaktor bezeichnet. Anschließend wird jeweils der Mittelwert und die Varianz des Bildes berechnet. Um aus den so bestimmten Werten die DQE des eigentlichen Systems zu erhalten, muß die Vergrößerung der Pixelfläche durch das Binning in Gleichung 3.21 berücksichtigt werden.

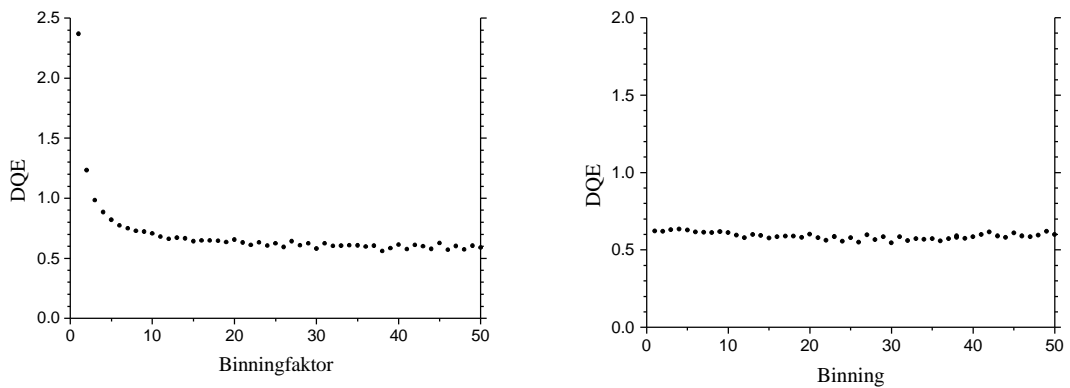
$$DQE(b) = \frac{S}{b^2} \frac{\bar{I}_{out}(b)}{\text{var}(I_{out}(b))} \quad (3.24)$$

Erste Meßergebnisse eines Binningverfahrens findet man bei Arii u.a. [Ari93], die trotz des Zusammenfassens der Pixel aber eine  $DQE > 1$  finden. Daß dieses einfache und unabhängige DQE-Bestimmungsverfahren zuverlässige Ergebnisse liefert, wird anhand der Messungen bei den drei Kamerasystemen deutlich (siehe auch [Hül98]). In den Diagrammen der Abbildung 3.25 links ist jeweils die DQE gegen den Binningfaktor aufgetragen. Alle Systeme zeigen ein deutliches asymptotisches Verhalten zu einem festen DQE-Wert mit wachsendem Binningfaktor, wodurch der verschwindende Einfluß der PSF verdeutlicht wird. Zur Überprüfung des Verfahrens ist die Routine zusätzlich auf die entfalteten Leerbilder angewandt worden (Abb.3.25 rechts). Hierbei wird einerseits das Binningverfahren durch denselben resultierenden DQE-Wert bestätigt. Andererseits zeigt die Konstanz der DQE die Unabhängigkeit der Pixel nach der Entfaltung und verifiziert die Entfaltung. Die durch das Binningverfahren ermittelten DQE-Werte der Systeme sind 0.7 für die MSC794, 0.6 für die BioCam und 0.25 für die HS-SS. Diese Werte sind zum Vergleich mit den anderen Meßmethoden auch in der Tabelle 3.3 am Ende des Kapitels 3.3.2 aufgeführt.

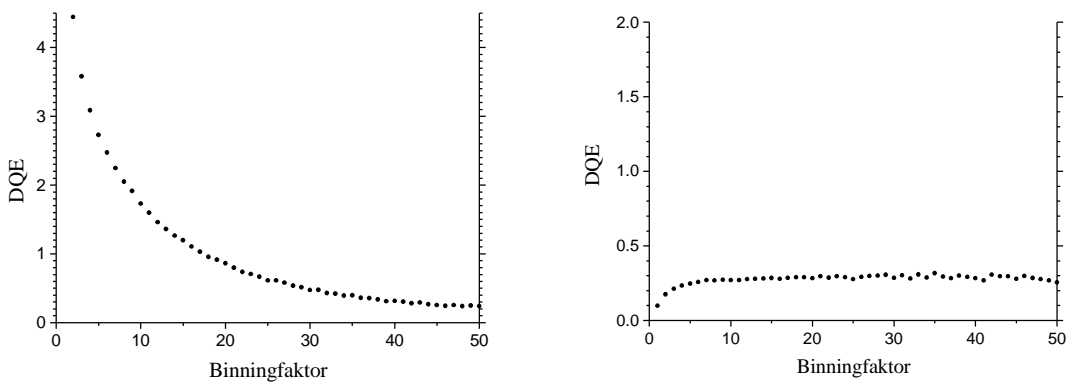
### MSC794:



### BioCam:



### HS-SS:



**Abb. 3.25:**

Bestimmung der DQE der drei untersuchten Kamerasysteme durch das Binningverfahren. Die immer weitere Vergrößerung der Detektorfläche durch ein Software-Binning reduziert den Einfluß der PSF bei der Ermittlung der DQE aus Leerbildern. Die Diagramme links zeigen jeweils die ermittelten DQEs in Abhängigkeit vom Binnigfaktor. Die Kurven zeigen alle ein asymptotisches Verhalten zu einem fixen DQE-Wert, wodurch das Verschwinden des PSF-Einflusses mit wachsender Detektorfläche bestätigt wird. Zur Überprüfung wird das Verfahren auf dieselben Bilder nach einer Entfaltung angewandt (rechts). Beachtet man die unterschiedliche Skalierung der Diagramme, so wird deutlich, daß die Entfaltung jeweils denselben DQE-Wert liefert. Die durchgehende Konstanz der DQE-Werte zeigt zusätzlich die Unabhängigkeit der Pixel durch die Entfaltung.

### 3.3.2.4 Einzelparameter

Die bisher vorgestellten DQE-Meßverfahren über die Entfaltung, die Berücksichtigung des Korrelationsfaktors und das Binningverfahren behandeln jeweils das Kamerasystem als "Black Box", genauere Kenntnisse über Einzelkomponenten des Abbildungsverfahrens werden nicht benötigt. Bestimmt werden immer nur die Signale am Ein- und Ausgang des Systems. Des weiteren wurde angenommen, daß die DQE konstant ist und das jeweilige System eindeutig charakterisiert. Genauere - noch folgende - Untersuchungen zeigen aber eine Abhängigkeit der DQE von der PE-Dosis und der Belichtungszeit der Bilder. Die bisherigen Verfahren geben jeweils nur den Maximalwert der DQE an, der für den Bereich mittlerer Intensitäten und kurzer Belichtungszeiten einen guten Näherungswert darstellt. Die DQE eines Systems wird deshalb oft nur durch diesen Maximalwert angegeben.

Zur Analyse der Abhängigkeiten des DQE-Wertes ist es notwendig, die Einzelprozesse und deren Einfluß auf das Rauschverhalten zu betrachten. Die Komponenten einer Bildregistrieranlage sind im Kapitel 2.3.1 ausführlich erläutert worden und werden hier in eine theoretische Beschreibung der DQE eingehen. Die Einzelprozesse stellen im Gegensatz zu den bisherigen Betrachtungen der Kamerasysteme eine Hintereinanderschaltung von Übertragungen dar, eine sogenannte Übertragungskette. Als erstes wird die Entstehung des mittleren Ausgangssignals durch eine solche Übertragungskette analysiert (siehe Abb.2.5). Dieses kann durch das Produkt der Verstärkungen der einzelnen Stufen berechnet werden.

$$\bar{I}_{out} = G \left( N \bar{n}_{ph} \mathbf{h}_F \mathbf{h}_{CCD} \right) = G \left( N \bar{n}_e \right) \quad (3.25)$$

mit der Digitalisierungsrate  $G$  der "well"-Elektronen in DN,

der mittleren Anzahl  $N$  der einfallenden Elektronen,

der mittleren Anzahl  $\bar{n}_{ph}$  der erzeugten Photonen pro einfallendem Elektron,

dem Wirkungsgrad  $\mathbf{h}_F$  der Faseroptik (z.B. 10% [Kri93]),

dem Wirkungsgrad  $\mathbf{h}_{CCD}$  des CCD-Sensors (z.B. 30% [Kri93]) und

der mittleren Anzahl  $\bar{n}_e$  der "well"-Elektronen pro PE im CCD.

Die Berechnung der Varianz einer Übertragungskette erfolgt mit Hilfe von Breitenbergers Varianztheorem [Bre55], wobei zu den signalabhängigen Termen, die in Gleichung 3.25 enthalten sind, noch ein signalunabhängiger Rauschterm des CCD-Sensors (Auslese- und Dunkelstromrauschen) berücksichtigt werden muß. Eine explizite Beschreibung der ausführlichen Berechnung der Varianz ist bei Kujawa [Kuj95] oder Liu [Liu92] zu finden, weshalb an dieser Stelle darauf verzichtet wird. Hier wird nur eine vollständige DQE-Gleichung zur weiteren Analyse aufgeführt

$$DQE = \left[ 1 + \frac{\text{var } n_{ph}}{\bar{n}_{ph}^2} + \frac{1 - \mathbf{h}_F \mathbf{h}_{CCD}}{\bar{n}_e} + \frac{1}{N} \frac{(n_r^2 + dt)}{\bar{n}_e^2} \right]^{-1} \quad (3.26)$$

mit der Standardabweichung  $n_r$  des Ausleserauschens und dem Produkt  $dt$  aus der Dunkelstromrate  $d$  und der Belichtungszeit  $t$ . Die Werte von  $n_r$  und  $d$  sind auf "well"-Elektronen bezogen. Die Gleichung 3.26 ist eine Kombination der Gleichung 3.25 und dem Ergebnis der Varianzberechnung nach Breitenberger.

In der Gleichung 3.26 ist die Voraussetzung enthalten, daß das durch ein PE produzierte Photonenpaket auf die Fläche eines Pixels beschränkt ist, also die Pixel unabhängig voneinander sind. Die theoretische Beschreibung der DQE durch die Gleichung 3.26 zeigt aber schon einige grundlegende Eigenschaften des Rauschverhaltens von CCD-Bildregistrieranlagen. Die DQE ist abhängig von zwei variablen Parametern, der PE-Dosis  $N$  und der Belichtungszeit  $t$  der Aufnahme. Die beiden Parameter sind im letzten Summanden enthalten, der das signalunabhängige Rauschen beschreibt. Die Kombination einer hohen Elektronendosis und einer kurzen Belichtungszeit minimieren diesen letzten Term, so daß dieser nicht mehr berücksichtigt werden muß. Dieses führt zum Maximalwert der DQE und ist im Zusammenhang mit dem störenden, signalunabhängigen Rauschterm bei der Entfaltung von Bildern schon ausgenutzt worden. Der dritte Summand berücksichtigt die Übertragung von Szintillator bis CCD-Sensor, wobei das Produkt der beiden Wirkungsgrade  $\mathbf{h}_F$  und  $\mathbf{h}_{CCD}$  im allgemeinen zu vernachlässigen ist (vgl. Angaben zu Gl. 3.25). Der Term kann deshalb auch als das Rauschen der Photonen-"well"-Elektronen-Konvertierung betrachtet werden. Der zweite Summand in Gleichung beschreibt die Statistik der Elektronen-Photonen-Konvertierung im Szintillator.

Wie Liu in seiner Dissertation [Liu92] zeigt, sind die Messungen der einzelnen Parameter der Gleichung 3.26 am vollständigen System nicht durchzuführen. In dieser Arbeit wird z.B. die Statistik der Elektronen-Photonen-Konvertierung über die Impulshöhenverteilung des Szintillators für Einzelelektronensignale [Her84] bestimmt. Dies geschieht dort mittels eines speziellen experimentellen Aufbaus, in den nur der Szintillator des Systems integriert ist. Um auch am kompletten Bildregistrierungssystem eine analytische DQE-Gleichung bestimmen zu können, entwickelte de Ruijter [Rui95] eine Methodik, die Parameter aus Gleichung 3.26 mittels aufgezeichneter Bilder zu messen. Dieses Verfahren stützt sich dabei teilweise auf Vorschläge von Ishizuka [Ish93].

Das Bestimmungsverfahren am Gesamtsystem beruht immer auf dem Einfluß des Einzelparameters auf die Statistik von Bildern. Dieses soll durch eine kurze Erläuterung der Meßmethoden der einzelnen Parameter verdeutlicht werden:

### **Die mittlere "well"-Elektronenzahl $\bar{n}_e$ pro PE**

Die Bestimmung dieses Parameters nutzt die Poisson-Statistik von thermisch erzeugten Elektron-Loch-Paaren im CCD-Sensor. Die Abweichung der Statistik eines aufgezeichneten Dunkelstroms von dieser Poissonverteilung kann bei Berücksichtigung der Sensitivität  $S$  des Systems zur Bestimmung der mittleren Anzahl  $\bar{n}_e$  der "well"-Elektronen pro PE verwendet werden.

$$\bar{n}_e = \frac{S \bar{I}_{cd}(t)}{\text{var}[I_{cd}(t)] - \text{var}[I_{cd}(0)]} ,$$

wobei die Bestimmung des exakten Mittelwertes des Dunkelstroms

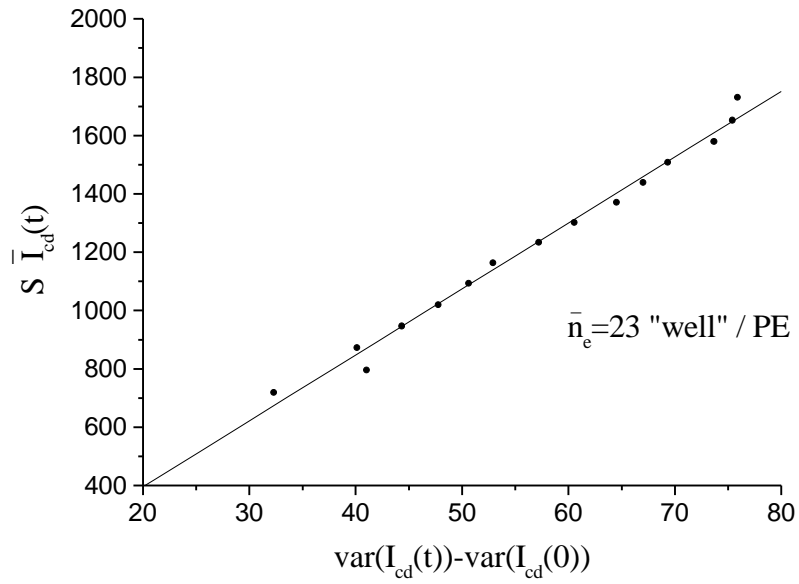
$$\bar{I}_{cd}(t) = \bar{I}_d(t) - \bar{I}_d(0)$$

eine Subtraktion des fixen Gleichstromoffsets  $\bar{I}_d(0)$  erfordert. Die Null steht dabei stellvertretend für eine minimale Belichtungszeit des Kamerasystems. Will man die Varianz des Dunkelstroms bestimmen, muß die Varianz des Ausleserausens

$\text{var}[I_{cd}(0)]$  berücksichtigt werden. Die Ermittlung der Varianzen der Rauschanteile muß zusätzlich jeweils durch ein Differenzbild

$$\text{var}[I_{cd}(t)] = \frac{1}{2} \text{var}[I_d^{(1)}(t) - I_d^{(2)}(t)]$$

geschehen, um lokale Unterschiede, wie sie durch bauliche Variationen der MOS-Kondensatoren des CCD-Sensors entstehen, zu eliminieren. Es werden deshalb für die Messung der mittleren Anzahl  $\bar{n}_e$  der "well"-Elektronen pro PE zwei Dunkelbilder mit einer langen Belichtungszeit zur Gewährleistung einer signifikanten Statistik und zwei mit einer minimalen Belichtungszeit benötigt. Zur Reduzierung des Meßfehlers wurde eine Reihe von Bildern bei verschiedenen Aufnahmezeiten registriert und  $\bar{n}_e$  durch lineare Regression der Daten bestimmt (Abb. 3.26). Für die MSC794 wurde so ein Wert von 23 "well"-Elektronen pro PE und für die HS-SS ein Wert von 220 "well"-Elektronen pro PE ermittelt. Diese Methode der  $\bar{n}_e$ -Bestimmung ist bei Kamerasystemen, die mit einer Technologie zur thermischen Rauschunterdrückung ausgestattet sind (z.B. Invertierung der Potentiale [Jan87]), nicht einzusetzen, da die Unterdrückung zu Verfälschungen führen würde. Der  $\bar{n}_e$ -Wert der BioCam von 180 "well"-Elektronen pro PE, die mit dieser Technologie ausgestattet ist, ist deshalb einem Zertifikat des CCD-Sensor-Herstellers [Pho98] entnommen worden.



**Abb. 3.26:**

Bestimmung des "well"-Elektronen zu Primärelektronen - Verhältnisses bei der MSC794. Eine genaue Beschreibung der dem Diagramm zugrundeliegenden Gleichung ist dem Text zu entnehmen.

### Die Dunkelstromrate d

Die Dunkelstromrate d kann aus einer Serie unkorrigierter Dunkelbilder durch lineare Regression gewonnen werden, wie es bei der Beschreibung der Bildregistriersysteme schon demonstriert wurde (Abb.2.8). Abweichend von Gleichung 3.26 wird der Parameter allerdings auf PE bezogen und wird als D bezeichnet. Die MSC794 hat eine Dunkelstromrate D von 2.3, die BioCam von  $D = 0.3$  und die HS-SS von  $D = 5.2$ .

### Die Standardabweichung $n_r$ des Ausleserauschens

Die Varianz des Ausleserauschens kann durch ein korrigiertes Dunkelbild

$$R = \frac{1}{S^2} \left( \frac{1}{2} \text{var} \left( I_d^{(1)}(0) - I_d^{(2)}(0) \right) \right)$$

mit minimaler Belichtungszeit ermittelt werden, wobei der Parameter R (MSC794:  $R = 1.1$ , BioCam:  $R = 0.1$ , HS-SS:  $R = 0.1$ ) im Gegensatz zu  $n_r^2$  der Gleichung 3.26 wieder auf PE bezogen ist.

### Das Konvertierungsrauschen $\frac{\text{var } n_{ph}}{\bar{n}_{ph}^2}$ des Szintillators

Bei der DQE-Bestimmung durch ein Bild mit hoher PE-Dosis und kurzer Belichtungszeit ist die Statistik des Konvertierungsprozesses im Leuchtschirm der dominante Faktor, vorausgesetzt der Wert für  $\bar{n}_e$  ist nicht zu klein. Die Festlegung des Parameters, der von de Ruijter in Anlehnung an ein äquivalentes Problem als Fano-Rauschfaktor F [Fan47] bezeichnet wird, kann somit durch die Abweichung der Statistik eines Leerbildes von der Poisson-Verteilung der einfallenden Primärelektronen erfolgen. Dieser Ansatz zur Bestimmung des Fano-Faktors erfordert aber die Berücksichtigung des PSF-Einflusses auf die Statistik, da sonst die Resultate wie bei der direkten DQE-Bestimmung völlig verfälscht würden. Dazu bedient man sich der Korrelationsfaktor-Methode. Bei den Parametern  $\bar{n}_e$ , D und R hat die PSF keinen Einfluß, da diese durch die Aufzeichnung von Dunkelbildern ermittelt werden. Die Herleitung der Bestimmungsgleichung für F kann durch Gleichsetzen der DQE-Gleichungen 3.23 und 3.26 erfolgen, welches die Formel

$$\left(1 + \frac{\text{var } n_{ph}}{\bar{n}_{ph}^2}\right)^{-1} = mS \frac{\bar{I}_{out}}{\text{var}(I_{out})} \quad \Leftrightarrow \quad \text{var}(I_{out}) = mS \left(1 + \frac{\text{var } n_{ph}}{\bar{n}_{ph}^2}\right) \bar{I}_{out} \quad (3.27)$$

ergibt. Hierbei wurden die beiden letzten Summanden der Gleichung 3.26 näherungsweise gleich null gesetzt. Die Verfälschung der Statistik durch die erforderliche Standardbildkorrektur des Leerbildes (Kap. 2.3.3) ist mit der Gleichung 3.27 noch nicht erfaßt worden. Erfolgt die Verstärkungskorrektur durch ein Referenzbild, welches unter exakt den gleichen Aufnahmebedingungen wie das eigentliche Leerbild registriert wurde, kann die Varianz des korrigierten Leerbildes mittels Fehlerfortpflanzung berechnet werden. Der Einfluß der Dunkelbildkorrektur kann aufgrund des minimalen Dunkelstromanteils (s.o.) vernachlässigt werden. Die Berechnung liefert eine Verdoppelung der Varianz des Leerbildes durch die Korrektur. Die Bestimmungsgleichung für das Konvertierungsrauschen bzw. den Fano-Rauschfaktor kann somit aus Gleichung 3.27 abgeleitet werden und lautet

$$F = \frac{\text{var } n_{ph}}{\bar{n}_{ph}^2} = \frac{\text{var}(I_{out})}{2mS\bar{I}_{out}} - 1 \quad .$$

Die Resultate der Messungen des Fano-Faktors  $F$  sind 0.23 für die MSC794, 0.47 für die BioCam und 2.0 für die HS-SS.

Nach dem beschriebenen Verfahren sind somit alle Parameter der DQE-Gleichung 3.26 durch die statistische Analyse von Bildern erfaßt worden. Die Bilder können dabei alle direkt mit der CCD-Bildregistrieranlage aufgezeichnet werden. Die Resultate der Einzelparameter-Bestimmungen sind zusammenfassend noch einmal in der Tabelle 3.2 aufgeführt. Das Einsetzen der Einzelparameter D,R,F in die Gleichung 3.26 liefert eine etwas andere, adäquate DQE-Formulierung

$$DQE(N,t) = \left[ 1 + F + \frac{1}{\bar{n}_e} + \frac{R + Dt}{N} \right]^{-1} \quad . \quad (3.28)$$

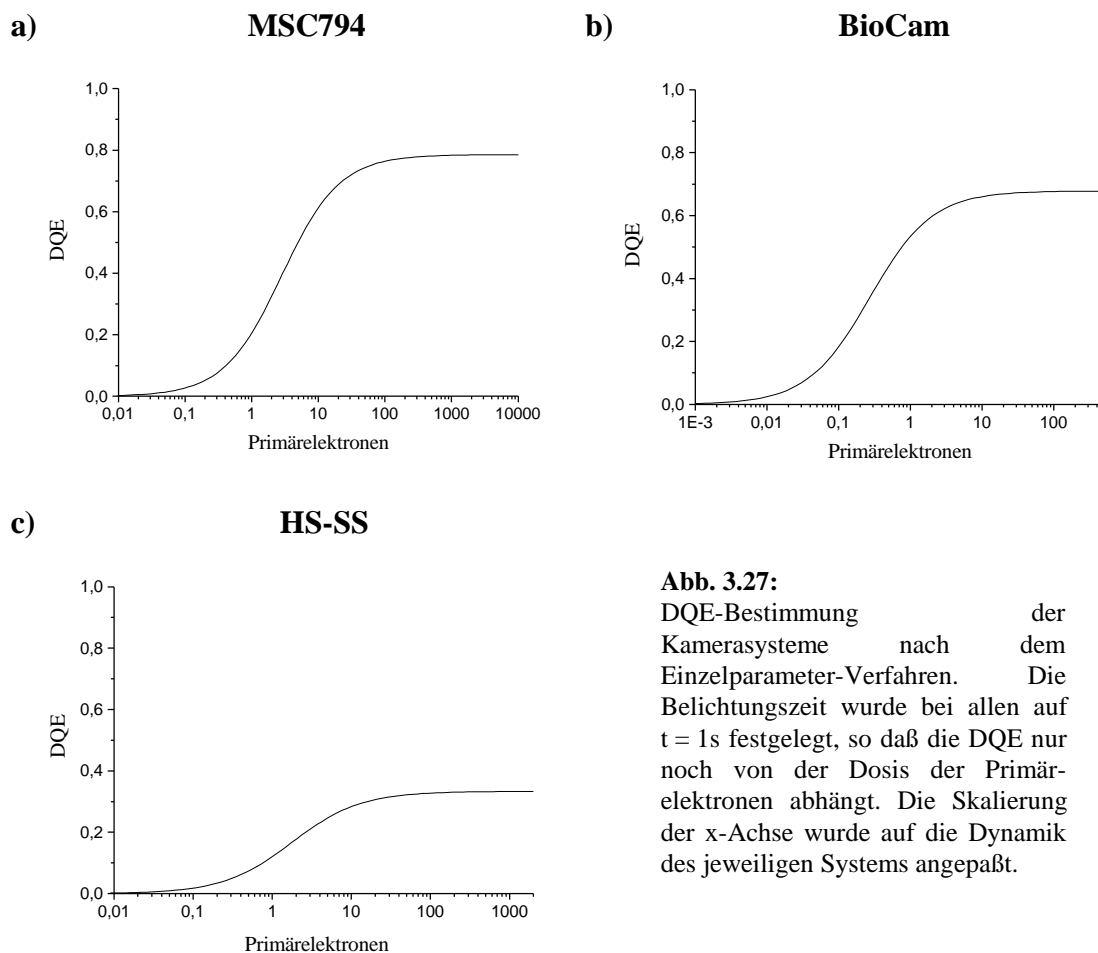
Daß die DQE kein konstanter Wert ist, sondern eine Funktion mit den Variablen PE-Dosis  $N$  und Belichtungszeit  $t$ , wird in dieser Gleichung einmal explizit durch die Bezeichnung  $DQE(N,t)$  verdeutlicht.

**Tabelle 3.2:** Auflistung der Einzelparameter der drei untersuchten Kamerasysteme

	<b>MSC794</b>	<b>BioCam</b>	<b>HS-SS</b>
S	1.0	8.2	7.7
K	0.2	0.22	0.06
F	0.23	0.47	2.0
$\bar{n}_e$	23	180	220
D	2.3	0.3	5.2 <sup>1</sup>
R	1.1	0.1	0.1

<sup>1</sup> Der bei der Vermessung der HS-SS in Heidelberg erfaßte Wert stellte sich durch spätere Vergleichsmessungen ( $D \approx 1.8$ ) als überhöht heraus, obwohl er auch durch lineare Regression der Werte einer Serie von 20 Bildern ermittelt wurde. Der erhöhte Dunkelstrom ist wahrscheinlich auf eine unzureichende Kühlung des CCD-Sensors zurückzuführen, wofür es bei dem System bisher noch keine Kontrollfunktion gibt.

Die aus dem Einsetzen der Einzelparameter in die Gleichung 3.28 resultierenden DQEs für die verschiedenen Kamerasysteme zeigt Abbildung 3.27. Die Belichtungszeit wurde dabei äquivalent zu den schon diskutierten DQE-Messungen auf  $t = 1\text{ s}$  festgelegt. Somit kann die DQE als zweidimensionales Diagramm in Abhängigkeit von der PE-Dosis aufgetragen werden. Zu beachten ist in der Abbildung 3.27 die unterschiedliche Skalierung der x-Achse in den Diagrammen, die auf die Dynamik des jeweiligen Systems angepaßt wurde.



**Abb. 3.27:** DQE-Bestimmung der Kamerasysteme nach dem Einzelparameter-Verfahren. Die Belichtungszeit wurde bei allen auf  $t = 1\text{ s}$  festgelegt, so daß die DQE nur noch von der Dosis der Primärelektronen abhängt. Die Skalierung der x-Achse wurde auf die Dynamik des jeweiligen Systems angepaßt.

Zum Vergleich mit den anderen DQE-Bestimmungsmethoden kann die DQE der drei Kamerasysteme jeweils für die entsprechende PE-Dosis berechnet werden. Dieses ergibt DQE-Werte von 0.75 für die MSC794, 0.68 für die BioCam und 0.32 für die HS-SS. Die Ergebnisse sind unter der Bezeichnung "Einzelparameter" in der Tabelle 3.3 zu finden und zeigen eine gute Übereinstimmung mit den anderen Meßverfahren.

**Tabelle 3.3:** DQE-Werte der Kamerasysteme bestimmt durch verschiedene Methoden

	<b>MSC794</b>	<b>BioCam</b>	<b>HS-SS</b>
Scheinbare DQE	3.9	2.4	7.3
DQE nach Entfaltung der Bilder (Gl. 3.19)	0.65	0.62	0.1 (0.24) <sup>1</sup>
DQE unter Berücksichtigung des Mischfaktors (Gl. 3.23)	0.72	0.62	0.32
DQE nach Binning der Bilder (Gl. 3.24)	0.7	0.6	0.25
DQE bestimmt über die Einzelparameter (Gl. 3.28)	0.75	0.68	0.32
PE-Dosis	1500	300	300

<sup>1</sup> Aufgrund der relativ starken Abweichung des DQE-Wertes wurde später eine zusätzliche Kontrollmessung (PE-Dosis = 700) durchgeführt, die eine wesentlich bessere Übereinstimmung mit den Ergebnissen der anderen Verfahren liefert. Die Entfaltungen der Bilder erfolgten jeweils mit der stochastisch bestimmten MTF.

Zusammenfassend ist festzustellen, daß ein Vergleich der verschiedenen DQE-Meßmethoden eine gute Übereinstimmung der Ergebnisse (Tab. 3.3) liefert. Bei den Verfahren zur Bestimmung eines Wertes für eine entsprechende PE-Dosis und Belichtungszeit ist das Binningverfahren hervorzuheben. Es erfordert keine Kenntnis der Ortsauflösung und stellt somit eine ideale Testroutine für den Standardanwender von CCD-Bildregistrieranlagen in der Elektronenmikroskopie dar. Im Bereich geringer Elektronendosen und / oder langer Belichtungszeiten ist die DQE-Bestimmung nach der Einzelparameter-Methode zu favorisieren. Die analytische Gleichung ermöglicht eine Ermittlung der DQE vor der eigentlichen Messung, wodurch die Aufnahmebedingungen optimiert werden können.

### 3.3.3 Einfluß der Bildkorrektur auf die DQE

Die theoretische Beschreibung durch die Gleichung 3.28 liefert einen Ausdruck zur Berechnung der DQE für bestimmte Aufnahmebedingungen  $(N, t)$ . Es fehlt aber eine allgemeine Berücksichtigung der Standardbildkorrektur (Kap. 2.3.3). Die Korrektur ist ausschließlich bei der Bestimmung des Fano-Faktors berücksichtigt worden. Ansätze zur Integration der Bildkorrektur in die DQE-Berechnung sind bei Ishizuka [Ish93] zu finden, der eine Verdoppelung von Auslese- und Dunkelstromrauschen durch die zwei unabhängigen Messungen bei der Dunkelstromkorrektur einbezieht. Die Verstärkungskorrektur der Bilder ergibt nach Zuo [Zuo96] einen zusätzlichen PE-abhängigen linearen Term, der durch das in den Verstärkungskorrekturbildern enthaltene Rauschen entsteht. Die Berücksichtigung dieser Einflüsse in der Gleichung 3.28 liefert

$$DQE = \left[ 1 + F + \frac{1}{\bar{n}_e} + 2 \left( \frac{R + Dt}{N} \right) + \Delta G N \right]^{-1} \quad (3.29)$$

für die DQE eines Bildes, welches standardbildkorrigiert wurde. Der Faktor  $\Delta G$  des linearen Terms ist die Varianz des Rauschens im Verstärkungskorrekturbild (Leerbild) und sollte aus der Differenz zweier Verstärkungsreferenzbilder bestimmt werden können. Resultate entsprechender Messungen, die alle bei einer mittleren Dosis von ca. 8000 DN erfolgten, zeigten aber große Abweichungen (bis zu 50%), weshalb hier keine konkreten Meßwerte für den linearen Term der drei Kamerasysteme angegeben werden. Um die Formel 3.29 zu verifizieren, wurden Messungen der DQE mittels des Korrelationsfaktor-Verfahrens für eine Reihe verschiedener PE-Dosen und einer konstanten Belichtungszeit  $t = 1\text{ s}$  durchgeführt. Die registrierten Leerbilder wurden dabei standardbildkorrigiert. Ein Fit der erhaltenen Meßwerte mit der Gleichung 3.29 sollte die gleichen Einzelparameter liefern wie die Einzelparametermessungen nach der Methode von de Ruijter.

Diese Untersuchung wurde als erstes mit der MSC794 durchgeführt. Die Meßdaten der DQE-Bestimmung sind in der Abbildung 3.28a in Abhängigkeit von der PE-Dosis dargestellt. Diese wurden dann mit der zur Gleichung 3.29 äquivalenten Funktion

$$y = \left( A + \frac{B}{x} + Cx \right)^{-1} \quad (3.30)$$

gefittet. Dabei entspricht

$$A = 1 + F + \frac{1}{\bar{n}_e} \quad ,$$

$$B = 2(R + Dt) \quad ,$$

$$C = \Delta G \quad .$$

Berechnet man den Parameter A mit den Einzelparametern aus der Tabelle 3.2, liefert dieses einen Wert von  $A = 1.29$ , welcher sich nur gering von dem Fitparameter  $A = 1.27$  unterscheidet. Der Fitparameter  $B = 11.0$  zeigt im Gegensatz dazu einen relativ großen Unterschied zu dem Einzelparameterwert ( $B = 2(R+Dt) = 6.8$  ). Die Ursache dieser Abweichung ist eine erhöhte Dunkelstromrate ( $D = 4.4$ ) zum Zeitpunkt der Messung, wie sie durch eine nicht optimale Kühlung des Kamerasystems entstehen kann. Dieses wird durch eine weitere Messung, die zum selben Zeitpunkt erfolgte, noch bestätigt werden (Abb. 3.28b). Für den linearen Parameter C wurde eine Übereinstimmung im Rahmen der oben erwähnten, großen Meßunsicherheit gefunden.

Eine weitere Kontrollmessung erfolgte mit der HS-SS. Sie ist in der Abbildung 3.28c dargestellt und liefert ebenfalls eine sehr gute Übereinstimmung des Parameters  $A = 2.96$  der Fitfunktion mit dem durch die Einzelparameter berechneten Wert  $A = 3.0$ . Die Diskrepanz bei der Berechnung des Parameters  $B = 10.6$  durch die Werte der Tabelle 3.2 ist durch eine überhöhte Dunkelstromrate ( $D = 5.2$ ) zu erklären. Die Verwendung des auch in der Tabelle 3.2 aufgeführten korrigierten D-Wertes liefert einen Parameter  $B = 3.9$ , der eine wesentlich geringere Abweichung zum Fitparameter  $B = 2.9$  aufweist.

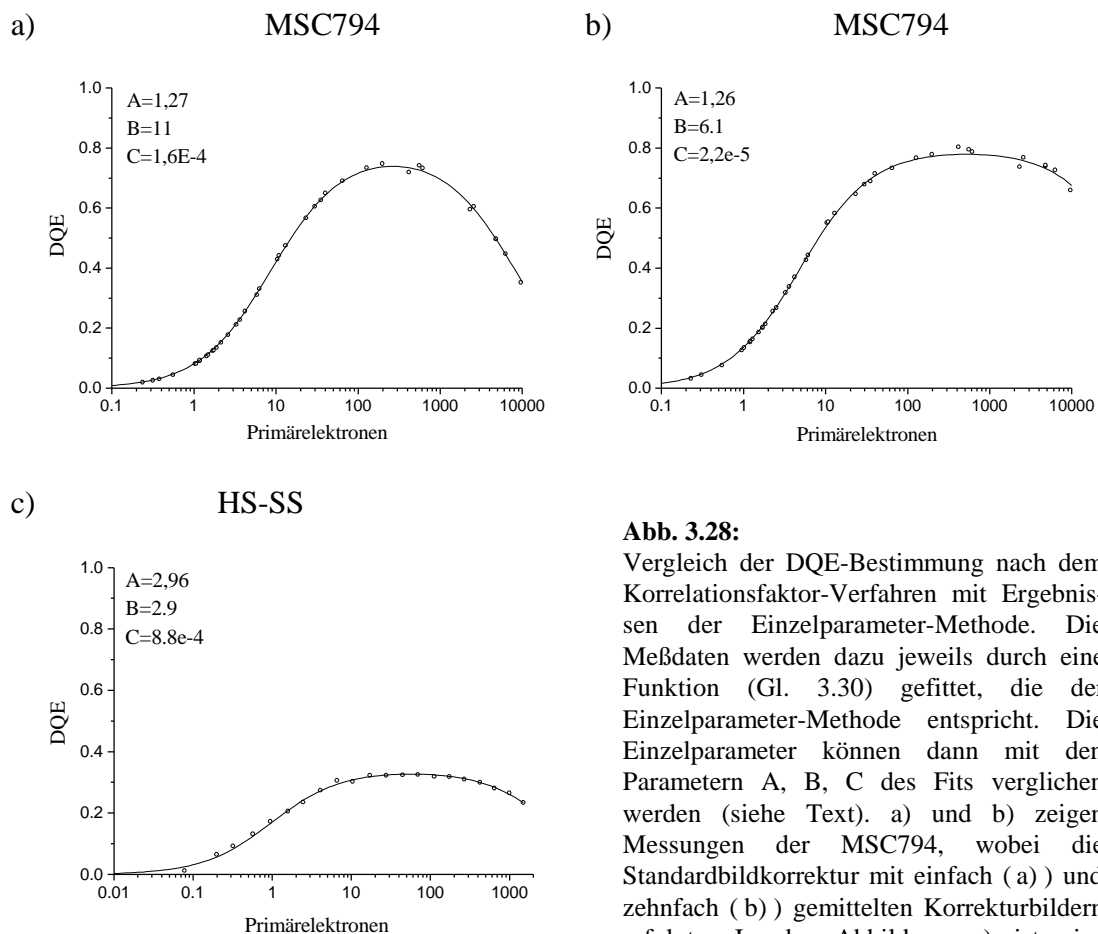
Beide Überprüfungen der Gleichung 3.29 liefern zufriedenstellende Ergebnisse im Vergleich mit den Einzelparameter-Werten. Sie zeigen aber auch, daß der Dunkelstrom ein bestimmender Faktor der DQE ist und eine regelmäßige Kontrolle der

Kameratemperatur beim Arbeiten mit einer CCD-Bildregistrieranlage unbedingt erforderlich ist. Dieser Einfluß wird bei längeren Belichtungszeiten noch wesentlich verstärkt.

Bei der Untersuchung des Einflusses der Standardbildkorrekturen auf die DQE ist festzustellen, daß eine Mittelung der Korrekturbilder den Effekt wesentlich verringern würde. Eine  $k$ -fache Mittelung führt zu der DQE-Gleichung

$$DQE = \left[ 1 + F + \frac{1}{\bar{n}_e} + \frac{k+1}{k} \left( \frac{R + Dt}{N} \right) + \frac{1}{k} \Delta G N \right]^{-1} . \quad (3.31)$$

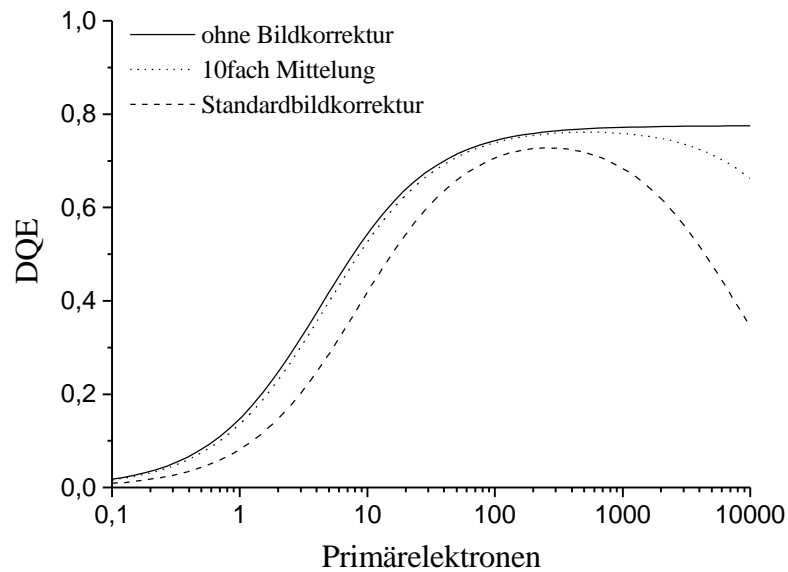
Auch diese Gleichung wurde mittels der Korrelationsfaktor-Methode überprüft. Dazu wurden die Leerbilder zur Bestimmung der DQE mit gemittelten Referenzbildern korrigiert. In Abbildung 3.28b sind die Resultate einer solchen DQE-Bestimmung bei der MSC794 aufgeführt, bei dem die Bildkorrektur durch zehnfach gemittelte Korrekturbilder erfolgte. Ein Fit durch die Meßdaten bestätigt exakt die Gleichung 3.31 und somit auch die Ergebnisse des Einzelparameter-Verfahrens. Die Messung erfolgte zum selben Zeitpunkt wie die Messungen mit den Standardreferenzbildern (Abb. 3.28a), und der Fitparameter B liefert mit der Gleichung 3.31 dieselbe Dunkelstromrate  $D = 4.4$ . Dies ist eine Bestätigung für die Annahme des erhöhten Dunkelstroms als Ursache für die Abweichung von dem Einzelparameter-Wert.



**Abb. 3.28:**

Vergleich der DQE-Bestimmung nach dem Korrelationsfaktor-Verfahren mit Ergebnissen der Einzelparameter-Methode. Die Meßdaten werden dazu jeweils durch eine Funktion (Gl. 3.30) gefittet, die der Einzelparameter-Methode entspricht. Die Einzelparameter können dann mit den Parametern A, B, C des Fits verglichen werden (siehe Text). a) und b) zeigen Messungen der MSC794, wobei die Standardbildkorrektur mit einfach (a) und zehnfach (b) gemittelten Korrekturbildern erfolgte. In der Abbildung c) ist eine Messung an der HS-SS mit ungemittelten Korrekturbildern dargestellt.

Das Ergebnis der Untersuchung des Bildkorrektureinflusses auf die DQE führt zu dem Problem der erforderlichen Anzahl der Mittelungen der Korrekturbilder bei der Aufzeichnung von Elektronenbildern mit einer CCD-Bildregistrieranlage. Zur Analyse des Mittelungsfaktors der Korrekturbilder wird als Beispiel die DQE der MSC794 untersucht. Vergleichend ist in der Abbildung 3.29 die DQE ohne Bildkorrektur (Gl. 3.28), mit einfacher Mittelung (Gl. 3.29) und zehnfacher Mittelung (Gl. 3.31) der Korrekturbilder dargestellt. Die Dunkelstromrate ist auf den Wert  $D=4.4$  gesetzt worden. Es zeigt sich, daß bei einer Belichtungszeit von  $t=1s$  eine zehnfache Mittelung der Korrekturbilder ausreicht, um den Einfluß auf die DQE im größten Teil des Dynamikbereichs des CCD-Kamerasystems vernachlässigen zu können.



**Abb. 3.29:**

Analyse der Bildkorrekturen auf den Verlauf der DQE am Beispiel der MSC794. Die Belichtungszeit wurde dabei auf  $t = 1\text{ s}$  festgelegt. Dargestellt ist die DQE ohne Korrektur, mit einer Bildkorrektur mit ungemittelten und 10fach gemittelten Korrekturbildern.

Die Untersuchungen der Bildkorrekturen im Zusammenhang mit der DQE eines Kamerasystems zeigen, daß mit Hilfe der Resultate der Einzelparameter-Methode die DQE eines Kamerasystems für der Registrierung von Bildern analytisch beschrieben werden kann. Die DQE kann also auch mit der Berücksichtigung der erforderlichen Korrekturen vor der eigentlichen Messung bestimmt werden.

Bzgl. der Bildkorrektur bei der Entfaltung, Korrelationsfaktor-Methode und Binningverfahren ist noch nachzutragen, daß diese mit zehnfach gemittelten Korrekturbildern erfolgten und deshalb der Einfluß der Korrektur zu vernachlässigen war. Dieses begründet auch nachträglich den Vergleich mit der Einzelparameter-Methode ohne Berücksichtigung der Bildkorrekturen.

### ***3.3.4 Raumfrequenzabhängige DQE***

Die Analyse des Rauschverhaltens durch die Einzelparameter-Methode berücksichtigt mit den Ausführungen des Kapitels 3.3.3 zwar den Einfluß der Bildkorrekturen, der Einfluß der PSF auf die Übertragungskette ist hierbei aber noch nicht ausreichend berücksichtigt worden. Es wurde nur die Verfälschung des Fano-Faktors durch die Korrelation von Pixeln - hervorgerufen durch die PSF - beachtet. Die Registrierung wurde trotzdem als eine Kette von reinen Verstärkungsprozessen angesehen. Dabei wird nicht erfaßt, welchen Einfluß der Streuprozess der Elektronen im Szintillator auf die gesamte Übertragungskette hat. Eine Beschreibung des Einflusses der PSF bei der Ermittlung des Rauschverhaltens eines Systems gibt die raumfrequenzabhängige DQE, die von Shaw [Sha63] unter dem Begriff "equivalent quantum efficiency" für einen photographischen Prozeß eingeführt wurde. Zur Analyse des PSF-Einflusses benötigt man eine zweidimensionale Funktion, die das Rauschen des Systems in lateraler Abhängigkeit beschreibt. Eine solche Funktion stellt die Autokorrelationsfunktion dar, die zur Bestimmung der MTF eines Systems bereits in Kapitel 3.2.2.2 verwendet wurde. Der Rauschanteil der ACF war dabei allerdings nur ein störender Faktor. Die Untersuchung der Frequenzabhängigkeit des Rauschverhaltens mit der ACF erfordert einen Wechsel in den Fourierraum und führt wieder zum Wiener-Spektrum eines Bildes (Gl. 3.14). In diesem Spektrum zeigt sich eine Dämpfung der Raumfrequenzen des Rauschens mit dem Quadrat der MTF. Fügt man diese Dämpfung in die DQE-Untersuchung ein, so ergibt sich

$$DQE(u, v) = DQE \cdot MTF^2(u, v)$$

als Formel für die frequenzabhängige DQE. Diese einfache Gleichung gilt aber nur exakt für weißes Rauschen, wie es bei der Bestimmung der Ortsauflösung angenommen wurde, und stellt deshalb nur eine Näherung des Rauschverhaltens dar. Diese einfache Frequenzabhängigkeit beschränkt sich aber auf Aufnahmeprozesse wie die Registrierung von Bildern mit Photomaterialien [Dai74].

Die Registrierung eines elektronenoptischen Bildes mit einer CCD-Bildregistrieranlage ist aber eine Abfolge verschiedener Verstärkungsprozesse. Deshalb muß bei der frequenzabhängigen DQE der laterale Streuprozess, die Streuung der Elektronen im

Szintillator, an geeigneter Stelle in die Übertragungskette eingefügt werden. Untersuchungen dieser Art sind am Beispiel von Röntgenbildaufnahmen durch eine Durchsichtleuchtschirm-Film-Kombination von Rabbani u.a. [Rab87] eingeführt worden. Sie stellen zuerst eine allgemeine Theorie der Hintereinanderschaltung von Verstärkungs- und Streuprozessen auf und analysieren anschließend anhand der Wiener-Spektren die resultierende DQE.

In der Elektronenmikroskopie wurde das Konzept der frequenzabhängigen DQE von de Ruijter u.a. [Rui93] eingeführt. Für das Rauschverhalten einer CCD-Bildregistrieranlage wird ein Modell verwendet, bei dem ein Streuprozess im Anschluß an den Verstärkungsprozeß im Szintillator (Fano-Rauschen) angenommen wird. Die Betrachtung der Wiener-Spektren liefert eine weitere Modifizierung der DQE-Gleichung 3.31

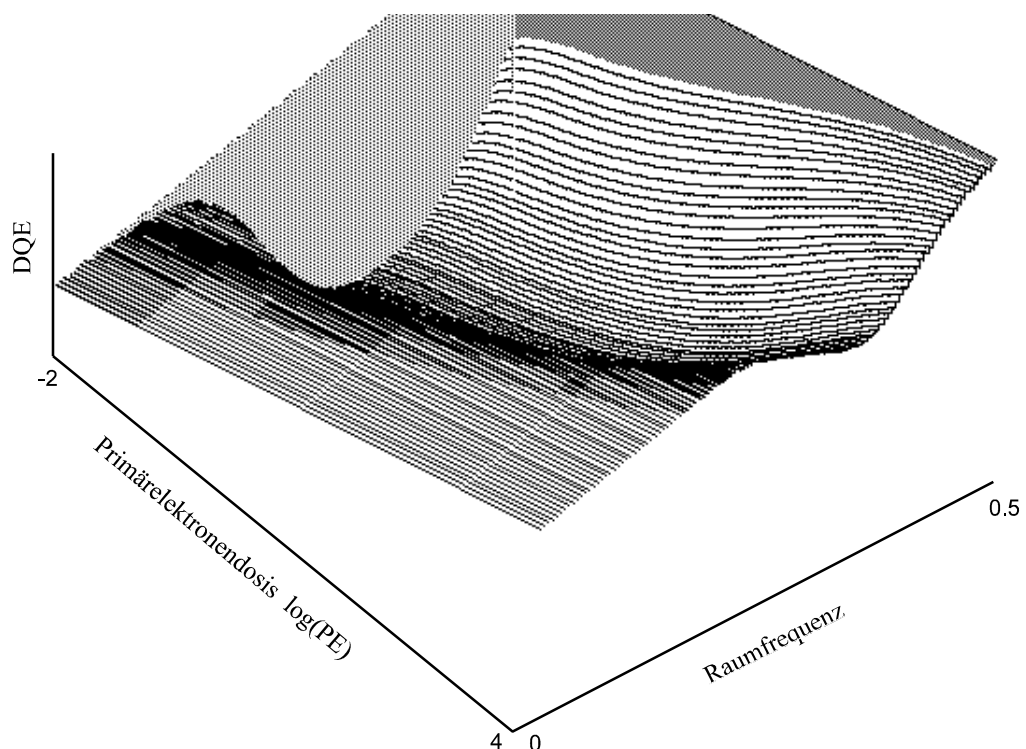
$$DQE(\mathbf{w}) = \left[ 1 + F + \frac{1}{MTF^2(\mathbf{w})} \left( \frac{1}{\bar{n}_e} + 2 \left( \frac{R + Dt}{N} \right) + \Delta G N \right) \right]^{-1},$$

wobei ein Mittelungsfaktor der Korrekturbilder  $k=1$  und eine rotationssymmetrische MTF angenommen wurden. Wird gleichzeitig noch eine konstante Belichtungszeit ( $t = 1s$ ) gewählt, kann diese Funktion in Abhängigkeit von  $\omega$  und  $N$  als dreidimensionales Diagramm dargestellt werden. Als Beispiel zeigt die Abbildung 3.30 die frequenzabhängige DQE der MSC794, in der deutlich der Zusammenhang zwischen PE-Dosis, Raumfrequenz und dem Wert der DQE zu erkennen ist.

Die Grundlagen der frequenzabhängigen DQE können elegant mit dem Konzept der sogenannten Quantensenke erklärt werden, die von Cunningham u.a. [Cun94] definiert wurde. Eine Quantensenke ist das Übertragungsglied mit der niedrigsten Anzahl an Quanten, welches damit auch das maximal zu erhaltende SNR des Ausgangssignals bestimmt. Bei der Analyse der DQE der nullten Raumfrequenz ist die Quantensenke aufgrund der großen Anzahl  $\bar{n}_e$  von "well"-Elektronen eigentlich immer gleich der Anzahl der einfallenden PE. Die Streuung der Photonen im Szintillator kann aber zu einer Verschiebung der Quantensenke führen, da nur die "well"-Elektronen, die in einer effektiven Fläche durch die Photonen generiert werden, zum Abbildungsprozeß beitragen. Die Größe der effektiven Fläche entspricht dabei der Größe des registrierten Objektdetails. Bei der Aufzeichnung kleiner Details (höhere Raumfrequenzen) reduziert

sich die DQE, da sich die effektive Fläche verringert. Dieses ist nicht zu verwechseln mit der Korrelation von Pixeln durch die PSF, welches zu einer Steigerung der DQE führt (Kap. 3.3.2). Das Konzept der Quantensenke betrachtet nur ein einfallendes Primärelektron und dessen Detektion durch das Kamerasystem. Neben dem Rauschen der Verstärkungs- und Streuprozesse kommt bei der CCD-Bildregistrieranlage noch das Auslese- und Dunkelstromrauschen hinzu, welches durch die Lage des Streuprozesses in der Übertragungskette auch frequenzabhängig wird.

Die raumfrequenzabhängige DQE liefert im Bereich sehr kleiner Strukturen (bezogen auf das Pixelmuster des CCD-Sensors entspricht dieses einzelnen Pixeln oder Pixelreihen) stark abweichende Ergebnisse zur frequenzunabhängigen DQE und muß deshalb bei der Untersuchung von Objektdetails, die sich nur über einzelne Pixel erstrecken, verwendet werden. Bei der Aufzeichnung größerer Strukturen und/ oder dem Binning von Pixeln kann die DQE der nullten Raumfrequenz als sehr gute Näherung der frequenzabhängigen DQE benutzt werden.



**Abb. 3.30:** Dreidimensionale Darstellung der frequenzabhängigen DQE der MSC794.

## **4. Aufzeichnung von Elementverteilungen**

### **4.1 Einführung**

Die Entwicklung und Optimierung von CCD-Bildregistrieranlagen verbesserte die Aufzeichnungsmöglichkeiten von Elektronenbildern in verschiedenen Arbeitsgebieten der Elektronenmikroskopie. In der energiefilternden Transmissionselektronenmikroskopie wurde erst dadurch die Erstellung von Elementverteilungsbildern möglich. Elementverteilungen werden mit Hilfe von Energieverlustelektronen aufgezeichnet, die eine innere Schale in einem Atom ionisiert haben. Dieser Ionisierungsprozeß hat einen um Größenordnungen geringeren Wirkungsquerschnitt als die elastische Streuung der Strahlelektronen ( $\sigma_{el} = 10^{-18}$ - $10^{-16}$ cm<sup>2</sup> und  $\sigma_{ion} = 10^{-22}$ - $10^{-19}$ cm<sup>2</sup>). Dieses führt zu einem sehr geringen elementspezifischen Elektronensignal. Zusätzlich enthält ein Bild, welches mit einem Energieverlust der charakteristischen Innerschalenanregung registriert wurde, ein Untergrundsignal, welches durch Ausläufer niederenergetischer Verluste entsteht. Die Erstellung von Elementverteilungen erfordert deshalb eine zusätzliche Korrektur, welche dieses nicht elementspezifische Signal aus den aufgezeichneten Bildern eliminiert. Die resultierenden Anforderungen an den Detektor sind eine hohe Sensitivität und/oder eine Integrationsmöglichkeit der Elektronenverteilung durch lange Belichtungszeiten. Eine exakte Korrektur des Untergrundsignals erfordert außerdem die Linearität des Systems. Bei der Erfassung geringer Elementkonzentrationen auf einem hohen Untergrundsignal wird zusätzlich ein großer Dynamikbereich des Systems benötigt. Diese Anforderungen wurden erst durch die modernen CCD-Bildregistrieranlagen weitestgehend erfüllt.

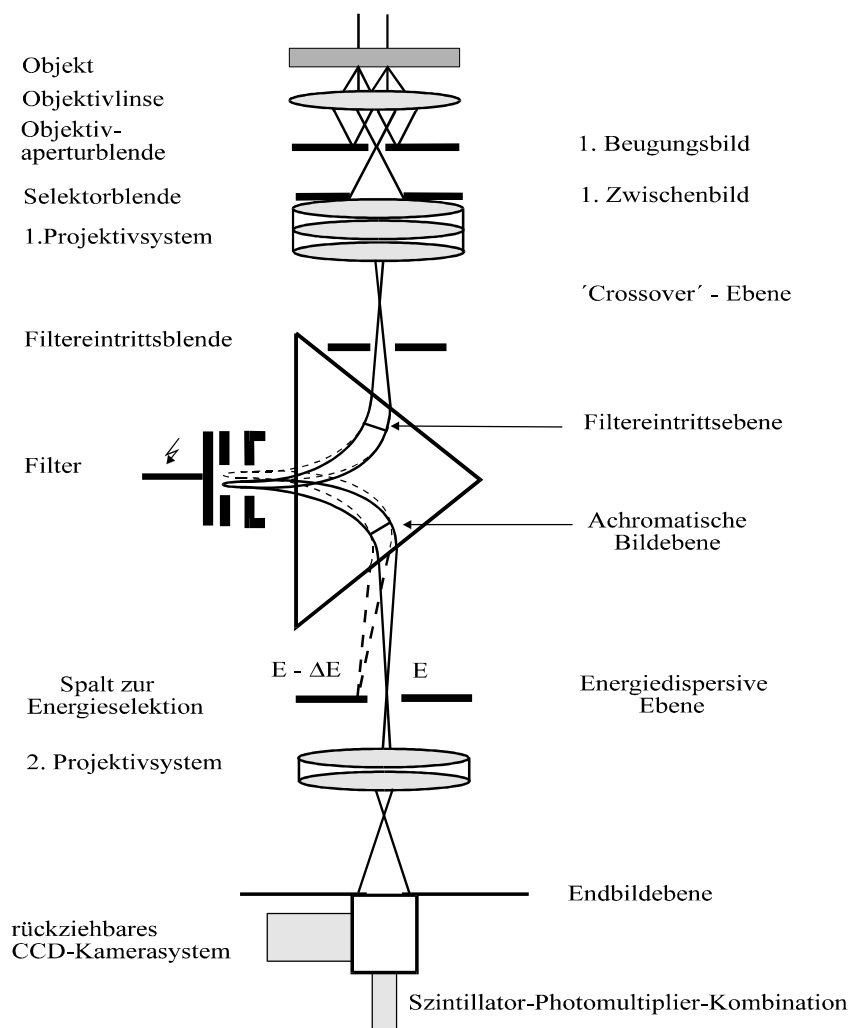
Ein Aspekt, der aber bei der Aufzeichnung von Elementverteilungsbildern mit CCD-Bildregistrieranlagen meistens vernachlässigt wird, ist der Einfluß des Detektors auf die Abbildung. Die im Kapitel 3 charakterisierte CCD-Bildregistrieranlage MSC794 ist an einem energiefilternden Transmissionselektronenmikroskop (Zeiss EM902) installiert und ermöglicht die Aufzeichnung von Elementverteilungen. Der Einfluß des Kamerasystems bei dieser Aufzeichnung soll im folgenden untersucht werden.

## 4.2 Theorie der Aufzeichnung von Elementverteilungen

### 4.2.1 Aufbau eines energiefilternden TEMs

Das verwendete Zeiss EM902 ist eines der ersten kommerziell erhältlichen EFTEMs. Dieses Mikroskop verwendet zur Energiefilterung ein Castaing-Henry-Filter[Cas62], welches zwischen dem ersten und zweiten Projektivsystem installiert ist (Abb. 4.1). Das Castaing-Henry-Filter besteht aus einem magnetischen Prisma und einem elektrostatischen Spiegel. In der oberen Hälfte des Prismas wird der Elektronenstrahl um  $90^\circ$  abgelenkt, vom Spiegel reflektiert und mit Hilfe der zweiten Prismahälfte wieder auf die optische Achse des EFTEMs gelenkt. Die Filtereintrittsebene, die eine virtuell im Filter liegende Bildebene ist, wird mit einer Vergrößerung  $M=1$  in der konjugierten achromatischen Bildebene abgebildet. Die Elektronenbahnen durchstoßen diese achromatische Bildebene mit einem energieabhängigen Neigungswinkel. Unterhalb der Bildebene entsteht eine energiedispersive Ebene ( $1.8\mu\text{m}/\text{eV}$ ), die konjugiert ist zur hinteren Brennebene des ersten Projektivsystems. Die Selektion des Energiebereichs, der zur Abbildung beiträgt, erfolgt in der energiedispersiven Ebene mit Hilfe einer elektronenoptischen Spaltblende.

Das Castaing-Henry-Filter weist eine starke Aberration zweiter Ordnung auf, die bei einer Filterung außeraxialer Bildbereiche zu einer Energieverschiebung führt. Zwischen dem Abstand von der optischen Achse und der Energieverschiebung in den Bildern besteht dabei ein quadratischer Zusammenhang [Rei88]. Mit Hilfe der experimentell ermittelten Energieverschiebung von  $13.5\text{eV}$  zwischen dem Zentralbereich und dem Rand einer Photoplatte ( $78\text{mm} \times 78\text{mm}$ ) [Ren96] kann die Verschiebung für die CCD-Bildregistrieranlage bestimmt werden. Die Montage der CCD-Kamera unterhalb der Endbildebene erzeugt einen zusätzlichen Vergrößerungsfaktor von 1.54, so daß der Sensor in der Endbildebene eine Fläche von  $16\text{mm} \times 16\text{mm}$  erfaßt. Somit ergibt sich für die CCD-Bildregistrieranlage (MSC794) eine Energieverschiebung von  $2.3\text{eV}$ . Bei der Registrierung von Elementverteilungsbildern kann diese Verschiebung aber vernachlässigt werden, da die geringen elementspezifischen Signale wesentlich größere Energiefensterbreiten bei der Aufzeichnung der Bilder erfordern.



**Abb. 4.1:** Strahlengang des energiefilternden Transmissionselektronenmikroskops Zeiss EM902.

Neben der Übertragung eines energiegefilterten Bildes durch das zweite Projektivsystem kann alternativ das in der energiedispersiven Ebene vorhandene Elektronenenergieverlustspektrum (EELS) in der Endbildebene mit einer Dispersion von  $0.5\text{mm/eV}$  abgebildet werden. Dieses Spektrum kann durch eine gleichzeitig installierte Szintillator-Photomultiplier-Kombination seriell aufgezeichnet werden.

In der Schemazeichnung 4.1 des Zeiss EM902 fehlen die Elektronenquelle und das Kondensorsystem. Die Elektronenquelle des EM902 ist eine thermische Wolfram-Haarnadel-Kathode, wobei die Elektronen durch das Potential zwischen Kathode und Anodenplatte auf  $80\text{keV}$  beschleunigt werden. Das Kondensorlinsensystem des Mikroskops projiziert dann den Elektronenstrahl auf das zu untersuchende Objekt. Eine

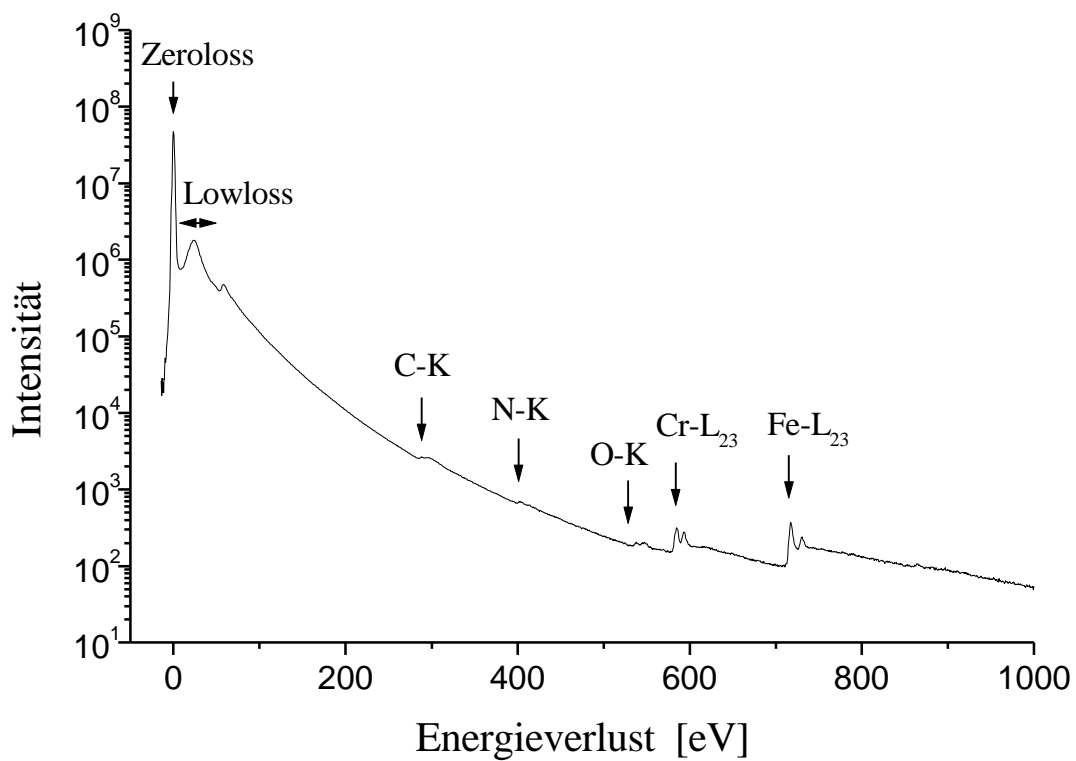
ausführliche Beschreibung aller Komponenten eines TEMs ist bei Reimer [Rei97] zu finden. Eine umfassende Erläuterung von abbildenden Energiefiltern in der Elektronenmikroskopie liefern Rose und Krahl [Ros95].

### ***4.2.2 Elektronenenergieverlustspektrum***

Während im konventionellen TEM sämtliche in einen bestimmten Raumwinkel gestreuten Elektronen zur Bildintensität beitragen, liefert das EFTEM als zusätzlichen Parameter den Energieverlust der Elektronen. Zur Veranschaulichung dieses Parameters zeigt die Abbildung 4.2 das EELS eines Stahlpräparates. Zur Erfassung der großen Intensitätsunterschiede wurde dabei eine logarithmische Darstellung gewählt. Der ZeroLoss-Peak enthält neben den ungestreuten Elektronen die elastisch gestreuten Elektronen. Diese werden am Coulomb-Potential der Atomkerne des Objektes gestreut, welches bei den in der Transmissionselektronenmikroskopie interessierenden kleinen Streuwinkel  $q < 20\text{mrad}$  ohne meßbaren Energieverlust geschieht. Die elastische Streuung der Elektronen stellt aufgrund der Abhängigkeit der Streuung von der Ordnungszahl  $Z$  den wichtigsten Kontrasterzeugungsmechanismus der konventionellen Transmissionselektronenmikroskopie dar. Im Gegensatz zur elastischen Streuung führt bei der unelastischen Streuung eine Wechselwirkung mit den Elektronen des Festkörpers zu einem Energieverlust der Strahlelektronen. Es gibt eine Vielzahl verschiedener Anregungsprozesse der Festkörperelektronen, die zu Energieverlusten der Strahlelektronen führen, von denen hier nur die Wichtigsten behandelt werden. Der LowLoss-Bereich ( $\Delta E < 50\text{eV}$ ) entsteht durch die Anregung äußerer Hüllenelektronen, die sich in Festkörpern in Energiebändern befinden. In diesem Energieverlustbereich dominiert meistens eine kollektive Anregung von longitudinalen Ladungsdichtewellen im Valenz- und Leitungsband in Form von Plasmawellen. Diese Plasmonenanregung kann in einzelnen Fällen zur Identifikation oder Analyse der lateralen Verteilung spezifischer chemischer Verbindungen verwendet werden [Fro92], ist aber für die Erstellung von Elementverteilungsbildern i.a. zu unspezifisch.

Der für die Aufzeichnung von Elementverteilungsbildern entscheidende Anregungsprozeß ist die Ionisation innerer Schalen. Innerschalenelektronen werden durch Einzelelektronenanregung in ein unbesetztes Niveau oberhalb der Fermi-Energie angehoben; der dazu erforderliche Energieübertrag durch die Strahlelektronen ist

charakteristisch und kann zur Identifikation von Elementen verwendet werden. In einem EELS führt diese Wechselwirkung zu einer Kante. In dem Spektrum des Stahlpräparates (Abb. 4.2) sind mehrere dieser Kanten zu erkennen, die als Innerschalenanregung verschiedener Elemente zu identifizieren sind. Die auffallende, unterschiedliche Form der Kanten verschiedener Elemente wird durch die Struktur der unbesetzten Niveaus oberhalb der Fermienergie hervorgerufen. Bei der Aufzeichnung von Elementverteilungsbildern werden relativ große Energiebereiche selektiert, so daß eine Mittelung über die Feinstrukturen erfolgt. Aufgrund dessen haben Feinstrukturen quasi keinen Einfluß auf Elementverteilungsbilder. Sie werden deshalb hier nicht weiter diskutiert. In dem EELS ist auch ein hohes Untergrundsignal zu sehen, auf dem sich das eigentliche elementspezifische Kantensignal befindet. Dieser Untergrund entsteht durch die Ausläufer niederenergetischer Energieverluste.



**Abb. 4.2:**

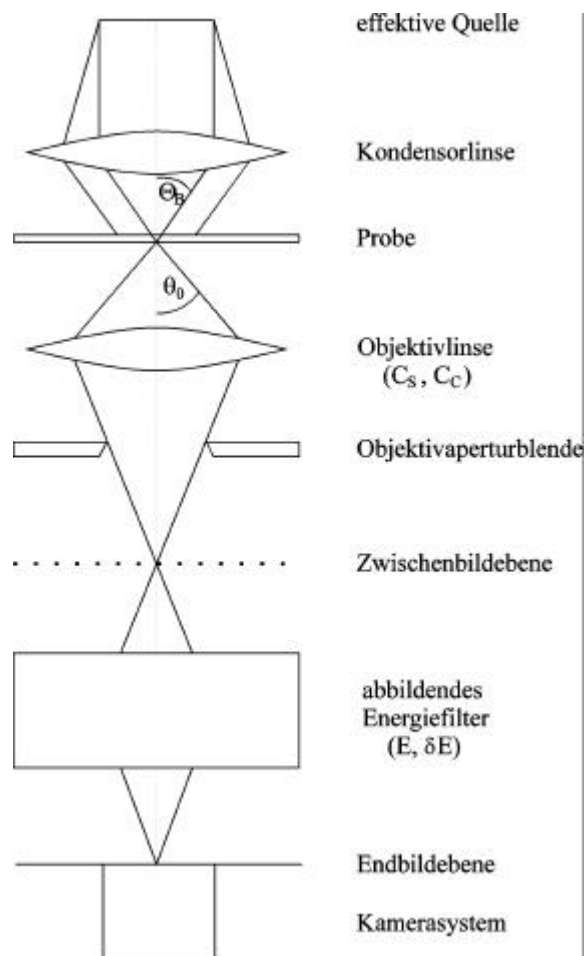
Elektronen-Energieverlustspektrum eines Stahlpräparates. Der ZeroLoss-Peak enthält neben den ungestreuten Elektronen die elastisch gestreuten Elektronen. Der folgende Lowloss-Bereich beinhaltet niederenergetische Verluste, zum größten Teil Plasmonenanregungen. Durch die Ionisation innerer Schalen entstehen bei höheren Energieverlusten der Strahlelektronen elementspezifische Kanten, wie sie in dem Spektrum für eine Reihe verschiedener Elemente auftreten. Der Buchstabe K bzw. L bezeichnet die innere Schale, in der die Ionisation des Atoms stattgefunden hat.

### ***4.2.3 Abbildung mit Energieverlustelektronen***

Zur theoretischen Beschreibung der Abbildung mit Energieverlustelektronen wird eine schematische Darstellung eines EFTEMs gewählt, die sich auf die entscheidenden Komponenten beschränkt (Abb. 4.3). Die eigentliche Quelle für die elektronenoptische Abbildung bildet der Bereich mit minimalem Strahldurchmesser ("Crossover") innerhalb des Strahlerzeugungssystems, weshalb dieses als effektive Quelle bezeichnet wird. Die Quelle befindet sich in der vorderen Brennebene des Kondensorsystems. Die Stromdichte  $j_0$  in der Objektebene ergibt sich dann aus dem Richtstrahlwert  $\mathbf{b}$  des Beleuchtungssystems und dem Beleuchtungsaperturwinkel  $\Theta_B$  zu

$$j_0 = \mathbf{p} \mathbf{b} \Theta_B^2 \quad .$$

Die auftreffenden Elektronen treten in Wechselwirkung mit dem Objekt und erfahren eine Änderung ihrer Ausbreitungsrichtung und Energie. Bei der weiteren Übertragung der Elektronen durch das Mikroskop beschränkt die Objektivaperturblende den Streuwinkel der Elektronen, die zur Abbildung beitragen. Die Abbildungseigenschaften eines TEMs werden aufgrund der hohen Vergrößerung der Objektivlinse ( $M=25$  für das EM902) durch dessen Öffnungsfehler  $C_s$  und Farbfehler  $C_c$  bestimmt. Die Aberrationen der Projektivsysteme und des Energiefilters können vernachlässigt werden.



**Abb. 4.3:**  
Schematischer Aufbau und Strahlengang eines energiefilternden Transmissionselektronenmikroskops.

Das abbildende Energiefilter selektiert Energieverlustelektronen eines Energieintervalls  $\delta E$  von  $[E_S - \delta E/2, E_S + \delta E/2]$ , wobei zur Erstellung eines Elementverteilungsbildes ein Intervall oberhalb der Ionisierungsenergie der inneren Schale des zu untersuchenden Elements ausgewählt wird.

Die Stromdichteverteilung  $j(\vec{r})$  der Elektronen eines solchen Energieverlustbildes in der Endbildebene setzt sich zusammen aus dem charakteristischen Signalanteil  $j_s(\vec{r})$  der Innerschalenanregung und dem Untergrund  $j_u(\vec{r})$

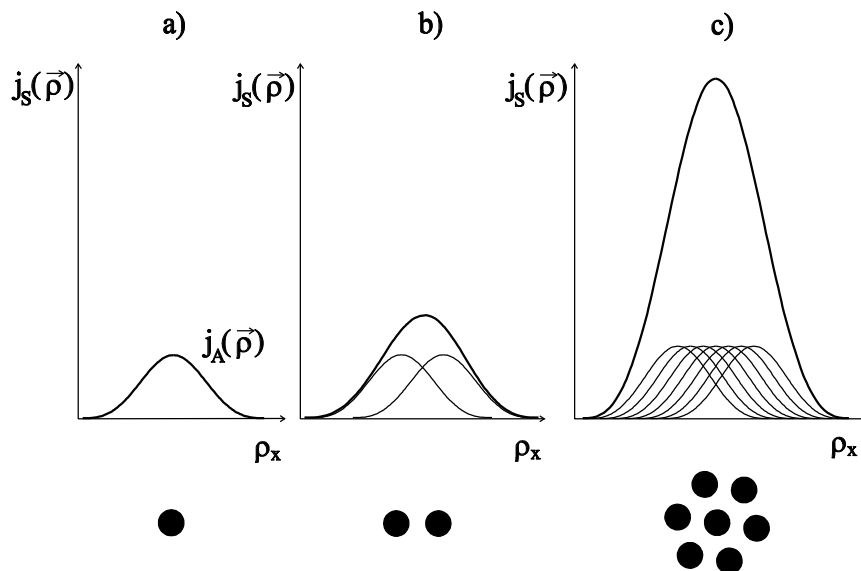
$$j(\vec{r}) = j_s(\vec{r}) + j_u(\vec{r}) \quad . \quad (4.1)$$

$\vec{R}$  ist die Ortskoordinate des Bildes. Um eine Unabhängigkeit von der Vergrößerung des TEMs zu erhalten, werden die Stromdichten und Ortskoordinaten üblicherweise auf die Objektebene zurückgerechnet.

Mit der Voraussetzung von Einfachstreuprozessen, welche durch hinreichend dünne Präparate erfüllt werden kann, ergibt sich das charakteristische Signal durch die inkohärente Überlagerung der Streuprozesse [Koh85a]

$$j_s(\vec{R}) = \int_{-\infty-\infty}^{\infty} \int_{-\infty-\infty}^{\infty} n_s(\vec{R}') j_A(\vec{R} - \vec{R}') d^2 \vec{R}' \quad . \quad (4.2)$$

Dieses entspricht einer Faltung der Atomflächendichtefunktion  $n_s(\vec{R})$  mit der Stromdichteverteilung  $j_A(\vec{R})$  eines einzelnen Atoms. Der Einfluß des Streuvorgangs im Objekt und der Einfluß der Mikroskopeigenschaften auf die Abbildung sind somit unabhängig von der Objektgeometrie. Anschaulich verdeutlicht diesen Zusammenhang die Abbildung 4.4, in der die Superposition der Stromdichteverteilungen von Einzelatomen dargestellt ist.



**Abb. 4.4:**

Stromdichteverteilungen  $j_s$  eines Elementverteilungsbildes bei der Abbildung eines Atoms (a), zwei Atomen (b) und sieben Atomen (c). Die Gesamtstromdichteverteilung ergibt sich jeweils durch Superposition der Stromdichteverteilung eines Einzelatoms (a) [Eck96].

In Analogie zu der Beschreibung der Ortsauflösung des Detektorsystems (Kap.3.2.1) kann ein EFTEM für die Aufzeichnung von Bildern mit Elektronen, die eine Ionisation einer inneren Schale angeregt haben, als LSI-System beschrieben werden. Die Stromdichteverteilung  $j_A(\vec{r})$  eines einzelnen Atoms entspricht dabei der PSF einer CCD-Bildregistrieranlage. Die Faltung in der Gleichung 4.2 legt auch hier eine Transformation in den Fourierraum nahe, die zu der Gleichung

$$J_S(\vec{\Omega}) = N_S(\vec{\Omega}) J_A(\vec{\Omega}), \quad (4.3)$$

mit den Fouriertransformierten

$$J_S(\vec{\Omega}) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} j_S(\vec{r}) \exp(ik\vec{\Omega}\vec{r}) d^2\vec{r},$$

$$J_A(\vec{\Omega}) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} j_A(\vec{r}) \exp(ik\vec{\Omega}\vec{r}) d^2\vec{r} \quad \text{und}$$

$$N_S(\vec{\Omega}) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} n_S(\vec{r}) \exp(ik\vec{\Omega}\vec{r}) d^2\vec{r}$$

führt. Dabei ist  $k = 2\pi / I$  die Wellenzahl der einfallenden Elektronen mit der Wellenlänge  $I$ . Der Faktor  $J_A(\vec{\Omega})$  kann zusätzlich in einen intensitätsabhängigen Anteil und in die normierte unelastische Übertragungsfunktion  $H(\vec{\Omega})$  [Len71] aufgeteilt werden, so daß man die Formel

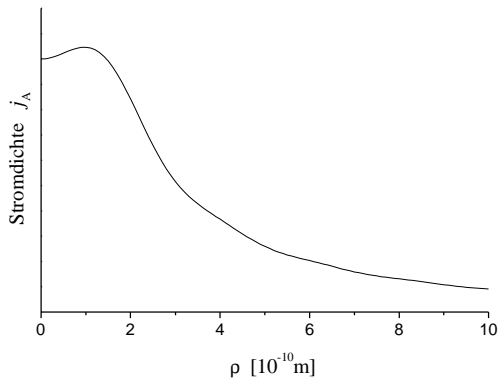
$$J_A(\vec{\Omega}) = j_0 \sigma_s H(\vec{\Omega}) \quad (4.4)$$

erhält. Die Funktion  $H(\vec{\Omega})$  beschreibt die Übertragungseigenschaften einer Atomsorte und ist nicht nur von instrumentellen Parametern abhängig. Für eine bestimmte Atomsorte kann  $H(\vec{\Omega})$  in Anlehnung an die Untersuchungen der Kamerasysteme als Analogon zur MTF eines Kamerasystems interpretiert werden. Der Faktor  $\sigma_s$  in Gleichung 4.4 ist ein partieller Wirkungsquerschnitt, der sich aus dem doppelt differentiellen Wirkungsquerschnitt  $d\sigma/d\Omega dE$  des Streuprozesses [Bet30] durch

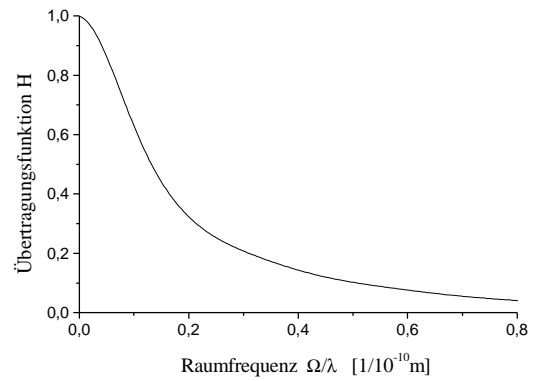
Integration über das Energieintervall  $\mathcal{E}$ , der Objektapertur  $q_0$  und der Beleuchtungsapertur  $\Theta_B$  [Koh85b] ergibt. Das Produkt  $j_0 \sigma_S$  kann vergleichend mit den Detektorsystemen (Kap. 3.1) als Sensitivität der Übertragung durch das System aufgefaßt werden.

Berechnungen der unelastischen Übertragungsfunktion  $H(\overset{P}{\Omega})$  sind von Berger [Ber93a] durchgeführt worden, wobei die Defokussierung  $Df$ , die Abbildungsfehler der Objektlinse  $C_S$  und  $C_C$ , die Beleuchtungsapertur  $\Theta_B$ , die Objektapertur  $q_0$  und die Energiefensterbreite  $\mathcal{E}$  berücksichtigt wurden. Die Ermittlung der in der Übertragungsfunktion  $H(\overset{P}{\Omega})$  enthaltenen unelastischen Streuamplitude für die betrachtete Innerschalenanregung geschieht dabei aufgrund der kleinen Streuwinkel in Dipolnäherung. Vergleichsrechnungen mit einem Zentralfeldmodell des Atompotentials liefern nur geringe Abweichungen und bestätigen diesen Ansatz für kleine Streuwinkel [Ber92]. Eine Simulationsrechnung einer unelastischen Abbildung mit Hilfe der unelastischen Übertragungsfunktion  $H(\overset{P}{\Omega})$  zeigt die Abbildung 4.5a. Dargestellt ist die radiale Intensitätsverteilung im Bild eines Sauerstoffatoms aufgezeichnet mit einem EM902. In dem Diagramm 4.5b sieht man die dazugehörige Übertragungsfunktion dieser Abbildung.

a)

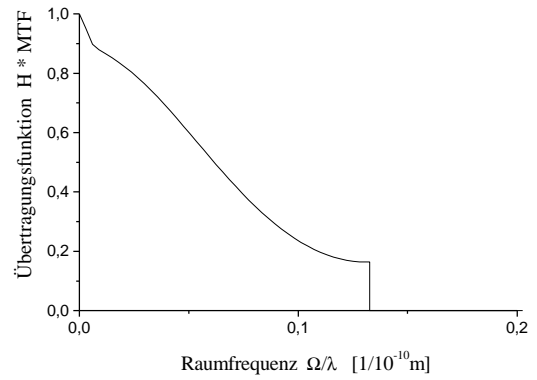


b)

**Abb. 4.5:**

Das Diagramm a) zeigt die radiale Intensitätsverteilung eines Sauerstoffatoms bei der Abbildung mit einem Zeiss EM902 ( $U_0 = 80\text{kV}$ ,  $C_S = 1.7\text{mm}$ ,  $C_C = 2.2\text{mm}$ ). Die Abbildungsparameter wurden dabei wie folgt gewählt: Energieverlust  $DE = 547\text{eV}$ , Energiefensterbreite  $\Delta E = 30\text{eV}$ , Beleuchtungsapertur  $\Theta_B = 3\text{mrad}$ , Objektivapertur  $\Theta_0 = 10\text{mrad}$  und Defokus  $Df = 50\text{nm}$ . b) ist die dazugehörige unelastische Übertragungsfunktion  $H$ . In c) ist der Einfluß der MTF auf die Übertragungsfunktion bei einer Mikroskopvergrößerung von 10.000 dargestellt. Man beachte dabei die unterschiedliche Skalierung der Diagramme b) und c).

c)



Die bisherige Beschreibung der Abbildung eines Elementverteilungsbildes beschränkte sich auf die Eigenschaften des EFTEMs. Die Übertragungseigenschaften des Detektors (Kap. 3.2) werden dadurch noch nicht erfaßt. Da es sich bei dem Gesamtsystem aus EFTEM und CCD-Bildregistrieranlage um die Hintereinanderschaltung zweier unabhängiger LSI-Systeme handelt, können die Übertragungseigenschaften des Detektors leicht in die Abbildung integriert werden. Die MTF des Detektors liefert in der Gleichung 4.3 nur einen zusätzlichen multiplikativen Faktor

$$J_s(\vec{\Omega}) = N_s(\vec{\Omega}) MTF(\vec{\Omega}) J_A(\vec{\Omega}) = j_0 \mathbf{s}_s N_s(\vec{\Omega}) MTF(\vec{\Omega}) H(\vec{\Omega}) \quad (4.5)$$

Bei der Anpassung der Raumfrequenzen der beiden Systeme muß allerdings die Vergrößerung des TEMs berücksichtigt werden. Als Beispiel wird in Abbildung 4.5c

der Einfluß der Detektorübertragungsfunktion auf die unelastische Übertragungsfunktion eines Sauerstoffatoms gezeigt. Berücksichtigt wurden dabei die Grenzfrequenz des Kamerasystems (Nyquist-Frequenz) und die Verzerrung durch Aliasing (siehe Abb. 3.20). Bei einem Vergleich mit der Übertragungsfunktion ohne Berücksichtigung der Detektoreigenschaften (Abb. 4.5b) beachte man die unterschiedliche Skalierung der Diagramme. Eine genauere Analyse dieses Effektes wird im Kapitel 4.3.6, "Einfluß der MTF auf das Elementverteilungsbild" anhand eines Vergleichs mit experimentellen Resultaten erfolgen.

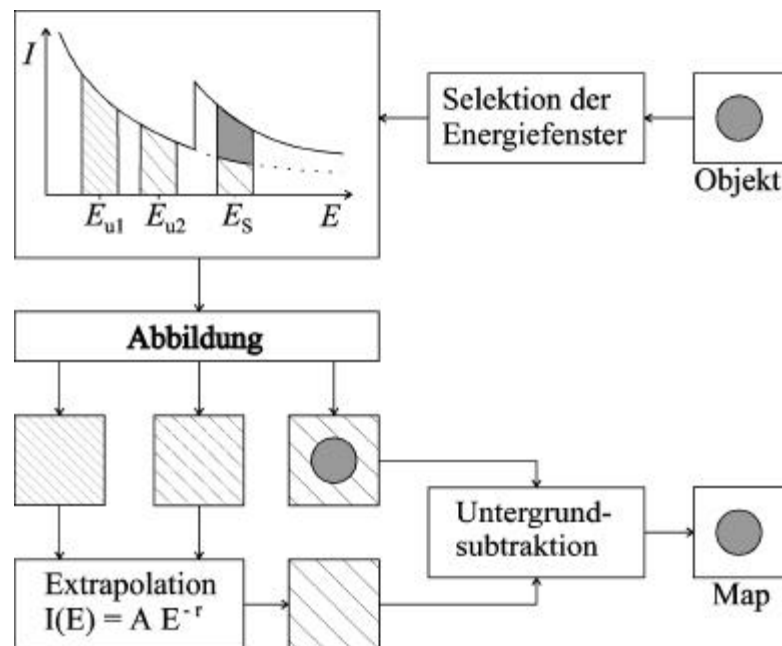
#### 4.2.4 Untergrundkorrektur

Dem elementcharakteristischen Signal der Innerschalenionisation ist in einem energiegefilterten Bild ein Untergrund überlagert. Dieser Untergrund ist im EELS (Abb. 4.2) deutlich zu erkennen. Bei der theoretischen Beschreibung wurde dieser Untergrund bisher nur durch einen nicht näher betrachteten Summanden in Gleichung 4.1 berücksichtigt. Zur Bestimmung eines Elementverteilungsbildes muß also dieser additive Untergrundanteil bestimmt werden und von dem energiegefilterten Bild subtrahiert werden. Aufgrund der Ausläufer der Kanten oberhalb der Ionisationsenergie kann eine Bestimmung des Untergrundes i.a. nur durch eine Extrapolation des EELS vor der Ionisationskante erfolgen. Zur Extrapolation im Bereich  $E_S > 100\text{eV}$  wird meist ein Potenzgesetz [Ege75, Jea78]

$$I_{ij}^U(E_S) = A_{ij} E_S^{-r_{ij}}$$

verwendet, wobei die Intensität des Untergrundes  $I_{ij}^U$  für jeden Bildpunkt mit Hilfe der unabhängigen Parameter  $A_{ij}$  und  $r_{ij}$  bestimmt werden muß. Daß der Untergrund für jeden Bildpunkt separat bestimmt werden muß, liegt an der Abhängigkeit eines EELS von der lokalen Schichtdicke und der lokalen Elementzusammensetzung eines Präparates, welche innerhalb eines Energieverlustbildes variieren. Die Extrapolation des Untergrundes erfolgt durch zwei zusätzliche Bilder  $I_{ij}(E_{u1})$  und  $I_{ij}(E_{u2})$  vor der Ionisationskante des zu untersuchenden Elementes, wie es in der Schemazeichnung 4.6 dargestellt ist. Nach der Subtraktion des extrapolierten Untergrundbildes von dem Energieverlustbild  $I_{ij}(E_S)$  auf der Ionisationskante erhält man das eigentliche Elementverteilungsbild (Map).

Im Bereich niederenergetischer Kanten ( $E_S \cong 100\text{eV}$ ) werden neben diesem Extrapolationsverfahren nach einem Potenzgesetz eine Vielzahl von anderen Untergrundmodellen diskutiert. Untersuchungen des Einflusses verschiedener Korrekturverfahren auf Elementverteilungsbilder sind z.B. bei Golla [Gol98] zu finden.



**Abb. 4.6:**

Schematische Darstellung des Verfahrens zur Untergrundsubtraktion nach der Drei-Fenster-Methode. Die Energien  $E_{u1}$ ,  $E_{u2}$  und  $E_S$  kennzeichnen die Positionen der Energiefenster bei der Aufzeichnung der Einzelbilder.

### 4.2.5 Mehrfachstreuprozesse

Bei der Beschreibung der Bildentstehung mit Energieverlustelektronen wurden bisher Mehrfachstreuprozesse nicht berücksichtigt, da die verwendete lineare Abbildungstheorie nur für Einfachstreuprozesse gilt. Um die Gültigkeit dieser Theorie zu gewährleisten, muß deshalb die Mehrfachstreuung so reduziert werden, daß sie näherungsweise zu vernachlässigen ist.

Die Wahrscheinlichkeit der Mehrfachstreuung eines Elektrons im Objekt steigt mit wachsender Schichtdicke, so daß Kombinationen aus der Innerschalenanregung und elastischen und/oder unelastischen Streuprozessen in zunehmendem Maße zum

Energieverlustbild beitragen. Eine rein unelastische Streukombination führt zu einer Verschiebung der Innerschalenanregung zu höheren Energien und so zu einer Verbreiterung der Ionisationskante. Die Folge ist ein reduziertes, charakteristisches Signal innerhalb des Energiefensters, mit dem das Elementverteilungsbild aufgezeichnet wird. Gleichzeitig nimmt auch noch der Untergrund aufgrund der größeren Schichtdicke zu. Um eine Schichtdicke zu ermitteln, bei der unelastische Mehrfachstreuungsprozesse nur mit einer geringen Wahrscheinlichkeit auftreten, betrachtet man die unelastische Streuung mit dem größten Wirkungsquerschnitt, die Plasmonenanregung. Eine Kombination von Innerschalenionisation und ein- oder mehrfacher Plasmonenanregung wird also am häufigsten auftreten. Da die Wahrscheinlichkeit für die Mehrfachanregung von Plasmonen einer Poissonverteilung folgt [Rae80], kann die Mehrfachstreuung bei einer Schichtdicke, die wesentlich kleiner als die mittlere freie Weglänge  $l_{pl}$  ist, vernachlässigt werden.  $l_{pl}$  ist die Schichtdicke, bei der im Mittel ein Plasmon angeregt wird. Die Schichtdicke des zu untersuchenden Objektes muß also hinreichend dünn sein, um das Auftreten unelastischer Streukombinationen vernachlässigen zu können. Nach Egerton [Ege81] kann der Effekt der Verbreiterung der Ionisationskante durch die unelastische Mehrfachstreuung im Bereich  $t \leq 0.5 \lambda_{in}$  vernachlässigt werden.  $\lambda_{in}$  ist dabei die mittlere freie Weglänge der unelastischen Streuung, welche aufgrund des großen Wirkungsquerschnitts der Plasmonenanregung in sehr guter Näherung  $\lambda_{pl}$  entspricht.

Kombinationen einer Innerschalenanregung und elastischer Streuprozesse führen zu einer anderen Art der Reduzierung des charakteristischen Signals. Die bevorzugt in größere Streuwinkel erfolgende elastische Streuung kann Gesamtstreuwinkel erzeugen, die größer sind als die Objektivapertur  $q_0$ . Diese Elektronen werden dann aus dem Strahlengang ausgeblendet und tragen nicht mehr zur Abbildung bei. Deshalb sollte die Objektivapertur nicht zu klein gewählt werden. Passieren die mehrfachgestreuten Elektronen hingegen die Objektivapertur, können sie mit Elektronen des gleichen Energieverlustes interferieren und zu einer "Erhaltung des elastischen Kontrastes" führen [How63]. Besonders im Bereich  $E_s < 100\text{eV}$  produzieren diese Kontraste häufig Scheininformationen in Elementverteilungsbildern, die bei der Analyse kristalliner Präparate (Dickenkonturen) oft ein Problem darstellen. Eine Reduzierung des Anteils der Mehrfachstreuung kann auch hier durch eine geringe Schichtdicke des Präparates erreicht werden.

#### 4.2.6 Signal-zu-Rausch-Verhältnis in Elementverteilungsbildern

Die statistischen Eigenschaften eines allgemeinen, elektronenoptischen Bildes sind bei der Analyse des Rauschverhaltens der CCD-Bildregistrieranlagen schon beschrieben worden (Kap. 3.3). Betrachtet man speziell das Rauschen in Elementverteilungsbildern, so muß neben dem Einfluß des Detektors auf das Signal-zu-Rausch-Verhältnis (SNR) des Bildes auch die Untergrundkorrektur berücksichtigt werden. Dazu erfolgt zunächst eine Umrechnung der Stromdichten in Intensitäten des registrierten Bildes. Die Integration des Elektronensignals durch die Fläche der Pixel und die Belichtungszeit  $t$  liefert eine mittlere Intensität

$$\langle I_{ij} \rangle = S \frac{t}{e} \int_{\Delta F_{ij}} j(\mathbf{r}) d^2 \mathbf{r} \quad (4.6)$$

in den Bildpunkten. Hierbei ist  $e$  die Elektronenelementarladung und  $S$  die Sensitivität der CCD-Kamera. Man beachte, daß als mittlere Intensität das integrierte Signal eines einzelnen Bildpunktes bezeichnet wird. Bei der Beschreibung der Detektorsysteme war im Gegensatz dazu die mittlere Intensität das über den gesamten Detektor gemittelte Signal. Dieser Unterschied wird durch die Symbolik verdeutlicht. Die Pixelintensitäten des Elementverteilungsbildes sind somit als

$$\langle I_{ij}^S \rangle = \langle I_{ij} \rangle - \langle I_{ij}^U \rangle$$

zu beschreiben (vgl. Gl 4.1). Unter Vernachlässigung des Detektors setzen sich die statistischen Schwankungen der Elektronenzahlen des Elementverteilungsbildes

$$\text{var}(N_{ij}^S) = \text{var}(N_{ij}) + \text{var}(N_{ij}^U) = \langle N_{ij} \rangle + \text{var}(N_{ij}^U) \quad (4.7)$$

aus der Poisson-Statistik der Elektronen und dem statistischen Fehler bei der Untergrundsubtraktion zusammen. Eine andere Schreibweise der Gleichung 4.7

$$\text{var}(N_{ij}^S) = \langle N_{ij}^S \rangle + h_{ij} \langle N_{ij}^U \rangle$$

liefert mit

$$h_{ij} = \frac{\langle N_{ij}^U \rangle + \text{var}(N_{ij}^U)}{\langle N_{ij}^U \rangle}$$

einen Parameter für die Qualität der Untergrundsubtraktion [Ege86]. Nach Berger [Ber93b] kann unter der Voraussetzung eines nahen Extrapolationsgebietes ( $E_S - E_{u1} \ll E_S$ ) durch

$$h_{ij} \approx h = \frac{3}{2} + 2 \left( \frac{E_S - 1/2(E_{u1} + E_{u2})}{E_{u2} - E_{u1}} \right)^2$$

genähert werden. Die Qualität der Untergrundkorrektur kann somit unabhängig vom einzelnen Bildpunkt aus der Lage der Energiefenster berechnet werden. Es zeigt sich, daß zur Reduzierung von  $h$  die Energiedifferenz zwischen  $E_{u1}$  und  $E_{u2}$  möglichst groß und der Abstand von  $E_{u2}$  zur Ionisationskante minimal sein sollte. Das SNR des aufgezeichneten Elementverteilungsbildes liefert mit dieser Näherung die Formel

$$SNR_{ij} = \sqrt{DQE} \frac{\langle I_{ij}^S \rangle}{\sqrt{\langle I_{ij}^S \rangle + h \langle I_{ij}^U \rangle}} \quad , \quad (4.8)$$

wobei in dieser Gleichung gleichzeitig die Dämpfung des SNR durch die DQE berücksichtigt wurde. Daß die DQE mit der Quadratwurzel in das SNR eingeht, ergibt sich direkt aus der Definition der DQE als das Verhältnis der SNR-Quadrate am Eingang und Ausgang des Kamerasystems (Gl. 3.19). Eine Untersuchung des Zusammenhangs zwischen dem SNR in Elementverteilungsbildern und der DQE eines Kamerasystems wird im Kapitel 4.3.8 anhand eines Vergleichs mit experimentellen Resultaten erfolgen.

## 4.3 Experimentelle Untersuchung von Elementverteilungen

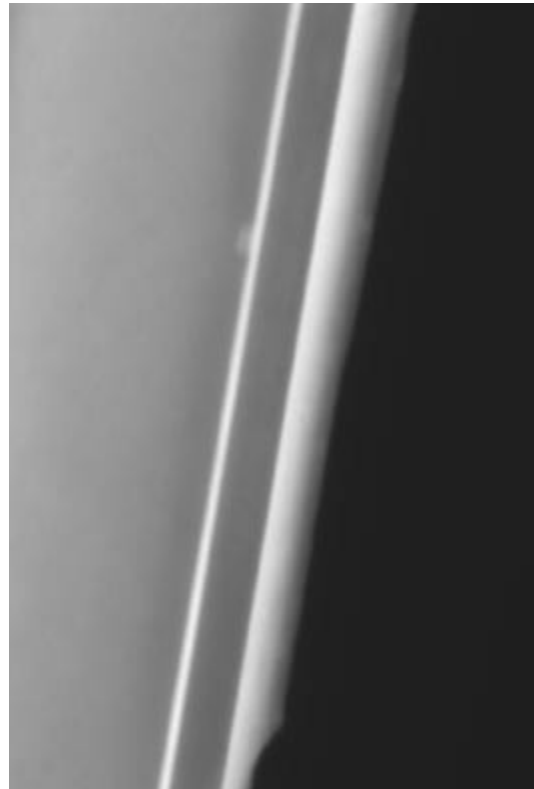
### 4.3.1 Modellpräparat

Die Untersuchungen der Elementverteilungsbilder wurden an einem Modellpräparat durchgeführt. Ein solches Präparat sollte eine möglichst einfache definierte Objektstruktur aufweisen, mit der sowohl eine Analyse der lateralen Übertragungseigenschaften als auch Untersuchungen des Rauschverhaltens möglich sind. Zur Analyse der lateralen Übertragungseigenschaften bietet sich eine lineare Struktur an (vgl. Kantenmethode zur MTF-Bestimmung in Kapitel 3.2.2.1). Deshalb wurde als Testobjekt ein Querschnittspräparat einer Silicon-on-Insulator (SOI)-Struktur verwendet. Bei einer SOI-Struktur sind zwei planparallele Si-Schichten durch eine als Isolator fungierende Oxidschicht voneinander getrennt. Da sich diese Oxidschicht vollständig im Siliziumsubstrat befindet, wird sie auch als "vergrabene" Oxidschicht bezeichnet. Hergestellt wurden die verwendeten SOI-Strukturen im Max-Planck-Institut für Mikrostrukturforschung in Halle/Saale durch Wafer Direct Bonding zweier Si-Wafer, wobei einer mit einer natürlichen Oxidschicht behaftet war. Anschließend kann ein Si-Wafer bis zu einer bestimmten Schichtdicke heruntergeätzt werden, so daß die entstehende Struktur als elektronisches Bauteil in der Halbleiterindustrie verwendet werden kann. Eine genauere Beschreibung dieses Herstellungsprozesses zur Generierung von SOI-Strukturen ist bei Maszara [Mas91] nachzulesen.

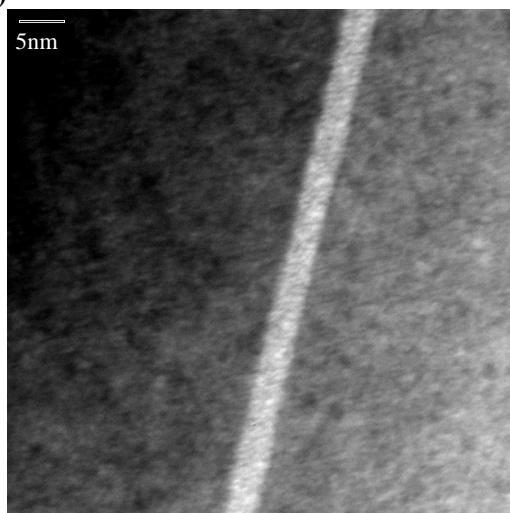
a)



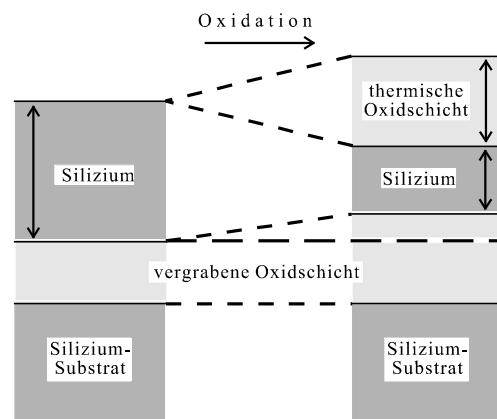
b)



c)



d)



**Abb. 4.7:**

Die Abbildungen a) und b) zeigen einen Überblick über das Querschnittspräparat einer Silicon-on-Insulator Struktur. Neben dem Zeroloss-Bild in a) ist das Bild in b) bei einem Energieverlust von 80eV aufgezeichnet worden, um den Kontrast der eigentlichen Objektstruktur zu steigern. Das Bild c) stellt die vergrabene Oxidschicht bei einer hohen Vergrößerung dar. Die Schemazeichnung d) beinhaltet den Aufbau des Schichtsystems und zeigt das Wachstum der vergrabenen Oxidschicht durch Diffusion von Sauerstoff aus einer natürlichen Oxidationschicht durch die obere Siliziumschicht.

Die elektronenmikroskopischen Proben dieser SOI-Strukturen sind ionengedünnte Querschnittspräparate. Sie wurden primär zur Untersuchung des Wachstums der vergrabenen Oxidschicht durch Diffusionsprozesse einer oberflächlichen, natürlichen Oxidschicht verwendet [Sch96], so daß eine Reihe von Schichtdicken der vergrabenen Oxidschicht zur Verfügung standen. In der Schemazeichnung in der Abbildung 4.7 sind anschaulich die Probenstruktur und der Prozeß des Wachstums der vergrabenen Oxidschicht dargestellt. Die TEM-Aufnahmen des Querschnittspräparates zeigen das eigentliche Testobjekt. Neben den elastisch gefilterten Bildern a) und c) erfolgte eine Aufnahme b) mit einem Energieverlust  $E_s = 80\text{eV}$ . Der Kontrast eines Bildes des Testobjektes kann extrem gesteigert werden, wenn der Energieverlust direkt vor der Si- $L_{23}$ -Kante liegt und das Si-Signal somit reduziert wird [Rei90]. Die in den Aufnahmen erkennbare hervorragende Linearität des Präparates eignet sich auch zur Bestimmung des SNRs in Elementverteilungsbildern. Das starke Rauschen in solchen Bildern verhindert normalerweise die exakte Bestimmung des Elementsignals. Das Signal kann bei der Objektstruktur aber durch eine Mittelung entlang der Oxidschicht sehr genau ermittelt werden. Voraussetzung dafür ist allerdings eine quasi konstante Schichtdicke entlang der Oxidschicht.

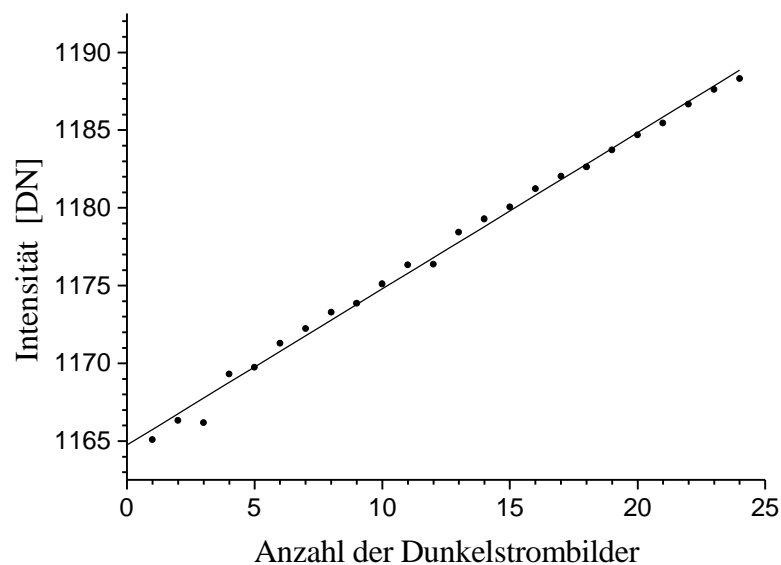
Die wichtigsten Eigenschaften der SOI-Struktur als Modellpräparat können in fünf Punkten erfaßt werden.

- 1.) Die Linienstruktur eignet sich zur Analyse der lateralen Übertragungseigenschaften.
- 2.) Durch eine Mittelung entlang der Oxidschicht ist eine getrennte Bestimmung von Signal und Rauschen in den Sauerstoffverteilungsbildern möglich.
- 3.) Eine Breite der Oxidschicht von ungefähr 3nm ist für das verwendete Gerät zur Untersuchung von Parameterabhängigkeiten eine geeignete Objektgröße.
- 4.) Die Anzahl der Elemente ist mit Sauerstoff und Silizium minimal.
- 5.) Es gibt bei den beiden Elementen keine Überlagerung der Ionisationskanten, die zu Extrapolationsproblemen des Untergrundes führen können [Zep95].

### ***4.3.2 Aufzeichnung der Bilderserie***

Spezielle Anwenderprogramme (DigitalMicrograph, analySIS) enthalten heutzutage Standardsoftwareroutinen zur Registrierung der Bilderserie, die zur Erstellung eines Elementverteilungsbildes benötigt wird. Diese Standardroutinen beinhalten dabei bereits eine hohe Variabilität der Aufnahmebedingungen durch Parameter wie z.B. Belichtungszeit, Binningfaktor, Mittelung über eine Anzahl von Bildern. Die mit so einer Standardroutine aufgezeichneten Einzelbilder lieferten aber nicht erklärbare Intensitätsvariationen. Zum Beispiel zeigten präparatfreie Stellen extreme Intensitätsunterschiede zwischen den drei Bildern, dessen Ursache nicht in der Abbildung des TEMs liegen konnte. Extrapolationen des Untergrundes zur Berechnung von Elementverteilungen ergaben somit negative Intensitäten, die zunächst durch einen fehlerhaften Untergrundabzug erklärt wurden. Da dieser Fehler aber häufiger auftrat, wurde dann eine systematische Analyse der Aufzeichnung einer solchen Bilderserie durchgeführt.

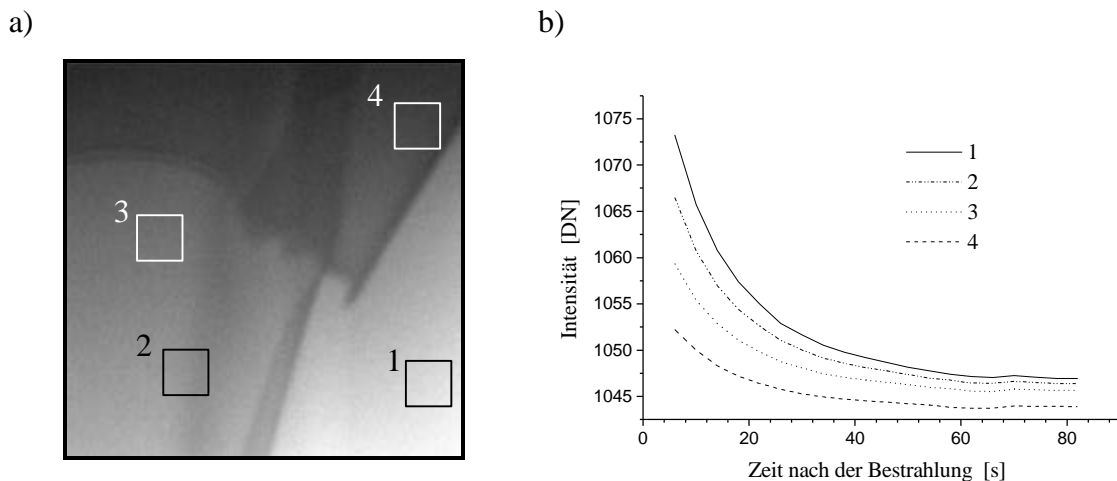
Bei der Untersuchung des Dunkelstroms der CCD-Kamera zeigt sich erstaunlicherweise eine lineare Abhängigkeit von der Anzahl der aufgezeichneten Bilder. Die Aufzeichnung einer Serie unkorrigierter Dunkelbilder mit einer Integrationszeit (Belichtungszeit) von jeweils 30 Sekunden liefert einen Anstieg von ungefähr 1DN / Dunkelbild (Abb. 4.8). Dieses scheint vernachlässigbar gering zu sein, aber durch ein Binning von Pixeln, höhere Belichtungszeiten und/oder die Extrapolation des Untergrundes kann der Einfluß auf die Erstellung von Elementverteilungsbildern wesentlich verstärkt werden. Als Konsequenz des Resultats der Dunkelstromuntersuchung wurde die Korrektur der Standardsoftware überarbeitet. Diese nimmt die Dunkelstrombilder vor der Aufzeichnung der Bilderserie auf. In der überarbeiteten Fassung wird der Dunkelstrom vor und nach der Aufnahme der Bilderserie registriert und entsprechend der Reihenfolge der Aufzeichnung der Einzelbilder gewichtet subtrahiert. Mittelungsprozesse der Dunkelbilder werden dabei selbstverständlich berücksichtigt.



**Abb. 4.8:**

Abhängigkeit des Dunkelstroms von der Anzahl der vorher aufgezeichneten Bilder bei der Registrierung einer Bilderserie. Die Dunkelbilder wurden jeweils mit einer Integrationszeit von  $t=30\text{s}$  aufgezeichnet. Die lineare Regression der Meßwerte liefert einen Anstieg des Dunkelstroms von 1DN pro Dunkelbild.

Ein weiteres Problem ist die Anregung von Elektronen in Zwischenzustände an der Si / SiO<sub>2</sub>-Grenze im CCD-Sensor durch intensive Bestrahlung des Kamerasystems [Jan87]. Dieses führt zu einem Nachleuchten und ist in unbelichteten Bildern mit längeren Aufnahmezeiten deutlich zu erkennen. Eine starke Bestrahlung kann z.B. durch die Registrierung eines Zero-loss-Bildes als Referenzbild entstehen. Zur Untersuchung dieses Effektes wurde mit der MSC794 ein Bild eines Objektes mit einer hohen Intensität aufgezeichnet und im direkten Anschluß eine Serie von Dunkelbildern registriert. Eine Auswertung der Intensitäten der Dunkelbilderserie zeigt deutlich das Nachleuchten des Kamerasystems. Das Ergebnis dieser Untersuchung ist in der Abbildung 4.9 dargestellt. Da sich die Intensität in den Dunkelbildern 60 Sekunden nach der Bildregistrierung ungefähr konstant verhält, wurde als Konsequenz in die Registrierungsroutine der Bilderserie eine Verzögerungsschleife von 60 Sekunden eingefügt. Dadurch wird der Einfluß eines möglichen Nachleuchtens minimiert.



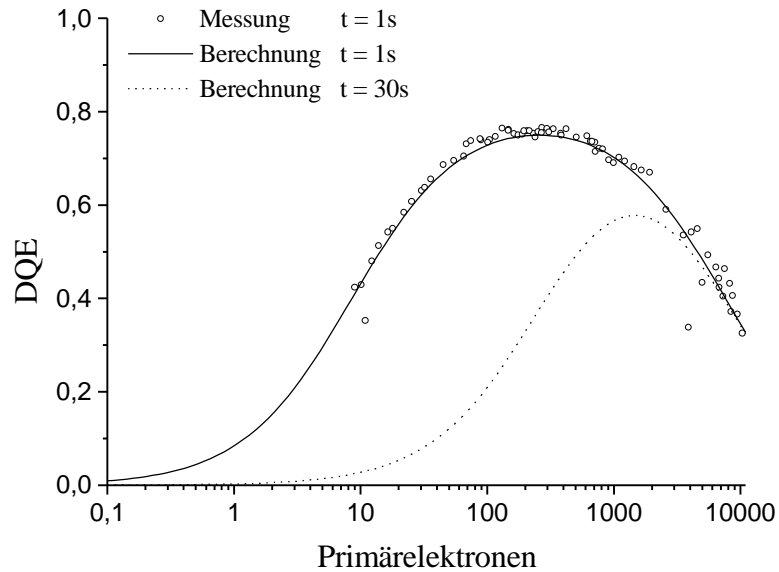
**Abb. 4.9:**

Nachleuchten stark bestrahlter Bereiche bei der MSC794. Das Bild a) zeigt ein Dunkelbild mit einer Belichtungszeit von  $t = 1$  s, das 20 Sekunden nach der Aufnahme eines Bildes mit einer mittleren Intensität von 8000DN aufgezeichnet wurde. Um das Nachleuchten in Abhängigkeit von der Zeit zu erfassen, wurde eine Serie unkorrigierter Dunkelbilder mit einer Belichtungszeit von  $t = 1$  s direkt nach der eigentlichen Bildregistrierung aufgezeichnet. Die Kurven in dem Diagramm b) zeigen das Intensitätsverhalten für unterschiedlich stark bestrahlte Bereiche 1 - 4 des Bildes (128 x 128 Pixel). Der hohe Offset ist der Gleichstromoffset des Kamerasystems, da die Dunkelbilder nicht korrigiert wurden.

Neben den Eigenschaften der CCD-Bildregistrieranlage, die durch Veränderung der Aufzeichnungsroutine der Bilder berücksichtigt wurden, sollte der Einfluß der DQE des Detektors auf das SNR des Elementverteilungsbildes schon bei der Registrierung der Einzelbilder bedacht werden. Den Zusammenhang dieser Parameter beschreibt die Gleichung 4.8 in Kapitel 4.2.6. Um die Dämpfung des SNR durch die DQE des Detektors zu minimieren, ist eine Maximierung des DQE-Wertes erforderlich. Nach dem Kapitel 3.3.2.4 kann der negative Einfluß der Standardbildkorrektur auf den DQE-Wert durch eine entsprechende Mittelung der Referenzbilder stark reduziert werden. Es wurde deshalb eine zehnfache Mittelung des Verstärkungsreferenzbildes und eine sechsfache Mittelung der Dunkelbilder verwendet. Der geringere Mittelungsfaktor des Dunkelstroms begründet sich in dem Bestreben, die Gesamtaufnahmezeit einer Bilderserie möglichst gering zu halten. Die Dunkelstromreferenzbilder müssen bei jeder Aufzeichnung eines Verteilungsbildes neu aufgenommen werden (vgl. Abb. 4.8). Die sechsfache Mittelung der Dunkelbilder setzt sich wie oben beschrieben aus drei Dunkelbildern vor und drei Dunkelbildern nach der eigentlichen Aufzeichnung der Serie

zusammen, die dann gewichtet gemittelt werden. Die vollständige Prozedur erzeugt dabei ungefähr eine Verdreifachung der Gesamtaufnahmezeit einer Bilderserie. Das Verstärkungsreferenzbild kann im Gegensatz dazu im Vorfeld der Messung registriert werden, so daß dieses beliebig gemittelt werden kann. Die zehnfache Mittelung beruht auf den Ergebnissen der DQE-Untersuchung in Kapitel 3.3.2.4.

Die unter Berücksichtigung der Mittelungen resultierende DQE für die Aufzeichnung von Elementverteilungsbildern kann nach Gleichung 3.31 berechnet werden. Um realistische Aufnahmebedingungen für das Zeiss EM902 zu untersuchen, ist dabei ein Binningfaktor von 2 berücksichtigt worden. Dieses Binning von vier Pixeln ist erforderlich, da die Intensitäten in den energiegefilterten Bildern sehr gering sind. Die Akkumulation der einfallenden Elektronen kann mittels der Belichtungszeit nicht beliebig ausgedehnt werden, da dies zu Instabilitäten bei der Registrierung der Bilderserie führen würde. Die DQE kann mit Hilfe der Einzelparameter-Methode (Gl. 3.31 aus Kap. 3.3.3) für beliebige Aufnahmebedingungen berechnet werden. Ein Vergleich der damit berechneten DQE mit Resultaten der DQE-Bestimmung nach der Korrelationsfaktormethode (Kap. 3.3.2.2) für eine typische Belichtungszeit von 30 Sekunden ist aufgrund der gezeigten Abhängigkeit des Dunkelstroms von der Anzahl der aufgezeichneten Bilder (Abb 4.8) sehr schwierig. Deshalb beschränkt sich die experimentelle Überprüfung der berechneten DQE auf Bilder mit  $t = 1\text{s}$ , um die Berücksichtigung des Binningfaktor 2 zu verifizieren (Abb. 4.10). Es zeigt sich eine sehr gute Übereinstimmung von Experiment und Rechnung. Nach dieser weiteren Bestätigung der Gleichung 3.31 wurde die DQE für die höhere Belichtungszeit von 30 Sekunden ermittelt. Das Resultat dieser DQE-Berechnung ist in der Abbildung 4.10 ebenfalls dargestellt. Es zeigt sich ein deutlicher Abfall der DQE mit der Zunahme der Belichtungszeit und eine stärkere Abhängigkeit von der einfallenden PE-Dosis. Zur Optimierung der DQE sollten nach diesem Resultat bei einer Belichtungszeit  $t = 30\text{s}$  und einem Binningfaktor von 2 eine Dosis von 800 - 2000PE bei der Aufzeichnung der Einzelbilder erreicht werden. Diese Untersuchung demonstriert nachhaltig, daß die Angabe der DQE durch einen konstanten Wert besonders bei der Aufnahme von Elementverteilungsbildern unzureichend ist.



**Abb. 4.10:**

DQE der MSC794 bei der Registrierung von Elementverteilungsbildern. Die Meßdaten sind mit der Korrelationsfaktor-Methode bei einem Binningfaktor 2 und einer Belichtungszeit  $t = 1\text{s}$  bestimmt worden. Ein Vergleich der Ergebnisse mit der DQE nach der Einzelparameter-Methode (Gl. 3.31) zeigt eine sehr gute Übereinstimmung. Die DQE für  $t = 30\text{s}$  wurde nach dieser Bestätigung mit der Gleichung 3.31 berechnet.

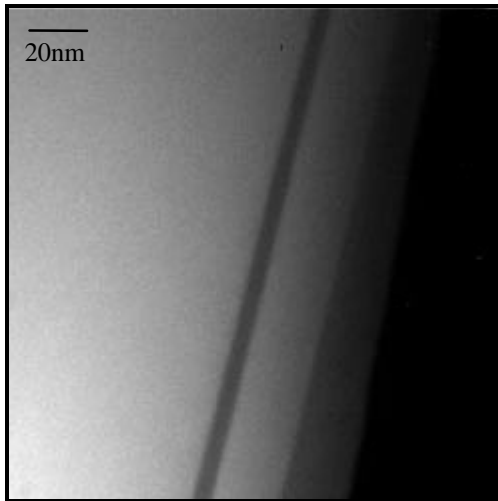
### 4.3.3 Verarbeitung der Bilderserie

Nach der Aufzeichnung der Bilderserie muß der Untergrund des Elementsignalbildes bestimmt werden. Dieses geschieht nach dem Schema der Abbildung 4.6.6 durch die zwei registrierten Bilder vor der Ionisationskante. Die in der Abbildung dargestellte Extrapolation durch ein Potenzgesetz erfordert ausschließlich Standardoperationen der Bildverarbeitung und ist als Funktion ebenfalls in Anwenderprogrammen enthalten. Probleme bei der Verarbeitung entstehen aber sehr häufig durch laterale Verschiebungen der Bilder zueinander, die durch Drift des Präparates während der Aufzeichnung der Bilderserie entstehen. Diese Drift stellt eine Instabilität dar, die möglichst kurze Belichtungszeiten der Bilder fordert (vgl. Kap. 4.3.2). Eine unzureichende Korrektur dieser Drift bei der Verarbeitung der Bilderserie führt zu Scheinstrukturen in Elementverteilungsbildern, wie von Jäger u.a. [Jäg95] z.B. anhand eines Si-Ge-Übergitters demonstriert wird. Untersuchungen der Drift anhand des Modellpräparates zeigen, daß der Effekt als eine lineare Verschiebung der Bilder angesehen werden kann.

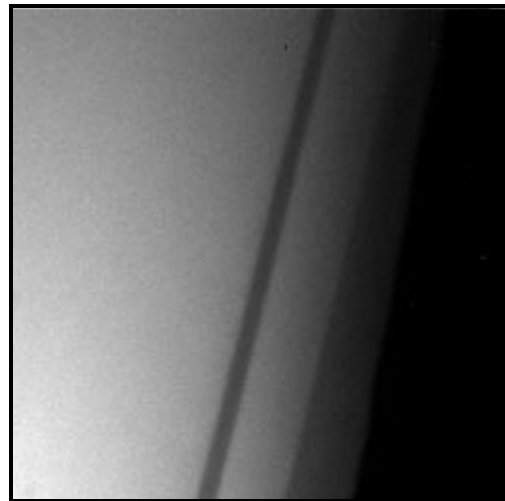
Somit besteht eine einfache Möglichkeit der Driftkorrektur durch eine pixelweise Verschiebung der Einzelbilder zueinander. Zur Ermittlung einer Verschiebung zweier Bilder wird normalerweise die Kreuzkorrelationsfunktion verwendet, die im Gegensatz zur Autokorrelationsfunktion (Kap. 3.2.2.2) einen Wert für die Ähnlichkeit von zwei verschiedenen Bildern in Abhängigkeit von der Verschiebung zueinander angibt. Diese Funktion liefert aber nur gute Ergebnisse, wenn die Objektstruktur genügend differenziert oder vollständig im Bild enthalten ist (z.B. Cluster eines Elements). Deshalb wurde für die Drift der SOI-Struktur eine eigene Korrekturroutine geschrieben. Ein Ein- und Ausblenden eines charakteristischen Bildausschnittes des zweiten Bildes im ersten Bild bei gleichzeitiger, pixelweiser Verschiebung des Ausschnittes über die Tastatur ermöglicht eine genaue visuelle Driftkorrektur der Bilder. Die Korrektur der Drift der vollständigen Bilderserie erfolgt paarweise, wobei anschließend der maximale gemeinsame Bildausschnitt zur Weiterverarbeitung, also zur Berechnung des Elementverteilungsbildes ermittelt wird.

Nachdem die Prozedur zur Erstellung eines Elementverteilungsbildes ausführlich diskutiert wurde, werden in der Abbildung 4.11 das Sauerstoffverteilungsbild einer SOI-Struktur und die drei dazugehörigen, driftkorrigierten Einzelbilder gezeigt. Zusätzlich befindet sich zum Vergleich in der Abbildung ein Bild der Objektstruktur bei einem Energieverlust  $\Delta E = 80\text{eV}$ .

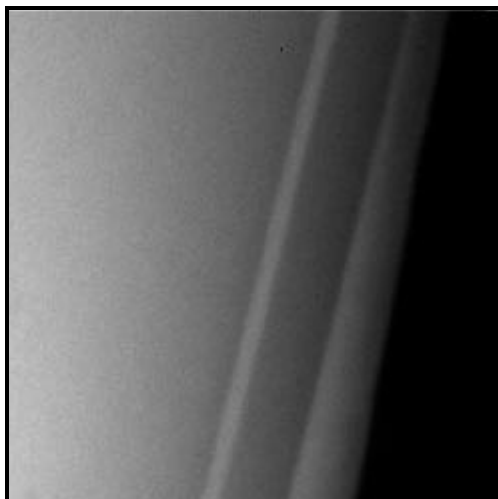
a)  $E_{u1} = 487\text{eV}$



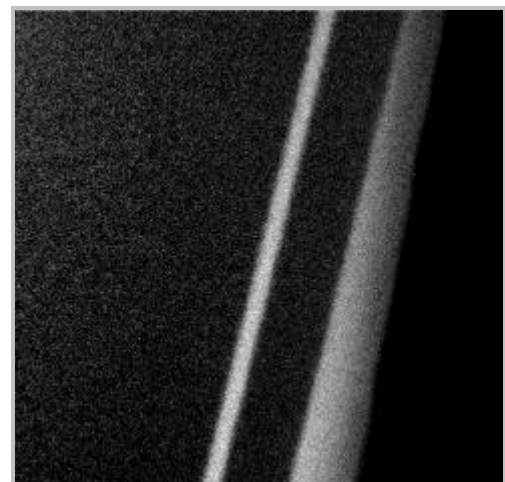
b)  $E_{u2} = 517\text{eV}$



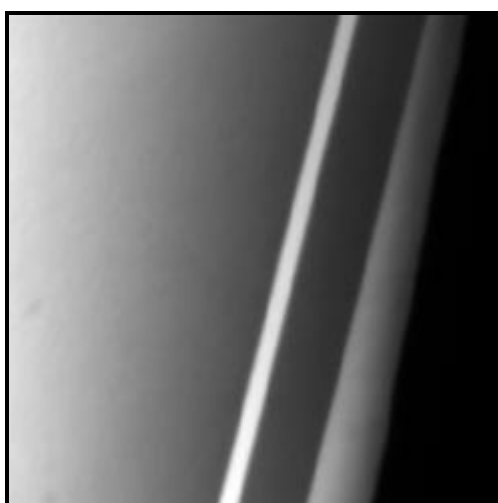
c)  $E_S = 547\text{eV}$



d) Sauerstoffverteilung



e)  $\Delta E = 80\text{eV}$



**Abb. 4.11:**

Erstellung eines Sauerstoffverteilungsbildes des SOI-Präparates. Die Bilder a) - c) stellen die drei Einzelbilder dar, die zur Erstellung des Sauerstoffverteilungsbildes d) benötigt werden (vgl. Abb. 4.6). Bild e) zeigt zum Vergleich mit der eigentlichen Objektstruktur ein Energieverlustbild bei  $\Delta E = 80\text{eV}$ .

### 4.3.4 Schichtdickenbestimmung

Die Bedeutung der Schichtdicke des Präparates bei der Erstellung von Elementverteilungsbildern ist im Kapitel 4.2.5 anhand der Mehrfachstreuung diskutiert worden. Zur Beurteilung von Verteilungsbildern ist demnach eine genaue Bestimmung der Schichtdicke des untersuchten Objektes erforderlich. Dieses kann über die Abhängigkeit der Wahrscheinlichkeit von Anregungsprozessen von der Schichtdicke erfolgen. Die Anregungswahrscheinlichkeiten bestimmen den Verlauf eines Energieverlustspektrums, aus welchem somit die Schichtdicke des Präparates ermittelt werden kann. Eine schnelle und einfache Berechnung der Schichtdicke  $t$  kann durch das Verhältnis der integralen Intensität des Zero-loss Peaks  $I_0$  zu der Gesamtintensität des Spektrums  $I_{ges}$  anhand der Formel

$$t = I_{in} \ln\left(\frac{I_{ges}}{I_0}\right) \quad (4.9)$$

erfolgen [Ege87]. Dabei gibt die mittlere unelastische freie Weglänge  $I_{in}$  die mittlere Schichtdicke an, in der genau ein unelastischer Anregungsprozeß stattfindet.  $I_{in}$  ist abhängig vom Material des Objektes und von verschiedenen Geräteparametern des TEMs, so daß eine exakte theoretische oder experimentelle Bestimmung sehr schwierig ist. Dieses beschränkt die Genauigkeit dieser Methode. Für  $I_{in}$  liefern Egerton u.a. [Ege87] eine empirisch ermittelte Gleichung

$$I_{in} = \frac{106R(E_0/E_m)}{\ln(2E_0\mathbf{b}/E_m)} \quad (\text{in nm}), \quad (4.10)$$

mit dem relativistischen Korrekturfaktor

$$R = \frac{1 + E_0/1022}{(1 + E_0/511)^2},$$

der Energie  $E_0$  der einfallenden Elektronen (in keV) und dem Kollektionshalbwinkel  $\mathbf{b}$  des Spektrometers. Der Parameter  $E_m$  wird definiert als  $E_m = 7.6Z^{0.36}$ , wobei für  $Z$  die mittlere Ordnungszahl des Präparates eingesetzt wird. Nach Egerton u.a. zeigen die

Ergebnisse der Gleichung aber Ungenauigkeiten von  $\pm 20\%$  [Ege87]. Für eine Si-Probe, einem halben Kollektionswinkel  $\mathbf{b} = 10\text{mrad}$  und eine Beschleunigungsspannung des TEMs von 80kV liefert die Gleichung 4.10 z.B. ein  $I_{in} = 80\text{nm}$ . Der halbe Kollektionswinkel  $\mathbf{b}$  entspricht beim EM902 dem Objektivaperturwinkel  $\mathbf{q}_0$ .

Eine genauere Methode zur Schichtdickenbestimmung aus einem EELS bietet die Kramers-Kronig Relation [Ege87]. Beschreibt man die Intensitätsverteilung der Einfachstreuung  $s_I(E)$  mit Hilfe der dielektrischen Theorie, so ist

$$s_I(E) = \frac{I_0 t}{2Pa_0 E_0} \ln \left( 1 + \left( \frac{\mathbf{b}}{\mathbf{q}_E} \right)^2 \right) \text{Im} \left( -\frac{1}{\mathbf{e}(E)} \right) , \quad (4.11)$$

mit dem Bohrschen Atomradius  $a_0 = 0.0529\text{nm}$ ,

der Energie  $E_0$  der Primärelektronen,

dem Kollektionshalbwinkel  $\mathbf{b}$ ,

dem charakteristische Winkel  $\mathbf{q}_E = E / 2E_0$  der unelastischen Streuung,

der komplexen dielektrischen Funktion  $\mathbf{e}(E)$  und

dem Energieverlust  $E$  der Elektronen.

In dieser Gleichung enthalten ist die Dipolnäherung, die für die kleinen Streuwinkel der Transmissionselektronenmikroskopie gültig ist und zur Unabhängigkeit der dielektrischen Funktion vom Streuwinkel führt. Somit kann die Integration über die Streuwinkel analytisch durchgeführt werden.

Verwendet man zur weiteren Analyse der Gleichung 4.11 die Kramers-Kronig Relation, so liefert diese einen Zusammenhang zwischen dem Imaginär- und Realteil des negativen Kehrwertes der dielektrischen Funktion

$$1 - \text{Re} \left( \frac{1}{\mathbf{e}(0)} \right) = \frac{2}{P_0} \int_0^\infty \text{Im} \left( -\frac{1}{\mathbf{e}(E')} \right) \frac{d(E')}{E'} . \quad (4.12)$$

Der Realteil der dielektrischen Funktion kann für Isolatoren und Halbleiter durch den quadrierten Kehrwert des optischen Brechungsindex  $n$  genähert werden. Bei Metallen ist er sogar vollständig zu vernachlässigen. Einsetzen der Gleichung 4.11 in 4.12 unter

Berücksichtigung des optischen Brechungsindizes ergibt somit eine Bestimmungsgleichung für die Schichtdicke  $t$  des Präparates aus einem EEL-Spektrum

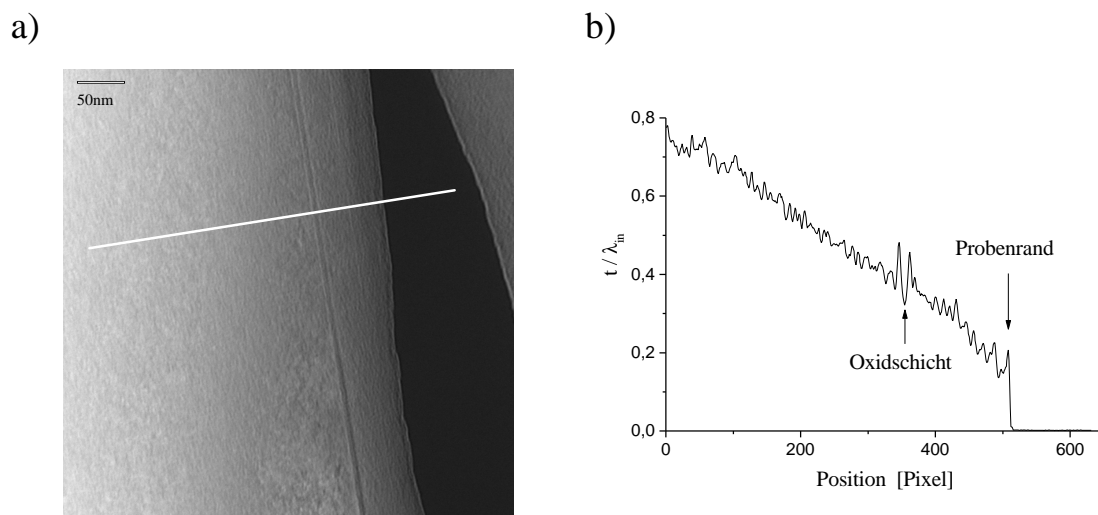
$$t = \frac{4a_0 E_0}{I_0(1 - n^{-2})} \int_0^{\infty} \frac{s_1(E') dE'}{E' \ln\left(1 + \left(\frac{\mathbf{b}}{\mathbf{q}_E}\right)^2\right)} \quad . \quad (4.13)$$

Das benötigte EELS der Einfachstreuung zur Anwendung der Gleichung 4.13 kann aus einem experimentellen Spektrum durch eine Fourier-log-Entfaltung bestimmt werden [Joh74].

Die Registrierung der EELS zur Bestimmung der Schichtdicken sämtlicher untersuchter Präparate sind jeweils mit einer Objektivapertur  $\mathbf{q}_0 = 10\text{mrad}$  durchgeführt worden. Die Auswertung der Spektren erfolgte nur bis zu einem Energieverlust von 200eV, da höhere Energieverluste aufgrund des starken Intensitätsabfalls bei der Integration vernachlässigt werden können. Für den Brechungsindex von Si wurde der Literaturwert  $n = 3.3$  [Phi63] eingesetzt. Eine Überprüfung der Resultate der Kramers-Kronig-Methode erfolgte jeweils mit dem Schichtdickenbestimmungsverfahren nach Gleichung 4.9. Aufgrund der zu erwartenden starken Dickenvariation der Probe durch die Ionendünnung (ansteigende Schichtdicke bei Zunahme des Abstandes vom Probenrand) wurden jeweils ein EELS an beiden Seiten der vergrabenen Oxidschicht aufgezeichnet und ausgewertet. Die Selektion des Objektbereiches erfolgte durch eine  $10\mu\text{m}$  Filtereintrittsblende, wobei eine Mikroskopvergrößerung von 50000 bzw. 85000 verwendet wurde. Die Schichtdicken der untersuchten Probenstellen betrugen bei den Experimenten  $t = 28 - 45\text{nm}$ . Dieses entspricht bei einem  $I_{in}$  von 80nm näherungsweise  $t \leq 0.5 I_{in}$ . In diesem Schichtdickenbereich kann nach Egerton [Ege81] der Effekt der Mehrfachstreuung bei der Elementanalyse vernachlässigt werden.

Aus der Gleichung  $t \leq 0.5 I_{in}$  geht hervor, daß eine absolute Schichtdickenbestimmung bei der Erstellung von Elementverteilungen eigentlich nicht erforderlich ist. Eine Bestimmung der relativen Schichtdicke des Präparates würde zur Überprüfung der Qualität eines Elementverteilungsbildes auch bei quantitativen Messungen vollständig ausreichen. Eine besonders einfache Kontrolle der relativen Schichtdicke eines Präparates stellen sogenannte  $t / I_{in}$ -Verteilungsbilder dar, wie sie von Crozier vorgeschlagen werden [Cro95]. Hierzu wird die Gleichung 4.9 vom EELS auf Energieverlustbilder übertragen.  $I_{ges}$  entspricht dabei einem ungefilterten Bild und  $I_0$

dem entsprechenden Zeroloss-gefilterten Bild. Aus diesen kann das  $t / I_{in}$  - Verteilungsbild berechnet werden. Auch ohne Berechnung der unelastischen mittleren freien Weglänge  $I_{in}$  können aus diesem Verteilungsbild orts aufgelöste Informationen über die relative Schichtdicke des Präparates gewonnen werden. Abbildung 4.12 zeigt ein  $t / I_{in}$  - Verteilungsbild a) einer untersuchten SOI-Struktur und dazu ein Linienprofil b) senkrecht zur vergrabenen Oxidschicht, wie es in dem Verteilungsbild eingezeichnet ist. Neben dem Probenrand ist das Anwachsen der Schichtdicke mit steigender Entfernung zum Rand aufgrund der Präparation durch Ionendünung deutlich zu erkennen. Die relative Schichtdicke der Oxidschicht kann in diesem Beispiel mit  $t / I_{in} = 0.4$  angegeben werden. Dieser Wert erfüllt die Bedingung  $t / I_{in} \leq 0.5$ , so daß Verfälschungen des Verteilungsbildes durch Mehrfachstreuungsprozesse zu vernachlässigen sind. Die Methode wurde in dieser Arbeit neben einer ersten Analyse der Probendicke hauptsächlich zur Untersuchung der Schichtdickenvariationen in einem Präparat eingesetzt.



**Abb. 4.12:**

$t / I_{in}$ -Verteilungsbild eines SOI-Präparates ( a ) zur Analyse der Schichtdicke. Das Diagramm b) zeigt das in a) eingezeichnete Linienprofil (20fach gemittelt).

### ***4.3.5 Bestimmung der Beleuchtungsapertur $\Theta_B$***

Bevor im nächsten Kapitel der Einfluß der MTF des Detektorsystems auf Elementverteilungsbilder durch den Vergleich von Experiment und Simulation untersucht werden kann, wird die Bestimmung der Beleuchtungsapertur  $\Theta_B$  beschrieben. Aufgrund der geringen Wirkungsquerschnitte der unelastischen Streuung sind für die Erstellung von Elementverteilungsbildern hohe Elektronendosen erforderlich. Diese sind bei einem EM902 nur durch eine Erhöhung der Beleuchtungsapertur zu erreichen, welches die gesamte Abbildung beeinflußt (Kap. 4.2.3). Der Beleuchtungswinkel ist deshalb ein wichtiger Parameter bei der Simulation von Elementverteilungsbildern. Da die Beleuchtungsapertur  $\Theta_B$  bei einem EM902 nicht direkt über die Linsenströme des Kondensorsystems berechnet und angezeigt wird, muß dieser Winkel experimentell bestimmt werden. Zur Bestimmung des Winkels wurde die Verbreiterung des Nullstrahls eines Beugungsbildes bei zunehmender Beleuchtungsapertur verwendet. Der Nullstrahl wird zur Ermittlung seiner exakten Breite bei maximaler Kameralänge mit Hilfe von Grigson-Spulen, die sich unterhalb des letzten Projektivsystems befinden, über die Photomultipliereinheit des Gerätes gescannt. Die Halbwertsbreite  $d$  des Linescans liefert die Winkelverbreiterung des Nullstrahls durch die erhöhte Beleuchtungsapertur, wenn der Linescan entsprechend geeicht wird [siehe Hül93]. Unter Berücksichtigung der Kameralänge  $L$  kann der Beleuchtungswinkel dann mit

$$\Theta_B \approx \frac{d}{2L} \quad , \quad (4.14)$$

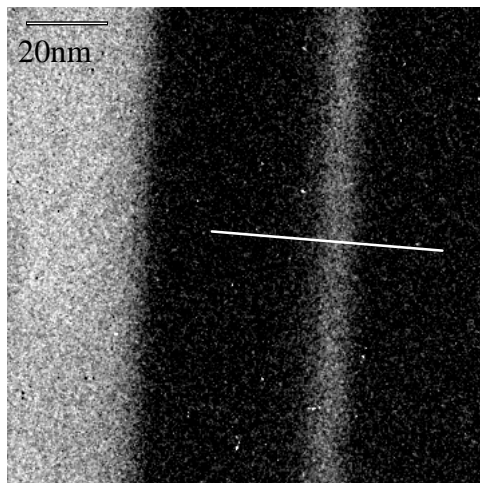
berechnet werden, wobei die Näherung  $\sin x \approx x$  für die zu erwartenden kleinen Beleuchtungswinkel in der Formel enthalten ist. Für den maximalen Beleuchtungswinkel des EM902 ergab die Messung einen Wert von  $\Theta_B = 4.2\text{mrad}$ . Aufgrund der Komplexität der Messung konnte diese nicht jedesmal vor der Registrierung eines Elementverteilungsbildes erfolgen. Deshalb erfolgte die Bestimmung des Beleuchtungswinkels  $\Theta_B$  bei der Aufzeichnung der Elementverteilungsbilder jeweils nur durch eine visuelle Abschätzung mittels eines Zeroloss-gefiltertes Beugungsbildes bei einer Kameralänge von  $L = 4200\text{mm}$ .

#### ***4.3.6 Einfluß der MTF auf das Elementverteilungsbild***

Der Einfluß der MTF bei der Aufzeichnung von Elementverteilungsbildern ist im Kapitel 4.2.3 theoretisch beschrieben worden. Im Fourierraum ist die Übertragungsfunktion des Gesamtsystems, EFTEM mit CCD-Kamerasystem, ein Produkt aus der unelastischen Übertragungsfunktion und der MTF des Kamerasystems. Die Übertragungsfunktion des Kamerasystems ist prinzipiell konstant und kann nicht variiert werden. Eine begrenzte Möglichkeit, die MTF zu verändern, besteht nur in dem Binning von Pixeln. Der Einfluß der MTF auf die Aufzeichnung ist deshalb nur von der lateralen Struktur des Eingangsbildes abhängig. Die MTF führt bei höheren Raumfrequenzen zu einer stärkeren Dämpfung. Der Einfluß bei kleinen Objektstrukturen (bezogen auf die Pixelgröße) ist also am stärksten. Die Auswirkungen der MTF auf Elementverteilungsbilder verändert sich also in Abhängigkeit von der Vergrößerung des TEMs bei der Aufzeichnung. Dies ist ein wichtiger Aspekt bei der Untersuchung des MTF-Einflusses auf Elementverteilungsbilder.

Ein Problem bei der Untersuchung der lateralen Übertragung von Elementverteilungsbildern ist wie bei der Kantenmethode zur MTF-Bestimmung eines Kamerasystems (Kap. 3.2.2.1) das Rauschen. Dieses ist in Elementverteilungsbildern aufgrund des geringen charakteristischen Signals besonders stark. Ein Sauerstoffverteilungsbild des Modellpräparates zeigt deutlich das starke Rauschen (Abb. 4.13a). Bestimmt man aus diesem Bild ein ungemitteltes Linienprofil (Abb. 4.13b) zur Untersuchung der lateralen Übertragungseigenschaften, wie es in a) eingezeichnet ist, so wird die Problematik des Rauschens noch deutlicher. Die Sauerstoffschicht kann nur durch einen geringen Offset auf dem Rauschen erahnt werden. Das gewählte Modellpräparat bietet sich aber die Möglichkeit der Mittelung entlang der exakt geraden Sauerstoffschicht, um das Rauschen zu reduzieren. Ein 100fach gemitteltes Linienprofil der Oxidschicht (Abb. 4.13c) liefert dabei bereits ein gutes Ergebnis, so daß die noch folgenden Linienprofile zur Bestimmung der lateralen Übertragungseigenschaften auch jeweils 100fach gemittelt wurden. Bei entsprechender Wahl der Probenstelle kann in diesem Bereich von einer Konstanz der Schichtdicke ausgegangen werden.

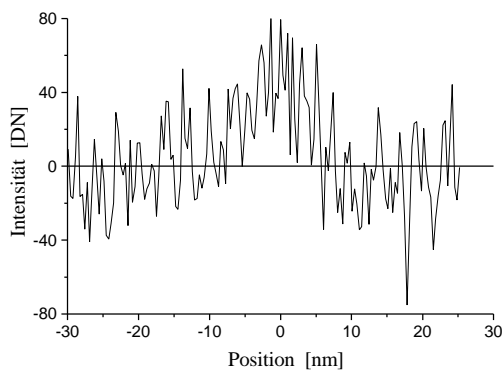
a)



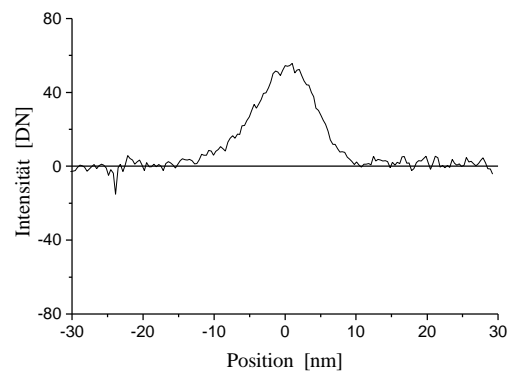
**Abb. 4.13:**

Ausschnitt eines Sauerstoffverteilungsbildes (a)) zur Verdeutlichung des Rauschens in Elementverteilungsbildern. Zur Analyse der exakten Sauerstoffverteilung muß deshalb eine Mittelung im Bild erfolgen. Dieses ist bei der SOI-Struktur entlang der Oxidschicht möglich. Das Ergebnis einer 100fachen Mittelung zeigt das Diagramm c). Vergleichend ist in b) das ungemittelte Linienprofil dargestellt.

b)

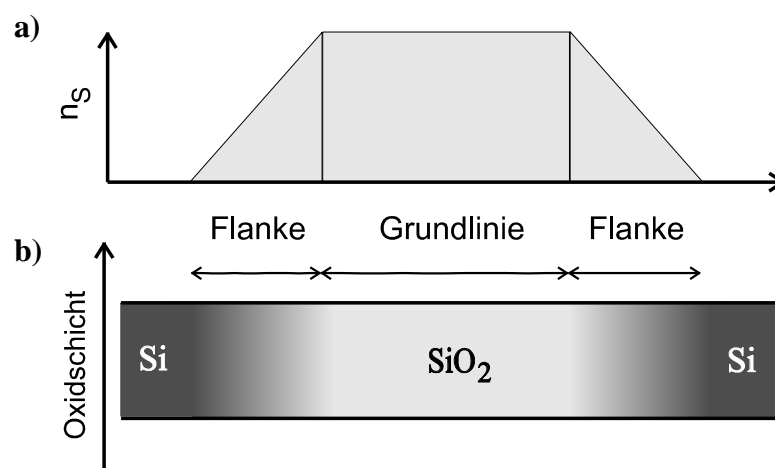


c)



Der gezeigte hohe Rauschanteil in den Elementverteilungsbildern verhindert auch eine Entfaltung mit der MTF zur Korrektur der Aufzeichnung, wie sie bei der Überprüfung der Kantenmethode zur Bestimmung der MTF durchgeführt wurde (Kap. 3.2.2.1). Zur Analyse des MTF-Einflusses müssen deshalb wieder Simulationsrechnungen durchgeführt werden. Aufbauend auf Arbeiten von Berger [Ber93a] wird die gemessene MTF der MSC794 nach Gleichung 4.5 in dem Abbildungsprozeß berücksichtigt. Durch die Simulationsverfahren bei der Bestimmung der MTF liegt diese in analytischer Form vor (Kap. 3.2.2.1 und Kap. 3.2.3) und kann unter Berücksichtigung der Vergrößerung des EFTEMs in die Simulationsrechnung der Registrierung von Verteilungsbildern direkt eingefügt werden.

Zur Untersuchung des MTF-Einflusses werden Sauerstoffverteilungsbilder des SOI-Präparates aufgezeichnet und mit Simulationsrechnungen der Abbildung unter Berücksichtigung der MTF des Kamerasystems verglichen. Die Simulation des Sauerstoffverteilungsbildes verlangt nach Gleichung 4.2 die genaue Kenntnis der Atomflächendichtefunktion  $n_s(\vec{r})$  des abgebildeten Elements. Erste Versuche, diese Funktion bei der Oxidschicht durch eine einfache Rechteckfunktion zu beschreiben, lieferten in den Simulationen nicht annähernd die experimentellen Ergebnisse. Die Abweichungen der Atomflächendichtefunktion des Modellobjektes von einer idealen Rechteckfunktion kann dabei auf zwei Ursachen zurückgeführt werden. Einerseits können Diffusionsprozesse der Sauerstoffatome unscharfe Ränder der Oxidschicht erzeugen. Andererseits entsteht durch eine geringe Verkipfung des Querschnittspräparates zur optischen Achse eine Verbreiterung der Objektstruktur und ein Konzentrationsgefälle im Bild der Oxidschicht. Da exakte Daten dieser beiden Parameter (Diffusion, Verkipfung) nicht vorlagen, wurde versucht, die reale Objektstruktur durch Vergleiche mit experimentellen Daten zu bestimmen. Mit der Annahme eines linearen Konzentrationsgefälles an den Rändern der Oxidschicht ergibt sich in Kombination mit der Rechteckfunktion eine trapezförmige Atomflächendichtefunktion. Die Abbildung 4.14 zeigt die resultierende Dichtefunktion und das entsprechende Verteilungsbild, wie es bei einer idealen Aufzeichnung entstehen würde.

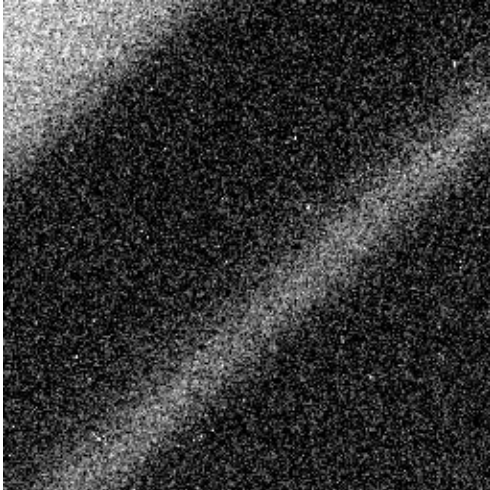


**Abb. 4.14:**

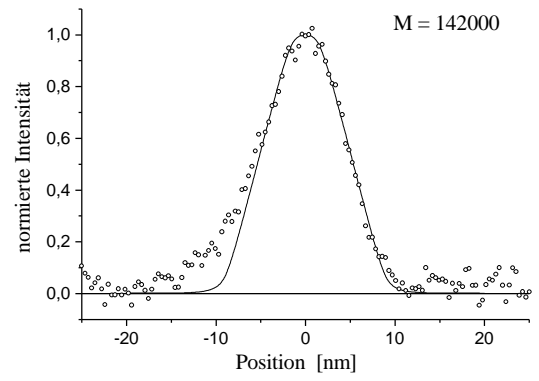
Trapez-Modell a) der Atomflächendichtefunktion  $n_s$  zur Beschreibung der SOI-Struktur. Das Bild b) zeigt das aus dem Modell resultierende Elementverteilungsbild bei idealer Abbildung der Struktur.

Um diesen Ansatz zu überprüfen, wurden Elementverteilungsbilder bei unterschiedlichen Vergrößerungen aufgenommen und mit Simulationen unter der Annahme einer trapezförmigen Objektstruktur verglichen. Abbildung 4.15 zeigt neben den aufgezeichneten Sauerstoffverteilungsbildern (a,c, e, g) jeweils gemittelte Linienprofile der Oxidschicht und die dazugehörigen Ergebnisse der Simulationsrechnung (b, d, f, h). Bei der Aufzeichnung der Bilder wurde neben der Vergrößerung nur die Belichtungszeit des Kamerasystems aufgrund der großen Intensitätsunterschiede der Bilder verändert. Die genauen Maße des Trapezmodells der Objektstruktur wurde bei der maximalen Vergrößerung von 142000 (Abb.4.15a) durch Anfitten der Meßdaten ermittelt. Das Ergebnis bei  $M = 53000$  (Abb.4.15b) bestätigt das ermittelte Trapezmodell. Die Unterschiede zwischen Simulation und Experiment sind bei den kleinen Vergrößerungen (Abb.4.15c  $M = 10600$  und Abb.4.15d  $M = 5300$ ) wahrscheinlich auf eine unzureichende Driftkorrektur zurückzuführen. Bei der geringen Anzahl der Pixel, die zur Struktur beitragen, ist es offensichtlich, daß schon eine sehr geringe Drift der Probe zu einer Verbreiterung der Objektstruktur führen kann. Die minimale Schrittweite der Driftkorrektur ist aber durch die Pixel vorgegeben. Obwohl also im Pixelschema keine Drift festgestellt wurde, kann diese zur Verbreiterung der Objektstruktur geführt haben.

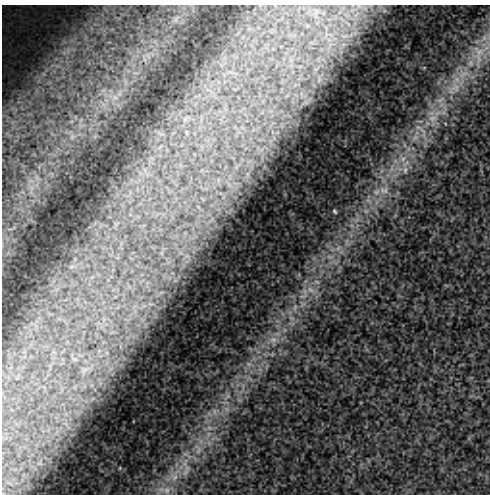
a)



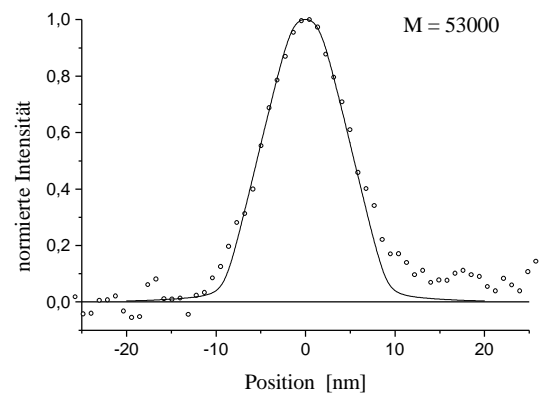
b)



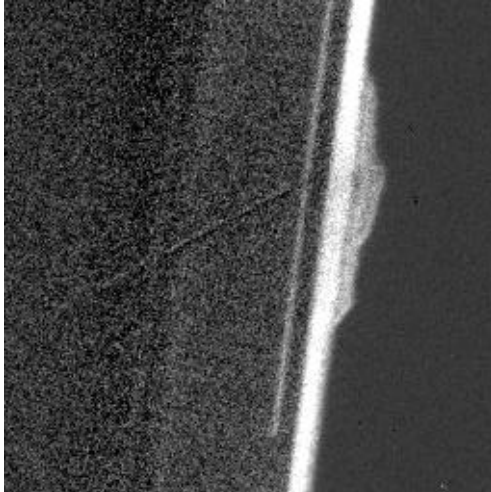
c)



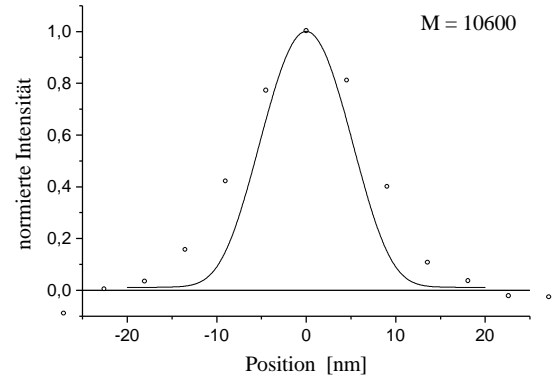
d)



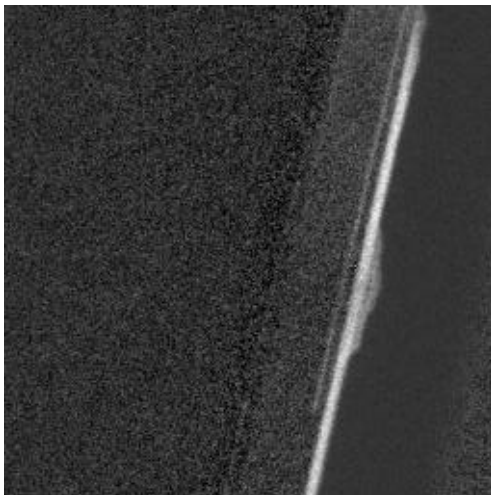
e)



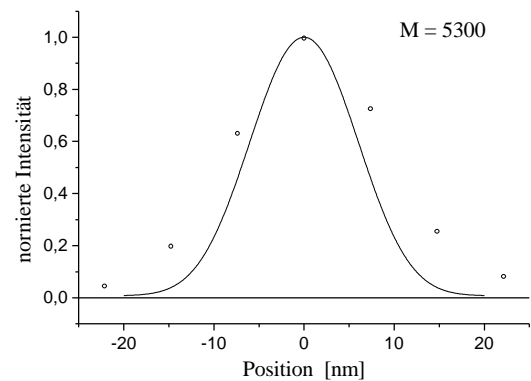
f)



g)



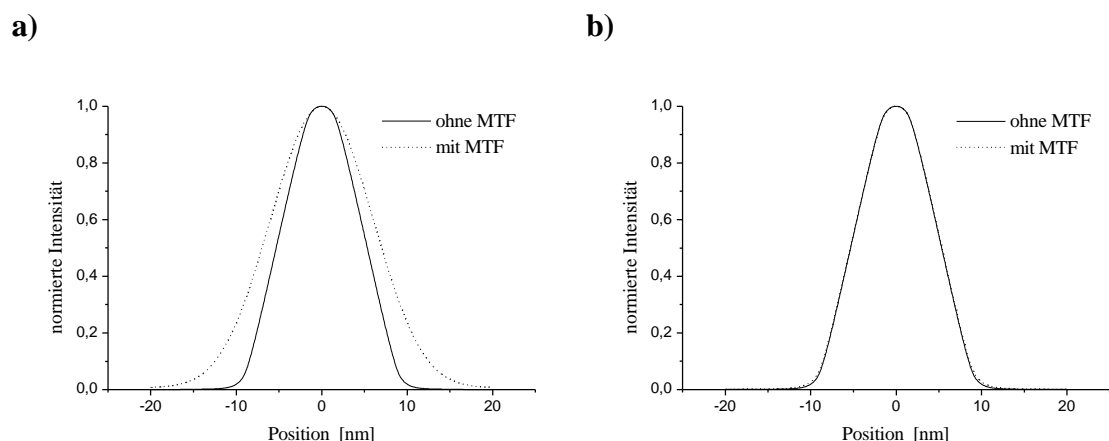
h)



#### Abb. 4.15:

Vergleich experimenteller Linienprofile der Sauerstoffverteilung der vergrabenen Oxidschicht mit Simulationsrechnungen. Die Elementverteilungen wurden hierzu bei vier verschiedenen Vergrößerungen aufgezeichnet: a)  $M=142000$ , c)  $M=53000$ , e)  $M=10600$ , g)  $M=5300$ . Die dazugehörigen Diagramme b), d), f), h) zeigen jeweils den Vergleich der daraus bestimmten Sauerstoffverteilungen mit Simulationsrechnungen. Die in die Simulationen eingehende trapezförmige Atomflächendichtefunktion wurde dabei bei den hohen Vergrößerungen bestimmt (Grundlinie = 5.5nm und Flanke = 6nm). Die markante Stelle am Probenrand ist ein Rest des zur Querschnittspräparation des Präparates aufgetragenen Klebstoffes. Diese wurde zur Festlegung der genauen Probenstelle genutzt, welches aufgrund der linearen Struktur und der Rotation des Bildes durch die Vergrößerungsänderung des TEMs ansonsten sehr schwierig ist.

Nach der Bestätigung des Trapezmodells als Atomflächendichtefunktion des Objektes kann der Einfluß der MTF auf das Elementverteilungsbild durch Simulationen näher untersucht werden. Die Simulationsrechnungen der Abbildung 4.15 werden dazu jeweils ohne und mit Berücksichtigung der MTF des Kamerasystems durchgeführt. Da sich der Effekt bei einem großen Unterschied der Vergrößerungen am deutlichsten zeigt, sind in der Abbildung 4.16 nur die Kurven für die minimale Vergrößerung (a)  $M = 5300$ ) und die maximale Vergrößerung (b)  $M = 142000$ ) dargestellt. Die Simulationen liefern die erwartete stärkere Dämpfung der Raumfrequenzen durch die MTF bei der geringeren Vergrößerung. Während bei der hohen Vergrößerung von 142.000 keine Unterschiede zwischen den Simulationen mit und ohne MTF festzustellen sind, zeigt sich bei einer Vergrößerung von 5.300 eine Verbreiterung der Oxidschicht im Elementverteilungsbild um ungefähr 30% (Halbwertsbreite). Dieses stellt eine massive Verfälschung der eigentlichen Objektstruktur dar. Ob eine Berücksichtigung der MTF bei der Analyse von Elementverteilungsbildern erforderlich ist, ist also abhängig von der Größe der Objektstruktur als Eingangsbild des Kamerasystems. Zusätzlich ist dieses aber auch abhängig von der Art des Objektes. Bei einem scharf abgegrenzten Objekt ist der Effekt z.B. stärker als bei einem Objekt mit gleichmäßigem Konzentrationsgefälle an den Rändern. Deshalb können keine absoluten Aussagen getroffen werden, über wieviel Pixel sich ein Objekt erstrecken muß, damit der Einfluß der MTF vernachlässigt werden kann.



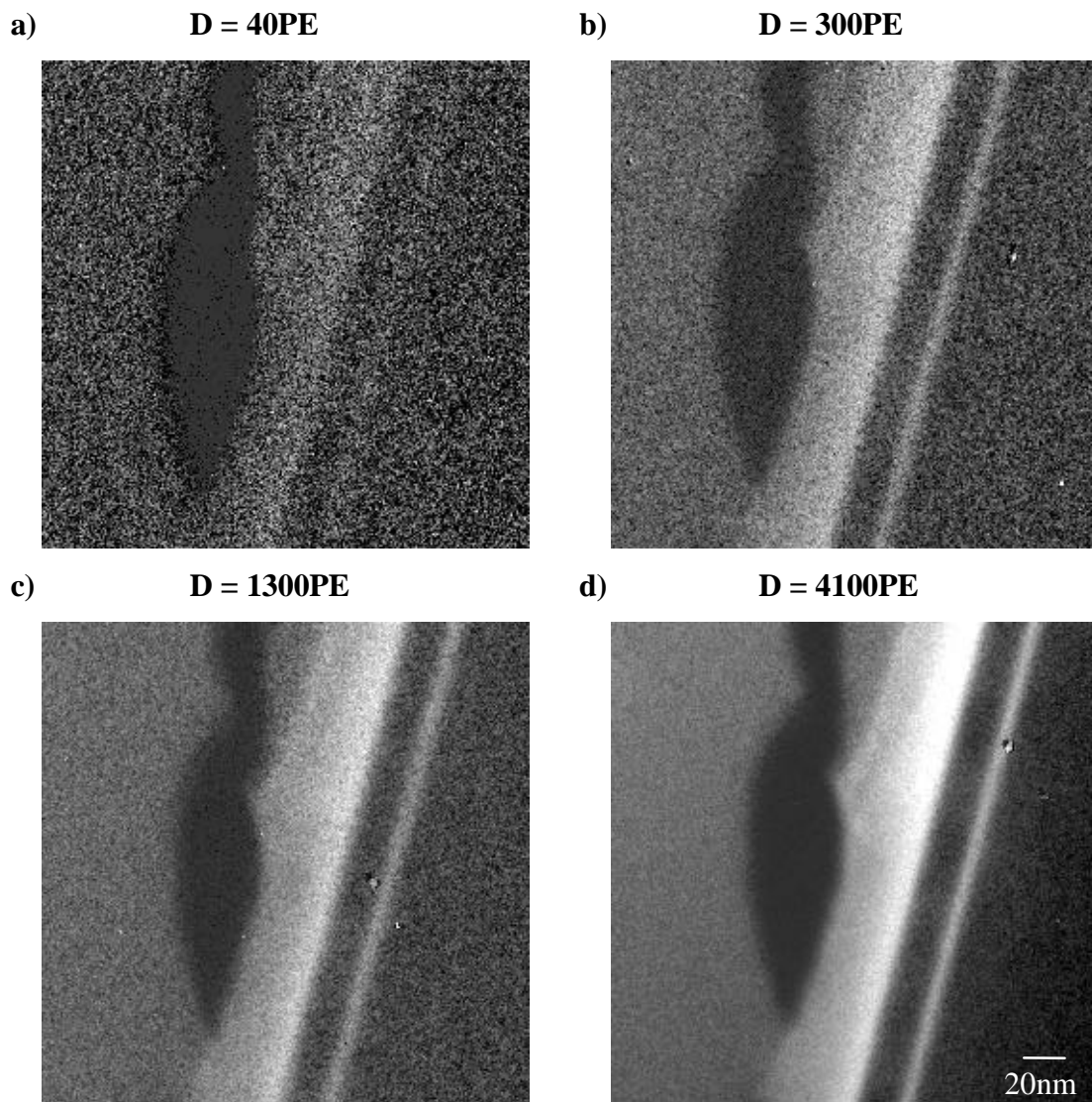
**Abb. 4.16:**

Einfluß der MTF bei der Aufzeichnung von Elementverteilungen. Die Diagramme zeigen jeweils Simulationsrechnungen der vergrabenen Oxidschicht (Abb.4.15) mit und ohne Berücksichtigung der MTF des Kamerasystems. Diagramm a) bei einer Vergrößerung von 5.300 und Diagramm b) bei einer Vergrößerung von 142.000.

#### ***4.3.7 Einfluß der DQE auf das SNR in Elementverteilungen***

In diesem Kapitel wird der Einfluß der DQE eines Kamerasystems auf das Signal-zu-Rausch-Verhältnis eines Elementverteilungsbildes untersucht. Das geringe SNR in Elementverteilungen resultiert aus den geringen Wirkungsquerschnitten der unelastischen Streuung, die zu sehr geringen Elektronendosen in den Elektronenenergieverlustbildern führen. Dieses erfordert, wie in vorherigen Abschnitten schon erwähnt, ein Binning von Pixeln und extrem lange Belichtungszeiten. Den Einfluß dieser Aufnahmebedingungen auf die DQE ist im Zusammenhang mit der Aufzeichnung der Bilderserie zur Erstellung eines Elementverteilungsbildes (Kap. 4.3.2) schon diskutiert worden. Um nun den Einfluß dieser DQE auf das SNR von Elementverteilungsbildern experimentell zu untersuchen, wird eine Serie von Verteilungsbildern der vergrabenen Oxidschicht bei unterschiedlicher Primärelektronendosis aufgenommen. Abbildung 4.17 zeigt einen Teil der bestimmten Verteilungsbilder. Ein Anstieg des SNR mit wachsender Elektronendosis ist schon visuell zu erkennen.

Das exakte SNR der einzelnen Elementverteilungsbilder kann aufgrund der linearen Struktur des Objektes direkt im Bild bestimmt werden. Das Signal ergibt sich durch eine Mittelung entlang der Oxidschicht, und die Standardabweichung des Rauschens ist aus den einzelnen Pixelwerten zu berechnen. Der SNR-Wert ist bei der niedrigsten Elektronendosis von 40PE (Bild a) )  $\text{SNR} = 0.7$ , und die maximale Dosis von 4100PE (Bild d) ) liefert ein SNR von 14. Dieses entspricht einer enormen Steigerung des SNR um den Faktor 20. Der Wert von 0.7 für das SNR des Bildes a) scheint nach dem Rose-Kriterium ( $\text{SNR} > 5$ ) viel zu gering, um das Objekt überhaupt in dem Bild erkennen zu können. Dieses oft als allgemeingültig hingestellte Kriterium gilt aber nur für einen Bildpunkt bzw. eine lokal begrenzte Anhäufung von Atomen eines Elementes (Cluster). Durch die Integrationsfähigkeit des Auges entlang linearer Strukturen ist die Oxidschicht auch bei einem  $\text{SNR} = 0.7$  noch zu erkennen. Aufgrund der Qualitätsminderung des Bildes durch den Druck kann allerdings ein Erkennen der Oxidschicht in Bild a) sehr schwierig sein.



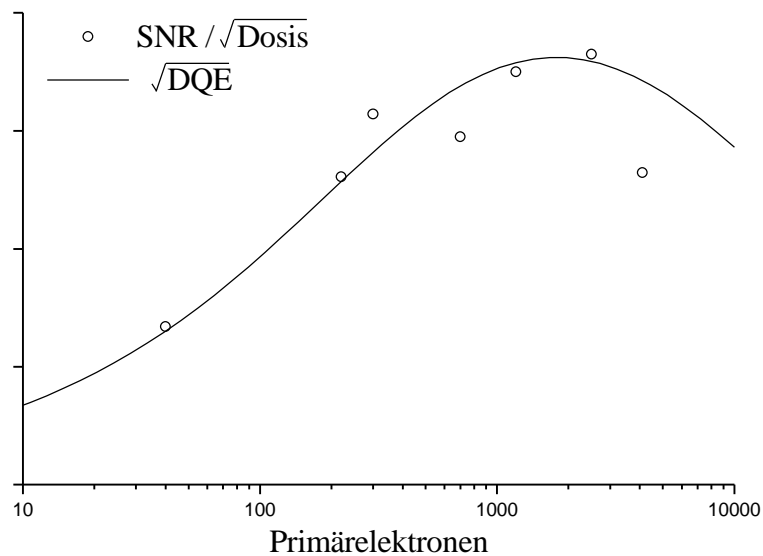
**Abb. 4.17:**

Sauerstoffverteilungsbilder der SOI-Struktur aufgezeichnet mit unterschiedlichen Primärelektronendosen zur Analyse des SNR-Verhaltens.

Analysiert man nun die SNRs der Elementverteilungen theoretisch anhand der Gleichung 4.8 des Kapitels 4.2.6, so ist das SNR von der Quadratwurzel der DQE abhängig. Zur Untersuchung dieser Abhängigkeit durch die experimentellen Ergebnisse müssen aber weitere Einflüsse anderer Parameter ausgeschlossen werden. Der einzige Parameter, der während der Registrierung der Bilderserien verändert wurde, ist die Elektronendosis. Dieses geschieht durch Variation des Beleuchtungswinkels, der auch einen Einfluß auf die Abbildung von Elementverteilungen hat. Bei der untersuchten Objektstruktur führt dieser Einfluß aber nicht zu einer Veränderung des SNRs der Bilder. Die Elektronendosis eines Bildpunktes beschreibt die Formel

$$D_{ij} = \frac{t}{e} \int_{\Delta F_{ij}} j(\mathbf{F}) d^2 \mathbf{F}.$$

Vergleicht man diese Gleichung mit der Gleichung 4.6 des Kapitels 4.2.6, so zeigt sich direkt, daß die mittlere Intensität eines Bildpunktes eines registrierten Bildes linear abhängig von der Elektronendosis ist. Überträgt man diese Abhängigkeit auf die Gleichung des SNR eines Elementverteilungsbildes (Gl. 4.8), so ist in erster Näherung eine Abhängigkeit des SNR von der Quadratwurzel der Elektronendosis festzustellen. Eine exaktere Herleitung dieser Abhängigkeit ist in der Dissertation von Berger [Ber93a] zu finden. Zur Analyse des Zusammenhangs zwischen DQE und SNR muß deshalb eine Normierung der SNR-Werte mit der Quadratwurzel der Dosis erfolgen. Die normierten SNR-Werte sollten dann einen Verlauf zeigen, der der Quadratwurzel der DQE entspricht.



**Abb. 4.18:**

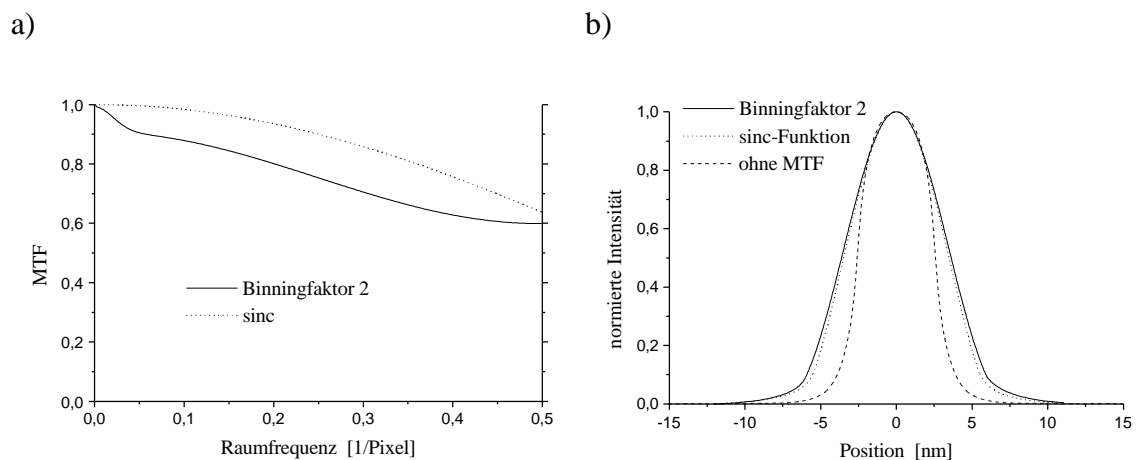
Einfluß der DQE auf das Signal-zu-Rausch-Verhältnis eines Elementverteilungsbildes. Die SNRs wurden aus Sauerstoffverteilungsbildern der vergrabenen Oxidschicht ermittelt. Eine Normierung der SNRs mit der Quadratwurzel der jeweiligen Elektronendosis liefert die erwartete Abhängigkeit von der Quadratwurzel der DQE (Gl. 4.8).

In Abbildung 4.18 sind die experimentellen, normierten SNR-Werte und die Quadratwurzel der DQE qualitativ gegen die Primärelektronendosis aufgetragen worden. Die theoretische Abhängigkeit des SNRs von der Quadratwurzel der DQE wird durch die experimentellen Ergebnisse weitestgehend bestätigt. Die Meßpunkte zeigen aber eine relativ große Streuung, obwohl für jedes bestimmte SNR fünf Messungen in verschiedenen Teilbereichen der Oxidschicht gemittelt wurden.

#### ***4.3.8 Näherung der MTF durch eine sinc-Funktion***

In dem Kapitel 3.2 dieser Arbeit wurde gezeigt, daß die exakte Bestimmung der MTF eines Kamerasystems ein komplexes Problem darstellt. In diesem abschließenden Kapitel soll deshalb die Möglichkeit einer Näherung der Übertragungsfunktion diskutiert werden. Bei der Beschreibung der Aufzeichnung einer Elementverteilung ist bereits erwähnt worden, daß aufgrund der geringen Intensitäten der Bilder oft ein Binning von Pixeln der CCD-Kamera erforderlich ist. Auch die Elementverteilungsbilder der Abbildung 4.15 sind mit einem Binningfaktor 2 erstellt worden. Bei der Bestimmung der DQE mit dem Binningverfahren (Kap. 3.3.2.3) wurde ein solches Binning der Pixel aber zur Reduzierung des Einflusses der MTF verwendet. Interessant ist deshalb in diesem Zusammenhang, ob die MTF aufgrund des Binnings durch die ideale MTF einer CCD-Kamera genähert werden kann. Somit könnte vielleicht auf eine exakte Bestimmung der MTF zur Simulation der Aufzeichnung von Elementverteilungen verzichtet werden. Bei der theoretischen Beschreibung der lateralen Übertragungseigenschaften eines CCD-Kamerasystems wurde gezeigt, daß die ideale MTF einer solchen Registriereinheit eine sinc-Funktion ist (Abb. 3.2 in Kap. 3.2.1). Die Ursache dieser Funktion ist die quadratische Fläche der einzelnen Bildpunkte (Pixel), mit denen das Elektronenbild abgetastet wird. Zum Vergleich der realen und idealen MTF bei einem Binningfaktor 2 wurde die reale MTF noch einmal gemessen. Diese erneute Messung der MTF nach der Kantenmethode mit Simulationsrechnungen (Kap. 3.2.2.1) wurde durchgeführt, da aufgrund des Aliasing der Einfluß des Binnings auf die MTF nicht direkt abzuleiten ist. Die durch die Kantenmethode erhaltene, reale MTF zeigt zur sinc-Funktion nur einen relativ geringen

Unterschied (Abb. 4.19a). Um den Einfluß dieses Unterschiedes auf eine Abbildung zu analysieren, ist in der Abbildung 4.19b eine Simulation einer Sauerstoffverteilung unter Berücksichtigung von realer MTF und sinc-Funktion dargestellt. Obwohl extra eine sehr scharf begrenzte Objektstruktur (Trapez mit einer Grundlinie von 5nm und Flanken von 0,1nm) zur Simulation gewählt wurde, ist ein Unterschied in den resultierenden Elementverteilungen kaum zu erkennen. Die MTF kann also für die Aufnahme von Elementverteilungsbildern mit einem Binningfaktor 2 durch eine sinc-Funktion, die ideale MTF der CCD-Kamera, sehr gut genähert werden. Diese Aussage ist so allerdings nicht allgemein gültig, sondern beschränkt sich auf das in den Simulationen verwendete Kamerasystem (MSC794). Zusätzlich ist in dem Diagramm die Simulation der Verteilung ohne Einbeziehung der MTF eingezeichnet, welches abschließend noch einmal die Notwendigkeit der Berücksichtigung einer MTF bei einer angenommenen Vergrößerung von 10.000 demonstriert.



**Abb. 4.19:**

Näherung der durch Aliasing verzerrten MTF der MSC794 bei einem Binningfaktor 2 durch eine sinc-Funktion. Diagramm a) zeigt die beiden Übertragungsfunktionen, und in b) ist ein Vergleich des Einflusses der beiden Übertragungsfunktionen auf eine Objektstruktur (trapezförmige Oxidschicht, 5nm Grundlinie und 0.1nm Flanke) bei einer Vergrößerung von 10.000 dargestellt. Zum Vergleich ist in b) zusätzlich die Simulation ohne Berücksichtigung des Detektors eingezeichnet worden.

## 5. Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurden CCD-Bildregistrieranlagen für die Transmissionselektronenmikroskopie charakterisiert. Das Ziel dieser Untersuchungen war die Analyse der systematischen Fehler bei der Bildregistrierung. Es wurden anhand von drei kommerziell erhältlichen Kamerasystemen (MSC794, BioCam, HS-SS) nicht nur bestehende Charakterisierungsverfahren verbessert, sondern auch eigene Meßmethoden entwickelt. Die drei wichtigsten Eigenschaften zur Beschreibung einer CCD-Bildregistrieranlage sind die Sensitivität, die Ortsauflösung und das Rauschverhalten.

Die Messung der **Sensitivität** der Kamerasysteme erfolgte je nach technischer Ausstattung des vorhandenen Elektronenmikroskops mit einem Faraday-Becher, dem Leuchtschirm oder der Stromauffängerplatte der Planfilmkamera. Eine Bewertung der erzielten Resultate ist schwierig, da für verschiedene Einsatzgebiete unterschiedliche Sensitivitäten von Vorteil sind.

Die **Ortsauflösung** eines Detektors wird beschrieben durch die Modulationsübertragungsfunktion (MTF). Diese Funktion wurde mit verschiedenen Verfahren bestimmt. Hierbei wurde insbesondere die nicht lineare Verzerrung der Übertragungsfunktion durch Aliasing systematisch untersucht. Da das Aliasing nicht durch direkte analytische Verfahren korrigiert werden kann, sind Simulationen registrierter Daten durch die Diskretisierung einer kontinuierlichen Modellfunktion erforderlich. Bei der *Kantenmethode* zur Bestimmung der MTF konnte der Einfluß des Aliasing durch eine Erweiterung bereits existierender Simulationsroutinen eliminiert werden. Aufbauend auf diesen Ergebnissen wurde eine Korrektur für die *stochastische Methode* der MTF-Bestimmung entwickelt. Diese beruht auf der Simulation des Raumfrequenzspektrums eines Bildes. Für alle drei Kamerasysteme wurden die beiden Methoden der Aliasing-Korrektur anhand der MTF verglichen. Insbesondere für die MSC794 ergab sich eine gute Übereinstimmung der Resultate. Bei diesem Kamerasystem konnte eindeutig gezeigt werden, daß die Diskrepanz zwischen der Kantenmethode und der stochastischen Methode ohne Korrektur des Aliasing auf den unterschiedlichen Einfluß der nicht linearen Verzerrung zurückzuführen ist. Insgesamt lieferte die stochastische Methode zuverlässigere Ergebnisse als die Kantenmethode.

Das **Rauschverhalten** eines Detektors wird durch die Detection Quantum Efficiency (DQE) beschrieben. Auch für diese Funktion wurden anhand der drei Kamerasysteme eine Reihe verschiedener Meßverfahren getestet. Diese Untersuchungen zeigten, daß im Bereich mittlerer bis hoher Elektronendosen und kurzer Belichtungszeiten die DQE durch ihr absolutes Maximum als konstant genähert werden kann. Zur Bestimmung dieses Wertes wurden drei verschiedene Meßverfahren (*Entfaltung*, *Korrelationsfaktor* und *Binning*) eingesetzt. Die Messungen lieferten alle einen nahezu identischen DQE-Maximalwert für das jeweilige CCD-Kamerasystem. Im Vergleich der drei Meßmethoden zeichnet sich das Binningverfahren durch die Unabhängigkeit von der MTF-Bestimmung aus. Bei der Registrierung von Bildern mit geringen Elektronendosen und/oder langen Belichtungszeiten zeigt sich eine starke Abhängigkeit der DQE von den Aufnahmebedingungen. Zur Bestimmung der DQE muß deshalb die sogenannte *Einzelparameter-Methode* eingesetzt werden. Dieses in der Literatur vorgeschlagene Verfahren wurde durch die Berücksichtigung der bei CCD-Kamerasystemen erforderlichen Bildkorrekturen erweitert.

Der Einfluß der CCD-Kamerasysteme auf die Erstellung von Elementverteilungsbildern wurde anhand der MSC794 untersucht. Als Modellpräparat für diese Untersuchungen dienten Querschnittspräparate von Silicon-on-Insulator Strukturen, deren Eigenschaften sowohl die Untersuchung der Ortsauflösung als auch des Rauschverhaltens ermöglichten. Die Untersuchung des Rauschverhaltens erfolgte aufgrund der geringen Elektronendosen und der hohen Belichtungszeiten mit Hilfe der Einzelparameter-Methode. Als Resultat konnten Werte für Belichtungszeiten, Elektronendosen und Bildkorrekturen angegeben werden, die zur Steigerung des Signal-zu-Rausch-Verhältnisses in den Elementverteilungsbildern führten. Bei der Untersuchung der Reduzierung der Ortsauflösung durch den Detektor zeigt sich die aufgrund der MTF erwartete Abhängigkeit von der Größe der Struktur des Eingangsbildes. Bei kleinen Strukturen wurden Verfälschungen der Schichtbreite von ca. 30% ermittelt. Zur quantitativen Analyse von Objektstrukturen ist deshalb die Berücksichtigung der MTF der CCD-Bildregistrieranlage unerlässlich. Die Untersuchungen zeigten aber auch, daß eine Näherung der MTF der MSC794 unter Verwendung des Binning-Faktors 2 durch eine einfache sinc-Funktion hinreichend genau ist.

## 6. Abkürzungen

<b>ACF</b>	Autokorrelationsfunktion, <b>A</b> utocorrelation <b>f</b> unction
<b>ARF</b>	<b>A</b> ntireflexionsschicht
<b>CCD</b>	<b>C</b> harge- <b>C</b> oupled- <b>D</b> evice
<b>DN</b>	digitale Einheit, <b>D</b> igital <b>N</b> umber
<b>DQE</b>	<b>D</b> etection <b>Q</b> uantum <b>E</b> fficiency
<b>EELS</b>	Elektronenenergieverlustspektrum
<b>EFTEM</b>	energiefilterndes <b>T</b> ransmissionselektronen <b>m</b> ikroskop
<b>ESF</b>	Kantenverwaschungsfunktion, <b>E</b> dge <b>S</b> pread <b>F</b> unction
<b>FFT</b>	schnelle Fouriertransformation, <b>f</b> ast <b>F</b> ourier <b>T</b> ransformation
<b>LSF</b>	Linienverwaschungsfunktion, <b>L</b> ine <b>S</b> pread <b>F</b> unction
<b>LSI</b>	linear und stationär, <b>l</b> inear and <b>s</b> hift- <b>i</b> nvariant
<b>MOS</b>	Metall-Oxid-Halbleiter, <b>M</b> etal- <b>O</b> xide- <b>S</b> emiconductor
<b>MTF</b>	Modulationsübertragungsfunktion, <b>M</b> odulation <b>T</b> ransfer <b>F</b> unction
<b>OTF</b>	optische Übertragungsfunktion, <b>O</b> ptical <b>T</b> ransfer <b>F</b> unction
<b>P20</b>	Polykristallines Szintillatormaterial (ZnCdS in einem Bindemittel)
<b>PE</b>	<b>P</b> rimärelektronen
<b>PSF</b>	Punktverwaschungsfunktion, <b>P</b> oint <b>S</b> pread <b>F</b> unction
<b>PTF</b>	Phasenübertragungsfunktion, <b>P</b> hase <b>T</b> ransfer <b>F</b> unction
<b>SIT</b>	<b>S</b> ilicon- <b>I</b> ntensifier- <b>T</b> arget
<b>SNR</b>	Signal-zu-Rausch-Verhältnis, <b>S</b> ignal-to- <b>N</b> oise <b>R</b> atio
<b>SOI</b>	<b>S</b> ilicon- <b>o</b> n- <b>I</b> nsulator
<b>TEM</b>	<b>T</b> ransmissionselektronen <b>m</b> ikroskop
<b>YAG</b>	<b>Y</b> ttrium- <b>A</b> luminium- <b>G</b> ranat

## ***6.1 Produktbezeichnungen***

<b>MSC794</b>	Eine <b>MultiScan-CCD Kamera 794</b> der Firma Gatan GmbH installiert im Physikalischen Institut der WWU Münster an einem Zeiss EM902.
<b>BioCam</b>	Eine <b>BioCam 1024 CCD-Kamera</b> der Firma Soft Imaging System installiert im Applikationslabor von Philips Electron Optics in Eindhoven an einem CM100.
<b>HS-SS</b>	Eine <b>dual-scan HS-SS 1024 CCD-Kamera</b> der Firmen Proscan und LEO installiert am Deutschen Krebsforschungszentrum in Heidelberg an einem LEO EM912 Omega.
<b>EM902</b>	energiefilterndes Transmissionselektronenmikroskop <b>EM902</b> der Firma ZEISS

## 7. Literaturverzeichnis

- [Aik89] R.Aikens, D.A.Agard, J.W.Sedat; Solid-state imagers for microscopy.  
*Methods Cell. Biol.* **29** (1989) 291-313
- [Ari93] T.Arii, N.Yoshimura, Y.Kamiya; Intensity measurement of high electron microscopic images by YAG-TV recording systems.  
*J. Electron Microsc.* **42** (1993) 55-63
- [Ber92] A.Berger, H.Kohl; Elemental mapping using an imaging energy filter: image formation and resolution limits.  
*Microsc. Microanal. Microstruct.* **3** (1992) 159-174
- [Ber93a] A.Berger; Abbildung von Elementverteilungen mit hoher Ortsauflösung im Transmissions-Elektronenmikroskop.  
Dissertation TH Darmstadt (1993)
- [Ber93b] A. Berger, H.Kohl; Optimum imaging parameters for elemental mapping in an energy filtering transmission electron microscope.  
*Optik* **92** (1993) 175-193
- [Bet30] H.Bethe; Zur Theorie des Durchgangs schneller Korpuskularstrahlen durch Materie. *Ann. Physik* **5** (1930) 325-400
- [Blo87] M.M.Blouke, J.R.Janesick, T.Elliott, J.E.Hall, M.W.Cowens, P.J.May; Current status of the 800x800 charge-coupled device image sensor.  
*Opt. Eng.* **26** (1987) 864-874
- [Bor86] G.Boreman, E.L.Dereniak; Method for measuring modulation transfer function of charge-coupled devices using laser speckle.  
*Opt. Eng.* **25** (1986) 148-150
- [Boy70] W.S.Boyle, G.E.Smith; Charge-coupled semiconductor devices.  
*Bell syst. techn. J.* **49** (1970) 587-593
- [Bre55] E.Breitenberger; scintillation spectrometer statistics.  
*Prog. Nucl. Phys.* **4** (1955) 56-94
- [Bro85] I.N.Bronstein, K.A.Semendjajew; Taschenbuch der Mathematik.  
Verlag Harri Deutsch, Thun und Frankfurt/Main 1985
- [Cam77] S.B.Campana; Techniques for evaluating charge coupled imagers.  
*Opt. Eng.* **16** (1977) 267-274
- [Cas62] R.Castaing, L.Henry; Filtrage magnetique des vitesses en microscopie electronique. *C.R. Acad. Sci. Paris* **255** (1962) 76-78

- [Cha85] F.Chazallet, J.Glasser; Theoretical bases and measurement of the MTF of integrated image sensors. *Proc. SPIE* **549** (1985) 131
- [Col54] J.C.Coltman; The specification of imaging properties by response to a sine wave input. *J. Opt. Soc. Am.* **44** (1954) 468-471
- [Cro69] M.H.Crowell, E.F.Labuda; the silicon diode array camera tube. *Bell syst. techn. J.* **3** (1969) 1481-1528
- [Cro95] P.A.Crozier; Quantitative elemental mapping of materials by energy-filtered imaging. *Ultramicroscopy* **58** (1995) 157-174
- [Cun94] I.A.Cunningham, M.S.Westmore, A.Fenster; A spatial-frequency dependent quantum accounting diagram and detective quantum efficiency model of signal and noise propagation in cascaded imaging systems. *Med. Phys.* **21** (1994) 417-427
- [Dab91] I.Daberkow, K.-H.Herrmann, L.Liu, W.D.Rau; Performance of electron image converters with YAG single-crystal screen and CCD detector. *Ultramicroscopy* **38** (1991) 215-223
- [Dai71] J.C.Dainty; Methods of measuring the modulation transfer function of photographic emulsions. *Optica acta* **18** (1971) 795-813
- [Dai74] J.C.Dainty, R.Shaw; Image Science. Academic Press, London 1974
- [Dav79] C.J.Davies, B.L.Morgan ,R.J.Scaddan, R.W.Airey, J.C.Dainty; Astronomical applications of a CCD. *Adv. Electron. Electron Phys.* **52** (1979) 481-494
- [DS96] Datenblatt der MultiScan CCD-Kamera Modell 794, DS 794 020196
- [Eck96] J.Eckardt; Optimierung von Geräteparametern für den Nachweis kleiner Teilchen in hochauflösenden Elementverteilungsbildern. Diplomarbeit, Universität Münster, 1996
- [Ege75] R.F.Egerton; Inelastic scattering of 80KeV electrons in amorphous carbon. *Phil. Mag.* **31** (1975) 199-215
- [Ege81] R.F.Egerton; The range of validity of EELS microanalysis formulae. *Ultramicroscopy* **6** (1981) 297-300
- [Ege86] R.F.Egerton; Electron energy-loss spectroscopy in the electron microscope. Plenum Press, New York and London 1986
- [Ege87] R.F.Egerton, S.C.Cheng; Measurement of local thickness by electron energy-loss spectroscopy. *Ultramicroscopy* **21** (1987) 231-244

- [Eli53] P.Elias, Optics and communication theory.  
*J. Opt. Soc. Amer.* **43** (1953) 229-232
- [Fan47] U.Fano; Ionization yield of radiations. II The fluctuation of the  
number of ions. *Phys. Rev.* **72** (1947) 26-29
- [Fan93] G.Y.Fan, M.H.Ellisman; High-sensitifty lens-coupled slow-scan CCD  
camera for transmission electron microscopy.  
*Ultramicroscopy* **52** (1993) 21-29
- [Fel90] J.C.Feltz, M.A.Karim; Modulation transfer function of  
charge-coupled devices. *Applied Optics* **29** (1990) 717-722
- [Fro92] I.Fromm, L.Reimer, R.Rennekamp; Investigations and use of  
plasmon losses in energy-filtering transmission electron microscopy.  
*J. Micr.* **166** (1992) 257-271
- [Fün54] E.Fünfer,H.Neuert; Zählrohre und Szintillationszähler.  
Verlag G.Braun Karlsruhe 1954
- [Gol65] L.I.Goldfischer; Autocorrelation function and power spectral density of  
laser-produced speckle patterns. *J. Opt. Soc. Am.* **55** (1965) 247-253
- [Gol98] U.Golla; Untersuchung der Auflösungs- und Nachweisgrenzen in  
Elementverteilungsbildern. Dissertation, Universität Münster 1998
- [Har70] P.Hariharan; Evaluation of the modulation transfer function of  
photographic materials using a laser speckle pattern.  
*Applied Optics* **9** (1970) 1482-1448
- [Hec89] E.Hecht, Optik. Addison-Wesley-Verlag 1989
- [Her73] K.-H.Herrmann, D.Krahl; „Bildverstärker“ in „Methodensammlung der  
EM“ No.6 ed. G.Schimmel, W.Vogel; Wiss. Verlagsges. Stuttgart 1973
- [Her84] K.-H.Herrmann, D.Krahl; Electronic image recording in conventional  
electron microscopy. *Adv. Opt. and El. Micr.* **9** (1984) 1-64
- [Hil96] S.Hiller; Gatan GmbH, München. Mündliche Mitteilung.
- [How63] A.Howie; Inelastic scattering of electrons by crystals  
*Proc. Roy. Soc.* **A271** (1963) 268-287
- [Hül93] C.Hülk; Energiefilterung der Debye-Scherrer-Ringe von polykristallinen  
Aufdampfschichten. Diplomarbeit, Universität Münster, 1993
- [Hül95] C.Hülk, S.Holzhausen ,G.Pleines, H.Kohl; Messung der Eigenschaften  
einer Low-Light-Level TV-Kamera. *Tagungsband Optik* **100** (1995) 52

- [Hül98] C.Hülk, I.Daberkow; Easy methods for accurate characterization of CCD cameras. Eingereicht *14<sup>th</sup> Int. Congr. Electr. Micr.* 1998, Cancun
- [Ish93] K.Ishizuka; Electron image detection efficiency of slow-scan CCD cameras. *Ultramicroscopy* **52** (1993) 7-20
- [Jäg95] W.Jäger, J.Mayer; Energy-filtered transmission electron microscopy of Si<sub>m</sub>Ge<sub>n</sub> superlattices and Si-Ge heterostructures I. Experimental results. *Ultramicroscopy* **59** (1995) 33-45
- [Jan87] J.R.Janesick, T.Elliot, S.Collins, M.M.Blouke, J.Freeman; Scientific charge-coupled devices. *Opt. Eng.* **26** (1987) 692-714
- [Jea78] C.Jeanguillaume, P.Trebbia, C.Coliex; About use of electron energy-loss spectroscopy for chemical mapping of thin foils with high spatial resolution. *Ultramicroscopy* **3** (1978) 237-242
- [Joh74] D.W.Johnson, J.C.Spence; Determination of the single-scattering probability distribution from plural-scattering data. *J.Phys. D: Appl. Phys.* **7** (1974) 771-780
- [Jon58] R.C.Jones; On the point and line spread functions of photographic images. *J. Opt. Soc. Am.* **48** (1958) 934-937
- [Jon59] R.C.Jones; Quantum Efficiency of detectors for visible and infrared radiation. *Adv. Electr. Electron Phys.* **11** (1959) 87-183
- [Koh85a] H.Kohl, H.Rose; Theory of image formation by inelastically scattered electrons in the electron microscope. *Adv. Electr. and Electr. Phys.* **65** (1985) 173-227
- [Koh85b] H.Kohl; A simple procedure for evaluating effective scattering cross sections in STEM. *Ultramicroscopy* **16** (1985) 265-268
- [Kop89] K.Kopitzki; Einführung in die Festkörperphysik. 2. Auflage 1989 Verlag B.G.Teubner, Stuttgart
- [Kos74] W.F.Kosonocky, J.E.Carnes, M.G.Kovac, P.Levine, F.V.Shallcross, R.L.Rodgers; Control of blooming in charge-coupled imagers. *RCA rev.* **35** (1974) 3-24
- [Kri80] J.Kristian, M.Blouke; Charge-coupled devices in astronomy. *Sci.Am.* (1980) 66-75
- [Kri93] O.L.Krivanek, P.E.Mooney; Applications of slow-scan CCD cameras in transmission electron microscopy. *Ultramicroscopy* **49** (1993) 95-108
- [Kuj92] S.Kujawa, D.Krahl; Performance of a low-noise CCD camera adapted to a transmission electron microscope. *Ultramicroscopy* **46** (1992) 395-403

- [Kuj95] S.Kujawa; Abbildung von periodischen Elementverteilungen mittels energiegefilterter Transmissionselektronenmikroskopie. Verlag Dr. Köster, Berlin 1995
- [Len71] F.Lenz; Transfer of image information in electron microscope. In: Electron microscopy in material science (ed. by U.Valdre), Academic Press, New York (1971) 540-569
- [Liu92] L.Liu; Optimierung von Elektronenbildwandlern mit Slow-Scan-CCD-Kamera für 40 - 300 keV Elektronenenergie. *Dissertation*, Eberhards-Karls-Universität Tübingen 1992
- [Lük90] H.D.Lüke, Signalübertragung. Springer-Verlag Berlin, Heidelberg 1990
- [Mas91] W.P.Maszara; Silicon-On-Insulator by Wafer Bonding: A Review. *J. Electrochem. Soc.* **138** (1991) 341-347
- [Moc86] M.E.Mochel, J.M.Mochel; A CCD imaging and analysis system for the VG HB5 STEM. *Proc. of the 44<sup>th</sup> Ann. Meet. EMSA* (1986) 616-617
- [Moo90] P.E.Mooney, G.Y. Fan, C.E.Mayer, K.V.Truong, D.B.Bui, O.L.Krivanek; Slow-scan CCD camera for transmission electron microscopy. *Proc. of the 12th Int.Conf.El. Micr.* (1990) 164-165
- [Moo93] P.E.Mooney, W.J.de Ruijter, O.L.Krivanek; MTF restoration with slow scan CCD-cameras. *Proc. 51th Ann. Meet. MSA, Cincinnati* (1993) 262-263
- [Nad87] I.Naday, M.G.Strauss, I.S.Sherman, M.R.Kraimer, E.M.Westbrook; Detector with charge-coupled device sensor for protein crystallography with synchrotron X-rays. *Opt. Eng.* **26** (1987) 788-794
- [Nüc95] W.Nüchter,A.L.Weickenmeier,J.Mayer; Quantitative characterization of standard and antireflection YAG scintillator slow-scan CCD-cameras. *Inst. Phys. Conf. Ser.* No **147**, 309-312
- [Par84] S.K.Park, R.Schowengerdt, M.-A, Kaczynski; Modulation-transfer-function analysis for sampled image systems. *Applied Optics* **23** (1984) 2572-2582
- [Phi63] H.R.Philipp, H.Ehrenreich; Optical properties of semiconductors *Phys. Rev.* **129** (1963) 1550-1560
- [Pho98] Cercificate of Calibration for the BioCam, Photometrics, 07.03.98
- [Ple96] G.Pleines; Bestimmung der Übertragungseigenschaften elektronischer Bildwandler. Diplomarbeit, Phys.Inst. der WWU Münster

- [Pre92] W.H.Press, S.A.Teukolsky, W.T.Vetterling, B.P.Flannery;  
Numerical Recipes in C. 2<sup>th</sup> Edition,  
Cambridge University Press, Cambridge 1992
- [Rab87] M.Rabbani, R.Shaw, R.van Metter; Detective quantum efficiency of  
imaging systems with amplifying and scattering mechanismus.  
*J. Opt. Soc. Am. A* **4** (1987) 895-901
- [Rae80] H.Raether; Excitation of plasmons and interband transitions by electrons,  
Springer-Verlag, Berlin 1980
- [Rei88] L.Reimer, I.Fromm, R.Rennekamp; Operation modes of electron  
spectroscopic imaging and electron energy-loss spectroscopy in a  
transmission electron microscope. *Ultramicroscopy* **24** (1988) 339-354
- [Rei90] L.Reimer, M.Ross-Messemer; Contrast in the electron spectroscopic  
imaging mode of a TEM II. Z-ratio, structure-sensitive and phase  
contrast. *J. Microsc.* **159** (1990) 143-160
- [Rei91] S.E.Reichenbach, S.K.Park, R.Narayanswamy; Characterizing digital  
image acquisition devices. *Opt. Eng.* **30** (1991) 170-177
- [Rei97] L.Reimer; Transmission Electron Microscopy, Physics of image  
formation and microanalysis.  
*Springer Ser. Opt. Sci.*, Vol.**36**, 4<sup>th</sup> ed., Springer-Verlag, Berlin 1997
- [Ren96] R.Rennekamp; Untersuchungen zur energiegefilterten Abbildung im  
Transmissionselektronenmikroskop.  
Dissertation, Universität Münster 1996
- [Ros46] A.Rose; A unified approach to the performance of photographic film,  
television pick-up tubes, and the human eye.  
*J.Soc.Motion Picture Engrs.* **47** (1946) 273-294
- [Ros48] A.Rose; Television pickup tubes and the problem of vision.  
*Adv. in Electronics* **1** (1948) 131-166
- [Ros82] A.Rosenfeld, A.C.Kak; Digital picture processing. 2<sup>nd</sup> Edition,  
Academic Press, Inc. Orlando (1982)
- [Ros95] H.Rose, D.Krahl; Electron optics of imaging energy filters.  
In: Energy-filtering Transmission electron microscopy (ed. by L.Reimer),  
*Springer Ser. Opt. Sci.*, Vol.**71**, Springer-Verlag, Berlin 1995
- [Rui92] 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

- [Rui93] W.J.de Ruijter, P.E.Mooney, O.L.Krivanek; Signal transfer efficiency of slow-scan CCD cameras.  
*51th Ann. Meet. MSA, Cincinnati* (1993) 1062-1063
- [Rui94] W.J. de Ruijter, P.E.Mooney, E.Völkl; Utilization of slow-scan CCD cameras for quantitative electron holography.  
*MSA Bulletin* **24** (1994) 451-458
- [Rui95] W.J. de Ruijter; Imaging properties and application of slow-scan charge-coupled device cameras suitable for electron microscopy.  
*Micron* **26** (1995) 247-275
- [Sch96] E.Schroer, Q.Y.Tong, U.Gösele, W.Skorupa; Growth of buried oxide layers of SOI-structures by thermal oxidation of the external silicon layer.  
*J. Electrochem. Soc.* **144** (1997) 2205-2210
- [Sen93] M.Sensiper, G.D.Boreman, A.D.Ducharme, D.R.Snyder; Modulation transfer function testing of detector arrays using narrow-band laser speckle. *Opt.Eng.* **32** (1993) 395-400
- [Sha63] R.Shaw; The equivalent quantum efficiency of the photographic process.  
*J. Photogr. Sci.* **11** (1963) 199-204
- [Smi72] P.L.Smith; New technique for estimating the MTF of an imaging system from its edge response. *Applied Optics* **11** (1972) 1424-1425
- [Sny93] D.L.Snyder, A.M.Hammoud, R.L.White; Image recovery from data acquired with a charge-coupled-device camera.  
*J. Opt. Soc. Am. A* **10** (1993) 1014-1023
- [Spe88] J.C.H.Spence, J.M.Zuo; Large dynamic range, parallel detection system for electron diffraction and imaging.  
*Rev Sci. Instrum.* **59** (1988) 2102-2105
- [Wei95] A.L.Weickenmeier, W.Nüchter, J.Mayer; Quantitative characterization of point-spread function and detection quantum efficiency for a YAG scintillator slow-scan CCD camera. *Optik* **99** (1995) 147-154
- [Wit82] W.Wittenstein, J.C.Fontanella, A.R.Newbery, J.Baars; The definition of the OTF and the measurement for sampled imaging systems.  
*Optica acta* **29** (1982) 41-50
- [Won91] H.-S.Wong; Effect of knife-edge skew on modulation transfer function measurements of charge-coupled imagers employing a scanning knife edge. *Opt. Eng.* **30** (1991) 1394-1398
- [Zei92] E.Zeitler; The photographic film as analog recorder for electrons.  
*Ultramicroscopy* **46** (1992), 405-416

- [Zep95] U.Zepke; Vergleich verschiedener Verfahren zur quantitativen Bestimmung der chemischen Zusammensetzung aus Elektronen-Energieverlustspektren. Dissertation, Universität Münster 1995
- [Zuo94] J.M.Zuo; Accurate measurement of point spread function in YAG-optics CCD detector system.  
*Proc. of the 13th Int.Conf.El. Micr.* (1994) 215-216
- [Zuo96] J.M.Zuo; Electron detection characteristics of slow-scan CCD camera.  
*Ultramicroscopy* **66** (1996) 21-33
- [Zwe96] E.J.van Zwet, H.W.Zandbergen; Measurement of the modulation transfer function of a slow-scan CCD camera on a TEM using a thin amorphous film as test signal. *Ultramicroscopy* **64** (1996) 49-55

# ***Danksagung***

Herrn Prof. Dr. H. Kohl danke ich für sein förderndes Interesse und die Möglichkeit der Anfertigung dieser Dissertation in seiner Arbeitsgruppe.

Frau B. Palma, Herr I. Daberkow und Herr N. Overbeck danke ich für die vielen fruchtbaren Diskussionen und zahlreichen Anregungen. Für die Unterstützung bei der Programmierung bedanke ich mich bei Herr R. Knippelmeyer und Herr G. Pleines. Allen Mitgliedern der elektronenmikroskopischen Abteilung danke ich für die gewährte Unterstützung und die angenehme Atmosphäre.

Bei Herrn Dr. E. Schroer, Frau Dr. M. Werner, Frau S. Hopfe vom MPI für Mikrostrukturforschung in Halle/Saale bedanke ich mich für die Querschnittspräparate der Silicon-on-Insulator Strukturen.

Der Firma Leo in Oberkochen und dem Deutschen Krebsforschungszentrum in Heidelberg sowie der Firma Soft Imaging System und dem Applikationslabor der Firma Philips in Eindhoven danke ich für die Möglichkeit der Charakterisierung eines CCD-Kamerasystems.

Bei der VW-Stiftung bedanke ich mich für die finanzielle Unterstützung dieser Forschungsarbeiten.

Mein besonderer Dank gilt meiner Frau Karin für das stets aufgebrachte Verständnis und das geduldige Ertragen der zahlreichen, einsamen Stunden.

# ***Lebenslauf***

Christoph Hülk

geboren am 21.01.1966

in Lüdinghausen

verheiratet

## **Bildungsweg**

1972 - 1974	Grundschule in Lüdinghausen
1974 - 1976	Grundschule in Nordkirchen
1976 - 1985	Gymnasium Canisianum in Lüdinghausen Abitur am 03. Juni 1985
1986 - 1993	Studium der Physik an der Westfälischen Wilhelms-Universität in Münster Diplom am 31. August 1993
Januar 1994	Beginn der Dissertation am Physikalischen Institut der WWU Münster bei Prof. Dr. H. Kohl

## **Tätigkeiten**

1985 - 1986	Ableistung des Grundwehrdienstes bei der Bundeswehr
1991 - 1993 Münster	Studentische Hilfskraft am Physikalischen Institut der WWU
1994 - 1995	Wissenschaftliche Hilfskraft am Physikalischen Institut
1995 - 1997	Wissenschaftlicher Mitarbeiter im Projekt „Untersuchung der chemischen Zusammensetzung von Werkstoffen mit hoher lateraler Auflösung“ der Volkswagen-Stiftung an der Universität Münster
Juli 1998	Beginn der Mitarbeit als Anwendungsberater bei der CSG in Köln