

Quantitative Analyse von Bildkontrasten der
höchstauflösenden
Hochspannungselektronenmikroskopie

Von der Fakultät für Mathematik und Physik der
Universität Stuttgart zur Erlangung der Würde eines
Doktors der Naturwissenschaften (Dr. rer. nat.)
genehmigte Abhandlung

vorgelegt von
Dipl.-Phys. Klaus von Hochmeister
geboren in Hermannstadt

Hauptberichter: Prof. Dr. M. Rühle
Mitberichter: Prof. Dr. G. Mahler

Tag der mündlichen Prüfung: 13. Februar 2004

Max-Planck-Institut für Metallforschung
Stuttgart

2004

Inhaltsverzeichnis

1	Kurzfassung	4
2	Einleitung	6
3	Grundlagen der HRTEM	10
3.1	Bildentstehung	10
3.2	Beschreibung des Abbildungsvorgangs im Transmissionselektronenmikroskop	12
3.2.1	Phasenschiebung durch die Potenziale der Atome in der Probe	12
3.2.2	Phasenschiebung durch freie Ausbreitung der Welle im Raum	13
3.2.3	Berechnung der Objektwellenfunktion	14
3.2.4	Abbildung durch die Objektivlinse	15
3.2.5	Kontrasttransferfunktion bei idealer Quelle	19
3.2.6	Kontrasttransferfunktion für eine reale Quelle	20
3.2.7	Lineare und nichtlineare Bildbeiträge	24
4	Eigenschaften verschiedener Detektortypen	30
4.1	Eigenschaften von Detektoren der HRTEM	30
4.2	Modulationstransferfunktion (MTF) und Entfaltung	34
4.2.1	Einfluss des Detektors auf die MTF	34
4.2.2	Bestimmung der MTF mit der Rauschmethode	35
4.2.3	Wahl eines geeigneten Detektors für die HRTEM	38
5	Experimentelles Vorgehen und Bildsimulation	39
5.1	JEM ARM 1250, experimentelle Bedingungen	39
5.2	Probe und Probenpräparation	41
5.3	Digitale Bildverarbeitung	43
5.4	Bildsimulation	45
5.5	Simulation eines Dicken/Defokus-Tableaus	47
5.6	Generierung experimenteller und simulierter Tableau-Datensätze	47

6	Quantitative Analyse der Bildintensität	50
6.1	Bildintensität in Abhängigkeit von der Probendicke	50
6.1.1	Diskussion des Intensitätsverlaufs	51
6.2	Intensitätsuntersuchung bei Bildsimulation	52
7	Quantitativer Bildstrukturvergleich	54
7.1	Definition des Bildvergleichsmaßes	54
7.2	Bestimmung der Defokussierung und der Probendicke der experimentellen Aufnahmen	55
7.3	Durchführung des Bildvergleichs	56
7.4	Ergebnisse des digitalen Bildvergleichs	58
7.5	Bestimmung der Abbildungsparameter mit IDIM	60
7.5.1	Grenzen des IDIM Programm Paket	68
7.6	Diskussion der Ergebnisse des Bildstrukturvergleich von experimentellen und simulierten Aufnahmen	69
7.6.1	Zusammenfassung des quantitativen digitalen Bildstrukturvergleichs	72
8	Quantitative Kontrastanalyse	73
8.1	Definition des Kontrastmaßes	73
8.2	Einfluss der Bestrahlungsdauer auf den Bildkontrast	74
8.3	Einfluss der Belichtungszeit auf den Bildkontrast	77
8.4	Einfluss der Probenvibration und der Probendrift auf den Bildkontrast	79
8.5	Einfluss von amorphen Deckschichten auf den Bildkontrast	81
8.6	Einfluss der kovalenten Bindungsanteile auf den Bildkontrast	83
8.7	Einfluss des Debye-Waller-Faktors auf den Bildkontrast	85
8.7.1	Experimentelle Untersuchung zur Abhängigkeit des Kontrastes vom DWF	88
8.8	Vergleich von Kontraste simulierter und experimenteller Aufnahmen unter Standardbedingungen	90
8.9	Einfluss der Energiefilterung auf den Bildkontrast	90
8.10	Einfluss der Probenverkippung auf den Bildkontrast	92
8.11	Einfluss der Strahlverkippung auf den Bildkontrast	96
8.12	Einfluss der Entfaltung der experimentellen Aufnahmen mit der PSF auf den Bildkontrast	98
8.13	Raumfrequenzanalyse unter simulierten und experimentellen Bedingungen	104
9	Diskussion der Ergebnisse	109

10 Anhang	120
10.1 Rechenregeln für Fourier-Algebra	120
10.2 Abbildung mit an Plasmonen gestreuten Elektronen	121
10.3 Delokalisierung gestreuter Elektronen	121
10.3.1 Diskussion zur Delokalisierung	122
10.4 Raumfrequenzanalyse unter Berücksichtigung von Strahlverkipfung .	124
Tabellenverzeichnis	128
Bildverzeichnis	128
Abkürzungsverzeichnis	133

Kapitel 1

Kurzfassung

Im Rahmen dieser Arbeit sollte geklärt werden, ob die Gründe für die beobachtete Diskrepanz zwischen simulierten und experimentellen Bildkontrasten der hochauflösenden Elektronenmikroskopie in einer ungültigen mathematischen Beschreibung, der (ungenügenden) Probenqualität oder im experimenteller Aufbau bzw. im verwendeten Gerät zu suchen sind. Diese Arbeit gibt einen detaillierten Überblick über die Auswirkungen der wichtigsten Abbildungsparameter und Artefakte der höchstaflösenden Elektronenmikroskopie auf die Übereinstimmung von experimentellen Aufnahmen mit Bildsimulationen. Hýtch und Stobbs [7] und von Hochmeister [11] führten grundlegende Arbeiten auf diesem Gebiet durch, es blieben jedoch noch viele Fragen offen.

Die quantitativen Untersuchungen wurden zu folgenden Themen durchgeführt:

Bildintensität Die quantitative Messung der Bildintensität der Aufnahmen erfolgte an energiegefilterten und ungefilterten Bildern in Abhängigkeit von der Dicke der Probe.

Bildübereinstimmung Zur Bestimmung der Bildübereinstimmung von simulierten und experimentellen Aufnahmen wurde ein Bildvergleichsmaß eingeführt. Dieses wurde anschließend in den durchgeführten Untersuchungen ausgewertet.

Bildkontrast Der Bildkontrast, der in einen direkten Zusammenhang mit dem Histogramm der Graustufen der elektronenmikroskopischen Aufnahme steht, wurde bezüglich folgender Einflussgrößen ausführlich untersucht:

Probendicke, Defokussierung, Strahl- und Probenverkipfung, Bestrahlungsdauer, Energiefilterung, Debye-Waller Faktor, Probenvibration und -drift, Bindungspotenzial, amorphe Deckschichten, verschiedene Detektoren.

Die Untersuchungen in der vorliegenden Arbeit wurden an Hochauflösungsaufnahmen von keilförmigen Silizium $\langle 110 \rangle$ -Spaltproben durchgeführt, die mit dem Elek-

tronenmikroskop JEM AEM 1250 gemacht wurden. Von geeigneten Probenstellen wurden Defokusserien ab dem Gaußfokus (ca 10 nm Unterfokussierung) bis deutlich über den Scherzerfokus hinaus (Defokus ca. 70 nm) gemacht. Diese Aufnahmeserien bildeten die Basis für mehrere Datensätze, die die Si-Elementarzellen in Abhängigkeit von der Dicke und der Defokussierung repräsentieren. Energiefiltrierung, Hoch- und Tieftemperatur Untersuchungen ergänzten die Untersuchungen. Zur quantitativen Analyse der Experimente wurden entsprechende Dicken/Defokus-Tableaus simuliert. Jeder experimentellen Elementarzelle, die durch eine eindeutige Defokus/Dicke-Koordinate innerhalb des Tableaus bestimmt war, ließ sich eine simulierte Elementarzelle zuordnen. Die grundsätzliche Strategie dabei war, das Experiment unter optimalen Bedingungen durchzuführen, und dann in der Simulation den Einfluss verschiedener Parameter zu berücksichtigen. Die simulierten Datensätze wurden durch Variation der Abbildungsparameter unter Beibehaltung der experimentellen Rahmenbedingungen erzeugt. Daneben wurde auch ein Verfahren eingesetzt, das die Abbildungsparameter des Experiments nach einem Evolutionsalgorithmus bestimmt.

Beim Bildstrukturvergleich der experimentellen Aufnahmen mit Simulationen wurde gute Übereinstimmung erzielt. Es konnte gezeigt werden, dass auch bei niedriger Übereinstimmung des Kontrastes die experimentellen Bildstrukturen durch die Simulation gut reproduziert wurden. Für rein strukturelle Problemstellungen ist die Kontrastdiskrepanz von untergeordneter Bedeutung.

Der Kontrast der Simulation konnte gut an das Experiment angepasst werden. Dieses gelang durch die Einbeziehung der Parameter aller Abbildungsschritte des HR-TEM in die Simulation. Der Einfluss dieser Parameter wurde quantitativ erfasst und analysiert. Die in vorangehenden Arbeiten aufgestellte Vermutung, dass ein überaus kompliziertes Zusammenspiel der Abbildungsparameter für die Kontrastdiskrepanz verantwortlich ist, konnte bestätigt werden. Dabei wurde festgestellt, dass nicht der Abbildungsvorgang im Mikroskop alleine für diese Diskrepanz verantwortlich ist, sondern im hohen Maße auch die nachgelagerten Detektorsysteme.

Die Diskrepanz zwischen Simulation und Experiment konnte bis auf einen Betrag reduziert werden, der durch Störungen, die in der Simulation nicht berücksichtigt wurden, erklärt werden kann. Das Ziel dieser Arbeit, die Diskrepanz des Bildkontrastes zwischen Experiment und Simulation zu erklären, ist damit erreicht worden.

Kapitel 2

Einleitung

Die Transmissionselektronenmikroskopie hat sich zum unverzichtbaren Werkzeug der akademischen und industriellen Forschung entwickelt, insbesondere im Bereich der Materialwissenschaft. Dabei kommt der Halbleiterforschung eine besonders wichtige Rolle zu. Die Aufklärung der atomistischen Struktur und der Materialkomposition sind wichtige Aspekte. Dieses Verständnis ermöglicht die gezielte Entwicklung neuer Werkstoffe und Halbleiterbauelemente mit spezifischen Eigenschaften. Makroskopische Materialeigenschaften werden durch das atomare Gefüge bestimmt. Versetzungen, Kristallbaufehler, Verspannungen an Grenzflächen und Korngrenze und Verunreinigungen sind nur einige Beispiele von Effekten, die zu Abweichungen vom idealen, ungestörten Kristallgefüge beitragen. Daher sind es vor allem diese Effekte, die die Schwerpunkte des Einsatzes der hochauflösenden Transmissionselektronenmikroskopie (HRTEM, engl. **H**igh **R**esolution **T**ransmission **E**lektron **M**ikroskopy) bilden.

Die fortschreitende Miniaturisierung elektronischer Bauelemente erfordert ein immer höheres Auflösungsvermögen der Mikroskope. Leiterbahnen aus Nano-Röhrchen, Einelektronen-Transistoren, Quantendrähte, Quantenpunkte werden in Zukunft maßgeblich die Entwicklung der Hochtechnologie bestimmen. Deren Erforschung wird durch Mikroskope mit atomarer Auflösung erheblich erleichtert. Die Inbetriebnahme des JEM ARM 1250 am Max-Planck-Institut für Metallforschung durch Rühle und Seeger [8] [32] stellte in dieser Entwicklung einen Meilenstein dar. Mit einem Auflösungsvermögen von ca. 1.2\AA ist es zum ersten Mal möglich geworden, die Netzebenen bei III/V-Halbleitern in der $\langle 110 \rangle$ -Richtung mit einem Gitterabstand von ca. 1.4\AA im Routinebetrieb abzubilden.

Die Abbildung durch ein HRTEM kann jedoch nicht als simpler Schattenwurf der Probenstruktur gedeutet werden. Sie muss vielmehr als Vielstrahlinterferenz von Elektronenwellen betrachtet werden, die durch die Wechselwirkungen mit der Probe, durch die Aberrationen der Objektivlinse und durch die Aufzeichnung mit einem Detektor stark beeinflusst werden. Dadurch kommt es oft zu schwer interpretierbaren

Bildstrukturen, die sich nicht direkt den Gitterebenen der Probe zuordnen lassen. Bildsimulationsrechnungen nach Stadelmann [1] und Self [2] leisten zum Verständnis der Bildstrukturen der experimentellen Abbildungen einen großen Beitrag. Um den vollen Informationsgehalt der HRTEM-Aufnahmen auszuschöpfen, ist die Durchführung von Bildsimulationen unabdingbar. Durch geeignete Wahl der Abbildungs- und Probenparameter werden dabei Bilder erzeugt, die den experimentellen Aufnahmen entsprechen. Ein Vergleich der simulierten und experimentellen Aufnahmen erleichtert die Deutung der Bildstrukturen. Ein wichtiges Vergleichskriterium ist dabei neben der Übereinstimmung der Bildstrukturen auch der Bildkontrast, der aus der Verteilung der Grauwerte des Bildes bestimmt wird.

Das ursprüngliche Verfahren zur Auswertung der Bildsimulation war der visuelle Vergleich der Bildstrukturen mit experimentellen Aufnahmen nach Self [2] und Saxton [5]. Dabei stand jedoch nicht der Bildkontrast als entscheidendes Maß im Vordergrund, sondern die Bildähnlichkeit und die Positionen der Maxima und Minima der Bildintensitätsverteilung. Ein großer Fortschritt bei der Bilddeutung ist die computerunterstützte Auswertung von digitalisierten experimentellen HRTEM-Aufnahmen nach Saxton [5] und Hawkes [6]. Durch die Transformation der experimentellen Bilder in digitale Datenfelder gewinnt man Zugang zu den Informationen, die in den Graustufen der experimentellen Aufnahmen enthalten sind. Die richtige Interpretation lässt die Bestimmung der geometrischen Probenstruktur und der Komposition des Probenmaterials zu. Dieses Wissen erleichtert die Beschreibung der Wechselwirkung der Elektronen mit dem Probenmaterial.

Hýtch und Stobbs [7] führten als erste systematische Untersuchungen zur quantitativen Übereinstimmung von simulierten und experimentellen Aufnahmen der HRTEM von III/V-Halbleitern durch. Dabei ergab sich insbesondere im Kontrastmaß eine so signifikante Diskrepanz, dass die Gültigkeit der Modelle, die in die Simulationsrechnungen eingehen, von Hýtch [7] in Frage gestellt wurde "*[...] there must be something really wrong with image simulation[...]*".

Weitere Untersuchungen führten F. Philipp und K. von Hochmeister [11][9] durch. Ein wichtiges Ergebnis dieser Arbeit war die grundsätzliche Bestätigung der Ergebnisse der Arbeit von Hýtch [7], allerdings wurde eine deutlich geringere Diskrepanz der simulierten und experimentellen Bildkontraste beobachtet. Boothroyd [41] diskutierte in einem Übersichtsartikel mehrere Einflussfaktoren auf den Bildkontrast. Die ungefähre Abweichung des experimentellen Kontrastes vom simulierten gab er mit einem Faktor von ca. 3 an, "*Ringbergfaktor*"¹. Die Ergebnisse von Hochmeister [11] zeigten jedoch, dass dieser Faktor nicht grundsätzlicher Natur ist, sondern dass viel-

¹Anlässlich der Präsentation der Arbeit auf Schloss Ringberg

mehr weitere Untersuchungen zum "Kontrastproblem" durchgeführt werden müssen.

Im Gegensatz zu älteren Arbeiten erfolgt im Rahmen dieser Untersuchungen keine Fokussierung auf einen einzelnen Aspekt der Abbildung durch ein HRTEM. Vielmehr werden alle Schritte, die zu einer elektronenmikroskopischen Aufnahme führen, auf ihren Einfluss auf den Bildkontrast analysiert. Grundsätzlich wird darauf geachtet, dass die Abbildungsparameter, die der Simulation zu Grunde liegen, unmittelbar durch das Experiment bestimmt werden. Der Einfluss der wichtigsten Abbildungsparameter (z.B. Dicke, Defokus, u.a.) aber auch der von Störungen (z.B. Probendrift, Probenvibration, u.a.) und Aberrationen (z.B. Strahl- und Probenverkipfung, Bildverwaschung durch den Detektor, u.a.), auf den Abbildungsprozess soll quantitativ erfasst werden, um das experimentelle Bild unter realistischen Rahmenbedingungen reproduzieren zu können.

Der Auswertungsprozess beinhaltet in steigender Komplexität Untersuchungen der Bildintensität (Kap. 6), der Bildübereinstimmung (Kap. 7) und zum Bildkontrast (Kap. 8). Untersuchungen der Intensitäten von Diffraktogrammen im Fourierraum wurden unterstützend durchgeführt. Die Bildintensität gibt Aufschluss über die Absorption der Elektronen in der Probe. Aus der Bildübereinstimmung lassen sich die Atompositionen der Probe bestimmen, dabei werden jedoch der statistischen Verteilung der Graustufen keine Bedeutung beigemessen. Dieses geschieht in der Untersuchung zum Bildkontrast, zu dessen Definition die statistische Verteilung der Graustufen einfließt. Die Übereinstimmung der Anzahl verschiedener Graustufen bei Experiment und Simulation ist ein sicherer Hinweis auf die Validität der Bildsimulation. Um den eigenständigen Charakter aller Untersuchungen zu betonen, erfolgt am Ende des jeweiligen Kapitels eine Zusammenstellung der Ergebnisse. In einer abschließenden Diskussion werden die Ergebnisse zu einem Gesamtbild zusammengefügt.

Für die Untersuchungen wurden mehrere Defokusserien von Hochauflösungsaufnahmen einer Siliziumprobe unter HRTEM Bedingungen gemacht. Die Geometrie der Probe (also der Dickenverlauf) war, bedingt durch die Präparationsmethode nach Cerva [37], immer bekannt. Der Defokus wurde durch ein quantitatives Verfahren bestimmt. Die auf diese Weise definierten Aufnahmebedingungen, hochwertige Proben, ein außerordentlich leistungsfähiges Mikroskop (JEM ARM 1250) und moderne, rechnergestützte Bildauswertung bildeten die Rahmenbedingungen zu den Untersuchungen, die für die vorliegende Arbeit durchgeführt wurden.

Durch die gezielte Untersuchung dieser Punkte erwartet man einen wichtigen Beitrag zur Lösung des Kontrastproblems. Spence [13] (*"There is an urgent need for more work on this problem [imaging process]."*) vermutete, dass die in dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen einen Beitrag zur Klärung dieses Problems leisten

können. Auch wird von Smith [14] gefordert, dass weitere Untersuchungen unter genau definierten Bedingungen durchgeführt werden sollen "*[...] it could be a revealing exercise to repeat the above experiment with an imaging energy filter [...]*".

Kapitel 3

Grundlagen der HRTEM

Zum Verständnis der Kontrast-Problematik ist eine detaillierte Beschreibung des Abbildungsprozesses im HRTEM erforderlich. Diese orientiert sich neben den wesentlichen Aspekten der klassischen Lehrbüchern von Spence [12], Saxton [5], Buseck [3], Reimer [15] und Williams [16] insbesondere an den Arbeiten von Ishizuka [17][21].

3.1 Bildentstehung

Die Grundlage der Beschreibung der Bildentstehung ist die Wellentheorie der Elektronen. Freie Elektronen lassen sich im Rahmen der Quantenmechanik unter bestimmten Bedingungen als ebene, zeitunabhängige Welle

$$\Psi_e(\vec{r}) = e^{i\vec{k}\vec{r}} \quad (3.1)$$

darstellen, mit \vec{r} dem Ortsraumvektor (Komponenten x, y) und \vec{k} als Vektor des reziproken Raumes (Komponenten g, h). Die Annahme einer ebenen Elektronenwelle erlaubt die Reduzierung auf lediglich 2 Dimensionen. Beim Durchgang durch die Probe wird diese Welle in Amplitude und Phase moduliert und wird zur Objektwellenfunktion

$$\Psi_O(\vec{r}) = A(\vec{r})e^{i\phi(\vec{r})}, \quad (3.2)$$

mit $\phi(\vec{r})$ der Phasenschiebung durch das innere Potenzial der Probe. In $\Psi_O(\vec{r})$ ist alle Information über die Probe enthalten. Diese Welle wird durch das Linsensystem des Mikroskops abgebildet. Die Betrachtung des Linsensystems kann dabei auf die Betrachtung der Objektivlinse beschränkt werden. Der Einfluss der Linsenfehler wird durch eine Faltung (dargestellt durch den Faltungsoperator $*$) der Objektwellenfunktion mit der Punktverwaschungsfunktion berücksichtigt. Dies kann durch eine Multiplikation des Objektwellenspektrums mit der Phasenkontrasttransferfunktion (PKTF) erreicht werden. Anschließend erfolgt die Aufzeichnung der Intensitätsverteilung auf Photoplatte oder CCD-Kamera. Die PKTF beschreibt den Einfluss der Objektivaberrationen auf die einzelnen Fourierkomponenten (oder auch

Raumfrequenzen) der Objektwelle. Da verschiedene Raumfrequenzen verschiedenen Aperturwinkeln entsprechen, kommt es zu defokusabhängiger konstruktiver oder destruktiver Interferenz einzelner Fourierkomponenten. Damit ist der Bildkontrast stark defokusabhängig. Da nur die Intensität einer Wellenfunktion $\Psi(\vec{r})$

$$I(\vec{r}) = \Psi^*(\vec{r})\Psi(\vec{r}) \quad (3.3)$$

eine messbare Größe ist, kann die Objektwellenfunktion $\Psi_O(\vec{r}_O)$ selbst bei genauer Kenntnis der PKTF nicht genau bestimmt werden, weil sich beim Quadrieren der Phasenteil aufhebt, und somit ein Teil der Objektinformation verloren geht:

$$\underbrace{\Psi_e(\vec{r})}_{\text{ebeneWelle}} \longrightarrow \underbrace{\Psi_O(\vec{r})}_{\text{Objektwelle}} \xrightarrow{\mathcal{F}} \underbrace{\Psi_O(\vec{k}) \xrightarrow{\text{PKTF}} \Psi_A(\vec{k})}_{\text{Objektiv}} \xrightarrow{\mathcal{F}^{-1}} \underbrace{\Psi_B(\vec{r}) \implies I_B(\vec{r})}_{\text{Bildebene}} \quad (3.4)$$

Eine alternative Darstellung, die auf dem Konzept der Fourieroptik basiert, ist die der Integraltransformation. Die Bildwellenfunktion $\Psi_B(\vec{r})$ kann als zweidimensionales Integral der Objektwellenfunktion $\Psi_O(\vec{r})$ und eines Integralkerns G aufgefasst werden:

$$\Psi_B(\vec{r}_B) = \int \int_O G(\vec{r}_B; \vec{r}_O) \Psi_O(\vec{r}_O) d\vec{r}_O. \quad (3.5)$$

Integriert wird über das ganze Objekt. Prinzipiell könnte das Integral bei Kenntnis von $G(\vec{r}_B; \vec{r}_O)$ gelöst werden, jedoch ist hierzu der Rechenaufwand zu groß. Bei Annahme der Isoplanasienäherung (d.h. zweidimensionale Betrachtung und Beschränkung auf axiale Fehler) kann man (3.5) als Faltungsintegral schreiben (siehe auch Kap. 10.1), da der Integralkern G nur noch von Differenzen der Objekt bzw. der Bildkoordinaten abhängt

$$G(\vec{r}_B; \vec{r}_O) \implies G(\vec{r}_B - \vec{r}_O). \quad (3.6)$$

Diese Näherung stellt eine große Vereinfachung dar, da für Faltungs- bzw. Fourierintegrale leistungsfähige Integrationsalgorithmen (Cooley-Tuckey) gibt (Fast Fourier Transformation, FFT).

Die Abbildung durch eine Linse ist als doppelte Fouriertransformation betrachtbar. Bei idealen Linsen ist die Wellenübertragungsfunktion $T(\vec{r}) = 1$, d.h. Objekt- und Bildspektrum sind gleich. Eine eventuelle Vergrößerung durch die Linse äußert sich nur durch einen konstanten Wert und kann, ohne die Allgemeingültigkeit zu verletzen, auch weggelassen werden. Obwohl die Fouriertransformation eine bijektive, umkehrbare Abbildung ist, kann dieser Formalismus nicht zur Rekonstruktion der

Objektwellenfunktion verwendet werden, da normalerweise die Objektwellenfunktion $O(\vec{r})$ nicht vorliegt, sondern nur das Quadrat der Bildwellenfunktion $\Psi_B^*(\vec{r})\Psi_B(\vec{r})$. Durch die Aufzeichnung, d.h. das Quadrieren der Bildwelle, wird der bijektive Charakter der Abbildung zerstört, und es ist nicht ohne weiteres möglich, vom Bild auf die Objektwellenfunktion zu schließen. Für Rekonstruktionen braucht man auch Informationen über die Phase der Bildwelle und nicht nur über die Amplitude. Diesen Weg geht die Elektronenholographie, bei der die Phase über ein Interferenzmuster detektiert wird (Gabor [23], Leith [60], Möllenstedt [61], Lichte [24])

$$\underbrace{\Psi_O(\vec{r})}_{\text{Objektwelle}} \xrightarrow{\mathcal{F}} \underbrace{S_O(\vec{k}) \xrightarrow{\mathbb{T}} S_B(\vec{k})}_{\text{Objektivebene}} \xrightarrow{\mathcal{F}^{-1}} \underbrace{\Psi_B(\vec{r})}_{\text{Bildwelle}}. \quad (3.7)$$

Das Objektspektrum kann in der hinteren Brennebene des Objektivs beobachtet werden. Dazu muss die Brennweite der Zwischenlinse so justiert werden, dass sie die hintere Brennebene vergrößert abbildet (Beugungsmodus). Wird hingegen die hintere Bildebene von der Zwischenlinse abgebildet, so erfolgt eine Vergrößerung des Zwischenbildes.

3.2 Beschreibung des Abbildungsvorgangs im Transmissionselektronenmikroskop

3.2.1 Phasenschiebung durch die Potentiale der Atome in der Probe

Um den Einfluss der Atompotentiale auf die ebene einfallende Elektronenwelle zu berechnen, muss die stationäre Lösung des Streuproblems gefunden werden. Analytisch ist es nur dann lösbar, wenn das Streupotenzial streng periodisch ist, d.h. für den perfekten Kristall. Dies trifft jedoch in aller Regel nicht zu, so dass man auf numerische Methoden und Näherungen angewiesen ist.

Das mittlere Probenpotenzial und die Beschleunigungsspannung liegen im Falle der Höchstspannungselektronenmikroskopie um bis zu 5 Größenordnungen auseinander. Daher kann man davon ausgehen, dass nur Vorwärtsstreuung unter kleinen Streuwinkeln stattfindet (Hochenergienäherung). Für dünne Proben bleibt die Amplitude damit nahezu konstant, d.h. es wird nur wenig Absorbtion geben.

Mit Einführung einer ortsabhängigen Wellenzahl

$$\kappa(\vec{r}) = \frac{2\pi}{\lambda} = \frac{1}{\hbar} \sqrt{2m_0 e (V_0(\vec{r}) + V_P(\vec{r}))}, \quad (3.8)$$

mit Wellenlänge der Elektronen λ , Planck'schem Wirkungsquantum \hbar (h geteilt durch 2π), Ruhemasse des Elektrons m_0 und Summe aus relativistisch korrigierter

Beschleunigungsspannung und Probenpotenzial ($V_0(\vec{r})+V_P(\vec{r})$), geht die Schrödinger-Gleichung in die Helmholtz-Gleichung über

$$\Delta\Psi(\vec{r}) + \kappa^2(\vec{r})\Psi(\vec{r}) = 0. \quad (3.9)$$

Diese Gleichung wird mit folgendem Ansatz gelöst:

$$\Psi(\vec{r}) = A(\vec{r})e^{i\phi(\vec{r})}. \quad (3.10)$$

Unter der Annahme oben gemachter Näherungen folgt für $\phi(\vec{r})$:

$$\phi(\vec{r}) = \int_0^{\Delta z} \kappa(\vec{r}, z) dz, \quad (3.11)$$

dabei wurde nur entlang der z-Richtung der Elektronenbahn über die Probendicke z_0 integriert. Durch Entwicklung von $k(\vec{r})$ und Abbruch nach dem linearen Glied erhält man

$$\kappa(\vec{r}) = \kappa_0 + \frac{me}{\hbar^2 \kappa_0} V(\vec{r}). \quad (3.12)$$

Unter Vernachlässigung der konstanten Phase κ_0 ergibt sich für die Phasenschiebung durch das Probenpotenzial

$$\phi_0(\vec{r}) = \frac{me}{\hbar^2 \kappa_0} \int_0^{\Delta z} V(\vec{r}, z) dz, \quad (3.13)$$

und für eine Schicht der Dicke Δz

$$\Delta\phi_0(\vec{r}) = \frac{me}{\hbar^2 \kappa_0} V_P(\vec{r}) \Delta z, \quad (3.14)$$

wobei $V_P(\vec{r})$ das projizierte Potenzial ist.

3.2.2 Phasenschiebung durch freie Ausbreitung der Welle im Raum

Bei freier Ausbreitung geht die Welle Ψ_1 in Ψ_2 über. Dieser Vorgang lässt sich mit Hilfe des Huygens'schen Prinzip darstellen. Jeder Punkt der Ausgangswelle wird als Ursprung einer Kugelwelle angesehen. Die Einhüllende aller Kugelwellen ergibt die neue Welle Ψ_2

$$\Psi_2(\vec{r}_2) = \frac{1}{i\lambda} \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} \Psi_1(\vec{r}_1) \frac{1}{r_{1,2}} e^{\frac{-2\pi i r_{1,2}}{\lambda}} d\vec{r}_1, \quad (3.15)$$

mit

$$r_{1,2} = |\vec{r}_1 - \vec{r}_2| = \sqrt{(x_1 - x_2)^2 + (y_1 - y_2)^2 + (z_1 - z_2)^2} \approx \Delta z + \frac{(x_1 - x_2)^2 + (y_1 - y_2)^2}{2\Delta z}. \quad (3.16)$$

Für kleine Streuwinkel und $\Delta z = z_1 - z_2$ ergibt sich

$$\Psi_2(\vec{r}_2) = \frac{1}{i\lambda\Delta z} e^{\frac{-2\pi i\Delta z}{\lambda}} \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} \Psi_1(\vec{r}_1) e^{\frac{-i\pi(x_1-x_2)^2+(y_1-y_2)^2}{\lambda\Delta z}} d\vec{r}_1. \quad (3.17)$$

Gl. 3.17 kann als Faltungintegral dargestellt werden, da die Exponentialfunktion unter dem Doppelintegral nur von Differenz von x_1 und x_2 bzw. y_1 und y_2 abhängt:

$$\Psi_2(\vec{r}_2) = \Psi_1(\vec{r}_1) * P_{\Delta z}(\vec{r}_1), \quad (3.18)$$

mit

$$P_{\Delta z}(\vec{r}_1) = \frac{1}{i\lambda\Delta z} e^{\frac{-2\pi i\Delta z}{\lambda}} e^{\frac{-i\pi(x_1^2+y_1^2)}{\lambda\Delta z}}. \quad (3.19)$$

$P_{\Delta z}(\vec{r}_2)$ wird Fresnel-Propagator genannt und beschreibt die Phasenschiebung einer Welle durch freie Ausbreitung von einer Ebene bei $z=0$ und den Koordinaten x_1 und y_1 zu einer um Δz entfernten Ebene mit den Koordinaten x_2 und y_2 .

3.2.3 Berechnung der Objektwellenfunktion

Eine Methode zur Berechnung der Objektwellenfunktion eines Kristalls direkt hinter der Probe stellt der Multislice-Algorithmus [29] dar. Das dem Kristall zu Grunde liegende Strukturmodell wird senkrecht zur optischen Achse durch hinreichend dünne Scheiben beschrieben. Diese Scheiben werden sukzessiv von der einlaufenden Welle durchdrungen. Dabei wird der Einfluss der Probenatompotenziale und der Dicke der einzelnen Scheiben jeweils auf die Welle berechnet, die durch die vorher durchlaufenen Scheiben moduliert wurde.

Die Phasenschiebung durch die projizierten Atompotenziale der n -ten Schicht wird durch einen zusätzlichen Term, die Phasengitterfunktion $q_n(\vec{r})$, mit dem die einfallende Welle multipliziert wird, berücksichtigt. Für eine Scheibe der Dicke Δz lautet diese mit (3.14):

$$q_n(\vec{r}) = e^{i\Delta\phi} = e^{\frac{im\epsilon}{\hbar^2\kappa_0} V_P(\vec{r})\Delta z}. \quad (3.20)$$

Die Phasenschiebung durch freie Propagation, d.h. der Ausbreitung in eine Richtung, äußert sich durch Faltung der Wellenfunktion mit dem Fresnel-Propagator (2.41) der n -ten Schicht $P_{n \rightarrow n+1}$. Der Multislice-Algorithmus ist also eine Aneinanderreihung von Multiplikationen und Faltungen. Das Bild 3.1 (nach Stadelmann [35]) verdeutlicht diesen Vorgang. Der Multislice-Algorithmus wird durch eine Rekursionsformel definiert:

$$\Psi_{n+1} = (\Psi_n \cdot q_n) * P_{n \rightarrow n+1} \quad (3.21)$$

$$\Psi_{n_{max}} := O(\vec{r}). \quad (3.22)$$

Eine detaillierte Begründung der Gültigkeit des Multislice-Algorithmus auf der Basis der quantenmechanischen Streuung wurde von Ishizuka [19] durchgeführt. Der

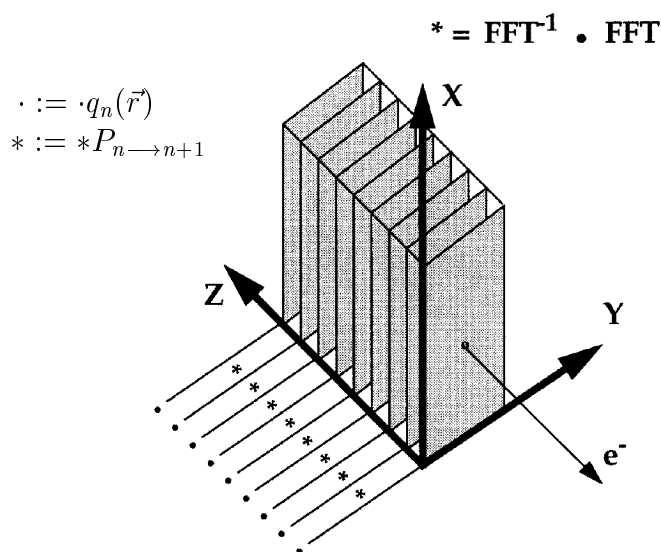


Bild 3.1: Der Multislice-Algorithmus als Abfolge von Transmission und Propagation

Multislice-Algorithmus wurde dabei für hinreichend dünne Schichtdicken in die Blochwellenlösung überführt.

Ishizuka schätzte auch die Gültigkeitsgrenzen dieser Näherung für Proben- und Scheibendicke. Die maximale Scheibendicke muss demnach für 1250 kV Beschleunigungsspannung deutlich unterhalb 3 nm liegen, und die maximale Probendicke kann auf $d \leq 20\text{nm}$ abgeschätzt werden. Da in der hochauflösenden Transmissionselektronenmikroskopie die Probendicke von 20 nm normalerweise nicht überschritten wird und die Scheibendicke dank schneller Computer ausreichend dünn gewählt werden kann, stellen diese Grenzen kein Hindernis für die Anwendung des Multislice-Algorithmus als Basis für Computersimulationen dar.

3.2.4 Abbildung durch die Objektivlinse

Im vorherigen Abschnitt wurde ein Konzept zur Berechnung der Objektwellenfunktion $\Psi_O(\vec{r}) := O(\vec{r})$ vorgestellt. Die Abbildung von $O(\vec{r})$ durch eine Objektivlinse wird im folgenden mit Hilfe von Propagatoren dargestellt. Aus Bild 3.2 kann man die Notation der folgenden Rechnung entnehmen.

Die Objektivlinse sei um Δf defokussiert. Die eigentliche Gegenstandsweite beträgt dann nicht g , sondern $g + \Delta f$. Der Propagator von der Austrittsebene der Probe bis zur Objektivlinse ist dann $P_g(\vec{r}) * P_{\Delta f}(\vec{r})$. Somit lautet die Gleichung der

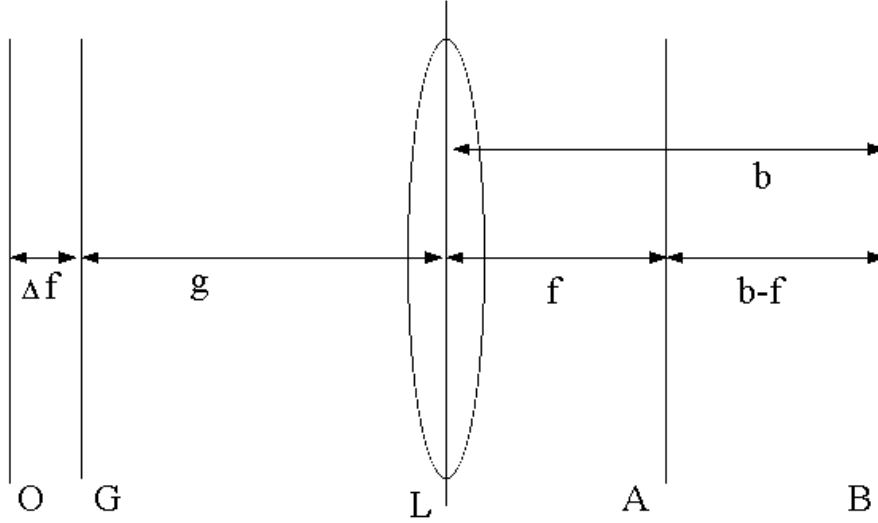


Bild 3.2: Propagation der Elektronenwelle durch die Objektivlinse

Wellenfunktion in der Linsenebene

$$\Psi_L(\vec{r}) = O(\vec{r}) * P_{\Delta f}(\vec{r}) * P_g(\vec{r}). \quad (3.23)$$

Der Durchgang durch eine ideale Linse kann durch eine Multiplikation mit der Linsenfunktion

$$L(\vec{r}) = e^{\frac{\pi i}{\lambda f}(x_L^2 + y_L^2)} \quad (3.24)$$

berücksichtigt werden. Diese beschreibt die Wirkung des Linsenpotenzial auf die Phase der Elektronenwelle und kann durch einen einfachen Zusammenhang als Fresnel-Propagator gedeutet werden (z.B. Bierwolf [30], Hohenstein [31]):

$$L(\vec{r}) = \frac{-\lambda f}{i} P_{-f}(\vec{r}). \quad (3.25)$$

Berücksichtigt man, dass eine Linse ein punktförmiges Objekt idealerweise wieder auf ein punktförmiges Bild abbildet, so gilt für die Elektronenwelle in der Apertur-Ebene $\Psi_A(\vec{r})$:

$$\Psi_A(\vec{r}) = (\Psi_L(\vec{r}) \cdot L(\vec{r}) * P_f(\vec{r})). \quad (3.26)$$

Somit lautet die Wellenfunktion in der hinteren Brennebene (Aperturebene) $\Psi_A(\vec{r})$ in ausführlicher Form:

$$\Psi_A(\vec{r}) = ((O(\vec{r}) * P_{\Delta f}(\vec{r}) * P_g(\vec{r})) \cdot i\lambda f P_{-f}(\vec{r})) * P_f(\vec{r}). \quad (3.27)$$

Bei ausschließlicher Berücksichtigung der axialen Aberrationen (Isoplanasie-Näherung) sind die Linsenfehler nur Funktionen des Beugungswinkels Θ , entsprechend der Braggbedingung

$$\sin\Theta = \frac{\lambda}{2d_{hkl}}, \quad (3.28)$$

wobei d_{hkl} der Abstand der Netzebenen (unter Berücksichtigung der Millerschen Notation) ist. Die Linsenfehler können auch in Abhängigkeit von den Koordinaten der Aperturebene x_A, y_A (als Vektor \vec{r}) oder von der Raumfrequenz \vec{k} mit den Koordinaten g_A, h_A geschrieben werden. Diese ist mit den Raumkoordinaten über eine einfache geometrische Relation verbunden:

$$g_A = \frac{x_A}{\lambda f} \quad \text{bzw.} \quad h_A = \frac{y_A}{\lambda f}. \quad (3.29)$$

Bild 3.3 verdeutlicht den Zusammenhang.

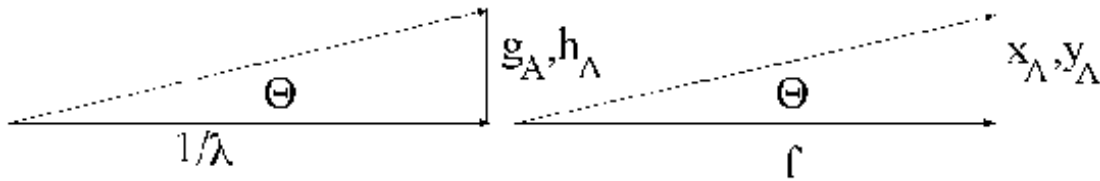


Bild 3.3: Impulsdiagramm und Strahlenkonstruktion der Beugung

Gleichung (3.27) kann man mit

$$u(\vec{r})P_{-f}(\vec{r}) * P_f(\vec{r}) = P_f(\vec{r})\mathcal{F}(u(\vec{r})) \quad (3.30)$$

umschreiben in

$$\Psi_A(\vec{r}) = \mathcal{F}(O(\vec{r}) * P_{\Delta f}(\vec{r}) * P_g(\vec{r})) \cdot P_f(\vec{r}), \quad (3.31)$$

wobei $P_f(\vec{r})$ aus $P_{-f}(\vec{r})$ und $P_f(\vec{r})$ mit (3.30) hervorgeht.

In Raumfrequenzkoordinaten lautet (3.31):

$$\Psi_A(\vec{k}) = O(\vec{k}) \cdot P_{\Delta f}(\vec{k}) \cdot P_g(\vec{k}) \cdot P_{-f}(\vec{k}). \quad (3.32)$$

Dabei wurde $P_f(\vec{r})$ durch die Fouriertransformierte $P_f(\vec{k})$ dargestellt.

Weiterhin kann man, unter Berücksichtigung der Linsengleichung $\frac{1}{f} = \frac{1}{g} + \frac{1}{b}$, und der Regel für Fouriertransformationen von Propagatoren (siehe z.B. Hohenstein [31]), für die Wellenfunktion in der hinteren Brennebene schreiben:

$$\Psi_A(\vec{k}) = O(\vec{k}) \cdot P_{\Delta f}(\vec{k}) \cdot P_{-(b-f)}(\vec{k}). \quad (3.33)$$

Der Einfluss der axialen Linsenfehler, insbesondere der sphärischen Aberration C_S , wird durch eine Multiplikation der Wellenfunktion $\Psi_A(\vec{k})$ mit dem Linsenfehlerterm $e^{i\chi(C_S, \lambda)}$ berücksichtigt. $\chi(C_S, \lambda) \cdot \Lambda \cdot 2\pi/\lambda$ wird Wellenaberration genannt und ist ein Maß für die Abweichung der realen von der idealen Wellenfront. Dabei stellt Λ

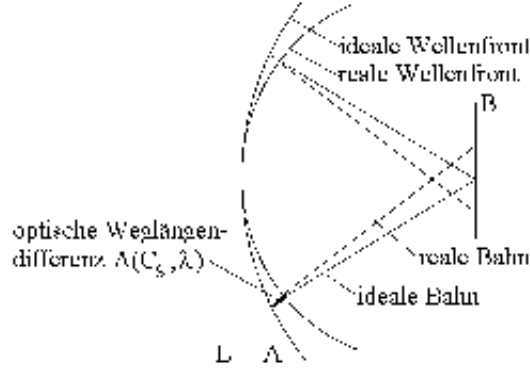


Bild 3.4: Wellenaberration

die optische Wegdiffrenz dar, siehe Bild 3.4.

Die Begrenzung des Aperturwinkels durch die ringförmige Aperturblende äußert sich durch Multiplikation von $\Psi_A(\vec{k})$ mit der Blendenfunktion:

$$A(\vec{k}) = \begin{cases} 1 & \text{für } \sqrt{g_a^2 + h_A^2} < \text{max. übertragene Raumfrequenz} \\ 0 & \text{sonst} \end{cases} \quad (3.34)$$

Die Wellenfunktion in der hinteren Brennebene für reale Linsen lautet somit:

$$\Psi_A(\vec{k}) = O(\vec{k}) \cdot P_{\Delta f}(\vec{k}) \cdot e^{2\pi i \chi(C_S, \lambda)} \cdot A(\vec{k}) \cdot P_{-(b-f)}(\vec{k}). \quad (3.35)$$

Den Term der Linsenfehler und den Defokus-Propagator kann man in einem Term zusammenfassen, der Wellenübertragungsfunktion:

$$e^{i\chi(C_S, \lambda, \Delta f)} = e^{i(\chi(C_S, \lambda) + \chi(\Delta f, \lambda))} = e^{2\pi i (\lambda \Delta f \frac{k^2}{2} + \lambda^3 C_S \frac{k^4}{4})}. \quad (3.36)$$

Damit ergibt sich für die Wellenfunktion in der hinteren Brennebene

$$\Psi_A(\vec{k}) = O(\vec{k}) e^{2\pi i \chi(C_S, \lambda, \Delta f)} \cdot A(\vec{k}) \cdot P_{-(b-f)}(\vec{k}). \quad (3.37)$$

Um die Bildwellenfunktion $\Psi_B(\vec{r})$ zu erhalten muss $\Psi_A(\vec{k})$ mit dem zu der Strecke Brennebene bis Bildebene (b-f) gehörenden Propagator gefaltet werden:

$$\begin{aligned} \Psi_B(\vec{r}) &= \left(O(\vec{k}) \cdot e^{2\pi i \chi(C_S, \lambda, \Delta f)} \cdot A(\vec{k}) \right) \cdot P_{-(b-f)}(\vec{k}) * P_{(b-f)}(\vec{k}) \\ &= \mathcal{F} \left(O(\vec{k}) \cdot e^{2\pi i \chi(C_S, \lambda, \Delta f)} \cdot A(\vec{k}) \right) \cdot P_{(b-f)}(\vec{r}). \end{aligned} \quad (3.38)$$

bzw.

$$\Psi_B(\vec{r}) = O(\vec{r}) * \mathcal{F}^{-1} \left(e^{2\pi i \chi(C_S, \lambda, \Delta f)} \right) * \mathcal{F}^{-1} \left(A(\vec{k}) \right) \cdot P_{(b-f)}(\vec{r}). \quad (3.39)$$

Experimentell ist jedoch nur die Intensität in der Bildebene

$$I_B(\vec{r}) = \Psi_B^*(\vec{r}) \Psi_B(\vec{r}), \quad (3.40)$$

bzw.

$$I_B(\vec{k}) = \Psi_B^*(\vec{k})\Psi_B(\vec{k}) \quad (3.41)$$

zugänglich. Der Propagator $P_{(b-f)}$, der lediglich eine Phase beschreibt, hat auf die Bildintensitätsverteilung keinen Einfluss, da dieser Term durch das Quadrieren wegfällt. Somit kann die Wellenfunktion in der Bildebene (bei Vernachlässigung der Blendenfunktion) auch ohne Propagator $P_{(b-f)}$ angegeben werden,

$$\Psi_B(\vec{r}) = \mathcal{F}^{-1}(O(\vec{k}) \cdot e^{2\pi i\chi(C_S, \lambda, \Delta f)}), \quad (3.42)$$

bzw. in der hinteren Brennebene

$$\Psi_A(\vec{k}) = O(\vec{k}) \cdot e^{2\pi i\chi(C_S, \lambda, \Delta f)} \quad (3.43)$$

Damit ist die Grundlage für die Bildsimulation gelegt. Basierend auf diesen Gleichungen erfolgt die Bildberechnung.

3.2.5 Kontrasttransferfunktion bei idealer Quelle

Die PKTF $\sin(\chi(C_S, \Delta f, \lambda))$ beschreibt die Übertragungseigenschaften der Objektivlinse. Sie gibt Aufschluss darüber, in welchem Maße Raumfrequenzen gedämpft werden. Unter Hochauflösungsbedingungen entstehen die Bildkontraste durch Interferenz phasenverschobener Reflexe der Beugungsebene und nicht durch Absorption. Somit wird nur Phasenkontrast beobachtet. Der Term $\sin(\chi(C_S, \Delta f, \lambda))$ wird daher auch kurz als Kontrasttransferfunktion (CTF, engl. Contrast Transfer Function) bezeichnet. Für die Entstehung und Deutung der Bildkontrastes ist somit nur der Imaginärteil der Wellenübertragungsfunktion entscheidend. Bild 3.5 zeigt die CTF eines TEM in der Näherung einer punktförmigen, monochromatischen Elektronenquelle. Die Parameter sind hier für das JEM ARM 1250 bei $U_0 = 1250$ kV Beschleunigungsspannung gewählt, d.h $\lambda = 0,736$ pm, $C_S = 2,75$ mm Konstante der sphärische Aberration und 55 nm Defokus. Charakterisierend für die CTF ist die mit wachsender Raumfrequenz k kürzere Wellenlänge der Oszillation. Dies bedeutet, dass Kontraste, insbesondere in Abhängigkeit von der Defokussierung, nicht nur unterschiedlich stark übertragen, sondern zum Teil auch invertiert werden. Diese Tatsache erschwert die Bilddeutung erheblich, da der Beitrag der einzelnen Raumfrequenzen nicht mehr abschätzbar ist.

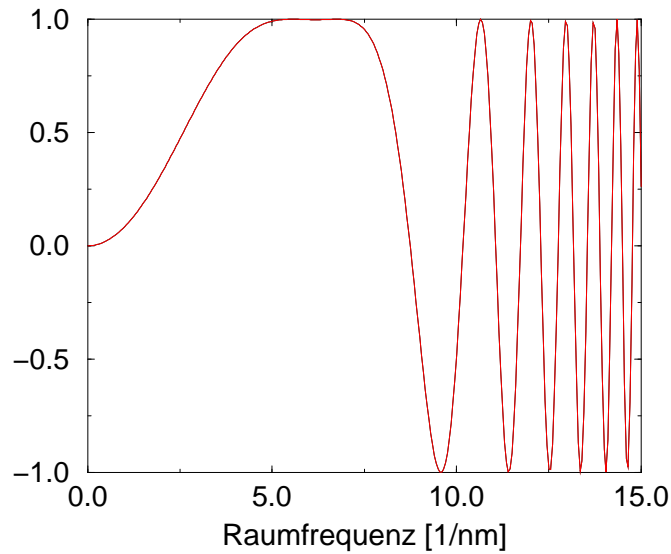


Bild 3.5: CTF im Scherzerfokus

Der Verlauf der CTF lässt sich durch eine Variation des Fokuswertes beeinflussen. Man versucht dabei, den ersten Nulldurchgang zu höheren Frequenzwerten zu verschieben und somit das Maximum zu verbreitern. Der Fokuswert bei dem der Maximalwert erreicht wird, beträgt

$$\Delta f = \sqrt{\lambda C_S}, \quad (3.44)$$

wobei dieser als Scherzerfokus bezeichnet wird (Bild 3.5).

Bild 3.6 zeigt die den Einfluss Variation des Defokus von -200 bis 200 nm auf die PKF. Die übrigen Parameter sind Beschleunigungsspannung $U_0 = 1250$ keV, d.h. $\lambda = 0,736$ pm, sphärische Aberration $C_S = 2,75$ mm.

Man erkennt in Abbildung 3.6, dass im Bereich des Scherzerfokus von ca. 55 nm das breiteste Band ist, in dem die Bildkontraste positiv übertragen werden. Darüber hinaus gibt es auch noch weitere relativ breite Bereiche, bei denen dieses auch zutrifft. Diese breiten Bänder liegen teilweise bei sehr hohen Raumfrequenzen, und Abbildungen mit diesen Defokusierungen sollten Aufschluss über sehr feine Details der Probe liefern. Dass dies nicht ohne weiteres möglich ist, liegt an der Kontrastübertragung des Mikroskops, die durch Polychromasie und Strahlkonvergenz aufgrund nicht-idealer Quellen bei höheren Frequenzen gedämpft wird, *Lichte-Fokus* (siehe auch Lichte [24]).

3.2.6 Kontrasttransferfunktion für eine reale Quelle

Bei der im vorigen Kapitel vorgestellten Phasenkontrastübertragungsfunktion (CTF) ging man von einer punktförmigen monochromatischen Quelle aus. Diese Näherung

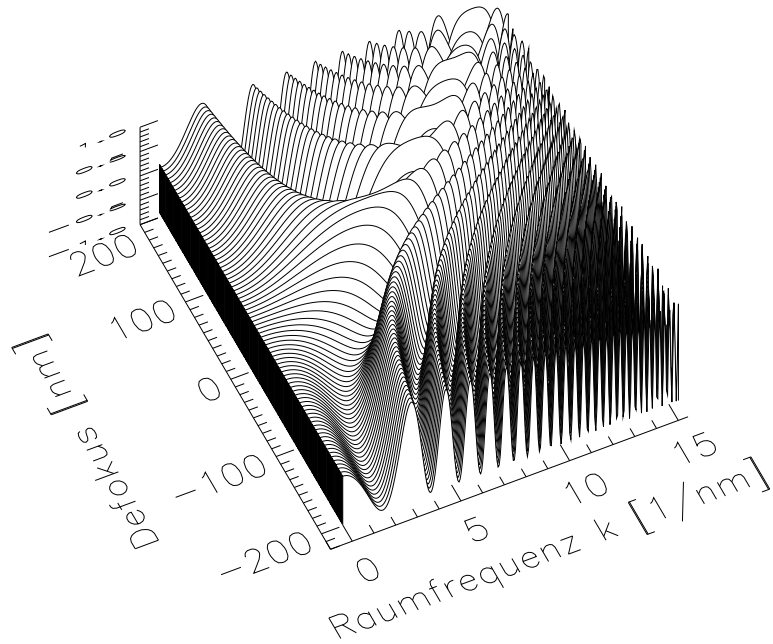


Bild 3.6: CTF bei Variation des Defokus

ist für die Berechnung nicht haltbar, da sowohl der Farbfehlers ($\Delta E \neq 0$) und die endlichen Strahlkonvergenz die Übertragung hoher Raumfrequenzen entscheidend beeinflussen. Durch die Abweichung von der idealen Quelle durchdringen die Elektronenbündel die Objektivlinse unter verschiedenen Winkeln und werden in der hinteren Brennebene nicht nach \vec{k}_0 , sondern nach $\vec{k}_0 + \vec{k}'$ abgebildet. Die Reflexe in der Beugungsebene sind somit nicht mehr punktförmig, sondern kleine Scheibchen, und in der Bildebene kommt es zu einer Verschmierung der Bildintensitäten.

Instabilitäten der Linsenströme und der Beschleunigungsspannung bedingen Schwankungen der eingestellten Defokussierung. Da die Belichtungszeit bei der Aufnahme endlich ist, gibt es eine Mittelung über alle Bildwellenfunktionen $\Psi_B(\vec{r})$, die während der Aufnahme detektiert werden. Auswirkungen von Linsenfehlern kann man sowohl in der Bildebene für die Intensitätsverteilung $I_B(\vec{r})$, als auch für das Diffraktogramm $I_B(\vec{k})$, berechnen:

$$I_B(\vec{k}) = \mathcal{F}(I_B(\vec{r})) = \mathcal{F}(\Psi_B^*(\vec{r})\Psi_B(\vec{r})). \quad (3.45)$$

Die Analyse der Fehlerauswirkung im Ortsfrequenzraum ist im Vergleich zur Analyse im Bildraum einfacher, weil die gesamte Bildinformation, zumindest für defektfreie Proben, in wenigen Intensitätsmaxima enthalten ist. Aus diesem Grund untersuchten Bonevich [22] und Ishizuka [17][20] die Auswirkung der Defokussierung auf die

Intensitäten von Diffraktogrammen. Ishizuka gelang die vollständige Zusammenfassung dieses komplexen Bereichs der Abbildungstheorie der Elektronenmikroskopie, nachdem schon andere Autoren Teile davon veröffentlicht hatten, z.B. Frank [26][27] und Wade [28].

Ishizukas Ausgangspunkt ist die fouriertransformierte Objektwellenfunktion $O(\vec{k}_0)$, die ein einzelnes Elektron mit dem Wellenvektor \vec{k}_0 beschreibt. Diese Wellenfunktion erfährt durch die Multiplikation mit der CTF eine Phasenschiebung und wird damit zur fouriertransformierten Bildwellenfunktion

$$\Psi_B(\vec{k}_0) = A(\vec{k})O(\vec{k}_0)e^{-2\pi i\left(\lambda\Delta f\frac{k_0^2}{2} + \lambda^3 C_S\frac{k_0^4}{4}\right)} \quad (3.46)$$

in der Bildebene. Die Aperturblende, beschrieben durch $A(\vec{k})$, filtert Raumfrequenzen mit $k > k_A$ heraus. Wird die Apertur so groß gewählt, dass die größte Wellenzahl der ersten Nullstelle der CTF entspricht, verhindert man, dass die nicht phasenrichtig übertragenen Raumfrequenzen die Bildinterpretation erschweren. Die CTF kann für den durchgelassenen Frequenzbereich entsprechend Gl. 3.34 gleich Eins gesetzt werden.

Durch die nicht-ideale Quelle und die Defokussierung Δf kann jedem einzelnen Elektron eine individuelle Bildwellenfunktion zugeordnet werden

$$\Psi_{B_i}(\vec{k}_i) = A(\vec{k})O(\vec{k}_0)e^{-2\pi i\left(\lambda\Delta f_i\frac{(\vec{k}_0+\vec{k}_i')^2}{2} + \lambda^3 C_S\frac{(\vec{k}_0+\vec{k}_i')^4}{4}\right)}, \quad (3.47)$$

wobei k_i' der Verschiebungsvektor in der Brennebene und Δf_i der momentane Defokuswert der Objektivlinse ist. Bei der Aufnahme mit einer CCD-Kamera tragen einige 10^{10} Elektronen zum Bild bei. Die Gesamtintensität im Bild

$$I_B(\vec{r}) = \sum_{\text{alle } e^-} \Psi_{B_i}^*(\vec{r}_i) \cdot \Psi_{B_i}(\vec{r}_i) \quad (3.48)$$

und im Diffraktogramm

$$I_B(\vec{k}) = \sum_{\text{alle } e^-} \Psi_{B_i}^*(\vec{k}_i) * \Psi_{B_i}(\vec{k}_i) \quad (3.49)$$

ist also die Summe aus allen Intensitätsverteilungen der registrierten Elektronen. Diese Überlagerung geschieht mit einer Unsicherheit, weil sowohl die Wellenvektoren \vec{k} wie auch der Defokus Δf näherungsweise gaußförmig verteilt sind.

Für die Richtungsverteilung der Elektronen nimmt man eine zweidimensionale Gaußfunktion an:

$$s(\vec{k}) = \frac{1}{\pi\alpha_0^2} e^{-\frac{\vec{k}^2}{\alpha_0^2}}, \quad (3.50)$$

wobei α_0 als halber Strahlkonvergenzwinkel bezeichnet wird.

Die Unsicherheiten hinsichtlich der Energiebreite der Elektronen und der Instabilitäten des Linsenstromes und der Hochspannung fasst man in der Fokusverteilungsfunktion zusammen.

Diese lautet:

$$f(\delta) = \frac{1}{\sqrt{\pi}\Delta f_0} e^{-\frac{\delta^2}{\delta_0^2}}, \quad (3.51)$$

mit δ_0 als mittlere Defokusschwankung und Δf_0 als mittlerer Defokus. Der Ansatz der gaußförmigen Verteilungsfunktion vereinfacht die analytische Lösung des Problems entscheidend und fand experimentelle Bestätigung durch die Vermessungen des Elektronenstrahlprofil durch Hosakawa [59]. Die Gültigkeit der gaußförmigen Näherung wurde auch für das JEM ARM 1250 vorausgesetzt. Mit den Verteilungsfunktionen ergibt sich für die Intensitätsverteilung des Diffraktogramms

$$I_B(\vec{k}) = f(\delta) * s(\vec{k}) * \Psi_B^*(\vec{k})\Psi_B(\vec{k}), \quad (3.52)$$

was ausführlich lautet:

$$I_B(\vec{k}, f) = \int_{\vec{k}''} \int_{\vec{k}'} \int_{\delta'} s(\vec{k}') f(\delta) \Psi_B^*(\vec{k} + \vec{k}' + \vec{k}'', \delta + \delta') \cdot \Psi_B(\vec{k}'' + \vec{k}', \delta + \delta') d\vec{k}'' d\vec{k}' d\delta', \quad (3.53)$$

hierbei ist über alle Vektoren \vec{k}' und Defokusschwankungen δ' zu integrieren. Da in die Fouriertransformierte der Bildwellenfunktion $\Psi_B(\vec{k})$ auch die Objektwellenfunktion $O(\vec{r})$ eingeht, bedeutet das, dass man zur Lösung des Integrals (3.53) alle Elektronenwellenfunktionen berücksichtigen muss, die zum Bild beitragen. Zur Lösung des Integral schlug Ishizuka [17] folgende Näherung vor:

$$O(\vec{k} + \vec{k}') = O(\vec{k}), \quad (3.54)$$

was bedeutet, dass die Fouriertransformierte der Objektwellenfunktion nicht vom Verschiebungsvektor \vec{k}' abhängt. Dies ist eine starke Vereinfachung, die es ermöglicht, $O^*(\vec{k})O(\vec{k} + \vec{k}')$ vor das Integral über δ und \vec{k}' zu ziehen. Die Gültigkeit dieser Näherung wurde von Hochmeister [11] bestätigt. Mit dieser Näherung erhält man somit

$$I_B(\vec{k}, f) = \int_{\vec{k}''} O^*(\vec{k}'') O(\vec{k} + \vec{k}'') \int_{\vec{k}'} s(\vec{k}') \int_{\delta'} f(\delta) e^{2\pi i(\chi(\Delta f + \delta', \vec{k} + \vec{k}' + \vec{k}'') - \chi(\Delta f + \delta', \vec{k}'' + \vec{k}', \vec{k}''))} d\vec{k}'' d\vec{k}' d\delta'. \quad (3.55)$$

Nach der Integration über $d\vec{k}' d\delta'$ bleibt

$$I_B(\vec{k}, f) = \int_{\vec{k}''} O^*(\vec{k}'') O(\vec{k} + \vec{k}'') e^{2\pi i(\chi(\vec{k} + \vec{k}'') - \chi(\vec{k}''))} d\vec{k}'' \cdot F(\vec{k} + \vec{k}'', \vec{k}'') d\vec{k}'', \quad (3.56)$$

wobei $F(\vec{k} + \vec{k}'', \vec{k}'')$ die Effekte der Strahlkonvergenz und der Fokusunschärfe auf die Bildintensitätsverteilung beinhaltet. Für $F(\vec{k} + \vec{k}'', \vec{k}'')$ gilt

$$F(\vec{k} + \vec{k}'', \vec{k}'') = E_F(\vec{k} + \vec{k}'', \vec{k}'') \cdot E_S(\vec{k} + \vec{k}'', \vec{k}'') \quad (3.57)$$

Tatsächlich müssten in $F(\vec{k} + \vec{k}'', \vec{k}'')$ noch weitere Terme berücksichtigt werden, deren Auswirkungen auf den Abbildungsprozess nach Ishizuka [17] jedoch als sehr klein angesehen werden und vernachlässigt werden können. In Gl. 3.57 wird der Einfluss der Strahlkonvergenz durch

$$E_S(\vec{k} + \vec{k}'', \vec{k}'') = e^{-\frac{1}{2}(\pi\lambda\alpha_0 C_k)^2}, \quad (3.58)$$

beschrieben, mit $C_k = \lambda^2 C_S((\vec{k} + \vec{k}'')^2 \vec{k}'' - \vec{k}''^2 \vec{k} + \Delta f(\vec{k} + \vec{k}'') - \vec{k}'')$ und α_0 dem halben Strahlkonvergenzwinkel. Entsprechend gilt für die Fokusschwankung

$$E_F(\vec{k} + \vec{k}'', \vec{k}'') = e^{-\frac{1}{2}\left(\pi\lambda\delta\left((\vec{k} + \vec{k}'')^2 - \vec{k}''^2\right)\right)^2}. \quad (3.59)$$

Beide Funktionen haben reelle Exponenten und bewirken somit eine Dämpfung In Abhängigkeit von der Raumfrequenzen. Durch die Abhängigkeit von $E_S(\vec{k} + \vec{k}'', \vec{k}'')$ von der Defokussierung werden bestimmte Raumfrequenzen jedoch genau dann ungedämpft übertragen, wenn sich die Phasenschiebung durch den Öffnungsfehler und die Defokussierung aufheben. Die Dämpfung dieser Raumfrequenzen erfolgt dann lediglich durch Defokusschwankungen.

Gleichung 3.56 kann man auch als

$$I_B(\vec{k}, f) = \int_{\vec{k}''} O^*(\vec{k}'') O(\vec{k} + \vec{k}'') \cdot T(\vec{k}'', \vec{k} + \vec{k}'', \Delta f) d\vec{k}'' \quad (3.60)$$

schreiben, wobei $T(\vec{k}'', \vec{k} + \vec{k}'', \Delta f)$ als Transmissionskoeffizient (TCC) bezeichnet wird. Eine detaillierte Herleitung der Kontrastdämpfung kann man der Arbeit von Ishizuka [17] entnehmen.

Nur im Fall der linearen Bildberechnung lassen sich die Dämpfungsterme leicht darstellen. Sie geben einen ersten Anhaltspunkt über Raumfrequenzen, die zum Abbildungsprozess beitragen, und somit eine Abschätzung des möglichen Informationsgehaltes der Bilder.

Bild 3.7 zeigt die CTF für eine nicht-ideale Quelle. Die Parameter entsprechen denen des JEM ARM 1250 mit Side-Entry-Linse im Scherzerfokus. In Bild 3.8 ist die entsprechende CTF wiederum als Funktion der Raumfrequenz und des Defokus unter Berücksichtigung der Dämpfungsterme dargestellt.

3.2.7 Lineare und nichtlineare Bildbeiträge

Ausgangspunkt der nun folgenden Überlegungen ist Gleichung (3.60). Dabei ist es hilfreich, die Objektwellenfunktion als Summe diskreter Fourierkomponenten zu be-

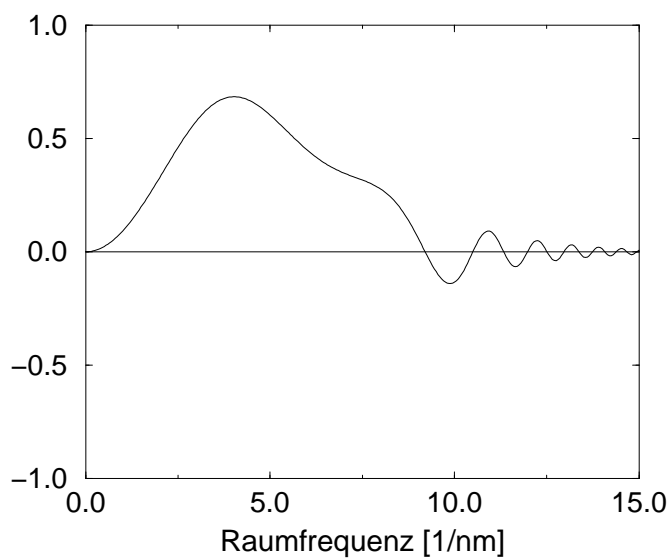


Bild 3.7: Gedämpfte CTF im Scherzerfokus

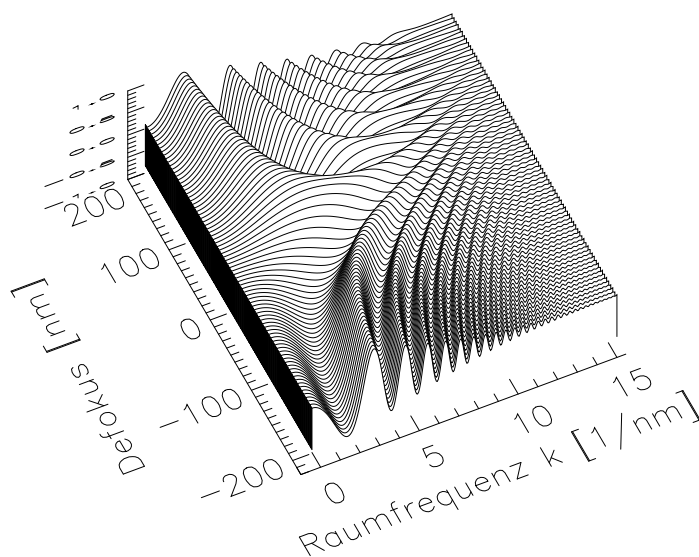


Bild 3.8: Gedämpfte CTF im Scherzerfokus bei Variation des Defokus

schreiben.

$$O(\vec{k}) = \sum_n \Omega_{\vec{k}_n} e^{i\Phi_n} \quad (3.61)$$

Auf diese Weise wird die Objektwellenfunktion als Summe ihrer Fourierkomponenten dargestellt. Bei periodischen Objekten enthält diese Summe nur diskrete Komponenten. Diese entsprechen den Intensitäten des Diffraktogramms. Damit lässt sich Gl.(3.60) umformen in:

$$I_B(\vec{k}) = \sum_{n,m} I_B(\vec{k}, \vec{k} + \vec{k}'', \Delta f) = \int_{\vec{k}''} \sum_{n,m} \Omega_{\vec{k}_n} e^{i\Phi_n} \Omega_{\vec{k}_m''} e^{i\Phi_m} \cdot TCC(\vec{k}, \vec{k} + \vec{k}'', \Delta f) d\vec{k}'' \quad (3.62)$$

Durch die Vertauschung von Integration und Summation ist es möglich, Gl. (3.60) als Summe einzelner Integralen zu deuten, also $n \cdot m$ Integrale. Jedes Integral entspricht dabei der Interferenz von zwei Beugungsreflexen. Die Intensitätsverteilung setzt sich somit aus den Beiträgen einzelner Interferenzterme zusammen. Bedingt durch die Vielzahl von Interferenztermen kommt es in der Bildebene zu komplexen Intensitätsverteilungen, die nicht durch eine naive Interpretation den Atompositionen des Kristalls zugeordnet werden können. Die Betrachtung der Beiträge verschiedener Interferenzterme lässt folgende Fälle zu:

- $\vec{k} = 0$ und $\vec{k}'' = 0$, Nullstrahl:

$$I_B(\vec{k}) = O^*(0)O(0 + 0)TCC(0, 0 + 0, \Delta f) = \Omega_0^2 \quad (3.63)$$

Ω_0^2 stellt lediglich die Gesamtintensität des ungebeugten Nullstrahles dar, da sowohl $O^*(\vec{k}_n)$ als auch $O(\vec{k}_m + \vec{k}_m'')$ den Nullstrahl beschreiben. In ihm ist keine Information über die Gitterperiodizität der Probe enthalten. In Bild (3.9) ist ein Ausschnitt aus einem angenommenen Beugungsbild dargestellt. Der zentrale Reflex entspricht dabei dem Nullstrahl.

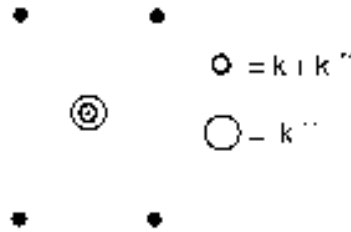


Bild 3.9: Die Intensitäten $\vec{k} = 0$ und $\vec{k}'' = 0$ beschreiben beide den Nullstrahl.

- $\vec{k} = 0$ und $\vec{k}'' \neq 0$, abgebeugter Strahl:

$$I_B(\vec{k}) = O^*(\vec{k}_n'')O(0 + \vec{k}_m'')TCC(0, \vec{k}_m + 0, \Delta f) = \sum_n \Omega_{\vec{k}_n}^2 \quad (3.64)$$

$\Omega_{\vec{k}_n}^2$ stellt einen Teil der Gesamtintensität des Reflexes \vec{k}_n dar, da sowohl $O^*(\vec{k}_n'')$ als auch $O(\vec{k}_m + \vec{k}_m'')$ den selben Reflex beschreiben, Bild (3.10).

- $\vec{k} \neq 0$ und $\vec{k}'' = 0$ oder $\vec{k} \neq 0$ und $\vec{k}'' = -\vec{k}$, einfache Beugung:

Für unverkippte Beleuchtung ist der TCC in \vec{k}'' und \vec{k} symmetrisch.

$$I_B(\vec{k}) = O^*(0)O(\vec{k}_m + 0)TCC(0, \vec{k}_m + 0, \Delta f) + O^*(-\vec{k})O(0)TCC(-\vec{k}_n, 0, \Delta f) \quad (3.65)$$

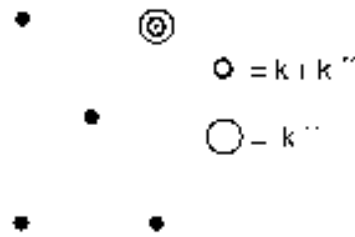


Bild 3.10: Die Intensitäten $\vec{k} = 0$ und $\vec{k}'' \neq 0$ beschreiben beide den selben beliebigen Beugungsreflex.

Dieser Fall beschreibt die Interferenz der Reflexe der Raumfrequenzen \vec{k} und $-\vec{k}$ mit dem Nullstrahl. Da beide symmetrisch zum Nullstrahl liegen, liefern beide äquivalente Beiträge zum Bild. Bild (3.11) verdeutlicht diese Symmetrie. Man bezeichnet alle durch Interferenz mit dem Nullstrahl entstandenen Beiträge als lineare Reflexe. Berücksichtigt man in Simulationsrechnungen nur diese Beiträge, so erhält man rasch einen groben Überblick über die Struktur der Probe. Diese lineare Näherung ist für sehr dünne Proben und schwache Phasenobjekte gültig. Diese Beugungsreflexe entsprechen denen von Einfachbeugung. Ist der Anteil der Einfachbeugung im Vergleich zu Mehrfachbeugung hinreichend groß entspricht die Dunkelbild-Intensitätsverteilung (also ohne Berücksichtigung des Nullstrahles) den Interferenzmustern dieser Beugungsreflexe. Mit ihr lassen sich manche zum Teil sehr ausgeprägte Bildstrukturen nicht erklären, die man keiner Raumfrequenz direkt zuordnen kann.

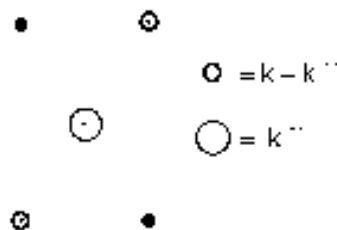


Bild 3.11: Die Intensitäten $\vec{k} \neq 0$ und $\vec{k}'' = 0$ oder $\vec{k} \neq 0$ und $\vec{k}'' = -\vec{k}$ beschreiben die Interferenz der zum Nullstrahl symmetrischen Beugungsreflexe.

- $\vec{k} \neq 0$ und $\vec{k}'' \neq 0$, Mehrfachbeugung:

Dieses ist der allgemeine Fall. Hier müssen die Raumfrequenzen keine Bedingung erfüllen. Interferenz ist zwischen allen Reflexen möglich. Dadurch kommt es zu vielen neuen Bildstrukturen, die die Bildinterpretation erschweren. Je dicker eine Probe ist, desto höher ist der Anteil der gebeugten Strahlen und somit auch der Beitrag der Interferenzen zwischen ihnen. Diese nichtlinearen Reflexe können zu Bildkontrasten führen, die wesentlich stärker als die linearen sind und nicht direkt einem Gitterabstand zugeordnet werden können. Diese

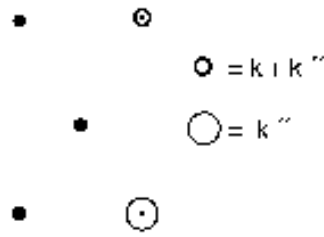


Bild 3.12: Die Intensitäten $\vec{k} \neq 0$ und $\vec{k}'' \neq 0$ beschreiben die Interferenz beliebiger Beugungsreflexe.

Interferenzterme können als Mehrfachbeugung der Elektronenwelle im Kristall gedeutet werden. Abbildung (3.12) zeigt ein Beispiel einer Kombination beliebiger Reflexe.

Grundsätzlich können alle abgebeugten Strahlen miteinander interferieren, jedoch tragen nur die Interferenzen zum Bild bei, die eine kleine Dämpfung durch den TCC erfahren. Interferenzen von Beugungsreflexen mit dem gleichen Betrag der Raumfrequenz werden durch Fokusschwankungen nur schwach oder bei geeigneter Defokussierung ungedämpft übertragen. Somit können die nichtlinearen Beiträge wiederum in zwei Klassen eingeteilt werden, in stark und schwach gedämpfte Interferenzen, wobei die letzteren vernachlässigt werden. Bild 3.13 und die darauf folgende Tabelle 3.2.7 verdeutlichen das Zustandekommen der [200]-Raumfrequenz durch lineare und nichtlineare Interferenz. Dabei stellt Bild 3.13 das Beugungsbild einer beliebigen Zinkblendestruktur dar. Tabelle 3.2.7 enthält einige Kombinationen von Reflexen des Beugungsbildes, die einen Beitrag zur [200]-Raumfrequenz beitragen. Die Komplexität der Bildentstehung spiegelt sich im Verlust der direkten Korrelation von Atomposition der Probe zu den Intensitätsmaxima der Bildstrukturen wieder.

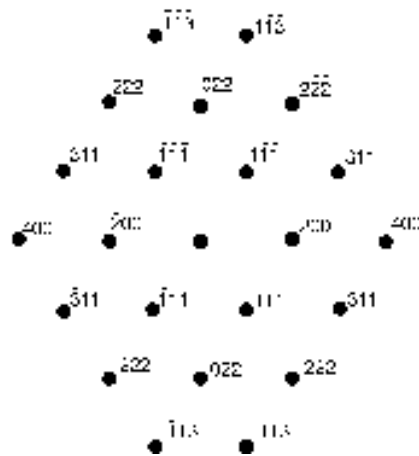


Bild 3.13: Beugungsbild eines Kristalls der Zinkblendestruktur in [011] Richtung

$\vec{k} = [2,0,0]$	\vec{k}''	$\vec{k} + \vec{k}''$
linear	$[-2,0,0]$ $[0,0,0]$	$[0,0,0]$ $[2,0,0]$
nichtlinear, keine Dämpfung	$[-1,1,3]$ $[-1,-1,-1]$	$[1,1,3]$ $[1,-1,-1]$
nichtlinear, starke Dämpfung	$[-3,-1,-1]$ $[0,-2,-2]$	$[-1,-1,1]$ $[2,-2,-2]$
$I_B(\vec{k})$	$O(k'')$	$O(\vec{k} + \vec{k}'')$

Tabelle 3.1: Lineare und nichtlineare Beiträge zur Raumfrequenz $[200]$ der Zinkblendestruktur

Kapitel 4

Eigenschaften verschiedener Detektortypen

Die Qualität elektronenmikroskopischer Aufnahmen wird letztendlich auch durch das Detektionssystem bestimmt. Akkurate experimentelle Bedingungen und hervorragende Probenqualität werden durch die Wahl eines ungeeigneten Detektors bzw. eines Detektors geringerer Güte zunichte gemacht. Ebenso können der Detektion nachfolgende Prozessschritte, die aus einer registrierten Elektronenverteilung digital verfügbare Daten machen, die Datenqualität beeinflussen, z.B. Filmentwicklung bei Negativen, Digitalisieren, Auslesevorgang bei Bildplatten (engl: Image Plates, IP). Die Wahl des richtigen Detektors richtet sich dabei nach den experimentellen Möglichkeiten, den Fragestellungen des Experiments und natürlich auch nach dem Preis.

4.1 Eigenschaften von Detektoren der HRTEM

Für die Registrierung experimenteller Daten der Elektronenmikroskopie stehen verschiedene kommerzielle Systeme zur Verfügung. In erster Linie sind das der fotografische Film, CCD-Kamera (Krivanek [68], Zuo [72]), TV-Kamera, und Bildplatten. Diese Detektoren unterscheiden sich in folgenden Eigenschaften:

- Pixelgröße
Unter Pixel versteht man das kleinste Element eines digitalisierten Bildes, bei fotografischen Filmen die mittlere Korngröße.
- nutzbare Fläche
Diese entspricht der Detektorfläche, die für eine Aufnahme zur Verfügung steht. Die Kantlänge berechnet sich aus Anzahl der Pixel \times Pixelgröße.
- Übersprechverhalten
Bestrahlt man einen einzelnen Bildpunkt eines Detektors mit einer bestimmten

Intensität, so kommt es durch ein detektorspezifisches Übersprechverhalten zu einer Beeinflussung der Intensitätsverteilung auf benachbarte Pixel.

- Linearität

Für zuverlässige quantitative Aussagen muss man aus dem Wert (Zählrate) eines Pixels des Detektors eindeutig auf die Elektronendosis schließen können. Dieses setzt einen linearen Zusammenhang zwischen Elektronendosis und Zählrate voraus.

- Signal/Rausch-Verhältnis

Das Rauschen elektronenmikroskopischer Aufnahmen wird durch verschiedene Beiträge erzeugt.

(I): Die Intensitätsverteilung $I(\vec{k})$ der Elektronen mit der Varianz $\sigma = \sqrt{I(\vec{k})}$ gehorcht der Poisson-Statistik, d.h. der Wert eines Pixels ist mit einer Unsicherheit σ behaftet. Die Reduktion dieses Rauschens erfolgt durch Erhöhung der Belichtungszeit.

(II): Das Signal wird durch das Eigenrauschen des Detektors überlagert. Ein Maß für die Güte eines Detektors ist die Detektions-Quanten-Effizienz (DQE) (Rose [54], Hermann [52]),

$$DQE = \frac{I_{aus}^2 \sigma_{aus}^2}{S_{ein}^2 \sigma_{ein}^2} \quad (4.1)$$

mit I_{aus} der registrierten Intensität, σ_{aus} deren Varianz, S_{ein} dem einfallenden Signal und σ_{ein} dessen Varianz. Die DQE vergleicht somit das Rauschen vor und nach der Detektion. Ein idealer Detektor hat die $DQE = 1$.

- Dynamik

Diese entspricht der Anzahl von Graustufen, die der Detektor unterscheiden kann, meistens als Bit-Wert angegeben. z.B. verfügt die im Rahmen dieser Arbeit verwendete CCD Kamera über eine 14 Bit Dynamik, d.h. es können ca 16000 Zählimpulse registriert werden, bevor der Sättigungsbereich erreicht ist.

- Quanteneffizienz

Darunter versteht man die Wahrscheinlichkeit, mit der ein registriertes Elektron einen Zählwert im Detektor liefert.

- Belichtungszeit

Diese ist vom Strahlstrom, Vergrößerung und Empfindlichkeit des Detektors abhängig. Die kürzeste, sinnvolle Belichtungszeit wird durch das Signal zu Rausch-Verhältnis bestimmt.

- Eignung für elektronischen Datenverarbeitung, praktische Handhabung
Einflussnahme auf die Abbildungsparameter, auch noch während des Bildentstehungsprozesses, und instantane digitale Verfügbarkeit für weitere Bildverarbeitung sind hierbei ausschlaggebend.

Im Folgenden werden die Eigenschaften der verschiedenen Detektoren beschrieben und anschließend verglichen.

Detektoreigenschaften des fotografischen Films

Der photographische Film besteht aus einer licht- und elektronensensitiven Schicht, die auf einer transparenten, flexiblen Trägerplatte aufgebracht ist (Zeitler [53]). Der nutzbare Bereich liegt bei ca 8 cm x 10 cm. Die Bildpunktgröße liegt in Abhängigkeit vom Entwicklungsprozess bei einem Mittelwert von ca 10 μm . Die Belichtungszeit liegt bei Höchstauflösung bei ca 1s. Dabei ist gewährleistet, dass man sich noch im linearen Bereich der Schwärzung in Abhängigkeit von der Bestrahlungsdosis des Filmes befindet. Dabei kann unter HRTEM-Bedingungen 8-Bit-Dynamik (256 Graustufen) erreicht werden.

Zu weiteren quantitativen Auswertung dieser Aufnahmen ist eine anschließende Digitalisierung notwendig. Dieses geschieht mit einer CCD-Kamera, die die Lichtdurchlässigkeit des Negatives in numerische Grauwerte übersetzt. Bei der nachträglichen Digitalisierung des Filmes kann nur ein kleiner Ausschnitt erfasst werden. Es steht nur ein Bereich von 1024x1024 Pixel zu Verfügung. Um eine ausreichende Auflösung zu erreichen, muss mit einer hohen Vergrößerung das Bild digitalisiert werden. Das digitale Einlesen des gesamten belichteten Bereichs wird darüber hinaus auch durch den Arbeitsspeicher der Auswertungscomputer verhindert. Damit wird der effektive, quantitative auswertbare Bereich sehr stark reduziert.

Detektoreigenschaften der CCD-Kamera

Elektronen, die mit einer CCD-Kamera registriert werden sollen, treffen zuerst auf einen Szintillator. Hier erzeugen sie Photonen, die über optische Elemente wie Linsen, Spiegel und Fiberleiter auf den eigentlichen CCD-Chip gelangen. Hier kommt es zu einer Ladungstrennung, die verstärkt wird und im Ausleseprozess dann als Spannung durch einen Analog/Digitalwandler ermittelt wird. Diese Spannung steht in einem direkten, linearen Zusammenhang mit der Elektronendosis. Der verwendete CCD-Chip besteht aus 1024x1024, 25 μm großen Pixeln und erreicht damit eine Kantenlänge von ca 2,5 cm. Das Auslesen des CCD-Chips geschieht mittels eines externen Rechners, mit dem die Bilder sofort betrachtet werden können. Korrekturen

des Ausschnittes und der Belichtungszeit sind zeitnah möglich, was eine Kontrolle der Bildqualität erheblich vereinfacht. Die Bilddaten liegen danach digital vor und stehen ohne weitere Prozessschritte der quantitativen Bildverarbeitung und -analyse zur Verfügung. Der CCD-Chip hat eine 14-Bit-Dynamik, was unter HRTEM-Bedingungen jedoch nicht erreicht wird. Vielmehr erreicht man hier Zählwerte von nur ca 500 Elektronen bei einer Belichtungszeit von 1s. Die Aufnahmequalität ist jedoch vom Übersprechverhalten der CCD-Chip beeinträchtigt.

Detektoreigenschaften der Bildplatten (IP, engl. Image Plates)

Die Bildplatte hat einen ähnlichen Aufbau wie die Fotoplatte (Zuo [71], Nüchter [75], Weickenmeier [76]). Auch hier ist auf einer flexiblen Trägerplatte eine elektronenempfindliche Schicht aufgebracht. Der verwertbare Bildbereich entspricht dem der Fotoplatte und kann in die gleichen Halterungen eingebaut werden. Die IP zeichnet sich durch eine sehr hohe Empfindlichkeit aus und verfügt wie die CCD-Kamera über eine lineare Intensitätscharakteristik. Der Auslesevorgang wird mit Hilfe eines Lasers in einem speziellen Auslesegerät durchgeführt. Man erreicht damit eine Auflösung von 3700x3000 Pixel, wobei die Pixelgröße ca 25 μm beträgt. Die Dynamik ist höher als 16 Bit und eröffnet damit neue Anwendungsfelder wie z.B. die quantitative digitale Auswertung von Beugungsbildern. Bemerkenswert ist die Verschlechterung der Rauschcharakteristik bezüglich der Poisson-Statistik (Gemming [74]). Dieses zeigt sich besonders bei Aufnahmen mit geringem Kontrast. Hier sind die Bilder deutlich stärker verrauscht als Aufnahmen mit der CCD-Kamera. Bemerkenswert ist die Wiederverwendbarkeit der IP's. Durch Bestrahlen mit UV-Licht lassen sich Bildplatten löschen und damit nahezu beliebig oft wiederverwenden.

Detektoreigenschaften der TV-Kamera

Den bisher vorgestellten Detektoren ist eins gemein, die Aufnahmen sind bestenfalls zeitnah, jedoch nie unmittelbar zugänglich. Selbst im Fall der Multi-Scan-CCD Kamera vergehen zwischen Ereignis und dessen Darstellung mindestens zwei Sekunden, die für das Auslesen und für die Berechnung bzw. der Darstellen des Bildes benötigt werden. Bei der TV-Kamera wird lediglich das Bild des Szintillator auf einen Monitor abgebildet. Die Auflösung entspricht dabei dem VGA-Standard 400x640 bei ca 6-Bit Bilddynamik. Durch die Möglichkeit einer Videoaufzeichnung lassen sich beliebig hohe Datenmengen speichern.

4.2 Modulationstransferfunktion (MTF) und Entfaltung

4.2.1 Einfluss des Detektors auf die MTF

Detektoren registrieren die Intensitätsverteilung und erzeugen Bilder dieser Verteilung. Sie beeinflussen jedoch auch im erheblichen Maße die Bildqualität.

Die Wirkung der Detektoren liegt in einer Verwaschung des einfallenden Signals. Dieses geschieht bei den verwendeten Detektoren auf unterschiedliche Weise. Im Folgenden wird die Ursache dieser Verwaschung der einzelnen Detektoren beschrieben.

MTF der CCD-Kamera

Die wichtigste Ursache für die Verwaschung liegt bei der CCD-Kamera im Umwandlungsprozess der Elektronenenergie in Lichtquanten im Szintillatorschirm. Dieser Prozess ist zwar streng lokalisiert, die emittierten Photonen werden jedoch durch den Kristall teilweise gestreut. Der Austrittsort der Photonen entspricht nicht mehr genau dem Registrierungsort der Elektronen. Es kommt somit zu einer Aufstreuung des Signals, die von der Dicke des Schirmes abhängt. Dieser Prozess führt zu einer Verbreiterung des Signals auf benachbarte Pixel. Die Verwendung beliebig dünner Szintillatorkristalle ist aus Gründen der Quanteneffizienz nicht möglich. Hier muss ein Kompromiss eingegangen werden zwischen einem guten Signal/Rausch-Verhältnis einerseits und andererseits geringer Verwaschung. Ein weiterer Effekt, der die Bildqualität beeinträchtigen kann, ist die Reflexion der Quanten an der Szintillatorunterseite. Dadurch kann es zu einer sehr weitreichenden Delokalisierung des Elektronensignals kommen. Abhilfe kann hier durch Verwendung von Szintillatoren mit entspiegelter Unterseite geschaffen werden. Diese Art von Szintillator ist in der CCD-Kamera des JEM ARM 1250 integriert. Die Wirksamkeit der Entspiegelung wurde von Weickenmeier [77] durch eine radiale Integration der Punktverwaschungsfunktion (engl. Point Spread Function, PSF) überprüft. Dabei erreichte man schon durch die Integration über wenige Nachbapixel nahezu die gesamte Intensität, was für die hohe Güte des Detektors spricht.

MTF der Image Plates

Die Elektronen, die durch die Bildplatte erfasst werden, regen in der sensitiven Schicht die als Farbzentren eingebrachte Europium Atome in einen metastabilen Zustand an. Hierbei kommt es während des Absorptionsvorgang durch Streuung zur Verwaschung des Signals. Das Auslesen der belichteten Bildplatten vergrößert

diese Unschärfe. Durch das rote Laserlicht werden die Europium Atome aus ihrem metastabilen Zustand in einen sehr kurzlebigen Zustand angeregt, der entsprechend der mittleren Lebenszeit in den Grundzustand zerfällt. Das dabei emittierte Licht wird als Signal ausgewertet. Durch das Abrastern der Bildplattenoberfläche mit einer nicht punktförmigen Lasersonde wird das Signal über einen bestimmten Bereich gemittelt. Die eigentliche Pixelgröße wird durch die Größe der Lasersonde bestimmt.

MTF der Photoplatte

Die Beurteilung der Filmeigenschaften in Bezug auf die Verwaschung des Bildsignals ist nicht eindeutig. Es erfolgt durch die Belichtung der Filmplatte eine leichte Verwaschung durch Streuung der Elektronen in der sensitiven Schicht. Bei der Entwicklung kann die Korngröße durch die Entwicklereigenschaften modifiziert werden. Den bei weitem größeren Einfluss hat jedoch die nachfolgende Digitalisierung. Durch leichtes Defokussieren der Optik, die vor dem eigentlichen CCD-Chip liegt, kann das Rauschen im digitalisierten Bild nahezu beliebig verändert werden. Wird die Abtastrate so gewählt, dass mehrere Pixel Informationen des selben Silberkorns enthalten, so wird dadurch eine sehr hohe Korrelation der Pixel angezeigt. Dies bedeutet, dass benachbarte Pixel identische Informationen enthalten. Somit lässt sich bei Filmplatten jede gewünschte Übertragungsfunktion "einstellen". Bedingt durch diese Beliebigkeit ist daher große Vorsicht geboten, wenn Ergebnisse unterschiedlicher Bilderserien miteinander verglichen werden. Dieses gilt insbesondere auch beim Vergleich mit Aufnahmen, die mit anderen Detektortypen gemacht wurden.

4.2.2 Bestimmung der MTF mit der Rauschmethode

Im Folgenden wird ein Verfahren zur Bestimmung der Übertragungseigenschaft von CCD-Kamera und IP vorgestellt, das auf der so genannten Rauschmethode nach Weickenmeier [77] basiert. Weißes Rauschen wird als Eingangssignal auf den Detektor gegeben. In der HRTEM leuchtet man dazu den Detektor gleichmäßig mit Elektronen aus. Die Intensitäten aller Pixel sind Poisson-verteilt und damit unabhängig von einander. Die Übertragungseigenschaften des Detektors modifiziert die Eingangsruschstatistik. Das Ausgangssignal eines idealen Detektors entspricht nun ebenfalls dem weißen, korrelationsfreien Rauschen. Das Rauschspektrum ist in diesem Fall bis auf den Nullstrahl, der den Intensitätsmittelwert des ganzen Bildes repräsentiert, konstant, d.h. alle Frequenzen sind gleichmäßig vertreten. Das Frequenzspektrum erhält man durch eine Fouriertransformation des Ausgangssignals. Abweichungen von einem konstanten Wert haben ihren Ursprung in der Übertragungseigenschaft des Detektors, der MTF.

Mathematisch wird dieser Zusammenhang durch eine Faltung beschrieben:

$$\text{Bildrauschen} = \text{Poissonrauschen} * \text{PSF} \quad (4.2)$$

Das Eingangsbild wird mit der PSF gefaltet. Anschließende Fouriertransformation liefert:

$$\begin{aligned} \mathcal{F}(\text{Bildrauschen}) &= \mathcal{F}(\text{Poissonrauschen}) \cdot \mathcal{F}(\text{PSF}) \\ &= (\text{Konstante} + \text{Rauschen}) \cdot \text{MTF} \end{aligned} \quad (4.3)$$

MTF und PSF sind somit über eine Fouriertransformation gekoppelt. Gl. 4.3 enthält die Messvorschrift für die Detektorgüte. Die Auswirkung der MTF auf das elektrooptische Bild, also die registrierte Intensität $I_r(\vec{r})$ kann man in Gleichung 4.4 erkennen.

$$\mathcal{F}(I_r(\vec{r})) = \mathcal{F}(\Psi_B(\vec{r}) * \Psi_B(\vec{r})) \cdot \text{MTF} = \Psi_A(\vec{k}) * \Psi_A(\vec{k}) \cdot \text{MTF} \quad (4.4)$$

Das Diffraktogramm, also die Fouriertransformierte der registrierten Bildintensität entspricht somit dem Produkt der MTF mit der Bildintensität vor der eigentlichen Registrierung. Auf einzelne Raumfrequenzen bezogen bedeutet dieses, dass durch den Detektor jede Raumfrequenz im Diffraktogramm um einen bestimmten, von dieser abhängigen Faktor gedämpft wird. Die Wirkung des Detektors kann durch eine Funktion beschrieben werden. Durch Kenntnis der Umkehrfunktion kann im Prinzip der Informationsverlust vermieden werden. Das entsprechende Verfahren ist die Entfaltung der Aufnahme mit der PSF [75]. Dazu wird nach Gl. 4.4 das Diffraktogramm durch die MTF dividiert. Die anschließende inverse Fouriertransformation liefert das korrigierte Bild. Der Nachteil dieses Verfahrens ist jedoch, dass durch die Entfaltung des Bildes zusätzliches Rauschen erzeugt wird. Sämtliche hohen Raumfrequenzen, also nicht nur die Raumfrequenzen, die ihren Ursprung in der Beugung im Kristall haben, sondern auch die Rauschanteile werden in ihrer Intensität erhöht. Bei einem quantitativen Vergleich mit simulierten Bildern kann man auch einen alternativen Weg gehen. Hier kann es vorteilhaft sein, die simulierten Bilder mit der PSF des Detektors zu falten. Dadurch wird die Simulation an das Experiment angepasst und man erhält Bilder, die der Realität entsprechen.

Die Messung der MTF wurde im Rahmen dieser Arbeit im Rotationsmittelungsverfahren nach Weickenmeier [77] durchgeführt. Dabei wird das registrierte Bild Fouriertransformiert und um den Nullstrahl rotationsgemittelt. Die erhaltene Funktion entspricht der MTF. Dabei tritt allerdings ein Normierungsfehler auf. Bei Verwendung der FFT kommt es durch die damit bedingte periodische Fortsetzung des Bildes zur Korrelationen von Pixeln, die sich an den entgegengesetzten Seiten des

Detektors befinden. Dadurch tritt bei Berechnung der MTF nach Gleichung 4.4 für niedrige Frequenzen ein viel zu hoher Wert auf. Daher ist eine Korrektur dieser Werte der MTF auf 1 nötig. Annahme dabei ist, dass diese niedrigen Frequenzen nahezu ungedämpft übertragen werden, und dass es innerhalb des Detektors zu keinem weitreichenden Übersprechverhalten kommt, sondern nur zur Beeinflussung von wenigen Nachbarpixeln.

Die erhaltenen Ergebnisse (dargestellt in Bild 4.1), die für die CCD-Kamera am JEM ARM 1250 bei 1250 KV und für Image Plates durchgeführt wurden, wurden mit entsprechenden Arbeiten anderer Autoren, (Gemming [74], Nüchter [75]), verglichen und prinzipiell reproduziert. Abweichungen ergeben sich durch die unterschiedlichen Messverfahren. Alternativ zum hier verwendeten Verfahren wurde durch Gemming [74] keine Rotationsmittelung, sondern eine Mittelung entlang der Bildkanten durchgeführt (Nufer [73]). Dabei wird das Rauschbild zuerst zeilen- und spaltenweise Fourier-transformiert und danach gemittelt. Nüchter [75] wendete zusätzlich auch die Kantenmethode nach Fang [78] an. Hierbei wird das Linienprofil der Abschattung unterhalb einer scharfen Kante als PSF gemessen. Diese Methode ist jedoch experimentell sehr schwer zu realisieren, da die Justierung der Kante in Bezug auf den Detektor bis auf auf $25\ \mu\text{m}$ (entsprechend der Größe der Pixel) genau erfolgen muss. Allerdings ist mit dieser Methode das Problem der Normierung gelöst, da hier zur Messung der PSF keine Fouriertransformation notwendig ist.

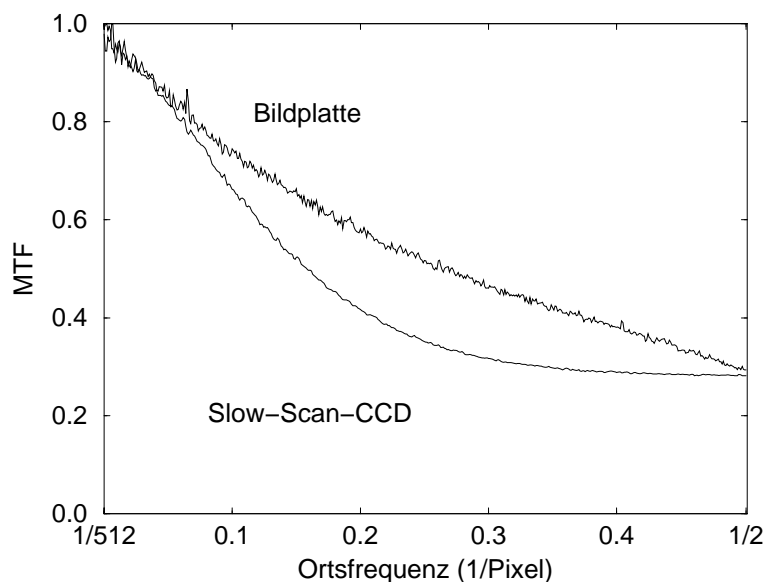


Bild 4.1: MTF von IP FUJI, (Auslesegerät FDL5000) und der Slow-Scan-CCD Kamera (GATAN) bei 1250 KV am JEM ARM 1250. Die MTF der Photoplatte ist bedingt durch die unterschiedliche Pixelgröße und durch individuelle Entwicklung/Digitalisierung nicht eindeutig darstellbar

4.2.3 Wahl eines geeigneten Detektors für die HRTEM

Offensichtlich gibt es den idealen Detektor nicht. Die Wahl eines Detektors ist stets mit einem Kompromiss verbunden. Für die digitale, quantitative Kontrastanalyse stehen die Linearität und die Eignung für elektronische Datenverarbeitung im Vordergrund. Aus diesen Anforderungen resultierte die Wahl der Slow-Scan CCD-Kamera als Detektor im Rahmen dieser Arbeit. Es sind die hohe Dynamik, die unmittelbare Datenverfügbarkeit, die Linearität und die unmittelbare Kontrolle der Aufnahmequalität die die Slow-Scan-Kamera auszeichnen. Gleichzeitig muss jedoch die sehr kleine nutzbare Fläche und das Übersprechverhalten als Nachteile in Kauf genommen werden. Die Vorteile gegenüber der Fotoplatte und IP sind jedoch so herausragend, dass das Übersprechverhalten und der kleine Bildausschnitt toleriert werden können. Ersteres kann durch eine Entfaltung mit der entsprechenden PSF heraus gerechnet werden, und somit in seiner Bedeutung für die hochauflösende Elektronenmikroskopie relativiert werden. Da im Rahmen dieser Arbeit vor allem Untersuchungen von einzelnen Elementarzellen durchgeführt werden sollen, ist der kleine verwertbare Bildbereich auch kein gravierender Nachteil.

Kapitel 5

Experimentelles Vorgehen und Bildsimulation

In diesem Kapitel wird das Vorgehen und die Durchführung des digitalen, quantitativen Vergleichs von experimentellen Hochauflösungsbildern mit Bildsimulation erläutert.

Die Analyse erfordert mehrere Bilderserien mit unterschiedlichen Defokussierungen des Mikroskops, jeweils mit und ohne Energiefilterung. Dabei kamen neben der hauptsächlich verwendeten Slow-Scan-CCD Kamera auch Negative und Image-Plates zum Einsatz. Darüber hinaus wird auf weitere Parameter eingegangen, die auf den Vergleich Einfluss haben können, so z.B. auf Debye-Waller Faktor, modifizierte Streufaktoren und Strahl- und Probenverkipfung, Belichtungszeit und Dauer der Bestrahlung.

5.1 JEM ARM 1250, experimentelle Bedingungen

Alle Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit erfolgten am JEM ARM 1250. Dieses Mikroskop liefert im Routinebetrieb in der verwendeten Konfiguration (side-entry-Linse, auch in-situ-Linse) bei einer Beschleunigungsspannung von 1250 kV ein Punktauflösungsvermögen von 1.2 \AA . Bild 5.1 zeigt das zwei Stockwerke überragende Gerät.

Dieses Mikroskop hat neben seinem hervorragenden Auflösungsvermögen weitere Ausstattungsmerkmale, die einzigartige Möglichkeiten zur quantitativen Bildanalyse erlauben.

Das JEM ARM 1250 ist mit einem selektiven Energiefilter ausgestattet. Damit lassen sich Aufnahmen machen, bei denen nur Elektronen eines bestimmten Energieverlustes zur Belichtung beitragen. Um den Einfluss inelastisch gestreuter Elektronen auf

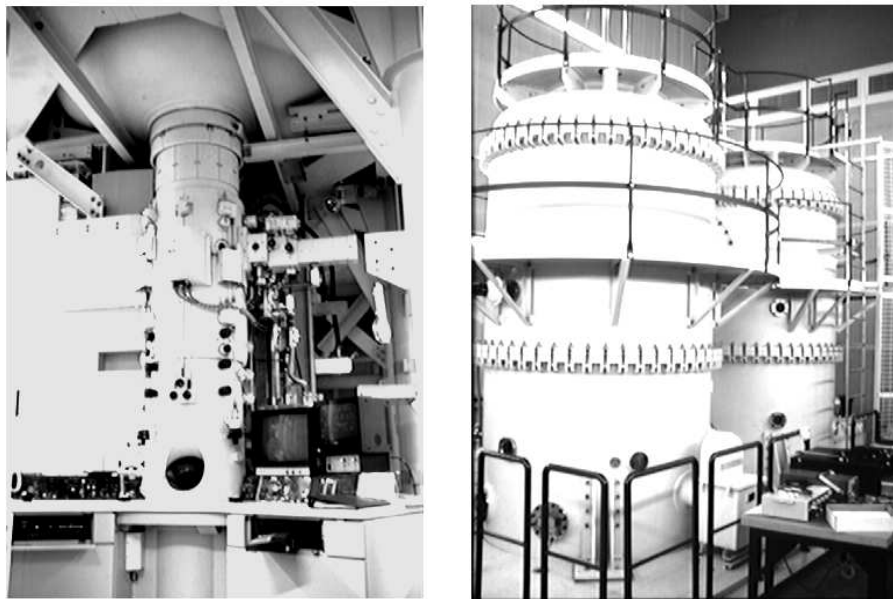


Bild 5.1: Säule und Hochspannungstank des JEM ARM 1250

den Bildkontrast und auf den Intensitätsverlauf zu untersuchen, wurden Defokusserien sowohl mit als auch ohne Energiefilterung durchgeführt. Bei dem maßgeblich angewendeten Verfahren konnten nur die elastisch gestreuten Elektronen den Energiefilter passieren (zero-loss-Filterung, Energiefenster ca. 5 eV).

Das JEM ARM 1250 kann mit unterschiedlichen Linsensystemen betrieben werden, side-entry Linse und top-entry Linse. Der große Vorteil der side-entry-Linse gegenüber der durch ein besseres Auflösungsvermögen (1.05\AA) herausragenden top-entry-Linse ist die Möglichkeit zur Verwendung verschiedener Probenhalter, die den Betrieb bei unterschiedlichen Temperaturen ermöglichen. Es steht ein Tief-, ein Normal- und ein Hochtemperaturprobenhalter zur Verfügung. Damit lassen sich Proben temperaturen von 110 K bis ca 1300 K realisieren. Zur Ermittlung der Abhängigkeit des Bildkontrastes von der Temperatur erfolgten Untersuchungen bei unterschiedlichen Temperaturen (77K, 300K und 550K). Mit Hilfe der dabei gewonnenen Daten kann der Einfluss des Debye-Waller-Faktors auf die Intensitätsverteilung bei HRTEM-Aufnahmen abgeschätzt werden.

Die Registrierung der Bildintensitäten am JEM ARM 1250 wurde hauptsächlich mit der GATAN Slow-Scan-CCD Kamera durchgeführt. Alternative Detektoren (photographische Negative und Image-Plates, siehe auch Kap. 4) wurden lediglich zu Vergleichszwecken verwendet. Im Falle der CCD-Kamera wurden alle Aufnahmen bei einer 60000-fachen Mikroskopvergrößerung und einer anschließenden 18-fache Vergrößerung durch die Linsensysteme des Energiefilters, also 1080000-facher Gesamtvergrößerung, durchgeführt. Diese hohe Vergrößerung ist erforderlich, um die Details der Struktur der Elementarzellen erkennen zu können. Beispielsweise wird

die Si- $\langle 110 \rangle$ Elementarzelle bei der Registrierung mit einem 1024x1024 CCD-Chip mit $25\mu\text{m}$ Pixelgröße auf ca. 18 x 26 Pixel abgebildet. Wählt man eine kleinere Vergrößerung, so reduziert sich die Anzahl der Pixel pro Elementarzelle entsprechend und feine Details lassen sich nicht mehr auflösen. Wegen der hohen Vergrößerung ist der beobachtete Objektbereich jedoch relativ klein. Die beste Belichtungszeit wurde ermittelt. Dabei musste ein Kompromiss zwischen Signal/Rauschen-Verhältnis und der maximalen Probendrift gefunden werden. Die Belichtungszeit von einer Sekunde stellte sich dabei als optimal heraus. Bei dieser Belichtungszeit wurden Zählraten mit der CCD-Kamera von durchschnittlich ca. 400 erreicht.

Herausragende Stabilitäten sind kennzeichnend für dieses Mikroskop. Dabei sind mechanische Stabilitäten durch bauliche Maßnahmen (luftgefedertes, schweres Fundament) erreicht worden.

Die durch Höschen [8] erreichte elektrische Stabilität der Beschleunigungsspannung und des Linsenstromes über das vom Hersteller spezifizierte Maß hinaus erlauben das Arbeiten bei einer sehr günstigen Kontrasttransferfunktion.

Auftretender Probendrift kann durch eine von R. Höschen [10] entwickelte elektronische Driftkompensation Einhalt geboten werden.

5.2 Probe und Probenpräparation

Eine sehr hohe Probenqualität ist eine grundlegende Voraussetzung für hochwertige Aufnahmen. Als Probenmaterial kamen Si-Spaltproben in $\langle 110 \rangle$ Orientierung nach Cerva [37] Einsatz. Dieser Probentyp ist auf Grund seiner Eigenschaften für quantitative Untersuchungen besonders geeignet.

Durch den definierten Dickenverlauf, der sich aus dem Schnittwinkel der Si (111) Netzebenen von $70,53^\circ$ ergibt, lässt sich die Probendicke an jeder Stelle einer Spaltprobe theoretisch eindeutig als Funktion der Entfernung vom Probenrand bestimmen. Das setzt jedoch einen ideal gespaltenen Kristall voraus, bei dem die Probendicke eine lineare Funktion des Abstandes vom Probenrand ist. Die schematische Darstellung der Probengeometrie ist in Bild 5.2 zu sehen, eine detaillierte REM-Aufnahme der Probenspitze in Bild 5.3.

Durch Oxydation mit Luftsauerstoff bildet sich unmittelbar nach dem Spaltvorgang eine amorphe Siliziumdioxid Deckschicht auf der Probenoberfläche. Bedingt durch diese Schicht kann der Beginn des kristallinen Bereichs nicht eindeutig bestimmt werden, siehe Bild 5.4. Die Unsicherheit U wächst dabei mit der Dicke der amorphen Schicht. Bei der geometrischen Bestimmung der Probendicke muss somit eine Unsicherheit von der Dicke der amorphen Schicht mit berücksichtigt werden. Die Unsicherheit U (Bild 5.4) kann als grobe Abschätzung der Schichtdicke angenommen

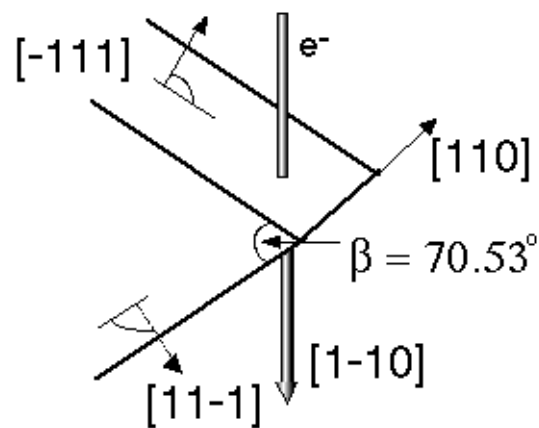


Bild 5.2: schematische Darstellung der Geometrie der Si-Spaltproben

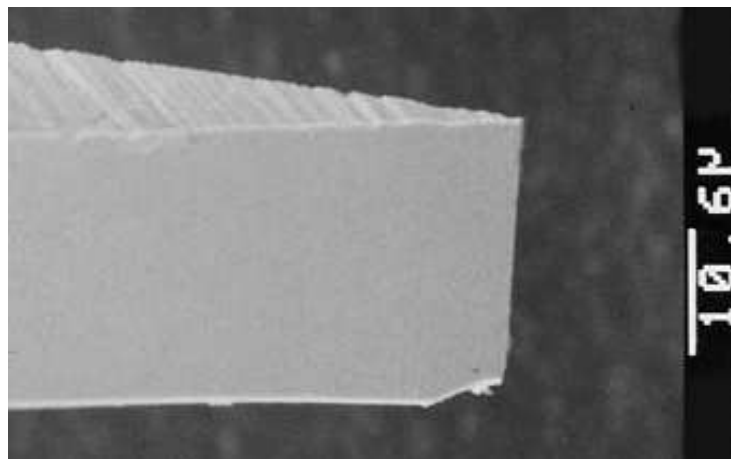


Bild 5.3: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der Probenspitze

werden. Diese Schichtdicke beträgt somit wenige Angström. Die amorphe Schicht bleibt über den experimentellen Zeitraum nahezu konstant, da die Probe außer der Bestrahlung im Mikroskop, keinen weiteren Einflüssen ausgesetzt ist.

Die einfallende Elektronenwelle wird nicht nur durch den Kristall, sondern auch durch die amorphe Schicht beeinflusst. Dieses resultiert in einer allgemeinen Verschlechterung der Bildqualität, die sich jedoch, bedingt durch die geringe Schichtdicke, nur an dünnen Probenstellen bemerkbar macht.

Die Überprüfung der Ergebnisse der quantitativen Auswertung der Bildkontraste setzt identische experimentelle Bedingungen voraus. Dazu gehört, dass die untersuchten Proben unter identischen Bedingungen hergestellt werden, und dass somit vergleichbare Probeneigenschaften resultieren.

Die Probenpräparation bei Spaltproben ist denkbar einfach und reproduzierbar. Die in $\langle 110 \rangle$ orientierten einkristallinen Scheibchen (eng. wafer) werden mecha-

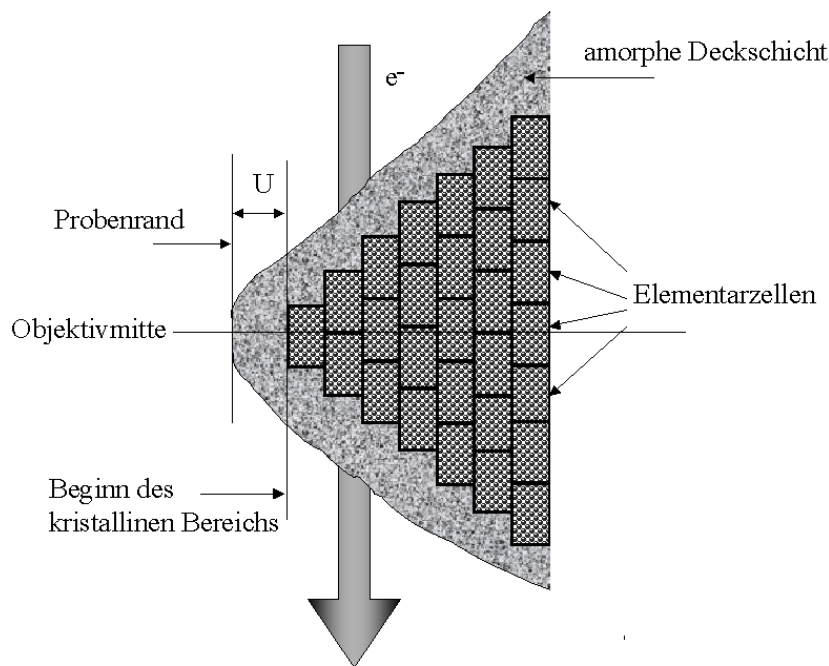


Bild 5.4: Schematischer Schnitt durch die Probe

nisch auf ca. 60μ gedünnt. Anschließend wird der Wafer durch das Ausüben eines kleinen Druckes durch ein Holzstäbchen gespalten. Dieser bricht entsprechend dem Bild 5.2 keilförmig entlang der (111) Hauptebenen. Anschließend wird ein geeignetes Bruchstück mit einem Epoxyd-Harzkleber vororientiert auf einen Probenhalter geklebt, Bild 5.5. Zur Vermeidung von statischen Aufladungen empfiehlt sich die Verwendung von Leitsilber.

5.3 Digitale Bildverarbeitung

Die Bildintensität der CCD Kamera steht nur dann im linearen Zusammenhang mit der Elektronendosis, wenn alle Pixel bei gleicher Bestrahlungsdosis die gleiche Ladung registrieren. Bedingt durch Herstellungstoleranzen bei der Chipherstellung, muss die Charakteristik aller Pixel des Detektorchips bestimmt werden. Dies geschieht in zwei Schritten.

Der erste Schritt ist die Messung des Dunkelstrombildes, das die in den Pixeln vorhandene Ladung bestimmt, ohne dass der Chip belichtet wurde. In einem solchen Bild lassen sich so genannte „hot spots“ erkennen. Diese Pixel haben immer einen, von der Belichtungsdosis unabhängigen, gleich bleibend hohen Wert.

Durch Aufnahme eines Bildes bei gleichmäßiger Beleuchtung kann die Empfindlichkeit der Pixel und die Lage der „cold spots“ bestimmt werden. Diese Pixel haben

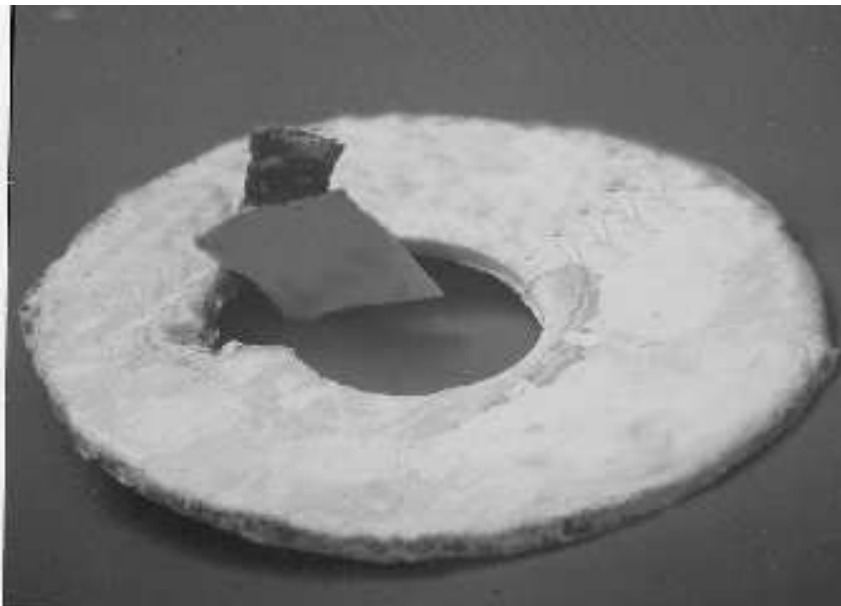


Bild 5.5: Si-Spaltprobe auf Probenhalter

einen von der Belichtungsdosis unabhängigen, gleich bleibend niedrigen Wert. Mit Hilfe dieser Aufnahmen setzt sich die Korrektur zusammen, mit der die Auswirkungen dieser Kamera-Artefakte kompensiert werden (bei *Digital Micrograph Gain: Normalized Mode*). Unter diesem Aufnahmemodus wurden die experimentellen Bilder mit der CCD-Kamera gemacht.

Der Szintillationsschirm der CCD Kamera detektiert nicht nur Elektronen, sondern auch Röntgenquanten, die durch die Wechselwirkung der Elektronen mit dem Szintillatormaterial entstehen. Die Registrierung eines Röntgenquantens durch ein einzelnes Pixel führt durch die hohe Energie zu einem extremen Signal, das deutlich über den Signalen anderer Pixel liegt. Damit die wenigen Röntgen-Pixel keinen großen Einfluss auf den Bildkontrast haben, werden sie durch eine einfache Programmroutine erkannt und auf den Mittelwert der Umgebungspixel gesetzt.

Die anschließende digitale Bildverarbeitung wurde mit dem Bildverarbeitungsprogramm PV-Wave (Visual Numerics) [25] auf Digital Workstations durchgeführt. Dieses Programmpaket stellt sehr viele Werkzeuge zur Bildverarbeitung zur Verfügung, um mit definierten mathematischen Prozeduren Datensätze aus dem Bildmaterial zu generieren, oder um die Bilddaten in gewünschter Weise aufzubereiten. Für Fouriertransformationen, Faltungen und Frequenzfilterungen oder simple Beeinflussung der graphischen Ausgabe wie Definierung von Bildausschnitten, Anpassung der Bilddynamik, Rotation und Skalierung sind vordefinierte Prozeduren vorhanden, die ein schnelles und effektives Programmieren erlauben. Mit Hilfe dieser Programme ist es möglich, komplexe Bildverarbeitungsprozesse sequenziell auszuführen und die gesamte Bildverarbeitung in einem so hohen Maße zu automatisieren, dass sehr große

Datenmengen verarbeitet werden können. Einen Anhaltspunkt für die Notwendigkeit dieser Automatisierung gibt der Rechenaufwand für eine Bilderserie. Da der Bildvergleich elementarzellenweise geschehen sollte, musste für einen Datensatz 338 (= 13 verschiedene Defokussierungen x 26 Dicken) mal der gesamte Bildverarbeitungsprozess durchlaufen werden.

5.4 Bildsimulation

Die den Experimenten entsprechenden Simulationen wurden mit dem von Stadelmann [1] entwickeltem Computerprogramm Paket EMS (engl.: **E**lectron-**M**icroscopy-**S**imulation) durchgeführt. Dieses Programm beschreibt den Abbildungsprozess entsprechend Kapitel 3 mathematisch. EMS ist modular aufgebaut. Dabei repräsentiert jedes Modul einen bestimmten Prozess des Abbildungsvorgangs. Bild 5.6 gibt einen Überblick über die im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Module. Diese Module werden hintereinander durchlaufen, die Ausgabedatei des einen ist dabei die Eingabedatei des folgenden Moduls.

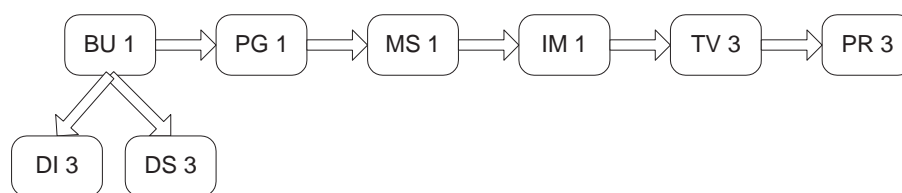


Bild 5.6: Schematischer Ablauf der Bildsimulation mit EMS

- BU1
Durch die Wahl der Raumgruppe, der Atomsorte und der Gitterkonstanten wird die Kristallstruktur bestimmt. Die hier gebildete Datei enthält die Strukturfaktoren der Kristallatome.
- PG1
Hier werden die Parameter festgelegt, die für die Berechnung des Fresnel-Propagators und des Phasengitters erforderlich sind.
- MS1
Die Berechnung der Austrittswellenfunktion, d.h. die Propagation der Eintrittswellenfunktion durch den Kristall ist das Ergebnis der Multislice-Berechnung dieses Moduls. Die Anzahl der Iterationen bestimmt dabei die Dicke des Kristalls. Die Keilform der Probe wurde entsprechend Bild 5.4) durch Aneinanderreihung einzelner Säulen von Elementarzellen approximiert. Die dabei

getroffene Näherung berücksichtigt nicht, dass die ebene Welle schräg auf den Kristall trifft. Grundsätzlich hat eine schräg auftreffende Blochwelle eine andere Lösung als eine ebene. Zwei Annahmen bestätigen jedoch die Gültigkeit dieser Näherung.

(I) Hirsch et al [33] zeigten, dass bei Einfallswinkeln $< 30^\circ$ für Elektronen um 100 KV diese Näherung gültig ist. Im Rahmen dieser Arbeit wurde mit 1250 KV Beschleunigungsspannung gearbeitet. Bei dieser hohen Elektronenenergie gilt die Näherung bis ca. 45° .

(II) Die Gültigkeit der Säulenapproximation mit der Simulation einer Superzelle konnte bestätigt werden. Eine Superzelle beinhaltet alle Atompositionen innerhalb des Abbildungsbereichs und nicht nur einzelne Elementarzellen. Die beobachteten Unterschiede der simulierten Bilder der Superzelle des Probenkeils und der durch Säulen approximierten Keilstruktur waren sehr niedrig und hatten für die Aussagen im Rahmen dieser Untersuchungen keine Relevanz.

- IM1

IM1 berechnet den Durchgang der Austrittswellenfunktion durch die Objektivlinse, wobei auch Linsenfehler berücksichtigt werden. Damit ist die Bildwellenfunktion bestimmt. Die dazu benötigten Abbildungsparameter können hier variiert werden. Bei der Berechnung der Austrittswellenfunktion muss beachtet werden, dass in EMS der Defokus ab der Wellenaustrittsebene der Probe definiert ist. Aufgrund der Symetriebedingungen der Probenanordnung (siehe Bild 5.4) muss der Defokus bei jeder Berechnung um die halbe Probendicke erhöht werden. Man erhält somit einen Keil der symmetrisch zur Objektivmitte liegt.

- DI3

Hier werden Beugungsbilder berechnet, deren Basis die Daten des Moduls BU1 sind.

- TV, PR3, DS3

Diese Module werden lediglich zur Darstellung der berechneten Bilder auf Drucker oder Bildschirm benötigt

Für den digitalen Bildvergleich stehen am Ende des Prozesses Bilder zur Verfügung, die durch optimale Anpassung der Abbildungsparameter das Experiment bestmöglichst simulieren.

5.5 Simulation eines Dicken/Defokus-Tableaus

Durch Simulation von Elementarzellen verschiedener Dicken und Defokussierungen erhält man Datensätze, die den Parameterbereich repräsentieren, der im Rahmen dieser Dissertation untersucht wurde. Ordnet man diese Aufnahmen in einer zweidimensionalen Matrix an, so erhält man ein Dicken/Defokus Tableau von Bildern von Elementarzellen. Bild 5.8 zeigt dieses Tableau für den Defokusbereich von 0 - 100 nm und den Dickenbereich von 0,8 nm - 22,8 nm.

In diesem Tableau ist jede Elementarzelle durch einen Dicken- und einen Defokuswert charakterisiert.

5.6 Generierung experimenteller und simulierter Tableau-Datensätze

Aus einer Defokusserie experimenteller Aufnahmen wurden Dicken-Defokus-Tableaus erzeugt. Dieses Verfahren ist in Bild 5.5 dargestellt. Dazu wurden geeignete Ausschnitt (entsprechend dem Dickenverlauf auch als Keil bezeichnbar) aus den experimentellen Aufnahmen definiert (a, in Bild 5.5). Diese Keile werden nach der Bestimmung des Defokus (siehe dazu Kap. 7) zu einem Bild zusammengesetzt. Dieses Bild repräsentiert das experimentelle Dicken-Defokus-Tableau, da allen Elementarzellen eine eindeutige Dicke/Defokus-Koordinate zugeordnet wird (b, in Bild 5.5). Somit existieren nun simulierte und experimentelle Tableaus. Ordnet man nun jeder einzelnen Elementarzelle eines Tableaus einen Wert zu, z.B. Kontrast, Gesamtintensität oder Bildübereinstimmung, so erhält man ein entsprechendes Datenfeld.

Für jede Defokussierung werden im nächsten Schritt die Werte in Abhängigkeit von der Dicke aufgetragen (c, in Bild 5.5). Man erhält somit eine Schar Kurven, deren Anzahl der Anzahl der Keile der jeweiligen Defokussierungen entspricht. Diese Kurven werden im letzten Schritt komprimiert dargestellt (d, in Bild 5.5). Somit erhält man eine Auftragung, die eigentlich aus mehreren verschiedenen Kurven besteht. Ein Vorteil dieser Auftragung ist, dass man einen guten Eindruck von der Abhängigkeit von der Defokussierung bekommt.

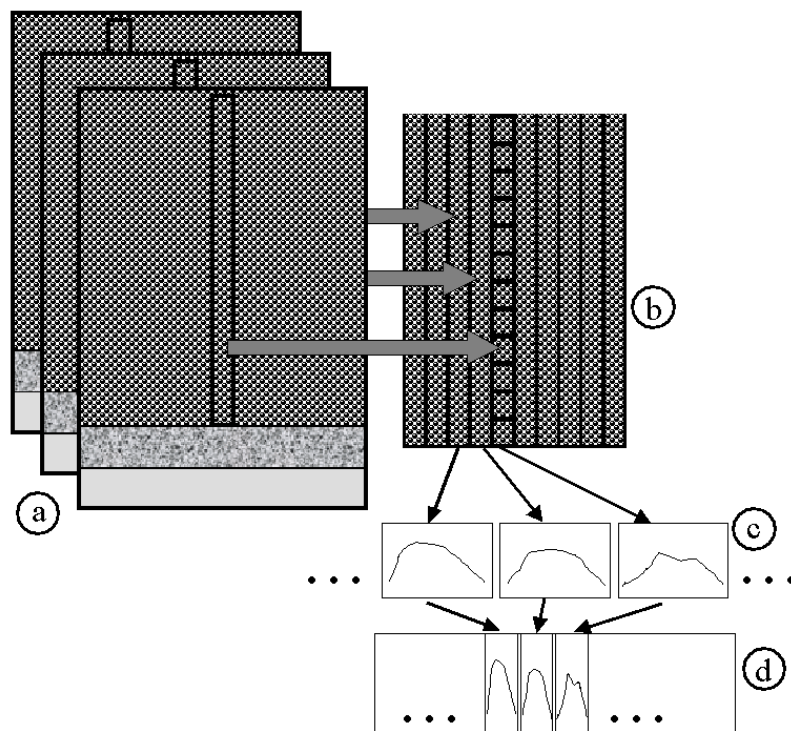


Bild 5.7: Schematische Darstellung der Generierung von Tableau-Daten aus einer Defokusserie experimenteller Aufnahme, Erläuterung im Text

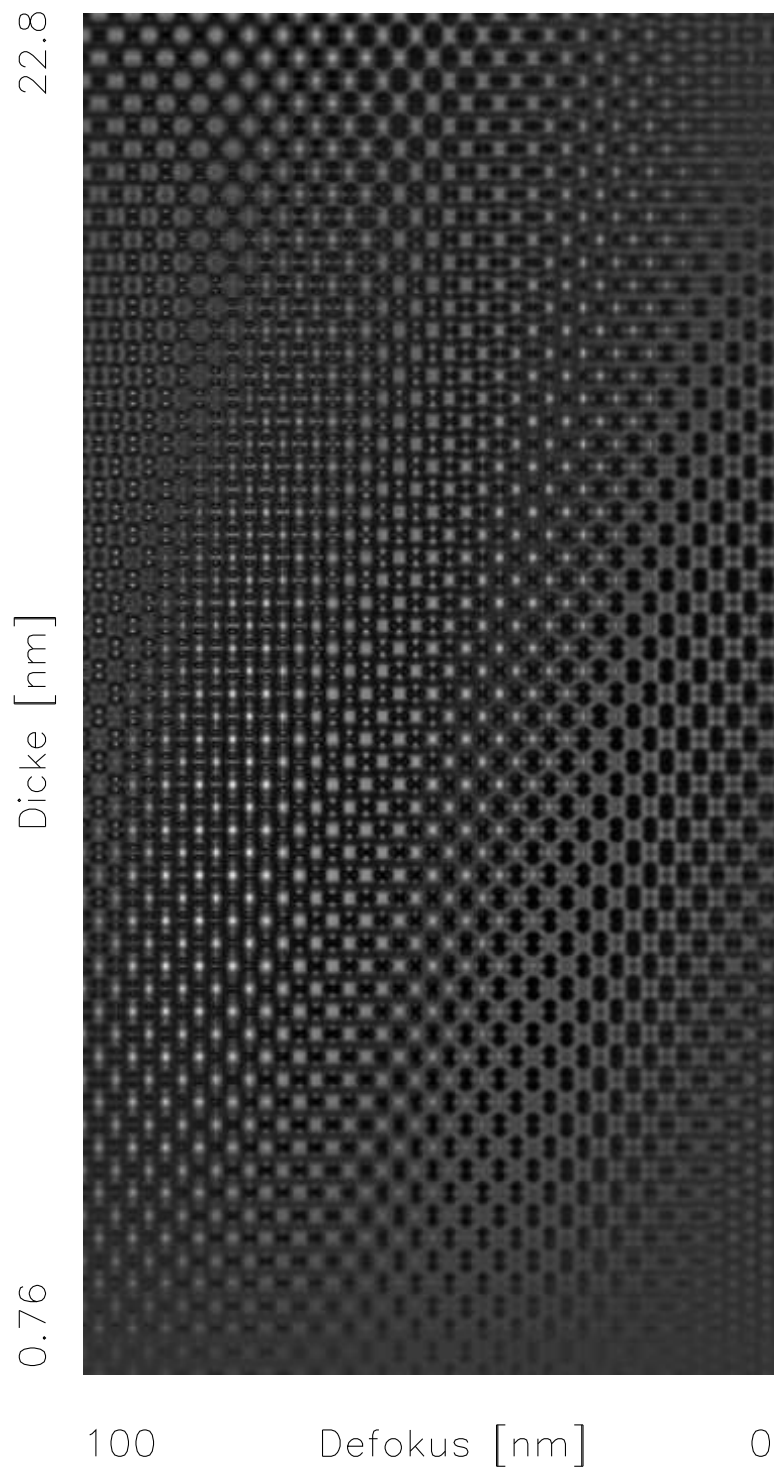


Bild 5.8: Dicken-Defokus-Tableau von Si $\langle 110 \rangle$ für den Defokusbereich 0 bis 100 nm, Dickenbereich 0.76 bis 22.8 nm. Dieses Tableau entspricht einem Kristall mit einem Keilwinkel von 70.5° .

Kapitel 6

Quantitative Analyse der Bildintensität

In diesem Kapitel wird der Verlauf der **mittleren Intensität** von Elementarzellen in Abhängigkeit von der Dicke von experimentellen und simulierten Bildern mit einander verglichen. Es soll geklärt werden, ob durch die Angabe eines Absorptionskoeffizienten bei der Simulation des Intensitätsverlaufs die experimentellen Daten reproduzierbar sind, oder ob es zu gravierenden Abweichungen kommt. Erste Untersuchungen des Intensitätsverlaufs von III/IV-Halbleiter Elementarzellen in Abhängigkeit von der Probendicke erfolgten durch Hýtch [7] mit einem Hochauflösungsmikroskop bei ca. 400 kV Beschleunigungsspannung. Dabei wurde ein Abfall der Intensität in Abhängigkeit von der Dicke beobachtet. Der Abfall betrug maximal 10 % bei einer Probendicke von ca 20 nm .

6.1 Bildintensität in Abhängigkeit von der Probendicke

Der Abfall der Intensität in Abhängigkeit von der Probendicke bei Verwendung des JEM-ARM 1250 ist im Vergleich zu der Arbeit von Hýtch [7] geringer, da der Wirkungsquerschnitt sowohl für elastische als auch für inelastische Streuung umgekehrt proportional zur Beschleunigungsspannung ist.

Für die Untersuchung der Intensitätsprofile wurde jeweils ein experimentelles Dicken-Defokus-Tableau von zero-loss gefilterten (Energiefenster ca. 5 eV, d.h. $\delta E = \pm 2.5$ eV) und ungefilterten Aufnahmen als Datensatz verwendet. Bei beiden Aufnahmeserien wurden keine Aperturblenden verwendet. Auf diese Weise ergab sich kein Einfluss der Defokussierung, da alle gebeugten Elektronen die Bildebene erreichen konnten, ohne durch die Apertur ausgeblendet worden zu sein.

Die mittlere Intensität (Durchschnitt der Zählrate aller Pixel) jeder Elementarzelle

le der Tableaus wurde bestimmt. Diese wurde auf die Intensität der ersten Elementarzelle normiert. Zur Reduzierung des Rauschens wurde die Intensität einer Elementarzelle für jede Dicke über alle Defokussierungen gemittelt.

Um den Einfluss von Inhomogenitäten der Beleuchtung zu minimieren wurden die Bilder der Serie auf eine Aufnahme ohne Probe normiert, die am Ende der Serie gemacht wurde. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen sind in Bild 6.1, Kurven Nr. 1 bzw. Nr. 2 dargestellt.

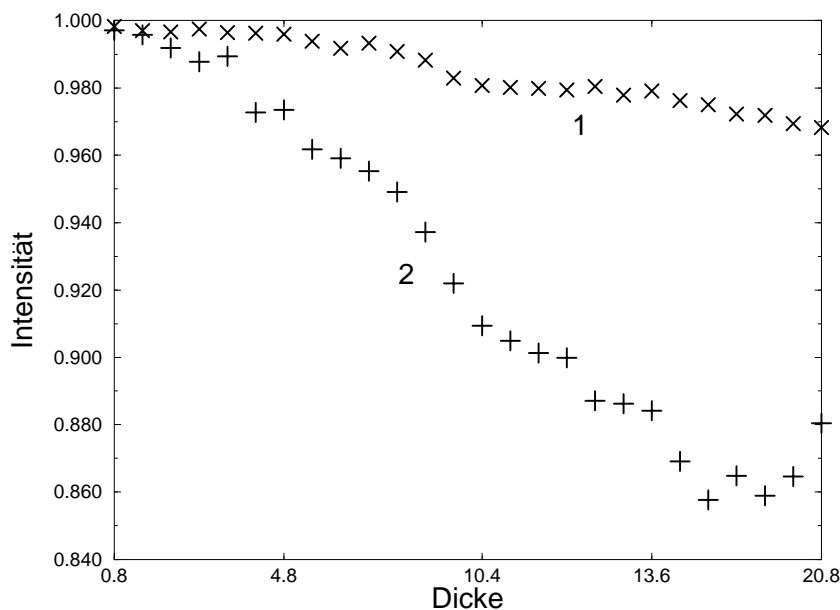


Bild 6.1: Kurve Nr.1 (x) mittlere Intensität von ungefilterten Aufnahmen, Kurve Nr.2 (+) mittlere Intensität von Zero-loss Aufnahmen, die Normierung ist zu eins gewählt

6.1.1 Diskussion des Intensitätsverlaufs

Der Abfall der Intensität für ungefilterte Aufnahmen (x) in Bild 6.1 beträgt lediglich ca. 3%. Dieses liegt im Rahmen der Erwartungen (Abfall der Intensität bei einer Beschleunigungsspannung von 1250 keV ist kleiner als bei 400 keV), wenn man die Messungen von Hýtch [7] als Referenz nimmt. Der Verbleib der Elektronen im Falle der Kurve Nr. 1 (bei fehlender Energiefilterung) ist eine offene Frage, die von Hýtch nicht beantwortet werden konnte.

Eine mögliche Erklärung wäre die Absorption von Elektronen in der Probe. Dies würde jedoch zu einer so großen Aufladung führen, dass die Abbildung dadurch vereitelt werden würde. Dies wurde durch einen Doppelprobenhalter überprüft. Auf diesen Halter wurden zwei identische Proben geklebt, wobei nur eine Probe mit Leit-silber kontaktiert wurde. Bei beiden Proben war Hochauflösung möglich, wobei bei der unkontaktierten Probe kurze Störungen des Bildes beobachtet wurden. Somit

scheidet diese Annahme als Begründung für den Intensitätsabfall aus. aus.

Kurve Nr.2 (+) in Bild 6.1 zeigt den Intensitätsverlauf von energie-gefilterten Aufnahmen. Die Intensität sinkt dabei bis auf ca. 85% bei einer Dicke von ca. 20 nm. Die Abweichung zu Kurve Nr. 1 wird durch die nichtelastisch gestreuten Elektronen gebildet.

Der dominierende Prozess der inelastischen Streuung ist dabei Plasmonenanregung. Dieses wird bei der Betrachtung des Energieverlustspektrums deutlich, das bei einem Energieverlust von ca. 20 eV einen deutlichen Peak hat. Dieser Energieverlust entspricht einer Plasmonenanregung. Plasmonenanregung erfolgt durch einen kollektiven Streuprozess. Der Verlust an Phaseninformation bei diesem Streuprozess ist unter der Voraussetzung kleiner Streuwinkel und geringer Energieverluste ($\delta E < 20\text{eV}$) nach Williams [16] relativ klein. Damit bleibt die Kohärenz zum Teil erhalten und die inelastisch gestreuten Elektronen erreichen die Bildebene (siehe auch Anhang 10.2).

Ein weiterer Streuprozess ist die Phononenstreuung. Bei diesem quasielastischen Streuvorgang kommt es nur zu einem sehr kleinen Energieverlust der Elektronen ($\Delta E < 1\text{ eV}$), jedoch ist der Streuwinkel sehr groß. Verlassen die so gestreuten Elektronen die Probe, dann kann der Austrittswinkel so groß sein, dass sie die Mikroskopsäule erreichen und damit ausgeblendet werden. Ist der Winkel jedoch ausreichend klein, so werden diese Elektronen in die Bildebene fokussiert. Wang [56][57][58] zeigte, dass Phononen-gestrene Elektronen entweder durch die Linsenberandung ausgeblendet werden, oder lokalisiert (siehe auch Anhang 10.3) die Bildebene erreichen. Die Kohärenz dieser inelastisch gestreuten Elektronen kann mit dem Elektronenmikroskop nicht experimentell überprüft werden, da die Phononen-gestrenten Elektronen, mit der Energiebreite δE_p , nicht durch einen Energiefilter separiert werden können ($\delta E_p < \delta U_0$) und vom Nullstrahl überdeckt werden.

6.2 Intensitätsuntersuchung bei Bildsimulation

Die Beschreibung des experimentellen Intensitätsverlaufs in herkömmlichen Simulationen ist ein empirischer Ansatz. Dabei wird ein auf Erfahrung beruhender Absorptionsparameter gewählt, der das Experiment hinreichend gut beschreibt. Die Angabe eines Absorptionsparameters in EMS erlaubt es zwar, den experimentellen Intensitätsverlauf zu reproduzieren, dabei werden jedoch alle gestreuten Elektronen aus dem Strahlengang entfernt. Dabei wird die Absorption der quasielastisch- und Plasmonen-gestrente Elektronen gleich beschrieben: durch die Einführung eines komplexen Potentials. Dieses ist für den ungefilterten Fall ein falscher Ansatz. In der Simulation wird durch dieses Verfahren der diffuse Untergrund, der durch die

Plasmonen-gestreuten Elektronen erzeugt wird, vernachlässigt.

Im zero-loss Fall ist das Ergebnis befriedigender, wenn man den Absorptionsparameters als Wahrscheinlichkeit auffasst, dass die Wechselwirkung dieser Elektronen mit der Probe inelastisch ist. Damit erreichen diese Elektronen die Bildebene tatsächlich nicht. Die Angabe eines komplexen Potentials als Bruchteil des reellen beschreibt dann den Streuvorgang hinreichend gut. Somit erhält man für zero-loss und ungefilterte Aufnahmen völlig verschiedene Absorptionsparameter. Aufgrund der Komplexität des Streuvorgangs ist dieser allerdings nicht genau bekannt. Daher wird der Absorptionsparameter in der Bildsimulation durch "best fit" bestimmt, also durch dessen Variation, bis Experiment von der Simulation ausreichend übereinstimmen.

Kapitel 7

Quantitativer Bildstrukturvergleich

Der quantitative digitale Vergleich der Bildstrukturen von experimentellen HRTEM-Aufnahmen mit simulierten Bildern wird in diesem Kapitel beschrieben und ausgewertet. Das dabei ermittelte Bildvergleichsmaß (BVM) repräsentiert die Übereinstimmung zwischen experimentellen und simulierten Aufnahmen. Mit Hilfe des BVM sollen die Abbildungsparameter Dicke und Defokus bestimmt werden. Darüber hinaus lassen sich aus dem Grad der Übereinstimmung Schlüsse über die Gültigkeit der Abbildungstheorie der HRTEM ziehen.

7.1 Definition des Bildvergleichsmaßes

Für die Bestimmung der Bildähnlichkeit müssen die simulierten und experimentellen Bilder aufeinander abgestimmt werden. Dazu wurden beide Bilder auf die gleiche Dynamik von 8 bit skaliert, d.h. bei beiden Bildern wurde der dunkelste Pixelwert auf 0 und der hellste auf 255 gesetzt. Dazu wird der niedrigste Pixelwert subtrahiert, die Maximalintensität auf eins normiert und mit 255 multipliziert.

Die Bilder der Si<110>-Elementarzellen werden als Vektoren \vec{E} (experimentell) und \vec{S} (simuliert) betrachtet. Die Dimension dieser Vektoren ist das Produkt der Pixelzahl in die <110> und <001> Richtung. Die Zählraten in den Pixeln sind die Beträge der Vektorkomponenten. Als Bildvergleichsmaß (BVM) wurde ein Korrelationsmaß verwendet. Der Korrelationskoeffizient wird nach Frank [38] als normiertes Skalarprodukt definiert

$$BVM(E, S) = \vec{E} * \vec{S} = \frac{\sum(E_{ij} \cdot S_{ij})}{\sqrt{\sum(E_{ij}^2 \cdot S_{ij}^2)}}. \quad (7.1)$$

Korrelationsmaße messen nicht die Bilddifferenz, sondern die mittlere Übereinstimmung. Dieser Koeffizient ist per Definition kontrastunabhängig und berücksichtigt

nur die Übereinstimmung von Bildstrukturen. Völlige Gleichheit der Bilder entspricht dem Korrelationskoeffizient $BVM = 1$.

Erwartungsgemäß ergeben sich im Experiment Abweichungen von diesem Idealmaß. In wie weit diese Abweichungen signifikant sind, d.h. die Güte der Simulation nicht ausreichend ist, muss für das jeweilige Experiment ermittelt werden.

7.2 Bestimmung der Defokussierung und der Probendicke der experimentellen Aufnahmen

Die Einstellung des Mikroskops auf geringsten Bildkontrast (Gauß-Fokus) eicht den Defokus auf null ($\delta f = 0$). Danach kann durch Zählen der Verstellsschritte (beim JEM ARM 1250 beträgt die Schrittweite ca. 3,6 nm) der gewünschte Defokus eingestellt werden. Dieses Verfahren ist jedoch sehr ungenau. Die Unsicherheit hinsichtlich der Justierung auf den Defokus des geringsten Kontrastes beträgt ca. 20 nm. Des weiteren wird durch die Hysterese der Objektivlinse auch die Schrittweite ungenau. Eine Auswertung der Diffraktogramme der Defokusserie nach Krivanek [69] brachte keine brauchbaren Ergebnisse, da der amorphe Bereich, der zur Bestimmung des Defokus durch Auswertung des Diffraktogramms notwendig war, hier zu dünn war. Der visuelle Vergleich von experimentellen Aufnahmen mit Bildern eines simulierten Dicken-Defokus-Tableau ist zur Ermittlung des Defokus nur in Ausnahmefällen mit sehr kleiner Unsicherheit möglich. Es existieren sehr ähnliche Bildstrukturen bei völlig verschiedenen Dicken-Defokus-Kombinationen (siehe auch Kap. 7.5). Somit ist eine Bestimmung des Defokus bei nur unzureichend bekannter Dicke mit einer großen Unsicherheit verbunden.

Durch Verwendung von Spaltproben kann die Probendicke und der Defokus durch Einordnung eines Ausschnittes der experimentellen Aufnahme in ein simulierte Dicken-Defokus-Tableau sehr genau bestimmt werden. Das ist möglich, da zur Feststellung des Defokus nicht nur die Übereinstimmung der Bildstrukturen einer, sondern mehrerer Dicken-Defokus-Kombinationen als Kriterium dienen. Darüber hinaus kann die Unsicherheit hinsichtlich des Beginns des kristallinen Bereichs beseitigt werden. Bild 7.1 zeigt die schematische Einpassung eines experimentellen Keils in ein simuliertes Dicke-Defokus-Tableau.

Zur Bestimmung der Dicke und des Defokus wurde mit dem EMS Programmpaket ein Dicken-Defokus-Tableau berechnet, dessen Dickenverlauf dem Keilwinkel von $70,53^\circ$ der verwendeten Si-Probe entspricht. Dazu wurden für Dicken von 0.76 - 22.8 nm (Schrittweite 0.76 nm) und Defokuswerte von 0 - 100 nm (Schrittweite

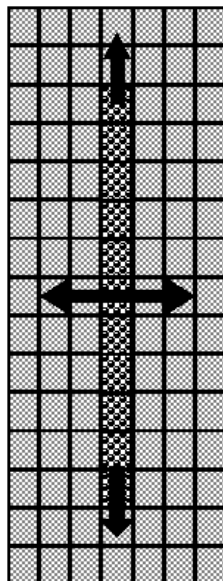


Bild 7.1: Schematische Einpassung eines experimentellen Keils in ein simuliertes Dicke-Defokus-Tableau

5 nm) Bilder berechnet.

In Bild 7.2, links, ist die Einpassung von drei Ausschnitten experimenteller Aufnahmen in ein simuliertes Tableau dargestellt. Die Defokuswerte der Aufnahmen konnten zu 20, 35 und 55 nm bestimmt werden, der Fehler kann mit 5 nm angegeben werden. Mit diesem Verfahren wurden aus geeigneten Defokusserien experimentelle Dicken-Defokus-Tableaus erstellt, Bild 7.2, rechts). Dieses Tableau bildet den Ausgangsdatensatz, auf dem alle weiteren Untersuchungen basieren. Das Tableau besteht aus Ausschnitten von experimentellen Aufnahmen der Probe für 13 verschiedene Defokusierungen mit einer Defokusschrittweite von 5 nm. Jeder Keil besteht überdies aus 26 Elementarzellen, d.h. 26 verschiedene Dicken.

7.3 Durchführung des Bildvergleichs

Im Folgenden wird der digitale Bildvergleich für ausgewählte Elementarzellen entlang der Dickenkontur der Probe erläutert und diskutiert. Dazu werden die Elementarzellen des simulierten Keils mit den Elementarzellen des experimentellen Keils verglichen. Das Kriterium für die Übereinstimmung ist dabei das nach Gl. 7.1 definierte BVM.

Die Bilddimension des Tableaus muss ein Vielfaches der Anzahl von Elementarzellen sein, damit bei der regelmäßigen Unterteilung des Keils alle Bereiche genau gleich groß werden. Dieses wird durch Skalierung der Bilddimension erreicht. Die Bilddimension der Ausschnitte, die genau eine Elementarzelle enthalten, wird nun exakt auf die Bilddimension der simulierten Elementarzellen angepasst.

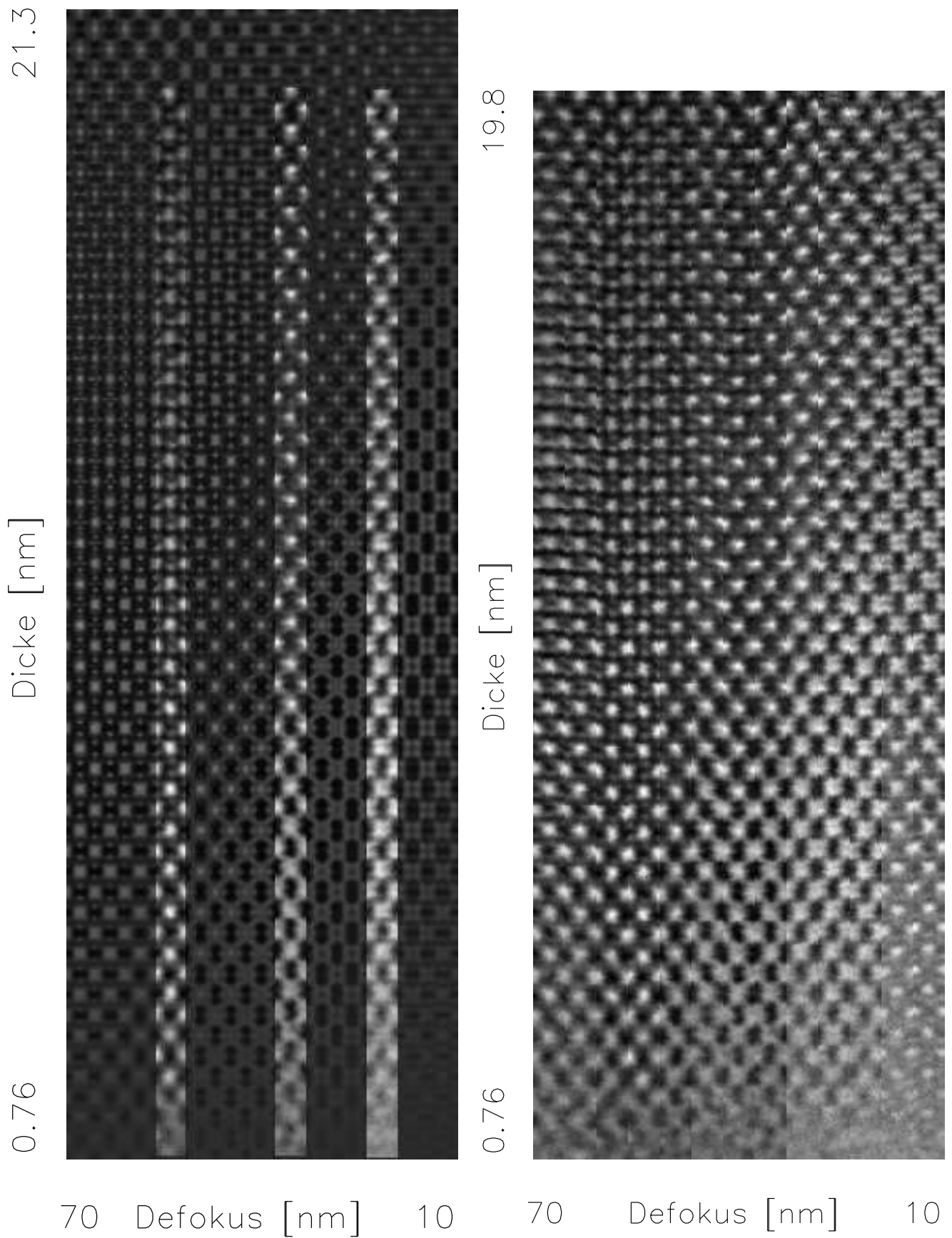


Bild 7.2: links: Dicken-Defokus-Tableau von $\text{Si}\langle 110 \rangle$ mit eingepassten experimentellen Keilen, die Defokussierungen sind 20, 35 und 55 nm rechts: experimentelle Dicken-Defokus-Tableau von $\text{Si}\langle 110 \rangle$ für den Defokusbereich 10 bis 70 nm, Dickenbereich 0.76 bis 19.8 nm

Die relative Intensität der einzelnen Elementarzellen ist nur ungenau zu bestimmen, da die Strahlhelligkeit nicht für jede Aufnahme gemessen werden kann. Damit dieses keinen Einfluss auf die Bestimmung der Bildähnlichkeit hat, wurde die Normierung der Bildintensität entsprechend Kap. 7.1 durchgeführt. Die Simulation erfolgte im ersten Schritt für eine ideal orientierte Probe und für einen unverkipp-tem Strahl durchgeführt. Im zweiten Schritt wurde die mögliche Strahlverkippung aus der Bildasymmetrie abgeschätzt und in der Simulation berücksichtigt. Durch dieses Verfahren wird erhofft, dass die Strahlverkippung besser abgeschätzt werden können.

7.4 Ergebnisse des digitalen Bildvergleichs

Bild 7.3 zeigt die Verläufe des BVM in Abhängigkeit von Dicke und Defokus. Offensichtlich gibt es signifikante Abweichungen von der idealen Übereinstimmung. Der durchschnittliche Wert der Bildübereinstimmung liegt deutlich unter 1. In Bild 7.4, rechts, ist das BVM als Funktion der Dicke, nachdem es über alle Defokussierungen gemittelt wurde. Dabei kann man eine Abhängigkeit des BVM von der Dicke feststellen. Das BVM steigt innerhalb weniger Elementarzellen auf den Maximalwert an und wird dann bei steigender Dicke niedriger. Die analoge Mittelung über die Dicken erfolgte um eine Aussage über die Defokusabhängigkeit des BVM zu erhalten. Bild 7.4, links, lässt den Schluss zu, dass die Defokussierungen keinen Einfluss auf das BVM hat. Wird die BVM-Analyse mit Bragg-gefilterten experimentellen Aufnahmen durchgeführt, dann erhöht sich das mittlere BVM von ca. 0.85 auf ca. 0.87. Somit spielt der durch die Filterung unterdrückte Untergrund keine große Rolle bei der Bildübereinstimmung.

Die Strahlverkippung wurde unter Berücksichtigung der Bildasymmetrien abgeschätzt und in die Simulation eingebunden. Dabei wurde entsprechend der Vorzugsrichtung der Bildstrukturen auf eine mögliche Strahlverkippung geschlossen. Die Auswahl der Verkippung geschah nach visuellen Gesichtspunkten. Bedingt durch die Asymmetrie entlang der (001)-Netzebenen, also "längs" der Einheitszelle, wurde eine leichte Strahlverkippung um $\langle 0,0,0.5 \rangle$ angenommen.

Bild 7.5 stellt eine Gegenüberstellung von simulierten und experimentellen Elementarzellen für verschiedene Defokussierungen und Dicken dar. Für drei Defokussierungen wurden für jeweils drei Dicken entsprechende Bildsimulationen durchgeführt. Diese Bilder sind jeweils rechts von den experimentell ermittelten angeordnet. Mit Hilfe der zu Bild 7.5 gehörenden Tabelle 7.1 soll eine Korrelation zwischen dem quantitativ bestimmten BVM und der visuellen Übereinstimmung ermöglicht werden.

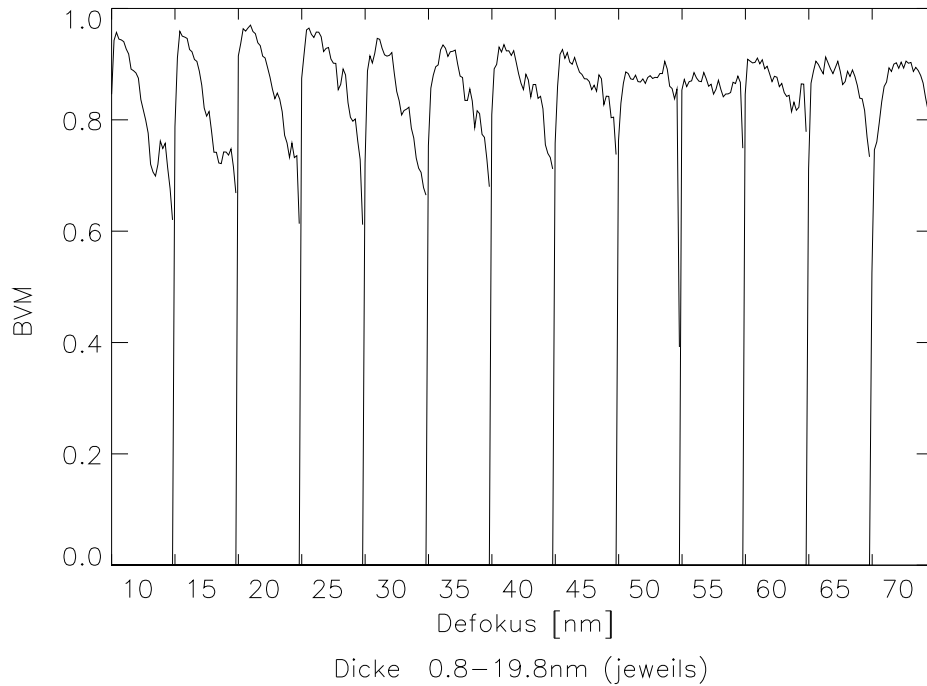


Bild 7.3: Bildvergleichsmaß in Abhängigkeit von Dicke und Defokus

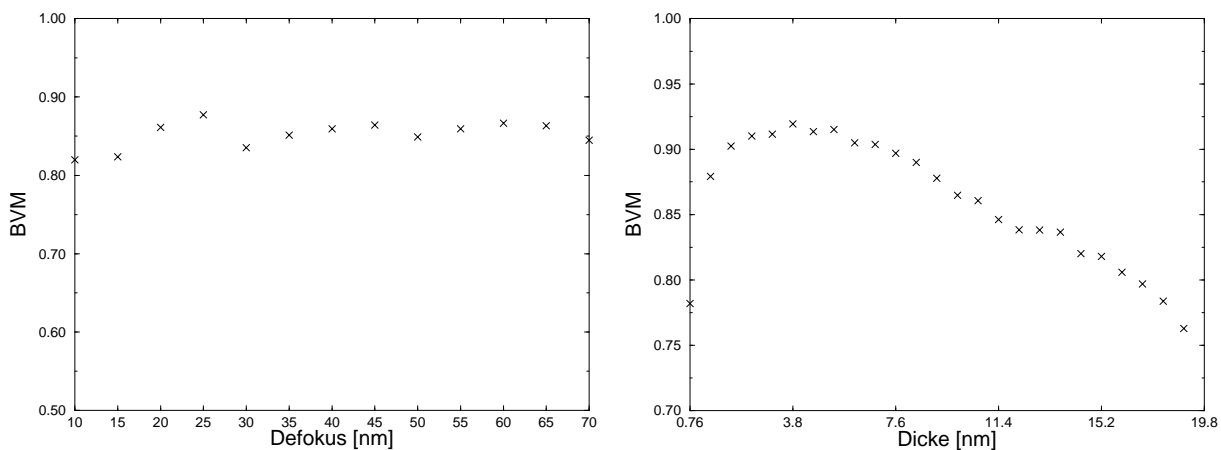


Bild 7.4: links: Abhängigkeit der mittleren Bildübereinstimmung von der Defokussierung, gemittelt wurde über alle Dicken rechts: Abhängigkeit der mittleren Bildübereinstimmung von der Dicke, gemittelt wurde über alle Defokussierungen

Die Abschätzung der Strahlverkipfung (entsprechend 3.28) durch visuellen Vergleich hat keine Verbesserung gebracht. Die Werte des BVM ohne Verkipfung liegen über denen mit Verkipfung. Damit muss zur Verbesserung des BVM eine objektive Methode angewendet werden, bei der die experimentellen Bedingungen durch die Simulationsparameter reproduziert werden können. Dieses wurde für einige Elementarzellen durchgeführt. Das Verfahren und die dessen Ergebnisse werden im nächsten Kapitel beschrieben.

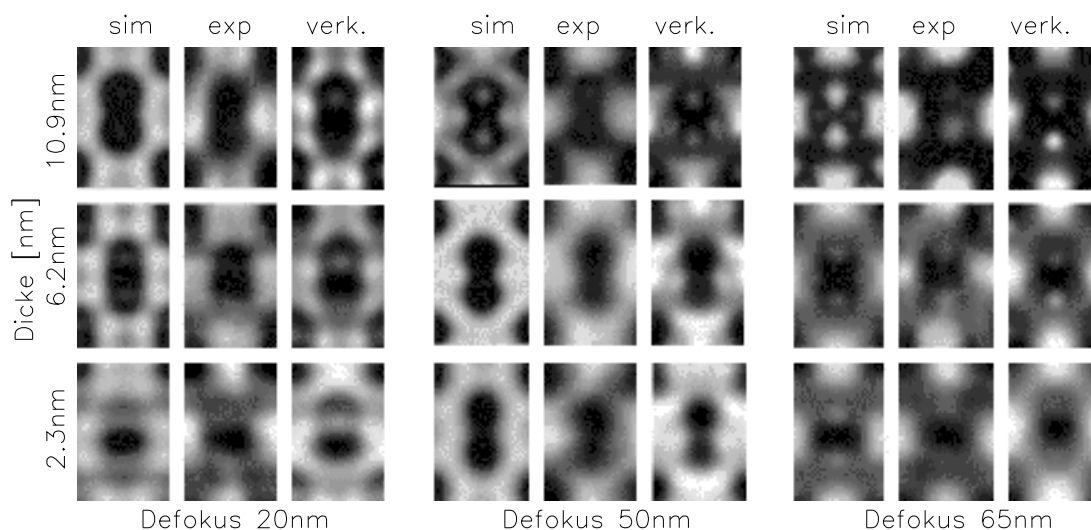


Bild 7.5: Gegenüberstellung von simulierten und experimentellen Elementarzelle für drei verschiedene Defokussierungen ($df = 20, 50, 65$ nm) und drei verschiedene Dicken ($t = 2.3, 6.2, 10.9$ nm). Die jeweils rechte Spalte wurde für eine Strahlverkipfung von $\langle 0, 0, 0.5 \rangle$ berechnet

Dicke	δf 20 nm		δf 50 nm		δf 65 nm	
2.3 nm	0.941411	0.925358	0.845575	0.797207	0.880654	0.825423
6.1 nm	0.927772	0.908500	0.860576	0.796687	0.892793	0.836392
10.6 nm	0.865137	0.811852	0.843315	0.786213	0.884175	0.832288

Tabelle 7.1: Bildvergleichswerte für Bild 7.5, Experiment mit Simulation (links innerhalb einer Spalte) und Experiment mit verkippter Simulation (rechts innerhalb einer Spalte)

7.5 Bestimmung der Abbildungsparameter mit IDIM

Die signifikante Abweichung des BVM um durchschnittlich 0.15 vom Idealwert erfordert eine Klärung der Ursachen. Als sehr guter Vergleichswert gilt ein BVM $\gg 0.99$ ¹. Tatsächlich wurden in verschiedenen Arbeiten sehr gute Übereinstimmungen der Bildstrukturen von simulierten und experimentellen Aufnahmen gefunden, siehe z.B. Gemming [74], Moebus [64], King [46]. Die Übereinstimmungen war zum Teil so gut, dass nur noch strukturloses Rauschen die simulierten von den experimentellen Bildern unterschied. Dabei handelte es sich jedoch um relativ einfache Strukturen, bzw. die Abbildungsparameter wurden durch iterative Verfahren bestimmt, wobei die optimale Übereinstimmung den Abbildungsparametersatz bestimmt.

Im Folgenden wurde das von Möbus und Dehm entwickelte Programm IDIM (Iterative Digital Image Matching) [65][66] auf experimentelle Aufnahmen von energiege-

¹Laut A. Thust [67] wird eine Übereinstimmung "... mit zwei Neunern hinter dem Komma..." erwartet

filterten Si-Elementarzellen angewendet. Die experimentellen Aufnahme unterscheiden sich dabei in Dicke und Defokus. Das Programmpaket IDIM basiert auf EMS [1] und PV-Wave/IDL [25]. Damit ist es möglich, die atomistische Struktur der Probe durch einen quantitativen Bildvergleich mit Bildsimulation zu bestimmen. Dazu werden in einen Optimierungsprozess die optimalen Abbildungsparameter ermittelt. Der Optimierungsprozess basiert auf einem Evolutionsalgorithmus. Im Mittelpunkt dieses Prozesses steht ein Vektor, dessen Elemente die Abbildungsparameter sind. Die Elemente dieses Vektors können entweder fest vorgegeben oder durch das IDIM Programm iterativ bestimmt werden. Dafür muss für jeden variablen Parameter ein Startwert vorgegeben werden. Das Ziel des Verfahrens ist es, einen Parametervektor zu finden, bei dessen Verwendung das BVM optimiert wird. Für diese Untersuchung wurden die bekannten und im Rahmen anderer Arbeiten (z.B. durch Phillip und Rühle et al. [8] bestimmten Geräteparameter des JEM ARM 1250 als fest angenommen (z.B. sphärische Aberration, Beschleunigungsspannung), während Probendicke, Defokus, Strahlverkipfung, Probenverkipfung, Debye-Waller-Faktor und Absorbtion frei optimiert werden sollten. Die Startwerte für Dicke und Defokus wurden durch die Position der Elementarzelle innerhalb des experimentellen Dicken-Defokus-Tableau genommen, die übrigen Parameter wurden zu Null angenommen. Als Simulationsgrundlage diente eine Si<110>-Superzelle.

Zur Durchführung des IDIM-Verfahren wurden Elementarzellen aus dem experimentellen Dicke-Defokus-Tableau ausgewählt. Für vier verschiedene Defokusierungen von 10 nm, 30 nm, 50 nm und 70 nm wurden jeweils vier Dicken, 2.3 nm, 6.9 nm, 11.5 nm und 16.2 nm gewählt. In den Bild 7.6, 7.7 sind jeweils den experimentellen Elementarzellen die simulierten vor und nach der Parameteranpassung mittels IDIM gegenübergestellt.

Vergleicht man die BVM mit und ohne Parameteroptimierung durch IDIM (Tabelle 7.2 und 7.3), so zeigt sich, dass durch die Anwendung von IDIM und die damit verbundene Optimierung der Parameter eine erhebliche Verbesserung des BVM zwischen experimentellen und simulierten Elementarzellen erfolgt.

Der individuelle Parametervektor erlaubt die Optimierung jeder Elementarzelle, jedoch wird diese dann auch als einzelne Abbildung betrachtet. Dabei verlieren die experimentellen Rahmenbedingungen, die für die Probendicke über die geometrische Beziehung der Keilform der Probe und die für den Defokus über das Bestimmungsverfahren von Kap. 7.2 gegeben sind, jedoch ihre Relevanz für dieses Verfahren. IDIM muss jedoch diese Parameter reproduzieren, oder zumindest sich im Bereich der Unschärfe bewegen, die durch das Bestimmungsverfahren entsprechen Kap. 7.2 gegeben sind. Ähnlich verhält es sich mit anderen Parametern. Sowohl der Debye-Waller-Faktor als auch die Absorbtion sind nur Eigenschaften des Materials, und es wird ein identischer Wert bei allen IDIM-Optimierungen erwartet. Für die Strahl-

verkipfung (Tabelle 7.7) wird zumindest für jede Defokussierung, unabhängig von der Dicke, ein identischer BVM-Wert erwartet. Die Strahlverkipfung ist ein Parameter einer einzelnen Aufnahme. Sie kann sich im Laufe einer Defokussierung durch mechanische und elektrische Instabilitäten leicht ändern.

Der Kristall wird während einer Mikroskopisierung durch die bestrahlenden Elektronen nicht homogen ausgeleuchtet. Dadurch kommt es zu einer lokalen Erwärmung des Kristalls, die zu thermischen Verspannungen führen kann. Dieses verursacht leichte lokale wie auch zeitliche Schwankungen der Probenverkipfung. Diese ist daher nicht eindeutig bestimmbar (Tabelle 7.7). Die konsistente Erfüllung dieser Rahmenbedingungen durch IDIM ist Voraussetzung um dieses Verfahren zur Optimierung des Parametervektors einsetzen zu können.

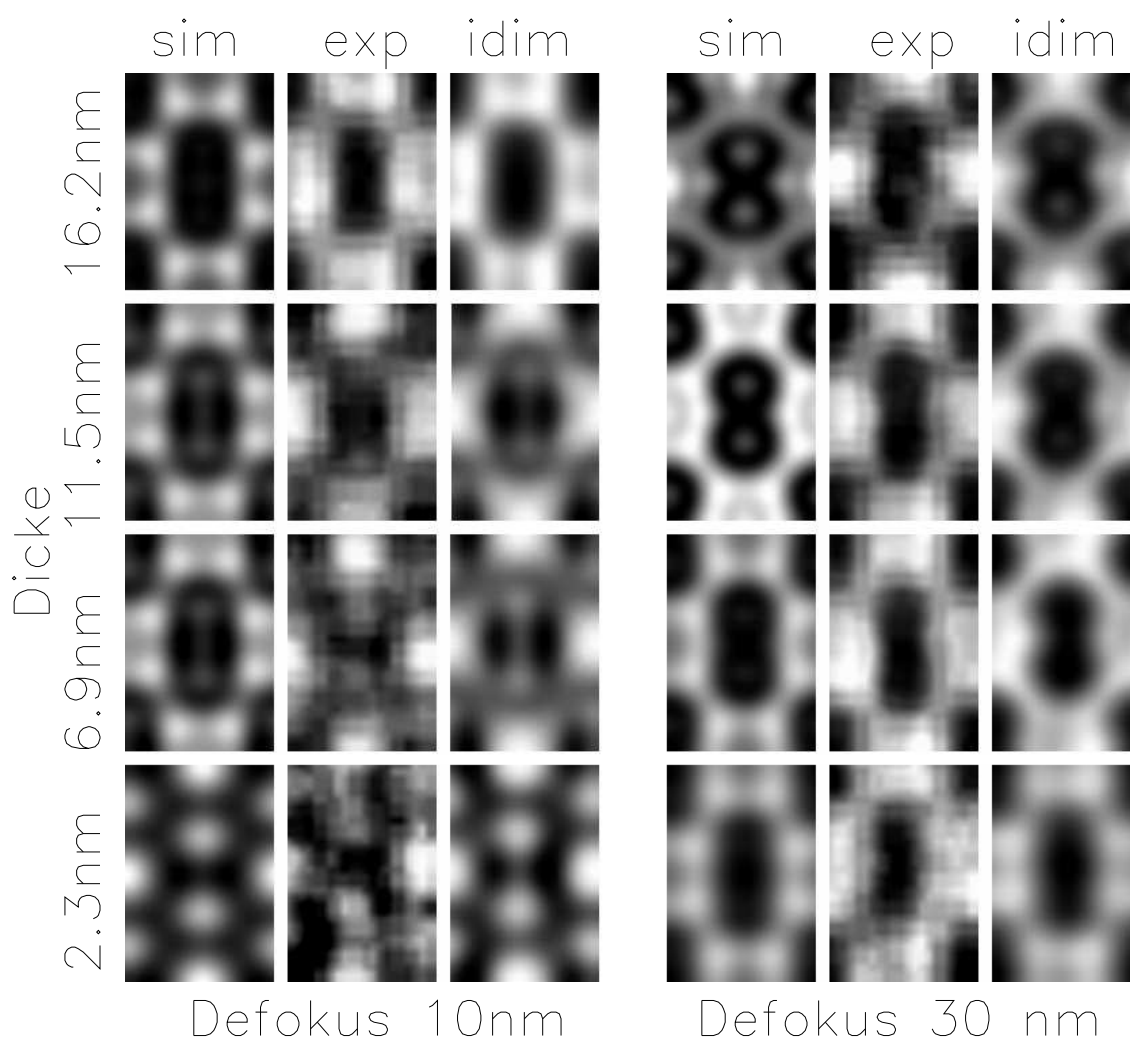


Bild 7.6: Vergleich der Bildstrukturen von Simulation, Experiment und IDIM-optimierter Simulation bei 10 nm und 30 nm Defokus, für Dicken von 2.3 nm, 6.9 nm, 11.5 nm, 16.2 nm

Dicke	10 nm Defokus		30 nm Defokus	
	EXP-SIM	EXP-SIM _{IDIM}	EXP-SIM	EXP-SIM _{IDIM}
2.3 nm	0.616283	0.821394	0.913613	0.929132
6.9 nm	0.884300	0.915949	0.928127	0.955333
11.5 nm	0.876416	0.931750	0.898685	0.953818
16.2 nm	0.889620	0.943483	0.823808	0.902656

Tabelle 7.2: Bildvergleichsmaß zwischen Experiment mit Simulation, und Experiment mit IDIM-optimierter Simulation bei 10 nm und 30 nm Defokus, jeweils für Dicken von 2.3 nm, 6.9 nm, 11.5 nm, 16.2 nm, vgl. entsprechendes Bild 7.6

Dicke	50 nm Defokus		70 nm Defokus	
	EXP-SIM	EXP-SIM _{IDIM}	EXP-SIM	EXP-SIM _{IDIM}
2.3 nm	0.882039	0.940030	0.941741	0.965677
6.9 nm	0.930109	0.942162	0.927440	0.952449
11.5 nm	0.904770	0.953167	0.876796	0.944968
16.2 nm	0.767020	0.902409	0.828000	0.942932

Tabelle 7.3: Bildvergleichsmaß zwischen Experiment mit Simulation, und Experiment mit IDIM-optimierter Simulation bei 50 nm und 70 nm Defokus, jeweils für Dicken von 2.3 nm, 6.9 nm, 11.5 nm, 16.2 nm, vgl. entsprechendes Bild 7.7

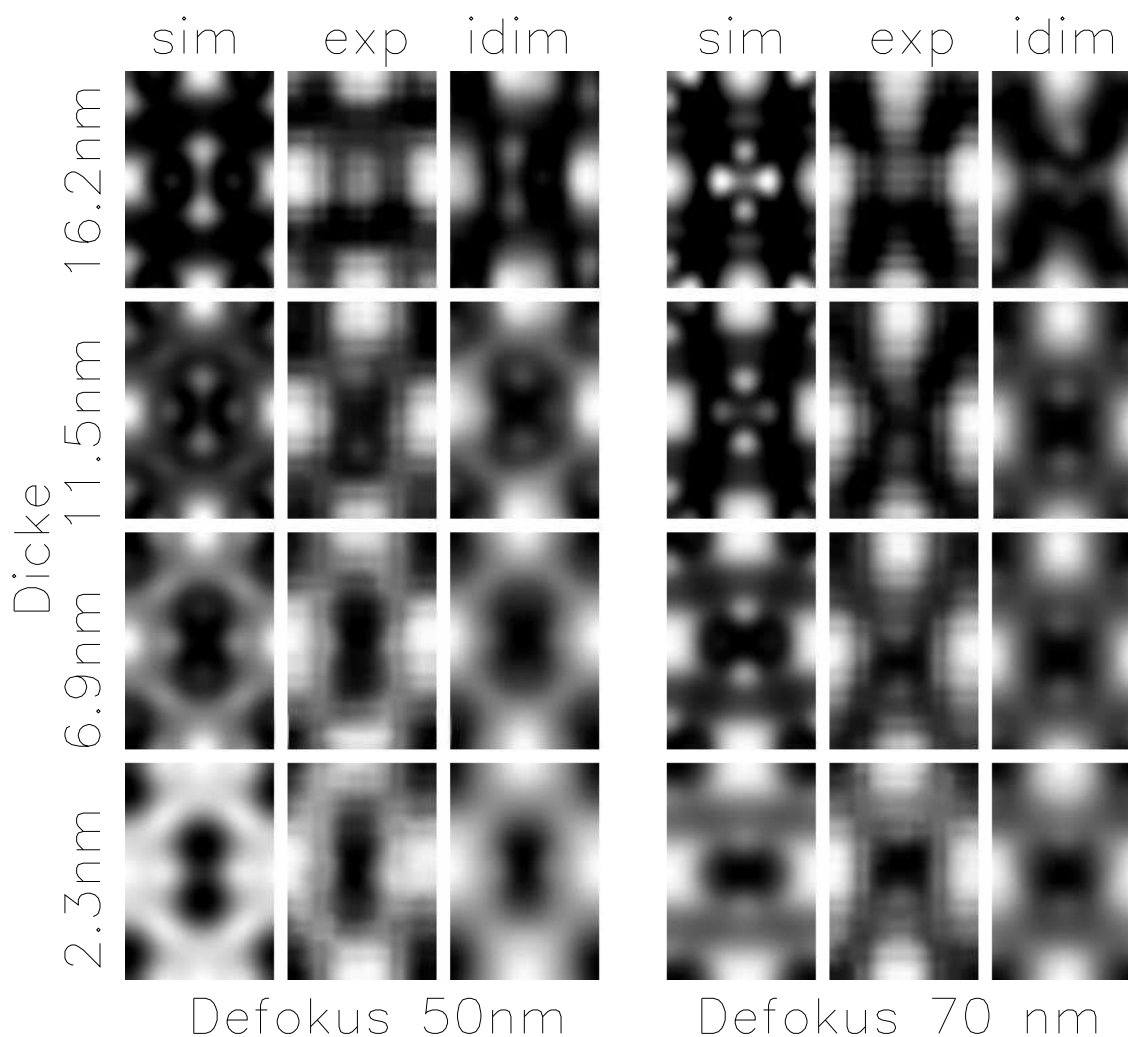


Bild 7.7: Vergleich der Bildstrukturen von Simulation, Experiment und IDIM-optimierter Simulation bei 50 nm und 70 nm Defokus, für Dicken von 2.3 nm, 6.9 nm, 11.5 nm, 16.2 nm

Tabelle 7.4 zeigt die Abweichungen der durch IDIM festgelegten Dicken und Defokusierungen der einzelnen Bilder im Vergleich zu den gemessenen Startwerten. Sowohl bei der Defokussierung als auch bei der Dicke treten signifikante Abweichungen vom Startwert auf. Betrachtet man jeweils die Elementarzellen gleicher Dicke, so wird der Dicken-Startwert nicht reproduziert, vielmehr ergibt sich eine nicht-systematische Schwankung um diesen Wert. Besonders auffällig ist die Änderung des Dickenwertes der Elementarzellen des Startwertes von 16.2 nm. Hier liegen die Werte um -2.4 nm bis 6.1 nm neben dem Startwert. Dieses entspricht einem Unterschied von ca. 11 Elementarzellen. Kleinere Abweichungen stellt man auch bei den übrigen Dicken fest.

Auch die ermittelte Defokussierung wird durch IDIM nicht reproduziert. Bei der Defokussierung von 70 nm ist die Abweichung besonders hoch. Bild 7.8 liefert eine

mögliche Erklärung für diese Fehlanpassungen. Hier ist das Bildvergleichsmaß einer experimentellen Elementarzelle mit den Elementarzellen eines simulierten Dicken-Defokus-Tableaus dargestellt. Auf der linearen Graustufenskala entspricht schwarz dem Wert 0.0 und weiß dem Wert 1.0. Man erkennt deutlich, dass kein eindeutiges globales Maximum existiert, vielmehr findet man Plateaus, auf denen die Werte des BVM in einem engen Rahmen variieren. Im Schaubild 7.8, rechts, sind drei Schnitte durch das Korrelations-Tableau gelegt. Linie 1 liegt dabei entlang der Maxima eines Plateaus. Linie 2 liegt senkrecht dazu. Deutlich erkennt man den flachen Verlauf der Linie 1. Eine Variation von Dicke und Defokus in diese Richtung beeinflusst das BVM nur sehr wenig. Somit kann eine Kombination aller Variationsparameter ein Maximum an einer Stelle des Dicken-Defokus-Tableau erzeugen, die weit von der richtigen Position entfernt ist. Noch drastischer wirkt sich ein Startwert aus, der relativ weit weg vom Optimum liegt. Dabei kann es vorkommen, dass das BVM gegen ein Maximum im falschen Plateau konvergiert, da es unwahrscheinlich ist, dass es ein Tal, wie durch Linie 3 definiert, durchschreitet.

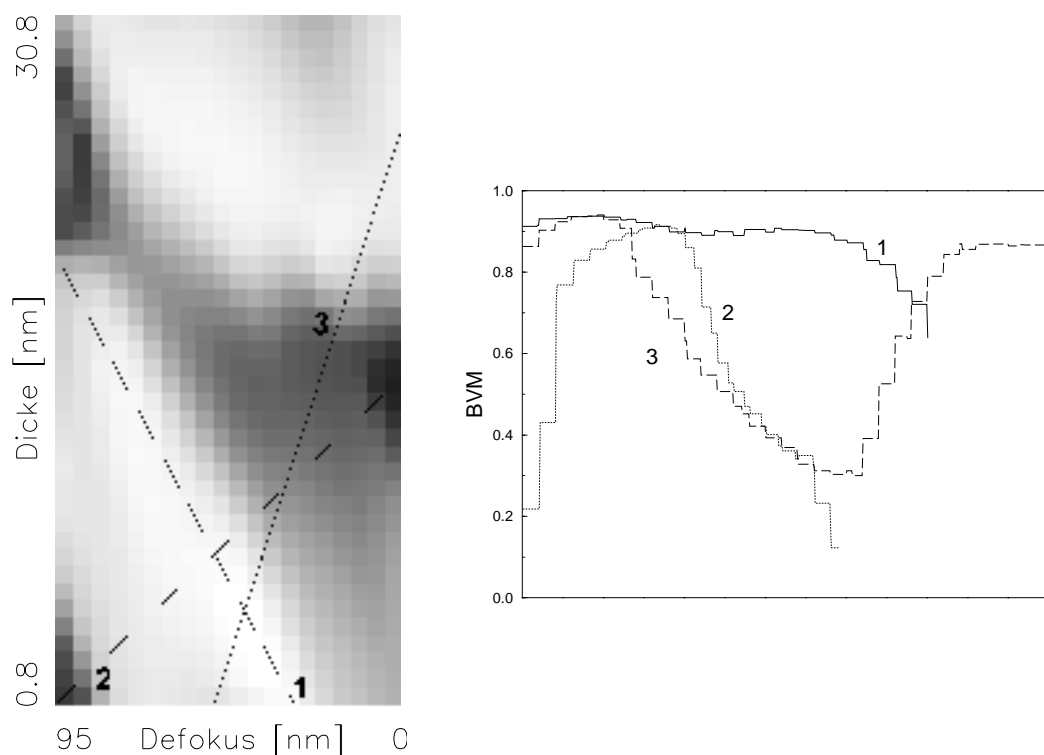


Bild 7.8: links: Korrelations-Tableau einer experimentellen Elementarzelle und einem Dicken-Defokus-Tableau, recht: BVM-Werte entlang den eingezeichneten Linien 1, 2 und 3

Die anderen Variationsparameter verhalten sich auch zum Teil widersprüchlich. Der Debye-Waller-Faktor hat bei Mittelung über alle 16 Werte zwar einen Wert von ca. 0.004 (der aus der Literatur erwartet wurde), die Einzelwerte unterliegen jedoch einer

sehr großen Streuung (Tabelle 7.5). Sein Einfluss auf die Bildstruktur ist allerdings auch nicht sehr groß.

Die Absorption liegt im Vergleich mit Simulationen des Intensitätsverlaufs (siehe auch Kap. 6) zu hoch, jedoch reagiert das BVM auch auf die Absorption nicht empfindlich, somit kann mit IDIM auch keine exakte Bestimmung dieses Parameters erfolgen (Tabelle 7.6).

Die IDIM-optimierten Werte für Strahl- und Probenverkipfung (siehe Tabelle 7.7) verhalten sich zueinander widersprüchlich, da Verkipfungsvektoren mit unterschiedlichen Richtungen berechnet wurden. Asymmetrien der Probenstruktur werden in IDIM durch Verkipfungen simuliert. Diese Ursache dieser Asymmetrien müssen jedoch nicht zwangsläufig in einer Strahl- oder Probenverkipfung liegen.

Asymmetrien der Bildstrukturen, die durch amorphen Deckschichten entstehen, werden in IDIM durch Verkipfungen simuliert. Dadurch werden für jede einzelne Elementarzelle eigene Verkipfungsvektoren ermittelt.

Probendrift führt neben der Verschwaschung (v.a. der nichtlinearen Reflexe) auch zu einer Vorzugsrichtung der Bildstruktur. Die daraus entstehenden Asymmetrien werden in IDIM ebenfalls durch Verkipfungen berücksichtigt.

Probenvibrationen, die ebenfalls ein möglicher Variationsparameter bei IDIM sind wurden in dieser Simulation nicht berücksichtigt, da sie erst bei unvernünftig hohen Werten (Vibrationsamplitude > 40 pm) das Bildvergleichsmaß beeinflussen.

Zur Untersuchung des Konvergenzverhaltens und der Eindeutigkeit von IDIM wurde aus einem experimentellen Bild ein Ausschnitt von fünf Elementarzellen der gleichen Dicke ausgewählt. Der Parametervektor dieses Ausschnittes wurden mit Hilfe von IDIM bestimmt. Verwendet wurde eine 5×1 große Si $\langle 110 \rangle$ Superzelle als Simulationsgrundlage. In einer weiteren IDIM-Simulation wurden die Parameter der fünf Elementarzellen einzeln berechnet. Bild 7.9 zeigt den experimentellen Ausschnitt, die mit einer großen Superzelle berechnete Referenz und die fünf einzeln berechneten Elementarzellen. Die Abbildungsparameter sind in Tabelle 7.8 zusammengefasst. Die Parametervektoren aller 5 einzelnen Elementarzellen stehen im Einklang zu dem der 5×1 -IDIM Optimierung. Die noch verbleibenden Schwankungen sind im Vergleich

	$\delta f = 10$ nm		$\delta f = 30$ nm		$\delta f = 50$ nm		$\delta f = 70$ nm	
Dicke	Def	Dic	Def	Dic	Def	Dic	Def	Dic
2.3	-3.0	1.9	-1.2	-0.5	9.3	-0.3	-7.9	2.5
6.9	-11.8	4.3	7.2	-0.6	2.5	-1.4	12.5	1.0
3 11.5	-10.1	-0.7	3.5	-0.4	-2.6	-1.0	14.5	-0.7
16.2	1.5	2.6	2.8	-2.4	-7.0	6.1	4.1	3.0

Tabelle 7.4: Abweichung von Dicke (Dic) und Defokus (Def) nach der Optimierung durch IDIM von den experimentell ermittelten Startwerten

Dicke	$\delta_{10 \text{ nm}}$	$\delta_{30 \text{ nm}}$	$\delta_{50 \text{ nm}}$	$\delta_{70 \text{ nm}}$
2.3 nm	0.000438493	0.00395398	0.00137867	0.00053590
6.9 nm	0.000584440	0.00874506	0.00367729	0.00893372
11.5 nm	0.000244851	0.00512925	0.00362786	0.00881606
16.2 nm	0.000172370	0.00519342	0.00885183	0.00898825

Tabelle 7.5: Debye-Waller-Faktor nach der Optimierung durch IDIM, als Startwert wurde 0.004 gewählt

Dicke	$\delta_{10 \text{ nm}}$	$\delta_{30 \text{ nm}}$	$\delta_{50 \text{ nm}}$	$\delta_{70 \text{ nm}}$
2.3 nm	0.0307434	0.0882202	0.0539181	0.0892214
6.9 nm	0.0888955	0.0896783	0.0862256	0.0845305
11.5 nm	0.0888275	0.0896103	0.0883048	0.0872660
16.2 nm	0.0892081	0.0808130	0.0893563	0.0899616

Tabelle 7.6: Absorption (imaginäres Potential) nach der Optimierung durch IDIM, als Startwert wurde 3% des realen Potentials gewählt.

zu den Werten der Untersuchungen am Beginn dieses Kapitels sehr klein und konsistent. Es treten z.B. keine gegenläufigen Verkippungen auf. Daraus folgt in erster Linie, dass die Abbildungsparameter im Laufe einer Defokusserie, die mehrere Minuten andauert, nicht stabil bleiben. Insbesondere trifft dieses für Strahlverkippung und Probenverkippung zu. Durch die flache Konvergenzebene im Parameterraum werden überdies starke Abweichungen vom Erwartungswert erleichtert.

Strahlverkippung								
Dicke	$\delta f = 10 \text{ nm}$		$\delta f = 30 \text{ nm}$		$\delta f = 50 \text{ nm}$		$\delta f = 70 \text{ nm}$	
2.3 nm	0.159	-0.060	0.224	0.097	0.024	-0.159	-0.037	0.331
6.9 nm	0.067	0.029	0.167	0.232	-0.030	-0.006	0.107	0.420
11.5 nm	-0.112	0.039	0.119	0.227	0.191	-0.087	0.274	0.027
16.2 nm	0.019	0.123	0.009	0.254	0.061	0.314	0.381	-0.16

Probenverkippung								
Dicke	$\delta f = 10 \text{ nm}$		$\delta f = 30 \text{ nm}$		$\delta f = 50 \text{ nm}$		$\delta f = 70 \text{ nm}$	
2.3 nm	0.058	-0.054	-0.895	0.753	-0.695	0.135	-0.765	0.436
6.9 nm	-0.757	0.274	-0.470	0.443	-0.334	0.260	-0.383	0.046
11.5 nm	-0.707	0.391	-0.812	0.995	-0.939	0.992	0.017	-0.174
16.2 nm	-0.485	0.366	0.163	0.814	-0.234	0.844	0.150	0.287

Tabelle 7.7: Proben- und Strahlverkippung nach der Optimierung durch IDIM. Als Startwert wurde jeweils $\vec{k} = (0,0)$ gewählt. In der EMS-Notation wird die Proben- und Strahlverkippung durch einen Verschiebungsvektor im reziproken Raum angegeben. Dabei entspricht eine Verkippung um $\vec{k} = (0,1)$ dem Braggwinkel der (001)-Ebene

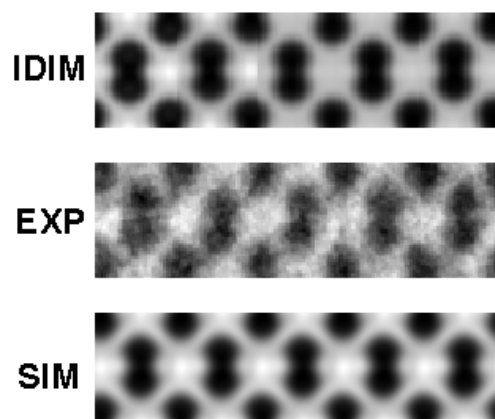


Bild 7.9: 5x1 IDIM-Simulation, experimenteller 5x1 Bildausschnitt, 1x1 IDIM-Simulation

	5x1	1.EZ	2.EZ	3.EZ	4.EZ	5.EZ
Defokus	42.36	44.9	45.2	44.7	44.4	44.10
Dicke	10.24	10.253	10.19	8.59	9.93	9.67
DW-F	0.0099	0.0097	0.0088	0.0093	0.0094	0.0094
Abs	0.0952	0.099	0.093	0.084	0.096	0.097
SV x	0.073	0.019	0.133	0.151	0.0916	0.047
SV y	-0.115	-0.142	-0.099	-0.068	-0.070	-0.147
PV x	-0.562	-0.575	-0.625	-0.789	-0.509	-0.282
PV y	-0.877	-0.884	-0.711	-0.947	-0.986	-0.544

Tabelle 7.8: Parameter der 5x1 IDIM-Simulation

7.5.1 Grenzen des IDIM Programm Paket

IDIM ist ein sehr komfortables Programmpaket zur Bestimmung von Abbildungsparametern. IDIM liefert jedoch zu identischen experimentellen Bedingungen unterschiedliche Parametervektoren. Die Grenzen von IDIM liegen demnach in der Nichteindeutigkeit der Parametervektoren nach der Optimierung. Bedingt durch die stellenweise sehr flache Korrelationsebene konvergieren die Abbildungsparameter nicht zwangsläufig gegen die konsistenten Erwartungswerte. IDIM liefert keine zuverlässige Beschreibung der Abbildungsparameter und somit auch keine Basis für eine gültige Simulation. Die Minimierung der Anzahl der freien Parameter und deren Bestimmung durch andere Methoden verbessert das Konvergenzverhalten. Auch ist es günstiger, große Bildausschnitte gleicher Dicke und Defokussierung zu verwenden damit eine Mittelwertbildung ermöglicht wird. Die Anwendung des Programms auf einzelne Elementarzellen kann zu falschen Ergebnissen führen.

7.6 Diskussion der Ergebnisse des Bildstrukturvergleich von experimentellen und simulierten Aufnahmen

Das Ziel des quantitativen digitalen Bildvergleichs im Rahmen dieser Arbeit war einerseits die Bestimmung der zwei wichtigsten Abbildungsparameter für die Bildsimulation, nämlich Dicke und Defokus. Andererseits sollte geklärt werden, ob die experimentellen Bildstrukturen von Elementarzellen durch die Bildsimulation mit vernünftigen Abbildungsparametern reproduziert werden können.

Die Bestimmung beider Parameter geschah durch Einpassung der experimentellen Dickenkeile (bei einem bestimmten Defokus) in ein simuliertes Dicken-Defokus-Tableau. Dieses Verfahren hat sich als sehr zuverlässig für die Bestimmung dieser Parameter erwiesen. Die Zuverlässigkeit ist durch eine große Zahl von Vergleichsstrukturen gegeben, da man nicht nur eine, (z.B. King und Campbell [46]), sondern viele, über geometrische Relationen verknüpfte Bildstrukturen vergleicht. Gibt es hingegen keine verlässlichen Aussagen über wenigstens einen dieser Parameter, so kann die Parameterbestimmung durch Simulationen und Optimierungsalgorithmus zu falschen Ergebnissen führen. Innerhalb des Dicken-Defokus-Tableaus sind mehrere Kombinationen von bestimmten Dicken und Defokusierungen zu erkennen, die zu sehr ähnliche Bildstrukturen führen. Dies bestätigt die Untersuchung der Bildähnlichkeit, bei der eine Elementarzelle durch eine Kreuzkorrelation in ein Dicken-Defokus-Tableau eingepasst wurde, siehe Bild 7.8. Dabei kam es zu einer sehr flachen Korrelationsebene, die mehrere Maxima hat. Weiter wurde von verschiedenen Gruppen um Hýtch [7] und O'Keefe[4] berichtet, dass bei der iterativen Bestimmung der Abbildungsparameter oft zu kleine Probendicken errechnet wurden, die zu hervorragenden, jedoch falschen Werten des Vergleichs von Simulationen und experimentellen Aufnahmen führten, Zitat [4]: "*[...] the matching thickness at the known defocus appears ridiculously small [...]*".

Bei der vorliegenden Keilprobe ist die Probendicke durch die vorgegebene Geometrie festgelegt. Abweichungen vom idealen Keilmodell sind jedoch durch den amorphen Rand der Probe und eventuelle nichtlineare Dickenkonturen (die Dicke ist keine lineare Funktion des Abstand von der Probenspitze) zu erwarten. So musste überprüft werden, ob die Zuordnung der Probendicke als lineare Funktion des Abstandes zulässig ist, und ob der Keil am Probenrand oder erst später im amorphen Bereich, beginnt. Nur bei exakter Kenntnis des Beginns des kristallinen Bereichs ist diese Zuordnung ausreichend genau möglich. Die Festlegung des Beginns des kristallinen Bereichs erfolgte mit der Unsicherheit von ± 0.76 nm, was der Dicke einer Elementarzelle entspricht. Dabei wurde festgestellt, dass das Signal nur von ein bis

zwei Elementarzelle durch das Rauschen des amorphen Bereichs verdeckt wurde. Der Defokus der einzelnen Bilder der Serie konnte auf ± 5 nm bestimmt werden. Die Bestimmung geschah dabei unabhängig von der Kenntnis der am Mikroskop eingestellten Defokussierungen.

Obwohl die wichtigsten freien Abbildungsparameter, Dicke und Defokus, mit hoher Genauigkeit festgestellt werden konnten, gab es dennoch teilweise erhebliche Abweichungen vom Idealwert 1 des BVM. Diese haben ihre Ursache in Asymmetrien der Bildstrukturen innerhalb der Elementarzellen in Abhängigkeit von der Dicke und dem Defokus und in einem nicht den Simulationen entsprechenden Verlauf der nichtlinearen Bildbeiträge (z.B. Bild 7.7, exp, 16.2 nm). Diese sind im Experiment deutlich schwächer ausgeprägt aber breiter als in der Simulation, bzw. verwaschen. Die typischen Hantelstrukturen² sind zum Teil nicht so gut aufgelöst, wobei dieses stark von der Probenstelle abhängt.

Für die Diskrepanz können drei Gründe gefunden werden:

(I) Eigenschaften der Probe

Grundsätzlich muss man davon ausgehen, dass das Wechselwirkungspotenzial zwischen Probe und Elektronen richtig beschrieben wird, da die simulierten Bildstrukturen die experimentellen Aufnahmen gut reproduzieren. Die Annahme, dass der (ionische, kovalente) Bindungstyp bei der Bildsimulation zu vernachlässigen ist, konnte bestätigt werden. Es wurde eine Simulation mit Streufaktoren durchgeführt, die den kovalenten Anteil der Bindung bei Si berücksichtigen (siehe auch Kap. 8.6). Dieses machte sich im BVM nicht bemerkbar.

Die amorphe Schicht hat den größten Einfluss für den dünnen Probenbereich, da das Verhältnis der Dicke der amorphen Schicht zur Dicke des Kristalls groß ist. Bei größerer Kristalldicke ist ihr Einfluss deutlich schwächer. Dies kann ein Grund für die schlechte Übereinstimmung im dünnen Probenbereich sein. Dieser dickenabhängige Effekt wurde auch durch eine Simulation überprüft (siehe auch Kap. 8.5) und konnte bestätigt werden.

Durch längere Bestrahlung verschlechtert sich die Bildqualität. Dies äußert sich durch einen Verlust an Auflösung. So wird der $\langle 004 \rangle$ -Reflex nur noch sehr schwach übertragen. Erstaunlich dabei ist, dass die amorphe Schicht dabei nur unwesentlich dicker wird. Dieses deutet auf Strahlenschäden hin. Da die Dauer zur Aufnahme einer Defokussiererei einige Minuten beträgt, ist diese Verschlechterung nicht zu verhindern. Während der Bestrahlung kommt es auch zu einer lokalen Probenverbiegung, die Asymmetrien im Bild zur Folge hat, die auch im Diffraktogramm deutlich zu erkennen sind.

²Strukturen der (004) Netzebenen

Probenverkipnungen in Folge ungenügender Orientierung erzeugen nicht nur Asymmetrien im Bild, sondern sie reduzieren auch das effektive Streupotenzial, da die Atome in den Atomsäulen nicht mehr streng in Strahlrichtung ausgerichtet sind. Dies hat zur Folge, dass die Streuung "weniger dynamisch" wird. Es entsteht der Eindruck einer geringeren Probendicke, da die nichtlinearen Reflexe erst bei größerer Dicke einsetzen. Da sich jedoch die Unsicherheit in einem Winkelbereich kleiner als 1 mrad bewegen ist dieser Effekt nicht dominant, zumal er bei dünnen Proben zu vernachlässigen ist.

(II) Abbildung durch die Objektivlinse

Eine der wichtigsten Aberrationen bei der Abbildung durch die Objektivlinse ist die Strahlverkipfung, bzw. die Abweichung von der komafreien Abbildung. Selbst bei bestmöglicher Justage des Mikroskops verbleibt eine geringe Unsicherheit hinsichtlich der Strahlverkipfung. Während des Mikroskopbetriebs kommt es zu einer geringen Driften der Linsenströme, die wiederum auch eine Strahlverkipfung zur Folge haben können. Im Vergleich zu einer verkippten Probe um einen bestimmten Kippwinkel ist der Effekt der Strahlverkipfung um den selben Kippwinkel auf das BVM deutlich größer. Das liegt daran, dass die Wirkung der asymmetrischen Phasenschiebung, die ein verkippter Strahl erfährt, wenn er die Objektivlinse schräg durchläuft, größer ist als der Einfluss des "verkippten" Probenpotenzials ist. Die Genauigkeit beim Justieren der Strahlverkipfung liegt bei ca. 0.5 mrad. Bei größeren Verkipnungen kommt es zu offensichtlichen Asymmetrien im Bild. Nichtlineare Reflexe, also Beugungsreflexe höherer Ordnung, werden bei Orientierung der Probe parallel zu einer Hauptachse angeregt. Ist der Strahl verkippt, dann sind viele dieser Reflexe schwächer angeregt. Da nichtlineare Reflexe ihren Ursprung in der Vielfachstreuung haben und somit von der Dicke abhängen, ist die schlechtere Bildübereinstimmung bei steigender Dicke auf diesen Effekt zurückzuführen.

Eine andere Fehlerquelle können die von der individuellen Sitzung unabhängigen Parameter sein wie Strahlkonvergenz, Fokusweite, u.a., die in speziellen Messungen bestimmt wurden oder vom Mikroskophersteller angegeben wurden. Diese können leicht variieren und somit zu einer Reduzierung des BVM führen.

Die Korrektur des Astigmatismus stellt ein weiteres Problem dar. In Ermangelung eines für die Korrektur ausreichend großen amorphen Bereichs in der Nähe des untersuchten Bereiches, kann dieser nur fern der Untersuchungsstelle genau korrigiert werden. Da die Aufladung der Probe jedoch lokal unterschiedlich stark ist, kann die Korrektur lediglich für diese Probenstellen durchgeführt werden. Dadurch ist aber nicht sichergestellt, dass an der eigentlich untersuchten Probenstelle der Astigmatismus ausreichend kompensiert ist.

(III) Eigenschaften des Detektors

Der Einfluss des Detektors (der Slow-Scan CCD Kamera, der Image-Plates oder Negative mit anschließender Digitalisierung) kann nur durch Entfaltung der experimentellen Aufnahmen mit der entsprechenden Punktverwaschungsfunktion (PSF) Rechnung getragen werden. Bei diesem Verfahren wird bei der Entfaltung auch das Rauschen im hohen Frequenzbereich verstärkt. Insbesondere bei der CCD Kamera macht sich die sehr kleine Konvertierungsrate bemerkbar. So braucht es eine sehr hohe Belichtungsdosis um deutliche, unverrauschte Aufnahmen zu erhalten. Dieses kann nur über lange Belichtungszeiten erreicht werden. Während der Belichtungszeit wird die Aufnahmequalität jedoch durch Probendrift immer schlechter. Eine Drift von ca. 1\AA pro Sekunde reicht beispielsweise aus, um die Hantelstruktur, also die Strukturen der (400)-Netzebenen, bei Si nicht mehr auflösen zu können. Da sich die Probe während einer Defokussiererei aufheizt, kann es zu unregelmäßigen Driftbewegungen kommen, die z.T. nicht genau genug kompensiert werden können. Im Hinblick auf eine kurze Belichtungszeit kann die Vergrößerung nicht beliebig hoch gewählt werden. Dadurch werden Bildstrukturen auf relativ wenig Pixel abgebildet, was, insbesondere bei Verwendung der CCD Kamera, den Einfluss der PSF erhöht.

7.6.1 Zusammenfassung des quantitativen digitalen Bildstrukturvergleichs

Die Strukturen der experimentellen Elementarzellen werden grundsätzlich durch die simulierten Bildstrukturen reproduzieren, d.h. die typischen Muster einer Elementarzelle eines Dicken/Defokus-Paares werden durch die Simulation richtig wiedergegeben. Mögliche Abweichungen, bedingt durch eine fehlerhafte oder unvollständige theoretische Beschreibung des Streu- und Abbildungsvorgangs werden durch experimentelle oder technische Begrenzungen überdeckt. Werden darüber hinaus den Simulationsparametern größere Variationsspielräume eingeräumt, wie dieses im Rahmen der IDIM Untersuchung geschah, so kann eine sehr befriedigende Übereinstimmung erzielt werden. Dabei wurden in dieser Untersuchung die Probendrift und der Astigmatismus nicht berücksichtigt. Beide Effekte gelten als beherrschbar und kompensierbar. Als nicht befriedigend hat sich das IDIM-Verfahren erwiesen, wenn mit seiner Hilfe Abbildungsparameter bestimmt werden sollen. Dennoch ist es geeignet um die Muster der experimentellen Aufnahmen zu reproduzieren.

Kapitel 8

Quantitative Kontrastanalyse

Im vorangegangenen Kapitel wurde die Übereinstimmung der Bildstrukturen einzelner Elementarzellen von Si bei verschiedenen Dicken und Defokussierungen quantitativ erfasst. Durch die Einordnung der experimentellen Bildern in ein simulierten Dicken-Defokus Tableau wurden die Dicke und der Defokus der experimentellen Aufnahmen bestimmt. Dadurch wurden Paare von experimentellen und simulierten Elementarzellen gefunden, die, unter der Bedingung eines linearen Dickenverlaufs des Probenkeils, einen hohen Wert des BVM haben. Diese Abbildungspaare bildeten die Grundlage für die nun folgende Untersuchungen zur Abhängigkeit des Kontrastes von der Dicke und der Defokussierung.

8.1 Definition des Kontrastmaßes

Der Kontrast eines Bildes wird üblicherweise als die Differenz der Maximal- und Minimalintensität des Bildes, d.h. der höchste $I_{max}(B)$ bzw. niedrigste $I_{min}(B)$ Pixelwert, normiert auf die Summe dieser Werte, definiert.

$$K(B) = \frac{I_{max}(B) - I_{min}(B)}{I_{max}(B) + I_{min}(B)} \quad (8.1)$$

An dieser Definition ist es jedoch problematisch, dass auf die gesamte Charakterisierung des Bildes lediglich zwei Pixel Einfluss nehmen, das hellste und das dunkelste. Somit werden die Graustufen, d.h. die Dynamik des Bildes nicht berücksichtigt. Dabei ist es jedoch gerade die Bilddynamik, die eine gute Aufnahme auszeichnet.

Eine stärkere Gewichtung der Bilddynamik erhält man mit einer anderen Kontrastdefinition, der Standardabweichung der Pixelwerte des auf die Gesamtintensität $I_{ges} = 1$ normierten Bildes

$$K(B) = \sigma = \sqrt{\sum_{ij} (I_{ij} - \bar{I})^2}, \quad (8.2)$$

mit I_{ij} den Intensitätswerten aller Pixel und \bar{I} der Mittelwert aller Pixel des Bildes. Durch diese Normierung wird erreicht, dass beide Bilder mit der Gesamtintensität $I_{ges} = 1$ „belichtet“ wurden. Dieses ist bei der Verwendung der Standardabweichung der Bildintensitätsverteilung nötig, da der Kontrast in Bezug auf den Mittelwert angegeben wird. Durch diese Definition haben alle Pixel Einfluss auf den Bildkontrast, wobei der Einfluss von Ausreißern, die mit Gl. 8.1 maßgeblich den Kontrast bestimmen, verhindert wird. Der Unterschied von Gl. 8.1 zu Gl. 8.2 wird durch den Vergleich der Kontrastwerte nach der jeweiligen Definition eines Bildes deutlich, das aus einem sehr dunklen Hintergrund mit wenigen hellen Strukturen besteht.

Die erste Definition orientiert sich nur am maximalen und am minimalen Bildintensitätswert, und das Ergebnis ist somit ein hoher Kontrast, unabhängig, wieviel Anteil die hellen Strukturen am Bild haben. Im Extremfall reicht ein heller Punkt für einen maximalen Kontrast aus.

Die zweite Definition berücksichtigt hingegen die Verteilung der Grauwerte, und liefert dann einen hohen Kontrast, wenn es eine breite Streuung der Grauwerte gibt. Da die Bildinformation in Graustufen enthalten ist, wird bei dieser Definition entsprechend der Informationsgehalt des Bildes bestimmt.

Hýtch und Stobbs [7] verwendeten ebenfalls diese Definition zur Charakterisierung von Bildkontrasten.

Im Rahmen dieser Arbeit wird der Kontrast ebenfalls gemäß Gl. (8.2) verwendet.

8.2 Einfluss der Bestrahlungsdauer auf den Bildkontrast

Vorbereitend zu den Untersuchungen wurde der Einfluss der Bestrahlungsdauer auf den Bildkontrast untersucht. Zur Überprüfung der Abhängigkeit des Bildkontrastes von der Bestrahlungsdauer wurde eine Serie von 13 Aufnahmen gemacht, wobei jeweils nach einer Minute eine Aufnahme gemacht wurde. Innerhalb dieser 12 Minuten wurde lediglich die Probendrift korrigiert. Die Bilder wurden hinsichtlich des Kontrastes, der Dicke der amorphen Schicht am Probenrand und hinsichtlich des Verhaltens der Intensitäten der Raumfrequenzen im Diffraktogramm untersucht. Als Funktion der Zeit wird eine Kontrastreduzierung, ein langsames Wachsen der amorphen Deckschicht und eine Dämpfung vor allem der höheren Raumfrequenzen erwartet. Bild 8.1 zeigt vier Teilbilder dieser Serie.

Auffällig ist, dass die anfangs gut aufgelösten Hantelstrukturen immer undeutlicher werden und zum Schluß gänzlich verschwinden. Zuerst wurde überprüft, ob eine Defokusschwankung (bedingt durch mögliche Schwankung des Linsenstromes) oder durch vertikale Probendrift die Ursache sein konnte. Dazu wurde versucht, durch ge-

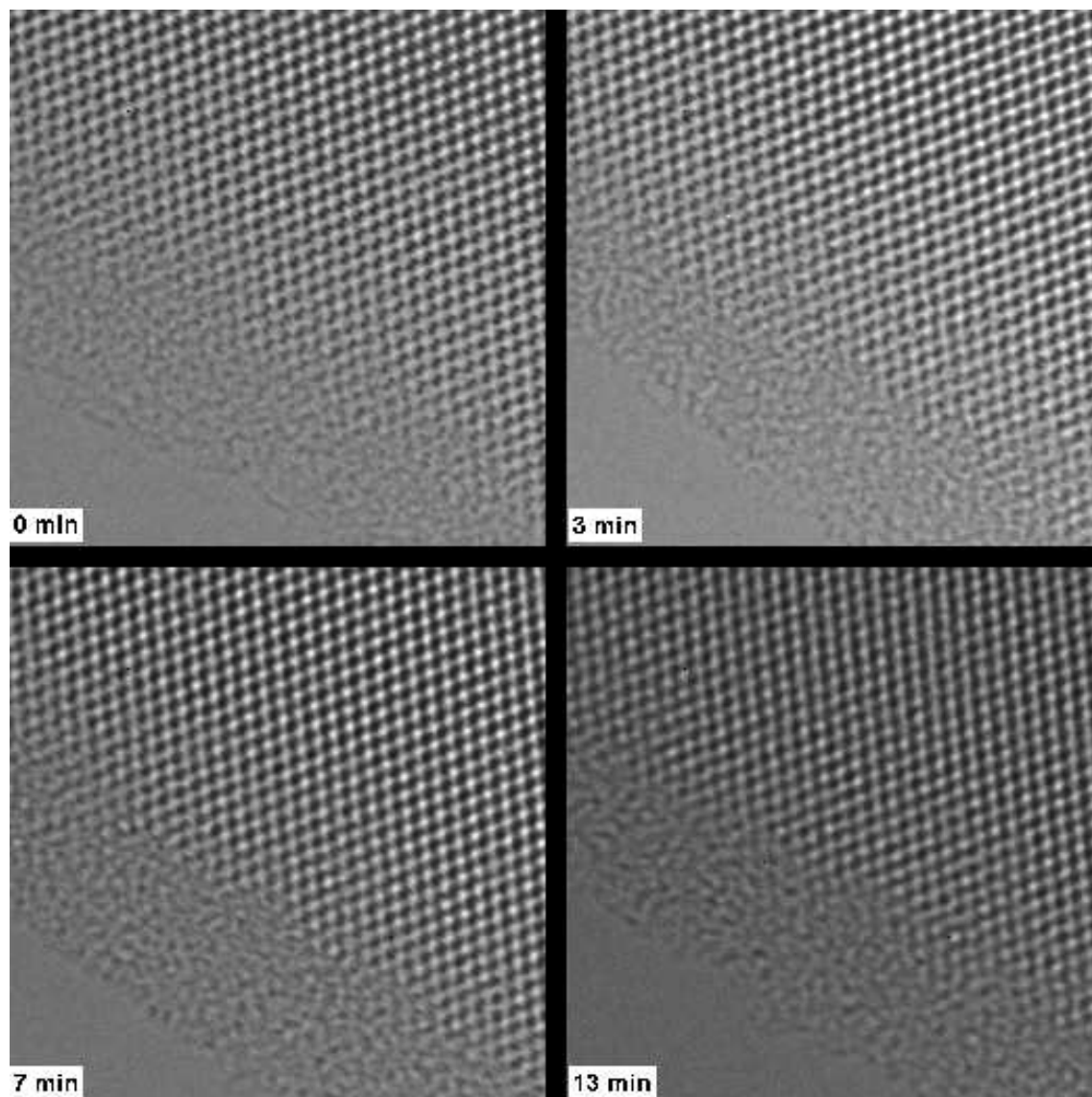


Bild 8.1: Ausschnitte aus der Bestrahlungsserie, die Aufnahmen wurden nach 0, 3, 7, 12 Minuten Bestrahlungszeit mit der CCD-Kamera gemacht.

eignete Defokussierung die Hanteln wieder aufzulösen, was jedoch nicht gelang. Demzufolge musste sich die Probe verändert haben. Die amorphe Deckschicht, gemessen vom Probenrand bis zum Beginn des kristallinen Bereichs, wuchs während der Bestrahlung nur unwesentlich weiter. D.h. es lagerte sich nur unwesentliche Kontamination auf der Probe an, außerdem erfolgte keine "Amorphisierung" der Probe, was z.B. von Hochmeister [11] bei einigen III/IV-Halbleiterproben beobachtet wurde.

Die Ursache der Verschlechterung der Aufnahmequalität kann die Verlagerungen einzelner Atome sein. Mit der Verlagerung geht die Erzeugung von Leerstellen und Zwischengitteratome einher. Durch diesen Prozess werden die genau definierten Atom-

positionen verschmiert und die deutliche Auflösung der (004)-Ebenen (sog. "Hantelstruktur") wird erschwert. Ein weiterer Grund könnte eine mit der Belichtungszeit zunehmende Probenverbiegung sein, die durch Verspannungen des Gitters entsteht. Diese kann durch die Kristalldefekte (nach Walther [48]) oder durch eine Erwärmung der Probe hervorgerufen werden. Durch die Probenverbiegung wird die Hauptzonenachse geringfügig aus der optischen Achse des Mikroskops verkippt, was zu einer Vorzugsrichtung der Bildstrukturen in der Aufnahme führt. Diese Vorzugsrichtung schlägt sich in einer Asymmetrie der Raumfrequenzintensitäten im Diffraktogramm nieder. Die Asymmetrie ist als das Verhältnis der Intensitäten von jeweils zwei, genau gegenüberliegender Raumfrequenz-Peaks des Diffraktogramms definiert, z.B. die Raumfrequenzen $[1,1,1]$ und $[-1,-1,-1]$ der Zinkblendestruktur, entsprechen Bild 3.13. Bei der Analyse der Bilder der Serie wird eine Asymmetrie der $\langle 111 \rangle$ -Raumfrequenzintensität beobachtet, die ab der sechsten Bestrahlungsminute sehr stark ansteigt, Bild 8.2.

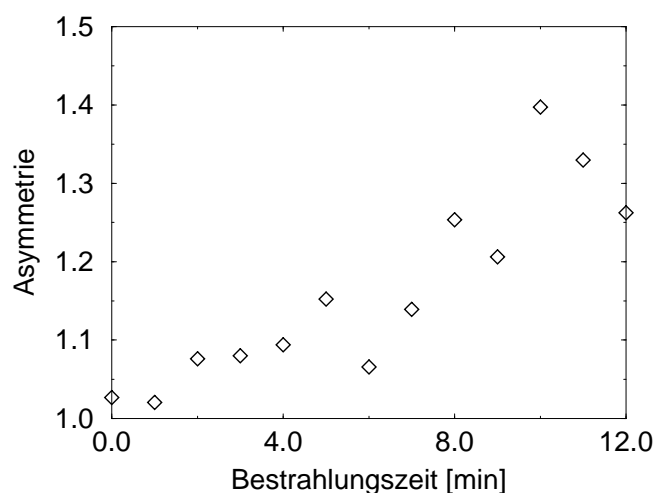


Bild 8.2: Asymmetrie der $\langle 111 \rangle$ -Raumfrequenz als Funktion der Bestrahlungsdauer

Überraschenderweise kommt es jedoch nicht zu einer deutlichen Reduzierung des Kontrastes (Bild 8.3). Vielmehr kann dieser trotz relativ großer Schwankungen als konstant über die Bestrahlungszeit angesehen werden.

Für die Analyse der Raumfrequenzen wurde über alle Intensitätspeaks gleicher Ordnung gemittelt. Dadurch konnte der Einfluss der Asymmetrie auf die Auswertung zu vermeiden. Dabei wurde ein ähnliches Verhalten für die $\langle 111 \rangle$ - und $\langle 220 \rangle$ -Raumfrequenzen im Diffraktogramm festgestellt.

Diese blieben auf dem hohen Anfangswert (Bild 8.3). Lediglich die höheren Raumfrequenzen wurden immer schwächer. Ab der zehnten Bestrahlungsminute verschwand die Intensität der $\langle 004 \rangle$ -Raumfrequenz sogar im Rauschen. Der Kontrast verhält sich analog zu den niedrig indizierten Raumfrequenzen, nahezu unabhängig davon,

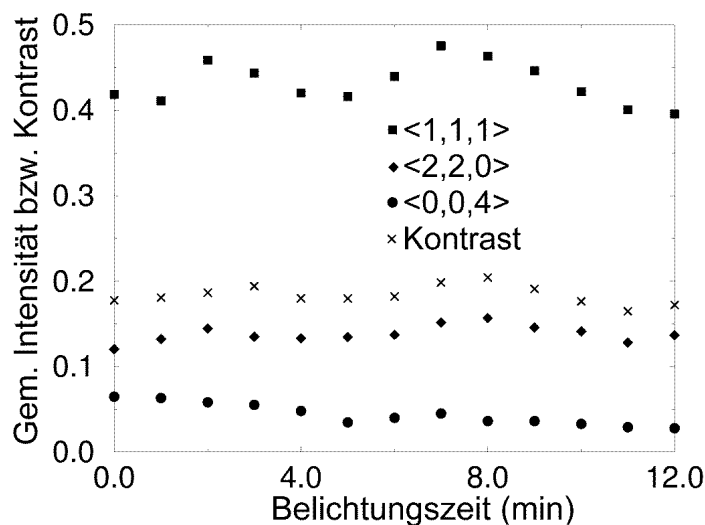


Bild 8.3: Raumfrequenzintensitäten und Kontrast (rechts) als Funktion der Bestrahlungsdauer

wie stark die höheren Raumfrequenzen ausgeprägt sind. Dies erklärt, warum Bilder mit hervorragender Auflösung nahezu den gleichen Kontrast haben können wie Bilder, bei denen das nicht der Fall ist. Somit ist ein hoher Bildkontrast nicht automatisch ein Anzeichen für eine Aufnahme mit einer guten Auflösung. Die hohen Raumfrequenzen liefern nur einen kleinen Beitrag zum Kontrast, jedoch enthalten sie viel Bildinformation. Eine detailliertere Untersuchung erfolgt im Abschnitt 8.13 dieses Kapitels.

8.3 Einfluss der Belichtungszeit auf den Bildkontrast

Vorbereitend zu den Untersuchungen der Dicke/Defokus-Tableaus wurde der Einfluss der Belichtungszeit auf den Bildkontrast untersucht. Die Abhängigkeit des Bildkontrastes von der Belichtungszeit kann auf den Einfluss des Poisson-Rauschen und auf elektrische und mechanische Instabilitäten des Mikroskops zurückgeführt werden.

Die Zählrate der mit dem Detektor registrierten Elektronen ist Poisson-verteilt. Der durch diese Verteilungsfunktion entstandene Untergrund entspricht der Quadratwurzel der durchschnittlichen registrierten Elektronendosis. Die tatsächlichen Bildkontraste werden zwar verschlechtert, jedoch kann die Verschlechterung durch längere Belichtungszeiten reduziert werden.

Hingegen verschlechtert sich das Bild durch Instabilitäten des Mikroskops, Proben-
vibrationen und vor allem Probendrift. Die Probendrift kann dabei $0.5 \text{ \AA}/\text{sec}$ errei-
chen, wobei die relativ gleichmäßige Probendrift durch die unregelmäßige Probenvi-
bration überlagert wird. Dementsprechend muss die Belichtungszeit möglichst kurz
gehalten werden.

Zur Bestimmung der optimalen Belichtungszeit wurde eine Bilderserie mit der CCD
Kamera mit unterschiedlichen Belichtungszeiten aufgenommen. Die optimale Be-
lichtungszeit ergab sich dabei im Kontrastmaximum gemäß Bild 8.4 mit 1.0 s. Bei
kürzeren Zeiten war das Signal/Rauschen-Verhältnis schlecht, bei höheren wirkten
sich Instabilitäten, vor allem Probendrift, aus. Bei dieser Belichtungszeit wurde die
hohe Dynamik der CCD Kamera und der IP von 14 bzw. 16 Bit nicht ausgenutzt, da
nur Zählraten von ca. 300 - 500 Ereignissen erreicht wurden. Das Poissonrauschen
erzeugt in Abhängigkeit von der Zähl- und Konversionsrate somit einen Untergrund
von ca. 5-10% und reduziert somit den Bildkontrast.

Auch bei Verwendung von Negativen stellte die Belichtungszeit von 1 s sowohl
bezüglich der Linearität als auch in Bezug auf den Dynamikbereich von nur 8 Bit
das Optimum dar.

Diese Untersuchungen wurden exemplarisch durchgeführt. Damit beträgt die Be-
lichtungszeit 1 s für alle ausgewerteten Aufnahmeserien.

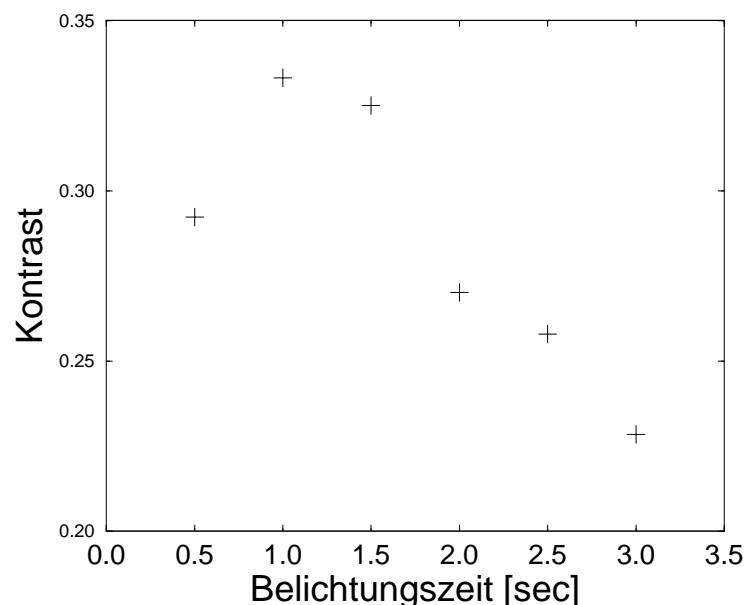


Bild 8.4: Einfluss der Belichtungszeit auf den Bildkontrast

8.4 Einfluss der Probenvibration und der Probedrift auf den Bildkontrast

Mechanische Instabilitäten der Probe können den Bildkontrast durch Probenvibrationen und Probedrift beeinflussen.

Die Ursache von Probenvibrationen kann z.B. eine leichte Aufladung der Probe, oder Vibrationen des Probenhalters sein. Dabei zittert die Probe in unregelmäßigen Abständen um einen Mittelwert. Gemming et al. [44] untersuchte dieses quantitativ. Dabei wurde für eine Kupfer/Saphirprobe (als Beispiel für ein leitendes Material eine) Vibrationsamplitude von ca. 1 pm festgestellt. Für bedampften Saphir als Nichtleiter ergab sich eine Amplitude von ca. 6 pm.

Weitere Ursachen können Erschütterungen der Mikroskopsäule durch Schall, Brummen der Klimaanlage oder anderer Hilfsaggregate, Schwingungen des Fundaments und andere Faktoren sein. Gemming [44] stellte bei der Untersuchung von Störfaktoren eine maximale Vibrationsamplitude von 10 - 20 pm fest (bei eingeschalteter Klimaanlage).

Der Einfluss der Probenvibration wurde in einer Simulationsreihe untersucht. Dazu wurden die Bildkontraste für eine Defokussierung von $\delta f = 55$ nm in Abhängigkeit von der Probendicke bis zu einer Dicke von 32 nm für mehrere Vibrationsamplituden (0 pm bis 100 pm) berechnet. Der Einfluss der Vibration wurde durch die Faltung des simulierten Bildes mit einer isotropen Gaußglocke (Vibrationsamplitude entspricht der Halbwertsbreite) berücksichtigt.

Bild 8.5 stellt den Kontrast dieser Bilderserien dar. Danach erscheinen Vibrationen bis max. 20 pm als tolerierbar. Bei höheren Werten wird der Kontrast massiv reduziert und Bilddetails werden sehr undeutlich, dieses ist in Bild 8.6 dargestellt.

Probenvibration haben somit einen sehr hohen Einfluss auf den Bildkontrast, ohne in erster Linie die Bildstruktur im gleichen Maße zu verwaschen. Durch die Annahme einer sehr hohen Amplitude kann der Kontrast des simulierten Bildes nahezu beliebig "eingestellt" werden. Das *Kontrastproblem* kann auf diese Weise somit scheinbar gelöst werden. Dieses funktioniert insbesondere bei sehr einfachen Bildstrukturen, deren Diffraktogramm nur wenige Raumfrequenzen enthält. Auf diese Weise passte King [45] die Simulation an das Experiment an. Allerdings sind die dabei angenommenen Vibrationsamplituden um eine Größenordnung größer als die von Gemming in [44] gemessenen.

Die Hauptursache der Probedrift sind Relaxationsbewegungen des Probenhalters.

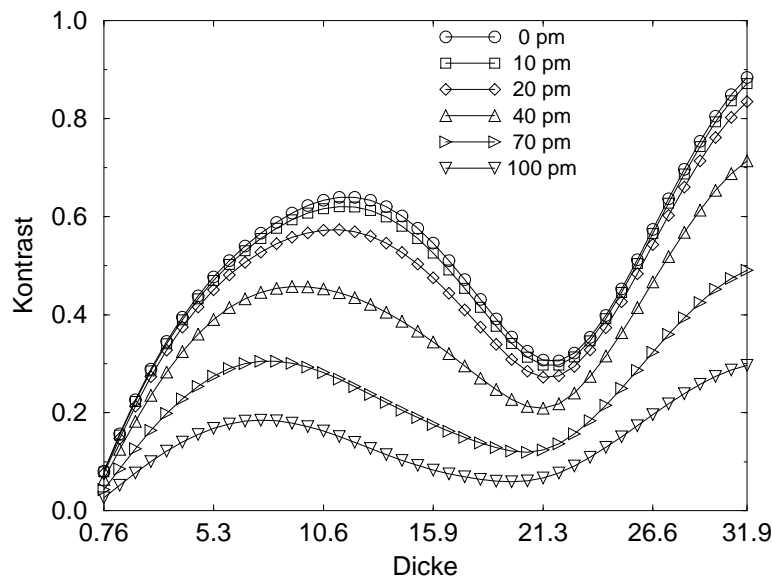


Bild 8.5: Kontraste von simulierten Elementarzellen von $Si\langle 110 \rangle$ in Abhängigkeit von der Probenvibrationsamplitude bei einer Defokussierung von $\delta f = 55 \text{ nm}$

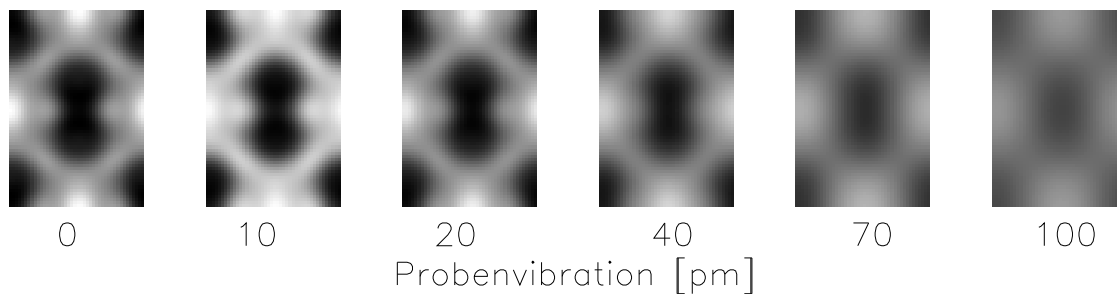


Bild 8.6: Bildstrukturen von $Si\langle 110 \rangle$ in Abhängigkeit von der Probenvibrationsamplitude bei $\delta f = 55 \text{ nm}$, Dicke = 5.3 nm . Die Kontraste sind : 0.44, 0.43, 0.41, 0.35, 0.24, 0.15

Nach geänderten mechanischen ¹, thermischen ² oder elektrischen ³ Bedingungen benötigt das System eine gewisse Zeit, um wieder einen Gleichgewichtszustand einzunehmen. Dieses geschieht jedoch häufig auf einer Zeitskala, die es nicht erlaubt, die Probe so lange zu bestrahlen, da ansonsten Strahlenschäden auftreten, die die Probe für die quantitative Bildanalyse unbrauchbar machen. Aus diesem Grund wurde noch während des Relaxationsprozesses versucht, mit Hilfe der von Hoeschen [10] gebauten Probendriftkorrektur die Probe zu stabilisieren. Die Probendrift hat je-

¹Verkipfung oder Verschiebung der Probe

²Temperaturschwankungen der Probe in Folge veränderter Bestrahlungsbedingungen, oder bei Temperaturänderungen des Kühl- oder Heizhalter

³magnetische Hystereseerscheinungen des Deflektorlinsensystems beim Belichtungsvorgang bei Verwendung der Slow-Scan-CCD Kamera

doch keinen konstanten Wert. Daher lässt sich diese während einer Aufnahmeserie nie vollständig kompensieren. Auch ist die Kompensation nach visuellen Gesichtspunkten nie frei von Toleranzen, was zur Folge hat, dass immer eine Restdrift das Bild verschlechtern wird. Eine vollständige Driftkorrektur würde erst eine optimale Aufnahmeserie ermöglichen. Zur Zeit ist jedoch kein automatisches Driftkorrektursystem kommerziell verfügbar.

Der Einfluss der Probendrift wurde in einer Simulationsreihe untersucht. Dazu wurden die Bildkontraste für eine Defokussierung von $\delta f = 55$ nm in Abhängigkeit von der Probendicke bis zu einer Dicke 32 nm für mehrere Probendriften (bis 100 pm/s) in $\langle 110 \rangle$ - und $\langle 001 \rangle$ -Richtungen berechnet. Der Einfluss der Probendrift wurde durch die Faltung des simulierten Bildes mit einer Dämpfungsfunktion berücksichtigt (Gauß-Glocke, Halbwertsbreite entspricht der Driftweite). Im Falle von Probendrift ist die Form der Gaußglocke allerdings anisotrop (in Richtung der Drift). In Bild 8.7 sind Kontrastkurven für verschiedene Probendriften in Abhängigkeit von der Dicke bei Defokus $\delta f = 55$ nm dargestellt. Die Driftrichtungen sind dabei in $\langle 110 \rangle$ und $\langle 001 \rangle$ Richtung gewählt.

Ab einer Driftrate von 50 pm/s kommt es zu einer signifikanten Reduktion des Kontrastes. Bei 100 pm/s beträgt der Bildkontrast nur noch ca. 50% des Kontrastes ohne Drift. Bedingt durch die unterschiedlichen Atomsäulenabstände in $\langle 110 \rangle$ - und $\langle 001 \rangle$ -Richtung kommt es zu einer Kontrastreduktion in Abhängigkeit von der Driftrichtung. Je kleiner die Abstände sind, umso größer ist die Empfindlichkeit gegen Probendrift. Bei der Driftrichtung $\langle 001 \rangle$ geht mehr Auflösung verloren. In Bild 8.8 kann die Hantelstruktur bei Driftrichtung $\langle 110 \rangle$ noch aufgelöst werden, während in $\langle 001 \rangle$ Richtung nur ein dunkler Fleck zu sehen ist. Das liegt daran, dass durch Drift in diese Richtung die $\langle 004 \rangle$ -Raumfrequenz, die für die Hantelstruktur verantwortlich ist, sehr stark gedämpft wird. Diese Raumfrequenz ist jedoch für das Kontrastverhalten nicht ausschlaggebend (Detail dazu im letzten Abschnitt dieses Kapitels)

8.5 Einfluss von amorphen Deckschichten auf den Bildkontrast

Im Folgenden soll der Einfluss der unvermeidlichen amorphen SiO_2 Deckschicht auf den Bildkontrast untersucht werden. Für beide amorphe Schichten (Ober- und Unterseite der Probe) wurde jeweils eine Superzelle berechnet. Dazu wurde innerhalb eines angenommenen Volumens Atome stochastisch auf Gitterpositionen verteilt.

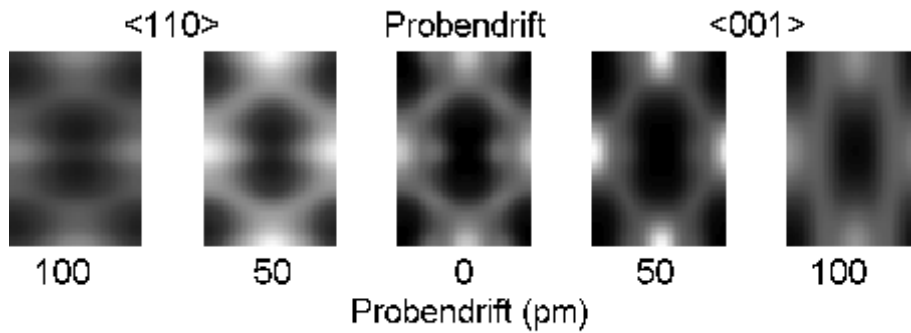


Bild 8.7: Kontraste von Si $\langle 110 \rangle$ in Abhängigkeit von der Probendrift bei $\delta f = 55 \text{ nm}$

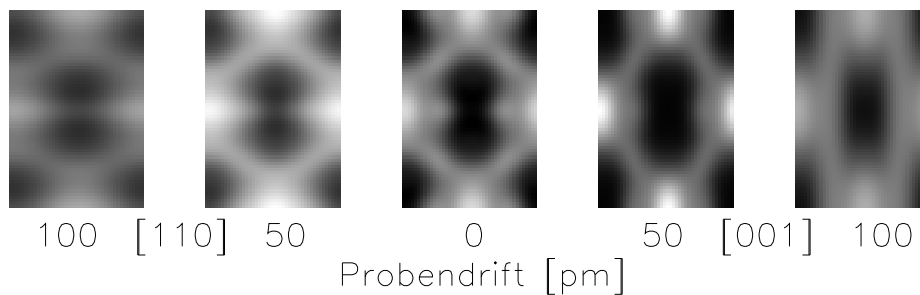


Bild 8.8: Bildstrukturen von Si $\langle 110 \rangle$ in Abhängigkeit von der Probendrift in $\langle 110 \rangle$ und $\langle 001 \rangle$ Richtung bei $\delta f = 55 \text{ nm}$, Dicke = 5.3 nm . Die Kontraste sind : $0.22, 0.35, 0.44, 0.39, 0.31$

Die Dichte von kristallinem Si wurde dabei auch als Dichte der amorphen Schicht angenommen. Darüber hinaus wurden die Abstände der Atome einer Paarverteilungsfunktion unterworfen. Diese Funktion läßt keine Abstände $d < 2.3 \text{ \AA}$ zu. In der Simulationsrechnung wurde eine Superzellen über- und eine unterhalb des kristallinen Bereichs gesetzt. Die einfallende Elektronenwelle propagierte daher erst durch die obere amorphe Schicht, dann durch den Kristall und anschließend durch die untere amorphe Schicht. Die Berechnungen wurden für amorphe Schichtdicken von 1, 2, 4 und 8 Monolagen durchgeführt. Dabei repräsentiert die Schichtdicke von 2 ML die Experimente mit Keilproben, die mit 8 ML die ionengedünnten Dünnschichtpräparate. Dieses kann aus der amorphen Schichtdicke entsprechend Bild 5.4 geschlossen werden. Bild 8.9 zeigt den Verlauf des Kontrastes in Abhängigkeit von der Dicke für einen Satz von Simulationen, die mit unterschiedlich dicken amorphen Schichten gerechnet wurden. Wie erwartet konvergieren alle Kurven für große Probendicken gegen die Kurve, die ohne amorphe Deckschichten berechnet wurde, da der relative Anteil des amorphen Bereichs im Vergleich zum kristallinen Bereich mit zunehmender Dicke kleiner wird. Es fällt jedoch auf, dass die Kontrastwerte von Bildern, die mit amorphen Deckschichten berechnet wurden, nicht wie erwartet kleiner sind als

ohne, sondern grundsätzlich größer. Das bedeutet, dass der Anteil der Streuung, der im amorphen Bereich seinen Ursprung hat, nicht nur einen Beitrag zu einem konstanten Untergrund liefert, sondern dass dadurch Bildstrukturen erzeugt werden, die den Kontrast erhöhen. Das steht natürlich im Widerspruch zu den experimentellen Beobachtungen von Gibson [47] und Boothroyd [41]. Bei von Hochmeister [11] und Boothroyd [39] wurde gezeigt, dass bei Mittelung über mehrere Elementarzellen zur Verbesserung des Signal/Rausch-Verhältnis der Kontrast leicht abnimmt. Dieses ist jedoch nur der Effekt der Mittelung über etwas unterschiedliche Bildstrukturen.

Mit Hilfe von Energiefilterung konnte der Einfluss der vom amorphen Bereich inelastisch gestreuten Elektronen abgeschätzt werden. Aus einer Aufnahme wurden die Beiträge der Beugung am kristallinen Bereich durch eine Braggfilterung heraus gefiltert. Somit konnten nur noch die Intensitäten der Beiträge der amorphen Schicht für die anschließende Untersuchung berücksichtigt werden. Anschließend wurde dieses Verfahren für eine energiegefilterte Aufnahme wiederholt. Somit lagen zwei Aufnahmen von am amorphen Bereich, elastisch und unelastisch, gestreuten Elektronen vor. Aus einem Vergleich mit den Nullstrahl wurde festgestellt, dass 15% aller Elektronen inelastisch und nur 4% elastisch von der amorphen Deckschicht gestreut wurden. D.h. der Beitrag dieser Elektronen zum Kontrast besteht weniger darin, die Bildstrukturen zu verändern, als vielmehr einen konstanten Untergrund durch inelastische Streuung zu erzeugen. Doch genau dieser wird in der herkömmlichen Bildsimulation nicht berücksichtigt. Daher liegen hier die Kontraste umso höher, je dicker die amorphe Schicht ist. Besonders hoch ist der Beitrag der amorphen Schicht im Bereich der Extinktionslänge bei einer Probendicke von ca. 18 nm. Hier sind die Kontraste relativ niedrig, so dass der relative Einfluss der amorphen Schicht groß werden kann.

Wenn man die Bildkontraste über den gesamten Dickenbereich mittelt und in Abhängigkeit von der Defokussierung aufträgt (Bild 8.10), zeigt sich eine Defokusabhängigkeit. Der Kontrast nimmt bei steigender amorpher Deckschicht bei hohen Defokussierungen stärker zu als bei niedrigen. Die Erklärung dafür ist, dass durch die amorphe Schicht Strukturen erzeugt werden, deren Raumfrequenzen im niedrigen Defokusbereich durch die KTF stärker gedämpft werden als im hohen.

8.6 Einfluss der kovalenten Bindungsanteile auf den Bildkontrast

Die in herkömmlichen Bildsimulationen, z.B. EMS, verwendeten Streufaktoren nach Doyle und Turner [49] und Weickenmeier [50] berücksichtigen nicht den Bindungs-

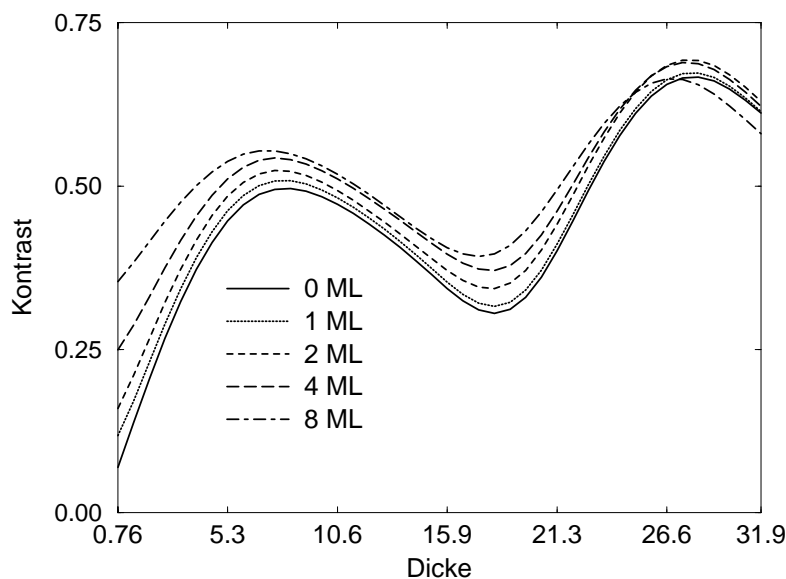


Bild 8.9: Simulierte Bildkontraste in Abhängigkeit von der Dicke, gemittelt wurde über den Defokusbereich von 10-70 nm, dargestellt für mehrere Schichtdicken amorphen SiO_2 .

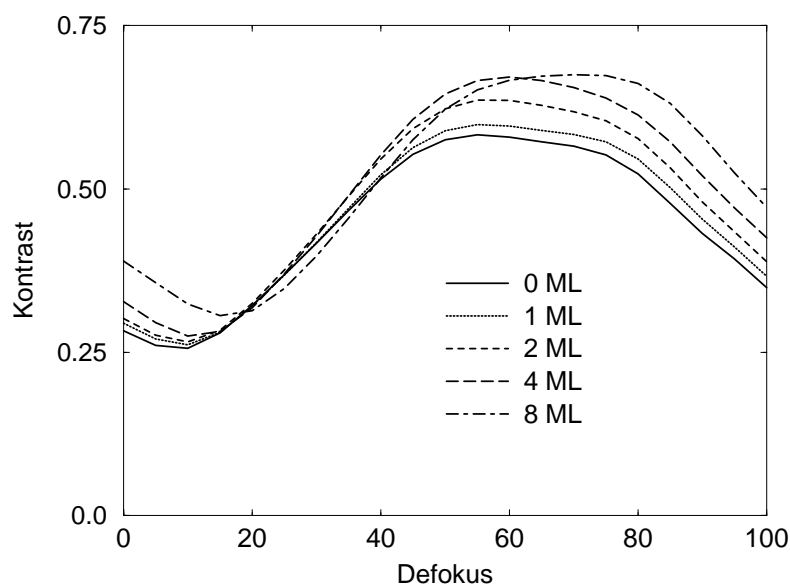


Bild 8.10: Simulierte Bildkontraste in Abhängigkeit vom Defokus, gemittelt wurde über den gesamten Dickenbereich bis 30.9 nm, dargestellt für mehrere Schichtdicken amorphen SiO_2 .

typ des Kristalls. Vielmehr wird von neutralen Atomen ausgegangen. In Silizium ist die Ladungsdichteverteilung jedoch nicht nur zentral um die Atomrümpfe konzentriert, da eine kovalente Bindung vorliegt. Somit gibt es auch zwischen den Atomen Ladungsträgerkonzentrationen, die das Streupotenzial der neutralen Atome modi-

fizieren. Der Einfluss dieser kovalenten Anteile auf das Streupotenzial wurde von Deininger et al. [51] untersucht. An dieser Stelle sollte überprüft werden, ob diese Modifikation der Streufaktoren das Kontrastverhalten in signifikanter Weise beeinflussen kann. Dazu wurde eine Dicken-Defokus-Karte mit Streufaktoren nach Deininger [51] berechnet und mit herkömmlicher Simulation nach Doyle und Turner [49] verglichen.

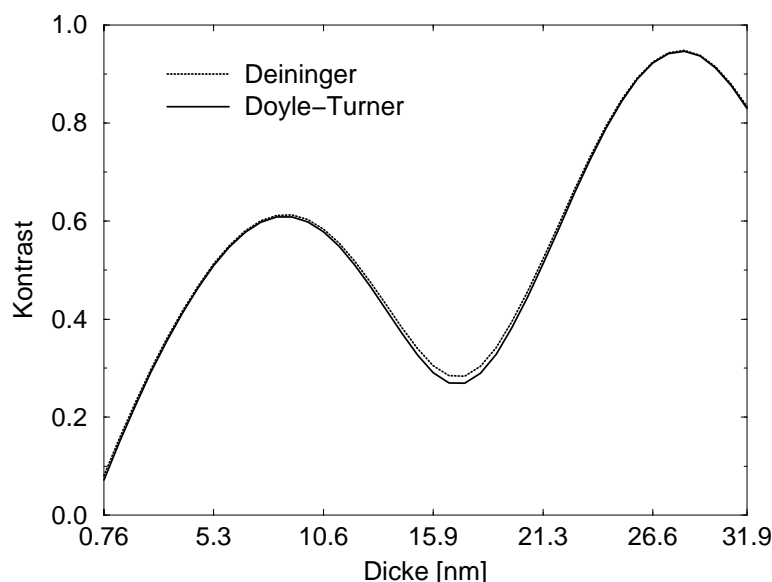


Bild 8.11: Simulierte Bildkontraste mit Streufaktoren nach Deininger [51] und nach Doyle-Turner [49]

Offensichtlich ist die Differenz zwischen den Simulationen mit unterschiedlichen Streufaktoren in Bezug auf den Bildkontrast vernachlässigbar. Lediglich im Bereich der Extinktionslänge gibt es leichte Abweichungen. Allerdings ist hier der Kontrast auch sehr schwach, so dass eine kleine Änderung der Simulationsparameter hier besonders deutlich werden kann. Die modifizierten Streufaktoren haben somit nur eine kleine Wirkung auf die projizierten Atompotentiale, die in die Simulation eingehen. Dieses Ergebnis rechtfertigt die Verwendung herkömmlicher Streufaktoren und die Vernachlässigbarkeit des jeweiligen Bindungstyps bei der Simulation der hochauflösende Elektronenmikroskopie.

8.7 Einfluss des Debye-Waller-Faktors auf den Bildkontrast

Bei den bisherigen Betrachtungen wurde der Einfluss der Temperatur nicht berücksichtigt. Dieser kann durch den Debye-Waller-Faktor in die Simulation miteinbezogen werden.

Entwickelt man das reziproke, projizierte Atompotential 3.14 nach ebenen Wellen, so erhält man Gl. 8.3

$$\Phi(\vec{k}) = C \cdot \sum_i f_i(\vec{k}) \cdot D(\vec{k}) \cdot e^{i\vec{k}\vec{r}}, \quad (8.3)$$

wobei $f_i(\vec{k})$ die komplexen Formfaktoren der Atome der Elementarzelle sind.

$$D(\vec{k}) = e^{-\frac{1}{3}\langle u^2 \rangle k^2} \quad (8.4)$$

ist der Debye-Waller-Faktor (DWF), mit $\langle u^2 \rangle$ der mittleren Schwingungsamplitude der Atome, die von der Temperatur abhängt. Die Beschreibung des Einflusses der Temperatur mit dem DWF ist eine Näherung, die auf dem klassischen Einsteinmodell des Festkörpers basiert. Im Rahmen dieser Näherung wird das Atompotential nicht durch die Schwingungen der Teilchen verbreitert, sondern nur im Betrag reduziert.

Der DWF ist nur für wenige Elemente tabellarisiert. Er ist eigentlich eine anisotrope Größe, die von den Abständen zu den schwingenden Nachbaratomen abhängt. In EMS geht der DWF jedoch nur isotrop ein. In EMS-Simulationen behilft man sich mit elementunabhängigen Schätzwerten, die die experimentellen Beobachtungen am besten reproduzieren. Wie in Kapitel IDIM festgestellt wurde, ist die Festlegung des DWF auf diese Weise jedoch nicht eindeutig möglich. Die Debye-Waller-Faktoren liegen in einem Bereich von 0.002 bis 0.006. Für Silizium wird entsprechend der Standardliteratur ein DWF von 0.004 angenommen.

Bild 8.12 zeigt die Bildkontraste von Si in Abhängigkeit von Dicke und Defokus für drei verschiedene Debye-Waller-Faktoren. Dabei fällt auf, dass der Bildkontrast mit steigendem DWF ansteigt. Dabei kann eine Abhängigkeit von der Defokussierung beobachtet werden. Daraus folgt, dass der Einfluss des DBW nicht als eine Bildverschmierung angesehen werden darf, wie man dies der anschaulichen Interpretation der Atombewegungen durch thermische Schwingungen annehmen könnte. Vielmehr muss die Abhängigkeit des Bildkontrastes vom DWF als eine Verringerung der Phasenschiebung bei der Propagation durch die Probe gedeutet werden, die durch die Reduzierung der atomaren Streufaktoren resultiert. Diese Interpretation bedeutet, dass bei steigender Temperatur die Probendicke scheinbar abnimmt, was einer reduzierten Extinktionslänge entspricht. Diese hängt vom DWF gemäß Gl. 8.5 ab

$$\xi(k) = \frac{\pi\Omega}{\lambda F(k)} = \frac{\pi\Omega}{\lambda Dk F_0(k)}, \quad (8.5)$$

mit Ω dem Atomvolumen, $F(k)$ dem Atomformfaktor, $F_0(k)$ dem Atomformfaktor bei 0 Kelvin. Wird der DBW erhöht, dann sinkt der Atomformfaktor. Damit wird jedoch die Extinktionslänge erhöht. Durch die thermische Atombewegung erfolgt

somit eine Reduktion des Streuvermögens der Atome. Dieses beeinflusst die Intensität der Bragg-Reflexe und verschiebt die Pendellösung zu größeren Dicken. Die Extinktionslänge kann man im Hochauflösungsbild an schwachen Kontrasten entlang von Dickenkonturen erkennen. Bild 8.13 links zeigt die Bildkontrastsimulation von Dickenkeilen für verschiedene Defokussierungen. Dabei ist jeder Kombination von Dicke und Kontrast der jeweilige Kontrast zugeordnet. Weiß entspricht dabei hohem Kontrast, schwarz geringem. Deutlich ist im Falle des $DWF = 0.004$ der Bereich des schwachen Kontrastes zu höheren Dicken verschoben. In diesem Bereich ist das erste Minimum der Pendellösung. In Bild 8.13 rechts ist ein Linienprofil für den simulierten Keil bei einer Defokussierung von 55 nm dargestellt. Hier erkennt man besonders deutlich die Verschiebung des Minimums der Pendellösung. In der Bildsimulation kann man somit die Dicke und den DWF nicht als zwei unabhängige Parameter betrachten, da eine Erhöhung des DWF eine scheinbare Reduzierung der Dicke bedeuten kann. Im Falle von IDIM ist dieses auch eine Ursache für die großen Abweichungen der simulierten von den experimentellen Dicken, da gleichzeitig auch der DWF großen Schwankungen unterlegen war.

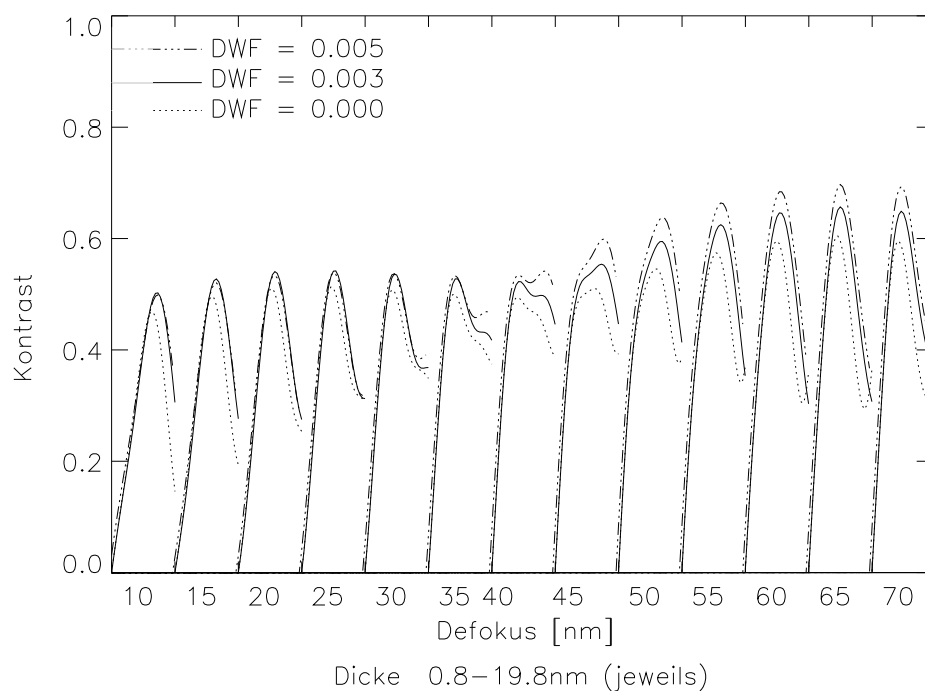


Bild 8.12: Bildkontraste simulierter Aufnahmen für verschiedene Debye-Waller-Faktoren

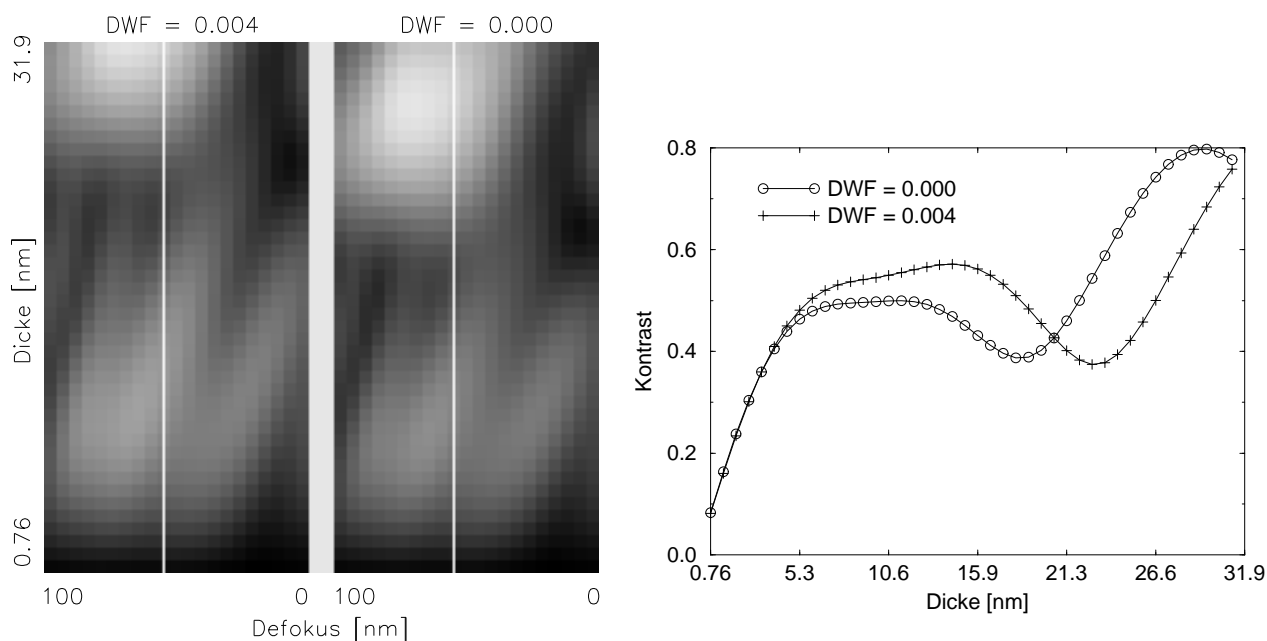


Bild 8.13: links: Bildkontraste für Debye-Waller-Faktoren von 0.000 und 0.004 bei Defokussierungen von 0 bis 100 nm recht: Bildkontraste für Debye-Waller-Faktoren von 0.000 und 0.004 bei $\delta f = 55$ nm Liniennprofile des Bildes links

8.7.1 Experimentelle Untersuchung zur Abhängigkeit des Kontrastes vom DWF

Zur Klärung des Einflusses des DWF auf den experimentellen Bildkontrast von wurden HRTEM Aufnahmen bei 100 K, 300 K und 500 K gemacht. Dazu wurden jeweils verschiedene Probenhalter verwendet; Kühthalter auf der Temperatur von flüssigem Stickstoff (100 K), Raumtemperaturhalter (300 K) und Heizhalter (500 K). Erwartet wurde die Abhängigkeit der Extinktionslänge von der Temperatur, und ein Kontrastverlauf entsprechend der Simulation von Bild 8.13. Für zwei ausgewählte Defokussierungen ($\delta f = 15$ nm und $\delta f = 55$ nm) sind die Kontrastkurven in Bild 8.14 dargestellt.

Dabei stellt man fest, dass das Kontrastverhalten von den Erwartungen abweicht. Die Entwicklung der simulierten Bildkontraste in Abhängigkeit von der Temperatur kann durch das Experiment nicht bestätigt werden. Lässt die Simulation eine Erhöhung des Kontrastes mit der Temperatur erwarten, so muss man feststellen, dass die experimentellen Kontrastdifferenzen so gering sind, dass keine klare Aussage getroffen werden kann. Tendenziell liegen die Kontrastwerte bei 100K am höchsten und die bei 500K am niedrigsten. Das hingegen steht im Widerspruch zu den Erwartungen hinsichtlich der Simulation.

Auch der erwartete Unterschied in der Extinktionslänge konnte nicht reproduziert

werden. Bei 15 nm Defokus deutet sich kein Extinktionsminimum an, bei 55 nm Defokus kann man zwar Minima erkennen, jedoch bei allen drei Kurven ungefähr an derselben Stelle.

Die Gründe für die experimentell nicht reproduzierten, aber durch die Simulation begründeten Erwartungen liegen in erster Linie daran, dass jedes Experiment mit einer individuellen Probe durchgeführt wurde. Die geringen Unterschiede der einzelnen Proben können die erwarteten Differenzen überdecken, da diese nahezu im Bereich des Untergrundrauschens sind. Probendriften sind bei Heiz- und Kühthaltern nicht so gut zu kompensieren wie bei Raumtemperaturhaltern. Toleranzen beim Justieren des Mikroskops verwaschen den Einfluss der Temperatur weiter. Ein Effekt, der in der Simulation nicht berücksichtigt wurde, ist die thermisch diffuse Streuung. Diese wird durch Kühlen reduziert und durch Heizen erhöht. Der so entstandene Untergrund kann zum Teil das Kontrastverhalten erklären.

Eine Bestimmung der Extinktionslänge auf Basis der Bildkontraste der experimentellen Bilder ist sehr schwierig. Grundsätzlich kann diese nur in Bezug auf die Unsicherheit der Dickenbestimmung angegeben werden.

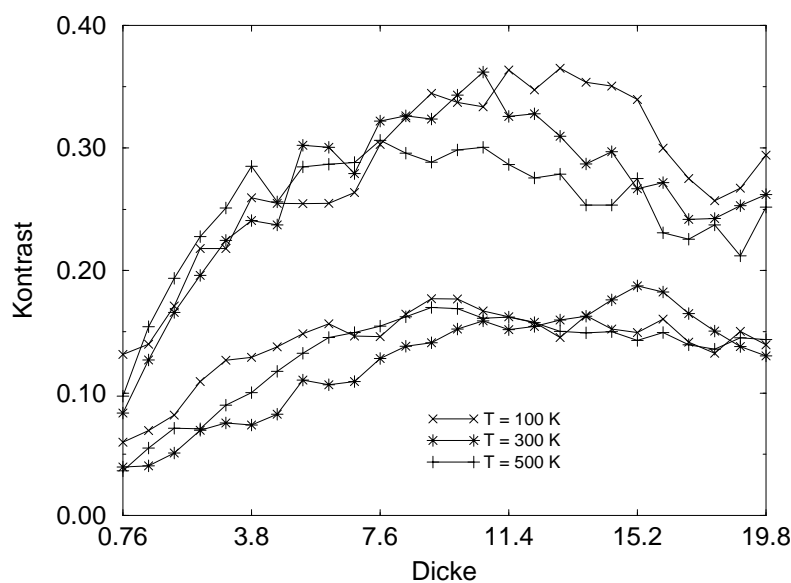


Bild 8.14: Linienprofile von Bildkontrasten für 100K, 300K und 500K bei $\delta f = 15 \text{ nm}$ (untere drei Linien) und $\delta f = 55 \text{ nm}$ (obere drei Linien)

8.8 Vergleich von Kontraste simulierter und experimenteller Aufnahmen unter Standardbedingungen

Bild 8.15 zeigt vergleichend die Ergebnisse der Kontrastanalyse von experimentellen und simulierte Elementarzellen für einen Defokusbereich von 10 nm bis 70 nm und einem Dickenbereich von 0.76 nm bis 19.8 nm. Als variable Simulationsparameter gingen hier nur die Dicke und die Defokussierung in die Berechnungen ein. Auf den Einfluss zusätzlicher Parameter (Debye-Waller-Faktor, Absorption, Strahl-, Probenverkipfung u.a.) wird in späteren Abschnitten (8.9 bis 8.13) eingegangen. Die hier vorgestellten Datensätze bilden die Grundlagen aller späteren Betrachtungen.

Die experimentellen Bildkontraste erreichen lediglich zwischen 20% und 60% der simulierten Werte. Die durchschnittlichen Werte liegen für die experimentellen Aufnahmen bei ca. 0.19, für die simulierten bei ca 0.4, wobei diese Werte durch Mittelung über alle Dicken und Defokussierungen gebildet wurde. Die größten Abweichungen liegen bei kleinen Defokussierungen, bei höherer Defokussierung ist die Übereinstimmung besser. Abgesehen von den absoluten Kontrastwerten beschreiben die experimentellen Werte prinzipiell eine ähnliche Kurve wie die Simulation. Nach dem Durchlaufen eines Maximums gehen beide Kontrastwerte signifikant zurück. Es deutet sich ein Kontrastminimum an. Dieses liegt beim Experiment jedoch bei etwas größeren Probedicken als in der Simulation.

8.9 Einfluss der Energiefilterung auf den Bildkontrast

Im Folgenden wird der Einfluss der Energiefilterung auf das Kontrastverhalten experimenteller Aufnahmen untersucht. Für die folgende Untersuchung wurde das GIF im "zero-loss" Modus betrieben mit dem Energiefenster von 5 eV (siehe auch Kap 5.1).

In Kapitel 6 wurde der Einfluss der inelastisch gestreuten Elektronen auf die Bildintensität untersucht. Es wurde deutlich, dass die inelastisch gestreuten Elektronen einen diffusen Untergrund erzeugen. Dabei ist es unerheblich, ob die Kohärenz dieser Elektronen zum Teil erhalten bleibt (Bild 10.1). Der zusätzliche Hintergrund hängt dabei jedoch nicht nur von der Dicke der jeweiligen Probenstelle ab.

Einerseits ist der Anteil der inelastisch gestreuten Elektronen eine Funktion der Dicke, andererseits kommt es durch Delokalisierungs- und Verwaschungseffekte zu einer Untergrundmittelung über verschiedene Dicken. Dieses ist bei den verwendeten Proben, bedingt durch die keilförmige Geometrie, besonders stark ausgeprägt. Bei

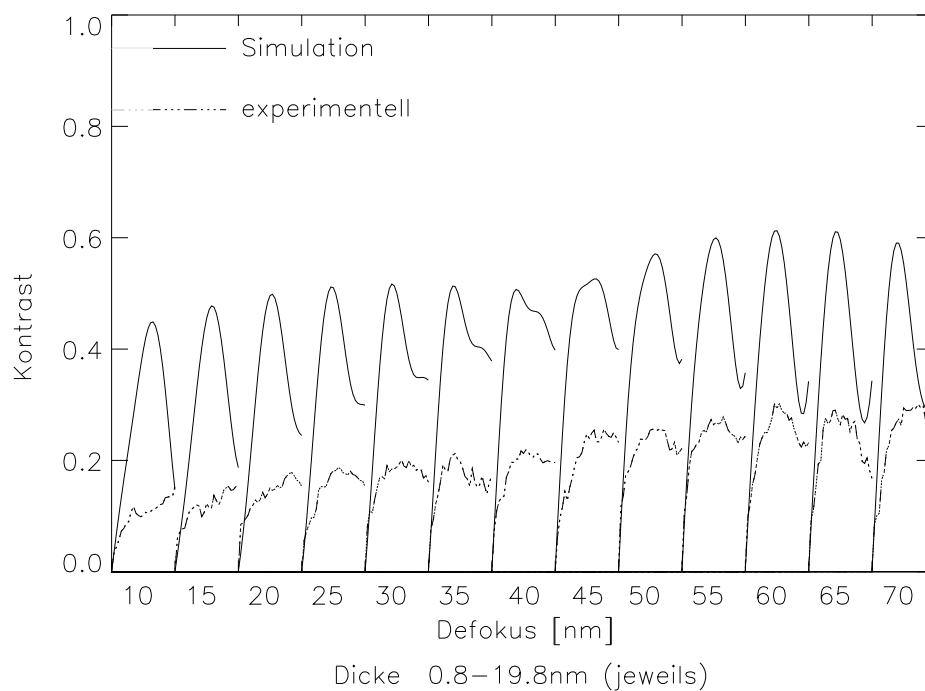


Bild 8.15: Bildkontraste in Abhängigkeit vom Defokus als Funktion der Dicke für experimentelle und simulierte Elementarzellen

flacheren Proben, die mit herkömmlichen Präparationsmethoden hergestellt wurden, kann eine Korrelation von zusätzlichem Untergrund und der Probendicke hergestellt werden.

Stobbs [34] und Boothroyd [42] zeigten, dass inelastisch gestreute Elektronen auch Bildstrukturen erzeugen, die einen Beitrag zum Hochauflösungsbild leisten. Somit ist deren Beitrag zum Bildkontrast nicht nur durch einen Rauschuntergrund gekennzeichnet, sondern auch durch den Kontrast, der den Bildstrukturen entspricht. Da die Bildstrukturen der elastisch und inelastisch gestreuten Elektronen keine direkte Korrelation ausweisen (siehe Anhang 10.2), kommt es somit zu einer Kontrastreduktion in Vergleich mit "zero-loss"-Aufnahmen. Bild 8.16 zeigt das Ergebnis dieser Untersuchung. Es zeigt die Kontrastverläufe der Tableaus von ungefilterten und gefilterten experimentellen und simulierten Aufnahmen. Im Bereich von schwachen Bildkontrasten ist der Einfluss der Energiefilterung nicht sehr deutlich ausgeprägt. Die Bildkontraste liegen bei "zero-loss"-Filterung nur unwesentlich über den ungefilterten. Dagegen ist bei Bereichen höheren Kontrastes der Einfluss größer. Durchschnittlich liegen die Bildkontraste der gefilterten Aufnahmen um 13% über den ungefilterten.

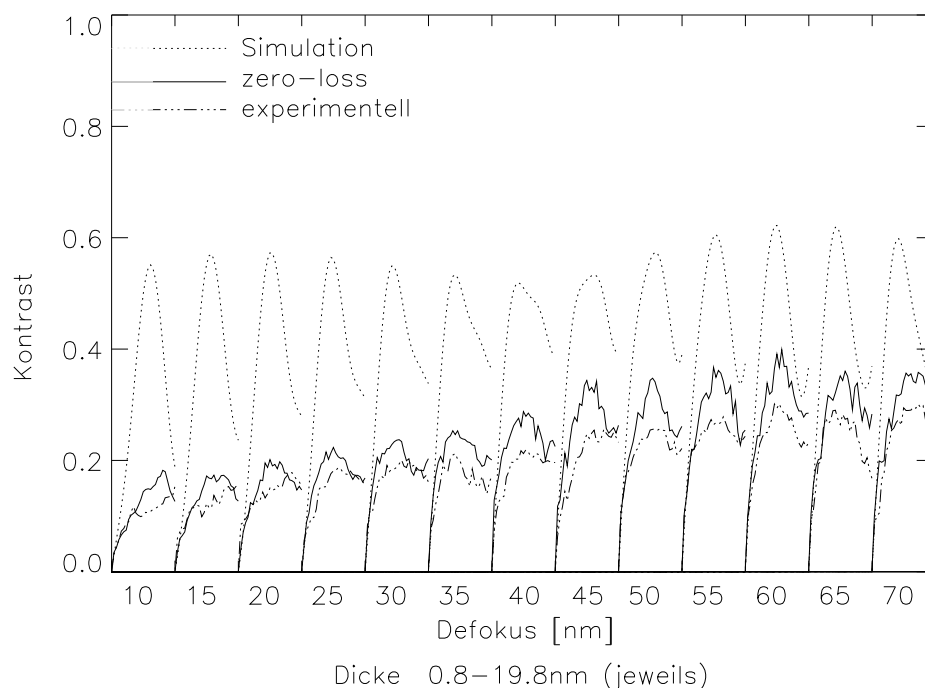


Bild 8.16: Bildkontraste in Abhängigkeit vom Defokus als Funktion der Dicke für experimentelle, zero-loss und simulierte Elementarzellen

8.10 Einfluss der Probenverkipfung auf den Bildkontrast

Unter Probenverkipfung versteht man die Abweichung der Orientierung der Probe von der eingestellten Hauptzonenachse. Bedingt durch die Differenz zwischen Zonenachse des Kristalls und der Strahlrichtung kommt es nach O'Keefe [4] zu einer Asymmetrie des projizierten Potentials in Richtung der Verkipfung und zu einer Reduzierung und Verbreiterung des Streupotenzials der Probe. Durch die Reduzierung des Streupotenzials entsteht der Eindruck einer kleineren Probendicke, was als Begründung dafür gedeutet werden kann, dass die Probendicken bei der Auswertung von Hochauflösungsaufnahmen zu niedrig erscheinen. Die besten Übereinstimmungen von experimentellen und simulierten Bildstrukturen werden von Hýtch [7] bei eindeutig zu niedrigen Probendicken erreicht.

Der daraus resultierende geringere Anteil nichtlinearer Streuung kann ihren Ursprung in einer Probenverkipfung haben.

Die Folgen einer Probenverkipfung machen sich beim Vergleich von verkippten und unverkippten Bildern durch eine Asymmetrie der Bildstrukturen bemerkbar, siehe Kap. 7.3.

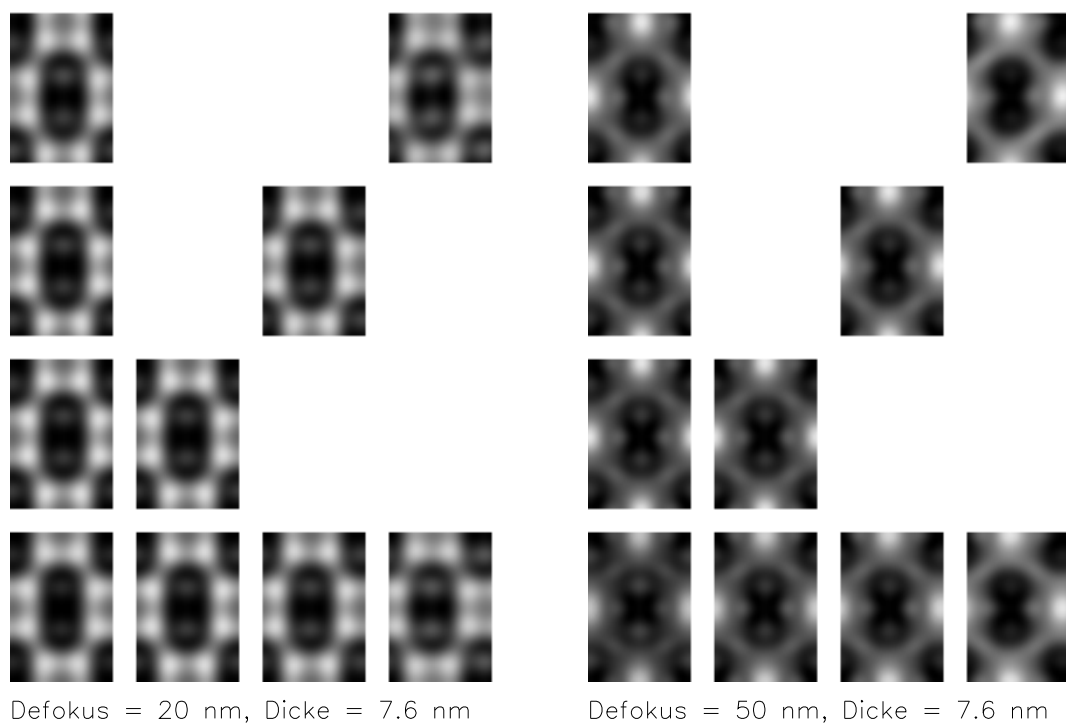
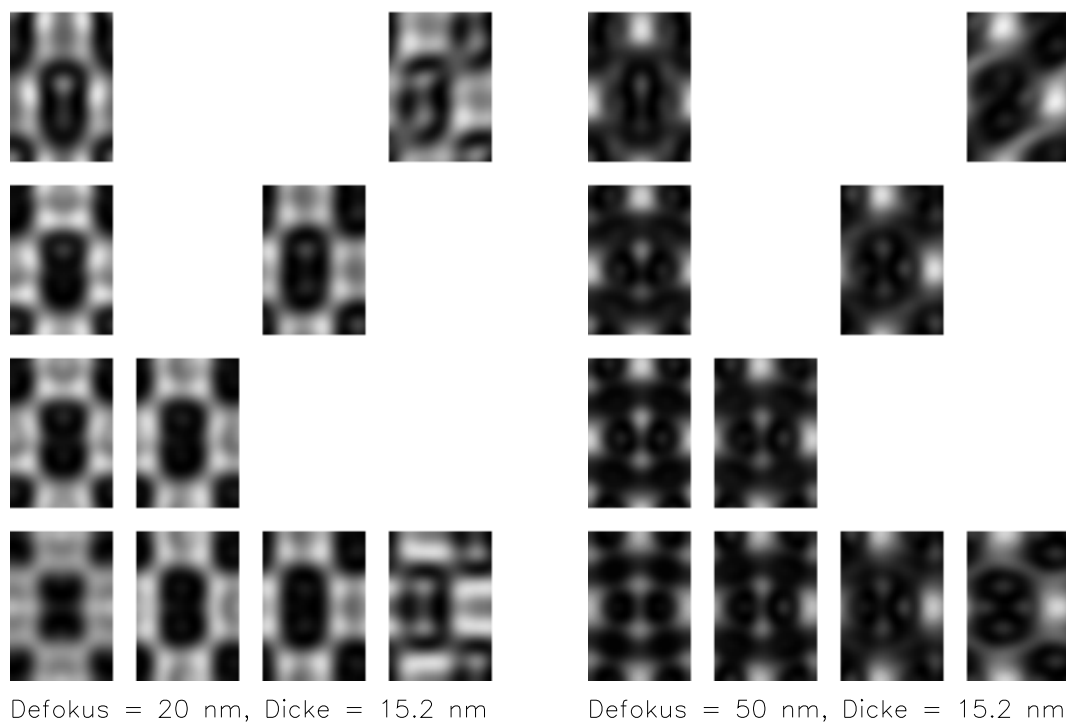
Als Einfluss auf den Bildkontrast wird eine dickenabhängige Kontrastreduktion erwartet, sowie eine Verschiebung der Extinktionslänge zu höheren Werten der Probendicke.

Bild 8.17 zeigt vier verschiedene Verkippungstableaus für zwei Dicken (7.6 nm und 15.2 nm) sowie verschiedenen Defokussierungen von ($\delta f = 20$ nm und 50 nm). Die Kipprichtungen und -beträge der Tableaus sind in der zugehörigen Tabelle angegeben. Diese Werte entsprechen den Braggwinkeln der zugehörigen Netzebenenschar. Beispielsweise entspricht der Index $\langle 0,0,2 \rangle$ einer Verkippung in diese Richtung um den Winkel von ca 2 mrad (siehe Gl. 3.28).

Bei den zwei Tableaus mit der Probendicke von 7.6 nm bleibt das Strukturmuster auch bei hoher Verkippung nahezu erhalten. Die Bildsymmetrie wird nur sehr schwach beeinflusst. Die Hantelstrukturen sind bei einer Defokussierung von $\delta f = 50$ nm noch deutlich auflösbar, lediglich die nichtlinearen Bildbeiträge sind etwas undeutlicher ausgeprägt.

Im Gegensatz dazu spielt die Probenverkippung bei der Dicke vom 15.2 nm eine sehr große Rolle. Die Bildsymmetrie wird durch die Verkippung zum Teil sehr stark reduziert. Durch die Probenverkippung werden nichtlineare Reflexe erzeugt, die im unverkippten Fall entweder gar nicht, oder nur sehr schwach ausgeprägt sind. Dieses kann zu einer Invertierung des Kontrastes führen, d.h die Intensität der nichtlinearen Reflexe dominieren über die linearen. Dieses wird bei der Defokussierung $\delta f = 20$ nm und der Probenverkippung um $\langle 4,4,0 \rangle$ besonders deutlich. Dabei bildet sich auf einer Atomposition ein heller Fleck aus, der im unverkippten Fall fehlt. Dadurch entstehen Strukturen, die schon bei relativ kleinen Verkippungen zu großen Bildunterschieden führen. So existiert bei der Defokussierung $\delta f = 50$ nm und der Probenverkippung um $\langle 4,4,0 \rangle$ praktisch keine Bildähnlichkeit mehr.

Überraschenderweise kommt es jedoch zu keiner Kontrastreduzierung. In den Bildern 8.18 und 8.19 wird der geringe Einfluss der Probenverkippung bei kleinen Dicken sehr deutlich, jedoch steigt der Bildkontrast nach dem ersten Kontrastmaximum bei ca 10.6nm zum Teil sehr deutlich an. Es kommt somit zu einer überraschenden Kontraststeigerung. Die naive Vorstellung des reduzierten Potentials und der damit verbundenen schwächeren Wechselwirkung der Elektronen mit dem Kristall ist somit nicht mehr haltbar. Vielmehr handelt es sich um nichtlineare Beugungseffekte, die durch die asymmetrische Potenzialverbreiterung und -erniedrigung zu unvorhersehbaren Effekten führen können. Hingegen entspricht die Vergrößerung der Extinktionslänge in Abhängigkeit vom Kippwinkel den Erwartungen.



$\langle 0,0,4 \rangle$	$\langle 4,4,4 \rangle$
$\langle 0,0,2 \rangle$	$\langle 2,2,2 \rangle$
$\langle 0,0,1 \rangle$	$\langle 1,1,1 \rangle$
$\langle 0,0,0 \rangle$	$\langle 1,1,0 \rangle$ $\langle 2,2,0 \rangle$ $\langle 4,4,0 \rangle$

Bild 8.17: Probenverkipplungs-Tableaus für verschieden Dicken und Defokussierungen. Die Verkipplungen der Tableaus sind in der Tabelle definiert, dabei ist unten links jeweils die unverkippte Aufnahme.

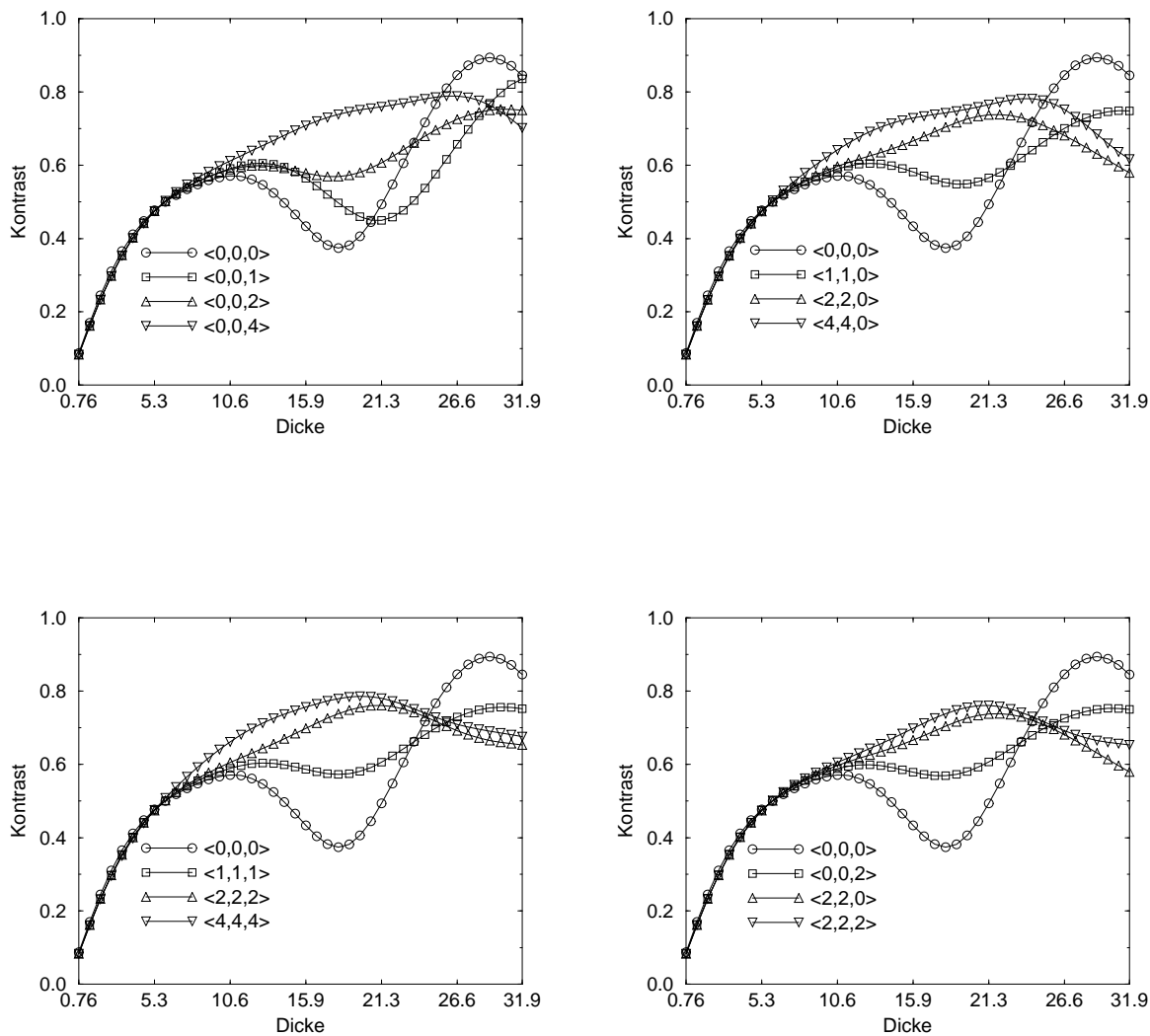


Bild 8.18: Kontrastverhalten bei verschiedenen Probenverkipungen in Abhängigkeit von der Verkipprichtung bei einer Defokussierung von $\delta f = 50 \text{ nm}$. Unten, rechts ein Vergleich von verschiedenen Kipprichtungen bei vergleichbaren Kippwinkeln.

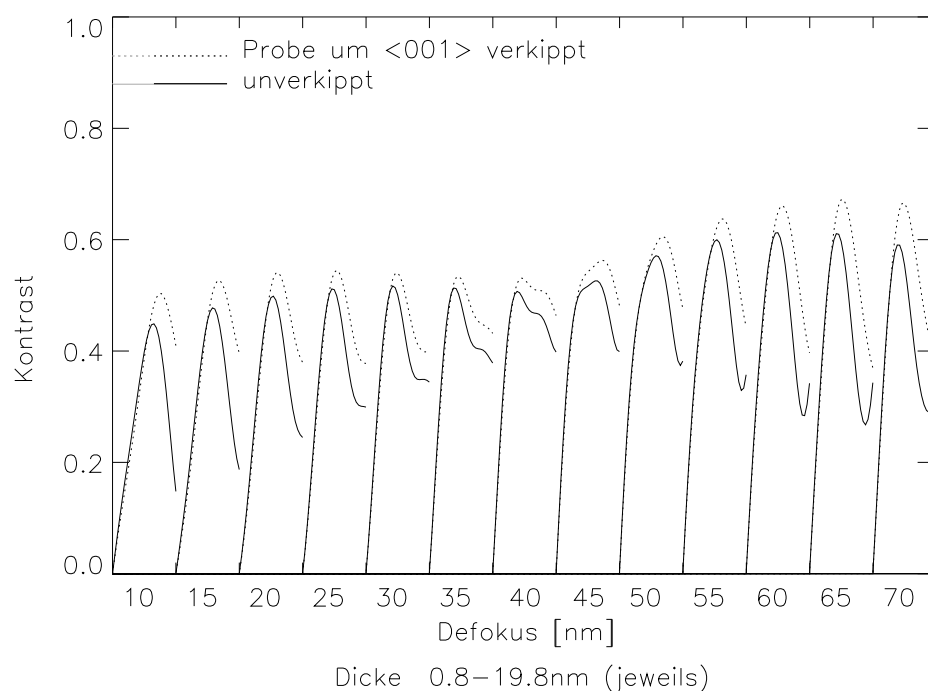


Bild 8.19: Abhängigkeit der Bildkontrastes von der Defokussierung bei verschiedenen Probenverkippungen

8.11 Einfluss der Strahlverkippfung auf den Bildkontrast

Unter Strahlverkippfung versteht man die Abweichung der tatsächlichen Strahlengangs von der optischen Achse des HRTEM. Eine ungenaue Justierung des Mikroskops zu Beginn der Untersuchung, oder der Einfluss der Instabilitäten der Linsenströme, können zur Strahlverkippfung führen. Konstruktionsbedingte Justierungsfehler des Mikroskops (z.B. drei-zähliger Astigmatismus und eine Abweichung des Spannungszentrums von der koma-freien Achse) begrenzen die Genauigkeit der Strahljustierung. Eine koma-freie Bild ist somit nur bedingt möglich. Daher kann man a priori nie von einem unverkippten Strahl ausgehen.

Eingehende Untersuchungen der Strahlverkippfung auf die Bildqualität wurden beispielsweise von von Schaible [62] und Wood [36] durchgeführt. Die Untersuchungen

beschränkten sich jedoch nur auf Bildstrukturen und nicht auf Bildkontraste. In der vorliegenden Arbeit wird schwerpunktmäßig der Einfluss der Strahlverkipfung auf den Bildkontrast untersucht.

Strahlverkippte Elektronen durchdringen den Probenkristall mit einem Winkel relativ zu der Hauptzonenachse des Kristalls. Die daraus resultierende Wirkung auf den Bildprozess entspricht einer Probenverkipfung. Der Unterschied ist lediglich, dass in diesem Fall die Probe exakt in Zonenachse ausgerichtet ist und der Strahl von der optischen Achse abweicht. Die Wirkung ist jedoch laut Ishizuka [17] identisch. Somit ist bei einer Strahlverkipfung die Wirkung von Probenverkipfung implizit enthalten.

Bei der anschließenden Propagation der Elektronenwelle durch die Objektivlinse kommt es zu einer asymmetrischen Phasenschiebungen der Objektwellenfunktion durch das Magnetfeld der Linse. Gegenüberliegende Raumfrequenzen (z.B. [111] und [-111]) erfahren in Abhängigkeit vom Verkipfungswinkel auf diese Weise asymmetrische Phasenschiebungen. Bedingt durch diese Asymmetrie werden durch die Interferenz der Wellenfunktionen der einzelnen Reflexe asymmetrische Strukturen in der Bildebene generiert. Zusätzlich zu Asymmetrien kommt es zu zusätzlichen Strukturen, die im Vergleich zum unverkippten Bild die Bildstrukturen weiter verändern. Die Wirkung der Strahlverkipfung ist somit deutlich stärker (bei vergleichbarem Kippwinkel) als die Probenverkipfung, wobei die Wirkung der unterschiedlichen Phasenlage der einzelnen Reflexe den größten Anteil ausmacht.

Bild 8.20 zeigt wiederum ein Verkipfungs-Tableau für verschieden Kipprichtungen und Kippgraden. Offensichtlich ist die Wirkung der Strahlverkipfung deutlich stärker als die der Probenverkipfung. Ab einem Verkipfungswinkel von $\langle 1,1,1 \rangle$ ist die gesamte Bildsymmetrie zerstört. Dabei ist die Wirkung nahezu unabhängig von der Probendicke. Die noch verbleibende Abhängigkeit von dieser ist auf den Probenverkipfungsanteil zurückzuführen. Somit ist tatsächlich die asymmetrische Phasenschiebung die Hauptursache der Bildasymmetrien. Aus Bild 8.21 lässt sich keine eindeutige Aussage über die Wirkung von Strahlverkipfung auf den Bildkontrast treffen. Die unverkippten Bildkontraste liegen zum Teil über, teilweise jedoch auch unterhalb den verkippten. Durch die asymmetrische Phasenlage gegenüberliegender Reflexe kommt es zu nicht vorhersehbarem Kontrastverhalten. Lediglich das Verhalten der Extinktionslänge erfüllt die Erwartungen. In Bild 8.22 deutet sich ein weiteres Merkmal von Strahlverkipfung an. Man kann hier eine leichte Abhängigkeit des Bildkontrastes von der Defokussierung entdecken. Dieses ist auf die Wirkung der zusätzlichen Phasenschiebung durch den Defokusanteil der Wellenübertragungsfunktion auf die Phasenlage gegenüberliegender Reflexe zurückzuführen. Die Phasenschiebung der einzelnen Reflexe durch Defokussierung ist von ihrem Abstand von

der optischen Achse abhängig ($\Delta\phi \sim |\vec{k}|$). Somit verstärkt die Defokussierung die Verkippung, und erhöht somit deren Einfluss bei höherem Defokus. Deutlich wird dieses jedoch erst bei Verkippungen, bei denen die Bildstrukturen durch Asymmetrie nahezu vollständig zerstört werden.

8.12 Einfluss der Entfaltung der experimentellen Aufnahmen mit der PSF auf den Bildkontrast

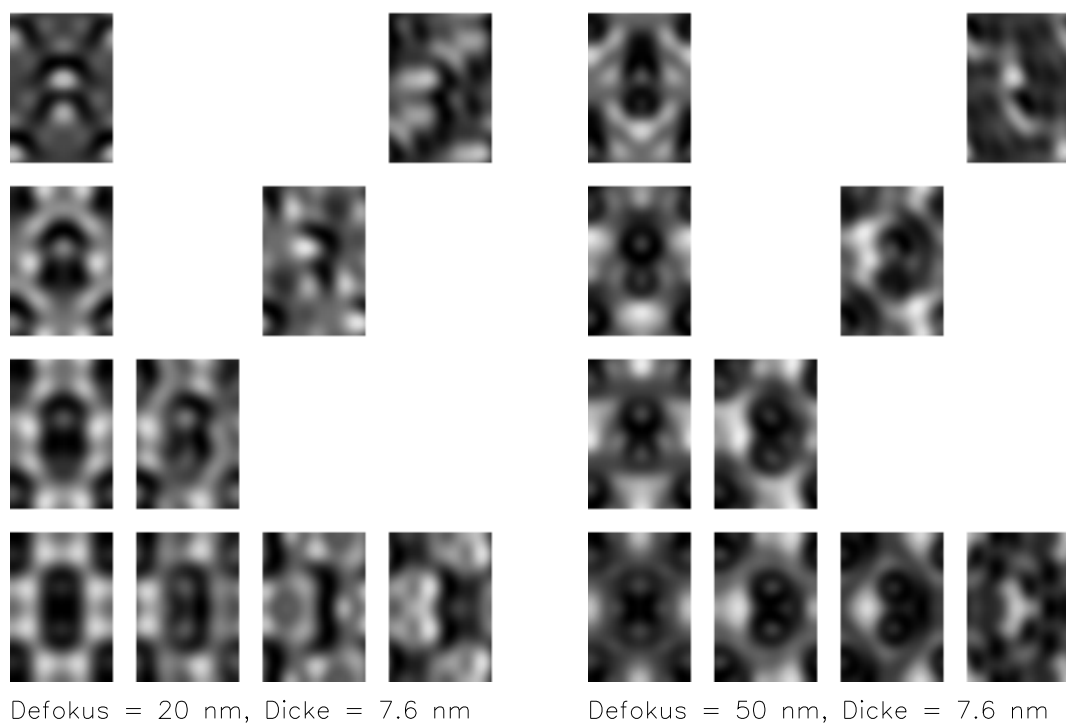
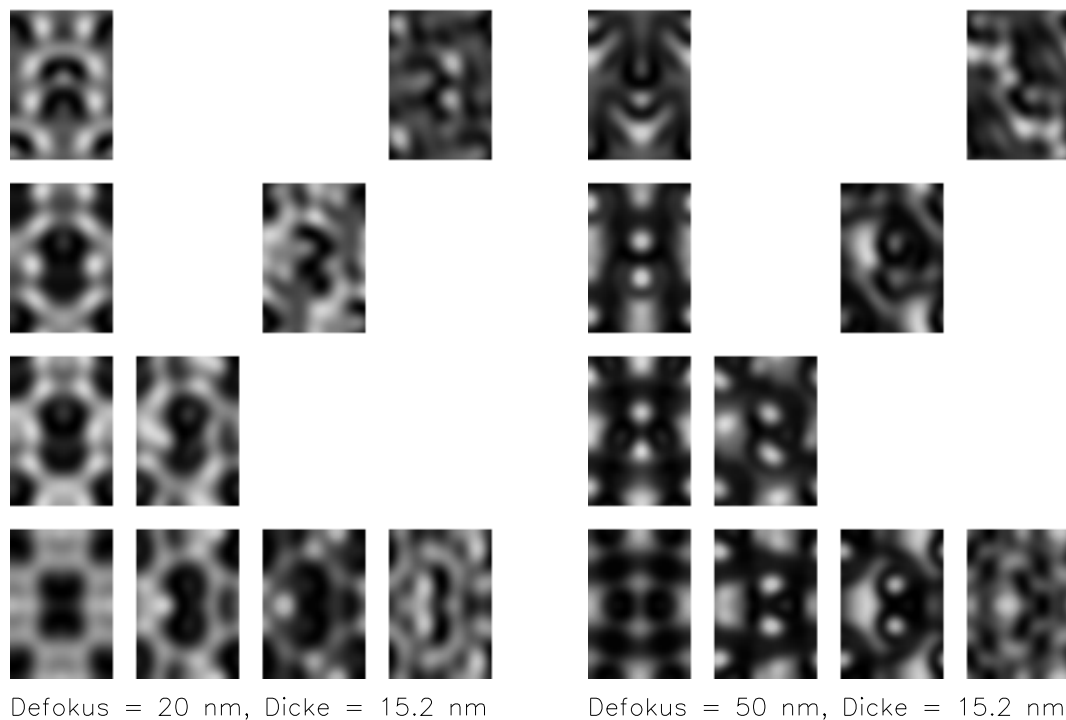
Bei den bisherigen Untersuchungen zum Kontrastverhalten wurde der Einfluss des Detektors auf den Bildkontrast nicht berücksichtigt. Für eine vollständige Betrachtung muss jedoch das charakteristische Verhalten der unterschiedlichen Detektoren berücksichtigt werden, da die Verwaschung der Bildinformation auf mehrere Nachbarpixel (siehe Kap. 4) einen Einfluss auf den Bildkontrast erwarten lässt.

Zum qualitativen Verständnis der Effekte ist die Betrachtung im Ortsraum sehr anschaulich, für die quantitative Auswertung ist jedoch der dazu inverse k-Raum geeigneter, da hier Aussagen über die spezifischen Ortsfrequenzen des Bildes möglich sind. Zur Auswertung der experimentellen Bilder wurden die einzelnen Elementarzellen zu einem 512x512 großen Bild periodisch fortgesetzt. Dadurch wurde erreicht, dass ein experimentelles Bild zur weiteren Analyse zur Verfügung stand, das nicht nur eine Elementarzelle umfasst, sondern einen ganzen Bereich einheitlicher Dicke und Defokus darstellt. Das periodisch fortgesetzte Bild wurde fouriertransformiert und durch die MTF der GATAN CCD Kamera des JEM ARM 1250 dividiert. Anschließend wurde der Bildkontrast bestimmt und mit dem ursprünglichen bzw. dem simulierten verglichen.

In Bild 8.23 zeigt die Kontrastkurven von drei (experimentell, experimentell und entfaltet, simuliert) Dicken/Defokus-Tableaus. Der Einfluss der Entfaltung auf den Bildkontrast von experimentellen Aufnahmen im Vergleich zu nicht entfaltetten Aufnahmen und zur Simulation ist hier dargestellt.

Durch die Entfaltung erhöht sich der Bildkontrast um ca 25 Prozent. Dieser große Einfluss kann mit dem Verlauf der MTF (siehe Bild 8.24) erklärt werden. In diesem Bild sind neben der MTF auch die wichtigsten Raumfrequenzen von Si in $\langle 110 \rangle$ -Orientierung eingetragen.

Die resultierenden Intensitäten nach der Aufzeichnung mit dem Detektor ergeben sich durch Multiplikation des ursprünglichen Wertes mit der MTF. Somit erfolgt eine starke Dämpfung schon bei kleinen Raumfrequenzen. Schon die $\langle 111 \rangle$ -Raumfrequenz wird dabei um ca. 20 Prozent reduziert. Bei höheren Frequenzen ist der Einfluss



$\langle 0,0,2 \rangle$			$\langle 2,2,2 \rangle$
$\langle 0,0,1 \rangle$		$\langle 1,1,1 \rangle$	
$\langle 0,0,0.5 \rangle$	$\langle 0.5,0.5,0.5 \rangle$		
$\langle 0,0,0 \rangle$	$\langle 0.5,0.5,0 \rangle$	$\langle 1,1,0 \rangle$	$\langle 2,2,0 \rangle$

Bild 8.20: Strahlverkipplungs -Tableaus für verschieden Dicken und Defokusierungen. Die Verkipplungen der Tableaus sind in der Tabelle definiert, dabei ist unten links jeweils die unverkippte Aufnahme.

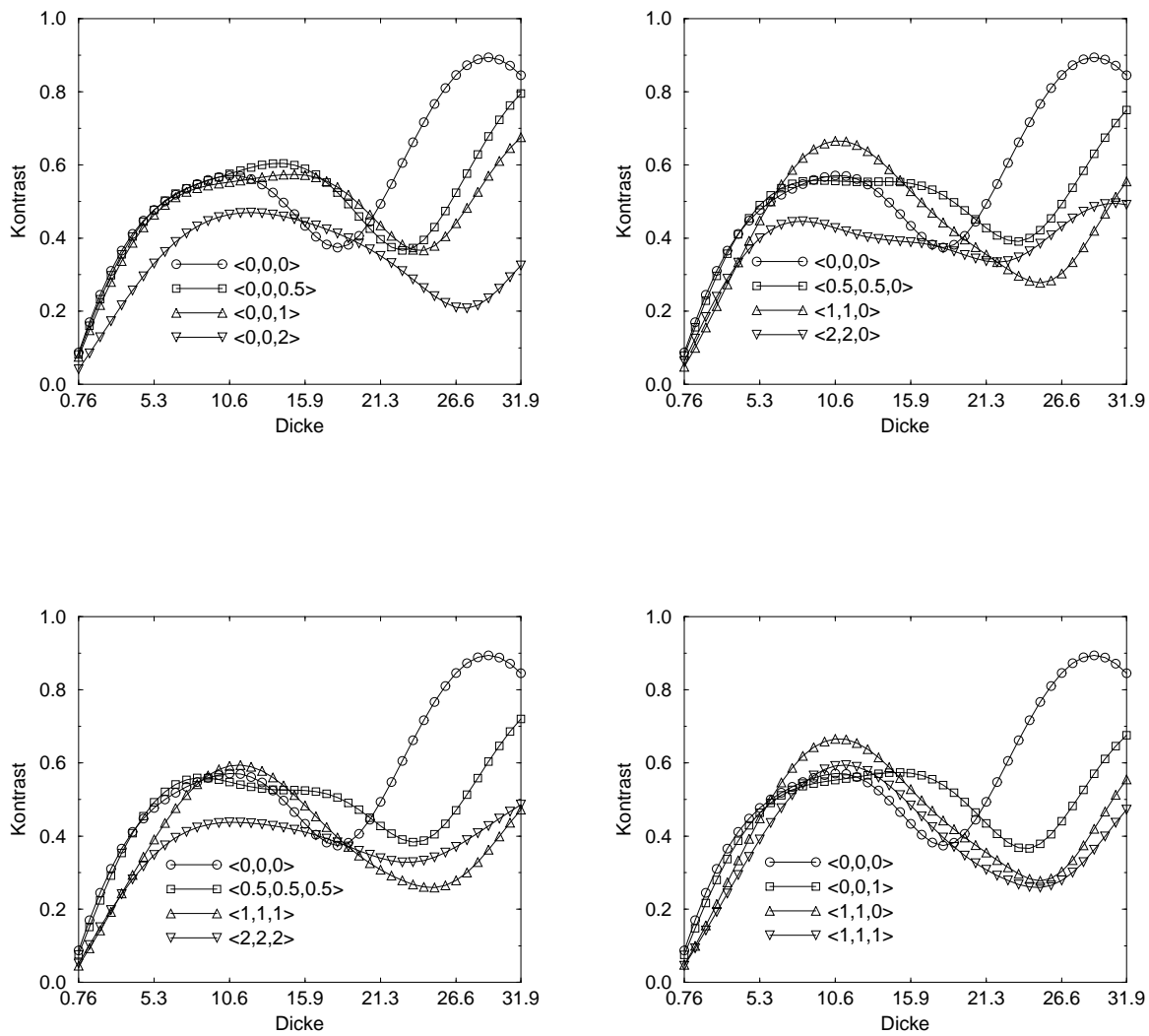


Bild 8.21: Kontrastverhalten bei verschiedenen Strahlverkippen in Abhängigkeit von der Verkipprichtung bei einer Defokussierung von $\delta f = 50$ nm. Unten rechts ein Vergleich von verschiedenen Kipprichtungen bei vergleichbaren Kippwinkeln.

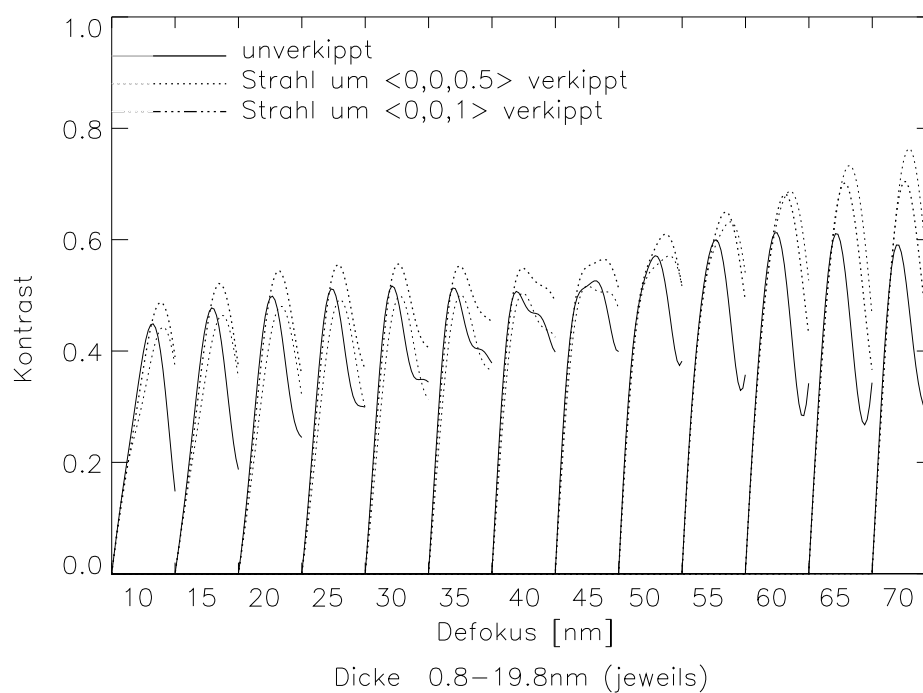


Bild 8.22: Abhängigkeit der Bildkontrastes von der Defokussierung bei verschiedenen Strahlverkippungen

natürlich noch viel höher. Dem entsprechend wird der Bildkontrast durch die Entfaltung erhöht. Bei Berücksichtigung der MTF wird die Differenz zwischen Simulation und Experiment drastisch verkleinert. Experimentelle Bildkontraste erreichen bis zu 90 Prozent der simulierten. Tatsächlich gibt es bei großer Dicken Bereiche, in denen die experimentellen Kontraste über den simulierten liegen. Dieses liegt jedoch in erster Linie an Verschiebungen der Extinktionslänge bedingt durch Verkippungen von Strahl und Probe in einem Bereich, der innerhalb der Justierungsgenauigkeit liegt.

Der Einfluss der Entfaltung ist für alle Dicken und Defokussierungen nahezu identisch. D.h. es resultiert eine sehr gleichmäßige Erhöhung des Bildkontrastes, obwohl die Raumfrequenzen, die im Bild vorhanden sind, sehr stark von Dicke und Defokus abhängen. Auch dieser Punkt lässt sich erklären. Während höhere Raumfrequenzen sehr stark von der Dicke und der Defokussierung abhängen ist die $\langle 111 \rangle$ -

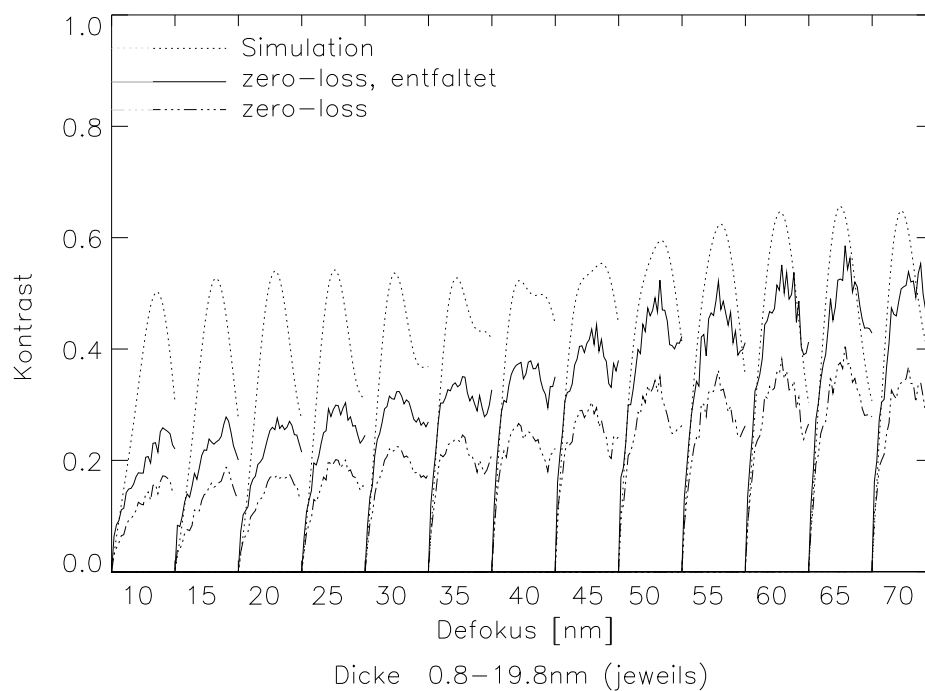


Bild 8.23: Einfluss der Entfaltung mit der PSF auf den Bildkontrast bei energiegefilterten Aufnahmen

Raumfrequenz immer deutlich vorhanden. Die Vermutung liegt somit nahe, dass das Kontrastverhalten hauptsächlich vom der $\langle 111 \rangle$ -Raumfrequenz dominiert wird. Auf diesen Punkt wird im nächsten Abschnitt ausführlicher eingegangen. Die relative Übereinstimmung zwischen Simulation und Experiment zeigt eine Defokusabhängigkeit. So kommt es bei niedrigen Defokusierungen zu einer Übereinstimmung von ca 50%, bei höheren sind bis zu 90%.

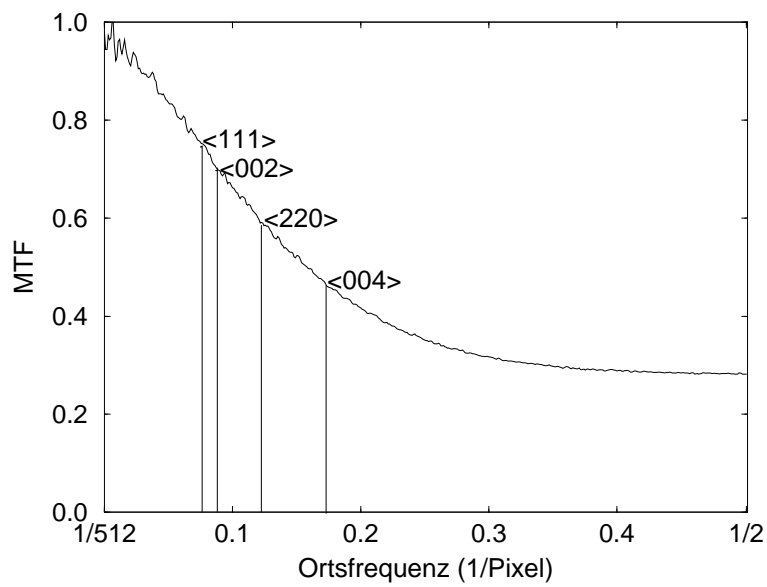


Bild 8.24: Modulationstransferfunktion der GATAN CCD-Kamera des JEM ARM 1250. Dargestellt sind auch die wichtigsten Raumfrequenzen von $Si<110>$.

8.13 Raumfrequenzanalyse unter simulierten und experimentellen Bedingungen

Bei den bisherigen Untersuchungen des Bildkontrastes wurden die Informationen aus dem Realraum gewonnen, d.h. aus der Bildstruktur jeder Elementarzelle wurde ein Wert berechnet, der Bildkontrast. Die Komplexität der jeweiligen Bildstruktur war dabei nicht ausschlaggebend. Detaillierte Informationen über den Einfluss von Raumfrequenzen, die zur Komplexität der Bildstruktur beitragen, gehen dabei verloren.

Der Einfluss der einzelnen Raumfrequenzen (die im linearen Fall Netzebenen-scharen zugeordnet werden können) auf den Bildkontrast soll durch eine Analyse der Intensitäten des Diffraktogramm erfolgen. Es soll analysiert werden, in wie weit aus dem Verhalten der einzelnen Raumfrequenzen die noch verbleibende Abweichungen zwischen Simulation und Experiment erklärt werden können.

Für die Untersuchungen der Intensitäten der Peaks im Diffraktogramm wurden die Elementarzellen eines Dicken/Defokus-Tableaus von energiegefilterten und entfalten experimentelle Aufnahmen mit simulierten verglichen. Dazu wurden die alle Elementarzellen einzeln Fourier-transformiert. Aus den dadurch erzeugten Bildern wurden die Werte der Intensitätspeaks der einzelnen Raumfrequenzen in Abhängigkeit von Probendicke und Defokussierung bestimmt. In den folgenden fünf Abbildungen (8.25 - 8.28) sind die wichtigsten Raumfrequenzen ($\langle 111 \rangle$, $\langle 220 \rangle$, $\langle 002 \rangle$, $\langle 004 \rangle$, $\langle 113 \rangle$) von $\text{Si}\langle 110 \rangle$ in Abhängigkeit von Dicke und Defokussierung für energiegefilterte, entfaltete und simulierte Aufnahmen dargestellt.

Die Intensität bei der den (111)-Netzebenen-schar zugeordneten $\langle 111 \rangle$ -Raumfrequenz erreicht Werte, die von den Ergebnissen der Kontrastanalyse erwartet wurden. Höhere Raumfrequenzen bleiben jedoch deutlich unter den Erwartungen oder zeigen ein Verhalten, das deutlich von der Simulation abweicht. So liegt die Intensität der $\langle 002 \rangle$ -Raumfrequenz bei mittleren Defokussierungen deutlich über der Simulation. Die $\langle 004 \rangle$ -Raumfrequenz erreicht lediglich ca. 40% der Intensität der Simulation (ohne dabei auf Details des Kurvenverlaufs einzugehen).

Höhere Raumfrequenzen werden trotz Entfaltung somit stärker gedämpft als in der Simulation. Das bedeutet, dass weitere Dämpfungsterme in der bisherigen Simulation nicht berücksichtigt wurden.

Diese sind die Probendrift und die Probenvibration. In Kapitel 8.4 erfolgte die Untersuchung des Einflusses der Probenvibration auf den Bildkontrast. Ab einer Vibrationsamplitude von ca 40 pm kommt es zu einer signifikanten Reduktion des Bildkontrastes. Da die damit verbundene Dämpfungsfunktion abhängig von der

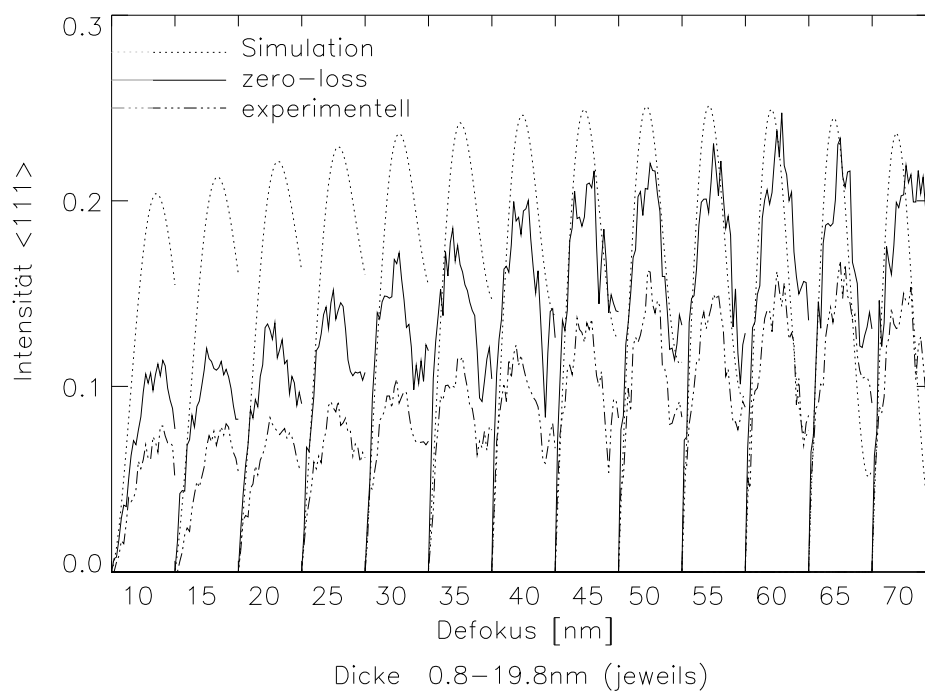


Bild 8.25: Dickenverlauf der $\langle 111 \rangle$ -Raumfrequenz für energiegefilterte, entfaltete und simulierte Aufnahmen von $\text{Si}\langle 110 \rangle$

Raumfrequenz ist, werden höhere Raumfrequenzen stärker gedämpft. Die $\langle 111 \rangle$ -Raumfrequenz wird somit schwächer beeinflusst (d.h. gute Übereinstimmung mit der Simulation), im Gegensatz dazu die $\langle 400 \rangle$ -Raumfrequenz (nur 40% der Intensität der Simulation), die eine sehr starke Dämpfung erfährt.

Die Probendrift hat einen ähnlichen Einfluss auf die Raumfrequenzen. Asymmetrien im Diffraktogramm sind ein Zeichen für Probendrift. Die Folge der Probendrift ist eine niedrigere Intensität der Raumfrequenzen der Netzebenenschar der entsprechenden Vorzugsrichtung. Die Bildstrukturen werden dadurch sehr stark beeinflusst, während der Kontrast im Bereich von experimentell beobachteten Driftwerten 8.4 nahezu unverändert bleibt. Das bedeutet, dass höhere Raumfrequenzen, die die Komplexität der Bildstruktur ausmachen, stark gedämpft werden. Niedrige Raumfrequenzen, die einen sehr hohen Einfluss auf den Bildkontrast haben, werden deutlich weniger beeinflusst. In den experimentellen Bildern wurde teilweise eine Asymmetrie der benachbarten $\langle 111 \rangle$ -Reflexe von bis zu 5% beobachtet. Dieser Wert schwankte allerdings während einer Aufnahmeserie sehr stark, was ein Indiz für eine unregelmäßige Probendrift ist.

Beim Vergleich des $\langle 111 \rangle$ -Intensitäts- mit dem Kontrastverlauf ist eine deutliche Korrelation zu erkennen. Der Kontrast wird somit maßgeblich durch die niedrigen

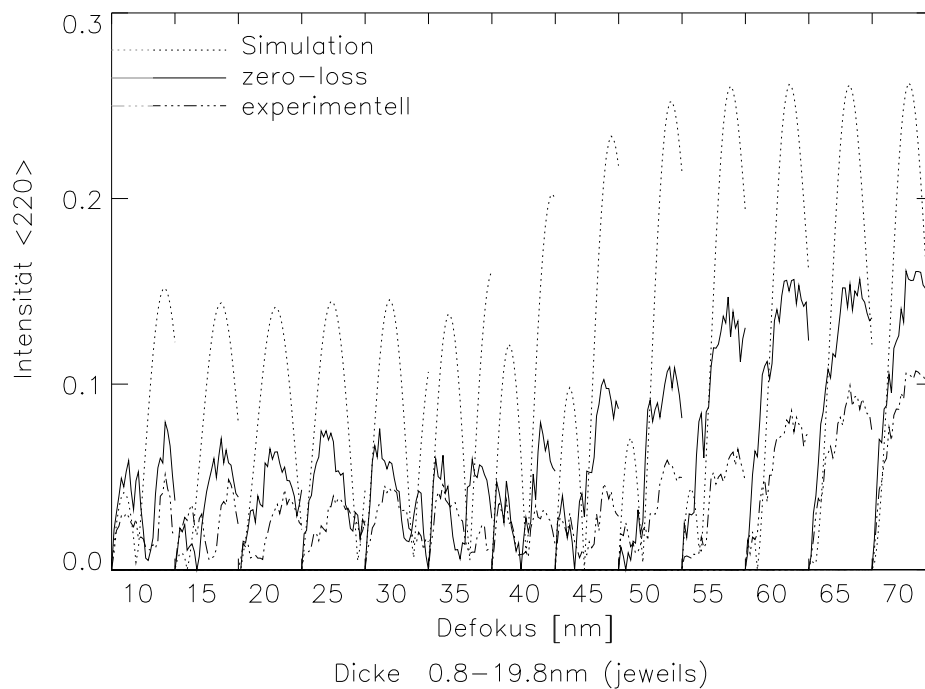


Bild 8.26: Dickenverlauf der $\langle 220 \rangle$ -Raumfrequenz für energiegefilterte, entfaltete und simulierte Aufnahmen von $\text{Si}\langle 110 \rangle$

$\langle 111 \rangle$ -Raumfrequenzen generiert. Höhere Raumfrequenzen haben auf den Bildkontrast keinen großen Einfluss.

Die Komplexität der Bildstruktur wird maßgeblich von den höheren Raumfrequenzen erzeugt. Das Vorhandensein von Probedrift und -vibration äußert sich sehr stark in einer Reduktion der Strukturdetails einer Aufnahme, jedoch weniger in einer Reduktion des Bildkontrastes. Die Güte des Kontrastes als Qualitätsmerkmal für eine elektronenmikroskopische Aufnahme ist somit nur im Zusammenhang mit einem hohen BVM gegeben.

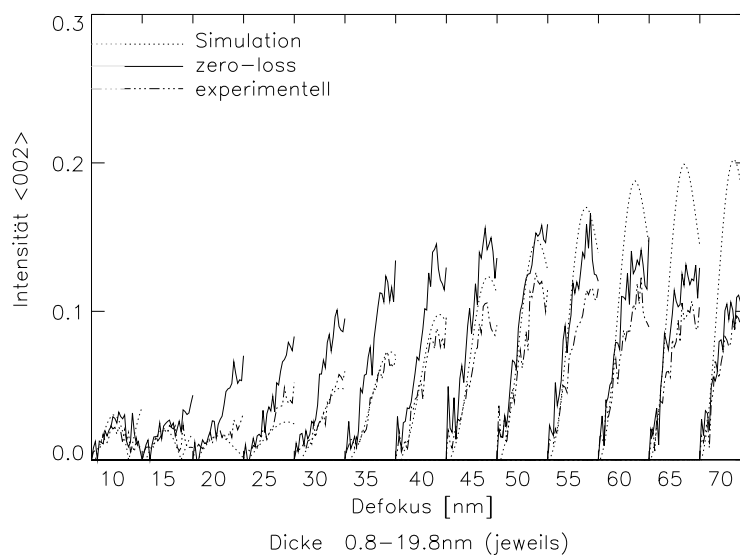


Bild 8.27: Dickenverlauf der $\langle 002 \rangle$ -Raumfrequenz für energiegefilterte, entfaltete und simulierte Aufnahmen von $Si\langle 110 \rangle$

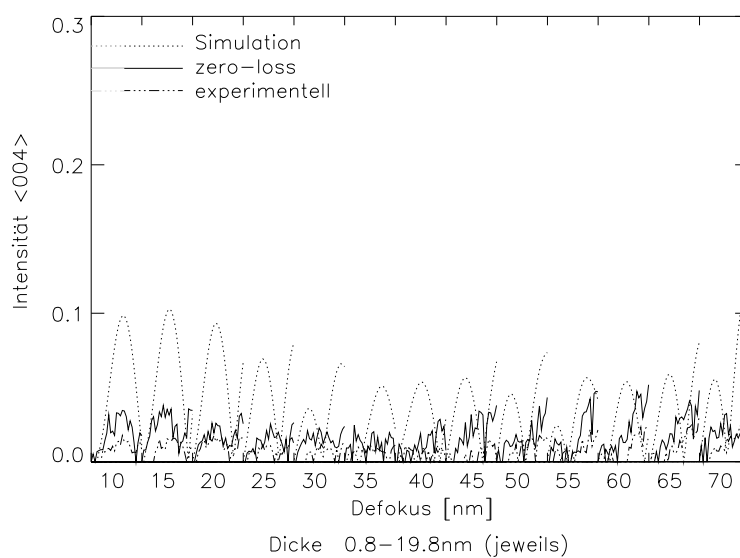


Bild 8.28: Dickenverlauf der $\langle 004 \rangle$ -Raumfrequenz für energiegefilterte, entfaltete und simulierte Aufnahmen von $Si\langle 110 \rangle$

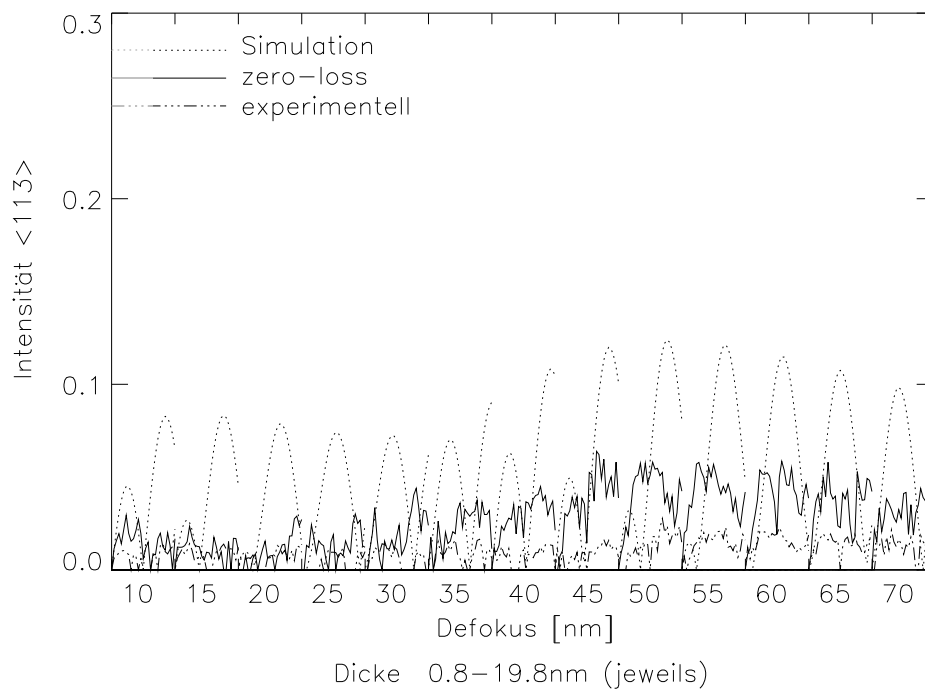


Bild 8.29: Dickenverlauf der $\langle 113 \rangle$ -Raumfrequenz für energiegefilterte, entfaltete und simulierte Aufnahmen von $\text{Si}\langle 110 \rangle$

Kapitel 9

Diskussion der Ergebnisse

Im Folgenden werden die Ergebnisse, die im Rahmen dieser Arbeit erzielt wurden, diskutiert und mit denen anderer Autoren verglichen.

Aufbauend auf den Ergebnissen von Hýtch und Stobbs [7] und von Hochmeister [11] wurden weitere Untersuchungen zur Klärung des *Kontrastproblems* der hochauflösenden Elektronenmikroskopie durchgeführt, also der Diskrepanz zwischen experimentellen und simulierten Bildkontrasten. Dabei wurden u.a. die systematischen Untersuchungsmethoden von v.Hochmeister [11], als auch neue Methoden zur Bestimmung der Abbildungsparameter angewendet. Es wurden im Vergleich zu v.Hochmeister [11] zusätzliche Einflussfaktoren auf den Bildkontrast untersucht. Das Ziel war es, den Beitrag aller dieser Faktoren zu bestimmen und somit zu einer verlässlichen Aussage zu kommen, ob die Diskrepanz zwischen simulierten und experimentellen Bildkontrasten ihren Ursprung in einer fehlerhaften mathematischen Beschreibung des Abbildungsprozesses hat, oder ob sie durch ein Zusammenspiel mehrerer experimenteller Faktoren erklärt werden kann.

Die wichtigsten Aussagen grundlegender Arbeiten auf diesem Gebiet können folgendermaßen zusammengefasst werden:

Hýtch und Stobbs [7]: Es wurde eine extrem hohe Diskrepanz im Bildkontrast beobachtet. Das Kontrast-Verhältnis Simulation zu Experiment betrug 1:6. Die Strukturübereinstimmung war relativ gut, dabei stand allerdings die Probendicke im Widerspruch zu der Probengeometrie. Die Abhängigkeit der Intensität von der Probendicke war bei Simulation und Experiment nahezu identisch.

von Hochmeister [11]: Die Abweichung der experimentellen Bildkontraste von den simulierten war deutlich geringer als bei Hýtch und Stobbs [7]. Die Übereinstimmung der Bildstrukturen war sehr gut, der große Einfluss von nicht in den Simulationen berücksichtigten Abbildungsparametern wurde deutlich.

King et al. [46]: Bei freier Wahl des Wertes für die Probenvibration war eine sehr gute Übereinstimmung des Kontrastes und auch der Bildstruktur möglich.

[41]: Kein Abbildungsfaktor kann alleine die Abweichung erklären, weder im Kon-

trast noch in der Bildstruktur.

In der vorliegenden Arbeit wurde das Bildvergleichsmaß (BVM) von experimentellen und simulierten Bildern von Elementarzellen quantitativ verglichen. Das BVM zwischen Experiment und Simulation zeigte dabei deutliche Abweichungen vom Idealmaß 1. Werden einzelne Elementarzellen ohne detaillierte Rahmenbedingungen und Abhängigkeiten der Abbildungsparameter simuliert, führt dieses in aller Regel zu sehr guten Übereinstimmungen, wie auch bei King [46] ”[...] *almost perfect match* [...]”. Dabei wird ein Abbildungsparametersatz zur Simulation verwendet, der das BVM optimiert. Probenvibration und Probendrift sind dabei Parameter, mit deren Hilfe das BVM und der Kontrast in einem sehr weiten Bereich beeinflusst werden können. Sind hingegen bestimmte Parameter durch experimentelle Rahmenbedingungen festgelegt, z.B. die Probendicke durch Probengeometrie, einen genau definierten Defokus, eine realistische Probenvibration oder Bilderserien, dann verbleibt eine Differenz zwischen Simulation und Experiment, so auch bei Hýtch und Stobbs [7] und von Hochmeister [11].

Die Untersuchungen wurden nicht nur an einzelnen Bildern, sondern an Bilderserien durchgeführt, d.h. die Simulationsparameter müssen über die gesamte Serie konsistent sein und den experimentellen Rahmenbedingungen entsprechen. Weiterhin war der Defokus durch das in Kap. 7.2 bestimmte Verfahren und die jeweilige Probendicke durch die Probengeometrie festgelegt. Weitere Simulationsparameter (z.B. DWF, Absorption) sind Materialkonstanten. Diese müssen über die Untersuchung hinweg konstant sein. Die Strahlverkipfung muss bei allen Elementarzellen einer Aufnahme konstant sein. Es existieren somit nahezu keine Abbildungsparameter, die frei variiert werden können, um das BVM zu optimieren. Parameter, die als Freiheitsgrad zugelassen wurden, z.B. Verkipfungen, wurden auf ihre Plausibilität überprüft. So wurden keine Ergebnisse in die Diskussion übernommen, die durch empirische Parametervariation (wie z.B. extreme Probenvibration wie bei King [46]) erzielt wurden.

Tatsächliche Verbesserung der Bildübereinstimmung brachte die Durchführung einer IDIM-Analyse zur Optimierung des BVM. Hier wurden teilweise hervorragende Werte des BVM erreicht, allerdings unter Aufgabe der Parameterkonsistenz und der experimentellen Rahmenbedingungen. Die beste Übereinstimmung wurde daher auch bei sich teilweise widersprechenden Abbildungsparametern erreicht. Einen Hinweis, dass die Konsistenz der Abbildungsparameter ohne experimentelle Rahmenbedingungen nicht immer gewahrt wird, wird durch O’Keefe [4] ”[...] *ridiculously wrong thickness* [...]” gegeben, wonach die beste Bildübereinstimmung bei deutlich zu geringen Probendicken besteht.

Die Bestimmung der Abbildungsparameter mit IDIM hat sich nicht bewährt. Zur Bestimmung der Atompositionen mit IDIM kann keine Aussage gemacht werden, da

die Si-Atompositionen bei der Optimierung der Simulation mit IDIM keine variablen Parameter waren.

Grundsätzlich kann in Übereinstimmung mit Hýtch [7] gesagt werden, dass experimentelle Bildstrukturen durch Bildsimulation ausreichend gut beschrieben werden. Die verbleibenden Differenzen des BVM zwischen Simulation und Experiment sind aufgrund lokaler Unterschiede des amorphen Belages, der Verspannung des Kristalls, der leichten Proben- und Strahlverkipfung und durch weitere lokale Effekte zu erklären.

Die Abweichungen der Messwerte der Intensität von Elementarzellen in Abhängigkeit von der Probendicke in Bezug auf die Werte der Bildsimulation sind im Allgemeinen gering. Dieses liegt einerseits an den dünnen Proben, die in der HRTEM verwendet werden (siehe auch Hýtch und Stobbs [7]), andererseits paradoxer Weise an der Komplexität des Absorptionsprozess. Dieser kann eigentlich nicht durch einen einzelnen Absorptionsparameter beschrieben werden, da verschiedene Absorptions- und Streuprozesse Elektronen, die mit der Probe wechselwirken, mit einer bestimmten Wahrscheinlichkeit aus dem Strahlengang entfernen. Dennoch wird als annähernde Lösung dieses Problems ein einziger empirischer Wert als Exponent des komplexen Streupotenzials bei der Simulation von HRTEM Aufnahmen angenommen. Dieser wird variiert, bis es zu einer ausreichenden Übereinstimmung der experimentellen Messwerte und der Simulation kommt. Dieses Verfahren beschreibt zwar die experimentell ermittelte Abhängigkeit der Intensität von der Dicke, dieses geschieht aber nur empirisch. Die Frage nach der Gültigkeit der verwendeten Methode für die Berechnung der Absorption bleibt offen.

Elektronen werden nur zum geringen Anteil von der Probe absorbiert. Dieses gilt insbesondere im Bereich der Probendicken, wie sie für die HRTEM üblich sind. Vielmehr werden sie durch Phononenstreuung zu so großen Streuwinkeln abgelenkt, dass sie die Mikroskopsäule erreichen, oder sie erreichen als inkoheränter Untergrund die Bildebene. Im Falle der Plasmonenanregung erreichen sie, allerdings durch den Farbfehler sehr stark defokussiert, ebenfalls als Untergrund die Bildebene.

Das empirische Bestimmen eines Absorptionskoeffizienten ist sehr unbefriedigend für die quantitative Auswertung von HRTEM-Aufnahmen. Für künftige Untersuchungen ist es somit wünschenswert, dass die Ergebnisse der Streuphysik im vollen Maße in die Bildsimulation der HRTEM einfließen. Dieses erfordert allerdings eine weit kompliziertere Beschreibung des inelastischen Streuvorgangs als durch einen Parameter im komplexen Potenzial, wie es zur Zeit bei der Bildsimulation HRTEM-Aufnahmen üblich ist.

Jeder Abbildungsparameter hat einen Einfluss auf den Bildkontrast. Defokus, Dicke,

Belichtungszeit, Verkippungen, Material, Detektor, Beschleunigungsspannung..., die Liste lässt sich nahezu beliebig fortsetzen. Viele Parameter lassen sich hochgenau feststellen, wie z.B. die Beschleunigungsspannung, einige müssen für das jeweilige Experiment bestimmt werden, z.B. MTF, Defokus, andere müssen abgeschätzt werden, z.B. Probendrift, amorphe Schicht. Die einzige Strategie festzustellen, ob die verwendeten Abbildungstheorien ausreichende Gültigkeit besitzen, um den Abbildungsprozess korrekt zu beschreiben, ist es, möglichst viele Parameter in die Simulation einfließen zu lassen. Danach muss man beobachten, ob die simulierten und experimentellen Werte zueinander konvergieren. Dieser Ansatz wurde bei der quantitativen Kontrastanalyse verfolgt. Es wurde versucht, die wichtigsten Abbildungsparameter zu bestimmen und ihren Einfluss auf den Bildkontrast zu ermitteln. Dabei wurde festgestellt, dass die beobachtete Diskrepanz nicht durch einen einzelnen Aberrations-Parameter im signifikanten Maß beeinflusst wurde, sondern erst durch die Summe der Auswirkung von vielen. Dieses bestätigt die Ergebnisse von Hochmeister [11].

Unter Berücksichtigung der wichtigsten Abbildungsparameter kann das *Kontrastproblem* als gelöst angesehen werden. Diese Aussage steht im leichten Widerspruch zu Aussagen anderer Autoren wie Hýtch [7] und Boothroyd [40]. Nach diesen Autoren ist die Kontrastdifferenz von Experiment zu Simulation zu groß, als dass man diese durch die Berücksichtigung weiterer Parameter in der Bildsimulation erklären könne. Allerdings stimmen beide Autoren darin überein, dass die Differenz deutlich verringert werden kann. Beide Autoren berücksichtigen jedoch nicht den gesamten Abbildungsprozess, bzw. hatten nicht die technologischen Möglichkeiten, wie sie das JEM ARM 1250 bietet: Energiefilter, CCD Kamera, mechanische und elektrische Stabilität.

Tatsächlich sind nur die ungefilterten Aufnahmen, die im Rahmen dieser Arbeit am JEM ARM 1250 erhalten wurden, im direkten Maß vergleichbar (wenn auch deutlich kontrastreicher) zu deren Ergebnissen. Auch wurde bei den Arbeiten der genannten Autoren einer der wichtigsten Punkte des Abbildungsprozess nicht berücksichtigt, der Einfluss des Detektors auf den Bildkontrast. Durch die Entfaltung der experimentellen Bilder mit der PSF wurde der Bildkontrast in der vorliegenden Arbeit deutlich verbessert.

Hingegen verbesserte die zero-loss Energiefilterung zwar den Bildkontrast, jedoch deutlich geringer als von Smith [14] erwartet wurde.

Weiterhin wurde von mehreren Autoren, O'Keefe [4], von Hochmeister [11], Hýtch [7], Boothroyd [40] vorgeschlagen, die Proben- und Strahlverkippung als eine wichtige Ursache für die zu niedrigen experimentellen Kontraste in Betracht zu ziehen. Artefakte, die durch Proben- und Strahlverkippung generiert werden, reduzierten jedoch nicht grundsätzlich den Bildkontrast, sondern zeigten eine hohe Dynamik in

Abhängigkeit von der Dicke und der Verkipprichtung. Dies deutet auf einen hohen Grad dynamischer Streu- und Bildentstehungsprozesse hin, die nicht einfach nach O'Keefe [4] durch ein reduziertes, verbreitertes Streupotenzial erklärt werden können.

Das Kontrastverhalten ist wesentlich komplexer, als man es durch anschauliche Überlegungen erwarten würde, da der Bildkontrast gegenüber der Variation vieler Parametern ein zu diesen "naiven" Überlegungen (z.B. *flacheres Potenzial bedeutet weniger Kontrast*) inverses Verhalten zeigt. Dieses trifft auch für den DWF zu. Entgegen der anschaulichen Reduktion des Streupotenzials bei steigender Temperatur zeigt die Simulation bei steigendem DWF auch einen steigenden Kontrast. Weiterhin verhält sich auch der simulierte Bildkontrast in Abhängigkeit von der amorphen Schichtdicke nicht entsprechend den ursprünglichen Erwartungen.

Die Analyse der Raumfrequenzintensitäten erfordert die Berücksichtigung weiterer Dämpfungsterme in der Simulation. Diese sind Probendrift und Probenvibration. Entsprechend der Arbeit von King [46] stellt dieser Parameter eine Methode dar, die Kontrastdiskrepanz zu reduzieren. Die Analyse der Raumfrequenzen lässt weiterhin den Schluss zu, dass der Bildkontrast maßgeblich durch die niedrig indizierten Raumfrequenzen zustande kommt. Die detaillierten Bildstrukturen, die die hochauflösende Aufnahme ausmachen, haben ihren Ursprung zwar in den höher indizierten Raumfrequenzen, diese liefern jedoch nur einen kleinen Beitrag zum Bildkontrast. Dieses ist ein Hinweis darauf, dass es nicht ausreichend ist, quantitative Bildauswertung nur anhand des *Kontrast*-Kriteriums durchzuführen. Vielmehr müssen im Hinblick auf eine umfassende Aussage zur Abbildungsqualität auch die niedrigen Raumfrequenzen entsprechend berücksichtigt werden. Dieses heißt, dass die experimentellen Bildstrukturen mit einem hohen BVM in der Simulation reproduziert werden müssen.

Die Übereinstimmung der Simulation mit dem Experiment ist nicht durchgehend befriedigend. Die verbleibende Diskrepanz muss unter dem Gesichtspunkt relativiert werden, dass nicht eindeutig feststellbare Parameter wie Probendrift, Vibrationen u.a., nicht in die Analyse eingeflossen sind, sondern nur allein stehend diskutiert wurden. Diese Effekte sollten in weiteren Untersuchungen detaillierter abgeschätzt werden.

Literatur

- [1] P. Stadelmann, *EMS - A software-package for electron diffraction analysis and HREM image simulation in material science*, Ultramicroscopy, 21 (1987), 131
- [2] P. Self und M. O'Keefe, *Calculation of diffraction patterns and images*, in [3]
- [3] P. Buseck et al., *High Resolution Transmission Electron Microscopy*, Oxford University Press (1988)
- [4] M. O'Keefe und V. Radmilovic, *Specimen thickness is wrong in simulated HR-TEM images*, ICEM, 13, Paris (1994)
- [5] W. Saxton, *Computer Techniques for Image Processing in Electron Microscopy*, Academic Press (1978)
- [6] P. Hawkes, *Computer Processing of Electron Microscope Images*, Springer (1980)
- [7] M. Hýtch und W. Stobbs, *Quantitative comparison of high resolution TEM images with image simulations*, Ultramicroscopy, 53 (1993), 191
- [8] F. Phillipp, R.Höschen, M.Osaki, G.Möbus und M. Rühle, *A new high-voltage atomic resolution microscope installed in Stuttgart approaching 1 Ångström point resolution*, Ultramicroscopy, 56 (1994), 1
- [9] K.v.Hochmeister, F. Phillipp, *Quantitative comparison of HREM images with image simulation - a contribution from high-voltage atomic resolution microscopy* in Proc. EUREM'96, Dublin, T14, CDrom (1996)
- [10] R. Höschen, W. Sigle und F. Phillipp *A drift compensating system for transmission electron micros* in Proc. EUREM'96, Dublin, T13, CDrom (1996)
- [11] K.v.Hochmeister, *Quantitativer Vergleich von Bildkontrasten der Höchstaufösenden Elektronenmikroskopie mit Bildsimulation*, Diplomarbeit, Universität Stuttgart (1996)
- [12] J. Spence, *Experimental High Resolution Transmission Electron Microscopy*, Oxford University Press (1988)
- [13] J. Spence, *The Future of Atomic Resolution Electron Microscopy for Materials Science*, Materials, Science and Engineering, R26 (1999), no. 12, 1
- [14] D.J. Smith, *The Realization Of Atomic Resolution With The Electron Microscope*, Rep. Progr. Phys. 60 (1997), 1513

- [15] L. Reimer, *Transmission Electron Microscopy*, Springer (1993)
- [16] D. Williams, C. Carter, *Transmission Electron Microscopy*, Plenum Press, New York (1996)
- [17] K. Ishizuka, *Contrasttransfer of images in TEM*, *Ultramicroscopy*, 5 (1980), 55
- [18] K. Ishizuka, in *Computer Simulation of Electron Microscope Diffraction and Images*, Eds W. Krakow and M. O'Keefe, The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale (1989)
- [19] K. Ishizuka, *Coma-free alignment of a high-resolution electron microscope with three-fold astigmatism*, *Ultramicroscopy*, 55 (1994), 407
- [20] K. Ishizuka, *New form of transmission cross coefficient for high resolution imaging*, Proc. XIIth International Congress for Electron Microscopy, San Francisco, San Francisco Press (1990)
- [21] K. Ishizuka und N. Uyeda, *A new theoretical and practical approach to the multislice-method*, *Acta Cryst. A*, 33 (1977), 740
- [22] J.E. Bonevich, L.D. Marks, *Contrast transfer theory for non-linear imaging*, *Ultramicroscopy*, 26 (1988), 312
- [23] D. Gabor, *Microscopy by reconstructed wavefront*, Proc. Roy. Soc, A , 197 (1949) und B, 64 (1950), 449
- [24] Lichte, *Bildebenenholographie mit Elektronen*, Habilitation, Tübingen (1975)
- [25] Visual Numerics, *PV-Wave, Visual Data Analysis Software* (1996)
- [26] J. Frank, *The envelope of electron microscopic transferfunctions for partially coherent illumination*, *Optik*, 38 (1973)
- [27] J. Frank, *Determination of source size and energyspread from a single electron micrograph*, *Optik*, 44 (1976), 519
- [28] R. Wade und J. Frank, *Electron microscope transferfunction for partially coherent axial illumination and chromatical defokus-spread*, *Optik*, 49 (1978), 81
- [29] J. Cowley und A. Moodie, *The scattering of electrons by atoms and crystals. A new theoretical approach*, *Acta Cryst. A*, 10 (1957), 609
- [30] R. Bierwolf, *Ein Verfahren zur Bestimmung von Abbildungsparametern und zur Rekonstruktion der Austrittswellenfunktion in der hochauflösenden Elektronenmikroskopie*, Dissertation, Universität Stuttgart (1995)

- [31] M. Hohenstein, *Rekonstruktion der Elektronen-Austrittswellenfunktion durch Abbildung mit einem Seitenband ihres Frequenzspektrums in der hochauflösenden Elektronenmikroskopie*, Dissertation, Universität Stuttgart (1991)
- [32] A. Seeger, *Four Generations of High-Voltage Electron Microscopy*, Journal of Electron Microscopy, 48 (1999), (1999)
- [33] P. Hirsch, A. Howie, R. Nicholson, D Pashley, and M. Whelan, *Electron Microscopy of Thin Crystals*, Robert E. Krieger Publishing Co, New York, 208, 276, (1977)
- [34] W.M. Stobbs and W.O. Saxton, *Quantitative high resolution transmission electron microscopy: the need for energy filtering and the advantages of energy-loss imaging*, Journal of Microscopy, 151 (1988), 171
- [35] P. Stadelmann, *Image Calculation Techniques*, Lausanne (1995)
- [36] D. Smith, W. Saxton, M. O'Keefe, G. Wood and W. Stobbs, *The importance of beam alignment and crystal tilt in high resolution electron microscopy*, Ultramicroscopy, 11 (1983), 263
- [37] H. Cerva und H. Oppolzer, *Characterisation of heteroepitaxial compound semiconductor layers and superlattices using TEM*, Prog. Crystal Growth and Charac., 20 (1990), 231
- [38] J. Frank, *Averaging of low exposure electron micrographs of non-periodic objects*, Ultramicroscopy, 1 (1975), 159
- [39] C.B. Boothroyd, R.E. Dunin-Borowski, W.M. Stobbs, C.J. Humphreys, *Quantifying the effects of amorphous layers on image contrast using energy filtered transmission electron microscopy*, Materials Research Society, Pittsburgh, MRS Symposium Proceedings, Vol. 354 (1995), 495
- [40] C.B. Boothroyd und W. Stobbs, *The contribution of inelastically scattered electrons to high resolution (110) images of AlAs/GaAs heterostructures*, Ultramicroscopy, 31 (1989), 259
- [41] C.B. Boothroyd, *Why don't HREM Simulations and Images Match*, Symposium on Image Analysis Methods in Quantitative Electron Microscopy, Schloß Ringberg, März 1997, (1997)
- [42] C.B. Boothroyd und W.M. Stobbs, *The contribution of inelastically scattered electrons to high resolution images of (Al, Ga)As/GaAs heterostructures*, Ultramicroscopy, 26 (1988), 361

- [43] K. Urban, *Radiation-Induced Processes in Experiments carried out In-Situ in the High-Voltage Electron Microscope*, phys. stat. sol. A, 56 (1979), 157
- [44] T. Gemming und M. Rühle, *Quantitative time-resolved HREM: Measurement and Correction of Specimen Movements*, Electron Microscopy 1998 Vol 1. Cancun: IOP (1998), 623
- [45] W.E. King, *Quantitative HREM Observation of the Σ 11(113)/[110] Grain Boundary Structure in Aluminium and Comparison with Atomistic Simulation*, J. Microsc. 190, (1998), 131
- [46] W.E. King and G.H. Campbell, *Determination of thickness and defocus by quantitative comparison of experimental and simulated high resolution images*, Ultramicroscopy, 52 (1993), 231
- [47] J.M. Gibson, M.L. McDonald, *Improving the signal-to-noise limits in high resolution transmission electron microscopy*, Materials Research Society, Pittsburgh, MRS Symposium Proceedings, Vol. 82 (1987), 109
- [48] T. Walther, C B. Boothroyd, C. J. Humphreys, *Strain relaxation induced local crystal tilt at Si/SiGe interfaces in cross-sectional transmission electron microscopy specimens*, Microscopy of Semiconducting Materials Vol. 146, Institute of Physics, Bristol (1995), 11
- [49] P.A. Doyle, P.S. Turner, *Relativistic Hartree-Fock X-ray and electron scattering factors*, Acta Cryst. A, 24 (1968), 390
- [50] A. Weickenmeier, H. Kohl, *Computation of absorptive form Factors for high-energy electron diffraction*, Acta Cryst. A, 47 (1991), 590
- [51] C. Deininger, G. Necker, J. Mayer, *Determination of structure factor, lattice strain and acceleration voltage by energy filtered convergent beam electron diffraction*, Ultramicroscopy, 54 (1994), 15
- [52] K.H. Herrmann und D. Krahl, *Electronic image recording in conventional electron microscopy*, Adv. Opt. Electr. Microsc., 9 (1984)
- [53] E. Zeitler, *The photographic emulsion as analog recorder for electrons*, Ultramicroscopy, 46 (1992), 405
- [54] H. Rose, *Correction of aberrations, a promising means for improving the spatial and energy resolution of energie-filtering electron microscopes*, Ultramicroscopy, 56 (1994), 12

- [55] O. Scherzer, *Über einige Fehler von Elektronenlinsen*, *Optik*, 2 (1938)
- [56] Z.L. Wang, *Dynamics of thermal diffuse scattering in high-energy electron diffraction imaging: theory and experiments*, *Phil. mag. B*, 64 (1992), 559
- [57] Z.L. Wang and J.M. Cowley, *Simulating high-angle annular dark-field STEM images including inelastic thermal diffuse scattering*, *Ultramicroscopy*, 31 (1989), 437
- [58] Z.L. Wang and D.C. Li *Dynamical diffraction of double-inelastically scattered electrons*, *Phil. mag. B*, 71 (1995), 201
- [59] F. Hosakawa, T. Osuna, M. Suzuki und T. Oikawa, *Determination of Intensity Distribution of Effective Source by means of Pix-sys-Tem*, ICEM (1990)
- [60] E.N. Leith und J. Upatnieks, *Reconstructed Wavefronts and Communication Theory*, *J. Opt. Soc. Am.*, 52 (1968), 1123
- [61] G. Möllenstedt und H. Düker, *Beobachtungen und Messungen an Biprisma-Interferenzen mit Elektronenwellen*, *Zeitschrift für Physik*, 145 (1956), 377
- [62] D. Schaible, *Untersuchung der atomaren Struktur von Halbleiter-Grenzflächen mit höchstauflösender Elektronenmikroskopie*, Diplomarbeit, Universität Stuttgart (1994)
- [63] A. Skarnulis D. Wild G Anstis, C. Humphreys, und J. Spence, *Electron microscopy and Analysis*, *Inst. Phys. Conf. Ser.*, 61 (1981), 347
- [64] G. Moebus, *Optimierung der digitalen Kontrastauswertung hochaufgelöster elektronenmikroskopischer Aufnahmen innerer Grenzflächen*, Dissertation, Universität Stuttgart (1994)
- [65] G. Möbus, *Retrieval of crystal defect structures from HREM images by simulated evolution: I basic technique.*, *Ultramicroscopy*, 65 (1996), 204
- [66] G. Möbus and G. Dehm, *Retrieval of crystal defect structures from HREM images by simulated evolution: II experimental image evaluation.* , *Ultramicroscopy*, 65 (1996), 217
- [67] Dr. A. Thust, *Diskussion anlässlich eines Vortrages auf der "Drei-Länder-Tagung"*, Regensburg, September 1997
- [68] O.L Krivanek, P.E. Mooney, G.Y. Fan, M.L. Leber und C.E. Meyer, *Slow-Scan CCD cameras for transmission electron microscopy*, *Inst. Phys. Conf. Ser.*, Bristol, IOP, (1991)

- [69] O.L. Krivanek, *Three-fold astigmatism in high-resolution transmission electron microscopy*, Ultramicroscopy, 56 (1994)
- [70] O.L. Krivanek, A.J. Gubbens, N. Delby, C.E. Meyer, *Development in EELS instrumentation for spectroscopy and imaging*, Microsc. Microanal. Microstruct., 3 (1992), 187
- [71] J.M. Zuo, M.R. McCartney, J.C.H. Spence, *Performance of imaging plates for electron recording*, Ultramicroscopy, 66 (1996), 35
- [72] J.M. Zuo, *Electron detection characteristics of slow-scan CCD camera*, Ultramicroscopy, 66 (1996), 21
- [73] S. Nufer, *Experimentelle Bestimmung der Bindungsladungsdichte der intermetallischen Verbindung FeAl mit Hilfe der quantitativer Elektronenbeugung im konvergenten Bündel*, Diplomarbeit, Universität Stuttgart (1998)
- [74] T. Gemming, *Quantitative Untersuchungen von Werkstoffstrukturen bei atomarer Ortsauflösung*, Dissertation, Universität Stuttgart (1998)
- [75] W. Nüchter, *Modern Detectors for Image Acquisition in Electron Microscopy*, Proc. EUREM'96, Dublin, T15, CDrom (1996)
- [76] A.L. Weickenmeier et al., *Bildgebende Detektoren in der Quantitativen Transmissions-Elektronenmikroskopie* Optik, 106 Suppl. 7:4 (1997)
- [77] A.L. Weickenmeier W. Nüchter und J. Mayer, *Quantitative characterisation of point spread function and detection quantum efficiency for a YAG scintillator slow scan CCD camera* Optik, 4 (1995), 147
- [78] Lei Fang und H.J. Tiziani, *Eine neue Methode zur Bestimmung der MTF aus dem Kantenbild*, Optik, 74 (1986), 17

Kapitel 10

Anhang

10.1 Rechenregeln für Fourier-Algebra

Rechenregeln für Fourier-Algebra, ohne Beweis (für eine Dimension):

Fouriertransformation (F):

$$u(x) = \int_{-\infty}^{+\infty} U(k)e^{2\pi i k x} dk \iff U(k) = \int_{-\infty}^{+\infty} u(x)e^{-2\pi i k x} dx \quad (10.1)$$

$$u(x) = \mathcal{F}(U(k)) \iff U(k) = \mathcal{F}^{-1}(u(x)). \quad (10.2)$$

Faltungssatz:

$$w(x) = \int_{-\infty}^{+\infty} u(x-x')v(x')dx' = \int_{-\infty}^{+\infty} u(x')v(x-x')dx' \iff W(k) = U(k)V(k) \quad (10.3)$$

$$w(x) = u(x) * v(x) = v(x) * u(x). \quad (10.4)$$

Mit folgenden Definitionen kann 3.5 umgeschrieben werden:

$$\Psi_O(x_O, y_O) := \mathcal{F}(S_O(g_O, h_O)) \quad (10.5)$$

$$S_O(g_O, h_O) := \mathcal{F}^{-1}(\Psi_O(x_O, y_O)) \quad (10.6)$$

$$\Psi_B(x_B, y_B) := \mathcal{F}(S_B(g_B, h_B)) \quad (10.7)$$

$$S_B(g_B, h_B) := \mathcal{F}^{-1}(\Psi_B(x_B, y_B)) \quad (10.8)$$

$$G(x_B - x_O, y_B - y_O) = \mathcal{F}(T(g, h)) \quad (10.9)$$

$$T(g, h) = \mathcal{F}^{-1}(G(x_B - x_O, y_B - y_O)) \quad (10.10)$$

$S_O(g_O, h_B)$ bzw $S_B(g_B, h_B)$ wird als Objekt-, bzw Bildspektrum und die Funktion $T(g_B, h_B)$ als Wellenübertragungsfunktion bezeichnet. Somit lautet 3.5:

$$\Psi_B(x_B, y_B) = G(x_B - x_O, y_B - y_O) * \Psi_O(x_O, y_O) \quad (10.11)$$

$$\text{bzw} \quad S_B(g_B, h_B) = T(g_B, h_B)S_O(g_B, h_B). \quad (10.12)$$

10.2 Abbildung mit an Plasmonen gestreuten Elektronen

Bild 10.1 zeigt neben der ungefilterten Aufnahme (links) eine Plasmonen-Aufnahme von Si<110> (rechts). Dabei ist ein unprozessierter und ein Bragg-gefilterter Ausschnitt dargestellt. Bei Bragg-Filterung werden die Beiträge von nichtperiodischen Bildstrukturen unterdrückt.

Das Energiefenster von 7 eV wurde auf das erste Plasmonenmaximum ($\delta E = 20 \text{ eV}$) zentriert. Die Belichtungszeit betrug 20 Sekunden. Im Diffraktogramm (rechts unten) kann man deutlich den <400>-Reflex erkennen. Im Vergleich zum ungefilterten Bild (Abbildung 10.1, rechts) unterscheiden sich die Strukturen dennoch. Verständlicherweise sind die Bildstrukturen in der ungefilterten Aufnahme wesentlich deutlicher, da die Probendrift während der Belichtungszeit bei den Plasmonenaufnahmen die Strukturen verwäscht. Dennoch gibt es einen grundsätzlichen Unterschied. Bedingt durch den Energieverlust wird die Brennweite verlängert [40]. Durch diese Energieverteilung erreichen die Elektronen die Bildebene mit einer individuellen Defokussierung. Diese führt zu einer inkohärenten Überlagerung der Bildstrukturen. Auf diese Weise erzeugen alle Elektronen nach einem Energieverlust unabhängig vom Kohärenzgrad einen diffusen Untergrund.

10.3 Delokalisierung gestreuter Elektronen

Elektronen gelten als delokalisiert, wenn der Ort der Registrierung in der Bildebene nicht dem Ort der Wechselwirkung in der Probe entspricht, d.h. das Elektron wurde durch Prozesse, die nicht der Wirkung der Objektivlinse oder des Kristallgitters zugeschrieben werden können von ihrer Bahn abgelenkt.

Im Folgenden soll die Delokalisierung bei Plasmonen- und Phononenstreuung untersucht werden. Dazu wurde der Intensitätsverlauf von zero-loss und ungefilterten

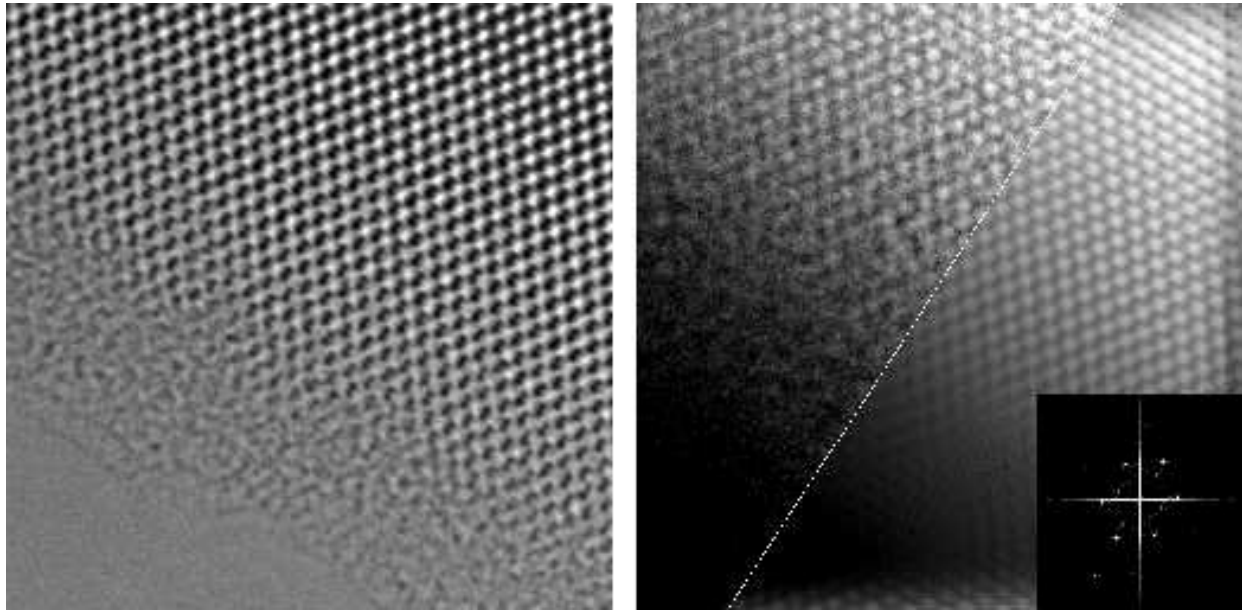


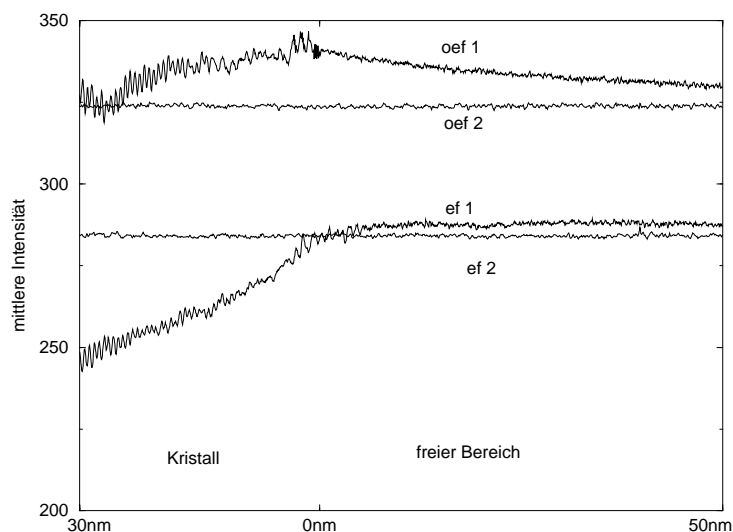
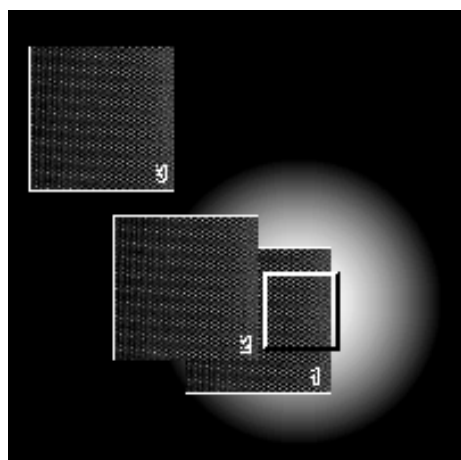
Bild 10.1: links: ungefilterte Aufnahme von Si<110>, rechts: energiegefilterte Aufnahme, das Energiefenster (7 eV) wurde auf das erste Plasmonenmaximum ($\delta E = 20 \text{ eV}$) zentriert. Die Belichtungszeit betrug 20 Sekunden, dargestellt ist ein unprozessierter und ein Bragg- gefilterter Ausschnitt. Rechts unten das Diffraktogramm der Plasmonen- Aufnahme

Si-Aufnahmen in Abhängigkeit vom Probenrand, sowohl in der Probe als auch im probenfreien Bereich, bestimmt. Bei exakter Lokalisierung aller Streuprozesse spielt der Abstand vom Probenrand im probenfreien Bereich für die Bildintensität keine Rolle.

Es darf somit kein zusätzlicher homogener Untergrund außerhalb des Probenbereichs beobachtet werden können, wenn sich die Probe im Strahl befindet. Abbildung 10.2 (links) verdeutlicht diese Messung. Es wurden jeweils drei Aufnahmen von zero-loss und ungefilterten Aufnahmen gemacht. Bei der ersten wurde die Probe zentriert be-lichtet, bei der zweiten wurde die Probe aus dem Bildbereich verschoben. Die dritte Aufnahme bildete die Referenz für die Strahlintensität, wobei die Probe sich nicht im Strahl befand. Bild 10.2 (rechts) zeigt die Ergebnisse dieser Messungen.

10.3.1 Diskussion zur Delokalisierung

Im ungefilterten Fall liegt die Intensität bei bestrahlter Probe über der Referenz. Dies bedeutet, dass Elektronen, die im dicken Probenbereich gestreut werden zum Teil delokalisiert werden und im Bildraum nicht an die ihrem Streuzentrum entsprechende Stelle fokussiert werden. Die Intensität in Abhängigkeit von der Probendicke entspricht Abbildung 6.1. Im probenfreien Bereich beobachtet man einen allmähli-



*Bild 10.2: links: Aufnahmesituation für die Untersuchung des Intensitätsverlaufs, 1. Probe über dem Aufnahmebereich zentriert, 2. Probe daneben, 3. Probe unbestrahlt als Referenz
rechts: Intensitätsverlaufs von zero-loss (ef1) und ungefilterten Aufnahmen (oef1), zur Referenz wurde die Probe aus dem Strahl entfernt (ef2, oef2). Bei identischen Beleuchtungsbedingungen entsprechen sich ef2 und oef2 im Intensitätswert.*

chen Abfall der Intensität, der gegen einen Wert konvergiert, der etwas höher als die Referenz liegt.

Im zero-loss Fall liegt die Intensität nur gering über der Referenz. Elektronen nach inelastischer Streuung werden hier durch den Energiefilter ausgeblendet. D.h. die zusätzliche Intensität kann nur durch Elektronen kommen, die delokalisiert sind und ohne Energieverlust gestreut wurden. Thermisch diffus gestreute Elektronen haben zwar noch die volle Energie, sind jedoch a priori lokalisiert [56]. Bedingt durch den großen Streuwinkel wirkt der Öffnungsfehler jedoch sehr stark. Das resultierende Fehlerscheibchen kann dann als Delokalisierung aufgefasst werden.

Eine weitere Ursache kann in der Kohärenz der Objektwellenfunktion liegen. Diese ist im probenfreien Bereich unmittelbar neben dem Kristall nicht null, sondern fällt langsam ab.

Ebenso kann durch die Reflexion des einfallenden Strahls an der Kristalloberfläche der probenfreie Bereich beleuchtet werden und somit die Zählrate erhöht werden. Bedingt durch den großen Keilwinkel der in dieser Arbeit verwendeten Proben ist diese Erklärung sehr wahrscheinlich.

Im Bereich der Probe wird hingegen der in Abbildung 6.1 beobachtete, starke Abfall der mittleren Intensität verifiziert.

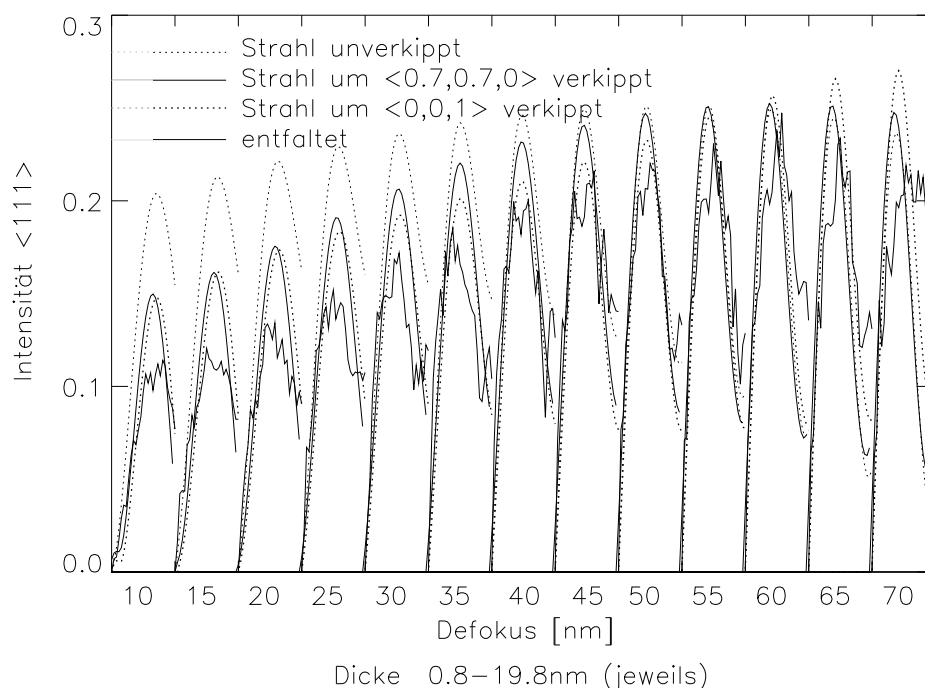


Bild 10.3: Dickenverlauf der $\langle 111 \rangle$ -Raumfrequenz für entfaltete experimentelle und mit Strahlverkippfung (um $\langle 0,0,1 \rangle$ und $\langle 0.7,0.7,0 \rangle$) simulierte Aufnahmen

10.4 Raumfrequenzanalyse unter Berücksichtigung von Strahlverkippfung

Zur Klärung der Abweichungen des tatsächlichen Intensitätsverlauf vom erwarteten wurden Raumfrequenzanalysen mit Strahlverkippfung durchgeführt. Dazu wurden Bilddatensätze für zwei orthogonale Verkippungen ($\langle 0,0,1 \rangle$ und $\langle 0.7,0.7,0 \rangle$) mit dem selben Betrag berechnet. Die Verkippfung wurde dabei so groß gewählt um einen deutlichen Effekt zu erreichen. Tatsächlich wird das Bildvergleichsmaß bei Verkippungen größer als $0,0,0.5$ so stark reduziert, dass größere Kippwerte ausgeschlossen werden können. Die Kurvenverläufe sind in den Abbildungen 10.3 bis 10.6 dargestellt.

Die wahrscheinlichste Verkippfung ergibt sich aus den Kurvenverläufen als $\langle 0.7,0.7,0 \rangle$. Ausschlaggebend dafür ist vor allem der Verlauf der 111-Raumfrequenz. Bei dieser Verkippfung wird bei niedrigen Defokussierungen die simulierte Intensität relativ gut an das Experiment angepasst. Bei der $\langle 0,0,1 \rangle$ -Verkippfung wird die Übereinstimmung bei hohen Defokussierungen über den unverkippten Fall noch erhöht.

Auch die $\langle 220 \rangle$ -Raumfrequenz lässt den Schluss zu, dass die $\langle 0.7,0.7,0 \rangle$ -Verkippfung die wahrscheinlichere ist. Hier wird der simulierte Verlauf auch besser dem Experiment angepasst als im $\langle 0,0,1 \rangle$ oder im unverkippten Fall. Dennoch liegen hier die

Intensitäten deutlich über dem Experiment.

Im Widerspruch dazu stehen der Verlauf der 002-Raumfrequenz. Während hier die Intensitäten im Experiment deutlich über der unverkippten Simulation liegen, wird im Fall von Strahlverkipfung dieses Verhalten noch weiter verstärkt.

Beim der 004- und 113-Raumfrequenz ist auf Grund der komplexen Abhängigkeit der Intensität von der Dicke und der Verkipfung keine Aussage bezüglich einer wahrscheinlicheren Strahlverkipfung möglich.

Die in Kapitel 8.11 beschriebene Defokusabhängigkeit des Bildkontrastes kann auch bei der Analyse der 111-Raumfrequenz gefunden werden. Diese Korrelation ist ein sehr starkes Indiz dafür, dass der Bildkontrast maßgeblich vom dieser Raumfrequenz erzeugt wird. Die Erklärung dieser Abhängigkeit durch Strahlverkipfung ist bei der simplen Betrachtung der 111-Raumfrequenz bei $\langle 0.7, 0.7, 0 \rangle$ -Verkipfung scheinbar einfach möglich, es ergeben sich jedoch Widersprüche bei gleichzeitiger Analyse höherer Reflexe. Auch ist die hier simulierte Verkipfung deutlich größer als die experimentelle. Die Defokusabhängigkeit als Effekt der Strahlverkipfung zu deuten ist somit nicht ohne Weiteres möglich.

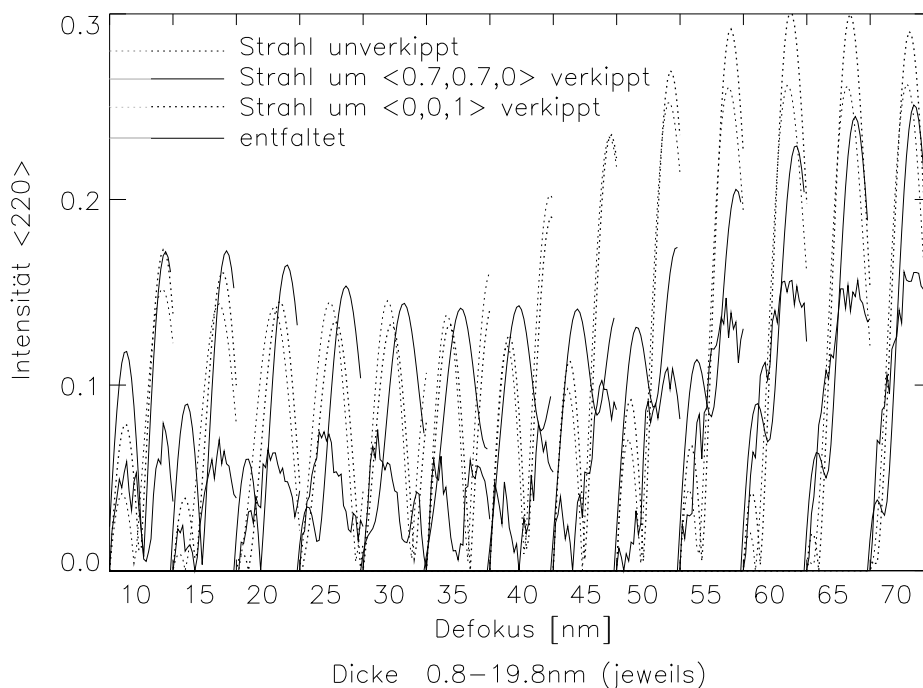


Bild 10.4: Dickenverlauf der $\langle 220 \rangle$ -Raumfrequenz für entfaltete experimentelle und mit Strahlverkipfung (um $\langle 0, 0, 1 \rangle$ und $\langle 0.7, 0.7, 0 \rangle$) simulierte Aufnahmen

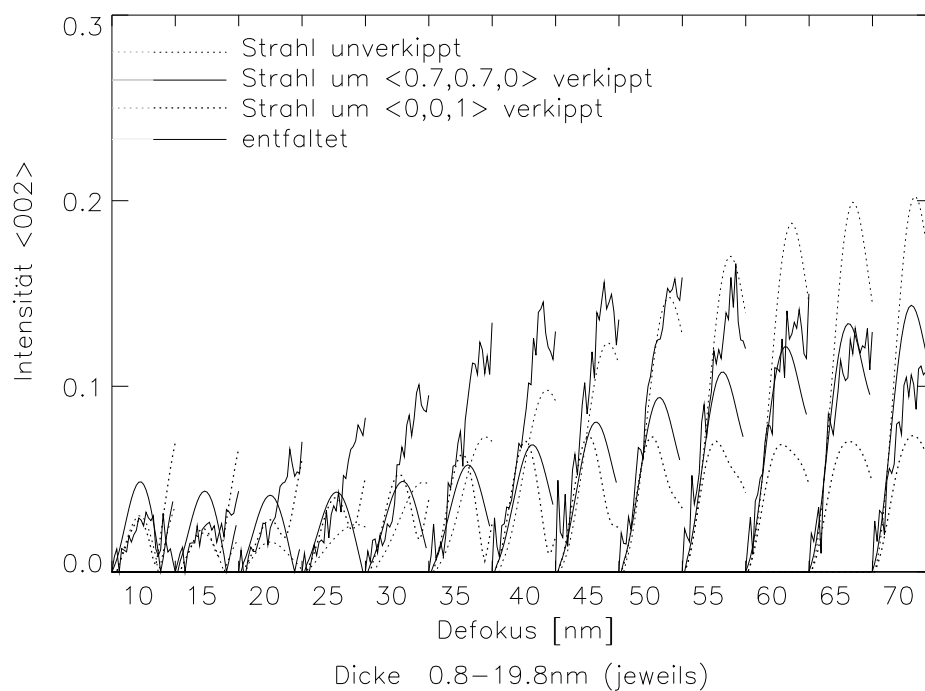


Bild 10.5: Dickenverlauf der $\langle 002 \rangle$ -Raumfrequenz für entfaltete experimentelle und mit Strahlverkipfung (um $\langle 0, 0, 1 \rangle$ und $\langle 0.7, 0.7, 0 \rangle$) simulierte Aufnahmen

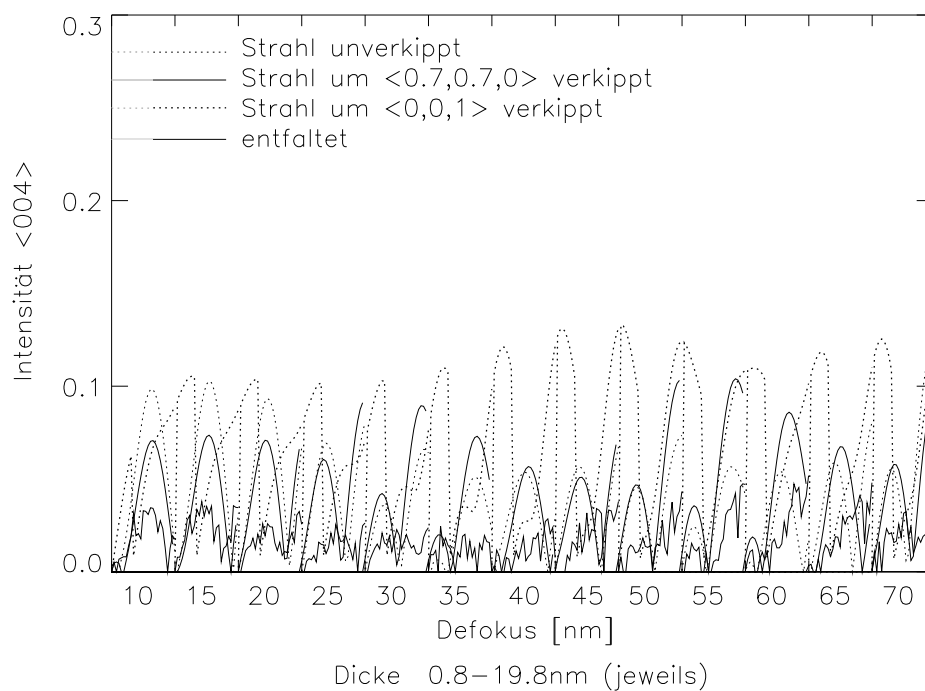


Bild 10.6: Dickenverlauf der $\langle 004 \rangle$ -Raumfrequenz für entfaltete experimentelle und mit Strahlverkipfung (um $\langle 0, 0, 1 \rangle$ und $\langle 0.7, 0.7, 0 \rangle$) simulierte Aufnahmen

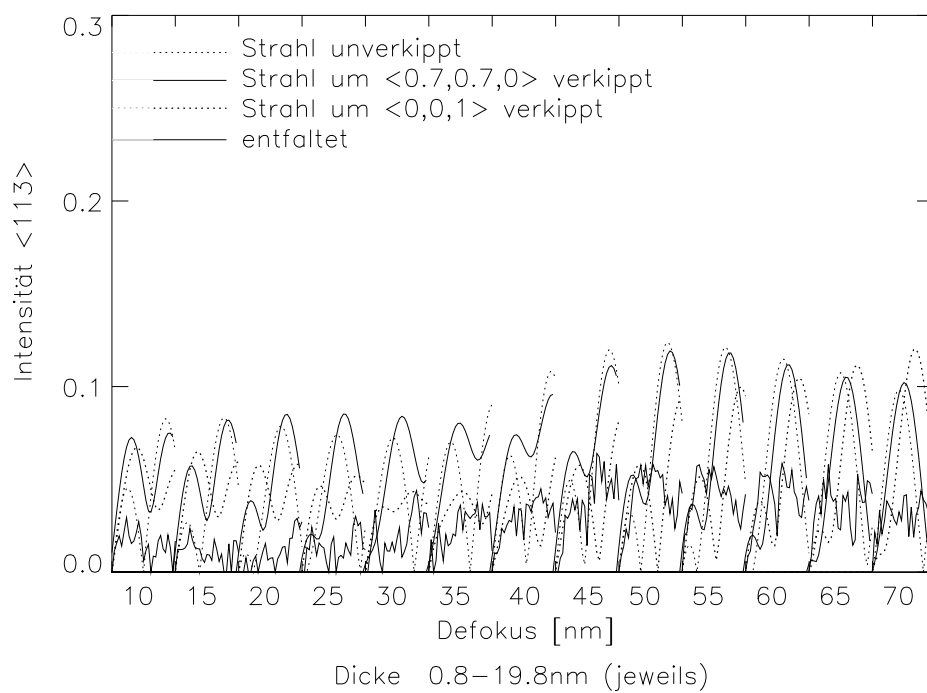


Bild 10.7: Dickenverlauf der $\langle 113 \rangle$ -Raumfrequenz für entfaltete experimentelle und mit Strahlverkipfung (um $\langle 0, 0, 1 \rangle$ und $\langle 0.7, 0.7, 0 \rangle$) simulierte Aufnahmen

Tabellenverzeichnis

3.1	Lineare und nichtlineare Beiträge zur Raumfrequenz [200] der Zinkblendestruktur	29
7.1	Bildvergleichswerte für Bild 7.5, Experiment mit Simulation (links innerhalb einer Spalte) und Experiment mit verkippter Simulation (rechts innerhalb einer Spalte)	60
7.2	Bildvergleichsmaß zwischen Experiment mit Simulation, und Experiment mit IDIM-optimierter Simulation bei 10 nm und 30 nm Defokus, jeweils für Dicken von 2.3 nm, 6.9 nm, 11.5 nm, 16.2 nm, vgl. entsprechendes Bild 7.6	63
7.3	Bildvergleichsmaß zwischen Experiment mit Simulation, und Experiment mit IDIM-optimierter Simulation bei 50 nm und 70 nm Defokus, jeweils für Dicken von 2.3 nm, 6.9 nm, 11.5 nm, 16.2 nm, vgl. entsprechendes Bild 7.7	63
7.4	Abweichung von Dicke (Dic) und Defokus (Def) nach der Optimierung durch IDIM von den experimentell ermittelten Startwerten	66
7.5	Debye-Waller-Faktor nach der Optimierung durch IDIM, als Startwert wurde 0.004 gewählt	67
7.6	Absorbtion (imaginäres Potential) nach der Optimierung durch IDIM, als Startwert wurde 3% des realen Potentials gewählt.	67
7.7	Proben- und Strahlverkipfung nach der Optimierung durch IDIM	67
7.8	Parameter der 5x1 IDIM-Simulation	68

Abbildungsverzeichnis

3.1	Der Multisclice-Algorithmus als Abfolge von Transmission und Propagation, bei der Berechnung wird der FFT-Algorithmus nach Cooley-Tuckey verwendet, nach Stadelmann [35]	15
3.2	Propagation der Elektronenwelle durch die Objektivlinse	16
3.3	Impulsdigramm und Strahlenkonstruktion der Beugung	17
3.4	Wellenaberration	18
3.5	CTF im Scherzerfokus	20
3.6	CTF bei Variation des Defokus	21
3.7	Gedämpfte CTF im Scherzerfokus	25
3.8	Gedämpfte CTF im Scherzerfokus bei Variation des Defokus	25
3.9	Die Intensitäten $\vec{k} = 0$ und $\vec{k}'' = 0$ beschreiben beide den Nullstrahl.	26
3.10	Die Intensitäten $\vec{k} = 0$ und $\vec{k}'' \neq 0$ beschreiben beide den selben beliebigen Beugungsreflex.	27
3.11	Die Intensitäten $\vec{k} \neq 0$ und $\vec{k}'' = 0$ oder $\vec{k} \neq 0$ und $\vec{k}'' = -\vec{k}$ beschreiben die Interferenz der zum Nullstrahl symmetrischen Beugungsreflexe.	27
3.12	Die Intensitäten $\vec{k} \neq 0$ und $\vec{k}'' \neq 0$ beschreiben die Interferenz beliebiger Beugungsreflexe.	28
3.13	Beugungsbild einer Zinkblendestruktur in [011] Richtung	28
4.1	MTF von IP FUJI, (Auslesegerät FDL5000) und der Slow-Scan-CCD Kamera (GATAN) bei 1250 KV am JEM ARM 1250. Die MTF der Photoplatte ist bedingt durch die unterschiedliche Pixelgröße und durch individuelle Entwicklung/Digitalisierung, nicht eindeutig darstellbar	37
5.1	Säule und Hochspannungstank des JEM ARM 1250	40
5.2	Schematische Darstellung der Geometrie der Si-Spaltproben	42
5.3	Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der Proben spitze	42
5.4	Schematischer Schnitt durch die Probe	43
5.5	Si-Spaltprobe auf Probenhalter	44
5.6	Schematischer Ablauf der Bildsimulation mit EMS	45

5.7	Schematische Darstellung der Generierung von Tableau-Daten aus einer Defokusserie experimenteller Aufnahme	48
5.8	Dicken-Defokus-Tableau von Si $\langle 110 \rangle$ für den Defokusbereich 0 bis 100 nm, Dickenbereich 0.76 bis 22.8 nm	49
6.1	Kurve Nr.1 (x) mittlere Intensität von ungefilterten Aufnahmen, Kurve Nr.2 (+) mittlere Intensität von Zero-loss Aufnahmen, die Normierung ist zu eins gewählt	51
7.1	Schematische Einpassung eines experimentellen Keils in ein simuliertes Dicke-Defokus-Tableau	56
7.2	links: Dicken-Defokus-Tableau von Si $\langle 110 \rangle$ mit eingepassten experimentellen Keilen, die Defokusierungen sind 20, 35 und 55 nm rechts: experimentelle Dicken-Defokus-Tableau von Si $\langle 110 \rangle$ für den Defokusbereich 10 bis 70 nm, Dickenbereich 0.76 bis 19.8 nm	57
7.3	Bildvergleichsmaß in Abhängigkeit von Dicke und Defokus	59
7.4	links: Abhängigkeit der mittleren Bildübereinstimmung von der Defokusierung, gemittelt wurde über alle Dicken rechts: Abhängigkeit der mittleren Bildübereinstimmung von der Dicke, gemittelt wurde über alle Defokusierungen	59
7.5	Gegenüberstellung von simulierten und experimentellen Elementarzelle für drei verschiedene Defokussierungen ($df = 20, 50, 65$ nm) und drei verschiedene Dicken ($t = 2.3, 6.2, 10.9$ nm). Die jeweils rechte Spalte wurde für eine Strahlverkipfung von $\langle 0,0,0.5 \rangle$ berechnet . . .	60
7.6	Vergleich der Bildstrukturen von Simulation, Experiment und IDIM-optimierter Simulation bei 10 nm und 30 nm Defokus, für Dicken von 2.3 nm, 6.9 nm, 11.5 nm, 16.2 nm	62
7.7	Vergleich der Bildstrukturen von Simulation, Experiment und IDIM-optimierter Simulation bei 50 nm und 70 nm Defokus, für Dicken von 2.3 nm, 6.9 nm, 11.5 nm, 16.2 nm	64
7.8	links: Korrelations-Tableau einer experimentellen Elementarzelle und einem Dicken-Defokus-Tableau, recht: BVM-Werte entlang den eingezeichneten Linien 1,2 und 3	65
7.9	5x1 IDIM-Simulation, experimenteller 5x1 Bildausschnitt, 1x1 IDIM-Simulation	68
8.1	Ausschnitte aus der Bestrahlungsserie, die Aufnahmen wurden nach 0, 3, 7, 12 Minuten Bestrahlungszeit mit der CCD-Kamera gemacht. .	75
8.2	Asymmetrie der $\langle 111 \rangle$ -Raumfrequenz als Funktion der Bestrahlungsdauer	76

8.3	Raumfrequenzintensitäten (gemittelt über alle Raumfrequenzen gleicher Ordnung) und Kontrast (rechts) als Funktion der Bestrahlungsdauer	77
8.4	Einfluss der Belichtungszeit auf den Bildkontrast	78
8.5	Kontraste von simulierten Elementarzellen von Si<110> in Abhängigkeit von der Probenvibrationsamplitude bei einer Defokussierung von $\delta f = 55$ nm	80
8.6	Bildstrukturen von Si<110> in Abhängigkeit von der Probenvibrationsamplitude bei $\delta f = 55$ nm , Dicke = 5.3 nm. Die Kontraste sind : 0.44, 0.43 0.41, 0.35, 0.24, 0.15	80
8.7	Kontraste von Si<110> in Abhängigkeit von der Probendrift bei $\delta f = 55$ nm	82
8.8	Bildstrukturen von Si <110> in Abhängigkeit von der Probendrift in <110> und <001> Richtung bei $\delta f = 55$ nm , Dicke = 5.3 nm. Die Kontraste sind : 0.22, 0.35, 0.44, 0.39, 0.31	82
8.9	Simulierte Bildkontraste in Abhängigkeit von der Dicke, gemittelt wurde über den Defokusbereich von 10-70 nm, dargestellt für mehrere Schichtdicken von amorphem SiO_2	84
8.10	Simulierte Bildkontraste in Abhängigkeit vom Defokus, gemittelt wurde über den gesamten Dickenbereich bis 30.9 nm, dargestellt für mehrere Schichtdicken amorpher SiO_2	84
8.11	Simulierte Bildkontraste mit Streufaktoren nach Deininger [51] und nach Doyle-Turner [49]	85
8.12	Bildkontraste simulierter Aufnahmen für verschiedene Debye-Waller-Faktoren	87
8.13	links: Bildkontraste für Debye-Waller-Faktoren von 0.000 und 0.004 bei Defokussierungen von 0 bis 100 nm recht: Bildkontraste für Debye-Waller-Faktoren von 0.000 und 0.004 bei $\delta f = 55$ nm Linienprofile des Bildes links	88
8.14	Linienprofile von Bildkontrasten für 100K, 300K und 500K bei $\delta f = 15$ nm (untere drei Linien) und $\delta f = 55$ nm (obere drei Linien)	89
8.15	Bildkontraste in Abhängigkeit vom Defokus als Funktion der Dicke für experimentelle und simulierte Elementarzellen	91
8.16	Bildkontraste in Abhängigkeit vom Defokus als Funktion der Dicke für experimentelle, zero-loss und simulierte Elementarzellen	92
8.17	Probenverkipplungs-Tableaus für verschieden Dicken und Defokussierungen. Die Verkipplungen der Tableaus sind in der Tabelle definiert, dabei ist unten links jeweils die unverkippte Aufnahme.	94

8.18	Kontrastverhalten bei verschiedenen Probenverkip- pungen in Abhängig- keit von der Verkip- pungsrichtung bei einer Defokussierung von $\delta f =$ 50 nm. Unten rechts ein Vergleich von verschiedenen Kipp- richtungen bei vergleichbaren Kippwinkeln.	95
8.19	Abhängigkeit der Bildkontrastes von der Defokussierung bei verschie- denen Probenverkip- pungen	96
8.20	Strahlverkip- pungs -Tableaus für verschieden Dicken und Defokussie- rungen. Die Verkip- pungen der Tableaus sind in der Tabelle definiert, dabei ist unten links jeweils die unverkippte Aufnahme	99
8.21	Kontrastverhalten bei verschiedenen Strahlverkip- pungen in Abhängig- keit von der Verkip- pungsrichtung bei einer Defokussierung von $\delta f =$ 50 nm. Unten rechts ein Vergleich von verschiedenen Kipp- richtungen bei vergleichbaren Kippwinkeln	100
8.22	Abhängigkeit der Bildkontrastes von der Defokussierung bei verschie- denen Strahlverkip- pungen	101
8.23	Einfluss der Entfaltung mit der PSF auf den Bildkontrast bei ener- giegefilterten Aufnahmen	102
8.24	Modulationstransferfunktion der GATAN CCD-Kamera des JEM ARM 1250. Dargestellt sind auch die wichtigsten Raumfrequenzen von Si<110> für die vorliegenden experimentellen Bedingungen.	103
8.25	Dickenverlauf der <111>-Raumfrequenz für energiegefilterte, entfalte- te und simulierte Aufnahmen von Si<110>	105
8.26	Dickenverlauf der <220>-Raumfrequenz für energiegefilterte, entfalte- te und simulierte Aufnahmen von Si<110>	106
8.27	Dickenverlauf der <002>-Raumfrequenz für energiegefilterte, entfalte- te und simulierte Aufnahmen von Si<110>	107
8.28	Dickenverlauf der <004>-Raumfrequenz für energiegefilterte, entfalte- te und simulierte Aufnahmen von Si<110>	107
8.29	Dickenverlauf der <113>-Raumfrequenz für energiegefilterte, entfalte- te und simulierte Aufnahmen von Si<110>	108
10.1	links: ungefilterte Aufnahme von Si<110>, rechts: energiegefilterte Aufnahme, das Energienfenster (7 eV) wurde auf das erste Plasmon- enmaximum ($\delta E = 20eV$) zentriert. Die Belichtungszeit betrug 20 Sekunden, dargestellt ist ein unprozessierter und ein Bragg- gefilterter Ausschnitt. Rechts unten das Diffraktogramm der Plasmonen- Auf- nahme	122

10.2 links: Aufnahmesituation für die Untersuchung des Intensitätsverlaufs, 1. Probe über dem Aufnahmebereich zentriert, 2. Probe daneben, 3. Probe unbestrahlt als Referenz
 rechts: Intensitätsverlaufs von zero-loss (ef1) und ungefilterten Aufnahmen (oef1), zur Referenz wurde die Probe aus dem Strahl entfernt (ef2, oef2). Bei identischen Beleuchtungsbedingungen entsprechen sich ef2 und oef2 im Intensitätswert. 123

10.3 Dickenverlauf der Si-111-Raumfrequenz für entfaltete experimentelle und mit Strahlverkippung (um $\langle 0,0,1 \rangle$ und $\langle 0.7,0.7,0 \rangle$) simulierte Aufnahmen 124

10.4 Dickenverlauf der Si-220-Raumfrequenz für entfaltete experimentelle und mit Strahlverkippung (um $\langle 0,0,1 \rangle$ und $\langle 0.7,0.7,0 \rangle$) simulierte Aufnahmen 125

10.5 Dickenverlauf der $\langle 002 \rangle$ -Raumfrequenz für entfaltete experimentelle und mit Strahlverkippung (um $\langle 0,0,1 \rangle$ und $\langle 0.7,0.7,0 \rangle$) simulierte Aufnahmen 126

10.6 Dickenverlauf der $\langle 004 \rangle$ -Raumfrequenz für entfaltete experimentelle und mit Strahlverkippung (um $\langle 0,0,1 \rangle$ und $\langle 0.7,0.7,0 \rangle$) simulierte Aufnahmen 126

10.7 Dickenverlauf der $\langle 113 \rangle$ -Raumfrequenz für entfaltete experimentelle und mit Strahlverkippung (um $\langle 0,0,1 \rangle$ und $\langle 0.7,0.7,0 \rangle$) simulierte Aufnahmen 127

Abkürzungsverzeichnis

$\langle hkl \rangle$	äquivalente Millersche Indizes für Raumfrequenzen und Zonenachsen
$\langle h,k,l \rangle$	Millersche Indizes für Strahl- und Probenverkippen
$[hkl]$	dedizierte Millersche Indizes für Raumfrequenzen und Zonenachsen
(hkl)	äquivalente Netzebenenschar in Miller'scher Notation
$\{hkl\}$	dedizierte Netzebenenschar in Miller'scher Notation
$A(g_A, h_A)$	Blendenfunktion
$A(\vec{r})$	Amplitudenfunktion
b	Bildweite
BVM	Bildvergleichsmass
CCD	engl. Charged Coupled Devive, ladungsgekoppelte Halbleiterelemente
C_S	sphärischenAberration
CTF	engl. Contrast Transfer Function, Kontresttransferfunktion
d_{hkl}	Miller'sche Gitterkonstanten
$D(\vec{k})$	Debye-Waller-Faktor
Δf	Defokussierung
ΔE	Energieverlust
Δz	Schichtdicke
DQE Detektions	Quanten Effizienz
$\Delta\phi_0(x_0, y_0)$	diff. Phasenschiebung durch das Probenpotenzial
$e^{i\chi(C_S, \lambda)}$	Linienfehlerterm
\mathcal{F}	symbolisch Fourier Transformation
f	Brennweite
F(K)	Atomformfaktor
$F_0(k)$	Atomformfaktor bei 0 Kelvin
FFT	engl. Fast Fourier Transformation
$f(\delta)$	Fokusverteilungsfunktion
g	Gegenstandsweite
$G(x_B, y_B; x_O, y_O)$	Integralkern der Isoplanasienäherung
HRTEM	engl. High Resolution Electron Microscopy, Hochauflösungsmikroskopie
\hbar	Planck'schen Wirkungsquantum
I	Intensität
IDIM	Iterative Digital Image Matching
IP	engl: Image Plates, Bildplatten
$I(\vec{r})$	Intensität einer Wellenfunktion
$I_B(\vec{r})$	Diffraktogramm, Intensität der Bildwellenfunktion
$I_A(\vec{r})$	Intensität der Bildwellenfunktion
$I_r(\vec{r})$	registrierte Intensität

JEM ARM 1250	Marke und Modelbezeichnung des Mikroskops
K(B)	Bildkontrast
$\kappa(\vec{r})$	ortabhängige Wellenzahl
λ	Wellenlänge
m_0	Ruhemasse des Elektrons
$O(\vec{k})$	summierte Objektwellenfunktion
$\Omega_{\vec{k}_n}$	Summand der Objektwellenfunktion
MTF	Modulationstransferfunktion
PKTF	Phasenkontrasttransferfunktion
PSF	engl. Point Spread Function, Punktverwaschungsfunktion
$P_{\Delta z}(x_2, y_2)$	Fresnel-Propagator der Schichtdicke Δz
$P_g(x_G, y_G)$	Fresnel-Propagator der Gegenstandsweite g
$P_{\Delta f}(x_O, y_O)$	Fresnel-Propagator Defokussierung Δf
$\phi(x_0, y_0)$	Phasenschiebung durch das Probenpotenzial
$q_n(x, y)$	Phasengitterfunktion
$\sigma = \sqrt{I(\vec{k})}$	Varianz der Intensitätsverteilungsfunktion
σ	Standardabweichung
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
Θ	Braggwinkel
$\langle u^2 \rangle$	mittlere Schwingungsamplitude der Atome
U_0	Beschleunigungsspannung
$\xi(k)$	Extinktionslänge
$s(\vec{k})$	Richtungsverteilung der Elektronen
$\vec{k}_A, \vec{k}', \vec{k}''$	Vektoren des reziproken Raumes
\vec{r}	Ortsraumvektor
$\Psi_A(\vec{k})$	Aperturebenenwellenfunktion
$\Psi_B(\vec{r})$	Bildwellenfunktion
$\Psi_e(\vec{r})$	ebene, zeitunabhängige Welle
$\Psi_L(x_L, y_L)$	Wellenfunktion in der Linsenebene
Ψ_n	Wellenfunktion einer bestimmten Probenschichtdicke
$\Psi_O(\vec{r})$	Objektwellenfunktion
$\phi(\vec{r})$	Phasenschiebung durch das innere Potenzial der Probe
$S_O(g_O, h_O)$	Fouriertransformierte Objektwellenfunktion, Spektrum
T(g, h)	Wellenübertragungsfunktion
$T(\vec{k}'', \vec{k} + \vec{k}'', \Delta f)$	Transmissionskrekzoeffizient
TCC	Transmissionskrekzoeffizient
$(V_0(\vec{r}) + V_P(\vec{r}))^*$	Probenpotenzial

Danksagung

Allen, die zum Gelingen meiner Dissertation beigetragen haben, möchte ich an dieser Stelle danken.

Mein Dank gilt:

Herrn Prof. Dr. M. Rühle für die Übernahme des Hauptberichts und die spontane Unterstützung,

Herrn Prof. Dr. G. Mahler für die freundliche Übernahme des Mitberichts,

Herrn Dr. F. Phillipp für die gute Betreuung dieser Arbeit, seine Anregungen, seine Hilfe und Geduld,

der ganzen Elektronenmikroskopiegruppe, die durch ihre freundliche, hilfsbereite und offene Art zu einem sehr angenehmen Arbeitsklima beitrug,

den Herren Gergen und Schühle für den hervorragenden Rechnerbetrieb,

Herrn Höschen für die hervorragende Betreuung des Mikroskops,

Horst Schrake für den Glauben an meine baldige Promotion während des Vorstellungsgesprächs bei HP und darüber hinaus,

den Herren Dr. Thomas Clemen, Bernward Kett und Dr. Thomas Ernst für ihren unerschütterlichen Glauben an das Unmögliche,

meiner Familie für das Rückenfreihalten und die Unterstützung in allen Lebenslagen.