

---

**ATOMAR AUFLÖSENDE  
OFF-AXIS-ELEKTRONENHOLOGRAPHIE MIT  
ZWEI BIPRISMEN**

---

vorgelegt von  
Diplom-Physiker  
**Florian Genz**  
aus Berlin

Von der Fakultät II - Mathematik und Naturwissenschaften  
der Technischen Universität Berlin  
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der Naturwissenschaften  
- Dr. rer. nat. -

genehmigte Dissertation

Promotionsausschuss:

Vorsitzender: Prof. Dr. Mario Dähne  
Gutachter: Prof. Dr. Michael Lehmann  
Gutachter: Prof. Dr. Josef Zweck

Tag der wissenschaftlichen Aussprache: 24.11.2014

Berlin 2014



---

# Inhaltsverzeichnis

---

<b>1</b>	<b>Elektronenholographie im Transmissionselektronenmikroskop</b>	<b>5</b>
<b>2</b>	<b>Transmissionselektronenmikroskopie</b>	<b>9</b>
2.1	Eingangsüberlegungen . . . . .	9
2.2	Der Geräteaufbau . . . . .	11
2.3	Bildentstehung . . . . .	13
2.3.1	Abbildungstheorie . . . . .	13
2.3.2	Abbildungsfehler . . . . .	15
2.3.3	Kontrasttransfer . . . . .	18
2.4	Bildfehlerkorrektur . . . . .	20
2.4.1	Bildfehlerbestimmung . . . . .	20
2.4.2	Cs-Korrektor . . . . .	21
<b>3</b>	<b>Konventionelle off-axis-Elektronenholographie</b>	<b>23</b>
3.1	Hologrammentstehung und -eigenschaften . . . . .	24
3.1.1	Hologrammbreite und Streifenabstand . . . . .	24
3.1.2	Hologrammintensität . . . . .	27
3.2	Hologrammqualität . . . . .	29
3.3	Kontrastdämpfung . . . . .	30
3.3.1	Berechnung der Dämpfungsfunktionen . . . . .	30
3.3.2	Modulationstransferfunktion . . . . .	32
3.3.3	Partielle Kohärenz . . . . .	33
3.3.4	Mechanische Instabilität . . . . .	38
3.4	Hologrammrekonstruktion . . . . .	43
3.4.1	Numerische Bildfehlerkorrektur . . . . .	44

3.5	Artefakte . . . . .	46
3.5.1	Fresnel-Beugungssäume . . . . .	46
3.5.2	Vignettierung . . . . .	47
3.5.3	Fenster-Effekt und geometrische Verzerrung . . . . .	48
3.6	Simulation von Interferogrammen . . . . .	49
3.7	Optimierungsansätze . . . . .	52
<b>4</b>	<b>Experimentelle Rahmenbedingungen</b>	<b>53</b>
4.1	Genutztes Mikroskop . . . . .	53
4.2	Beleuchtungssystem . . . . .	53
4.2.1	Elliptische Beleuchtung mit Gun- und Kondensorstigmatoren .	54
4.2.2	2- und 3-Kondensorbeleuchtung . . . . .	55
4.3	Rauschtransferfunktion von Leerhologrammen . . . . .	58
4.4	Lorentz-Modus . . . . .	59
4.5	Zusammenfassung . . . . .	62
<b>5</b>	<b>Optimierte Biprismaposition</b>	<b>63</b>
5.1	Einfluss der Vergrößerung . . . . .	63
5.1.1	Theorie . . . . .	64
5.1.2	Anwendung auf das Mikroskop . . . . .	65
5.2	Auswirkung der Optimierung . . . . .	66
<b>6</b>	<b>Elektronenholographie mit zwei Biprismen</b>	<b>71</b>
6.1	Aufbau . . . . .	71
6.2	Hologrammeigenschaften . . . . .	73
6.2.1	Hologrammbreite und Streifenabstand . . . . .	73
6.2.2	Veranschaulichung des Strahlgangs . . . . .	75
6.3	Einfluss der Durchstrahlbarkeit des Biprismas . . . . .	78
6.4	Besonderheiten . . . . .	80
6.5	Biprismaschatten . . . . .	82
6.6	Vermeidbarkeit der Biprisma-Artefakte . . . . .	85
6.6.1	Fresnel-Beugungssäume . . . . .	85
6.6.2	Vignettierung . . . . .	86
6.7	Optimales Setup für atomar aufgelöste Holographie . . . . .	91
6.7.1	Streifenkontrastdämpfung bei zwei Biprismen . . . . .	91
6.7.2	Biprismaausrichtung . . . . .	93

6.7.3	Bestimmung der partiellen räumlichen Kohärenz . . . . .	93
6.7.4	Bestimmung der Biprismavibration . . . . .	94
6.7.5	Optimales Spannungsverhältnis . . . . .	95
6.8	Gekreuzte Biprismen . . . . .	96
6.8.1	Multiinterferenzhologramme . . . . .	96
6.8.2	Rekonstruktion . . . . .	100
6.8.3	Demonstration an einer Latexkugel . . . . .	101
6.8.4	Fazit . . . . .	106
6.9	Weitere Optimierungsansätze . . . . .	107
6.10	Zusammenfassung . . . . .	108
<b>7</b>	<b>Vergleich 80 kV- und 300 kV-Holographie</b>	<b>109</b>
7.1	Ausgangslage . . . . .	109
7.2	Kontrast . . . . .	111
7.2.1	Modulationstransferfunktion . . . . .	111
7.2.2	Partielle räumliche Kohärenz . . . . .	111
7.2.3	Hologrammbreite und Streifenabstand . . . . .	112
7.2.4	Biprismavibration . . . . .	114
7.3	Qualität der rekonstruierten Phase . . . . .	115
7.4	Zusammenfassung . . . . .	116
<b>8</b>	<b>Anwendungen</b>	<b>119</b>
8.1	Phasenschiebung durch einzelne Atome . . . . .	119
8.2	Goldkristall . . . . .	121
8.2.1	Vergleich konventionelles und 2-Biprisma-Setup . . . . .	122
8.2.2	Hologrammrekonstruktionen . . . . .	123
8.3	Galliumnitrid . . . . .	126
8.3.1	300 kV . . . . .	126
8.3.2	80 kV . . . . .	132
<b>9</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>137</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>141</b>
<b>A</b>	<b>Liste der wichtigsten Symbole und Formelzeichen</b>	<b>153</b>



---

# 1 Elektronenholographie im Transmissionselektronenmikro- skop

---

Das erste Elektronenmikroskop wurde in den frühen dreißiger Jahren von Ernst Ruska (1906-1988, Abb. 1.1) am Hochspannungsinstitut der Technischen Hochschule Berlin (heute: Technische Universität Berlin) entwickelt und anhand der Durchstrahlung dünner Aluminiumfolien demonstriert [2-4]. Für diese Leistung – und deren enorme Bedeutung nicht nur für die Physik, sondern auch die Chemie und Biologie [5] – erhielt er 1986 gemeinsam mit den Konstrukteuren des ersten funktionsfähigen Rastertunnelmikroskops, Heinrich Rohrer und Gerd Binnig, den Nobelpreis für Physik.

Seit dem ersten Prototypen befindet sich das Elektronenmikroskop, wie alle tech-



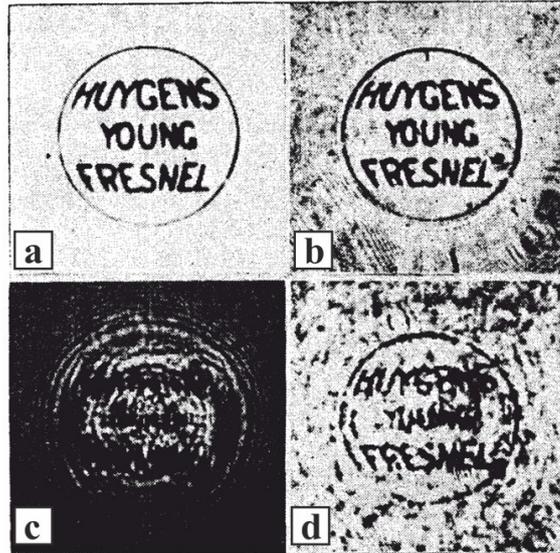
Abb. 1.1: Ernst Ruska, Aufnahme aus dem Jahr 1981 [1].

nischen Gerätschaften, im stetigen Prozess der Optimierung und Leistungsverbesserung. Ausgehend von Ernst Ruskas ersten Experimenten, bei denen er im Jahr 1933 eine Auflösung von etwa 50 nm erzielt hat [6], haben alle Komponenten – von der Elektronenquelle über das Abbildungssystem bis hin zur Photoplatte beziehungsweise Kamera – einen kontinuierlichen Entwicklungsprozess durchlaufen, der zu einem heute erzielbaren Auflösungsvermögen von rund 0,5 nm geführt hat, also zu einer beachtlichen Verbesserung der Auflösungsgrenze um den Faktor 100 [7]. Die theoretischen Hintergründe, insbesondere die Bildentstehung und dabei auftretende Abbildungsfehler, sind in Kapitel 2 dargestellt.

Eine spezielle Untersuchungsmethode im Transmissionselektronenmikroskop ist die Elektronenholographie, mittels welcher nicht nur die Intensität, wie es bei konventioneller Transmissionselektronenmikroskopie geschieht, sondern Amplitude und Phase der Elektronenwelle gespeichert und ausgewertet werden können [8–10]. Die Idee der Holographie stammt von Dennis Gabor aus dem Jahr 1948 und war damals für Elektronenmikroskope konzipiert, wurde aber erstmals mit sichtbarem Licht durchgeführt (Abb. 1.2) [11]. Die Verfügbarkeit der Phaseninformationen im Rahmen der Elektronenholographie hat bereits vielfach ihren Nutzen bewiesen. So gelang beispielsweise die Vermessung von magnetischen Domänen [12, 13] und die des mittleren inneren Potentials [14, 15] oder etwa die Bestimmung von Potentialverteilungen [16, 17] und von Spannungsfeldern [18]. Es wird in verschiedene Ausprägungen der Elektronenholographie unterschieden, vor allem in die inline- und off-axis-Holographie [19–21], wobei letztere Gegenstand dieser Arbeit ist. Die Grundprinzipien der Elektronenholographie mit einem Biprisma inklusive der auftretenden Artefakte und Rekonstruktionsmöglichkeiten sind Gegenstand von Kapitel 3.

Auch die Beleuchtungsoptionen im Transmissionselektronenmikroskop sind zahlreicher geworden und ermöglichen durch verbesserte Schottky-Feldemissionsquellen vorteilhaftere Bedingungen für Elektronenholographie [22]. Bei der speziell auf Kohärenz ausgelegten Beleuchtung für die Aufnahme von Elektronenhogrammen ist es möglich, verschiedene Linsen- und Stigmatorkombinationen zu verwenden. Die verschiedenen Beleuchtungsoptionen werden in Kapitel 4 behandelt.

Die Elektronenholographie durchläuft ebenfalls einen kontinuierlichen Entwicklungsprozess, um die Qualität der Ergebnisse zu verbessern und im Holographievorgang befindliche Einschränkungen zu minimieren oder zu beseitigen. Eine dieser Einschränkungen ist beispielsweise das Auftreten von verschiedenen Artefakten, die durch die erforderliche Anordnung der elektronenoptischen Elemente und die dabei



**Abb. 1.2:** Originalaufnahmen des weltweit ersten Hologramms von Dennis Gabor, aus [11]. a) Ausgangsfotographie. b) Ausgangsfotographie beleuchtet mit der Referenzwelle. c) Hologramm. d) Rekonstruierte Fotografie, durch Beleuchtung des Hologramms mit der Referenzwelle.

auftretende Interaktion des benutzten elektronenoptischen Biprismas mit dem Elektronenstrahl bedingt sind [23]. Zum einen kommt es zu einer teilweisen Blockierung des Elektronenstrahls, was auch als Vignettierung bezeichnet wird, und zum anderen zur Ausbildung von Fresnel-Beugungssäumen entlang des zwangsweise auftretenden Biprismaschattens. Außerdem kann die hohe erforderliche Biprismaspannung zu Mikroentladungen führen und den negativen Einfluss von mechanischen Instabilitäten des Biprismas verstärken. Um die genannten Artefakte und die erforderlichen Biprismaspannungen zu minimieren, lässt sich für eine gewünschte Hologrammbreite samt Hologrammstreifenabstand die optimale Biprismaposition bestimmen [24]. Dies ist, entsprechend der Erfordernisse für atomar auflösende Elektronenholographie, für eine Hologrammbreite von 30 nm und einen Hologrammstreifenabstand von 30 pm geschehen und ein Biprisma entsprechend in ein modernes Transmissionselektronenmikroskop implementiert worden. In Kapitel 5 wird aufgezeigt, was die praktische Umsetzung der Optimierung der Biprismaposition erreicht hat, und dabei speziell auf die erzielbare Streifenkontrastverbesserung geachtet.

Die beschriebenen biprismainduzierten Artefakte lassen sich weiter reduzieren oder sogar gänzlich vermeiden, wenn das Biprisma im Schatten eines anderen Objekts platziert wird und dadurch die Interaktion zwischen Elektronenstrahl und Biprisma auf das Zweckmäßige beschränkt bleibt [25]. Ist dieses abschattende Objekt

ebenfalls ein Biprisma, eröffnen sich außerdem neue Freiheitsgrade was die Kontrolle von Hologrammbreite und Hologrammstreifenabstand betrifft [26]. In Kapitel 6 wird diese Elektronenholographie mit zwei Biprismen vorgestellt. Im Speziellen wird dabei auf die Reduzierbarkeit beziehungsweise Vermeidbarkeit von biprismainduzierten Artefakten eingegangen und Wege zur Abschätzung der Schattenbreite aufgedeckt. Ebenfalls im Fokus steht, wie sich der negative Einfluss kontrastdämpfender Effekte im 2-Biprismen-Setup minimieren lässt. Auch neuartige Anwendungsmöglichkeiten, die sich durch Nutzung mehrerer Biprismen ergeben, wie etwa die Aufnahme von Multiinterferenzhologrammen werden anhand von theoretischen Überlegungen, Simulationen und experimentellen Ergebnissen präsentiert.

Während die meisten Anwendungen der Elektronenholographie bei höheren Beschleunigungsspannungen wie etwa 200 oder 300 kV stattfinden, rücken in den letzten Jahren Untersuchungen bei 80 kV verstärkt in den Vordergrund [27]. Inwieweit die Verbesserungen durch das optimierte Setup sich nicht nur bei der standardmäßig verwendeten Beschleunigungsspannung von 300 kV, sondern auch bei 80 kV wiederfinden oder gar übertreffen lassen, ist in Kapitel 7 zusammengefasst.

Anwendung findet die optimierte Elektronenholographie mit zwei Biprismen bei der Untersuchung von Gold- und Galliumnitridkristallen. Die Ergebnisse dazu finden sich in Kapitel 8. Sie demonstrieren die hohe Stabilität und das Leistungsvermögen des optimierten 2-Biprismen-Setups anhand der hervorragenden Übereinstimmung von Simulationen und rekonstruierten Objektaustrittswellen.

---

## 2 Transmissionselektronen- mikroskopie

---

Die Transmissionselektronenmikroskopie bietet die Möglichkeit, die innere Struktur von Materie zu untersuchen, und ist heutzutage aus dem Instrumentarium der Festkörperanalyse nicht mehr wegzudenken. Die grundlegenden physikalischen Zusammenhänge, der Aufbau des Transmissionselektronenmikroskops, die Bildentstehung sowie dabei auftretende Fehler und die zur Verfügung stehenden Korrekturmöglichkeiten selbiger werden nachfolgend kurz betrachtet.

### 2.1 Eingangsüberlegungen

Bei der Untersuchung eines Objekts ist das Ergebnis immer eine Faltung aus dem sondierten Körper und der für die Abtastung verwendeten Sonde, deren Beschaffenheit somit die Qualität und Auflösung der Untersuchungsmethode begrenzt. Im Falle des Lichtmikroskops wird für die Abtastung ein Photon genutzt, das mit seiner Wellenlänge  $\lambda$  den kleinsten detektierbaren Abstand  $d_{res}$  vorgibt [28]:

$$d_{res} = \frac{0,61 \cdot \lambda}{n \cdot \sin(\alpha)}, \quad (2.1)$$

wobei  $n$  der Brechungsindex und  $\alpha$  der halbe Öffnungswinkel ist. Für Luft ( $n = 1$ ) und einen maximalen Öffnungswinkel ( $\sin(\alpha) \approx 1$ ) ist die Auflösung für den sichtbaren Lichtbereich in konventionellen Lichtmikroskopen damit auf einige hundert Nanometer beschränkt und nicht ausreichend, atomare Strukturen zu untersuchen, deren Ausmaße sich auf eine Größenordnung von rund 100 pm belaufen. Einen Zugang, um diese Grenze hinreichend für atomare Auflösung zu unterschreiten, stellt die Impuls-Wellenlängen-Beziehung nach de Broglie dar, die jedem massebehaftete-

ten, bewegten Teilchen, also seinem Impuls  $p$ , in Kombination mit dem Planck'schen Wirkungsquantum  $h$  eine Wellenlänge  $\lambda$  zuordnet [29]:

$$\lambda = \frac{h}{p}. \quad (2.2)$$

Ein leicht verfügbares und physikalisch geeignetes Teilchen ist das Elektron, welches in einem elektrischen Feld von beispielsweise  $U_A = 300$  kV eine Geschwindigkeit von  $2,33 \cdot 10^8 \frac{\text{m}}{\text{s}}$  erreicht und damit eine relativistische Beschreibung benötigt. Gleichung (2.2) verändert sich zu

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_0eU_A\left(1 + \frac{eU_A}{2m_0c^2}\right)}}, \quad (2.3)$$

wobei  $m_0$  die Elektronenruhemasse,  $e$  die Elektronenladung,  $U_A$  die Beschleunigungsspannung und  $c$  die Lichtgeschwindigkeit ist. Es ergibt sich eine Wellenlänge von 1,97 pm für eine Beschleunigungsspannung  $U_A = 300$  kV [30]. Diese Wellenlänge ist klein genug, um auch atomare Strukturen auflösen zu können.

Im Gegensatz zur Lichtmikroskopie ist die erzielbare Auflösung in der Transmissionselektronenmikroskopie stärker durch Bildfehler (Vgl. 2.3.1) als durch Beugungseffekte begrenzt. Es werden daher vornehmlich achsnahe Strahlen zur Abbildung verwendet. Es ergeben sich dadurch in modernen Transmissionselektronenmikroskopen, bei denen ein Teil der Abbildungsfehler korrigiert ist, effektive Öffnungswinkel in der Größenordnung  $\alpha \approx 0,02$  rad, was gemäß Gleichung (2.1) eine Auflösung  $d_{res} \approx 60$  pm bedeutet.

## 2.2 Der Geräteaufbau

Das Transmissionselektronenmikroskop lässt sich im Wesentlichen in fünf Bereiche unterteilen: Die Elektronenquelle mit dem Beschleuniger, das Kondensorlinsensystem zur Strahlformung, die Objektivlinse mit der Probe, das Projektivlinsensystem zur weiteren Aufweitung des Strahles sowie eine geeignete Bildbeobachtungs- bzw. Bildaufzeichnungsmöglichkeit. Je nach Anforderung können weitere Bauteile wie etwa zusätzliche Linsen (Tab. 2.1), ein Energiefilter oder ein die Linsenfehler der Objektivlinse korrigierendes Element zum Einsatz kommen.

Die Elektronenquellen mit den besten Eigenschaften für die Mikroskopie und besonders die Holographie sind in der Regel Feldemissionquellen [31] mit den zwei Spezialfällen der Schottky- und kalten Feldemissionsquellen. Zwar stellen sie höhere Anforderungen an das sie umgebende Vakuum (Drücke  $< 10^{-9}$  hPa) als beispielsweise eine  $\text{LaB}_6$ -Quelle, bieten dafür aber höhere Richtstrahlwerte – und damit größere Helligkeit bei gleichen bzw. kürzeren Belichtungszeiten. Zusätzlich ist die Energieverteilung geringer und die effektiven Quellgrößen kleiner. Üblicherweise liegen die verwendeten Beschleunigungsspannungen in Standardgeräten zwischen 60 und 300 kV. Es werden jedoch in speziellen Apparaturen auch geringere Beschleunigungsspannungen [32] oder aber größere im Megavoltbereich verwendet [33].

Das Kondensorlinsensystem besteht hauptsächlich aus einigen Blenden und meist zwei oder drei elektromagnetischen Linsen, deren Aufgabe darin besteht, den Strahl je nach Bedarf parallel, konvergent oder divergent zu formen und, je nach dem wie groß die zu beleuchtende Fläche ist, aufzuweiten oder zu bündeln.

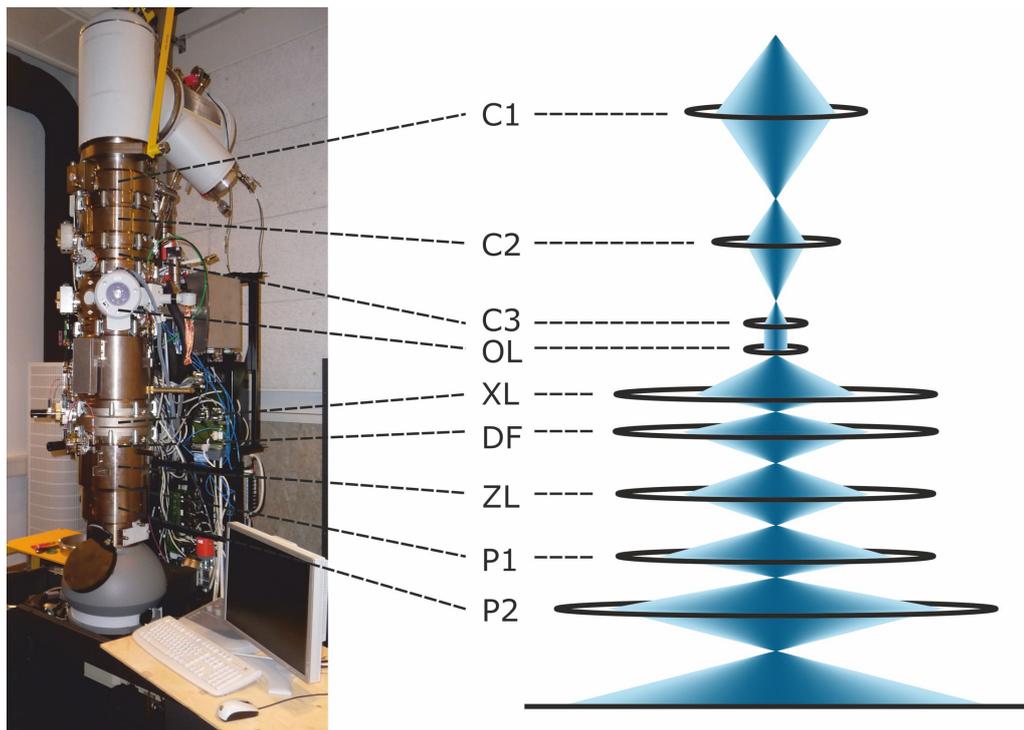
<b>Linsenabkürzungen</b>	
C1	Erste Kondensorlinse
C2	Zweite Kondensorlinse
C3	Dritte Kondensorlinse
OL	Objektivlinse
XL	Extralinse
DF	Beugungslinse
ZL	Zwischenlinse
P1	Erste Projektivlinse
P2	Zweite Projektivlinse

**Tabelle 2.1:** Bezeichnungen und Abkürzungen für einige der Linsen im Transmissionselektronenmikroskop. Es sei der Vollständigkeit halber erwähnt, dass weitere Linsen existieren, z. B. die Mini-Kondensorlinse, die Linsen des  $C_s$ -Korrektors oder die Linse direkt an der Elektronenquelle.

Die Objektivlinse ist die am stärksten vergrößernde Linse, deren Abbildungsfehler damit den größten Einfluss gewinnen. An das Objekt selbst werden spezielle Anforderungen hinsichtlich der Verwendbarkeit im Transmissionselektronenmikroskop gestellt. Da die Elektronen das Objekt komplett durchdringen sollen und sie bei zunehmender Probendicke stärker mit dem Probenmaterial wechselwirken, ist die maximale Probendicke auf einige hundert Nanometer begrenzt. Für Hochauflösungsaufnahmen empfehlen sich Probendicken von nur einigen wenigen Nanometern.

Ein hinter die Objektivlinse gesetzter Korrektor kann Linsenfehlern – üblicherweise mindestens bis einschließlich jener der dritten Ordnung, wie vierzähliger Astigmatismus oder sphärische Aberration – entgegenwirken und sie weitestgehend beheben (Vgl. Kap. 2.4).

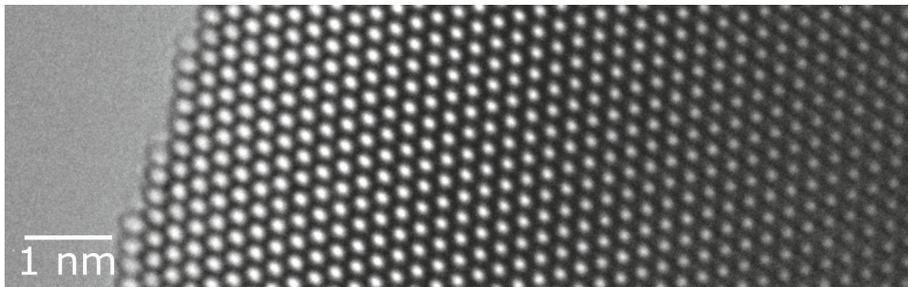
Das Projektivlinsensystem besteht üblicherweise aus zwei oder, wenn Beugungs- und Zwischenlinse dazu gezählt werden, aus vier Linsen. Sie sorgen für die notwendige Endvergrößerung auf dem Sichtschirm bzw. der Kamera. Ebenfalls die Feinbereichsblende, welche eine viel genutzte Position für die bei Elektronenholographie verwendeten Biprismen ist, ist hier zu finden (Vgl. Kap. 3).



**Abb. 2.1:** Übersichtsskizze der verschiedenen Linsen im Elektronenmikroskop.

## 2.3 Bildentstehung

Für eine Aufnahme im Transmissionselektronenmikroskop werden die durch das Objekt in ihrer Amplitude und Phase veränderten Elektronenwellen über einen gewissen Zeitraum gemessen. Die entstehende Aufnahme spiegelt die Ortsverteilung der Elektronen wider. In der Regel wird eine hohe bzw. niedrige Elektronenanzahl in einer weiß-schwarz-Darstellung wiedergegeben, wie in Abbildung 2.2 geschehen. Da bei einer gewöhnlichen Aufnahme im Transmissionselektronenmikroskop – analog zur Lichtfotographie – jedoch die Phaseninformation der Elektronenwelle verloren geht und es überdies je nach Art der Linsenfehlerkorrektur unterschiedlich ist, ob Atompositionen eher hell oder dunkel erscheinen, ist eine einfache Interpretation der Aufnahme nicht immer selbstverständlich. Das Verständnis des bildgebenden Mechanismus ist daher unumgänglich.



**Abb. 2.2:** Transmissionselektronenmikroskopische Aufnahme eines Goldkristalls. Die Phasen- und Amplitudeninformationen der Objektwelle sind in ein Schwarzweißmuster der resultierenden Intensitätsverteilung übersetzt, welches die Anzahl der auf der Kamera eintreffenden Elektronen widerspiegelt.

### 2.3.1 Abbildungstheorie

Es sei  $A(\vec{r})$  die ortsabhängige Amplitudenverteilung und  $\varphi(\vec{r})$  die zugehörige Phase hinter dem Objekt mit  $\vec{r} = (x, y)$ . Die Objektaustrittswelle  $\psi_{obj}(\vec{r})$  ergibt sich damit aus

$$\psi_{obj}(\vec{r}) = A(\vec{r}) \cdot \exp(i\varphi(\vec{r})). \quad (2.4)$$

Für die Betrachtung von Einschränkungen durch die bereits erwähnten Linsenfehler ist die Fouriertransformation der Objektwelle erforderlich. In der Fouriertransformierten liegt die Objektwelle in Ortsfrequenzabhängigkeit vor, sodass die

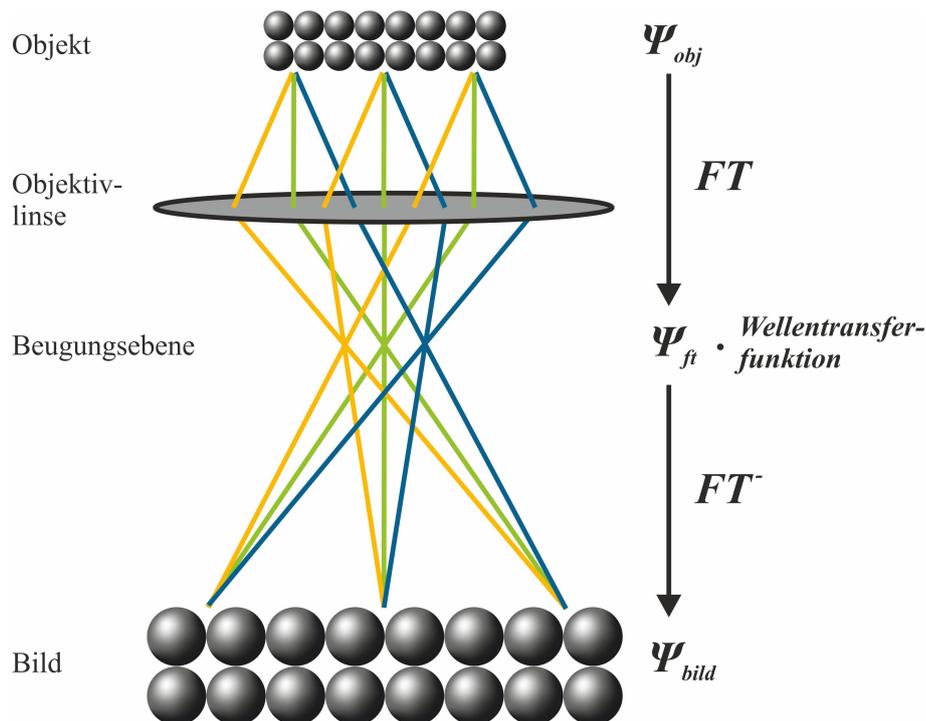
ebenfalls frequenzabhängigen Linsenfehler oder etwa die Auswirkungen von einhüllenden Funktionen im Rahmen der Näherungen der linearen Fourier-Optik durch einfache Multiplikation in den Abbildungsvorgang miteinbezogen werden können [30] (Abb. 2.3).

Die Fouriertransformierte der Objektaustrittswelle ergibt sich zu:

$$\psi_{ft}(\vec{q}) = FT(\psi_{obj}(\vec{r})) = \int_{-\infty}^{\infty} A(\vec{r}) \cdot \exp(i\varphi(\vec{r})) \cdot \exp(-2i\pi\vec{q} \cdot \vec{r}) d\vec{r}. \quad (2.5)$$

Unter der Annahme, dass die folgenden Linsen für eine weitere Vergrößerung, aber im Vergleich zur Objektivlinse nur in verhältnismäßig geringem Maß für weitere Abbildungsfehler sorgen, ergibt sich:

$$\psi_{bild}(\vec{r}) = FT^{-1}(\psi_{ft}(\vec{q}) \cdot \text{Wellentransferfunktion}) \quad (2.6)$$



**Abb. 2.3:** Die Objektwelle wird durch die Objektivlinse in die Bildwelle transformiert. Die Abbildungsfehler werden im Ortsfrequenzraum aufmultipliziert.

Die Bildintensität  $I(\vec{r})$  ergibt sich allgemein zu

$$I(\vec{r}) = |\psi_{bild}(\vec{r})|^2 = \psi_{bild}(\vec{r}) \cdot \psi_{bild}(\vec{r})^* . \quad (2.7)$$

Eine Möglichkeit, die Abbildungsfehler zu beschreiben, beinhaltet der folgende Abschnitt.

### 2.3.2 Abbildungsfehler

Die beträchtlichen Abbildungsfehler der elektromagnetischen Linsen bewirken eine Delokalisierung der Objektinformationen in der Abbildung, können aber auch zu einem teilweisen Übertrag von Amplituden- in Phaseninformationen und umgekehrt führen, was für die Untersuchung von Phasenobjekten genutzt wird.

Die Abbildungsfehler werden durch eine Wellentransferfunktion  $WTF(\vec{q})$  beschrieben [34–36]:

$$WTF(\vec{q}) = \exp(-i\chi(\vec{q})) \cdot \text{einhüllende Funktionen} . \quad (2.8)$$

Dabei beschreibt der erste Faktor kohärente und der zweite inkohärente Abbildungsfehler.

#### Kohärente Abbildungsfehler

Die kohärenten Abbildungsfehler werden durch

$$\exp(-i\chi(\vec{q})) \quad (2.9)$$

beschrieben. Dabei werden die ersten Polynomglieder der Wellenaberrationsfunktion  $\chi(\vec{q})$  bis einschließlich der dritten Ordnung folgendermaßen notiert, gemäß [37]:

$$\begin{aligned}
 \chi(\vec{q}) = 2\pi k & \left[ \frac{1}{4}C_3 \left(\frac{q}{k}\right)^4 \right. && \text{sphärische Aberration} \\
 & + \frac{1}{2}C_1 \left(\frac{q}{k}\right)^2 && \text{Defokus} \\
 & + \frac{1}{2}A_1 \left(\frac{q}{k}\right)^2 \cos(2\alpha - \alpha_{A1}) && \text{2-zähliger Astigmatismus} \\
 & + \frac{1}{3}A_2 \left(\frac{q}{k}\right)^3 \cos(3\alpha - \alpha_{A2}) && \text{3-zähliger Astigmatismus} \\
 & + B_2 \left(\frac{q}{k}\right)^3 \cos(\alpha + \alpha_B) && \text{axiale Koma} \\
 & + S_3 \left(\frac{q}{k}\right)^4 \cos(2\alpha + \alpha_{S3}) && \text{Sternfehler} \\
 & \left. + \frac{1}{4}A_3 \left(\frac{q}{k}\right)^4 \cos(4\alpha - \alpha_{A3}) \right]. && \text{4-zähliger Astigmatismus}
 \end{aligned} \tag{2.10}$$

Der Vektor  $\vec{q}$  im Ortsfrequenzraum wird hier durch seinen Betrag  $q$  und durch den Winkel  $\alpha$ , also seine Richtung, charakterisiert. Die Ausrichtung der einzelnen Linsenfehler ist durch  $\alpha_{A1}$ ,  $\alpha_{A2}$  usw. berücksichtigt.

Im Folgenden wird anstatt  $C_3$  die weiterverbreitete Bezeichnung  $C_s$  als Abkürzung für die sphärische Aberration verwendet. Der Index der Koeffizienten ( $C_1$ ,  $C_3$  usw.) entspricht der Ordnung der Polynomglieder.

In einem Transmissionselektronenmikroskop ohne Bildfehlerkorrektor stellen die ersten drei Ordnungen die wichtigsten Abbildungsfehler dar. Sie lassen sich teilweise durch den Mikroskopnutzer beeinflussen. So erfolgt beispielsweise die Feinjustage des Defokus über die Linsenanregung der Objektivlinse oder die Korrektur des zwei-zähligen Astigmatismus mithilfe von elektromagnetischen Quadropolen (Stigmatoren) [38]. Für atomar aufgelöste Transmissionselektronenmikroskopie mit Ortsauflösungen unterhalb von 0,2 nm müssen die Linsenfehler weitestgehend korrigiert werden [39] (Vgl. 2.4). In den letzten Jahren sind auch die Abbildungsfehler vierter bzw. noch höherer Ordnung verstärkt in den Fokus gerückt, um die Auflösungsgrenze weiter zu verbessern. Sie sind durch Ausspielen der Abbildungsfehler gegeneinander korrigierbar [40], werden in dieser Arbeit aber nicht berücksichtigt.

### Inkohärente Abbildungsfehler

Dämpfend auf den Abbildungsprozess wirkt zusätzlich die partielle Kohärenz der Elektronenwelle, die sich in die zeitliche und räumliche Kohärenz aufspaltet [41]. Sie resultieren in sogenannten einhüllenden Funktionen und werden in linearer Näherung kurz vorgestellt.

Die zeitliche Kohärenz beschreibt die Gleichförmigkeit der zur Abbildung verwendeten Elektronen über einen gewissen Zeitraum, also inwieweit die Energie und damit die Wellenlänge der Elektronen konstant bleiben. Sie wird auch Längenkohärenz genannt. Sie ist den Instabilitäten des Transmissionselektronenmikroskops geschuldet, die sich in Schwankungen der Beschleunigungsspannung  $\Delta U_A$ , der Linenströme  $\Delta I$  und der Energieverteilung der von der Quelle emittierten Elektronen  $\Delta E$  ausdrücken. Diese Faktoren bewirken, im Zusammenspiel mit der chromatischen Aberration  $C_c$  der Objektivlinse eine Verschmierung der Abbildung. Dies entspricht einer einhüllenden Funktion  $E_C(\vec{q})$  im Ortsfrequenzraum. Sie lässt sich durch

$$E_C(\vec{q}) = \exp\left(-\frac{1}{2}(\pi\lambda\Delta)^2\vec{q}^4\right) \quad (2.11)$$

beschreiben [42–45], wobei die genannten Instabilitäten wie folgt zusammengefasst sind [30, 46]:

$$\Delta = C_c \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta E}{eU_A}\right)^2 + \left(\frac{\Delta U_A}{U_A}\right)^2 + \left(2\frac{\Delta I}{I}\right)^2}. \quad (2.12)$$

Die räumliche Kohärenz - oft auch Winkelkohärenz genannt - trägt den räumlichen Eigenschaften der Elektronenquelle Rechnung, die in der Realität keine perfekte Punktquelle darstellt, sondern viel mehr einen ausgedehnten Emittor unbekannter Form. Üblicherweise wird jedoch von einer symmetrischen, gaußförmigen Quelle ausgegangen. Die Winkel, unter denen die Elektronen verschiedener Quellpositionen die Objektivlinse passieren, unterscheiden sich dadurch so weit, dass auch die Abbildungsfehler für diese Elektronen leicht unterschiedlich sind. Die resultierende Kontrastdämpfung  $E_S(\vec{q})$  in allen Beleuchtungsrichtungen wird mit

$$E_S(\vec{q}) = \exp\left(-\left(\frac{\theta_c}{2\lambda}\right)^2(\nabla\chi(\vec{q}))^2\right) \quad (2.13)$$

gemittelt [42–45]. Dabei beschreibt  $\theta_c$  den Halbwinkel der Beleuchtungsapertur. Er wird im Folgenden auch Kohärenzwinkel genannt und berechnet sich in Kleinwinkelnäherung aus dem Quotienten der halben effektiven Quellbreite und dem Abstand

der effektiven Quelle zur Objektebene. Die effektive Quellbreite entspricht dabei der Halbwertsbreite der Intensitätsverteilung.

Bei der Aufzeichnung wird außerdem über alle Einfallswinkel  $\theta$  und alle Fokusschwankungen durch die Linsenfehler integriert [38, 43, 47]. Es ergibt sich in linearer Näherung die gemittelte Intensität  $\bar{I}(\vec{r})$  [48]:

$$\bar{I}(\vec{r}) = |FT^{-1}[\psi_{ft}(\vec{q}) \cdot \exp(-i\chi(\vec{q})) \cdot E_C(\vec{q}) \cdot E_S(\vec{q})]|^2, . \quad (2.14)$$

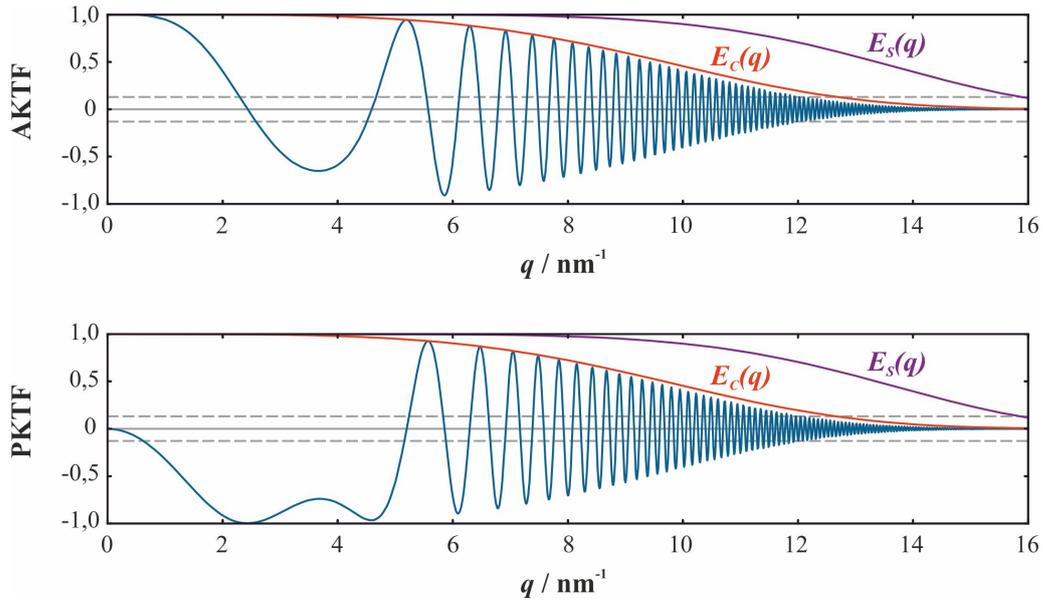
Die Betrachtung ist auf lineare Abbildung beschränkt, wie sie beispielsweise bei schwachen Phasenobjekten gegeben ist. Eine umfassendere Betrachtung bietet [43].

### 2.3.3 Kontrasttransfer

Eine Möglichkeit, verschiedene Linsenfehler gegeneinander partiell auszuspielen, wird anhand der Kontrasttransferfunktion deutlich und geht auf den Zernike-Phasenkontrast zurück [49, 50]. Zu Grunde liegende Idee hierbei ist es, die sphärischen Linsenfehler, also Defokus und sphärische Aberration, derartig zu wählen, dass ein optimaler Informationstransfer von der Objektwellenphase in die Bildwellenamplitude erfolgen kann. Die Betrachtung soll in ihrer linearen Näherung für schwache Objekte vorgenommen werden.

Die Kontrasttransferfunktion teilt sich in die Amplitudenkontrasttransferfunktion (AKTF) und Phasenkontrasttransferfunktion (PKTF) auf. Hierfür werden die symmetrischen Anteile  $\chi_s(\vec{q})$  der Wellenaberrationsfunktion  $\chi(\vec{q})$  (Gl. (2.8)) aufgespalten in ihren Kosinus- und Sinusanteil,  $\cos(\chi_s(\vec{q}))$  und  $\sin(\chi_s(\vec{q}))$ . Dies ist nützlich, da  $\cos(\chi(\vec{q}))$  gerade den Informationsübertrag von der Objektamplitude in die Bildamplitude beschreibt, also die AKTF darstellt, und  $\sin(\chi_s(\vec{q}))$  den Informationsübertrag von der Objektphase in die Bildamplitude beschreibt, also die PKTF wiedergibt. Da bei einer gewöhnlichen TEM-Aufnahme die Phaseninformation der Bildwelle verloren geht und nur die Intensität, also die quadrierte Bildamplitude, erhalten wird, genügt diese Betrachtung. Zusätzlich zu den Linsenfehler werden AKTF und PKTF durch die vorgestellten Dämpfungseffekte  $E_S(\vec{q})$  und  $E_C(\vec{q})$  beeinträchtigt.

Unter der Annahme, dass das zu untersuchende Objekt sehr dünn ist und daher die Phaseninformationen überwiegen, wird in der konventionellen Transmissionselektronenmikroskopie verstärktes Augenmerk auf die Optimierung der PKTF gelegt. In Abbildung 2.4 sind AKTF und PKTF für folgende Werte beispielhaft dargestellt:  $C_1 = -54$  nm,  $C_s = 1$  mm,  $\Delta = 2$  nm und  $\theta_c = 0,03$  mrad.



**Abb. 2.4:** Beispielhafte Amplituden- und Phasenkontrasttransferfunktion der Objektivlinse für  $C_1 = -54$  nm,  $C_s = 1$  mm,  $\Delta = 2$  nm und  $\theta_c = 0,03$  mrad.

In Abbildung 2.4 ist der Defokus  $C_1$  so festgelegt, dass das erste Minimum der PKTF eine maximale Breite erhält und gleichzeitig möglichst überall den Wert '-1' behält. Auf diese Weise ist für den größtmöglichen Ortsfrequenzbereich ein gleichförmiger Informationstransfer gewährleistet. Defokus und sphärische Aberration folgen dabei dem Verhältnis

$$C_1 = -1,2\sqrt{\lambda C_s}, \quad (2.15)$$

wobei der Defokus  $C_1$  in diesem Fall Scherzer-Fokus genannt wird [51].

Eine andere Form der Defokus-Optimierung sieht vor, die Delokalisierung der Objektdetails zu minimieren [52]. Dabei steht, im Gegensatz zum Scherzer-Fokus, nicht die Interpretierbarkeit der Aufnahme, sondern viel mehr die Maximierung des Auflösungsvermögens durch Optimierung von  $E_S(\vec{q})$  im Vordergrund. Dies ist immer dann zulässig, wenn die Phaseninformationen nicht in die Intensität transferiert werden müssen, sondern anderweitig erfasst werden, wie es bei der Elektronenholographie geschieht. Der Defokus ist dann meist in Abhängigkeit vom Informationslimit  $q_{max}$ , bis zu dem der Informationsübertrag optimiert werden soll, dargestellt:

$$C_1 = -\frac{3}{4} \cdot C_s (\lambda q_{max})^2. \quad (2.16)$$

## 2.4 Bildfehlerkorrektur

Bildfehler lassen sich heute bereits vor der Bildaufnahme reduzieren oder gänzlich korrigieren, wofür entsprechende Bauteile verwendet werden, wie etwa eine Bildfehlerkorrektoreinheit, die häufig schlicht  $C_s$ -Korrektor genannt wird. Dabei ist abzuwägen, welche Bildfehler für die Abbildung notwendig sind. Für konventionelle Transmissionselektronenmikroskopie ist beispielsweise die sphärische Aberration für den Phasenkontrast unerlässlich und wird daher normalerweise nicht vollständig korrigiert.

Sofern durch eine holographische Untersuchungsmethode die vollständige Bildwelle als Messergebnis vorliegt, kann diese auch numerisch manipuliert und verbleibende Bildfehler beseitigt werden.

### 2.4.1 Bildfehlerbestimmung

Um die Bildfehler der elektronenoptischen Linsen noch vor der Aufnahme mit einer Korrektoreinheit korrigieren zu können, muss zunächst die Größe der Bildfehler bestimmt werden. Bei den einfacheren Bildfehlern, wie zum Beispiel dem Defokus oder dem zweizähligen Astigmatismus, ist dies bereits aus der Fouriertransformation einer einzigen Aufnahme möglich, wenn die Nulldurchgänge der Kontrasttransferfunktion sichtbar sind. Damit die Nulldurchgänge eindeutig bestimmt werden können, wird daher zumeist eine amorphe Probenstelle, wie sie bei bestimmten Präparationsarten entstehen können, eine dünne Kohlenstoffolie oder, wenn die Probe aus mehreren aneinander geklebten Teilen besteht, Kleberreste verwendet. In der resultierenden kontinuierlichen Ortsfrequenzverteilung in der Fouriertransformation sind die Nulldurchgänge der Kontrasttransferfunktion deutlich sichtbar und Defokus sowie zweizähliger Astigmatismus lassen sich aus den Radien beziehungsweise der Elliptizität der Nulldurchgänge bestimmen.

Für die Bestimmung von Linsenfehlern, deren Ordnung größer als eins ist, wird ausgenutzt, dass eine Strahlverkipfung weitere Linsenfehler produziert. Durch einen Kippwinkel  $\Theta$  ergibt sich eine Verschiebung  $|q_{\Theta}^{\vec{0}}| = k \cdot \Theta$ . Damit ändern sich die ersten drei Polynomglieder von Gleichung (2.10) zu [38, 53, 54]:

$$\begin{aligned}
\chi(\vec{q}) = 2\pi k & \left[ \frac{1}{4} C_s \left( \frac{q}{k} \right)^4 \right. & C'_s \\
& + \frac{1}{2} (C_1 + 2C_s \Theta^2 + 4B_2 \Theta \cos(\alpha_\Theta + \alpha_B)) & C'_1 \\
& + 6S_3 \Theta^2 \cos(2\alpha_\Theta + \alpha_{S3}) \left( \frac{q}{k} \right)^2 & (2.17) \\
& + \frac{1}{2} (A_1 \cos(2\alpha - \alpha_{A1}) + C_s \Theta^2 \cos(2\alpha - 2\alpha_\Theta)) & A'_1 \\
& + 2A_2 \Theta \cos(2\alpha - \alpha_\Theta - \alpha_{A2}) + 2B_2 \Theta \cos(2\alpha - \alpha_\Theta + \alpha_{B2}) \\
& \left. + 3A_3 \Theta^2 \cos(2\alpha + 2\alpha_{Theta} - \alpha_{A3}) + 6S_3 \Theta^2 \cos(2\alpha + \alpha_{S3}) \left( \frac{q}{k} \right)^2 \right] .
\end{aligned}$$

Es entstehen der sogenannte effektive Defokus  $C'_1$  und der effektive zweizählige Astigmatismus  $A'_1$ . Auch für die übrigen Fehler mit höherer Ordnung ergeben sich effektive Werte, die hier der Übersichtlichkeit halber nicht aufgeführt sind.

Die Fouriertransformierten der Kippbilder werden in einem Zemlin-Tableau zusammengefasst und gemeinsam in einem Gleichungssystem ausgewertet [54]. Mit der Anzahl der verschiedenen Kippbilder steigt die Qualität des Ergebnisses; üblicherweise werden rund 10-20 Kippbilder in einem Zemlin-Tableau zusammengefasst.

### 2.4.2 Cs-Korrektor

In der Lichtoptik werden Linsenfehler häufig durch ein Bauelement mit umgekehrten optischen Eigenschaften berichtigt. So lässt sich beispielsweise die positive sphärische Aberration einer Sammellinse mit einer geeigneten Zerstreuungslinse mit negativer sphärischer Aberration beseitigen. Im Falle der Elektronenoptik hat sich jedoch früh herausgestellt, dass es prinzipiell keine raumladungsfreien, elektromagnetischen, zeitlich konstanten Elektronenlinsen mit negativer sphärischer Aberration geben kann [55]. Erst die Abkehr vom typischen Linsendesign, hin zu Quadro-, Hexa- und Oktopol-Bauelementen, ermöglicht im Zusammenspiel mit den Sammellinsen eine Korrektoreinheit mit dem gewünschten Effekt [56, 57]. In einer Implementierung dieses Konzepts konnte beispielsweise die Ortsauflösung in einem Standardmikroskop von 0,24 nm auf 0,14 nm verbessert werden [58], was eine beachtliche Steigerung darstellte. Während mit dem Hexapol-Korrektor ein Werkzeug zur Reduzierung von Linsenfehlern wie sphärischer Aberration, Astigmatismus, axialem Koma und Sternfehler geschaffen war, blieb die chromatische Aberration zunächst unberücksichtigt.

Mittlerweile existiert auch für Letztere eine Korrekturmöglichkeit [59], was zu einer weiteren Verbesserung der Auflösungsgrenze zu 0,05 nm geführt hat [7]. Durch die Verbesserung der Ortsauflösung lassen sich die Atompositionen exakter bestimmen, was auch für die Elektronenholographie in atomarer Auflösung von Vorteil ist. Das Potential der Atome, welches für den Phasenschub bei Elektronenholographie verantwortlich ist, wird bei höherer Auflösung auf eine kleinere Fläche projiziert, sodass sich der Phasenschub entsprechend erhöht und auch die Phase leichter Atome einfacher detektierbar wird [60].

---

## 3 Konventionelle off-axis-Elektronenholographie

---

Eine Möglichkeit, die Phase der Bildwelle zu erhalten, bietet die Bildebenen-off-axis-Elektronenholographie, welche eine der am weitesten verbreiteten Formen der Elektronenholographie ist. Andere Methoden zur Bestimmung der Bildwellenphase [61], wie beispielsweise die inline-Holographie [11] sowie die Rekonstruktion von Kipp- [62] oder Fokussereien [63, 64] werden hier nicht diskutiert.

Das Grundprinzip jedes holographischen Abbildungsvorganges ist es, die Objektwelle mit einer wohldefinierten kohärenten Referenzwelle zu überlagern und die resultierende Intensitätsverteilung mit einer Kamera oder einem anderen Speichermedium aufzunehmen [65, 66]. In der traditionellen lichtoptischen Holographie kann das ursprüngliche Objekt anschließend mittels Einstrahlung einer Welle, vergleichbar der Referenzwelle, rekonstruiert werden. Die im Hologramm enthaltene Phaseninformation ermöglicht dabei den bekannten 3D-Effekt, der mit Hologrammen häufig in Zusammenhang gebracht wird. Die Objektwellenrekonstruktion in der Elektronenholographie wird heutzutage bevorzugt mit digitalen Bildverarbeitungsprogrammen am Computer vollzogen.

Die Verfügbarkeit der Phaseninformationen im Rahmen der Elektronenholographie hat bereits vielfach ihren Nutzen bewiesen. So gelang beispielsweise die Vermessung von magnetischen Domänen [12] und die des mittleren inneren Potentials [15] oder etwa die Bestimmung von Potentialverteilungen [16] und von Verspannungsfeldern [18], letztere mit der sogenannten Dunkelfeldholographie. Auch in Kombination mit tomographischen Methoden werden neue Möglichkeiten eröffnet [48]. Neben den genannten Anwendungsgebieten, die sich vornehmlich auf Untersuchungen bei mittlerer Auflösung beziehen, ist die Elektronenholograpie jedoch gleichermaßen für Untersuchungen mit atomarer Auflösung geeignet [67].

Die entsprechenden Zusammenhänge und Vorgehensweisen in der Elektronenholographie, was im Einzelnen die Entstehung eines Hologramms und seine Eigenschaften, die Rekonstruktion der Bildwelle und beim gesamten Vorgang auftretende Fehler sind, werden in diesem Kapitel behandelt. Obwohl der Fokus dieser Arbeit auf atomar aufgelöster Elektronenholographie liegt, besitzen die meisten Aspekte und mathematischen Zusammenhänge auch Gültigkeit für Elektronenholographie bei mittlerer Auflösung.

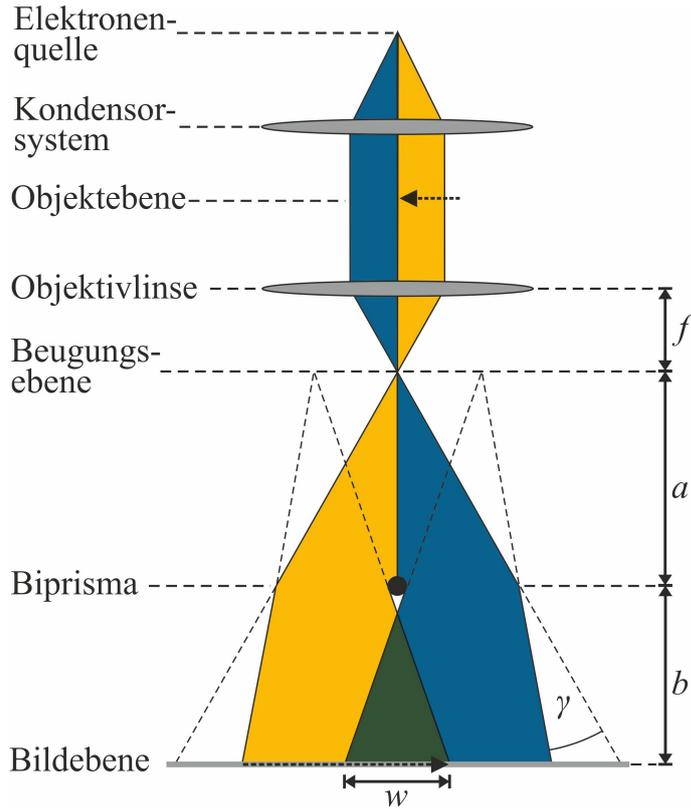
## 3.1 Hologrammentstehung und -eigenschaften

Als Vater der Holographie gilt allgemein Dennis Gabor, da er den kompletten Holographieprozess, also Aufzeichnung und Rekonstruktion der vollständigen Objektwelle, erstmals mit Licht durchführte [11, 68]. Die verwendete Holographieart war die inline-Holographie und obwohl Gabor dabei ursprünglich bereits die Elektronenmikroskopie als Anwendungsgebiet im Sinn hatte, gelang das erste inline-Hologramm in einem Elektronenmikroskop erst 1952 [19]. Weil bei der Rekonstruktion von inline-Hologrammen zusätzlich zum eigentlichen Bild ein komplex-konjugiertes Bild entsteht und sich beide überlagern, wurde zunächst in der Lichtoptik dazu übergegangen, Hologramme mit zueinander verkippten Objekt- und Referenzstrahlen aufzunehmen, sogenannte off-axis-Hologramme [69]. Dieses Prinzip konnte mit der Erfindung des elektrostatischen Biprismas [70, 71], welches ursprünglich nur für Interferenzversuche konzipiert war, auf die Elektronenholographie übertragen [72, 73].

Das elektrostatische Biprisma lässt sich herstellen, indem ein dünner Glasfaden zunächst mit Platin-Iridium als Haftvermittler und anschließend mit Gold bedampft wird. Das Biprisma hat einen Durchmesser von vorzugsweise 300 bis 500 nm und wird zusammen mit zwei geerdeten Abschirmungen traditionell im Blendenhalter der Feinbereichsblende eingebaut. Wird das Biprisma in den Strahlengang etwas oberhalb einer Bildebene gebracht, bewegen sich durch Anlegen einer positiven Spannung die beiden Strahlhälften in der Bildebene aufeinander zu (Abb. 3.1).

### 3.1.1 Hologrammbreite und Streifenabstand

Durch die Verkipfung des Strahls überlagern sich die Wellenfronten in der Bildebene, sodass durch die Interferenz Hologrammstreifen entstehen, welche parallel zum Biprisma verlaufen. Mit zunehmender Biprismaspannung  $U_f$  vergrößert sich die



**Abb. 3.1:** Schematischer Strahlengang bei konventioneller Elektronenholographie.

Hologrammbreite  $w$ , während gleichzeitig der Hologrammstreifenabstand  $s$  kleiner wird, da der Verkippungswinkel ansteigt (Abb. 3.2). Die genauen Werte lassen sich exakt berechnen, sofern die genaue Position des Biprismas im Strahlengang, also die Längen  $a$  und  $b$  sowie der Ablenkwinkel  $\gamma$  bekannt sind [74, 75]. Der Ablenkwinkel  $\gamma$  bestimmt sich zu

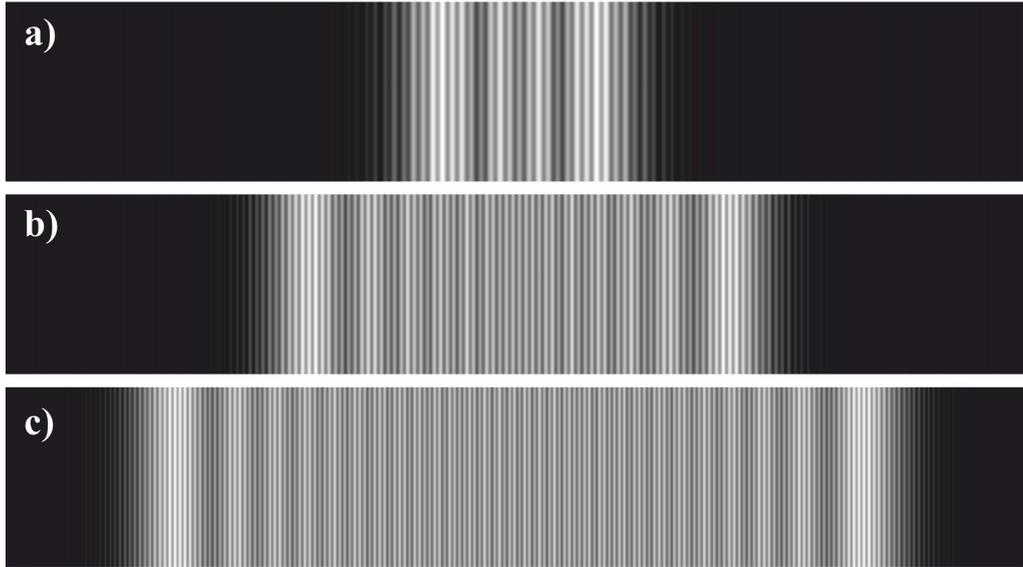
$$\gamma = \gamma_0 U_f, \quad (3.1)$$

wobei  $\gamma_0$  die Biprismakonstante ist [72]:

$$\gamma_0 = \frac{\pi}{2 \ln\left(\frac{d_{BP}}{r_f}\right)} \cdot \frac{1 + \frac{eU_A}{m_0 c^2}}{eU_A \cdot \left(1 + \frac{eU_A}{2m_0 c^2}\right)}. \quad (3.2)$$

Dabei ist  $d_{BP}$  der Abstand zu den beiden Abschirmungen,  $r_f$  der Biprismaradius,  $e$  die Elementarladung,  $U_A$  die Beschleunigungsspannung,  $m_0$  die Elektronenruhmasse und  $c$  die Lichtgeschwindigkeit.

Der Anschaulichkeit halber werden die Eigenschaften von Elektronenhologram-



**Abb. 3.2:** Simulation verschiedener Hologramme für  $r = 320$  nm,  $a = 50$  mm und  $b = 10$  mm sowie a)  $U_f = 50$  V, b)  $U_f = 75$  V und c)  $U_f = 100$  V bei  $U_A = 300$  kV.

men in der Regel mit der Vergrößerung der Objektivlinse  $M_{ol}$  auf ihre theoretischen Ausmaße in der Objektebene zurückgerechnet. Die Überlappungsbreite  $w_{01}$  durch eine Spannung am Biprisma, bezogen auf die Objektebene, errechnet sich damit aus

$$w_{01} = \frac{1}{M_{ol}} \cdot 2\gamma b. \quad (3.3)$$

Dabei stellt  $w_{01}$  zwar die gesamte Überlagerungsbreite der beiden Strahlhälften dar, allerdings nicht die eigentliche Hologrammbreite, da der Biprismaschatten  $w_{s1}$ , gegeben durch

$$w_{s1} = \frac{1}{M_{ol}} \cdot 2r_f \frac{a+b}{a}, \quad (3.4)$$

die tatsächliche Hologrammbreite reduziert [24, 76]:

$$w = w_{01} - w_{s1} = \frac{1}{M_{ol}} \cdot (2\gamma b - 2r_f \frac{a+b}{a}). \quad (3.5)$$

Für den Streifenabstand  $s$  gilt, unter Verwendung der Elektronenwellenlänge  $\lambda$  [74, 75]:

$$s = \frac{1}{M_{ol}} \frac{\lambda(a+b)}{2\gamma a}. \quad (3.6)$$

Beispiele für Hologramme mit unterschiedlicher Breite und Streifenabstand sind

in Abbildung 3.2 zu sehen.

Welche Hologrammbreite jeweils für eine Aufnahme benötigt wird, ist in erster Linie durch die Größe des Objektes und seinen Abstand zum nächstliegenden Vakuumbereich vorgegeben, da letzterer für die Nutzung als Referenzwelle erforderlich ist. Die maximale räumliche Auflösung, die aus dem Hologramm in die rekonstruierte Bildwelle transferiert werden kann, wird hingegen durch den Streifenabstand festgelegt (Vgl. Abschn. 3.4). Da beide Hologrammeigenschaften für den gewöhnlichen Mikroskopnutzer lediglich über einen gemeinsamen Parameter, die Biprismaspannung, zugänglich sind, müssen beide bei der Wahl der optimalen Biprismaspannung berücksichtigt werden. Erschwerend kommt hinzu, dass weitere Faktoren wie etwa die partielle räumliche Kohärenz, welche sich bei größeren Überlappungsbreiten  $w_{01}$  verschlechtert, die Hologrammqualität beeinträchtigen.

### 3.1.2 Hologrammintensität

Im Folgenden soll dargelegt werden, wie sich die Hologrammintensität beschreiben lässt. Einzelheiten dazu sind in verschiedenen Quellen zu finden; die nachfolgende Betrachtung ist [38] entnommen.

Es sei

$$\Psi_{bild}(\vec{r}) = A_b(\vec{r}) \cdot \exp(i\varphi_b(\vec{r})) \quad (3.7)$$

die Bildwelle (Vgl. Abschn. 2.3) und

$$\Psi_0(\vec{r}) = A_0(\vec{r}) \cdot \exp(i\varphi_0(\vec{r})) \quad (3.8)$$

die Referenzwelle mit  $\varphi_0(\vec{r}) = 0$ . Die im vorigen Abschnitt angesprochene Verkipfung der beiden Strahlhälften, hier  $\Psi_{bild}(\vec{r})$  und  $\Psi_0(\vec{r})$ , lässt sich durch einen Phasenkeil  $\varphi_1(\vec{r})$  beschreiben, mit

$$\varphi_1(\vec{r}) = \pi \vec{q}_1 \vec{r}. \quad (3.9)$$

Dabei ist  $\vec{q}_1$  die Trägerfrequenz des Hologramms, also der Kehrwert des Streifenabstands, inklusive der Richtungsabhängigkeit der Hologrammstreifen ( $|\vec{q}_1| = 1/s$ ). Es ergeben sich die neuen Wellen

$$\Psi'_{bild}(\vec{r}) = A_b(\vec{r}) \cdot \exp(i\varphi_b(\vec{r}) + i\varphi_1(\vec{r})) \quad (3.10)$$

und

$$\Psi'_0(\vec{r}) = A_0(\vec{r}) \cdot \exp(-i\varphi_1(\vec{r})). \quad (3.11)$$

Die Überlagerung dieser beider Wellen lässt sich durch Summation erhalten. Da sich bei der Aufzeichnung mittels der CCD-Camera lediglich die Intensität  $I(\vec{r})$  festhalten lässt, muss als letzter Schritt selbige bestimmt werden. Es gilt dabei allgemein

$$I(\vec{r}) = |\Psi(\vec{r})|^2 = \Psi(\vec{r}) \cdot \Psi(\vec{r})^*, \quad (3.12)$$

woraus für den vorliegenden Fall folgt:

$$I(\vec{r}) = (\Psi'_{bild}(\vec{r}) + \Psi'_0(\vec{r})) \cdot (\Psi'_{bild}(\vec{r}) + \Psi'_0(\vec{r}))^*. \quad (3.13)$$

Durch Einsetzen der Gleichungen für die beiden Teilwellen und mit Hilfe der Eulerschen Formel ( $\exp(ix) = \cos(x) + i \sin(x)$ ) [77] sowie einigen Eigenschaften der trigonometrischen Funktionen ( $\cos(x) = \cos(-x)$  und  $\sin(-x) = -\sin(x)$ ) folgt

$$I(\vec{r}) = A_b^2(\vec{r}) + A_0^2(\vec{r}) + 2A_b(\vec{r})A_0(\vec{r}) \cos(\varphi_b(\vec{r}) + 2\varphi_1(\vec{r})). \quad (3.14)$$

Die Hologrammintensität lässt sich also durch eine Kosinusfunktion beschreiben, die durch das Phasensignal des Objektes eine lokale Verschiebung erfahren kann, was letztendlich das auswertbare Messergebnis darstellt.

Verschiedene Effekte können eine dämpfende Wirkung auf den Hologrammstreifenkontrast haben, wie in den folgenden Abschnitten beschrieben wird. Diese Dämpfung wird durch den zusätzlichen Faktor  $\mu$  mit einbezogen:

$$I(\vec{r}) = A_b^2(\vec{r}) + A_0^2(\vec{r}) + 2\mu A_b(\vec{r})A_0(\vec{r}) \cos(\varphi_b(\vec{r}) + 2\varphi_1(\vec{r})). \quad (3.15)$$

Einzelheiten zu den verschiedenen kontrastdämpfenden Effekten werden in den folgenden Abschnitten erläutert.

## 3.2 Hologrammqualität

Ist eine Biprismaspannung mit ausreichender Hologrammbreite und hinreichendem Streifenabstand erst einmal gefunden, wird die tatsächliche Qualität – und mit dieser die Nutzbarkeit des Hologramms – in erster Linie durch den Kontrast  $V$  der Hologrammstreifen und die Anzahl  $N$  der zur Bildgebung beitragenden Elektronen limitiert.

Unter der Annahme, dass die Hologrammstreifen sich modellhaft durch eine Kosinusfunktion beschreiben lassen (Gleichung (3.15)), sind der Kontrast  $V$  und die Elektronenanzahl  $N$  ein Maß dafür, wie gut dieses Modell im Experiment tatsächlich erreicht wurde. Bei einer geringen Anzahl von Elektronen ist die Kosinusform entsprechend stark verrauscht und es lässt sich die genaue Lage der Kosinusfunktion schwerer bestimmen, was einer großen Standardabweichung der Phase gleichkommt. Gemeinsam ermöglichen Kontrast  $V$  und Elektronenanzahl  $N$  daher die Abschätzung der Standardabweichung  $\varphi_s$  der Phase der Kosinusfunktion [78]:

$$\varphi_s = \frac{\sqrt{2}}{V\sqrt{N}}. \quad (3.16)$$

Der Kontrast  $V$  hat im optimalen Fall den Wert '1' und berechnet sich allgemein aus dem Bildpixel mit den meisten Counts  $N_{max}$  und dem mit den wenigsten Counts  $N_{min}$  [79]:

$$V = \frac{N_{max} - N_{min}}{N_{max} + N_{min}}. \quad (3.17)$$

Gleichung (3.17) gilt für unverrauschte Aufnahmen ohne Fresnel-Beugungssäume und ohne Objekt. Bei verrauschten Aufnahmen muss eine Mittelung der Maxima und Minima vorgenommen werden oder alternativ im Ortsfrequenzraum das Verhältnis der Amplituden  $A(0)$  und  $A(\vec{q}_1)$  betrachtet werden:

$$V = \frac{2A(\vec{q}_1)}{A(0)}. \quad (3.18)$$

Dabei ist  $A(0)$  die Amplitude des Zentralbandzentrums und  $A(\vec{q}_1)$  die Amplitude eines Seitenbandzentrums. Zentral- und Seitenbänder sind in Abschnitt 3.4 beschrieben.

Wird für die Rekonstruktion der Bildwelle der Weg über den Ortsfrequenzraum gewählt (Vgl. Abschn. 3.4), muss für die Anwendung von Gleichung (3.16) die Anzahl der Counts in die Elektronenanzahl in der rekonstruierten Bildwelle umgerechnet

werden. Dabei muss die Konversionsrate von Elektronen zu Counts sowie das Verhältnis von Hologramm- und rekonstruierten Pixeln berücksichtigt werden, so wie es beispielsweise in [22] beschrieben ist.

Gleichung (3.16) bezieht sich dabei vordergründig auf den Fehler bei der Phasenbestimmung, der sich bei Poisson-Rauschen einstellt. Das Poisson-Rauschen ergibt sich aus der endlichen Anzahl von Elektronen, die gemäß ihrer Aufenthaltswahrscheinlichkeit  $|\Psi_{bild}(\vec{r})|^2$  zufällig verteilt auf die Kamera treffen. Bei zunehmender Elektronenanzahl reduziert sich daher das Poisson-Rauschen. Unbeachtet bleibt dabei jegliche Form von Rauschen, das korreliert mit den Elektronen auftritt [80]. Außerdem ist zu beachten, dass beim üblicherweise genutzten Rekonstruktionsprozess, der Fourierraum-Rekonstruktion (Kap. 3.4), das Signal und das zugehörige Rauschen auf unterschiedliche Weise in die rekonstruierte Bildwelle übertragen werden [81]. Erst durch die Betrachtung einer allgemeinen Rausch-Transferfunktion lässt sich ein korrigierender Faktor für Gleichung 3.16 bestimmen [80].

### 3.3 Kontrastdämpfung

Der Hologrammkontrast  $V$  wird generell durch verschiedene Effekte beeinträchtigt, die in einem Dämpfungsfaktor  $\mu$  zusammengefasst werden, und weicht daher vom optimalen Wert '1' ab:

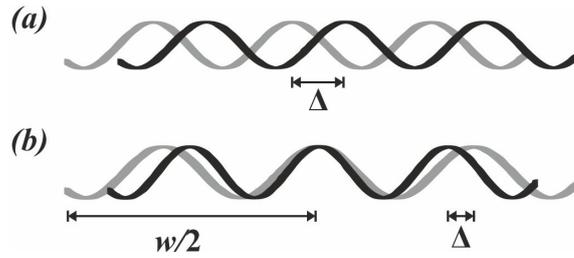
$$V = \mu = \mu_{MTF} \cdot \mu_{inst} \cdot \mu_{sc}. \quad (3.19)$$

Für diese Kontrastminderung sind die Kontrastdämpfungen durch die Kamera  $\mu_{MTF}$ , die partielle räumliche Kohärenz der Beleuchtungsquelle  $\mu_{sc}$  sowie mechanische oder elektrische Instabilitäten  $\mu_{inst}$  verantwortlich. Diese drei Effekte bilden gemeinsam den Gesamtdämpfungsfaktor  $\mu$  und werden im Folgenden gesondert betrachtet.

Zusätzlich zu den genannten Dämpfungsfaktoren kann eine Kontrastdämpfung  $\mu_{inel}$  durch inelastische gestreute Elektronen wirken. Diese treten jedoch vornehmlich bei dicken Objekten auf, sodass  $\mu_{inel}$  an dieser Stelle vernachlässigt wird.

#### 3.3.1 Berechnung der Dämpfungsfunktionen

Um die Dämpfungsfunktionen der einzelnen kontrastmindernden Effekte zu berechnen, wird jedesmal der Versatz der Hologrammstreifen  $\Delta$  betrachtet, der sich aus



**Abb. 3.3:** (a) Hologrammstreifenverschiebung. (b) Wellenlängenänderung.

der jeweiligen Ursache ergibt. Das generelle Vorgehen dabei wird im Folgenden beschrieben.

In Abbildung 3.3 (a) ist der Versatz  $\Delta$  für eine Verschiebung der Hologrammstreifen und in Abbildung 3.3 (b) für eine Wellenlängenänderung dargestellt, wobei die Ursachen hierfür zunächst nicht betrachtet werden sollen. Die Verschiebung im ersten Fall ist für alle Hologrammstreifen gleich, im zweiten Fall ist der Hologrammstreifenversatz und damit auch die Kontrastdämpfung ortsabhängig. Mit  $w/2s$  lässt sich die Anzahl der Hologrammstreifen von der Mitte bis zur Hologrammbreite  $w$  berechnen und damit der ortsabhängige Versatz. Da die Dämpfungen, die eine Wellenlängenänderung bewirken, in der Regel sehr schwach sind, tritt die größte Dämpfung in diesen Fällen am Hologrammrand auf.

Die aus dem Versatz resultierende Dämpfung  $\mu$  des Hologrammstreifenkontrasts sei im Folgenden beispielhaft dargelegt.

Die Hologrammstreifen in Abbildung 3.3 lassen sich in einfacher Näherung als  $g(x) = \cos(2\pi x/s)$  beschreiben. Der Versatz  $\Delta$  ist dann gleichbedeutend mit einer lateralen Phasenänderung  $\varphi_\Delta$ :

$$g(x) = \cos(2\pi x/s - \varphi_\Delta) \quad (3.20)$$

mit  $\varphi_\Delta = 2\pi\Delta/s$ .

Um die resultierende Funktion  $\bar{g}(x)$  zu bestimmen, wenn sich verschiedene  $g(x)$  mit unterschiedlichen Phasenänderungen  $\varphi_\Delta$  überlagern, müssen nun die einzelnen Funktionen  $g(x)$  gemittelt werden.

Wird beispielsweise eine gaußförmige Verteilung der Hologrammstreifenpositionen angenommen, lässt sich die durchschnittliche Hologrammstreifenposition über die Standardabweichung beschreiben. Als Zusammenhang zwischen dem Hologrammstreifenversatz  $\Delta$  und der Standardabweichung der Hologrammstreifenposition, beschrieben durch die Standardabweichung der Phase  $\varphi_s$ , sei  $\varphi_s = \pi\Delta_s/s$  angenom-

men. Damit ergibt sich  $\bar{g}(x)$  zu

$$\bar{g}(x) = \frac{1}{\varphi_s \sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{\infty} \exp\left(-\frac{\varphi_{\Delta}^2}{2\varphi_s^2}\right) \cos(2\pi x/s - \varphi_{\Delta}) \cdot d\varphi_{\Delta} \quad (3.21)$$

und schließlich zu

$$\bar{g}(x) = \exp\left(-\frac{\varphi_s^2}{2}\right) \cdot \cos(2\pi x/s). \quad (3.22)$$

Der erste Faktor ist konstant für alle  $x$  und entspricht somit dem gesuchten globalen Dämpfungsfaktor  $\mu$ :

$$\mu = \exp\left(-\frac{1}{2}\left(\frac{\pi\Delta_s}{s}\right)^2\right). \quad (3.23)$$

Mit  $\Delta_s$  als der Standardabweichung des Biprismaversatzes

### 3.3.2 Modulationstransferfunktion

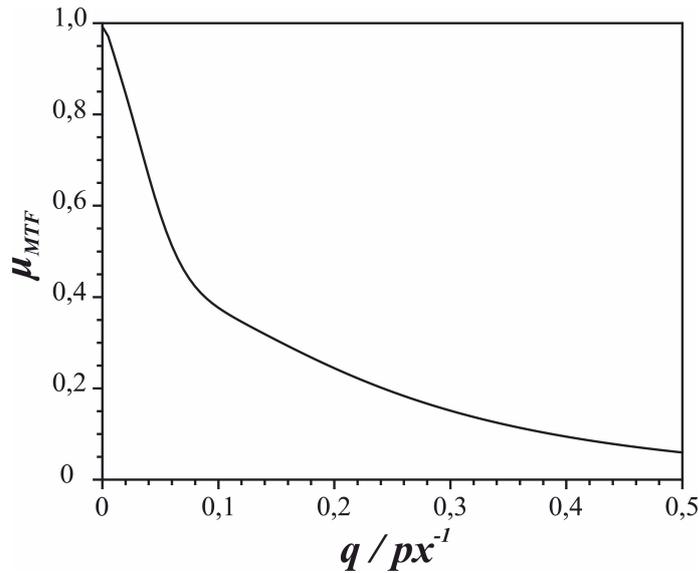
Im Allgemeinen wird die Kontrastdämpfung einzelner optischer Elemente, wie die Linsen oder die Kamera, mithilfe der sogenannten Modulationstransferfunktion  $\mu_{MTF}$  beschrieben. Die Modulationstransferfunktion ist definiert als das Verhältnis aus dem gedämpften Kontrast der Bildintensität  $V_{Bild}$  und ungedämpften Kontrast der Bildintensität  $V_{Objekt}$ , in Abhängigkeit von der Ortsfrequenz  $q$ :

$$\mu_{MTF}(q) = \frac{V_{Bild}(q)}{V_{Objekt}(q)}. \quad (3.24)$$

Im Allgemeinen sind auftretende Beugungseffekte und die fehlerhafte Abbildung des Objektes, bedingt durch geringfügige Mängel im optischen System Ursache für die Kontrastdämpfung durch die Modulationstransferfunktion. In der Transmissionselektronenmikroskopie ist es üblich, den Begriff Modulationstransferfunktion vorrangig für die Kamera zu verwenden, wohingegen bei den elektromagnetischen Linsen von Kontrasttransferfunktionen gesprochen wird (Vgl. Abschn. 2.3.3).

Die Modulationstransferfunktion der Kamera lässt sich gemäß Formel 3.24 durch Vergleich eines Objektes mit wohldefiniertem Kontrastverhältnis mit der erhaltenen Abbildung bestimmen, was als Kantenmethode bezeichnet wird [82, 83]. Eine andere Bestimmungsmethode sieht vor, die Verschmierung einzeln detektierter Elektronen auszuwerten, und verspricht eine erhöhte Genauigkeit, die von Beugungseffekten an der Kante unbeeinflusst ist [84]. Die Herausforderung hierbei liegt darin, die Position des Elektrons exakt zu bestimmen.

Im FEI Titan 80-300 Berlin Holography Special TEM ist eine "Gatan US1000"-



**Abb. 3.4:** Modulationstransferfunktion der “Gatan US1000”-Kamera im FEI Titan 80-300 Berlin Holography Special TEM bei einer Beschleunigungsspannung  $U_A = 300 \text{ kV}$  [85]. Die Nyquistfrequenz liegt bei  $0,5 \text{ px}^{-1}$ .

Kamera verbaut, welche 2048x2048 Pixel mit einer Kantenlänge von jeweils  $14 \mu\text{m}$  besitzt. Die Modulationstransferfunktion wurde mit der Kantenmethode bestimmt, da die Genauigkeit dieser Methode für die gewünschten Abschätzungen ausreichend ist. Das Ergebnis bei einer Beschleunigungsspannung  $U_A = 300 \text{ kV}$  ist in Abbildung 3.4 zu sehen [85].

Mittels der Modulationstransferwerte aus Abbildung 3.4 können die Kontraste einer Abbildung in bedingter Form nachträglich korrigiert werden, indem in der Fouriertransformierten der betroffenen Aufnahme die entsprechenden Ortsfrequenzen wieder verstärkt werden. Dadurch lassen sich der Kontrast der Hologrammstreifen korrigieren und entsprechend die verbleibenden kontrastdämpfenden Effekte isoliert betrachten. Bei der Korrektur der Modulationstransferfunktion wird das Rauschen in der Aufnahme jedoch gleichermaßen verstärkt, sodass sich hinsichtlich des Signal-Rausch-Verhältnisses nachträglich keine Verbesserung erzielen lässt.

### 3.3.3 Partielle Kohärenz

Ein kontrastreiches Interferogramm erfordert grundsätzlich ein hohes Maß an Kohärenz. Es wird in zeitliche und die räumliche Kohärenz unterschieden und dabei vorausgesetzt, dass jedes Elektron für sich vollständig kohärent ist.

## Zeitliche Kohärenz

Die zeitliche Kohärenz beschreibt die Abweichung der Elektronenenergie und damit die Abweichung der Elektronenwellenlänge vom Normalwert im Laufe der Belichtung. Gründe für die Abweichung sind die unterschiedlichen Elektronenenergien beim Emissionsprozess sowie eine leichte Instabilität der Hochspannungsversorgung, die entsprechend in einer Energieabweichung resultiert. Als Maß für die Energieabweichung dient die Energiebreite, welche durch die Halbwertsbreite der Energieverteilung definiert ist. Da die Energiebreite  $\Delta E$  im Laufe von mehreren Stunden auch bei Feldemissionsquellen 50 eV überschreiten kann [86], kurzfristig mit etwa 1 eV aber relativ stabil bleibt, wird die Energiebreite zumeist für einen Zeitraum von einer Sekunde angegeben. Moderne Transmissionselektronenmikroskope erreichen mittels Monochromatoren eine Energiebreite von  $\Delta E < 0,2$  eV [7, 87].

Für eine Energiebreite von  $\Delta E \approx 1$  eV, wie sie in etwa beim FEI Titan 80-300 Berlin Holography Special TEM bei 300 kV Beschleunigungsspannung vorliegt, soll die dadurch verursachte Dämpfung nachfolgend gezeigt werden.

Gemäß Gleichung (2.3) entspricht eine Abweichung von 1 V bei einer anfänglichen Beschleunigungsspannung von 300 kV einem Wellenlängenunterschied von rund  $4 \cdot 10^{-6}$  pm, also einer Wellenlängenänderung um 0,0002 %. Da sich außerdem die Biprismakonstante und damit der Ablenkwinkel um 0,0003 % verändert (Gleichung (3.2)), heben sich die Änderungen gemäß Gleichung (3.6) nahezu auf. Es verbleibt eine Änderung des Streifenabstands um aufgerundet 0,0001 %, die sich gemäß Abbildung 3.5 mit der Anzahl der Interferenzstreifen aufsummiert.

Es ergibt sich am äußeren Hologrammrand für die Hologrammstreifen der Dämpfungsfaktor  $\mu_{zeit}$  zu

$$\mu_{zeit} = \exp\left(-\frac{1}{2}\left(\frac{\pi w \cdot 10^{-7}}{s}\right)^2\right). \quad (3.25)$$

Die Dämpfung ist demnach für eher schmale Hologramme mit Werten von Hologrammbreite  $w = 30$  nm und Streifenabstand  $s = 30$  pm, wie sie in dieser Arbeit genutzt wurden, bei einer derart geringen Energiebreite vernachlässigbar klein.

Auch eine Schwankung der Biprismaspannungsversorgung lässt sich als einen Faktor der partiellen zeitlichen Kohärenz ansehen, da eine Schwankung der Biprismaspannungsversorgung in ihrer Auswirkung auf die Hologrammstreifen einer Wellenlängenänderung äquivalent ist.

Für eine Änderung der Biprismaspannung  $U_f$  um den Wert  $\delta_{U_f}$  ergibt sich für den

neuen Streifenabstand  $s_{U_f}$ :

$$s_{U_f} = \frac{\lambda(a+b)}{2a\gamma_0(U_f + \delta_{U_f})}. \quad (3.26)$$

Der Unterschied  $s_\Delta$  in Beziehung zum ursprünglichen Streifenabstand  $s$  lässt sich mit

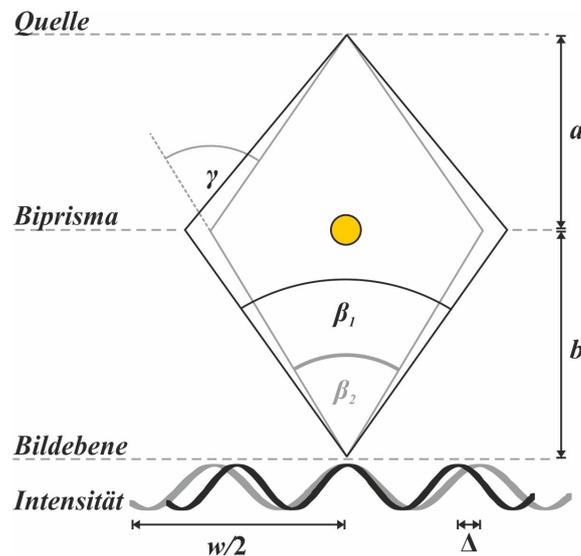
$$s_\Delta = s - s_{U_f} = \frac{s\delta_{U_f}}{U_f + \delta_{U_f}} \quad (3.27)$$

beschreiben.

Da der Unterschied ortsabhängig ist, sich also mit jedem zusätzlichen Streifen aufsummiert, ergibt sich für die Dämpfung  $\mu_{U_f}$  wenn die Abweichung durch die Standardabweichung  $\delta_{U_{f0}}$  gegeben ist:

$$\mu_{U_f} = \exp\left(-\frac{1}{8}\left(\frac{\pi\delta_{U_f}w}{s(U_f + \delta_{U_{f0}})}\right)^2\right). \quad (3.28)$$

Falls für die Spannungsversorgung des Biprismas die gleichen Qualitätsmerkmale gelten wie für die Beschleunigungsspannung ( $\delta_{U_{f0}} \leq 0,002\% \cdot U_f$ ), ergibt sich ebenfalls eine vernachlässigbar kleine Dämpfung. Bei einem weniger stabilen Gerät ist die Dämpfung dagegen nachweisbar. Für  $\delta_{U_f} = 0,05 \text{ V}$ ,  $U_f = 400 \text{ V}$ ,  $w = 30 \text{ nm}$  und  $s = 30 \text{ pm}$  ergäbe sich beispielsweise eine Dämpfung  $\mu_{U_f} = 0,98$  am äußersten Hologrammrand. Sofern andere Fehlerquellen, wie Fresnel-Beugungssäume, ungleich-



**Abb. 3.5:** Verschiebung der Interferenzstreifen durch partielle zeitliche Kohärenz.

mäßige Beleuchtung usw., ausgeschlossen werden können, lassen sich geringfügige Kontrastvariationen an verschiedenen Stellen des Hologramms auf diese Weise erklären. Einen entscheidenden Einfluss spielen sie in der Regel jedoch nicht, wie die genannten Beispielwerte zeigen.

### Räumliche Kohärenz

Im Gegensatz zur zeitlichen Kohärenz stellt die räumliche Kohärenz einen begrenzenden Einfluss dar. Sie ist bedingt durch die räumliche Ausdehnung der effektiven Elektronenquelle und bewirkt eine Kontrastdämpfung, welche zunimmt je stärker die Geometrie der Elektronenquelle von der einer idealen Punktquelle abweicht. Dies ergibt sich aus den Weglängenunterschieden von Elektronen, die, sofern sie an unterschiedlichen Positionen die Elektronenquelle verlassen, nicht am gleichen Punkt zu einer konstruktiven Interferenz mit sich selbst gelangen können und damit eine Verschmierung der Interferenzstreifen bewirken. Dieser kontrastdämpfende Effekt wird stärker, je weiter die zur Interferenz gebrachten Punkte normalerweise auseinanderliegen, da die möglichen Weglängenunterschiede sich erhöhen [88].

Wenn die effektive Quellbreite in der Biprismaebene durch  $\delta_Q$  gegeben ist (Abb. 3.6), so entspricht der Streifenversatz  $\Delta_{Biprisma}$  in der Bildebene nach dem Biprisma

$$\Delta_{Biprisma} = \delta_Q \frac{b}{a}. \quad (3.29)$$

Die Quellbreite lässt sich dann durch den Kohärenzwinkel  $\theta$   $\theta_c = \theta M$  und den Abstand von der Bild- zur Beugungsebene erfassen

$$\delta_Q = \theta(a + b). \quad (3.30)$$

Es folgt

$$\Delta_{Biprisma} = 2\theta(a + b) \frac{b}{a}. \quad (3.31)$$

Mit den Gleichungen (3.5) und (3.6) lässt sich schreiben

$$\Delta_{Biprisma} = \frac{sw_{01}}{\lambda} 2\theta M^2, \quad (3.32)$$

wenn zur Vereinfachung  $r_f = 0$  nm angenommen wird.

Um das Ergebnis bezüglich der Objektebene zu erhalten, muss durch die Vergrößerung  $M$  geteilt werden. Es ergibt sich der Hologrammstreifenversatz  $\Delta$  in der

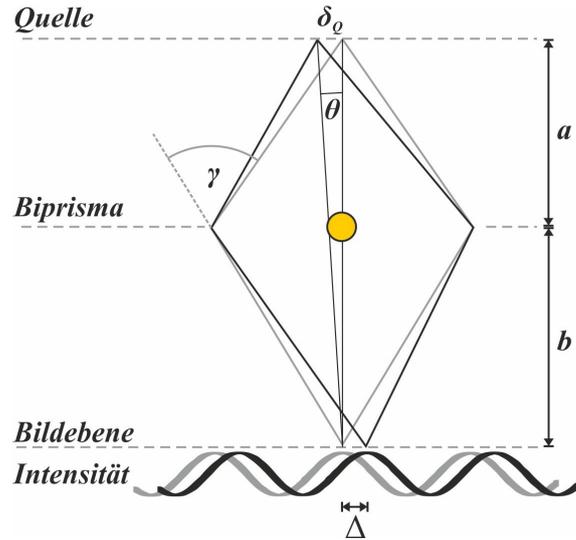


Abb. 3.6: Hologrammstreifenverschiebung durch ausgedehnte Quelle.

Objektebene zu

$$\Delta = \frac{\Delta_{\text{Biprisma}}}{M} = \frac{sw_{01}}{\lambda} 2\theta_c, \quad (3.33)$$

wobei  $\theta_c = \theta M$  der bereits bekannte effektive Kohärenzwinkel der Elektronenquelle in der Objektebene ist.

Mit Gleichung (3.23) ergibt sich der Dämpfungsfaktor für die räumliche Kohärenz zu [88]:

$$\mu_{sc} = \exp\left(-2\left(\frac{\pi w_{01} \theta_c}{\lambda}\right)^2\right). \quad (3.34)$$

Mit dem Ansatz einer gaußförmigen Quellverteilung gemäß Gleichung (3.34) lassen sich gute Ergebnisse hinsichtlich der Beschreibung von Kontrastdämpfung durch ausgedehnte Quellen erzielen. Allerdings beschreibt eine Gauß-Verteilung, welche laut dem Van Cittert-Zernike-Theorem eine gaußförmige Kontrastdämpfungsfunktion nach sich zieht [89, 90], nicht immer den exakten Kurvenverlauf, sondern es hat sich vielmehr gezeigt, dass eine lorentzförmige Kontrastdämpfungsfunktion die auftretenden Kurvenverläufe noch genauer beschreiben kann [91]. Eine lorentzförmige Kontrastdämpfungsfunktion hat ihren Ursprung in einer um den Ursprung abfallenden Exponentialfunktion

$$\text{exponentiell abfallend} = \exp(-c|x|), \quad (3.35)$$

die sich nur geringfügig von einer Gauß-Funktion in ihrer einfachsten Form unter-

scheidet:

$$Gau\beta = \exp\left(-\frac{cx^2}{2}\right). \quad (3.36)$$

Dabei sei  $c$  der Maßstab für die Breite der Funktionen. Die physikalischen Hintergründe für die beobachtete Form der Quellverteilung werden in der angegebenen Originalliteratur nicht betrachtet und sollen auch an dieser Stelle nicht weiter untersucht werden.

Durch Fouriertransformation der abfallenden Exponentialfunktion entsteht die Lorentzfunktion, die nach Normierung auf den Maximalwert '1' und durch Einsetzen der bereits bekannten Parameter die Form

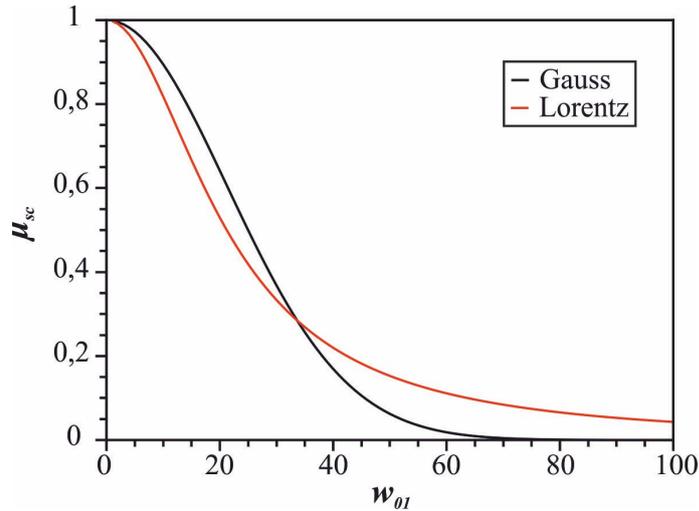
$$\mu_{sc} = \frac{1}{1 + 4\left(\frac{\pi\theta_c w_{01}}{\lambda}\right)^2} \quad (3.37)$$

annimmt.

Werden die selben Werte für Wellenlänge  $\lambda$  und Biprismascherung  $w_{01}$  verwendet wie in Gleichung (3.34) ergeben sich durch die unterschiedlichen Dämpfungsfunktionen leicht unterschiedliche Werte für  $\theta_c$ , die aber die gleiche Größenordnung besitzen und damit die Verwendbarkeit von Gleichung (3.37) zur Beschreibung der Kontrastdämpfung deutlich machen. Dies wird anhand von Abbildung 3.7 ersichtlich. Hier sind beide Dämpfungsfunktionen in Abhängigkeit der Überlappungsbreite  $w_{01}$  für  $\theta_c = 0.015$  mrad und  $\lambda = 2$  pm abgebildet. Sie zeigen den erwarteten ähnlichen Kurvenverlauf. Die Dämpfung der Lorentz-Kurve ist bei kleinen Überlappungsbreiten zunächst stärker, doch da die Lorentz-Kurve nicht auf Null abfällt, verhält es sich bei großen Überlappungsbreiten genau umgekehrt.

### 3.3.4 Mechanische Instabilität

Sowohl das Biprisma als auch der Biprismahalter reagieren empfindlich auf Erschütterung, sodass Vibrationen auftreten. Tritt die Biprismabewegung im Laufe der Hologrammaufnahme auf, verschieben sich auch die Interferenzstreifen (Abb. 3.8) [24]. Die aufgrund der Bewegung unterschiedlichen Positionen der Interferenzstreifen während der Belichtungszeit bewirken eine Dämpfung des Interferenzstreifenkontrastes. Theoretisch kann auch eine zitternde, vibrierende Bewegung des Elektronenstrahls zu einer gleichartigen Verschiebung der Hologrammstreifen führen. Da sich diese beiden Effekte hinsichtlich der Kontrastdämpfung der Hologrammstreifen nicht unterscheiden lassen, wird im Folgenden nur von Biprismavibration gesprochen. Alle



**Abb. 3.7:** Kontrastdämpfung für die beiden verschiedenen Dämpfungsfunktionen. In beiden Fällen war  $\theta_c = 0.015$  mrad und  $\lambda = 2$  pm.

anderen Instabilitäten mit der gleichen Auswirkung auf den Hologrammstreifenkontrast werden demnach gewissermaßen als effektive Biprismavibration durch einen einzigen Formalismus beschrieben. Der Dämpfungsfaktor heißt daher  $\mu_{inst}$ .

Zur vereinfachten Betrachtung wird die Biprismabewegung in die horizontale Bewegung in der Biprismaebene und die vertikale Bewegung aus der Ebene heraus unterteilt.

### Horizontale Vibration

Bewegungen in der Biprismaebene können in ihre Anteile entlang des Biprismas und senkrecht zum Biprisma aufgespalten werden. Es gilt dabei die Annahme, dass eine Bewegung entlang des Biprismas, die aufgrund des gleichbleibenden Schattenwurfs gar nicht wahrgenommen werden kann, keinen kontrastdämpfenden Effekt ausübt. Grundlage hierfür ist ein gleichförmiges Biprisma, was entlang der Vibrationsstrecke keine Veränderung aufweist. Das trifft üblicherweise zu.

Anders sieht es für eine Vibration senkrecht zum Biprisma aus. Die Vibration lässt sich zunächst in beliebige Einzelbewegungen, also Verschiebungen darstellen, von denen hier eine beispielhaft dargestellt ist (Abb. 3.8).

Es hat dabei die Biprismaverschiebung  $\delta_s$  eine Verschiebung  $\Delta$  der Interferenzstreifen zur Folge, die sich aus der Vergrößerung zwischen Biprisma- und Bildebene ergibt, wobei für die weitere Betrachtung die Verschiebung auf die Objektebene zurückgerechnet wird [24]:

$$\Delta = \delta_s \cdot \frac{a + b}{M_{ol}a}. \quad (3.38)$$

Alternativ lässt sich, mithilfe der Gleichung für den Streifenabstand  $s$ , die Verschiebung der Interferenzstreifen auch in Abhängigkeit der Biprismaspannung formulieren [24]:

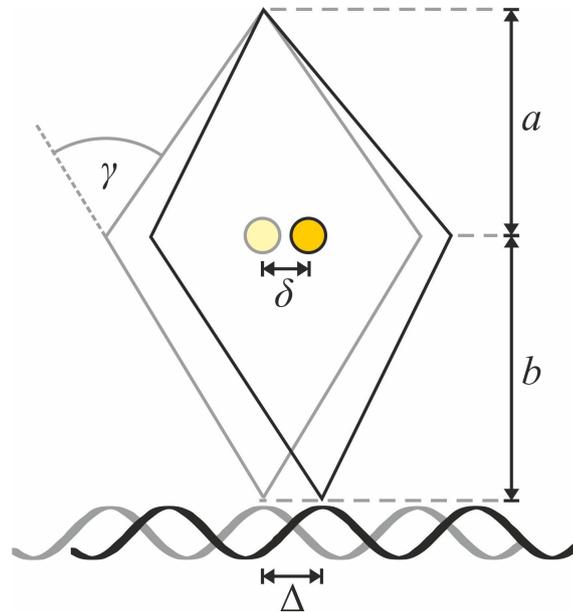
$$\Delta = \delta_s \cdot \frac{2s\gamma_0 U_f}{\lambda}. \quad (3.39)$$

Mit Gleichung (3.23) ergibt sich die Dämpfungsfunktion für horizontale Vibration senkrecht zum Biprisma zu:

$$\mu_{inst} = \exp\left(-2\left(\frac{\pi\gamma_0 U_f \delta_0}{\lambda}\right)^2\right), \quad (3.40)$$

wobei  $\delta_0$  die Standardabweichung der Biprismaposition in der Biprismaebene ist.

Die Biprismavibration bewegt sich, bezogen auf die Biprismaebene, typischerweise im unteren Nanometerbereich und verursacht damit spürbare Dämpfungen. Um die Biprismavibration  $\delta_0$  zu minimieren, wird das Biprisma grundsätzlich senkrecht zur Achse des Biprismahalters ausgerichtet. Auf diese Weise ist es weniger anfällig für Seitwärtsbewegungen des Halters und hat damit eine verminderte Kontrastdämpfung. Bei dieser Überlegung wird angenommen, dass der Halter entlang seiner Achse nicht oder nicht messbar schwingt, da der Halter in dieser Richtung starr ist.



**Abb. 3.8:** Eine horizontale Verschiebung des Biprismas hat auch eine Verschiebung der Interferenzstreifen zur Folge.

Obwohl die Kontrastdämpfung scheinbar von der Vergrößerung auf der Höhe des Biprismas unabhängig ist, besteht eine indirekte Verbindung. Da sich der benötigte Umlenkwinkel  $\gamma$  bei erhöhter Vergrößerung reduziert, reduziert sich damit auch die benötigte Biprismaspannung  $U_f$ , was sich wiederum positiv auf den Dämpfungsfaktor  $\mu_{inst}$  auswirkt. Dies ist eine der Grundideen der optimierten Biprismaposition wie sie in Kapitel 5 vorgestellt wird.

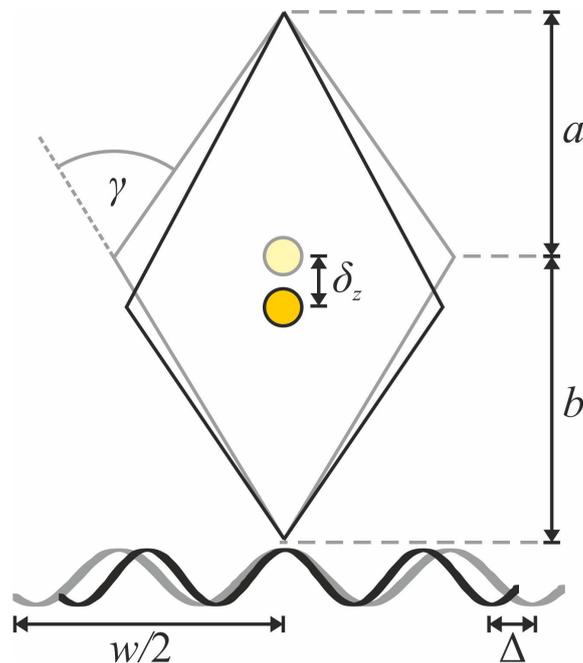
### Vertikale Vibration

Auch der Einfluss einer Auf- bzw. Abwärtsbewegung des Biprismas auf den Streifenkontrast lässt sich abschätzen. Wenn das Biprisma sich um eine Strecke  $\delta_z$  nach unten bewegt ergibt sich eine Verkleinerung des Streifenabstands zum neuen Streifenabstand  $s_z$  gemäß

$$s_z = \frac{\lambda(a+b)}{2\gamma(a+\delta_z)}. \quad (3.41)$$

Die Gesamtlänge  $(a+b)$  von der Beugungsebene zur Bildebene bleibt dabei unverändert.

Der Unterschied  $s_\Delta$  in Beziehung zum ursprünglichen Streifenabstand  $s$  lässt sich



**Abb. 3.9:** Eine vertikale Verschiebung des Biprismas hat auch eine Verschiebung der Interferenzstreifen zur Folge. Allerdings ist diese normalerweise zu vernachlässigen.

mit

$$s_{\Delta} = s - s_z = \frac{s\delta_z}{a + \delta_z} \quad (3.42)$$

beschreiben. Die Verschiebung beginnt in der Hologrammmitte und summiert sich über die Breite des Hologramms mit der Anzahl der Streifen zu den Hologrammrändern hin auf. Die Gesamtverschiebung entspricht somit am Rand des Hologramms mit der Breite  $w$

$$\Delta = s_{\Delta} \cdot \frac{w}{2s} = \frac{\delta_z w}{2(a + \delta_z)}. \quad (3.43)$$

Die Berechnung des ortsabhängigen Dämpfungsfaktors  $\mu$  erfolgt mit Gleichung (3.23). Es wird erneut die höchste Dämpfung am Hologrammrand betrachtet. Dabei wird  $\delta_{z0}$  als Standardabweichung der vertikalen Biprismaposition definiert:

$$\mu_{instz} = \exp\left(-\frac{1}{8}\left(\frac{\pi\delta_{z0}w}{s(a + \delta_z)}\right)^2\right). \quad (3.44)$$

Wenn man eine Hologrammbreite von 30 nm, einen Streifenabstand von 30 pm und einen Wert  $a = 0,05$  m annimmt, wie es ungefähr dem Abstand im genutzten Mikroskop entspricht, müsste  $\delta_z$ , bezogen auf die Biprismabene, einen Wert im Mikrometerbereich erreichen, um den Streifenkontrast spürbar zu dämpfen. Da eine so starke Instabilität normalerweise nicht auftritt, sondern sich vielmehr im unteren Nanometerbereich befindet, kann die Dämpfung durch vertikale Vibration vernachlässigt werden.

### 3.4 Hologrammrekonstruktion

Um aus dem aufgenommenen Hologramm die Amplitude sowie die Phase der Bildwelle zu rekonstruieren und einzeln darzustellen, sind verschiedene Wege mit unterschiedlichen Vorteilen gangbar. So lässt sich beispielsweise direkt im Ortsraum oder mithilfe der Fouriertransformation im Ortsfrequenzraum eine Auswertung vornehmen. Für Einzelheiten zur weniger gebräuchlichen Ortsraumrekonstruktion sei auf [92, 93] verwiesen.

Das am meisten verbreite Rekonstruktionsverfahren bedient sich des Ortsfrequenzraumes. Hierbei wird ausgenutzt, dass sich die Phaseninformationen in den Seitenbändern der Fouriertransformierten wiederfinden [69, 94]. Die Rekonstruktion ist im Folgenden gemäß [95, 96] beschrieben.

Die Hologrammintensität ist beschrieben durch

$$I(\vec{r}) = A_b^2(\vec{r}) + A_0^2(\vec{r}) + 2\mu A_b(\vec{r})A_0(\vec{r}) \cos(\varphi_b(\vec{r}) + 2\pi\vec{q}_1\vec{r} + \varphi_v(\vec{r})). \quad (3.45)$$

Dabei beschreibt  $\varphi_v(\vec{r})$  die Modulation der Phase, die durch Verzeichnungen entstehen kann.

Als erster Schritt wird das Hologramm fouriertransformiert [97]. Es ergibt sich:

$$\begin{aligned} FT(I(\vec{r})) &= FT(A_b^2(\vec{r}) + A_0^2(\vec{r})) && ZB \\ &+ FT(\mu A_b(\vec{r})A_0(\vec{r}) \cdot \exp(+i\varphi_b(\vec{r}) + i\varphi_v(\vec{r}))) * \delta(\vec{q} - \vec{q}_1) && SB \\ &+ FT(\mu A_b(\vec{r})A_0(\vec{r}) \cdot \exp(-i\varphi_b(\vec{r}) - i\varphi_v(\vec{r}))) * \delta(\vec{q} + \vec{q}_1) && SB^*. \end{aligned} \quad (3.46)$$

Die Fouriertransformierte des Hologramms enthält in der Mitte das Zentralband, welches der Fouriertransformierten des Objekts überlagert mit der Fouriertransformierten der Referenzwelle entspricht. Abseits des Zentralbandes befinden sich die beiden Seitenbänder, welche sich dadurch unterscheiden, dass sie komplex konjugiert zueinander sind und damit eine positive beziehungsweise eine negative Phasenänderung symbolisieren. Durch die Autokorrelation vergrößert sich bei dicken Objekten mit nichtlinearen Abbildungseffekten das Zentralband auf den doppelten Durchmesser im Vergleich zu den Seitenbändern, die keine Autokorrelation darstellen [72, 98, 99]. Nur bei sehr dünnen Proben ohne nichtlineare Abbildungseffekte entspricht die Größe des Zentralbandes jener der Seitenbänder. Da der Abstand der Seitenbänderzentren zum Zentralbandzentrum durch den reziproken Wert des Hologrammstreifenabstandes, also die Trägerfrequenz  $\vec{q}_1$  gegeben ist und der Radius

der Blende, mit welcher das Seitenband ausgeschnitten wird, also maximal etwa ein Drittel bis die Hälfte dieses Wertes betragen kann ohne das Zentralband zu schneiden, ist die maximal in die rekonstruierte Bildwelle übertragbare Auflösung durch das zwei- bis dreifache des Hologrammstreifenabstandes gegeben.

Ein Seitenband wird mit einer Blende ausgeschnitten, die maximal so groß gewählt werden kann, dass dabei das Zentralband nicht geschnitten wird. Der Radius  $r_b$  der Blende entspricht also etwa dem Drittel des reziproken Hologrammstreifenabstands  $s$  ( $r_b \approx 1/3s$ ). Auf diese Weise ist gewährleistet, dass das Maximum an verfügbarer Information in die rekonstruierte Bildwelle übertragen wird.

Beim Ausschneiden des Seitenbandes sollte eine Blende mit weichen Rändern gewählt werden sollte, da die ansonsten entstehenden harten Ränder zu Artefakten bei der Rücktransformation in den Ortsraum führen [100]. Eine Blende mit harten Rändern setzt alle Werte, die größer als  $r_b$  sind, direkt auf den Wert Null. Bei der Verwendung einer sogenannten weichen Blende werden die Werte rund um  $r_b$  geglättet, wofür beispielsweise eine Gauß-Funktion verwendet werden kann.

Nachdem das Seitenband ausgeschnitten ist, wird es zentriert. Man erhält

$$FT(I(\vec{r})) = FT(\mu A_b(\vec{r}) A_0(\vec{r}) \cdot \exp(+i\varphi_b(\vec{r}) + i\varphi_v(\vec{r}))). \quad (3.47)$$

Diese Gleichung wird nun invers fouriertransformiert und liefert als Resultat die komplexe rekonstruierte Bildwelle, welche sich in Amplitude und Phase aufspalten lässt:

$$\psi_{rek}(\vec{r}) = \mu A_b(\vec{r}) A_0(\vec{r}) \cdot \exp(i\varphi_b(\vec{r}) + i\varphi_v(\vec{r})). \quad (3.48)$$

Um mögliche Verzeichnungen zu beseitigen, wird die rekonstruierte Bildwelle des Objektes in der Regel durch die rekonstruierte Bildwelle eines leeren Hologramms (ohne Objekt) dividiert [96]. Es entsteht die normierte, rekonstruierte Bildwelle:

$$\psi_{norm}(\vec{r}) = \frac{A_b(\vec{r})}{A_0(\vec{r})} \cdot \exp(i\varphi_b(\vec{r})). \quad (3.49)$$

### 3.4.1 Numerische Bildfehlerkorrektur

Obwohl sich die meisten Linsenfehler heutzutage zwar erfassen und stark reduzieren lassen, so verbleiben jedoch in der Regel kleine Ungenauigkeiten. Außerdem unterliegen sämtliche Elektronenlinsen, auch jene des Korrektors, dem ständigen Einfluss von Instabilitäten, wie etwa minimalen Temperaturschwankungen [101]. Dadurch

bedingt ändern sich die Linsenfehler über die Zeit und der Korrektor muss erneut eingestellt werden. Betrachtet man zum Beispiel den zweizähligen Astigmatismus, so erfolgt dessen Änderung bei atomarer Auflösung in einem unerwünschten Ausmaß bereits im Laufe von Minuten [102]. Das bedeutet, dass sich selbst bei zunächst optimaler Linsenfehlerkorrektur im Laufe eines längeren Messvorgangs die Bildfehler verändern. Oftmals ist es daher nützlich, die Bildfehler nachträglich numerisch korrigieren zu können, was mit Elektronenholographie möglich ist [8, 103, 104]. Mit der Amplitude und der Phase der Bildwelle kann eine Phasenplatte, die gewissermaßen einer Umkehrung der Linsenfehler zum Zeitpunkt der Aufnahme entspricht, mit der Fouriertransformation der Bildwelle multipliziert werden. Die Schwierigkeit dabei ist weniger, die Phasenplatte zu erstellen, als viel mehr die korrekten Parameter für die Bildfehler zu bestimmen [105]. Da sich die Bildfehler nicht direkt aus einem Hologramm als konkrete Werte ablesen lassen und sie sich darüberhinaus teilweise gegenseitig beeinflussen, sodass verschiedene Fehlerkombinationen zu ähnlichen Korrekturergebnissen führen können, bleibt als einzige Bestimmungsmöglichkeit meist nur ein iteratives Vorgehen. Durch den Vergleich mit Simulationen und anschließende Nachjustierung der Fehlerwerte werden die richtigen Bildfehler nach und nach bestimmt [106]. Bei atomar aufgelösten Elektronenhologrammen kann dabei wie folgt vorgegangen werden: Bildfehler, welche die korrigierende Phasenplatte ergeben, werden derartig angepasst, dass dünne Probenbereiche, welche annähernd reine Phasenobjekte darstellen, in der Amplitude keinen nennenswerten Kontrast aufweisen. Für die Phase gilt dagegen, dass ein maximaler Kontrast erwünscht ist. An den Atompotionen muss das rekonstruierte Phasensignal demnach auf möglichst engem Raum zusammengezogen werden, wobei sich allerdings auch eine Überkorrektur einstellen kann. Der Vergleich mit einer Simulation der zu erwartenden Amplitude und Phase ist daher für eine exakte Restfehlerbestimmung notwendig.

## 3.5 Artefakte

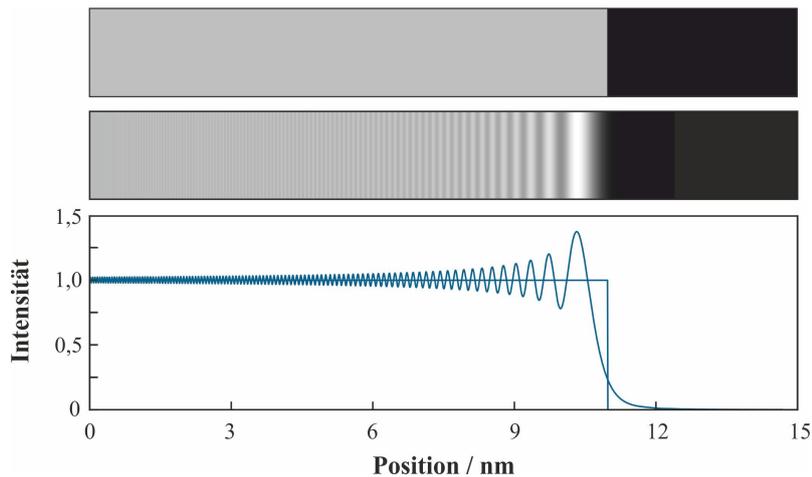
Die off-axis-Elektronenholographie ermöglicht die Aufschlüsselung der Bildwelle in den Phasen- und Amplitudenanteil, ist jedoch ebenfalls gewissen Einschränkungen unterworfen. Diese Artefakte gilt es schon bei der Hologrammaufnahme zu beachten.

Bei der konventionellen Elektronenholographie sind vier Artefakte vorherrschend: Die biprismainduzierten Artefakte, die Fresnelschen Beugungssäume und die sogenannte Vignettierung, sowie die biprismaunabhängigen Artefakte, der Fenster-Effekt und die geometrische Verzerrung [23]. Glücklicherweise verursacht der gesamte Holographievorgang keine geometrische Aberration [107].

### 3.5.1 Fresnel-Beugungssäume

Bei kohärenten Elektronenwellen tritt bei der Abbildung von Kanten, die sich nicht in der Objekt- oder Brennebene befinden, Fresnel-Beugung auf und führt zur Ausbildung von Fresnel-Beugungssäumen [108, 109]. Da sich das Biprisma für die Elektronenholographie nicht in einer ausgezeichneten Ebene, wie beispielsweise die Bildebene, befinden kann, wenn es die beiden Strahlhälften umlenken und ein Hologramm formen soll, wird es nicht scharf abgebildet. Die stattfindende Fresnel-Beugung ist daher in der endgültigen Aufnahme als Fresnel-Beugungssäume sichtbar und führt zu einer Modulation der Amplituden- und Phasenanteile der Objekt- und der Referenzwelle. Diese Modulation beträgt am Hologrammrand etwa  $\pm 20\%$  von Amplitude und Phase und nimmt zur Hologrammmitte hin ab [23]. Aus diesem Grund können die Hologrammränder für eine exakte Auswertung nicht herangezogen werden, so dass die effektiv nutzbare Hologrammbreite reduziert ist.

In Abbildung 3.10 ist das Ausmaß der Fresnel-Beugung als Simulation dargestellt. Die Intensitätsverteilung nach einer scharfen Kante lässt sich mittels Fresnel-Propagation berechnen (Vgl. Abschn. 3.6). Dies ist für eine Wellenlänge  $\lambda \approx 2$  pm und eine Propagationslänge von 12 mm, wie sie für den Abstand von Biprisma zu Bildebene typisch ist, geschehen. Es zeigt sich eine deutliche Intensitätsmodulation über den gesamten sichtbaren Bereich, die auch in den ursprünglichen Schattenbereich hineinragt.

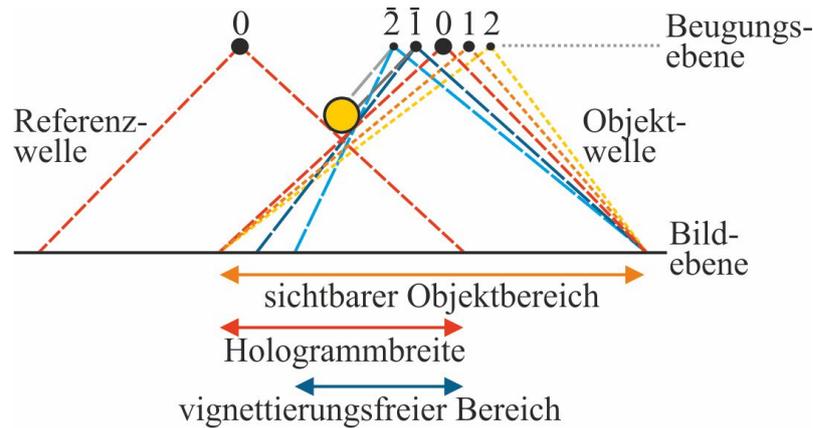


**Abb. 3.10:** Ausmaß der Fresnel-Beugung. Oben: Die Intensitätsverteilung direkt nach einer scharfen Kante. Mitte: Intensitätsverteilung nach Fresnel-Propagation um 12 mm. Unten: Profile der beiden Intensitätsverteilungen.

### 3.5.2 Vignettierung

Da das Biprisma in den Strahlengang eingebracht werden muss, blockiert es zwangsläufig einen Teil des Elektronenstrahls, weshalb der Schatten des Biprismas in der Bildebene zu sehen ist. Je nach Strahlverlauf und Positionierung des Biprismas betrifft dies auch Teile der höher indizierten Beugungsordnungen des Objekts. Diese können durch das Biprisma teilweise geblockt werden oder, wenn sie das Biprisma auf der falschen Seite passieren, in unerwünschte Richtungen abgelenkt werden, was als Vignettierung bezeichnet wird [23]. Gemeinsam mit den Fresnel-Beugungssäumen wird die nutzbare Hologrammbreite um bis zu 30 % verkleinert [23].

In Abbildung 3.11 ist die Vignettierung eines dem Biprisma zugewandten Beugungsreflexes (Reflex  $\bar{1}$ ) skizziert. Während die Hologrammbreite durch die Überlagerung der Nullstrahlen (Reflex 0) definiert wird, bedeckt der Reflex  $\bar{1}$  diese Hologrammbreite nicht vollständig, weil das Biprisma den direkten Strahlverlauf blockiert. Dieser Effekt tritt also gerade bei den höchsten Beugungsordnungen (Reflex  $\bar{2}$ ) am stärksten auf und betrifft im Beispiel am stärksten den Hologrammrand, welcher der Referenzwelle zugewandt ist. So ist der abgeschattete Bereich von Reflex  $\bar{2}$  doppelt so groß wie der von Reflex  $\bar{1}$ . Das bedeutet, dass häufig gerade jener Hologrammbereich am meisten von Vignettierung betroffen ist, der am Rand des Objektes liegt und damit am dünnsten und am besten geeignet für atomar aufgelöste Aufnahmen ist.



**Abb. 3.11:** Schematische Darstellung der Vignettierung durch ein Biprisma. Ein Teil des Hologramms kann nicht von allen Beugungsreflexen erreicht werden, sodass der äußere Rand des Hologramms nicht genutzt werden kann.

### 3.5.3 Fenster-Effekt und geometrische Verzerrung

Der Fenster-Effekt und geometrische Verzerrungen stellen generelle Herausforderungen der Transmissionselektronenmikroskopie dar und sind nicht spezielle Probleme der Elektronenholographie. Sie seien hier der Vollständigkeit halber kurz erläutert.

Der Fenster-Effekt entsteht, wenn vom gesamten Hologramm nur ein Teilausschnitt mit der Kamera erfasst wird, was sehr häufig der Fall ist, da das begrenzte Gesichtsfeld der Kamera es nicht anders zulässt. Da aber die Welleninformationen jedes Objektpunktes in der Bildwelle aufgrund der auftretenden Linsenfehler gemäß der Punktverschmierungsfunktion delokalisiert sind, werden bei der Aufnahme eines Teilausschnitts zwangsläufig einige Welleninformationen abgeschnitten [110]. Wie stark die Randbereiche des Hologramms eingeschränkt sind hängt demnach von der Güte der hardwareseitigen Bildfehlerkorrektur ab und ist ansonsten unvermeidbar.

Beispielsweise durch Aufladungen innerhalb des Mikroskops kann es zu einer geometrischen Verzerrung der Abbildung kommen, was auch den Holographieprozess beeinträchtigt [96, 111]. Das Auftreten dieser geometrischen Verzerrungen lässt sich vom Nutzer des Mikroskops nicht verhindern.

### 3.6 Simulation von Interferogrammen

Für die Simulation von Elektronen-Interferogrammen und die Berechnung von Intensitätsverteilung außerhalb der Bildebenen bietet sich der Fresnel-Propagator  $P(x, y, z)$  an. Er stammt aus der Fresnel-Beugung und beschreibt die Ausbreitung in  $z$ -Richtung, also gewissermaßen die Defokussierung, einer Welle im Nahbereich. Er lässt sich immer dann verwenden, wenn die Welle nur eine kleine Winkelaufweitung besitzt ( $z \gg x$  und  $z \gg y$ ) und außerdem die betrachtete Weglänge größer als die Wellenlänge ist ( $z \gg \lambda$ ).

Der Fresnel-Propagator ist definiert als [47]:

$$P(x, y, z) = \frac{1}{i\lambda z} \cdot \exp(i\frac{2\pi z}{\lambda}) \cdot \exp(i\frac{\pi}{\lambda z}(x^2 + y^2)). \quad (3.50)$$

Wenn die Elektronenwelle zu Beginn durch  $E_0(x, y, 0)$  beschrieben wird, ergibt sich die Wellenverteilung  $E(x, y, z)$  im Abstand  $z$  durch Faltung mit dem Fresnel-Propagator:

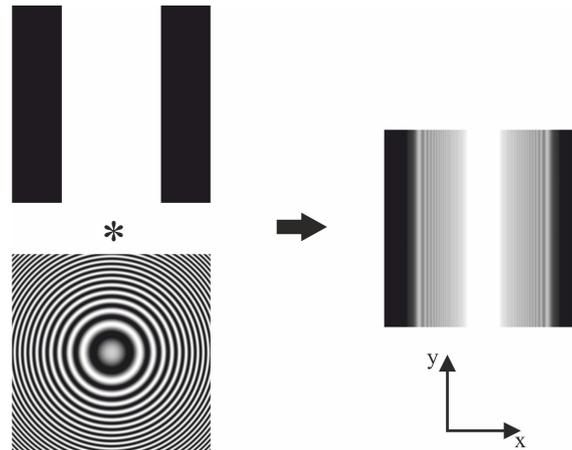
$$E(x, y, z) = E_0(x, y, 0) * P(x, y, z). \quad (3.51)$$

Unter Ausnutzung der Rechenregeln für Faltungen und die Fouriertransformation lässt sich das Ergebnis numerisch leicht berechnen:

$$E(x, y, z) = FT^{-1}(FT(E_0(x, y, 0)) \cdot FT(P(x, y, z))). \quad (3.52)$$

Zur Veranschaulichung ist in Abbildung 3.12 ein Spalt, ein Fresnelpropagator sowie das Ergebnis der Faltung aus beidem skizziert. Durch die Defokussierung des Spaltes kommt es zur Entstehung der charakteristischen Fresnel-Beugungssäume um die Kante. Die gebeugte Intensität ragt dabei auch in den Schatten hinein.

Für die Anwendung auf Elektronenhologramme genügt es eine eindimensionale Welle zu betrachten, die in  $z$ -Richtung propagiert wird ( $E(x, y, z) \Rightarrow E(x, z)$ ). Die Pixelzahl muss ausreichend groß gewählt werden, damit die Welle ausreichend abgetastet werden kann und es durch die Periodizität der diskreten Fouriertransformation nicht zu Artefakten an den Enden der Pixelzeile kommen kann. Ein Pixel entspricht dabei wenigen Nanometern bis Pikometern horizontaler Ausdehnung der Elektronenwelle. Als Startwelle wurde eine gaußförmige Intensitätsverteilung gewählt, weil dies der tatsächlichen Intensitätsverteilung relativ nahe kommt und außerdem bei den erforderlichen Fouriertransformationen durch selbige keine Artefakte entstehen. Um das erste Biprisma zu simulieren, wird lediglich in einem Bereich mit doppel-



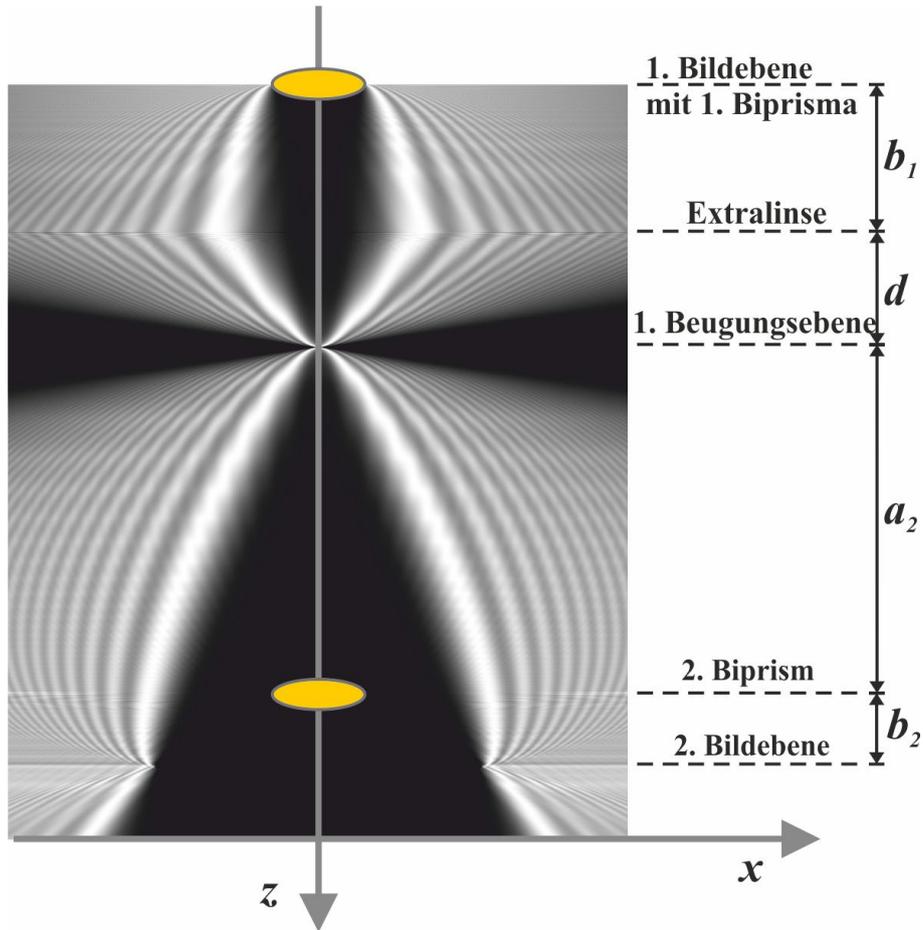
**Abb. 3.12:** Durch Faltung eines Ausgangsbildes (hier ein Spalt) mit einem Fresnelpropagator ergibt sich das propagierte Bild, was an den Rändern entsprechende Fresnel-Beugungssäume aufweist. Da die Bilder komplexwertig sind, werden hier die Intensitäten gezeigt.

tem Biprismaradius die Intensität auf Null gesetzt. Durch die Fresnelpropagation lässt sich nun der Verlauf der Elektronenwelle berechnen. An entsprechender Stelle können weitere optische Elemente wie Linsen oder zusätzliche Biprismen durch entsprechende Phasenänderungen der Welle berücksichtigt werden. Indem man die resultierende Elektronenwelle für mehrere Ebenen mit zunehmender Propagationslänge berechnet, lässt sich eine Intensitätsverteilung wie Abbildung 3.13 erstellen. Um in jeder Zeile einen deutlich sichtbaren Kontrast zu ermöglichen, wurde jede Zeile einzeln normiert.

Um ein Elektroneninterferogramm zu simulieren, wird nun lediglich die Zeile in der zweiten Bildebene betrachtet. Je nach dem, wie gut die Abstände der einzelnen elektronenoptischen Elemente, die Biprismaspannungen usw. bekannt sind, lassen sich sehr genaue Simulationen erstellen.

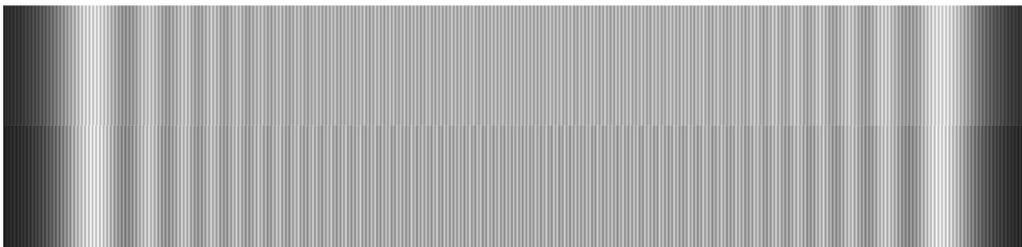
Zur Demonstration wurde ein Setup mit nur einem Biprisma gewählt, da die Fresnel-Beugungssäume hier ein zusätzliches Maß für die Übereinstimmung von Experiment und Simulation sind. Das Hologramm wurde im Rahmen eines Forschungsaufenthalts im Triebenberglabor der TU Dresden mit einem TEM Philips CM200FEG ST/Lorentz aufgenommen.

Für Abbildung 3.14 wurde an das Experiment (Abb. 3.14 oben) eine Simulation (Abb. 3.14 unten) angefügt. Hierfür wurde die Methode der kleinsten Fehlerquadrate angewendet. Es wurde eine Biprismaspannung von  $U_f = 116$  V an der Spannungsquelle abgelesen. Für den Abstand vom Biprisma zur Bildebene wurde



**Abb. 3.13:** Mittels Fresnelpropagation berechnete Intensitätsverteilung rund um die beiden Biprismen. Die Intensität jeder Ebene senkrecht zur Elektronenstrahlrichtung  $z$  wurde auf '1' normiert.

### Experiment



### Simulation

**Abb. 3.14:** Vergleich eines experimentellen mit einem simulierten Hologramm. Das Hologramm wurde im Rahmen eines Forschungsaufenthalts im Triebenberglabor der TU Dresden mit einem TEM Philips CM200FEG ST/Lorentz aufgenommen.

als Startparameter  $b = 10,00$  mm angenommen und  $r_f = 160$  nm für den Biprismaradius. Als Beschleunigungsspannung wurde  $U_A = 200$  kV verwendet. Der Fit ergab die abgebildete, weitestgehende Übereinstimmung für simulierte Werte von  $U_f = 118$  V,  $b = 10,08$  mm und  $r_f = 180$  nm. Die Simulation von Elektroneninterferogrammen mittels Fresnel-Propagation funktioniert demnach sehr gut und kann angewendet werden, um die Parameter des elektronenoptischen Systems näher zu bestimmen.

## 3.7 Optimierungsansätze

Konventionelle Elektronenholographie besitzt mehrere Einschränkungen, die im Verlauf dieses Kapitels beschrieben wurden. Es sind unter anderem die biprismainduzierten Fresnel-Beugungssäume und Vignettierung sowie die gemeinsame Abhängigkeit von Hologrammbreite und Streifenabstand von der Biprismaspannung, und die Kontrastdämpfung durch Biprismavibration.

Durch die Optimierung der Biprismaposition im Strahlengang lassen sich sämtliche Einschränkungen durch das Biprisma minimieren, aber nicht gänzlich beseitigen [24]. Bei Nutzung von zwei Biprismen lassen sich diese Effekte weiter reduzieren und zudem werden neue Parameter zur Kontrolle der Hologrammeigenschaften geschaffen [26]. Diese Optimierungsansätze, ihre praktischen Auswirkungen und ihre Grenzen sind unter anderem Gegenstand der folgenden Kapitel.

---

# 4 Experimentelle Rahmenbedingungen

---

In diesem Kapitel sollen die wichtigsten Punkte der experimentellen Rahmenbedingungen, die einen Einfluss auf die Hologrammaufnahme haben könnten, vorgestellt und analysiert werden. Dies sind in erster Linie die Möglichkeiten des Beleuchtungssystems und der Einfluss der Rauschtransferfunktion der Kamera auf die Standardabweichung der rekonstruierten Phase von Leerhologrammen.

## 4.1 Genutztes Mikroskop

Die meisten in dieser Arbeit geschilderten Aspekte der Elektronenholographie haben allgemeine Gültigkeit. Zur besseren Vergleichbarkeit und zum besseren Verständnis seien an dieser Stelle dennoch die wichtigsten spezifischen Daten des genutzten Transmissionselektronenmikroskops aufgeführt. Es handelt sich dabei um das FEI Titan 80-300 Berlin Holography Special TEM, das für atomar auflösende off-axis-Elektronenholographie optimiert ist. Dies wird durch eine zusätzliche Linse zwischen Objektivlinse und Beugungslinse erreicht (Vgl. Kap. 5). Außerdem ist das Mikroskop mit einer Schottky-Feldemissionsquelle, einem Bild- $C_s$ -Korrektor und einer Gatan US1000-Kamera mit 2048x2048 Pixeln ausgestattet. Ein Korrektor im Beleuchtungssystem oder ein Energiefilter sind nicht vorhanden.

## 4.2 Beleuchtungssystem

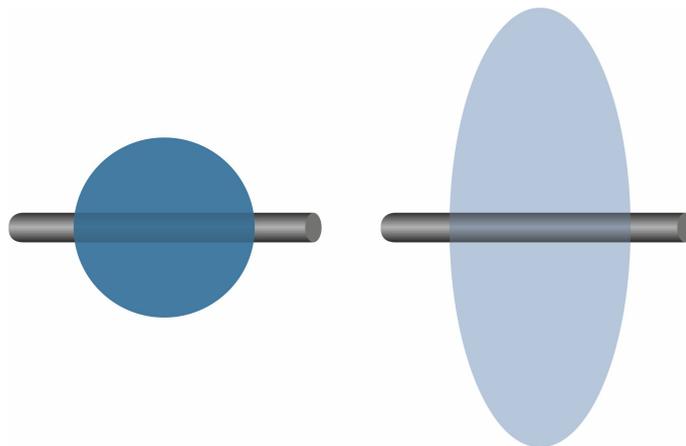
Das FEI Titan 80-300 Berlin Holography Special TEM lässt sich wahlweise mit drei oder, durch Abschalten der dritten Kondensorlinse, mit zwei Kondensorlinsen

betreiben. Darüber hinaus besteht die Möglichkeit, Anpassungen der elliptischen Beleuchtung entweder mit dem Kondensor- oder dem sogenannten Gun-Stigmator zu erreichen. Die optimalen Beleuchtungsbedingungen, die sich aus allen diesen Parametern ergeben, sind Gegenstand dieses Kapitels.

### 4.2.1 Elliptische Beleuchtung mit Gun- und Kondensorstigmatoren

Um die partielle räumliche Kohärenz zu erhöhen, wird Elektronenholographie in der Regel mit elliptischer Beleuchtung durchgeführt [112]. Hierfür lässt sich der Kondensorstigmator nutzen, der bei entsprechender Einstellung bewirkt, dass die Brennweiten in zwei zueinander senkrechten Richtungen unterschiedlich sind. Dabei muss die Längsachse der entstehenden Ellipse senkrecht zum Biprisma ausgerichtet sein (Abb. 4.1). Bei Beleuchtung mit Überfokussierung entspricht die längere Seite der Ellipse damit einer kürzeren Brennweite gegenüber der kurzen Seite der Ellipse. Bei einer kürzeren Brennweite ist die effektive Quelle also weiter von der Objektebene entfernt. Daraus und aus der sich zusätzlich ergebenden Verkleinerung der Abbildung der Elektronenquelle resultiert ein verbesserter Kohärenzwinkel. Gleichzeitig verteilen sich die Elektronen mit zunehmender Elliptizität über eine größere Fläche, was dem beschriebenen Prinzip entspricht, dass partielle räumliche Kohärenz und Elektronenanzahl nicht gleichzeitig maximiert werden können.

Für die Erzeugung von elliptischer Beleuchtung lassen sich im FEI Titan 80-300



**Abb. 4.1:** Links: Skizzierung der konventionellen runden Beleuchtung des Biprismas. Rechts: Skizzierung der elliptischen Beleuchtung des Biprismas. Die Längsachse der Ellipse ist senkrecht zum Biprisma orientiert.

Berlin Holography Special TEM sowohl der bereits genannte Kondensorstigmator als auch der Gunstigmator nutzen.

Der Kondensor- und der Gunstigmator wurden beide getestet, um den für Elektronenholographie geeigneteren zu bestimmen. Für den Vergleich wurden Elektroneninterferogramme mit minimalem Streifenabstand und zunächst ein Beleuchtungssystem mit zwei Kondensorenlinsen gewählt. Aus den Biprismaspannungen  $U_{f1} = 200$  V und  $U_{f2} = 400$  V ergibt sich ein Streifenabstand von rund 24 pm. Im Falle des Kondensorstigmatoren sind ein Kontrast von  $V = 29,7\%$  (nach Korrektur durch die Modulationstransferfunktion der Kamera) sowie Counts von  $N = 542/\text{px}$  gemessen worden. Bei vergleichbarer Elliptizität ergab sich für den Gunstigmator  $V = 30,9\%$  und  $N = 544/\text{px}$ . Die Belichtungszeiten waren in beiden Fällen 4 s.

Die Werte sind von vergleichbarer Qualität und die geringfügigen Unterschiede lassen sich auf kleine Instabilitäten des Mikroskops und natürlich des Biprismas, vor allem aber auch auf leichte Unterschiede in der Elliptizität zurückführen. Welcher der beiden Stigmatoren für die elliptische Beleuchtung gewählt wird, scheint demnach beliebig zu sein. Dies entspricht insofern den Erwartungen, da die verfügbare Elektronenanzahl und die partielle räumliche Kohärenz in erster Linie durch den Richtstrahlwert der Elektronenquelle bestimmt sind und sich nachträglich im Beleuchtungssystem nicht mehr verbessern lassen.

Auch bei der Verwendung von drei Kondensorenlinsen ergibt sich kein grundlegender Unterschied zwischen dem Kondensor- und dem Gunstigmator. Mit beiden konnten gleichwertige Elektroneninterferogramme aufgenommen werden.

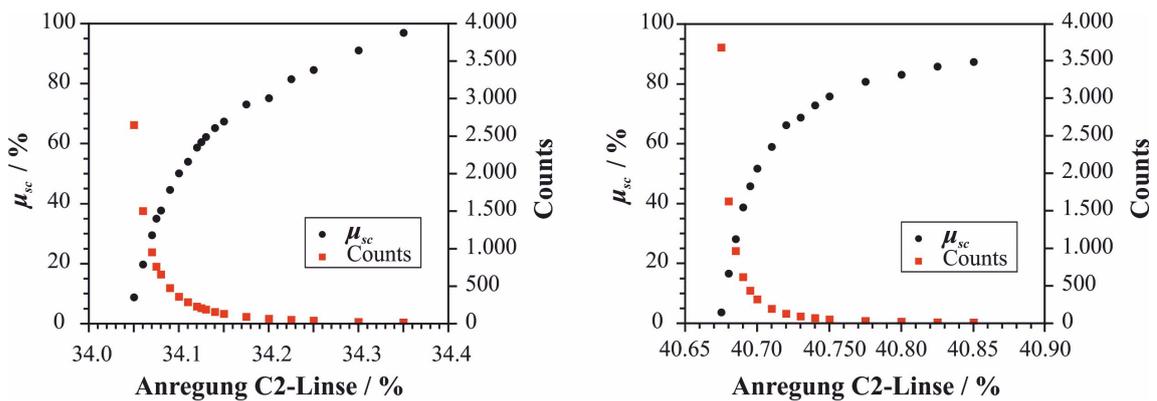
### 4.2.2 2- und 3-Kondensorbeleuchtung

Das FEI Titan 80-300 Berlin Holography Special TEM lässt sich wahlweise mit zwei oder drei Kondensorenlinsen betreiben. Der Vorteil der Beleuchtung mit drei Kondensorenlinsen liegt darin begründet, dass durch gleichzeitige Änderung der zweiten und dritten Kondensorenlinsen die Beleuchtung auf Objektebene stets parallel gehalten werden soll. Dieses Prinzip funktioniert bei Hochauflösung leider nur stark eingeschränkt, da die erforderlichen Linsenanstörungen teilweise zu groß wären. Dennoch ist die Divergenz des Elektronenstrahls bei der Verwendung von drei Kondensorenlinsen etwas geringer. Um zu überprüfen, ob die unterschiedlichen Beleuchtungsmodi einen Einfluss auf den Holographieprozess haben, wurde für jeden Modus jeweils eine Hologrammserie angefertigt. In beiden Serien wurde die Anregung der zweiten Kondensorenlinsen bei runder Beleuchtung schrittweise erhöht, um damit die partielle

räumliche Kohärenz und die Elektronenanzahl zu variieren. In den Hologrammen wurde die Phase rekonstruiert und die Standardabweichung bestimmt. Da der Hologrammstreifenkontrast und die Elektronenanzahl einen wesentlichen Einfluss auf die Qualität der rekonstruierten Phase haben wurden beide Wert bestimmt. Der Hologrammstreifenkontrast wurde dabei um die Dämpfung durch die Kamera korrigiert. Aufgrund der verwendeten geringen Biprismaspannung von  $U_f = 100$  V sollte es nicht zu einer spürbaren Dämpfung durch Biprismavibration kommen, sodass der verbleibende Kontrast direkt die Dämpfung  $\mu_{sc}$  durch partielle räumliche Kohärenz darstellt.

In Abbildung 4.2 sind für die beiden Hologrammserien der Dämpfungsfaktor  $\mu_{sc}$  als auch die Counts in Abhängigkeit zur Anregung der zweiten Kondensorlinse dargestellt.

Werden die in beiden Hologrammserien bestimmten Standardabweichungen der rekonstruierten Phase in Abhängigkeit zur Kontrastdämpfung durch partielle räumliche Kohärenz gebracht, zeigt sich, dass in beiden Fällen die gleichen minimalen Werte erreicht werden, aber das Minima bei Beleuchtung mit drei Kondensorlinsen etwas schmaler ist (Abb. 4.3). Die Minima liegen bei  $\mu_{sc} \approx 0,61$ , was den optimalen Wert für die Kontrastdämpfung durch partielle räumliche Kohärenz in der Elektronenholographie darstellt [113]. Die unterschiedliche Breite der Minima liegt in erster Linie in der unterschiedlichen Strahlführung in den beiden Beleuchtungsmodi begründet. Im Fall von drei Kondensorlinsen führt sie schneller zu größeren Abweichungen der partiellen räumlichen Kohärenz und der Elektronenanzahl von



**Abb. 4.2:** Links: Counts und Dämpfung durch partielle räumliche Kohärenz in der Hologrammserie mit zwei Kondensorlinsen. Rechts: Counts und Dämpfung durch partielle räumliche Kohärenz in der Hologrammserie mit drei Kondensorlinsen.

den optimalen Werten.

Prinzipiell führen also beide Betriebsmodi des Kondensorsystems zu Elektronenhogrammen mit gleicher Qualität. Allerdings ist das Minima bei Beleuchtung mit drei Kondensorklinsen schmaler und auch der eigentlich gewünschte Vorteil, nämlich die parallele Beleuchtung des Objektes, ist nicht gegeben. Eine Verwendung des Kondensorsystems mit drei Linsen scheint also zumindest im Fall von hochauflösenden Hogrammen keinen Vorteil zu bieten. Bei mittlerer Auflösung, wenn das Objekt tatsächlich parallel beleuchtet werden kann, ist das Kondensorsystem mit drei Linsen je nach Anwendung aber sicherlich eine interessante Alternative.

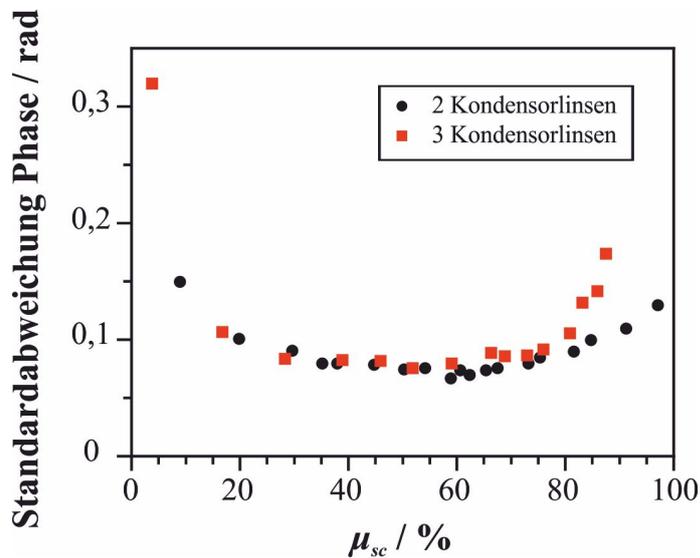
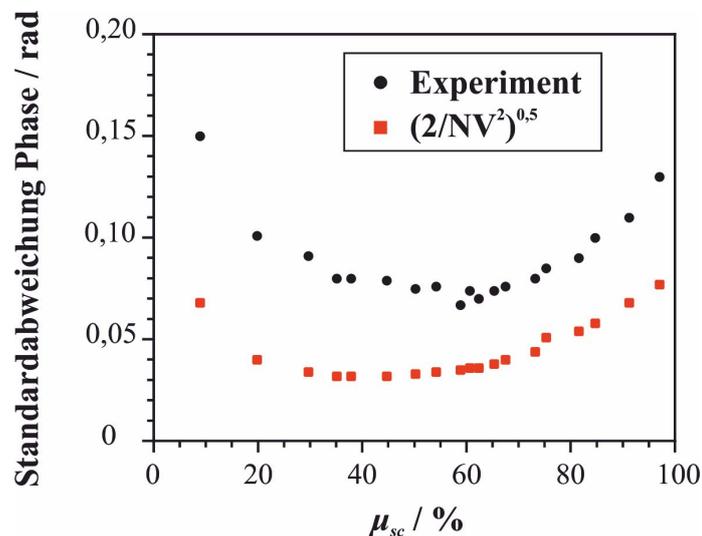


Abb. 4.3: Experimentell bestimmte Standardabweichung der Phase bei der Verwendung von zwei und drei Kondensorklinsen.

### 4.3 Rauschtransferfunktion von Leerhologrammen

Zusätzlich zur Modulationstransferfunktion, welche den Streifenkontrast der Hologramme dämpft, hat auch die Rauschtransferfunktion der Kamera einen wesentlichen Einfluss auf die Qualität der rekonstruierten Bildwelle. Für Leerhologramme, also Interferogramme, wird der Einfluss nachfolgend abgeschätzt. Dafür wurde eine Serie von Interferogrammen mit zunehmender Anregung der zweiten Kondensorlinse aufgenommen (sie entspricht der Serie mit zwei Kondensorlinsen aus Abbildung 4.3). Es erhöht sich dabei die partielle räumliche Kohärenz zunehmend, wobei gleichzeitig die Elektronenzahl abnimmt. Es wurden aus dem Streifenkontrast  $V$  und den Counts  $N$  sowohl die gemäß Gleichung (3.16) theoretisch erwarteten Werte der Standardabweichung der rekonstruierten Phase als auch die experimentellen Werte direkt in der rekonstruierten Phase bestimmt. Die Abweichung zwischen Gleichung (3.16) und den experimentellen Daten ist in Abbildung 4.4 veranschaulicht. Es zeigt sich eine Abweichung sowohl in der Höhe der Standardabweichung als auch in der Position des Minimums. Dies kann zum einen darin begründet sein, dass die berechnete Standardabweichung um einen konstanten Faktor korrigiert werden muss [111] oder dass es zu besagtem mit dem Signal korreliert auftretendem Rauschen kommt. Im vorliegenden Beispiel führt die Korrektur der berechneten Standardabweichungen um etwa den Faktor '2' zu einer näherungsweisen Angleichung der theoretischen und



**Abb. 4.4:** Vergleich von experimentell bestimmten Standardabweichungen der Phase mit den zugehörigen Wert gemäß Gleichung (3.16). Ein Korrekturfaktor von näherungsweise '2' führt in diesem Beispiel zu einer Angleichung von experimentellen und theoretischen Werten.

experimentellen Werte. Dieser Faktor kann daher für dieses spezielle Experiment in einfacher Näherung als Korrekturfaktor für mit dem Signal korreliert auftretendem Rauschen angesehen werden. Auch unter Berücksichtigung einer, wenn auch näherungsweise, Rausch-Transferfunktion bleibt hier also der Grundsatz erhalten, dass eine Verbesserung des Kontrasts – beziehungsweise eine Steigerung der Elektronenanzahl im Hologramm – eine Senkung der Standardabweichung der rekonstruierten Phase nach sich zieht. Da eine Verminderung der Elektronenanzahl normalerweise durch eine längere Belichtungszeit oder die Mittelung mehrerer Hologramme ausgeglichen werden kann, was im Gegensatz dazu beim Kontrast nicht möglich ist, werden in den folgenden Abschnitten stets die Möglichkeiten der Kontrastverbesserung betrachtet. Dass korreliertes Rauschen – zumindest in Leerhologrammen – einen näherungsweisen Zusammenhang mit dem Kontrast zeigt, ermöglicht diese Vorgehensweise.

## 4.4 Lorentz-Modus

Da die Vergrößerung der Objektivlinse in Bezug zur Bildebene nach dem Biprisma immer die gleiche Größenordnung hat, lassen sich sehr große Gesichtsfelder im Mikrometerbereich in der normalen Elektronenholographie nicht bewerkstelligen. Durch eine Reduktion der Vergrößerung würden nur die Anregung der nachfolgenden Projektivlinsen abgeschwächt, sodass zwar das Objekt weniger stark vergrößert ist, allerdings würden in gleichem Maße die Hologrammstreifen verkleinert und auf der Kamera nicht mehr ausreichend abgetastet werden. Für Untersuchungen bei mittlerer Auflösung mittels Elektronenholographie wird daher die Objektivlinse ausgeschaltet und eine weiter vom Objekt entfernte Linse verwendet, die sogenannte Lorentz-Linse, bekannt aus der Lorentz-Mikroskopie [114, 115].

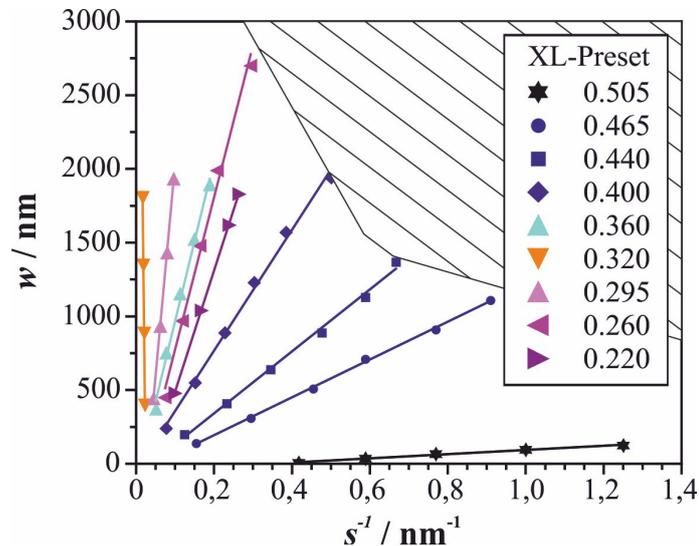
Im FEI Titan 80-300 Berlin Holography Special TEM wird die erste Linse des  $C_s$ -Korrektors als Lorentz-Linse verwendet.

### Lorentz-Holographie mit zwei Biprismen

Während für Elektronenhologramme atomarer Auflösung stets vergleichbare Anforderungen an Hologrammbreite und Streifenabstand stellen, da die Atomabstände immer die gleiche Größenordnung besitzen, ist das Anwendungsgebiet von Elektronenhologrammen mittlerer Auflösung deutlich weitergefasst. Beginnend bei Hologrammbreiten von einigen hundert Nanometern und Streifenabständen von bis zu

0,5 nm, erstreckt sich das Anforderungsspektrum bis hin zu Hologrammbreiten von wenigen Mikrometern und entsprechenden Hologrammstreifen von mehreren Nanometern. Durch Variation der Linsenanstörungen von Extralinsse und Beugungslinsse lassen sich verschiedene Vergrößerungen in der Ebene des zweiten Biprismas und damit verschiedene Hologrammbreiten und Streifen bezüglich des Objektes erstellen [116]. Die möglichen Kombinationen für das FEI Titan 80-300 Berlin Holography Special TEM, bei denen eine Verwendung von zwei Biprismen möglich ist, sind in Abbildung 4.5 dargestellt. Da die genauen Brennweiten nicht bekannt sind, sind die gemessenen Kurven in Abhängigkeit des sogenannten "Presets-der Extralinsse angegeben, mit dem sich in der Mikroskopsoftware die Brennweite der Extralinsse beeinflussen lässt. Dabei ist die Standardeinstellung ein Preset von 0.505. Die weiteren Presets sind kleiner, was einer geringeren Linsenanstörung entspricht, und stellen damit eine Vergrößerung der Brennweite dar. Nachdem ein entsprechender Preset eingestellt ist, wird die Beugungslinsenanstörung dann entsprechend angepasst, damit die Probe in der Objektebene wieder scharf abgebildet werden kann.

Durch die Vergrößerung der Brennweite verschiebt sich das Beugungsbild immer weiter in Richtung des zweiten Biprismas und erreicht es bei einem Preset von 0.320. Hier ist die entsprechende Gerade in Abbildung 4.5 senkrecht und verdeutlicht damit



**Abb. 4.5:** Mögliche Kombinationen von Hologrammbreite und Streifenabstand im Lorentz-Modus bei Verwendung zweier Biprismen. Der schraffierte Bereich skizziert näherungsweise den Bereich, in dem die Abtastrate der Hologrammstreifen durch die Kamerapixel einen Wert von vier unterschreiten würde.

den Sonderfall, bei dem Hologrammbreite und Streifenabstand mit dem zweiten beziehungsweise ersten Biprisma unabhängig voneinander eingestellt werden können. Bei der weiteren Vergrößerung der Brennweite ist es erforderlich, die Spannung an den Biprismen umzupolen, da sich die Beugungsebene der Extralinsen nun unterhalb des zweiten Biprismas befindet und die vormals achsnahen Strahlen nun achsfern sind und umgekehrt.

Mit den verschiedenen Einstellungen wird ein weiterer Bereich von verschiedenen Kombinationen aus Hologrammbreite und Streifenabstand durch das Setup mit zwei Biprismen abgedeckt. Ein limitierender Faktor ist dabei die Abtastrate der Hologrammstreifen durch die Kamerapixel. Der schraffierte Bereich in Abbildung 4.5 zeigt näherungsweise den Bereich, bei dem eine Abtastrate von vier Pixeln pro Hologrammstreifen unterschritten wäre. Hologrammbreiten von rund  $2,0\ \mu\text{m}$  bei einem Hologrammstreifenabstand von  $5\ \text{nm}$  oder Hologrammbreiten von  $300\ \text{nm}$  bei einem Hologrammstreifenabstand bis zu  $0,5\ \text{nm}$  sind möglich. Die Messwerte für Letzteres sind in Abbildung 4.5 für die bessere Übersichtlichkeit nicht enthalten.

Wird anstatt der beiden Biprismen nur eines für die Elektronenholographie genutzt, ergeben sich durch Wahl zwischen den beiden Biprismen und der zusätzlichen Linse, die sich wahlweise auch ausschalten lässt, entsprechend mehrere neue Beleuchtungsmöglichkeiten mit anderen Hologrammbreiten und Streifenabständen. Sie sollen an dieser Stelle jedoch, aufgrund der in den nächsten Kapiteln beschriebenen Vorteile des Setups mit zwei Biprismen, nicht betrachtet werden.

## 4.5 Zusammenfassung

Die Untersuchung der diversen Beleuchtungsoptionen hat nur geringfügiges Optimierungspotenzial aufgedeckt:

- Sowohl mit dem Gun- als auch dem Kondensorstigmator konnten völlig gleichwertige Elektronenhologramme hinsichtlich des Hologrammstreifenkontrasts und der Elektronenanzahl aufgenommen werden.
- Auch der Vergleich der Beleuchtung mit zwei oder drei Kondensorenlinsen erbrachte keine wesentlichen Unterschiede. In beiden Setups sind vergleichbare Elektronenhologramme möglich. Da das Kondensorsystem mit drei Linsen für Hochauflösung keine parallele Beleuchtung gewährleisten kann, fällt der größte Pluspunkt dieses Setups zumindest bei der Untersuchung von atomaren Strukturen allerdings weg. Außerdem ist der Bereich um das Minimum der Standardabweichung der Phase, welches durch das optimale Verhältnis von Hologrammstreifenkontrast und Elektronenanzahl gegeben ist, bei drei Kondensorenlinsen etwas schmaler. Für Hochauflösung ergibt sich somit kein Vorteil des Kondensorsystems mit drei Linsen gegenüber jenem mit zwei Linsen.
- Die Rauschtransferfunktion der Kamera ließ sich in einer Beispielhologrammserie näherungsweise auf einen konstanten Faktor bestimmen. Eine Kontrastverbesserung der Hologrammstreifen bewirkt also stets einen Fortschritt hinsichtlich der Standardabweichung der rekonstruierten Phase, sofern eine etwaige bei der Kontrastverbesserung auftretende Reduzierung der Counts durch längere Belichtungszeiten oder die Mittelung von mehreren Hologrammen ausgeglichen werden kann.

---

# 5 Optimierte Biprismaposition

---

Für den Einbau von Biprismen in Transmissionselektronenmikroskope werden für gewöhnlich bereits vorhandene Blendenhalter genutzt, da ein radikalerer Umbau in der Regel nicht praktikabel ist. Eine Möglichkeit stellt hierbei die Feinbereichsblende dar, je nach Mikroskopbauart kann es aber weitere Optionen durch zusätzliche Blendenhalter geben. Damit definiert sich die Biprismaposition in Relation zu den Linsen des Mikroskops und es bleibt nur noch geringfügiges Variationspotential durch eine Veränderung der Linsenbrennweiten. Grundsätzliche Überlegungen haben jedoch gezeigt, dass die Biprismaposition hinsichtlich des Einflusses von Fresnel-Beugungssäumen, Vignettierung und Instabilitäten bei hohen Biprismaspannungen optimiert werden kann [24].

## 5.1 Einfluss der Vergrößerung

Während der Einbau eines Biprismas in der Praxis durch die Halterposition festgelegt ist, besteht theoretisch eine Vielzahl von Möglichkeiten. Unabhängig davon, ob man das Biprisma z. B. vor der ersten oder der zweiten Bildebene platziert, der Elektronenstrahl wird in beiden Fällen um den gleichen Winkel abgelenkt, sofern die gleiche Biprismaspannung anliegt. Allein durch die unterschiedliche Zwischenbildvergrößerung zwischen den beiden Positionen und den genauen Abstand zur jeweiligen Bildebene ergeben sich, zurückgerechnet auf die Objektebene, unterschiedliche Streifenabstände und Hologrammbreiten. Dieser Einfluss der Vergrößerung wird bei der Optimierung der Biprismaposition ausgenutzt.

### 5.1.1 Theorie

Unter der Annahme, dass das Setup für feste Werte von Streifenabstand  $s$  und Hologrammbreite  $w$  optimiert werden soll, lassen sich die Gleichungen (3.6) und (3.5) nach den Abständen  $a$  und  $b$  umstellen mit

$$a = \frac{\lambda L}{2M\gamma s} \quad (5.1)$$

und

$$b = \frac{Mw}{2\gamma} + \frac{2Mr_f s}{\lambda}, \quad (5.2)$$

wobei  $L$  der Abstand von der Beugungsebene zur Bildebene mit  $L = a + b$  ist und  $M$  die Gesamtvergrößerung in der Zwischenbildebene nach dem Biprisma, die sich durch Berücksichtigung aller vergrößernder Elemente (Objektivlinse,  $C_s$ -Korrektor, zusätzliche Linsen) ergibt [24]. Durch Einsetzen in  $L = a + b$  und Umformen findet sich nun ein Ausdruck für den Ablenkwinkel  $\gamma$  [24]:

$$\gamma = \frac{\lambda(L\lambda + M^2sw)}{2Ms(L\lambda - 2Mr_f s)}. \quad (5.3)$$

Für einen gegebenen Abstand  $L$ , Hologrammbreite und Streifenabstand lässt sich  $\gamma$  somit direkt in Abhängigkeit der Vergrößerung darstellen und das Minimum dieser Funktion berechnen, welches das Setup mit dem kleinstmöglichen Ablenkwinkel beschreibt. Es ergibt sich für das Minimum  $a = b$  und folglich  $L = 2a$  [24].

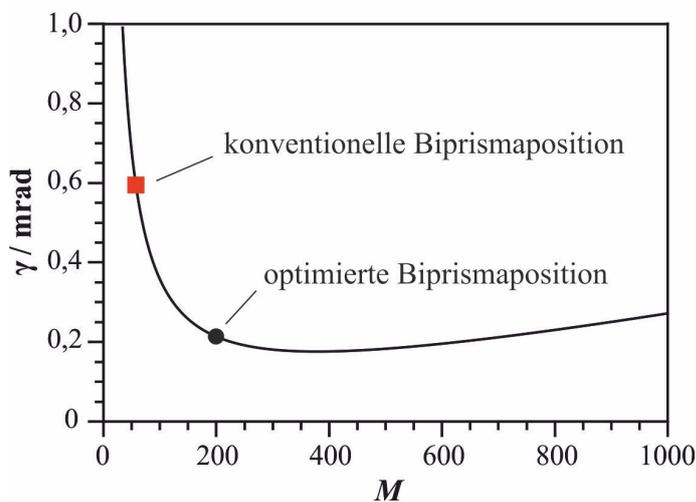
Durch die Minimierung des benötigten Ablenkwinkels ist auch die erforderliche Biprismaspannung minimiert. Aufgrund der Biprismaspannungsabhängigkeit der Kontrastdämpfung durch Biprismavibration ist die Biprismaposition somit auch hinsichtlich dieses Effekts optimiert. Ähnliches lässt sich zeigen für die Schattenbreite des Biprismas in der Bildebene sowie für das Ausmaß von Vignettierung und Fresnel-Beugungssäumen. So lässt sich beispielsweise die Schattenbreite durch Ersetzen von  $a$  und  $b$  in Abhängigkeit des Ablenkwinkels schreiben [24]:

$$w_{s1} = \frac{2r_f(a+b)}{Ma} = \frac{4r_f s \gamma}{\lambda}. \quad (5.4)$$

Für eine Minimierung von  $\gamma$  wird der Biprismaschatten demnach reduziert, was sich gleichzeitig positiv auf die Vignettierung auswirkt, die nichts anderes als einen Schatten im Strahlengang einzelner Beugungsreflexe darstellt.

### 5.1.2 Anwendung auf das Mikroskop

Für einen Streifenabstand  $s = 30$  pm und eine Hologrammbreite  $w = 30$  nm sowie einen Biprismaradius  $r_f = 150$  nm und einen Abstand  $L \approx 68$  mm ergibt sich nach Gleichung (5.3) der Graph in Abbildung 5.1. Das Minimum, welches die besten Holographiebedingungen liefert, liegt bei etwa  $M = 400$  und ist recht breit. Bei den üblichen Objektivlinsenvergrößerungen von  $M = 50$  bis 60 wird es aber weit verfehlt. Durch den Einbau einer weiteren Linse lässt sich dieses Problem lösen. Im FEI Titan 80-300 Berlin Holography Special TEM ist eine zusätzliche Linse zwischen Objektiv- und Beugungslinse – genauer: zwischen  $C_s$ -Korrektor und Beugungslinse – eingebaut. Dadurch wird die Vergrößerung in der Bildebene nach dem Biprisma auf ca. 200 erhöht und der Bereich des minimalen Ablenkwinkels erreicht, wie es in Abbildung 5.1 markiert ist. Wegen des breiten Minimums muss auch die Bedingung  $a = b$  nicht streng eingehalten werden.



**Abb. 5.1:** Abhängigkeit des Ablenkwinkels  $\gamma$  von der Vergrößerung  $M$  für Parameter des FEI Titan 80-300 Berlin Holography Special TEMs. Der schwarze Punkt markiert die Vergrößerung, welche von Objektiv- und Extralinsse gemeinsam erreicht wird. Das rote Kästchen ist die entsprechende Vergrößerung eines konventionellen Setups.

## 5.2 Auswirkung der Optimierung

Die praktische Auswirkung der Optimierung der Biprismaposition im FEI Titan 80-300 Berlin Holography Special TEM kann durch den Vergleich mit einem konventionellen Setup abgeschätzt werden.

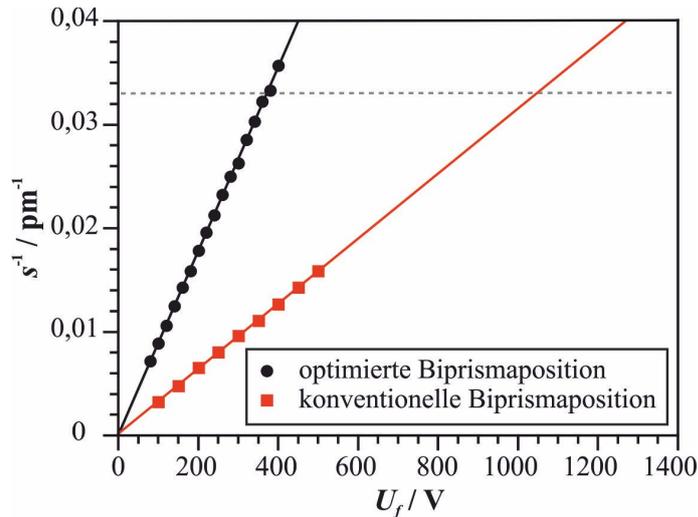
Für die Messungen des konventionellen Setups wurde die Extralinse ausgeschaltet und das erste Biprisma zur Hologrammerzeugung genutzt. Die Anregung der Adapterlinse des  $C_s$ -Korrektors und jene der Beugungslinse wurden entsprechend angepasst, um einen Strahlengang gemäß Abbildung 3.1 zu erstellen. Für das optimierte Setup ist die Extralinse angeregt und das zweite Biprisma wird zur Hologrammerzeugung genutzt. Auf diese Weise ist die unterschiedliche Vergrößerung zwischen konventionellem Setup ( $M \approx 60$ ) und optimiertem Setup ( $M \approx 200$ ) erreicht.

Problematischer verhält es sich mit den Abständen  $a$  und  $b$ . Würden im konventionellen Setup beispielsweise die gleichen Werte für  $b$  verwendet wie im optimierten Setup, würden daraus bei einer Biprismaspannung, die zum gleichen Streifenabstand wie im optimierten Setup führt, sehr große Hologrammbreiten resultieren ( $w > 100$  nm). Dies wäre für atomar aufgelöste Elektronenhologramme untypisch und würde zu unverhältnismäßig schlechter partieller räumlicher Kohärenz führen. Für den Vergleich wurden daher angepasste Werte für  $a$  und  $b$  im konventionellen Setup gewählt. Es ergaben sich folgende effektive Werte gemäß den Gleichungen (5.1) und (5.2):  $a \approx 24$  mm und  $b \approx 12$  mm im optimierten Setup und  $a \approx 13$  mm und  $b \approx 3$  mm im konventionellen Setup. Diese Werte stellen nur einen groben Richtwert dar, da die Vergrößerungen ( $M \approx 60$ ) bzw. ( $M \approx 200$ ) ebenfalls nur ungefähre Werte darstellen. Die zu Grunde liegenden Daten für die Berechnung sind in Tabelle 5.1 zusammengefasst. Genau wie die Vergrößerungen  $M$  unterscheiden sich die Längen  $b$  um rund einen Faktor 3, womit sich die Hologrammbreite pro Volt Biprismaspannung in beiden Setups um vergleichbare Werte ändert. Die Bedingungen hinsichtlich der partiellen räumlichen Kohärenz sind einander demnach ähnlich, weshalb diese Werte für den Vergleich gewählt wurden.

In Abbildung 5.2 sind die sich im Experiment ergebenden Streifenabstände in

Setup	$M$	$U_f/V$	$w$ / nm	$s$ / pm	$\lambda$ / pm	$\gamma_0$ / rad/V
optimiert	200	300	22,5	38	2	$6,7 \cdot 10^{-7}$
konventionell	60	300	18,0	104	2	$6,7 \cdot 10^{-7}$

**Tabelle 5.1:** Berechnungsgrundlage für die Effektivwerte von  $a$  und  $b$ .



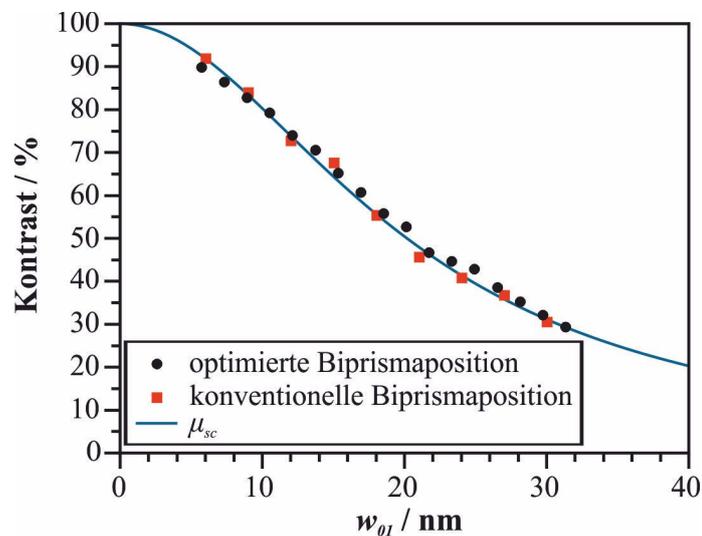
**Abb. 5.2:** Der Streifenabstand in Abhängigkeit der Biprismaspannung  $U_f$  für die konventionelle und die optimierte Biprismaposition. Die graue gestrichelte Linie markiert den angestrebten Streifenabstand von 30 pm für atomaraufgelöste Elektronenholographie.

Abhängigkeit der Biprismaspannung zu sehen. Die Messpunkte wurden gemäß der Beziehung  $1/s \propto U_f$  (Gleichung (3.6)) mit einem linearen Fit extrapoliert. Demnach wären im konventionellen Setup Biprismaspannungen von  $U_f \approx 1100$  V notwendig, um den angestrebten Streifenabstand von 30 pm zu erreichen. Experimentell ließ sich dies nicht nachweisen, aufgrund der dafür erforderlichen hohen Biprismaspannung. Im optimierten Setup wird ein Streifenabstand von 30 pm bereits mit  $U_f \approx 370$  V möglich.

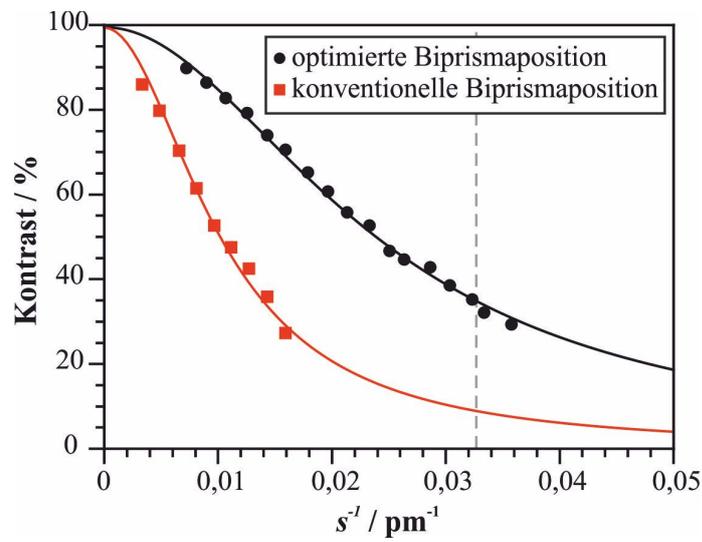
Um die einhergehende Verbesserung der Hologrammqualität abzuschätzen, wurden die Datenpunkte zunächst um die Dämpfung der Modulationstransferfunktion der Kamera korrigiert, welche unabhängig von den beschriebenen Messreihen mit der Kantenmethode bestimmt wurde [82]. Es verbleiben somit die Dämpfungsfaktoren  $\mu_{sc}$  und  $\mu_{inst}$ . Da in beiden Messreihen das Biprisma auf der stabilen Position, senkrecht zur Halterachse, ausgerichtet war, gilt  $\mu_{inst} \approx 1$ . Das Ergebnis für  $\mu_{sc}$  ist in Abbildung 5.3 zu sehen, wobei die Datenpunkte dieses Mal in Abhängigkeit zur Überlappungsbreite der beiden Strahlhälften dargestellt sind. Die Punkte lassen sich mit der Lorentz-Funktion aus Gleichung (3.37) anfitten, um  $\mu_{sc}$  zu bestimmen, und es ergibt sich ein effektiver Kohärenzwinkel der Elektronenquelle von  $\theta_c = 1,5 \cdot 10^{-5}$  rad. Dieser Wert ist etwa um einen Faktor zehn kleiner als bei konventioneller Elektronenmikroskopie, weil eine elliptische Beleuchtung gewählt wurde. Da sich die Datenpunkte beider Messreihen mit der gleichen Funktion beschreiben

lassen, ist zum einen gezeigt, dass der Einfluss der Biprismavibration tatsächlich vernachlässigbar ist, und des Weiteren, dass die Beleuchtungsbedingungen in beiden Messreihen identisch waren, was zu erwarten war, da die Beleuchtungsparameter nicht wesentlich geändert wurden.

Werden die Messpunkte jedoch in ihrer Abhängigkeit zum Streifenabstand dargestellt (Abb. 5.4), zeigen sich deutliche Unterschiede. Da im Falle der optimierten Biprismaposition bereits kleine Überlappungsbreiten zu kleinen Hologramstreifen führen, ist die partielle räumliche Kohärenz hier deutlich besser als im konventionellen Setup. Für einen Streifenabstand von 100 pm ergibt sich, basierend auf den Messdaten, eine Kontrastverbesserung um einen Faktor von rund 1,5. Für den angestrebten Streifenabstand von 30 pm ist, wegen der hohen erforderlichen Biprismaspannung im konventionellen Setup, kein direkter Vergleich möglich. Betrachtet man die Extrapolation der Werte ergibt sich eine Kontrastverbesserung um einen Faktor von rund drei. Gemäß Gleichung (3.16) stellt dies eine erhebliche Verbesserung der Standardabweichung der rekonstruierten Phase dar und zeigt den erheblichen Vorteil, welchen die Optimierung der Biprismaposition bietet, insbesondere für die atomar auflösende Elektronenholographie.



**Abb. 5.3:** Streifenkontrast in Abhängigkeit der Überlappungsbreite  $w_{01}$ . Die Messpunkte sind um die Dämpfung durch die MTF der Kamera korrigiert. Die blaue Linie stellt die Dämpfung durch partielle räumliche Kohärenz für einen effektiven Kohärenzwinkel der Elektronenquelle von  $\theta_c = 1.5 \cdot 10^{-5}$  rad dar.



**Abb. 5.4:** Hologrammstreifenkontrast in Abhängigkeit des Streifenabstands. Die Messpunkte sind um die Dämpfung durch die MTF der Kamera korrigiert. Die graue gestrichelte Linie markiert den angestrebten Streifenabstand von 30 pm für atomar aufgelöste Elektronenholographie.



---

## 6 Elektronenholographie mit zwei Biprismen

---

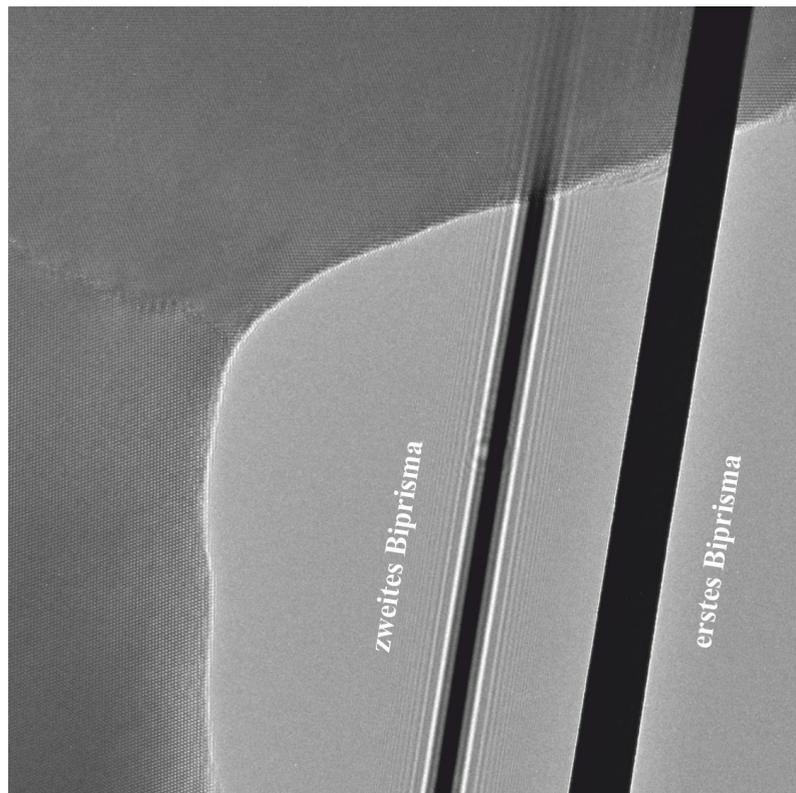
Elektronenholographie mit einem Biprisma ist mit einigen Einschränkungen versehen, wie z. B. das Auftreten von Fresnel-Beugungssäumen und Vignettierung sowie der Biprismaspannung als einzigem frei wählbaren Parameter (s. Kap. 3). Die Auswirkungen dieser Einschränkungen lassen sich, wie bereits in Kapitel 5 beschrieben, zwar durch die Optimierung der Biprismaposition minimieren, aber nicht völlig vermeiden. Eine Möglichkeit, diese Einschränkungen weitestgehend aufzuheben, bietet die Elektronenholographie mit zwei Biprismen. Die zu Grunde liegende Idee dabei ist, das Biprisma im Schatten eines darüberliegenden Gegenstands, wie etwa eines Metallplättchens oder eines Drahts, zu verbergen, sodass am Biprisma nur sehr stark reduzierte Fresnel-Beugung stattfindet [25]. Ist dieser abschattende Gegenstand wiederum ebenfalls ein Biprisma, eröffnen sich insbesondere für die atomar auflösende Elektronenholographie neue Möglichkeiten, die in diesem Kapitel erläutert werden.

### 6.1 Aufbau

Bei der Elektronenholographie mit zwei Biprismen befindet sich das erste Biprisma in der ersten Bildebene, wo es von den folgenden Linsen scharf abgebildet wird und damit keine im Bild sichtbaren Fresnel-Effekte produziert [26]. Das zweite Biprisma soll nun im Schatten des ersten platziert werden. Um dies zu erreichen befindet sich zwischen den Biprismen eine Linse (hier die bereits vorgestellte Extralinse), welche für eine Vergrößerung des Schattens sorgt. In Abbildung 6.1 ist rechts das erste Biprisma als scharf begrenzter Schatten und links das zweite Biprisma mit Fresnel-Beugungssäumen zu sehen, da es sich in dieser Aufnahme nicht im Schatten

des ersten Biprismas befindet. Durch die Vergrößerung der Extralinsen, von der das zweite Biprisma nicht betroffen ist, sind die Schattenbreiten unterschiedlich, obwohl die Biprismaradien einander ähneln.

Die Position des zweiten Biprismas sollte im Idealfall gemäß den Vorgaben für die optimale Biprismaposition festgelegt sein, also  $a_2 = b_2$  für eine Vergrößerung  $M$ , die einen minimalen Ablenkwinkel  $\gamma$  besitzt [24]. Sie ist jedoch weniger streng definiert als jene des ersten Biprismas, weil das eher flache Minimum in der Abhängigkeit des Ablenkwinkels von der Vergrößerung einigen Spielraum gewährt. Das erste Biprisma muss sich dagegen in einer Bildebene befinden, damit es in der Aufnahme als scharf fokussierter Schatten sichtbar ist und keine Fresnel-Beugungssäume die Bildwelle modulieren. Im genutzten Mikroskop ist das zweite Biprisma das gleiche Biprisma, das in Kapitel 5 als optimiertes Biprisma vorgestellt wurde. Die beiden Setups – das Setup des optimierten Biprismas und jenes mit zwei Biprismen – unterscheiden sich nur durch das Einfügen des zusätzlichen Biprismas (erstes Biprisma im Folgenden genannt) in der ersten Bildebene.



**Abb. 6.1:** Schattenwurf der beiden Biprismen. Bei der Probe im oberen und linken Bildbereich handelt es sich um eine kristalline Goldfolie.

## 6.2 Hologrammeigenschaften

Die wichtigsten Hologrammeigenschaften, also Hologrammbreite  $w_2$  und Streifenabstand  $s_2$ , ergeben sich, analog zur Elektronenholographie mit einem Biprisma, aus der Geometrie des Aufbaus und den Strahlensätzen. Je nach dem, ob sich das zweite Biprisma im Strahlengang ober- oder unterhalb der Beugungsebene der Extralinse befindet, sind unterschiedliche Einflüsse von positiven beziehungsweise negativen Biprismaspannungen auf die Hologrammparameter möglich [117, 118]. Befindet sich die Beugungsebene oberhalb des zweiten Biprismas, bewegt eine positive Biprismaspannung die Strahlhälften in der Bildebene aufeinander zu. Ist die Beugungsebene unterhalb des zweiten Biprismas, verhielte es sich umgekehrt. Da das zweite Biprisma selbst nicht vertikal verschoben werden kann, lassen sich diese Modi lediglich über eine Variation der Extralinsenanzugung, also der Brennweite, erreichen. Dies erfordert eine Anpassung der nachfolgenden Beugungslinse und hat eine veränderte Gesamtvergrößerung zur Folge, die unter Umständen nicht mehr den gewünschten Anforderungen entspricht. Im FEI Titan 80-300 Berlin Holography Special TEM befindet sich im Modus der höchsten Vergrößerung das zweite Biprisma unterhalb der Beugungsebene der Extralinse, wie es in Abbildung 6.2 skizziert ist.

### 6.2.1 Hologrammbreite und Streifenabstand

Die Hologrammbreite in der zweiten Bildebene ergibt sich aus der Überlappungsbreite  $w_{02}$  der beiden Strahlhälften, von welcher der Biprismaschatten  $w_{s2}$  abgezogen wird:

$$w_{2Bild} = w_{02} - w_{s2} = 2\gamma_2 b_2 - M_{xl} 2r_{f1}. \quad (6.1)$$

Zurückgerechnet auf die Objektebene ergibt sich entsprechend

$$w_2 = \frac{1}{M_{ol} M_{xl}} \cdot 2\gamma_2 b_2 - \frac{1}{M_{ol}} \cdot 2r_{f1} \quad (6.2)$$

mit dem Ablenkwinkel des zweiten Biprismas  $\gamma_2$ , der Entfernung des zweiten Biprismas zur zweiten Bildebene  $b_2$ , der Objektivlinsenvergrößerung  $M_{ol}$ , der Extralinsenvergrößerung  $M_{xl}$  und dem Radius des ersten Biprismas  $r_{f1}$  [26].

Für den Streifenabstand  $s_2$  in Bezug auf die Objektebene gilt

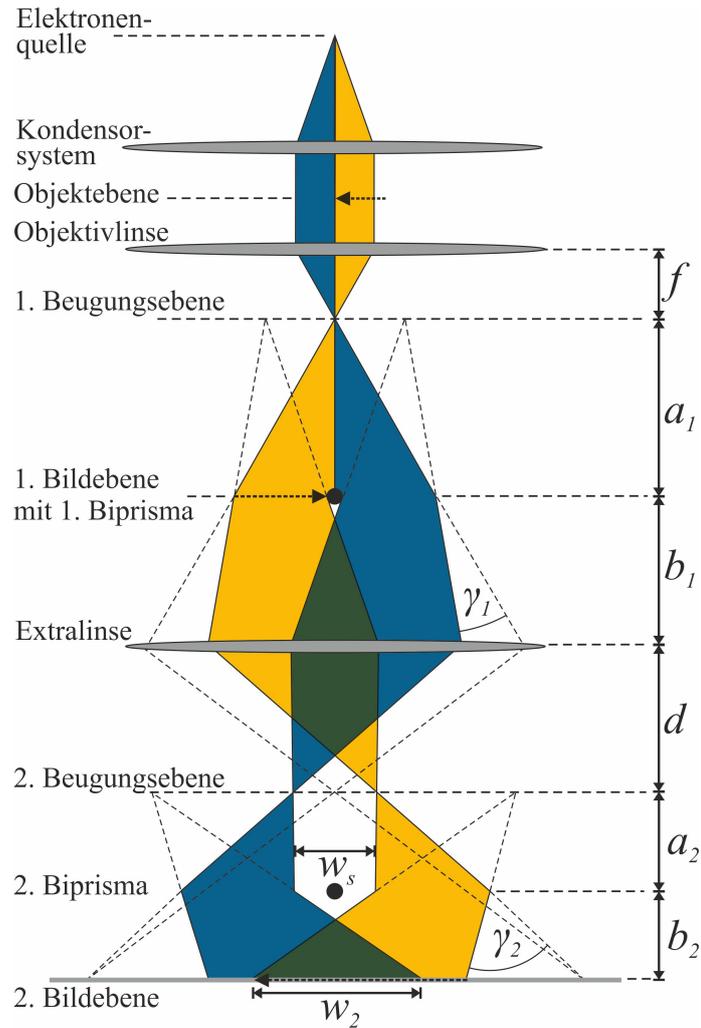


Abb. 6.2: Schematischer Strahlengang bei Elektronenholographie mit zwei Biprismen.

$$s_2 = \frac{1}{M_{ol}M_{xl}} \cdot \frac{(a_2 + b_2)\lambda}{2a_2(\gamma_2 + \frac{da_1}{a_2(a_1+b_1)}\gamma_1)}, \quad (6.3)$$

wobei  $a_1$ ,  $b_1$ ,  $a_2$ ,  $b_2$  und  $d$  Abstände gemäß Abbildung 6.2 und  $\gamma_1$  der Ablenkwinkel des ersten Biprismas ist [26].

Die Hologrammbreite lässt sich demnach mit der Spannung  $U_{f2}$  am zweiten Biprisma variieren, der Streifenabstand hingegen wird von beiden Biprismen beeinflusst, wobei eine positive Spannung  $U_{f1}$  die Hologrammstreifen zusätzlich verschmälert und eine negative Spannung sie breiter macht. Auf diese Weise können Hologramme verschiedener Breite mit gleichem Streifenabstand sowie Hologramme mit gleicher Breite und unterschiedlichem Streifenabstand erzeugt werden, was die Möglichkeit

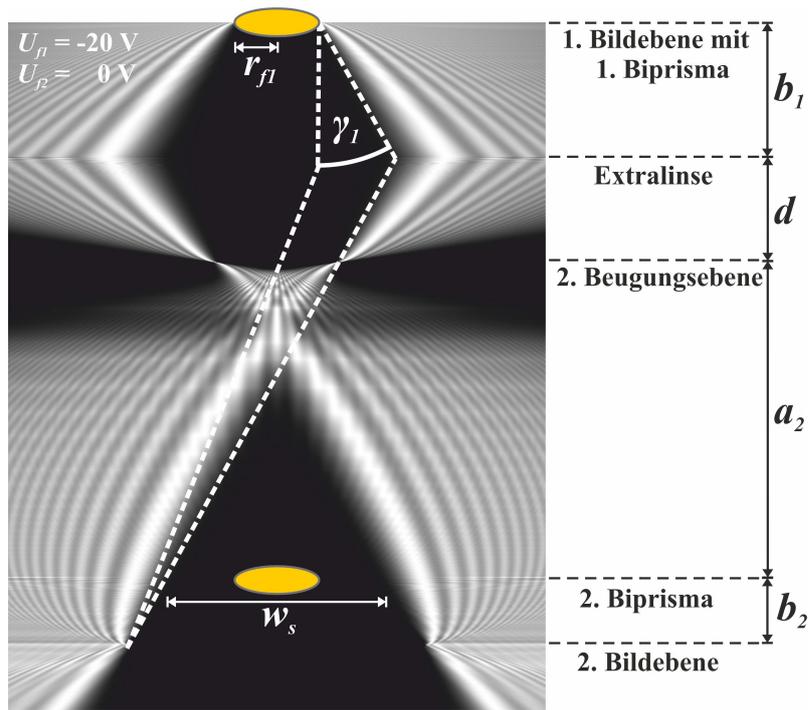
bietet, die räumliche Kohärenz als auch die Modulationstransferfunktion der Kamera zu bestimmen [26]. Als einzige unbekannte Größe bleibt dabei die Vibration der Biprismen, welche eine Dämpfung des Streifenkontrasts bewirkt.

Ein bekannter Spezialfall der Elektronenholographie mit zwei Biprismen, bei dem sich das Biprisma exakt auf Höhe der Beugungsebene der Extralinsse befindet ( $a_2 = 0$ ) und der Streifenabstand nur noch von  $U_{f1}$  abhängt, ist hier für Hochauflösungshologramme mit dem gewünschten Streifenabstand  $s_2 = 30$  pm bei gleichzeitiger Nutzung der optimierten Biprismaposition aus praktikablen Gründen nicht möglich. Durch die für das spezielle Setup erforderliche Brennweitenanpassung von Extra- und Beugungslinse wäre die gewünschte Zwischenbildvergrößerung nicht mehr gegeben.

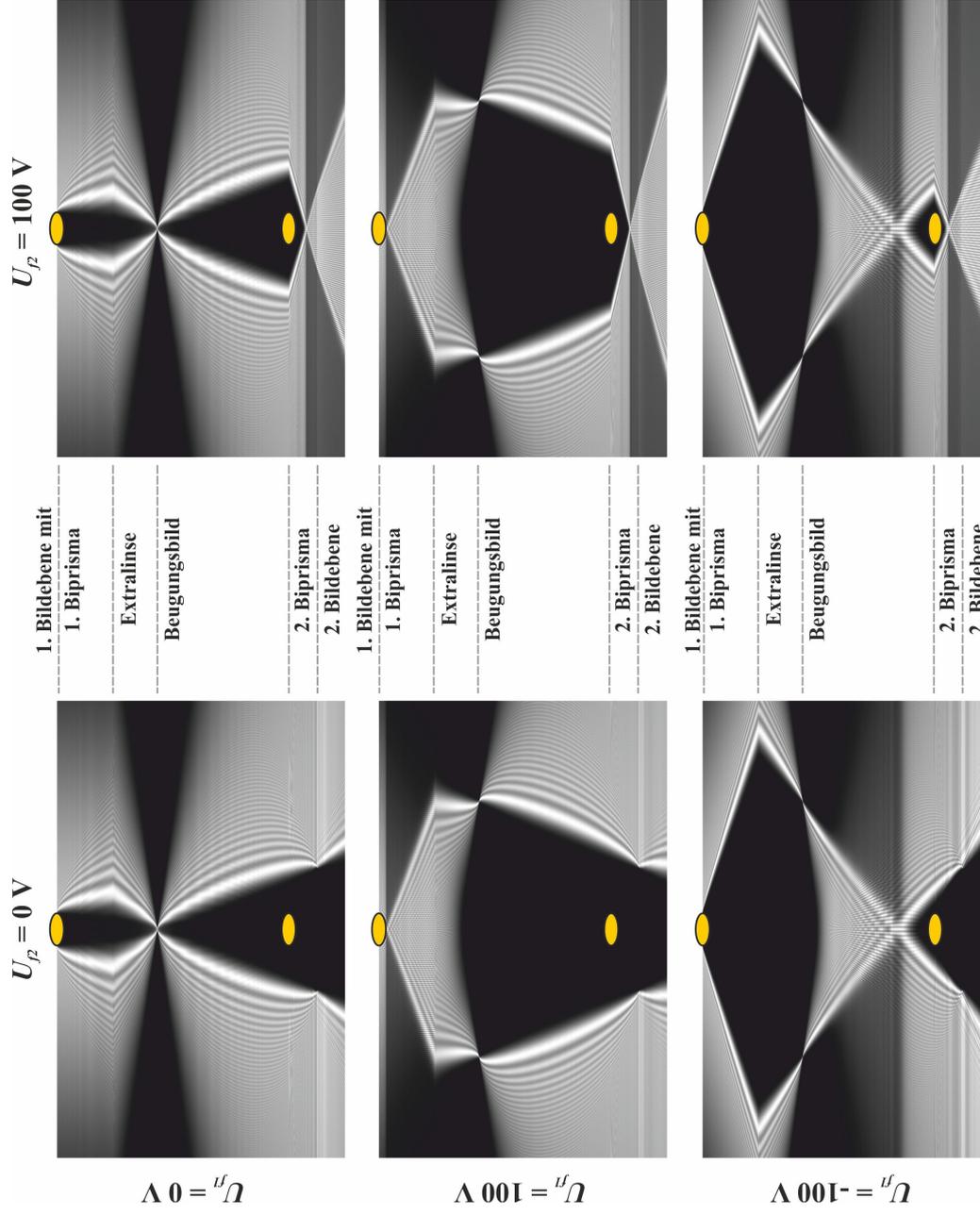
### 6.2.2 Veranschaulichung des Strahlgangs

Zum besseren Verständnis wurde der Strahlengang zwischen dem ersten Biprisma und der zweiten Bildebene mittels Fresnel-Propagation berechnet (s. Abschn. 3.6). Abbildung 6.3 zeigt den Intensitätsverlauf der berechneten Elektronenwellenverteilung bei einer Beschleunigungsspannung  $U_A = 300$  kV. Dabei wurde die Intensität jeder Ebene senkrecht zur Ausbreitungsrichtung  $z$  auf den Wert eins normiert, was die Kontrastvariationen erklärt, zu denen es bei Überlagerung der beiden Strahlhälften kommt. Am ersten Biprisma liegt eine kleine negative Spannung ( $U_{f1} = -20$  V) an, wodurch sich die Elektronenwellen samt Fresnel-Beugungssäumen verschieben, wie durch die gestrichelte Linie angedeutet ist. Am zweiten Biprisma liegt keine Spannung an ( $U_{f1} = 0$  V), sodass es nicht zur Entstehung eines Hologramms kommen kann. Schön zu sehen ist, dass es am ersten Biprisma zwar zur Ausbildung von Fresnel-Beugungssäumen kommt, diese in der zweiten Bildebene jedoch erwartungsgemäß wieder verschwinden. Das zweite Biprisma befindet sich im Schatten des ersten und produziert dadurch keine Fresnel-Beugungssäume.

Analog zu Abbildung 6.3 sind in Abbildung 6.4 die Intensitätsverteilungen für verschiedene Kombinationen von Biprismaspannungen berechnet. Die unterschiedlichen Spannungen am ersten Biprisma sorgen für unterschiedliche Schattenbreiten und -formen, was im Abschnitt 6.5 für die Berechnung der Schattenbreite auf Höhe des zweiten Biprismas erneut aufgegriffen wird.



**Abb. 6.3:** Intensitätsverteilung der Elektronenwellen zwischen dem ersten Biprisma und der 2. Bildebene.

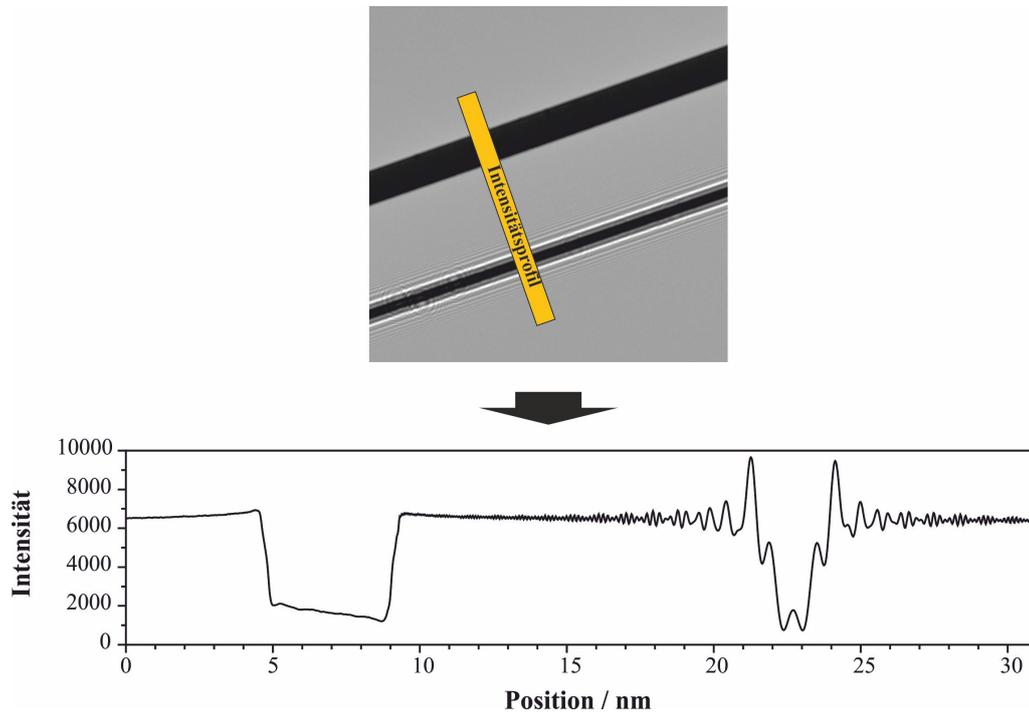


**Abb. 6.4:** Schematischer Strahlengang bei Elektronenholographie mit zwei Biprismen. Die Positionen der Biprismen sind durch gelbe Ellipsen skizzenhaft angedeutet.

### 6.3 Einfluss der Durchstrahlbarkeit des Biprismas

Obwohl bei Biprismendurchmessern typischerweise Werte von rund 500 nm angegeben werden, ist es möglich, Biprismen mit einem Durchmesser von lediglich 250-300 nm Durchmesser herzustellen. Die beiden verwendeten Biprismen besitzen diese Maße und sind damit für 300-kV-Elektronen durchstrahlbar, was zu der Frage führt, inwieweit die transmittierten Elektronen den Holographieprozess beeinträchtigen.

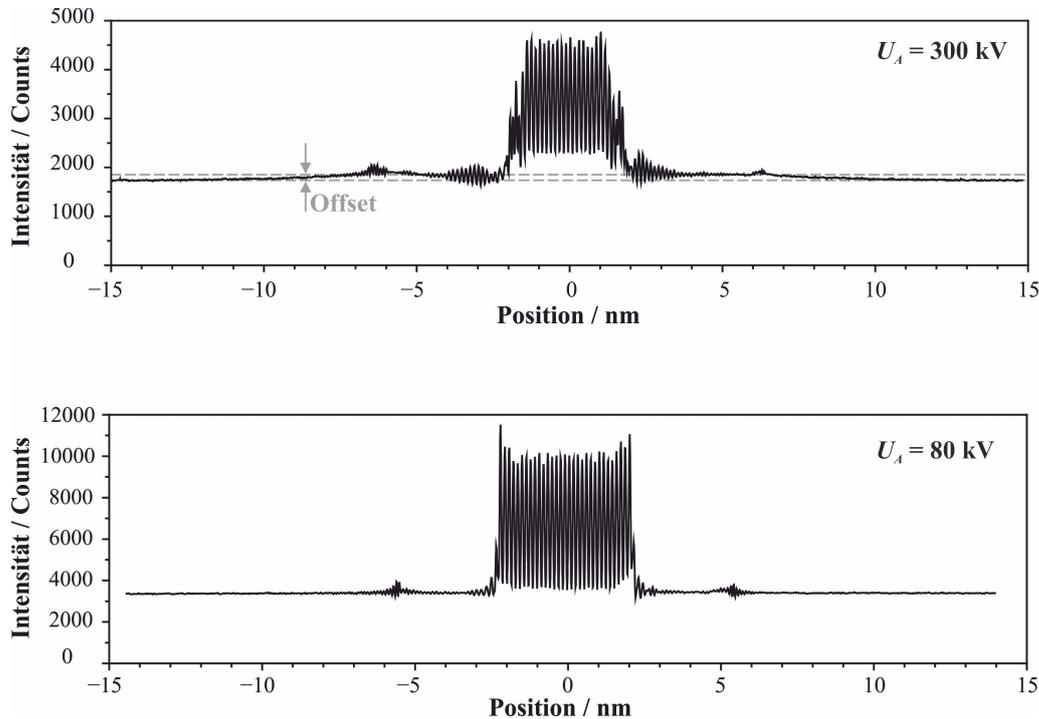
In Abbildung 6.5 ist das Intensitätsprofil der beiden Biprismaschatten gezeigt. Die Intensitätsmodulation des unfokussierten Biprismas unterscheidet sich durch das Auftreten von Fresnel-Beugungssäumen deutlich von jenem in der Bildebene, wie beschrieben. Außerdem lässt sich erkennen, dass die Intensität im Biprismaschatten tatsächlich nicht auf Null abfällt, sondern rund 25 % der ursprünglichen Intensität beträgt. Diese Restintensität könnte am zweiten Biprisma, sofern die entsprechende Kohärenz gegeben ist, entgegen der eigentlichen Absicht zur Ausbildung von Fresnel-Beugungssäumen mit negativem Einfluss auf die letztendliche Hologrammaufnahme führen. Da die Elektronen jedoch teilweise inelastisch gestreut werden und inelastisch gestreute Elektronen ihre Kohärenz zu elastisch gestreuten Elektro-



**Abb. 6.5:** Detailbild des Schattenwurfs der beiden Biprismen mit zugehörigem Intensitätsprofil.

nen verlieren [119], bewirken diese Elektronen im Biprismaschatten hauptsächlich einen geringen Offset. Auch die am ersten Biprisma elastisch gestreuten Elektronen bewirken teilweise einen Offset, da diese Elektronen das Biprisma an unterschiedlichen Stellen durchdringen und dabei in unterschiedlichem Ausmaß das ablenkende elektrische Feld durchqueren. Der erwartete resultierende Offset soll anhand des Intensitätsprofils eines Elektronenhologramms überprüft werden.

In Abbildung 6.6 ist oben das Intensitätsprofil eines Elektronenhologramms ohne Objekt, angefertigt mit zwei Biprismen, bei einer Beschleunigungsspannung  $U_A = 300$  kV zu sehen. Unten in Abbildung 6.6 befindet sich das Höhenprofil eines Elektronenhologramms bei einer Beschleunigungsspannung  $U_A = 80$  kV. Das erste Biprisma wurde dabei lediglich als Strahlteiler verwendet ( $U_{f1} = 0$  V in beiden Fällen). In den äußeren Randbereichen (Entfernung vom Zentrum größer als 10 nm) des oberen Diagramms kommt es zu keiner Überlagerung mit der gegenüberliegenden Strahlhälfte und zu keinem Offset. Im Hologrammbereich kommt es zu einem geringen Offset durch die vom ersten Biprisma transmittierten Elektronen. Ein Teil der elastisch gestreuten beziehungsweise ungestreuten Elektronen formt neben dem eigentlichen Hologramm weitere Hologrammstreifen. Falls es zur Ausbildung von



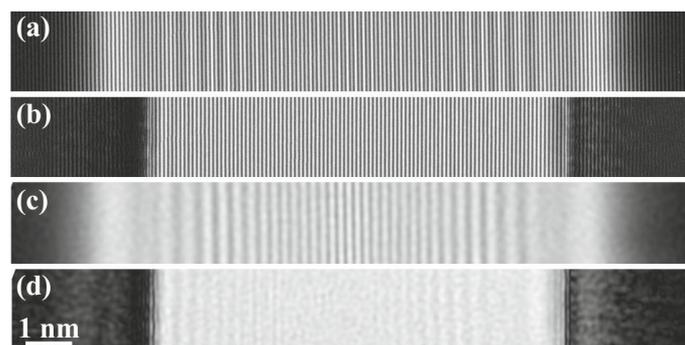
**Abb. 6.6:** Intensitätsprofile von zwei Elektroneninterferogrammen, angefertigt mit zwei Biprismen. Oben:  $U_A = 300$  kV. Unten:  $U_A = 80$  kV.

Fresnel-Beugungssäumen kommt, ist ihre Intensität zu gering, um einen spürbaren Einfluss auszuüben. Das Hologramm ist somit durch vom ersten Biprisma transmittierte Elektronen unbeeinträchtigt.

Im unteren Diagramm in Abbildung 6.6 sind die gleichen Effekt zu beobachten. Allerdings treten sie in deutlich schwächerer Form auf, da bei einer Beschleunigungsspannung von  $U_A = 80$  kV erheblich weniger Elektronen vom ersten Biprisma transmittiert werden, weshalb das Nullniveau rund um das Hologramm kaum verändert wird.

## 6.4 Besonderheiten

Durch das Setup mit zwei Biprismen lassen sich biprismainduzierte Artefakte deutlich reduzieren. Dies lässt sich bereits beobachten, wenn das erste Biprisma lediglich als Strahlteiler ( $U_{f1} = 0$  V) in den Strahlengang gebracht wird. Abbildung 6.7 (a) zeigt ein Elektroneninterferogramm ohne und Abbildung 6.7 (b) ein Elektroneninterferogramm mit dem ersten Biprisma als Strahlteiler. In beiden Fällen ist die Biprismaspannung am zweiten Biprisma  $U_{f2} = 140$  V. Durch die veränderten Schattenwürfe weichen lediglich die Hologrammbreiten ( $w = 11,5$  nm und  $w_2 = 8,5$  nm), nicht aber die Bedingungen bezüglich der partiellen räumlichen Kohärenz voneinander ab. Auch der Streifenabstand ist damit in beiden Fällen mit  $s = s_2 \approx 80$  pm der gleiche. Durch die Einführung des ersten Biprismas als Strahlteiler werden die Fresnel-Beugungssäume jedoch stark reduziert. Dies ist in der rekonstruierten Am-

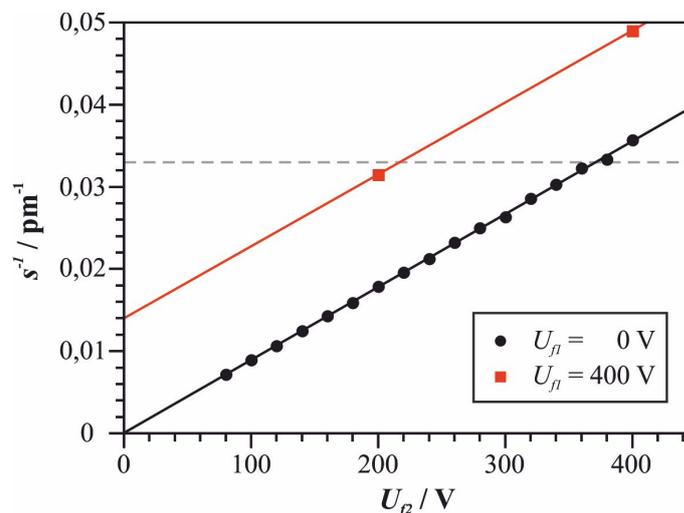


**Abb. 6.7:** Vergleich von Elektroneninterferogrammen ohne (a) und mit (b) dem ersten Biprisma als Strahlteiler ( $U_{f1} = 0$  V). In (c) und (d) zeigen die zugehörigen rekonstruierten Amplituden eine deutlich reduzierte Modulation durch Fresnel-Beugungssäume bei der Verwendung des ersten Biprismas.

plitude besonders deutlich zu sehen: Abbildung 6.7 (c) zeigt die Rekonstruktion des Interferogramms, das ohne Strahlteiler aufgenommen wurde, und Abbildung 6.7 (d) jene des Interferogramms mit dem ersten Biprisma als Strahlteiler. Obwohl es einige schwache Fresnel-Beugungssäume gibt, ist die Standardabweichung der rekonstruierten Amplitude um rund 50 % verbessert. Dadurch wird das ganze Hologramm für die Interpretation von Daten eines etwaigen Objektes nutzbar, weil die Phasen- und Amplitudenmodulation durch die Fresnel-Beugungssäume deutlich schwächer ausfällt. Da die Fresnel-Beugungssäume von den Rändern der Interferogramme ausgehen, ist es bei einer Reduzierung der Fresnelstreifen möglich, kleinere Hologramme aufzunehmen. Dies bietet den Vorteil einer verbesserten partiellen räumlichen Kohärenz. Bei konventioneller Elektronenholographie bedeutet die Nutzung schmalere Hologramme gleichzeitig eine Verbreiterung der Hologrammstreifen.

Dies kann im Doppelbiprismasetup vermieden werden, wenn eine Spannung an das erste Biprisma angelegt wird, was beispielhaft für einen Streifenabstand von 30 pm in Abbildung 6.8 dargestellt ist.

Ein Streifenabstand von 30 pm wird durch Biprismaspannungen von  $U_{f1} = 0$  V am ersten Biprisma und  $U_{f2} = 370$  V am zweiten Biprisma erreicht. Wird dagegen eine Spannung von  $U_{f1} = 400$  V am ersten Biprisma angelegt, genügt eine Spannung von  $U_{f2} = 220$  V, um den gleichen Streifenabstand zu erzielen, was die oben beschriebene Verbesserung der Dämpfung durch partielle räumliche Kohärenz nach sich zieht, weil sie die Überlappungsbreite entsprechend reduziert. Da sich mit einer Änderung



**Abb. 6.8:** Streifenabstand in Abhängigkeit der Biprismaspannung  $U_{f2}$  für verschiedene Werte von  $U_{f1}$  bei  $U_A = 300$  kV.

der Spannung am ersten Biprisma auch die Schattenbreite ändert und nicht jeder Schatten zur völligen Vermeidung von biprismainduzierten Artefakten ausreicht, wie Abbildung 6.7 gezeigt hat, ist die Kenntnis der tatsächlichen Schattenbreite hilfreich.

## 6.5 Biprismaschatten

Damit Fresnel-Beugungssäume im Hologramm tatsächlich vermieden oder zumindest stark reduziert werden können, muss der Schatten des ersten Biprismas in der Ebene des zweiten Biprismas größer als das zweite Biprisma sein. Die Schattenbreite  $w_s$  ändert sich jedoch mit der Biprismaspannung  $U_{f1}$  am ersten Biprisma. Um die Grenzspannung zu berechnen, bis zu der ein Betrieb mit reduzierten Fresnel-Beugungssäumen möglich ist, ist es hilfreich, die Schattenbreite  $w_s$  basierend auf den Grundlagen der geometrischen Optik zu berechnen.

Die Schattenbreite  $w_s$  verändert sich zusammen mit der Biprismaspannung  $U_{f1}$ . Im vorliegenden Setup wird der Schatten bei negativen Spannungen  $U_{f1}$  schmaler und bei positiven breiter. Dies ist in Abbildung 6.9 zu sehen, welche mittels Fresnel-Propagation berechnet wurde.

Für die Berechnung der Schattenbreite in der Ebene des zweiten Biprismas wird angenommen, dass die achsnahen Strahlen am ersten Biprisma einer ebenen Welle entsprechen. Es gilt nun, den Verlauf des äußersten Strahlteils, der den Schatten begrenzt, zu berechnen. Die Steigung  $\sigma$  dieses Strahls ergibt sich zu

$$\sigma = -\tan(\gamma_1) \approx -\gamma_1. \quad (6.4)$$

Damit folgt für die horizontale Position  $x$  in der Ebene der Extralinse:

$$x = b_1 \cdot \sigma + r_{f1}. \quad (6.5)$$

Mittels geometrischer Optik erhält man die Steigung  $\sigma_2$  nach der Extralinse

$$\sigma_2 = \sigma - \frac{x}{f_{xl}}, \quad (6.6)$$

wobei  $f_{xl}$  die Brennweite der Extralinse ist. Die Schattenbreite in der Ebene des zweiten Biprismas berechnet sich damit zu

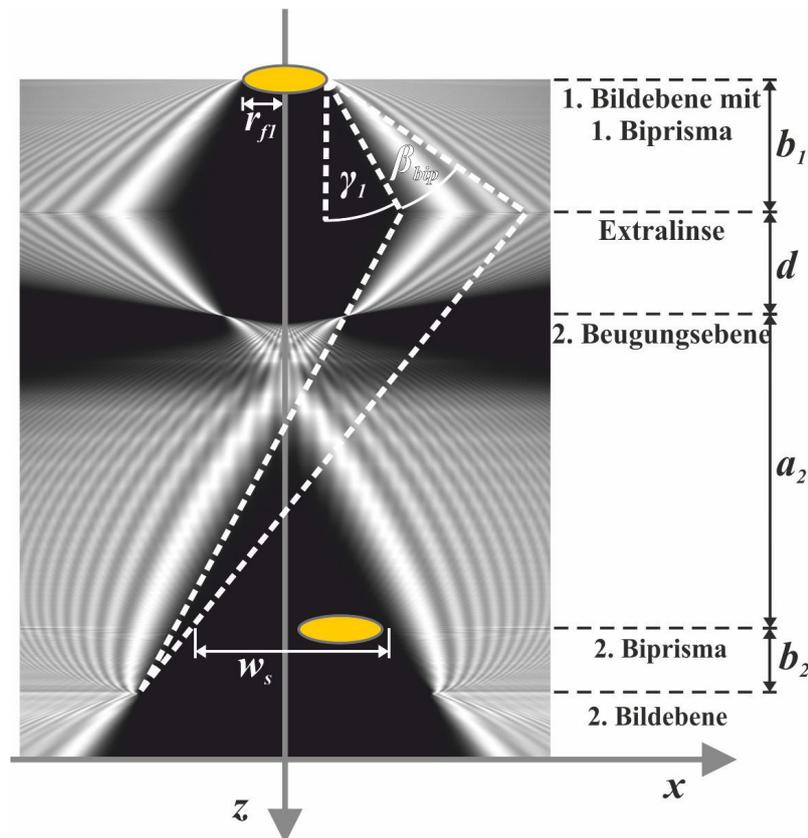
$$w_s = -2\sigma_2(d+a_2) - 2x = 2\gamma_1 \left( b_1 + d + a_2 - \frac{b_1(d+a_2)}{f_{xl}} \right) + 2r_{f1} \left( \frac{d+a_2 - f_{xl}}{f_{xl}} \right), \quad (6.7)$$

wobei  $d$  und  $a_2$  die in den Abbildungen 6.9 und 6.2 aufgeführten Abstände sind.

Für die Berücksichtigung Vignettierung müssen zusätzlich die abgelenkten Strahlen des Objektes, welche die verfügbare Schattenbreite reduzieren, beachtet werden. Mit Gleichung (6.8) kann der größte Ablenkwinkel  $\beta$ , der sich aus der erzielbaren Ortsauflösung  $d_{res}$  ergibt [120], erfasst werden:

$$\beta = \frac{\lambda}{d_{res}}. \quad (6.8)$$

Mit diesem Winkel lässt sich nun der Winkel  $\beta_{bip}$  in der Ebene des ersten Biprisma bestimmen (Abb. 6.9):



**Abb. 6.9:** Geometrische Größen zur Schattenberechnung. Die Position des zweiten Biprismas ist angepasst um den durch das Objekt abgelenkten Strahlen den nötigen Raum zu geben.

$$\beta_{bip} = \frac{\beta}{M_{ol}}. \quad (6.9)$$

Wird der Winkel  $\beta_{bip}$  vom Ablenkwinkel subtrahiert, ist die Vignettierung der entsprechenden Auflösung in die Berechnung der Schattenbreite einbezogen:

$$w_s = (2\gamma_1 - \beta_{bip}) \left( b_1 + d + a_2 - \frac{b_1(d + a_2)}{f_{xl}} \right) + 2r_{f1} \left( \frac{d + a_2 - f_{xl}}{f_{xl}} \right). \quad (6.10)$$

Mit Gleichung 6.10 lässt sich die erforderliche geometrische Schattenbreite für Hologramme mit und ohne Objekt berechnen. Umgekehrt ist z. B. für eine gegebene minimale Schattenbreite der Zugriff auf die dafür erforderliche Biprismaspannung  $U_{f1}$  möglich. Die Ergebnisse für das FEI Titan 80-300 Berlin Holography Special TEM sind in den folgenden Abschnitten zusammengefasst.

Um die verfügbare Schattenbreite vollständig auszunutzen, ist bei der Hologrammaufnahme zu beachten, dass sich das zweite Biprisma möglichst nah an der Referenzwelle befindet, ohne dabei im Hologramm sichtbare Fresnel-Beugungssäume zu erzeugen (Abb. 6.9). Es befindet sich also nicht, wie häufig beschrieben, direkt auf der optischen Achse. Auf diese Weise steht den abgebeugten Strahlen das Maximum an freiem Raum zur Verfügung.

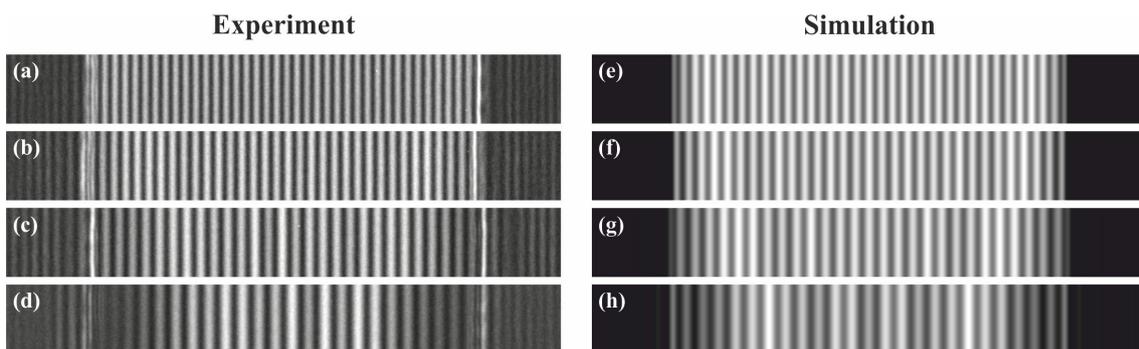
## 6.6 Vermeidbarkeit der Biprisma-Artefakte

In diesem Abschnitt soll die Vermeidbarkeit beziehungsweise die Reduzierbarkeit der biprismainduzierten Artefakte demonstriert sowie die Beispiele für die Berechnung der Schattenbreite vorgestellt werden.

### 6.6.1 Fresnel-Beugungssäume

Befindet sich das zweite Biprisma im Schatten des ersten, wird die Stärke der Fresnel-Beugungssäume deutlich reduziert. Dies geschieht in Abhängigkeit der Schattenbreite  $w_s$  in der Ebene des zweiten Biprismas 6.5. Wird an das erste Biprisma eine negative Spannung  $U_{f1}$  angelegt, reduziert sich die Schattenbreite und die Stärke der Fresnel-Beugungssäume nimmt zu. Gleichzeitig erhöht sich die Breite der Hologrammstreifen, aber die Hologrammbreite bleibt erhalten. Eine Serie von Interferogrammen mit zunehmender negativer Spannung  $U_{f1}$  demonstriert dies (Abb. 6.10).

In Abbildung 6.10 (a) ist eine Spannung von  $U_{f1} = -50$  V am ersten Biprisma angelegt. Die zugehörige berechnete Schattenbreite beträgt  $w_s \approx 550$  nm in der Ebene des zweiten Biprismas. Da dieses einen Durchmesser von rund 300 nm hat, kann es im Schatten platziert werden und Fresnelbeugung nahezu vollständig vermieden werden. In Abbildung 6.10 (b) liegt  $U_{f1} = -75$  V am ersten Biprisma an, was zu einer berechneten Schattenbreite von  $w_s \approx 420$  nm führt. Dies ist rein rechnerisch groß genug, das zweite Biprisma darin zu platzieren, durch die wellenoptische Intensitätsverteilung findet jedoch leichte Fresnelbeugung statt. Dieser Effekt wird stärker in Abbildung 6.10 (c), wo  $U_{f1} = -100$  V in einer berechneten Schattenbreite



**Abb. 6.10:** Interferogrammserie mit verschiedenen Schattenbreiten  $w_s$  und  $U_{f2} = 100$  V für alle Bilder. (a)  $U_{f1} = -50$  V und  $w_s \approx 550$  nm. (b)  $U_{f1} = -75$  V und  $w_s \approx 420$  nm. (c)  $U_{f1} = -100$  V und  $w_s \approx 300$  nm. (d)  $U_{f1} = -125$  V und  $w_s \approx 170$  nm.

von  $w_s \approx 300$  nm resultieren. In Abbildung 6.10 (d) dagegen, unter Nutzung von  $U_{f1} = -125$  V, ergibt sich  $w_s \approx 170$  nm. Dies ist zu klein, um das zweite Biprisma darin zu platzieren, weshalb starke Fresnelbeugung auftritt und das Interferogramm entsprechend eine starke örtliche Variation des Hologrammstreifenkontrasts zeigt.

Für die gleichen Spannungswerte und mit den vom Mikroskophersteller genannten Abständen zwischen den elektronenoptischen Bauteilen sind entsprechende Leerhologramme simuliert worden (Abb. 6.10 rechts). Die Vorgehensweise dabei ist die gleiche wie bei den Berechnungen der Strahlverläufe mit Fresnel-Propagation. Der einzige Unterschied besteht darin, dass als Ergebnis nur die Werte für eine einzige Ebene im Mikroskop, nämlich die zweite Bildebene, ausgegeben wird. Diese Pixelzeile wird anschließend mehrfach untereinander kopiert, um ein 2D-Bild zu erhalten.

Berechnungen, Simulationen und Experimente stimmen gut überein und sind damit ein Beleg für die Gültigkeit der vorgestellten Gleichungen. Die geringfügigen Unterschiede beispielsweise der Hologramme in Abbildung 6.10 ist darauf zurückzuführen, dass zum Beispiel die Abstände zwischen den einzelnen optischen Elementen nicht exakt vorliegen, sondern eine Ungenauigkeit im Millimeterbereich haben.

Außerdem sind in den experimentellen Aufnahmen seitlich der Hologramme weitere schwache Interferenzstreifen zu sehen, wie sie durch vom ersten Biprisma transmittierte Elektronen entstehen können (Vgl. 6.3). In der Simulation wurde ein komplett undurchlässiges Biprisma angenommen, sodass die entsprechenden Bereiche hier keinen Kontrast zeigen.

### 6.6.2 Vignettierung

Wird die Vignettierung durch das zweite Biprisma berücksichtigt, ist der nutzbare Bereich des Biprismaschattens gemäß Gleichung (6.10) noch stärker eingeschränkt. Im FEI Titan 80-300 Berlin Holography Special TEM beträgt das Informationslimit rund 80 pm, woraus sich, zusammen mit den entsprechenden Abständen der elektronenoptischen Elemente, eine berechnete Schattenbreite von  $w_s \approx 60$  nm für  $U_{f1} = 0$  V ergibt. Dies ist zu wenig, um das zweite Biprisma mit Radius  $r_{f1} \approx 150$  nm darin zu platzieren. Erst durch eine Spannung  $U_{f1} > 50$  V ergeben sich Schattenbreiten  $w_s \geq 300$  nm.

Die Vermeidbarkeit von Vignettierung wird anhand einer dünnen kristallinen Goldfolie gezeigt, welche in [110]-Orientierung vorliegt. In Abbildung 6.11 (a) wurden die Biprismaspannungen  $U_{f1} = 0$  V und  $U_{f2} = 250$  V genutzt, woraus sich ein Streifenabstand von  $s \approx 42$  pm ergibt. Die Abtastrate ist 6,5 Pixel pro Hologramm-

streifen und im zugehörigen Leerhologramm wurde ein Hologrammstreifenkontrast von 14,5 % bei durchschnittlich etwa 3600 Counts pro Pixel und einer Belichtungszeit von 8 s gemessen. Der Rand des Hologramms ist am Übergang zum Schatten des ersten Biprismas ersichtlich. Vom Hologrammrand ausgehend ist der am stärksten vignettierte Bereich deutlich am Verlust des atomaren Kontrasts erkenntlich. Außerdem kommt es zur Ausbildung leichter Fresnel-Beugungssäume. Durch die beiden Effekte sind große Teile des Hologramms nicht vollwertig nutzbar.

In Abbildung 6.11 (b) wurde die gleiche Stelle der Goldfolie in einem Hologramm mit den Biprismaspannungen  $U_{f1} = 150$  V und  $U_{f2} = 190$  V festgehalten. Es ergibt sich der gleiche Streifenabstand  $s \approx 42$  pm, allerdings besitzt das zugehörige Leerhologramm einen Streifenkontrast von 17,5 % aufgrund der verringerten Hologrammbreite.

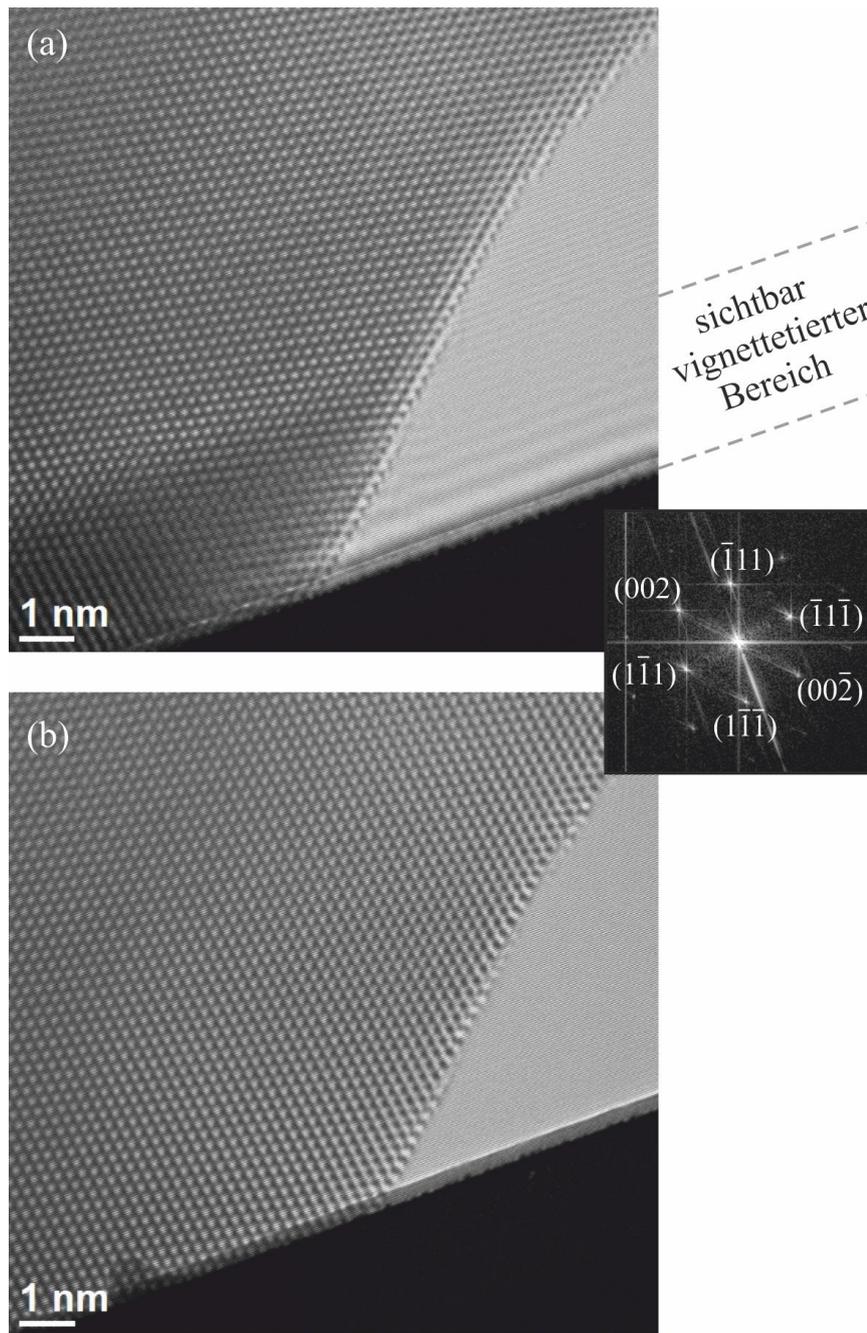
Der Vignettierungseffekt ist nicht für alle Beugungsreflexe gleich stark, wie Abbildung 6.12 zeigt. Niedrig indizierte Reflexe, wie sie in der Fouriertransformierten in Abbildung 6.11 kenntlich gemacht sind, wurden einzeln ausgeschnitten und die entsprechenden Amplituden rekonstruiert. Dies ist in Abbildung 6.12 (a) für das vignettierte Hologramm aus Abbildung 6.11 geschehen und in Abbildung 6.12 (b) für das nicht vignettierte Hologramm. Die Vignettierung ist deutlich in den rekonstruierten Amplituden der (002)- und ( $\bar{1}11$ )-Reflexe als fehlende Amplitudeninformationen zu sehen.

In einem Bereich von rund 3 nm wurde der Elektronenstrahl abgeblockt. Für doppelt so weit vom Zentrum entfernte Reflexe ist entsprechend ein doppelt so großer Bereich blockiert, auch wenn dies hier wegen den entsprechenden schwachen Reflex-Intensitäten nicht direkt gezeigt werden kann. Dennoch lässt sich die benötigte Vergrößerung des Biprismaschattens anhand des abgeschatteten Bereichs in den rekonstruierten Reflexen abschätzen. Die maximale Auflösung im Hologramm ist um rund einen Faktor 2,5 höher als bei den gewählten Reflexen, die Vergrößerung zwischen Objektebene und zweiter Bildebene beträgt rund 200 und die Verkleinerung von zweiter Bildebene zurück in die Ebene des zweiten Biprismas beträgt einen Faktor von rund 0,8. Es ergibt sich damit der Bedarf eines etwa um den Faktor  $(2,5 \cdot 200 \cdot 0,8 =)$  400 größeren Schattens pro Nanometer, also bei den erwähnten 3 nm in der Ebene des zweiten Biprismas ein Schatten von 1200 nm Breite.

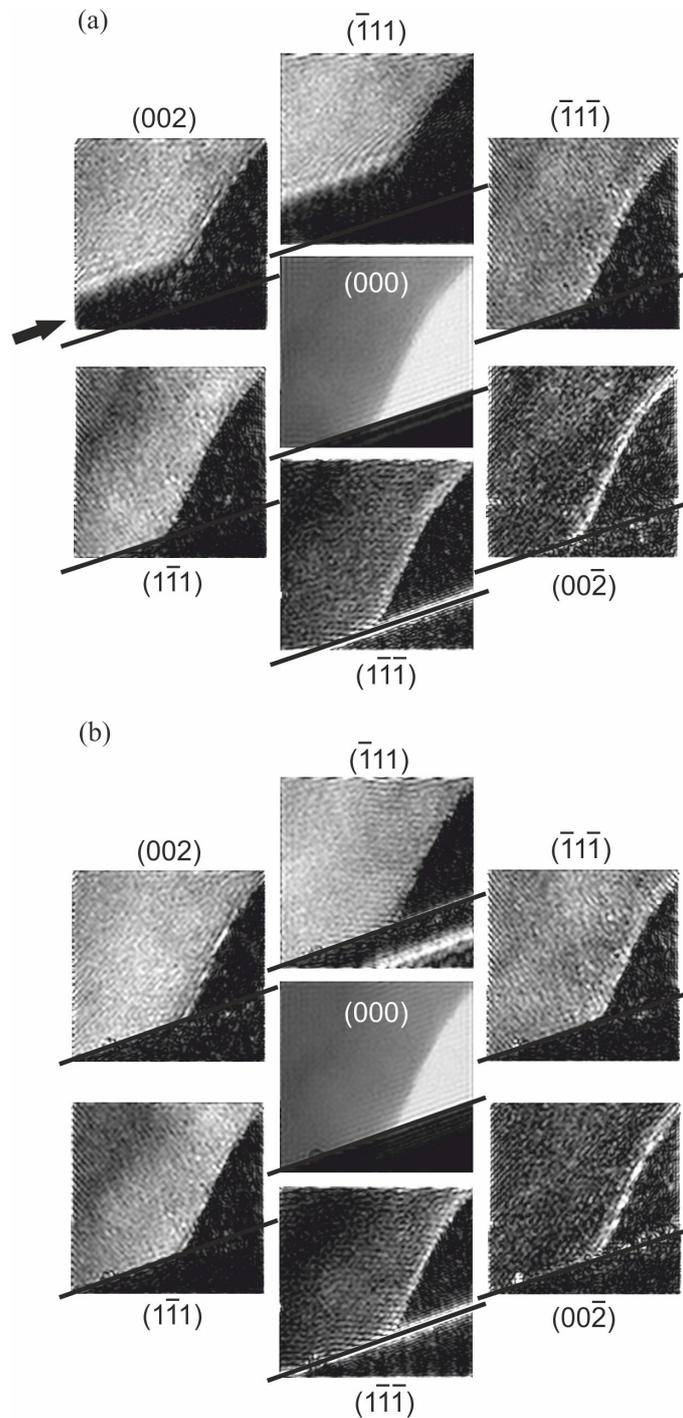
Dies ist in Abbildung 6.12 (b) gegeben; mit einer Biprismaspannung  $U_{f1} = 150$  V ergibt sich ein berechneter Biprismaschatten von ca. 1700 nm. Jegliche verbleibenden Intensitätsabweichung, zum Beispiel auch gegenüberliegender Reflexe, sind durch

leichte Verkippung aus der Zonenachse heraus bedingt.

Die Vermeidbarkeit bzw. Reduktion von Fresnel-Beugungssäumen und Vignettierung sowie die Richtigkeit der Formel für Schattenberechnung sind damit belegt.



**Abb. 6.11:** (a) Elektronenhologramm eines dünnen Goldkristalls in  $[110]$ -Orientierung mit als Kontrastverlust deutlich sichtbarer Vignettierung sowie einigen Fresnel-Beugungssäumen bei  $U_{f1} = 0$  V und  $U_{f2} = 250$  V. Rechts ein Ausschnitt der zugehörigen Fourier-transformierten. (b) Durch die Verwendung der Biprismaspannungen  $U_{f1} = 150$  V und  $U_{f2} = 190$  V ist der Biprismaschatten vergrößert, was zu einer deutlichen Reduzierung der biprismainduzierten Artefakte führt.



**Abb. 6.12:** Rekonstruierte Amplituden der in Abbildung 6.11 vorgestellten Hologramme und Reflexe. (a) Die dem Biprisma zugewandten Reflexe zeigen deutliche Einschränkungen im vignettierten Hologramm (markiert mit einem schwarzen Pfeil). (b) Das unvignettierte Hologramm weist diese Informationsverluste nicht auf. Die schwarzen Linien markieren das Ende des Hologramms.

## 6.7 Optimales Setup für atomar aufgelöste Holographie

Da verschiedene Kombinationen der Biprismaspannungen  $U_{f1}$  und  $U_{f2}$  zu dem selben Streifenabstand führen, ist es möglich die Dämpfung des Hologrammstreifenkontrastes zu minimieren, sofern die Hologrammbreite in gewissen Grenzen beliebig gewählt werden kann. Dafür ist das Maximum des Produktes der Dämpfungsfaktoren  $\mu_{sc2}$  sowie  $\mu_{inst1}$  und  $\mu_{inst2}$  zu bestimmen, was Gegenstand dieses Abschnittes ist.

### 6.7.1 Streifenkontrastdämpfung bei zwei Biprismen

Die Dämpfung des Hologrammstreifenkontrasts bei der Verwendung von zwei Biprismen ergibt sich analog zur konventionellen Holographie mit nur einem Biprisma.

Die ortsfrequenzabhängige Dämpfung durch die Kamera  $\mu_{MTF}$  bleibt selbstverständlich unverändert und auch die Dämpfung  $\mu_{sc2}$  durch die partielle räumliche Kohärenz ergibt sich genau wie zuvor aus der Überlappungsbreite  $w_{02}$  der beiden Strahlhälften. Dabei wird erneut eine exponentiell abfallende Verteilung der Beleuchtungsintensität angenommen, was zu der bereits vorgestellten lorentzförmigen Kontrastdämpfung führt:

$$\mu_{sc} = \frac{1}{1 + 4\left(\frac{\pi\theta_c w_{02}}{\lambda}\right)^2}. \quad (6.11)$$

Der Kohärenzwinkel  $\theta_c$  entspricht dabei dem gleichen Kohärenzwinkel wie im Fall des biprismaoptimierten Setups, da sich das Setup mit zwei Biprismen von diesem nur durch das Einfügen des zusätzlichen Biprismas unterscheidet.

Bei der Biprismavibration ist allerdings zu berücksichtigen, dass es nun zwei vibrierende Körper gibt, die je nach anliegender Spannung einen unterschiedlichen Einfluss auf die Kontrastdämpfung nehmen.

Es sei  $\delta_{01}$  eine Bewegung des ersten Biprismas und  $\delta_{02}$  eine des zweiten Biprismas. Außerdem wird angenommen, dass die Instabilitäten unabhängig voneinander sind. Es ergibt sich dann, in Bezug zur Objektebene, eine Verschiebung der Hologrammstreifen

$$\Delta_1 = \frac{\delta_{01}}{M_{ol}} \quad (6.12)$$

für das erste Biprisma und

$$\Delta_2 = \frac{(a_2 + b_2)}{M_{ol}M_{xl}a_2} \cdot \delta_{02} \quad (6.13)$$

für das zweite Biprisma.

Wie zuvor bei der Betrachtung für ein Biprisma (Kap. 3) soll der Hologrammstreifenversatz in Bezug zur Biprismaspannung, hier also in Bezug zu  $U_{f1}$  and  $U_{f2}$ , angegeben werden. Wegen der großen Ähnlichkeit der beiden Biprismen lässt sich dabei annehmen, dass die Biprismakonstanten gleich sind und sich durch  $\gamma_0$  beschreiben lassen. Es folgt für den Hologrammstreifenversatz

$$\Delta_1 = \frac{2s_2\gamma_0}{\lambda} U_{f1}\delta_{01} \quad (6.14)$$

und

$$\Delta_2 = \frac{2s_2\gamma_0}{\lambda} U_{f2}\delta_{02}. \quad (6.15)$$

Werden diese Versätze der Hologrammstreifen in die allgemeine Gleichung 3.23 für die Kontrastdämpfung der Hologrammstreifen eingesetzt und die Verschiebungen der Biprismen nun durch die Standardabweichungen  $\delta_1$  und  $\delta_2$  der Biprismapositionen charakterisiert, ergeben sich

$$\mu_{inst1} = \exp\left(-2\left(\frac{\pi\gamma_0 U_{f1}\delta_1}{\lambda}\right)^2\right) \quad (6.16)$$

und

$$\mu_{inst2} = \exp\left(-2\left(\frac{\pi\gamma_0 U_{f2}\delta_2}{\lambda}\right)^2\right). \quad (6.17)$$

Wegen der angenommenen Unabhängigkeit der beiden Biprismavibrationen folgt für die Gesamtdämpfung  $\mu_{inst}$  nun schlicht durch Multiplikation:

$$\mu_{inst} = \mu_{inst1} \cdot \mu_{inst2}. \quad (6.18)$$

Die frei wählbaren Parameter für die Dämpfung durch Biprismavibration sind demnach in erster Linie die Biprismaspannungen  $U_{f1}$  und  $U_{f2}$ . Für einen gegebenen Streifenabstand, der sich durch verschiedene Kombinationen aus  $U_{f1}$  und  $U_{f2}$  realisieren lässt, kann also prinzipiell ein optimales Verhältnis gefunden werden. Wie sich dabei die Dämpfung durch partielle räumliche Kohärenz und die Instabilitäten  $\delta_1$  und  $\delta_2$  einbeziehen lassen ist Gegenstand der folgenden Abschnitte.

### 6.7.2 Biprismaausrichtung

Bei Elektronenholographie mit einem Biprisma ist es üblich, das Biprisma senkrecht zur Halterachse auszurichten, da es sich in dieser Position vornehmlich entlang von sich selbst bewegt, was keinen sichtbaren Effekt hat, oder auf und ab, was zu einer vernachlässigbaren Dämpfung des Interferenzstreifenkontrasts führt (Vgl. 3.3.4). Entlang der Halterachse lässt der Halter als starr annehmen, sodass hier keine zusätzliche Instabilität induziert werden kann. Bei zwei Biprismen kann durch die Rotation der elektromagnetischen Extralinsen meist nur eines der Biprismen auf seine stabilere Position senkrecht zur Halterachse platziert werden. Wenn im genutzten Mikroskop eines der Biprismen auf seiner stabileren Position senkrecht zur Halterachse platziert ist und das hinsichtlich der Biprisma-Position optimierte Setup mit den entsprechenden Linsenanregungen verwendet wird, muss das andere Biprisma bei dem in dieser Arbeit verwendeten Instrument um rund  $30^\circ$  aus seiner stabilen Position heraus bewegt werden, damit die Biprismen in der Ebene des zweiten Biprismas parallel zueinander sind. Hierauf basierend ist eine größere Instabilität und damit auch eine größere Streifenkontrastdämpfung für das um  $30^\circ$  aus der Position senkrecht zur Halterachse herausrotierte Biprisma zu erwarten. Die Frage, welches Biprisma das stabilere sein sollte, lässt sich mit dem im vorigen Abschnitt hergeleiteten Formelsatz zur Kontrastdämpfung beantworten (Gleichungen 6.16 und 6.17). Das erste Biprisma bzw. die angelegte Spannung  $U_{f1}$  bewirkt eine Dämpfung durch  $\mu_{inst1}$  und die Spannung des zweiten Biprismas  $U_{f2}$  dagegen eine Dämpfung durch sowohl  $\mu_{inst2}$  als auch  $\mu_{sc2}$ . Um möglichst große Hologrammbreiten zu ermöglichen folgt daraus, dass das zweite Biprisma auf der stabilen Position senkrecht zur Halterachse platziert werden sollte, um die Gesamtdämpfung durch  $U_{f2}$  zu minimieren. Anschließend kann die optimale Kombination aus allen Kontrastdämpfungen für den gewünschten Streifenabstand bestimmt werden.

### 6.7.3 Bestimmung der partiellen räumlichen Kohärenz

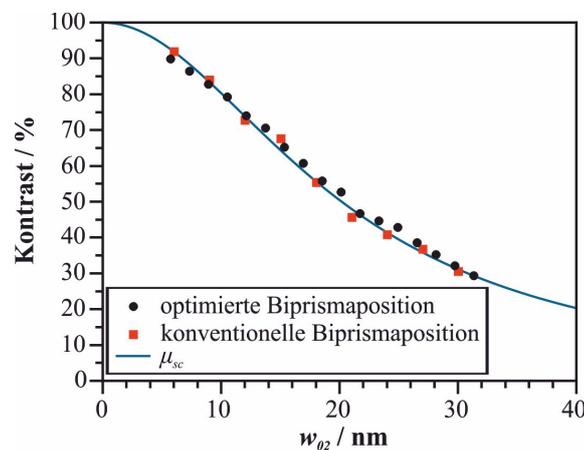
Um die Dämpfung durch die partielle räumliche Kohärenz zu bestimmen, genügt eine Hologrammserie mit zunehmender Biprismaspannung, wenn das zweite Biprisma senkrecht zur Halterachse positioniert ist, also so stabil wie möglich. Es ist dann näherungsweise  $\mu_{inst2} \approx 1$ , wenn keine große Biprismaspannung  $U_{f2}$  verwendet wird. Wenn der Kontrast der Hologramme um die Modulationstransferfunktion der Kamera korrigiert ist, lässt sich die Dämpfungsfunktion  $\mu_{sc2}$  für die partielle

räumliche Kohärenz direkt anfitten. Erst wenn sich die Datenpunkte nicht mehr mit  $\mu_{sc2}$  beschreiben lassen, muss  $\mu_{inst2} < 1$  in Betracht gezogen werden. Dies ist im vorliegenden Fall nicht erforderlich.

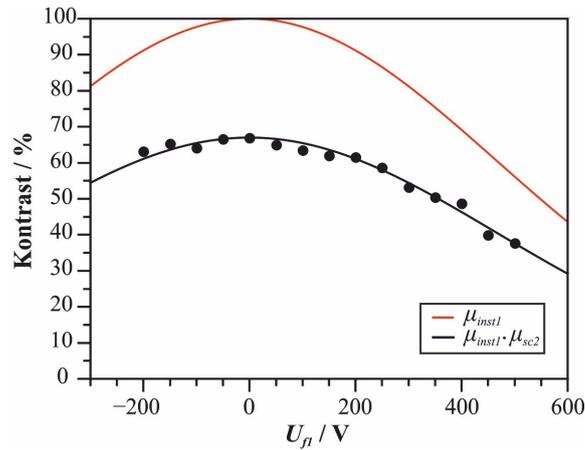
Da das zweite Biprisma das optimierte Biprisma ist, ist die gesuchte Funktion  $\mu_{sc2}$  die entsprechende Kurve in Abbildung 5.3 und damit bereits bestimmt. Sie ist hier der Übersichtlichkeit halber in Abbildung 6.13 erneut aufgeführt.

#### 6.7.4 Bestimmung der Biprismavibration

Weil das erste Biprisma im genutzten Hochauflösungsmodus einen Versatz von  $30^\circ$  zu seiner stabilen Position hat, dämpft es den Hologrammstreifenkontrast spürbar, wenn eine Spannung  $U_{f1}$  angelegt wird. Um die Dämpfungsfunktion  $\mu_{inst1}$  zu bestimmen, wird die Biprismavibration abgeschätzt. Dies ist durch eine Hologrammserie mit variierender Spannung  $U_{f1}$  des ersten Biprismas und konstanter Spannung am zweiten Biprisma möglich (hier:  $U_{f2} = 200$  V). Die resultierenden Hologrammstreifenkontraste sind um die Dämpfung  $\mu_{MTF}$  durch die Modulationstransferfunktion der Kamera korrigiert und in Abbildung 6.14 in Abhängigkeit zu  $U_{f1}$  dargestellt. Mit dem Dämpfungswert von  $\mu_{sc2}$  für  $U_{f2} = 200$  V, der hier rund 0,67 beträgt, lässt sich  $\mu_{inst1}$  mit Gleichung 6.16 direkt anfitten. Demnach beträgt die Biprismainstabilität, beschrieben durch die Standardabweichung der Biprismaposition,  $\delta_1 \approx 0,94$  nm, bezogen auf die Ebene des ersten Biprismas. Zurückgerechnet



**Abb. 6.13:** Streifenkontrast in Abhängigkeit der Überlappungsbreite  $w_{02}$ . Die Messpunkte sind um die Dämpfung durch die MTF der Kamera korrigiert. Die blaue Linie stellt die Dämpfung durch partielle räumliche Kohärenz für einen effektiven Kohärenzwinkel der Elektronenquelle von  $\theta_c = 1,5 \cdot 10^{-5}$  rad dar.



**Abb. 6.14:** Die Dämpfungsfunktion  $\mu_{inst1}$  einzeln sowie in Kombination mit der Dämpfungsfunktion  $\mu_{sc2}$  angefügt an experimentelle Messwerte.

auf die Objektebene ergibt sich eine Standardabweichung der Biprismaposition von  $\delta_1(\text{Objektebene}) \approx 16$  pm.

Unter der Annahme, dass das Ausmaß der Instabilitäten sich nicht mit der Biprismaspannung ändert und dass die Instabilitäten immer in der gleichen Größenordnung vorliegen, lässt sich nun das optimale Verhältnis zwischen den Biprismaspannungen berechnen.

### 6.7.5 Optimales Spannungsverhältnis

Das optimale Spannungsverhältnis ist beispielhaft für einen Streifenabstand von 30 pm berechnet worden. Sind die möglichen Spannungsverhältnisse bekannt, lässt sich durch Multiplikation aller Dämpfungsfaktoren das Maximum des Produktes mit der geringsten Gesamtdämpfung bestimmen (Abb. 6.15). Für 30 pm liegt es demnach bei einer Biprismaspannungskombination von etwa  $U_{f1} = 320$  V und  $U_{f2} = 250$  V. Im Gegensatz zum Standardverhältnis, welches bei konventioneller Elektronenholographie vorliegen würde, von  $U_{f1} = 0$  V und  $U_{f2} = 370$  V, stellt es eine Verbesserung des Hologrammstreifenkontrastes um einen Faktor von rund 1,25 dar.

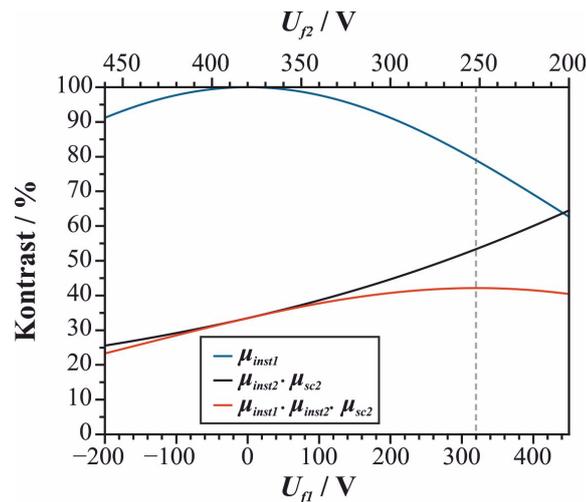


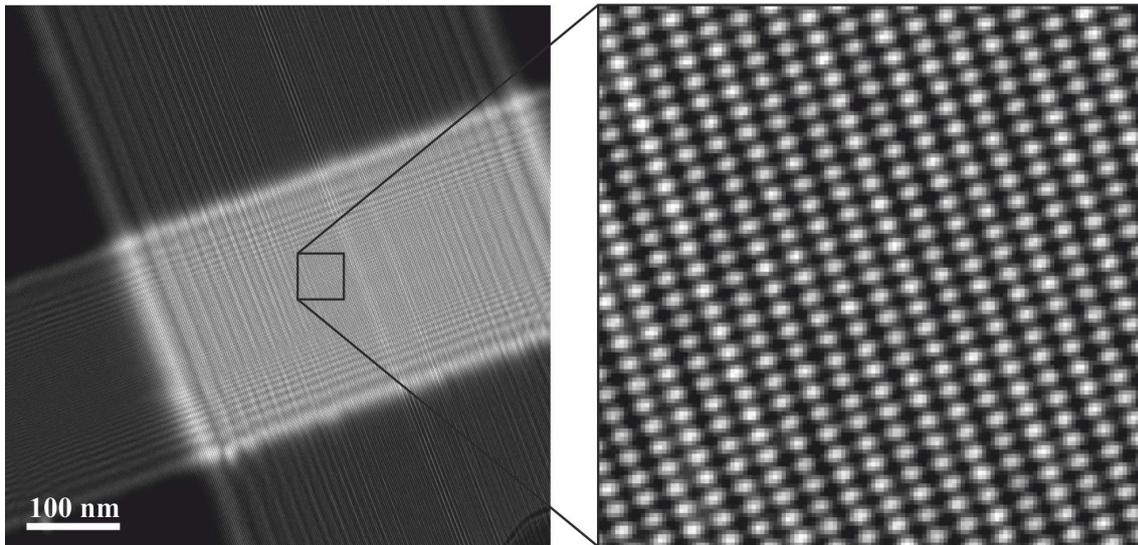
Abb. 6.15: Die einzelnen Dämpfungsfunktionen und ihre Kombination für einen Streifenabstand von 30 pm.

## 6.8 Gekreuzte Biprismen

Die Verfügbarkeit von zwei Biprismen in einem Transmissionselektronenmikroskop bietet mehr Möglichkeiten als die beschriebene Methode der Elektronenholographie mit verminderten Artefakten. Werden die Biprismen derartig gedreht, dass sie sich in der Ebene des zweiten Biprismas senkrecht zueinander befinden, und an beiden Biprismen eine Spannung angelegt, lässt sich anstatt von Interferenzstreifen ein Interferenzpunktemuster erzeugen (Abb. 6.16) [121]. Voraussetzung dafür ist, dass die Linsenanstörungen der Adapterlinse und der Extralinse entsprechend angepasst werden, damit beide Biprismen außerhalb von ausgezeichneten Ebenen liegen. Auf diese Weise lassen sich zum einen Vortex-Strahlen und zum anderen Multiinterferenzhologramme zu erzeugen. Letztere werden in diesem Abschnitt vorgestellt. Hinsichtlich der Möglichkeiten von Vortex-Strahlen sei auf [122–126] verwiesen.

### 6.8.1 Multiinterferenzhologramme

Erste Versuche für Multiinterferenzhologramme haben gezeigt, dass Äquipotentiallinien des elektrostatischen Feldes eines geladenen Körpers direkt sichtbar gemacht werden können, ohne dass eine Rekonstruktion notwendig wäre [127, 128]. Hierfür wurden zwei Biprismen in leichtem Abstand parallel zueinander ausgerichtet, sodass drei Elektronenwellen zur Interferenz gebracht werden konnten. Dieses Prinzip wurde später auf die Interferenz von vier Elektronenwellen übertragen, die man z. B.



**Abb. 6.16:** Interferenzmuster mit gekreuzten Biprismen.

erhält, wenn zwei Biprismen annähernd senkrecht zueinander ausgerichtet sind [121]. Der Versuch einer Rekonstruktion der Bildwelle wurde hier nicht unternommen.

Die grundlegende Idee, mehrere Interferenzen in einer Aufnahme festzuhalten, wird jedoch beispielsweise auch in der Röntgenholographie angewendet, wo zur Steigerung des Signal-Rausch-Verhältnisses die Objektwelle mit mehreren Referenzwellen interferiert wird, die sich zu einem Multiinterferenzhologramm aufaddieren [129, 130]. In der Rekonstruktion ergeben sich entsprechend mehrere Bildwellen, die anschließend miteinander gemittelt werden, um das Signal-Rausch-Verhältnis zu verbessern. Ob sich dieses Prinzip auf ein Elektronenhologramm anwenden lässt, soll im Folgenden überprüft werden.

### Entstehung der Multiinterferenz

Die mathematische Beschreibung der Hologrammintensität in der Elektronenholographie ergibt sich analog zu der Beschreibung für ein einfaches Biprisma, wobei diese zweimal hintereinander durchgeführt wird [121, 126]. Es ergibt sich für die Summe aus Bild- und Referenzwelle bei Nutzung eines einzelnen Biprismas die Superposition

$$\Psi_{holo1}(\vec{r}) = \Psi'_{bild}(\vec{r}) + \Psi'_0(\vec{r}) = \exp[i\varphi_b(\vec{r}) + i\varphi_1(\vec{r})] + \exp[-i\varphi_1(\vec{r})] \quad (6.19)$$

mit  $\varphi_1(\vec{r}) = \pi \vec{q}_1 \vec{r}$  (Vgl. Abschn. 3.1.2).

Die Superposition aus Bild- und Referenzwellen  $\Psi_{holo2}(\vec{r})$  bei gekreuzten Biprismen ergibt sich durch Einführung eines weiteren Phasenkeils  $\varphi_2(\vec{r}) = \pi \vec{q}_2 \vec{r}$  und erneute Überlagerung der neuen Teilwellen. Diese Superposition besteht aus den vier Sektoren, die sich durch die gekreuzten Biprismen ergeben und von denen einer das Objekt beinhaltet. Es ist daher

$$\begin{aligned} \Psi_{holo2}(\vec{r}) = & A_b \cdot \exp[i\varphi_b(\vec{r}) + i\varphi_1(\vec{r}) + i\varphi_2(\vec{r})] \\ & + A_0 \cdot \exp[-i\varphi_1(\vec{r}) + i\varphi_2(\vec{r})] \\ & + A_0 \cdot \exp[+i\varphi_1(\vec{r}) - i\varphi_2(\vec{r})] \\ & + A_0 \cdot \exp[-i\varphi_1(\vec{r}) - i\varphi_2(\vec{r})]. \end{aligned} \quad (6.20)$$

Die Intensität ergibt sich mit  $I(\vec{r}) = \Psi_{holo2}(\vec{r}) \cdot \Psi_{holo2}(\vec{r})^*$  zu [121, 126]:

$$\begin{aligned} I(\vec{r}) = & A_b^2(\vec{r}) + 3A_0^2(\vec{r}) && \text{Terme ohne } \vec{q}_1, \vec{q}_2 \\ & + 2\mu_1 A_b(\vec{r}) A_0(\vec{r}) \cos(\varphi_b(\vec{r}) + 2\varphi_1(\vec{r}) + \varphi_{v1}(\vec{r})) && 1. \text{ Term mit } \vec{q}_1 \\ & + 2\mu_1 A_0^2(\vec{r}) \cos(2\varphi_1(\vec{r}) + \varphi_{v2}(\vec{r})) && 2. \text{ Term mit } \vec{q}_1 \\ & + 2\mu_2 A_b(\vec{r}) A_0(\vec{r}) \cos(\varphi_b(\vec{r}) + 2\varphi_2(\vec{r}) + \varphi_{v3}(\vec{r})) && 1. \text{ Term mit } \vec{q}_2 \\ & + 2\mu_2 A_0^2(\vec{r}) \cos(2\varphi_2(\vec{r}) + \varphi_{v4}(\vec{r})) && 2. \text{ Term mit } \vec{q}_2 \\ & + 2\mu_3 A_b(\vec{r}) A_0(\vec{r}) \cos(\varphi_b(\vec{r}) + 2\varphi_1(\vec{r}) + 2\varphi_2(\vec{r}) + \varphi_{v5}(\vec{r})) && \text{Term mit } \vec{q}_1 + \vec{q}_2 \\ & + 2\mu_4 A_0^2(\vec{r}) \cos(2\varphi_1(\vec{r}) - 2\varphi_2(\vec{r}) + \varphi_{v6}(\vec{r})). && \text{Term mit } \vec{q}_1 - \vec{q}_2 \end{aligned} \quad (6.21)$$

Bei der Aufnahme wirken die üblichen dämpfenden Effekte auf den Kontrast des Interferenzmusters. Durch die verschiedenen Bedingungen in unterschiedlichen Richtungen, wie etwa Abstände der Interferenzen, Biprismaspannungen usw., ergeben sich vier verschiedene Dämpfungsfaktoren  $\mu_1, \mu_2, \mu_3$  und  $\mu_4$ . Wie bei der normalen Elektronenholographie kann es außerdem zu einer Phasenmodulation durch Verzeichnungen kommen. Diese sind im Extremfall in allen Komponenten unterschiedlich und hier durch  $\varphi_{v1}(\vec{r}), \varphi_{v2}(\vec{r}), \varphi_{v3}(\vec{r}), \varphi_{v4}(\vec{r}), \varphi_{v5}(\vec{r})$  und  $\varphi_{v6}(\vec{r})$  gekennzeichnet.

Bereits an diesem Punkt ist in Gleichung (6.21) ersichtlich, dass es beispielsweise im speziellen Fall von  $\varphi_{v1}(\vec{r}) \approx \varphi_{v2}(\vec{r}), A_b(\vec{r}) \approx A_0(\vec{r})$  und  $\varphi_b(\vec{r}) = \pi$  zu einer Auslöschung der beiden Terme kommt, die  $\vec{q}_1$  enthalten. Ähnliches gilt für die Terme mit  $\vec{q}_2$ , die Mischterme mit  $\vec{q}_1$  und  $\vec{q}_2$  sind dagegen unbetroffen. Wie sich im Folgenden zeigen wird, erschwert diese Auslöschung im Zusammenspiel mit Verzeichnungen

der Phase eine Interpretation teilweise beträchtlich.

Gemäß Gleichung (6.21) wurde die Intensitätsverteilung eines Multiinterferenzhologramms von einem kugelförmigen Phasenobjekt berechnet (Abb. 6.20). Der Anteil der Terme, in denen  $\vec{q}_1$  und  $\vec{q}_2$  einzeln auftreten, ist in Abbildung 6.17 auf der linken Seite zu sehen. Es wurde für die Berechnung  $|\vec{q}_2| = 1, 5|\vec{q}_1|$  und  $\vec{q}_2 \perp \vec{q}_1$  verwendet, da sich dies mit den später gezeigten experimentellen Daten deckt. Die Biprismen sind in der Simulation entsprechend parallel zu den Kanten der Abbildung ausgerichtet. Ebenfalls in die Abbildung aufgenommen ist ein Ausschnitt eines kugelförmigen Phasenobjekts, das an seinem dicksten Punkt, also ganz unten links in der Abbildung, einen maximalen Phasenschub von  $\varphi_b = 10$  rad besitzt. Sobald ein Phasenschub von  $\varphi_b = \pi(2n+1)$  (mit  $n = 0, 1, 2, \dots$ ) erreicht ist, kommt es zur beschriebenen vollständigen Auslöschung der senkrechten bzw. waagerechten Intensitätskomponenten.

Die Intensitätskomponenten, in denen  $\vec{q}_1$  und  $\vec{q}_2$  gemeinsam auftauchen, entsprechen einer Überlagerung von  $\vec{q}_1$  und  $\vec{q}_2$ , was zu einer Richtungsänderung der Kosinusfunktionen führt. Die Berechnung für das gleiche kugelförmige Phasenobjekt wird in Abbildung 6.17 in der Mitte gezeigt. Hier kommt es zu keiner Auslöschung, sodass dieser Wellenanteil für eine vollständige Rekonstruktion prinzipiell geeignet ist, obwohl ein Phasenschub von  $\varphi_b = \pi$  überschritten wurde. Allerdings steht hierfür in der Fouriertransformierten nur ein Seitenband zur Verfügung. Die Addition der Teilkomponenten ergibt schließlich die endgültige Simulation auf der rechten Seite in Abbildung 6.17.



**Abb. 6.17:** Simulation eines Elektronenhologramms mit gekreuzten Biprismen. Die waage- und senkrechten Komponenten (in Bezug zu den Biprismen) addieren sich mit denen der diagonalen.

## 6.8.2 Rekonstruktion

Für die Rekonstruktion eines Multiinterferenzhologramms wird zunächst wie gehabt die Fouriertransformation ausgeführt. Man erhält:

$$\begin{aligned}
 FT[I(\vec{r})] = & FT[A_b^2(\vec{r}) + 3A_0^2(\vec{r})] && ZB \\
 & + FT[2\mu_1 A_b(\vec{r})A_0(\vec{r}) \cdot \exp(+i\varphi_b(\vec{r}) + i\varphi_{v1}(\vec{r}))] && 1. SB \\
 & + 2\mu_1 A_0^2(\vec{r}) \cdot \exp(+i\varphi_{v2}(\vec{r})) * \delta(\vec{q} - \vec{q}_1) \\
 & + FT[2\mu_2 A_b(\vec{r})A_0(\vec{r}) \cdot \exp(+i\varphi_b(\vec{r}) + i\varphi_{v3}(\vec{r}))] && 2. SB \\
 & + 2\mu_2 A_0^2(\vec{r}) \exp(+i\varphi_{v4}(\vec{r})) * \delta(\vec{q} - \vec{q}_2) \\
 & + FT[2\mu_3 A_b(\vec{r})A_0(\vec{r}) \cdot \exp(+i\varphi_b(\vec{r}) + i\varphi_{v5}(\vec{r}))] * \delta(\vec{q} - \vec{q}_1 - \vec{q}_2) && 3. SB \\
 & + FT[2\mu_4 A_0^2(\vec{r}) \cdot \exp(+i\varphi_{v6}(\vec{r}))] * \delta(\vec{q} - \vec{q}_1 + \vec{q}_2). && 4. SB \\
 & + FT[2\mu_1 A_b(\vec{r})A_0(\vec{r}) \cdot \exp(-i\varphi_b(\vec{r}) - i\varphi_{v1}(\vec{r}))] && 1. SB^* \\
 & + 2\mu_1 A_0^2(\vec{r}) \cdot \exp(-i\varphi_{v2}(\vec{r})) * \delta(\vec{q} + \vec{q}_1) \\
 & + FT[2\mu_2 A_b(\vec{r})A_0(\vec{r}) \cdot \exp(-i\varphi_b(\vec{r}) - i\varphi_{v3}(\vec{r}))] && 2. SB^* \\
 & + 2\mu_2 A_0^2(\vec{r}) \exp(-i\varphi_{v4}(\vec{r})) * \delta(\vec{q} + \vec{q}_2) \\
 & + FT[2\mu_3 A_b(\vec{r})A_0(\vec{r}) \cdot \exp(-i\varphi_b(\vec{r}) - i\varphi_{v5}(\vec{r}))] * \delta(\vec{q} + \vec{q}_1 + \vec{q}_2) && 3. SB^* \\
 & + FT[2\mu_4 A_0^2(\vec{r}) \cdot \exp(-i\varphi_{v6}(\vec{r}))] * \delta(\vec{q} + \vec{q}_1 - \vec{q}_2). && 4. SB^* \\
 & && (6.22)
 \end{aligned}$$

Es ergeben sich das Zentralband  $ZB$  sowie acht Seitenbänder. Die Seitenbänder sind das 1.  $SB$ , das 2.  $SB$ , das 3.  $SB$  und das 4.  $SB$  und zusätzlich die konjugiert-komplexen Seitenbänder 1.  $SB^*$ , 2.  $SB^*$ , 3.  $SB^*$  und 4.  $SB^*$ , so wie sie in Gleichung (6.22) definiert sind.

Das weitere Vorgehen sei beispielhaft am 1.  $SB$  demonstriert. Der Reflex wird zunächst mit einer Blende ausgeschnitten, zentriert und invers fouriertransformiert. Es ergibt sich:

$$\psi_{1.SB}(\vec{r}) = 2\mu_1 A_b(\vec{r})A_0(\vec{r}) \cdot \exp(i\varphi_b(\vec{r}) + i\varphi_{v1}(\vec{r})) + 2\mu_1 A_0^2(\vec{r}) \cdot \exp(i\varphi_{v2}(\vec{r})). \quad (6.23)$$

Der erste Term mit der Bildwelle wird demnach von einer der Referenzwellen überlagert. Auch ein zugehöriges Multiinterferenzhologramm ohne Objekt besteht aus zwei Komponenten:

$$\psi_{1.SB0}(\vec{r}) = 2\mu_1 A_0^2(\vec{r}) \cdot \exp(i\varphi_{v1}(\vec{r})) + 2\mu_1 A_0^2(\vec{r}) \cdot \exp(i\varphi_{v2}(\vec{r})). \quad (6.24)$$

Die Extraktion der rekonstruierten Bildwelle ist daher bei Auftreten von starken Verzeichnung ( $\varphi_{v1}(\vec{r})$  und  $\varphi_{v2}(\vec{r})$ ) nicht möglich, weil die einzelnen Komponenten sich nicht voneinander trennen lassen.

Eindeutig wird es, wenn keine Verzeichnungen vorliegen. Man erhält die vereinfachte rekonstruierte Bildwelle:

$$\psi_{1.SB}(\vec{r}) = 2\mu_1 A_b(\vec{r}) A_0(\vec{r}) \cdot \exp(i\varphi_b(\vec{r})) + 2\mu_1 A_0^2(\vec{r}). \quad (6.25)$$

Auch das Leerhologramm vereinfacht sich entsprechend zu:

$$\psi_{1.SB0}(\vec{r}) = 4\mu_1 A_0^2(\vec{r}). \quad (6.26)$$

Durch Division folgt

$$\frac{\psi_{1.SB}(\vec{r})}{\psi_{1.SB0}(\vec{r})} = \frac{1}{2} \frac{A_b(\vec{r})}{A_0(\vec{r})} \cdot \exp(i\varphi_b(\vec{r})) + \frac{1}{2}. \quad (6.27)$$

In diesem Ausdruck ist die rekonstruierte, normierte Bildwelle enthalten, die lediglich um den Wert 1/2 berichtigt und anschließend verdoppelt werden muss. Auf diese Weise lässt sich die Phaseninformation wieder herstellen, auch wenn es zu einer teilweisen Auslöschung der Teilkomponenten im Multiinterferenzhologramm gekommen ist. Dies gilt allerdings nur, wenn keine Verzeichnungen der Phase die Aufnahme beeinträchtigen.

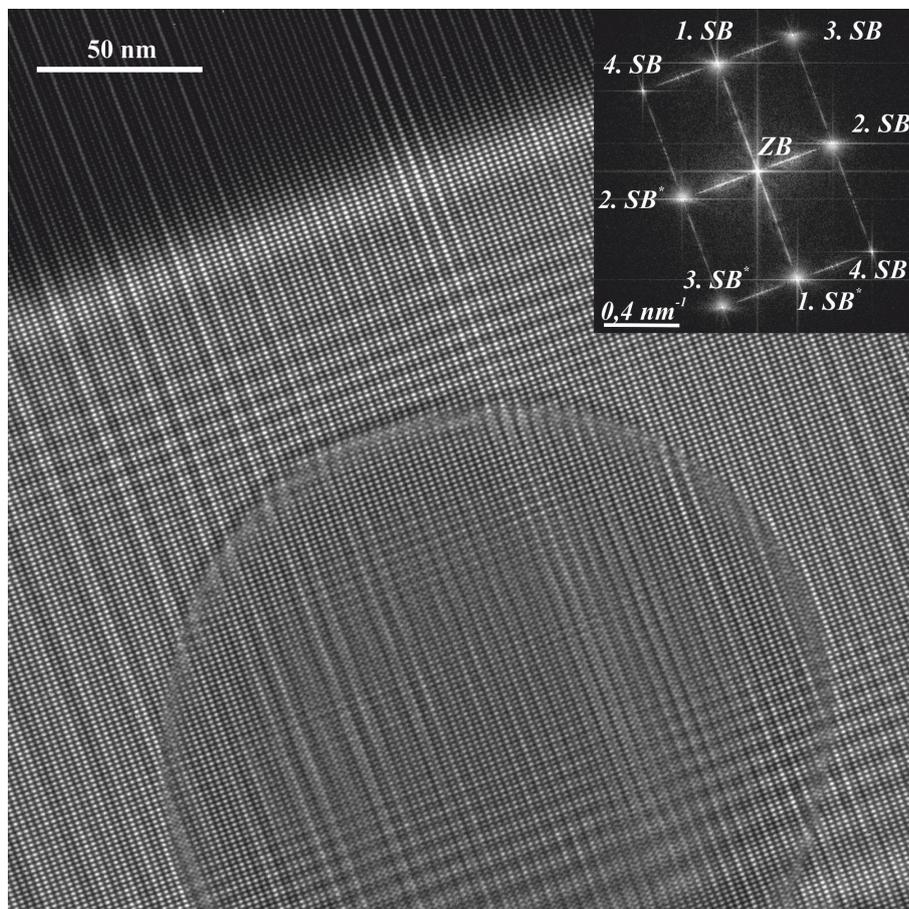
Bei der Rekonstruktion des 3. und 4. Seitenbandes ist dieses Vorgehen nicht erforderlich, hier liegen die Bild- bzw. eine Referenzwelle ungestört vor, wie Gleichung 6.21 belegt.

### 6.8.3 Demonstration an einer Latexkugel

Die angeführten Berechnungen sollen mit einem Experiment überprüft werden. Hierfür ist eine Latexkugel mit rund 220 nm Durchmesser in den Strahlengang gebracht worden (Abb. 6.18). Es wurde der Lorentz-Modus und eine runde Beleuchtung verwendet. Letztere ist erforderlich, da die Kohärenz, im Gegensatz zur konventionellen Elektronenholographie, in allen Raumrichtung hoch sein muss, um eine kontrastreiche Überlagerung für beide der senkrecht zueinander befindlichen Biprismen zu ermöglichen. Die Beleuchtung kann daher nicht auf die Größe des Beleuchtungs-

schirms bzw. der Kamera angepasst werden, sondern muss aufgeweitet werden, was die nötige partielle räumliche Kohärenz schafft. Dies wirkt sich entsprechend negativ auf die Elektronenanzahl aus. Die verwendeten Biprismaspannungen waren mit  $U_{f1} = 180$  V und  $U_{f2} = 150$  V eher gering und verursachen damit nur mäßige Kontrastdämpfung durch Vibration.

Die Größe des Interferenzmusters weist Abmessungen von rund  $300 \times 500$  nm<sup>2</sup> und damit typische Maße für Elektronenhologramme bei mittlerer Auflösung auf. Oben rechts in Abbildung 6.18 ist die Fouriertransformierte der Aufnahme zu sehen. Entsprechend der einzelnen Komponenten des Multiinterferenzhologramms stehen mehrere Seitenbänder für die Rekonstruktion zur Verfügung, wobei gemäß der Methodik der Röntgenholographie die Seitenbänder einzeln rekonstruiert und anschließend gemittelt werden müssen, um das Signal-Rausch-Verhältnis zu verbessern. Im



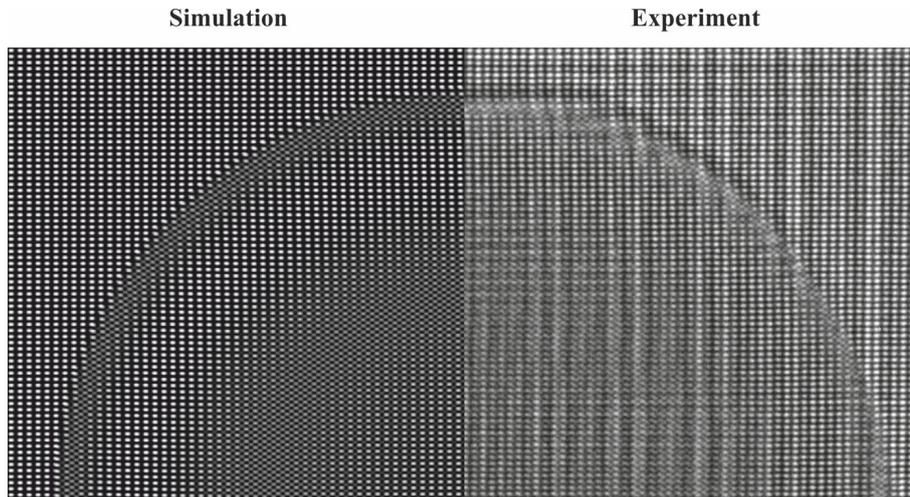
**Abb. 6.18:** Elektronenhologramm einer Latexkugel mit gekreuzten Biprismen. Oben rechts ist ein Ausschnitt der Fouriertransformierten des Hologramms zu sehen

korrespondierenden Leerhologramm wird ein Kontrast  $V = 25\%$  und eine Anzahl an  $N = 400$  Counts erreicht. Die Abstände  $p_1$  und  $p_2$  der Interferenzen, vergleichbar dem Streifenabstand  $s$  bei konventioneller Holographie, sind  $p_1 = 1,6$  nm bei einer Abtastrate von 11 Pixeln pro Periode und  $p_2 = 2,4$  nm bei einer Abtastrate von 16,5 Pixeln pro Periode.

Ein Teilausschnitt der Aufnahme aus Abbildung 6.18 ist in Abbildung 6.19 einer Simulation mit den gleichen Hologrammeigenschaften hinsichtlich der Punktabstände und der Objektgröße gegenübergestellt. Die experimentelle Aufnahme ist durch partielle räumliche Kohärenz, Fresnel-Beugungssäume und Linsenfehler beeinträchtigt, stimmt aber ansonsten gut mit der Simulation überein. Der maximale Phasenschub der Latexkugel ist somit bereits anhand der Simulation auf rund  $\varphi_b = 10$  rad bestimmt.

Es soll nun geprüft werden, ob sich die Seitenbänder einzeln rekonstruieren lassen. Dabei soll zunächst Gleichung 6.27 und die dafür gemachten Annahmen gelten. Die Seitenbänder in der Fouriertransformierten mit positivem Phasenschub in diesem Beispiel sind in Abbildung 6.18 entsprechend als 1. bis 4. *SB* markiert. Die rekonstruierten und normierten Amplituden und Phasen der einzelnen Seitenbänder sind in Abbildung 6.20 zu finden.

Bei der Rekonstruktion des 1. *SB* und 2. *SB* gemäß Gleichung (6.27) entspricht die rekonstruierte Phase näherungsweise dem erwarteten Ergebnis von einem maximalen Phasenschub um  $\varphi_b \approx 11$  rad, allerdings zeigen sich leichte Unterschiede



**Abb. 6.19:** Gegenüberstellung von einem simulierten Elektronenhologramm einer Latexkugel bei gekreuzten Biprismen und einem vergleichbaren Ausschnitt einer experimentellen Aufnahme.

zwischen dem 1. *SB* und 2. *SB*. Das Problem wird bei einem Blick auf die rekonstruierten Amplituden deutlich. Sie weisen eine Modulation auf, die trotz der Korrektur um den Wert  $1/2$ , wie es in Gleichung 6.27 beschrieben ist, auftritt. Dass die Korrektur um den reellen Wert  $1/2$  für eine fehlerfreie Rekonstruktion nicht genügt, ist ein Indiz dafür, dass die Verzeichnungen der Phase entgegen der Annahme nicht so gering bzw. so gleichförmig sind, wie es für die Herleitung von Gleichung 6.27 angenommen wurde. Dies lässt sich belegen, wenn zusätzlich zum Realteil auch der Imaginärteil der Bildwelle durch einen Offset verändert wird. Dies ist in Abbildung 6.21 zu sehen. Hier wurde der Imaginärteil der rekonstruierten Bildwellen zusätzlich zur Realteilveränderung um den Wert  $0,35i$  korrigiert. Dieser Wert lässt sich allerdings nicht direkt bestimmen, sondern wurde durch Austesten gefunden. Die Amplitudenmodulation wird dadurch merklich abgeschwächt, was ein Hinweis darauf ist, dass tatsächlich unterschiedliche Phasenverzeichnungen innerhalb der verschiedenen Komponenten des Multiinterferenzhologramms aufgetreten sind, sodass sich die Bildwelle nicht sauber davon trennen lässt.

Bei der Rekonstruktion des 3. *SB* kommt es erwartungsgemäß zu keinen Schwierigkeiten (Abb. 6.20). Amplitude und Phase können vollständig rekonstruiert werden und die Entfaltung der Phase gelingt im Hologrammbereich vollständig. Allerdings treten beim 3. *SB* – und auch beim 4. *SB* – eine stärkere Kontrastdämpfung der Interferenzen auf als bei den anderen beiden Seitenbändern. Die stärkere Kontrastdämpfung folgt beispielsweise aus der größeren Trägerfrequenz in dieser Richtung, aber auch daraus, dass weiter voneinander entfernte Bereiche zur Überlagerung gebracht werden, was eine schlechtere partielle räumliche Kohärenz nach sich zieht. Daher ist das Signal-Rausch-Verhältnis im 3. *SB* und 4. *SB* etwas geringer. Die Rekonstruktion des 4. *SB* beinhaltet erwartungsgemäß keine Objektinformationen.

Die einzeln rekonstruierten Seitenbänder (1. bis 3. *SB*) wurden trotz der beobachteten Amplitudenmodulation, die auch eine Ungenauigkeit der Phase bewirken, entsprechend der Eingangsüberlegungen miteinander gemittelt. Eine exakte Phasenbestimmung ist aufgrund der erwähnten Verzeichnungen und deren Auswirkung auf Real- und Imaginärteil der rekonstruierten Bildwelle zwar nicht möglich, aber da die Phasen einander ähneln und den erwarteten Werten nahe kommen, kommt es dennoch zu der leichten, erwarteten Glättung der Phase. Damit ist gezeigt, dass ein Multiinterferenzhologramm auch in der Elektronenholographie zu einer Verbesserung der Signal-Rausch-Verhältnisses beitragen kann, sofern es bei der Aufnahme nicht zu Verzeichnungen der Phase kommt.

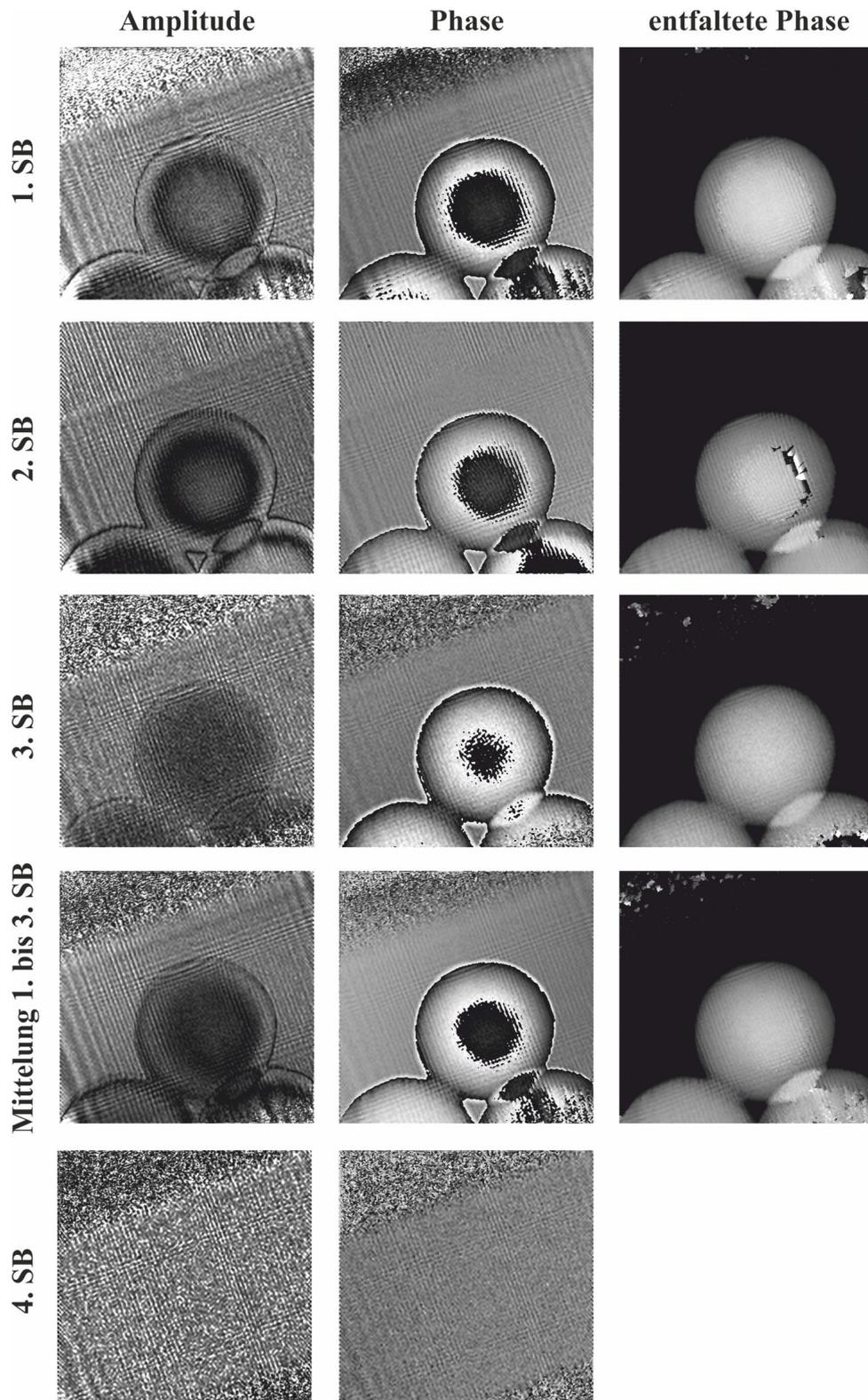
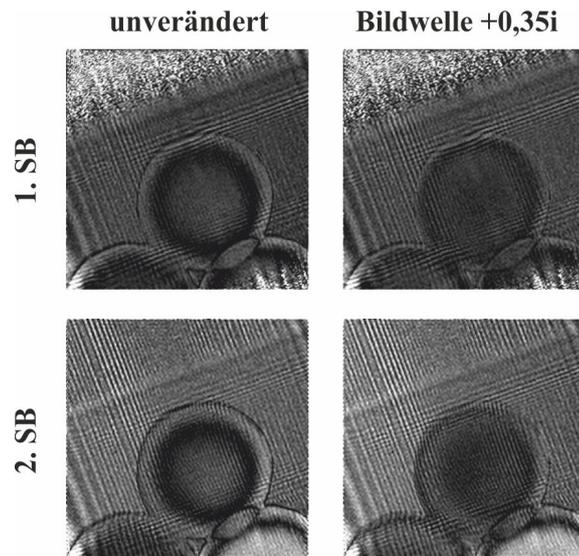


Abb. 6.20: Die rekonstruierten Amplituden und Phasen der einzelnen Seitenbänder.



**Abb. 6.21:** Links: Die bereits vorgestellten modulierten Amplituden. Rechts: Die Amplituden wie sich ergeben, wenn die Bildwelle zusätzlich um einen Offset von  $0.35i$  ergänzt wurde.

Dass es bei der Mittelung der einzeln rekonstruierten Bildwellen tatsächlich zu einer Verbesserung des Signal-Rausch-Verhältnisses kommt, zeigt ein Blick auf die rekonstruierten Phasen von Leerhologrammen. Dafür wurden zwei Multiinterferenzhologramme ohne Objekt aufgenommen und auf die beschriebene Weise gemäß Gleichung (6.27) die vier Seitenbänder rekonstruiert. Es ergaben sich die folgenden Standardabweichungen der rekonstruierten Phasen: 1. *SB*: 0,03 rad, 2. *SB*: 0,04 rad, 3. *SB*: 0,10 rad und 4. *SB*: 0,11 rad. Der Unterschied zwischen 1. und 2. *SB* auf der einen Seite und dem 3. und 4. *SB* auf der anderen Seite liegt in der erwähnten unterschiedlichen Kontrastdämpfung in den verschiedenen Seitenbändern. Für die Mittelung des 1. und 2. *SB* ergab sich beispielsweise eine Verbesserung der Standardabweichung der Phase auf 0,02 rad. Für die Mittelung des 3. und 4. *SB* ergab sich ebenfalls eine Verbesserung auf eine Standardabweichung von 0,07 rad.

#### 6.8.4 Fazit

Abschließend lässt sich festhalten, dass die Aufnahme von Multiinterferenzhologrammen und eine Rekonstruktion der Bildwelle in der Elektronenholographie prinzipiell möglich sind. Um interpretierbare Rekonstruktionen der Amplitude und der Phase zu ermöglichen, ist jedoch eine näherungsweise verzeichnungsfreie Aufnahme notwendig.

## 6.9 Weitere Optimierungsansätze

Verschiedene Änderungen am Setup mit zwei Biprismen sind denkbar, von denen hier einige angeführt werden sollen. Zum einen wäre es möglich die Vergrößerung der Extralinse zu verstärken, sodass die Schattenbreite auf Höhe des zweiten Biprismas zunimmt. Dies würde die Vermeidbarkeit von biprismainduzierten Artefakten erhöhen und gleichzeitig feinere Hologrammstreifen ermöglichen.

Außerdem ließe sich die Position der Biprismahalter zueinander derartig anpassen, dass beide Biprismen auf ihren jeweils stabileren Position senkrecht zur Halterachse genutzt werden können, was die Streifenkontrastdämpfung durch Biprismavibration weiter reduzieren würden.

Die hinter diesen beiden Optimierungsansätzen stehenden Herausforderungen sind jedoch verhältnismäßig kleiner Natur, wenn man sie mit den Einschränkungen durch die Kamera vergleicht. Die Modulationstransferfunktion und die Rauschtransferfunktion der Kamera, aber auch ihre limitierte Größe bleiben Hauptprobleme der Elektronenholographie.

Ebenfalls eine Herausforderung stellt die Probenpräparation dar. Da die zu untersuchende Probenstelle mit einer Referenzwelle überlagert werden muss, ist es erforderlich, dass sich die besagte Probenstelle dicht an der Objektkante befindet. Bei hochauflösender Elektronenholographie mit Hologrammbreiten von nur wenigen Dutzend Nanometern ist dies besonders schwierig, da es bei einigen Materialsystemen, wie z. B. bei siliziumbasierten Objekten, häufig die Probenkante ist, welche die meisten Artefakte durch die Probenpräparation aufweist. Ein vielversprechender Ansatz, diese Herausforderung zu meistern, steckt in der geteilten Beleuchtung, bei der mithilfe von einem oder mehreren Biprismen im Beleuchtungssystem der Elektronenstrahl aufgeteilt wird und dadurch auch weit entfernte Bereiche kohärent beleuchtet werden können [131, 132]. Diese Bereiche können anschließend miteinander überlagert werden und ein gewöhnliches Hologramm formen.

## 6.10 Zusammenfassung

Das Elektronenholographie-Setup mit zwei Biprismen bietet eine Vielzahl an neuen Möglichkeiten, für deren effektive Nutzung einige Dinge zu berücksichtigen sind:

- Bei der Verwendung von sehr dünnen Biprismen ( $r_f \leq 150$  nm) wird ein nicht zu vernachlässigender Elektronenanteil von den Biprismen transmittiert. Dadurch ergibt sich im Falle des 2-Biprismen-Setups kein absoluter Schatten. Weil die transmittierten Elektronen teilweise inelastisch gestreut wurden, bewirken sie jedoch größtenteils einen geringen Offset zusätzlich zur Hologrammintensität. Dieser Offset bewirkte in keinem der untersuchten Hologramme einen nachweisbar negativen Einfluss.
- Der Weg zur Berechnung der geometrischen Schattenbreite wurde vorgestellt. Bei dem Vergleich von simulierten und experimentell aufgenommenen Elektronenhologrammen zeigte sich eine gute Übereinstimmung mit den berechneten Schattenbreiten hinsichtlich der Vermeidbarkeit von Fresnel-Beugungssäumen. Auch für Vignettierung konnte anhand von experimentellen Werten ein Nachweis der Vermeidbarkeit dieses Artefakts bei entsprechender Schattenbreite erbracht werden.
- Die Biprismavibration des ersten Biprismas konnte gemessen und formelmäßig erfasst werden. Es ergab sich eine Standardabweichung der Biprismavibration von rund 16 pm in Bezug zur Objektebene. Mit diesem Wert und den gemessenen Daten für die partielle räumliche Kohärenz ließ sich die spannungsabhängige Dämpfung der beiden Biprismen beschreiben und die optimale Kombination aus den beiden Biprismaspannungen für einen gegebenen Hologrammstreifenabstand berechnen. Für einen Hologrammstreifenabstand  $s = 30$  pm ergab sich für  $U_{f1} = 320$  V und  $U_{f2} = 250$  V eine Kontrastverbesserung um etwa den Faktor 1,25 gegenüber  $U_{f1} = 0$  V und  $U_{f2} = 370$  V.
- Für den Fall senkrecht zueinander befindlicher Biprismen konnte gezeigt werden, dass sich prinzipiell Multiinterferenzhologramme aufnehmen und rekonstruieren lassen. Für die fehlerfreie Rekonstruktion der Bildwelle ist allerdings eine näherungsweise verzeichnungsfreie Aufnahme notwendig.

---

## 7 Vergleich 80 kV- und 300 kV-Holographie

---

Die Energie von Elektronen, die mit 300 kV beschleunigt wurden, ist vor allem für organische Materialien zu hoch, um diese zerstörungsfrei zu untersuchen. Nahezu alle Transmissionselektronenmikroskope bieten daher die Möglichkeit, die Beschleunigungsspannung zu reduzieren. Das FEI Titan 80-300 Berlin Holography Special TEM ermöglicht eine durchgängige Variation von 80 bis 300 kV, wobei jedoch der  $C_s$ -Korrektor für jede einzelne Beschleunigungsspannung kalibriert werden muss. Diese Kalibrierung wurde für 80 und 300 kV werkseitig durchgeführt. Die wesentlichen Unterschiede, die sich aus einer Variation der Beschleunigungsspannung hinsichtlich des Setups mit zwei Biprismen ergeben, sind Gegenstand dieses Kapitels.

### 7.1 Ausgangslage

Durch die Reduktion der Beschleunigungsspannung wird nicht nur die kinetische Energie der Elektronen verringert, auch das Verhalten verschiedener Komponenten des Transmissionselektronenmikroskops ist betroffen. So nimmt beispielsweise das Vergrößerungsvermögen durch die elektromagnetischen Linsen zu, was eine erhöhte Gesamtvergrößerung erlaubt. Aber auch der Einfluss des Biprismas ändert sich bei konstanter Biprismaspannung. Dies liegt zum einen an der Wellenlängenänderung von  $\lambda = 1,97$  pm bei  $U_A = 300$  kV auf  $\lambda = 4,18$  pm bei  $U_A = 80$  kV gemäß Gleichung (2.3). Zusammen mit der Änderung der Beschleunigungsspannung und der Wellenlänge ergibt sich eine neue Biprismakonstante  $\gamma_0$ . Gleichung (3.2) sei

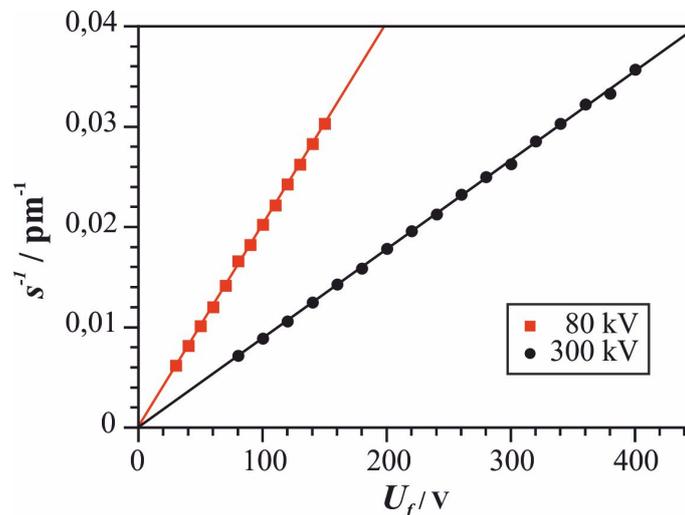
daher an dieser Stelle erneut aufgeführt:

$$\gamma_0 = \frac{\pi}{2 \ln\left(\frac{d_{BP}}{r_f}\right)} \cdot \frac{1 + \frac{eU_A}{m_0c^2}}{eU_A \cdot \left(1 + \frac{eU_A}{2m_0c^2}\right)}. \quad (7.1)$$

Die Biprismakonstante reduziert sich von  $\gamma_0 = 6,7 \cdot 10^{-7}$  auf  $\gamma_0 = 2,2 \cdot 10^{-6}$ . Die Verstärkung des Ablenkwinkels wirkt also der Vergrößerung der Wellenlänge entgegen. Da die Verstärkung des Ablenkwinkels der stärkere Prozess ist, sind bei 80 kV Beschleunigungsspannung geringere Streifenabstände mit kleineren Biprismaspannungen möglich als bei 300 kV. Dies ergibt sich aus Gleichung (3.6), die hier der Übersichtlichkeit halber ebenfalls erneut aufgeführt ist:

$$s = \frac{1}{M_{ol}} \frac{\lambda(a+b)}{2\gamma a}. \quad (7.2)$$

Für gleiche Streifenabstände wird im FEI Titan 80-300 Berlin Holography Special TEM eine um etwa den Faktor 4/9 reduzierte Biprismaspannung erforderlich (Abb. 7.1). Da eine Erniedrigung der Biprismaspannung in der Regel mit einem Gewinn an Stabilität einhergeht, ist grundsätzlich eine Verbesserung der Holographiebedingungen zu erwarten. Außerdem werden bei 80 kV in der Regel geringere Streifenabstände als bei 300 kV verwendet, da das Informationslimit um rund einen Faktor 2 kleiner ist und somit größere Hologrammstreifen genügen, die Seitenbänder vom Zentralband zu separieren.



**Abb. 7.1:** Streifenabstände bei einer Beschleunigungsspannung  $U_A = 80$  kV und  $U_A = 300$  kV.

Inwieweit die Reduzierung der Biprismaspannung bei 80 kV daher Vorteile eröffnet, so wie es die Optimierung der Biprismaposition bei 300 kV getan hat, ist Gegenstand dieses Kapitels.

## 7.2 Kontrast

Der Kontrast der Hologrammstreifen wird bei einer Beschleunigungsspannung  $U_A = 80$  kV durch die gleichen Effekte gedämpft wie auch bei  $U_A = 300$  kV, allerdings in abweichendem Ausmaß.

### 7.2.1 Modulationstransferfunktion

Durch die geringere Elektronenenergie bei einer Beschleunigungsspannung von 80 kV ist unter anderem der Wechselwirkungsbereich der Elektronen mit dem Szintillator der CCD-Kamera kleiner, analog zu der verkleinerten Streubirne bei einem Rasterelektronenmikroskop. Dies führt dazu, dass die Dämpfung durch die Modulationstransferfunktion der Kamera deutlich vermindert ist (Abb. 7.2). Beide Kurven wurden unabhängig mit der Kantenmethode bestimmt [85]. Im Bereich von  $q = 0,1 \text{ px}^{-1}$  beispielsweise ist die Modulationstransferfunktion im 80 kV-Modus gegenüber dem 300 kV-Modus um einen Faktor von 1,9 verbessert. Die veränderte Modulationstransferfunktion stellt demnach eine enorme Verbesserung dar.

### 7.2.2 Partielle räumliche Kohärenz

Die optimalen Beleuchtungseinstellungen im Transmissionselektronenmikroskop unterscheiden sich je nach Beschleunigungsspannung. Dies liegt vor allem an den veränderten Linsenvergrößerungen und hat zur Folge, dass für einen Vergleich der Beschleunigungsspannungen nicht die gleichen Einstellungen verwendet werden können. Es ist aber anzunehmen, dass die wesentlichen Parameter, wie etwa Quellgröße oder Quellstrom, erhalten bleiben und somit partielle räumliche Kohärenz und Elektronenanzahl vergleichbar sind. Allerdings fließt in Gleichung (3.37), welche die Dämpfung des Streifenkontrasts durch räumliche partielle Kohärenz beschreibt, auch die Wellenlänge ein. Die Gleichung sei hier erneut angeführt:

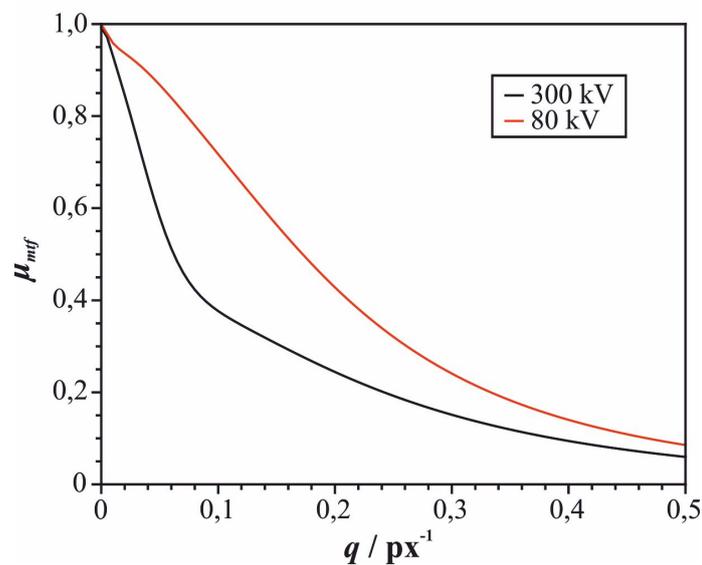
$$\mu_{sc} = \frac{1}{1 + 4\left(\frac{\pi\theta_c w_{01}}{\lambda}\right)^2}. \quad (7.3)$$

Das bedeutet, dass bei gleichem Kohärenzwinkel  $\theta_c$  bei  $U_A = 80$  kV eine Verringerung der Streifenkontrastdämpfung zu erwarten ist. Andersherum gilt, dass für die gleiche Streifenkontrastdämpfung ein größerer Kohärenzwinkel genügt, was eine größere Elektronenanzahl zur Folge hat.

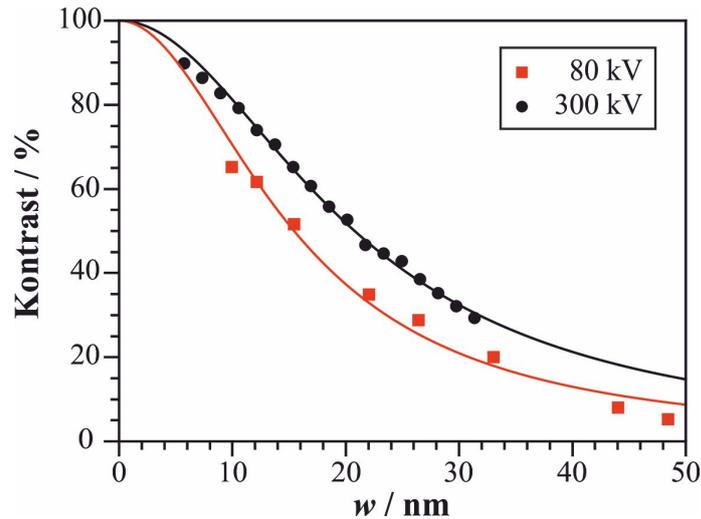
Um dies belegen zu können, wurden Hologrammserien mit dem zweiten Biprisma mit zunehmender Überlappungsbreite  $w_{01}$  aufgenommen. Diese wurden um die Modulationstransferfunktion der Kamera korrigiert und sind in Abbildung 7.3 zu sehen. Während der Konvergenzwinkel bei 300 kV rund  $1,5 \cdot 10^{-5}$  rad beträgt, ist er bei  $U_A = 80$  kV mit rund  $4,5 \cdot 10^{-5}$  rad etwa dreimal größer, wie der Fit mit Gleichung (3.37) zeigt. Dennoch liegen die Kurven nur geringfügig auseinander, was auf die besagte Wellenlängenänderung zurückzuführen ist.

### 7.2.3 Hologrammbreite und Streifenabstand

Durch die Veränderung der Biprismakonstante bei unterschiedlichen Beschleunigungsspannungen resultieren, wie bereits eingangs beschrieben, auch veränderte Hologrammbreiten und Streifenabstände. Dabei wirkt nicht nur die veränderte Biprismakonstante, sondern auch die erhöhte Vergrößerung  $M$  und eventuell kleine Veränderungen der Abstände  $a$  und  $b$  rund um das Biprisma. Durch die Veränderungen werden bei 80 kV Beschleunigungsspannung größere Hologrammbreiten be-

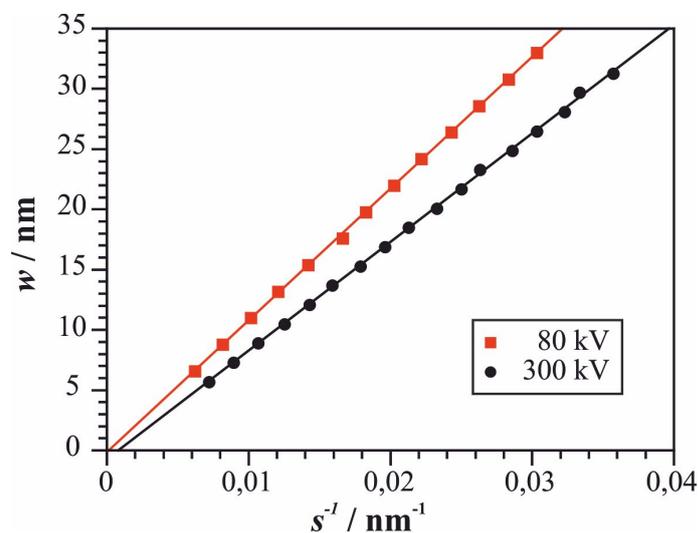


**Abb. 7.2:** Modulationstransferfunktion der Kamera für Beschleunigungsspannungen von 80 kV und 300 kV [85].



**Abb. 7.3:** Dämpfung des Hologrammstreifenkontrastes durch die partielle Kohärenz in Abhängigkeit der Hologrammbreite für Beschleunigungsspannungen von  $U_A = 80 \text{ kV}$  und  $U_A = 300 \text{ kV}$ .

reits bei kleineren Biprismaspannungen erreicht. Außerdem resultieren bei gleichen Streifenabständen größere Hologrammbreiten (Abb. 7.4). Die Vergrößerung der Hologrammbreite bei  $U_A = 80 \text{ kV}$  im Vergleich zu  $U_A = 300 \text{ kV}$  entspricht etwa 20 % bei gleichem Streifenabstand und stellt somit an sich grundsätzlich einen Vorteil dar, weil dadurch bei gleicher Abtastrate des Objektes durch die Hologrammstreifen ein größerer Objektausschnitt erfasst werden kann.



**Abb. 7.4:** Darstellung der Hologrammbreiten zu den zugehörigen Streifenabständen für Beschleunigungsspannungen von  $U_A = 80 \text{ kV}$  und  $U_A = 300 \text{ kV}$ .

## 7.2.4 Biprismavibration

Da die erforderlichen Biprismaspannungen bei  $U_A = 80$  kV geringer ausfallen, könnte man gemäß Gleichung (3.40) eine geringere Anfälligkeit für Hologrammstreifen­dämpfung durch Biprismavibration vermuten. Da sich jedoch auch die Biprismakon­stante  $\gamma_0$  und die Wellenlänge  $\lambda$  verändern, gilt diese Annahme nicht zwangsläufig.

Die Streifenkontrastdämpfung lässt sich mit Gleichung 3.40 beschreiben, die hier erneut angegeben ist:

$$\mu_{inst} = \exp\left(-2\left(\frac{\pi\gamma_0 U_f \delta_0}{\lambda}\right)^2\right). \quad (7.4)$$

Die Elektronenwellenlänge ist bei einer Beschleunigungsspannung von 80 kV rund 2,1 mal größer als bei  $U_A = 300$  kV. Gleichzeitig vergrößert sich die Biprismakon­stante  $\gamma_0$  um den Faktor 3,0. Somit vergrößern sich die Vorfaktoren von Bipris­maspannung  $U_f$  und Biprismavibration  $\delta_0$  effektiv um  $3,0/2,1 \approx 1,4$ . Außerdem führt bei einer Beschleunigungsspannung von 80 kV eine um etwa den Faktor 2,3 reduzierte Spannung zu den gleichen Streifenabständen wie bei 300 kV (Abb. 7.1). Für einen Streifenabstand  $s = 60$  pm beispielsweise genügen rund  $U_f = 85$  V an­statt  $U_f = 195$  V. Es ergibt sich eine Reduzierung des Exponenten in der Dämp­fungsfunktion  $\mu_{inst}$  um einen Faktor  $(1,4/2,3)^2 \approx 0,4$ .

Wenn die Biprismavibration  $\delta_0$  als ungefähr gleichbleibend angenommen wird, führt dies insgesamt zu einer deutlich niedrigeren Dämpfung durch Instabilitäten. Weil darüber hinaus bei Beschleunigungsspannungen  $U_A = 80$  kV in der Regel grö­ßere Streifenabstände und damit kleinere Biprismaspannungen verwendet werden, ist die Dämpfung durch Biprismavibration deutlich kleiner als bei  $U_A = 300$  kV.

Analog zum Vorgehen bei 300 kV Beschleunigungsspannung lässt sich auch für 80 kV das optimale Verhältnis der Biprismaspannungen  $U_{f1}$  und  $U_{f2}$  mit der ge­ringsten Dämpfung des Hologrammstreifenkontrastes abschätzen. In Abbildung 7.5 ist dies für einen Hologrammstreifenabstand  $s = 60$  pm beispielhaft dargestellt. Der Hologrammstreifenkontrast wurde für verschiedene Kombinationen der Biprisma­spannungen nach Korrektur der Modulationstransferfunktion der Kamera bestimmt. Mit den angepassten Dämpfungsfunktionen  $\mu_{sc}$  und  $\mu_{inst}$  kann der Verlauf der Mess­werte erklärt werden und es ergibt sich für die gewählten Beleuchtungseinstellungen ein optimales Dämpfungsverhalten für  $U_{f1} \approx 90$  V und  $U_{f2} \approx 45$  V.

Da sich für  $U_{f2} \approx 45$  V eine eher schmale Hologrammbreite von rund 6 nm ergibt, scheint es hinsichtlich der optimalen Kontrastdämpfung erstrebenswert, die Dämpfung durch partielle räumliche Kohärenz so gering wie möglich zu halten,

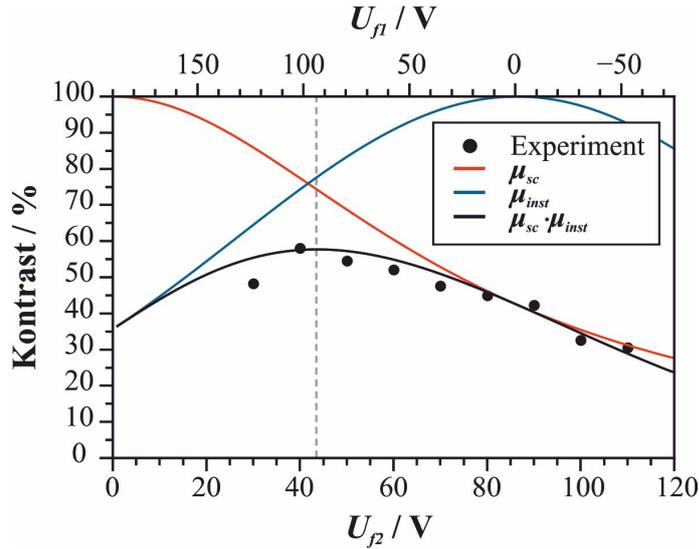


Abb. 7.5: Optimales Biprismaspannungsverhältnis für die aufgeführten Datensätze.

beispielsweise durch die maximale Elliptizität der Beleuchtung oder eine stärkere Anregung der ersten Kondensorlinse.

## 7.3 Qualität der rekonstruierten Phase

Bei den Betrachtungen der einzelnen Kontrastdämpfungsfunktionen ergibt sich durch die verbesserte Modulationstransferfunktion der Kamera ein gesteigerter Hologrammstreifenkontrast, besonders bei großen Hologrammstreifenabständen. Die Veränderung der Beschleunigungsspannung schlägt sich jedoch unter anderem auch in einem veränderten Signal-Rausch-Verhältnis und Wechselwirkungskoeffizienten der Kamera nieder. So steigt bei 80 kV beispielsweise die Konversionsrate von Elektronen zu Counts auf  $(9,5 \pm 0,5)$  Counts pro Elektron, im Gegensatz zu  $(3,5 \pm 0,5)$  Counts bei  $U_A = 300$  kV. Außerdem ist bei geringeren Beschleunigungsspannungen außerdem die *detection quantum efficiency* (DQE) von CCD-Kameras üblicherweise größer. Die DQE eines Bauteils ist durch das Quadrat des Quotienten von eingehendem und ausgehendem Signal-Rausch-Verhältnis gegeben, wird also bei einer CCD-Kamera direkt von der Elektronenanzahl beeinflusst.

Um den kombinierten Einfluss von Hologrammstreifenkontrast und Elektronenanzahl zu prüfen, werden zwei Hologrammserien verglichen. Durch Variation der Vergrößerung und entsprechende Anpassung der Biprismaspannung wurde erreicht,

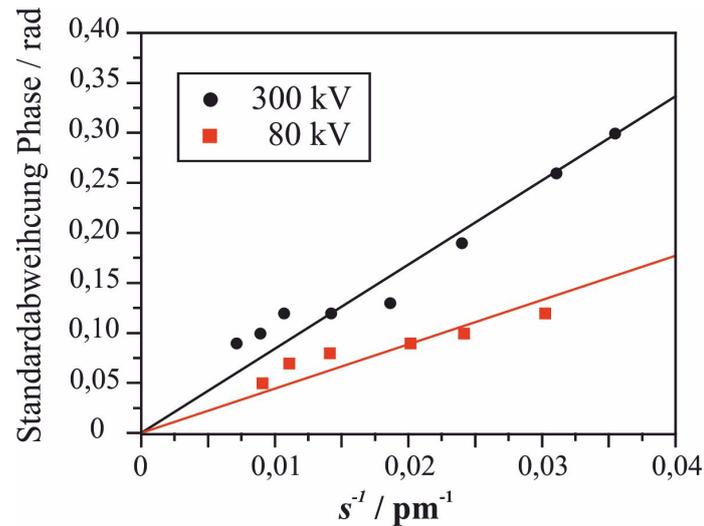


Abb. 7.6: Standardabweichung der Phase in Abhängigkeit des Streifenabstandes.

dass in jedem Hologramm eine Abtastrate von zehn Pixeln pro Hologrammstreifen gewährleistet ist. Auf diese Weise beträgt der Unterschied durch die Modulationstransferfunktion für alle Hologramme den oben erwähnten maximalen Faktor von 1,9. Die Phasen der Hologramme wurden rekonstruiert und die Standardabweichung der Phasen bestimmt (Abb. 7.6). Da die Ergebnisse im Messbereich in grober Näherung einer linearen Gesetzmäßigkeit gehorchen, wurden die Messwerte für einen vereinfachten Vergleich mit einer Geraden angefitet. Das Verhältnis der Geradensteigungen beträgt 1,9 und folgt damit in der Größenordnung der Verbesserung durch die Modulationstransferfunktion.

## 7.4 Zusammenfassung

Die Standardabweichung der rekonstruierten Phase wird im FEI Titan 80-300 Berlin Holography Special TEM bei unterschiedlichen Beschleunigungsspannungen maßgeblich durch die veränderten Kameraeigenschaften bestimmt. Eine Verbesserung der Standardabweichung der rekonstruierten Phase in der Größenordnung der Verbesserung der Kamera-Modulationstransferfunktion ist möglich. Aufgrund der verminderten Streifenkontrastdämpfung durch Biprismavibration und Kamera verbleibt die partielle räumliche Kohärenz als größter Dämpfungsfaktor des Hologrammstreifenkontrastes und sollte entsprechend durch Anpassung der Beleuchtungsoptionen optimiert werden. Bei Ausnutzung aller Parameter erlaubt die erhöhte Stabilität längere Belichtungszeiten, was einen Ausgleich zur verminderten Elektronenanzahl bei

einer Steigerung der partiellen räumlichen Kohärenz erlaubt. So war beispielsweise eine Belichtung von 20 Sekunden ohne große Einschränkungen des Streifenkontrastes möglich, was zu einer gemessenen minimalen Standardabweichung von  $2\pi/740$  geführt hat.



---

# 8 Anwendungen

---

In diesem Kapitel sollen einige praktische Auswirkungen demonstriert werden, die sich aus dem optimierten Setup mit zwei Biprismen ergeben. Außerdem werden einige Anwendungsmöglichkeiten und die dabei erzielbaren Ergebnisse präsentiert. Hierfür wurden dünne kristalline Gold- und Galliumnitridfolie verwendet, die am Randbereich nahezu Keilform besitzen. Anhand der Goldfolie wird der Unterschied zwischen Elektronenhogrammen deutlich, die mit nur einem elektrostatischen Biprisma bzw. mit zwei Biprismen angefertigt wurden. Die Elektronenhogramme des Galliumnitrid-Kristalls veranschaulichen anschließend die Detektionsmöglichkeiten auch leichter Elemente wie in diesem Fall Stickstoff.

## 8.1 Phasenschiebung durch einzelne Atome

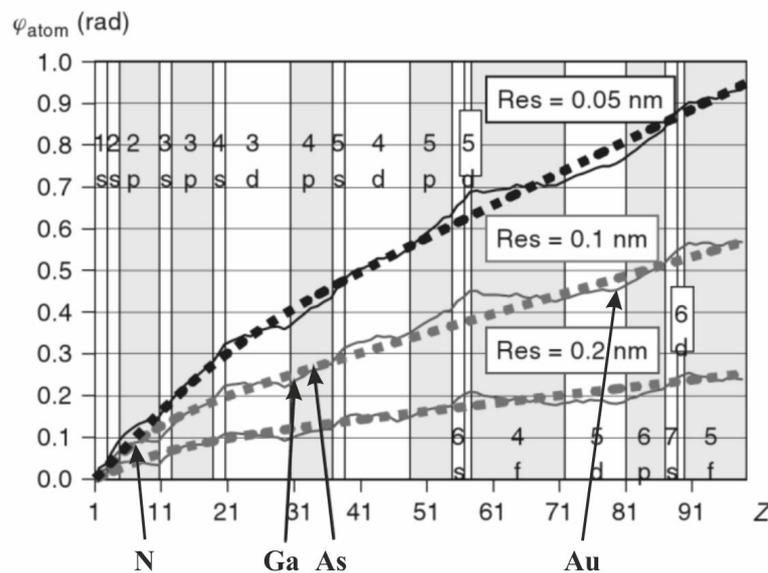
Bei der Betrachtung weniger oder einzelner Atomlagen, wie es bei der hochauflösenden Elektronenholographie der Fall ist, stellt sich die Frage, welches Ausmaß der Phasenschiebung eines einzelnen Atoms besitzt. Für die Berechnung wird zunächst das Potential eines einzelnen Atoms mit Simulationen bestimmt [133–135] und dieses anschließend entlang der  $z$ -Achse integriert, was der Projektion des Potentials auf eine Ebene entspricht, weshalb man es auch projiziertes Potential nennt [136]. Je nach Beschleunigungsspannung ergibt sich ein Wechselwirkungsparameter des Elektronenstrahls mit dem projizierten Potential, was in Verbindung mit der Mikroskop-Ortauflösung eine Abschätzung der Phasenschiebung ermöglicht. Die Phasenschiebung  $\varphi$  zeigt dabei eine gewisse Proportionalität zur Kernladungszahl  $K$  [136]:

$$\varphi \propto K^{0,6}. \quad (8.1)$$

In Abbildung 8.1 sind die Phasenschiebungen der verschiedenen Elemente bis zur

Kernladungszahl 100 für Auflösungen von 0,05 nm, 0,1 nm und 0,2 nm sichtbar, wie sie sich für eine Beschleunigungsspannung von 300 kV ergeben [6]. Sie stellen einen ungefähren Richtwert dafür dar, was für einzelne Kombinationen aus Auflösung, Beschleunigungsspannung und chemischem Element experimentell erwartbar ist.

Für eine Auflösung von 0,1 nm ergibt sich eine Phasenschiebung von rund 0,1 rad bis etwa 0,5 rad je nach chemischem Element. Dies kommt in der etwas üblicheren Schreibweise als Bruchteile von  $2\pi$  einem Bereich von  $2\pi/63$  bis  $2\pi/12$  gleich. Dies ist die erforderliche Größenordnung der Präzision, mit der die Phase einzelner Atome gemessen werden muss. Da die zu untersuchenden Objekte in der Regel Keilform besitzen, bilden allerdings höchstens die äußersten Atome eine Monolage. Im Großteil der Probe befinden sich mehrere Atome hintereinander, sodass sich die Phasenschiebungen erhöhen.



**Abb. 8.1:** Phasenschiebung einzelner Atome bei einer Beschleunigungsspannung von 300 kV, wobei die gestrichelten Linien einem Fit gemäß Gleichung (8.1) entsprechen, aus [6].

## 8.2 Goldkristall

Gold eignet sich gut als Demonstrationsobjekt, da es sich als eine dünne kristalline Folie herstellen lässt, die auch an den Rändern keine Amorphisation oder Kontamination aufweist, wie sie bei Präparation mit Ionenbeschuss bei den meisten Materialien oftmals auftritt. Dünne Randbereich um Löcher im Goldfilm und der angrenzende freie Bereich können für die Aufnahme von Hologrammen genutzt werden.

Gold kristallisiert in einer kubisch-flächenzentrierten Gittermatrix (Abb. 8.2) mit einer Gitterkonstante von  $a_{Au} = 0,40782 \text{ nm}$  [137, 138]. Die Phasenschiebung eines einzelnen Goldatoms liegt dabei bei einer Beschleunigungsspannung von 300 kV und einer lateralen Auflösung von 100 pm bei etwa  $\varphi_{Au} = 2\pi/12$  [22]. Ein einzelnes Goldatom stellt damit streng genommen kein schwaches Phasenobjekt mehr dar und die Phasenschiebung ist, im Vergleich zu leichteren Elementen mit geringerer Phasenschiebung, gut messbar. In der verwendeten Probe liegt der Goldkristall in  $[110]$ -Orientierung vor; die Durchstrahlungsrichtung liegt also entlang einer der Diagonalen auf der Grundfläche der Einheitszelle (Abb. 8.3).

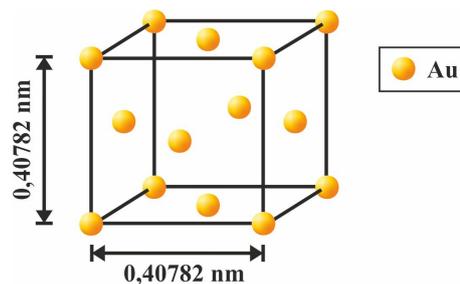


Abb. 8.2: Kubisch flächenzentrierte Einheitszelle eines Goldkristalls.

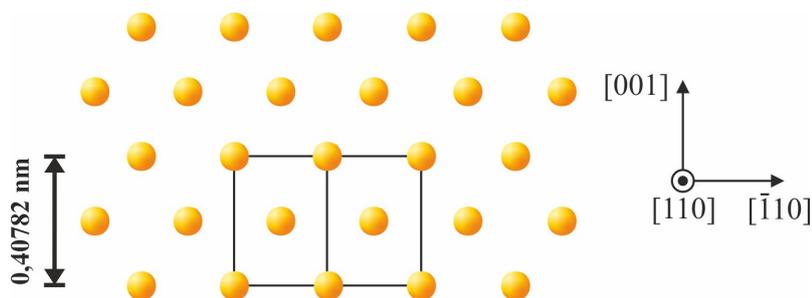
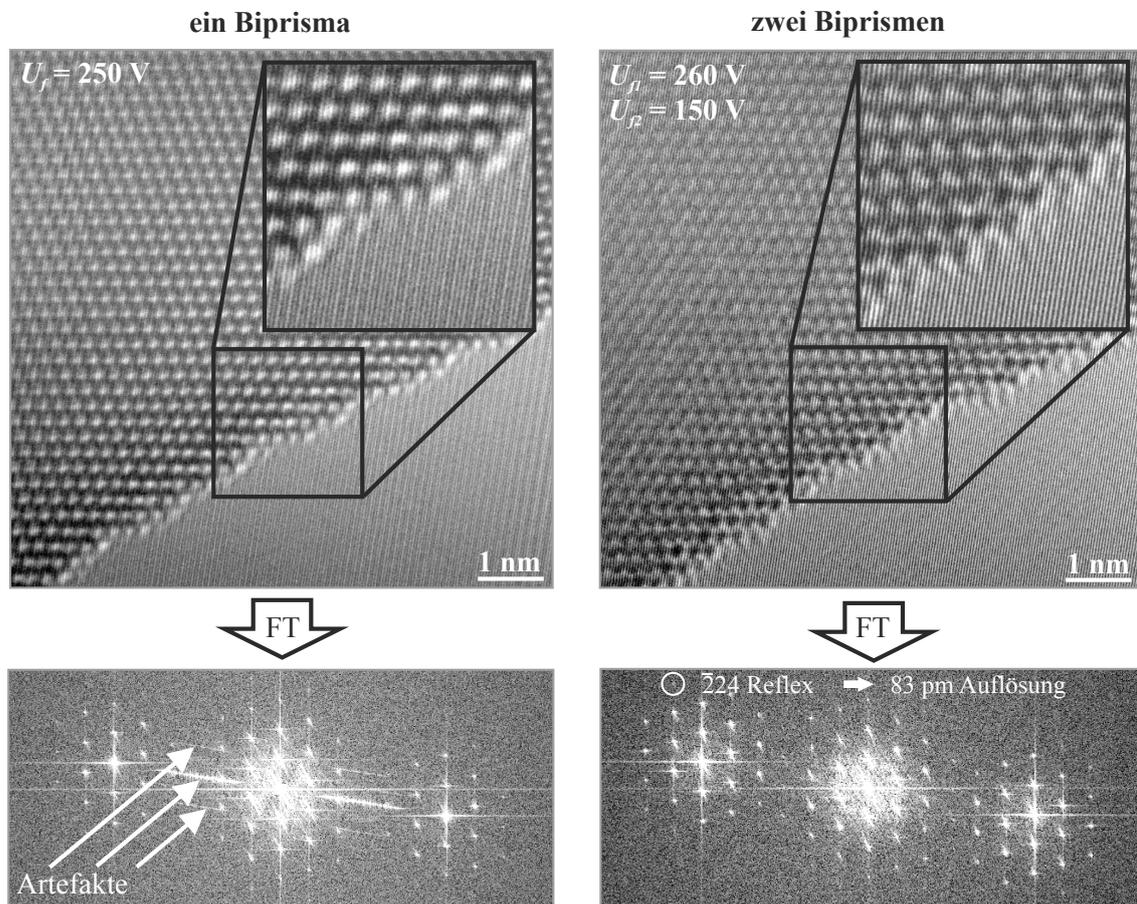


Abb. 8.3: Goldkristall in  $[110]$ -Blickrichtung. Zum besseren Verständnis ist die Position einer Einheitszelle skizziert.

### 8.2.1 Vergleich konventionelles und 2-Biprisma-Setup

In Abbildung 8.4 sind elektronenholographische Aufnahmen der Goldfolie zu sehen. Für das mit einem Biprisma entstandene Hologramm auf der linken Seite ist eine Biprismaspannung  $U_f = 250 \text{ V}$  genutzt worden. Es ergibt sich ein Streifenabstand  $s = 42 \text{ pm}$  und eine Hologrammbreite von rund  $w = 19,5 \text{ nm}$ . Bei einer Abtastrate von 10,5 Pixeln pro Hologrammstreifen lag ein Kontrast von  $V = 8\%$  im objektfreien Bereich vor (ohne Korrektur durch die Modulationstransferfunktion der Kamera). Bei einer Belichtungszeit von 2 s ergab sich eine durchschnittliche Anzahl von  $N = 350$  Counts pro Pixel. Die Ausläufer einiger Fresnel-Beugungssäume sind direkt in der Aufnahme erkenntlich, werden aber auch in der zugehörigen Fouriertransformierten als linienförmige Artefakte deutlich. Da sie teilweise die Reflexe der



**Abb. 8.4:** Vergleich von Elektronenhologrammen aufgenommen mit einem und mit zwei Biprismen und ihren Fouriertransformierten. Die Artefakte durch die Fresnel-Beugungssäume sind in der Fouriertransformierten mit Pfeilen kenntlich gemacht.

Goldfolie als Faltung überlagern, ist es in diesem Beispiel nicht möglich, den Einfluss der Fresnel-Beugungssäume komplett durch eine geschickte Blendenwahl bei der Rekonstruktion zu beseitigen.

Für das mit zwei Biprismen aufgenommene Hologramm auf der rechten Seite von Abbildung 8.4 sind Biprismaspannungen von  $U_{f1} = 260$  V und  $U_{f2} = 150$  V genutzt worden. Es ergibt sich ebenfalls ein Streifenabstand  $s_2 = 42$  pm bei einer verkleinerten Hologrammbreite von rund  $w_2 = 10$  nm. Bei der gleichen Abtastrate von 10,5 Pixeln pro Hologrammstreifen lag ein Kontrast von  $V = 22\%$  im objektfreien Bereich vor. Bei einer Belichtungszeit von 2 s ergab sich auch für diese Aufnahme eine durchschnittliche Anzahl von  $N = 350$  Counts pro Pixel. Artefakte durch Fresnel-Beugungssäumen sind hier weder direkt in der Aufnahme noch in der korrespondierenden Fouriertransformierten ersichtlich.

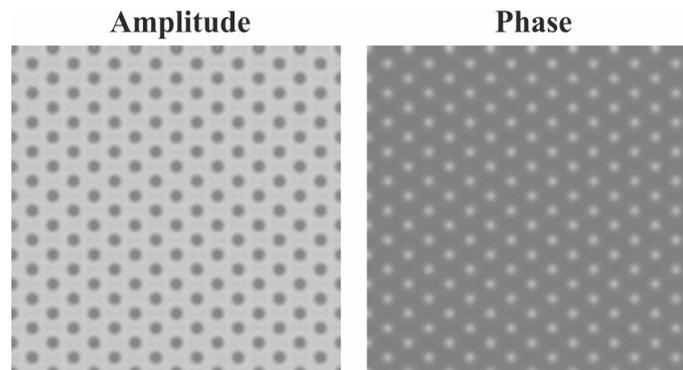
Die erzielte Auflösung von mindestens 83 pm wird anhand der Sichtbarkeit des  $(\bar{2}24)$ -Reflexes im Seitenband belegt (Abb. 8.4).

### 8.2.2 Hologrammrekonstruktionen

Die beiden im vorigen Abschnitt vorgestellten Hologramme lassen sich rekonstruieren und verdeutlichen dabei den Qualitätsunterschied der zwei Aufnahmemodi. Es sei dabei vorweggenommen, dass eine Anzahl von  $N = 350$  Counts pro Pixel, wie sie bei einer kurzen Belichtungszeit von nur 2 s auftritt, einen eher geringen Wert darstellt und ein verhältnismäßig schlechtes Signal-Rausch-Verhältnis erwarten lässt. Gerade hieran lassen sich die Vorteile der Elektronenholographie mit zwei Biprismen zeigen.

In Abbildung 8.5 sei zunächst die Simulation eines gleichmäßig dünnen Goldkristalls in [110]-Orientierung präsentiert. Es wurde eine Kristalldicke von 1,2 nm, eine chromatische Aberration  $C_c = 1,2$  mm und eine Energiebreite  $\Delta E = 1,1$  eV verwendet. In der Amplitude sind die Atompositionen durch einen Intensitätsabfall rund um das Atomzentrum ersichtlich. Die Phase weist an den Atompositionen einen positiven Phasenschub auf.

Das Ergebnis der Rekonstruktionen zeigt Abbildung 8.6. Auf der linken Seite befinden sich die ungefilterte Rekonstruktion von Amplitude und Phase des Hologramms, welches mit einem Biprisma angefertigt wurde. Wie bereits angedeutet ist das Signal-Rausch-Verhältnis ungenügend, was eine Beseitigung der verbleibenden Linsenfehler erschwert. Die Fresnel-Beugungssäume zeichnen sich als deutliche Linien ab und stören Amplitude und Phase teilweise erheblich. Für eine näherungsweise

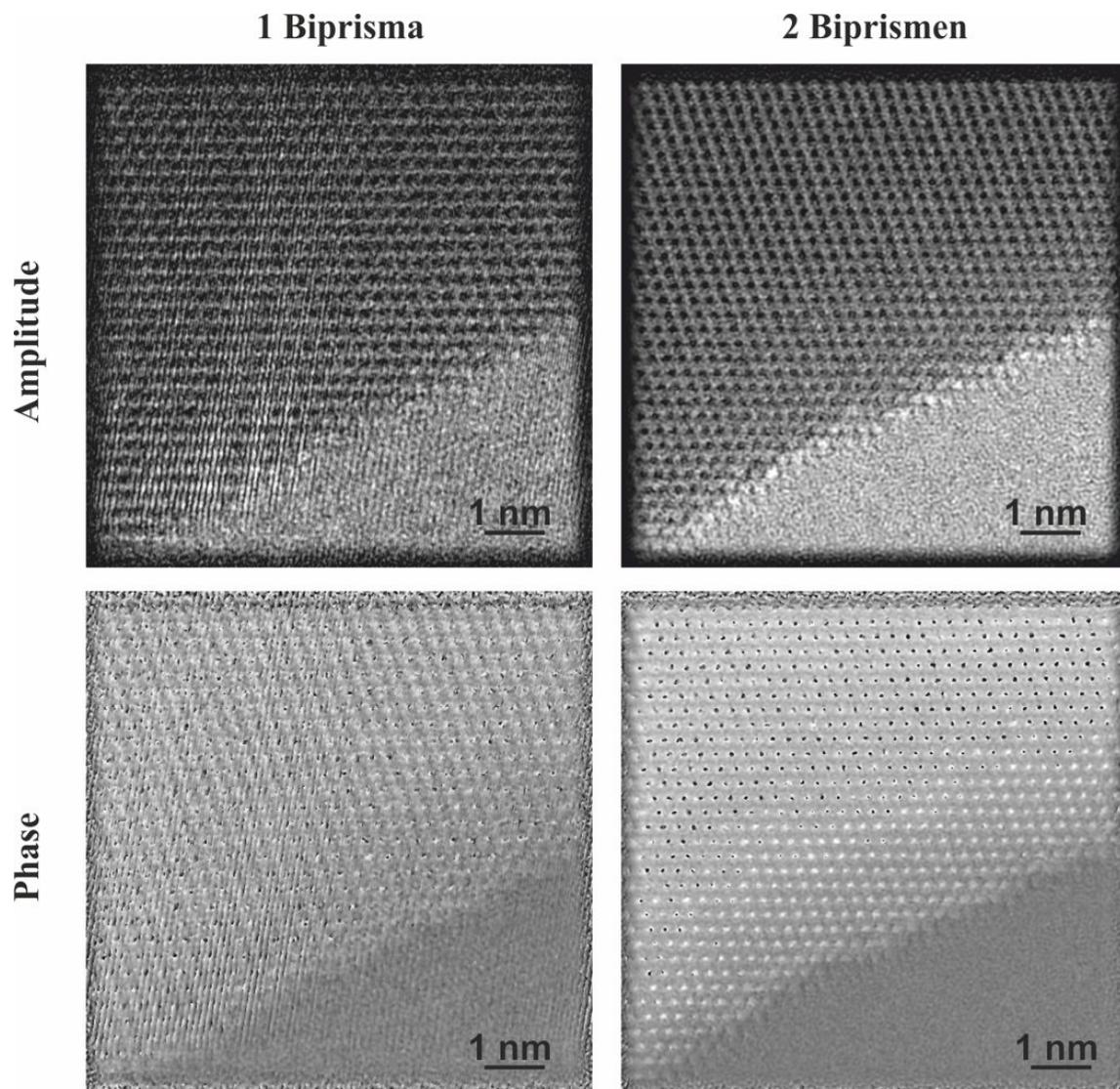


**Abb. 8.5:** Simulation von Amplitude und Phase eines Goldkristalls mit einer Kristalldicke von 1,2 nm. Es wurde eine chromatische Aberration  $C_c = 1,2$  mm und eine Energiebreite  $\Delta E = 1,1$  eV verwendet.

Bildfehlerkorrektur wurde mit den folgenden Korrekturwerten gearbeitet: Defokus  $C_1 = -6,0$  nm, sphärische Aberration  $C_s = -40$   $\mu\text{m}$ , zweizähliger Astigmatismus  $A_1 = 16$  nm mit dem Winkel  $\alpha_1 = 5^\circ$ , und axiales Koma  $B_2 = 0,2$   $\mu\text{m}$  mit dem Winkel  $\alpha_{B_2} = -65^\circ$ . Obwohl prinzipiell das gesuchte Kontrastmuster erkennbar ist, lassen sich diese Rekonstruktionen für eine qualitativ hochwertige Aussage nicht heranziehen.

Deutlich besser ist das erzielbare Ergebnis mit dem Setup bestehend aus zwei Biprismen. Durch die Vermeidbarkeit der Fresnel-Beugungssäume und durch den verbesserten Kontrast ist das Rauschen der Phase vermindert. Für die Fehlerkorrektur wurden hier die gleichen Werte wie zuvor genutzt, lediglich der Defokus wurde angepasst: Defokus  $C_1 = 2,0$  nm, sphärische Aberration  $C_s = -40$   $\mu\text{m}$ , zweizähliger Astigmatismus  $A_1 = 16$  nm mit dem Winkel  $\alpha_1 = 5^\circ$ , und axiales Koma  $B_2 = 0,2$   $\mu\text{m}$  mit dem Winkel  $\alpha_{B_2} = -65^\circ$ . Die charakteristische Kontrastgebung, wie sie anhand der Simulation zu erwarten war, stellt sich bei dieser Rekonstruktion eindeutig dar. Aussagen über das zu untersuchende Objekt sind in diesem Fall möglich.

Wie das Signal-Rausch-Verhältnis auch leichterere Elemente wie Stickstoff durch längere Belichtungszeiten beziehungsweise durch die Mittelung von Hologrammserien verbessert werden kann, was aufgrund der verbesserten Stabilität des Setups möglich ist, ist Gegenstand des folgenden Abschnitts.



**Abb. 8.6:** Rekonstruktionen der Hologramme des Goldkristalls. Links: Die Rekonstruktion der Aufnahme mit nur einem Biprisma nach Korrektur der verbliebenen Linsenfehler. Rechts: Die Rekonstruktion der Aufnahme mit zwei Biprismen nach der Korrektur der verbliebenen Linsenfehler.

## 8.3 Galliumnitrid

Das optimierte Setup mit zwei Biprismen soll an einem GaN-Kristall demonstriert und dabei Beschleunigungsspannungen von  $U_A = 80$  kV und  $U_A = 300$  kV verglichen werden. GaN ist eine Halbleiterverbindung, die in der Laserdiodenforschung verstärkt als Material genutzt wird, insbesondere bei der Herstellung blauer Laserdioden [139, 140]

Die Halbleiterverbindung GaN liegt in ihrer hexagonalen Wurtzit-Kristallstruktur vor. Die Gitterkonstanten betragen  $a_{\text{GaN}} = 0.3189$  nm und  $c_{\text{GaN}} = 0.5178$  nm [141]. Für die folgenden Aufnahmen ist eine dünne Stelle des Kristalls in  $[11\bar{2}0]$ -Zonenachse orientiert worden. Der geringste Abstand in der projizierten Kristallstruktur liegt zwischen den Ga- und N-Atompaaren. Es handelt sich um die  $\{\bar{2}2\bar{3}\}$ -Ebenenschar mit einem Netzebenenabstand von  $d_{\bar{2}2\bar{3}} = 0.108$  nm.

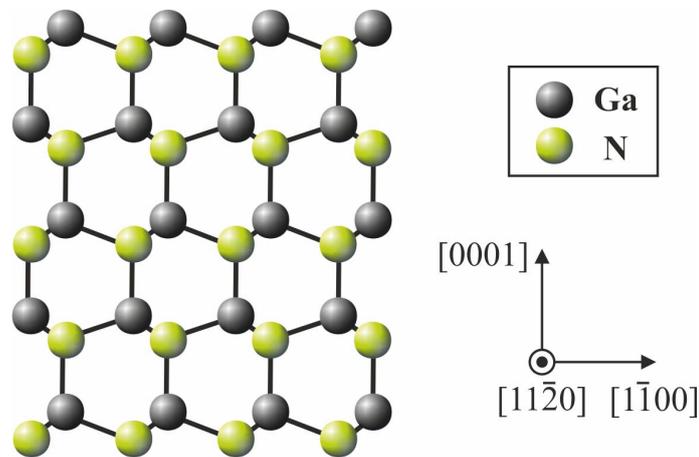
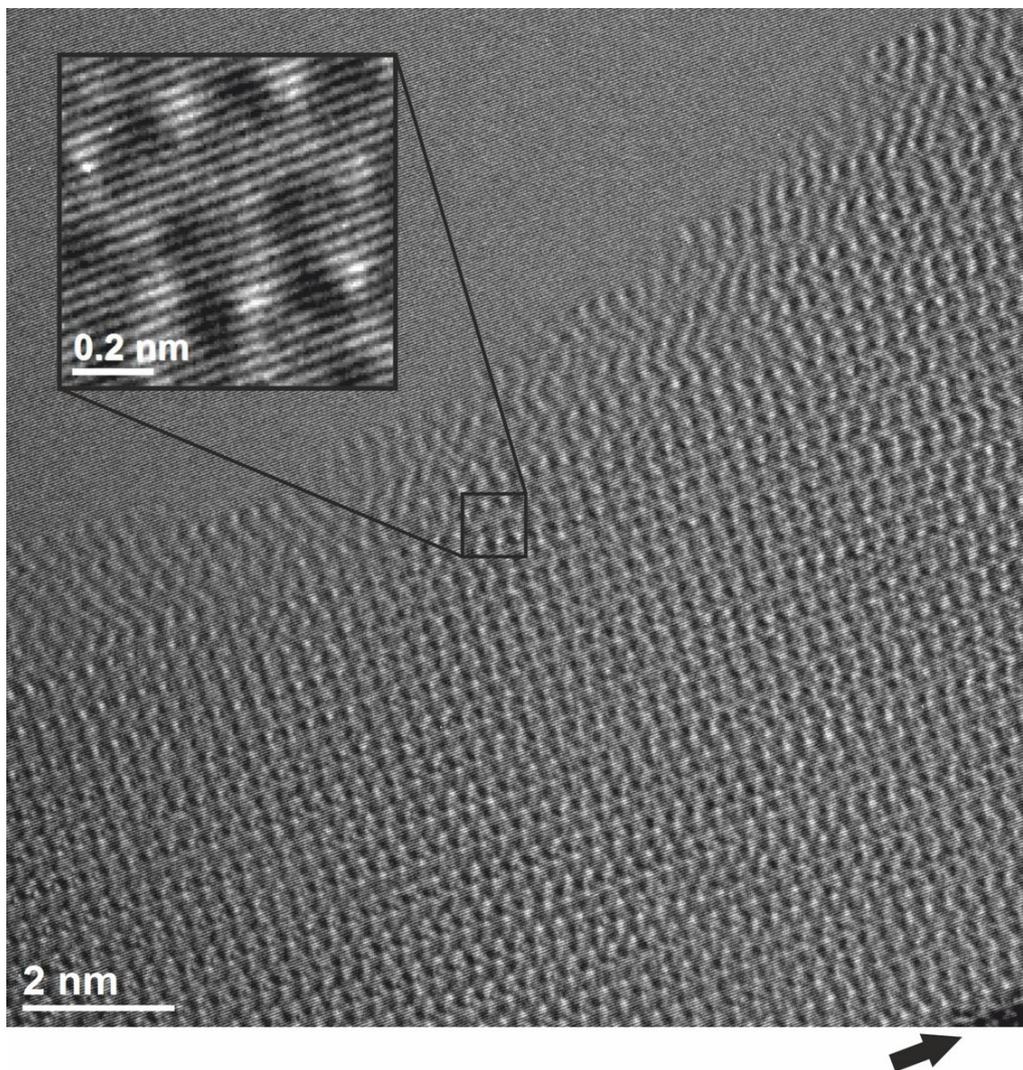


Abb. 8.7: Schematische Darstellung eines GaN-Kristalls in  $[11\bar{2}0]$ -Orientierung.

### 8.3.1 300 kV

Ein typisches Hologramm von GaN, aufgenommen bei einer Beschleunigungsspannung von  $U_A = 300$  kV, ist in Abbildung 8.8 zu sehen. Der GaN-Kristall ragt von unten rechts her in das Hologramm, oben links ist ein Vakuumbereich zu sehen. Das Hologramm ist so zur Kamera ausgerichtet, dass die untere Kante des Hologramms unten rechts in der Aufnahme als schwarzer Schatten sichtbar ist. Obwohl die Hologrammkante direkt im Gesichtsfeld der Kamera liegt, sind keinerlei Vignettierung oder Fresnelstreifen sichtbar (Vgl. Abschn. 6.6).

Aufgenommen wurde das Hologramm mit einer Belichtungszeit von zwei Sekunden. Um die Dämpfungsfaktoren zu minimieren, wurden Biprismaspannungen von  $U_{f1} = 150$  V und  $U_{f2} = 250$  V gewählt, was zu einem Streifenabstand  $s_2 = 36$  pm führt. Für die Korrektur von verzeichnung induzierten Phasenschiebungen und die Normierung der Amplitude wurden entsprechende Leerhologramme ohne Objekt aufgenommen. Außerdem liegt eine Abtastrate von 5,5 Pixel pro Hologrammstreifen und ein Hologrammstreifenkontrast von 12,5% vor, während die durchschnittliche Anzahl an Counts pro Pixel 285 beträgt. Da dies ein eher kleiner Wert ist, wurde automatisiert eine Serie von 30 Hologrammen aufgenommen. Diese wurden gemeinsam rekonstruiert, wobei die Rekonstruktionsroutine u.a. Prozeduren zur Kompensation



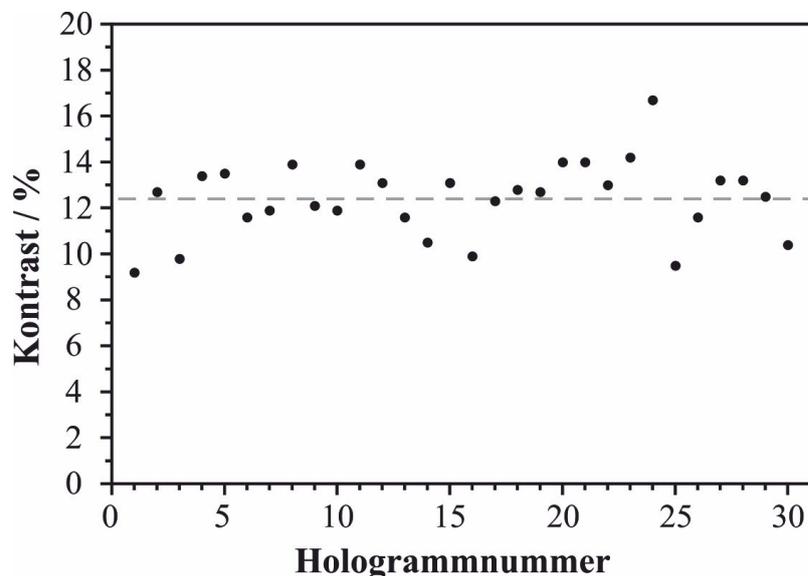
**Abb. 8.8:** Elektronenhologramm eine dünnen GaN-Keils. Der schwarze Pfeil markiert das untere Ende des Hologrammbereichs.

von Proben- und Biprismadrift, als auch zur Korrektur von Fokusänderungen beinhaltet [142]. Durch die Mittelung von 30 Hologrammen ergibt sich eine Verbesserung des Signal-Rausch-Verhältnisses um den Faktor  $\sqrt{30} \approx 5,5$ .

In Abbildung 8.9 ist der Hologrammstreifenkontrast der gesamten Serie zu sehen. Der Hologrammstreifenkontrast wurde jeweils in der oberen linken Ecke im Vakuumbereich gemessen. Die Hologrammstreifen zeigen einen gleichbleibenden Kontrast von  $(12,4 \pm 1,7) \%$ , sodass alle Hologramme für die Rekonstruktion genutzt werden konnten. Dies ist der verbesserten Stabilität des optimierten Setups zu verdanken.

Für die Rekonstruktion wurde die MTF der Kamera numerisch korrigiert und anschließend das Seitenband mit einem Butterworth-Filter mit Radius  $13 \text{ nm}^{-1}$  ausgeschnitten. In Abbildung 8.10 (a) ist der innere Bereich der Fouriertransformation eines GaN-Hologramms zu sehen, bevor die MTF-Korrektur durchgeführt wurde. Die Seitenbänder sind deutlich vom Zentralband getrennt und nur sehr schwach verbleibende Fresnelstreifen-Artefakte sind zwischen Seiten- und Zentralbänder sichtbar. Die Fouriertransformierte der gemittelten rekonstruierten Bildwelle ist in Abbildung 8.10 (a) abgebildet. Die  $(000\bar{6})$ - und  $(\bar{3}302)$ -Reflexe sind markiert; sie stehen für eine erzielte Auflösung von rund  $87 \text{ pm}$  in der rekonstruierten Bildwelle.

Für die Korrektur der restlichen Linsenfehler wurde eine Phasenplatte mit den folgenden Werten genutzt: Defokus  $C_1 = 1,8 \text{ nm}$ , sphärische Aberration  $C_s = 7,5 \text{ }\mu\text{m}$ , zweizähliger Astigmatismus  $A_1 = 2,3 \text{ nm}$  mit dem Winkel  $\alpha_1 = 15^\circ$ , dreizähliger

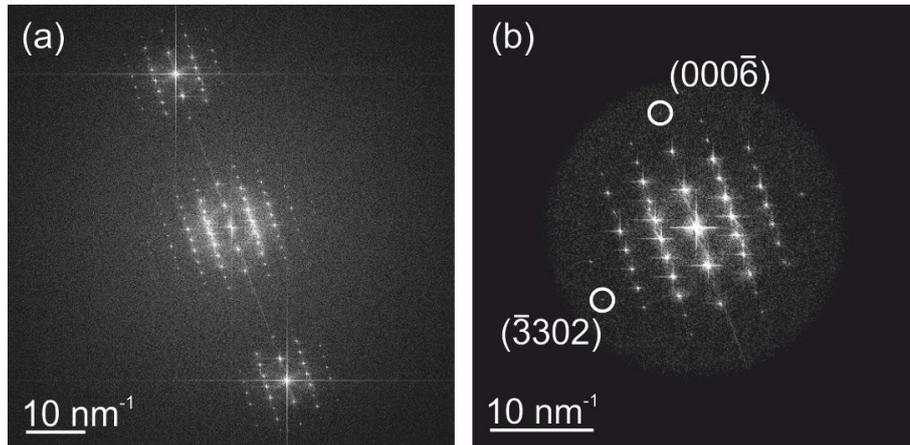


**Abb. 8.9:** Streifenkontraste von 30 nacheinander aufgenommenen Elektronenhologrammen.

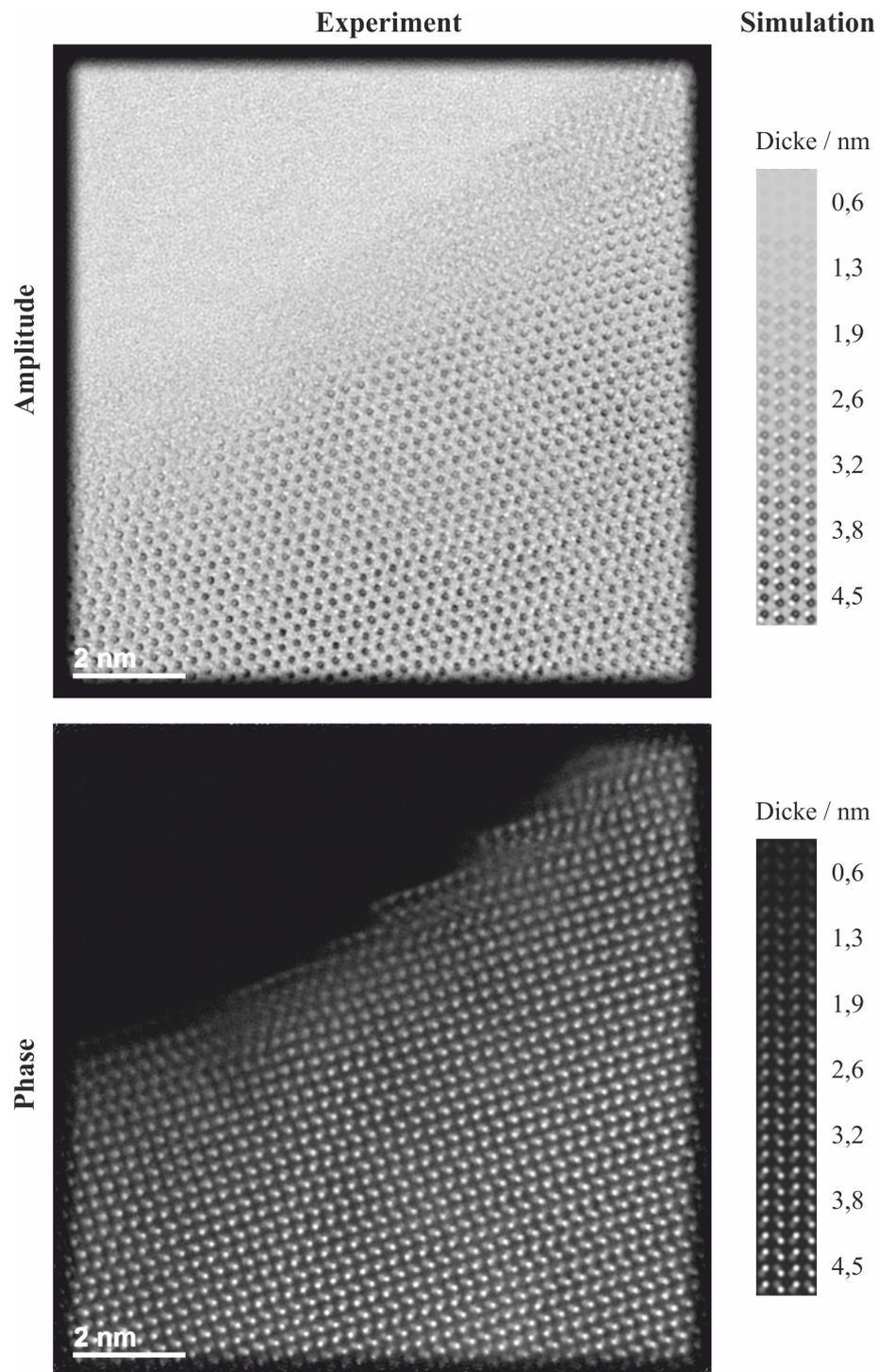
Astigmatismus  $A_2 = 30$  nm mit dem Winkel  $\alpha_2 = 30^\circ$  und axiale Koma  $B_2 = 0,4$   $\mu\text{m}$  mit dem Winkel  $\alpha_{B_2} = 60^\circ$ .

Die mit der Korrektur der Linsenfehler erhaltene Objektaustrittswelle zeigt gute Übereinstimmung zu entsprechenden Simulationen eines GaN-Keils (Abb. 8.11). Sowohl in Amplitude als auch in Phase sind Gallium- und Stickstoffatome gut voneinander getrennt zu erkennen.

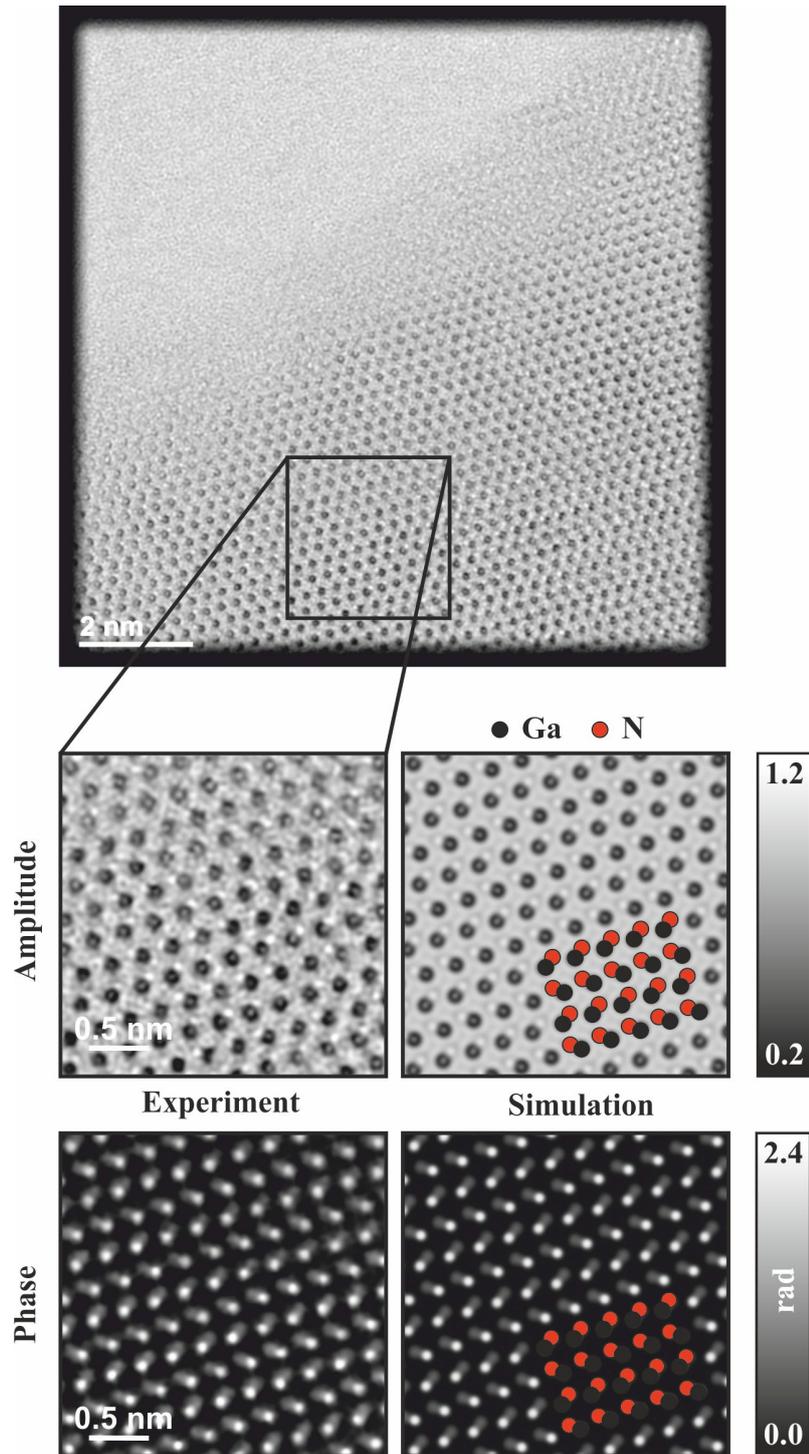
Dies wird besonders im Detailvergleich deutlich (Abb. 8.12). Für die Simulationen wurde das JEMS-Programmpaket genutzt [143]. Es wurde eine chromatische Aberration von  $C_C = 1,4$  mm, eine Energiebreite von  $\Delta E = 1,1$  eV und eine Probendicke von  $3,2$  nm angenommen. Sowohl die beiden Amplituden- als auch die beiden Phasenbilder haben jeweils die gleiche Grauwertskalierung und zeigen die sogar gute quantitative Übereinstimmung.



**Abb. 8.10:** (a) Fouriertransformierte eines der GaN-Hologramme. (b) Fouriertransformierte der gemittelten aus 30 Hologrammen rekonstruierten Bildwellen. Die markierten Reflexe stehen für eine Auflösung von rund 87 pm.



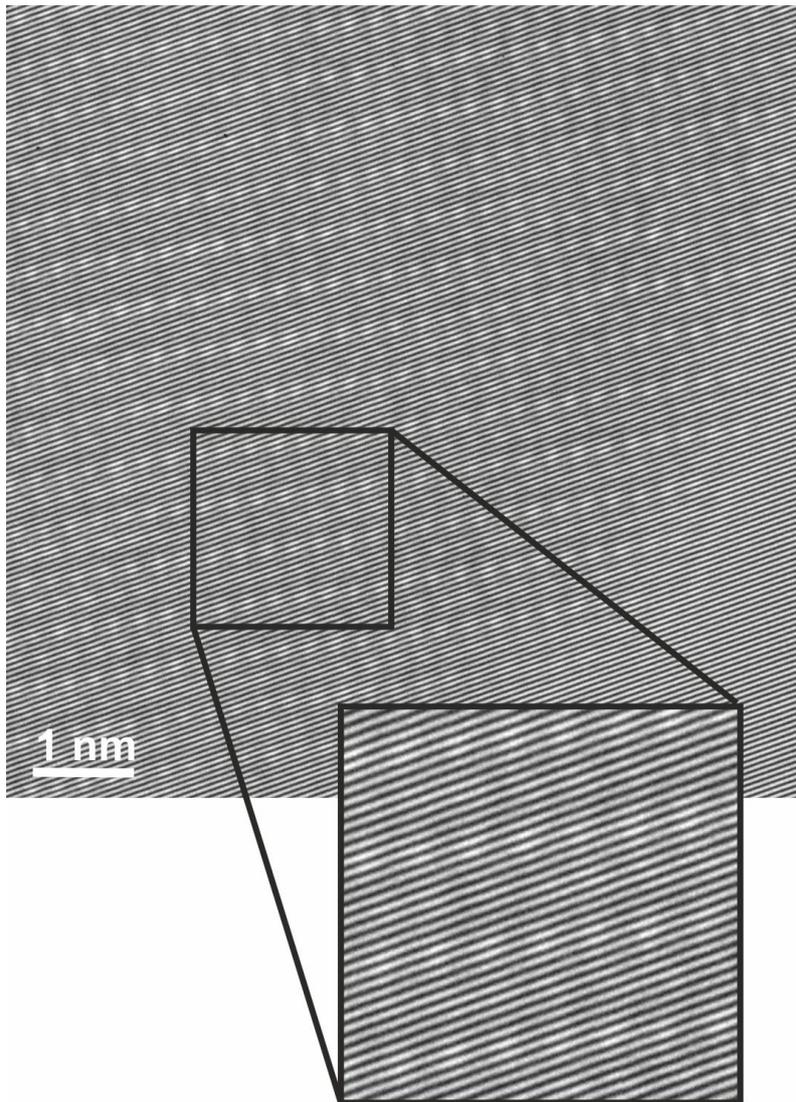
**Abb. 8.11:** Rekonstruierte Amplitude und Phase nach Korrektur verbliebener Linsenfehler in Gegenüberstellung einer Simulation mit zunehmender Dicke.



**Abb. 8.12:** Detailansicht der rekonstruierten Amplitude und Phase in Gegenüberstellung zu einer Simulation. Für die Simulation wurde eine chromatische Aberration von  $C_C = 1,4$  nm, eine Energiebreite von  $\Delta E = 1,1$  eV und eine Probendicke von 3,2 nm verwendet.

### 8.3.2 80 kV

Auch für eine Beschleunigungsspannung von 80 kV wurden Hologrammserien erstellt. Da die Anzahl der zur Verfügung stehenden Elektronen größer ist, wurden Serien von nur 12 Hologrammen gemacht. In Abbildung 8.13 ist ein typisches Hologramm zu sehen, das bei Biprismaspannungen  $U_{f1} = 40$  V und  $U_{f2} = 70$  V aufgenommen wurde. Die zwölf korrespondierenden Leerhologramme haben einen durchschnittlichen Kontrast von  $31,1 \pm 0,8\%$ . Die Abtastrate betrug 14,5 Pixel pro Hologrammstreifen, welche einen Abstand von 57 pm hatten.



**Abb. 8.13:** 80 kV Elektronenhologramm von GaN, aufgenommen bei den Biprismaspannungen  $U_{f1} = 40$  V und  $U_{f2} = 70$  V.

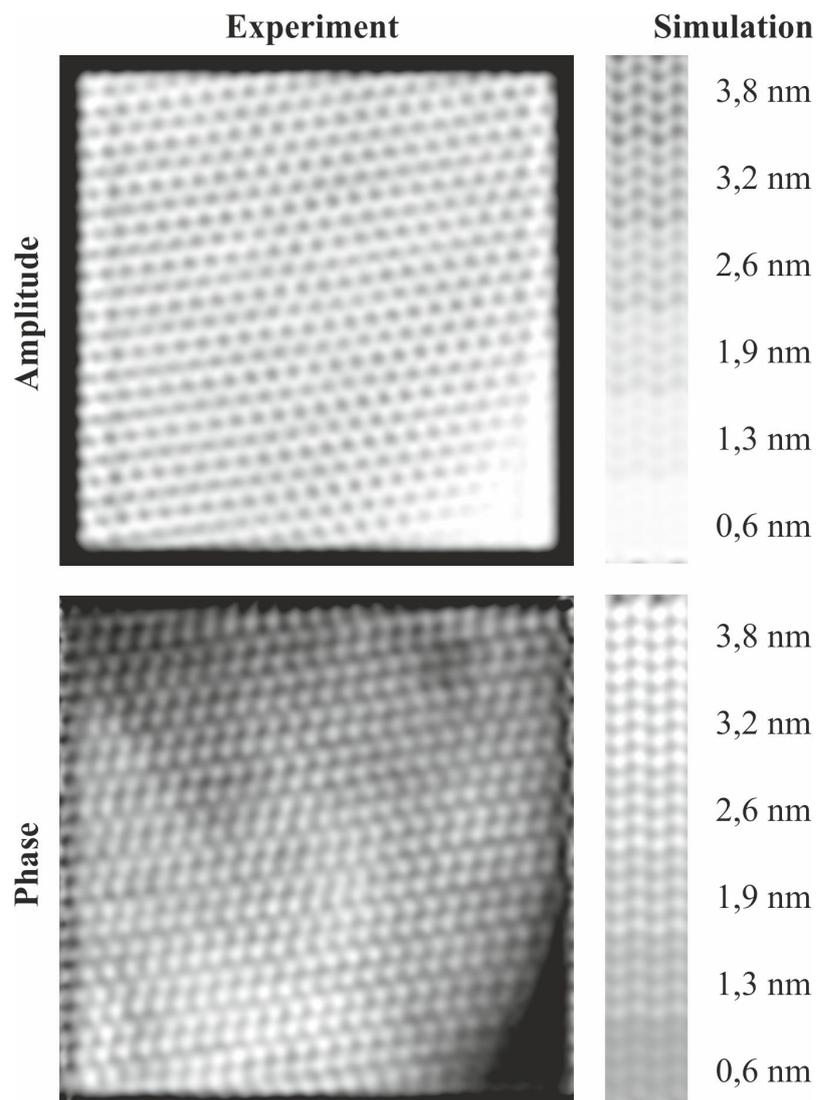
Die Hologramme wurden rekonstruiert und gemittelt. Anschließend wurden die verbliebenen Linsenfehler korrigiert. Für die Korrektur der restlichen Linsenfehler wurde eine Phasenplatte mit den folgenden Werten genutzt: Defokus  $C_1 = -3,0$  nm, sphärische Aberration  $C_s = 0,0$   $\mu\text{m}$ , zweizähliger Astigmatismus  $A_1 = 4,0$  nm mit dem Winkel  $\alpha_1 = -30^\circ$ . Die rekonstruierte Amplitude und Phase des gemittelten und korrigierten Hologramms aus der oben beschriebenen Serie ist in Abbildung 8.14 zu sehen. Der Rekonstruktion sind Simulationen eines GaN-Keiles gegenübergestellt, dessen Dicke bei 0,6 nm beginnt und bis 3,8 nm zunimmt. Es ist eine gute Übereinstimmung von Experiment und Simulation in der Objektstruktur zu erkennen.

Bei einer weiteren Messung wurde die Extraktionsspannung der Schottky-Feld-emissionsquelle von 4400 V auf 3800 V reduziert, um die bestmögliche Ortauflösung durch die Reduktion der Energiebreite erzielen zu können. Die rekonstruierte Amplitude des gemittelten, fehlerkorrigierten Hologramms ist in Abbildung 8.15 zu sehen. Für die Korrektur der restlichen Linsenfehler wurde eine Phasenplatte mit den folgenden Werten genutzt: Defokus  $C_1 = 3,0$  nm, sphärische Aberration  $C_s = 0,0$   $\mu\text{m}$ , zweizähliger Astigmatismus  $A_1 = 10,0$  nm mit dem Winkel  $\alpha_1 = 55^\circ$ , dreizähliger Astigmatismus  $A_2 = 0,2$   $\mu\text{m}$  mit dem Winkel  $\alpha_2 = 15^\circ$ . Außerdem ist die Fouriertransformierte der rekonstruierten Bildwelle abgebildet. Es ist der  $(1\bar{1}2)$ -Reflex, welcher für eine Auflösung von rund 190 pm steht, mit einem Kreis markiert. Außerdem ist der schwach sichtbare  $(1\bar{1}\bar{3})$ -Reflex markiert, welcher eine Auflösung von rund 150 pm symbolisiert.

Ein Ausschnitt aus Abbildung 8.15 ist in Abbildung 8.16 als Detailbild zu sehen. Den rekonstruierten Amplituden- und Phasenbildern ist eine Simulation von GaN mit 1,9 nm Dicke gegenübergestellt. Es wurde für die chromatische Aberration ein Wert von  $C_c = 1,4$  mm und für die Energiebreite ein Wert von  $\Delta E = 0,8$  eV angenommen. Die Position der Gallium- und der Stickstoffatome ist in Teilen der Simulation kenntlich gemacht, doch durch die verringerte Ortsauflösung bei 80 kV Beschleunigungsspannung lassen sich die Atome von Gallium und Stickstoff nicht getrennt auflösen.

Die Amplituden- und die Phasenbilder haben jeweils die gleichen Grauwerte und zeigen gute Übereinstimmung. Besonders im unteren rechten Bereich der experimentellen Aufnahmen ist der Bildkontrast in guter Übereinstimmung zur Simulation. Da der Kristall nach oben hin leicht an Dicke zunimmt, weicht der Kontrast hier stärker von jenem der Simulation ab. Es zeigt sich allerdings nicht das für den Stobbs-Faktor typische Verhalten eines schwächeren Kontrastes im Experiment, sondern gerade der

umgekehrte Fall tritt ein. Die Kontrastabweichung könnte an einer lokalen Aufladung der Probe durch den Elektronenstrahl gelegen haben, auch wenn hierfür keins der typischen Anzeichen, wie etwa sprunghaftes Wandern der Probenabbildung auf der Kamera, beobachtet wurden.



**Abb. 8.14:** Rekonstruierte und um Linsenfehler bereinigte Amplitude und Phase des gemittelten Hologramms. Den experimentellen Werten ist die Simulation eines GaN-Keiles gegenübergestellt.

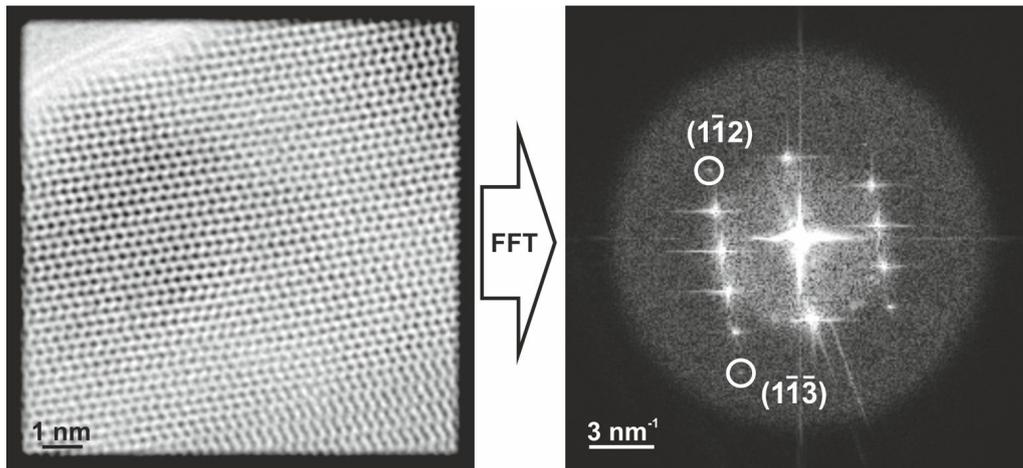


Abb. 8.15: Rekonstruierte und um Linsenfehler bereinigte Amplitude eines gemittelten Hologramms, das bei reduzierter Extraktionsspannung der Feldemissionsquelle aufgenommen wurde. Rechterhand ist Fouriertransformierte der zugehörigen Bildwelle abgebildet. Zwei Reflexe, welche rund 190 pm bzw. 150 pm Auflösung symbolisieren, sind mit Kreisen markiert.

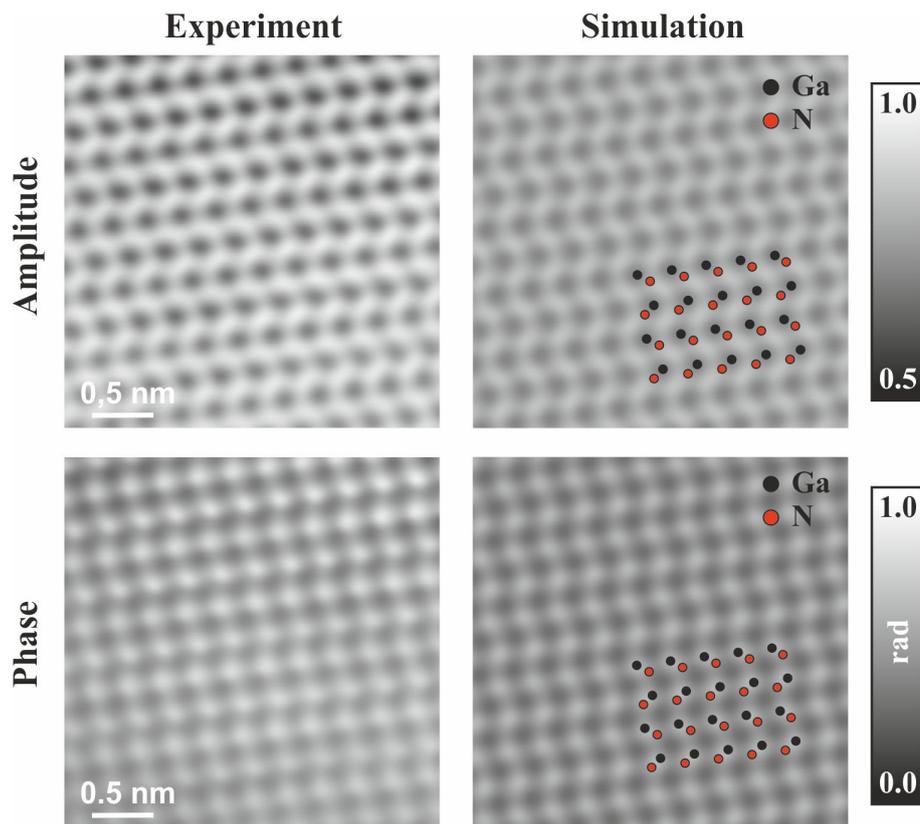


Abb. 8.16: Detailbild aus Abb. 8.15 mit entsprechenden GaN-Simulationen. Die Amplituden- und die Phasenbilder haben jeweils die gleichen Grauwerte.



---

## 9 Zusammenfassung und Ausblick

---

Die off-axis-Elektronenholographie zählt zu den am weitesten verbreiteten holographischen Untersuchungsmethoden im Transmissionselektronenmikroskop. Durch den umfassenden Zugriff auf Amplitude und Phase der Bildwelle hat die off-axis-Elektronenholographie ihren Nutzen mehrfach bewiesen und ist aus dem Instrumentarium der vielfältigen Untersuchungsmöglichkeiten im modernen Transmissionselektronenmikroskop nicht mehr wegzudenken. In dieser Arbeit wurden entscheidende Neuerungen dieser Analyseverfahren, wie beispielsweise die Optimierung der Biprisma-Position, die Vermeidbarkeit von biprisma-induzierten Artefakten im Setup mit zwei Biprismen in Abhängigkeit des Biprismaschattens sowie die Möglichkeit, Multiinterferenzhologramme zu erzeugen und zu rekonstruieren, betrachtet und die sich neu ergebenden Potentiale und Optimierungsmöglichkeiten insbesondere für atomare Auflösung abgeschätzt.

So hat sich beim bekanntesten Effekt des 2-Biprismen-Setups, die Möglichkeit zur Reduzierung von Fresnel-Beugungssäumen, die starke Abhängigkeit von der Schattenbreite auf Höhe des zweiten Biprismas gezeigt. Unter Ausnutzung der geometrischen Optik und der Zusammenhänge zwischen den Biprismen und der erforderlichen Elektronenlinse im 2-Biprismen-Setup konnte gezeigt werden, dass für die Vermeidung von Vignettierung durch das zweite Biprisma noch größere Anforderungen an die Schattenbreite gestellt werden müssen. Im vorliegenden Setup muss beispielsweise eine Biprisma-Spannung von wenigstens 50 V am ersten Biprisma anliegen, um genügend breite Schatten und damit vignettierungsfreie Hologramme zu ermöglichen. Dabei ist es erforderlich, das zweite Biprisma aus der optischen Achse heraus und näher in Richtung der Referenzwelle zu platzieren, um Raum für die abgelenkten Strahlen des Objekts zu schaffen. Damit wird die starke Reduzierung der genannten Artefakte erreicht und die gesamte Hologrammbreite ist nutzbar für die Interpretation der Messdaten. Diese Überlegungen und Kalkulationen konnten

durch Aufnahmen von entsprechenden Interferogrammen, aber auch durch vignettierte beziehungsweise vignettierungsfreie Hologramme eines dünnen Goldkristalls belegt werden.

Da der Hologrammstreifenkontrast ein wesentlicher Parameter für das Signal-Rausch-Verhältnis der rekonstruierten Phase von Elektronenhologrammen ist, wurden die verschiedenen Neuerungen hinsichtlich ihrer Verbesserung des Hologrammstreifenkontrasts untersucht. Obwohl die Elektronenanzahl ebenfalls entscheidend für die Qualität der rekonstruierten Phase ist, lässt sich diese insofern aus der Betrachtung nehmen, da eine geringfügig ungenügende Elektronenanzahl durch längere Belichtungszeiten oder die Mittelung von mehreren Hologrammen ausgeglichen werden kann. Dies ist beim Hologrammstreifenkontrast nicht möglich.

Nachfolgend werden die Kontrastverbesserungen der untersuchten Neuerungen vorgestellt, wie sie sich im verwendeten Mikroskop bei einer Bescheinigungsspannung von 300 kV ergeben haben:

- Bei der Optimierung der Position eines Biprismas für atomar auflösende Elektronenholographie wird der Ablenkwinkel des Elektronenstrahls am Biprisma minimiert. Damit kann eine Reduzierung der Überlappungsbreite des Hologramms einhergehen, was zu einer Verbesserung der partiellen räumlichen Kohärenz im Hologramm führt. Außerdem wird bei kleinen Ablenk winkeln eine geringere Biprismaspannung benötigt, was zu verminderter Hologrammstreifenkontrastdämpfung durch Biprismavibration aufgrund von Mikroentladungen führt. So waren anstatt von 1100 V im konventionellen Biprismasetup nur noch 370 V Biprismaspannung aufzubringen, um den angestrebten Streifenabstand von 30 pm zu erreichen. Es ergab sich im Vergleich zum konventionellen Biprismasetup für einen Hologrammstreifenabstand von 100 pm eine direkt gemessene Kontrastverbesserung um den Faktor 1,5. Für 30 pm Streifenabstand konnte kein direkter Vergleich vorgenommen werden, da die erforderliche Biprismaspannung im konventionellen Setup zu hoch war. Anhand der extrapolierten Werte lässt sich eine Verbesserung um etwa den Faktor 3 abschätzen.
- Der Vergleich der verschiedenen Beleuchtungsoptionen durch Kondensor- und Gun-Stigmator sowie 2- und 3-Kondensorsystem ergab keine wesentlichen Unterschiede. Hologramme mit gleicher Qualität konnten in allen Kombinationen aufgenommen werden. Allerdings hat sich herausgestellt, dass beim 2-Kondensorsystem der Bereich rund um das Optimum aus partieller räumlicher

---

Kohärenz und Elektronenzahl geringfügig breiter ist.

- Für das 2-Biprismen-Setup konnte ein formaler Zusammenhang zur Beschreibung der Kontrastdämpfung durch die Modulationstransferfunktion der Kamera, der partiellen räumlichen Kohärenz und der Biprismavibration analytisch abgeleitet werden. Aufgrund der unterschiedlichen Kontrastdämpfung der beiden Biprismen ermöglicht dies, die optimale Kombination der beiden Biprismaspannungen für einen gewünschten Streifenabstand zu finden. Damit konnte die Standardabweichung der Position des ersten Biprismas auf etwa 16 pm, bezogen auf die Objektebene, bestimmt werden, wenn man eine gaußartige Vibration des Biprismas annimmt. Für einen Streifenabstand von 30 pm ergibt sich eine um den Faktor 1,25 verbesserte Kontrastdämpfung für die optimale Kombination der Biprismaspannungen im Vergleich zu einem Setup mit nur einem Biprisma.
- Durch die Verwendung von sehr dünnen Biprismen mit einem Radius von knapp 300 nm gewinnen von den Biprismen transmittierte Elektronen geringfügig an Bedeutung. Ein Offset durch inelastisch gestreute Elektronen konnte ausgemacht werden, welcher den Hologrammstreifenkontrast bei Hochauflösung nicht messbar negativ beeinflusst hat.
- Insgesamt ergibt sich im genutzten Transmissionselektronenmikroskop durch die genannten Kontrastveränderungen für einen Streifenabstand von 30 pm eine Verbesserung um einen Faktor von etwa 3,7 gegenüber dem konventionellen Setup.

Bei der Betrachtung der Kontrastverbesserungen für eine Beschleunigungsspannung von 80 kV hat sich gezeigt, dass die positiven Effekte noch stärker ausfallen. Die Gesamtvergrößerung nimmt weiter zu, die Kontrastdämpfung durch Biprismavibration verringert sich und die Dämpfung durch die Modulationstransferfunktion der Kamera ist kleiner. Für Hologrammserien bei 300 kV und 80 kV ergab sich eine um den Faktor zwei bessere Signal-Rausch-Verhältnis der rekonstruierten Phase für 80 kV, womit die Verbesserung in der Größenordnung der Verbesserung der Modulationstransferfunktion der Kamera folgt. Es ergibt sich für die Beispielhologramme also gerade der Fall, dass die Reduzierung der Ortsauflösung bei 80 kV einem Anstieg der Phasenauflösung gegenübersteht.

Mit der Implementierung von mehreren Biprismen in einem Transmissionselektronenmikroskop werden mehr Anwendungsmöglichkeiten geboten als das normale 2-

Biprismen-Setup. Werden die Biprismen nicht parallel, sondern senkrecht zueinander angeordnet, lassen sich Multiinterferenzhologramme eines Objekts anfertigen. Dies bietet den Vorteil, dass diese Hologramme einzeln rekonstruiert und anschließend miteinander gemittelt werden können, was das Signal-Rausch-Verhältnis verbessert, wie es beispielsweise aus der Röntgenholographie bekannt ist. Es konnte anhand von Simulation und Experiment gezeigt werden, dass dieses Vorgehen prinzipiell auch in der Elektronenholographie möglich ist, allerdings ist für die fehlerfreie Rekonstruktion der Bildwellen eine annähernd verzeichnungsfreie Aufnahme erforderlich.

Das optimierte Setup mit zwei Biprismen ist von Instabilitäten insgesamt geringer betroffen, was anhand von Hologrammen von Gold und Galliumnitrid gezeigt wurde. Durch den stabileren Aufbau konnte beispielsweise eine Serie von 30 Hologrammen aufgenommen und gemittelt werden, wobei der Hologrammkontrast nur einer mäßigen Schwankung ausgesetzt war und daher alle Hologramme für die Mittelung genutzt werden konnten. Die rekonstruierte und um Abbildungsfehler bereinigte Amplitude und Phase zeigen hervorragende quantitative Übereinstimmung zur Simulationen eines Galliumnitridkristalls.

Für eine zusätzliche Optimierung der off-axis-Elektronenholographie gibt es weitere Möglichkeiten. So lässt sich die Ausrichtung der Biprismen im Transmissionselektronenmikroskop senkrecht zur Halterachse anpassen, was nicht standardmäßig gegeben ist. Auf diese Weise wäre der Einfluss von Biprismavibration im Setup mit zwei Biprismen weiter minimiert. Jüngste Entwicklungen sehen darüberhinaus den Einbau von einem oder mehreren Biprismen im Beleuchtungssystem vor, um auch vom Objektrand weit entfernte Bereiche kohärent beleuchten zu können. Zusammen mit dem optimierten Setup mit zwei Biprismen steht der off-axis-Elektronenholographie damit eine interessante Zukunft der Multibiprismen bevor, die neue spannende Anwendungsmöglichkeiten erwarten lässt.

---

# Literaturverzeichnis

---

- [1] Ernst Ruska Archiv e.V. Berlin, mit freundlicher Genehmigung.
- [2] M. KNOLL UND E. RUSKA, *Das Elektronenmikroskop*, Zeitschrift für Physik **78**, 318 (1932).
- [3] E. RUSKA, *Untersuchung elektrostatischer Sammelvorrichtungen als Ersatz der magnetischen Konzentrierspulen beim Kathodenstrahloszillographen*, Diplomarbeit, Technische Hochschule Berlin, 1930.
- [4] B. V. BORRIES UND E. RUSKA, *Die Abbildung durchstrahlter Folien im Elektronenmikroskop*, Zeitschrift für Physik **83**, 187 (1933).
- [5] E. RUSKA, *Das Elektronenmikroskop als Übermikroskop*, Forschungen und Fortschritte **10**, 8 (1934).
- [6] G. VAN TENDELOO, D. VAN DYCK UND S. J. PENNYCOOK, *Handbook of Nanoscopy*, Vol. 1, Wiley-VCH, 2012.
- [7] C. KISIELOWSKI, B. FREITAG, M. BISCHOFF, H. VAN LIN, S. LAZAR, G. KNIPPPELS, P. TIEMEIJER, M. VAN DER STAM, S. VON HARRACH, M. STEKELENBURG, M. HAIDER, H. MULLER, P. HARTEL, B. KABIUS, D. MILLER, I. PETROV, E. OLSON, T. DONCHEV, E. A. KENIK, A. LUPINI, J. BENTLEY, S. PENNYCOOK, A. M. MINOR, A. K. SCHMID, T. DUDEN, V. RADMILOVIC, Q. RAMASSE, R. ERNI, M. WATANABE, E. STACH, P. DENES UND U. DAHMEN, *Detection of single atoms and buried defects in three dimensions by aberration-corrected electron microscopy with 0.5 Å information limit*, Microscopy and Microanalysis **14**, 454 (2008).
- [8] H. LICHTER, *Electron holography approaching atomic resolution*, Ultramicroscopy **20**, 293 (1986).
- [9] A. TONOMURA, *Electron Holography*, Springer, 1989.

- [10] M. LEHMANN UND H. LICHTÉ, *Tutorial on Off-Axis Electron Holography*, *Microscopy and Microanalysis* **8**, 447 (2002).
- [11] D. GABOR, *A new microscopic principle*, *Nature* **161**, 777 (1948).
- [12] A. TONOMURA, T. MATSUDA UND J. ENDO, *Direct Observation of Fine Structure of Magnetic Domain Walls by Electron Holography*, *Physical Review Letters* **44**, 1430 (1980).
- [13] M. R. MCCARTNEY UND Y. ZHU, *Induction mapping of  $Nd_2Fe_{14}B$  magnetic domains by electron holography*, *Applied Physics Letters* **72**, 1380 (1998).
- [14] G. MÖLLENSTEDT UND M. KELLER, *Elektroneninterferometrische Messung des inneren Potentials*, *Zeitschrift für Physik* **148**, 34 (1957).
- [15] M. GAJDARDZISKA-JOSIFOVSKA, M. R. MCCARTNEY, W. J. RUIJTER, D. J. SMITH, J. K. WEISS UND J. M. ZUO, *Accurate measurements of mean inner potential of crystal wedges using digital electron holograms*, *Ultramicroscopy* **50**, 285 (1993).
- [16] S. FRABBONI, G. MATTEUCCI UND G. POZZI, *Observation of electrostatic fields by electron holography: The case of reverse-biased p-n junctions*, *Ultramicroscopy* **23**, 29 (1987).
- [17] Y. YAO, C. LI, Z. L. HUO, C. X. ZHU, C. Z. GU, X. F. DUAN, Y. G. WANG, L. GU UND R. C. YU, *In situ electron holography study of charge distribution in high- $\kappa$  charge-trapping memory*, *Nature Communications* **4** (2013).
- [18] M. HÛTCH, F. HOUELIER, F. HÛE UND E. SNOECK, *Nanoscale holographic interferometry for strain measurements in electronic devices*, *Nature* **435**, 1086 (2008).
- [19] M. E. HAINE UND T. MULVEY, *The Formation of the Diffraction Image with Electrons in the Gabor Diffraction Microscope*, *Journal of the Optical Society of America* **42**, 763 (1952).
- [20] P. A. MIDGLEY, *An introduction to off-axis electron holography*, *Micron* **32**, 167 (2001).
- [21] C. T. KOCH UND A. LUBK, *Off-axis and inline electron holography: A quantitative comparison*, *Ultramicroscopy* **110**, 460 (2010).

- 
- [22] M. LINCK, B. FREITAG, S. KUJAWA, M. LEHMANN UND T. NIERMANN, *State of the art in atomic resolution off-axis electron holography*, Ultramicroscopy **116**, 13 (2012).
- [23] H. LICHTÉ, D. GEIGER, A. HARSCHER, E. HEINDL, M. LEHMANN, D. MALAMIDIS, A. ORCHOWSKI UND W.-D. RAU, *Artefacts in electron holography*, Ultramicroscopy **64**, 67 (1996).
- [24] H. LICHTÉ, *Electron holography: optimum position of the biprism in the electron microscope*, Ultramicroscopy **64**, 79 (1996).
- [25] K. YAMAMOTO, T. HIRAYAMA UND T. TANJI, *Off-axis electron holography without Fresnel fringes*, Ultramicroscopy **101**, 265 (2004).
- [26] K. HARADA, A. TONOMURA, Y. TOGAWA, T. AKASHI UND T. MATSUDA, *Double-biprism electron interferometry*, Applied Physics Letters **84**, 3229 (2004).
- [27] M. LINCK, P. ERCIUS, J. CISTON, M. BOESE UND U. DAHMEN, *Low-voltage off-axis electron holography in the TEAM I microscope: pure phase contrast of beam sensitive objects*, Microscopy and Microanalysis **18**, 478 (2012).
- [28] E. ABBE, *Beiträge zur Theorie des Mikroskops und der mikroskopischen Wahrnehmung*, Archiv für Mikroskopische Anatomie **9**, 413 (1873).
- [29] L. DE BROGLIE, *Radiations - Ondes et quanta*, Comptes rendus de l'Académie des Sciences **177**, 507 (1923).
- [30] D. B. WILLIAMS UND C. B. CARTER, *Transmission Electron Microscopy*, Vol. 4, Springer Science + Business Media, 2009.
- [31] A. TONOMURA, T. MATSUDA, J. ENDO, H. TODOKORO UND T. KOMODA, *Development of a Field Emission Electron Microscope*, Journal of Electron Microscopy **28**, 1 (1979).
- [32] F. LEDNICKÝ, E. COUFALOVÁ, J. HRMÁDKOVÁ, A. DELONG UND V. KOLARIK, *Low-voltage TEM imaging of polymer blends*, Ultramicroscopy **41**, 4909 (2000).
- [33] G. DUPOUY, F. PERRIER UND L. DURRIEU, *Microscope électronique fonctionnant sous très haute tension*, Comptes Rendus de l'Académie des Sciences **251**, 2836 (1960).
- [34] F. LENZ, *Electron Microscopy in Material Science*, chapter Transfer of image information in the electron microscope, Academic Press, 1971.
-

- [35] K.-J.HANSEN, *The optical transfer theory of the electron microscope: fundamental principles and applications*, Advances in Optics and Electron Microscopy **4**, 1 (1971).
- [36] W. O. SAXTON, *Observation of lens aberrations for very high-resolution electron microscopy I. Theory*, Journal of Microscopy **179**, 201 (1995).
- [37] S. UHLEMANN UND M. HAIDER, *Residual wave aberrations in the first spherical aberration corrected transmission electron microscope*, Ultramicroscopy, **72**, 109 (1998).
- [38] M. LINCK, *Off-axis Holografie im aberrationskorrigierten Transmissionselektronenmikroskop*, Dissertation, TU Dresden, 2010.
- [39] M. HAIDER, G. BRAUNSHAUSEN UND E. SCHWAN, *Correction of the spherical aberration of a 200 kV TEM by means of a hexapole-corrector*, Optik **99**, 167 (1995).
- [40] N. DELLBY, O. L. KRIVANEK, P. D. NELLIST, P. E. BATSON UND A. R. LUPINI, *Progress in aberration-corrected scanning transmission electron microscopy*, Journal of Electron Microscopy **50**, 177 (2001).
- [41] P. W. HAWKES UND E. KASPER, *Principles of Electron Optics*, Vol. 1, Academic Press, 1989.
- [42] J. FRANK, *The envelope of electron microscopic transfer functions for partially coherent illumination*, Optik **38**, 519 (1973).
- [43] K. ISHIZUKA, *Contrast transfer of crystal images in TEM*, Ultramicroscopy **5**, 55 (1980).
- [44] D. VAN DYCK UND A. F. DE JONG, *Ultimate resolution and information in electron microscopy: general principles*, Ultramicroscopy **47**, 266 (1992).
- [45] A. F. DE JONG UND D. VAN DYCK, *Ultimate resolution and information in electron microscopy II. The information limit of transmission electron microscopes*, Ultramicroscopy **49**, 66 (1993).
- [46] L. REIMER, *Transmission Electron Microscopy*, Springer, 1989.
- [47] M. BORN UND E. WOLF, *Principles of Optics*, Pergamon Press, 1993.
- [48] D. WOLF, *Elektronen-Holographische Tomographie zur 3D-Abbildung von elektrostatischen Potentialen in Nanostrukturen*, Dissertation, TU Dresden, 2011.

- [49] F. ZERNIKE, *Diffraction theory of the knife-edge test and its improved form, the phase-contrast method*, Monthly Notices of the Royal Astronomical Society **94**, 377 (1934).
- [50] F. ZERNIKE, *How I discovered phase contrast*, Science **121**, 345 (1955).
- [51] O. SCHERZER, *The theoretical resolution limit of the electron microscope*, Journal of Applied Physics **20**, 20 (1949).
- [52] H. LICHTER, *Optimum focus for taking electron holograms*, Ultramicroscopy **38**, 13 (1991).
- [53] K. H. HERRMANN, P. SCHISKE UND F. ZEMLIN, Mikroskopie **32**, 235 (1976).
- [54] F. ZEMLIN, K. WEISS, P. SCHISKE, W. KUNATH UND K.-H. HERMANN, *Coma-free alignment of high resolution electron microscopes with the aid of optical diffractograms*, Ultramicroscopy **3**, 49 (1978).
- [55] O. SCHERZER, *Sphärische und chromatische Korrektur von Elektronen-Linsen*, Zeitschrift für Physik **101**, 593 (1936).
- [56] O. SCHERZER, *Sphärische und chromatische Korrektur von Elektronen-Linsen*, Optik **2**, 114 (1947).
- [57] H. ROSE, *Outline of a spherically corrected semiaplanatic medium-voltage transmission electron microscope*, Optik **85**, 19 (1990).
- [58] M. HAIDER, H. ROSE, S. UHLEMANN, E. SCHWAN, B. KABUS UND K. URBAN, *Electron Microscopy Image Enhanced*, Nature **392**, 768 (1998).
- [59] M. HAIDER, H. MÜLLE, S. UHLEMANN, J. ZACH, U. LOEBAU UND R. HOESCHEN, *Prerequisites for a  $C_C/C_S$ -corrected ultrahigh-resolution TEM*, Ultramicroscopy **108**, 167 (2008).
- [60] M. LINCK, H. LICHTER UND M. LEHMANN, *Electron holography: materials analysis by atomic resolution*, International Journal of Materials Research **97**, 890 (2006).
- [61] J. M. COWLEY, *Twenty forms of electron holography*, Ultramicroscopy **41**, 335 (1992).
- [62] A. I. KIRKLAND, W. O. SAXTON, K.-L. CHAU, K. TSUNO UND M. KAWASAKI, *Super-resolution by aperture synthesis: tilt series reconstruction in CTEM*, Ultramicroscopy **57**, 335 (1995).

- [63] P. SCHISKE, *Zur Frage der Bildrekonstruktion durch Fokusreihen*, Proceedings of the 4th European Conference on Electron Microscopy (1968).
- [64] A. H. BUIST, A. VAN DEN BOS UND M. A. O. MIEDEMA, *Optimal experimental design for exit wave reconstruction from focal series in TEM*, Ultramicroscopy **64**, 137 (1996).
- [65] P. HARIHARAN, *Basics of Holography*, Cambridge University Press, 2002.
- [66] T. VINCENT, *Introduction to Holography*, CRC Press, 2012.
- [67] H. LICHTÉ, *Electron holography I. Can electron holography reach 0.1 nm resolution?*, Ultramicroscopy **47**, 223 (1992).
- [68] D. GABOR, *Microscopy by reconstructed wave fronts*, Proc. Roy. Soc. **A197**, 454 (1949).
- [69] E. N. LEITH UND J. UPATNIEKS, *Reconstructed Wavefronts and Communication Theory*, Journal of the Optical Society of America **52**, 1123 (1962).
- [70] G. MÖLLENSTEDT UND H. DÜKER, *Fresnelscher Interferenzversuch mit einem Biprisma für Elektronenwellen*, Die Naturwissenschaften **42**, 41 (1955).
- [71] G. MÖLLENSTEDT UND H. DÜKER, *Beobachtungen und Messungen an Biprisma-Interferenzen mit Elektronenwellen*, Zeitschrift für Physik **145**, 377 (1956).
- [72] H. WAHL, *Bildebenenholographie mit Elektronen*, Dissertation, Universität Tübingen, 1975.
- [73] H. LICHTÉ, *Gottfried Möllenstedt and his electron biprism: four decades of challenging and exciting electron physics*, Journal of Electron Microscopy **47**, 387 (1998).
- [74] G. F. MISSIROLI, G. POZZI UND U. VALDRÈ, *Electron interferometry and interference electron microscopy*, Journal of Physics E: Scientific Instruments **14**, 649 (1981).
- [75] H. LICHTÉ, *Advances in optical and Electron Microscopy*, Vol. 12, page 25, Academic Press, 1991.
- [76] W. D. RAU UND H. LICHTÉ, *Introduction to Electron Holography*, page 208, Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York, 1999.
- [77] L. EULER, *Introductio in analysin infinitorum*, Bernuset, Delamolliere, Falque & Soc., Lyon, 1748.

- [78] F. LENZ, *Statistics of phase and contrast determination in electron holograms*, *Optik* **79**, 13 (1987).
- [79] A. A. MICHELSON, *Studies in Optics*, Dover Publications, 1927.
- [80] F. RÖDER, A. LUBK, D. WOLF UND T. NIERMANN, *Noise estimation for off-axis electron holography*, *Ultramicroscopy* (2014).
- [81] R. R. MEYER UND A. KIRKLAND, *The effects of electron and photon scattering on signal and noise transfer properties of scintillators in CCD cameras used for electron detection*, *Ultramicroscopy* **75**, 23 (1998).
- [82] R. A. JONES, *An Automated Technique for Deriving MTF's from Edge Traces*, *Phot. Sci. Eng.* **11**, 102 (1967).
- [83] A. THUST, *High-Resolution Transmission Electron Microscopy on an Absolute Contrast Scale*, *Physical Review Letters* **102**, 220801 (2009).
- [84] R. GHADIMI, I. DABERKOW, C. KOFLER, P. SPARLINEK UND H. TIETZ, *Characterization of 16 MegaPixel CMOS Detector for TEM by Evaluating Single Events of Primary Electrons*, *Microscopy and Microanalysis* **17**, 1208 (2011).
- [85] T. NIERMANN, Private Mitteilung, 2012.
- [86] O. KLEIN, A. CHUVILIN, J. BISKUPEK UND U. KAISER, *The Stability of High Tension Measured by Convergent Beam Electron Diffraction as Base for High Accuracy of Lattice Parameter Determination*, *Microscopy and Microanalysis* **13**, 132 (2007).
- [87] P. C. TIEMEIJER, *Measurements of Coulomb interactions in an electron beam monochromator*, *Japanese Journal of Electron Microscopy* **78**, 53 (1999).
- [88] G. ADE, *Der Einfluß der teilkohärenten Beleuchtung bei der Aufnahme von off-axis-Bildebenen hologrammen auf das rekonstruierte Bild*, *PTB-APh* **18**, 1 (1982).
- [89] P. H. VAN CITTERT, *Die Wahrscheinliche Schwingungsverteilung in einer von einer Lichtquelle direkt oder mittels einer Linse beleuchteten Ebene*, *Physica* **1**, 201 (1934).
- [90] F. ZERNIKE, *The concept of degree of coherence and its application to optical problems*, *Physica* **5**, 785 (1938).
- [91] J. VERBEECK, A. BÉCHÉ UND W. VAN DEN BROEK, *A holographic method to measure the source size broadening in STEM*, *Ultramicroscopy* **120**, 35 (2012).

- [92] C. J. TAY, C. QUAN, F. J. YANG UND X. Y. HE, *A new method for phase extraction from a single fringe pattern*, Optics Communications **239**, 251 (2004).
- [93] T. FUJITA, K. YAMAMOTO, M. R. MCCARTNEY UND D. J. SMITH, *Reconstruction technique for off-axis electron holography using coarse fringes*, Ultramicroscopy **106**, 486 (2006).
- [94] E. N. LEITH UND J. UPATNIEKS, *Wavefront Reconstruction with Continuous-Tone Objects*, Journal of the Optical Society of America **53**, 1377 (1963).
- [95] F. J. FRANKE, K. H. HERRMANN UND H. LICHTÉ, *Numerical reconstruction of the electron object wave from an electron hologram including the correction of aberrations*, Scanning Microscopy (Suppl.) **2**, 59 (1988).
- [96] W. D. RAU, H. LICHTÉ, E. VÖLKL UND U. WEIERSTALL, *Real time reconstruction of electron-of-axis holograms recorded with a high pixel CCD camera*, Journal of Computer-Assisted Microscopy **3**, 51 (1991).
- [97] E. O. BRIGHAM, *FFT: Schnelle Fouriertransformation*, R. Oldenburg Verlag, 1989.
- [98] E. VÖLKL UND H. LICHTÉ, *Electron holograms for subangström point resolution*, Ultramicroscopy **32**, 177 (1990).
- [99] M. LEHMANN, *Numerische Rekonstruktion der aberrationsfreien Objektwelle aus off-axis Elektronenhogrammen*, Dissertation, Eberhard-Karls-Universität zu Tübingen, 1997.
- [100] G. ADE UND R. LAUER, *Exponentialfilter zur Verringerung des Rauschens in Rekonstruktionen von off-axis-Hogrammen (Exponential filter for noise reduction in reconstructions of off-axis holograms)*, Optik (Suppl.) **88**, 96 (1991).
- [101] S. M. SCHRAMM UND R. M. TROMP S. J. VAN DER MOLEN, *Intrinsic instability of aberration-corrected electron microscopes*, Physical Review Letters **109**, 163901 (2012).
- [102] J. BARTHEL UND A. THUST, *On the optical stability of high-resolution transmission electron microscopes*, Ultramicroscopy **134**, 6 (2013).
- [103] Q. FU, H. LICHTÉ UND E. VÖLKL, *Correction of aberrations of an electron microscope by means of electron holography*, Physical Review Letters **67**, 2319 (1991).

- [104] K. ISHIZUKA, T. TANJI, A. TONUMURA, T. OHNO UND Y. MURAYAMA, *Aberration correction using off-axis holography I. Aberration assessment*, Ultramicroscopy **53**, 361 (1994).
- [105] G. LANG, M. LEHMANN UND H. LICHTER, *Bestimmung der Aberrationen aus einem off-axis Elektronenhologramm: Diskussion, Simulation und Experiment*, Optik Supplement **6**, 56 (1995).
- [106] M. LEHMANN, *Determination and correction of the coherent wave aberration from a single off-axis electron hologram by means of a genetic algorithm*, Ultramicroscopy **85**, 165 (2000).
- [107] E. KASPER, *On the geometrical aberrations in electrostatic biprisms*, Optik **92**, 45 (1992).
- [108] C. DAVISSON UND L. H. GERMER, *Diffraction of Electrons by a Crystal of Nickel*, Physical Review Letters **30**, 705 (1927).
- [109] C. DAVISSON UND L. H. GERMER, *The Scattering of Electrons by a Single Crystal of Nickel*, Nature **119**, 558 (1927).
- [110] M. LEHMANN UND H. LICHTER, *Der Window-Effekt in der off-axis Elektronenholographie*, Optik Supplement **6**, 56 (1995).
- [111] W. J. DE RUIJTER UND J. K. WEISS, *Detection limits in quantitative off-axis electron holography*, Ultramicroscopy **50**, 269 (1993).
- [112] M. LEHMANN, *Influence of the elliptical illumination on acquisition and correction of coherent aberrations in high-resolution electron holography*, Ultramicroscopy **100**, 9 (2004).
- [113] HANNES LICHTER, *Performance limits of electron holography*, Ultramicroscopy **108**, 256 (2008).
- [114] J. N. CHAPMAN, *The investigation of magnetic domain structures in thin foils by electron microscopy*, Journal of Physics D: Applied Physics **17**, 623 (1984).
- [115] J. N. CHAPMAN, A. B. JOHNSTON, L. J. HEYDERMAN, S. MCVITIE UND W. A. P. NICHOLSON, *Qualitative measurement of magnetic induction*, Coherent Magnetic Imaging by TEM IEEE Transactions on Magnetics **30**, 4479 (1994).

- [116] J. SICKMANN, P. FORMÁNEK, M. LINCK, U. MUEHLE UND H. LICHTÉ, *Imaging modes for potential mapping in semiconductor devices by electron holography with improved lateral resolution*, Ultramicroscopy **111**, 290 (2011).
- [117] K. HARADA, T. AKASHI, Y. TOGAWA, T. MATSUDA UND A. TONOMURA, *Double-biprism electron interferometry*, Journal of Electron Microscopy **54**, 19 (2005).
- [118] K. HARADA, T. AKASHI, Y. TOGAWA, T. MATSUDA UND A. TONOMURA, *Optical system for double-biprism electron holography*, Journal of Electron Microscopy **54**, 19 (2005).
- [119] D. VAN DYCK, H. LICHTÉ UND J. C. H. SPENCE, *Inelastic scattering and holography*, Ultramicroscopy **81**, 187 (2000).
- [120] W. H. BRAGG UND W. L. BRAGG, *The Reflection of X-rays by Crystals*, Proceedings of the Royal Society of London, Series A **88**, 428 (1913).
- [121] K. MIYASHITA, K. YAMAMOTO, T. HIRAYAMA UND T. TANJI, *Direct observation of electrostatic microfields by four-electron-wave interference using two electron biprisms*, Journal of Electron Microscopy **53**, 577 (2004).
- [122] G. MOLINA-TERRIZA, J. P. TORRES UND LLUIS TORNER, *Twisted photons*, Nature Physics **3**, 305 (2007).
- [123] J. VERBEECK, H. TIAN UND P. SCHATTSCHNEIDER, *Production and application of electron vortex beams*, Nature **467**, 301 (2010).
- [124] M. UCHIDA UND A. TONOMURA, *Generation of electron beams carrying orbital angular momentum*, Nature **464**, 737 (2010).
- [125] P. SCHATTSCHNEIDER, M. STÖGER-POLLACH UND J. VERBEECK, *Novel Vortex Generator and Mode Converter for Electron Beams*, Physical Review Letters **109**, 084801 (2012).
- [126] T. NIERMANN, J. VERBEECK UND M. LEHMANN, *Creating arrays of electron vortices*, Ultramicroscopy **136**, 165 (2014).
- [127] T. HIRAYAMA, T. TANJI UND A. TONOMURA, *Dynamic observation of magnetic domains by on-line real-time electron holography*, Applied Physics Letters **67**, 1185 (1995).

- 
- [128] T. HIRAYAMA, G. LAI, T. TANJI, N. TANAKA UND A. TONOMURA, *Interference of three electron waves by two biprisms and its application to direct visualization of electromagnetic fields in small regions*, Journal of Applied Physics **82**, 522 (1997).
- [129] W. F. SCHLOTTER, R. RICK, K. CHEN, A. SCHERZ, J. STÖHR, J. LÜNING, S. EISEBITT, C. GÜNTHER, W. EBERHARDT, O. HELLOWIG, UND I. MCNULTY, *Multiple reference Fourier transform holography with soft x rays*, Applied Physics Letters **89**, 163112 (2006).
- [130] T. WANG, D. ZHU, B. WU, C. GRAVES, S. SCHAFFERT, T. RANER, L. MÜLLER, B. VODUNGBO, C. BAUMIER, D. P. BERNSTEIN, B. BRÄUER, V. CROS, S. DE JONG, R. DELAUNAY, A. FOGNINI, R. KUKREJA, S. LEE, V. LÓPEZ-FLORES, J. MOHANTY, B. PFAU, H. POPESCU, M. SACCHI, A. B. SARDINHA, F. SIROTTI, P. ZEITOUN, M. MESSERSCHMIDT, J. J. TURNER, W. F. SCHLOTTER, O. HELLOWIG, R. MATTANA, N. JAOUEN, F. FORTUNA, Y. ACREMANN, C. GUTT, H. A. DÜRR, E. BEAUREPAIRE, C. BOEGLIN, S. EISEBITT, G. GRÜBEL, J. LÜNING, J. STÖHR UND A. O. SCHERZ, *Femtosecond Single-Shot Imaging of Nanoscale Ferromagnetic Order in Co/Pd Multilayers Using Resonant X-Ray Holography*, Physical Review Letters **108**, 267403 (2012).
- [131] T. TANIGAKI, Y. INADA, S. AIZAWA, T. SUZUKI, H. S. PARK, T. MATSUDA, A. TANIYAMA, D. SHINDO UND A. TONOMURA, *Split-illumination electron holography*, Applied Physics Letters **101**, 043101 (2012).
- [132] T. TANIGAKI, SHIJI AIZAWA, H. S. PARK, T. MATSUDA, K. HARADA UND D. SHINDO, *Advanced split-illumination electron holography without Fresnel fringes*, Ultramicroscopy **137**, 7 (2014).
- [133] G. WENTZEL, *Zwei Bemerkungen über die Zerstreung korpuskularer Strahlen als Beugungserscheinung*, Zeitschrift für Physik A: Hadrons and Nuclei **40**, 590 (1926).
- [134] J. A. IBERS, *Atomic scattering amplitudes for electrons*, Acta Crystallographica **11**, 178 (1958).
- [135] P. A. DOYLE UND P. S. TURNER, *Relativistic Hartree-Fock X-ray and electron scattering factors*, Acta Crystallographica A **24**, 390 (1968).
- [136] E. J. KIRKLAND, *Advanced Computing in Electron Microscopy*, Springer, 2010.
- [137] R. W. G. WYCKHOFF, *Crystal Structures 1*, Ed. 2, Interscience Publisher, New York, 1963.
-

- [138] E. R. JETTE UND F. FOOTE, *Precision determination of lattice constants*, Journal of Chemical Physics **3**, 605 (1935).
- [139] S. NAKAMURA, S. PEARTON UND G. FASOL, *The Blue Laser Diode: The Complete Story*, Springer, 2000.
- [140] R. M. FARREL, D. F. FEEZELL, M. C. SCHMIDT, D. A. HAEGER, K. M. KELCHNER, K. ISO, H. YAMADA, M. SAITO, K. FUJITO, D. A. COHEN, J. S. SPECK, S. P. DENBAARS UND S. NAKAMURA, *Continuous-wave Operation of AlGaIn-cladding-free Nonpolar m-Plane InGaIn/GaN Laser Diodes*, Continuous-wave Operation of AlGaIn-cladding-free Nonpolar m-Plane InGaIn/GaN Laser Diodes **46**, 761 (2007).
- [141] W. QIAN, M. SKOWRONSKI UND G. R. ROHRER, *Structural defects and their relationship to nucleation of GaN thin films*, Material Research Society Symposium Proceedings **423**, 475 (1996).
- [142] T. NIERMANN UND M. LEHMANN, *Averaging scheme for atomic resolution off-axis electron holograms*, Micron **63**, 28 (2014).
- [143] P. A. STADELMANN, *EMS - A Software Package for Electron Diffraction Analysis and HREM Image Simulations in Materials Science*, Ultramicroscopy **21**, 131 (1987).

---

# A Liste der wichtigsten Symbole und Formelzeichen

---

Symbol	Beschreibung
$A$	Amplitude
$a$	Abstand Beugungsebene zum Biprisma
$b$	Abstand Biprisma zur Bildebene
$\gamma$	Ablenkwinkel des Biprismas
$\gamma_0$	Biprismakonstante
$c$	Lichtgeschwindigkeit
$C_c$	chromatische Aberration
$C_s$	sphärische Aberration
$\delta_0$	Standardabweichung der Biprismaposition
$\Delta$	Verschiebung der Hologrammstreifen
$\Delta E$	Energiebreite
$e$	Elektronenladung
$h$	Planck'sches Wirkungsquantum
$k$	Wellenzahl
$\lambda$	Wellenlänge
$L$	Kameralänge
$\mu$	Kontrastdämpfung allgemein
$\mu_{inst}$	Kontrastdämpfung der Vibrationen
$\mu_{mtf}$	Kontrastdämpfung der Kamera
$\mu_{sc}$	Kontrastdämpfung durch part. räuml. Kohärenz
$M$	Vergrößerung allgemein
$M_{ol}$	Vergrößerung der Objektivlinse
$M_{xl}$	Vergrößerung der Extralinsse

Symbol	Beschreibung
$m_e$	Elektronenmasse
$N$	Anzahl der Zählereignisse/Elektronen
$p$	Impuls
$\varphi$	Phase
$\vec{q}$	Ortsfrequenzvektor
$\vec{r}$	Ortsvektor
$r_f$	Biprismaradius
$s$	Hologrammstreifenabstand (1 Biprisma)
$s_2$	Hologrammstreifenabstand (2 Biprismen)
$U_a$	Beschleunigungsspannung
$U_f$	Biprismaspannung
$U_{f1}$	Biprismaspannung am 1. Biprisma
$U_{f2}$	Biprismaspannung am 2. Biprisma
$V$	Kontrast
$w$	Hologrammbreite (1 Biprisma)
$w_{01}$	Überlagerungsbreite (1 Biprisma)
$w_{s1}$	Biprismaschatten (1 Biprisma)
$w_2$	Hologrammbreite (2 Biprismen)
$w_{02}$	Überlagerungsbreite (2 Biprismen)
$w_{s2}$	Biprismaschatten (2 Biprismen)
$w_s$	Schattenbreite auf Höhe des 2. Biprismas
$\chi(\vec{g})$	Aberrationsfunktion

---

## Danksagung

Wenn der Teufel im Detail steckt, also im Kleinen, so ist das Atom das wohl infernalischste aller Dinge. Ich möchte allen sehr herzlich danken, die mir bei der Suche nach seiner Phase – bzw. dem besten Weg diese zu bestimmen – hilfreich zur Seite standen und auf die ein oder andere Weise zum Gelingen beigetragen haben.

Michael Lehmann hat das nötige Umfeld geschaffen und mir die Möglichkeit gegeben, die Faszination der Elektronenholographie kennenzulernen. Ich danke ihm außerdem für die wissenschaftliche Betreuung und Förderung.

Josef Zweck danke ich für die Bereitschaft, trotz eines dicht gepackten Terminkalenders das Zweitgutachten anzufertigen.

Tore Niermann hat mir in manch einer wissenschaftlichen Diskussion neue gedankliche Anstöße gegeben und hatte viele nützliche Programmier-Tipps parat.

Meine Ko-Doktoranden Daniela Zengler, Felix Kießling, Jae Bum Park, Margarita Matzeck und Dennis Plüscke sowie Elke Jeltsch, Silke Stöwer und Ralf Zipperling haben im Labor, im Büro und darüber hinaus eine sehr angenehme Atmosphäre geschaffen, in der das Arbeiten Spaß machte. In diesem Zusammenhang sind auch die Diplom-, Bachelor- bzw. Masterstudenten Stefanie Frömmel, Maren Schiersch, Nadine Burisch, Dorthée Eckert, Udo Hömpler, Thorsten Pröhl, Robin Senftleben, Markus Biedermann, Moritz Hartwig, Sten Seifert, Monir Rychetsky, Felix Herrmann, Jan Ruschel, Nicolai Klemke und Patrick Putzke zu nennen. Mit einigen von ihnen habe ich außerdem lehrreiche Stunden am Mikroskop verbracht habe.

Meine Kollegen Dirk Berger, Sören Selve, Ulrich Gernert, Jörg Nissen, Christoph Fahrenson, Iryna Driehorst, Irene Preuß, Jan Simke, Cordelia Lange und Francois Galbert von der Zentraleinrichtung Elektronenmikroskopie haben mir einige interessante Einblicke in die Rasterelektronenmikroskopie gewährt und waren beim gemeinsamen Konferenzbesuch angenehme Reisepartner.

Meinem Bruder Mathias danke ich fürs Korrekturlesen und einige Hinweise zur Strukturierung. Meinen Eltern und meiner Schwester Julika danke ich für die Ermutigung in den besonders arbeitsintensiven Phasen.

Nicht zuletzt bin ich dankbar für den ganz und gar nicht selbstverständlichen Umstand, in einer friedlichen, aufgeklärten Gesellschaft leben zu dürfen, welche der Wissenschaft einen so hohen Stellenwert einräumt und entsprechende Mittel für sie bereitstellt.