



Doctoral Thesis

## Amorphe Leichtatomschichten in der hochauflösenden Elektronenmikroskopie

**Author(s):**

Ruchti, Peter

**Publication Date:**

1981

**Permanent Link:**

<https://doi.org/10.3929/ethz-a-000238287> →

**Rights / License:**

[In Copyright - Non-Commercial Use Permitted](#) →

This page was generated automatically upon download from the [ETH Zurich Research Collection](#). For more information please consult the [Terms of use](#).

Diss. ETH 6802

AMORPHE LEICHTATOMSCHICHTEN IN DER  
HOCHAUFLOESENDEN ELEKTRONENMIKROSKOPIE

Abhandlung  
zur Erlangung  
des Titels eines Doktors der Naturwissenschaften  
der  
EIDGENOESSISCHEN TECHNISCHEN HOCHSCHULE  
ZUERICH

vorgelegt von  
PETER RUCHTI  
dipl. Physiker ETH  
geboren am 25. Februar 1945  
von Homberg BE

Angenommen auf Antrag von  
Prof. Dr. Th. Koller, Referent  
Prof. Dr. E. B. Bas, Korreferent  
Prof. Dr. O. Kuebler, Korreferent

## ZUSAMMENFASSUNG

Duennste, amorphe Leichtatom-Traegerschichten sind auf Grund ihres geringen Kontrastbeitrags in der hochaufloesenden Elektronenmikroskopie von grosser Bedeutung. Struktureigenschaften von amorphen Schichten sind wesentlich von den Praeparationsbedingungen abhaengig. Wichtigster Parameter ist dabei die Kondensationstemperatur. Tiefe Temperaturen beguenstigen nicht nur amorphes Schichtwachstum, durch die stark verminderte Oberflaechendiffusion werden kleinste Atomkeime bei groesserer Flaechendichte erzielt, was gleichbedeutend ist mit erhoelter Aufloesung in der Schwermetallkontrastierung von Biomakromolekuelen. In einer aufgebauten Ultra-Hoch-Vakuum (UHV)-Anlage ist ein Heliumverdampferkryostat eingesetzt worden. Gemessen werden Totaldruck, Partialdrucke, Aufdampfmenge, Aufdampftrate und Substrattemperatur. Hergestellt werden Schichtdickenserien von Kohle-, Aluminiumoxid und Berylliumoxid (bei 16 Kelvin aufgedampfte Aluminium- und Berylliumschichten kondensieren in mikrokristalliner Struktur und werden deshalb in die Untersuchung nicht einbezogen). Die UHV-Anlage wird in einer Uebersicht gezeigt, wobei die einzelnen Elemente wie UHV-Schleuse, Manipulator, UHV-Brecheinrichtung fuer die Herstellung kontaminationsfreier NaCl-Kristalloberflaechen, Aufdampfkanonen und Helium-Verdampferkryostat in ihrer Funktionsweise kurz beschrieben werden. Die Analyse nach Fremdatomen in der Schicht wird mit einem Sekundaer-Ionen-Massen-Spektrometer (SIMS) vorgenommen. Aus diesen Spektren wird die zusaetzliche Adsorption von Fremdatomen oder Ionen durch den Abloesungsprozess einer Kohleschicht vom NaCl-Kristall ermittelt. Festgestellt werden stark erhoelte Konzentrationen von Na, Al, Si und Fe.

Die Hellfeld-Phasenkontrast-Aufnahmen von amorphen Leichtatomschichten zeigen bei hoher Aufloesung eine

defokusabhaengige granulaere Struktur. Die Traegerfilme werden in gekippter Position mikroskopiert, damit ist auf einer einzelnen Aufnahme ein grosser Defokusbereich enthalten. Aus den Thon-Diagrammen der einzelnen Aufnahmen koennen Uebertragungsgrenze und Verlauf der Kontrastvarianz (speziell eingezeichnet) entnommen werden. Die elektronenoptischen Eigenschaften werden durch die Korrelationsfunktionen quantifiziert. Die Peakhoehe (Kontrast-Varianz) gibt ein Mass fuer die Staerke der Granularitaet, die Peakbreite der Korrelationsfunktion bestimmt die mittlere Groesse der Granulen. Die Korrelationsfunktionen sind in perspektivischer Anordnung in abhaengigkeit von Defokus und Reichweite (Dipollaenge) fuer die verschiedenen Aufdampfmaterialien bei verschiedenen Schichtdicken aufgezeichnet. Aus den Korrelationsfunktionen werden Eigenschaften ermittelt, die unabhaengig von Schichtmaterial und Kondensationsbedingungen sind, andererseits kommen Materaleigenschaften und Kondensationsbedingungen durch unterschiedliche Kontrast-Varianz und Granulengroesse zum Ausdruck. Der Kontrast-Varianz-Verlauf zeigt einen unerwartet nicht monotonen Anstieg bei zunehmender Schichtdicke fuer alle Schichtmaterialien. Dagegen nimmt die mittlere Granulengroesse beinahe linear zu mit zunehmendem Unterfokus fuer alle Schichtmaterialien. Die Kontrast-Varianzwerte bei verschiedenen Defokusstufen sind materialspezifisch und teilweise von den Kondensationsbedingungen abhaengig. In graphischen Darstellungen ist die Kontrast-Varianz in Abhaengigkeit von Defokus und Schichtdicke fuer alle Schichtmaterialien und Kondensationsbedingungen aufgezeichnet.

Die Strukturveraenderungen, hervorgerufen durch den Elektronenstrahl, die sich im elektronenoptischen Bild manifestieren, werden aus 2. Aufnahmen derselben Objektstelle

durch die Kreuz- und Differenz-Korrelationsfunktionen quantitativ erfasst. Es wird festgestellt, dass unabhängig von Material und Schichtdicke der statistische Charakter des Bildes erhalten bleibt. Die Strukturveränderungen nehmen für alle Schichten mit zunehmendem Unterfokus ab. Kohlefilme werden mit zunehmender Dicke stabiler und zeigen ab einer Belegungsdichte von  $1.2 \mu\text{g}/\text{cm}^2$  konstante Werte. Die Metalloxidschichten sind gegenüber den Kohleschichten wesentlich instabiler.

Im Anhang ist eine Tieftemperatur-Wolframbeschattung von Chromatin enthalten. Durch die stark verminderte Oberflächendiffusion der Wolframatome bei einer Substrattemperatur von 16 Kelvin wird ein minimales Schwermetallkorn von ca.  $\varnothing.6 \text{ nm}$  erreicht.

## ABSTRACT

Visualization of single heavy atoms on amorphous support films in the electron microscope is complicated by the fact that random contrast fluctuations of the support film may completely obscure their images. Amorphous films and their electron optical images may be regarded as stationary two dimensional stochastic processes. The statistical properties of the image could be completely specified by evaluating all orders of joint probabilities of the image optical density values. The probability of random fluctuations in the support image interfering with the identification of images of atoms at the vertices of an  $n$ -sided polygon can be determined from the  $n$ -th order statistics. The probability has been calculated as a function of the OD at specified points, for  $n=1,2$ , and 3. The first order statistics amount to the probability of finding a particular OD in the image, where the width of the distribution gives the standard deviation of the OD values, or contrast. The second order statistics or covariance (correlation) function, provide an intuitive understanding of the granularity of the image. The method is found to be useful in quantitative assessment and comparison of the images. Radiation effects are studied by taking a time sequence of images of the same object. The change occurring from one image to the next are quantified by a statistical analysis of the different images. Measurements of the first and second order statistics are made from carbon, aluminum- and beryllium oxide films. The films are prepared in a ultra-high vacuum system under a variety of conditions (thickness, condensation-temperature, different substrates, vacuum). UHV-apparatus, the condensation data and an analysis of the films by means of secondary ion mass spectroscopy are given in detail. The contrast of all types of films are found to be a non-monotonic function of film thickness. Strong radiation induced changes are observed for aluminum and beryllium oxide films.