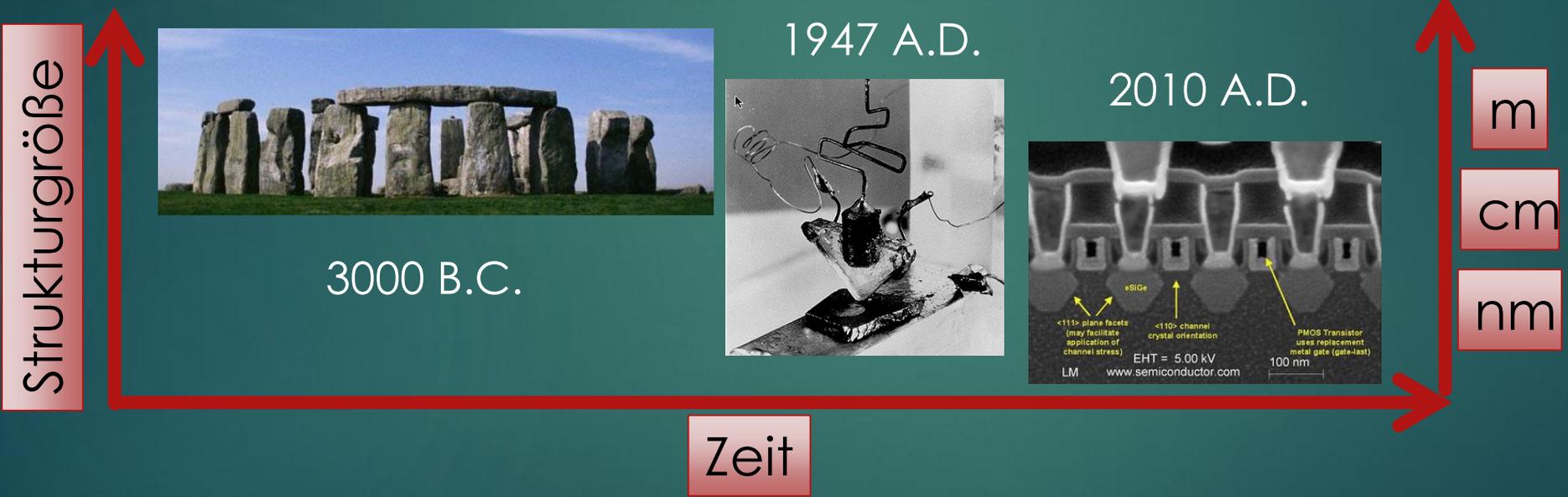


Mikroskopie

EINE KURZE EINFÜHRUNG IN HÄUFIG VERWENDETE METHODEN

DR. M. RATZKE

Einführung



Einführung

Grenze: 5 mm



Grenze: 50 μm



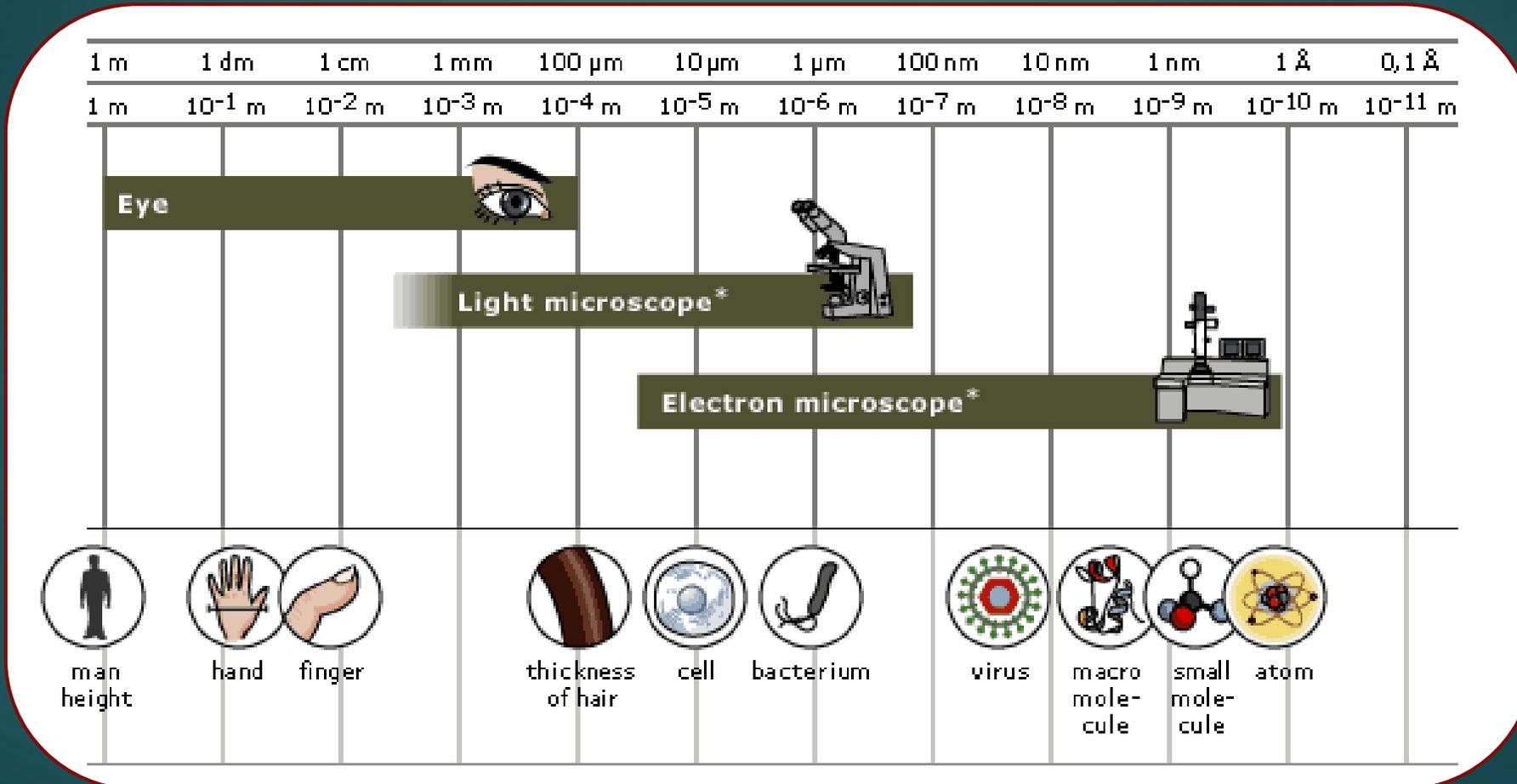
Einführung



Werkzeuge zur Visualisierung sind nötig:

Das sind Mikroskope! (μικρός: klein; σκοπεῖν: sehen)

Einführung



Optische Wahrnehmung

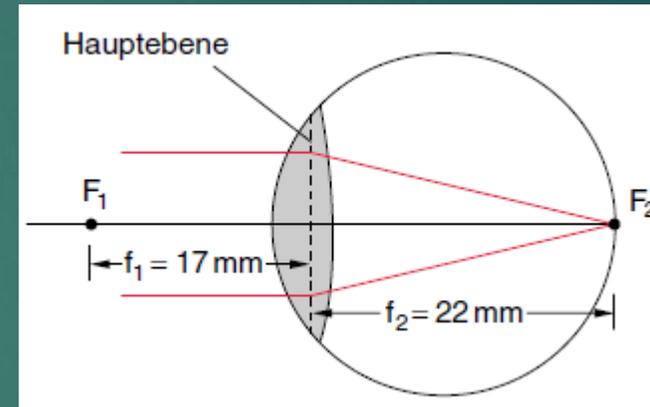
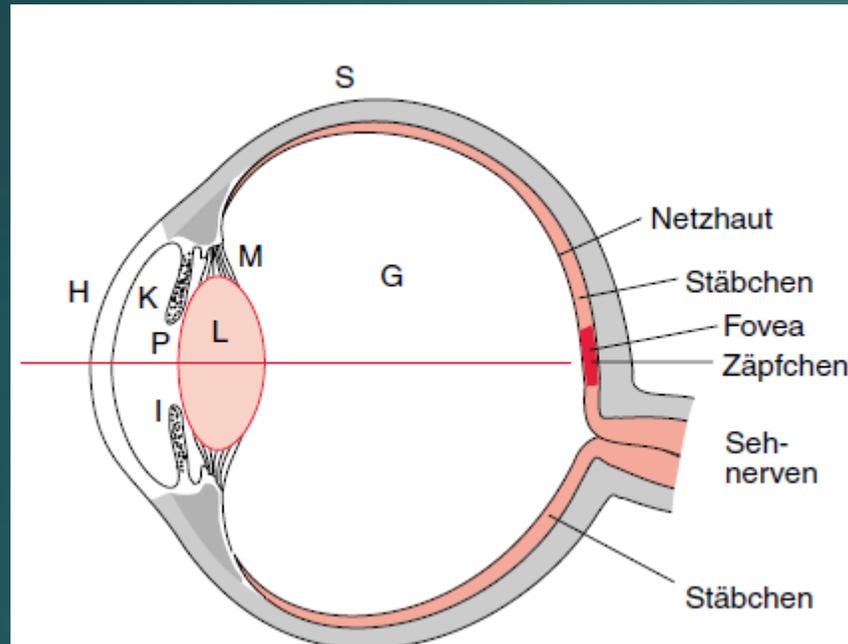
Optik und Licht

- ▶ Optik: Die Lehre vom Licht
 - ▶ οπτική – *optike* – „Lehre vom Sichtbaren“
 - ▶ *optiko* „zum Sehen gehörig“
 - ▶ *opsis* „das Sehen“
- ▶ Themen:
 - ▶ Ausbreitung von Licht
 - ▶ Wechselwirkung mit Materie

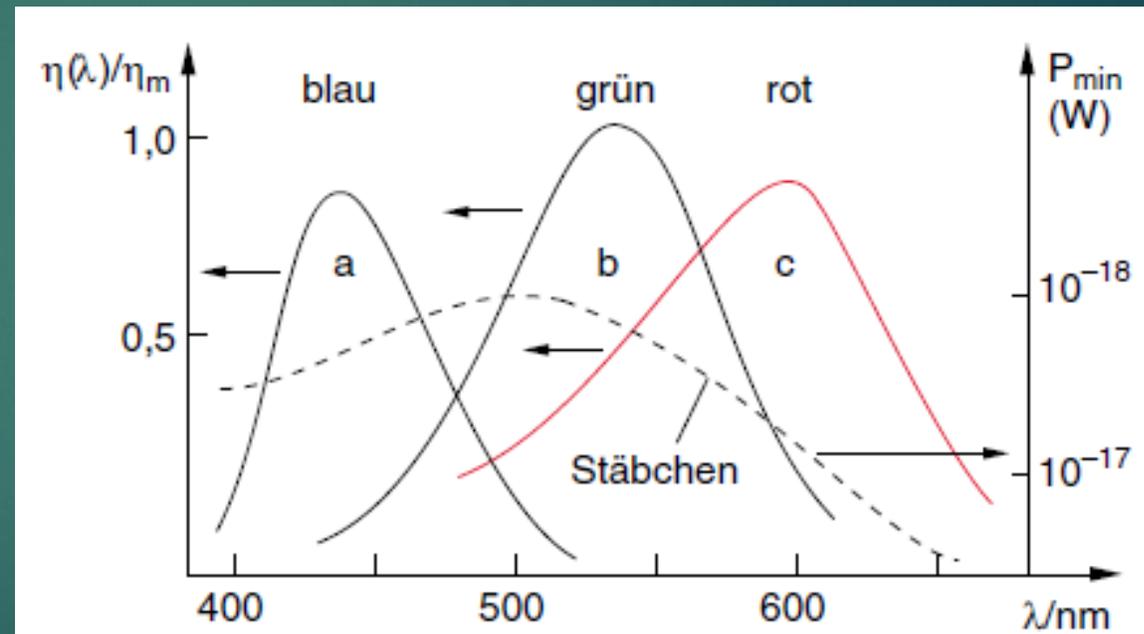
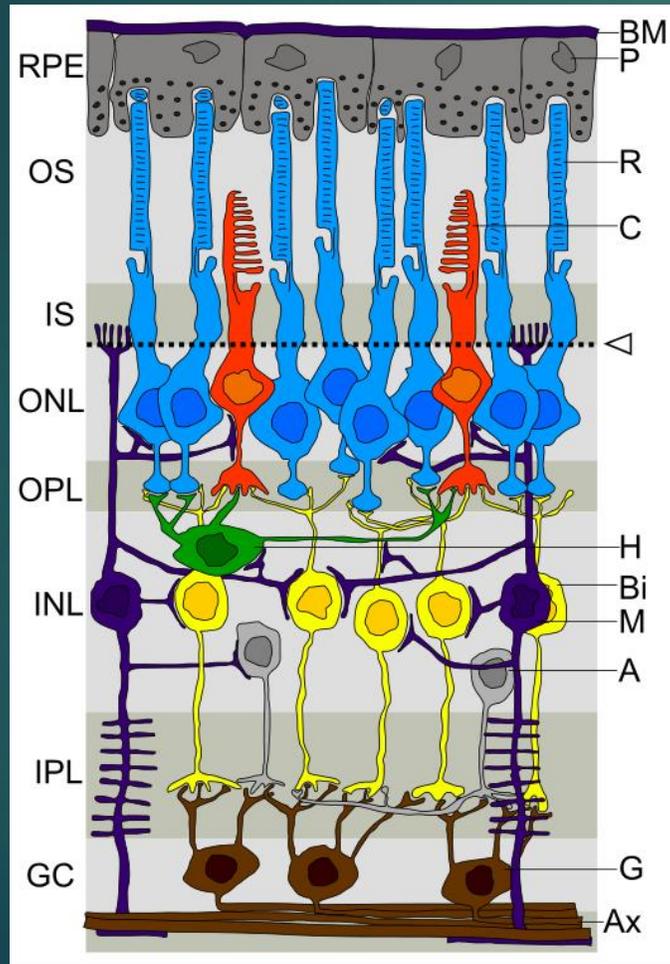
Sehen

- ▶ Unser Sehvermögen ist wohl die wichtigste Verbindung zwischen dem menschlichen Individuum und seiner Außenwelt.
- ▶ Das Zusammenspiel von Auge und Gehirn liefert gute Ergebnisse, aber...

Das Auge



Das Auge



Das Auge

- ▶ Auflösungsvermögen des Auges durch Abstand der Sehzellen und Beugung begrenzt
- ▶ Typischer minimaler Winkel von $1'$
- ▶ In der deutlichen Sichtweite sind das $70 \mu\text{m}$

Das Auge

12

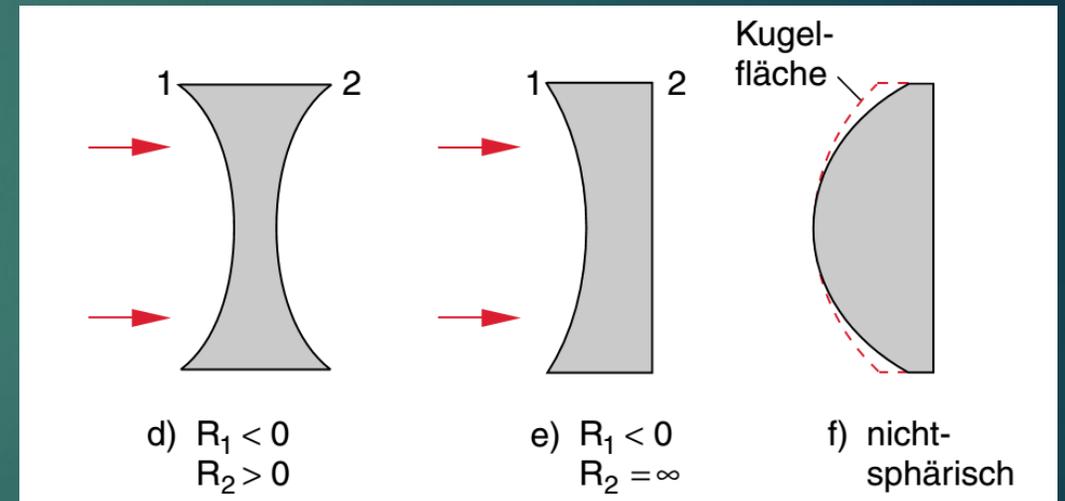
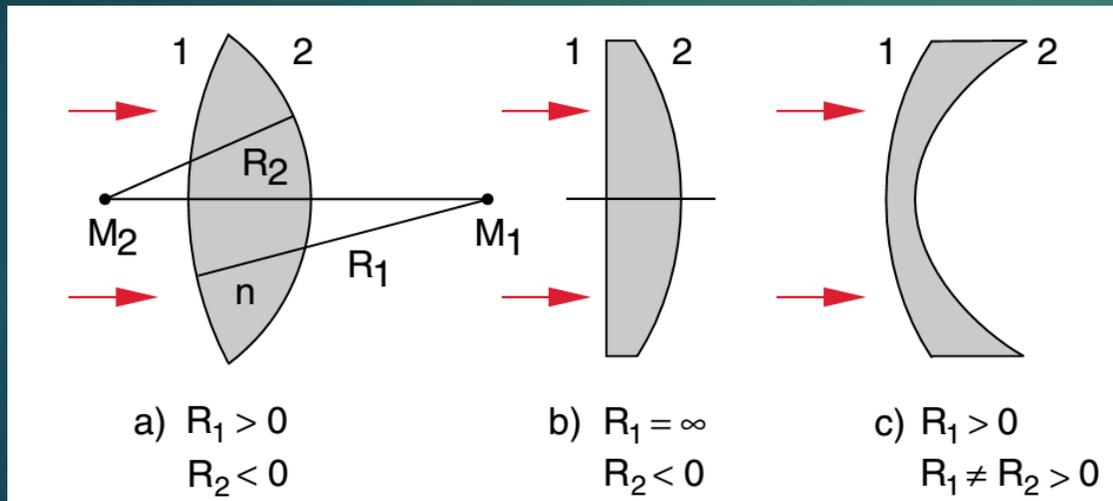
- ▶ Das Zusammenspiel von Auge und Gehirn liefert gute Ergebnisse, aber...
- ▶ ... manchmal möchte man:
 - ▶ **Das räumliche Auflösungsvermögen erhöhen** (Lupe, Mikroskop)
 - ▶ Intensität verstärken (Fernrohr)
 - ▶ Spektralbereich erweitern (Bildwandler)

- ▶ Vergrößerung:
 - ▶ Verhältnis von Bildgröße zu Gegenstandsgröße
 - ▶ Beispiel: Ein Haar erscheint 2 cm dick, die Vergrößerung ist demnach $2 \text{ cm} / 50 \mu\text{m} = 400$
 - ▶ Gut nutzbar bei klassischen optischen Methoden
- ▶ Auflösung:
 - ▶ Kleinsten trennbarer Abstand
 - ▶ Angabe in Längeneinheiten (z.B. 5 nm)
 - ▶ Eher genutzt für Methoden mit elektronischer Datenauswertung

Einfache Optiken

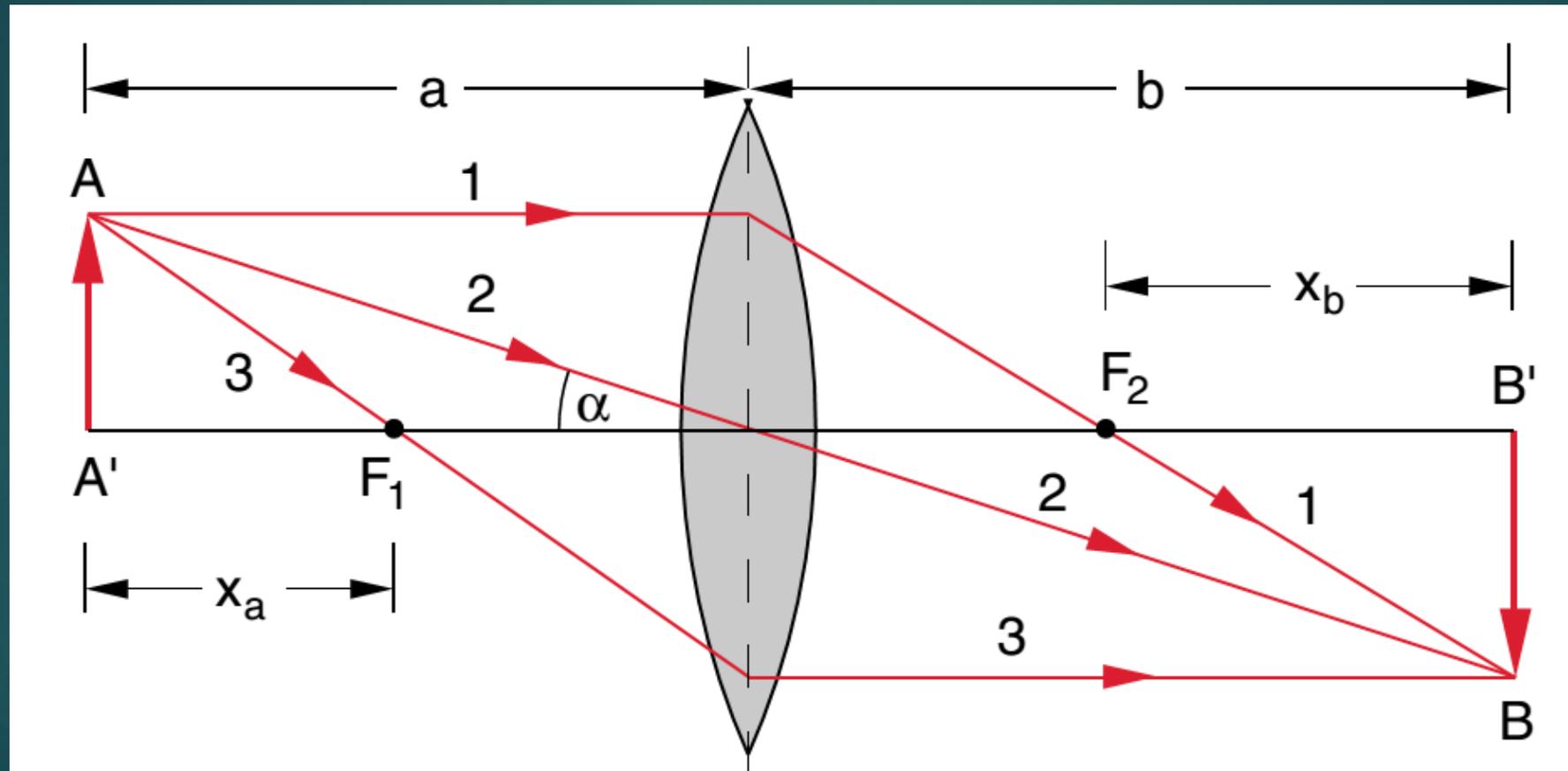
- ▶ Dünne Linsen

- ▶ Annahmen: Sphärische Grenzflächen, Luft



- ▶ Dicke kleiner als Brennweite

Einfache Optiken

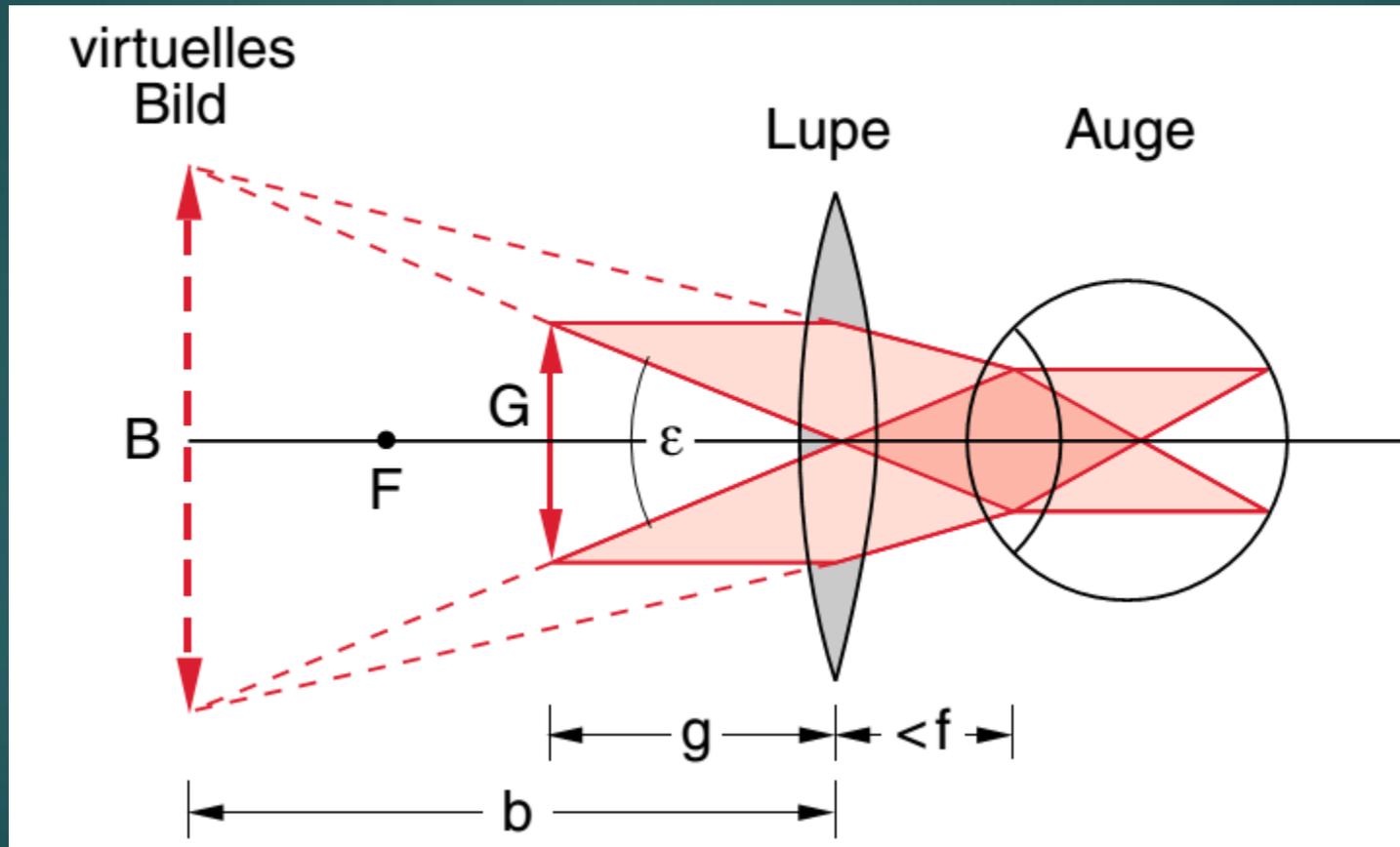


Einfache Optiken

- ▶ Vergrößerung definierbar als Verhältnis von Bild- und Gegenstandsgröße
- ▶ Hängt stark von Abstand und Brennweite ab
 - ▶ Übliche Schätzung: Deutliche Sichtweite / Brennweite (f)

$$f = \frac{1}{n_2 - n_1} \frac{R_1 R_2}{R_2 - R_1} = \frac{R}{2(n - 1)}$$

Lupe



Klassische Lichtmikroskopie

Klassische Lichtmikroskopie

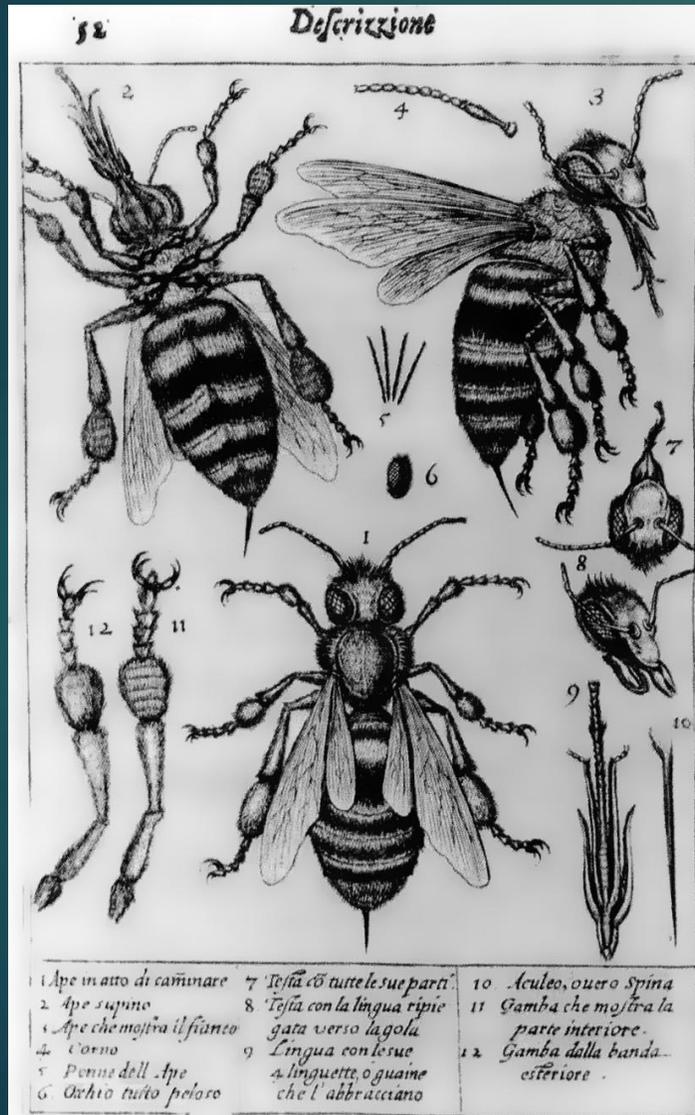
- ▶ Prinzip der Vergrößerung (wassergefüllte Glasschalen) war schon den Römern bekannt
- ▶ Optische Linsen wurden bereits im 16. Jahrhundert genutzt
- ▶ Um 1600:
 - ▶ Galileos „Occhiolino“
 - ▶ Jannsens Mikroskop

Klassische Lichtmikroskopie

20

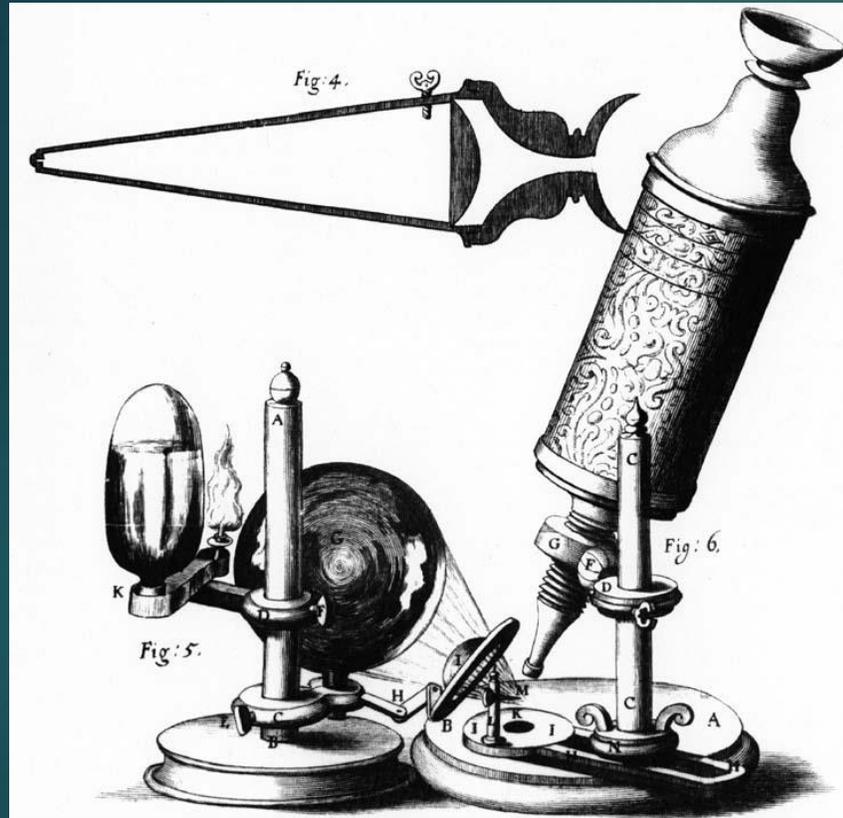


Klassische Lichtmikroskopie

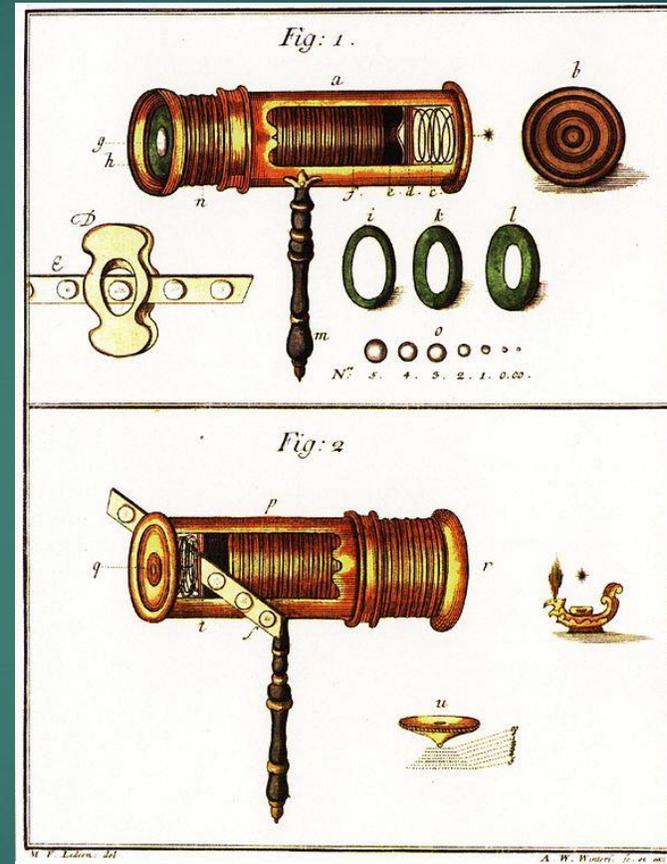


Persius; Francesco (1630) Persio : tradotto in verso sciolto e dichiarato

Klassische Lichtmikroskopie



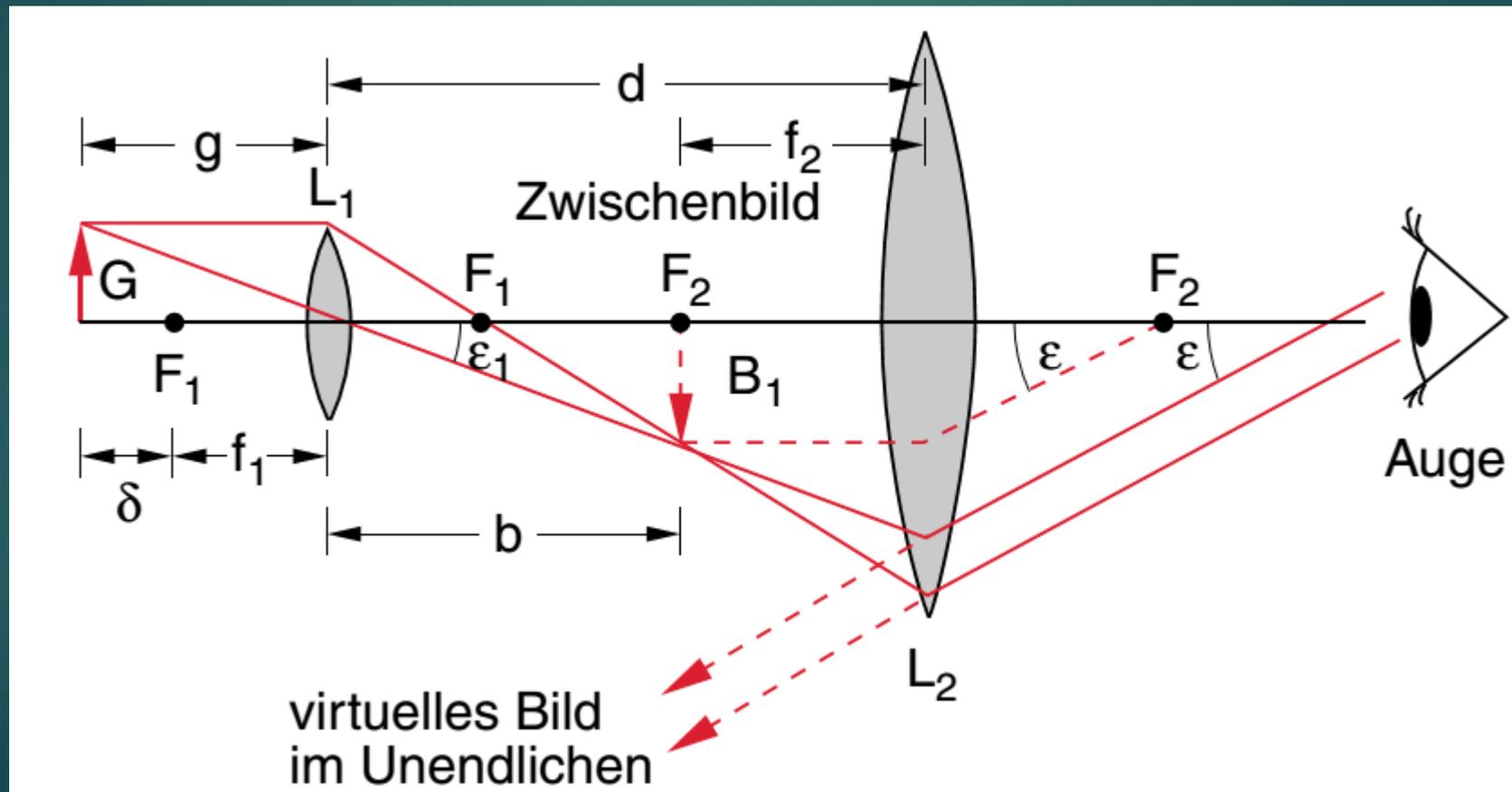
Hooke



Wilson

Klassische Lichtmikroskopie

► Das Mikroskop



Klassische Lichtmikroskopie

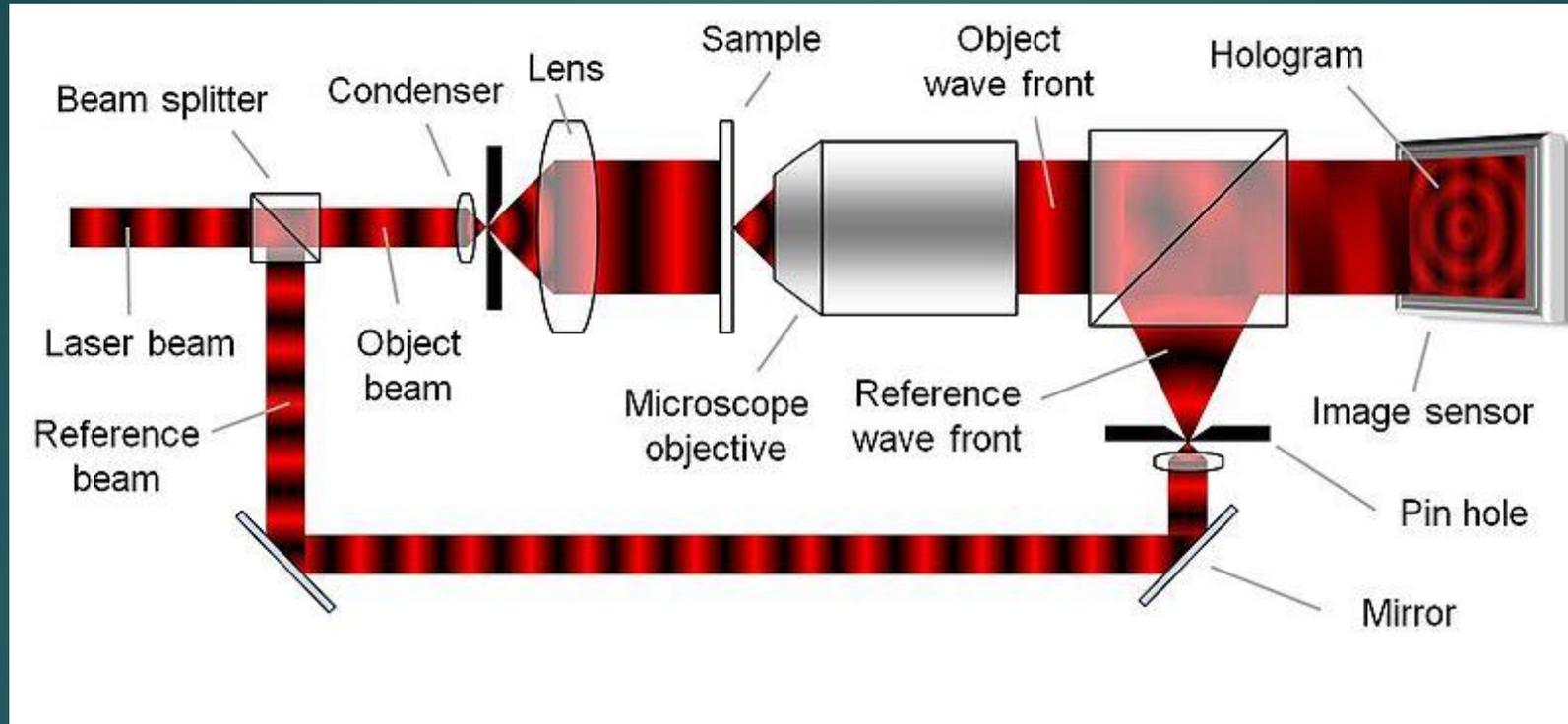
- ▶ Vergrößerung ergibt sich zu:

$$\text{Vergrößerung} = \text{Objektivvergrößerung} \times \text{Okularvergrößerung} \times \text{Tubusfaktor}$$

- ▶ Typische Werte liegen im Bereich von 50 ... 250

Digitale Holographie

25



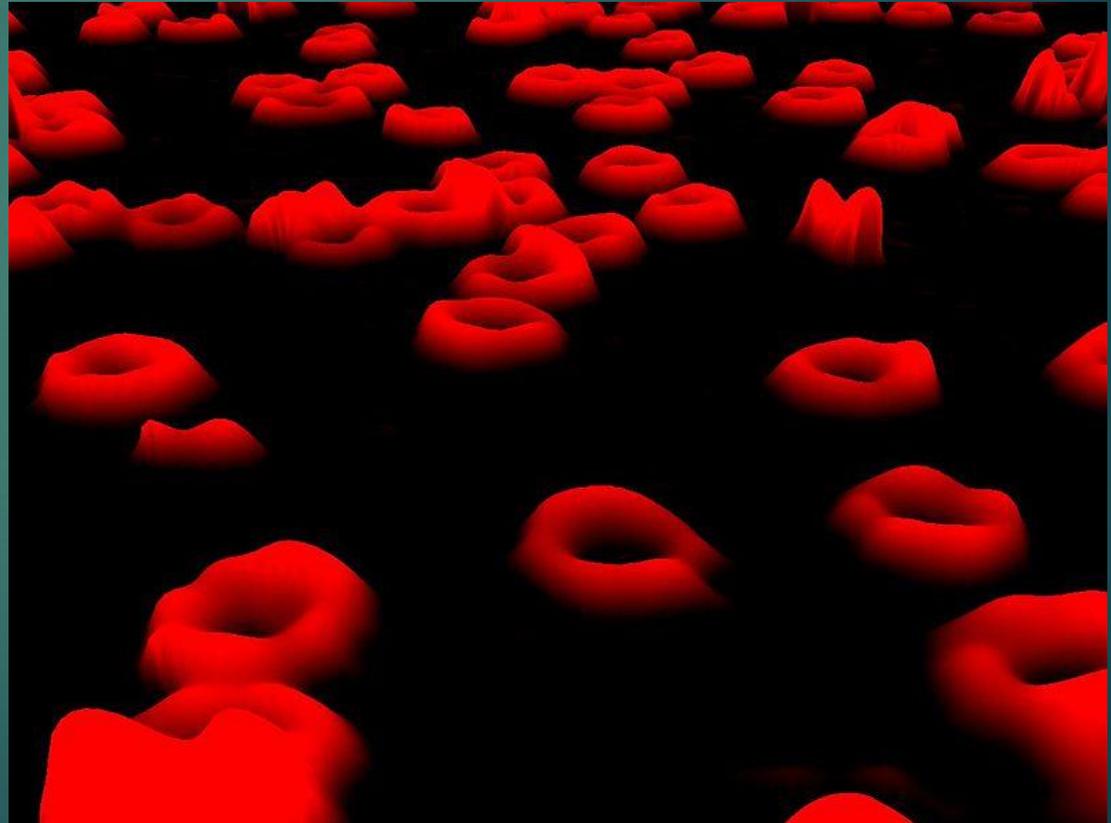
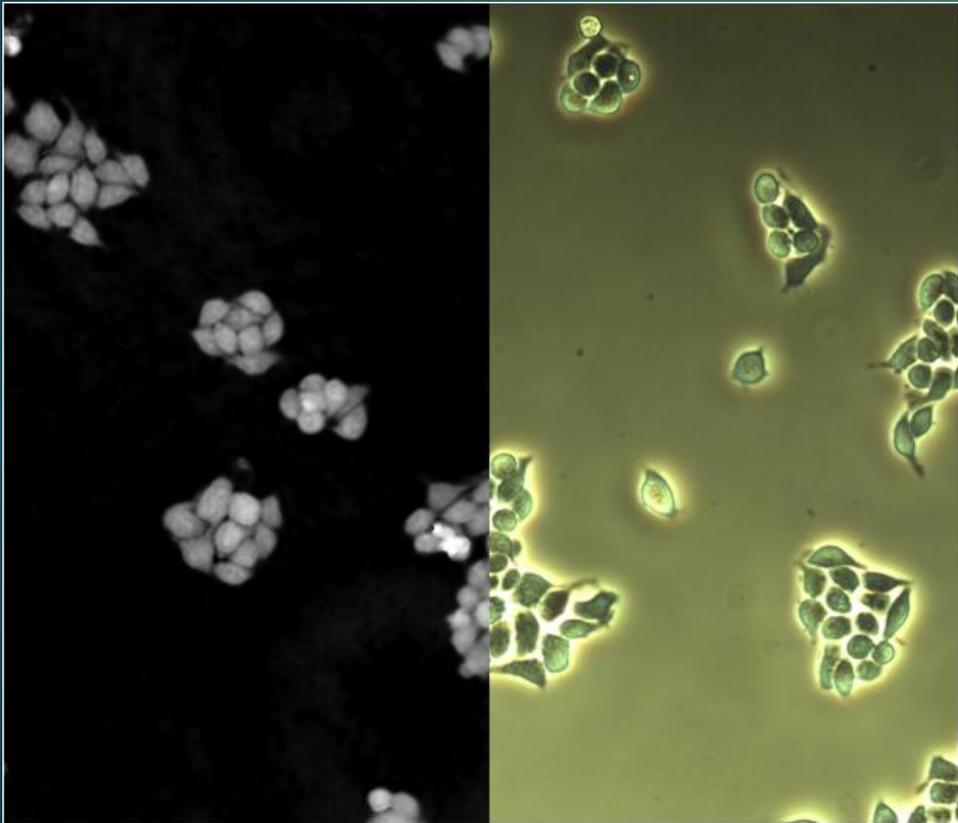
Digitale Holographie

26

- ▶ Wie in klassischer Holographie werden Phasendifferenzen registriert
- ▶ Auswertung erfolgt mittels CCD-Kamera und Software
- ▶ Zugang zu Phase (optische Parameter und Höhe) und Amplitude (Reflektionsbild)
- ▶ Weitere Vorteile:
 - ▶ Digitaler Fokus
 - ▶ Abberationskorrektur
 - ▶ Kostengünstig

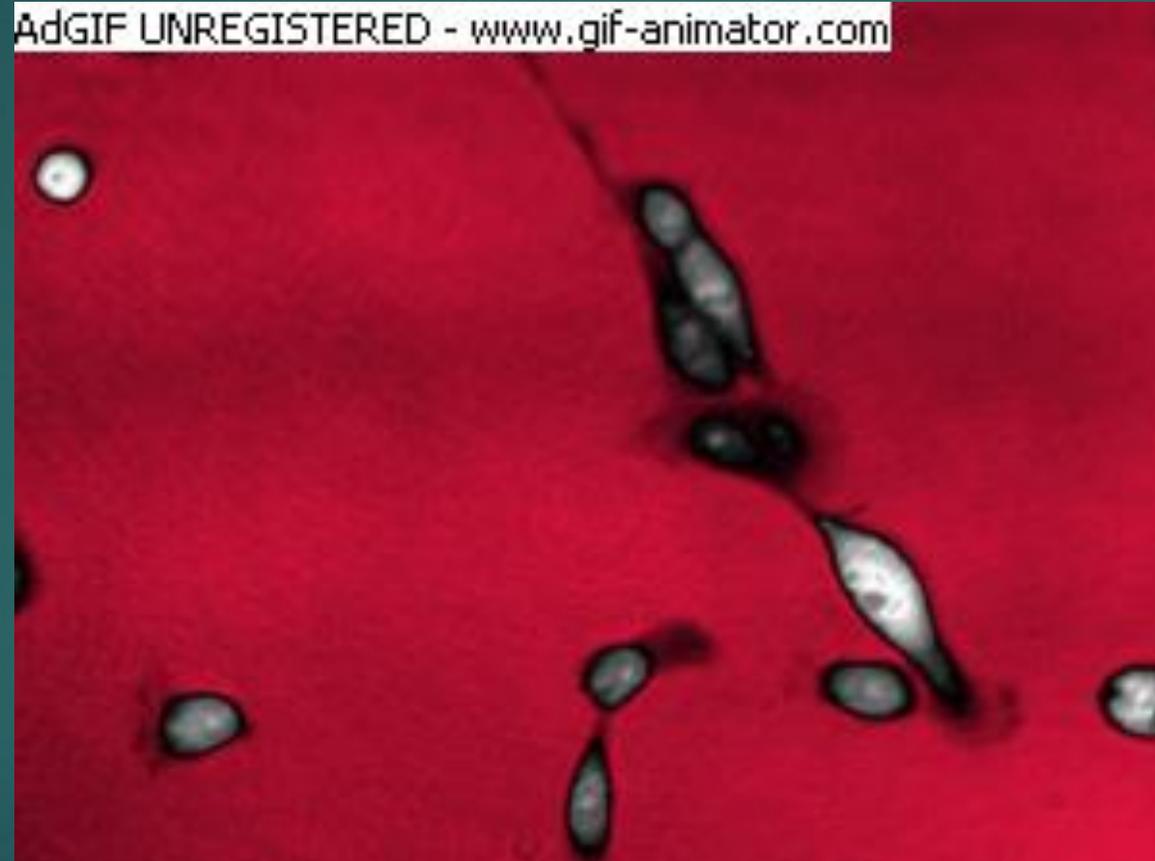
Digitale Holographie

27



Digitale Holographie

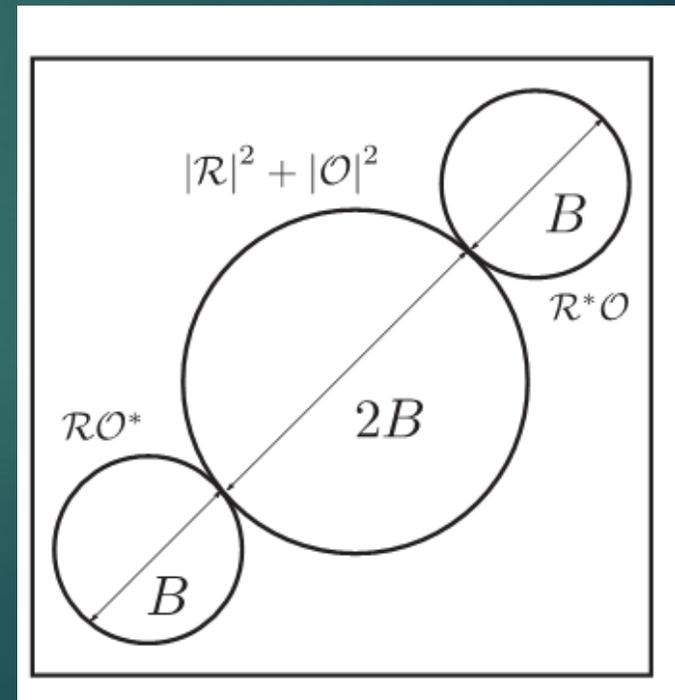
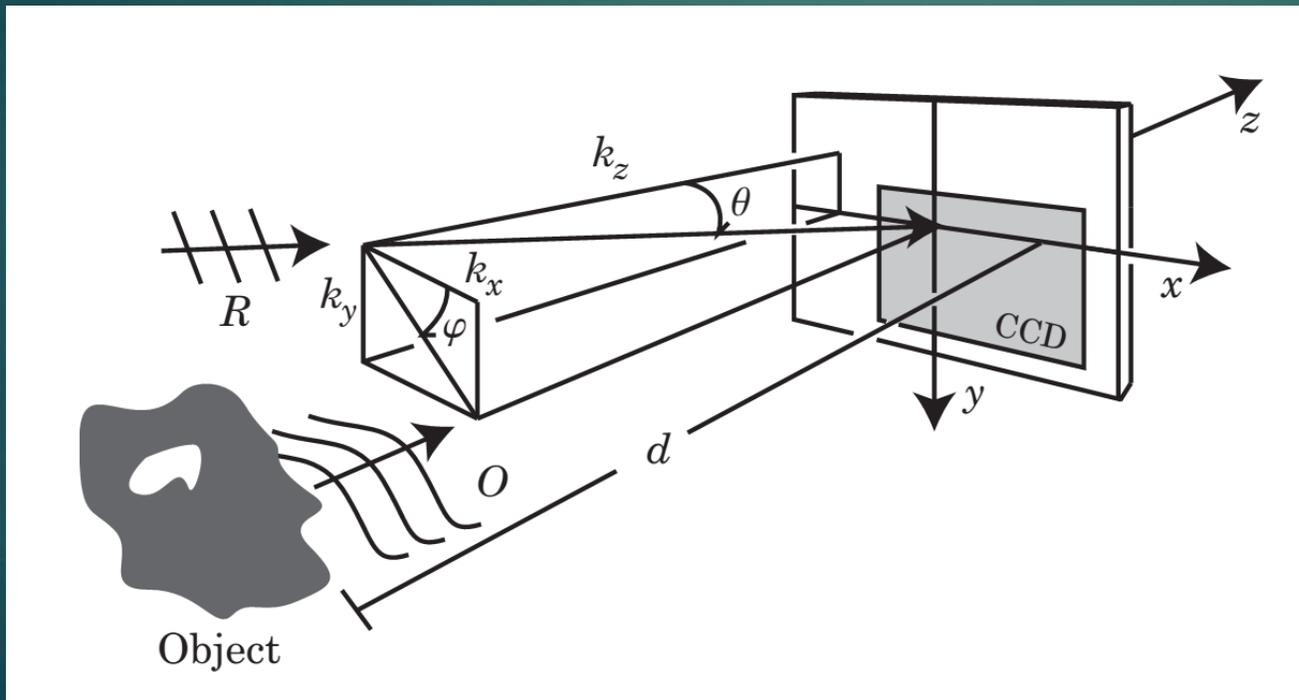
28



Digitale Holographie

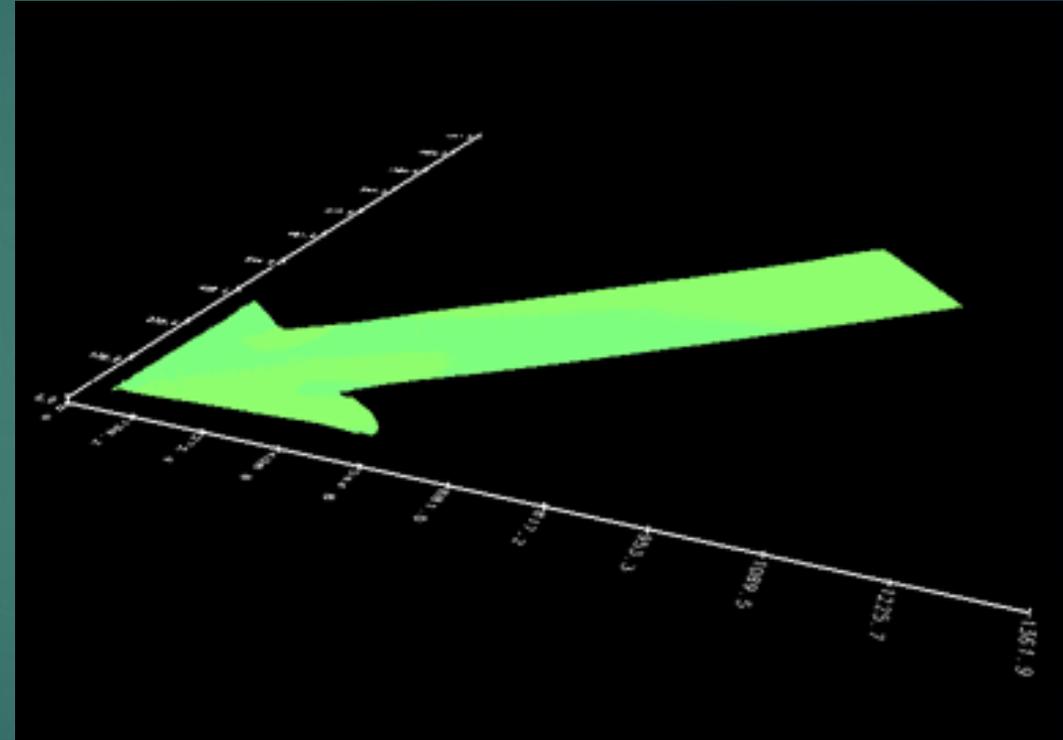
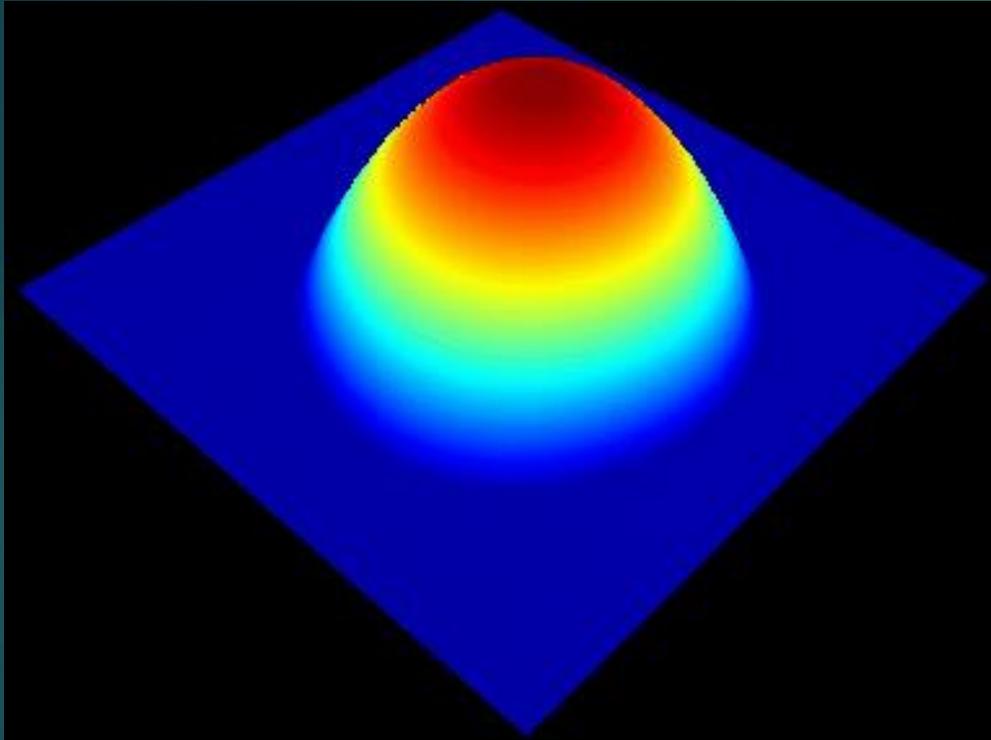
29

- ▶ Übliches Setup:
 - ▶ Off-Axis-Fresnel



Digitale Holographie

30



<http://www.lynceetec.com/>

Klassische Lichtmikroskopie

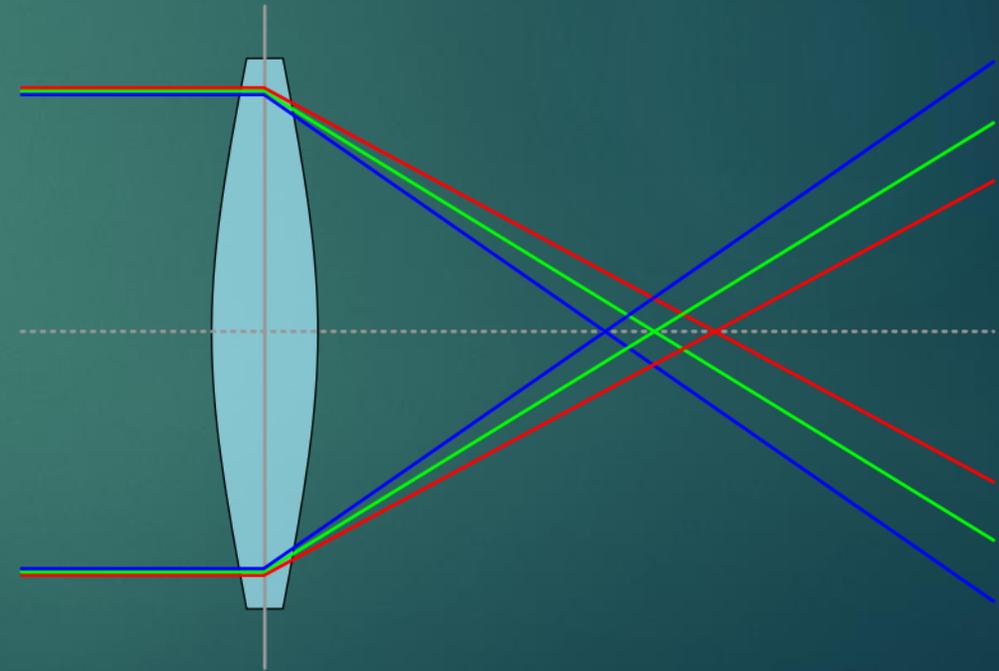
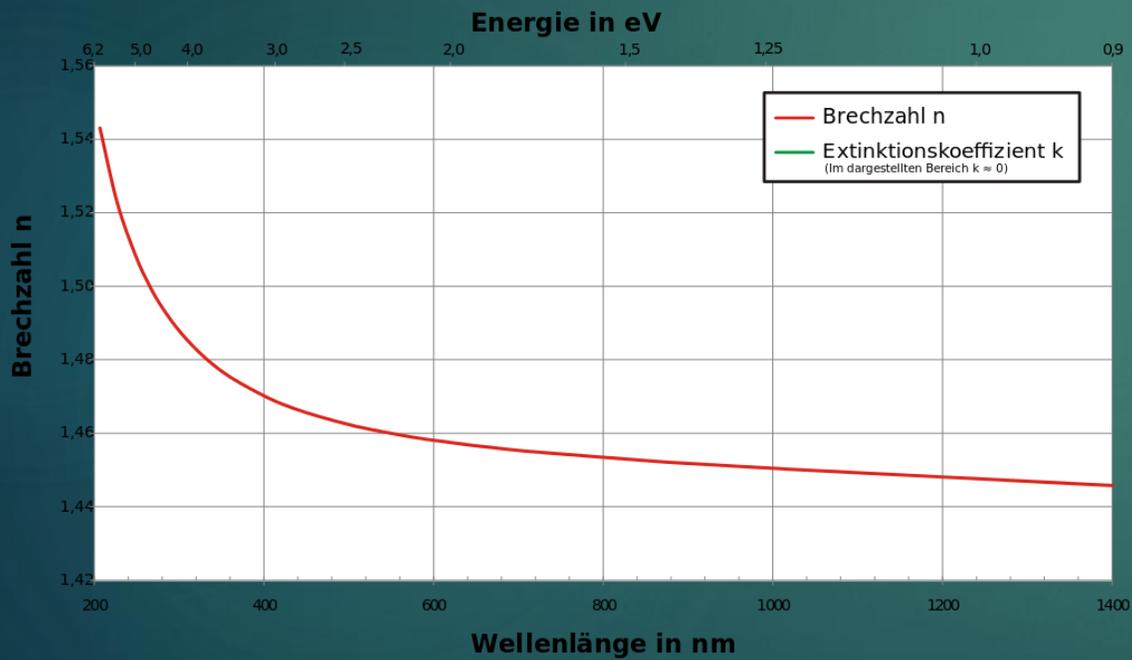
- ▶ Warum gelingt (teilweise gelang) es nicht, die Auflösung weiter zu erhöhen?
- ▶ Welche, bisher nicht betrachteten, Probleme existieren?

Abbildungsfehler

Abbildungsfehler

33

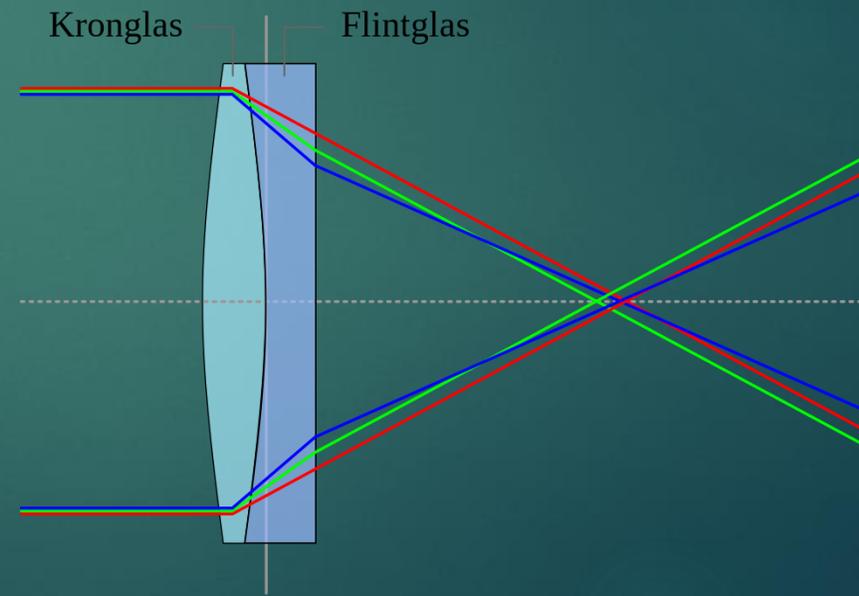
▶ Chromatische Abberation



Abbildungsfehler

34

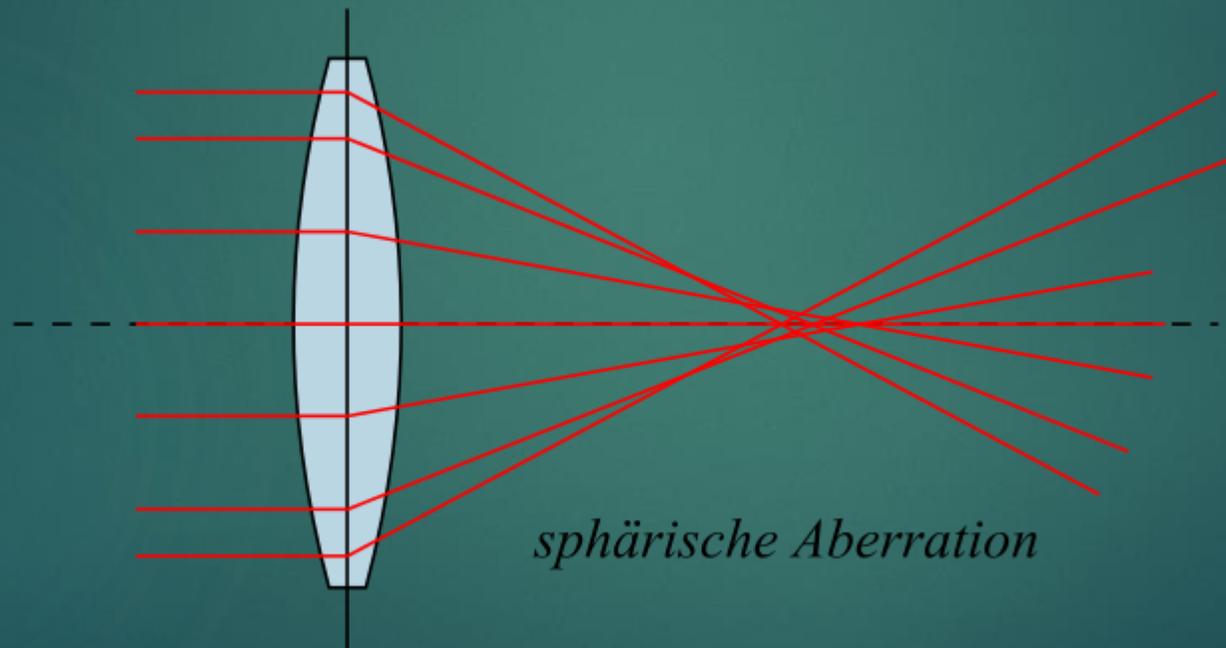
- ▶ Chromatische Abberation
 - ▶ Allgemein: Farbverläufe an Kanten durch Fokusverschiebung
 - ▶ Korrektur möglich



Abbildungsfehler

35

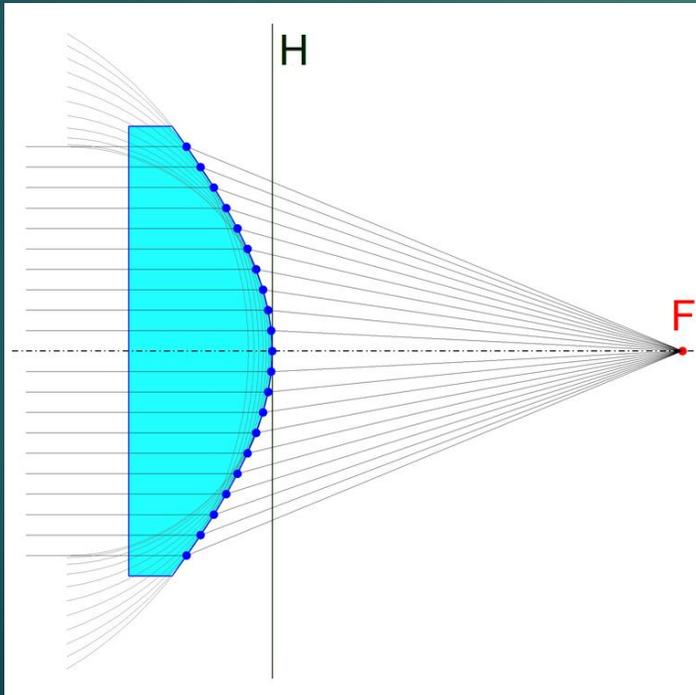
► Sphärische Abberation



Abbildungsfehler

36

- ▶ Sphärische Abberation
 - ▶ Allgemein: Unschärfe achsenferner Strahlen
 - ▶ Korrektur möglich



Abbildungsfehler

37

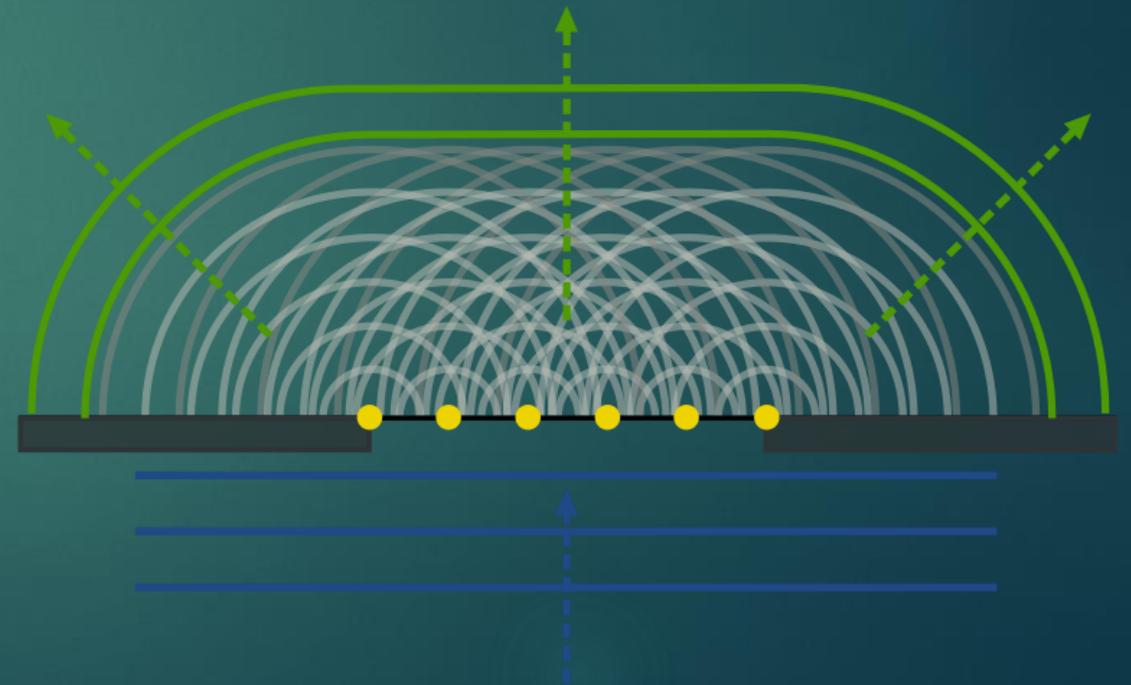
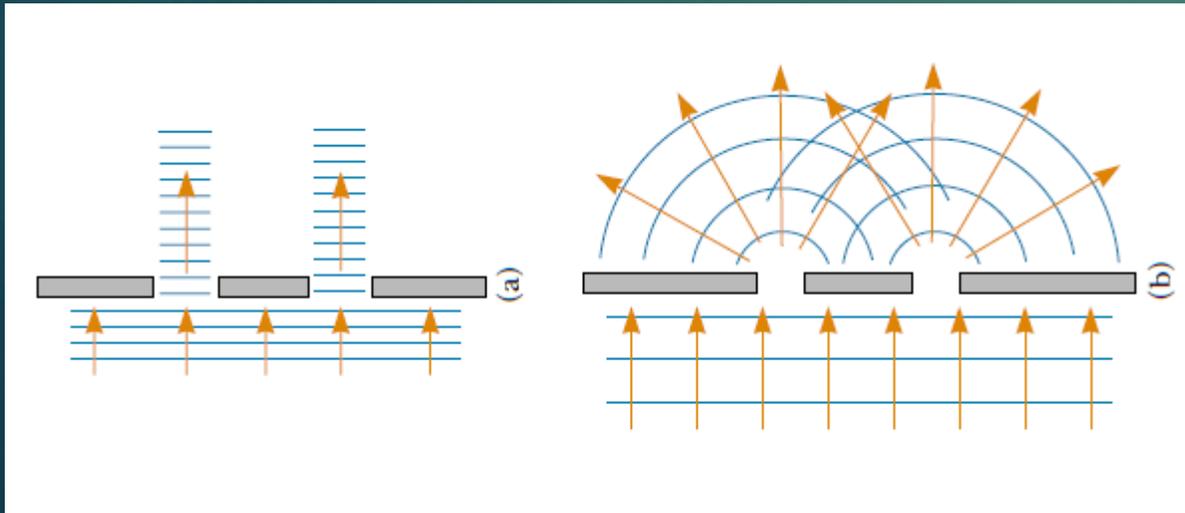
- ▶ Linsenfehler können korrigiert werden, wo liegt also das Problem?

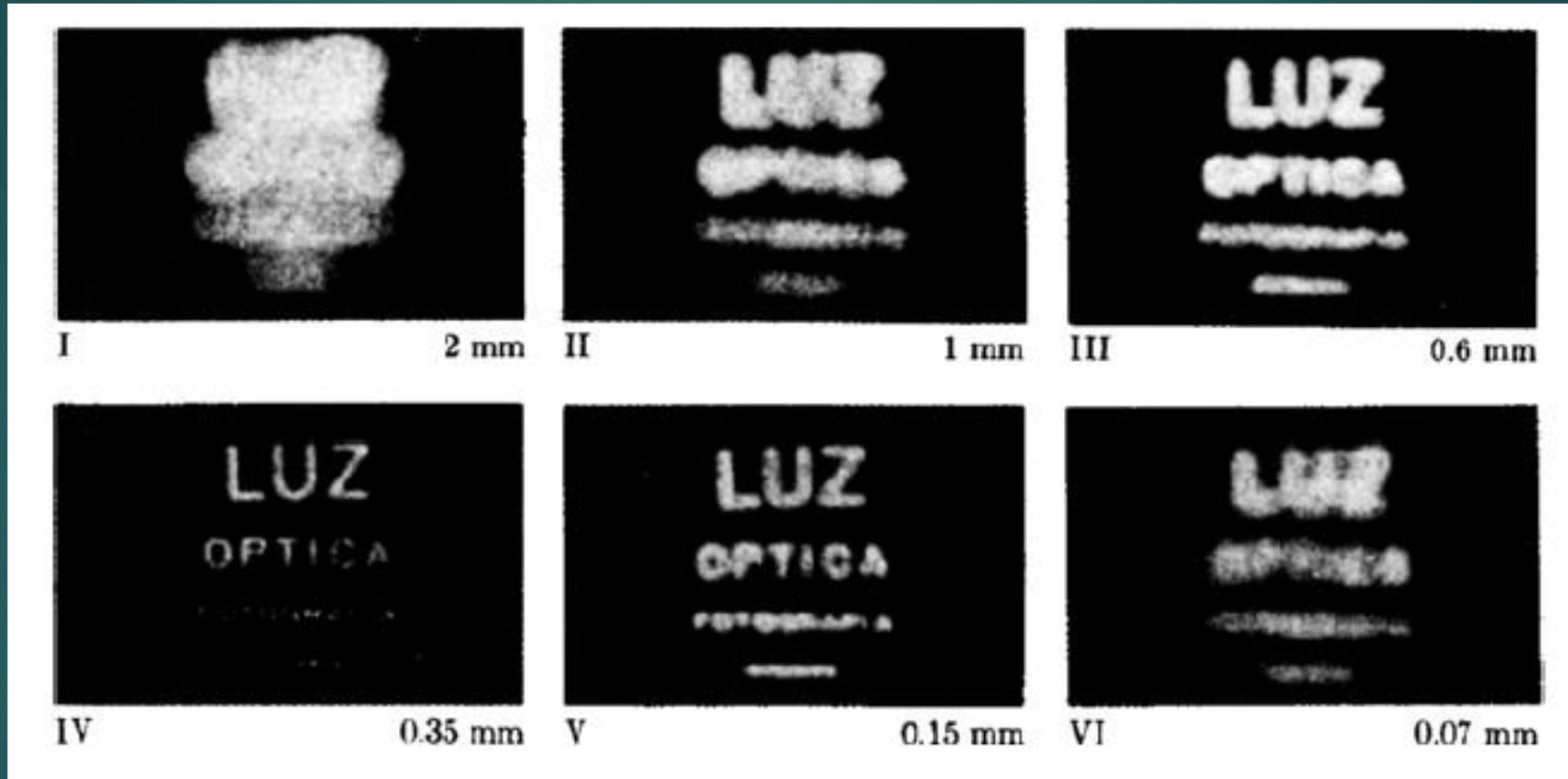
Was ist Licht?

Wellenoptik

38

- ▶ Beugung: Ausbreitung in den geometrischen Schattenraum
- ▶ Erklärung: Huygens





Limitierung der klassischen Lichtmikroskopie

40

Aufgrund von Beugungseffekten können lediglich Objekte größer als die Hälfte der verwendeten Wellenlänge aufgelöst werden!

Diese Begrenzung ist fundamental!

Was Abbe uns lehrte:

41



Limitierung

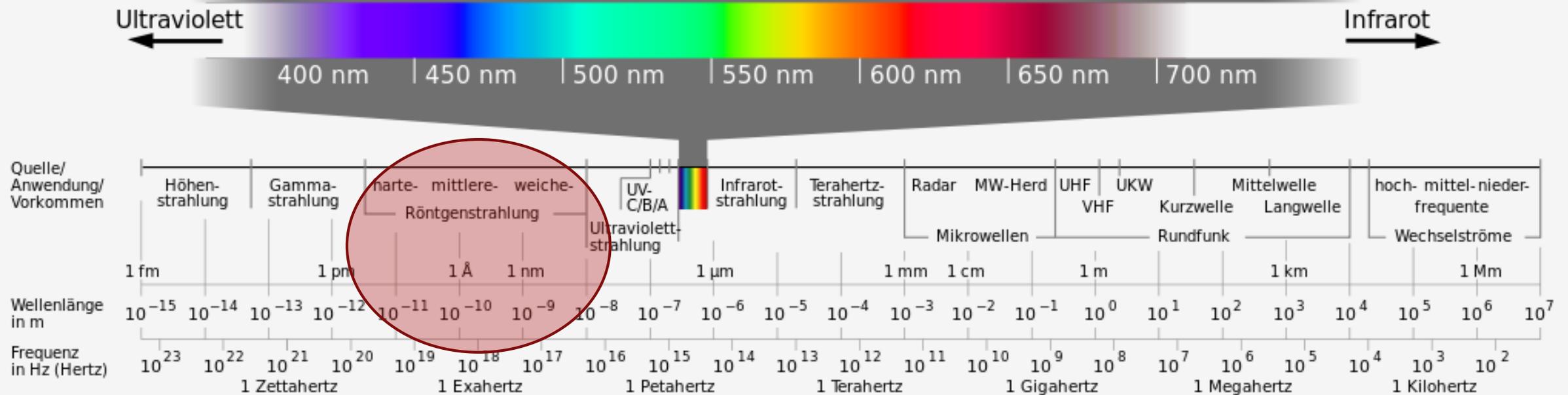
42

- ▶ Nach ABBE gilt, dass die Auflösung begrenzt wird durch:
 - ▶ Die Apertur
 - ▶ Die Wellenlänge
- ▶ Änderung der Apertur kaum möglich
- ▶ Nutzung kleinerer Wellenlängen zur Abbildung?

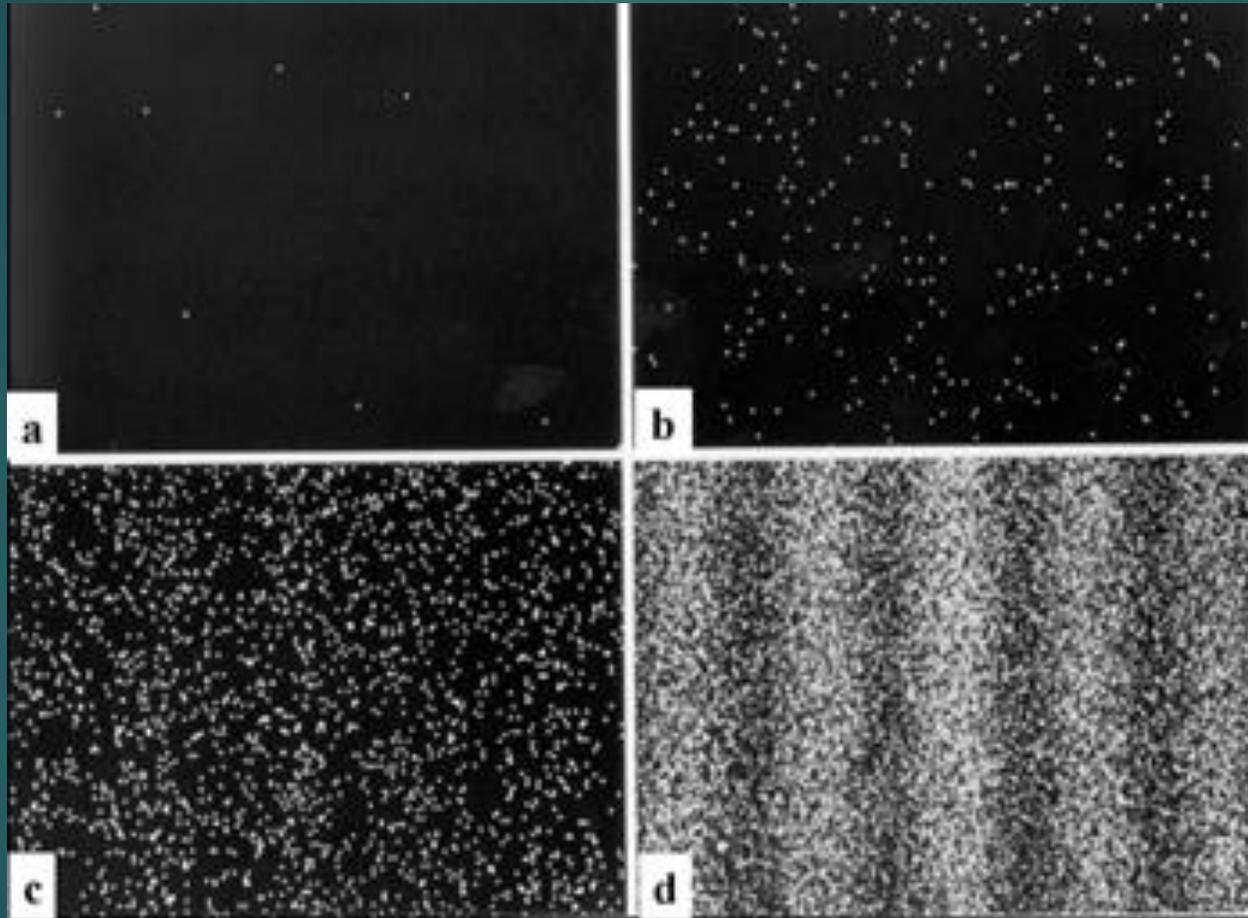
Limitierung

43

Das für den Menschen sichtbare Spektrum (Licht)



Übergang zu Elektronen



Übergang zu Elektronen

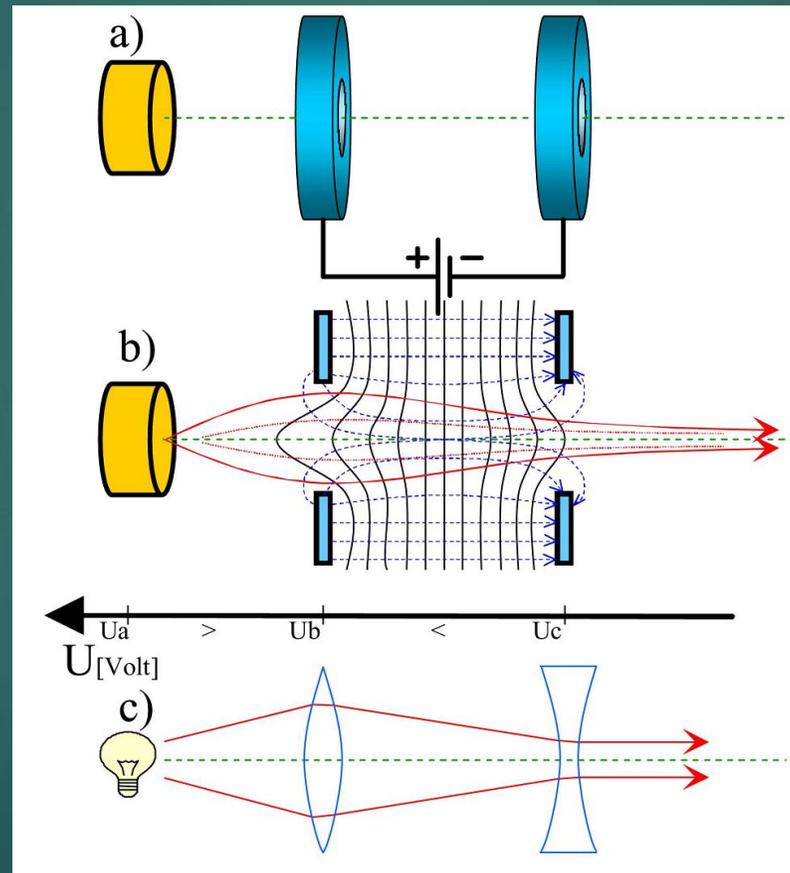
- ▶ Teilchen zeigen Welleneigenschaften
- ▶ Wellenlänge durch de-Broglie-Beziehung berechenbar

$$\lambda = \frac{h}{p}$$

- ▶ Schon für moderate Beschleunigungen ergeben sich Werte im Bereich von nm

Elektronenoptik

46

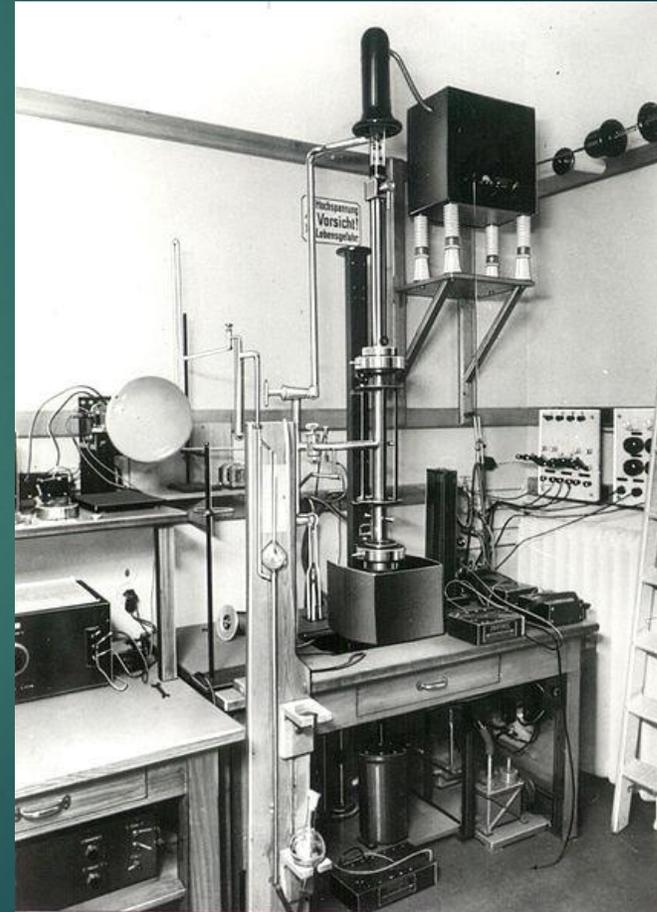


Rasterelektronenmikroskopie

Rasterelektronenmikroskop

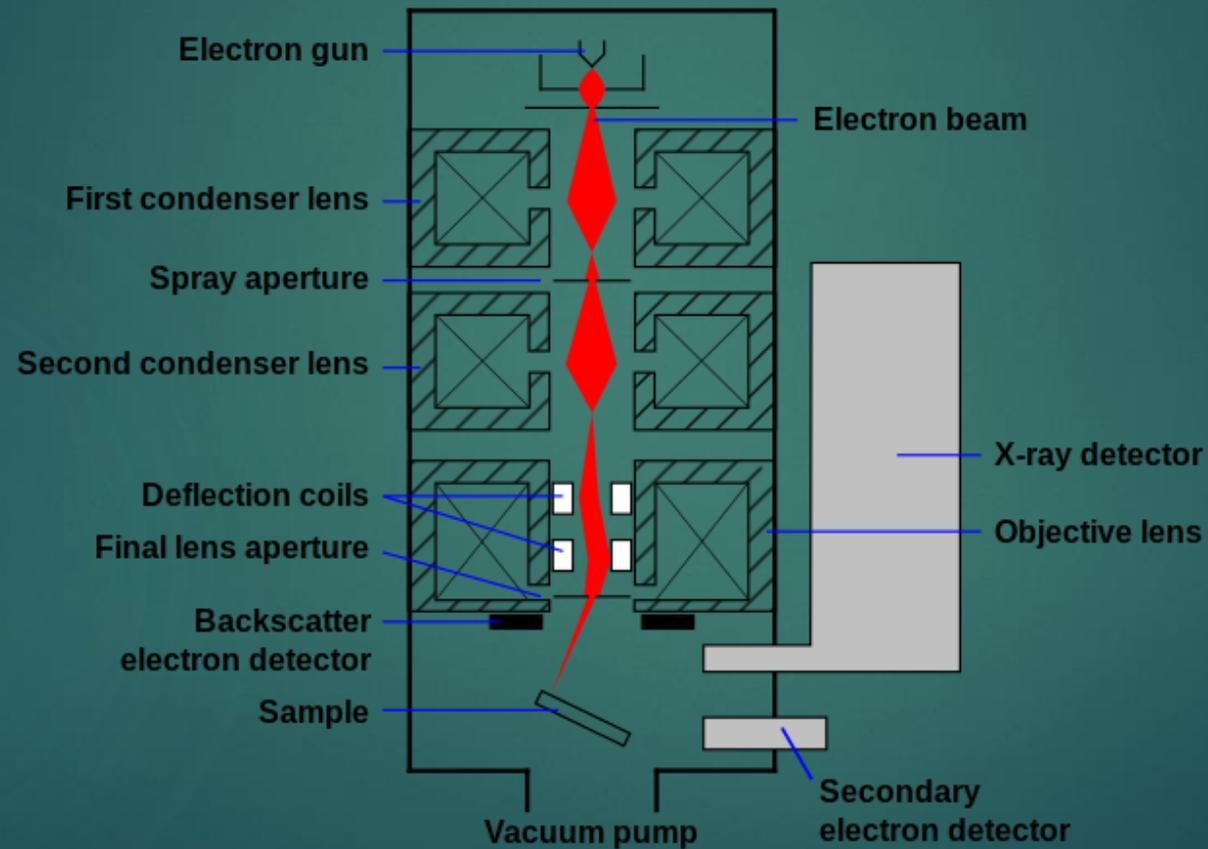
48

- ▶ Erstes SEM 1937, Manfred von Ardenne
- ▶ Erstes kommerzielles Gerät 1965, „Stereoscan“



Rasterelektronenmikroskop

49



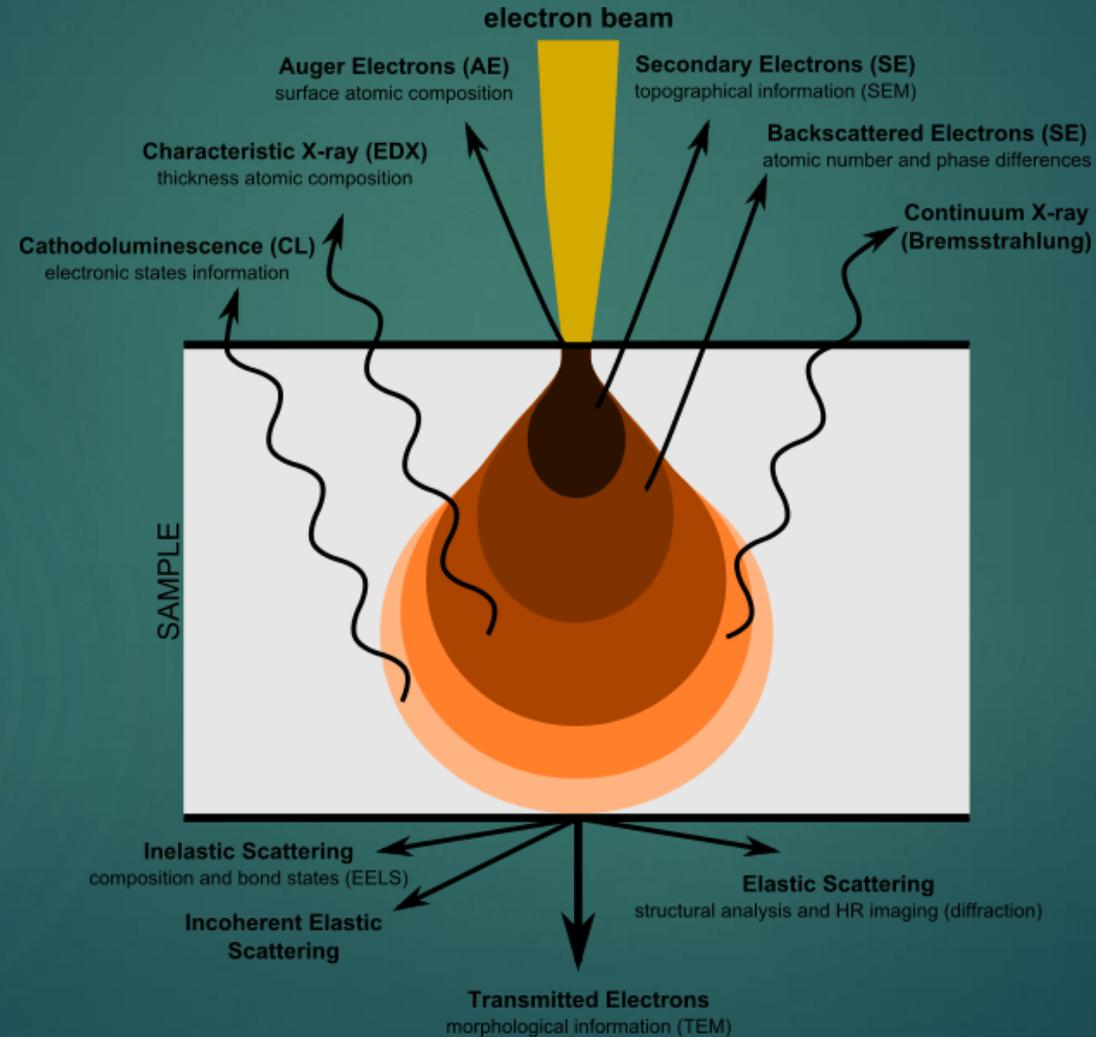
Rasterelektronenmikroskop

50

- ▶ Grundlegende Arbeitsweise:
 - ▶ Erzeugung Elektronenstrahl
 - ▶ Bündelung
 - ▶ Rastern
 - ▶ Wechselwirkung mit Probe
 - ▶ Detektion

Rasterelektronenmikroskop

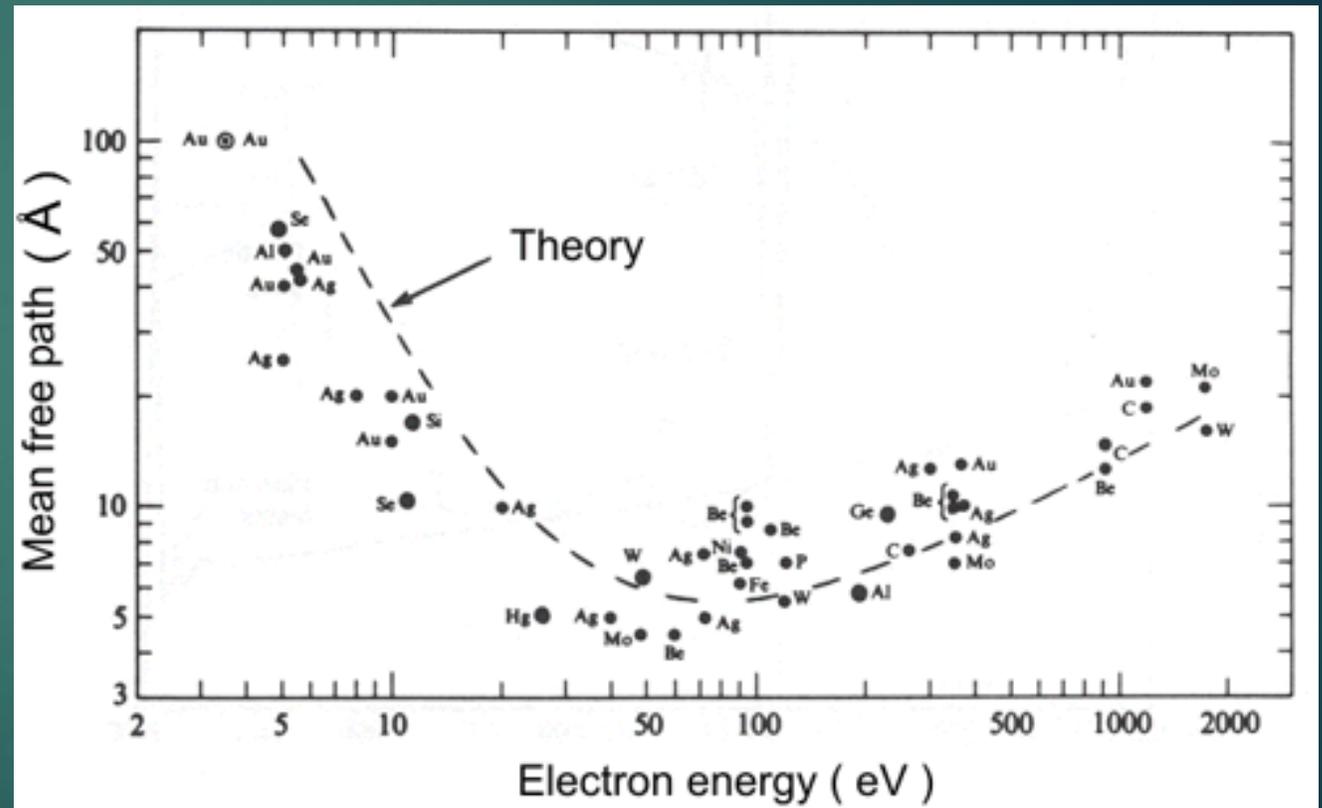
51



Rasterelektronenmikroskop

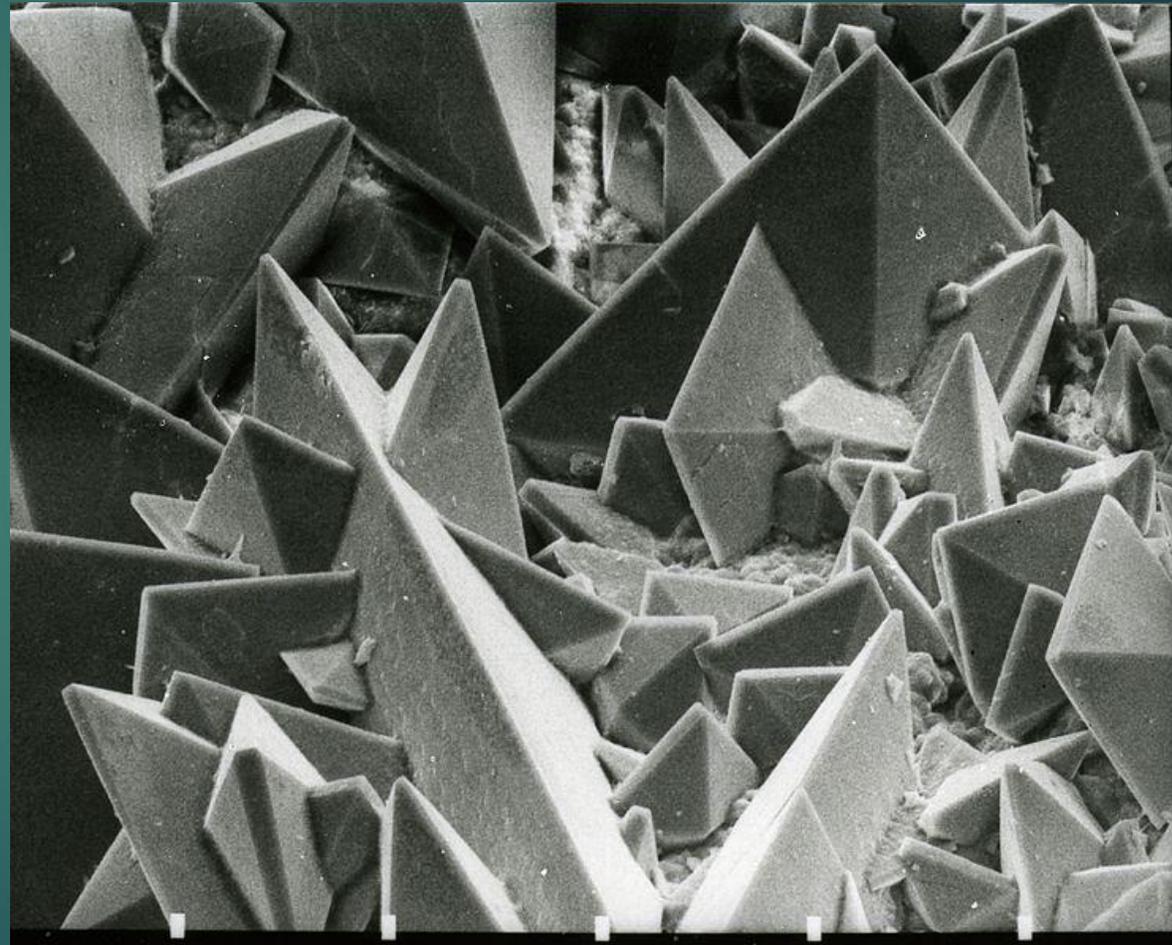
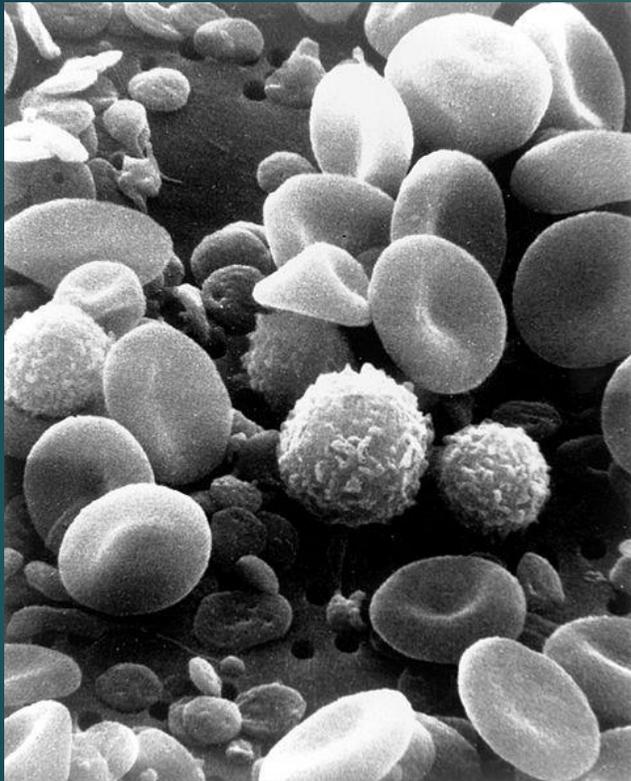
52

- ▶ Sekundärelektronen
 - ▶ Geringe Energie
 - ▶ Aus K-Schale
 - ▶ Detektor: Scintillator
- ▶ [Bilder](#)



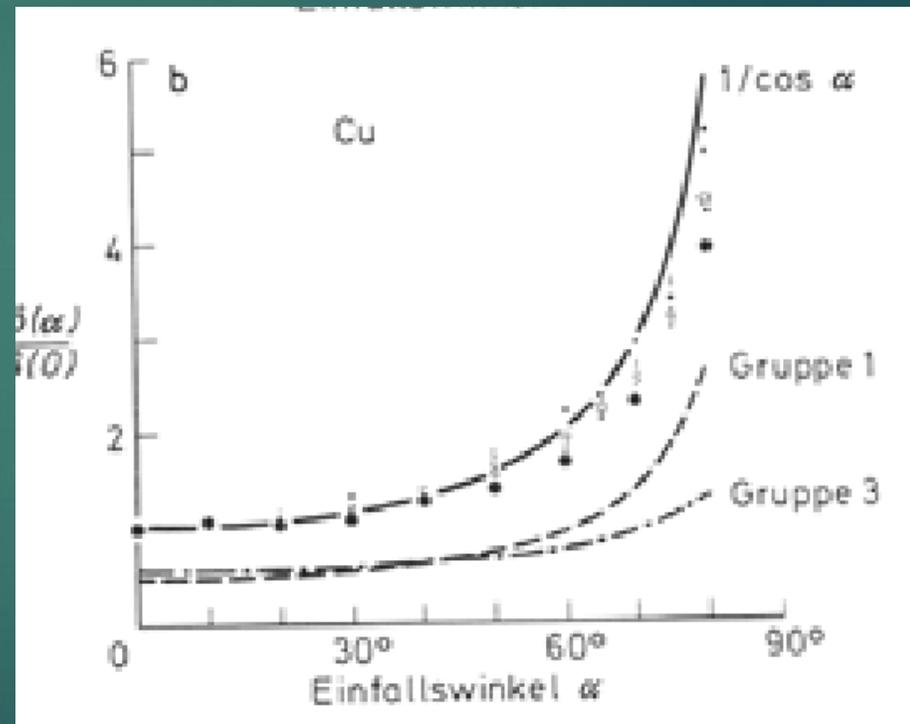
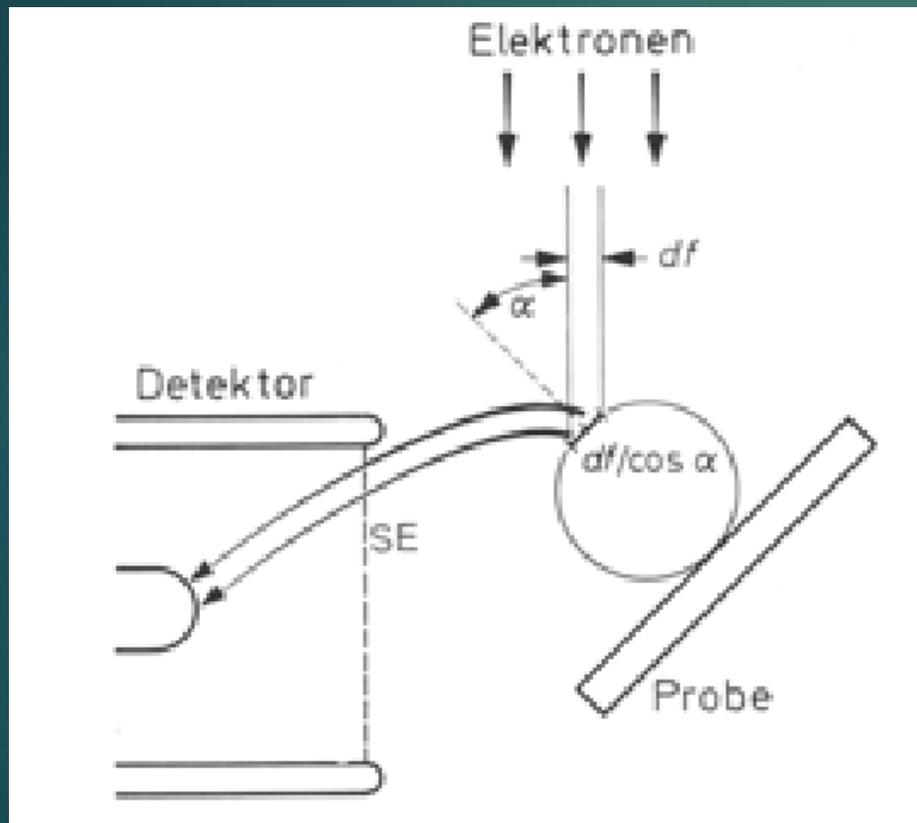
Rasterelektronenmikroskop

53



Rasterelektronenmikroskop

54



Rasterelektronenmikroskop

55

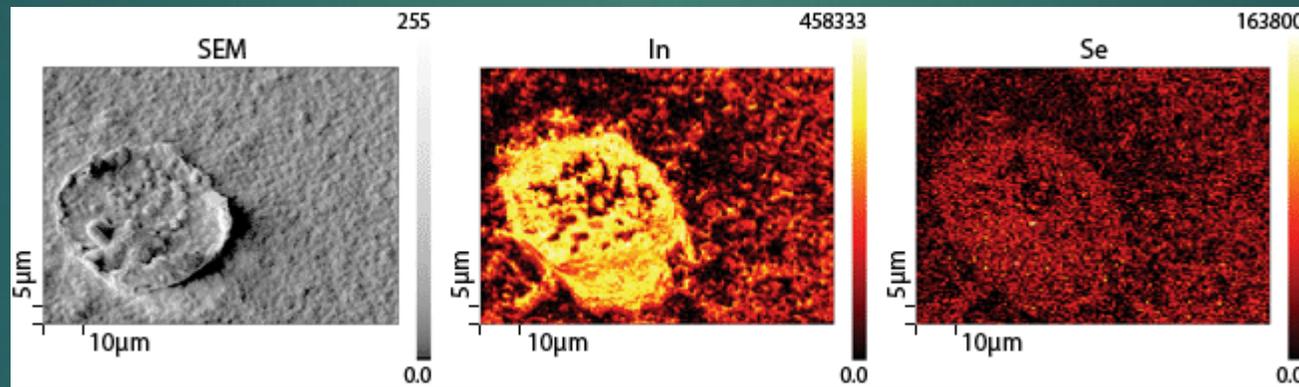
- ▶ Sekundärelektronen
 - ▶ Geringe Austrittstiefe
 - ▶ Hohe Auflösung (im nm-Bereich)
 - ▶ Pseudo-3D-Effekt
 - ▶ Kaum Materialeinfluss

Standardabbildungsmechanismus in SEMs

Augereffekt

56

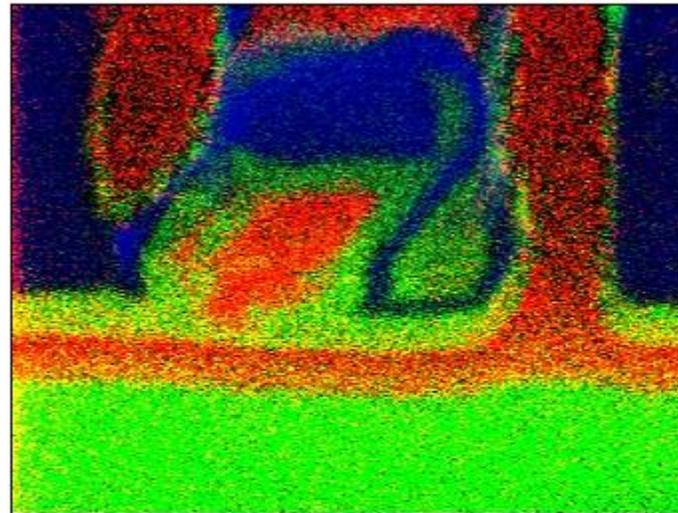
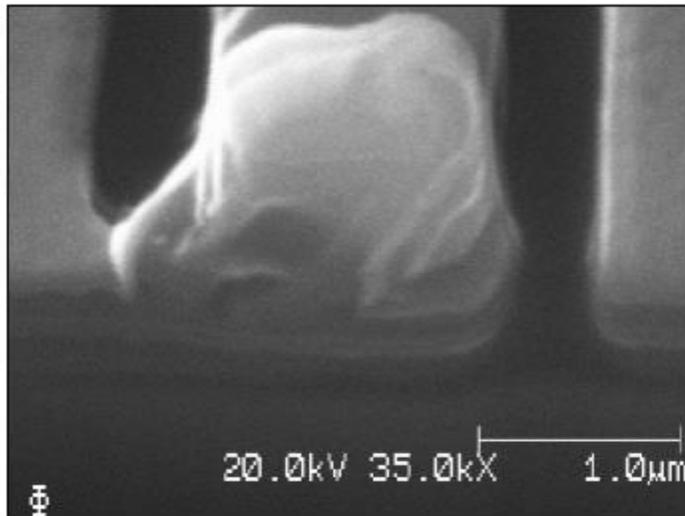
- ▶ In Mikroskopen kann man den Augereffekt nutzen:
 - ▶ Elementanalyse
 - ▶ Tiefenprofilierung



http://www.nrel.gov/pv/measurements/auger_electron.html

Augereffekt

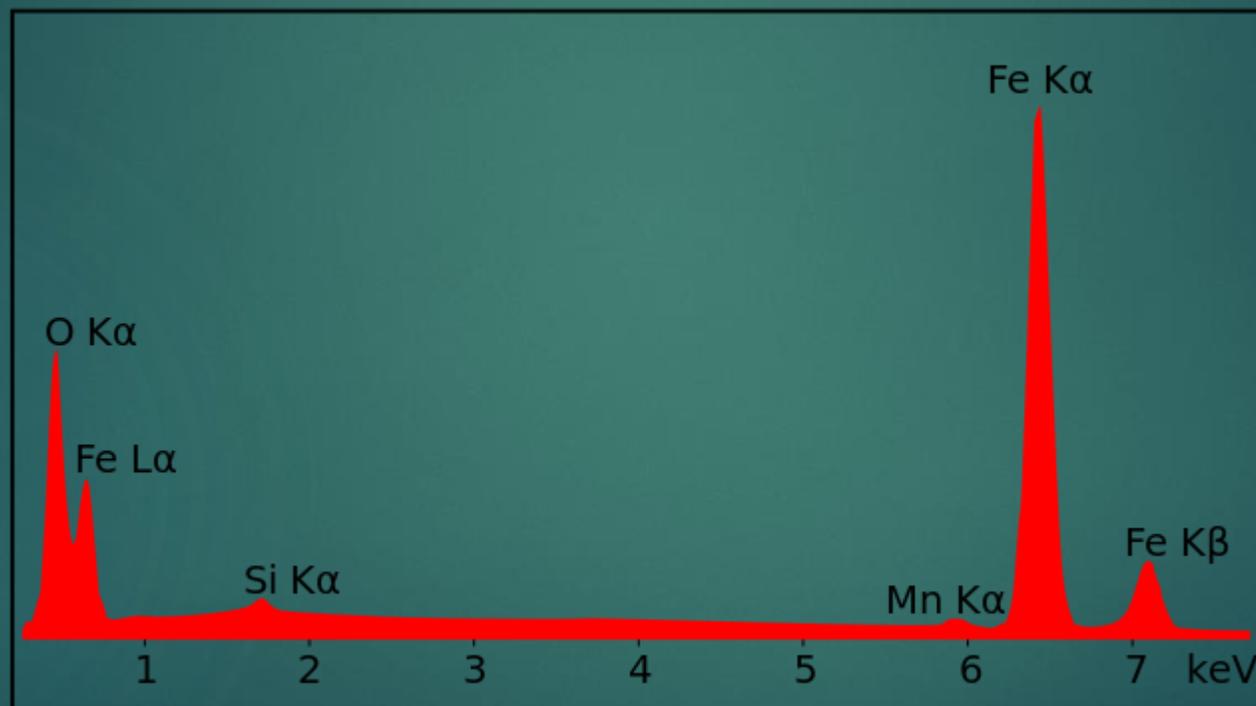
57

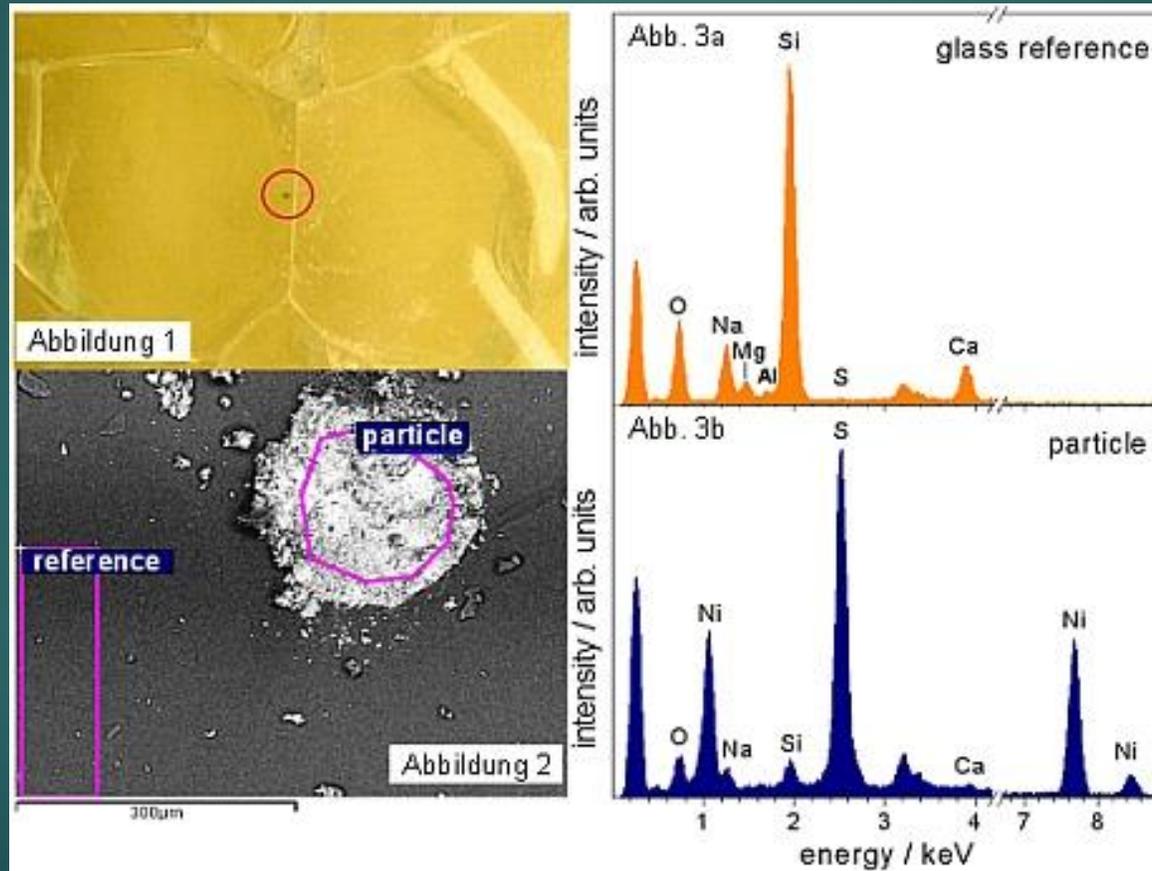


Red = Si oxide
Green = Si elemental
Blue = W

EDX

58

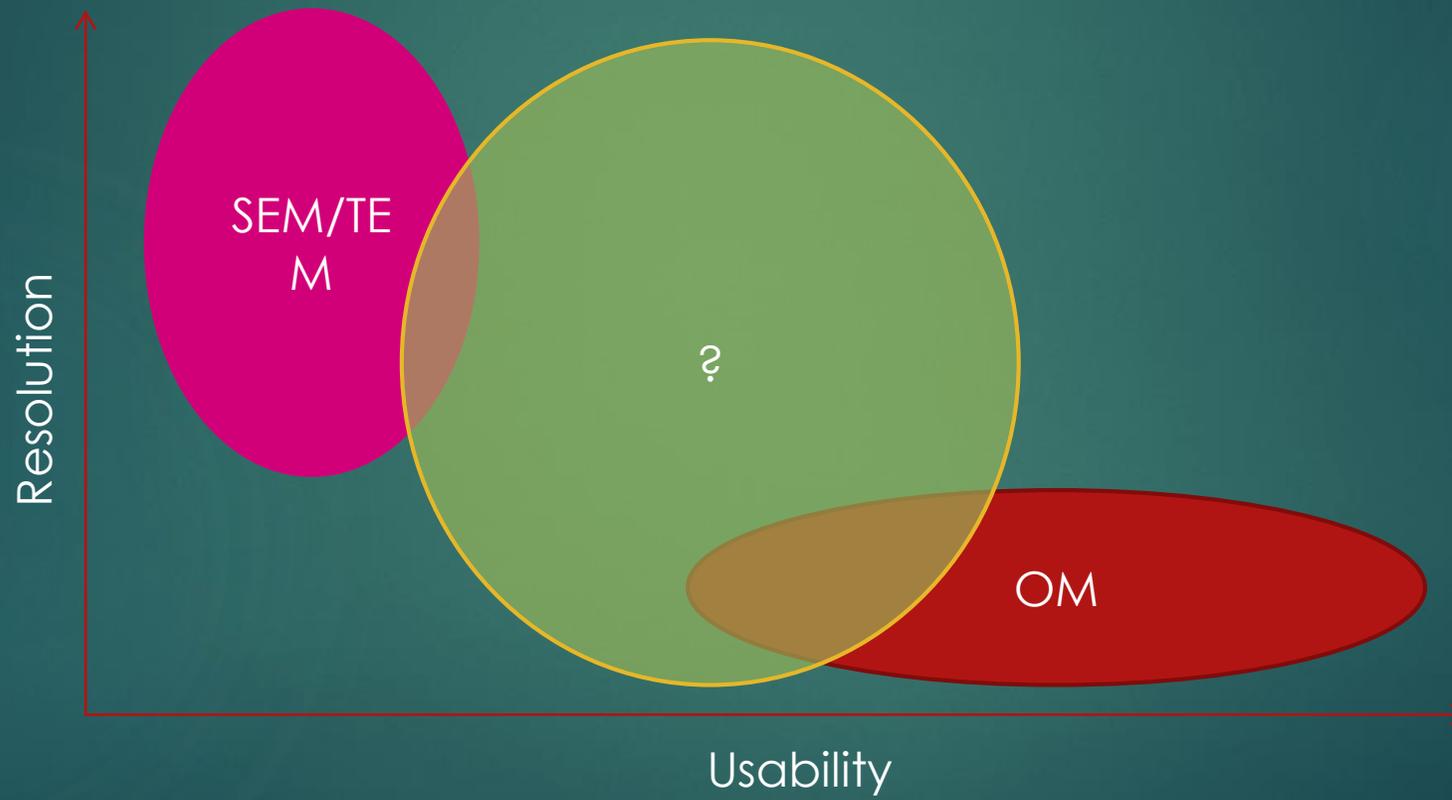




Rastersondenmethoden

Vergleich Mikroskope

61



Rastersondenmethoden

- ▶ Idee: Nutzung von Wechselwirkungen mit kurzer Reichweite
 - ▶ Tunnelstrom: STM
 - ▶ Van der Waals Kräfte: AFM
 - ▶ Elektrostatische Kräfte: EFM
 - ▶ Evaneszente Wellen: SNOM / TERS

Scanning Tunneling Microscopy

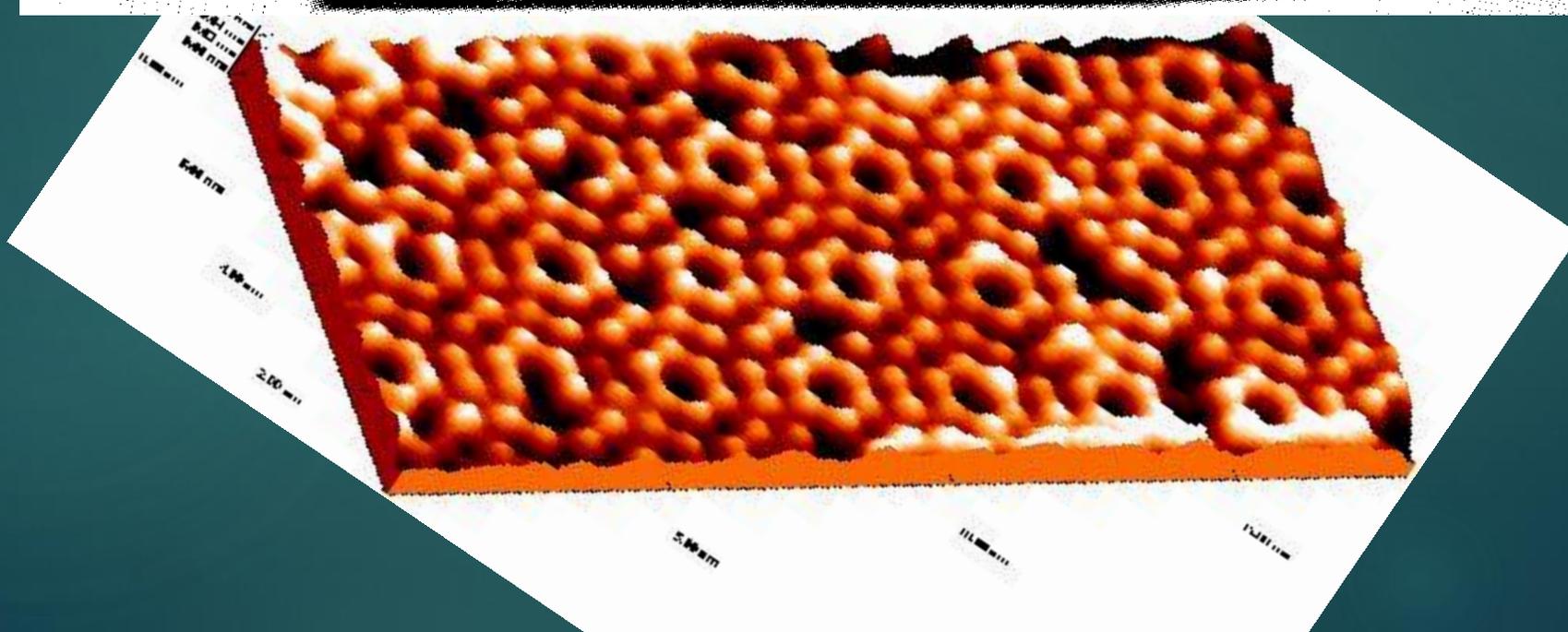
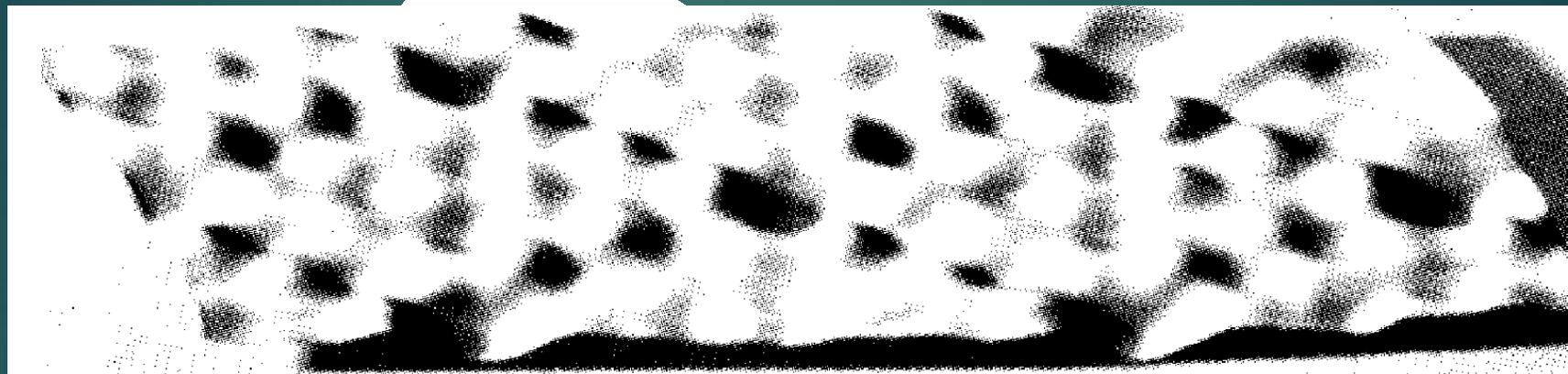
63

► Nobelpreis 1986



Scanning Tunneling Microscopy

64



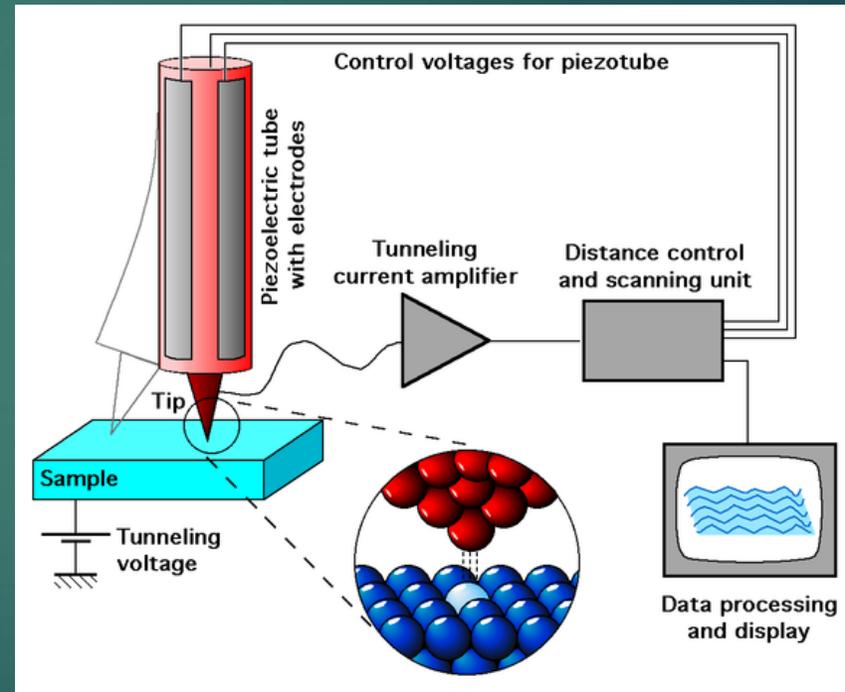
Scanning Tunneling Microscopy

65

Bemerkungen

- ▶ Um 1980 erfunden
- ▶ Exponentiell abnehmender Tunnelstrom als Messgröße
- ▶ Kontrolle durch Piezo-Kristalle
- ▶ Vakuum nötig
- ▶ Leitfähige Proben nötig

Aufbau



STM: Theorie

- ▶ Typische Abklingkonstanten im Bereich von Angström
- ▶ Zugang zu Barrierehöhen und Ladungsdichte

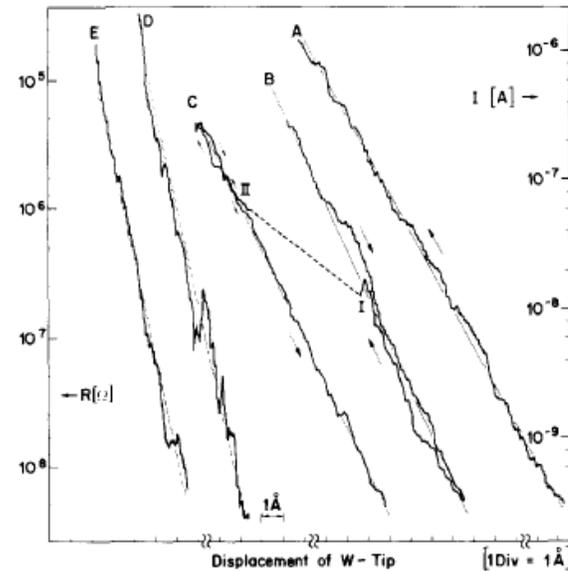


FIG. 2. Tunnel resistance and current vs displacement of Pt plate for different surface conditions as described in the text. The displacement origin is arbitrary for each curve (except for curves B and C with the same origin). The sweep rate was approximately 1 Å/s. Work functions $\phi = 0.6$ eV and 0.7 eV are derived from curves A, B, and C, respectively. The instability which occurred while scanning B and resulted in a jump from point I to II is attributed to the release of thermal stress in the unit. After this, the tunnel unit remained stable within 0.2 Å as shown by curve C. After repeated cleaning and in slightly better vacuum, the steepness of curves D and E resulted in $\phi = 3.2$ eV.

STM: Zusammenfassung

67

Vorteile

- ▶ Ultra hohe Auflösung
- ▶ Zugang zu elektronischen Parametern

Nachteile

- ▶ Leitfähige Proben
- ▶ Teuer
- ▶ Erfahrung nötig

Atomkraftmikroskopie

Kraftmikroskopie

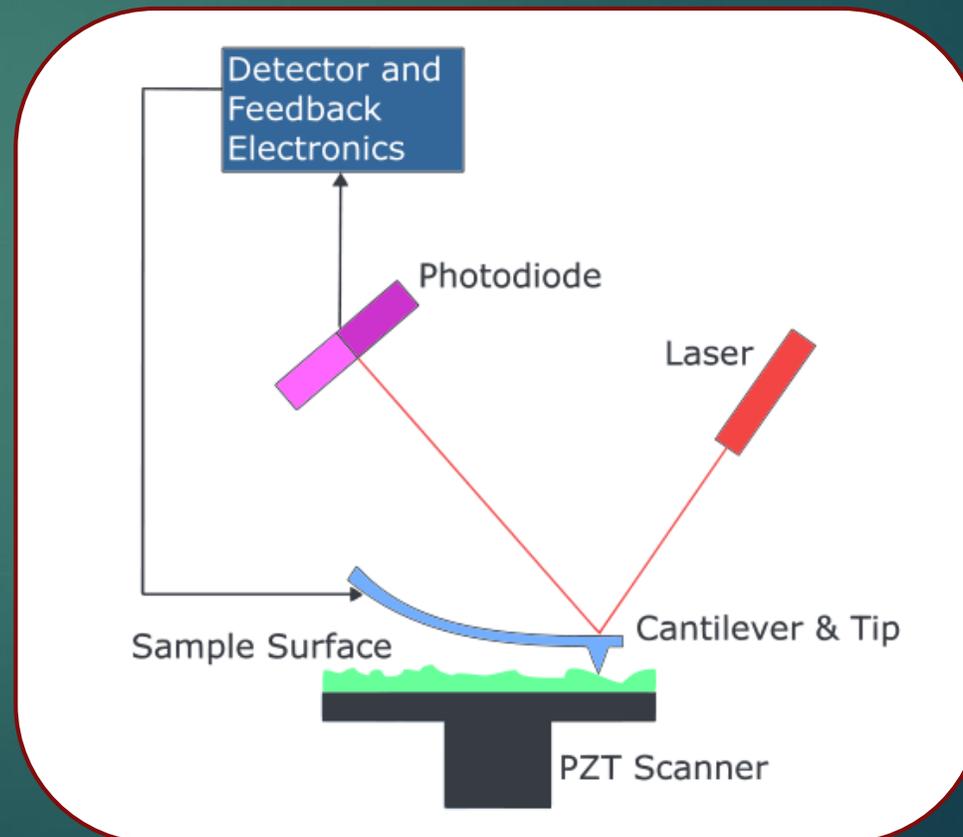
69

Bemerkungen

- ▶ Erfunden etwa 1980
- ▶ Adhäsionskräfte
- ▶ Kontrolle über Piezo-Kristalle

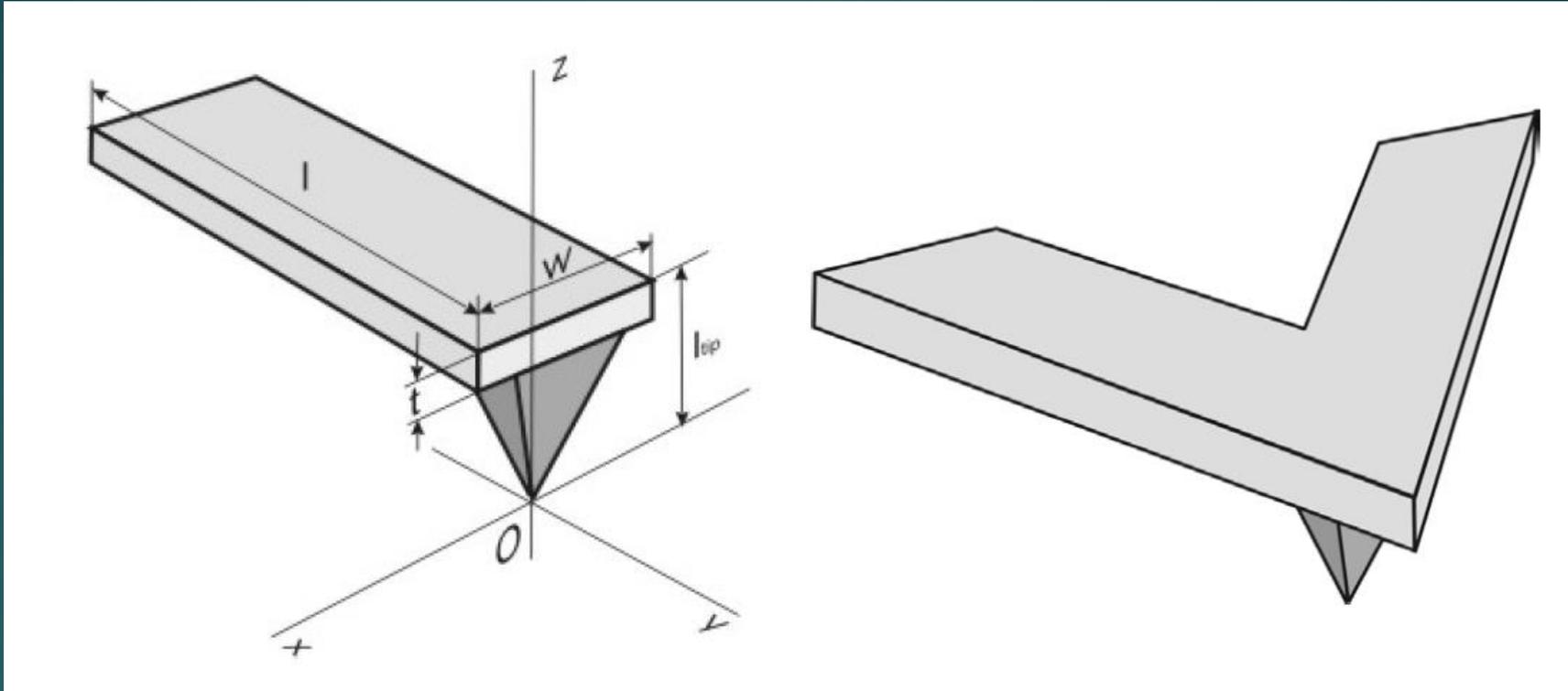
- ▶ Kein Vakuum nötig
- ▶ Weniger Anforderungen an Proben

Aufbau



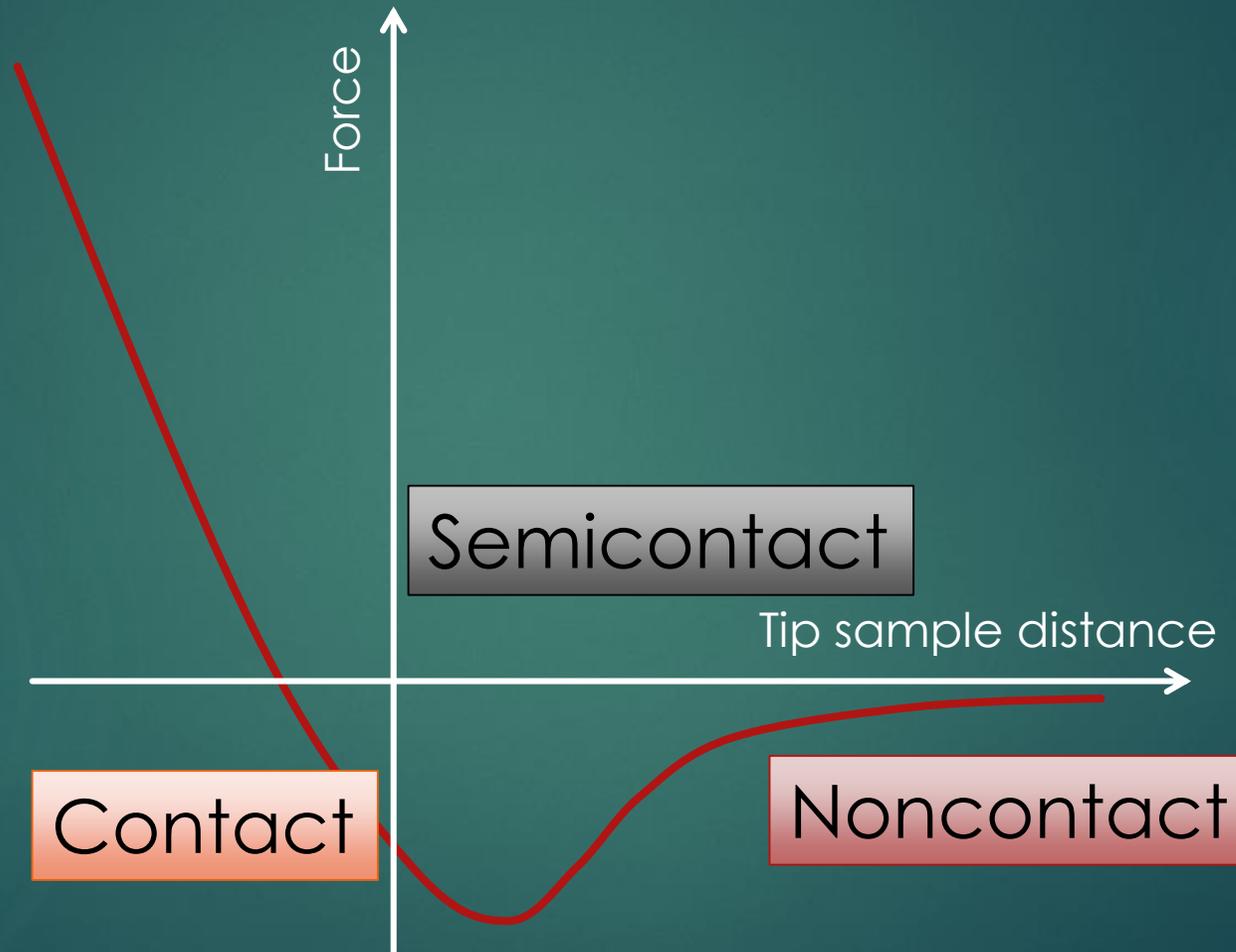
AFM: Der Cantilever

70



Cantilever werden aus Silizium gefertigt
Typische Dimensionen sind $l=100 \mu\text{m}$, $w=20 \mu\text{m}$, $t=2 \mu\text{m}$

AFM: Arbeits-Modi



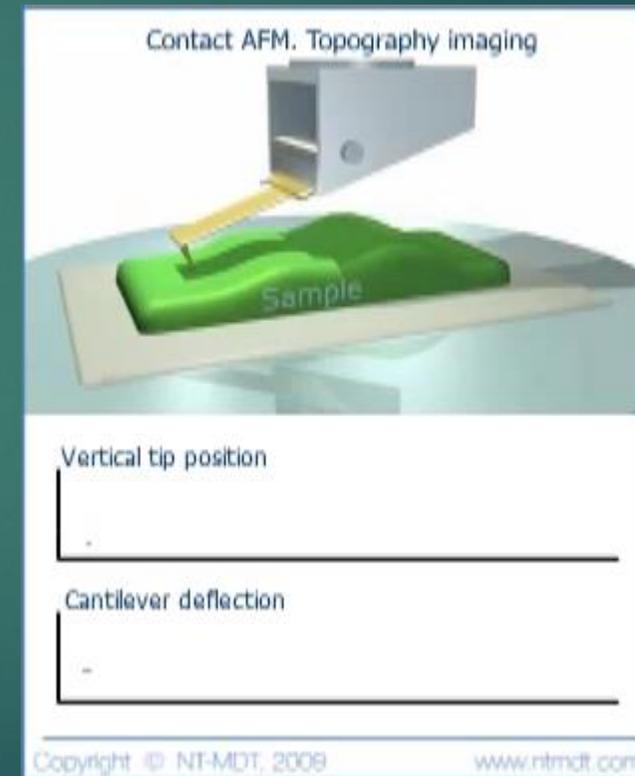
AFM: Contact Mode

72

Bemerkungen

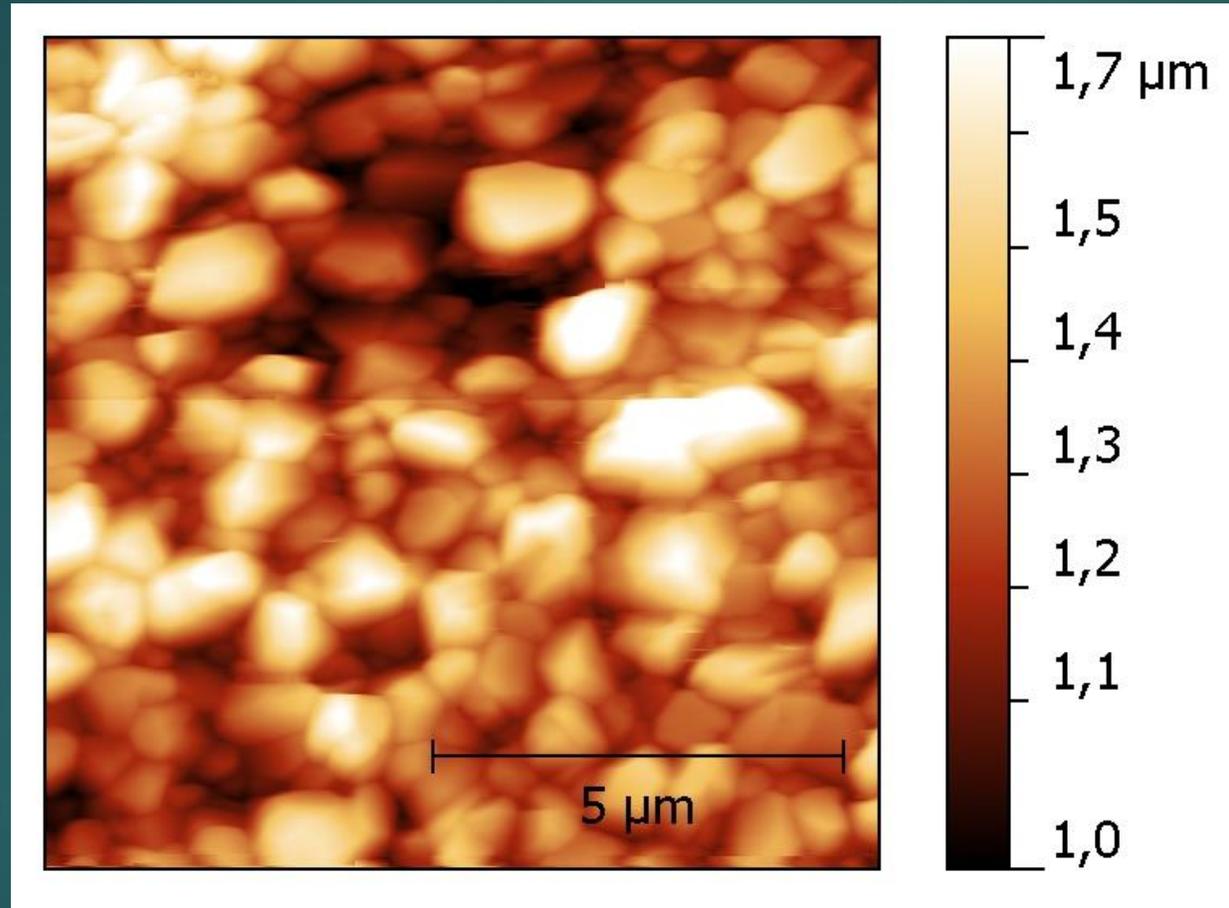
- ▶ Verbiegung des Cantilevers
- ▶ Rückkopplung
- ▶ Beschädigungen möglich
- ▶ Sehr hohe Auflösung

Aufbau



AFM: Contact Mode

73



CISCuT (Copper Indium Disulfide on Copper), odersun

AFM: Zusätzlich Bemerkungen

- ▶ Im Contact Mode gibt es Zugang zu:
 - ▶ Reibungskräften (LF)
 - ▶ Elektrischen Eigenschaften
 - ▶ Elastischen Eigenschaften (FM)
- ▶ Im Semicontact Mode gibt es Zugang zu:
 - ▶ Elastischen Eigenschaften (Phase imaging)

Zusammenfassung

75

- ▶ Optische Methoden:
 - ▶ Geringe bis ultrahohe Auflösung (Fluoreszenz)
 - ▶ Zugang zu optischen Parametern
- ▶ Elektronenmikroskopie
 - ▶ Hohe bis ultrahohe Auflösung
 - ▶ Zugang zu Zusammensetzung
- ▶ Sondenmikroskopie
 - ▶ Hohe bis ultrahohe Auflösung
 - ▶ Zugang zu mechanischen und elektrischen Eigenschaften