

5. Vergleichende Charakterisierung der *meta*- und *para*-Porphyrin-Türme auf modifizierten Siliziumwafern mit dem Rasterelektronenmikroskop (REM)

Da sich bei der Bestimmung der Breiten der Porphyrin-Türme mit dem Rasterkraftmikroskop ein Fehler von weit über 100 % ergeben hat, wurde zur Bestimmung der Breiten die Rasterelektronenmikroskopie (REM; engl.: *scanning electron microscope* SEM) verwendet.

5.1 Das Prinzip der Rasterelektronenmikroskopie

Abbildung 5.1 zeigt den Aufbau eines Rasterelektronenmikroskops, welches zur direkten elektronenoptischen Abbildung von Objekten dient.

Mit Hilfe mehrerer magnetischer Elektronenlinsen wird ein im Durchmesser ca. 10 nm breiter Elektronenstrahl mit einer geeigneten Ablenkvorrichtung zeilenweise über die Probenoberfläche geführt. Zur Bilderzeugung werden die von der Probe emittierten Sekundärelektronen (SE; Ablösung von Valenzelektronen) und/oder Rückstreuerelektronen (RE) von einem Detektor, bestehend aus einer Saugelektrode, Szintillationskristall, Lichtleiter und Sekundäremissionsvervielfacher (SEV) angezogen und nachbeschleunigt, um dann zur Hell-Dunkel-Steuerung des bilderzeugenden Elektronenbündels einer Oszillographenröhre benutzt zu werden, das synchron mit der über die Probenoberfläche geführten Elektronenstrahl den Wiedergabebildschirm abrastert. Hierbei ist die Helligkeit direkt proportional zur Anzahl der emittierten Sekundärelektronen bzw. zu deren Intensität.

Da der Austritt von Sekundärelektronen an Kanten erleichtert ist, erscheinen diese bei der Bilderzeugung sehr stark aufgehellt und ergeben ein kontrastreiches, räumlich wirkendes Bild

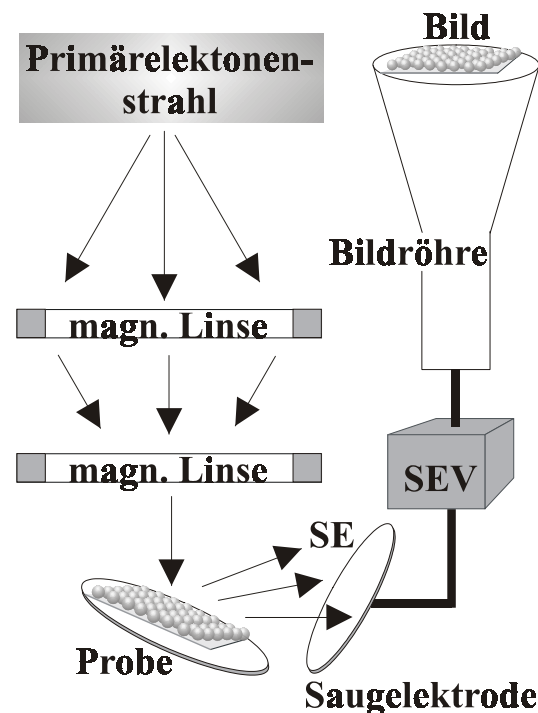


Abb. 5.1: Aufbau eines Rasterelektronenmikroskops.

(„Kanten-Hell-Effekt“). Aufgrund der hohen Nachweiswahrscheinlichkeit für Sekundärelektronen kann man mit einem schwachen Elektronenstrahl arbeiten, der nicht das Präparat zerstört. Die Ausbeute der von der Probe emittierten Sekundärelektronen (SE) und Rückstreuelektronen (RE) ist materialabhängig, so dass chemisch unterschiedliche Materialien unabhängig von deren Höhe bzw. Schichtdicke bestimmt werden können. Voraussetzung für eine rasterelektronenmikroskopische Untersuchung ist die Leitfähigkeit der Probe.

5.2 Bestimmung der Breiten der aus der acetonitrilischen Porphyrin-Lösung mit Tetrabutylammoniumhydroxid *meta*- bzw. *para*-N-Acetonitril dargestellten *meta*- bzw. *para*-1-, 2- und 4 Türmen auf Alizarin S – beschichteten Siliziumwafern IV

Abbildung 5.2 A-C zeigt rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Siliziumwafer, die mit *meta*-1-, 2- und 4 Türmen bedeckt sind. Dies sind dieselben Proben, die für die rasterkraftmikroskopischen Aufnahmen in Abbildung 4.25 A-C verwendet worden sind.

Für die *meta*-1-, 2- und 4 Türme wurden folgende Breiten gefunden:

meta-1 Türme: (8 ± 4) , (13 ± 4) , (17 ± 4) und (21 ± 4) nm.

meta-2 Türme: (8 ± 4) , (13 ± 4) und (17 ± 4) nm.

meta-4 Türme: (8 ± 4) , (13 ± 4) , (17 ± 4) und (21 ± 4) nm.

Abbildung 5.3 A-C zeigt rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen der Siliziumwafer, die mit *para*-1-, 2- und 4 Türmen bedeckt sind. Dies sind dieselben Proben, die für die rasterkraftmikroskopischen Aufnahmen in Abbildung 4.31 A-D verwendet worden sind.

Für die *para*-1-, 2- und 4 Türme wurden folgende Breiten gefunden:

para-1 Türme: (8 ± 4) , (13 ± 4) und (17 ± 4) nm.

para-2 Türme: (13 ± 4) , (17 ± 4) und (21 ± 4) nm.

para-4 Türme: (8 ± 4) , (13 ± 4) und (17 ± 4) nm.

Da eine Zuordnung der gefundenen Breiten zu einer bestimmten Höhen nicht möglich ist, kann eine eindeutig Aussage über eine Verbreiterung der Porphyrin-Türme nicht getroffen werden. Sollte eine Verbreiterung der Türme mit fortschreitender self-assembly stattfinden, kann es sich nur um eine Verbreiterung von ca. 2-4 nm handeln, da man sonst unter den 4 Türmen Porphyrin-Aggregate finden müsste, die mindestens 30 nm breit sind.

Die Detektierung von eventuell vorhandenen Porphyrin-Türmen monomolekularer Breite entzieht sich der Auflösung, da die Tiefenschärfe dieser REM-Aufnahmen sehr gering ist. Dies kann auf das Fehlen scharfer Kanten der Porphyrin-Inseln zurückzuführen sein. Da der Abbildungscontrast der REM-Aufnahmen sowohl von der Orientierung der Probenoberfläche zur Richtung der einfallenden Primärelektronen (*Reliefkontrast*) als auch von der relativen Lage der Probenoberfläche zum Elektronendetektor (*Orientierungskontrast*) abhängig ist, wurden die Proben in verschiedenen Winkeln zum einfallenden Primärelektronenstrahl und zum Elektronendetektor vermessen. Die erhoffte Verbesserung der Tiefenschärfe blieb jedoch aus.

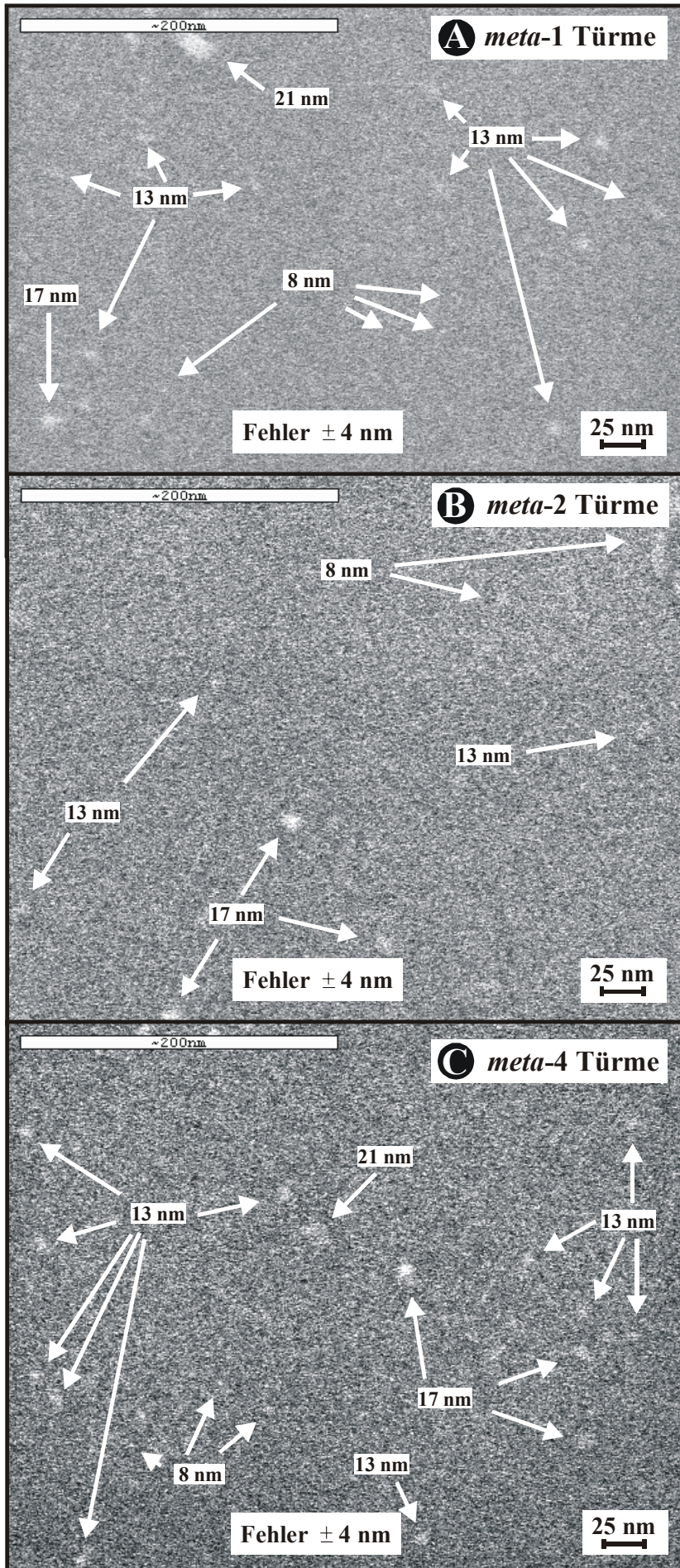


Abb. 5.2 :

Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von den aus der acetonitrilischen Porphyrinlösung mit Tetrabutylammoniumhydroxid *meta*-N-Acetonitril dargestellten *meta*-1-, 2- und 4 Türmen auf Alizarin S- beschichteten Siliziumwafern IV.

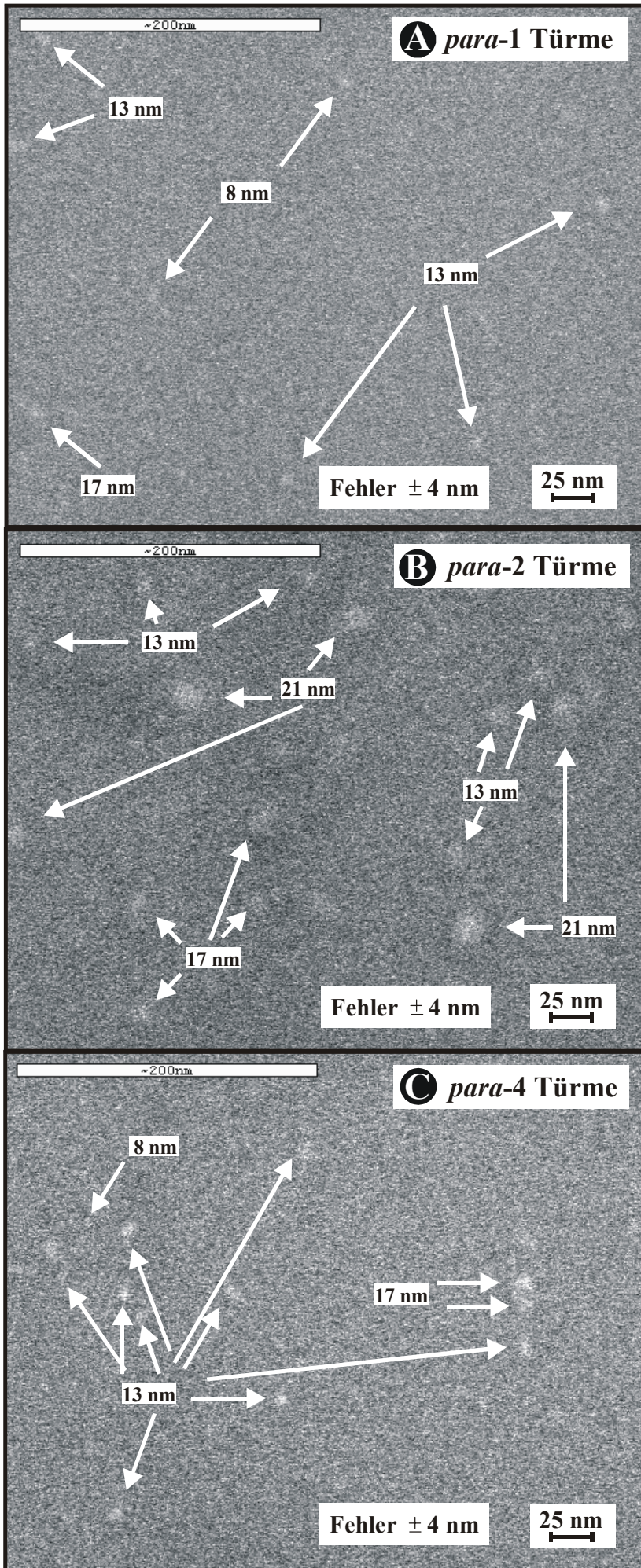


Abb. 5.3 :

Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von den aus der acetonitrilischen Porphyrin-Lösung mit Tetrabutylammoniumhydroxid *para*-N-Acetonitril dargestellten *para*-1-, 2- und 4 Türmen auf Alizarin S – beschichteten Siliziumwafern IV.