KfK 5202 Juli 1993

Photothermische Oberflächenuntersuchung von Feststoffen

O. Dübel, W. Faubel, H. J. Ache Institut für Radiochemie Projekt Mikrosystemtechnik

Kernforschungszentrum Karlsruhe

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Institut für Radiochemie

Projekt Mikrosystemtechnik

KfK 5202

Photothermische Oberflächenuntersuchung von Feststoffen

O. Dübel, W. Faubel, H.J.Ache

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

Als Manuskript gedruckt Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

,

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH Postfach 3640, 76021 Karlsruhe

ISSN 0303-4003

Zusammenfassung

In dieser Arbeit werden Oberflächen mittels eines photothermischen Meßsystems auf Beschädigungen, Vertiefungen etc. untersucht. Als Verfahren dient hierzu die transversale Ablenkungsspektroskopie im angrenzenden Medium der zu untersuchenden Feststoffoberfläche. Die erhaltenen Meßreihen sowie graphischen Darstellungen der Meßergebnisse werden mit der Theorie und mit Vergrößerungsaufnahmen der Proben verglichen.

Als Untersuchungsmaterial dienen gesputterte Proben mit unterschiedlichen Oberflächenmaterialien und unterschiedlicher Oberflächenstruktur. Dies ist zum einen eine Chrom-Probe und zum anderen zwei Natrium-Aluminium-Silikat Proben, die Beschädigungen von 74 nm bis in den μ m-Bereich aufweisen. Es werden zwei verschiedene Anregungslaser (Wellenlänge 472 nm und 1064 nm) verwendet.

Es werden besonders der Einfluß der Modulationsfrequenz und der Laserintensität auf das Meßsignal untersucht und eine eindeutige Korrelation gefunden. Die Empfindlichkeitsgrenze der Versuchsapparatur liegt bei 50-100 nm. Es wird mit dieser Arbeit deutlich, daß man ohne Zerstörung der Feststoffprobe mit diesem Meßsystem Tiefenprofile der zu untersuchenden Proben erhält.

Transverse photothermal examination of solide surfaces

Summary

In this paper, we describe the examination of solide surfaces by using the transverse photothermal beam deflection technique in the adjacent air medium. The results of the measure and the graphic presentation of the results are compared with the theory and the photographic enlargement of the surfaces.

The examination material are sputtered surfaces with different material and different structures. These are one chrom-assay and two natrium-aluminium-silicat assays. These assays have surface damages between 74 nm and μ m-range. We use two probe beam laser (wave-length 472 nm and 1064 nm)

We investigate the influence of modulation frequency and laser beam intensity on the measure signal and we found a clear dependence. The detection limit of this measure system is between 50 and 100 nm. This paper describes obviously, that we get deep-profile from the examinated probe with this apparatus without any destruction of the sample.

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	1
1.1 Geschichtliches	1
1.2 Einführung	2
2 Ziel der Arbeit	3
3. Grundlagen	4
3.1 Einleitung	4
3.1.1 Srahlungslose Übergänge	5
3.1.2 Theoretische Beschreibung des photothermischen Effektes	7
3.2 Laser	11
3.2.1 Dauerstrichlaser	13
4. Experimenteller Teil	16
4.1 Apparativer Aufbau	16
4.1.1 X-Y Verschiebeeinheit	19
4.1.2 Lock-in Verstärker	20
4.1.3 Vier-Quadrantenphotodiode	22
5. Feststoffproben	24
5.1 Herstellung der Proben mittels Kathodenzerstäubung	24
5.2 Probenaufbau	25
6. Versuchsauswertung und Meßergebnisse	29
6.1 Abhängigkeit der Meßsignale von der Modulationsfrequenz	29
6.2 Abhängigkeit der Meßsignale von der Laserleistung	33
6.3 Abhängigkeit der Meßsignale von der Wellenlänge	35
6.4 Meßergebnisse der Cr-Probe	36
6.4.1 Meßergebnisse der ganzen Cr-Probe	36
6.4.2 Meßergebnisse an Ausschnitten der Cr-Probe	44
6.5 Meßergebnisse mit der NAS-Probe	47
6.5.1 Meßergebnisse mit der geätzten NAS-Probe	47
6.5.2 Meßergebnisse mit der zusätzlich mechanisch beschädigten Probe	52

7. Zusammenfassung und Ausblick

8. Literaturverzeichnis

58

61

1. Einleitung

Feststoffoberflächen ihre Homogenität die Die Untersuchung von auf und Schichtdickenbestimmung dünner Schichten ist von großer Bedeutung insbesondere seit der Entwicklung der Halbleiterelektronik und der Chipherstellung. Es gibt einige Meßverfahren wie z.B. das Rasterelektronenmikroskop (REM) oder die Diamantenellipsometrie zur Untersuchung von Feststoffoberflächen, die jedoch den einen großen Nachteil haben, daß die zu untersuchende Oberfläche beschädigt wird. Die photothermische Ablenkung, die auf Lichtabsorption beruht, ist ein Verfahren, bei dem die Probe nicht beschädigt wird und bei dem man trotzdem eine sehr hohe Informationsdichte der Probe erhält.

1.1 Geschichtliches

Spektroskopiearten, die auf dem Prinzip der stahlungslosen Desaktivierung beruhen, wurden schon 1880 von Bell entdeckt. Bell verwendete damals das Sonnenlicht als Energiequelle und erzeugte damit Schallwellen (Photoakustik) [Lit 1.1]. Dieser Effekt, daß absorbierte Energie über stahlungslose Desaktivierungsprozesse in Schallwellen umgewandelt wird, bezeichnet man als "photoakustischer-" oder "optoakustischer-" Effekt. Dabei wird das Licht, das auf eine Probe fällt, absorbiert und führt z.B. im sichtbaren Bereich des Frequenzspektrums zu einer Elektronenanregung. Die Probe kann im festen, flüssigen und gasförmigen Zustand die eingebrachte Energie absorbieren. Die Desaktivierung der angeregten Elektronen erfolgt durch strahlungslose Übergänge und führt zu einer Erwärmung der Probe. Diese Erwärmung bewirkt wiederum eine sehr kleine Druckänderung in der Probe, die zur Ausbildung von Schallwellen führt. Da zur Ausbildung von Schallwellen eine recht hohe Energie benötigt wird, kam diese Spektroskopieart erst mit der Entdeckung leistungsfähiger Lichtquellen, den Lasern, zu ihrer vollen Entfaltung [Lit 1.2].

1964 entdeckten Gordon und Leite, als sie organische Substantzen in den Laserresonator setzten, eine Aufweitung des Laserstrahles, welche sie zuerst "Long Transient Effects in Lasers" [Lit 1.3] nannten und die von ihnen später als "Thermal Lens Effect" [Lit 1.4] bezeichnet wurde. Im Gegensatz zu der Photoakustik, bei der die Schallwellen detektiert werden, wird bei dieser etablierten Spektroskopieart [Lit 1.4] die Aufweitung des Laserstrahles aufgrund der Wärmebildung gemessen.

1980 entdeckten Boccara, Fournier und Badoz [Lit 1.5] sowie Jackson und Amer [Lit 1.6] das Prinzip der photothermischen Ablenkung, dessen Anwendung sich bis heute als ein empfindliches Analysensystem in der Forschung bewährt hat.

1.2 Einführung

Bei der photothermischen Ablenkungsspektroskopie wird eine absorbierende Probe mit einem Laserstrahl angeregt. Dabei kommt es im sichtbaren Bereich des Frequenzspektrums zur Elektronenanregung bei Atomen und Rotations-, Schwingungs- und Elektronenanregung bei Molekülen. Die Desaktivierung der angeregten Atome bzw. Moleküle erfolgt strahlungslos, d.h. die Energie wird in Form von Wärme in der Probe frei. Durch diese Wärmebildung ändert sich die Dichte des Mediums und damit auch der Brechungsindex. Es bildet sich in festen, flüssigen und gasförmigen Proben eine "thermische Linse" aus. Bei Feststoffuntersuchungen bildet sich zusätzlich eine "thermische Linse" im angrenzenden Medium der zu untersuchenden Oberfläche aus. Diese "thermische Linse" läßt sich am einfachsten mit einer Konkavlinse vergleichen, bei der ein zentrosymmetrisch durchlaufender Laserstrahl, eine der Brennweite entsprechende Strahlaufweitung erfährt.

In flüssigen und gasförmigen Proben wird der Detektionslaserstrahl direkt durch die Probe geleitet und dessen Aufweitung gemessen. Diese Aufweitung kann zum einen mit der transversalen photothermischen Ablenkungsspektroskopie, d.h. der Anregungslaserstrahl und der Detektionslaserstrahl stehen im rechten Winkel zu einander, zum anderen mit der kollinearen photothermischen Ablenkungsspektroskopie, d.h. Anregungslaserstrahl und Detektionslaserstrahl verlaufen parallel, gemessen werden.

Bei Feststoffproben wird im allgemeinen nicht die Wärmebildung in der Probe sondern die Wärmebildung im angrenzenden Medium ausgenutzt, um Aussagen über die Beschaffenheit der Probe machen zu können. Es wird die "thermische Linse" des angrenzenden Mediums vom Detektionslaserstrahl durchlaufen. Anhand der Änderung dieser "thermischen Linse" erhält man Informationen über die zu untersuchende Probenoberfläche. Bei Feststoffoberflächen besteht nur die Möglichkeit der transversalen Anwendung der photothermischen Ablenkungsspektroskopie.

Die transversale photothermische Ablenkungsspektroskopie, bei der der Detektionslaserstrahl und der Anregungslaserstrahl im rechten Winkel zueinander stehen, wird auch als "Mirage Effekt" [Lit 1.5] bezeichnet. Der "Mirage Effekt" wird heute vor allem , wie schon erwähnt, bei Feststoffuntersuchungen angewandt, wie z.B. bei Si-Waver in der Chipherstellung [Lit 1.7]. Der entscheidende Vorteil der photothermischen Ablenkungsspektroskopie liegt darin, daß die zu untersuchende Probe absolut unbeschädigt bleibt. Trotzdem bekommt man eine sehr hohe Information der zu untersuchenden Probe.

2

Ziele der Arbeit sind der Aufbau eines laserspektroskopischen Analysensystemes, das auf dem Prinzip der thermischen Linse beruht und die allgemeine, analytische Untersuchung von Oberflächen. Dabei soll geprüft werden, inwieweit das Meßprinzip Informationen der Oberflächenbeschaffenheit bekommt und wie man generell mit diesen Informationen Aussagen über die zu untersuchenden Oberflächen machen kann. Desweiteren soll der Einfluß der Modulation und der Bestrahlungsintensität des Anregungslaser untersucht werden, da sie die Möglichkeit eröffnen Tiefenprofile zu erstellen.

Zur Lösung der gestellten Aufgabe wird für die Anregung im sichtbaren Bereich des Frequenzspektrumes ein Argonionenlaser mit der Wellenlänge 472 nm und im nicht sichtbaren Bereich ein Nd³⁺YAG Laser mit der Wellenlänge 1064 nm ausgewählt. Als Detektionslaser wird wegen der Stabilität der Strahllage ein Helium-Neon Laser verwendet. Zur Lagebestimmung des Detektionslaserstrahles, nach Durchlaufen der thermischen Linse, dient eine Vier-Quadrantenphotodiode als positionsempfindlicher Detektor.

Mit dieser Apparatur sollen Aufnahmen von Feststoffoberflächen gemacht werden und mit einem Referenzverfahren verglichen werden. Aus diesen Vergleichen sollen Rückschlüsse gewonnen werden, mit denen man eine Verallgemeinerung des Meßverfahrens der thermischen Linse erreichen kann.

3. Grundlagen

3.1 Einleitung

Das photothermische Signal entsteht durch die Absorption von Licht. Wird moduliertes Licht bestimmter Intensität auf die Probenoberfläche gebracht und erfolgt die Relaxation strahlungslos, so wird die absorbierte Energie durch Stöße in Form von Wärme an die Probe abgegeben. Es entsteht eine periodische Erwärmung. In der Probe bilden sich Wärmewellen aus, die nach mehr oder weniger starker Dämpfung die Probenoberfläche erreichen. An der Probenoberfläche bildet sich ein periodisch wechselnder Temperaturgradient, welcher eine periodische Änderung des Brechungsindexes, des die Probe umgebenden Mediums zur Folge hat. Der Laserstrahl, der entlang der Probenoberfläche verläuft, wird durch die periodische Änderung des Brechungsindexes periodisch abgelenkt [Abb. 3.1].

Zusammenfassend läßt sich der gesamte Prozeß in vier Schritte aufgliedern [Lit 3.1]:

- Lichtabsorption eines Laserstrahles und Wärmeentwicklung in der Probe
- thermische Diffusion der Wärme
- Aufbau eines Brechungsindexprofiles des die Probe umgebenen Mediums
- Ablenkung des Detektionslaserstrahles durch die Änderung des Brechungsindexprofiles







3.1.1 Strahlungslose Übergänge

Da die strahlungslosen Übergänge der Grund für die Bildung der Wärmewellen in der Probe sind, werden diese im nachfolgenden Kapitel kurz erläutert [Lit 3.2].

Die durch Lichtabsorption aufgenommene Energie kann sowohl in Form von Strahlung (Lumineszenz), d.h. als Flourezenz- oder Phosphoreszenzlicht, als auch strahlungslos abgegeben werden. Das Jablonski Diagramm [Lit 3.3], siehe Abbildung 3.2, dient zur Darstellung der möglichen photophysikalischen Prozesse. Sie sind durch Pfeile angedeutet, wobei für die strahlungslosen Prozesse Wellenlinien verwendet werden. Photochemische Prozesse sind im Jablonski-Diagramm nicht enthalten.



Abbildung 3.2 : Energieschema nach Jablonski [Lit 3.4] A = Absorption, F = Fluoreszenz, P = Phosphoreszenz VR = Schwingungsrelaxation, IC = innere Umwandlung ICS = Interkombinationsübergang $S_0 = elektronischer Singulettgrundzustand$ $S_1 = erster elektronisch angeregter Singulettzustand$ T = Triplettzustand, E = Energie Lumineszenz kann durch einen spin-erlaubten oder einen spin-verbotenen Übergang stattfinden, dies entspricht der Fluoreszenz und der Phosphoreszenz. Bei der strahlungslosen Desaktivierung wird zwischen Übergängen gleicher Multiplizität (Singulett Übergang) oder innere Umwandlung (engl. internal conversion, IC) und Übergängen verschiedener Multiplizität, den sogenannten Interkombinationsübergängen (engl. intersystem crossing, ISC), z.B. Singulett-Triplett Übergang unterschieden.

Absorbiert ein Molekül ein Lichtquant, so kann es dadurch vom Elektronengrundzustand S₀ in einen angeregten Schwingungszustand des angeregten Elektronenzustandes S₁ gelangen. In der Oberfläche der Probe erfolgt nun Schwingungsrelaxation (engl. vibrational relaxation, VR) zum Schwingungsgrundzustand des angeregten Elektronenzustandes S₁. Die Energie wird dabei durch Stöße in Form von Wärme an die Probe abgegeben. So kann z.B. eine strahlungslose Desaktivierung von S₁ nach S₀ erfolgen und zwar durch eine innere Umwandlung (IC) und anschließende Schwingungsrelaxation (VR). In Feststoffen erfolgt der Austausch von Schwingungsenergie mit der Umgebung sehr rasch, d.h. das thermische Gleichgewicht stellt sich nach einer Zeit von 10⁻¹¹ s ein.

Außer durch Lumineszenz und strahlungslose Desaktivierung kann die Energieabgabe auch in Form von chemischer oder elektrischer Energie erfolgen. Die Wärme selbst kann direkt oder verzögert über verschiedene Energie-Transfer-Mechanismen abgegeben werden, wie sie in Abbildung 3.2 [Lit 3.5] zu erkennen sind. Die Summe der abgegebenen Energie muß dabei der aufgenommenen Energie entsprechen. Abbildung 3.3 ergänzt das Energieschema nach Jablonski (Abbildung 3.2), in dem nur strahlende und strahlungslose Desaktivierungsprozesse betrachtet werden.





3.1.2 Theoretische Beschreibung des photothermischen Effektes [Lit 3.6]

Die Theorie des photothermischen Effektes läßt sich aus den Differentialgleichungen der Wärmediffusion, der Temperaturverteilung in der Probe und in den angrenzenden Medien behandeln. Für den Ablenkungswinkel ϕ des Detektionslaserstrahles bei der Modulation f gilt [Lit 3.7, 3.8, 3.9] für Feststoffe:

$$\phi = (s / n_g) (dn_g / dT) (dT / dx)$$
 (3.1)

Dabei ist s die Wechselwirkungsstrecke zwischen dem Meßstrahl und dem Temperaturgradienten dT / dx, ng ist der Brechungsindex des Gases und dn_g / dT ist der Gradient des Brechungsindexes. ϕ ist daher ein Maß für die Größe des Absorptionskoeffizienten. Die Temperaturabhängigkeit des Brechungsindexes dn_g / dT beruht hauptsächlich auf einer Änderung der Dichte ρ des Mediumes.

$$dn_g / dT = (\delta n_g / \delta T)_\rho + (\delta n_g / \delta \rho) * (\delta \rho / \delta T) \qquad (3.2)$$

Je nach Ausdehnungsrichtung kann dieser Wert positiv oder negativ sein.

Der Temperaturgradient dT / dx steht in der Beziehung zur sich periodisch ändernden Oberflächentemperatur. In Abhängigkeit vom Abstand x zwischen Probenoberfläche, Detektionslaserstrahl und der Zeit t gilt [Lit 3.10, 3.11, 3.12]:

$$dT / dx = \Theta \exp(-\sigma_{th} * x + i w t)$$
(3.3)

w ist die Modulation der Kreisfrequenz w = 2π f des zu absorbierenden Lichtes.

$$\sigma_{\rm th} = (1+i) / \mu_{\rm g}$$
 (3.4)

 μ_g bedeutet die thermische Diffusionslänge im Medium, in dem der Laserstrahl verläuft, in der Regel die Raumluft oder eine Flüssigkeit.

Von physikalischen Interesse ist die explizite Lösung von Θ . Die aus der Theorie folgende Lösung ist sehr kompliziert und wenig überschaubar [Lit 3.12]. Bei Vernachlässigung bestimmter Fakten kann sie jedoch in eine einfacherer Form gebracht werden, die dann angenähert Gültigkeit besitzt.

Wichtige Größen bei dieser näherungsweisen Betrachtung sind die optische Eindringtiefe l_{β} und die thermische Diffusionslänge μ_s . Die optische Eindringtiefe ist gegeben durch :

$$l_{\beta} = 1/\beta \tag{3.5}$$

 β ist der Absorptionskoeffizient der Probe.

Dies bedeutet, daß nach Durchquerung einer Schicht l_{β} die Intensität des eingestrahlten Lichtes um den Faktor 1 / e verringert ist, d.h. 63 % der Strahlung wurden in der durch l_{β} beschriebenen Schicht absorbiert.

Die thermische Diffusionslänge μ_s in der Probe ist analog der Gleichung (3.4) definiert:

$$\mu_{\rm s} = (2 \,\alpha_{\rm s} \,/\,\omega)^{1/2} = (\alpha_{\rm s} \,/\,\pi\,f)^{1/2} \tag{3.6}$$

In einer Schicht μ_s werden die durch die Absorption des Lichtes entstehenden Wärmewellen um den Faktor 1 / e gedämpft. Die Dicke dieser Schicht kann entsprechend der Gleichung (3.6) über die Modulationsfrequenz f des einfallendes Lichtes über weite Grenzen variiert werden.

In einer optisch undurchsichtigen Schicht der Dicke T mit T > l_{β} , wie in Abbildung 3.4 gezeigt, kann das Temperaturprofil immer auf der beleuchteten Seite gemessen werden. An der Rückseite der Probe können nur dann Signale empfangen werden, wenn die Bedingung T - $l_{\beta} < \mu_s$ gegeben ist. Diese Bedingung ist eine Funktion von Materialkonstanten der Probe wie β (Absorptionskoeffizient), k (Wärmeleitfähigkeit), ρ (Dichte) und c (spezifische Temperatur), aber auch von einer experimentellen Größe der Modulationsfrequenz f, abhängig.

Ist die thermische Diffusionslänge μ_s größer als die optische Eindringtiefe l_β ($\mu_s > l_\beta$) und die Probendicke größer als die optische Eindringtiefe, wird die gesamte eindringende Energie absorbiert und trägt zur Bildung des Temperaturprofiles bei.

Eine geringe Abweichung des Absorptionskoeffizienten β beeinflußt das entstehende Signal nur sehr gering. Das Signal ist voll ausgebildet und proportional zu (1 - R) mit R = Reflektion der Probe. Dies kann ereicht werden, in dem man zum einen eine sehr dünne Probe verwendet und zum anderen die Modulationsfrequenz f so verändert, bis $\mu_s < l_\beta$ gilt.

Eine Probe, bei der die optische Eindringtiefe l_{β} kleiner als die Dicke der Probe T ist ($l_{\beta} < T$), absorbiert das gesamte eindringende Licht, jedoch wird keine Lichtenergie übertragen. Solche Proben sind für konventionelle Spektroskopien nicht zugänglich.



Abbildung 3.4 : Schematische Darstellung einer Probe der Dicke T

Ist die thermische Diffusionslänge μ_s kleiner als die optisch Eindringtiefe l_β ($\mu_s < l_\beta$), so ist die eingelagerte Energie in der thermischen Diffusionslänge proportional dem Absorptionskoeffizienten β der Probe. Aufgrund der Abhängigkeit der thermischen Diffusionslänge von der Modulationsfrequenz kann die Bedingung $\mu_s < l_\beta$ durch geeignete Wahl der Modulationsfrequenz jederzeit erreicht werden. Deshalb kann man mit Hilfe des photothermischen Effektes ein Spektrum von optisch undurchsichtigen Proben erhalten. Bei sehr hohen Modulationsfrequenzen trägt nur das in der Oberflächenschicht absorbierte Licht zur Ausbildung des Signals bei. Bei etwas niedrigeren Modulationsfrequenzen geschieht dies durch die Oberflächenschicht und deren anliegende Schicht. Vergleicht man nun nächste, Spektren verschiedener Modulationsfrequenzen so erkennt man, daß sich diese Spektren unter Umständen sehr stark voneinander unterscheiden. Auf dieses Phänomen wird im nachfolgenden dieser Arbeit noch eingegangen. In jedem Fall ist es möglich, mit Hilfe des photothermischen Effektes ein Tiefenprofil einer Probe zu bekommen, ohne diese zu beschädigen oder zu zerstören.

In diesem Kapitel soll kurz die grundlegende Theorie der verwendeten Laser erklärt werden. LASER ist die Kurzbezeichnung für "Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation " = "Lichtverstärkung durch stimulierte Strahlungsemission ". Ein Laser besteht aus drei Hauptkomponenten, dem Lasermedium, das beim Argonionenlaser aus einem atomaren Argongas besteht, der Pumpquelle, die dem Lasermedium Energie elektromagnetischer, elektrischer oder chemischer Natur zuführt und dem Resonator, z.B. einem konfokalen Resonator, der die Rückkopplung der erzeugten Strahlung bewirkt.



Abbilbung 3.5: Vierniveau - Energieschema am Beispiel des Ar⁺ Lasers nach [Lit 3.13] E = Energieniveau N = Besetzungszahlen.

Durch elektrische Anregung werden z.B. Argonatome aus dem Grundzustand ionisiert und in das obere Pumpniveau (E_4) angehoben. Dieser Zustand ist sehr kurzlebig, daher fallen sie schnell strahlungslos in das obere Laserniveau (E_3). Dies bedeutet, daß der Zustand N₄ praktisch immer unbesetzt ist. Der Zustand N₃ hat eine längere Lebensdauer, deshalb befinden sich gleichzeitig viele Atome in diesem Zustand (E_3). Sind mehr Moleküle im angeregten Zustand (oberes Laserniveau) als im Grundzustand, so liegt eine Besetzungsinvension vor. Der Übergang von E₃ nach E₂ ist der sogenannte Laserübergang. Er erfolgt spontan nach Ablauf der natürlichen Lebensdauer τ oder stimuliert infolge einer Wechselwirkung mit einem Photon der Enegie E₃ - E₂. Dieser Prozeß wiederholt sich und führt zu einer lawinenartigen Anwachsen der Intensität. Das untere Laserniveau (E_2) stellt wieder einen kurzlebigen Zustand dar, von dem aus die Atome bzw. Moleküle sehr schnell strahlungslos in den Grundzustand zurückgehen (Abbildung 3.5)

Für den Aufbau wird ein Resonator benötigt, dessen einfachste Form aus zwei ebenen Spiegeln besteht, die parallel zueinander aufgestellt sind. Dabei handelt es sich um einen Fabry - Perot - Resonator. Im Resonator bilden sich nun bei Resonanz stehende Wellen aus. Diese stehenden Wellen sind die longitudinalen Moden (Eigenschwingung) des Resonators. Der Abstand der Moden auf der Frequenzskala ist konstant:

$$\Delta v = c_L / 2 L$$

 $\Delta v =$ Frequenzabstand c_L = Lichtgeschwindigkeit

L = Spiegelabstand

Das Spektrum der spontanen Emission oder Spektrum des Lasermediums wird nun überlagert vom Spektrum der Resonatormoden und ergibt das Emissionsspektrum des Lasermediumes, wie es in Abbildung 3.6 gezeigt wird.

In einem optischen Resonator gibt es außer der Verteilung des elektromagnetischen Feldes in axialer Richtung, den longitudinalen Moden, auch eine transversale Verteilung, die so genannte transversale Mode. Für ihr Zustandekommen sind Wellen, die nicht exakt parallel zur Spiegelnormalen verlaufen, sondern einen sehr kleinen Winkel mit ihr einschließen, verantwortlich. Dadurch erhält jede longitudinale eine räumliche Verteilung der Intensität. Die Grundmode ($TEM_{0,0}$) besitzt eine einfache rotationssymmetrische Intensitätsverteilung. Bei ihr fällt die Intensität von der Strahlmitte zu den Rändern hin in Form einer Gauß - Kurve ab.



Abbildung 3.6 : Emisionsspektrum des Lasermediumes [Lit 3.14]

3.2.1 Dauerstrichlaser

Bei Dauerstrichlasern besteht eine konstante Daueroszilation = \underline{c} ontinuous \underline{w} ave (c w).

a)Argonionenlaser (Ar⁺-Laser)

Der Ar⁺-Laser ist ein cw - Laser. Abbildung 3.5 zeigt das Anregungsschema des Ar⁺-Lasers. Das Lasermedium des Ar⁺-Laser besteht aus Argonatomen, die in einer kontinuierlich betriebenen Hochspannungsentladung hoher Stromdichte von 30 - 150 A cm⁻² durch Elektronenstöße zunächst einfach ionisiert werden. Nachfolgende Stöße regen die Ionen aus ihrem Grundzustand in angeregte Zustände an. Das Energieschema (Abbildung 3.5) entspricht einem Vierniveauschema.

Es gibt zahlreiche Laserübergänge, die zwischen den hochangeregten Zuständen des Ar^+ -Ions stattfinden. Diese sind 528,7 nm, 514,5 nm, 501,7 nm, 496,5 nm, 488,0 nm, 476,5 nm, 472,7 nm, 465,8 nm, 457,9 nm, 545,5 nm im sichtbaren Bereich des Frequenzspektrums und 363,8 nm, 351,4 nm, 351,1 nm, 335,8 nm, 334,5 nm, 333,6 nm, 305,5 nm, 302,4 nm, 300,2 nm, 275,4 nm im UV-Bereich [Lit 3.15].

Der Ar⁺-Laser kann im sogenannten " Single Line " oder " Multiline " Betrieb betrieben werden. Im Laserresonator schwingt nicht nur eine Laserlinie an, sondern mehrere, d.h.aus dem Resonator tritt ein Laserstrahl mit mehreren diskreten Frequenzen aus (" Multiline "). Wird hingegen in den Laserresonator ein wellenlängendispergierendes Element, in diesem Fall handelt es sich um ein Prisma, eingesetzt, so emitiert der Laser nur noch einen Laserstrahl mit einer Frequenz, d.h. er arbeitet im " Single Line " Betrieb.

b) Helium - Neon Laser (He-Ne Laser)

Beim He-Ne Laser befindet sich in einem zylindrischen Gasentladungsrohr ein Gemisch der Edelgase Helium und Neon. Für das Zustandekommen einer Gasentladung ist ein geringer Druck notwendig, Helium wird mit 1 Torr, Neon kleiner 0,1 Torr eingefüllt. Die durch Elektronenstöße (Gasentladung) hervorgebrachten Anregungen der He - Atome werden als Anregungen durch Stöße erster Art (elastische Stöße) bezeichnet. Die tiefsten Energieniveaus des Heliums sind das 2^3 s - Niveau und das 2^1 s - Niveau, beim Neon ist es das 1 s - Niveau. Die Übergänge im Helium vom 2^3 s - und 2^1 s - Niveau in den Grundzustand sind verbotene Übergänge, d.h. die beiden Niveaus sind metastabil und haben, verglichen mit anderen Niveaus, eine sehr lange Lebensdauer. Da das Energieniveau 2^1 s des Heliums mit der Energie des 3s - Niveaus des Neons übereinstimmt, ebenso wie dies zwischen dem 2^3 s -Niveau des Heliums und dem 2s - Niveau des Neons der Fall ist, kann die Energie vom Helium auf das Neon durch Stöße zweiter Art übertragen werden.





Stöße zweiter Art (unelastische Stöße) können durch angeregte Atome nur dann stattfinden, wenn ihre Energie vollständig auf andere Atome übertragen wird. Zwischen dem stoßenden und dem gestoßenen Teilchen muß also Energieresonanz vorliegen.

Das Neon besitzt charakteristische Laserübergänge bei 632,8 nm (Übergang von 3s nach 2p), 1150 nm (Übergang von 2s nach 2p), 2,4 μ m (Übergang von 3s nach 2p) (Abbildung 3.7), 3,39 μ m (Übergang von 3s nach 3p). das 2p - Niveau des Neons (unteres Laserniveau, das gleiche gilt auch für das 3p - Niveau) wird durch eine hohe spontane Emission schnell entleert. Die Entleerung des 1s - Niveau erfolgt durch unelastische Stöße mit der Wand [Lit 3.9]. Abbildung 3.7 zeigt ein vereinfachtes Energieniveau - Schema für den He - Ne Laser.

c)Neodym-YAG Laser (Nd³⁺YAG Laser)

Im Gegensatz zum Argonionenlaser und Helium-Neon Laser, die in die Kategorie der Gaslaser einzuordnen sind, gehört der $Nd^{3+}YAG$ Laser zu den Festkörperlasern genauer gesagt zu den Glaslasern. Nd^{3+} -Ionen werden in den Wirtskristall Yttrium-Alluminium-Granat ($Y_{3}Al_{5}O_{13}$) eingebaut. Es werden 0,5-3,5 mol% Nd zu dotiert. Solch hohe Dotierungen können ohne Schwierigkeiten im Glas bzw. im Kristall untergebracht werden. Ein Vorteil der Glaslaser liegt darin, daß für diese die Errungenschaften der Glastechnologie zur Verfügung stehen. Lasermedien in den verschiedensten Größen und Geometrien können in hoher optischer Qualität hergestellt werden. Der Wirtskristall zeichnet sich im Gegensatz zum Glas durch eine wesentlich höhere Wärmeleitfähigkeit aus. Aus diesem Grunde ist der Nd³⁺YAG Laser für den kontinuierlichen Betrieb geeignet, indem er eine Leistung bis zu 500 W im Bereich der Wellenlänge 1064nm erreichen kann.

Der Argonionenlaser mit einer maximalen Leistung von 1,75 W bei der Wellenlänge 472 nm und der $Nd^{3+}YAG$ Laser mit einer maximalen Leistung von 775 mW bei der Wellenlänge von 1064 nm wurden im Rahmen der Versuche als Anregungslaser, der He-Ne Laser mit einer Leistung von 1,0 mW bei einer Wellenlänge von 633 nm als Detektionslaser verwendet.

4. Experimenteller Teil

4.1 Apparativer Aufbau

Um eine Messung an Oberflächen durchführen zu können, wurde eine entsprechende Versuchsapparatur aufgebaut. Diesen Aufbau zeigt schematisch dargestellt Abbilbung 4.1 a . In Abbildung 4.1 b kann man zusätzlich eine photographische Aufnahme der Apparatur mit dem Neodym-YAG Laser sehen.



Abbildung 4.1 a : Schematische Darstellung der Versuchsapparatur

Als Anregungslaser dienten ein Argonionenlaser (Coherent Innova 200/15-3) oder ein $Nd^{3+}YAG$ (ADLAS DPY 321/323) Laser, die bereits in Kapitel 3.2 näher erläutert wurden. Der Anregungslaserstrahl wird durch einen Modulator (Scitec Instruments Modell 350 C) mit verschiedenen Frequenzen moduliert. Der Modulator dient gleichzeitig zur

Triggerung des Lock-in Verstärkers (EG & G Modell 5210). Der Anregungslaserstrahl wird durch ein Linsensystem auf die Probenoberfläche fokussiert und strahlt senkrecht auf die Probe. Die Probe ist auf einem Probenhalter befestigt, der mit einer X-Y Verschiebeeinheit gekoppelt ist.



Abbildung 4.1 b : Versuchsapparatur mit dem $Nd^{3+}YAG$ -Laser als Anregungslaser

Der Detektionslaserstrahl, der parallel zur Probenoberfläche verläuft, ist ein He-Ne Laser (Kapitel 3.2). Dieser ist in einem Monoblock (Phototherm Dr. Petry GmbH) befestigt wie Abbildung 4.2 zeigt. Der Laserstrahl des He-Ne Laser wird über zwei Spiegel umgelenkt und mit einer Sammellinse so fokussiert, daß die daraus entstehende "Taille" des Detektionslasers sich genau dort befindet, wo sich Anregungslaserstrahl und Detektionslaserstrahl in einem Winkel von 90° schneiden.

Der Detektionslaserstrahl wird periodisch abgelenkt, wie bereits in Kapitel 3.1 erläutert wurde. Diese Ablenkung nimmt eine Vier-Quadrantenphotodiode (Centronic Modell QD 50-5T) auf und gibt das enstehende Signal über eine entsprechende Auswerteelektronik (Elektronik, Phototherm Dr. Petry GmbH) an einen Lock-in Verstärker (EG & G Modell 5210) weiter.





Der Lock-in Verstärker, die Vier-Quadrantenphotodiode und die X-Y Verschiebeeinheit werden im Folgenden noch näher erläutert. Die vom Lock-in Verstärker verstärkten Signale werden mit Hilfe eines Computers und der entsprechenden Software (PC, Modell ABC 386-25, Software Phototherm Dr. Petry GmbH) weiterverarbeitet und ausgewertet. Um eine Oberfläche sehr genau und sehr fein abrastern zu können, benötigt man eine X-Y Verschiebeeinheit, die hohe Anforderungen erfüllt. Die X-Y Verschiebeeinheit, wie sie in Abbildung 4.3 schematisch dargestellt ist und in dieser Apparatur eingesetzt wurde, bietet mit dem entsprechenden Computer eine sehr gute Einheit und erfüllt die oben genannten Bedingungen exzellent. Die Software, mit der man die X-Y Verschiebeeinheit entsprechend einstellen kann, bietet die Möglichkeit den Gesamtweg, den einzelnen Teilschritt und die Wartezeit einzustellen.

Der kleinste Teilschritt ist 0,5 μ m mit dem man die höchste Informatiosdichte der zu untersuchenden Oberfläche bekommt. Die Untersuchungen an Oberflächen, die in dieser Arbeit durchgeführt worden sind, wurden in Teilschrittbereichen von 5 - 15 μ m durchgeführt. Je nach Probengröße wurde teils die gesamte Probe oder jeweils die zwei Hälften der Probe "abgescannt". Die Wartezeiten wurden im Bereich von 10 - 30 ms festgelegt.



Abbildung 4.3 : Schematische Darstellung der X-Y Verschiebeeinheit

Eine Messung hat maximal 10⁶ Einzelinformationen d.h., es konnten maximal 1000 Meßpunkte in X-Richtung und 1000 Meßpunkte in Y-Richtung in einer Messung aufgenommen werden. Aufgrund dieser hohen Anzahl von Meßpunkten und der Einstellung der Meßzeit eines einzelnene Meßpunktes von 10 ms, betrug die gesamte Meßzeit je Messung ca. 16 Stunden.

4.1.2 Der Lock-in Verstärker

Der Lock-in Verstärker ist in der Lage, Signale hervorzuheben, die völlig vom Rauschen überdeckt sind. Die Amplitude der Rauschspannung kann bis zu 10⁴ mal größer sein als die der zu messenden Wechselspannung. Diese Eingangsspannung, die das Gerät auswerten soll, erzeugt eine ihr proportionale Gleichspannung, deren Höhe zudem von der Phasenlage der Eingangsspannung abhängt und somit auch diese Größe erfaßbar macht. Der Lock-in Verstärker ist sozusagen ein phasenunempfindliches Meßgerät, das den Wert einer völlig verrauschten Meßspannung genau feststellen kann. Ein verrauschtes Signal wird im Lock-in Verstärker wieder hergestellt. Die Anwendung ist jedoch auf solche Meßspannungen beschränkt, die eine beliebige, aber feste Frequenz und eine konstante Phasenlage haben.

Das alles ist möglich, indem der Lock-in Verstärker, genauer seine wichtigste Stufe, der phasenempfindliche Gleichrichter, kurz PSD-Stufe genannt (phasensensitiver Detektor), die ankommende Meßspannung mit einer Referenzwechselspannung vergleicht. Nur solche Signale werden in der PSD-Stufe weiter verarbeitet, die in Frequenz und Phase mit der Referenzspannung übereinstimmen. Der Lock-in Verstärker befreit durch die Sperrfunktion der Referenzspannung das Eingangssignal vom Störpegel.

Die Industrie stellt Geräte her, die eine solche Empfindlichkeit aufweisen, daß noch bei einer Eingangssignalspannung von 10 nV Vollausschlag am Instrument angezeigt wird. Diese geringe Meßspannung kann dann mit einer Rauschspannung von etwa 1 mV überlagert sein und trotzdem noch erfaßt werden. Das Gerät stellt ein äußerst enges Filter dar, dessen Abstimmung durch die Festlegung der Referenz fixiert ist. Weichen die beiden Frequenzen (Frequenz der Referenzspannung und Frequenz der Signalspannung) auch nur ein klein wenig voneinander ab, zeigt das Gleichspannungsinstrument am Ausgang keinen Wert mehr an.

Ein kompletter Lock-in Verstärker besteht aus mehreren Stufen. Im allgemeinen werden der PSD-Stufe ein Verstärker und ein Filter vor- sowie ein weiteres Filter nachgeschaltet, auf das der Gleichspannungsverstärker mit einem Anzeigeinstrument folgt, wie es in Abbildung 4.4 gezeigt wird. Die Vorverstärkerschaltung soll eine hohe Verstärkung bringen und rauscharm sein. Dem Vorfilter kommt die Aufgabe zu, den Rauschpegel schon vor der PSD-Stufe, die ihn beseitigen soll, herabzusetzen. Danach folgt das Nachfilter. Die Gleichspannung, die von der PSD-Stufe erzeugt wird, enthält noch überlagerte Wechselspannung us und der Referenzspannung U_R. Der Gleichspannungsverstärker dient einmal dazu, das Anzeigeinstrument anzupassen, zum anderen aber kann ein Teil der geforderten Gesamtverstärkung von ihm übernommen werden. Wenn der Lock-in Verstärker seine Aufgabe erfüllen soll, muß er auf die Frequenz der Meßspannung eingestellt sein.



Abbildung 4.4 : Blockschaltbild eines Lock-in Verstärkers [Lit 4.1]

Die Referenzstufe erzeugt die "Schaltfrequenz ", deren Takt von der Meßspannung selbst abgezweigt oder aber von der gleichen Vorrichtung hergestellt wird, welche die Frequenz der Meßspannung bestimmt.

Der Anwendungsbereich des Lock-in Verstärkers ist groß und weitet sich mehr und mehr aus. In dieser Arbeit wird der Lock-in Verstärker zur Messung der Signale, die von der Vier-Quadrantenphotodiode erzeugt werden, verwendet.

4.1.3 Vier-Quadrantenphotodiode

Bei der Vier-Quadrantenphotodiode werden vier einzelne Silicium-Photodioden gemäß Abbildung 4.5 angeordnet. Durch diese Anordnung ensteht zwangsläufig eine lichtunempfindliche Fläche zwischen den einzelnen Si-Photodioden.



Abbildung 4.5 : Anordnung der Si-Photodioden bei einer Vier-Quadrantenphotodiode

Diese Si-Photodioden besitzen durch ihren nachfolgend beschriebenen Aufbau positionsauflösende Eigenschaften. Si-Photodioden sind nach dem PIN Prinzip aufgebaut, d.h. sie werden von der Folge einer p-dotierten, einer eigenleitenden und einer n-dotierten Zone gebildet, wie man in Abbildung 4.6 erkennen kann.



Abbildung 4.6 : Darstellung des Aufbaus einer Si-Phtotdiode

Ein Grund für diesen Aufbau ist zum einen, daß die Raumladungszone wesentlich erweitert wird und zum anderen, daß nun die meisten Phototräger im Ausbreitungsbereich erzeugt werden, von wo aus sie wesentlich schneller vom elektrischen Feld aufgesammelt werden können als durch Diffusion aus dem Gebiet außerhalb der Raumladungszone. Ein weiterer Vorteil liegt in der größeren Ladungstrennung und damit in der geringeren Sperrschicht-kapazität. Diese Si-Photodioden wandeln die elektromagnetische Strahlung des auftreffenden He-Ne Lasers gemäß der Funktion eines Quantendetektors nach dem inneren Photoeffektes [Lit 4.2] in elektrische Signale um, d.h. auftreffende Photonen induzieren in der Übergangsschicht eine Elektron-Loch-Paar-Bildung, welche zu einer Ladungsträger-erzeugung und zu einem Ansteigen des Sperrstromes führt.

Fällt ein Laserstrahl auf die Vier-Quadrantenphotodiode, so erzeugt er in jedem Segment einen Photostrom. Zur Positionsdarstellung dient das Differenzsignal aus den vier Photoströmen. Das Differenzsignal ist Null, wenn alle vier Sektoren gleichmäßig ausgeleuchtet werden, bzw. der Laserstrahl genau auf die lichtunempfindliche Fläche zwischen den einzelnen Photodioden trifft.

Anstiegszeiten in Nanosekundenbereich sind für Photodioden keine Seltenheit, weshalb sie sich auch für den Nachweis von hochfrequenter Schwebungssignalen beonders eignen. In dieser Arbeit wurden Versuche mit Frequenzen über 1500 Hz durchgeführt, wobei bei der Signaldetektion keinerlei Probleme auftraten.

Die Vier-Quadrantenphotodiode, die in dieser Arbeit zum Einsatz kam, hat einen aktiven Durchmesser von 8 mm und eine gesamte aktive Fläche von 50 mm². Ihre Photoempfindlichkeit beträgt bei einer Wellenlänge von 900 nm 0,46 A/W

5 Feststoffproben

Im nachfolgenden sollen die Proben, die im Rahmen dieser Arbeit untersucht wurden, erläutert werden. Desweiteren wird in dieser Arbeit ein kurzer Einblick über die Herstellung dieser Proben gegeben.

5.1 Herstellung der Proben mittels der Kathodenzerstäubung (engl. sputtern)

Bei der Kathoden-Zerstäubung wird im Sputtergas (Inertgas, Argon oder Reaktivgas, z.B. O_2) bei Drücken zwischen 10^{-3} und 10^{-2} mbar eine Gasentladung erzeugt. Die im elektrischen Feld beschleunigten Gasionen treffen mit einer Energie von einigen 1000 eV auf das Target, wobei sowohl durch thermische Verdampfung als auch durch direkte Impulsübertragung Atome und Molekülfragmente abgelöst werden. Die Fraktionierungseffekte bei Mehrkomponentensystemen sind aber geringer als bei der klassischen thermischen Verdampfung, da insbesondere bei hohen Ionenenergien der Stoßmechanismus bevorzugt ist. Das zerstäubte Material besteht zu 99% aus Neutralteilchen, die sich dann in der Randzone der Gasentladung z.B. auf einer Substratunterlage in dünnen Schichten abscheiden.

Zum Zerstäuben von Isolatoren muß Hochfrequenz-Sputtern angewandt werden, da beim DC-Verfahren der Zerstäubungsprozeß aufgrund der positiven Aufladung des Targets abgebrochen wird. Eine besondere Art des Hochfrequenzsputtern (HF-sputtern) ist das Planar-Magnetron, wie es in Abbildung 5.1 zu sehen ist.



Abbildung 5.1: Schematische Darstellung des Hochfrequenzsputtern anhand des Planar-Magnetron

Bei einer Diodenanordnung wird die HF-Spannung (f = 13.56 MHz) über eine Matchbox (Spule und zwei variable Kapazitäten zur Anpassung der Lastimpedanz des Rezipienten an den 50 Ohm Ausgangswiderstand des HF-Generators) an die Kathode gelegt. Der Kondensator in der Kathodenzuleitung bewirkt zusätzlich ein DC-Potential, da aufgrund der höheren Beweglichkeit der Elektronen während der positiven Halbwelle erheblich mehr Elektronen zur Kathode gelangen als Ionen während der negativen Halbwelle. Die Kathode lädt sich dann solange negativ auf, bis ein Gleichgewicht zwischen Elektronen- und Ionenstrom herrscht, mit dem Ergebnis, daß nur das Kathodenmaterial zerstäubt wird.

Zur Erhöhung der Abscheiderate auf das Zehnfache wird beim Magnetron dem elektrischen Feld der Glimmentladung durch Permanentmagnete hinter der Kathodenplatte ein magnetisches Feld überlagert. Jetzt werden die Elektronen aufgrund ihrer kleinen Gyrationsradien in der Nähe der Targetoberfläche konzentriert, der Ionisierungsgrad des Plasmas vor der Kathode und damit die Erosion der Targetoberfläche nimmt zu und ist dort am größten, wo die Vertikalkomponente des Magnetfeldes null ist. Dies ist aber gleichzeitig ein Nachteil der Magnetronkathoden: das Target wird ungleichmäßig abgetragen (etwa 20 % Ausnutzung). Obwohl das Magnetronkonzept auf DC-Betrieb basiert (stationäre $E \ge B$ -Drift), lassen sich die Kathoden auch mit HF betreiben, jedoch sind die Zerstäubungsraten bei gleicher Leistungsdichte etwas kleiner (variierende Ionisierungswahrscheinlichkeit für Elektronen).

5.2 Probenaufbau

Die Proben, die in dieser Arbeit angewandt wurden, sind in vier verschiedenen Schichten aufgebaut, wie man in Abbildung 5.2 erkennen kann.



Abbildung 5.2 Schematische Dartsllung des Aufbaus der Proben

Die erste Schicht, die sogenannte Grundschicht, besteht aus Silicium (Si), welches in einer Schichtdicke von 500 μ m vorliegt. Darüber befindet sich eine Schicht aus Siliciumoxid (SiO₂) in einer Schichtdicke von ca. 30 nm. Oberhalb dieser Schicht befindet sich eine Schicht Siliciumnitrid (Si₃N₄) mit der Dicke von ca. 70 nm. Auf diese Schicht wird das entsprechende Matrial bzw. die entsprechende Verbindung durch Hochfrequenzsputtern aufgebracht. Zwei Proben wurden mit Natrium Alluminium Silikat (NAS), mit einer Schichtdicke von ca. 110 nm, eine andere Probe wurde mit Chrom bzw. oxidisches Chrom (Cr bzw. Cr₂O₃), mit einer Schichtdicke von 20 nm gesputtert.

Bei der Cr-Probe wurden die Vertiefungen mit einer Argonionenkanone erzeugt. Mit dieser Kanone wurden Vertiefungen bis in die Schicht des Si hergestellt, wie man in Abbildung 5.3 erkennen kann.



Abbildung 5.3 : Vergrößerung der Cr-Probe

Die Probe ist ca. 15mm breit und ca. 12mm lang. Die Vertiefungen, die man in der Abbildung 5.3 als kleine silberne Flächen wahrnimmt, sind die oben erwähnten Vertiefungen, die bis in die Si-Schicht reichen. Die anderen Vertiefungen, die man als "blaue Flecken" erkennen kann, sind Vertiefungen, die bis in die SiO₂-Schicht reichen. Eine deutliche Beschädigung ist am unteren Rand zu erkennen. Zusätzlich sieht man am rechten Rand, daß beim Bruch des Glases das Glas nicht sauber abgebrochen ist.

Bei der NAS-Probe wurden die Vertiefungen durch Ätzen erreicht, die man in Abbildung 5.4 erkennen kann.



Abbildung 5.4 : Vergrößerung der NAS-Probe

Dazu wurde die Probe nach dem Sputtern mit Photolack schachbrettartig überzogen und ca. eine Stunde in einen Trockenschrank gelegt. Danach wurde auf die Stellen, auf denen sich kein Photolack befand, eine 1%. Fluor-Wasserstoff-Lösung (HF-Lösung) in zeitlichen Abständen aufgetragen. Die 1 % HF-Lösung besitzt eine definierte Ätzrate die bei ca. 35 nm/min liegt. Durch die zeitlichen Abstände wurde erreicht, daß die Vertiefungen unterschiedlich tief wurden. Diese unterschiedlichen Tiefen kann man in der Abbildung 5.4 erkennen. Sie erkennt man an der unterschiedlichen Blaufärbung. Je dunkler das Blau desto tiefer hat sich auch die HF-Lösung in die NAS-Schicht eingeätzt. Die Si3N4- Schicht und der Photolack dienen als "Ätzstopp " wodurch die Vertiefungen maximal der Schichtdicke der NAS-Schicht und die Ausbreitung maximal der Fläche ohne Photolack betragen können. Der dunkle untere Rand ist nicht Bestandteil der Probe sondern entstand bei der photographischen Aufnahme und wurde durch die entsprechende Belichtung hervorgerufen. Eine weitere NAS-Probe wurde zusätzlich zu den geätzten Vertiefungen noch mechanisch mit Schleifpapier und einem Schraubenzieher bearbeitet, wie es Abbildung 5.5 zeigt. Am linken unteren Rand sieht man deutlich die Beschädigungen, die durch das Schleifpapier in die Probe geschaffen wurde.

Im oberen Bereich kann man ebenfalls eine solche Beschädigung erkennen, die zusätzlich noch durch Kerben mit einem Schraubenzieher versehen sind. Bei der Beschädigung mit dem Schraubenzieher entstand ein Sprung des NAS-Probe, den man bei genauer Betrachtung der Abbildung 5.5 im rechten oberen Teil der Probe erkennen kann.



Abbildung 5.5 : Vergrößerung der NAS-Probe mit zusätzlicher mechanischer Beschädigung

Diese drei Proben wurden mittels der photothermischen Ablenkungsspektroskopie in dieser Arbeit untersucht. Die entsprechenden Ergebnisse sind in Kapitel 7 zu entnehmen.

6. Versuchsauswertung und Meßergebnisse

Zuerst wurden die Abhängigkeiten des Meßsignales von den Versuchsparametern Modulationsfrequenz, Laserleistung und Wellenlänge untersucht.

6.1 Abhängigkeit der Meßsignale von der Modulationsfrequenz

Zunächst wurde die Abhängigkeit der Signale von der Modulationsfrequenz untersucht. Dazu wurde eine Probe wie schon erläutert auf einen Probenhalter, der wiederum an der X-Y Verschiebeeinheit angebracht war, befestigt. Es wurde willkürlich ein Punkt der Probe ausgewählt an dem die Versuchsreihe durchgeführt wurde. Die konstante Laserintensität wurde ebenfalls frei gewählt. Der Argonionenlaser wurde bei einer Wellenlänge von 472 nm mit einer Leistung von 250 mW eingestellt. Mit dieser konstanten Laserleistung des Anregungslasers wurde die erste Versuchsreihe durchgeführt, wie man in Abbildung 6.1 erkennen kann. Die Frequenz wurde in dieser Meßreihe und auch bei allen folgenden angefangen von 80 Hz in Schritte von 50 Hz kontinuierlich auf eine maximale Frequenz von 1030 Hz gesteigert. Die Messungen wurde mit der Apparatur durchgeführt, wie sie in Kapitel 4.1 beschrieben wurde.



Abbildung 6.1: Meßergebnisse der ersten Versuchsreihe bei einer konstanten Laserleistung und kontinuierlich gesteigerter Frequenzen

Anhand dieser Messergebnisse erkennt man deutlich eine stetige Abnahme der Signale bei gleichzeitiger Erhöhung der Modulationsfrequenz. Dies ist auch so zu erwarten gewesen, da sich die eingebrachte Energie mit steigender Frequenz verringert wie man in Gleichung 6.1 erkennen kann.

$$E_{ein} = I_{Laser} / F_{Mod}$$
(6.1)

E_{ein} = eingebrachte Energie [J] I_{Laser} = Laserleistung [W] F_{Mod} = Modulationsfrequenz [Hz]

Wird nun eine Regression durchgeführt, d.h. versucht man aufgrund der Gleichung 6.1 eine Funktion in der Form

$$y = a/x + b \tag{6.2}$$

den Meßwerten anzupassen, so erhält man eine Kurve, die doch relativ stark von der eigentlichen Meßreihe abweicht, wie man in Abbildung 6.2 sehen kann. Aufgrund dieser Regression scheint die Abhängigkeit des Signals jedoch nicht so einfach zu sein, wie sie mit der Gleichung 6.2 angenommen wurde.



Abbildung 6.2: Meßergebnisse der ersten Versuchsreihe bei einer konstanten Laserleistung mit kontinuierlich gesteigerter Modulationsfrequenzen und der Regression nach Gleichung 6.2

Eine weitere Regression wurde mit der Theorie durchgeführt, die in Kapitel 3 beschrieben wurde. Man verwendet Gleichung 3.4 und setzt die Definitionen für die optische Eindringtiefe und thermische Diffusionslänge darin ein. Um diese Gleichung jedoch lösen zu können, wurden drei Annahmen, die zur Vereinfachung dienten, gemacht.

- 1. Die Schichtdicke muß sehr viel kleiner als die thermische Diffusionslänge sein $1 < < \mu_s$. Dies ist bei den in dieser Arbeit untersuchten Proben der Fall.
- 2. Die optische Eindringtiefe muß kleiner sein als die thermische Weglänge $l_{\beta} < \mu_s$. Diese Annahme läßt sich leicht durch die Wahl der geeigneten Modulationsfrequenz erfüllen.

3. Reflexion ist näherungsweise zu vernachlässigen.

Unter Berücksichtigung dieser Annahmen erhält man für die komplexe Amplitude der periodischen Temperaturänderung folgende Näherungslösung :

$$\Theta = (I_0 / 2k_b * \sigma_b) * (1 - \exp(-\beta 1))$$
 (6.3)

Setzt man in diese Gleichung die entsprechenden Gleichungen für k_b und σ_b ein, so erhält man eine Abhängigkeit der komplexen Amplitude der periodischen Temperaturänderung Θ von der Modulationsfrequenz f nach Gleichung 6.4

$$\Theta = K / (f)^{0,5}$$
(6.4)

K = Zusammenfassung aller konstanter und von der Frequenz unabhängigen Werte.f = Modulationsfrequenz

Da das Signal direkt proportional der komplexen Amplitude der periodisch Temperaturänderung ist, gilt für das Signal S Gleichung 6.5

$$S = K / (f)^{0,5}$$
 (6.5.)

Mit dieser Abhängigkeit erhält man eine Regression, die sehr gut zu den erhaltenen Meßpunkten paßt, wie man aus Abbildung 6.3 entnehmen kann.

Daraufhin wurden weitere Meßreihen durchgeführt, bei denen die Laserleistung variiert wurde. Die Laserleistung wurde in verschieden großen Schritten erhöht, angefangen bei 150 mW bis zu 500 mW. Bei allen Messungen wurde die Abhängigkeit des Signals von der Frequenz laut Gleichung 6.5 nachgewiesen. In Abbildung 6.4 sind nur drei Messreihen aufgeführt um die Übersichtlichkeit eines Diagramms zu waren. Es wurden mit dem Argonionenlaser insgesamt 6 Meßreihen durchgeführt, die in Kapitel 6.2, Abbildung 6.5 zu sehen sind. Desweiteren wurden 5 Meßreihen mit dem $Nd^{3+}YAG$ Laser durchgeführt, die in Kapitel 6.2, Abbildung 6.7 zu sehen sind. Wie schon erwähnt sind bei allen Messungen die Abhängigkeit der Meßsignale von der Frequenz gemäß Gleichung 6.5 gegeben.



Abbildung 6.3: Meßergebnisse der ersten Versuchsreihe bei einer konstanten Laserleistung mit kontinuierlich gesteigerte Modulationsfrequenzen und der Regression nach Gleichung 6.5



Abbildung 6.4: Drei Versuchsreihen mit jeweils kontinuierlichen Laserleistung und stetig steigender Modulationsfrequenz und der Regression nach Gleichung 6.5

6.2 Abhängigkeit der Meßsignale von der Laserleistung

In Abbildung 6.5 sind die gesamten Meßergebnisse mit dem Argonionenlaser bei einer Wellenlänge von 472 nm mit verschiedenen Laserleistungen zu sehen. In diesem Diagramm ist keine direkte Abhängigkeit des Meßsignales von der Laserleistung zu erkennen.



Abbildung 6.5: Alle Meßergebnisse mit dem Argonionenlaser bei einer Wellenlänge von 472 nm mit verschiedenen Laserleistungen und kontinuierlich gesteigerten Modulationsfrequenzen.

Um eine Korrelation zwischen dem Meßsignal und der Laserleistung zu bekommen, wurden die Achsen des Diagramms in Abbildung 6.5 so geändert, daß im Diagramm in Abbildung 6.6 nun die Meßsignale über der Laserleistung aufgetragen sind. Betrachtet man nun dieses Diagramm, so erkennt man deutlich eine lineare Abhängigkeit zwischen dem Meßsignal und der Laserleistung.

Stellt man die Gleichungen 6.1 oder 6.3 entsprechend der Laserleistung um, so erhält man für beide Gleichungen die Beziehung :

$$S = K * I_0 \tag{6.6}$$

K = Zusammenfassung aller konstanten und von der Laserleistung unabhängigen Werte $I_0 = Laserleistung$

An Gleichung 6.6 erkennt man neben der graphischen Darstellung in Abbildung 6.6 die eindeutig lineare Abhängigkeit zwischen dem Meßsignal und der Laserleistung.



Abbildung 6.6: Meßergebnisse des Argonionenlasers bei einer Wellenlänge von 472 nm und verschiedener Modulationsfrequenzen aufgetragen über der Laserleistung.

Um die Aussage der linearen Abhängigkeit der Meßsignale und der Laserleistung zu verdeutlichen, sind die Meßergebnisse mit dem $Nd^{3+}YAG$ Laser bei einer Wellenlänge von 1064 nm in den Abbildungen 6.7 und 6.8 zu sehen. Auch hier erkennt man bei der graphischen Darstellung der Meßsignale über der Laserleistung die lineare Abhängigkeit.



Abbildung 6.7: Alle Meßergebnisse mit dem Nd ³⁺YAG Laser bei einer Wellenlänge von 1064 nm mit verschiedenen Laserleistungen und kontinuierlich gesteigerten Modulationsfrequenzen.



Abbildung 6.8: Meßergebnisse des Nd³⁺YAG Lasers bei einer Wellenlänge von 1064 nm und verschiedener Modulationsfrequenzen aufgetragen über der Laserleistung.

6.3 Abhängigkeit des Meßsignales von der Wellenlänge

Wie man in den Abbildungen 6.5 und 6.7 erkennen kann, treten bei den Wellenlängen 472 nm und 1064 nm jeweils die gleichen Phänomene auf. Aus den Meßergebnissen der Wellenlängen 472 nm und 1064 nm läßt sich jedoch vermuten, daß das Meßsignal unabhängig von der Wellenlänge ist. Es ist allerdings anzumerken, daß jeder Stoff ein Absorptionsspektrum besitzt. Durch diese Absorptionsspektren ist möglicherweise eine Korrelation zwischen der Wellenlänge und des Meßsignales für jeden Stoff spezifisch gegeben. Es wäre nun eine interessante Aufgabe die Abhängigkeit des Meßsignales von der Wellenlänge zu untersuchen. Eine allgemein gültige Aussage läßt sich mit den Meßergebnissen dieser Arbeit leider nicht treffen.

6.4 Meßergebnisse der Chrom-Probe

Es wurden Messungen an der ganzen Cr-Probe und an Ausschnitten der Cr-Probe gemacht.

6.4.1 Meßergebnisse der ganzen Cr-Probe

Die Cr-Probe wurde zunächst mit dem Argonionenlaser mit einer Leistung von 250 mW und unterschiedlicher Modulationsfrequenz untersucht. Die Ergebnisse sind in den Abbildungen 6.9 a-e zu sehen. Man erkennt sofort, daß das Meßsystem unterschiedliche Informationen mit unterschiedlicher Modulationsfrequenz bekommt. Dies ist durch die theoretische Beschreibung der thermischen Diffusionslänge (Gleichung 3.6), die abhängig von der Modulationsfrequenz ist, schon vorhergesagt worden. Dies bedeutet, daß die Information, die man mit diesem Analysensystem bekommt, aus verschieden tiefen Schichten der Probe gewonnen wird. Je höher die Modulationsfrequenz, desto näher kommt man auch an die Oberfläche der zu untersuchenden Probe. Diese Aussage kann man sehr gut an der Abbildung 6.9 e erkennen. Bei dieser Messung liegt bei einer Laserleistung von 250 mW die höchste Modulationsfrequenz vor. Man erkennt deutlich, daß bei dieser Messung die Meßergebnisse sehr nah an der eigentlichen Oberfläche gewonnen werden. Mit sinkender Modulationsfrequenz dringt die zu absorbierende Energie des Anregungslasers immer tiefer in die Probe ein und man erhält Informationen aus noch tieferen Schichten.

In allen fünf Abbildung erkennt man die Vertiefungen wieder, die mit der Argonionenkanone erzeugt worden sind. Vor allem erkennt man sie in der Abbildung 6.9 e. Vergleicht man diese Messung mit der photographischen Aufnahme (Abbildung 5.3) so sieht man doch sehr deutlich, daß das Meßsystem alle Konturen wahrnimmt, die man in der Vergrößerung lokalisiert. In Kapitel 5 wurde die Art des Probenaufbaues erläutert und erwähnt, daß die Cr-Schicht 20 nm dick sei. Die Vertiefungen, die in Abbildung 5.3 als silberne Fläche zu erkennen sind, reichen bis in die Si-Schicht. Dies bedeutet, daß die Vertiefungen ca.150-200 nm tief sind. Diese Vertiefungen werden, wie man in Abbildung 6.9 a-e erkennen kann, problemlos von der Meßapparatur erkannt. Sogar bei einer Modulationsfrequenz von 127 Hz (Abbildung 6.9 a) erkennt man immer noch die Vertiefungen in der Probe.

Desweiteren erkennt man in den Abbildungen 6.9 a-e zwar den rechten Rand der Probe. Der linke Rand ist jedoch in den Meßergebnissen nicht zu erkennen. Zuerst wurde vermutet, daß die Probe nicht richtig justiert sei. Betrachtet man sich die Abbildungen 6.9 a-e genauer, so stellt man fest, daß bei jeder Messung in etwa der Mitte der Probe ein "Streifen" schräg von oben bis unten verläuft, der höhere Meßsignale beinhaltet als der Rest der Probe. Wäre die Probe nicht richtig justiert so wäre ein kontinuierliches Ansteigen der Meßsignale zu erwarten. Es gibt nun mehrere Gründe, warum man solch einen Verlauf der Meßsignale erhält.





Abbildung 6.9: Meßergebnisse der Cr-Probe mit dem Ar⁺ Lasers mit einer Laserleistung von 250 mW und verschiedener Modulationsfrequenzen.

- a) 250 mW und 127 Hz
- b) 250 mW und 226 Hz
- c) 250 mW und 488 Hz
- d) 250 mW und 632 Hz
- e) 250 mW und 832 Hz

Zum einen wird die Probe in einer Art Kreisbahn von der X-Y Verschiebeeinheit durch die Meßanordnung bewegt. Dies wurde jedoch mit weiteren Messungen an anderen Proben widerlegt. Eine weitere Möglichkeit wäre, daß die Probe nicht eben hergestellt wurde. Dies wurde durch eine Messung mit einem Tastschrittmeßgerät widerlegt. Ein weiterer Grund dafür wäre, daß der Meßpunkt, d.h. der Punkt, an dem der Anregungslaserstrahl und der Detektionslaserstrahl aufeinander treffen, nicht exact in der Taille des Detektionslaserstrahl. Dies würde bedeuten, daß die Probe beim Verschieben nach rechts einen kleinen Teil des Detektionlaserstrahl abdeckt und damit die Intensität des Detektionslasers entsprechend der Meßsignaländerung nachläßt.

So sind hier zwei Phänomene gekoppelt. Einerseits ist die Probe nicht exakt justiert, aus welchem Grunde man den linken Rand der Probe nicht erkennen kann und das Meßsignal zur Mitte der Probe hin ansteigt. Andererseits deckt die Probe beim Verschieben nach rechts den Detektionslaserstrahl teilweise ab (je weiter die Probe nach rechts verschoben wird desto mehr deckt sie den Detektionslaserstrahl ab), wodurch das Meßsignal aus der Mitte der Probe nach links wieder abnimmt. Diese Problemmatik trat bei allen Messungen mit der Cr-Probe auf.

Nach den Messungen mit einer Laserleistung von 250 mW wurde die gleiche Meßreihe, wie man in den Abbildungen 6.10 a-e erkennen kann, mit einer Laserleistung von 500 mW durchgeführt. Auch bei diesen Messungen erkennt man, das oben angesprochene Problem. Vor allem in der Abbildung 6.10 e erkennt man sehr deutlich diesen mittleren Streifen mit den höchsten Meßsignalwerten. Auch hier ist leider der rechte Rand der Probe nicht zu erkennen. In dieser Abbildung nimmt man jedoch auch am besten die Vertiefungen der Probe wahr. Man erkennt sogar, wenn man diese Messung mit der Vergrößerung der Cr-Probe Abbildung 5.3 vergleicht, die Unterteilung der Vertiefung, die sich fast genau in der Mitte der Probe befindet. Außerdem beobachtet man auch Vertiefungen, die nicht bis in die Si-Schicht reichen. In Abbildung 6.10 a bei der die Messung mit einer Frequenz von 127 Hz aufgenommen wurde, lassen sich die Vertiefungen nur sehr schwer ausfindig machen. Bei dieser Messung liegt die Vermutung nahe, daß man mit einer Laserleistung von 500mW und einer Modulationsfrequenz von 127 Hz Informationen aus einer Tiefe bekommt, die wesentlich tiefer liegt als die, in der sich die Vertiefungen befinden. Dies läßt sich daraus herleiten, daß die Vertiefungen das Meßsignal nur sehr gering beeinflussen. Man lokalisiert die Vertiefungen nur noch sehr schwach in der Abbildung 6.10 a.

In Abbildung 6.10 b lassen sich die Vertiefungen noch relativ deutlich feststellen, aber man erkennt schon hier, daß die Vertiefungen in der Mitte der Probe nur noch einen geringen Einfluß auf das Meßsignal haben. Sogar die Beschädigung der Probe in der Mitte des unteren Randes läßt sich nur noch schwer ausfindig machen.

Wenn man Abbildung 6.10 d betrachtet, so erkennt man, daß bei dieser Modulationsfrequenz die Vertiefungen einen relativ starken Einfluß auf das Meßsignal haben. Man stellt fest, daß man wieder alle Vertiefungen sehen kann. Auch hier treten wieder die zwei Phänomene auf, wie sie schon oben beschrieben worden sind.

39







- a) 500 mW und 127 Hz
- b) 500 mW und 226 Hz
- c) 500 mW und 488 Hz
- d) 500 mW und 632 Hz
- e) 500 mW und 832 Hz

Vergleicht man die Meßergebnisse der Meßreihe mit einer Laserleistung von 250 mW und der Meßreihe mit einer Laserleistung von 500 mW miteinander, so stellt man fest, daß zwar

X F X		9 See				4030
Batelnana (croo05nA generatio an (12.02.93						
06.59 00% Duebel		e f				
Reservent : NeAart:Ampl1 Empfdl:0.03 TCEmsl:10 Filter:Band			$\sum_{i=1}^{N}$	-		
DB/OCT: 12 DynRes: HIRes Fr[Hz]: 226 Nz[ns]: 15				et.		
					and the	
			9. 17 (9. 12 A) 19 (19 (19 (19 (19 (19 (19 (19 (19 (19 (
Factories	X1 14009 pa	9. 51 Ko	pa Bodu s	andreas X II	beb par of i	2.0 00

.

.

8 F 2		6	「日本の演奏				8	30634	5
Baketenen icro891nA gemetater an i97.01.93		nn 199 Frank	••••••••••••••••••••••••••••••••••••••	Anna (1999)				· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
ann Duckel	1.44								
Neffart:Ampl1 Empfd1:0.03								adde i. Stad	
TCLMSJ: J Filter: Band DB/0C7: 12	en series de la constante de l					र्ड :			
Fr[Hz]:400 Br[Hz]:30									
									silis (a)
	1	an la cola	Pasta la			er og sage Fore er og sage Lander			
	and the second	A. 16	4 - 20 - 50 k			un sin			
				an in the form	in wary	tenter genzi	1. 192	\mathbb{R}^{d}	1920 i
学们自己自主的影响	X: 1.36836	₽85 - 698	制度 的复数输出	11020112	14月27年1月1	24 23292	41 335 C	1 3 5 75	1990) 1990)





Abbildung 6.11: Meßergebnisse der Cr-Probe mit dem Ar⁺ Laser mit einer Laserleistung von 750 mW und verschiedener Modulationsfrequenzen.

a) 750 mW und 226 Hz

b) 750 mW und 488 Hz

c) 750 mW und 631 Hz

d) 750 mW und 832 Hz

die Signalintensität steigt, jedoch die Information bei gleicher Modulationsfrequenz nahezu die Gleiche ist. Dies ist auch aus der Theorie so zu entnehmen, da die thermische Eindrigtiefe eine Funktion der Modulationsfrequenz ist. Die Erhöhung der Meßsignale läßt sich durch die zusätzlich eingebrachte Energie zurückführen. Die Abhängigkeit des Meßsignales von der Laserleistung wurde schon in Kapitel 6.2 näher erläutert. Um die Aussage, daß die Information der Oberfläche nicht von der Laserleistung sondern nur von der Modulationsfrequenz abhängig ist, wurde eine dritte Meßreihe mit der Cr-Probe durchgeführt. Diese Meßreihe wurde mit einer Laserleistung von 750 mW durchgeführt, wie man in den Abbildungen 6.11 a-d erkennen kann.

Auch hier erkennt man die Vertiefungen der Cr-Probe. Besonders deutlich sind sie in der Abbildung 6.11 d festzustellen. Vergleicht man nun beispielsweise Abbildung 6.11 d mit Abbildung 6.10 e, so erkennt man deutlich, daß die Information identisch ist. Die Intensität der Meßsignale, die durch die unterschiedlichen Farben gekennzeichnet ist, ist bei der Messung mit 750 mW deutlich höher. Dies erfaßt man, wenn man sich den mittleren blauen Streifen betrachtet, der bei der Messung mit einer Laserleistung von 750 mW wesentlich ausgeprägter ist, und diesen mit der Messung bei einer Laserleistung von 500 mW vergleicht. Auch mit dieser Meßreihe wurde somit nachgewiesen, daß die Information aus verschiedenen Schichten nur von der Modulationsfrequenz nicht aber von der Laserintensität abhängt.

Desweiteren wurde mit dieser Meßreihe gezeigt, daß das photothermische Meßsystem, welches in dieser Arbeit angewendet wurde, Beschädigungen bzw. Vertiefungen feststellt. Im weiteren Verlauf dieser wurde die Auflösung des Meßsystemes anhand von Ausschnitten der Cr-Probe untersucht.

6.4.2 Meßergebnisse an Ausschnitten der Cr-Probe

In diesem Abschnitt werden Ausschnitte der Cr-Probe untersucht, um die Empfindlichkeit und die Auflösung des photothermischen Meßsystemes zu bestimmen. Aus diesem Grunde wurden zwei Bereiche (die linke obere Ecke und der mittlere linke Rand der Cr-Probe) ausgewählt, die man deutlich in Abbildung 6.12 a+b erkennen kann. Mit der Wahl dieser Auschnitte der Cr-Probe wurden zwei wesentliche Aspekte berücksichtigt. Es tritt bei der Untersuchung solcher Randbereiche ein Höhensprung von der Unterlage zur eigentlich zu untersuchenden Probe auf. Diese Höhendifferenz liegt bei ca. 600 μ m. Man kann bei einer solchen Untersuchung feststellen, ob das Meßsystem solche Höhendifferenzen wahrnimmt. Ein weiterer Aspekt in der Wahl dieser Ausschnitte liegt darin, daß diese Bereiche Beschädigungen aufweisen, die im nm-Bereich liegen. Es wird untersucht, ob das photothermischen Meßsystem zum einen diese Höhendifferenz der Randzone und zum anderen die Beschädigungen in einer Messung erfasst.

Betrachtet man Abbildung 6.12 a+b, so sieht man sofort die Güte einer solchen Messung. Die Darstellung gleicht nahezu einer photographischen Aufnahme der untersuchten Bereiche. Man erkennt sehr genau den Übergang von der Unterlage auf die eigentliche zu untersuchende Probe. Desweiteren nimmt man auch sehr deutlich die Beschädigungen im nm-Bereich wahr. In Abbildung 6.12 b sieht man z.B. am Rand, im oberen Bereich, eine Beschädigung auf, die hier noch näher eingegangen werden soll. Die Probe wurde nach dieser Messung mit einem Mikroskop auf äußerliche Beschädigungen untersucht. Dabei wurde festgestellt, daß es sich bei dieser Beschädigung um einen Riss handelt, der in jedem Fall im μ m-Bereich liegt. Dieser Riss ist wahrscheinlich beim Brechen der Probe entstanden.



Abbildung 6.12 : Messungen an Auschnitten der Cr-Probe a) 500 mW und 460 Hz b) 500 mW und 487 Hz

Einen weitereren Aspekt, den diese Messungen liefert, erkennt man, wenn man Abbildung 6.12a betrachtet. Im unteren Bereich der Messung lassen sich mehrere kleine, dunkle Flächen lokalisieren. Wie schon erwähnt, wurde die Probe mit einem Mikroskop untersucht. Dabei entpuppten sich diese kleinen dunklen Flächen als Staubkörner, die sich auf der Probe befanden. Ein solches Staubkorn ändert natürlich allein schon durch sein zur Probe unterschiedliches Absorptionsverhalten das thermische Signal. Aufgrund dieses Ergebnisses wurden die danach zu untersuchenden Proben vor jeder Messung mit Frigen A12 abgeblasen, wodurch der Einfluß der Staubpartikel auf die Messung minimiert wurde. Bei Messungen einer gesamten Probe, wie sie z.B. in Kapitel 6.4.1 durchgeführt wurden, bei denen die Schrittweite relativ groß gewählt ist, spielt der Einfluß der Staubpartikel auf die Messung eigentlich keine Rolle mehr.

Mit diesen Messungen wurden damit zwei wesentliche Fakten festgestellt. Erstens ist es dem photothermischen Meßsystem möglich, Höhendifferenzen im μ m-Bereich und Beschädigungen bzw. Vertiefungen im nm-Bereich in einer Messung festzustellen, zweitens ist bei sehr hoher Auflösung der Messung der Einfluß der Staubpartikel nicht mehr vernachlässigbar klein.

6.5 Meßergebnisse mit der NAS-Probe

In diesem Abschnitt werden die Meßergebnisse zum einen von der geätzten NAS-Probe und zum anderen von der zusätzlich mechanisch beschägigten NAS-Probe erläutert.

6.5.1 Meßergebnisse mit der geätzten NAS-Probe

Mit den Meßergebnissen der Cr-Probe wurde gezeigt, daß das Meßsystem der thermischen Linse Unterschiede in der Oberfläche feststellen kann.

Die Versuchsreihe mit der geätzten NAS-Probe soll dazu dienen, Aussagen über die Empfindlichkeit der Meßapparatur zu bekommen. In Kapitel 5 wurde sehr ausführlich der Aufbau und die Herstellung der Probe beschrieben. Die NAS-Probe besitz als obere Schicht eine Schicht Natrium-Alluminium-Silikat (NAS), die in einer Schichtdicke von ca. 110 nm vorliegt. In diese Schicht wurden verschieden tiefe Flächen geätzt, die jedoch alle nicht tiefer als 110 nm sein können, da die Si₃N₄-Schicht als "Ätzstopp" dient.

Die Untersuchung, um die Vertiefungen genau zu bestimmen, wurde mit einem Tastschrittmeßgerät durchgeführt.



Abbildung 6.13 : Messung einer Vertiefung mit einem Tastschrittmeßgerät

Das Tastschrittmeßgerät (Tencor P-2) ist in der Lage, Vertiefungen mit einem Fehler von ca. 3-5% zu bestimmen. Es wird eine Nadel mit einem Radius von 0,5 μ m und einer Auflagekraft von 15 mg über die zu untersuchende Probe "gefahren".Die Probe wird aufgrund der geringen Auflagekraft bei diesem Verfahren nicht beschädigt.

Der große Nachteil dieses Meßverfahrens liegt darin, daß man einerseits nur in einer Ebene messen kann und andererseits man die Vertiefungen erkennen können muss, um die Abtastnadel an die genaue Stelle fahren zu können. Ein weiterer Nachteil ist, daß die Probe in die Apparatur eingelegt werden muss. Dieser Nachteil trifft allerdings auch auf das photothermisch Meßsystem zu. In Abbildung 6.13 erkennt man die Messung mit dem Tastschnittgerät der Vertiefung, die in Abbildung 6.14 mit 1 gekennzeichnet ist. Es ist deutlich der Sprung wahrzunehmen, der bei dieser Vertiefung bei ca. 97 nm liegt, wie man der Anzeige angegeben in Anström (A) entnehmen kann (zehn Anström entsprechen einem Nanometer). Alle Vertiefungen der NAS-Probe wurden auf diese Weise bestimmt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 6.14 dargestellt.



Abbildung 6.14: Schematische Darstellung der NAS-Probe (vergl. Abb. 5.4) mit den Ergebnissen des Tastschrittgerätes

Die Untersuchung der NAS-Probe wurde mit $Nd^{3+}YAG$ -Laser mit einer Laserleistung von 581 mW und verschiedener Modulationsfrequenzen durchgeführt. Die Meßergebnisse sind den Abbildungen 6.15 a-g zu entnehmen. Man stellt in allen Abbildungen bis auf Abbildung 6.15 a+f+g die Existenz der Vertiefungen fest. In Abbildung 6.15 a ist die Modulationsfrequenz so gering gewählt, daß man Informationen aus einer Tiefe bekommt, bei der die Existenz der Vertiefungen keinen oder nur einen sehr geringen Einfluß hat. Möglicherweise erhält man bei dieser Messung Informationen aus einer tiefer liegenden Schicht dem SiO₂ oder dem Si₃N₄.





Photo Marra X: 12000 ps of 12.0 ps Nodes serval Y: 19000 ps of 15.0 ps



Abbildung 6.15 : Meßergebnisse mit der geätzten NAS-Probe mit dem Neodym-YAG Laser mit konstanter Laserleistung von 581 mW und verschiedener

> Modulationsfrequenzen a) 581 mW und 181 Hz b) 581 mW und 329 Hz c) 581 mW und 470 Hz d) 581 mW und 630 Hz e) 581 mW und 828 Hz f) 581 mW und 1168 Hz

g) 581 mW und 2368 Hz

Betrachtet man sich Abbildung 6.15 b genauer und vergleicht diese Abbildung mit der Abbildung 5.4 so lassen sich zwei wichtige Punkte festhalten. Zum einen werden alle geätzten Flächen von dem Messverfahren angezeigt. Damit wird nachgewiesen, daß die Meßeinrichtung äußerst empfindlich ist und somit Vertiefungen von 74 nm meßtechnisch erfaßt werden können. Zum anderen werden, wie man beim Betrachten der Abbildung 6.15 b erkennen kann, andere Beschädigungen bzw. andere Fehlstellen der zu untersuchenden Probe sichtbar. Dies stellt man deutlich an den kreisförmigen Flächen etwa in der Mitte der Probe fest. Betrachtet man Abbildung 5.4, so sieht man diese kreisförmigen Flächen nicht, d.h. diese Flächen die eine solche Meßsignaländerung bewirken, müssen deutlich unter der sichtbaren Oberfläche liegen. In den Meßergebnissen der Messungen mit 470 Hz, 630 Hz und 828 Hz (Abbildungen 6.15 c-e) kann man diese Flächen nur noch erahnen, wogegen sie bei der Messung mit einer Modulationsfrequenz von 1168 Hz nicht mehr zu sehen sind. Dies bedeutet, daß das Meßsystem diese Flächen nur mit einer bestimmten Modulationsfrequenz erkennt und man damit in der Lage ist, die Tiefe dieser Flächen bzw. Beschädigungen mit der Gleichung für die thermischen Diffusionslänge (Gleichung 3.6) bestimmen kann. Leider ist man nicht in der Lage, zu sagen, welche Art von Beschädigungen diese Signalveränderung bewirkt. In diesem Fall läßt sich vermuten, daß es sich möglicherweise um Gaseinschlüsse handelt, die beim Sputtern entstanden sind.

Betrachtet man Abbildung 6.15 f so erkennt man zumindest fünf der sieben geätzten Flächen relativ deutlich. In dieser Abbildung sind die Einschlüsse, die man in Abbildung 6.15 b deutlich wahrnehmen kann, noch nicht zu erkennen.

In Abbildung 6.15 g kann man eigentlich keine Struktur geschweige denn die geätzten Flächen erkennen. Hier muß man allerdings vorausschicken, daß zum einen die Modulationsfrequenz sehr hohen Schwankungen (bis zu 500 Hz) ausgesetzt waren und zum anderen der Lock-in Verstärker aufgrund dieser Schwankungen keine verwertbaren Meßergebnisse an die Software bzw. an den Computer weiterleiten konnte.

Festzuhalten ist in jedem Fall, daß das Meßsystem unter Anwendung der photothermischen Ablenkung bzw. der "thermischen Linse" Beschädigungen, Vertiefungen etc. die eine Tiefe von 76 nm besitzen, feststellen und flächenmäßig darstellen kann. Allerdings ist festzuhalten, daß man mit solchen Beschädigungen bzw. Vertiefungen von 74 nm schon nahe an die Grenze der Empfindlichkeit dieses Meßsystemes gelangt.

6.5.2 Meßergebnisse mit der zusätzlich mechanisch beschädigten NAS-Probe

Mit den Meßergebnissen der geätzten NAS-Probe wurde die Empfindlichkeitsgrenze des photothermischen Meßsystemes nahezu nachgewiesen.



A-B: Messung mit Tastschrittgerät (Abbildung 6.17) C-D:Messung mit Tastschrittgerät (Abbildung 6.18)



Mit der NAS-Probe, die zusätzlich mechanisch beschädigt wurde, wurde die Aussagekraft des Meßsystemes in Richtung größerer bzw. tieferer Beschädigungen untersucht.

Betrachtet man Abbildung 5.5, so erkennt man deutlich die Beschädigungen an der Oberfläche der Probe. Neben den Beschädigungen ist auch noch ein Sprung der Probe zu erkennen, der das obere linke Viertel der Probe von der eigentlichen Probe abtrennt.

Die Beschädigungen dieser Probe wurden ebenfalls mit dem Tastschrittmeßgerät untersucht. In Abbildung 6.16 erkennt man die schematische Darstellung der beschädigten NAS-Probe mit den Beschädigungen, die durch das Schleifpapier verursacht wurden sowie den Sprung der NAS-Probe. Es sind zusätzlich die Bereiche markiert, die mit dem Tastschtrittgerät untersucht worden sind.

Die Ergebnisse der Messung mit dem Tastschrittgerät sind in den Abbildungen 6.17 und 6.18 zu sehen. Vor allem in Abbildung 6.17 ist der Tiefenverlauf in diesem Bereich sehr deutlich wahrzunehmen. Im Diagramm ist die Höhe über der Länge aufgetragen. Die Anzeige in Y-Richtung ist mit 10 nm zu multiplizieren um den Absolutwert der Höhendifferenz zu erhalten. Man kann sehr deutlich die Tiefe lokalisieren, die bis zu 175 nm reicht.



Abbildung 6.17: Meßergebnisse der beschädigten NAS-Probe mit dem Tastschrittmeßgerät im Bereich A-B (vergl. Abb. 6.16) aufgetragen der Höhe über der Länge



Abbildung 6.18: Meßergebnisse der beschädigten NAS-Probe mit dem Tastschrittmeßgerät im Bereich C-D (vergl. Abb. 6.16) aufgetragen der Höhe über der Länge

Der Sprung der NAS-Probe ist durch den maximalen Piek, der in etwa der Mitte der des Diagrammes liegt, gekennzeichnet und reicht nahe an die 200 nm.

In Abbildung 6.18 erkennt man denn Höhenverlauf der beschädigten NAS-Probe im Bereich C-D und stellt fest, daß es einerseits ein relativ kontinuierlicher Anstieg vorliegt und andererseits die Oberfläche sehr rauh ist. Diese starke Rauheit ist durch das starke Schwanken der Messung charakterisiert. Diese starken Schwankungen werden durch die "Schleifspuren" des Schleifpapiers hervorgerufen.

Betrachtet man Abbildung 6.19 a-e, so ist in allen fünf Abbildungen die Beschädigungen und der Riss bzw der Sprung deutlich sichtbar. Auch bei dieser Meßreihe wurde eine konstante Laserleistung von 581 mW eingestellt. Die verschiedenen Informationen, die aus unterschiedlich tiefen Schichten herkommen, wurden wiederum mittels Variation der Modulationsfrequenz erreicht.

' X X X

Dateinass tief014A (17.03.93) (17.03.93) (14 10.23) was : Duebe I

Housenstern 1 Refart:Ampl1 Empfd1:0.03 TC[ms]:10 Filter:Band DB/0C7:12 DynRes:HIRes Fr[Hz]:334 Uz[ms]:10 Laser :75 %_



. 8 8 8 8



Photology X: 12000 ps of 12.0 ps MUNICE YO ON DONNESS I'S SAMPLES OF ON



Photostamen X: 12000 Ph SN 12.8 300 Maden mermet V: 15000 ph SV 15.0 pm



Abbildung 6.19: Meßergebnisse der zusätzlich mechanisch beschädigten NAS-Probe mit dem Neodym-YAG Laser mit einer Laserleistung von 581 mW und verschiedener Modulationsfrequenzen

- a) 581 mW und 334 Hz
- b) 581 mW und 573 Hz
- c) 581 mW und 1023 Hz
- d) 581 mW und 1232 Hz
- e) 581 mW und 1625 Hz

Die Beschädigungen mit dem Schleifpapier sind sogar so deulich zu erkennen, daß man die einzelnen "Schleifspuren" auf der Probe wahrnehmen kann, wie sie auch vom Tastschrittmeßgerät erfaßt werden. Man stellt fest, daß diese Beschädigungen wesentlich deutlicher sichtbar als die Vertiefungen der geätzten Probe sind. Deutlich ist auch die Beschädigung am unteren Rand der Probe zu lokalisieren. Der Sprung der Probe ist auch in allen Messungen deutlich sichtbar, so daß man mit der Wahl der Modulationsfrequenz sicher nicht in die Bereiche unterhalb dieser Beschädigungen kommt.

Es ist festzuhalten, daß das photothermische Meßsystem Beschädigungen, Vertiefungen oder sonstige Fehlstellen mit Tiefen im µm-Bereich sicher und eindeutig erkennt und deren flächenmäßige Erstreckung aufzeigen kann. Desweiteren ist es ein Meßprinzip, daß im Gegensatz zu dem Tastschrittgerät aufgrund der Auswertung der Ablenkung des Detektionslaserstrahles eine dreidimensionale Aussage zu einer untersuchenden Probe möglich ist.

7. Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Arbeit wurde eine Meßapparatur aufgebaut und eine Reihe von verschiedenen Messungen durchgeführt. Es wurden zwei verschiedene Anregungslaser verwendet. Der Argonionenlaser wurde bei einer Wellenlänge von 472 nm und der $Nd^{3+}YAG$ -Laser bei einer Wellenlänge von 1064 nm als Anregungslaser angewendet. In Kapitel 4 ,Abbildung 4.1 b sieht man die Versuchsapparatur mit dem $Nd^{3+}YAG$ -Laser als Anregungslaser.

In dieser Abbildung 4.1 b kann man deutlich die einzelnen Baugruppen (Anregungslaser, Linsensystem, Monoblock und XY-Verschiebeeinheit) erkennen.

Mit dieser Versuchsapparatur wurde als erstes die Abhängigkeit des Meßsignals von der Modulationsfrequenz, der Laserintensität des Anregungslasers und der Wellenlänge untersucht. Es wurden die Meßergebnisse mit der Theorie verglichen und eindeutige Korelationen gefunden. Die Abhängigkeit des Meßsignals S von der Modulationsfrequenz f ist.

$$S = K_1 / (f)^{0,5}$$
(7.1)

 K_1 = Zusammenfassung aller konstanter und von der Frequenz unabhängigen Werte Zwischen dem Meßsignal S und der Laserintensität I₀ existiert eine lineare Abhängigkeit.

$$S = K_2 * I_0$$
 (7.2)

K₂ = Zusammenfassung aller konstanter und von der Laserleistung unabhängigen Werte

Eine Abhängigkeit des Meßsignals von der Wellenlänge wurde in dieser Arbeit nicht gefunden.

Nachdem diese Abhängigkeiten bestimmt waren, wurden Messungen an drei verschiedenen Feststoffproben durchgeführt. Diese drei Feststoffproben unterscheiden sich zum einen vom Oberflächenmaterial und zum anderen von der Art der Tiefe und der Oberflächenbeschädigungen. Zunächst wurden Untersuchungen an der Cr-Probe durchgeführt, um festzustellen, ob die Messapparatur Oberflächenbeschädigungen wahrnehmen kann. Das photothermische Meßsystem hatte keinerlei Probleme beim Erkennen von Oberflächenbeschädigungen in dieser Größenordnung.

Mit den Untersuchungen an der NAS-Probe wurde die Empfindlichkeit dieses Meßsystems untersucht. Es wurde festgestellt, daß dieses Meßsystem Vertiefungen von 74 nm erkennt und flächenmäßig darstellen kann.

Eine weitere NAS-Probe wurde mechanisch mit Schleifpapier und einem Schraubenzieher beschädigt und untersucht. Hierbei wurde nachgeprüft, ob das photothermische Meßsystem auch Beschädigungen der Oberfläche im μ m-Bereich erkennt und möglicherweise zwischen Beschädigungen im μ m-Bereich und im nm-Bereich während einer Messung unterscheiden kann.

Das photothermische Meßsystem ist in der Lage Beschädigungen, Vertiefungen oder sonstige Veränderungen an der Oberfläche bis ca. 70 nm zu erkennen. Außerdem ist dieses Meßsystem in der Lage einerseits Beschädigungen im μ m-Bereich festzustellen und andererseits diese auch von den Beschädigungen bzw. Vertiefungen im nm-Bereich zu unterscheiden. Es können photographisch ähnliche Aufnahmen von der zu untersuchenden Probe gemacht werden, wobei man allerdings den Aspekt der Staubpartikel nicht außer Acht lassen darf. Eine besondere Eigenschaft des photothermischen Meßsystems liegt darin, Informationen aus Schichten unterhalb der eigentlichen Oberfläche zu erhalten. Da die Probe bei der Untersuchung mit dem photothermischen Meßsystem weder beschädigt noch in irgendeiner Art und Weise verändert wird, ist dies natürlich eine Gegebenheit, die dieses Meßsystem so besonders wertvoll macht. Ein großes Problem tritt allerdings trotzdem auf. Die zu untersuchenden Proben müssen nahezu planparallel sein, damit der Detektionslaser ebenfalls parallel zu der Oberfläche verlaufen kann. Ist die Probe z.B. leicht gebogen, so wird die Messung ein ähnliches Ergebnis liefern wie man es in Abbildung 6.10 e erkennen kann.

Ein weiteres Problem tritt auf, wenn z.B. die Probe nicht durch Vertiefungen sondern durch irgend eine Art und Weise Erhöhungen aufweist. In diesem Fall besteht die Schwierigkeit darin den Detektionslaser richtig zu positionieren, damit er nicht von der Erhöhung ausgeblendet wird. Proben mit solchen Erhöhungen lassen sich untersuchen. Allerdings dürfen diese Erhöhungen zum einen nicht im μ m-Bereich oder sogar im mm-Bereich sein zum anderen nicht über große Flächen der Probe verlaufen.

Die Möglichkeit mit dem photothermischen Meßsystem Tiefenprofile einer Probe zu messen, wurde in dieser Arbeit ausführlich dargestellt. Stellt sich nun die Frage, ob man mit diesem Meßsystem auch andere Eigenschaften in einer Feststoffprobe messen kann. Hier wären vor allem die Spannungsverteilung und die Materialeigenschaften zu nennen, die in der Feststoffuntersuchung eine große Bedeutung haben. Da wäre z.B. eine materialspezifische Untersuchung über die Absorptionseigenschaften der unterschiedlichen Feststoffe wichtig. Es wäre sicherlich auch von großem Interesse, wenn man z.B. den Einfluß der geometrischen Größen wie Ablenkungsstrecke, Strecke des Anregungslasers usw. auf das Meßsignal untersuchen würde. Zusätzlich wäre eine Untersuchung über die Anwendung von Lichtwellenleiter in dieser Meßapparatur sehr interessant. Mit solchen Ergebnissen könnte man danach möglicherweise das gesamte Meßsystem miniaturisieren. Der weitere Schritt wäre die Konstruktion des Meßsystems als Meßsonde bzw. Meßkopf, um die Möglichkeiten der photothermischen Ablenkung praxisbezogen anzuwenden.

Die oben genannten offenen Fragen könnten innerhalb weiterer Arbeiten beantwortet werden. Das Untersuchen von Feststoffen mittels eines photothermischen Meßsystems scheint in jedem Fall ein wirkungsvolles Analysensystem zur Bestimmung von Feststoffoberflächen zu sein.

Durch diese Arbeit wurde deutlich, daß das Untersuchen von Feststoffen mit einem photothermischen Meßsystem in der nächsten Zeit immer größerer Bedeutung zukommt, wenn z.B. die Chipherstellung oder die Technik der Halbleiterelektronik weiter anwächst und mehr und mehr die Untersuchung solcher Oberflächen zerstörungsfrei durchgeführt werden soll.

[1.1]	A.G. Bell
	Am. J. Science 20, 305 (1880)
[1.2]	A. Rosencwaig "Photoacoustic and Photoacoustic Spectroscopy"
	J. Wiley, New York, 1980.
[1.3]	J.P.Gordon, R.C.C.Leite, R.S.Moore, S.P.S.Porto, J.R.Whinnery,
	J. Appl. Phys. 36, 3 (1965)
[1.4]	R.C.C.Leite, R.S.Moore, J.R.Whinnery
	Appl. Phys. Lett. 5, 141 (1964)
[1.5]	A.C.Boccara, D.Fournier, W.B.Jackson, N.M.Amer
	Opt. Lett. 5, 377 (1980)
[1.6]	A.C.Boccara, D.Fournier, W.B.Jackson, N.M.Amer
	Appl. Optics 20, 1333 (1981)
[1.7]	R.Williams, T.E.Jenkins, S.R.Goodes, L.T.Canham
	Semicond. Sci. Technol. 6, 713 (1991)
[3.1]	N.J. Dorichi
	CRC Crit Rev. Anal. Chem. 17,357 (1978)
[3.2]	B. Bohnert, W. Faubel, H.J.Ache
	Zitat Fresonius J. Anal. Chem. 338, 695 (1990)
[3.3]	A. Jablonski
	Nature 131, 839 (1933)
[3.4]	M. Klessinger, J. Michl " Lichtabsorption und
	Photochemie organischer Moleküle "
	VCH / Weinheim, 1989, Kapitel 5
[3.5]	A.C. Tam in "Photothermal Investigation Of Solids
	And Fluids ", ed J.A. Sell
	Academie / Boston, 1988, Kapitel 1
[3.6]	Berthold Bohnert
	Diplomarbeit Universität Karlsruhe, 1988
[3.7]	A.C. Boccara, D. Fournier und J.Badoz
	Appl. Phys. Lett. 36, 130 (1980)
[3.8]	L.C.Aamodt und J.C. Murphy
	J. Appl. Phys. 52,4903 (1981)
[3.9]	A. Mandelis
	J. Appl. Phys. 54,3404 (1983)
[3.10]	A. Rosencwaig und A. Gersho

	J. Appl. Phys. 47, 64 (1976)
[3.11]	A. Rosencwaig in " Photoacoustics And Photoacoustic
	Spectroscopy " Chem. Anal: Vol.57, J.Wiley & Sons,
	New York Chichester, Brisbane, Toronto, (1980)
[3.12]	T. Hata, T: Hatsuda und T. Komatsu
	Japan J. Appl. Phys. 24, 1463 (1985)
[3.13]	K. Tradowsky " Laser "
	Vogel (Würzburg 1968)
[3.14]	A. Müller
	Chinz 24, 280 (1990)
[3.15]	S. Lee Technical Information Bulletin
	TIB - 88 - 7 Rödermark, 1988

- [4.1] Helmut Israel Funkschau 8 / 1981 Seite 68
- [4.2] W. Schottky Physik Zeitschrift 31, 913 (1930)

.