

Spektralphotometrie und zeitaufgelöste Laserphotometrie
für den VUV-Spektralbereich

DIPLOMARBEIT



seit 1558

FRIEDRICH-SCHILLER-UNIVERSITÄT JENA
PHYSIKALISCH-ASTRONOMISCHE FAKULTÄT

Eingereicht von:

Jork Leiterer

Geboren am 27.12.1977 in Jena

Angefertigt am:

Fraunhofer Institut für angewandte Optik und Feinmechanik Jena
Abteilung 1 – Optische Schichten

Betreuer: Dipl. Phys. Jörg Heber

1. Gutachter: Prof. Dr. rer. nat. habil. W. Richter

2. Gutachter: Prof. Dr. rer. nat. habil. R. Kowarschik

Zeitraum: Januar bis November 2003

Tag der Verleihung des Diploms: 18.12.2003

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung – Motivation	1
2	Grundlagen	3
2.1	Absorption	3
2.2	Transmission und Reflexion.....	4
2.3	Mehrfachreflexion.....	5
2.4	Streuung.....	6
2.5	Lumineszenz	6
2.6	Laserprinzip	7
2.7	Kontamination.....	9
3	Verwendete Meßtechnik	11
3.1	IR-Spektrometer.....	11
3.2	UV/VIS-Spektrometer.....	12
3.3	VUV- Spektrometer.....	13
3.3.1	Meßaufbau	13
3.3.2	Strahlungsquelle	14
3.3.3	Strahlengang	15
3.3.4	Signalaufnahme	15
3.3.5	Meßmoden, Steuer- und Meßsystem	16
3.3.6	Datenauswertung	16
3.3.7	Auflösungsvermögen des Monochromators	17
3.4	Laser	18
3.5	Röntgendiffraktometer.....	18
4	Konzeption und Aufbau eines VUV - Laserphotometers	19
4.1	Meßaufbau.....	19
4.2	Strahlführung.....	20
4.3	Signalaufnahme.....	22
4.4	Signalverarbeitung.....	24
4.5	Datenauswertung	25
5	Präzisionsmessungen	26
5.1	Messungen mit dem VUV-Spektralphotometer	26
5.1.1	Besonderheit bei Reflexionsmessungen	26
5.1.2	Besonderheit bei Transmissionsmessung.....	28
5.1.3	Stabilität der Photomultiplier.....	32
5.1.4	Intensität des Meßsignals.....	34
5.2	Reinigung der Proben	35
5.3	In-situ Reinigung mit F ₂ -Laser	37
5.4	Messung mit Lasermeßplatz	38
5.4.1	Stabilität des Lasers	38
5.4.2	Energie und Qualität des Meßsignals	38
5.4.3	Rauschuntersuchung des Meßsignals.....	40
5.4.4	Ortsstabilität	42
5.4.5	Stabilität der Spülung	43
5.4.6	Problem bei Transmissionsmessung.....	44
5.4.7	Problem bei Reflexionsmessung	44
5.4.8	Einfluß von Streulicht.....	44
5.4.9	Zeitlicher Verlauf des Reinigungsprozesses durch Laser	46
6	Ergebnisse	47
7	Zusammenfassung und Ausblick.....	49
8	Anhang	51

1 Einleitung – Motivation

Diese Arbeit der Technischen Physik beschreibt Entwicklung und Aufbau einer Meßtechnik bei der Wellenlänge von 157 nm, um optische Materialien möglichst genau zu charakterisieren.

Zur Zeit arbeiten in handelsüblichen Computern Prozessoren, deren Rechenleistung unter anderem von der Anzahl der integrierten Schaltelemente beschränkt wird. Um immer leistungsfähigere Rechner zu konstruieren, versucht man, so viele dieser Elemente wie möglich auf einem Prozessor unterzubringen. Bis man andere Herstellungsverfahren gefunden hat, ist man hauptsächlich auf die Photolithographie¹ angewiesen, wobei nach Abbe² die verwendete Wellenlänge der Belichtungsstrahlung die optische Auflösung und damit die maximale Anzahl der Schaltelemente bestimmt. Vom IR (**I**nfrarot) über den sichtbaren Spektralbereich VIS (**v**isible) zu kurzwelligerer Strahlung hin steigt die Auflösung abbildender Optiken. Auf dem Weg zu immer kurzwelligerer Belichtungsstrahlung befindet sich aktuell Belichtungstechnik mit 193 nm in der Vorbereitung. Somit ist es wirtschaftlich sowie technisch bedeutungsvoll, entsprechende optische Funktionselemente für Lithographie, Materialbearbeitung und Telekommunikation in diesem Spektralbereich herzustellen. Viele dieser Bauteile werden mit Hilfe dünner Schichten funktionalisiert. Für ihre Entwicklung ist neben einem exakten Schichtdesign auch eine möglichst genaue Charakterisierung der photometrischen Eigenschaften der Substrate notwendig. Genau dort, bei der Bestimmung verlässlicher Meßdaten, setzt diese Diplomarbeit an.

Luft absorbiert Strahlung unterhalb von 190 nm. Messungen müssen deshalb im Vakuum oder in einem transparenten Schutzgas stattfinden. Es ist eine Herausforderung an Meßtechnik und speziellen Meßaufbau, überhaupt Charakterisierungen in diesem Wellenlängenbereich zu ermöglichen. In Anlehnung zum UV (**U**ltravioletten Spektralbereich 400 nm bis 200 nm) nennt man diesen Wellenlängenbereich unterhalb 200 nm VUV (**V**akuum **U**ltravioletter Spektralbereich). Der Übergang ab 100 nm zum EUV (**E**xtrem **U**ltravioletten Spektralbereich) ist fließend (Bild 1).

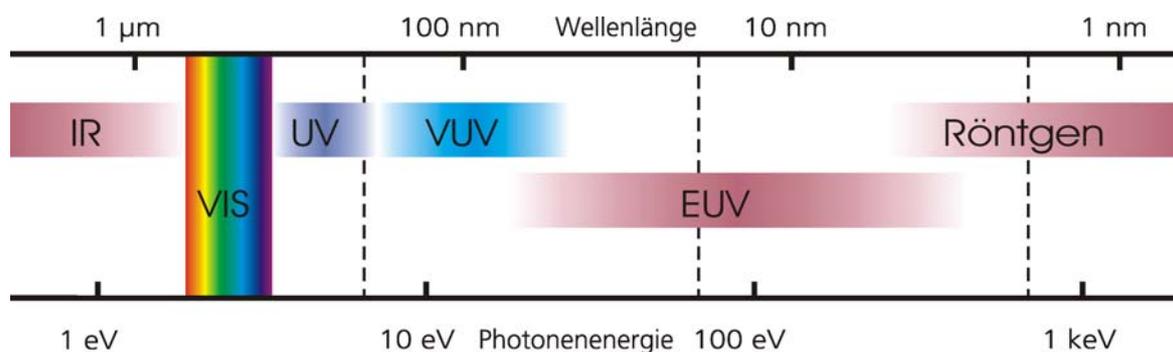


Bild 1: Einordnung des VUV-Spektralbereiches in das elektromagnetische Spektrum

In der klassischen Optik verwendet man hauptsächlich Transmissionselemente (z.B. Linsen), die aufgrund hoher Apertur³, eine ca. dreimal so hohe Auflösung wie Reflexionsoptiken (Spiegel) ermöglichen [1] und [2]. Auch im VUV ist man bestrebt, dieses Prinzip weiter zu bevorzugen. Tatsächlich hat man nur bis zu einer Wellenlänge von 115 nm transparente Materialien (z.B. MgF₂) gefunden, die sich auch zur Linsenherstellung eignen. Bei noch kleineren Wellenlängen ist man gezwungen, Reflexionsoptiken zu verwenden.

Zur optischen Charakterisierung im VUV ist ein Meßaufbau zur Bestimmung von Transmission und Reflexion essentiell. Aufgrund prinzipieller Schwierigkeiten im VUV muß für diesen Aufbau ein angepaßtes Meßverfahren gefunden werden. Die Verwendung kurzweiliger Laserstrahlung (157 nm) in einer VUV-Spektrometeranlage ermöglicht die photometrische Charakterisierung von Substraten (und deren Beschichtungen) bei gleichzeitigem Ausschluß von Oberflächenbelägen. Ziel dieser Arbeit ist die präzise Bestimmung photometrischer Werte von ausgewählten Substraten über einen Spektralbereich von 115 nm bis 215 nm. Des weiteren soll der zur Reinigung in das VUV-Spektrophotometer integrierte F₂-Laser, nicht nur als passives Werkzeug, sondern auch zur zeitaufgelösten Messung verwendet werden. Dazu wird ein entsprechender Lasermeßplatz aufgebaut und ein geeignetes Meßverfahren entwickelt. Ziel des Versuchsaufbaus ist es, optische Messungen zur Bestimmung von Transmission (T), Reflexion (R) und Absorption bzw. Verluste wie Streuung (1-R-T) bei 157 nm mit einer Genauigkeit von 1 % durchzuführen. Der Ausschluß von Oberflächenbelägen erfolgt durch eine Reinigung in der Meßkammer (in-situ), welche erstmalig mit dem Lasermeßplatz zeitaufgelöst aufgenommen und verfolgt wird.

Die vorliegende Arbeit beginnt nach der Einführung in die theoretischen Grundlagen (Kapitel 2) mit einer Charakterisierung der vorhandenen Meßtechnik in Kapitel 3. Anschließend folgt in Kapitel 4 eine Beschreibung von Konzept und Wirkungsweise des Laserphotometers. Dessen experimenteller Aufbau und die praktische Umsetzung erforderten den Großteil der zur Verfügung stehenden Zeit und werden ausführlich dargestellt. Durch Kopplung mit einem hochauflösenden VUV-Spektralphotometer werden Meßverfahren (dargestellt in Kapitel 5) entwickelt, welche die präzise Bestimmung photometrischer Daten ermöglichen. Im darauf folgenden Kapitel 6 werden photometrische Daten gängiger Substrate und weitere Ergebnisse präsentiert und abschließend in Kapitel 7 mit einem Ausblick diskutiert.

2 Grundlagen

Diese Arbeit wird sich hauptsächlich mit experimentellen Problemen der geometrischen Optik beschäftigen, und das dabei zugrundeliegende Modell ist eine Näherung: Die allgemeingültigen Maxwell-Gleichungen der Elektrodynamik als komplexes System von Partiiellen Differentialgleichungen beschreiben elektromagnetische Wellen. Eine Lösung sind ebene Wellen. Hier sind magnetischer und elektrischer Feldvektor auf Ebenen senkrecht zum Wellenvektor konstant. Dieser zeigt in Ausbreitungsrichtung und kann durch Lichtstrahlen dargestellt werden. Für die Strahlenoptik ist also der Lichtstrahl eine Wellenlösung [3]. Die geometrische Optik kann auch aus den Gesetzen der kollinearen Abbildung (Abbesche Abbildungslehre) entwickelt werden und ergibt sich ebenfalls als Grenzfall für Strahlung der Wellenlänge Null aus der Wellenoptik [4 S.93]. Die bei dem Durchgang ebener Wellen durch Medien auftretenden Effekte und Meßgrößen sollen im folgenden zusammengefaßt werden.

2.1 Absorption

Laufen Lichtstrahlen⁴ durch ein Medium, so wird ein Teil absorbiert und ihre Energie in Wärme umgewandelt. Als Intensität ist die Stärke einer Strahlung definiert, entweder als Energiemenge oder Teilchenzahl, die pro Zeiteinheit durch eine Fläche hindurchtritt [5]. Beim Durchgang durch eine Materialschicht mit der Dicke z fällt die Strahlungsintensität I wie:

$$dI = -a \cdot I_0 \cdot dz \quad (1)$$

Durch Integration folgt das Beer-Lambert'sche⁵ Absorptionsgesetz [3 S.178]:

$$I(z) = I_0 \cdot e^{-a \cdot z} \quad (2)$$

Es gibt die exponentielle Abhängigkeit der Intensität von der Materialdicke z wieder. Dabei steht a , als materialspezifische Konstante, für den Absorptionskoeffizienten. Dieser ist im allgemeinen auch stark von der Wellenlänge abhängig. Das Verhältnis von durchgelassener Intensität I zu einfallender Intensität I_0 heißt Transmission T . Unter der Annahme, daß $a \cdot z \ll 1$ findet man durch Reihenentwicklung der Exponentialfunktion erster Ordnung an der Stelle 0:

$$\Delta I = I_0 - I \approx I_0 \cdot a \cdot z \quad \text{und} \quad T = \frac{I}{I_0} \approx (1 - a \cdot z) \quad (3)$$

Das beschreibt einen linearen Zusammenhang zwischen der substanzspezifischen Transmission und der Schichtdicke. Somit ist es möglich, von der gemessenen Intensität einer Absorptionsbande auf die relative Konzentration (Dichte) des Materials, letztendlich auch auf die Teilchenzahl N , zu schließen.

2.2 Transmission und Reflexion

Treffen Lichtstrahlen auf die ebene Grenzfläche zweier isotroper Medien unterschiedlicher optischer Dichte, so entstehen gebrochener (E_g) und reflektierter (E_r) Strahl. Der Austrittswinkel ist abhängig vom Einfallswinkel χ der Strahlung und dem Verhältnis der Brechzahlen n beider Medien. Es gilt für die Reflexion $\chi = \gamma$ und für den gebrochenen Strahl das Brechungsgesetz nach Snellius⁶:

$$n_1 \cdot \sin \chi = n_2 \cdot \sin \beta$$

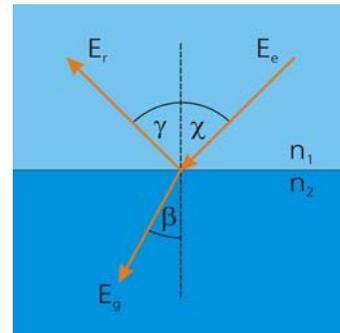


Bild 2: Ideale Grenzfläche

Die einfallende Intensität teilt sich wegen Energieerhaltung in gebrochenen und reflektierten Strahl auf. Diese liegen in einer Ebene und sind nicht nur vom Winkel des einfallenden Strahls, sondern auch von dessen Polarisation abhängig [4 S.96]. E gibt den Betrag des elektrischen Feldvektors wieder, ϵ ist die Dielektrizitätskonstante und die Intensität I einer Lichtwelle ist proportional $\sqrt{\epsilon} \cdot E^2$ [6]. Wenn auf der Oberfläche keine Ladungen sitzen, was bei optisch transparenten Medien (meistens Isolatoren) der Fall ist, so verläuft die Parallelkomponente des E -Feldes stetig.

Zeigt der Polarisationsvektor einfallender Strahlung senkrecht zur Einfallsebene [3], so gilt:

$$E_r = E_e \frac{\sin \beta \cdot \cos \chi - \sin \chi \cdot \cos \beta}{\sin \beta \cdot \cos \chi + \sin \chi \cdot \cos \beta} \quad (4)$$

Ohne Absorption ergibt sich für den Feldvektor der gebrochenen Welle:

$$E_g = E_e \frac{2 \cdot \sin \beta \cdot \cos \chi}{\sin(\chi + \beta)} \quad (5)$$

Für fast senkrechten Einfall ist der Kosinus der Winkel ≈ 1 , womit sich Formel (4) zu

$$E_r = -E_e \frac{\sin \chi - \sin \beta}{\sin \chi + \sin \beta} = -E_e \frac{n_2 - n_1}{n_2 + n_1} \quad (6)$$

vereinfacht. Wenn die einfallende Welle parallel zur Einfallsebene polarisiert ist, so verlaufen nur die senkrechten Komponenten von E (also parallel zur Grenzfläche) stetig. Es errechnet sich also analog für den reflektierten Teil:

$$E_r = E_e \frac{\sin \beta \cdot \cos \beta - \sin \chi \cdot \cos \chi}{\sin \chi \cdot \cos \chi + \sin \beta \cdot \cos \beta} = -E_e \frac{\tan(\chi - \beta)}{\tan(\chi + \beta)} \quad (7)$$

Für die gebrochene Welle ist die Amplitude:

$$E_g = E_e \frac{2 \cdot \sin \beta \cdot \cos \chi}{\sin(\chi + \beta) \cdot \cos(\chi - \beta)} \quad (8)$$

Formel (7) vereinfacht sich wieder für fast senkrechten Einfall zu:

$$E_r = E_e \frac{\sin \chi - \sin \beta}{\sin \chi + \sin \beta} = -E_e \frac{n_2 - n_1}{n_2 + n_1} \quad (9)$$

Wie ersichtlich unterscheiden sich die Polarisationsrichtungen für kleine Einfallswinkel nicht im Reflexionsgrad. Diese Fresnel-Formeln wurden schon 1822 von Fresnel⁷ abgeleitet.

Liegen zwischen reflektiertem und gebrochenem Strahl von polarisiertem Licht 90° , so gilt nach dem Brechungsgesetz $\tan \chi = n$. Dieser Winkel heißt Brewsterwinkel. In der Einfallsebene polarisierte Strahlung wird nicht reflektiert, da schwingende Dipole nicht in ihre Schwingungsrichtung emittieren! Liegt die Polarisationsrichtung dagegen senkrecht zur Einfallsebene, also parallel zur Grenzfläche, ergeben sich keine Emissionsprobleme und diese Strahlung wird reflektiert.

Das Verhältnis gebrochener zu einfallender Strahlung beschreibt wieder (sinngemäß 2.1) den Transmissionswert T . Analog dazu wird das Intensitätsverhältnis von reflektiertem Strahl zu einfallendem Strahl als Wert für die Reflexion R bezeichnet. Der Zusammenhang der Dielektrizitätskonstante ϵ mit der Brechzahl n wird durch die Maxwell-Relation $n = \sqrt{\epsilon}$ beschrieben.

$$T = \frac{I_g}{I_e} = \frac{E_g^2}{E_e^2} \quad \text{und} \quad R = \frac{I_r}{I_e} = \frac{E_r^2}{E_e^2} = \left(\frac{n_2 - n_1}{n_2 + n_1} \right)^2 \quad (10)$$

Ändert sich die Brechzahl mit der Wellenlängen λ nennt man das Dispersion. Im sichtbaren Spektrum bis über das VUV hinaus, wächst die Brechzahl mit abnehmender Wellenlänge. Liegt gegebenenfalls eine andere Abhängigkeit vor, so nennt man das anormale Dispersion [4 S.94].

2.3 Mehrfachreflexion

Trifft eine ebene elektromagnetische Welle mit der Intensität I_0 auf eine planparallele Schicht, so kommt es an den Grenzflächen zu vielfachen Reflexionen. Die durch die Oberfläche transmittierten Partialwellen überlagern sich. Ist die Schichtdicke dünn im Vergleich zur Kohärenzlänge der verwendeten Strahlung, so entsteht durch den optischen Gangunterschied eine Phasendifferenz, welche Vielstrahlinterferenz verursacht.

Die Berechnung ohne und mit Absorption an den reflektierenden Grenzflächen ist möglich [7].

Wird ein Substrat einiger mm Schichtdicke mit einer Deuteriumlampe beleuchtet, so kommt es aufgrund der kleinen Kohärenzlänge im μm -Bereich zu keinen Interferenzeffekten (Bild 3). Hat das verwendete Material nun noch eine zu vernachlässigende Absorption, so ist die totale Reflexion durch mehrfache Anwendung von Formel (10) und abschließendem Aufsummieren der Intensitäten gegeben:

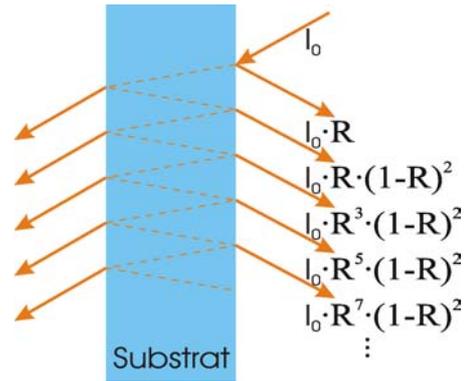


Bild 3: Herleitung Mehrfachreflexion

$$\begin{aligned} R_{\text{total}} &= R + (1-R)^2 \cdot R + (1-R)^2 \cdot R^3 + (1-R)^2 \cdot R^5 + (1-R)^2 \cdot R^7 + \dots \\ R_{\text{total}} &= R + (1-R)^2 \cdot R \cdot (1 + R^2 + R^4 + R^6 + \dots) \end{aligned} \quad (11)$$

In der hinteren Klammer ist der Quotient von zwei aufeinander folgenden Gliedern konstant R^2 . Somit handelt es sich um eine geometrische Reihe, deren unendliche Summe konvergiert [8].

$$R_{\text{total}} = R + (1-R)^2 \cdot R \frac{1}{1-R^2} = \frac{2R}{1+R} \quad \text{und} \quad T_{\text{total}} = 1 - R_{\text{total}} \quad (12)$$

Im folgenden wird mit R bzw. T von Substraten meist R_{total} bzw. T_{total} gemeint.

2.4 Streuung

Bei der Betrachtung realer Proben mit rauen Oberflächen tritt neben einer möglichen Absorption (A) noch Streuung (S) als ein weiterer Verlust für Reflexion und Transmission auf.

$$R + T + A + S = 1 \quad (13)$$

In der Optik bezeichnet Streuung die Richtungsänderung von Strahlung durch Beugungsvorgänge beim Auftreffen bzw. Durchlaufen eines Mediums mit realen Oberflächen [9]. Dabei werden parallele Strahlen zerlegt und in verschiedene Richtungen abgelenkt. Bei Oberflächenrauigkeiten σ kleiner als die Wellenlänge ist die Streuung an den Grenzflächen über die ganze Sphäre abzuschätzen als Summe von reflektiertem (D^-) und transmittiertem (D^+) Streulicht. Es gilt nach [10]:

$$D^- = R \left(\frac{4 \cdot \pi \cdot \sigma}{\lambda} \right)^2 \quad D^+ = T (n_{\text{substrat}} - n_{\text{umgebung}})^2 \left(\frac{2 \cdot \pi \cdot \sigma}{\lambda} \right)^2 \quad (14)$$

2.5 Lumineszenz

Als Lumineszenz wird das Mitleuchten mancher Stoffe bei der Bestrahlung mit Licht bezeichnet. Das ausgesandte Licht hat gewöhnlich eine größere Wellenlänge als das Erregende (Stokessche Regel). Erlischt es unmittelbar mit der Erregerstrahlung, so spricht man von Fluoreszenzstrahlung. Erfolgt andererseits die Aussendung zeitversetzt, so spricht man von Phosphoreszenz [5].

2.6 Laserprinzip

Immer dann, wenn hohe Energiedichten und eine einfach zu handhabende Strahlführung eine wichtige Rolle spielen, entscheidet man sich für den Einsatz einer besonderen Strahlquelle, den LASER (Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation) oder auf deutsch „Lichtverstärkung durch stimulierte Strahlungsemission“. Ein Laser zeichnet sich im Vergleich zu gewöhnlichen Lichtquellen (z.B. Lampe) durch monochromatische, kohärente und annähernd parallele Strahlen aus, sowie durch eine hohe Energiedichte.

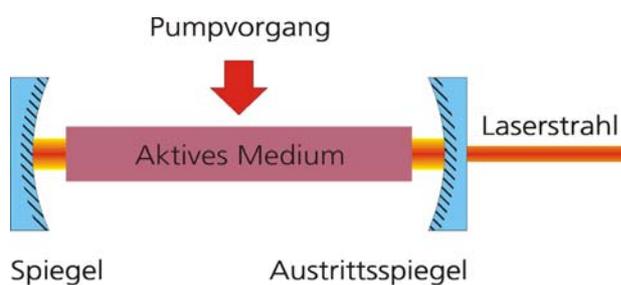


Bild 4: Laseraufbau, Prinzipskizze

Bild 4 zeigt, daß der prinzipielle Aufbau aus Pumpeinrichtung, aktivem Medium und einem aus Spiegeln gebildeten Resonator besteht. Ein Spiegel (auch 'Aus-koppelfenster' genannt) transmittiert einen Teil der Strahlung, welche dann als paralleler, gebündelter Laserstrahl nutzbar ist.

Durch Einbringen von Energie, meist durch optisches Pumpen oder durch Anlegen einer elektrischen Hochspannung, wird das aktive Medium angeregt. Dabei wechseln Teilchen durch Aufnahme der passenden Energie in einen energiereicheren Zustand. Kehren diese angeregten Teilchen dann nach einer gewissen Zeit von alleine in ihren Grundzustand zurück, so spricht man von „spontaner Emission“. Wenn dagegen eine Ursache vorliegt, dann nennt man es „stimulierte Emission“ [3]. Im thermischen Gleichgewicht wird das Verhältnis der Wahrscheinlichkeiten von induzierter zu spontaner Emission durch die Bose-Einstein-Verteilung beschrieben und läßt sich im VUV ($h\nu \gg kT$, $T = 300\text{ K}$) mit einer Exponentialfunktion annähern [11]. Der Laser arbeitet nicht im Gleichgewicht, die Abweichung wird aber um so größer sein, je höher seine Pulsfrequenz ist. In [11 S.31] findet man eine solidere Begründung für diese Näherung.

Somit wird es bei gegebener Temperatur immer schwieriger, stimulierte Emission zu erzielen, je größer ν wird, also für kleinere Wellenlängen. Neben der Problematik, transparente Fenster im VUV zu finden, begründet das, warum die Entwicklung von Lasern im VUV viel schwieriger ist als für langwelligere Spektralbereiche. Deshalb existieren nur einige Lasertypen und man ist auf wenige Wellenlängen beschränkt.

Durch spontane Emission startet eine Lichtwelle, welche im folgenden wiederum die in angeregten Teilchen gespeicherte Energie auslöst; der Laser schwingt an. Dabei entsteht eine feste Phasenbeziehung zwischen den einzelnen induzierten Emissionen innerhalb des Mediums.

Das erklärt, warum Laserlicht, sowohl örtlich als auch zeitlich, viel kohärenter ist, als spontan emittiertes Licht. Die Kohärenzlänge kann viele km betragen und die Kohärenzdauer bei gepulsten Lasern sogar die Dauer des Laserpulses [3].

Ein spezieller Gaslaser ist der Excimerlaser, bei dem in einer Überdruckröhre eine Mischung aus hochdosiertem Edelgas und einem Halogen verwendet wird. Edelgasatome haben eine geschlossene S_0 -Schale und sind somit zu keiner Reaktion fähig, der Grundzustand ist stabil.

Wird nun aber die angelegte Hochspannung entladen, kombinieren die beiden Atome zu einem angeregten Produkt (A^*B , „excited dimer“). Aus dieser Verbindung kehren sie unter Lichtemission zum Ausgangszustand ($A+B$) zurück. Natürlich nur, wenn im unteren Energieniveau genug Platz dafür ist (Inversion), was aber bei dieser Laserart automatisch passiert, denn durch Dissoziation wird das untere Laserniveau in nur 10^{-13} s schnell entleert [12 S.256].

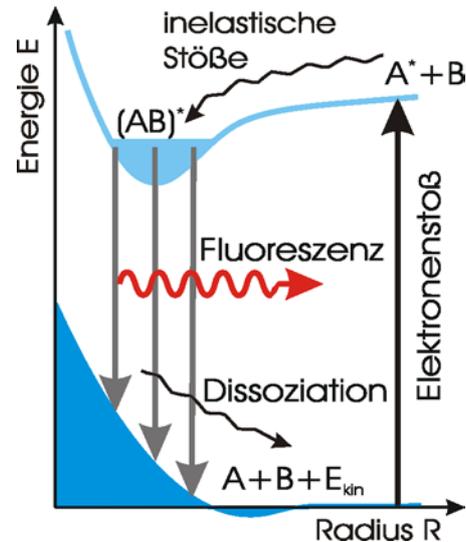


Bild 5: Termschema eines Excimerlasers

Eine kontinuierliche Entladung ist nicht erreichbar, somit können Excimerlaser nur im Pulsregime betrieben werden [13].

Excimerlaser werden, da die Pulsbreite zu kurz ist um eine stehende Welle auszubilden, meist ohne Resonator betrieben oder aber die Strahlung läuft nur wenige Male zwischen den Spiegeln hin und her. Daraus resultiert eine im Vergleich zu anderen Lasern verhältnismäßig schlechte räumliche Kohärenz. Durch Anschwingen vieler Linien in der spektralen Bandbreite der Verstärkung (≈ 1 nm) ergibt sich eine geringe zeitliche Kohärenz mit einer relativ kleinen Kohärenzlänge ($\ll 1$ m). Die Pulsenergie beträgt 0,1 bis 15 mJ/cm² und schwankt von Puls zu Puls erheblich zwischen 3 und 10 % [12 S.258].

Angewendet werden Excimerlaser hauptsächlich als UV-Quellen, zur Messung in Luft mit der LIDAR-Technik (**L**ight **D**etection and **R**anging) und oft auch als Pumpquelle für Farbstofflaser. Weitere Einzelheiten zu Theorie und experimentellen Aufbauten von Excimerlasern finden sich unter [14] und [15]. Der F_2 -Laser (Fluor) ist, wenn auch ähnlich, genau genommen kein Excimerlaser, dennoch wird diese Bezeichnung des öfteren verwendet.

2.7 Kontamination

Der Grad der Verschmutzung spielt bei der Bestimmung von Transmission und Reflexion von Proben eine wichtige Rolle. So sind Oberflächenbeläge auf Proben eine wichtige Fehlerquelle bei der Gewinnung photometrischer Daten. Um funktionelle Schichtsysteme optimieren zu können, braucht man möglichst Meßwerte, welche nur von der Dünnschicht oder gegebenenfalls noch vom Substrat kommen. Gerade im VUV bei 157 nm absorbieren eine Vielzahl chemischer Verbindungen (Kohlenwasserstoffe, Wasser und sogar der Luftsauerstoff). Liegen diese nun auf den Oberflächen, entstehen Verluste von einigen Prozenten pro Oberfläche. Bedenkt man nun, daß in einem optischen System, zum Beispiel in Belichtungsautomaten für die Lithographie, bis zu 100 solcher Oberflächen existieren, wird schnell klar, daß eine Untersuchung von Reinigungsprozessen sehr sinnvoll ist, um enorme Strahlungsverluste zu vermeiden. Es wird also versucht, vor jeder Charakterisierung einen definierten Probenzustand zu erreichen.

Auf Oberflächen befinden sich unter anderem auch Kohlenwasserstoffe, welche auch im Vakuum gut haften. VUV-Strahlung hat ausreichend Energie, um Kohlenwasserstoffe zu zerlegen. Dabei entsteht Kohlenstoff, da im Vakuum kaum Reaktionspartner zur Verfügung stehen (Bild 6a). Dieser „schwärzt“ aber nicht nur ungewollt die Oberfläche, sondern absorbiert auch stark im VUV! Transmissionsabnahmen von 20% pro Stunde wurden beobachtet. [4 S.186] Durch Reinigung werden Verschmutzungen von Oberflächen und dünnen Schichten abgetragen. Eine Möglichkeit ist dazu der Einsatz energiereicher Strahlung eines UV-Lasers. Sind in einem Schutzgas genügend Sauerstoff-Verbindungen, so kommt es zur Oxidation der Kohlenwasserstoffe. Die gasförmigen Produkte lassen sich dann gut wegspülen bzw. abpumpen.

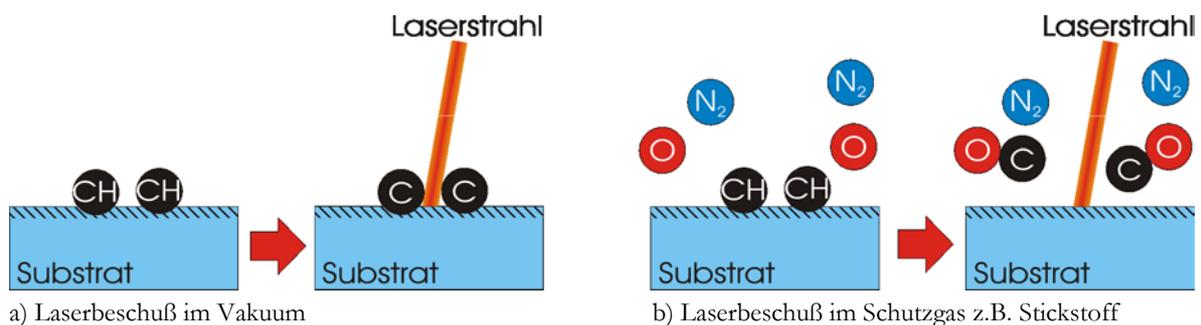


Bild 6: Kontamination und Reinigung von Oberflächen

Ein Modell zur Beschreibung dieser Desorption (Ablösung eines absorbierten Stoffes) wird durch einen, mit der Desorptionsenergie als Aktivierungsenergie gegebenen Boltzmann-Faktor, bestimmt [9]. Überschreitet die Laserenergie eine gewisse Energie (Desorptionsbarriere), so lassen sich die absorbierenden Verbindungen als einzelne Teilchen beschreiben, welche sich unter Laserbeschuss mit folgender Wahrscheinlichkeit p vom Substrat lösen:

$$p = ce^{-E_{des}/E_{laser}} = ce^{-E_{des}/h\nu} \quad (15)$$

Die Abnahme (daher das Minuszeichen) der noch nicht von der Oberfläche desorbierten Teilchenzahl dN mit der Zeit t lässt sich dann aufschreiben als

$$\frac{dN}{dt} = -N \cdot p; \quad dN = -N \cdot p \cdot dt \quad (16)$$

Die Lösung dieser Differentialgleichung erster Ordnung ergibt

$$-\ln \frac{N'}{N_0} = c_2 \cdot e^{-E_{des}/h\nu} \cdot t \quad (17)$$

$$N' = -N_0 \cdot c_2 \cdot \exp(e^{-E_{des}/h\nu} \cdot t) \quad (18)$$

für die verbleibende Teilchenzahl N' , welche (nach 2.1) der Absorption A proportional ist. Somit sollte bei vernachlässigbarer Streuung S der Reinigungsverlauf mit $1 = T + R + A + S$ durch eine Funktion der Form

$$T + R = 1 - c_3 \cdot e^{-T_{erm} \cdot t} \quad (19)$$

zu modellieren sein. Dabei stecken Skalierungs- und Integrationskonstanten in c_1, c_3 .

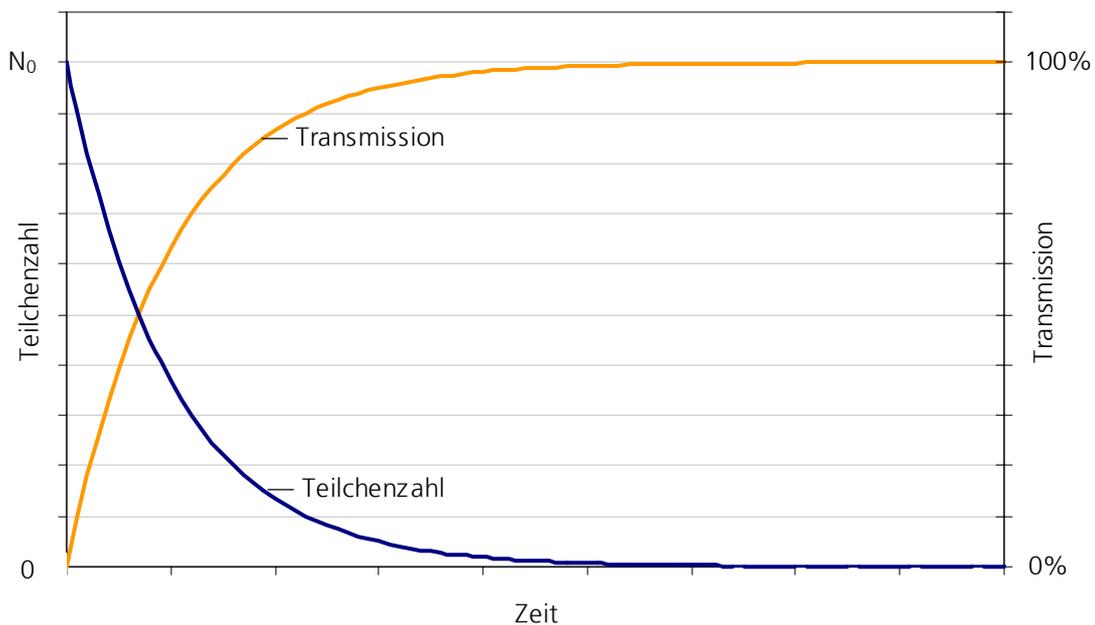


Bild 7: Graphische Darstellung des erwarteten Verlaufs für Transmission und Teilchenzahl

Ist die Relaxationszeit viel kleiner als die verwendete Repetitionsrate (Pulsfrequenz) des Lasers, kommt es nur noch auf die gesamte Energie an, nicht auf die zeitliche Energieverteilung. Betrachtungen zur Reinigung haben nur Sinn, wenn die Energie auf eine Flächeneinheit normiert wird. Dazu soll noch der Strahlungsquerschnitt des Lasers ermittelt werden.

3 Verwendete Meßtechnik

Zur Gewinnung photometrischer Größen über einen großen Spektralbereich wurden mehrere Meßgeräte benötigt. Zur Bestimmung von Transmission und Reflektion soll - ohne Wertung - die Vorstellung angefangen bei der langwelligsten Untersuchungsmethode bis hin zur Kurzwelligsten erfolgen. Spektrometer nennt man dabei Meßaufbauten, welche der spektralen Zerlegung und Messung von Strahlung dienen [4 S.241].

3.1 IR-Spektrometer

Mit dem Infrarotspektrometer FTS 175⁸ sind, aufgrund der verwendeten Dualen Wolfram-Halogen-Lampe, Untersuchungen von nahen bis ins mittlere Infrarot im Wellenlängenbereich 800–10202 nm (Wellenzahl 12500–980 cm⁻¹) möglich [16]. Dazu erzeugt ein Michelson-Interferometer ein Interferogramm, welches mit Hilfe einer durch Laserstrahl kalibrierten Skala in einem Computer durch Fourier-Transformation in ein Einzelspektrum umgerechnet wird [18]. Es handelt sich hierbei um Ein-Strahl-Photometrie, so daß immer eine zeitlich separate Referenzmessung durchgeführt werden muß, um sie dann mit der Probenmessung zu verrechnen.

Die Messung beruht im Grunde darauf, daß Atome und Moleküle IR-Strahlung passender Frequenz absorbieren können, um dabei ihre Schwingungs- und Rotationszustände zu ändern. So entsteht im Transmissionsspektrum einer Probe ein charakteristisches Spektrum der absorbierten Energie. Es ist dabei in der Optik üblich, das Spektrum über der Wellenzahl anzugeben, was neben einem Äquivalent zur Energie auch eine historische Ursache hat. Bei interferometrischer Messung der Wellenlänge monochromatischer Strahlung wurde der Interferometerspiegel bewegt und die Anzahl der Interferenzen pro Weglänge gezählt. Diese Anzahl wurde auf eine Wegstrecke von einem Zentimeter bezogen und führte zu der Einheit „Interferenzen/cm“ oder cm⁻¹, also zu den Wellenzahlen [19]. Es gilt folgende Umrechnung:

$$\lambda[\mu\text{m}] = \frac{10000}{\text{Wellenzahl}[\text{cm}^{-1}]} \quad (20)$$

Wasser und Kohlenstoffe absorbieren im VUV. Die Absorptionsbande der OH-Streckschwingung bei 3500 cm⁻¹ ist ein Maß für die Verunreinigung durch Wasser und die Kohlenstoff-Schwingungsbanden liegen bei 2930 und 2855 cm⁻¹ [18]. Somit ist eine erste schnelle Einschätzung des Reinheitsgrades durch FTIR-Aufnahme möglich.

Es wird eine Ungenauigkeit von $\pm 0,5 \text{ cm}^{-1}$ angegeben und für den relativen Fehler der gemessenen Transmission $\Delta T = 0,05\%$. Der Meßfleck hat einen Durchmesser von 12 mm [16].

3.2 UV/VIS-Spektrometer

An dem kommerziellen Spektrometer Lambda 19⁹ sind Messung von Transmission und Reflexion in einem Wellenlängenbereich zwischen 190 und 3200 nm möglich. Von 190 bis 326 nm wird das Spektrum einer Deuteriumlampe benutzt (D₂) und bis 3,2 μm, also auch im Sichtbaren, eine Wolfram-Halogen-Lampe. Lampen und Gitter werden bei einstellbaren Wellenlängen vollautomatisch gewechselt. Es handelt sich um ein Doppelstrahl-Spektrometer, womit sich nach einer einmaligen Initialisierung die photometrischen Werte als Verhältnis von parallelem Referenz- zu Meßstrahl messen lassen. Transmission kann entweder direkt bestimmt werden (Bild 8c) oder für reflektierende Proben auch mit Hilfe des VW-Prinzips. Der Name dieses Meßprinzips leitet sich aus der Form des Strahlengangs für die Transmissionsmessung (Bild 8a) und für die der Reflexionsmessung (Bild 8b) ab.



Bild 8: Meßprinzipien beim Strahlengang des Lambda19

Die Monochromatorstrahlung wird abwechselnd als Meßstrahl, Referenzstrahl oder gar nicht auf den Detektor geleitet. Dieses Zerhacken des Signals mit einer bekannten Frequenz, und die Bildung des Verhältnisses zum dazwischen aufgenommenem Dunkelsignal, minimiert das Rauschen und sorgt somit für eine hohe Genauigkeit. (Funktioniert ähnlich dem lock-in Prinzip [4 S.159], ist aber keine phasenrichtige Gleichrichtung, sondern digitale Verhältnisbildung).

Innerhalb des hohen Dynamikbereiches für die Transmission, wird vom Hersteller ein relativer Fehler von 0,2 % angegeben. Für die Reflexion ist der Fehler aufgrund des komplizierteren Strahlenganges immer größer und kann 0,5 % erreichen. Die Skala für die Wellenlänge wird an einer D₂-Linie bei 656,1 nm kalibriert, erreicht eine Genauigkeit von ± 0,15 nm und ist auf 0,02 nm reproduzierbar. Die Spektrale Auflösung ist abhängig vom verwendeten Abbildungsspalt des Monochromators und kann weniger als 1 nm bis zu 0,1 nm bei einer Wellenlänge nahe 190 nm betragen. Dadurch wird auch die Breite des Meßflecks beeinflusst. Er hat bei einer spektralen Spaltbreite von 5 nm eine Breite von 4,5 mm und eine Höhe von 10 mm [20].

3.3 VUV- Spektrometer

Mit diesem Meßgerät soll die Bestimmung von Transmission und Reflexion im VUV von 115 bis 230 nm erfolgen. Die schon eingangs erwähnten Besonderheiten in diesem Spektralbereich erschweren eine präzise Bestimmung der Meßgrößen. Der Grundaufbau des Spektrometers und die verwendete Software ist vom LZH (**L**aser **Z**entrum **H**annover). Die Charakterisierung erfolgt nun ausführlicher, da dieses Meßgerät ein wesentlicher Bestandteil dieser Arbeit ist.

3.3.1 Meßaufbau

Das Spektrometer besteht aus drei verschließbaren Kammern aus Aluminium, in denen sich die Strahlquelle, der Monochromator und die Probenpositionierung mit Signalerfassung befinden. Der Strahlengang ist schematisch in Bild 9 dargestellt.

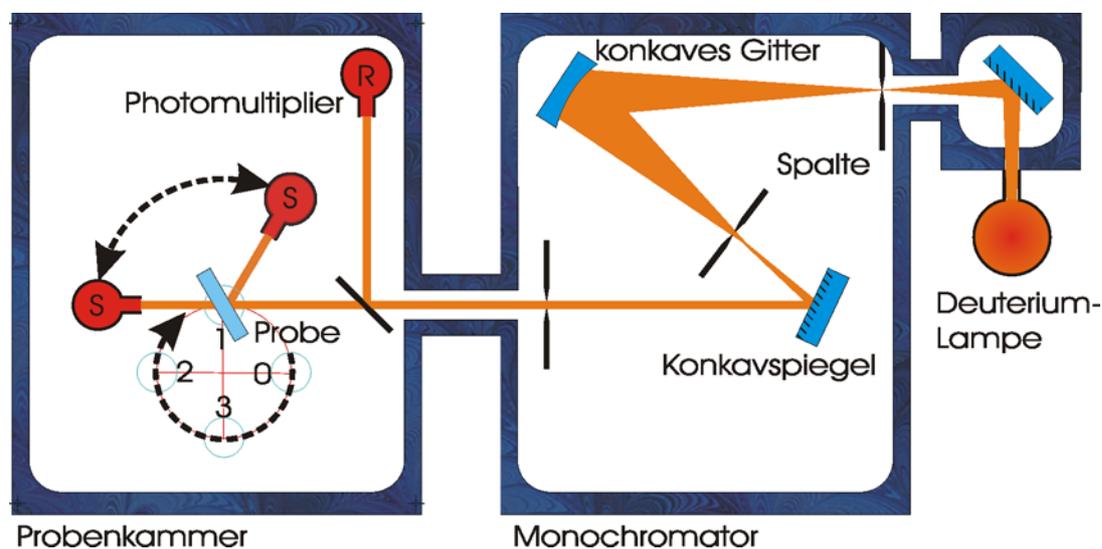


Bild 9: Optisches System des VUV-Spektralphotometers

Das vakuumdichte System ist durch ein zweistufiges Pumpsystem auf einen Druck unter 10^{-4} mbar evakuierbar und kann mit verschiedenen Gasen gefüllt werden. Deuteriumlampe und die Photomultiplier sind durch Fenster aus Magnesiumfluorid (MgF_2) abgetrennt. Im Vergleich zu anderen Materialien zeichnet sich dieser Kristall durch höchste Transparenz bis zu 115 nm aus. Sie beträgt für eine Dicke von 2 mm noch 60 %. Ein solches Fenster kann auch die Probenkammer hermetisch abtrennen. Zur Druckmessung wird ein Thermischer Detektor (Pirani) und für den Hochvakuumbereich ab 10^{-3} mbar ein Penning-Modul verwendet. Die Kontrolle ist wichtig, da nur bei ausreichendem Vakuum (ab 10^{-3} mbar) eine Messung erfolgen kann und die Abpumpzeit stark variiert. Wasser erweist sich z.B. als besonders schwer abpumpbar, da es durch seinen Dipolcharakter gut an Oberflächen haftet. Verunreinigung der Kammer läßt sich durch Probenwechsel nie ganz vermeiden, aber durch Umsicht minimieren.

3.3.2 Strahlungsquelle

Oberhalb einer Wellenlänge von 105 nm werden Gasentladungslampen eingesetzt, welche durch ein transparentes Fenster gegen das Vakuum der Meßapparatur abgeschlossen werden. Es empfiehlt sich die Verwendung von MgF_2 (transparent ab 115 nm), da LiF (transparent ab 105 nm) hygroskopisch reagiert. Unterhalb dieser Wellenlänge sind keine transparenten Materialien bekannt, man müßte differentielle Pumpsysteme verwenden [4 S.184].

Die verwendete Deuteriumlampe L7292 von Hamamatsu¹⁰ wird luftgekühlt betrieben, strahlt in einer Keule $\pm 5^\circ$ und erzeugt eine stark inhomogene Intensitätsverteilung über den Strahlquerschnitt [21]. Die Deuterium-Entladung brennt zwischen einer direkt geheizten Kathode und der Anode bei einer Leistung von etwa 30 W (Heizung 3,5 bis 5 V bei 300 mA, Entladung 300 bis 350 V bei 300 mA). Folgende Abbildung zeigt ein mit dem VUV-Spektrometer aufgenommenes Lampenspektrum, was natürlich mit der Wellenlängenempfindlichkeit der Photomultiplier überlagert ist. Diese verläuft aber recht kontinuierlich ähnlich der Quanteneffizienz [22].

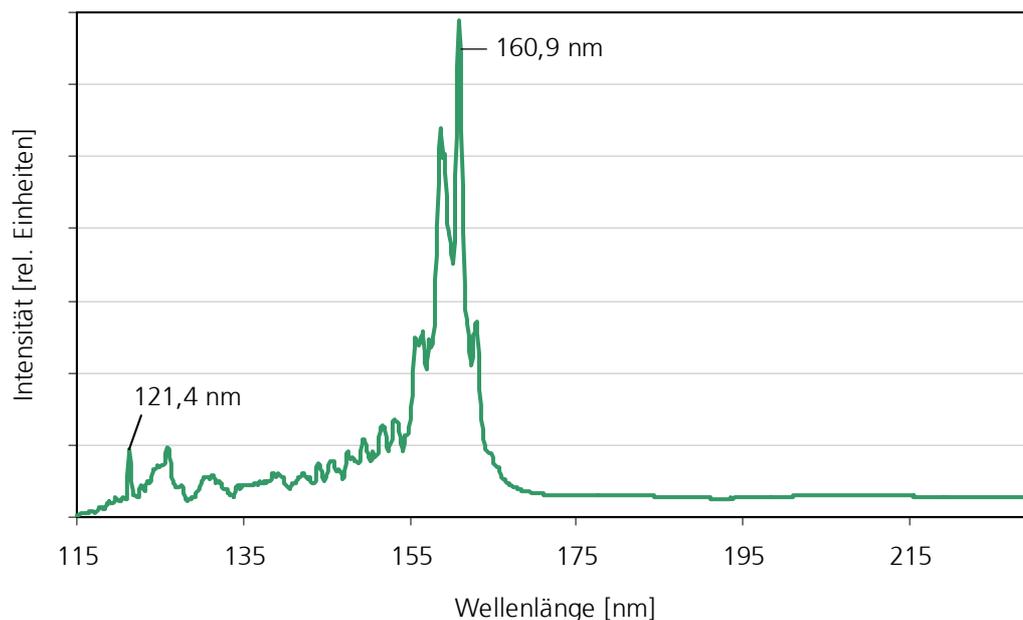


Bild 10: Spektrum der Deuteriumlampe

Wie man gut im dargestellten Spektrum erkennen kann, wird ein Kontinuum emittiert, das unterhalb 165 nm von einem Molekülbandspektrum überlagert ist. Bei den verwendeten Fenstern aus MgF_2 können Transmissionsänderungen nicht nur durch Verunreinigung (2.7), sondern auch durch Farbzentren auftreten [4 S.185f]. So bezeichnet man atomare Störstellen in einem Kristall, die Wellenlängen absorbieren, die der ungestörte Kristall nicht absorbiert.

3.3.3 Strahlengang

Die Strahlung der Deuteriumlampe wird durch einen Konkavspiegel auf den Eintrittsspalt des Monochromators fokussiert. Das folgende dispersive Element, ein holographisches Konkavgitter, bildet nahezu fehlerfrei zwischen den fest montierten Spalten ab. (Bild 9 S.13) Zur Einstellung der Wellenlänge wird das Gitter durch einen Schrittmotor gedreht, was der Anordnung nach Seya-Namioka entspricht [23] und die Bedingungen des Rowland-Kreises annähert [4 S.195]. Das nun monochromatische Strahlenbündel wird mit einem weiteren Konkavspiegel Richtung Signalphotomultiplier (S) durch die Meßprobe gelenkt. Der Fokus liegt dabei zwischen Probenhalter und dem Photomultiplier. Ein Teil des Meßstrahls wird allerdings schon vorher durch einen Strahlteiler ausgekoppelt und trifft auf einen fest installierten Referenzphotomultiplier (R). Dadurch wird ein Ausgleich von Leistungsschwankungen der Lampe oder Transmissionsänderungen im Strahlengang gewährleistet. Somit handelt es sich also im Vergleich zum Lambda19 (siehe 3.2 S. 12) um kein echtes Zweistrahl-Spektrometer. Der Meßfleck ist auf ≈ 1 mm Breite und 5 mm Höhe ausgeblendet.

3.3.4 Signalaufnahme

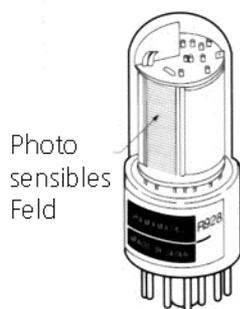


Bild 11: Skizze PM [21]

Photomultiplier gehören als Photokathodische Empfänger zu den empfindlichsten optischen Strahlungsempfängern [4 S.162]. Die Strahlungsaufnahme erfolgt hier mit dem Typ R1220¹⁰ (Bild 11). Hier trifft VUV-Strahlung (Bild 12, gestrichelte Strahlen) durch ein Fenster (Durchmesser 13 mm) auf die Photokathode (0). Dort löst sie durch äußeren Photoeffekt Elektronen aus, welche durch eine anliegende Hochspannung durch das Vakuum beschleunigt werden.

Nach der Fokussierung treffen sie auf die erste positiv geladene Dynode (1), wo mehrere Sekundärelektronen ausgelöst werden. Das wiederholt sich dann für jede der nachfolgenden Dynoden (2 bis 9), so daß es zu einer starken Verstärkung des Signals kommt (10^6 -fach). Von der letzten Dynode abgestrahlte Elektronen werden dann von der Anode (10) aufgesammelt und bilden das Ausgangssignal [24 S.13].

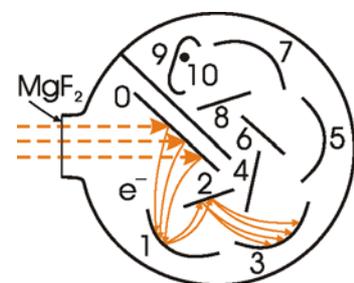


Bild 12: Prinzip PM

Da bewegte Elektronen im Magnetfeld abgelenkt werden (Lorenzkraft), haben auch sich ändernde Magnetfelder, zum Beispiel bei Bewegung des Photomultipliers, einen Einfluß auf die Elektronenbahnen und damit auf die Verstärkung [4 S.163].

3.3.5 Meßmoden, Steuer- und Meßsystem

Das Potential der an der Anode der Photomultiplier aufgesammelten Elektronen bildet eine Spannung, welche Vorverstärker nahe der Meßkammer verstärken, um das Rauschen so gering wie möglich zu halten. Die vorverstärkten Signale werden anschließend über eine A/D-Wandlerkarte in den Rechner übertragen, wo sie dann digitalisiert mit einer speziellen Software aufbereitet werden.

Der Signalphotomultiplier kann sowohl in der Höhe als auch im Winkel um die Probe durch Schrittmotoren bewegt werden, um eine genaue Justierung auf den Meßstrahl und Reflexionsmessungen zu ermöglichen. Zwischen Strahlteiler und Signalphotomultiplier sind die Proben in einem, durch Schrittmotor drehbaren, vierfach-Probenhalter plaziert (siehe Bild 9).

Ein Goniometer ermöglicht durch Drehung der Probe um ihre senkrechte Achse Messungen unter verschiedenen Einfallswinkeln, in Reflexion und winkelaufgelöste Messungen. Ein in den Strahlengang fahrbarer Polarisator ermöglicht Messungen mit linear in p- oder s-Richtung polarisierter Strahlung. Dabei handelt es sich um einen VUV-Polarisator nach Rochon aus MgF_2 mit einem Lösungsvermögen von mindestens 10^{-5} [25].

VUV-Strahlung unterhalb 190 nm wird größtenteils von Luft absorbiert. Somit ist man gezwungen, im Vakuum oder in einem transparenten Schutzgas zu messen. Das erschwert natürlich die Messung und bestimmt die Handhabung. Der ganze Meßaufbau kann deshalb evakuiert oder mit einem Schutzgas gefüllt werden. Möglich sind Stickstoff, Helium, Argon oder eine beliebige Mischung. Die Kalibrierung der Wellenlänge erfolgt über die Lage der D_2 -Linie bei 160,9 nm. Der vom Hersteller angegebene Fehler für die Transmission ist je nach Wellenlänge unterschiedlich. Relativschwankungen einer Nullmessung sind $< 2\%$, unterhalb 140 nm $< 1\%$ und oberhalb 160 nm $< 1\%$. Ein Anliegen dieser Arbeit ist, diesen Fehler noch auf weniger als 0,2% zu senken!

3.3.6 Datenauswertung

Die Verarbeitung der Meßwerte erfolgt am Computer durch das Programm Pujron, welches speziell an diesen Meßaufbau angepaßt wurde [23]. Es steuert vollautomatisch den gesamten Meßablauf, verarbeitet die aufgenommenen Rohdaten zu Transmissions- und Reflexionskurven, zeigt sie auf dem Bildschirm an oder gibt sie auf einem Drucker aus. Außerdem können Meßpläne, Meßparameter und die Meßdaten im ASCII-Format gespeichert werden.

3.3.7 Auflösungsvermögen des Monochromators

Vom Hersteller wird eine Auflösung kleiner 2 nm angegeben [23]. Um die spektrale Auflösung selbst zu bestimmen, eignet sich die Vermessung eines bekannten Elementes, dessen Reflexion sich in einem kleinen Wellenlängenbereich stark ändert. Eine dünne Einzelschicht zeigt diese schmalbandige Eigenschaft. Dabei handelt es sich um 2-3 μm dickes, thermisch oxidiertes Siliziumdioxid (SiO_2) auf Silizium. Durch Interferenz weist das Reflexionsspektrum eine ausgeprägte Periodenstruktur auf (Bild 13).

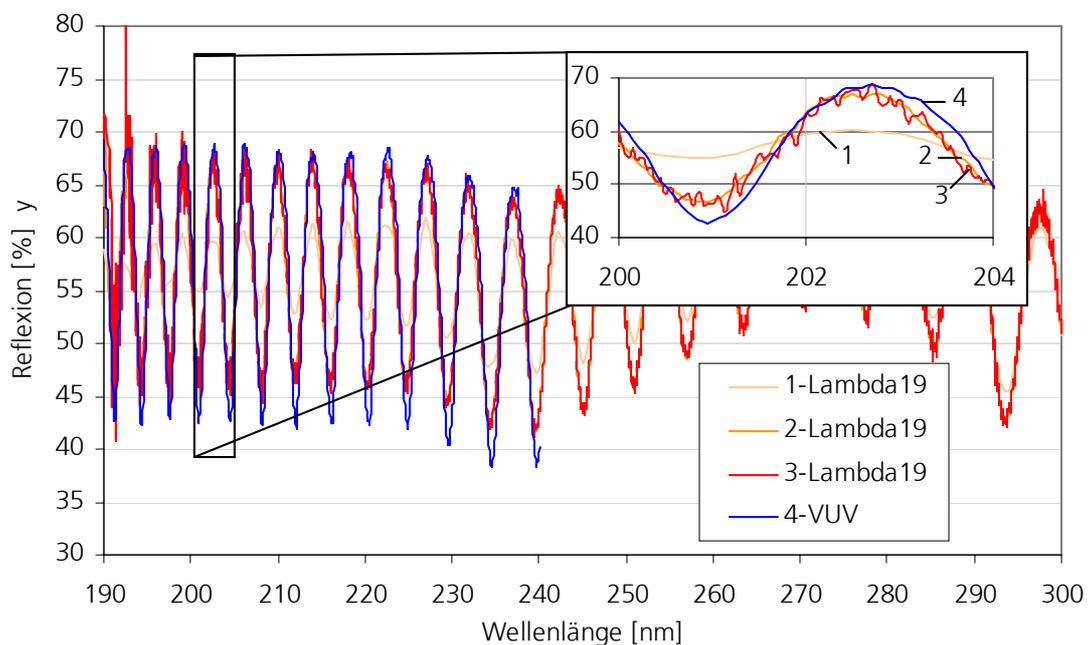


Bild 13: Messungen zum Auflösungsvergleich mit dem Lambda 19

Die erste Kurve zeigt eine Standardmessung mit einer spektralen Spaltbreite (Slit) von 2 nm (Kurve 1), diese wurde dann über 0,2 nm (Kurve 2) bis auf 0,1 nm (Kurve 3) verkleinert. Dabei mußte natürlich die Meßdauer umgekehrt proportional dem Quadrat der Spaltbreite von 240 nm/s auf 7 nm/s verringert werden. Mit Kurve 3 scheint die maximale Auflösung des Lambda19 erreicht, nur das Rauschen steigt. Der Vergleich mit der Messung am VUV-Spektrometer (Kurve 4) zeigt eine absolute Übereinstimmung der Wellenlänge auf weniger als 0,5 nm und eine Auflösung besser als 0,1 nm bei einem Datenintervall von 0,1 nm. Die Kalibrierung der Skala für die Wellenlänge erfolgt durch die Lage der Deuterium-Linie bei 160,9 nm und wird mit einer Wiederholgenauigkeit kleiner 1 nm angegeben [23]. Eine spektrale Auflösung von 0,1 nm ist ausreichend, um die gesetzten Meßziele dieser Arbeit zu erreichen.

3.4 Laser

Als weitere Strahlquelle wurde ein F₂-Gaslaser verwendet. Nach Formel (21) besitzt seine elektromagnetische Strahlung mit der Wellenlänge von 157 nm eine Photonenenergie von 7,9 eV.

$$E = h \cdot \nu = \frac{h \cdot c}{\lambda} = \frac{1239,842}{\lambda [\text{nm}]} \quad [26] \quad (21)$$

Gegenüber der Deuteriumlampe zeichnet er sich somit durch eine hohe Energiedichte und weiteren lasertypischen Vorteile aus (vgl. 2.6). Hierbei handelt es sich um einen OPTex¹¹ Gaslaser mit einer Fluor/Heliummischung im Schreibtischaufbau. Die Steuerung erfolgt mit dem PC-Programm WinDAC. Dieses kommuniziert über ein Glasfaserkabel mit der unabhängigen Laser-Internen Steuersoftware, so daß ein sicherer Betrieb immer gewährleistet ist. Der Laser arbeitet gepulst mit einstellbarer Frequenz bis maximal 200 Hz und liefert ebenfalls über ein Glasfaserkabel das Signal zur Triggerung. Der eigentliche Puls ist kastenförmig und seine Dauer beträgt zirka 10 ns. Der Strahlungsquerschnitt ist annähernd rechteckig mit einer homogenen Ausleuchtung. Die gemessene Ausgangsenergie liegt um die 1 mJ/cm². Mit der Erzeugung dieser Pulse, erhöht sich die Brillanz des Lasers um mehrere Größenordnungen und liefert eine sehr große Leistung (10⁶ Watt). Zusammen mit einem Energiemeßgerät, Probenpositionierung und Steuereinheiten spricht man von einer Laser-Anlage [DIN/ISO-Norm 11145].

Folgende Mechanismen beeinträchtigen nach [27 S.75] die Leistung des Lasers:

- Verunreinigungen im Gas, welche Laserleistung noch in der Röhre absorbieren
- Konzentrationsverminderung von F₂ durch Interaktionen der Füllung mit der Kavität
- verunreinigte optische Komponenten, wie Spiegel und Fenster (Herstellung o. Wartung)
- Alterung der Kavität durch Erosion der Entladungselektroden, Vorionisierung und Korrosion durch das Gas selbst (durch NovaTube[®]-Laser-Röhre¹¹ vermindert)

3.5 Röntgendiffraktometer

Zur Beurteilung von Oberflächenbelägen im Nanometerbereich eignet sich eine Untersuchung mit Röntgenstrahlen als zerstörungsfreie Technik zur Bestimmung der Dicke und anderen Eigenschaften wie Rauheit und Packungsdichte [28]. Dabei wird bei monochromatischer Strahlung (Cu-K_α-Linie mit $\lambda = 0,154$ nm) die Interferenz von an Oberflächen reflektierten Wellen ausgenutzt [29]. Nimmt man nun die Reflexion für verschiedene Winkel auf, lassen sich nach einer Computersimulation daraus die gewünschten Werte berechnen. Es wurde ein D5005¹² verwendet mit einer Blende von 1 mm, was gleichzeitig den Meßfleck von 1x1 mm darstellt.

4 Konzeption und Aufbau eines VUV - Laserphotometers

In diesem Kapitel wird ein Konzept zur Bestimmung photometrischer Daten mit dem F₂-Laser entwickelt. Es werden das Konzept eines Laserphotometers und die Möglichkeiten zur praktischen Umsetzung der Kopplung mit dem vorhandenen VUV-Spektrometer beschrieben. Anschließend folgt die Entwicklung eines Meßverfahrens, wobei verschiedene Meßprinzipien erläutert und Entscheidungsgründe für den günstigsten Aufbau dargelegt werden.

4.1 Meßaufbau

Es galt das Problem zu lösen, den vorhandenen UV-Laser (siehe 0) in die Spektrometeranlage zu integrieren. Wie eingangs erläutert, wird auch seine Strahlung ($\lambda = 157 \text{ nm}$) in Luft schon nach einigen Millimetern vollständig absorbiert. Eine gute Lösung ist, den gesamten Strahlengang einzuhausen und an das Vakuumsystem anzuschließen. Die möglichen Strahlführungen sollen sich dabei stark an den vorhandenen Öffnungen der Probenkammer orientieren, da alles andere einen inakzeptablen großen Aufwand darstellt.

Da die Laserstrahlung unsichtbar ist, läßt sich der Strahlweg nicht mit dem bloßen Auge verfolgen und es stellt sich das Problem der Justierung. Die Strahlung kann durch Ausnutzung der Fluoreszenz von Glas oder Papier sichtbar gemacht werden. Allerdings wird sie schon wenige Millimeter hinter dem Austrittsfenster in der Luft absorbiert. Eine Justage unter Schutzgasatmosphäre ist sehr aufwendig und im Vakuum noch problematischer zu realisieren. Neben den 157 nm schwingt in der Laseranlage noch ein andere Wellenlänge bei 675 nm an [47]. Da diese nicht unterdrückt wird, ist sie recht gut als roter Strahl sichtbar. Nach einem langen, mit Stickstoff gespülten Strahlengang, konnte durch Fluoreszenz in Glas der VUV-Strahl ebenso wie der rote Strahl gleichzeitig sichtbar gemacht werden. Eine Überprüfung zeigt, daß die beiden Strahlen ineinander verlaufen und parallel sind. Somit läßt sich der rote Strahl ausnutzen, um den Strahlengang bequem in Luft zu justieren. Das erspart einen extra Justierlaser.

Neben dem Laser müssen noch andere Besonderheiten beachtet werden. Die im VUV-Spektrometer installierten Photomultiplier sind bei einer Wellenlänge von 157 nm empfindlich und intensives Laserlicht würde – bei angelegter Hochspannung – zur Zerstörung des Vervielfachers führen [4 S.163]. Der Schutz der Photomultiplier ist durch Abschalten der Hochspannung möglich, was allerdings bedeutet, daß sie für diese Zeit nicht mehr als Detektoren zur Verfügung stehen und Lasermessungen somit nur zeitlich getrennt zu Spektrometermessungen durchführbar sind. Die Aufnahme des Lasersignals erfolgt mit speziellen Detektoren (4.3).

4.2 Strahlführung

Unter Berücksichtigung der Geometrie des VUV-Spektrometers (Bild 9) erscheint nur eine Möglichkeit des Transmissionsaufbaus als günstig. Es ist ein Detektor so einzufügen, daß sich die Probe zwischen ihm und dem Laser befindet. Mit dem gleichen Detektor soll auch noch die Reflexion unter möglichst kleinem Winkel ($< 7^\circ$) meßbar sein. Zur Messung der photometrischen Größen Transmission und Reflexion existieren, wie in 3.2 dargestellt, mehrere Meßprinzipien. Bei dem VW-Prinzip sind die Strahlwege und die Anzahl der Reflexionen bei Messung in Reflexion und Transmission gleich (Bild 8). Dieser schon sehr gute Aufbau läßt sich durch das VN-Prinzip noch weiter verbessern [30]. Eine sorgfältige Analyse zeigt, daß grundsätzlich alle Meßprinzipien in der Probenkammer realisierbar sind. Allerdings wären dazu noch zusätzlich bewegliche Konstruktionen in der Vakuumkammer nötig. Somit sollen, wie in folgendem Bild 14 dargestellt, alle Untersuchungen nach dem einfachen, direkten Meßprinzip durchgeführt werden.

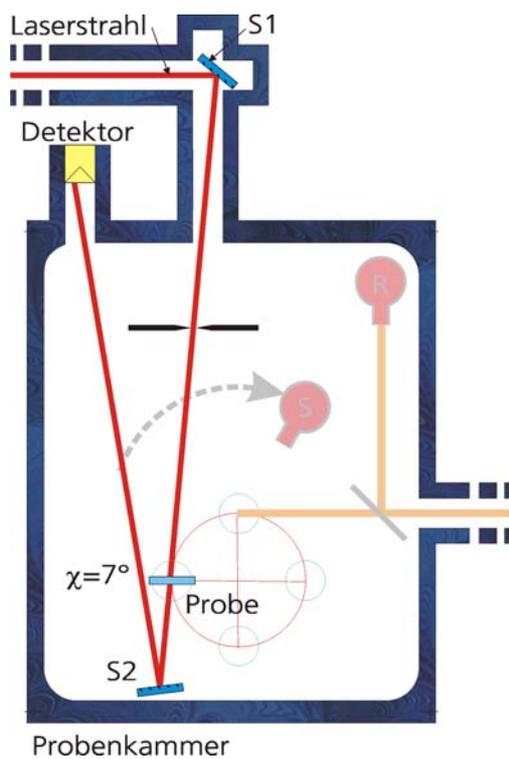


Bild 14: Strahlengang Transmission

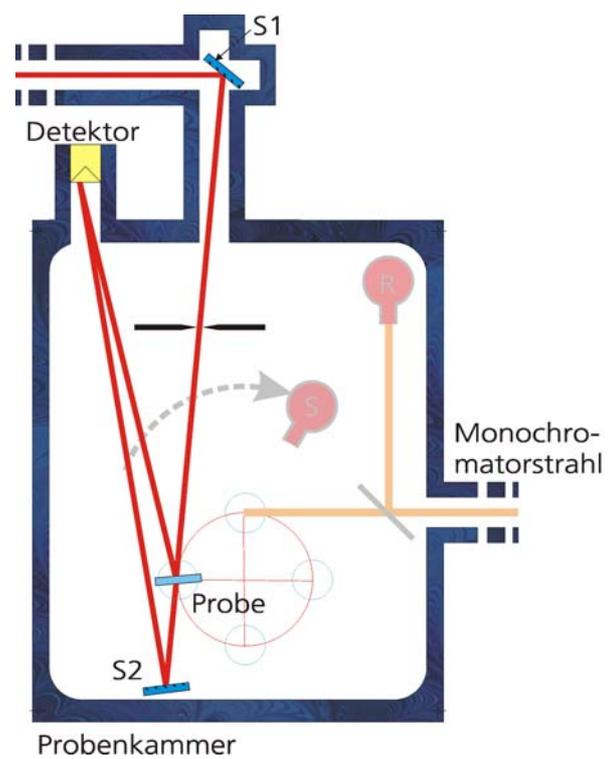


Bild 15: Strahlengang T+R

Für die Transmission läßt die Justage kaum Spielraum, um vom Laser durch die Probe auf den Spiegel (S2) und an ihr wieder vorbei auf den Detektor zu strahlen (vgl. Bild 14). Durch Ausnutzung allen Platzes und die Konstruktion eines in zwei Achsen justierbaren Umlenkspiegels (S1) wurde es trotzdem ermöglicht. Bei einer Wellenlänge von 157 nm beträgt die Reflexion des Spiegels über 99 %. Die Blenden im Strahlengang vor der Probe definieren einen kleinen und vor allem bekannten Strahlquerschnitt von 4 x 6 mm, freilich mit geringem Intensitätsverlust.

Der Meßstrahl muß die Probe im Zentrum treffen, da diese Region auch vom VUV-Spektrometer vermessen wird und sich nur dadurch Vergleichsmessungen ermöglichen.

Dreht man nun noch die Probe um ca. 7° so in den Strahlengang, daß der von ihr reflektierte Strahl ebenfalls auf den Detektor trifft, so wird wegen der Linearität des Detektors die Summe aus Transmission und Reflexion aufgenommen (Bild 15). Dabei befindet sich der Signalphotomultiplier (S) auf einer sicheren Parkposition. Versetzen mit einer Absorptionsplatte läßt er sich aber auch gut verwenden, um den transmittierten Strahl zu blockieren und damit eine reine Reflexionsmessung zu ermöglichen (Bild 16):

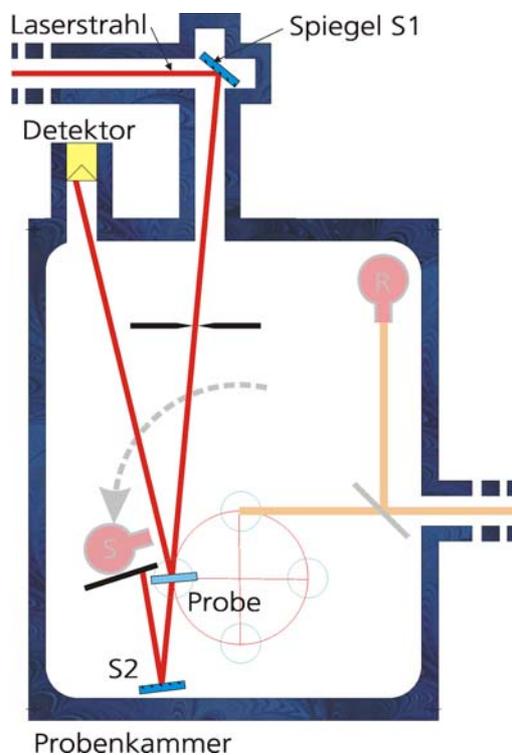


Bild 16: Strahlengang Reflexion

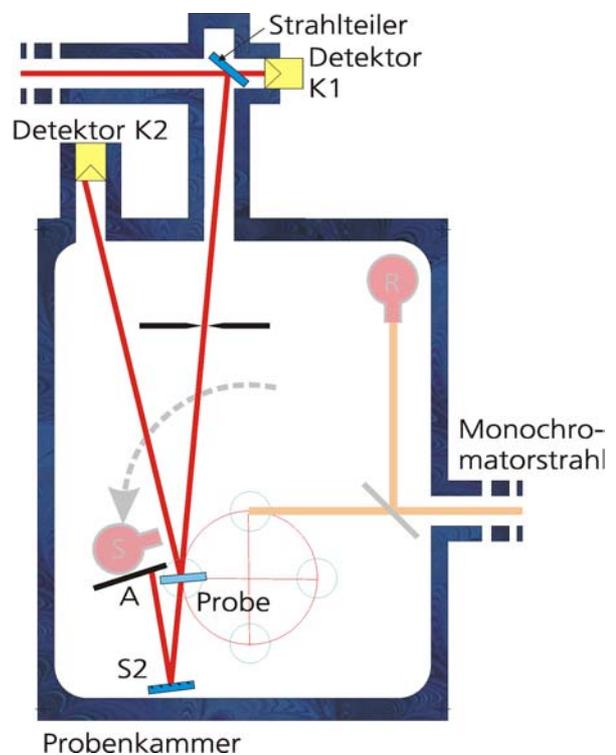


Bild 17: Strahlengang Referenzdetektor

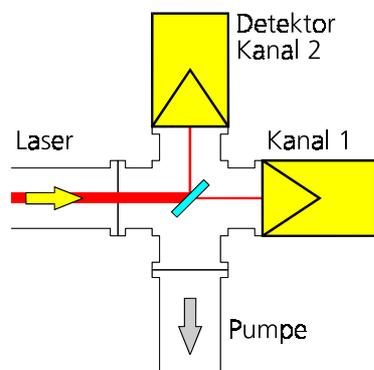
Um den zeitlichen Verlauf der Laserintensität kontrollieren zu können, ist noch ein Referenzdetektor nötig. Spiegel S1 wurde dazu durch einen in der Abteilung angefertigten Strahlteiler ersetzt. Dieser besteht aus einem Schichtsystem geringer Absorption ($<1\%$) und liegt in mehreren Varianten mit unterschiedlichem Teilungsverhältnis (1:2 bis 1:5) bereit. In seinem transmittierten Strahl wurde der zusätzliche Detektor (K1) für die Referenz installiert (Bild 17).

4.3 Signalaufnahme

Für ein Grundlegendes Verständnis einiger Effekte bei späteren Messungen soll hier ausführlich erläutert werden, wie ein Meßsignal entsteht.

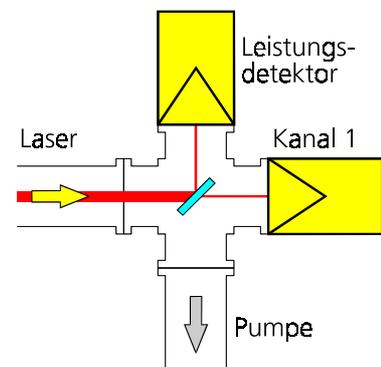
Aufgenommen wird das Lasersignal mit zwei, in ihrer Bauweise gleichen und vakuumtauglichen, Detektoren¹³ für Referenzkanal (K1) bzw. Meßkanal (K2). Diese speziellen Energiemeßköpfe haben eine Absorptionsschicht, welche möglichst viel der Laserstrahlung in Wärme umwandelt. Durch ein pyroelektrisches Element wird daraus eine Spannung erzeugt und über BNC-Kabel an das Meßgerät weitergeleitet. Das verwendete Laserenergiemeßgerät LEM2020¹⁴ benutzt den Trigger für die Pulsfolgefrequenz direkt aus dem Laser, rechnet das Maximum der Spannungspulse in Energiewerte um, stellt die Meßwerte auf einem eingebauten Display dar und gibt sie über die serielle Schnittstelle an den Meßrechner weiter.

Die Oberflächenempfindlichkeit der Detektoren bleibt bei einem Teststrahl von 4 mm Durchmesser über die gesamte Detektorfläche (4 cm²) relativ gleich ($\pm 5\%$). Seine thermische Zeitkonstante beträgt 20 ms. Kalibriert wurden die Detektoren vom Hersteller bei 355 nm. Durch den Vergleich zu schon kalibrierten Detektoren wurde die Verstärkung des Detektor-signals am Meßgerät bei einer Wellenlänge $\lambda = 157$ nm angeglichen.



Das Energieverhältnis der beiden Detektoren ist fast gleich dem Teilungsverhältnis des Strahlteilers von 50%. Bei steigender Pulsfolgefrequenz oder Hochspannung steigt die Energie linear an. Allerdings wird im Vakuum sowie unter Schutzgas ein Abfall der Energie ab Folgefrequenzen größer 120 Hz angezeigt. Dabei ist das Signal im Stickstoff etwas kleiner, aber das Verhältnis bleibt konstant.

Um nun der Frage nachzugehen, ob es sich bei hohen Pulsfolgefrequenzen wirklich um einen Energieeinbruch des F₂-Lasers handelt, wurde ein Vergleich mit einem Laserleistungsmeßgerät (gentec) durchgeführt. Dazu wurde aus Energiewerten des LEM2020 und der jeweiligen Folgefrequenz des Lasers eine mittlere Leistung errechnet. Es ergab sich folgende Abhängigkeit in Bild 18.



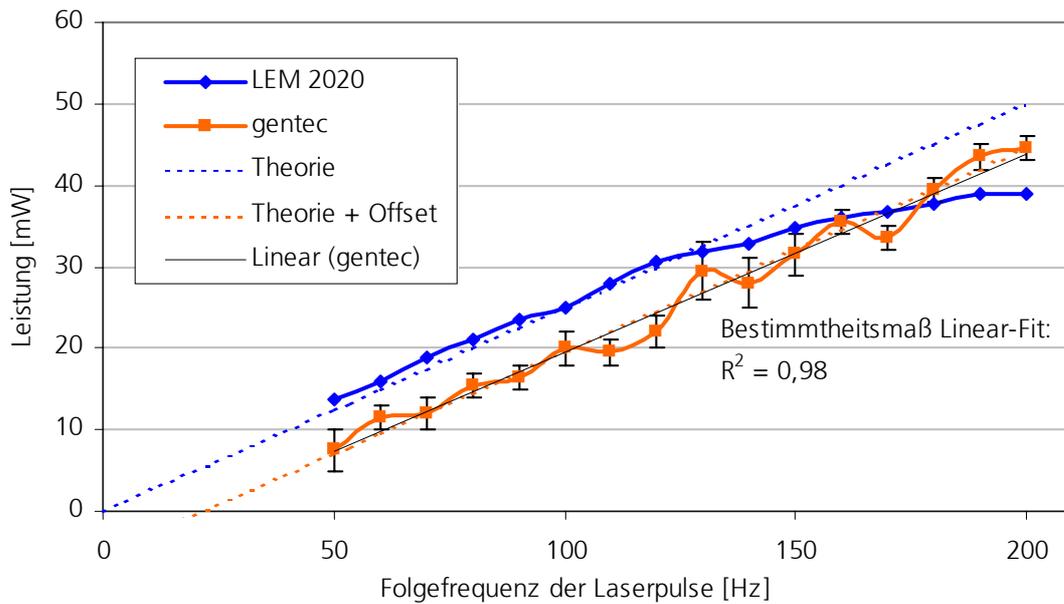


Bild 18: Vergleich Energiemeßgerät LEM2020 mit Leistungsmeßgerät Gentec

Die Meßwerte des LEM2020 liegen von 50 Hz bis 120 Hz sehr gut auf der theoretischen Kurve, anschließend flacht das Signal immer weiter ab und fällt weit unter den linearen theoretischen Verlauf. Die Werte des Leistungsmessers schwanken mehr, steigen aber doch linear. Der Anstieg ihrer Regressionsgeraden stimmt sehr gut mit der vom LEM überein (98%ig). Allerdings läßt sich ein systematischer Fehler von ca. 7 mW feststellen, der einem Offset gleicht. Wäre der Detektor zu langsam, um den ganzen Puls aufzunehmen, würde das ein systematisch zu kleines Signal erklären. Das ist jedoch nicht der Fall, aber seine Absorptionsschicht zeigt einen Defekt durch einen Einschuß. Das vermindert natürlich die Effektivität des Detektors durch höhere Reflektion und fallende Absorption.

Eine Untersuchung mit einem Oszilloskop zeigt den Spannungsverlauf des Detektorsignals nach einem Laserpuls. Für variable Pulsfolgefrequenzen wird ebenfalls ein konstanter Wert für die Spannungsspitze gemessen, welche proportional der aufgenommenen Energie ist.

Somit wird dem Laser eine gleichbleibende Energie bis zu einer Folgefrequenz von 200 Hz bescheinigt, die nur leider von dem verwendeten LEM2020 nicht richtig angezeigt wird.

4.4 Signalverarbeitung

Aufgrund der hohen Datenmengen empfiehlt sich eine bequeme Auswertung am PC. Erste Versuche zeigten, daß eine Aufnahme der vom LEM2020 gesendeten Daten mit einem Excel-Makro prinzipiell möglich ist [27]. Allerdings kommt das System schnell an seine Grenzen: Es können nur 30 Werte pro Sekunde aufgenommen werden, eine Hardwaresteuerung ist nicht realisierbar und es bestehen keine weiteren Möglichkeiten, wie automatische Fehlerkorrektur, Auswertung, Verwaltung und Speicherung der Meßdaten.

Zur Aufnahme der vom LEM2020 gesendeten Energiewerte wurde deshalb mit LabVIEW¹⁵ ein extra Programm zur zeitaufgelösten Laserphotometrie geschrieben. Es heißt Mejon, verfügt über eine benutzerfreundliche graphische Oberfläche, kann ferner das Meßgerät steuern, die Proben bewegen, vollautomatisch Messungen aufnehmen, auswerten und diese ausführlich protokollieren. Bild 19 zeigt einen Meßplan, der von oben nach unten vom Programm abgearbeitet wird.

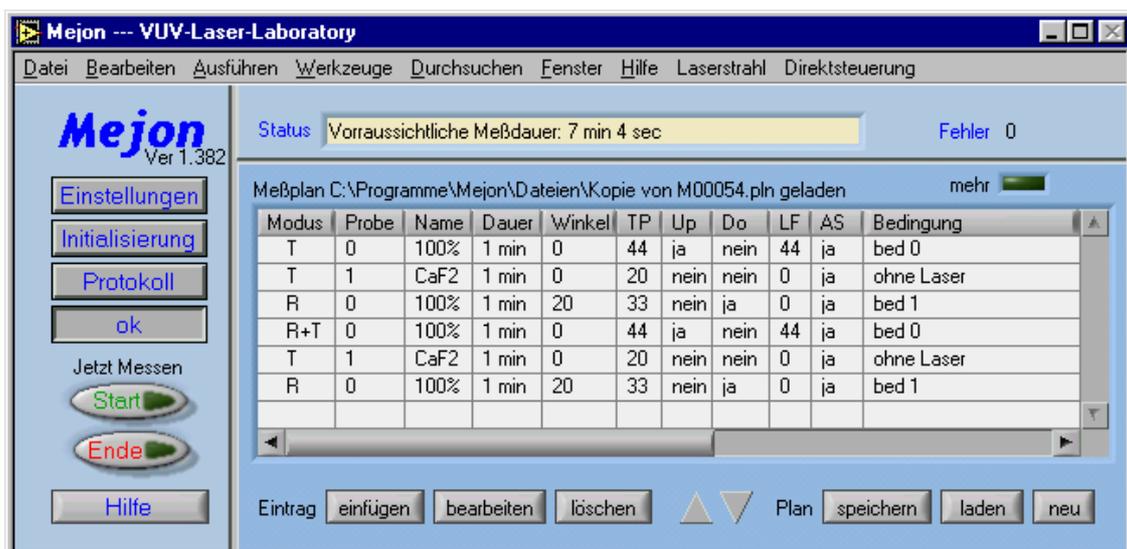


Bild 19: Benutzeroberfläche des Steuer- und Meßprogramms

Der Wert für die Transmission läßt sich aus dem Quotient des Meßsignals mit Probe zu dem ohne Probe im Strahlgang bestimmen (vgl. Bild 14).

Messung der Reflexion ist etwas schwieriger zu realisieren, da als Referenz ein Spiegel bekannter Reflexion verwendet wird und man davon auszugehen hat, daß sich diese während der Messung nicht ändert (vgl. Bild 16). Außerdem muß der Photomultiplier so weit gefahren werden, daß der Transmissions-Strahl den Detektor nicht erreicht und die Probe ist so zu drehen, daß ihr Reflex direkt auf den Detektor trifft. Die Steuerung übernimmt wieder Mejon durch Drehung der Probe um ihre vertikale Achse bis das größte Signal gefunden ist.

4.5 Datenauswertung

Zur Auswertung der aufgenommenen Daten existieren mehrere Möglichkeiten. Sie alle haben spezielle Vorteile und die verwendeten Programme werden hier nur kurz erwähnt:

- EasyPlot ist ein kleines aber sehr leistungsstarkes Programm zur Datenanalyse, ermöglicht schnelles Erstellen von Diagrammen und vielfältige Berechnungen.
- LabVIEW selbst ist als Programmierumgebung ausreichend leistungsfähig für eine direkte Auswertung der Rohdaten. Schöne Charakterisierung und Leistungsbeschreibung zur Datenauswertung sind häufig [31]. Mejon enthält ein Modul zur Datenanalyse.
- EXCEL 2000 ist aufgrund seiner Beschränkung auf 32000 Zeilen nur für Messungen bis 3 Minuten bequem geeignet. Die Daten müßten andererseits vorher gemittelt werden.

Zur Gewinnung der photometrischen Daten wird zuerst immer das Meßsignal (K2) durch das Referenzsignal (K1) dividiert. Um verlässliche Werte für einen Verlauf zu bekommen, sind häufige Kontrollmessungen ohne Probe im Strahl nötig, welche die 100 % ständig kalibrieren.

Auswertung mit Mejon

Es gibt drei verschiedene Möglichkeiten zur Verarbeitung der Rohdaten:

- a) Mittelwert über alle Werte eines Meßzyklus bilden (Problem der Zeitverschiebung)
- b) Mitteln nur nahe den Sprungstellen, Verhältnis bilden (gute Ergebnisse, allerdings nur diskreter Verlauf: Anzahl der Punkte = Anzahl der Probenwechsel)
- c) Gewollt sind allerdings pulsaufgelöste Messungen! Wäre noch zu programmieren.

Auswertung mit EasyPlot

Alternativ zur Auswertung mit Mejon hat sich folgendes Verfahren als günstig erwiesen:

1. Glättung über einige Sekunden (Daten sonst unhandbar, Programm rechnet ewig)
2. Fitt einer Funktion durch die Stützpunkte (Meßwerte der 100%-Referenzprobe)
3. Verhältnis Signal (Meßprobe)/Fit-Funktion ergibt echte Transmission

5 Präzisionsmessungen

Auf dem Weg zu immer hochaufgelösteren Meßwerten treten beharrlich neue Probleme auf, deren Auswirkung bei einfacheren Messungen einfach in der Ungenauigkeit verborgen bleiben. In diesem Kapitel wird nun beschrieben, welche Probleme auftreten und wie sie gelöst werden können, um über einfache Messungen hin zu ausgefeilten Verfahren zu gelangen. Mit diesen Präzisionsmessungen werden dann sehr genaue Meßergebnisse erreicht.

5.1 Messungen mit dem VUV-Spektralphotometer

Im Grunde kann man mit dem VUV-Spektralphotometer messen. Bis zur Gewinnung von exakten Messungen sind allerdings noch einige Besonderheiten zu beachten. Diese sollen jetzt vorgestellt und ihr Ursprung erläutert werden. Dabei erwies es sich als äußerst vorteilhaft, einmal gewonnene Meßwerte in einem sich überlappenden Spektralbereich von 195 bis 225 nm mit denen des sehr verlässlichen Lambda¹⁹ zu vergleichen.

5.1.1 Besonderheit bei Reflexionsmessungen

Reflexionsmessungen des VUV-Spektrometers stimmten anfangs nicht mit denen des Lambda¹⁹ überein. Es zeigt sich ein Fehler bei der Reflexion von bis zu 2 % (Bild 24), obwohl die Transmissionswerte sehr gut übereinstimmen (Abweichung < 0,2 %)!

Die Erklärung beruht auf einer bekannten Eigenschaft der verwendeten Photomultiplier. Die Quantenausbeute ist nicht für alle Flächenelemente ihrer Photokathode gleich groß. Somit sind Photomultiplier im allgemeinen nicht gleichmäßig empfindlich über ihre Oberfläche. Es empfiehlt sich deshalb, ein möglicherweise inhomogenes Strahlprofil durch Vorschalten einer Streuscheibe homogen zu machen [4 S.163]. Bei dem verwendeten Meßaufbau unterscheidet sich das Strahlprofil bei Reflexionsmessung durch eine Spiegelung an der Probenoberfläche von dem der Referenzmessung ohne Probe! Es klappt also um eine vertikale Achse zum Strahlengang um. Die Untersuchung des Strahlprofils zeigt folgendes Ergebnis, vor und nach der Lösung des Problems:

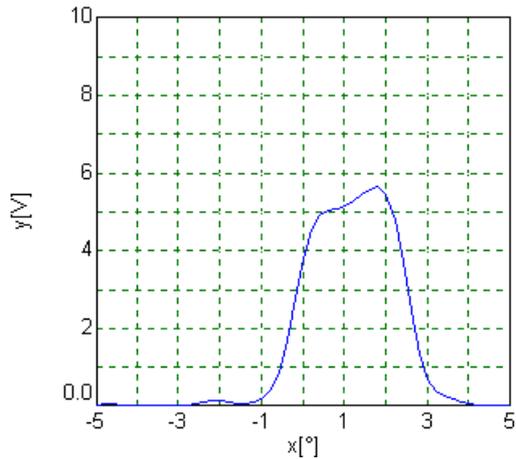


Bild 20: Horizontales Strahlprofil

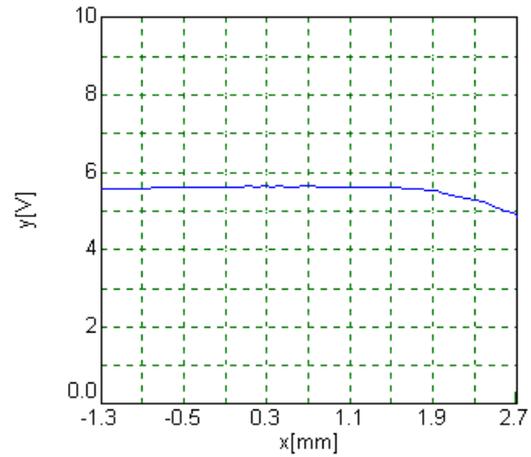


Bild 21: Vertikales Strahlprofil

Die Diagramme zeigen das Photomultipliersignal bei horizontalem (Bild 20) bzw. vertikalem (Bild 21) Abfahren des Meßstrahls. Beschrieben wird es als Faltung des Strahlprofils mit dem Empfindlichkeitsprofil des Photomultipliers. Dieses unsymmetrische Profil läßt sich durch einen Diffuser glätten und annähernd zur vertikalen Achse symmetrisieren (Bild 22):

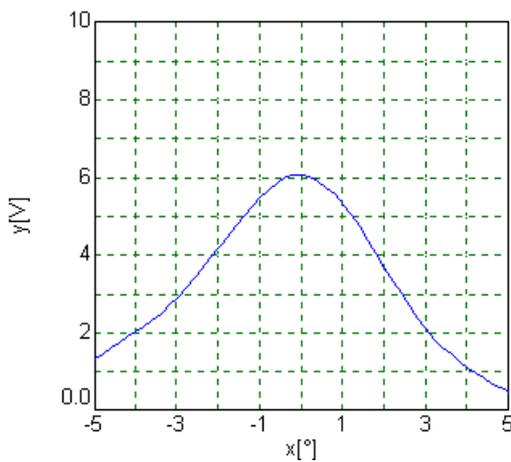


Bild 22: Horizontales Strahlprofil mit Diffuser

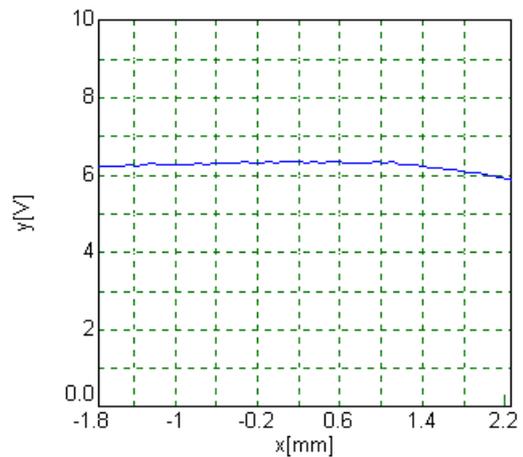


Bild 23: Vertikales Strahlprofil mit Diffuser

Eine anschließende Wiederholung (Bild 24) der gleichen Reflexionsmessung zeigt keinerlei Abweichungen ($< 0,2\%$) mehr zu denen des Lambda19, auch nicht bei der Transmissionsmessung. Vermessen wurde dabei ein Substrat aus Quarzglas, welches als Spiegel für eine Wellenlänge bei 193 nm in der Abteilung mit einem oxidischen Interferenzsystem (HL)²⁰H aus $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ beschichtet wurde.

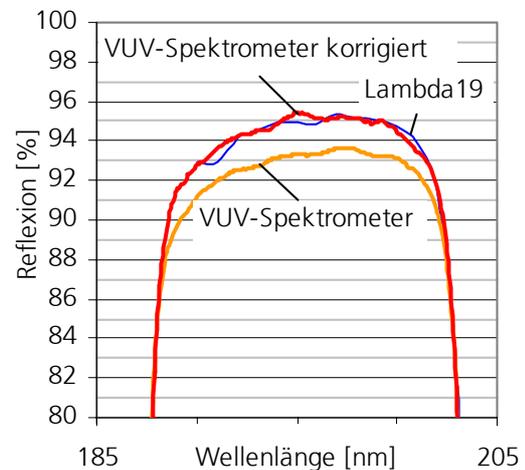


Bild 24: Übereinstimmende Reflexionswerte

5.1.2 Besonderheit bei Transmissionsmessung

Bei speziellen Proben tauchen mit dem Meßaufbau Probleme bei Transmissionsmessungen auf. So zeigt ein einfaches kristallines Quarzsubstrat (z-cut) ein unerwartetes Verhalten (Bild 25a). Der Transmissionsverlauf zeigt deutliche Wellen im Prozentbereich, welche sich weder durch Vergleichsmessungen am Lambda19 bestätigen lassen, noch durch einen stetigen Verlauf der Brechzahl in diesem Bereich vermutet werden könnten. Untersucht man diese nun genauer mit definiert linear polarisiertem Licht senkrecht zur Strahlebene (s) bzw. parallel zur Strahlebene (p), so ergeben sich nicht nur merkwürdige, sondern bei Transmissionsmessungen von über 100 % auch definitiv falsche Meßwerte:

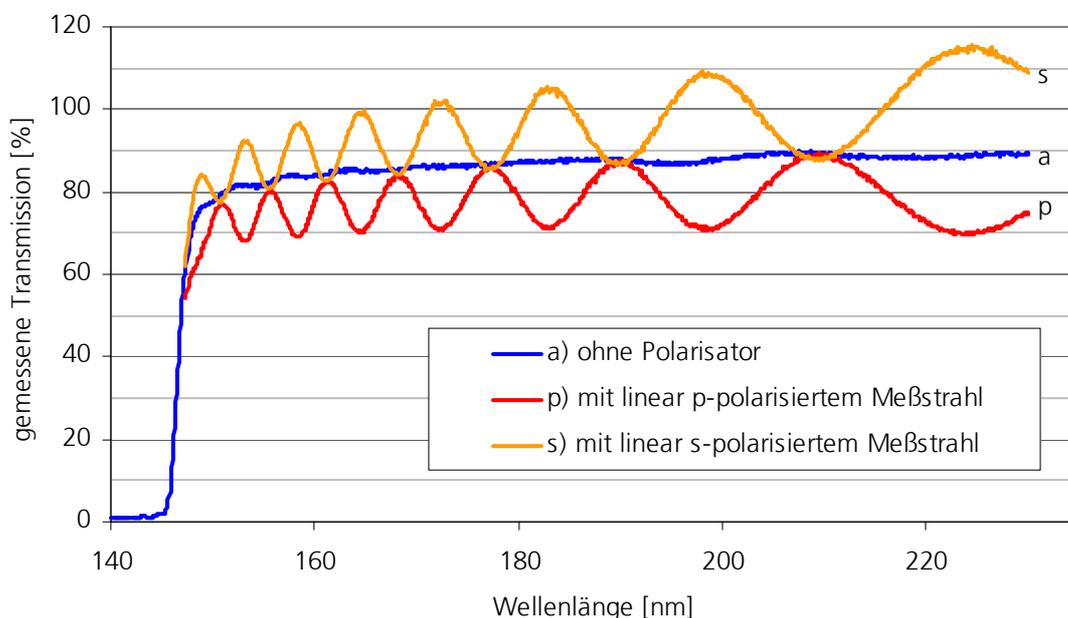


Bild 25: Probleme bei der Bestimmung der Transmission spezieller Proben

Die Kurven zeigen einen oszillierenden Verlauf und damit einen deutlicher Einfluß des Polarisationsgrades bzw. der Polarisationsrichtung. Das beweist zum einen, daß der Meßstrahl ohne Polarisator im VUV-Spektrometer nicht ganz unpolarisiert ist und zum anderen auch die Polarisationsempfindlichkeit der Photomultiplier. In der Literatur finden sich einige Hinweise, daß oftmals Strahlung den VUV-Monochromator mit undefiniertem Polarisationszustand verläßt [4 S.195]. Dadurch läßt sich der leicht wellige Transmissionsverlauf ohne Polarisator begreifen (Bild 25a), aber nicht, warum die Messungen überhaupt polarisationsempfindlich sind.

Die Erklärung beruht auf der Abhängigkeit des Detektorsignals vom Polarisationsgrad der auftreffenden Strahlung und der Eigenschaft von kristallinem Quarz, eben diesen zu verändern.

Trifft nämlich Strahlung im Photomultiplier auf die Photokathode, so ist ihre Reflexion stark vom Einfallswinkel und der Polarisation der Strahlung abhängig [24 S.58]. In der Literatur finden

sich Beschreibungen eines Signalunterschiedes von bis zu 20 %. Dabei wird für den verwendeten Typ von Photomultiplier bei einer Polarisationsrichtung senkrecht zu seiner Achse die höchste Empfindlichkeit angegeben [24 S.60]. Das entspricht einer Schwingungsrichtung parallel zur Strahlebene. Dagegen wird senkrecht zur Strahlebene polarisiertes Licht am stärksten an der Photokathode aus Metall reflektiert und kann demnach immer weniger Elektronen auslösen.

Es bleibt noch die Frage zu beantworten, warum der Polarisationszustand des Meßstrahls verändert wird. Seit der Entdeckung 1811/12 durch Arago¹⁶ werden Substrate, welche die Polarisationssebene des Lichtes bei Transmission verdrehen, als optisch Aktiv bezeichnet. Biot¹⁷ führte den Begriff der spezifischen Drehung der Polarisationssebene ein [9]. Im Experiment zeigt sich eine proportionale Abhängigkeit des Drehwinkels α von der Dicke des Materials [3 S.544]. Nach Konvention spricht man von rechtsdrehend ($\alpha > 0$), wenn sich die Schwingungsrichtung für einen Beobachter, der dem Strahl entgegenschaut, im Uhrzeigersinn dreht. Außerdem ist α sehr stark von der Wellenlänge abhängig (Rotationsdispersion) [32]. Das Verhältnis der Intensität des nicht polarisierten Anteils zur Gesamtintensität nennt man Depolarisationsgrad [33]. Das Drehvermögen von Quarz ist nicht molekularer Struktur, sondern rührt aus dem unsymmetrischen Gitteraufbau und ist berechenbar [34 S.871]. Es sind die folgende Werte für Quarz bekannt [35]. Der exponentielle Fit ist zwar gewagt, zeigt aber im Vergleich relativ zu anderen Funktionen das größte Bestimmtheitsmaß und stimmt auch absolut sehr genau. Durch Extrapolation ergeben sich Werte für Wellenlängen im VUV (Bild 26).

Tabelle 1: Literaturwerte

λ [nm]	α [°/mm]
760,8	12,704
686,7	15,742
656,3	17,314
589,3	21,724
527	27,53
486,1	32,766
430,8	42,63
396,8	51,119

extrapoliert:

λ [nm]	α [°/mm]
150	~ 400

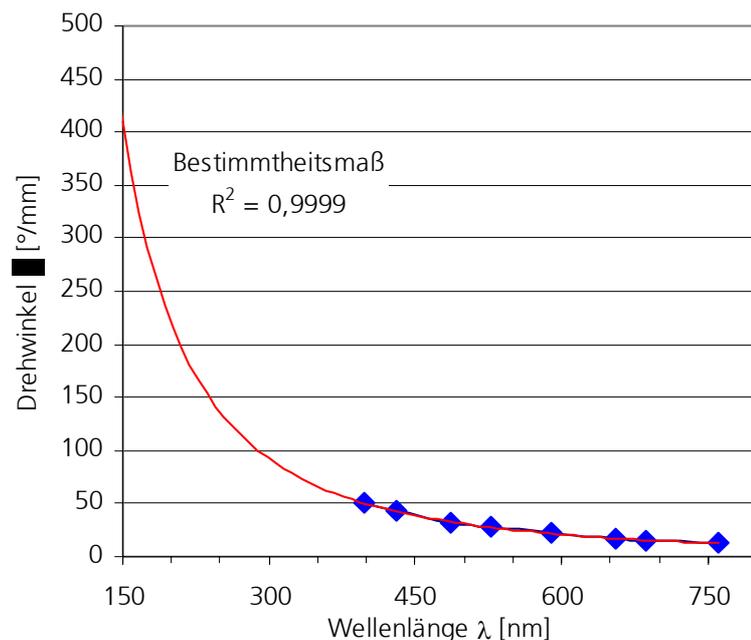


Bild 26: Drehwinkel optisch aktiven Quarzes über der Wellenlänge

Immer dann also, wenn die verdrehte Polarisationsrichtung in die gleiche Richtung zeigt wie die Richtung der höchsten Polarisationsempfindlichkeit des Photomultipliers, wird ein maximaler Wert gemessen. Ist die Polarisationsrichtung für den Photomultiplier am ungünstigsten, erreicht sein Ausgangssignal ein Minimum. Der Wellenlängenabstand der Extrema (Bild 25) nimmt mit kleiner werdenden Wellenlängen ab, was einem höheren Drehvermögen des Quarzes entspricht und gut mit dem steil ansteigenden Verlauf des Drehwinkels zu kleineren Wellenlängen übereinstimmt (Bild 26).

Die absolute Höhe der Kurven bestimmt sich immer aus einer Verhältnismessung. Für die Referenzmessung, also ohne Probe, empfängt der Photomultiplier genau Strahlung der am Polarisator eingestellten Polarisationsrichtung. Diese Richtung wird beim Meßsignal durch das Quarzglassubstrat verdreht und verursacht fast beliebige Verhältnistransmissionen: Wird der Vergleichswert mit p-polarisiertem Strahl aufgenommen, so bringt eine Verdrehung der Polarisationsrichtung nur Signalverlust. Wird mit s-polarisiertem Strahl gemessen, so führt eine Verdrehung der Polarisationsrichtung zu einem erhöhten Signal. Das bestätigt wieder die Vorliebe der Photomultiplier für parallel zur Strahlebene polarisierte Strahlen.

Bei Messungen ohne Polarisator handelt es sich um eine Superposition beider Polarisationsrichtungen. Die entsprechende Kurve (Bild 25a) zeigt eine kleine Welligkeit in Richtung s-Kurve. Das bedeutet, daß der Meßstrahl selbst ohne Polarisator leicht s-polarisiert ist, was sich durch vorherige bevorzugte Reflexionen des s-Anteils im Monochromator erklärt.

Die Maxima des Signals für die eine Polarisationsrichtung (s/p) liegen genau bei der gleichen Wellenlänge der Minima der anderen Polarisationsrichtung (p/s). Da die Schwingungsrichtung des s-polarisierter Meßstrahls genau 90° zu der des p-polarisierten Strahls liegt, kann bestätigt werden, daß der Photomultiplier für genau eine Polarisationsrichtung ausgezeichnete ist, zu der senkrecht dazu besonders unempfindlich ist und der Signalverlauf dazwischen stetig verläuft.

Der extrapolierte Wert für das Drehvermögen reicht trotz größtmöglicher Abschätzung nicht aus, um den bestimmten Drehwinkel zu erklären. Ist die Brechzahl n eines Materials in alle Richtungen gleich groß, so handelt es sich um optisch isotrope Medien. Dort gilt das Brechungsgesetz von Snellius. Ist ein Material allerdings anisotrop, n also für jede Richtung anders, so spricht man von einem doppelbrechenden Material. Hier erfolgt im allgemeinen eine Zerlegung der Strahlung in zwei zueinander senkrecht schwingende Komponenten von kleinster und größter Fortpflanzungsgeschwindigkeit, welche ungleich gebrochen den Körper in verschiedenen Richtungen durchsetzen [4 S.333]. Ohne jetzt weiter auf Polarisation eingehen zu

können soll nur festgehalten werden, daß kristalliner Quarz ebenfalls ein doppelbrechendes Material ist, genauer einachsiger positiv [3 S.536].

Der Polarisationszustand von Strahlung ändert sich also während einer Messung und die Oberfläche des Photomultipliers ist polarisationsempfindlich. Die Zerstörung einer ausgezeichneten Polarisationsrichtung vor dem Photomultiplier sollte das Problem also beheben [24 S.60] und [35 S.152f]. Ein optisches Bauelement dieser Funktion ist ein Depolarisator [36].

Tatsächlich existieren zur Lösung dieses Problems nur wenige effektive Wege, um Strahlung von einmal produzierter Polarisation wieder zu befreien. Wirkliche Depolarisation bedeutet eine zufällige Verteilung von Azimut und Phase der Schwingung über den gesamten Strahl. Ausgenutzt wird Vielfachstreuung in inhomogenen Medien (kaltgepreßtes MgO) oder Aufschwemmungen von Pulvern doppelbrechenden Materials. Auch werden Depolarisatoren aus Kristallen hergestellt (Lyot [37]). Andere Bauformen verwenden Keile aus Quarz, Plattensysteme aus elektrooptischem Material oder nutzen die Oberflächenrauheit aus [36]. Die Depolarisation sollte möglichst nahe am Photomultiplier erfolgen, um Intensitätsverlust durch die auftretende Streuung zu minimieren. Durch Verwendung von Diffuser und Depolarisator ergaben sich keine meßbaren Unterschiede mehr für die Transmissionen mit s- bzw. p-polarisiertem Meßstrahl:

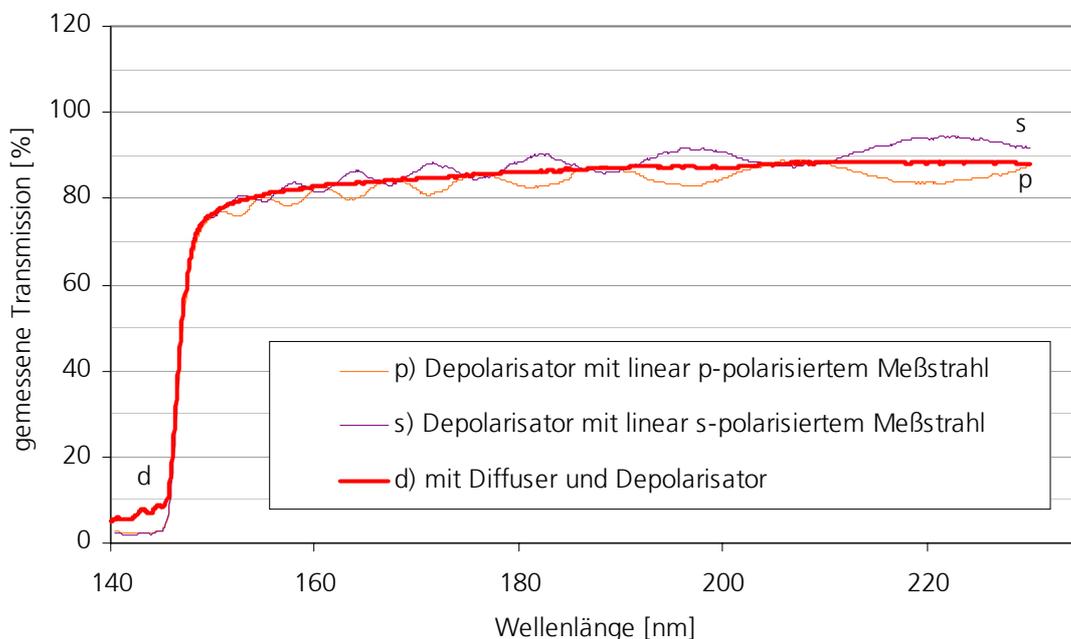


Bild 27: Transmission von Quarz unter Ausschluß von Meßfehlern durch Polarisation

Das Signal unter 145 nm wird durch Lumineszenzrauschen erzeugt. Zur näheren Bestimmung der durch Doppelbrechung und optischer Aktivität hervorgerufenen Eigenschaften eignen sich Ellipsometrie, polarisationsaufgelöste Photometrie und die m-Linien-Spektroskopie [38]. Weitere Ausführungen findet man in der Literatur [4 S.339ff].

5.1.3 Stabilität der Photomultiplier

Wird ein und dieselbe Probe öfters gemessen, so ergeben sich variierende Werte für Reflexion und Transmission. Die Wiederhol(un)genauigkeit beträgt meist 2 %, kann aber auch 9 % überschreiten! Das entspricht nicht der angestrebten Meßgenauigkeit.

Zur genaueren Untersuchung wurden nun viele Messungen hintereinander durchgeführt. Zwischen der Bestimmung von Reflexion und Transmission eines Substrates wurden 100% (ohne Probe) aufgenommen (Tabelle 2). Um jeden Einfluß der Probe auszuschließen wurden mit diesem Meßplan 10 Werte für eine 100%-Transmission bei 157 nm bestimmt (Bild 28). Die Abszisse beschreibt eine Numerierung der 100 %-Messungen, entspricht also nicht exakt der Zeit, da zwischen den Messungen unterschiedliche Zeitenspannen liegen.

Tabelle 2: Meßablaufplan

Nummer	Meßart
1	100%
	Reflexion
2	100%
	Transmission
3	100%
	Reflexion
4	100%
	Transmission
5	100%
6	100%
	Reflexion
7	100%
	Transmission
8	100%
	Reflexion
9	100%
	Transmission
10	100%

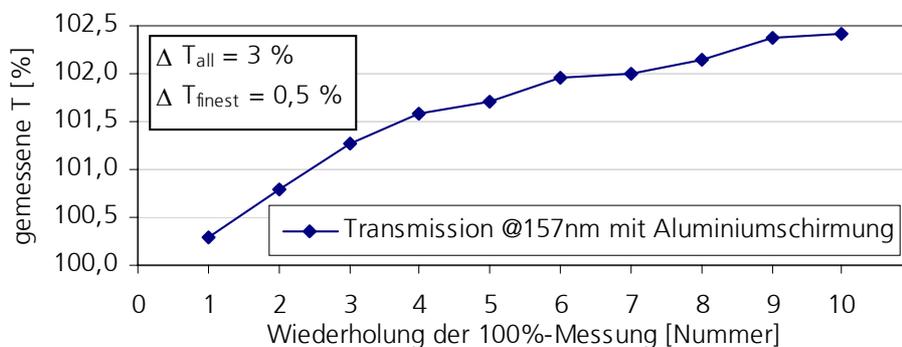


Bild 28: Verlauf der 100 % mit einer Schirmung der Photomultiplier an Masse

Wie diese Überprüfung zeigt, sind die Werte einer 100%-Messung keinesfalls wirklich 100 %! Es zeigt sich eine starke Drift (T_{all}) von bis zu 3 % Prozent! Durch Verrechnen der 100 % vor und nach einer Messung läßt sich der Fehler auf weniger als 0,5 % minimieren (T_{finest}).

Bei den Messungen wird immer davon ausgegangen, daß ein konstantes Verhältnis zwischen Meßsignal und Referenzsignal vorliegt. Dem ist aber nicht so, somit schwanken natürlich auch die eigentlichen Reflexions- bzw. Transmissionsmessungen. Ziel ist es nun, ein wenigstens für die Dauer der Messung gleichbleibendes Verhältnis der Photomultiplier zu erreichen.

Zuerst wurde die zum Schutz des Photomultipliers umhüllende Metallfolie von der Masse isoliert. Das Ergebnis der Messung nach dem gleichen Plan (Tabelle 2) zeigt folgendes Bild 29:

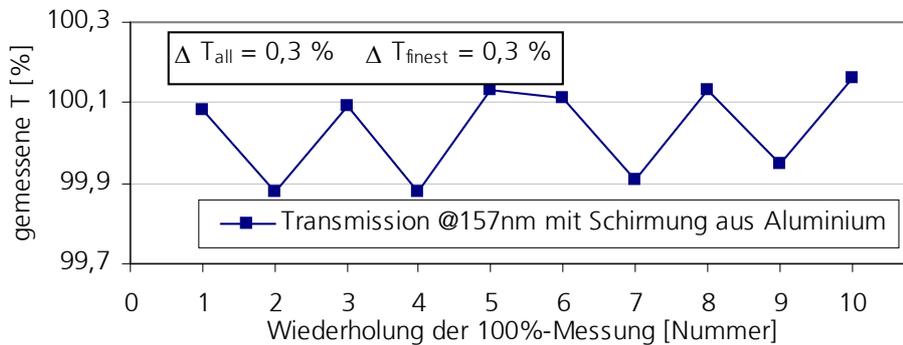


Bild 29: Verlauf der 100 % mit einer Schirmung der Photomultiplier ohne Potential

Man sieht eine Abhängigkeit der Transmission von der vorherigen Meßart! Der Unterschied ist dabei die Position des Signaldetektors. Photomultiplier sind in einem veränderlichen elektromagnetischen Feld ortsabhängig (3.3.4) und ihre Bewegung während einer Meßserie erzeugt Meßfehler [4 S.163]. Außerdem erreichen nicht alle ausgelösten Elektronen die Anode und verbleiben in der Glashülle des Photomultipliers, da Vakuum sehr gut isoliert. Durch ihre Ladungen bauen sie ein elektrisches Feld auf. Das elektrische Feld im Photomultiplier wird durch die Raumladungen der Elektronen verzerrt [4 S.161]. Ferner hindern sie weitere Elektronen am Verlassen des Photomultipliers, was eine steigende Drift des Signals erklärt.

Der Dunkelstrom des Photomultipliers ist nach einer Bestrahlungspause erhöht [4 S.163]. Keine Pause zwischen den Messungen 5 und 6 erklärt das tiefere Signal 6 im Vergleich zu 5.

Legt man nun auf beide Schirmungen die Hochspannung der Photomultiplier, so hindert das Negative Potential die freien Elektronen am Verlassen der Photomultiplier (Bild 30).

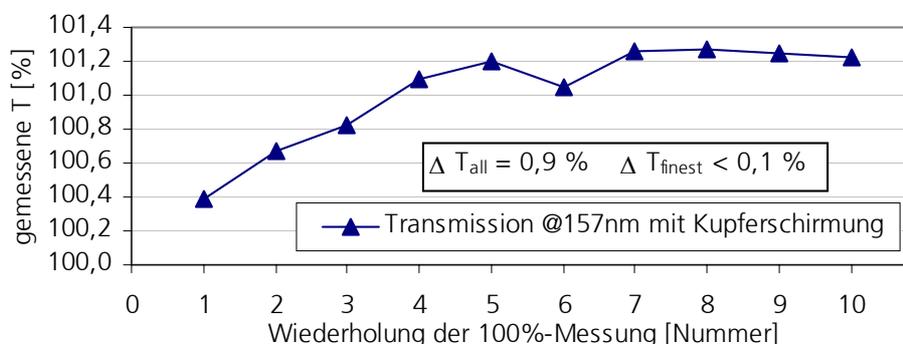


Bild 30: Verlauf der 100 % mit einer Schirmung der Photomultiplier auf negativem Potential

Mit diesem Kompromiß beträgt die 100%-Drift nur noch weniger als 1 % und es zeigt sich ein Sättigungsverlauf. Erst die Schirmung ermöglicht somit Meßgenauigkeiten kleiner 0,1 %!

5.1.4 Intensität des Meßsignals

Im vorherigen Abschnitt wurde die kurzzeitige Stabilität des Meßsignals im Bereich von Stunden untersucht. Die vorhandene Trifft des Meßsignals wurde auf Effekte in den Photomultipliern zurückgeführt. Im Verlauf einiger Monate zeigte sich allerdings eine weitaus größere Drift im Meßsignal: Nach einigen Monaten nahm die Intensität im kurzwelligen Spektralbereich unter 160 nm kontinuierlich ab. In einem gewissen Bereich kann die geringe Strahlungsintensität durch eine höhere Hochspannung an den Photomultipliern ausgeglichen werden, allerdings nur unter Zunahme des Rauschanteils. Nach weiteren Monaten war das Signal (Bild 31) so schwach, daß Messungen unter 135 nm nicht mehr möglich waren.

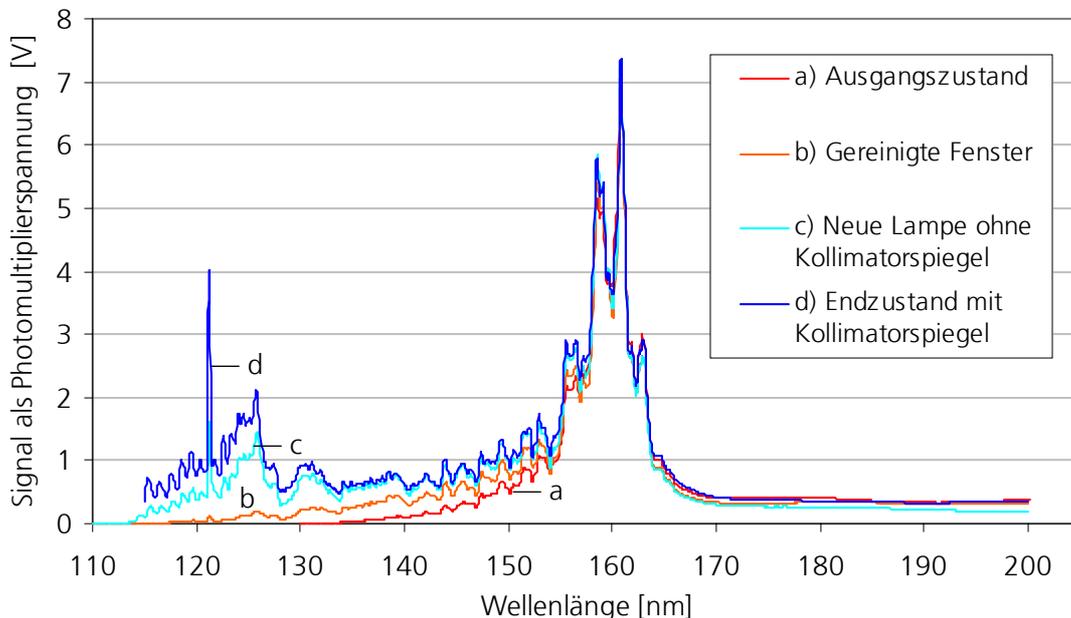


Bild 31: Intensitäten im Deuteriumlampenspektrum

Zum Vergleich zeigt Bild 10 das ursprüngliche Spektrum der Deuteriumlampe. Durch Reinigung aller Fenster im Strahlengang ließ sich wieder etwas Intensität gewinnen (Bild 31b). Allerdings ließ sich erst durch den Einsatz einer neuen Deuteriumlampe für eine Messung ausreichende Intensität gewinnen (Bild 31c). Im Wellenlängenbereich unter 160 nm zeigt das Spektrum sogar ohne Kollimatorspiegel eine höhere Intensität, welche sich durch Justage mit Kollimatorspiegel sogar noch erheblich steigern ließ (Bild 31d). Gut sichtbar die Linie bei 121 nm, deren Intensität auch noch die Linienhöhe bei 161 nm durch Justierung im Monochromator erreichen kann.

Die höhere Energie im kurzwelligen Bereich < 130 nm kann in Substraten (z.B. CaF_2) Lumineszenzen anregen. Diese langwelligere Strahlung kann zu einem erhöhten Signal führen, da die verwendeten Photomultiplier ebenso bei größeren Wellenlängen empfindlich sind (vgl. Bild 27d).

5.2 Reinigung der Proben

Nach den Bemühungen zur Verbesserung der Meßtechnik, die Fehler in der Meßtechnik ausschließen, sollten nun genaue Messungen möglich sein. Der Vergleich der Transmission von CaF_2 mit einigen Literaturwerten zeigt dagegen zu kleine Meßwerte mit Differenzen von bis zu 20 %!

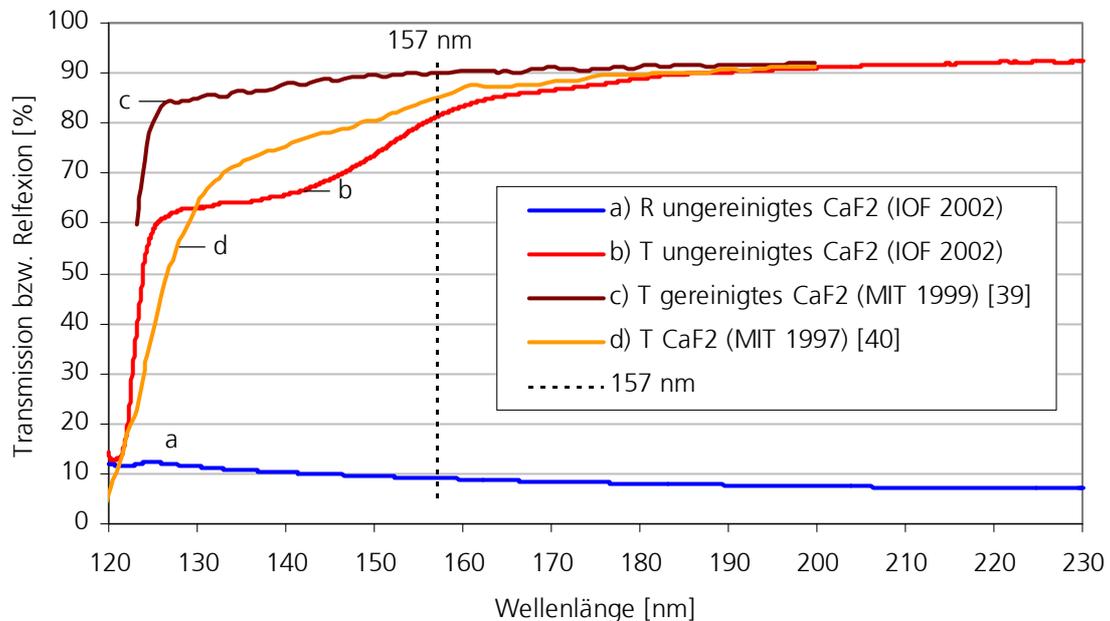


Bild 32: Gemessene Transmission von CaF_2 im Vergleich zu diversen Literaturwerten

Noch nicht untersucht wurde der Zustand der Probe. Ihm soll nun ebenfalls Aufmerksamkeit geschenkt werden, um zu klären, in wie weit er einen Einfluß auf die Messung hat.

Erfahrungen der Abteilung belegen, daß eine Reinigung der Meßproben notwendig ist, um einen definierten Ausgangszustand zu gewährleisten. Es ist somit die Grundvoraussetzung einer jeden Probencharakterisierung. Für das VUV ist dabei ein erhöhter Aufwand nötig. So sind Oberflächen von allen Belägen (z.B. Kohlenwasserstoffe), die im VUV absorbieren, zu reinigen [41].

Diese Stoffe absorbieren wenig im IR, dafür wird aber ein sehr empfindliches Meßverfahren (FTIR 3.1) verwendet, das schnell Auskunft über den Reinigungszustand gibt. In der Abteilung hat sich ein Reinigungsverfahren bewährt: Dabei werden Staub und Organische Verbindungen durch Ethanol gelöst und abgewaschen. Eine anschließende Reinigung mit Aceton befreit die Probe dann von Alkoholrückständen. Diese „Handreinigung“ erfordert Geschick und Übung, ist aber meist nicht ausreichend, um die gewünschten Genauigkeiten (Fehler $< 1\%$) zu erreichen. Im VUV wirken sich verbleibende Verunreinigungen besonders stark aus und bewirken gemessene Transmissionen mit einem inakzeptablen Fehler von bis zu 20 %!

Die folgenden zwei Abbildungen zeigen den Reinigungsverlauf eines gängigen Substrates aus CaF_2 (Kalziumfluorid):

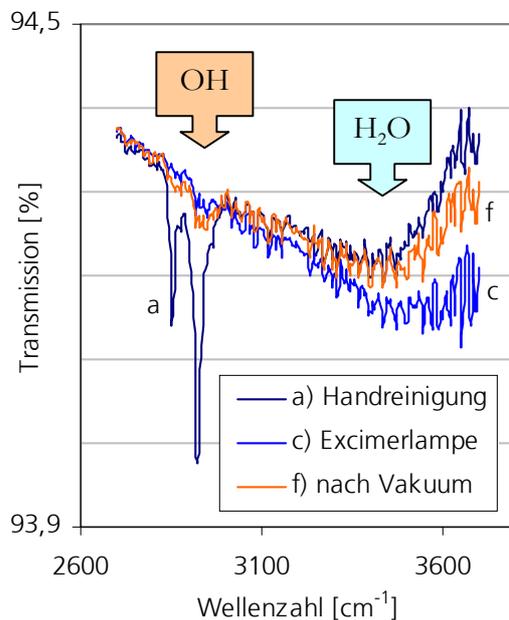


Bild 33: FTIR-Messungen zur Reinigung

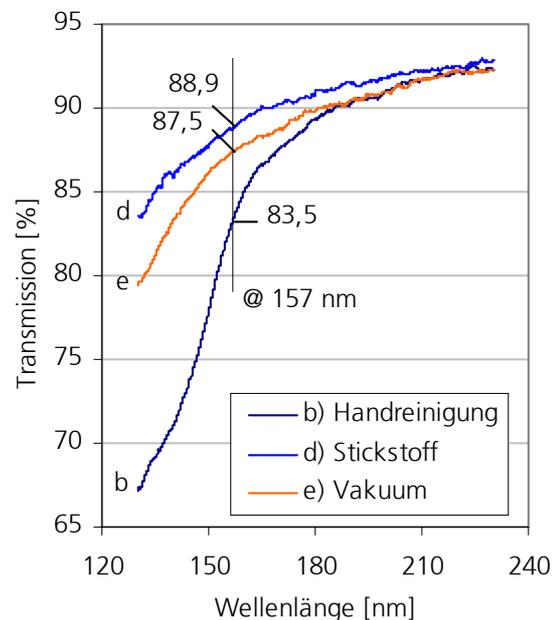


Bild 34: VUV-Spektralphotometermessungen

Wie man sieht, befinden sich nach der Handreinigung noch Kohlenstoffe und Wasser auf der Oberfläche (Bild 33a), was sich in der VUV-Transmission widerspiegelt (Bild 34b). Nach einer mehrstündigen Bestrahlung mit einem Excimerstrahler befindet sich noch mehr Wasser, aber kaum noch Kohlenwasserstoffe auf der Probe (c). Aus der Höhe der Wasser-Absorptionsbande läßt sich eine beidseitige Wasserschicht kleiner 1 nm abschätzen. Eine anschließende VUV-Vermessung unter Stickstoffatmosphäre zeigt eine wesentlich höhere Transmission (d). Nach weiteren Messungen und Vermessung im Vakuum zeigt sich eine geringere Transmission im VUV (e) welche durch eine erneute Verschmutzung durch das Vakuum im IR nachgewiesen wird (f). Absorption auf Oberflächen wird somit hauptsächlich von Kohlenwasserstoffen verursacht.

Selbst wenn sich im Infraroten mit der vorhandenen Meßgenauigkeit keine Verunreinigungen mehr feststellen lassen, kann die Transmission im VUV durch eine Behandlung der Oberflächen mit Kollodium oder OptiClean noch ansteigen. Dabei wird eine flüssige Schicht direkt auf die Probe aufgetragen, welche sich dann im getrockneten Zustand mit einer Pinzette oder Klebeband leicht entfernen läßt und dabei Verunreinigungen mit abreißt.

5.3 In-situ Reinigung mit F₂-Laser

Bis jetzt ließ sich für CaF₂ bei 157 nm eine Transmission von 88,9 % messen (Bild 34d). In der Literatur werden Vergleichswerte für die Transmission uneinheitlich angegeben (Bild 32). Sie liegen zwischen 85 bis 92 % und sind sehr vom Reinigungszustand des Substrates abhängig.

Die sehr genaue Bestimmung der Brechzahl n mit der Methode der Minimalablenkung ist unabhängig von den eventuell vorhandenen Oberflächenbelägen. Sie beträgt $n = 1,5593$ [42]. Die Bestimmung der Volumenabsorption durch thermische Linse (LID) ist ebenfalls unabhängig von Oberflächeneinflüssen [43]. Der Absorptionskoeffizient a ist viel kleiner als 0,001 [44] und [45]. Das ist weit unterhalb der am VUV-Spektrometer möglichen Meßauflösung, k somit faktisch 0.

Unter Vernachlässigung der Absorption und Berücksichtigung der Rückseitenreflexion (2.3) wurde aus diesen Werten für ein CaF₂-Substrat bei 157 nm eine theoretische Transmission von 90,88 % errechnet. So bleibt noch immer eine Differenz von 2 % zur gemessenen Transmission!

CaF₂ kann unter Stickstoffatmosphäre durch Bestrahlung mit dem F₂-Laser noch weiter gereinigt werden (vgl. 0). Durch einen einstündigen Laserbeschuß bei 200 Hz mit 0,3 mJ ließ sich die Transmission bei 157nm auf bis zu 90,7% steigern [46]. Dabei ist die reine Effektivität der Laserstrahlung entscheidend, das Schutzgas muß nur ausreichend transparent sein. Durch die hohe Transmission des Substrates wird die Probenrückseite gleichfalls gereinigt!

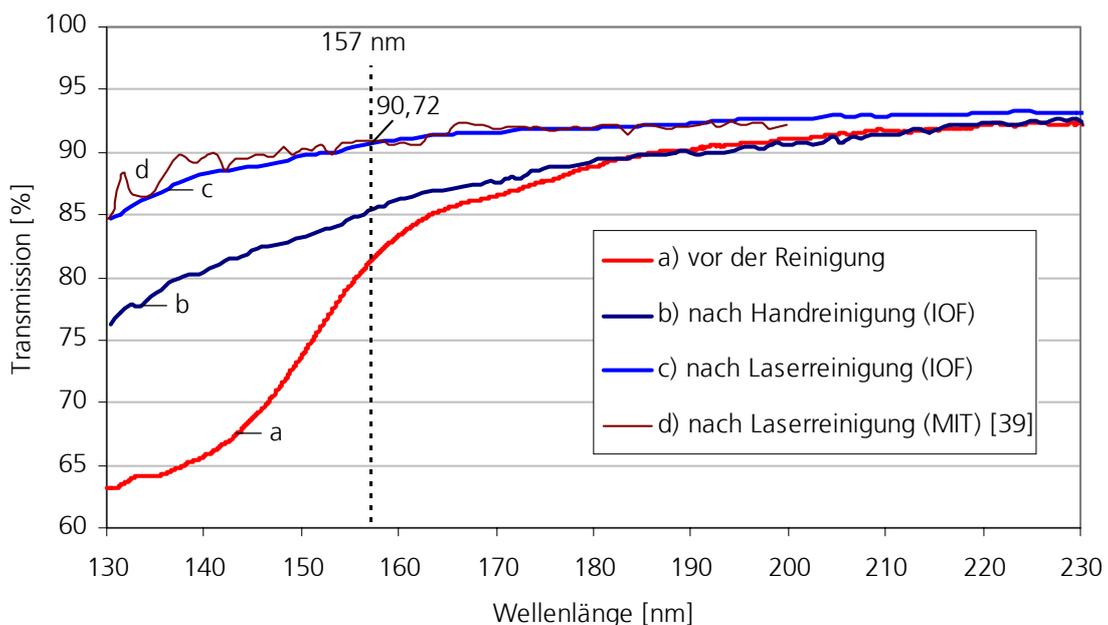


Bild 35: Verschiedene Stufen der Reinigung für ein 2mm-Substrat aus CaF₂

Die gemessene Transmission stimmt sehr gut mit Vergleichswert und Theorie überein.

5.4 Messung mit Lasermeßplatz

Bis jetzt wurde neben der Möglichkeit einer Laserreinigung, auch ihre Notwendigkeit für die Gewinnung exakter Meßwerte gezeigt. Nun stellt sich die Frage nach der erforderlichen Energiedosis für eine Reinigung. Dabei ist zum einen die Darstellung des Reinigungsverlaufes interessant und zum anderen auch die Angabe der wirklichen Dosis wichtig, denn nur so können international vergleichbare Werte angegeben werden. Außerdem ist die Reinigungszeit so kurz wie möglich zu halten, um die Gerätelaufzeit zu optimieren.

In diesem Kapitel wird beschrieben, wie aus dem F_2 -Laser als passives Werkzeug zur Probenreinigung ein aktives Meßgerät gemacht wird.

5.4.1 Stabilität des Lasers

Zur bloßen Reinigung ist der zeitliche Verlauf bzw. die Stabilität der Laserleistung nicht so wichtig. Um mit dem Laser allerdings zu messen, spielt die Kontinuität seiner Strahlung eine entscheidende Rolle. Aus technischen Gründen ist es nicht möglich, den Laser mit einer konstanten Pulsenergie zu betreiben (vgl. 3.4). Durch Verwendung eines Referenzdetektors (Bild 17 S.21) werden Relativmessungen von Meßsignal zu Referenzsignal ermöglicht und Schwankungen der Laserenergie herausgerechnet. Das belegt ein selbst über Stunden konstantes Verhältnis.

5.4.2 Energie und Qualität des Meßsignals

Der Einfall der Laserstrahlung erfolgt idealerweise senkrecht zur Probenoberfläche. Somit wird eine möglichst hohe Energiedichte erreicht und durch einen Einfallswinkel nahe Null Grad werden auch möglichst wenige Polarisierungseffekte verursacht. Es besteht ferner die Möglichkeit mit dem F_2 -Laser selektiv auf eine der vorhandenen Proben zu schießen.

Erste Versuche mit thermischen Detektoren B104 (1,1V/J) zeigen, daß eine prinzipielle Bestimmung der Laserenergie auf 1 mJ bei einer Pulsfolgefrequenz von bei 50 Hz möglich ist. Allerdings rauscht das Signal stark in einem Bereich um $\pm 50\%$. Für eine Bestimmung photometrischer Werte von Proben mit der angestrebten Genauigkeit von 1% sind sie nicht empfindlich genug. Erst die Verwendung neuerer Detektoren verbessert durch Erhöhung des Ausgangssignals und S/R-Verhältnisses die Qualität des Meßsignals. In Bild 36 ist der zeitliche Verlauf des Meßsignals für eine Dauer von 30 Sekunden dargestellt. Dabei zeigt sich für Detektor B104 noch eine Standardabweichung σ von 30%, welche mit den neueren Detektoren vom Typ PEM20 auf 10% reduziert werden konnte. Der Mittelwert μ ändert sich dabei nicht ($< 1\%$).

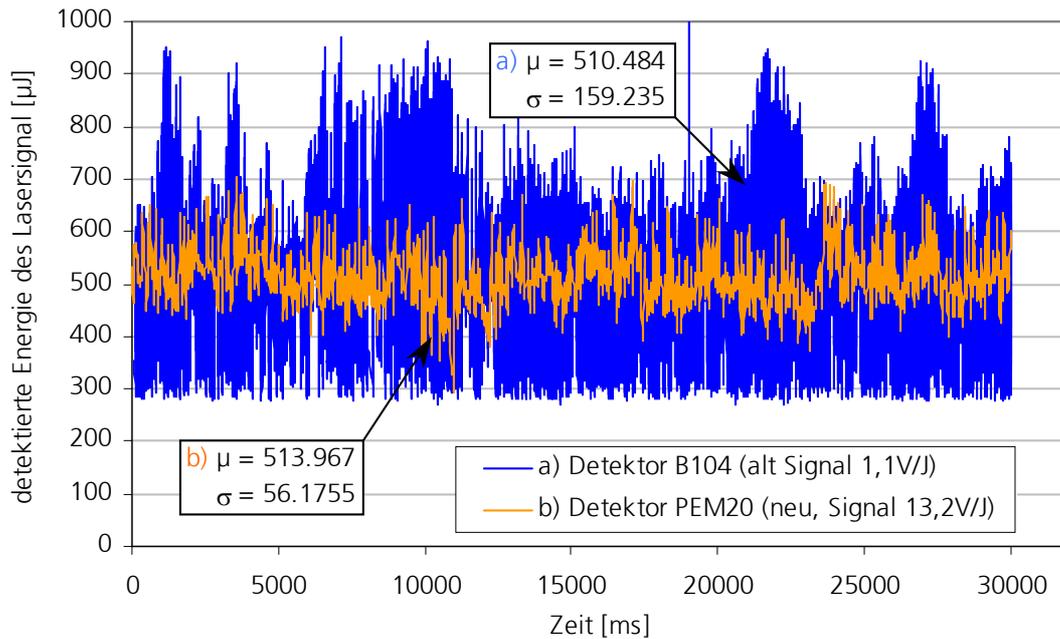


Bild 36: Verbesserung des Meßsignals durch neue Detektoren

Zur Aufnahme der Kurve a Bild 36 mußte das Signal unterhalb 280 µJ abgeschnitten werden, um eine Triggerung des Meßsignals auf die korrekte Pulsfrequenz des Lasers zu gewährleisten. Für Messungen mit dem neuen Detektor ist das nicht mehr nötig, das Triggerlevel beträgt 50 µJ.

Im weiteren Verlauf nach dem Strahlteiler legen Referenz- und Meßsignal verschiedene Wege zurück, können also unterschiedlich stark absorbiert werden. Für die Qualität des Meßsignals als Verhältnis von Signaldetektor zu Referenzdetektor ist die gleiche Größenordnung der beiden Signale wichtig. Dazu wurden von der Abteilung Strahlteiler mit diversen Teilungsverhältnissen hergestellt. Die Systeme (HL)⁴⁶H bestehen aus Interferenzschichten LaF₃/MgF₂ auf CaF₂.

Durch den Einsatz von Blenden vor der Probe wurde der Strahlquerschnitt auf 0,25 cm² festgelegt. Die Energie des Laserpulses beträgt ca. 1 mJ/cm².

Neben der Strahlung bei 157 nm erzeugt der Laser auch einen roten Strahl bei 675 nm. Dieser ließ sich gut zur Justierung in Luft verwenden (vgl. 4.1). Es besteht nun aber die Gefahr, daß er auch zur Messung beiträgt, denn die verwendeten Detektoren sind in diesem Wellenlängenbereich ebenfalls empfindlich. Durch das verwendete Schichtdesign beträgt allerdings die Reflexion von Strahlteiler (S1) und Umlenkspiegel (S2) bei 675 nm jeweils weniger als 8 %. Von der Ausgangsenergie erreichen also nur maximal 0,5 % den Signaldetektor. Die Energie des roten Strahles beträgt weniger als 4 % der gesamten Pulsenergie [47 S.54]. Der Fehler beträgt somit für die Reflexion 0,3 % und für die Transmission 0,03 %. Bei der angestrebten Meßgenauigkeit von 1 % läßt sich der Einfluß der roten Laserstrahlung also in beiden Fällen vernachlässigen.

5.4.3 Rauschuntersuchung des Meßsignals

Rauschen sind statistisch verteilte Störsignale, welche abhängig von der Bandbreite sind und das Signal beeinflussen. Das Verhältnis der Amplituden von Signal zu Rauschsignal nennt man das Signal-Rausch-Verhältnis und gilt als ein Maß für die Reinheit des Signals. Es wird oft in Dezibel (dB) angegeben.

Rauschen ist zum einen durch die Quantennatur des Lichtes selbst bedingt. Treffen in einem Zeitintervall im Mittel N Photonen auf, so sind nach Poisson¹⁸ Schwankungen um diesen Wert mit einem Betrag $\Delta N \approx \sqrt{N}$ zu erwarten (Photonenrauschen). Außerdem kann nicht jedes Photon ein Signal am Detektor auslösen, was auch wieder zum Rauschen beiträgt (Einfluß auf Detektorrauschen). Thermisches Rauschen hat als Ursache die Brownsche Molekularbewegung von Teilchen: An dieser Bewegung nehmen auch Elektronen teil, welche durch ihre bewegte Ladung Ströme bilden und somit das Elektronen- oder Nyquist-Rauschen hervorrufen [3 581]. Das thermische Rauschen ist frequenzunabhängig und wird daher als weißes Rauschen bezeichnet [49 S.226]. Messungen über einen langen Zeitraum sind besonders mit einem $1/f$ -Rauschen (Rosa Rauschen) behaftet [4]. Es handelt sich um ein sehr universelles Phänomen, dessen Zustandekommen noch nicht vollständig geklärt ist.

Das beobachtbare Rauschen des Signals vom Detektor ist statistischer Natur. Ist die Laserleistung durch P im Bereich von circa 10 mW gegeben, so ist N nach Formel (22) sehr groß (10^{23}) und das Photonenrauschen $\Delta N/N = 1/\sqrt{N}$ somit vernachlässigbar.

$$N = \frac{P \cdot \lambda}{h \cdot c} \quad (22)$$

Als Fehler wird die Standardabweichung σ betrachtet [8 S. 728]. In erster Näherung ist die Annahme von statistischem Rauschen gerechtfertigt. Bei unabhängigen Einzelmessungen verringert sich der Fehler bei mehrmaliger Messung nach:

$$\sigma_M = \frac{\sigma}{\sqrt{M}} \quad (23)$$

Die Anzahl der Messungen M ist bei gleichbleibender Pulsfolgefrequenz des Lasers proportional zur Meßzeit und gibt nach Formel (23) die Standardabweichung. Bei einer Standardabweichung von 10 % muß somit mindestens über 100 Meßwerte gemittelt werden, um den Fehler des Mittelwertes kleiner 1 % zu erhalten. Bei einer Pulsfolgefrequenz von 50 Hz ist somit eine Meßzeit von mindestens 2 Sekunden erforderlich.

Trotz Mittelung der Meßwerte kam es zu einer deutlich sichtbaren Schwebung mit einer Amplitude von etwa 15 % und einer Periode von einigen Sekunden. Durch Überprüfung mit einem Oszilloskop (Anstiegszeit: 3,5 ns, Abtastrate: 20 MSa/s [48]) direkt am Detektor ließ sich allerdings keinerlei Schwebung nachweisen. Somit scheint es sich um eine Eigenschaft des Laserenergiemeßgerätes zu handeln. Möglich ist eine Störung durch die Netzfrequenz. Durch die Wahl einer Pulsfolgefrequenz neben einem ganzzahligen Vielfachen der Netzfrequenz von 50 Hz ließ sich der Einfluß minimieren, da somit die Schwebung in einen anderen Frequenzbereich verschoben wird. Durch Verwendung spezieller nichtleitender und trotzdem vakuum- sowie laserresistenter Kunststoffe erfolgte die Isolierung beider Detektoren von der Gerätemasse. In anschließenden Messungen war keinerlei Schwebung mehr sichtbar.

Eine weitere Möglichkeit zur Rauschreduktion ist, das LEM2020 vollständig vom Netz zu trennen und mit einem Akku zu betreiben. Natürlich bleibt die Gefahr eines Einflusses durch die Masse der seriellen Schnittstelle des Meßrechners. Durch das Verwenden eines Laptops läßt sich die komplette Meßanlage isolieren und dieses Problem vollständig umgehen.

Die Aufgabe steht, die Qualität des aufgebauten Meßsystems mit kommerziellen Geräten zu vergleichen. Für das LEM2020 konnten dazu die statistischen Daten direkt aus den Meßwerten mit EasyPlot bestimmt und, multipliziert mit der Pulsfolgefrequenz des Laser $f = 200$ Hz, in eine mittlere Leistung umgerechnet werden. Für das Laserleistungsmeßgerät wurden die Werte durch einen 30-Sekunden-Statistik-Modus vom Meßgerät selbst bestimmt. Die Bestimmung erfolgte am Kanal 1 mit einer Pulsfolgefrequenz von 200 Hz und einer Meßdauer von 30 Sekunden.

Tabelle 3: Vergleich der Statistischen Werte

LEM2020 ... Laserenergiemeßgerät, LL ... Laserleistungsmeßgerät

Messungen im Vakuum			
	LEM E [μ J]	LEM P [mW]	LL P [mW]
Mittelwert	304,5	60,9	78
Standardabweichung	19,6	3,92	1,05
	prozentual	6,44	1,35
Messungen in Stickstoffatmosphäre			
	LEM E [μ J]	LEM P [mW]	LL P [mW]
Mittelwert	267	53,4	60
Standardabweichung	15	3	0,91
	prozentual	5,62	1,52

Der Vergleich der statistischen Werte für Messungen im Vakuum mit denen im Stickstoff zeigt die gleiche Größenordnung. Es läßt sich feststellen, daß das Laserleistungsmeßgerät eine Standardabweichung von 1-2 % hat und das LEM2020 dagegen ca. 6 %. Wie schon oben diskutiert, läßt sich diese noch durch längere Messung entsprechend Formel (23) weiter verkleinern.

5.4.4 Ortsstabilität

Es wurde ein deutlicher Energieunterschied des Meßsignals zwischen Messungen im Vakuum zu Messungen im Stockstoff festgestellt. Dieser beträgt bis zu 50 % und scheint unerklärlich. Eine Justierung erfolgte im Sichtbaren mit dem roten Laserstrahl. Die örtliche Übereinstimmung beider Strahlen wurde experimentell in 4.1 nachgewiesen. Durch Schwärzen mit Kopierpapier kann die Strahlposition auch im Vakuum festgestellt werden. Es zeigen sich Abweichungen der Strahlposition auf der Probe von einigen Millimetern in horizontaler Richtung.

Scheinbar verändert sich die Justierung mit dem anliegenden Druck. Die Laseranlage ist über ein flexibles Wellrohr mit dem fahrbaren VUV-Spektralphotometer gekoppelt, um dessen Pumpanlage zur Evakuierung des Strahlenganges zu benutzen. Genaue Beobachtungen zeigen nun, daß beim Anschalten der Pumpen innerhalb der ersten Sekunde das Wellrohr leicht in seiner Länge komprimiert wird. Das erfolgt mit ausreichender Kraft, um den Wagen mit dem VUV-Spektrometer leicht zu verrücken. Wird das Kammersystem wieder belüftet, so rückt der Wagen ganz reversibel in seine Ausgangssituation!

Der Austausch des Wellrohrs durch ein festes Rohr löst das Problem (Bild 37). Es sind keine Differenzen der Strahlposition im Vakuum zu der in Luft mehr feststellbar. Somit wird nicht nur eine bequeme Justierung in Luft erreicht, sondern auch Messungen in einem Schutzgas mit diversen Unter- sowie Überdrücken ermöglicht.

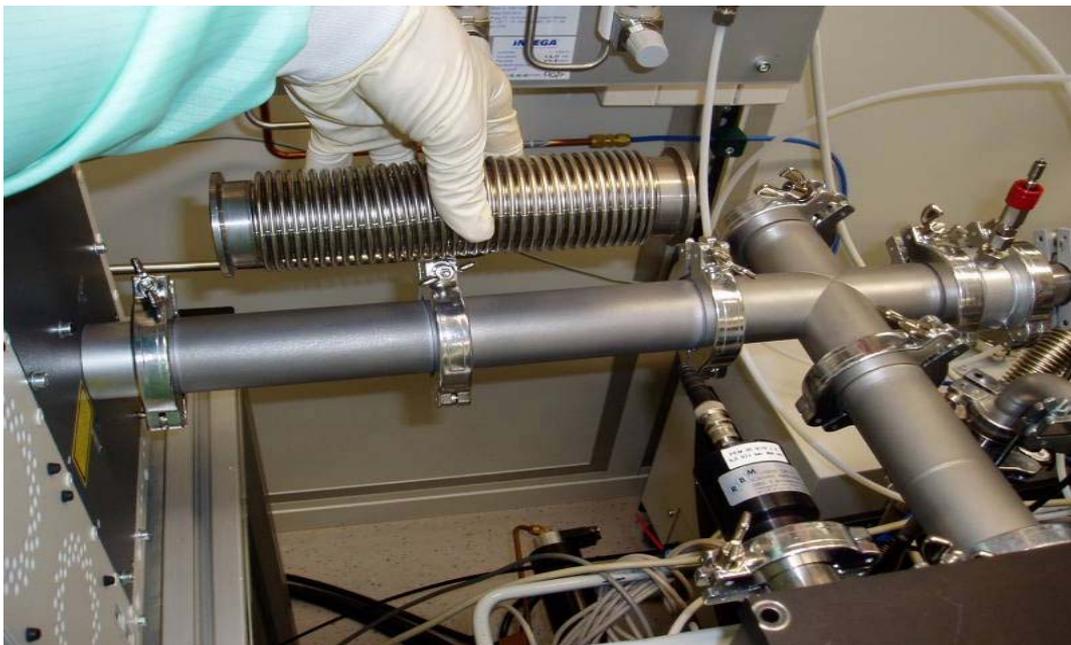


Bild 37: Lösung einer druckabhängigen Justierdifferenz durch Austausch des Well Schlauches

5.4.5 Stabilität der Spülung

Zur Messung in einem Schutzgas sind noch eine ganze Reihe Besonderheiten zu beachten. Um den Einfluß vorhandener Lecks zu minimieren, soll das Gas mit leichtem Überdruck die Meßkammer und den Strahlengang füllen. Bei Messungen im Vakuum wird eine hohe Dichtung gewährleistet, da Deckel, Flansche und ähnliches an ihre Dichtungen gepreßt werden. Um nun auch bei Überdruck noch eine Dichtung zu gewährleisten, wurden bewegliche Teile durch Verschraubungen an ihren Dichtungen gehalten. Es ist aufgrund der speziellen Vakuumkonstruktion klar, daß bei Überdruck nicht mit der gleichen Dichtheit gerechnet werden kann.

Das Austrittsfenster der Laseranlage ist nur bis zu einem äußeren Druck von 200 mbar zugelassen. Die Verwendung von Überdruckventilen schafft die benötigte Sicherheit.

Zur Spülung des Kammerensystems hat es sich bewährt, es vorher zu evakuieren und anschließend möglichst schnell mit dem Schutzgas zu füllen. Eine mehrmalige Wiederholung steigert nicht nur die Reinheit des Vakuums, sondern beeinflusst auch die Gasfüllung positiv.

Die ersten Messungen eines Signals zeigen schon gute Ergebnisse, allerdings nur mit einem hohen Durchfluß an Stickstoff und es treten nicht reproduzierbare Probleme auf. Das beruht auf dem unkontrollierten Gasfluß. Mit einem Flowmeter kann der Gasdurchsatz für ein bekanntes Gas gemessen und auch fest eingestellt werden. Mit dem Einbau solcher Gasflußmesser wird eine reproduzierbare Spülung ermöglicht. Bild 38 zeigt die Gasversorgung am Versuchsaufbau.

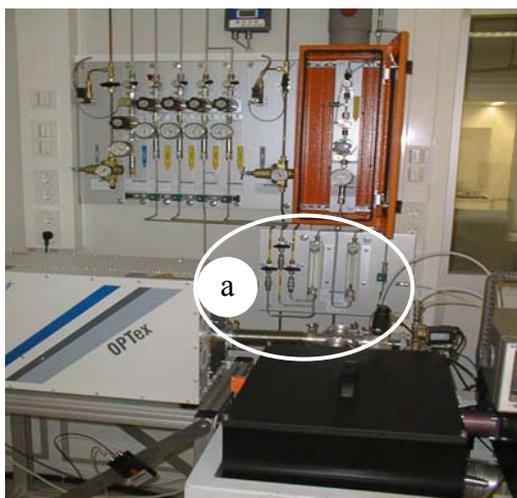


Bild 38: Gasversorgung des Meßaufbaus

Es werden zwei in Reihe geschaltete Flowmeter verwendet, um einen Flußbereich von 1 bis 200 Liter pro Stunde zu kontrollieren (Bild 38a).

Für Stickstoff hat sich ein Durchsatz von ca. 140 l/h bewährt, was ungefähr 1,5 Liter pro Minute entspricht. Für die Füllung des Kammerensystems erwies sich ein möglichst schneller Gasstrom als äußerst günstig. Das erscheint auch logisch, da somit die Zeit für Verunreinigungen durch Lecks minimiert wird.

Durch den Überdruck stellt sich schnell, ein für Verschmutzungen ungünstiges Druckverhältnis ein, bzw. werden Lecks sogar mit Gas nach außen „gespült“.

5.4.6 Problem bei Transmissionsmessung

Das Signal beider Detektoren ändert sich in den ersten Minuten einer Messung. Das Verhältnis zwischen ihnen schwankt auch um einige Prozent, läßt sich aber nicht wirklich nachvollziehen.

Lösung: Auch die Oberflächen der Detektoren werden kontaminiert, gerade bei Laserbeschuß im Vakuum (vgl. 2.7). Die sichere Reinigung der Detektoren durch den Laser in einer Schutzgasatmosphäre vor jeder Messung gewährleistet eine gleichbleibende Empfindlichkeit und somit verlässliche Meßwerte. Dafür sind meist einige Minuten ausreichend.

Der umgekehrte Effekt, also eine Abnahme des Signals während der ersten Minuten, im Vakuum ist ebenso demonstrierbar.

5.4.7 Problem bei Reflexionsmessung

Zur Bestimmung der Reflexion einer Probe muß diese so in den Strahlengang gedreht werden, daß ihr Reflex den Detektor erreicht (4.1). Bild 39 zeigt bei der automatisierten Justierung ein Maximum im Signalverlauf um einen Verdrehwinkel bei 31 Motorschritten. Das entspricht $7,0^\circ$.

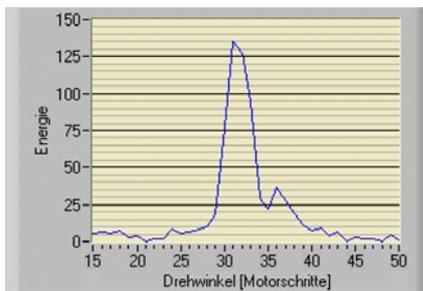


Bild 39: Justierung des Probenreflexes

Dieser Winkel ist aber auf 2 Schritte des Schrittmotors reproduzierbar, wofür ein Fehler von $\pm 5\%$ abgeschätzt wird. Noch gravierender aber ist der Fehler, der dadurch entsteht, daß die Probe nur um eine Achse gedreht werden kann. Somit verläßt der Meßstrahl bei zu hoch oder zu tief reflektiertem Strahl den Detektor und es wird ein zu kleiner Wert gemessen.

Das kann zum Beispiel passieren, wenn die Probe leicht verkantet in die Probenhalterung gesetzt wird, sie in dieser während der Drehung verrutscht, oder sich kleine Ungenauigkeiten der vertikalen Drehachsenlagerung auswirken.

5.4.8 Einfluß von Streulicht

Als abschließende Frage soll hier der Einfluß einer möglichen Streuung an der Meßprobe geklärt werden. Da es sich bei den zu untersuchenden Substraten nicht um ideal glatte Probenoberflächen handelt, verursachen Oberflächenrauheiten eine gewisse Streuung, welche nicht extra beobachtet werden kann. Auch Volumenstreuung kann nicht separat detektiert werden und bleibt verborgen.

Mit einem Röntgendiffraktometer (vgl. 3.5 S.18) ließen sich mittlere Oberflächenrauigkeiten für den betrachteten Probensatz bestimmen, allerdings mit einer hohen Ungenauigkeit. Nach Formel (14) auf Seite 6 wurde daraus ein Wert für den Verlust durch Streuung abgeschätzt und in Tabelle 4 eingetragen. TS ist die Summe aus reflektiertem (D^-) und transmittiertem (D^+) Streulicht.

Tabelle 4: Errechnete Streuanteile aufgrund der Messungen mit dem Röntgendiffraktometer

	Substratname	Dicke [mm]	Rauhigkeit	Streuung bei $\lambda = 157$ nm		
			rms, σ [nm]	TS = $D^- + D^+$	D^- [%]	D^+ [%]
1	Suprasil (amorphes SiO_2 , Quarzglas)	$2,00 \pm 0,05$	0,75	0,02%	0,02	0,00
2	MgF_2	$1,95 \pm 0,05$	2,03	0,77%	0,17	0,61
3	CaF_2	$1,60 \pm 0,05$	2,08	0,85%	0,24	0,62
4	BaF_2	$1,85 \pm 0,05$	3,61	2,45%	0,73	1,72
5	LiF	$2,00 \pm 0,05$	5,50	4,69%	0,63	4,06
6	Saphir (Granat, Al_2O_3)	$0,95 \pm 0,05$	0,30	0,02%	0,01	0,01
7	Quarzkristall (kristallines SiO_2)	$2,00 \pm 0,05$	0,57	0,07%	0,03	0,04

Der Fehler zur Bestimmung der Rauigkeit liegt bei 5 %.

AFM-Aufnahmen beschreiben sehr genau die Topographie einer Oberfläche, der Fehler für die Höhe ist kleiner als 0,05 nm. Für eine Streuung bei $\lambda \approx 157$ nm ist ein Meßbereich von $10 \times 10 \mu\text{m}$ relevant. Bild 40 zeigt die Aufnahme von CaF_2 und in Anlage 1 befinden sich ausführlichere Darstellungen. Aus den Meßwerten wurde die mittlere Oberflächenrauigkeit (rms) ermittelt.

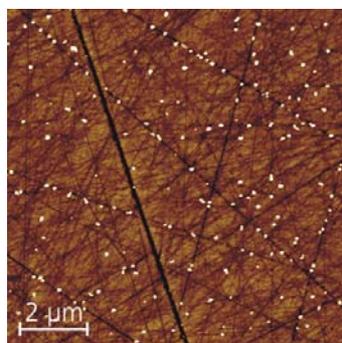


Bild 40: Oberfläche von CaF_2

Tabelle 5: Errechnete Streuanteile aufgrund AFM -Messungen

	Substratname	Rauhigkeit	Streuung bei 157 nm		
		rms σ [nm]	TS = $D^- + D^+$	D^- [%]	D^+ [%]
1	Sup	0,4	0,01%	0,01	0,00
2	MgF_2	2,0	0,75%	0,16	0,59
3	CaF_2	1,9	0,71%	0,20	0,51
4	BaF_2	6,6	8,19%	2,44	5,75
5	LiF	9,0	12,57%	1,69	10,88
6	Saphir	0,07	0,00%	0,0006	0,0005
7	Quarzkristall	0,2	0,01%	0,004	0,01

Die Meßwerte des AFM liegen in der gleichen Größenordnung wie die oben in Tabelle 4 dargestellten. Für die meisten Substrate zeigt sich ein maximaler Fehler durch die Streuung kleiner 1 % der eingestrahnten Intensität. Somit liegt der maximale Einfluß von Streustrahlung unterhalb der Meßauflösung vom Laserphotometer! Ausnahmen sind BaF_2 und LiF, welche so weich sind, daß man noch keine Verfahren für eine bessere Politur gefunden hat. CaF_2 läßt sich dagegen noch wesentlich besser polieren. Der Verlust durch Streuung sinkt dann auf unter 10^{-40} %.

Die AFM-Aufnahmen zeigen Erhebungen auf der Probenoberfläche, bevorzugt in kleineren Polierkratzern, die ihren Rand um das doppelte der Kratzertiefe noch überragen!

5.4.9 Zeitlicher Verlauf des Reinigungsprozesses durch Laser

Zur Aufnahme des Reinigungsverlaufes wurde ein 2mm-dickes Substrat aus CaF_2 30 min mit einer Laserpulsfolge von 99 Hz bestrahlt. Im Abstand von 6 Minuten wurde für jeweils 1 Minute ein 100%-Signal ohne Probe aufgenommen. Die Messung erfolgte unter Stickstoffatmosphäre.

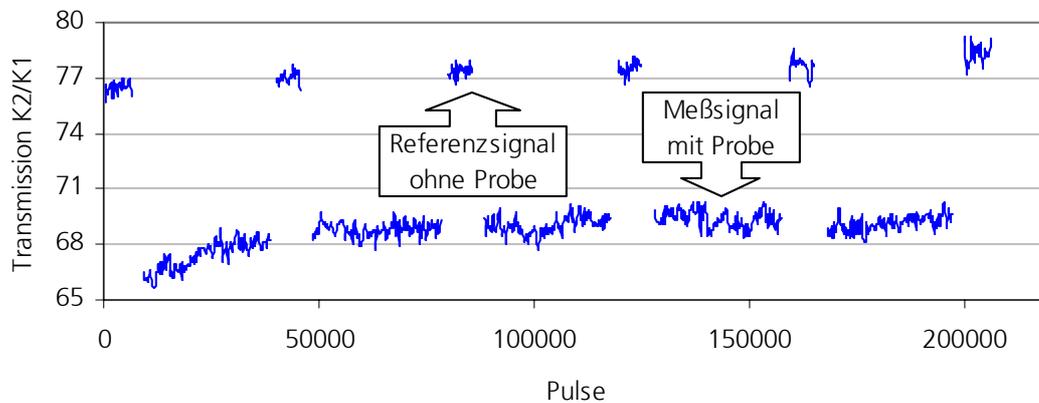


Bild 41: Verhältnis von Meßsignal zu Referenzsignal

Anschließend wurde die Transmission des Substrates auf die zeitlich dazwischen aufgenommenen 100%-Messungen ohne Probe im Strahlengang normiert. Bild 42 zeigt das Ergebnis und eine, nach dem in 2.7 beschriebenen Modell, hindurchgelegte exponentielle Fit-Funktion.

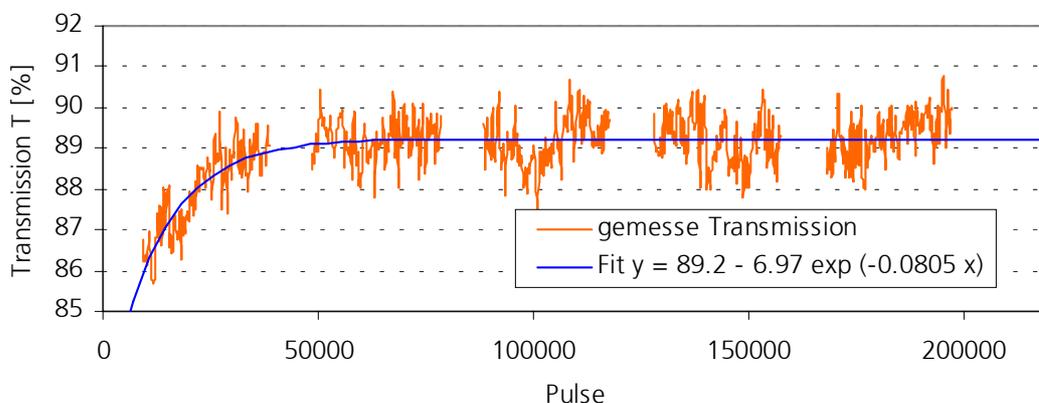


Bild 42: Normierter Verlauf der Transmission von CaF_2 mit Fit

Das Angleichen der Funktion erfolgte mit EasyPlot und bestätigt sehr gut den schon im Bild 7 (S.10) dargestellten, theoretischen Verlauf der Transmission. Steigt diese nicht weiter mit der Pulszahl an, so kann man davon auszugehen, eine mit der verwendeten Energiedichte maximal mögliche Reinigung erreicht zu haben. Somit läßt sich eine nötige Energiedosis bestimmen. Diese hängt allerdings stark von der Vorgeschichte der Probe ab und beträgt für CaF_2 ungefähr 50000 Pulse bei jeweils $1 \text{ mJ}/\text{cm}^2$. Das entspricht einer Reinigungsdosis von $50 \text{ J}/\text{cm}^2$.

6 Ergebnisse

Der erfolgreiche Aufbau einer Meßanlage und die Entwicklung eines geeigneten Meßprinzips ermöglichen eine abschließende photometrische Vermessung der gängigsten¹⁹ VUV-Substrate. Bild 44 zeigt ihre Reflexions- und Transmissionsspektren nach erfolgter Handreinigung (vgl. 5.2).

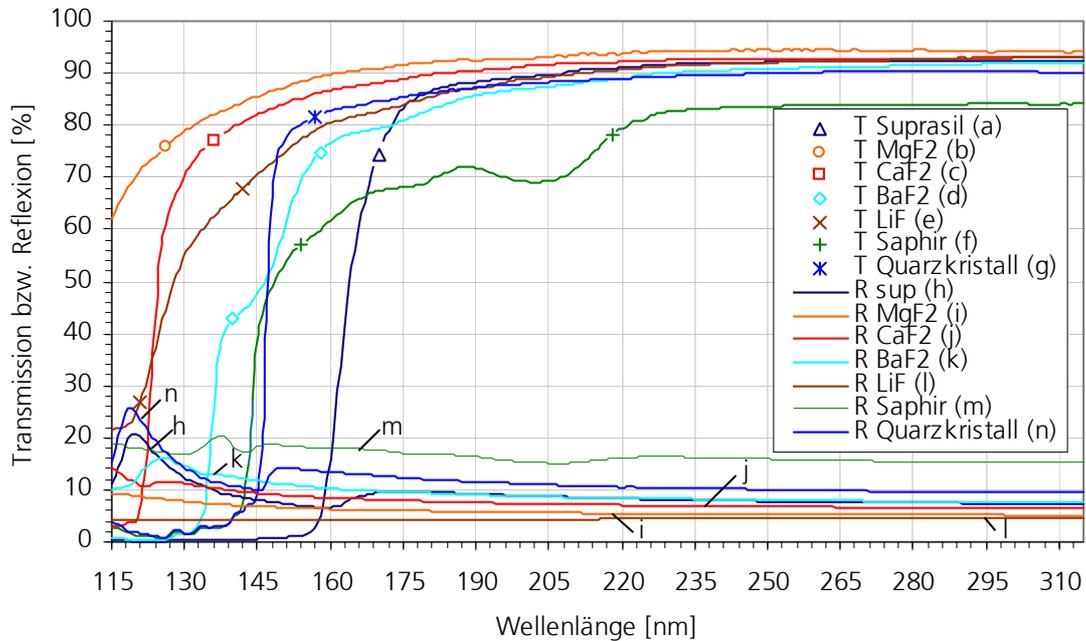


Bild 43: Transmission und Reflexion von Substraten nach der Handreinigung

Das folgende Bild 44 zeigt das Ergebnis der Änderung ihrer photometrischen Daten durch eine 30-minütige Laserreinigung unter Stickstoffatmosphäre mit 178200 Pulsen bei jeweils $1\text{mJ}/\text{cm}^2$.

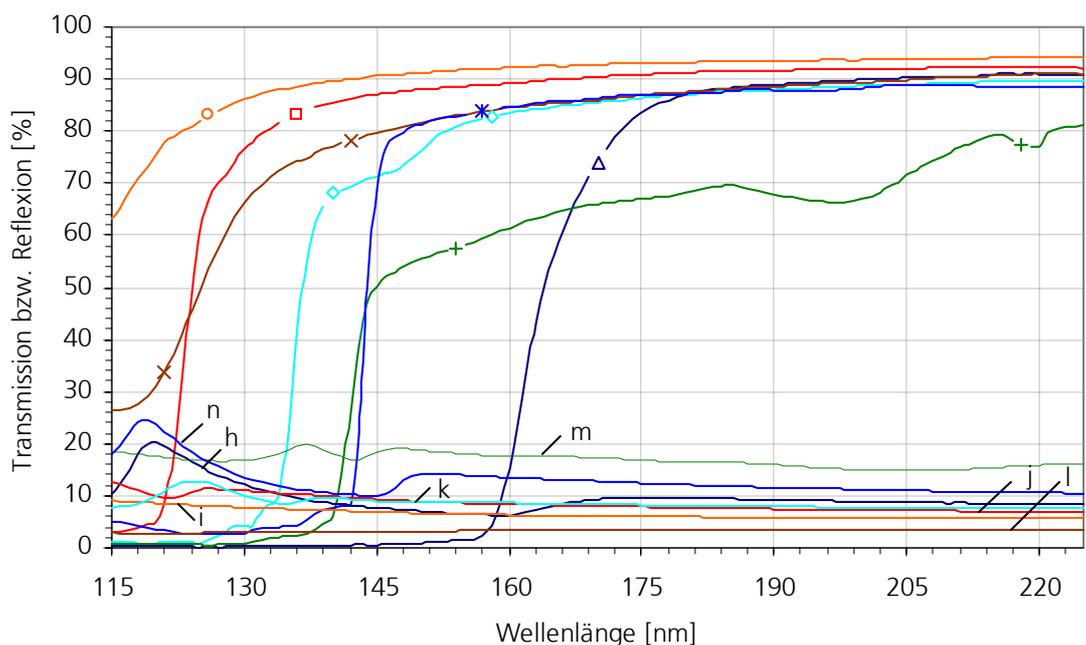


Bild 44: Transmission und Reflexion von Substraten nach der Endreinigung durch Laser

Aufgrund der Reinigung der Substratoberflächen kommt es zu einer erhöhten Transmission und auch Reflexion! Die Stufen in den Reflexionsverläufen nahe der Absorptionsbande kommen durch den Wegfall des Rückseitenreflexes. Trotz einer verbesserten Transmission kann die gemessene Reflexion auch durchaus sinken: Beispiel ist der Quarzkristall, dessen Transmission bei 157 nm durch die Reinigung um 2,2 % steigt und die gemessene Reflexion um 0,1 % fällt.

Des Weiteren wurden am Ende jeder Reinigung die photometrischen Werte Transmission, Reflexion und die Summe beider direkt mit dem Laser bestimmt. Sie sind in Tabelle 6 mit denen am Spektralphotometer bestimmten Werten, vor und nach der Laserreinigung bei einer Wellenlänge von 157 nm für die Substrate MgF₂ und CaF₂ gegenübergestellt.

Tabelle 6: Vergleich photometrischer Werte vom Laserphotometer mit denen des Spektralphotometers

Probe	Spektralphotometer – Pujron vor der Reinigung ±0,1%			Laserphotometer – Mejon während Reinigungsende ±1%			Spektralphotometer – Pujron nach der Reinigung ±0,1%		
	R	T	Summe R+T	R	T	gemessen R+T	R	T	Summe R+T
MgF ₂ in %	6,2	89,2	95,4	6,5	92,6	99,1	6,4	91,8	98,2
CaF ₂ in %	8,6	86,1	94,7	5,3	88,9	95,5	8,5	88,9	97,5

Eine erfolgreiche Reinigung ist an erhöhten Transmissionen gut ersichtlich. Nach der Laserreinigung stimmen die Meßwerte für die Transmissionen beider Meßgeräte innerhalb der Meßgenauigkeit von 1 % überein! Der am Spektrometer gemessene Reflexionswert von MgF₂ stimmt ebenfalls sehr gut mit dem vom Laserphotometer bestimmten überein, allerdings kommt es bei CaF₂ zu einem Meßfehler, da - wie unter 5.4.7 beschrieben - zu wenig Reflexion gemessen wird. Eine Bestimmung der Reflexion mit dem Laserphotometer scheint also nicht sinnvoll.

Tabelle 7 stellt die erhöhte Transmission durch die Reinigung klar heraus und vergleicht in Spalte „Abweichung“ Meßwerte des Laserphotometers mit denen des Spektralphotometers.

Tabelle 7: Bestätigung vom Laserphotometer bestimmter Transmission durch Spektralphotometer

	T [%]	Spektralphotometer vor der Reinigung	Laserphotometer während des Reinigungsendes	Spektralphotometer nach der Reinigung	Abweichung
1	Sup	2,38±0,1	2,3±1	2,38±0,1	0,08
2	MgF ₂	89,15±0,1	92,1±1	91,80±0,1	-0,30
3	CaF ₂	86,08±0,1	88,9±1	88,87±0,1	-0,03
4	BaF ₂	73,82±0,1	82,7±1	82,39±0,1	-0,31
5	LiF	79,05±0,1	84,7±1	83,88±0,1	-0,82
6	Saphir	59,18±0,1	59,5±1	59,43±0,1	-0,07
7	QZ	81,76±0,1	83,5±1	83,99±0,1	0,49

Wieder sind alle Abweichungen der beiden Meßaufbauten zueinander kleiner als der Meßfehler des Laserphotometers von 1 %. Somit eignet sich das Laserphotometer innerhalb der geforderten Genauigkeit gut zur Bestimmung des Transmissionswertes während einer Probenreinigung.

7 Zusammenfassung und Ausblick

In der vorliegenden Diplomarbeit wurden experimentelle Untersuchungen zur Verwendung eines F_2 -Gaslasers bei 157 nm für photometrische Messungen durchgeführt. Dazu wurde der Laser in eine VUV-Spektralphotometeranlage integriert und erlaubt die UV-Bestrahlung von Proben direkt in der Meßkammer des VUV-Spektrophotometers.

Die systematische Analyse potentieller Fehlerquellen der bestehenden VUV-Spektralphotometeranlage ermöglichte zu Beginn eine Identifizierung und Verminderung gerätespezifischer Meßabweichungen von anfänglich $> 10\%$ auf Werte deutlich kleiner $0,4\%$. Als wesentliche Einflüsse konnten folgende teils systematische (1,2) und teils zufällige Fehlerquellen (2,3) gefunden werden:

1. inhomogenes Strahlprofil und inhomogene Detektorempfindlichkeit (Fehler 1-3 %)
2. Polarisierungseffekte (Fehler bis über 10 %)
3. zeitliche Instabilität der VUV-Detektoren - Photomultiplier (Fehler 1-3 %)

Durch Homogenisierung des Meßstrahls und den Einsatz angepaßter VUV-Depolarisatoren konnte die absolute Meßgenauigkeit auf weniger als 1% verringert werden. Nach gegenwärtigem Kenntnisstand der Literatur konnte damit erstmals der Einsatz eines Diffusors zur gleichzeitigen Korrektur der Homogenitäts- und Polarisationsproblematik im VUV-Spektralbereich aufgezeigt und nachgewiesen werden. Durch eine Vergrößerung der Meßintensität und zeitliche Stabilisierung der Detektoren im VUV-Spektrometer wurde eine Meßgenauigkeit kleiner als $0,1\%$ erreicht. Neben gerätespezifischen Meßfehlern wurden insbesondere probenspezifische Oberflächenbeläge (Kohlenwasserstoffe) in Analogie zu publizierten Arbeiten [39] untersucht. Durch die Erarbeitung eines in-situ Reinigungsmodus mit Bestrahlung durch den F_2 -Laser werden Präzisionsmessungen ermöglicht. Eine absolute Übereinstimmung von weniger als $0,2\%$ zur theoretischen Transmission am Beispiel von CaF_2 konnte demonstriert werden. Im Rahmen dieser Arbeit gelang mit dem VUV-Spektralphotometer die genaue Bestimmung der photometrischen Daten Reflexion und Transmission unter Ausschluß von Oberflächenbelägen von den Substraten: Suprasil (Quarzglas), MgF_2 , CaF_2 , BaF_2 , LiF, Saphir (Al_2O_3) und kristallinem Quarz. Durch Aufnahmen der Probenoberflächen mit einem Röntgendiffraktometer und Rasterkraftmikroskop (AFM) ließ sich ihr Streubeitrag bei vernachlässigbarer Absorption abschätzen.

Um den Laser nicht nur als Reinigungswerkzeug, sondern auch als eigenständigen Meßaufbau zu benutzen, wurde ein Konzept zur Integration in die VUV-Spektralphotometeranlage erarbeitet

und verwirklicht. Durch den Einsatz einer eigens entwickelten Software wurde ein Meßverfahren zur Bestimmung von Transmissionswerten durch die Laserstrahlung mit einer Genauigkeit von weniger als 1 % möglich. Wie beabsichtigt, konnte der zeitaufgelöste Verlauf (in-situ) einer Oberflächenreinigung mittels F_2 -Lasers über der Laserpulsanzahl verfolgt und aufgenommen werden. Die exponentielle Abnahme der Kontamination erfolgte dabei nach dem erstellten theoretischen Modell. Eine Laserdegradation von Substraten (Transmissionsabnahme) konnte bis zu einer Pulszahl von einer Million Pulsen unter Stickstoffatmosphäre nicht beobachtet werden. Aufgrund der gegebenen technischen Konstruktion, sind mit dem aufgebauten Laserphotometer nur bedingt Aussagen zu Reflexionswerten möglich und es lassen sich somit auch keine sicheren Rückschlüsse auf den Beitrag von Absorption und Streuung geben.

In der Arbeit wird implizit vorausgesetzt, daß durch den Laser immer eine Oberflächenreinigung beider Substratseiten gleichmäßig erfolgt. Das ist für hochtransparente Substrate auch fast richtig. Zur gemessenen Transmission tragen aber Vorder- und Rückseite bei. Bei hoher Absorption erreicht nur ein geringer Teil der einfallenden Strahlung die Probenrückseite und kann demnach auch nur, wenn überhaupt, weniger zur Reinigung dieser Oberfläche beitragen (z.B. Saphir). Zur einfachen und schnelleren Handhabung der Meßanlage ist für die Zukunft eine automatische Reinigung von Meßproben denkbar, welche stoppt, sobald sich kein Reinigungseffekt mehr zeigt. Dazu ist eine Implementierung in die bestehende Software notwendig. Im Laser schwingt neben der VUV-Linie bei 157 nm noch eine rote Linie an. Es wurde abgeschätzt, daß ihr Einfluß unter 1 % für Transmissionsmessungen liegt. Der Einfluß der roten Linie läßt sich aber durch den Einsatz von mehr Spiegeln im Strahlengang oder auch schon beim Anschwingen im Laser ganz unterdrücken.

Für zukünftige Untersuchungen sei kurz festgehalten, daß der gegenwärtige Meßaufbau, über die zeitaufgelösten Transmissionsmessungen und die Oberflächenreinigung hinaus, durchaus ein erhebliches Potential für weitergehende Aussagen zur optischen Probencharakterisierung im VUV bietet. So ließen sich mit dem Laserstrahl durch spektral- und zeitaufgelöste Lumineszenz intrinsische und extrinsische Defekte untersuchen [50]. Bei Konzeption eines entsprechenden Detektionssystems ist auch die Aufnahme von energiedichteabhängigen Transmissionswerten über einen einzelnen Laserpuls zur Darstellung nichtlinearer Substrat- und Schichteigenschaften möglich [51].

8 Anhang

Anlage 1 – AFM-Aufnahmen ausgewählter Substrate

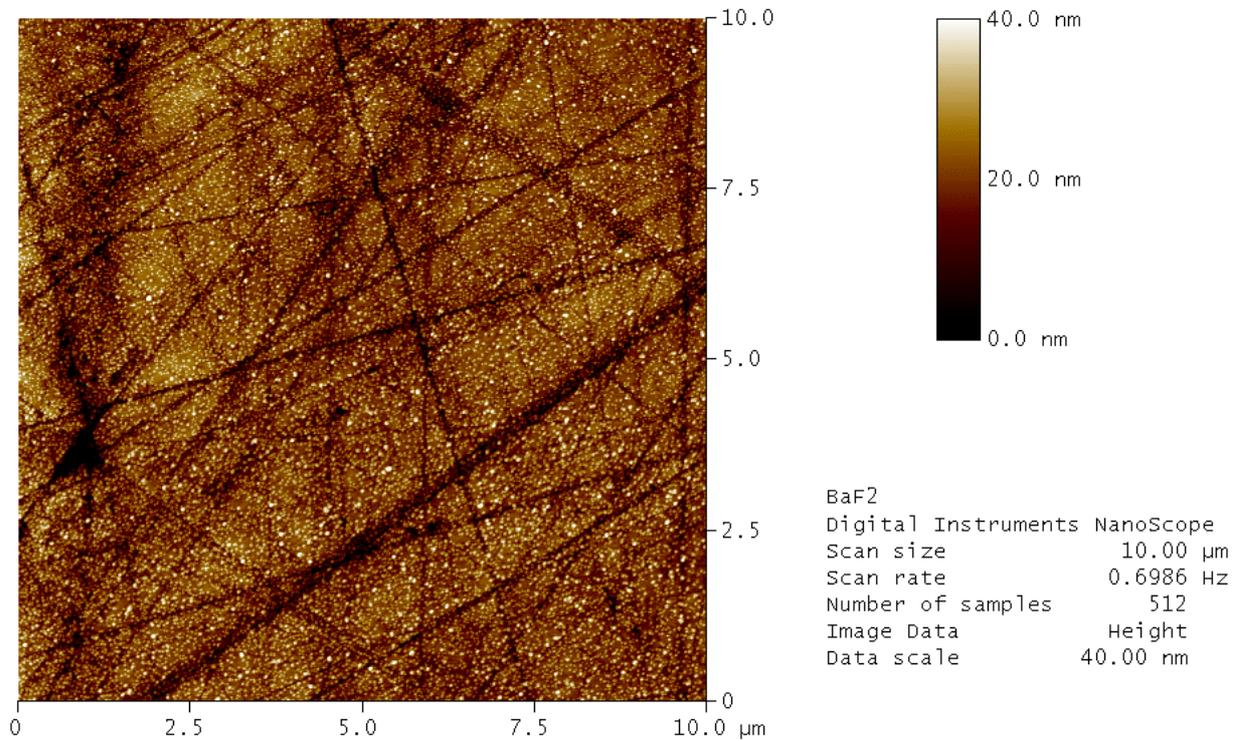


Bild 45: Oberfläche von BaF₂; rms 6,6 nm

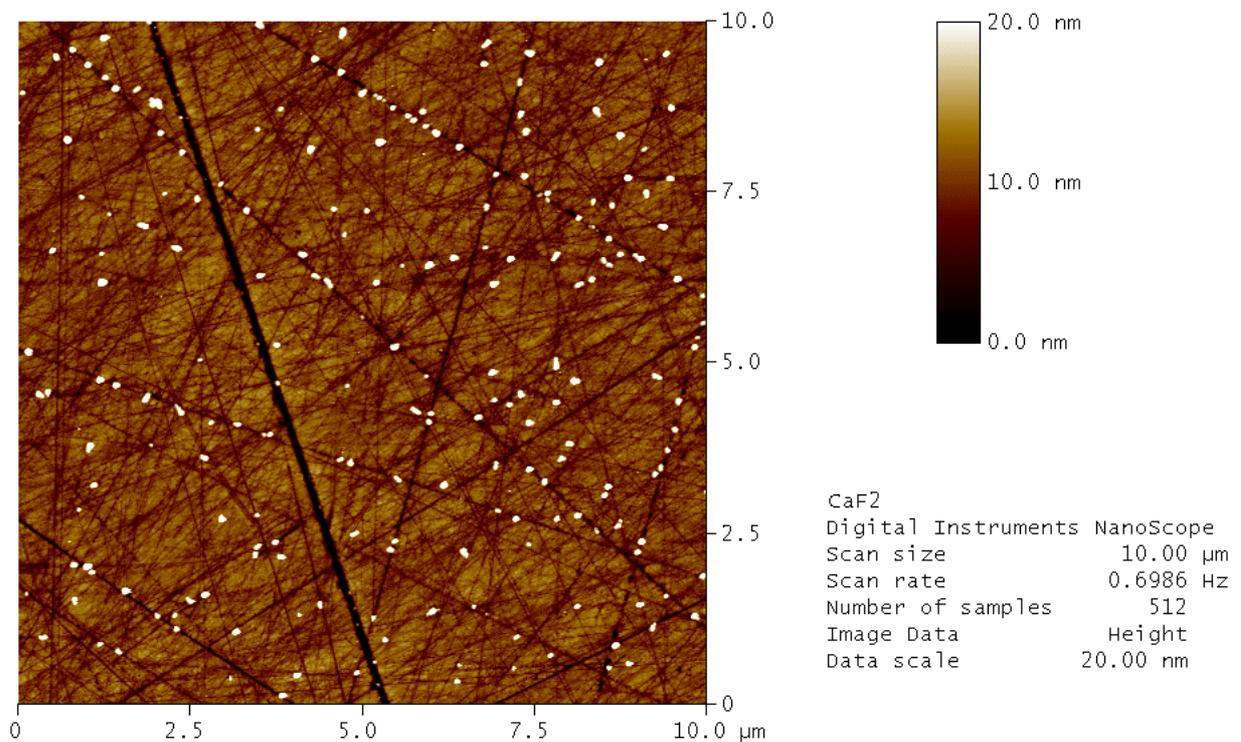


Bild 46: Oberfläche von CaF₂; rms 1,9 nm (3,0 mit Krümel)

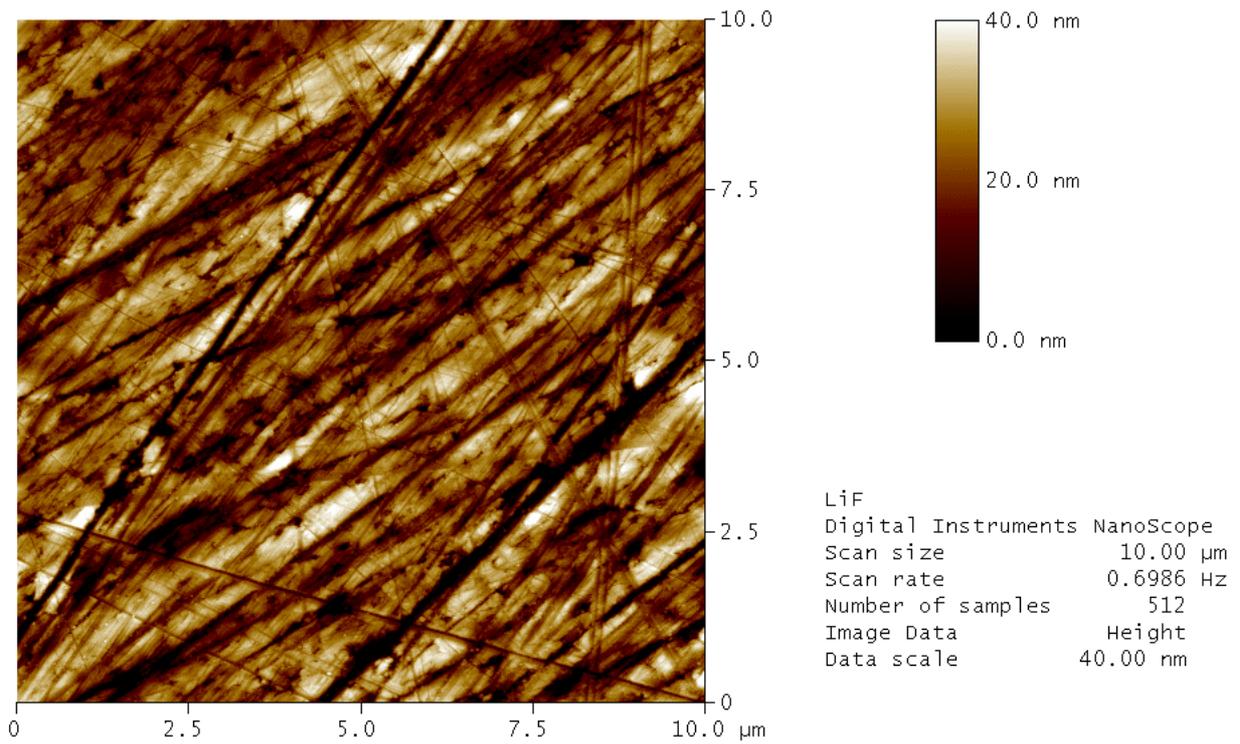


Bild 47: Oberfläche von LiF; rms 9,0 nm

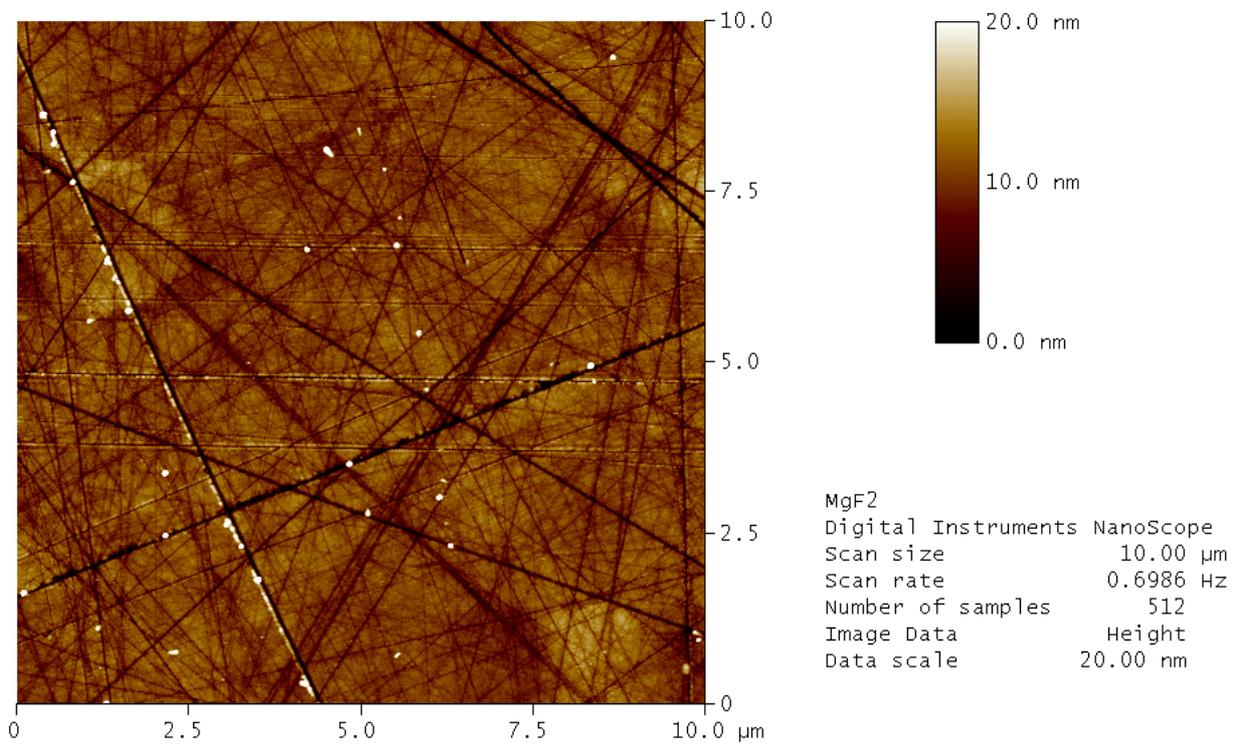


Bild 48: Oberfläche von MgF₂; rms 2,0 nm (2,4 mit Krümel)

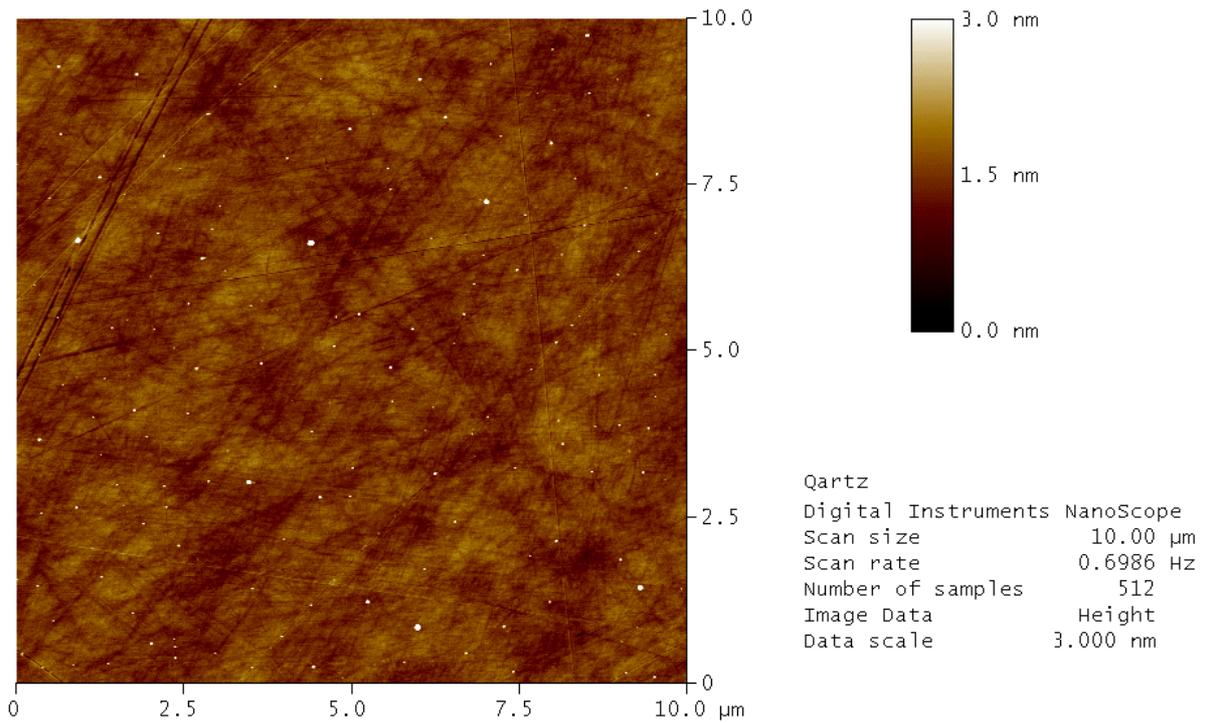


Bild 49: Oberfläche von kristallinem Quarz; rms 0,2 nm

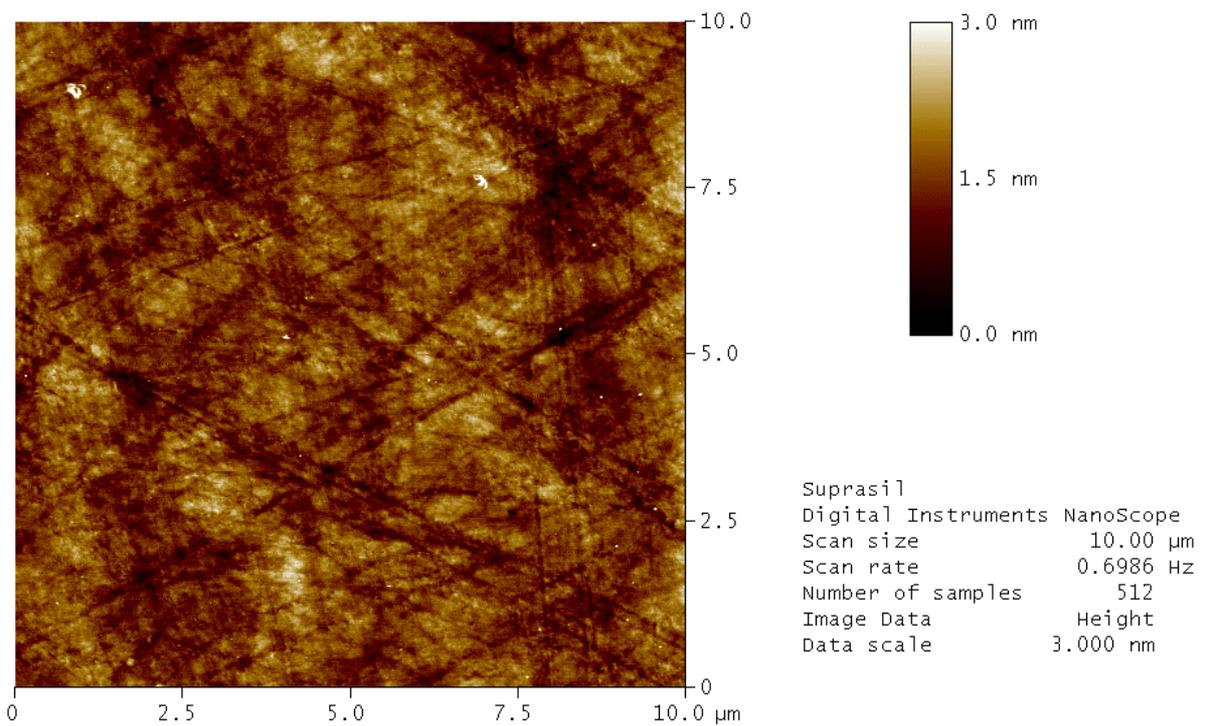
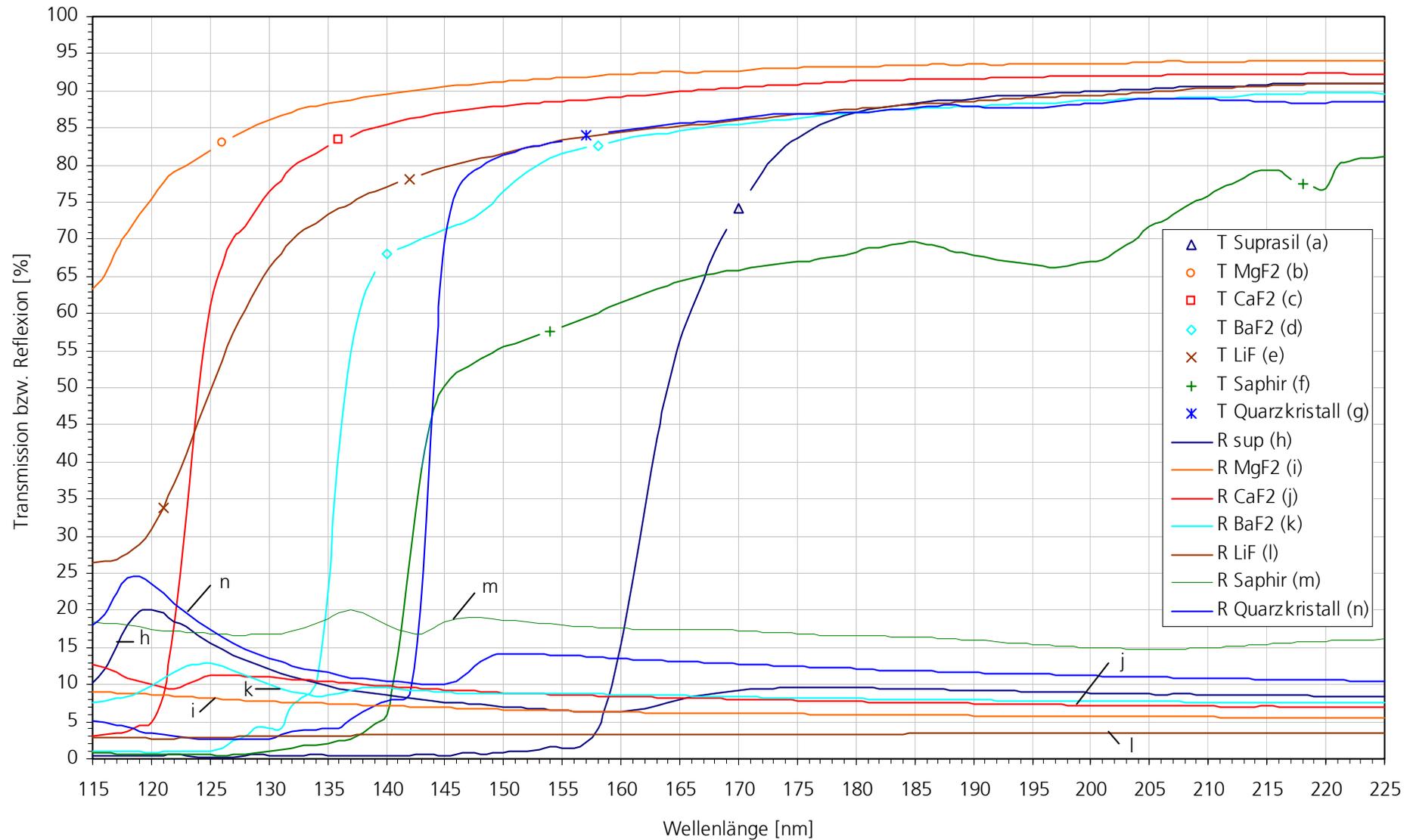


Bild 50: Oberfläche von Suprasil; rms 0,4 nm

Anlage 2 – von Substraten bestimmte photometrische Werte nach Reinigungsdosis 50 J/cm²



Verwendete Symbole und Formelzeichen

Bei den verwendeten Einheiten wurde versucht, sich an das SI-System zu halten [49]. Abweichungen zu gebräuchlichen Symbolen ergeben sich aus der bewußt eindeutigen Bezeichnung innerhalb dieser Diplomarbeit. Natürliche Konstanten werden zur besseren Unterscheidung mit *kursiven* Buchstaben bezeichnet. Um etwaigen Mißverständnissen und Unklarheiten vorzubeugen, wurde die alte deutsche Rechtschreibung (Stand 1997) verwendet.

2.1 Absorption

- a.....Absorptionskoeffizient [cm^{-1}]
- z.....Schichtdicke [mm]
- I.....Strahlungsintensität: 0,e ... einfallende Strahlung, r ... reflektiert, g ... gebeugt [W/cm^2]
- T.....Transmission [%]
- N.....Teilchenanzahl

2.2 Transmission und Reflexion

- EBetrag des elektrischen Feldvektors
- βWinkel, ebenso γ und χ [$^\circ$]
- ϵ Dielektrizitätskonstante, $\epsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12} \text{ F/m}$ [49 S.605]
- nBrechzahl
- λWellenlänge [nm]
- R.....Reflexion [%]

2.3 Mehrfachreflexion

- R_{total}gesamte Reflexion einer Materialscheibe mit mehrmaligem Rückseitenreflex
- T_{total}gesamte Transmission einer Materialscheibe mit mehrmaligem Rückseitenreflex

2.4 Streuung

- SStreuverlust, reflektierter Teil (D^-) und transmittierter Teil (D^+) [%]
- AAbsorptionsverluste [%]

2.4 Streuung

- TS.....Totale Streuung, über den Raum aufsummiertes Streulicht [%]
- σOberflächenrauheit, rms ... mittlere Oberflächenrauheit, Standardabweichung [nm]

2.6 Laserprinzip

- k Boltzmann-Konstante $1,381 \cdot 10^{-23} \text{ J/K} = 8,617 \cdot 10^{-5} \text{ eV/K}$
- h Plancksches Wirkungsquantum $6,6260755 \cdot 10^{-34} \text{ Js} = 4,1356692 \cdot 10^{-15} \text{ eV}\cdot\text{s}$
- T Temperatur [K]

2.7 Kontamination

- P.....Wahrscheinlichkeit
- c.....Konstante, ebenso c_1, c_2, c_3, \dots
- t.....Zeit [s]
- N_0Teilchenanzahl zu Beginn einer Betrachtung

3.4 Laser

- cLichtgeschwindigkeit im leeren Raum $2,99792458 \cdot 10^8 \text{ m/s}$
- EEnergie [J]
- ν Photonenfrequenz [Hz]

5.1.2 Besonderheit bei Transmissionsmessung

- αDrehwinkel von optisch aktiven Materialien [$^\circ/\text{mm}$]

5.4.3 Rauschuntersuchung des Meßsignals

- M.....Anzahl unabhängiger Einzel-Messungen
- μ Mittelwert
- f.....Frequenz [Hz]
- P.....Leistung [W]

Literaturverzeichnis _ References

- [1] Levinson, H.J.: *Lithography: A Look at What is Ahead*, SPIE Vol. 4099-01 (2000)
- [2] Tappert, Jürgen: *Die Bildentstehung im Mikroskop*, Wissenschaft und Fortschritt, Heft 10, Seite 361-366, Carl-Zeiss-Jena (1965)
- [3] Vogel, H.: *Gerthsen Physik*, Springer-Verlag (1995)
- [4] Kohlrausch, Friedrich: *Praktische Physik – Band 2*, Teubner, Stuttgart (1996)
- [5] wissen.de Gesellschaft für Online-Information: <http://www.wissen.de>, Unternehmen der DirectGroup Bertelsmann, Weinstraße 8, D-80333 München (2003)
- [6] Demtröder, Wolfgang: *Experimentalphysik 2*, Springer-Verlag, Berlin (1999)
- [7] Klopffleisch, Manfred; Stein, Norbert: *Lehrmaterial - Mehrfachreflexion an dünnen Schichten*, TU-Ilmenau (2002)
- [8] Bronstein; Semendjajew: *Taschenbuch der Mathematik*, Verlag Harri Deutsch (1981)
- [9] Brockhaus - *Die Enzyklopädie: in 24 Bänden*. 20., neu bearbeitete Auflage. Leipzig, Mannheim: F.A. Brockhaus (1996-99)
- [10] Amra, Claude: *Introduction to Light Scattering in Multilayer Optics*, Ecole Nationale Supérieure de Physique de Marseille, France (1994)
- [11] Kneubühl; Sigrist: *Laser*, Teubner Studienbücher, Stuttgart (1991)
- [12] Demtröder: *Laserspektroskopie*, Springer, Heidelberg (2000)
- [13] Staupendahl; Schindler: *Lasertechnik*, Springer-Verlag Berlin (voraussichtlich 2004)
- [14] Rhodes: *Excimer Lasers*, Topics Applied Physics: Vol. 30, Springer, Berlin (1984)
- [15] Pummer; Sowada; Oesterlin; Rebban; Bastin: *Kommerzielle Excimerlaser*, *Laser & Otoelektronics* 2, 141 (1985)
- [16] Bio-Rad Laboratories, Inc.: *Spectrometer Manual FTS 175*, Cambridge (1995)
- [17] Bio-Rad Laboratories, Inc.: *Reference Manual*, Cambridge (1995)
- [18] Griffith, de Haset: *Fourier Transform Infrared Spectroscopy*, John Wiley & Sons, New York (1986)
- [19] Arnold, Ralf: *IR-Spektroskopie*, <http://www.ir-spektroskopie.de>, Bochum (2001)
- [20] Perkin Elmer: *Gerätehandbuch Lambda 19*, Bedienungsanleitung (1993)
- [21] Hamamatsu: *Deuterium lamps*, <http://www.hamamatsu.com> (2001)
- [22] Hamamatsu: *Photomultiplier tubes*, <http://www.hamamatsu.com> (1998)
- [23] Laser Zentrum Hannover e.V., Abteilung LK: *Benutzerhandbuch*, Hannover (1997)
- [24] Hamamatsu: *Photomultiplier tube – principle to application*, Hamamatsu Japan (1994)
- [25] B. Halle & Nachfl. GmbH: <http://www.b-halle.de>, Berlin (2003)
- [26] Attwood, D.: *Soft x-rays and extreme ultraviolet radiation: principles and applications*, Cambridge University Press (2000)
- [27] Deparnay, Arnaud: *Projet de fin d'étude, Mesures temporelles de Réflexion à 157 nm*, Ecole Nationale Supérieure de Physique de Marseille, Fraunhofer-IOF Jena (2001)

- [28] Benoit, Nicolas: *Projet de fin d'étude, Radiation stability of EUV optics - contamination issues*, Ecole Nationale Supérieure de Physique de Marseille, Fraunhofer-IOF Jena (2003)
- [29] Feigl, Torsten: *Struktur und Eigenschaften von Schichtsystemen für den EUV-Spektralbereich*, Dissertation FSU, Fraunhofer-IOF, Jena (2000)
- [30] P. Misra, P.; Dubinskii, M. (Editors): *Ultraviolet Spectroscopy and UV Lasers*, Marcel Dekker, New York (2002)
- [31] Schnitzer, Reinhard; Husinsky, Wolfgang: *Datenerfassung und –auswertung mit LabVIEW* <http://www.zid.tuwien.ac.at/zidline/zl06/labview.html>, TU-Wien (Dez. 2001)
- [32] Bergmann; Schaefer: *Optik*, Band III, de Gruyter, Berlin (1993)
- [33] Born, Max: *Optik*, Springer, Berlin (1985)
- [34] Hylleraas, E.A.Z.: *Physik* 44 (1927)
- [35] Driscoll, Walter G.: *Handbook of Optics*, McGraw-Hill (1978)
- [36] Paul, Harry: *Lexikon der Optik*, Spektrum, Heidelberg (1999)
- [37] Mochizuki, K.: *The Lyot polarizer*, Applied Optics: Vol. 23, No. 3284 (1984)
- [38] Triebel, Peter: *Untersuchung der anisotropen Schichteigenschaften von Fluorid-Einfachschichten in Abhängigkeit der Schichtdicke und des Bedampfungswinkels*, Diplomarbeit FSU, Jena (1999)
- [39] Bloomstein, T.M.; Libermann, V.; Rothschild, M.; Hardy, D.E.; Goodman, R.B.: *Optical materials and Coatings at 157 nm*, Proc. SPIE Vol. 3676, p. 342-349 (1999)
- [40] Bloomstein, T.M.; Horn, M.W.; Rothschild, M.; Kunz, R.R.; Palmacci, S.T.; Goodman, R.B.: *Lithography with 157 nm lasers*, J. Vac. Sci. Technol. B 15, 2112 (1997)
- [41] Itakura, Yasuo; Yoshida, Fumika; Kawasa, Youichi; Sumitani, Akira; Wakabayashi, Osamu; Mizoguchi, Hakaru: *Evaluation of characteristics of VUV optical materials irradiated by F₂ Laser*, Proc. SPIE Vol. 4088, p. 205-208 (2000)
- [42] Burnet; Gupta; Griemann: *Absolute refractive indices and thermal coefficients of CaF₂, SrF₂, BaF₂ and LiF near 157 nm*, Applied Optics: Vol. 41, 2508-2513 (2002)
- [43] Guntau, M; Triebel, W.: *A Novel Method to Measure Bulk Absorption in Optically Transparent Materials*, Rev. Sci. Instrum., 71, pp.2279-2282 (2000)
- [44] Mühlig, Ch.; Kufert, S.; Triebel, W.; Natura, U.; Coriand, F.: *Absorption measurement of DUV optical materials at 193 nm and 157 nm by laser induced deflection*, Proc. SPIE, 5188 (voraussichtlich 2003)
- [45] Palik, E.D.: *Handbook of Optical Constants of Solids*, Academic Press, San Diego (1991)
- [46] Heber, Jörg; Gatto, Alexandre; Kaiser, Norbert: *Spectrophotometry in the vacuum UV*, Proc. SPIE Vol. 4932, p. 544-548 (2000)
- [47] Lambda Physik Lasertechnik: *Benutzer-Handbuch OPTex*, Gebrauchsanleitung (1999)
- [48] Hewlett-Packard: *Bedienungs- und Service-Handbuch HP 54600A*, Colorado Springs (1991)
- [49] Kohlrausch, Friedrich: *Praktische Physik – Band 3*, Teubner, Stuttgart (1996)
- [50] Heber, J.; Mühlig, C.; Triebel, W.; Danz, N.; Thielsch, R.; Kaiser, N.: *Deep UV laser induced luminescence in oxide thin films*, Applied Physics A 75, 637-640 (2002)
- [51] Apel, O.; Mann, K.; Marowsky, G.: *Nonlinear thickness dependence of two-photon absorbance in Al₂O₃ films*, Applied Physics A 71, 593-596 (2000)

Abbildungsverzeichnis

Bild 1: Einordnung des VUV-Spektralbereiches in das elektromagnetische Spektrum.....	1
Bild 2: Ideale Grenzfläche.....	4
Bild 3: Herleitung Mehrfachreflexion.....	6
Bild 4: Laseraufbau, Prinzipskizze	7
Bild 5: Termschema eines Excimerlasers.....	8
Bild 6: Kontamination und Reinigung von Oberflächen	9
Bild 7: Graphische Darstellung des erwarteten Verlaufs für Transmission und Teilchenzahl	10
Bild 8: Meßprinzipien beim Strahlengang des Lambda19.....	12
Bild 9: Optisches System des VUV-Spektralphotometers	13
Bild 10: Spektrum der Deuteriumlampe	14
Bild 11: Skizze PM [21]	15
Bild 12: Prinzip PM.....	15
Bild 13: Messungen zum Auflösungsvergleich mit dem Lambda 19.....	17
Bild 14: Strahlengang Transmission	20
Bild 15: Strahlengang T+R	20
Bild 16: Strahlengang Reflexion	21
Bild 17: Strahlengang Referenzdetektor.....	21
Bild 18: Vergleich Energiemeßgerät LEM2020 mit Leistungmeßgerät Gentec	23
Bild 19: Benutzeroberfläche des Steuer- und Meßprogramms.....	24
Bild 20: Horizontales Strahlprofil	27
Bild 21: Vertikales Strahlprofil	27
Bild 22: Horizontales Strahlprofil mit Diffuser	27
Bild 23: Vertikales Strahlprofil mit Diffuser.....	27
Bild 24: Übereinstimmende Reflexionswerte.....	27
Bild 25: Probleme bei der Bestimmung der Transmission spezieller Proben	28
Bild 26: Drehwinkel optisch aktiven Quarzes über der Wellenlänge	29
Bild 27: Transmission von Quarz unter Ausschluß von Meßfehlern durch Polarisation.....	31
Bild 28: Verlauf der 100 % mit einer Schirmung der Photomultiplier an Masse.....	32
Bild 29: Verlauf der 100 % mit einer Schirmung der Photomultiplier ohne Potential	33
Bild 30: Verlauf der 100 % mit einer Schirmung der Photomultiplier auf negativem Potential	33
Bild 31: Intensitäten im Deuteriumlampenspektrum.....	34
Bild 32: Gemessene Transmission von CaF ₂ im Vergleich zu diversen Literaturwerten	35
Bild 33: FTIR-Messungen zur Reinigung	36
Bild 34: VUV-Spektralphotometermessungen.....	36
Bild 35: Verschiedene Stufen der Reinigung für ein 2mm-Substrat aus CaF ₂	37
Bild 36: Verbesserung des Meßsignals durch neue Detektoren	39
Bild 37: Lösung einer druckabhängigen Justierdifferenz durch Austausch des Wellschlauches	42
Bild 38: Gasversorgung des Meßaufbaus.....	43
Bild 39: Justierung des Probenreflexes.....	44
Bild 40: Oberfläche von CaF ₂	45
Bild 41: Verhältnis von Meßsignal zu Referenzsignal.....	46
Bild 42: Normierter Verlauf der Transmission von CaF ₂ mit Fit	46
Bild 43: Transmission und Reflexion von Substraten nach der Handreinigung.....	47
Bild 44: Transmission und Reflexion von Substraten nach der Endreinigung durch Laser	47
Bild 45: Oberfläche von BaF ₂ ; rms 6,6 nm.....	51
Bild 46: Oberfläche von CaF ₂ ; rms 1,9 nm (3,0 mit Krümel).....	51
Bild 47: Oberfläche von LiF; rms 9,0 nm.....	52
Bild 48: Oberfläche von MgF ₂ ; rms 2,0 nm (2,4 mit Krümel).....	52
Bild 49: Oberfläche von kristallinem Quarz; rms 0,2 nm.....	53
Bild 50: Oberfläche von Suprasil; rms 0,4 nm	53

Danksagung

Ich möchte mich an dieser Stelle recht herzlich bei allen bedanken, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben! Dabei gilt mein Dank dem Institutsdirektor Prof. Wolfgang Karthe für die Möglichkeit zur Anfertigung dieser Diplomarbeit am Fraunhofer-Institut für Angewandte Optik und Feinmechanik in Jena, sowie Norbert Kaiser, stellvertretend für die Abteilung und die Arbeitsgruppe VUV zur Schaffung ausgezeichneter experimenteller Rahmenbedingungen. Besonderer Dank gebührt dabei Herrn Jörg Heber für seine unermüdlichen Anregungen während der Arbeit und vielen kritischen Verbesserungsvorschlägen. Seinen jahrelangen Korrekturen und Erweiterungen am VUV-Spektralphotometer ist ein sehr gut funktionierender Zustand zu verdanken.

Den Mitarbeitern des Institutes möchte ich für die breite Unterstützung danken, was sowohl die organisatorische, wie auch fachliche Seite betrifft. Hervorzuheben ist hier Herr Ronald Schmidt, dessen fachkundige Anleitung die Verwirklichung vieler Konstruktionen in der hauseigenen Werkstatt ermöglichte. Bernhard Scheike und Michael Rudolf waren mir immer eine wertvolle Unterstützung in elektronischen und elektrischen Fragestellungen. Ein Meister seines Faches ist Hanno Heiße, dem ich speziell für die schnelle und gründliche Reinigung unzähliger Proben und technischer Kleinteile danke. Nicolas Benoit danke ich herzlich für das gute Arbeitsklima im Büro und die fruchtbaren fachlichen Diskussionen. Die sorgfältige Vermessung des Probensatzes am Röntgendiffraktometer und die anschließende Simulationen am Computer entstammen seinem Geschick. Dank gebührt ebenso Marcel Flemming für die schwierige Erstellung der AFM-Aufnahmen.

Den Herren Professoren Richter und Kowarschik danke ich für ihre Bereitschaft als Mentoren und Gutachter zur Verfügung zu stehen. Ihre wertvollen Erfahrungen und Ratschläge trugen wesentlich zur Fertigstellung dieser Arbeit bei.

Für das umfangreiche Korrekturlesen und die vielen Verbesserungsvorschläge möchte ich mich bei allen Freunden, Kollegen und Helfern bedanken.

Erklärung

Ich erkläre hiermit, daß ich die vorliegende Diplomarbeit selbstständig verfaßt und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmitteln benutzt habe.

Jork Leiterer

Jena, 30.10.2003

Endnoten

- ¹ Lithographie – griech. litho: Stein, graphein: schreiben, zeichnen
Verfahren zur Herstellung von Flachdruckformen in verschiedenen Techniken, oft künstlerisch Steindruck, meint hier eine Abbildungstechnik zur Erzeugung von Halbleiterbauelementen durch photosensitiven Lack
- ² Ernst-Abbe (1840-1905) deutscher Physiker, Industrieller und Sozialreformer
leitete mit 27 Jahren bereits die optischen Werkstätten des Universitätsmechanikers Carl Zeiss in Jena, entwickelte 1872 die Theorie des Auflösungsvermögens als Grundlage zur Herstellung von Linsen
- ³ Sinus des als Aperturwinkel bezeichneten halben Öffnungswinkels σ , der von der Hauptachse eines optischen Systems (Linse, Hohlspiegel) und einem Randstrahl gebildet wird. Multiplikation mit dem Brechungsindex des vor dem Objektiv liegenden Mediums ergibt die numerische Apertur; sie ist dem Auflösungsvermögen des Objektivs umgekehrt proportional [5] und [9].
- ⁴ Anders, als oft irrtümlicher Weise angegeben, spricht man nach [4 S.134] von Licht nur in einem Wellenlängenbereich von 380 bis 780 nm. Trotzdem wird dieser Begriff oft gleichbedeutend mit Strahlen anderer Wellenlänge verwendet.
- ⁵ August Beer (1825 - 1863) deutscher Mathematiker, Chemiker und Physiker
veröffentlichte 1854 das Buch " Einleitung in die höhere Optik" und erhielt 1855 eine außerordentliche Professur, seine Hauptarbeitsgebiete waren insbesondere Lichtabsorption und Photometrie
- ⁶ Willebrord Snel van Royen, lat. Snellius (1580-1626) Niederländischer Mathematiker, Astronom und Geodät
entdeckte das Brechungsgesetz, erste Gradmessung unter Vermessung eines Dreiecksnetzes in Leidend
- ⁷ Augustin Fresnel (1788-1827) französischer Ingenieur und Mathematiker
experimentelle und theoretische Untersuchungen neben - der Beugung - der Interferenz, der Polarisation, der Doppelbrechung und der Abberation des Lichtes
- ⁸ IR-Spektrometer der Firma Bio-Rad Laboratories GmbH
Niederlassung Deutschland: Heidemannstrasse 164, D-80939 München
- ⁹ UV/VIS-Spektrometer der Firma Perkin-Elmer,
Bodenseewerk GmbH: Alte Nußdorf Str. 21, D-88662 Überlingen
- ¹⁰ Hamamatsu Photonics Deutschland GmbH, Arzbergerstraße 10, 82211 Herrsching
- ¹¹ von Lambda Physik GmbH, Hans-Böckler-Straße 12, 37079 Göttingen
- ¹² kommerzielles Röntgendiffraktometer D5005 der Firma Brucker axs [29 S.30ff]
- ¹³ Detektortyp: PEN 20 VUV von RMB
- ¹⁴ Laserzentrum Berlin
- ¹⁵ LabVIEW™ ist ein eingetragenes Warenzeichen der National Instruments Corporation
Niederlassung Deutschland: Conrad-Celtis-Straße 79, 81369 München
- ¹⁶ Dominique François Jean Arago (1786-1853) französischer Astronom, Physiker und Politiker
entdeckte 1811/12 die Drehung der Polarisationssebene des Lichtes durch Bergkristallplatten, die chromatische Polarisation, wichtige Interferenzversuche, entdeckte Rotationsmagnetismus (Arago-Versuch)
- ¹⁷ Jean-Baptiste Biot (1774-1862) französischer Physiker und Astronom
erster wissenschaftlicher Ballonaufstieg, untersuchte die Doppelbrechung und Polarisation des Lichtes sowie die optische Aktivität von Stoffen, Biot-Savart-Gesetz, Wärmeleitung und Wärmestrom
- ¹⁸ Siméon Denis Poisson (1781-1840) französischer Physiker und Mathematiker
arbeitete auf fast allen Gebieten der Physik und der Wahrscheinlichkeitstheorie, schrieb ca. 400 Abhandlungen, sein Buch "Traité de mécanique" (1811) war über viele Jahre Pflichtlektüre für Studierende der Physik
- ¹⁹ Natürlich erhebt diese Zusammenstellung keinen Anspruch auf Vollständigkeit.