

**Einfluß der absoluten Oberflächenspannung
auf die Form dünner Einkristalle:
Eine Analyse am Beispiel Si(111)**

Dissertation

zur Erlangung des Grades eines Doktors
der Naturwissenschaften

der Fakultät für Physik
der Eberhard-Karls-Universität zu Tübingen

vorgelegt von
Stefan Kaiser
aus Troisdorf

2002

Tag der mündlichen Prüfung: 17. Dezember 2002

Dekan:

Prof. Dr. H. Müther

1. Berichterstatter:

Prof. Dr. C. Zimmermann

2. Berichterstatter:

Prof. Dr. H. Ibach

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	5
2	Messung absoluter Oberflächenspannungen	7
2.1	Grundlagen	7
2.2	Modell nach Müller und Kern	10
2.3	Realisierung	16
3	Phasenschiebungs-Interferometrie	19
3.1	Prinzip	20
3.2	Wahl des „richtigen“ Algorithmus	25
3.2.1	Unterdrückung systematischer Fehler	26
3.2.2	Empfindlichkeit gegenüber zufälligen Fehlern	30
3.3	UHV-Fizeau-Interferometer	32
3.3.1	Aufbau	32
3.3.2	Fehleranalyse	40
4	Präparation sauberer Si(111)-Oberflächen	49
4.1	Zuschnitt der Proben	49
4.2	Vakuumsystem	52
4.3	H-Passivierung	56
4.3.1	Präparationsmethode	56

4.3.2	Restkontamination	57
4.3.3	Rekonstruktion der Oberfläche	60
5	Messung der Auslenkung dünner Einkristalle	63
5.1	Design des Probenhalters	63
5.2	Messungen mit runden Plättchen	65
5.3	Messungen mit schmalen Streifen	70
6	Modellrechnung für einen Euler-Bernoulli-Balken	81
6.1	Allgemeine Elastizitätstheorie	82
6.2	Klassische Theorie dünner Platten	85
6.3	Euler-Lagrange-Gleichungen	87
6.4	Diskussion der Randbedingungen	90
6.4.1	Beidseitig frei aufliegend	91
6.4.2	Beidseitig fest eingespannt	92
6.5	Vergleich mit Müller und Kern und Schlußfolgerungen . .	97
7	Zusammenfassung	101
A	Details der H-Passivierung	103
B	Analyse eines gekrümmten Euler-Bernoulli-Balkens	105
B.1	Krummlinige Koordinaten	105
B.2	Green-Lagrange-Verzerrungstensor	107
B.3	Euler-Lagrange-Gleichungen	109
	Literaturverzeichnis	113

1 Einleitung

Die Oberflächenspannung ist eine fundamentale makroskopische Eigenschaft von Festkörperoberflächen, die von der Kristallorientierung und den elektronischen Eigenschaften des Materials abhängt. Sie ist für viele Anwendungen - besonders in der Halbleiterindustrie - von großer Bedeutung, denn sie ist für die Relaxation und die Rekonstruktion des Kristallgitters an Grenzflächen verantwortlich. Dadurch kann sie z.B. das Wachstum epitaktischer Schichten entscheidend beeinflussen.

Dennoch ist es bisher nicht möglich, die absolute Oberflächenspannung mit akzeptabler Genauigkeit experimentell zu bestimmen. Der bislang einzige Versuch wurde von Vermaak *et al.* [Ver68, May68, Was70, Was72] unternommen [Iba97]. Sie untersuchten die Kontraktion kleiner Gold-, Silber- und Platinpartikel unter dem Einfluß der Oberflächenspannung. Ihre Ergebnisse weichen jedoch ungefähr um Faktor 2 von den theoretischen Werten ab, die als sehr zuverlässig gelten [Iba97].

Änderungen der Oberflächenspannung, wie sie z.B. durch Adsorbate hervorgerufen werden können, sind dagegen vergleichsweise einfach zu bestimmen. In aktuellen Experimenten wird dafür die sog. *Biegebalkenmethode* verwendet, die auf Koch und Abermann [Koc85] zurückgeht. Bei dieser Methode wird gemessen, wie sich ein Einkristallstreifen bei einer einseitigen Änderung der Oberflächenspannung verbiegt. Änderungen der Auslenkung können dabei kapazitiv [San91] und Änderungen der Krümmung über die Ablenkung eines Laserstrahls [San95] ermittelt werden.

Die zur Zeit „vielversprechendste Methode, um die (absolute) Oberflächenspannung ... zu bestimmen“ [Hai01], wurde im Jahr 1994 von Müller und Kern vorgeschlagen [Mül94, Ker94]. Bei dieser Methode muß die Deformation, die ein dünner Einkristall unter dem Einfluß von Gravitation und Oberflächenspannung erfährt, im Ultrahochvakuum gemessen werden. Das Verfahren wurde jedoch bisher nicht angewandt. Das liegt daran, daß die für diese Methode geeigneten Einkristalle intrinsisch verbogen sind.

Zum einen lassen sich dadurch definierte und reproduzierbare Randbedingungen nur schwer realisieren. Zum anderen kann die Deformation eines gekrümmten Kristalls nicht mit der Biegebalkenmethode ermittelt werden, denn bei einer Messung nach Müller und Kern muß keine Änderung der Deformation bestimmt werden, sondern ihr Absolutwert.

Ein wichtiger Teil der Arbeit bestand darin, ein neues, ultrahochvakuumtaugliches Verfahren zu entwickeln, mit dem die Deformation eines dünnen Einkristallstreifens erstmals gemessen werden konnte. Dafür wurde ein Phasenschiebungs-Interferometer konstruiert, mit dem die Form eines Einkristalls in zwei Orientierungen mit einer extrem hohen axialen Auflösung ermittelt werden kann. Für die Experimente wurden in (111)-Richtung orientierte Siliziumkristalle verwendet. Im Ergebnis ist es gelungen, die Verbiegung eines 25,4 mm langen und ca. 50 μm dicken Siliziumstreifens im Schwerfeld der Erde zu messen. Wenn die Dicke des Streifens hinreichend genau bekannt ist, kann dabei eine Präzision von wenigen 10 nm erreicht werden.

Ein weiterer wesentlicher Teil dieser Dissertation war eine genauere theoretische Analyse der Deformation eines dünnen Einkristallstreifens mit dem Ziel, das Modell von Müller und Kern an gekrümmte Einkristalle anzupassen. Dabei stellte sich heraus, daß das Modell von Müller und Kern fehlerhaft ist. Es sagt eine Abhängigkeit der Biegelinie von der absoluten Oberflächenspannung voraus, die nur unter ganz speziellen und experimentell nur sehr schwer zu realisierenden Randbedingungen tatsächlich vorhanden ist. Mit der korrigierten Theorie ist es möglich, ein neues Probenesign anzugeben, mit dem sich die absolute Oberflächenspannung mit der hier entwickelten Apparatur im Prinzip messen lassen sollte.

Das Verfahren nach Müller und Kern wird in Kap. 2 vorgestellt. Es folgt der experimentelle Teil der Arbeit, der sich über Kap. 3 bis 5 erstreckt. Hier wird zunächst die Meßapparatur und die Probenpräparation erläutert. Anschließend werden die Meßergebnisse präsentiert und ausführlich diskutiert. Die korrigierte Theorie wird in Kap. 6 für einen geraden Einkristallstreifen hergeleitet, der intrinsisch verbogene Streifen wird in Anh. B behandelt. Die Arbeit schließt mit einer Zusammenfassung der experimentellen und theoretischen Ergebnisse.

2 Messung absoluter Oberflächenspannungen

2.1 Grundlagen

Für die thermodynamische Beschreibung einer Festkörperoberfläche sind zwei Größen relevant: die spezifische freie Oberflächenenergie γ und die Oberflächenspannung $\sigma_{ij}^{(s)}$. Beides sind makroskopische Größen. Die spezifische freie Oberflächenenergie beschreibt die Arbeit pro Fläche A , die nötig ist, um eine Oberfläche zu erzeugen. Diese Arbeit ist stets positiv, andernfalls wäre die Oberfläche nicht stabil. Die Oberflächenspannung $\sigma_{ij}^{(s)}$ gibt dagegen die Änderung der freien Oberflächenenergie bei einer Dehnung ε_{ij} an. Sie ist wie folgt definiert:

$$\sigma_{ij}^{(s)} = \frac{1}{A} \frac{\partial(A\gamma)}{\partial\varepsilon_{ij}}. \quad (2.1)$$

$\sigma_{ij}^{(s)}$ und ε_{ij} sind symmetrische Tensoren zweiter Stufe. Wählt man die Orientierung der z -Achse senkrecht zur Oberfläche, gilt für eine relaxierte Oberfläche $\sigma_{xz}^{(s)} = \sigma_{yz}^{(s)} = \sigma_{zz}^{(s)} = 0$. Dann verbleiben die drei unabhängigen Komponenten $\sigma_{xx}^{(s)}$, $\sigma_{yy}^{(s)}$ und $\sigma_{xy}^{(s)}$. Im Gegensatz zu γ können diese auch negative Werte annehmen. Bei einem positiven $\sigma_{ij}^{(s)}$ spricht man von einer Zugspannung, bei einem negativen $\sigma_{ij}^{(s)}$ von einer Druckspannung.

Im thermodynamischen Gleichgewicht läßt sich eine Beziehung zwischen γ und $\sigma_{ij}^{(s)}$ herstellen. Für eine isotherme Dehnung gilt dann nach Shuttleworth [Shu50]:

$$\sigma_{ij}^{(s)} = \gamma\delta_{ij} + \frac{\partial\gamma}{\partial\varepsilon_{ij}}. \quad (2.2)$$

Dabei bezeichnet δ_{ij} das Kronecker-Delta. Für einen isotropen Festkörper oder eine Oberfläche mit mindestens dreizähliger Symmetrie ist die Oberflächenspannung eine skalare Größe. In diesem Fall vereinfacht sich Gl. 2.2 zu:

$$\sigma^{(s)} = \gamma + \frac{\partial \gamma}{\partial \varepsilon}. \quad (2.3)$$

Flüssigkeiten lassen sich ohne Widerstand plastisch deformieren. Dehnt sich die Oberfläche aus, können Atome oder Moleküle aus dem Inneren nachfließen. Dabei ändert sich die spezifische freie Oberflächenenergie nicht, und der zweite Term in Gl. 2.3 verschwindet. Man erhält dann $\sigma^{(s)} = \gamma$. Für eine Flüssigkeit sind Oberflächenspannung und spezifische freie Oberflächenenergie deshalb identisch.

In einem Gedankenexperiment [Iba97] beschreibt Ibach die Entstehung der Oberflächenspannung. Wird ein Festkörper entlang einer imaginären Ebene aufgeschnitten, so geht den Atomen an der neu entstandenen Oberfläche ein Teil ihrer Bindungspartner verloren. Die Folge ist eine Umverteilung der Ladung in den obersten Atomlagen, durch die sich die Oberfläche verspannt.

Die Spannung senkrecht zur Oberfläche kann dadurch abgebaut werden, daß sich der Abstand zwischen den Gitterebenen ändert. Das ist in Abb. 2.1 a) für ein einfaches Gitter dargestellt. Dieser Vorgang wird als Relaxation bezeichnet. Eine Relaxation parallel zur Oberfläche ist jedoch bei dicken Substraten nicht möglich. Dazu müßte sich die Gitterkonstante im gesamten Kristall ändern, was energetisch ungünstig wäre. Stattdessen kann ein Teil der Verspannung durch Rekonstruktion abgebaut werden. Dabei bilden die Atome der obersten Lagen, wie es in Abb. 2.1 b) zu sehen ist, eine periodische Überstruktur, die sehr komplex sein kann. Eine Si(111)-Oberfläche kann z.B. eine (7×7)-Rekonstruktion erfahren, bei der eine Einheitszelle der Überstruktur 49-mal so groß wie die des Kristallgitters ist. Nicht rekonstruierte Oberflächen werden als (1×1)-Oberflächen bezeichnet.

Theoretische Modelle liefern für Übergangs- und Edelmetalle generell eine positive Oberflächenspannung. Für Halbleiter hängt das Vorzeichen der Oberflächenspannung dagegen von der Rekonstruktion der Oberfläche ab. Im Gegensatz zu den Metallen liegen hier gerichtete Bindungen vor, die an der Oberfläche rehybridisieren können.

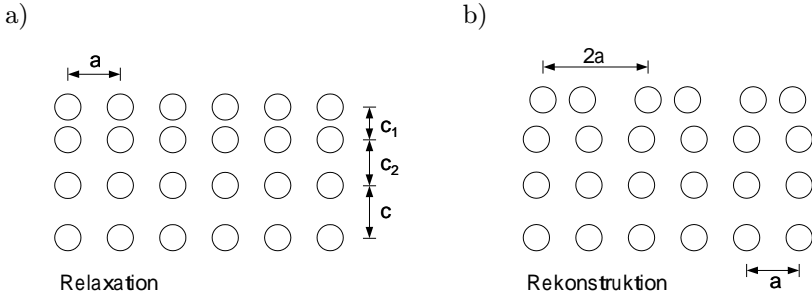


Abb. 2.1: Oberfläche eines Gitters mit den Gitterkonstanten a und c (schematische Seitenansicht). a) Relaxation der obersten Atomlagen. b) Rekonstruktion in ein Übergitter mit der Gitterkonstanten $2a$. Diagramme nach Lüth [Lüt98].

Adsorbate können eine Änderung der Oberflächenspannung induzieren, da Physi- und Chemisorption ebenfalls zu einem Ladungstransfer an den obersten Atomlagen beitragen. Eine Grundvoraussetzung, um die absolute Oberflächenspannung eines Materials messen zu können, sind also atomar saubere Oberflächen. Dazu ist Ultrahochvakuum (UHV) mit einem Druck von 10^{-10} mbar oder kleiner erforderlich.

Im Gegensatz zum absoluten Wert der Oberflächenspannung können Änderungen der Oberflächenspannung relativ leicht gemessen werden. Dazu kann eine Methode verwendet werden, die von Koch und Abermann vorgeschlagen wurde [Koc85]. Unterscheiden sich die isotropen Oberflächenspannungen $\sigma^{(s_1)}$ und $\sigma^{(s_2)}$ auf der Ober- und Unterseite eines dünnen Balkens, verbiegt er sich. Die Krümmung κ des Balkens kann dann nach Stoney [Sto09] durch

$$\kappa = \frac{6(1-\nu)}{Eh^2} (\sigma^{(s_1)} - \sigma^{(s_2)}) \quad (2.4)$$

beschrieben werden, wenn E der Elastizitätsmodul, ν die Poissonzahl und h die Dicke des Balkens ist. Genau genommen gilt Gl. 2.4 nur für uniaxiale Spannungen. Für eine isotrope, also biaxiale Oberflächenspannung muß der Term $(1-\nu)$ nach Ibach [Iba97] durch $(1-\nu^2)$ ersetzt werden. Auch dann stellt Gl. 2.4 lediglich eine grobe Näherung dar,

denn die Krümmung des Balkens wird als konstant angenommen, und Randbedingungen, die durch den Probenhalter vorgegeben sind, werden nicht berücksichtigt.

Diese Mängel können durch den Einsatz eines Finite-Elemente-Modells behoben werden. Das Verfahren wird von Dahmen [Dah00, Dah01] beschrieben. Es erlaubt eine exaktere Angabe der Krümmung und eine Messung der Anisotropie.

Es sei noch einmal betont, daß auf diese Weise nur die Differenz $\sigma^{(s_1)} - \sigma^{(s_2)}$ der Oberflächenspannungen auf Ober- und Unterseite gemessen werden kann. Die absoluten Werte von $\sigma^{(s_1)}$ und $\sigma^{(s_2)}$ bleiben unzugänglich. Aus einer Rechnung von Müller und Kern aus dem Jahr 1994 geht jedoch hervor, daß κ für sehr dünne Kristalle auch von $\sigma^{(s_1)} + \sigma^{(s_2)}$ abhängig ist. Gelingt es, $\sigma^{(s_1)} - \sigma^{(s_2)}$ und $\sigma^{(s_1)} + \sigma^{(s_2)}$ gleichzeitig zu messen, kann man $\sigma^{(s_1)}$ und $\sigma^{(s_2)}$ ermitteln.

2.2 Modell nach Müller und Kern

Müller und Kern haben die Gleichgewichtsform eines dünnen Einkristalls für ein rundes Plättchen [Mül94] und für einen schmalen Streifen [Ker94] berechnet. Wie in Kap. 5 gezeigt wird, sind Einkristalle mit einer geeigneten Dicke intrinsisch verbogen. Dadurch lassen sich die runden Plättchen am Rand weder gleichmäßig auflegen noch einspannen. Dieses Problem besteht für schmale Streifen, die an beiden Enden gehalten werden, nicht. Im folgenden soll daher das Modell für einen solchen Streifen näher erläutert werden.

Gegeben sei ein Streifen der Länge l und der Dicke h , dessen Kanten entlang des kartesischen Koordinatensystems in Abb. 2.2 ausgerichtet sind. Die Längskanten verlaufen dann parallel zur x -Achse, und der Streifen wird in z -Richtung ausgelenkt.

Zunächst werden die Schnittkraft und das Schnittmoment, die durch eine isotrope Oberflächenspannung hervorgerufen werden, berechnet. Wenn die Oberflächenspannung auf der Oberseite ($z = h/2$) den Wert $\sigma^{(s_1)}$ und auf der Unterseite ($z = -h/2$) den Wert $\sigma^{(s_2)}$ hat, gilt für die Schnittkraft:

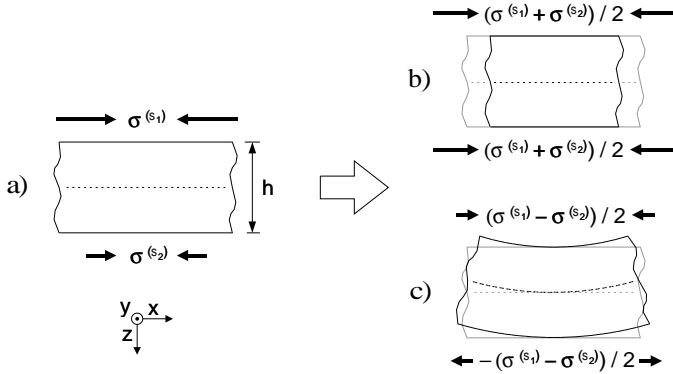


Abb. 2.2: Der Einfluß der Oberflächenspannungen $\sigma^{(s_1)}$ und $\sigma^{(s_2)}$ auf die Deformation eines dünnen Streifens (a) kann in zwei Anteile zerlegt werden. $\sigma^{(s_1)} + \sigma^{(s_2)}$ ist für eine reine Längenänderung (b) und $\sigma^{(s_1)} - \sigma^{(s_2)}$ für eine reine Biegung (c) verantwortlich. Die mittlere Faser ist gestrichelt eingezeichnet.

$$\int_{-h/2}^{h/2} \sigma^{(s_1)} \delta(z + \frac{h}{2}) + \sigma^{(s_2)} \delta(z - \frac{h}{2}) dz dy = (\sigma^{(s_1)} + \sigma^{(s_2)}) dy, \quad (2.5)$$

und für das Schnittmoment:

$$\int_{-h/2}^{h/2} \left(\sigma^{(s_1)} \delta(z - \frac{h}{2}) + \sigma^{(s_2)} \delta(z + \frac{h}{2}) \right) z dz dy = (\sigma^{(s_1)} - \sigma^{(s_2)}) \frac{h}{2} dy. \quad (2.6)$$

Man kann den Einfluß der Oberflächenspannung nun in zwei Anteile zerlegen. Das ist in Abb. 2.2 dargestellt. Verteilt man die Schnittkraft zu gleichen Anteilen auf die Ober- und Unterseite, ist das äquivalent zu einer Oberflächenspannung von $(\sigma^{(s_1)} + \sigma^{(s_2)})/2$ auf beiden Seiten.

Ist $\sigma^{(s_1)} + \sigma^{(s_2)}$ positiv, führt das zu einer Stauchung des Balkens; ist $\sigma^{(s_1)} + \sigma^{(s_2)}$ negativ, zu einer Dehnung.

Das Schnittmoment kann man durch zwei vom Betrage her gleiche Oberflächenspannungen mit unterschiedlichem Vorzeichen auf Ober- und Unterseite erklären. Sie haben den Wert $\pm(\sigma^{(s_1)} - \sigma^{(s_2)})/2$. Das Schnittmoment bewirkt eine reine Biegung des Streifens. Dabei bleibt die Länge der mittleren Faser konstant.

Für eine Längenänderung des Streifens ist also ausschließlich $\sigma^{(s_1)} + \sigma^{(s_2)}$ verantwortlich und für eine Biegung ausschließlich $\sigma^{(s_1)} - \sigma^{(s_2)}$. Deshalb taucht in Gl. 2.4, die die Krümmung der Probe beschreibt, nur der Term $\sigma^{(s_1)} - \sigma^{(s_2)}$ auf, $\sigma^{(s_1)} + \sigma^{(s_2)}$ dagegen nicht.

Differentialgleichung der mittleren Faser

Nach der klassischen Theorie dünner Platten kann die Auslenkung w_0 eines Streifens mit der Biegesteifigkeit D unter einer Axiallast N_{xx} durch folgende Differentialgleichung beschrieben werden [Red99]:

$$D \frac{d^4 w_0}{dx^4} - N_{xx} \frac{d^2 w_0}{dx^2} = 0. \quad (2.7)$$

Dabei hängt D von der Dicke h und der Breite b sowie von den elastischen Eigenschaften des Streifens ab. Steht E für den Elastizitätsmodul und ν für die Poissonzahl des Streifenmaterials, so gilt für die Biegesteifigkeit

$$D = \frac{1}{12} \frac{E}{1 - \nu^2} b h^3. \quad (2.8)$$

Müller und Kern greifen in [Ker94] auf dieses Modell zurück. Dabei wählen sie die axiale Zugkraft N_{xx} so, daß

$$N_{xx} = b(\sigma^{(s_1)} + \sigma^{(s_2)}) \quad (2.9)$$

ist¹. Der Term $\sigma^{(s_1)} - \sigma^{(s_2)}$ ist in Gl. 2.7 nicht enthalten, er kommt jedoch i.a. in den Randbedingungen vor. Dann hängt die Lösung der

¹Diese Annahme erweist sich in Kap. 6 als falsch: Auf einen einseitig fest eingespannten oder beidseitig frei aufliegenden Streifen wirkt keine durch die Ober-

Gl. 2.7 sowohl von $\sigma^{(s_1)} + \sigma^{(s_2)}$ als auch von $\sigma^{(s_1)} - \sigma^{(s_2)}$ ab. In diesem Fall gibt die Auslenkung des Streifens Auskunft über $\sigma^{(s_1)}$ und $\sigma^{(s_2)}$. Unter Berücksichtigung der Gravitation lautet Gl. 2.7 für einen Streifen in waagerechter Position [Red99]:

$$D \frac{d^4 w_0}{dx^4} - N_{xx} \frac{d^2 w_0}{dx^2} = q. \quad (2.10)$$

q steht hier für die Gewichtskraft pro Längeneinheit. Wenn das Streifenmaterial die Dichte ρ hat und die Erdbeschleunigung mit g bezeichnet wird, gilt $q = bh\rho g$.

Nun soll Gl. 2.10 für einen auf beiden Seiten einfach aufliegenden Streifen gelöst werden. Die Oberflächenspannung soll dabei symmetrisch, also auf der Ober- und Unterseite des Streifens gleich sein. Dann gilt:

$$\sigma^{(s_1)} + \sigma^{(s_2)} = 2\sigma^{(s)} \quad \text{und} \quad \sigma^{(s_1)} - \sigma^{(s_2)} = 0. \quad (2.11)$$

Hat der Streifen die Länge l , müssen zunächst die Randbedingungen für $x = 0$ und $x = l$ festgelegt werden. Da er an den Auflagepunkten nicht durchsacken kann, ist die Auslenkung hier null. Weil $\sigma^{(s_1)} - \sigma^{(s_2)} = 0$ ist, verschwindet die Krümmung des Streifens am Rand ebenfalls. Es gilt:

$$w_0(0) = 0, \quad w_0(l) = 0, \quad (2.12)$$

$$\frac{d^2 w_0}{dx^2}(0) = 0, \quad \frac{d^2 w_0}{dx^2}(l) = 0. \quad (2.13)$$

Mit diesen Randbedingungen kann Gl. 2.10 leicht gelöst werden, und man erhält für $N_{xx} > 0$:

$$w_0(x) = q \frac{N_{xx}(l-x) + 2D \left[\operatorname{sech} \left(\sqrt{\frac{N_{xx}}{D}} \frac{l}{2} \right) \cosh \left(\sqrt{\frac{N_{xx}}{D}} \left(\frac{l}{2} - x \right) \right) - 1 \right]}{2N_{xx}^2}. \quad (2.14)$$

flächenspannung hervorgerufene Axiallast. Das gilt auch für eine beidseitige Halterung, es sei denn, der Streifen wird daran gehindert, in x -Richtung zu relaxieren (vgl. Abb. 6.5 auf S. 96).

Für $N_{xx} < 0$ ergibt sich:

$$w_0(x) = q \frac{N_{xx}(l-x) + 2D \left[\sec \left(\sqrt{\frac{-N_{xx}}{D}} \frac{l}{2} \right) \cos \left(\sqrt{\frac{-N_{xx}}{D}} \left(\frac{l}{2} - x \right) \right) - 1 \right]}{2N_{xx}^2}. \quad (2.15)$$

Für $N_{xx} = 0$ wird Gl. 2.10 durch ein Polynom vierten Grades gelöst. Es lautet:

$$w_0(x) = \frac{q}{24D} (l^3 x - 2lx^3 + x^4). \quad (2.16)$$

Beispiel

Die Gleichungen 2.14, 2.15 und 2.16 sollen nun anhand eines realistischen Beispiels untersucht werden. Dazu wird ein Material mit einem Elastizitätsmodul von 10^{11} N/m^2 , einer Poissonzahl von $1/3$ und einer Dichte von 2000 kg/m^3 gewählt. Der Streifen soll eine Dicke von $50 \mu\text{m}$ und eine Länge von 25 mm haben. Die Breite des Streifens spielt keine Rolle, solange sie klein gegenüber der Länge und groß gegenüber der Dicke des Streifens ist.

Die Biegelinie eines solchen, beidseitig frei aufliegenden Streifens ist in Abb. 2.3 zu sehen. Die durchgezogene Kurve entspricht dem Fall ohne Oberflächenspannung. Dabei biegt sich der Streifen in der Mitte um $4,3 \mu\text{m}$ durch. Durch eine positive Oberflächenspannung von 1 N/m verringert sich dieser Wert um $0,4 \mu\text{m}$. Eine negative Oberflächenspannung verstärkt dagegen die Durchbiegung. Für $\sigma^{(s)} = -1 \text{ N/m}$ vergrößert sich w_0 um $0,5 \mu\text{m}$.

Die Änderung des Durchhängens in der Mitte des Streifens ist in Abb. 2.4 in Abhängigkeit von der Oberflächenspannung dargestellt. Dabei gilt $\Delta w_0(\sigma^{(s)}) = w_0(x = l/2, \sigma^{(s)}) - w_0(x = l/2, \sigma^{(s)} = 0)$. Für realistische Oberflächenspannungen von einigen N/m ändert sich w_0 um wenige μm . Der Effekt ist für negative Oberflächenspannungen größer. Die Steigung der Kurve aus Abb. 2.4 beträgt im Ursprung $-4,7 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2/\text{N}$. Daraus lassen sich die Anforderungen an die Genauigkeit der Meßmethode ableiten: Um die absolute Oberflächenspannung für obigen Streifen auf $0,1 \text{ N/m}$ genau bestimmen zu können, muß man in der Lage sein, die Durchbiegung auf mindestens 47 nm genau zu messen.

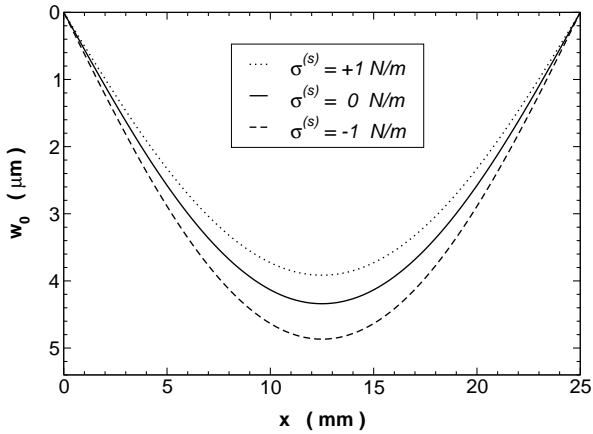


Abb. 2.3: Biegelinie eines dünnen, beidseitig frei aufliegenden Einkristallstreifens ohne Oberflächenspannung ($\sigma^{(s)} = 0 \text{ N/m}$) und nach Müller und Kern mit einer symmetrischen Oberflächenspannung von $\sigma^{(s)} = \pm 1 \text{ N/m}$. Der Streifen ist $50 \mu\text{m}$ dick und 25 mm lang. Die Materialkonstanten sind $E = 10^{11} \text{ N/m}^2$, $\nu = 1/3$ und $\rho = 2000 \text{ kg/m}^3$.

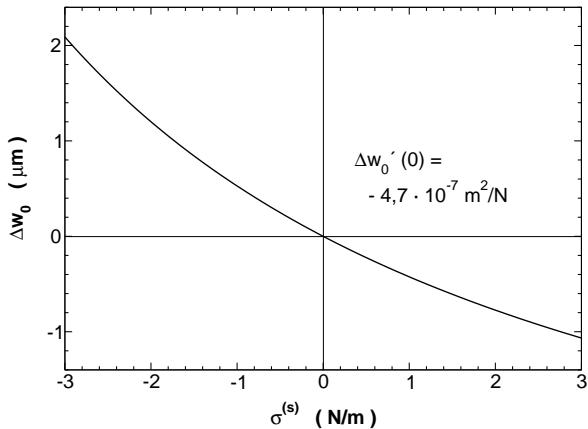


Abb. 2.4: Änderung der maximalen Auslenkung ($x = l/2$) für den Streifen aus Abb. 2.3 durch die Oberflächenspannung $\sigma^{(s)}$. Die Steigung der Kurve beträgt im Ursprung $-4,7 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2/\text{N}$.

2.3 Realisierung

Um die absolute Oberflächenspannung nach der Methode von Müller und Kern messen zu können, müssen zunächst einige Eigenschaften der Probe mit hinreichender Genauigkeit bekannt sein. Dazu zählen der Elastizitätsmodul, die Poissonzahl, die Dichte und die Abmessungen der Probe. Am schwierigsten dürfte dabei die genaue Dicke der Probe zu ermitteln sein, die in der Größenordnung von einigen $10\ \mu\text{m}$ liegt.

Degand, Müller und Kern haben in einer späteren Arbeit [Deg97] ein Verfahren vorgeschlagen, mit dem sich die Probendicke mit einer Genauigkeit von 0,5% bestimmen läßt. Sie benutzen dafür Transmissions-Interferometrie. Dabei wird die Probe mit dem Licht einer Halogenlampe, das einen durchstimmbaren Gittermonochromator durchlaufen hat, bestrahlt. Die Transmission wird dann mit einer CCD-Kamera ortsaufgelöst gemessen. Durch Vielstrahlinterferenz im Inneren der Probe ändert sich die Transmission der Probe periodisch mit der Wellenlänge. Aus der Wellenlängendifferenz zweier Transmissionsmaxima kann die Dicke an jeder Stelle der Probe bestimmt werden. Das Verfahren kann *ex situ*, also außerhalb des Vakuums, angewendet werden.

Sind die oben genannten Parameter der Probe bekannt, bleibt das Problem, das Durchsacken der Probe unter ihrem Eigengewicht zu messen. Das wird - wie bereits erwähnt - dadurch erschwert, daß Einkristalle mit einer geeigneten Dicke intrinsisch verbogen sind. Eine Messung der Form gibt also nur begrenzt Auskunft über die Auslenkung der Probe. Die Biegebalkenmethode ist für diese Aufgabe ungeeignet. Man benötigt ein berührungsloses und UHV-taugliches Verfahren, das über eine extrem gute Höhenauflösung und über ein großes Gesichtsfeld verfügt. Hierfür eignet sich die Phasenschiebungs-Interferometrie. Im nächsten Kapitel wird ein Fizeau-Interferometer vorgestellt, das den Einsatz der Phasenschiebungs-Interferometrie im UHV ermöglicht.

Die Phasenschiebungs-Interferometrie erlaubt, die Form einer Probe ortsaufgelöst zu messen. Dadurch können zwei offene Fragen beantwortet werden: Wie groß ist die tatsächliche Verbiegung der Einkristalle? Und: Lassen sich mit verbogenen Proben definierte Randbedingungen realisieren? Da letzteres entscheidend vom Design der Proben abhängt, werden runde und streifenförmige Proben untersucht. Die Reproduzierbarkeit der Randbedingungen ist dabei ebenfalls von Interesse. Es wird gezeigt,

daß durch eine Kombination von zwei Messungen zwischen Form und Auslenkung der Proben unterschieden werden kann. Dafür muß die Probe zwischen den beiden Messungen umgedreht werden.

Die Methode nach Müller und Kern erfordert einen dünnen Einkristall mit isotropen elastischen Eigenschaften in der xy -Ebene und einer isotropen Oberflächenspannung. Geeignete Metallfilme sind schwer zu präparieren. Zwar lassen sie sich durch Ionenstrahlätzen verhältnismäßig leicht reinigen, beim anschließenden Erhitzen zum Ausheilen der Oberfläche werden Membranen dieser Dicke jedoch leicht wellig und reißen ein. Silizium-Wafer sind einfacher zu handhaben, denn hier existieren zahlreiche Präparationsverfahren, um saubere Oberflächen zu erhalten. Außerdem sind die Wafer in Dicken von einigen $10\ \mu\text{m}$ erhältlich. Daher werden die Messungen an Si(111)-Kristallen mit nicht rekonstruierter Oberfläche durchgeführt. Eine Si(111)-(1 \times 1)-Oberfläche besitzt nach Vanderbilt und Meade [Van87, Mea89] theoretisch eine absolute Oberflächenspannung von $-0,63\ \text{N/m}$.

Da die Oberflächenspannung durch Adsorbate beeinflusst werden kann, sind atomar saubere Oberflächen erforderlich. Die Experimente müssen im UHV durchgeführt werden. Am einfachsten läßt sich eine saubere Si(111)-(1 \times 1)-Oberfläche mit Hilfe einer Wasserstoffpassivierung erzielen. Dazu wird der Wafer außerhalb des Vakuums naßchemisch präpariert, wobei die native Oxidschicht des Wafers entfernt und durch eine chemisch inerte Wasserstoffschicht ersetzt wird. Ohne diese Schutzschicht würde eine reine Si-Oberfläche, die sehr reaktiv ist, an Luft sofort von einer neuen Oxidschicht überzogen. Die H-Passivierung kann im Vakuum durch Erhitzen entfernt werden. Der Wafer muß dafür auf ca. 550°C erwärmt werden, wobei die (1 \times 1)-Struktur der Oberfläche erhalten bleibt. Man erhält so eine saubere und nicht rekonstruierte Oberfläche.

Um die Probe auf Restkontaminationen zu überprüfen, muß man ein oberflächensensitives Analyseverfahren verwenden. Hierzu eignet sich z.B. die Augerelektronen-Spektroskopie (AES). Diese Spektrometer sind oft mit der Option erhältlich, zusätzlich die Beugung niederenergetischer Elektronen (LEED) zu untersuchen. Damit läßt sich die Rekonstruktion der Oberfläche analysieren. Ein solches Spektrometer wurde eingesetzt, um die Qualität der präparierten Oberflächen zu beurteilen.

2 *Messung absoluter Oberflächenspannungen*

3 Phasenschiebungs-Interferometrie

In den letzten 30 Jahren hat sich die Phasenschiebungs-Interferometrie (PSI) zu einem der Standardverfahren in der optischen Meßtechnik entwickelt. Dazu hat vor allem die Verfügbarkeit leistungsfähiger Rechner beigetragen. Heute wird die PSI hauptsächlich in der optischen Profilometrie und zur Vermessung von Wellenfronten eingesetzt. Hier ermöglicht sie Höhenauflösungen von wenigen Å.

Diese hohe axiale Auflösung, gepaart mit einem Gesichtsfeld von bis zu einigen 10 cm Durchmesser, macht die PSI zum idealen Verfahren, um die Form dünner Einkristalle berührungsfrei zu messen. Im Rahmen dieser Dissertation wurde deshalb ein Fizeau-Interferometer entwickelt, das den Einsatz der PSI im Ultrahochvakuum erlaubt.

Die prinzipielle Funktion eines Fizeau-Interferometers ist in Abb. 3.1 dargestellt, der genaue Aufbau wird in [Man92] erklärt. Oft wird zwischen Objekt und Referenzfläche ein Absorptionsgitter eingefügt, um Viel-

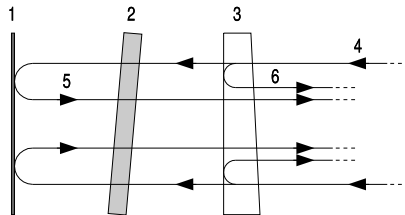


Abb. 3.1: Skizzierter Aufbau eines Fizeau-Interferometers. 1: Objekt; 2: Absorptionsgitter; 3: Referenzfläche; 4: kohärente Beleuchtung; 5: Objektwelle; 6: Referenzwelle. Ein Interferogramm kommt durch Überlagerung von Objekt- und Referenzwelle zustande.

strahlinterferenzen zu unterdrücken und um die Intensität der Objektwelle an die der Referenzwelle anzupassen. Die Vorteile dieses Interferometers gegenüber anderen Interferometertypen sind eine kompakte Bauweise und eine geringere Empfindlichkeit gegenüber Erschütterungen.

Eine über Kap. 3.1 hinausgehende Einführung in die PSI findet sich in [Gre92].

3.1 Prinzip

Die PSI unterscheidet sich von der herkömmlichen Interferometrie dadurch, daß zwischen Objekt- und Referenzwelle eine variable Phasenschiebung δ eingeführt wird. Auf diese Weise kann die relative Phase zwischen beiden Wellen an jedem Ort ermittelt werden.

Die Wellenfronten des Objekt- und Referenzstrahls eines Interferometers sind dann durch

$$\begin{aligned} W_{obj}(x, y) &= A_{obj}(x, y) e^{i\phi_{obj}(x, y)} \\ W_{ref}(x, y, \delta) &= A_{ref}(x, y) e^{i(\phi_{ref}(x, y) - \delta)} \end{aligned} \quad (3.1)$$

gegeben. Dabei sind $A_{obj}(x, y)$ und $A_{ref}(x, y)$ die Amplituden, $\phi_{obj}(x, y)$ und $\phi_{ref}(x, y)$ die Phasen der Wellen. Nimmt man eine Serie von Interferogrammen bei verschiedenen, äquidistanten $\delta = n\alpha$ auf, erhält man folgende Intensitätsmuster:

$$\begin{aligned} I_n(x, y) &= |W_{obj}(x, y) + W_{ref}(x, y, n\alpha)|^2 \\ &= \hat{I}(x, y) (1 + \gamma(x, y) \cos(\phi(x, y) + n\alpha)), \end{aligned} \quad (3.2)$$

wobei

$$\begin{aligned} \hat{I}(x, y) &= A_{obj}^2(x, y) + A_{ref}^2(x, y) \\ \gamma(x, y) &= \frac{2 A_{obj}(x, y) A_{ref}(x, y)}{A_{obj}^2(x, y) + A_{ref}^2(x, y)} \\ \phi(x, y) &= \phi_{obj}(x, y) - \phi_{ref}(x, y). \end{aligned} \quad (3.3)$$

$\hat{I}(x, y)$ ist die mittlere Intensität und $\gamma(x, y)$ der Kontrast der Interferenzstreifen. Die Relativphase $\phi(x, y)$ enthält die gesuchte Information über die optische Wegdifferenz zwischen Objekt und Referenzfläche. Wird das Objekt in Reflexion vermessen, z.B. in einem Fizeau-Interferometer, gilt

$$\phi(x, y) = \frac{4\pi}{\lambda} d(x, y), \quad (3.4)$$

wenn λ die Wellenlänge und $d(x, y)$ der Abstand zwischen Objekt und Referenzfläche ist.

Die Phasenschiebung kann auf zwei verschiedene Arten realisiert werden. Zum einen kann die optische Wegdifferenz zwischen Objekt und Referenzfläche variiert werden. Dazu werden meist Piezotranslatoren verwendet. In einem Fizeau-Interferometer gilt in diesem Fall:

$$\delta = \frac{4\pi}{\lambda} (d - d_0). \quad (3.5)$$

Die andere Möglichkeit besteht darin, die Frequenz ν der Lichtquelle zu verändern. Mit c als der Lichtgeschwindigkeit gilt dann:

$$\delta = \frac{4\pi}{c} d(\nu - \nu_0). \quad (3.6)$$

Wenn die Phasenschiebungen für alle Interferogramme einer Serie bekannt sind, erhält man aus Gl. 3.2 für jeden Bildpunkt ein Gleichungssystem mit drei Unbekannten. Man muß also mindestens drei Interferogramme aufnehmen, um $\phi(x, y)$ bestimmen zu können.

Sind die Phasenschiebungen unbekannt, aber äquidistant, ist also $\delta = n\alpha$, kann man α über ein zusätzliches Interferogramm ermitteln. Der älteste dieser sog. selbstkalibrierenden Algorithmen stammt von Carré [Car66]. Ein neuerer Algorithmus, der fünf äquidistante Bilder benötigt, wurde von Tang [Tan96] entwickelt.

Zur Rekonstruktion der Phase $\phi(x, y)$ existiert eine Vielzahl weiterer Algorithmen. Diese unterscheiden sich nicht nur durch Anzahl und Größe

der benötigten Phasenschiebungen, sondern vor allem in ihrer Empfindlichkeit gegenüber zufälligen und systematischen Fehlern. Welche Eigenschaften ein Algorithmus aufweisen muß, um optimal auf ein bestimmtes Interferometer und dessen Fehlerquellen abgestimmt zu sein, wird ausführlich in Kap. 3.2 diskutiert.

Im folgenden soll die Rekonstruktion eines Objektes exemplarisch für fünf Interferogramme mit $\alpha = \pi/2$ gezeigt werden. Hierfür wird der Hariharan-Algorithmus [Har87] verwendet. Dieser ist resistent gegenüber kleinen linearen Phasenschiebungsfehlern. Beträgt α z.B. nur 88° statt 90° , führt dies zu einem Fehler in der rekonstruierten Phase, der maximal $0,02^\circ$ beträgt [Gre92]. Das entspricht nach Gl. 3.4 bei einer Wellenlänge von $\lambda = 786 \text{ nm}$ gut $0,2 \text{ \AA}$.

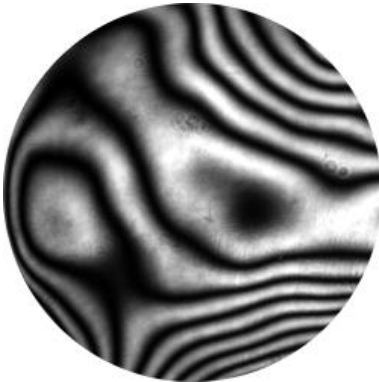
In Abb. 3.2 sind fünf Interferogramme eines dünnen Si-Wafers mit einem Durchmesser von $25,4 \text{ mm}$ zu sehen. Die Phasenverschiebung zwischen zwei aufeinander folgenden Bildern dieser Sequenz beträgt jeweils $\pi/2$. Das erste und das letzte Bild liegen also um 2π auseinander und sollten identisch sein. Dies wird häufig benutzt, um die Phasenschiebung zu kalibrieren. Nach Hariharan lautet eine Lösung des Gleichungssystems 3.2 für $\alpha = \pi/2$ und $n = 0, 1, 2, 3, 4$

$$\phi^* = \arctan \left(\frac{2I_1 - 2I_3}{-I_0 + 2I_2 - I_4} \right). \quad (3.7)$$

Durch den hochgestellten Stern soll verdeutlicht werden, daß es sich bei ϕ^* um eine rekonstruierte Phase handelt, die sich im Experiment von der tatsächlichen Phase ϕ unterscheiden kann. Um den Wertebereich des \arctan in Gl. 3.7 von $[-\pi/2, \pi/2]$ auf das Intervall $[0, 2\pi[$ auszudehnen, muß man zu ϕ^* eine zusätzliche Phase φ hinzuaddieren. Der Wert von φ ist vom Vorzeichen des Zählers und des Nenners im Argument des \arctan abhängig und beträgt

$$\varphi = \begin{cases} 0 & \text{für } \text{Nenner} \geq 0 \text{ und } \text{Zähler} \geq 0, \\ 2\pi & \text{für } \text{Nenner} \geq 0 \text{ und } \text{Zähler} < 0, \\ \pi & \text{für } \text{Nenner} < 0. \end{cases} \quad (3.8)$$

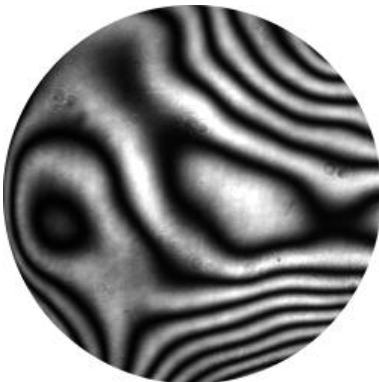
Wendet man diese Vorschrift auf die Daten in Abb. 3.2 an, erhält man die in Abb. 3.3 gezeigte Oberfläche. Dabei wird deutlich, daß eine Be-



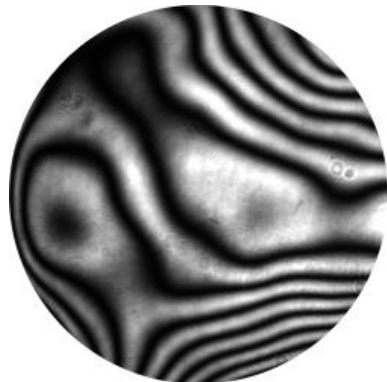
$$\delta = 0$$



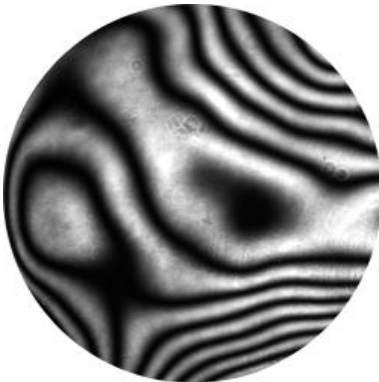
$$\delta = \pi/2$$



$$\delta = \pi$$



$$\delta = 3/2 \pi$$



$$\delta = 2\pi$$

Abb. 3.2: Serie von Interferogrammen eines Si-Wafers mit 25,4 mm Durchmesser. Die Phasenschiebungen betragen 0 , $\pi/2$, π , $3/2 \pi$ und 2π .

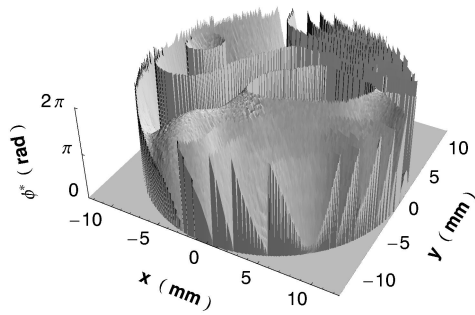


Abb. 3.3: Ergebnis der Phasenrekonstruktion mit den Daten aus Abb. 3.2. Es wurde der Hariharan Algorithmus verwendet.

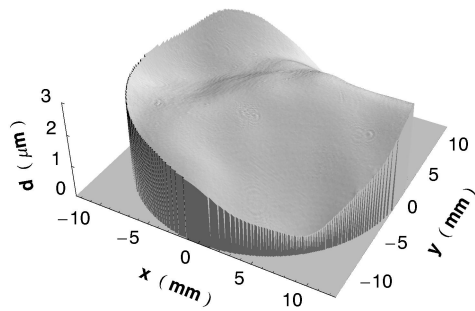


Abb. 3.4: Waferoberfläche nach dem Unwrapping.

stimmung von ϕ nur modulo 2π möglich ist. Das ist eine Einschränkung, die allen Algorithmen gemeinsam ist. Zu jedem Punkt der in Abb. 3.3 gezeigten Oberfläche muß nun noch ein ganzzahliges Vielfaches k von 2π hinzuaddiert werden, um die Phasenumbrüche zu entfernen. Dies wird als *Unwrapping* (engl.: Auswickeln) bezeichnet.

Bei Oberflächen ohne Stufen, deren Interferogramme ein gutes Signal-Rausch-Verhältnis besitzen, kann das Unwrapping durch ein einfaches Zeilen-Spalten-Verfahren erreicht werden. Hierbei muß $k \cdot 2\pi$ für jeden Punkt so gewählt werden, daß die Phasendifferenz zwischen benachbarten Punkten minimal wird. Die Oberfläche des Wafers nach dem Unwrapping ist in Abb. 3.4 dargestellt. Dabei wurde Gl. 3.4 berücksichtigt.

Die Genauigkeit der rekonstruierten Oberfläche kann durch zahlreiche Fehlerquellen beeinträchtigt werden. Leider lassen sich einige Fehler trotz sorgfältigen Designs des Interferometers oft nicht weiter reduzieren. Dann muß ein Algorithmus gewählt werden, der unempfindlich gegenüber den Interferometer-spezifischen Fehlern ist.

3.2 Wahl des „richtigen“ Algorithmus

Bei der Aufnahme einer Serie von Interferogrammen gibt es zahlreiche Quellen zufälliger und systematischer Fehler.

Zu den unvermeidbaren zufälligen Fehlern gehört das Poissonrauschen. Es kann besonders bei hohen Intensitäten beobachtet werden und ist proportional zu \sqrt{I} . Bei kleinen Intensitäten dominiert häufig das Ausleserauschen der CCD-Kamera. Vibrationen können ebenso zu zufälligen Fehlern führen. Sie verursachen kleine Schwankungen der Phase.

Unter den systematischen Fehlern sind zwei besonders hervorzuheben: höhere Harmonische im Interferenzsignal und Fehler beim Einstellen der Phasenschiebung.

Die Harmonischen entstehen durch Nichtlinearitäten der CCD-Kamera und durch Vielstrahlinterferenz. Letztere ist in einem Fizeau-Interferometer immer vorhanden. In beiden Fällen wird das Interferogramm durch „Geisterbilder“ gestört, deren Phasenschiebung ein ganzzahliges Vielfa-

ches von δ ist. Verallgemeinert man Gl. 3.2 für die Intensität an einem Punkt, gilt

$$I_n = \sum_{m=-\infty}^{\infty} \alpha_m e^{im(\phi+n\alpha)}. \quad (3.9)$$

Hierbei wird I_n in eine Fourier-Reihe mit den komplexen Koeffizienten α_m entwickelt. Für $\alpha_0 = \hat{I}$, $\alpha_1 = \alpha_{-1} = \frac{1}{2}I_0\gamma$ und $\alpha_m = 0$, wenn $m \geq 2$ ist, erhält man daraus wieder Gl. 3.2.

Die Fehler beim Einstellen der Phasenschiebung kommen durch eine Fehlkalibrierung oder durch Nichtlinearitäten des Phasenschiebers zustande und sind beim Einsatz von Piezotranslatoren unvermeidlich. Diese werden oft dazu verwendet, um den Abstand zwischen Probe und Referenzfläche zu verändern oder um den Laser durchzustimmen.

3.2.1 Unterdrückung systematischer Fehler

Es gibt zwei Ansätze, einen Algorithmus zu entwickeln, der unempfindlich gegenüber beiden systematischen Fehlerarten ist. Der eine geht auf Freischlad und Koliopoulos [Fre90] zurück und basiert auf der Fourier-Transformation; der andere, der von Surrel [Sur96] stammt, benutzt ein charakteristisches Polynom, um die Eigenschaften eines Algorithmus zu beschreiben. Beide Ansätze sind äquivalent [Sur96], jedoch erfordert die Surrel-Methode einen geringeren Rechenaufwand und soll daher im folgenden erläutert werden.

Verallgemeinert man Gl. 3.7 für eine beliebige Anzahl M von Interferogrammen, ergibt sich

$$\phi^* = \arctan \left(\frac{\sum_{n=0}^{M-1} b_n I_n}{\sum_{n=0}^{M-1} a_n I_n} \right). \quad (3.10)$$

Man kann ϕ^* dabei auch als Argument einer komplexen Linearkombination der Einzelintensitäten auffassen:

$$\phi^* = \arg(S(\phi)) \quad \text{mit} \quad S(\phi) = \sum_{n=0}^{M-1} c_n I_n, \quad (3.11)$$

wenn $c_n = a_n + ib_n$ ist. Setzt man Gl. 3.9 in Gl. 3.11 ein, erhält man:

$$S(\phi) = \sum_{m=-\infty}^{\infty} \alpha_m e^{im\phi} P(e^{im\alpha}), \quad (3.12)$$

wobei $P(x)$ ein Polynom vom Grad $M - 1$ ist:

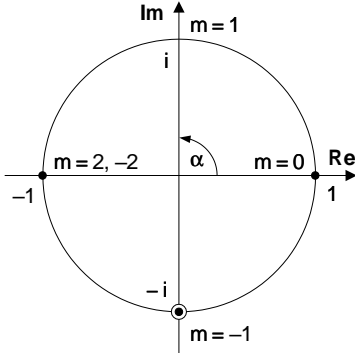
$$P(x) = \sum_{n=0}^{M-1} c_n x^n. \quad (3.13)$$

In [Sur96] wird gezeigt, daß die Eigenschaften jedes Phasenschiebungs-Algorithmus vollständig durch die Nullstellen von $P(x)$ bestimmt werden. Deshalb wird $P(x)$ als das *charakteristische* Polynom eines Algorithmus bezeichnet.

Will man einen eigenen Algorithmus entwickeln, so sind bei der Wahl der $M - 1$ Nullstellen drei Regeln zu beachten [Sur96]:

- 1 und $e^{-i\alpha}$ müssen Nullstellen des charakteristischen Polynoms sein, $e^{i\alpha}$ darf keine sein.
- Um eine Unempfindlichkeit gegenüber Harmonischen der Ordnung m (für $m \geq 2$) zu erreichen, müssen $e^{im\alpha}$ und $e^{-im\alpha}$ Nullstellen von $P(x)$ sein. Bei geeigneter Wahl von m und α können diese Nullstellen auch identisch sein. Sollen alle Harmonischen bis zur Ordnung j unterdrückt werden, braucht man dazu mindestens $M = j + 2$ Interferogramme. Der entsprechende Algorithmus arbeitet mit einer Phasenschiebung von $\alpha = 2\pi/M$.
- Phasenschiebungsfehler können bis zur Ordnung k eliminiert werden, wenn die Nullstellen bei $e^{im\alpha}$ (für $m \neq 1$) und $e^{-im\alpha}$ die Vielfachheit $k + 1$ besitzen. 1 muß nur eine einfache Nullstelle sein.

a)



b)

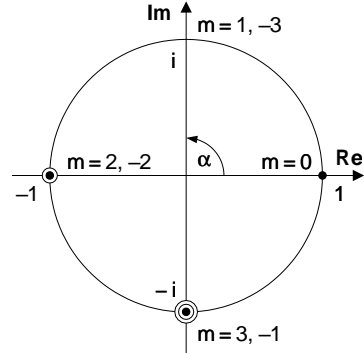


Abb. 3.5: Charakteristische Diagramme nach Surrel für den Hariharan-Algorithmus (a) und den Zhang-Algorithmus (b).

Nun soll die Methode des charakteristischen Polynoms verwendet werden, um die Eigenschaften des in Kap. 3.1 vorgestellten Hariharan-Algorithmus zu analysieren.

Ein Vergleich von Gl. 3.10 mit Gl. 3.7 liefert die Koeffizienten a_k und b_k , aus denen sich nach Gl. 3.13 das charakteristische Polynom ergibt:

$$\begin{aligned}
 P(x) &= -1 + 2ix + 2x^2 - 2ix^3 - x^4 \\
 &= -(x-1)(x+1)(x+i)^2.
 \end{aligned}
 \tag{3.14}$$

Dieses besitzt Nullstellen bei 1, -1 und $-i$, die im zugehörigen charakteristischen Diagramm in Abb. 3.5 a) dargestellt sind. Einfache Nullstellen sind durch Punkte, doppelte durch einen zusätzlichen Kreis gekennzeichnet. Man erkennt, daß alle Nullstellen auf dem Einheitskreis liegen und ein durch $\pi/2$ teilbares Argument besitzen. Die Nullstelle bei -1 gehört zu $e^{i2\alpha}$ und $e^{-i2\alpha}$. Es handelt sich offensichtlich um einen Algorithmus, um fünf Interferogramme mit $\alpha = \pi/2$ auszuwerten.

Die erste Regel ist erfüllt, die zweite gilt für $m = 2$. Der Hariharan-Algorithmus kann also Harmonische der zweiten Ordnung unterdrücken. Durch die doppelte Nullstelle bei $-i$ ist dieser Algorithmus nach der dritten Regel zusätzlich unempfindlich gegenüber linearen Phasenschie-

bungsfehlern. Allerdings arbeitet er nicht optimal, wenn beide Fehlerarten gleichzeitig auftreten. Dazu müßte auch bei -1 eine doppelte Nullstelle liegen.

Jetzt soll ein Algorithmus mit höherer Toleranz gegenüber Phasenschiebungsfehlern konstruiert werden. Dazu wird der umgekehrte Weg wie bei der Analyse des Hariharan-Algorithmus gegangen. Abb. 3.5 b) zeigt das charakteristische Diagramm eines Algorithmus mit einer Phasenschiebung von $\alpha = \pi/2$. Im Unterschied zum Hariharan-Algorithmus wurde jedoch die Vielfachheit der Nullstellen bei $-i$ und -1 um eins erhöht. Dies ist durch einen zusätzlichen Kreis um diese Nullstellen dargestellt. Damit steigt die Anzahl der benötigten Interferogramme auf sieben. Der neue Algorithmus besitzt folgende Eigenschaften: Er kann zweite Harmonische auch in Anwesenheit von linearen Phasenschiebungsfehlern vollständig unterdrücken. Ebenso werden lineare Phasenschiebungsfehler in Anwesenheit von zweiten Harmonischen toleriert. Darüber hinaus können Phasenschiebungsfehler zweiter Ordnung eliminiert werden. Das charakteristische Polynom lautet:

$$\begin{aligned} P(x) &= -(1+i)(x-1)(x+1)^2(x-i)^3 \\ &= (1-i) - (2+4i)x - (7-i)x^2 + 8ix^3 + (7+1)x^4 + \\ &\quad (2-4i)x^5 - (i+i)x^6. \end{aligned} \quad (3.15)$$

Der Vorfaktor $-(1+i)$ wurde eingeführt, um eine Symmetrie in den Koeffizienten zu erreichen. Dadurch verringert sich der Rechenaufwand bei der Phasenrekonstruktion, weil gleiche Koeffizienten ausgeklammert werden können. Aus Gl. 3.13 und 3.10 ergibt sich der Algorithmus:

$$\phi^* = \arctan \left(\frac{-I_0 - 4I_1 + I_2 + 8I_3 + I_4 - 4I_5 - I_6}{I_0 - 2I_1 - 7I_2 + 7I_4 + 2I_5 - I_6} \right). \quad (3.16)$$

Mit Gl. 3.8 kann ϕ^* dann bis auf ein ganzzahliges Vielfaches von 2π ermittelt werden. Denselben Algorithmus erhielt Zhang [Zha99], als er das heuristische Mittelungsverfahren von Schmit und Creath [Sch95] auf einen Algorithmus mit sechs Interferogrammen nach Surrel [Sur96] anwendete.

Zum Abschluß des Kapitels über Fehlerquellen muß noch ein Blick auf die zufälligen Fehler geworfen werden. Denn oft steigt die Empfindlichkeit eines Algorithmus gegenüber zufälligen Fehlern mit besserer Korrektur der systematischen Fehler.

3.2.2 Empfindlichkeit gegenüber zufälligen Fehlern

Ein Rauschen der Intensität mit der Standardabweichung σ führt zu einem Rauschen von ϕ^* mit der Standardabweichung σ_{ϕ^*} . Die Anfälligkeit eines Algorithmus für zufällige Fehler kann man durch die drei Parameter r , β und θ charakterisieren. Diese sind über die zwei Beziehungen

$$\sum_{n=0}^{M-1} |c_n|^2 = r^2 \quad \text{und} \quad \sum_{n=0}^{M-1} c_n^2 = r^2 \beta e^{i2\theta} \quad (3.17)$$

definiert. Nach Surrel [Sur97, Sur98] und Hibino [Hib97] gilt:

$$\begin{aligned} \sigma_{\phi^*}^2 &= \frac{r^2}{|P(e^{i\alpha})|^2} \frac{2\sigma^2}{\hat{I}^2 \gamma^2} (1 - \beta \cos(2(\phi - \theta))) \\ &\approx \frac{r^2}{|P(e^{i\alpha})|^2} \frac{2\sigma^2}{\hat{I}^2 \gamma^2}. \end{aligned} \quad (3.18)$$

Da β in der Regel kleiner als 0.1 ist, kann man die ϕ -Abhängigkeit von σ_{ϕ^*} vernachlässigen. Mit einem Signal-Rausch-Verhältnis (SRV) von $\hat{I}\gamma/(\sqrt{2}\sigma)$, das vom Algorithmus unabhängig ist, gilt dann:

$$\sigma_{\phi^*} = a \frac{1}{\text{SRV}} \quad \text{mit} \quad a = \sqrt{\frac{r^2}{|P(e^{i\delta})|^2}}. \quad (3.19)$$

Die Empfindlichkeit eines Algorithmus gegenüber zufälligen Fehlern wird also durch den Parameter a beschrieben. Im Folgenden soll a für verschiedene Algorithmen mit $\alpha = \pi/2$ untersucht werden. Das charakteristische Polynom lautet:

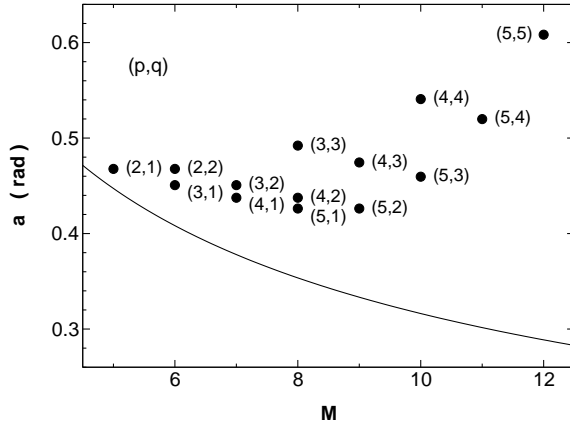


Abb. 3.6: Empfindlichkeit von 14 Algorithmen mit $\alpha = \pi/2$ gegenüber zufälligen Fehlern. Der Index (p, q) gibt die Vielfachheit der Nullstellen bei $-i$ bzw. -1 an. Auf der Abszisse ist die Anzahl der benötigten Interferogramme aufgetragen.

$$P(x) = (x - 1)(x + 1)^q(x - i)^p. \quad (3.20)$$

Die Gesamtzahl der benötigten Interferogramme beträgt hier $M = p + q + 2$. In Abb. 3.6 ist a für 14 verschiedene Algorithmen mit $p \geq 2$ und $q \leq p$ aufgetragen. p und q sind für jeden einzelnen angegeben.

Die durchgezogene Linie repräsentiert $1/\sqrt{M}$, den theoretisch kleinsten Wert für a , der dann erzielt wird, wenn alle Intensitäten mit gleichen Koeffizienten in die Berechnung von ϕ^* eingehen. Dieser Wert wird jedoch nur von den sog. *DFT*-Algorithmen (von engl.: *Discrete Fourier Transform*) erreicht [Sur97], die keinerlei Fehlerkorrektur besitzen und deshalb nicht weiter behandelt werden.

Zum Hariharan-Algorithmus mit $(p, q) = (2, 1)$ gehört ein a von 0,468, zu dem im vorigen Kapitel konstruierten Zhang-Algorithmus mit dem Index $(3, 2)$ ein a von 0,451. Letzterer besitzt also nicht nur eine geringere Anfälligkeit für systematische Fehler, sondern ist auch robuster gegenüber zufälligen Fehlern. Daß das nicht immer so ist, wird am $(5, 5)$ -

Algorithmus deutlich. Zwar unterdrückt dieser Phasenschiebungsfehler bis zur vierten Ordnung, auch in Anwesenheit einer zweiten Harmonischen, er liefert jedoch mit $a = 0,608$ deutlich schlechtere Ergebnisse bei verrauschten Aufnahmen.

Bei der Wahl des „besten“ Algorithmus müssen also die speziellen Fehlerquellen des jeweiligen Interferometers berücksichtigt werden. Will man große systematische und große zufällige Fehler gleichzeitig unterdrücken, muß man einen Algorithmus mit guter Korrektur systematischer Fehler wählen und über viele solcher Messungen mitteln.

3.3 UHV-Fizeau-Interferometer

Die PSI ist ein leistungsfähiges Verfahren, mit dem optische Wegdifferenzen auf wenige Å genau bestimmt werden können. Um diese Auflösung auch bei der Vermessung von atomar sauberen Oberflächen im UHV erreichen zu können, muß bei herkömmlichen Systemen das Vakuumfenster exakt kalibriert werden. Das kommt daher, daß sich bei diesen Interferometern das Fenster im Strahlengang zwischen Objekt und Referenzfläche befindet. Eine Kalibrierung ist schwierig, da sich das Vakuumfenster durch den Druckunterschied deformiert und Variationen des Brechungsindex und spannungsinduzierte Doppelbrechung auftreten können.

Bei dem hier vorgestellten Interferometer besteht dieses Problem nicht, denn im Gegensatz zu kommerziellen Geräten befindet sich die Referenzfläche des Interferometers im Vakuum. In Kombination mit einem durchstimmbaren Laser als Phasenschieber wird so eine einfache und extrem genaue berührungsfreie Messung von Oberflächen möglich.

3.3.1 Aufbau

Beim Design eines Interferometers für die PSI stellt sich als erstes die Frage nach der Realisierung der Phasenschiebung. Gemäß Gl. 3.5 und Gl. 3.6 gibt es dafür zwei verschiedene Möglichkeiten. Die eine besteht darin, den Abstand zwischen Objekt und Referenzfläche zu verändern. Bei der anderen wird die Wellenlänge der Lichtquelle variiert. Wir haben uns für die zweite Möglichkeit entschieden, da hier eine sehr homoge-

ne Phasenschiebung über die gesamte Apertur möglich ist. Gleichzeitig kommt das Interferometer dann ohne bewegte Teile aus, wodurch Vibrationen vermindert werden.

Als durchstimmbare Lichtquelle wird ein gitterstabilisierter Diodenlaser in Littrow-Konfiguration verwendet [Ric95]. Bei dieser Art Laser trifft der Strahl, nachdem er die Laserdiode verlassen hat, auf ein Reflexionsgitter. Die erste Beugungsordnung wird in die Diode zurückreflektiert, die nullte ausgekoppelt. Die Stellung des Gitters kann über einen Piezotranslator verändert werden. Damit stehen drei Parameter zur Verfügung, um die Frequenz des Lasers durchzustimmen: die Temperatur des Lasers, der Strom durch die Laserdiode sowie die Spannung am Piezotranslator. In unserem Fall wird die Temperatur über ein Peltierelement konstant gehalten, und Diodenstrom und Piezospannung werden gleichzeitig geändert. Auf diese Weise kann der Laser modensprungfrei über einen Bereich von einigen 10 GHz durchgestimmt werden.

In Abb. 3.7 ist der optische Aufbau des Interferometers zu sehen. Die gesamte Anlage befindet sich auf einem optischen Tisch, der durch Druckluftfüße mechanisch vom Boden isoliert ist. Sämtliche Komponenten hinter der Faser einschließlich der Vakuumkammer sind zusätzlich auf einer schwingungsdämpfenden Platte montiert, die auf Vitonringen gelagert ist. Ein Großteil der Optik nach der Faser wird durch eine Plexiglashaube, die unter leichtem Überdruck steht, vor Staub geschützt.

Der Diodenlaser mit einer Hitachi *HL7851G* Laserdiode emittiert Licht der Wellenlänge 786 nm. Hinter dem optischen Isolator mit 60 dB und dem anamorphen Prismenpaar steht ein Strahl mit kreisförmigem Querschnitt zur Verfügung, der bei einem Diodenstrom von 71 mA eine Leistung von 10,5 mW hat.

Durch ein Kombination von $\lambda/2$ -Platten und Polarisationsstrahlteilern (PST) wird der Laser in die drei Teilstrahlen **A**, **B** und **C** aufgespalten.

Strahl A wird benutzt, um bei der richtigen Laserfrequenz einen Trigger für die CCD-Kamera auszulösen. Dazu wird der Strahl in ein nicht-konfokales Etalon eingekoppelt. Es besteht aus zwei Spiegeln mit einem Krümmungsradius von 250 mm und einem Reflexionsgrad von 99,5 %, die im Abstand von ca. 10 cm montiert sind. Der Abstand kann über eine Mikrometerschraube so justiert werden, daß die optische Wegdifferenz bei einem Umlauf genau viermal so groß ist wie die im Interferometer.

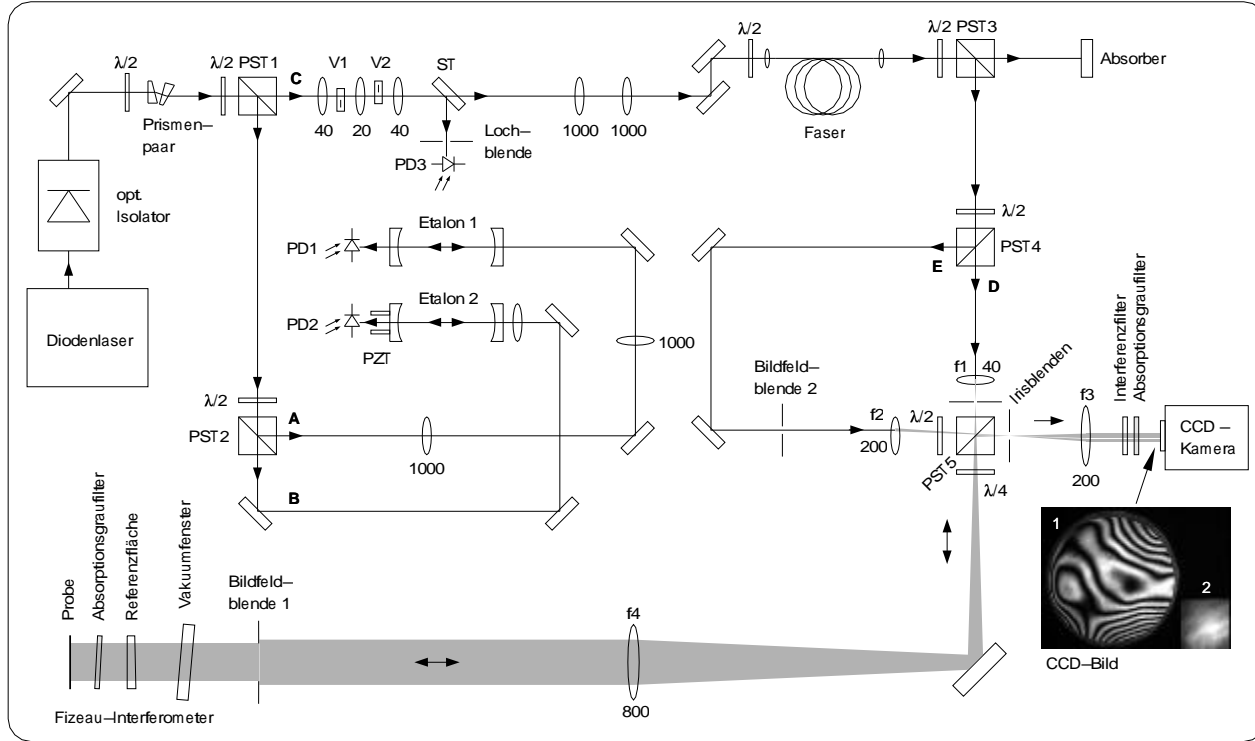


Abb. 3.7: Optischer Aufbau des UHV-Fizeau-Interferometers (schematisch). $\lambda/2$, $\lambda/4$: Verzögerungsplatten; (P)ST: (Polarisations-)Strahlteiler; PD: schnelle Photodiode; PZT: Piezotranslator; V: mechanischer Verschluss. Die Zahlen an den Linsen geben deren Brennweite in mm an.

Dann haben zwei aufeinander folgende longitudinale Moden eine Frequenzdifferenz, die gemäß Gl. 3.6 zu einer Phasenschiebung von exakt $\pi/2$ führt.

Strahl B dient dazu, die Modenstruktur des Diodenlasers sichtbar zu machen. Dafür wird ein zweites Etalon verwendet, dessen Länge über einen Piezotranslator ständig verändert wird.

Strahl C wird in eine polarisations- und modenerhaltende Faser eingekoppelt, um ein gleichmäßiges, Gauß-förmiges Strahlprofil zu erhalten. Dabei gehen ca. 30 % der Lichtleistung verloren. Um Aufnahmen mit einer Belichtungszeit von unter 20 ms zu machen, müssen an dieser Stelle zwei mechanische Verschlüsse in den Strahlengang gebracht werden, denn kürzere Verschlusszeiten sind mit der CCD-Kamera nicht möglich. Die Belichtungszeit kann über Photodiode 3 kontrolliert werden.

Über die Orientierung der $\lambda/2$ -Platte vor PST 3 kann die Intensität des Laserlichts variiert werden, überschüssige Lichtleistung wird am Absorber deponiert. An PST 4 wird der Strahlengang erneut in die Strahlen **D** und **E** geteilt.

Strahl D wird über ein Teleskop aus den Linsen f_1 und f_4 zu einem Strahl von ca. 50 mm Durchmesser aufgeweitet. Dabei durchläuft der Strahl den PST 5 ungestört und wird an der nachfolgenden $\lambda/4$ -Platte zirkular polarisiert. An der Bildfeldblende 1 wird ein Bereich mit einem Durchmesser von 25,4 mm aus der Mitte des Strahls herausgeschnitten und durch das Vakuumfenster in das Fizeau-Interferometer geschickt. 4 % der Intensität werden direkt an der Referenzfläche zurückreflektiert. Sie bilden die Referenzwelle. Die Objektwelle entsteht durch Reflexion an der Probe (Reflexionsgrad ca. 30 %) und durchläuft den Absorptionsgraufilter (Absorptionsgrad 35 %) zweimal. Der Absorptionsgraufilter wird zur Unterdrückung von Vielstrahlinterferenzen und zur Kontrastoptimierung benutzt, wenn die Probe einen hohen Reflexionsgrad besitzt [Har98]. Er wurde so dimensioniert, daß Objekt- und Referenzwelle in etwa die gleiche Intensität haben. Das Interferogramm wird über ein Tandemobjektiv aus den Linsen f_4 und f_3 verkleinert auf die CCD-Kamera abgebildet. Bei einem Tandemobjektiv befindet sich das Objekt in der vorderen Brennebene der ersten und das Bild in der hinteren Brennebene der zweiten Linse. Der Abbildungsmaßstab ergibt sich aus dem Quotienten der Brennweiten, hier also $f_3/f_4 = 1:4$. Auf seinem Weg zur CCD-Kamera passiert der in sich zurück reflektierte Strahl aus dem

Interferometer erneut die $\lambda/4$ -Platte. Danach ist er wieder linear polarisiert, jedoch mit einer um 90° gedrehten Polarisationsachse. Deshalb wird er jetzt am PST 4 vollständig in Richtung Kamera reflektiert. Direkt vor der CCD-Kamera befinden sich ein Interferenz- und ein zweiter Absorptionsgraufilter. Sie dienen dazu, das Interferometer unempfindlich gegen Umgebungs- und Streulicht zu machen.

Beim Durchstimmen des Diodenlasers ändert sich nicht nur die Frequenz, sondern auch die Intensität des Strahls. Um Artefakte aus diesem Effekt zu eliminieren, wird die mittlere Intensität des Lasers während jeder Aufnahme bestimmt. Dazu werden Interferogramm und Strahlprofil gleichzeitig gemessen:

Strahl E, dessen Intensitätsverhältnis zu Strahl D mit der $\lambda/2$ -Platte vor PST 4 eingestellt werden kann, wird durch die Bildfeldblende 2 geschickt. Diese besitzt eine quadratische Öffnung mit einer Kantenlänge von 2,2 mm. Die Blende wird durch ein zweites Tandemobjektiv aus f2 und f3 im Maßstab 1:1 auf den Sensor der Kamera abgebildet. Damit PST 4 ungestört passiert werden kann, wird vorher die Polarisationsrichtung durch eine $\lambda/2$ -Platte entsprechend gedreht. Die beiden Irisblenden dienen zum Ausblenden von Streustrahlung.

Das CCD-Kamera-System (*LightStar 2*, LaVision) besitzt einen sog. *Frame-Transfer-Sensor* mit 288×384 Bildpunkten auf einer Fläche von $6,6 \times 8,8 \text{ mm}^2$. Der Sensor hat bei 780 nm eine Quanteneffizienz von 38 %. Er kann mit 14 Bit Tiefe bei einer Bildrate von 10 Hz ausgelesen werden. Die Fehler in der Linearität sind kleiner als 1 %. Die Kamera zeichnet sich vor allem durch die hohe Kapazität ihrer Bildpunkte aus: Ein Punkt kann über 10^6 Elektronen aufnehmen. Damit kann das Poissonrauschen bei voller Aussteuerung auf unter 0,1 % gedrückt werden. Um Interferenzen durch Reflexionen innerhalb der Kamera zu vermeiden, wurde ein Keil direkt auf das Deckgläschen des Sensors gekittet und das Eintrittsfenster der Kamera durch ein keilförmiges Substrat ersetzt.

Das laterale Auflösungsvermögen der Apparatur wird durch die Größe der Bildpunkte der Kamera begrenzt. Bei einem Abbildungsmaßstab von 1:4 und einer Kantenlänge von $23 \mu\text{m}$ beträgt die laterale Auflösung $92 \mu\text{m}$. Für die Rekonstruktion eines Objektes mit 25,4 mm Durchmesser stehen dann fast 60.000 Stützpunkte zur Verfügung.

Rechts unten in Abb. 3.7 ist ein mit der CCD-Kamera aufgenommenes Bild zu sehen. Bereich 1, dessen runde Konturen durch Bildfeldblende 1 gebildet werden, enthält das Interferogramm. Bereich 2 zeigt das Strahlprofil zum Zeitpunkt der Aufnahme. Es wird durch Bildfeldblende 2 begrenzt. Durch eine Mittelung über die Bildpunkte aus Bereich 2 läßt sich die Intensität des Lasers sehr genau bestimmen. Die Interferogramme können nun vor der Auswertung durch einen der Algorithmen auf diese Intensität normiert werden.

Das hier präsentierte Interferometer unterscheidet sich von denen aus unseren früheren Veröffentlichungen durch einige Verbesserungen. Gegenüber [Kai01] konnte die Genauigkeit der Phasenschiebung durch ein weiteres Etalon, das als Frequenznormal benutzt wird, optimiert werden. Dadurch erübrigt sich eine Frequenz-Kalibrierung des Diodenlasers, und das zusätzliche Interferometer aus zwei Referenzflächen kann entfallen. Im Gegensatz zu [Mai01] sind nun auch Belichtungszeiten unter 20 ms möglich. Das wurde durch den Einsatz der mechanischen Verschlüsse erreicht. Das als Frequenznormal verwendete Etalon muß sich dafür vor der Faser befinden.

Vakuumeinsatz

In Abb. 3.8 ist ein Schnitt durch das UHV-taugliche Fizeau-Interferometer zu sehen. Es ist für den senkrechten Einbau an einem DN 160 CF-Flansch konzipiert. Die Probe kann einfach auf das Interferometer gelegt werden, während die Laserstrahlung von unten durch das Vakuumfenster in das Interferometer gelangt. Das eigentliche Interferometer wird aus der Oberseite der Referenzfläche und der Unterseite der Probe gebildet. Der Absorptionsgraufilter dient - wie bereits erwähnt - dazu, die in einem Fizeau-Interferometer unvermeidlichen Vielstrahlinterferenzen zu unterdrücken und den Kontrast der Interferogramme zu erhöhen. Referenzfläche und Graufilter werden im unteren Teller gehalten, die Probe liegt auf dem oberen auf. Beide Teller können unabhängig voneinander um zwei Achsen verkippt werden. Sie liegen jeweils auf drei Punkten auf, von denen zwei über Lineardurchführungen nach außen geführt werden.

Das Vakuumfenster besitzt optische Qualität und ist antireflexbeschichtet. Fenster und Graufilter werden verkippt eingebaut, die Referenzfläche ist ein keilförmiges Substrat mit beschichteter Unterseite. Durch diese Maßnahmen können störende Reflexe ausgeblendet werden. Die Funktion des Gewichtes wird in Kap. 5.1 erläutert.

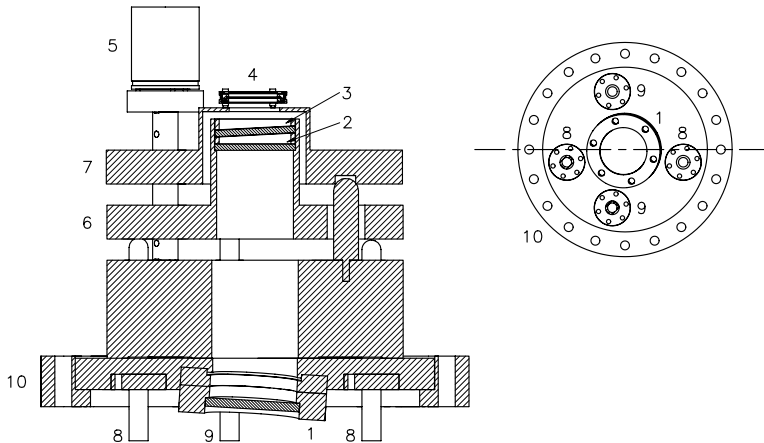


Abb. 3.8: Schnitt durch den Interferometer-Vakuumeinsatz. Rechts ist eine verkleinerte Ansicht von unten zu sehen, hier ist die Position des Schnittes gestrichelt eingezeichnet. 1: Vakuumfenster (DN 40 CF); 2: Referenzfläche; 3: Absorptionsgraufilter; 4: Probe mit Halter; 5: Gewicht; 6 (7): unterer (oberer) Teller; 8 (9): Lineardurchführungen (DN 16 CF) für die Auflagepunkte des unteren (oberen) Tellers; 10: Drehflansch (DN 160 CF).

Steuerelektronik

Die Elektronik dient zum Durchstimmen des Diodenlasers, zur Detektion der aktuellen Phase und zum Triggern des CCD-Kamera-Systems. Die Lasersteuerung und der Komparator wurden eigens für diesen Zweck entwickelt. Ihre Funktionsweise wird in [Mai01] näher erläutert.

Der Aufbau ist im Blockdiagramm in Abb. 3.9 skizziert. Eine neue Messung beginnt damit, daß der Impulsgenerator 1 (*9300 Series*, Quantum Composers) einen TTL-Impuls an den PC schickt, der die CCD-Kamera steuert. Dadurch wird signalisiert, daß das nächste Bild das erste einer Sequenz aus fünf bzw. sieben Einzelbildern ist. So viele werden für den Hariharan- bzw. den Zhang-Algorithmus benötigt (vgl. Kap. 3.2.1). Über einen zweiten Kanal wird gleichzeitig der Funktionsgenerator (*33120A*, Hewlett Packard) gestartet. Dieser läuft im Einzeltriggenmodus und er-

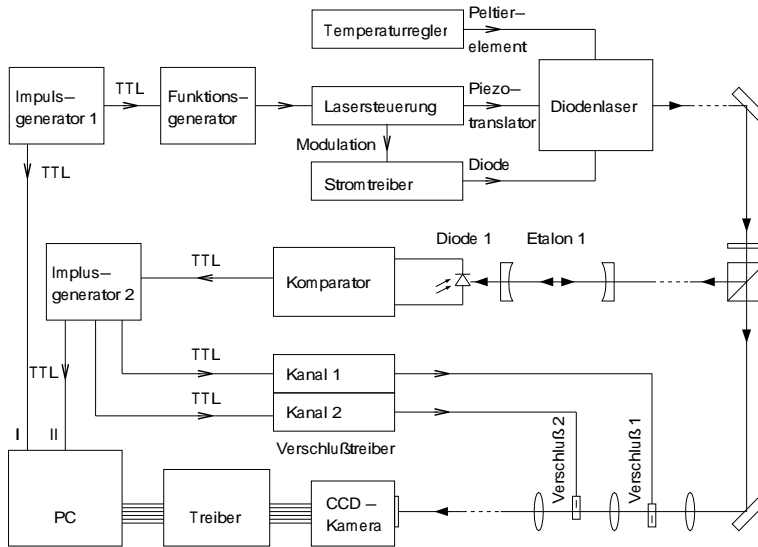


Abb. 3.9: Blockdiagramm der Steuerelektronik. Elektrische Verbindungen werden durch einen offenen Pfeil (\rightarrow), optische durch einen geschlossenen Pfeil (\dashrightarrow) symbolisiert. I: Triggerung einer neuen Messung; II: Triggerung eines Einzelbildes.

zeugt pro externem Trigger eine Dreieckswellenform, die an den Eingang der Lasersteuerung gelangt. Hier wird der Piezotranslator, der das Gitter des Diodenlasers verstellt, über einen integrierten Hochspannungsverstärker geregelt. Dabei wird zusätzlich der Strom durch die Laserdiode moduliert. Der Stromtreiber (*DC 100*, Toptica) besitzt dafür einen eigenen Eingang. Die Temperatur des Lasers wird mit einem Peltier-element konstant gehalten. Mit diesem Aufbau kann der Diodenlaser kontinuierlich durchgestimmt werden.

Der Laserstrahl, dessen Frequenz sich mit der Zeit verändert, wird in das Etalon 1 eingekoppelt. Es besitzt einen freien Spektralbereich von 1,5 GHz, d.h. die Intensität im Resonator - und damit auch die an der Photodiode - steigt alle 1,5 GHz sprunghaft an. Da das Etalon exakt viermal so lang ist wie das Interferometer, entsprechen 1,5 GHz einer Phasenschiebung von $2\pi/4 = \pi/2$, und man kann das Signal der Diode 1

zur Triggerung eines Einzelbildes verwenden. Der Photostrom der Diode wird permanent vom Komparator gemessen. Steigt er über einen einstellbaren Schwellenwert, wird ein TTL-Impuls erzeugt. Dieser Trigger wird über einen zweiten Impulsgenerator an den PC weitergegeben. Der zweite Impulsgenerator übernimmt gleichzeitig die Steuerung der Belichtung über einen Verschlüßtreiber, wenn die Belichtungszeit unter 20 ms liegt. Ein Bild beginnt mit dem Öffnen von Verschlüß 1 und endet mit dem Schließen von Verschlüß 2. Die Verschlüsse besitzen eine Reaktionszeit zwischen 1 und 1,5 ms und eine Schaltzeit von 100 μ s. Damit lassen sich Belichtungszeiten von 1 ms problemlos realisieren. Eine komplette Messung mit 7 Einzelbildern dauert weniger als 1 s.

Da die Frequenz des Lasers während der Aufnahme eines Bildes nicht konstant bleibt, ist Gl. 3.2 zu modifizieren. Ändert sich die Phase während der Belichtung um Δ , gilt für die Intensität eines Interferogramms:

$$\begin{aligned}
 I_n(x, y) &= \frac{1}{\Delta} \int_{n\alpha - \Delta/2}^{n\alpha + \Delta/2} \hat{I}(x, y) (1 + \gamma(x, y) \cos(\phi(x, y) + \delta)) d\delta \\
 &= \hat{I}(x, y) (1 + \gamma'(x, y) \cos(\phi(x, y) + n\alpha))
 \end{aligned} \tag{3.21}$$

mit

$$\gamma'(x, y) = \text{sinc}(\Delta/2) \gamma(x, y). \tag{3.22}$$

Ein Vergleich mit Gl. 3.2 zeigt, daß das Durchstimmen lediglich zu einem Kontrastverlust führt. Der Hariharan- und der Zhang-Algorithmus können daher weiter verwendet werden. Man kann Gl. 3.2 als Grenzfall für $\Delta \rightarrow 0$ betrachten, da $\lim_{x \rightarrow 0} \text{sinc}(x) = 1$ ist. Bei einer Belichtungszeit von 20 ms und einer Rate von 12 GHz/s $\hat{=} 4\pi$ /s beträgt Δ gerade 0,25 rad. Dadurch verringert sich der Kontrast um nur 0,3 %.

3.3.2 Fehleranalyse

Im folgenden soll die Genauigkeit des in dieser Arbeit verwendeten Phasenschiebungs-Interferometers untersucht werden. Dazu sind zunächst

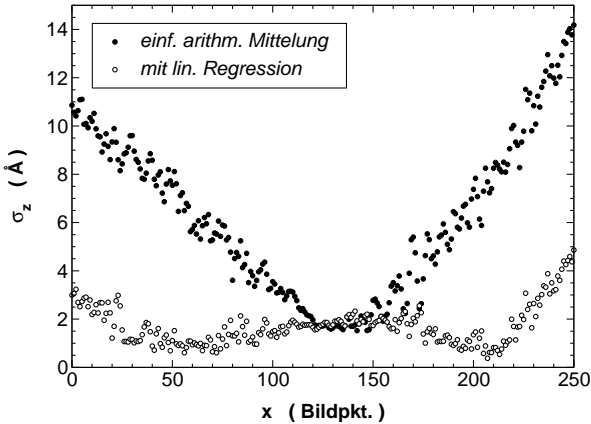


Abb. 3.10: Standardabweichung des Mittelwertes für eine Mittelung über 100 Einzelmessungen mit und ohne linearem Untergrund im Profil.

drei Fehlerarten zu unterscheiden: zufällige Fehler, die die Reproduzierbarkeit einer Messung beschreiben, systematische Fehler bei der Phasenrekonstruktion und Fehler, die durch den Einsatz einer nicht perfekten Referenzfläche entstehen.

Die Meßdaten zur Reproduzierbarkeit und zur Abschätzung der systematischen Fehler stammen von einem dünnen Si-Streifen, der an beiden Enden lose auflag. Es wurden jeweils sieben Interferogramme mit $\alpha = \pi/2$ aufgenommen und zur Rekonstruktion der Zhang-Algorithmus benutzt. Für die Kalibrierung der Referenzfläche und des Absorptionsgraufilters wurde der Hariharan-Algorithmus verwendet.

Zufällige Fehler

Abb. 3.10 zeigt die Standardabweichung des Mittelwertes entlang einer Zeile der CCD-Kamera für eine Mittelung über 100 Einzelmessungen. Da jede Messung sieben Interferogramme benötigte, mußten dafür insgesamt 700 Bilder aufgenommen und ausgewertet werden. Betrachtet man zunächst die Punkte, die bei einer einfachen arithmetischen Mittelung der rekonstruierten Oberflächen entstehen, erkennt man, daß die Werte tendenziell linear von der Mitte zum Rand hin zunehmen. Das

ist darauf zurückzuführen, daß sich die Probe im Laufe der 100 Messungen verkippt hat. Entweder ist sie im Halter verrutscht, oder der Halter hat sich - z.B. aufgrund thermischer Driften der Auflagepunkte - selbst verkippt.

Die Verkipfung kann jedoch durch das Abziehen eines für jede Einzelmessung verschiedenen linearen Untergrundes entfernt werden. Dieser läßt sich durch lineare Regression leicht bestimmen. Dann ergibt sich die zweite Kurve in Abb. 3.10. Hier erkennt man, daß die tatsächlichen zufälligen Fehler am Rand der Probe deutlich kleiner sind, als es eine einfache arithmetische Mittelung vermuten läßt. Der verbleibende Fehler setzt sich im wesentlichen aus zwei Anteilen zusammen: Zum einen aus dem Poissonrauschen der Laserintensität. Dieses nimmt zum Rand hin zu, da die Intensität hier abnimmt. Zum anderen aus den Vibrationen der Probe. Dieser Anteil steigt zur Mitte hin an, da hier die Schwingungsamplitude am größten ist. Am Rand dominiert also das Poissonrauschen, die Messung erfolgt hier an der Schrotrauschgrenze. In der Mitte dominieren dagegen die Vibrationen als Fehlerquelle.

Die Standardabweichung des Mittelwertes bei einer Mittelung über 100 Messungen liegt in der Größenordnung von 2-3 Å. Bei einer Einzelmessung ist dieser Fehler um Faktor $\sqrt{100}=10$ größer. Legt man die doppelte Standardabweichung zu Grunde, beträgt der zufällige Fehler einer Einzelmessung demnach ± 5 nm.

Systematische Fehler

Im wesentlichen gibt es zwei Quellen systematischer Fehler: Ungenauigkeiten beim Einstellen der Phasenschiebung und höhere Harmonische im Interferenzsignal. Um die erstere zu minimieren, ist eine sorgfältige Kalibrierung des Phasenschiebers unumgänglich. Im Falle des hier verwendeten nicht-konfokalen Etalons muß die Länge des Resonators über eine Mikrometerschraube so justiert werden, daß zwei benachbarte longitudinale Moden einen Frequenzabstand haben, der zu einer Phasenschiebung von exakt $\pi/2$ führt. Am einfachsten gelingt dies über den Vergleich zweier Interferogramme, die um ein ganzzahliges Vielfaches von 2π in der Phase gegeneinander verschoben wurden. Dann müssen die Positionen der Maxima und Minima der Interferenzstreifen genau aufeinander liegen.

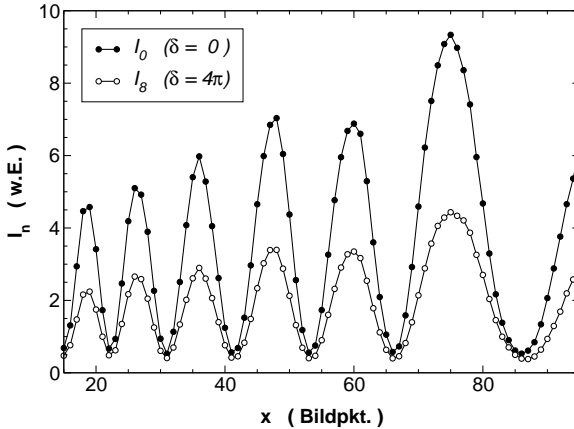


Abb. 3.11: Schnitt durch zwei Interferenzmuster mit einer Phasenschiebung von 4π bei guter Kalibrierung des Phasenschiebers.

Das Ergebnis einer solchen Kalibrierung ist in Abb. 3.11 gezeigt. Hier ist ein Schnitt durch sechs Interferenzstreifen zu sehen. Man erkennt, daß sich die Intensitäten der Interferogramme I_0 und I_8 um mehr als Faktor 2 unterscheiden. Das ist darauf zurückzuführen, daß sich die Ausgangsleistung des Diodenlaser beim Durchstimmen verändert. Die Phasen der beiden Interferogramme unterscheiden sich um 4π . Mit dieser Kalibrierungsmethode lassen sich lineare Phasenschiebungsfehler auf ca. 20 mrad reduzieren.

Die gleiche Größenordnung haben Phasenschiebungsfehler höherer Ordnungen. Sie entstehen durch Nichtlinearitäten beim Durchstimmen des Diodenlasers. Bei einer Belichtungszeit von 20 ms und einer Durchstimmrate von $12 \text{ GHz/s} \hat{=} 4\pi/\text{s}$ ändert sich die Phase während einer Aufnahme um 0,25 rad, d.h. die mittlere Phasenschiebung eines Bildes unterscheidet sich um $0,25 \text{ rad}/2 = 0,125 \text{ rad}$ von der Phasenschiebung, bei der der Trigger ausgelöst wurde. Nimmt man Nichtlinearitäten in der Größenordnung von 10 % an, beträgt der Fehler damit zwischen 10 und 15 mrad. Will man diesen Fehler reduzieren, ohne die Dauer der gesamten Messung zu verlängern, muß man die Belichtungszeit verkürzen. Bei Belichtungszeiten von wenigen ms nehmen jedoch die zufälligen Fehler stark zu. Das ist darauf zurückzuführen, daß sich die Vibrationen der Probe bei kurzen Belichtungszeiten schlechter herausmitteln. Es zeigt

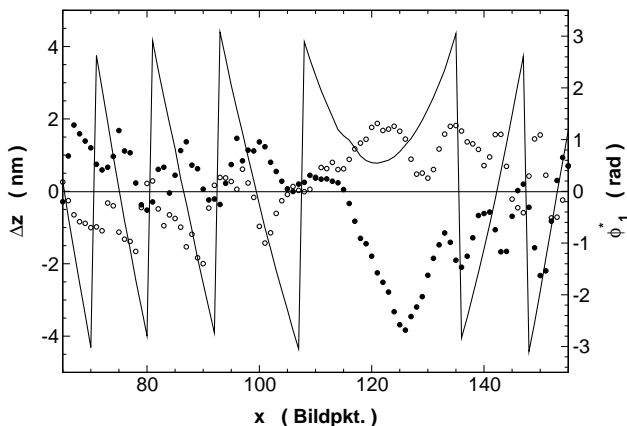


Abb. 3.12: Ergebnis der Rekonstruktion für $n = 0, \dots, 6$ (ϕ_0^*), $n = 1, \dots, 7$ (ϕ_1^*) und $n = 2, \dots, 8$ (ϕ_2^*). Die durchgezogene Linie gehört zu ϕ_1^* (rechte Skala). Auf der linken Skala ist die Differenz zwischen ϕ_0^* und ϕ_1^* bzw. ϕ_2^* und ϕ_1^* in nm aufgetragen. Zu $\phi_0^* - \phi_1^*$ ($\phi_2^* - \phi_1^*$) gehören die gefüllten (leeren) Kreise.

sich, daß bei Verschußzeiten von 20 ms ein guter Kompromiß zwischen zufälligen Fehlern und Phasenschiebungsfehlern erzielt werden kann.

Doch wie groß sind die systematischen Fehler, die sich bei der Rekonstruktion eines Objektes ergeben? Diese Frage ist schwierig zu beantworten. Dennoch können die systematischen Fehler abgeschätzt werden, wenn man annimmt, daß sie mit der doppelten Frequenz der Interferenzstreifen auftreten [Gre92]. Dann wird der Unterschied zwischen zwei Messungen am größten, wenn sich ihre Phasenschiebungen um $\pi/2$ unterscheiden.

Dazu wurden neun Interferogramme ($n = 0, \dots, 8$) mit $\alpha = \pi/2$ aufgenommen. Die Oberfläche wurde dann dreimal separat rekonstruiert: Für $n = 0, \dots, 6$ (ϕ_0^*), $n = 1, \dots, 7$ (ϕ_1^*) und $n = 2, \dots, 8$ (ϕ_2^*). ϕ_1^* ist in Abb. 3.12 als durchgezogene Linie eingezeichnet. Wie erwartet sind $\phi_0^* - \phi_1^*$ und $\phi_2^* - \phi_1^*$ stark mit ϕ_1^* korreliert. Außerdem gilt $|\phi_0^* - \phi_1^*| \approx |\phi_2^* - \phi_1^*|$. Aus Abb. 3.12 lassen sich die systematischen Fehler großzügig mit ± 4 nm abschätzen.

Nimmt man statt 9 Interferogrammen 11 auf und wiederholt die obige Auswertung für $n = 0, \dots, 8$, $n = 1, \dots, 9$ und $n = 2, \dots, 10$ mit dem (4,3)-Algorithmus (vgl. Kap. 3.2.2), läßt sich dieser Fehler trotz einer besseren Unterdrückung von Phasenschiebungsfehlern höherer Ordnungen nicht weiter verkleinern. Der Ursprung der gemessenen systematischen Fehler liegt demnach nicht in Phasenschiebungsfehlern, sondern in der zweiten Quelle von systematischen Fehlern, den höheren Harmonischen im Interferenzsignal.

Sollen die systematischen Fehler weiter reduziert werden, muß man Algorithmen mit kleinerem α verwenden, z.B. $\alpha = \pi/3$. Dazu muß ein längeres nicht-konfokales Etalon verwendet werden.

Kalibrierung der Referenzfläche und des Absorptionsgraufilters

Der Grund für die dritte Fehlerquelle liegt in Gl. 3.4 und in den Inhomogenitäten der optischen Komponenten im Interferometer. Aus der Phase kann stets nur die Wegdifferenz zwischen Probe und Referenzfläche ermittelt werden. Soll die absolute Form der Probe gemessen werden, muß die Wellenfrontdeformation aller Komponenten im Interferometer bekannt sein. Dann kann dieser Fehler durch einfache Subtraktion eliminiert werden.

Es gibt eine Reihe von Verfahren, um optische Komponenten in Transmission oder Reflexion absolut zu vermessen [Gre92, Har97, Sha92, Ai91]. Eine häufig verwendete Methode ist der Drei-Flächen-Absoluttest, der drei Flächen in verschiedener Orientierung miteinander vergleicht. Hier wird ein einfacherer Weg beschritten, bei dem die Wellenfrontdeformation durch Referenzfläche und Absorptionsgraufilter *in situ* bestimmt werden kann. Dazu wird die Probe durch einen Spiegel mit guter optischer Qualität ersetzt, dessen Durchmesser doppelt so groß wie die zu kalibrierende Apertur ist. Wird dieser Spiegel n -mal vermessen, wobei er zwischen jeder Messung zufällig gedreht und verschoben wird, erhält man durch Mittelung einen Standard, der \sqrt{n} -mal ebener ist als der Spiegel.

Hier wird ein Spiegel mit einem Durchmesser von 2 Zoll verwendet, dessen Ebenheit über die gesamte Oberfläche mit $\lambda/10$ spezifiziert ist. Nimmt man an, daß sich dieser Wert in einem 1 Zoll großen Ausschnitt halbiert, ergibt sich bei 100 Messungen ein Standard mit einer 20-mal

besseren Oberflächenqualität. Jede Messung wird zehnmals wiederholt, um zufällige Fehler besser zu unterdrücken. Das Ergebnis einer solchen Kalibrierung ist im Konturdiagramm in Abb. 3.13 zu sehen. Die Fehler durch Referenzfläche und Absorptionsgraufilter betragen über die gesamte Apertur gut 50 nm, was innerhalb der von den Herstellern angegebenen Toleranzen liegt.

Welcher Fehler bleibt übrig, nachdem man die Werte aus Abb. 3.13 von ϕ^* abgezogen hat? Die Standardabweichung des Mittelwertes bei einer Mittelung über die 100 Messungen ist in Abb. 3.14 aufgetragen. Sie ist am Rand am größten und beträgt dort bis zu 12 nm. Die trichterförmige Struktur ergibt sich dadurch, daß der Spiegel bei jeder der 100 Messungen gedreht und das Interferometer neu justiert - also verkippt - wurde. Sie kann analog zu Abb. 3.10 durch lineare Regression entfernt werden. Dann ergibt sich mit der zweifachen Standardabweichung des Mittelwertes ein Fehler, der maximal $\pm 5 \text{ \AA}$ beträgt.

Da die systematischen Fehler mit der Phase korreliert sind, werden sie bei einer Mittelung über 100 verschiedene Messungen um Faktor $\sqrt{100}$ reduziert. Sie betragen dann nur noch $\pm 4 \text{ \AA}$. Weil jede Messung zehnmal wiederholt wurde, verkleinern sich die zufälligen Fehler sogar um $\sqrt{1000}$, und man erhält $\pm 1,6 \text{ \AA}$. Der Standard hat demnach eine Oberflächenqualität von $\pm \sqrt{(5 \text{ \AA})^2 - (4 \text{ \AA})^2} = \pm 2,5 \text{ \AA}$.

Gesamtfehler

Für eine Einzelmessung beträgt der zufällige Fehler $\pm 5 \text{ nm}$ und ist damit größer als der systematische Fehler mit $\pm 4 \text{ nm}$. Durch eine Mittelung über 10 (100) solcher Messungen kann der zufällige Fehler jedoch auf $\pm 1,6 \text{ nm}$ ($\pm 0,5 \text{ nm}$) reduziert werden. Der Fehler bei der Kalibrierung von Referenzfläche und Absorptionsgraufilter ist der kleinste. Er beträgt lediglich $\pm 0,5 \text{ nm}$. Nach dem Fehlerfortpflanzungsgesetz ergibt sich aus diesen drei Fehlerquellen für eine Einzelmessung ein Gesamtfehler von gut $\pm 6 \text{ nm}$. Bei einer Mittelung über 10 (100) Einzelmessungen reduziert sich der Gesamtfehler auf $\pm 4,3 \text{ nm}$ ($\pm 4,1 \text{ nm}$). Dann dominiert der systematische Fehler.

Eine Genauigkeit von gut $\pm 4 \text{ nm}$ ist für eine Messung der absoluten Oberflächenspannung nach Müller und Kern völlig ausreichend, da die Deformationen durch die Oberflächenspannung in der Größenordnung

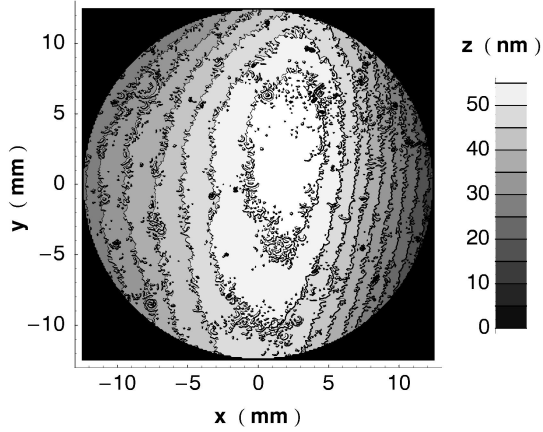


Abb. 3.13: Konturdiagramm des Fehlers, der bei einer nicht korrigierten Messung durch Inhomogenitäten von Referenzfläche und Absorptionsgraufilter auftritt.

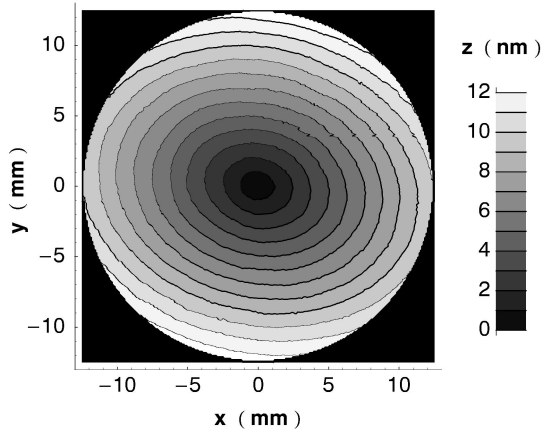


Abb. 3.14: Standardabweichung des Mittelwertes für den Fehler aus Abb. 3.13 für 100 Messungen.

3 Phasenschiebungs-Interferometrie

von einigen 100 nm liegen (s.S. 14). Wird eine höhere Genauigkeit benötigt, muß ein längeres Etalon und ein Algorithmus mit kleinerem α verwendet werden.

4 Präparation sauberer Si(111)-Oberflächen

Als Probenmaterial wurde Si(111) gewählt, da es in dieser Ebene elastisch isotrop ist und eine Präparation von nicht rekonstruierten Oberflächen erlaubt. Solche Si(111)-(1×1)-Oberflächen besitzen eine isotrope Oberflächenspannung. Beide Isotropien werden im Modell von Müller und Kern vorausgesetzt. Die dünnsten erhältlichen Si(111)-Einkristalle haben eine Dicke von 50 μm . Si(100)-Wafer sind zwar in geringeren Dicken verfügbar, sie erfahren jedoch nach dem Abheizen der H-Passivierung eine (2×1)-Rekonstruktion und können anisotrope Eigenschaften besitzen.

4.1 Zuschnitt der Proben

Das Verfahren von Müller und Kern sollte an zwei verschieden geformten Proben getestet werden. Zum einen an einem runden Plättchen mit 25,4 mm Durchmesser, zum anderen an einem schmalen Streifen mit den Kantenlängen 25,4 mm und 4,0 mm. Beide Schnittmuster sind in Abb. 4.1 dargestellt. Aus einem 2-Zoll-Wafer lassen sich zwei Scheiben bzw. zehn Streifen gewinnen. Der schraffierte Bereich kennzeichnet den Verschnitt. Sowohl die Scheiben als auch die Streifen besitzen einen Stiel mit einer Sollbruchstelle. Dadurch können sie während der H-Passivierung leichter gehandhabt werden. Der Stiel wurde beim Einbau in den Probenhalter abgebrochen. Die Sollbruchstelle in Abb. 4.1 a) ist perforiert, die in Abb. 4.1 b) wurde zur Hälfte eingesägt (gestrichelt gezeichnet).

Die verwendeten Si(111)-Einkristalle stammen von der Firma CrysTec aus Berlin. Die genauen Spezifikationen finden sich in Tab. 4.1.

Beim Schneiden der Wafer war darauf zu achten, daß sich die Proben nicht verspannen. Das kann z.B. bei der Bearbeitung mit einem gewöhnlichen Laser passieren, wenn das Material an der Schnittkante schmilzt. Die runden Proben lassen sich jedoch weder sägen noch brechen. Für den Zuschnitt dieser Proben wurde daher ein Femtosekunden-

Material / Orientierung	Si(111)
Toleranz	$< 0,5^\circ$
Dicke	$50 \mu\text{m}, +0/-15 \mu\text{m}$
Durchmesser	50,8 mm
Leitungstyp / Dotierung	N - Phosphor
spez. Widerstand	$> 1 \Omega\text{cm}$
Vorder- / Rückseite	beiseitig poliert

Tab. 4.1: Spezifikationen der verwendeten Si(111)-Einkristalle der Firma CrysTec, Berlin.

Laser benutzt, der nur minimale thermische Schäden verursacht. Durch die extrem kurzen Laserpulse kann bei dieser Technik die deponierte Energie nicht weit in das Material eindringen. Der Werkstoff schmilzt nicht, er sublimiert. Die runden Proben wurden am Laser-Zentrum-Hannover mit einem diodengepumpten Titan-Saphir-Laser (Exitech Ltd., Oxford) zugeschnitten.

Das Ausschneiden der Streifen konnte am physikalischen Institut der Universität Tübingen erfolgen. Hierfür wurde eine *DAD 321* Wafersäge der Firma Disco verwendet. Vor dem Scheiden müssen die Wafer auf eine $80 \mu\text{m}$ dicke Adhäsionsfolie aufgeklebt werden. Diese kann nach dem Sägen in einem Acetonbad entfernt werden. Anschließend müssen die Proben in Ethanol gereinigt werden. Das Sägen erfolgte bei einer Drehzahl von 30 000 Umdrehungen pro Minute und einem Vortrieb von 10 mm/s. Die Schnittbreite betrug $50 \mu\text{m}$.

Die Schnittkanten wurden mit 500-facher Vergrößerung unter einem Auflichtmikroskop untersucht. Die Ergebnisse sind in Abb. 4.2 zu sehen. Der Schnitt mit dem Femtosekunden-Laser in Abb. 4.2 a) weist keine Wülste auf. Das Material ist also tatsächlich sublimiert und nicht geschmolzen. An der Schnittkante hat sich Si-Staub abgesetzt. Dieser kann während der Reinigungsprozedur, die der H-Passivierung vorausgeht, leicht entfernt werden. Bei einem Schnitt mit der Wafer-Säge, wie er in Abb. 4.2 b) zu sehen ist, bleibt kein Staub zurück. Ansonsten ist die Schnittkante von vergleichbarer Qualität wie die in Abb. 4.2 a). Allerdings können sich beim Sägen der Proben Risse bilden. Proben mit diesem Defekt wurden aussortiert. Zum Vergleich ist in Abb. 4.2 c) noch eine Kante zu sehen, wie sie beim Brechen eines Wafers entsteht. Dieser Schnitt ist wesentlich

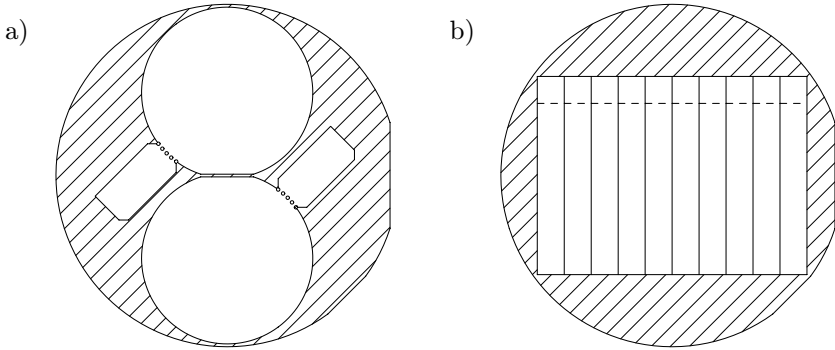


Abb. 4.1: Schnittmuster für Proben mit 25,4 mm Durchmesser (a) und für Streifen mit den Maßen $25,4 \times 4,0 \text{ mm}^2$ (b). Zeichnung nicht maßstabsgetreu.

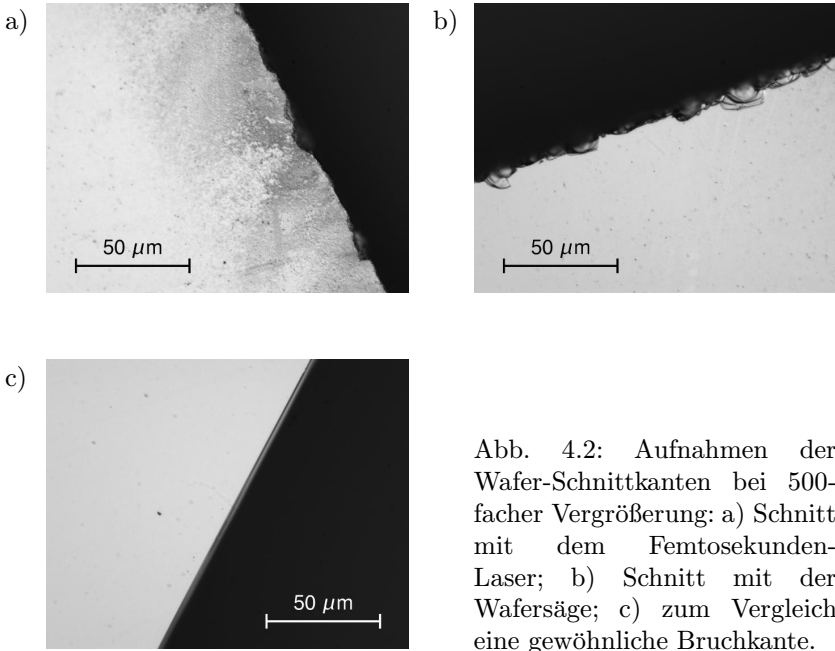


Abb. 4.2: Aufnahmen der Wafer-Schnittkanten bei 500-facher Vergrößerung: a) Schnitt mit dem Femtosekunden-Laser; b) Schnitt mit der Wafersäge; c) zum Vergleich eine gewöhnliche Bruchkante.

glatter als die beiden anderen, die Qualität der Kanten in Abb. 4.2 a) und b) ist jedoch völlig ausreichend.

Wie bereits erwähnt, besitzen die Proben eine Dicke von $50\ \mu\text{m}$, sie sind also gerade halb so dick wie ein menschliches Haar. Deshalb sind sie extrem zerbrechlich und müssen mit äußerster Vorsicht behandelt werden.

4.2 Vakuumsystem

Das Vakuumsystem besteht aus zwei Teilen: der Schleuse und der Hauptkammer. Beide werden durch ein Plattenventil voneinander getrennt. Der genaue Aufbau des Rezipienten ist in Abb. 4.3 dargestellt.

Das UHV wird in drei Stufen erreicht. Zunächst wird mit einer Drehschieberpumpe (*Trivac D4B*, Leybold Vakuum, $4,2\ \text{m}^3/\text{h}$) ein Vorvakuum von weniger als 10^{-3} mbar erzeugt. Dieser Druck kann dann mit einer Turbomolekularpumpe (*Turbovac 50*, Leybold Vakuum, $50\ \text{l/s}$) auf $5 \cdot 10^{-9}$ mbar reduziert werden. Der Druck in der Schleuse kann währenddessen mit einer Sonde (*ITR-100*, Leybold Vakuum) kontrolliert werden. Schleuse und Hauptkammer sind im Normalbetrieb durch ein Plattenventil voneinander getrennt, das nur kurz geöffnet wird, um Proben ein- oder auszuschleusen. Der Druck in der Hauptkammer beträgt weniger als $5 \cdot 10^{-11}$ mbar. Er wird über eine Ionenzerstäuberpumpe (*PID 50*, Meca 2000, $50\ \text{l/s}$) und über eine Titan-Sublimationspumpe aufrecht erhalten.

Die Titan-Sublimationspumpe wird aus einem Rohr mit 100 mm Innendurchmesser und einer Länge von 250 bis 300 mm gebildet, in dem sich drei Titanfilamente befinden. Ist der Titanfilm im Rohr gesättigt, wird er durch einen Stromstoß von 50 A und 45 s Dauer erneuert.

Bei der Aufnahme von AES-Spektren/LEED-Bildern mit dem *Spectra-lead* (Omicron) verschlechtert sich der Druck um eine Größenordnung. Er kann mit einer *Ionivac-IE-514*-Drucksonde (Leybold Vakuum) bestimmt werden. Der Meßbereich dieser Sonde reicht von $1 \cdot 10^{-4}$ bis $2 \cdot 10^{-12}$ mbar.

Die Proben wurden nach folgender Prozedur ins UHV eingeschleust: Die Schleuse wird über Nacht für mehrere Stunden bei 140°C ausgeheizt. Nachdem sie sich abgekühlt und der Druck sich bei $5 \cdot 10^{-9}$ mbar eingependelt hat, wird die Schleuse mit Stickstoff (Reinheitsgrad 4,6) geflu-

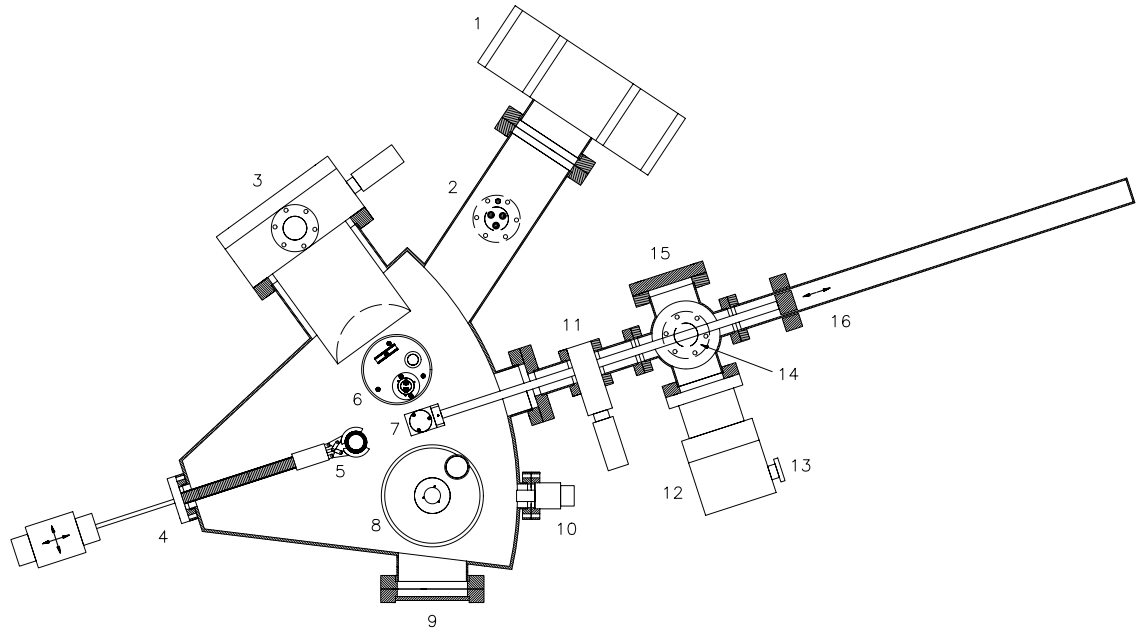


Abb. 4.3: Schematische Darstellung der Vakuumkammer. 1: Ionenzerstäuberpumpe; 2: Titan-Sublimationspumpe; 3: AES/LEED; 4: *mechanische Hand*; 5: Greifer mit Probenhalter; 6: Einsatz zum Abheizen der H-Passivierung und zur Probenanalyse (vgl. Abb. 4.4); 7: Schlitten; 8: Interferometer (vgl. Abb. 3.8); 9: Vakuumfenster; 10: Drucksensor der Hauptkammer; 11: Plattenventil; 12: Turbomolekularpumpe; 13: Anschluß für Vorvakuum (KF); 14: Drucksensor der Schleuse; 15: Blindflansch (DN 63 CF) zum Öffnen der Schleuse; 16: Transferstange.

tet. Nun kann sie geöffnet und der Probenhalter in den Schlitten gelegt werden. Ein leichter Überdruck im Inneren der Schleuse, durch den permanent Stickstoff von innen nach außen fließt, soll die Rekontamination der Schleuse im geöffneten Zustand reduzieren. Nach dem Schließen der Schleuse wird die Stickstoffatmosphäre abgepumpt und die Probe in die Hauptkammer transferiert. Dort kann sie mit einem an einer *mechanischen Hand* montierten Greifer vom Schlitten genommen werden.

Zum Abheizen der H-Passivierung (s. Kap. 4.3) müssen die Proben für 30 s auf 550°C erhitzt werden. Dafür wird eine Strahlungsheizung verwendet. Die Proben werden über vier Wolfram-Glühwendeln gelegt, die im Quadrat angeordnet sind und sich in einem Rohr befinden (s. Abb. 4.4). Durch die Anordnung der Wendeln und durch Reflexionen der Wärmestrahlung an den Wänden des Rohres ist ein gleichmäßiger Strahlungsfluß und damit eine homogene Erwärmung der Proben gewährleistet. Die Gleichgewichtstemperatur stellt sich bereits nach wenigen Sekunden ein. Um die Proben auf 550°C zu erhitzen, ist ein Heizstrom von 8,0 A nötig.

Die Bestimmung der genauen Probentemperatur während des Abheizens ist schwierig. Eine Messung mit einem Thermoelement ist ungeeignet, da der Wafer für Wärmestrahlung transparent ist. Durch das Aufkleben eines Temperatursensors würde sich lokal der Absorptionskoeffizient ändern und die Messung stark verfälschen. Eine Messung mit einem Pyrometer scheitert an der intensiven Streustrahlung in der Kammer während des Betriebs der Glühwendeln. Zur Überprüfung der Abheiztemperatur wurde daher ein anderer Weg beschritten. Er wird in [Mai01] näher beschrieben. Dabei wurde die starke Temperaturabhängigkeit der Transmission von Silizium im nahen Infrarot ausgenutzt:

Zunächst wird die Transmission bei einer Wellenlänge von 950 nm in Abhängigkeit von der Temperatur außerhalb des Vakuums gemessen. Dazu wird ein Wafer mit einem Thermoelement versehen und in einen Rohrofen geschoben. Da er sich dort im thermischen Gleichgewicht befindet, liefert diese Art der Temperaturmessung in diesem Fall zuverlässige Werte. Die Transmission wird mit einer CCD-Kamera, einem Interferenzfilter und einer Halogenlampe bestimmt.

Eine Transmissionsmessung kann auch im Vakuum durchgeführt werden. Dabei wird die Halogenlampe durch die vier Heizwendeln ersetzt. Auf diese Weise kann die Temperatur der Probe in Abhängigkeit vom Heizstrom ermittelt werden.

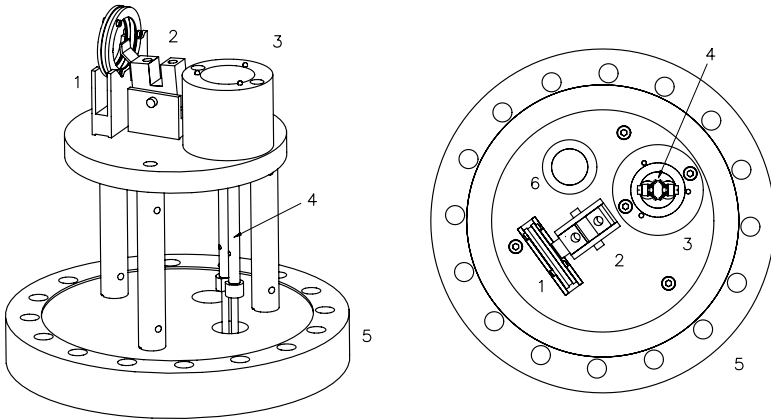


Abb. 4.4: Einsatz zum Abheizen der H-Passivierung und zur Aufnahme von AES-Spektren/LEED-Bildern. 1: Ständer für den Probenhalter während der Probenanalyse; 2: Wippe mit Kupfer-Beryllium-Feder zum Erden der Probe; 3: Rohr mit horizontaler Auflage zum Abheizen der H-Passivierung; 4: Stromdurchführung (DN 16 CF) mit Verlängerung und vier Wolfram-Glühwendeln; 5: Drehflansch (DN 100 CF); 6: zusätzliche Durchführung (DN 16 CF).

Die Wolfram-Wendeln sind Teil eines Einsatzes, der in Abb. 4.4 zu sehen ist. Neben dem Abheizen der H-Passivierung ermöglicht er eine nähere Analyse der Probenoberfläche. Die Restkontamination kann mit Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES), die Rekonstruktion der Oberfläche über die Beugung niederenergetischer Elektronen (LEED) untersucht werden. Dazu muß die Probe in den senkrechten Halter auf der linken Seite des Einsatzes geschoben werden. Während der Analyse muß die Probe geerdet werden. Dazu dient eine Feder aus Kupfer-Beryllium-Blech, die an einer Wippe befestigt ist. Die Wippe kann mit dem Greifer bedient werden.

4.3 H-Passivierung

Reine Si-Oberflächen sind sehr reaktiv. Sie werden mit einer Oxidschicht überzogen, sobald sie mit Luft oder Wasser in Berührung kommen. Um atomar saubere Si-Oberflächen zu präparieren, kann man diese *native* Oxidschicht im Vakuum entfernen. Dazu sind Temperaturen von 800 - 900°C erforderlich, in Gegenwart von C-Kontaminationen sogar 1100 - 1200°C [Kom96]. Für eine Si-(111)-Oberfläche erhält man auf diesem Wege stets eine (7×7)-Überstruktur.

Bei einem anderen Verfahren wird die native Oxidschicht durch eine monoatomare H-Schicht ersetzt, die dann bereits bei rund 500°C entfernt werden kann. Diese sog. H-Passivierung bildet eine Schutzschicht, die an Luft für zwei Stunden stabil bleibt [Jia98]. Mit heutigen Methoden lassen sich H/Si(111)-(1×1)-Oberflächen präparieren, die praktisch keine Rekonstruktionen aufweisen [Cop94], die Passivierung besteht dann fast vollständig aus Monohydriden [Mik98]. Wir haben uns für dieses Verfahren entschieden, da der Abheizvorgang bei deutlich geringeren Temperaturen erfolgen kann, wobei eine nahezu unrekonstruierte Si(111)-(1×1)-Oberfläche zurückbleibt.

Nach einem von Higashi *et al.* vorgeschlagenen Rezept [Hig90] kann eine saubere H/Si(111)-(1×1)-Oberfläche durch Ätzen in Flußsäure präpariert werden. Diese Oberfläche ist jedoch verhältnismäßig rau. Glattere Oberflächen erhält man durch Ätzen in einer Ammoniumfluorid-Lösung [Hig91]. Dabei bilden sich atomar ebene Terrassen mit einer Größe von vielen tausend Å. Mit dem zweiten Rezept ist die Präparation einer praktisch kontaminationsfreien Oberfläche möglich [Vin94, Pie95, Bre99]. Verunreinigungen durch C oder O sind nach der thermischen Desorption der H-Schicht oft nicht mehr nachweisbar.

4.3.1 Präparationsmethode

Hier wird ein leicht modifiziertes Verfahren [Gro99] verwendet, bei dem kein Si-Oxid mehr nachweisbar ist [Dür02]. Es wird in Anh. A genauer beschrieben.

Nach einer Reinigung mit organischen Lösungsmitteln wird die Probe einem RCA-Reinigungszyklus unterworfen. Dabei wird sie von organi-

schen Verschmutzungen und von Metallen befreit [Bur93]. Anschließend wird das verbleibende Oxid in einer gepufferten HF-Lösung ($\text{pH} = 5,0$) weggeätzt und in einer SC-2-Lösung durch eine chemische Oxidschicht ersetzt. Diese hat eine Dicke von 20 \AA [Dum90]. In einem letzten Schritt wird die chemische Oxidschicht in einer Ammoniumfluorid-Lösung ($\text{pH} = 7,8$) entfernt, und die dabei an der Oberfläche entstehenden *dangling bonds* werden durch atomaren Wasserstoff terminiert.

Zwischen den einzelnen Schritten wird die Probe gründlich mit deionisiertem Wasser gespült. Dabei darf die Spüldauer nach dem letzten Schritt 10 s nicht übersteigen, sonst werden nicht nur Di- und Trihydride sowie Fluor, sondern auch die Monohydride entfernt [Pie95].

Anschließend wird die Probe ins Vakuum eingeschleust und für 30 s auf 550°C erhitzt, um die H-Passivierung zu entfernen. Dieser Vorgang wurde in Kap. 4.2 beschrieben.

4.3.2 Restkontamination

Um die Restkontamination der Probe abzuschätzen, wurde Augerelektronen-Spektroskopie (AES) verwendet. Da an einem Augerelektronen-Prozeß immer drei Elektronen beteiligt sind, können die Elemente H und He zwar nicht direkt nachgewiesen werden, ein indirekter Nachweis über die Energieverschiebung chemischer Bindungspartner ist jedoch oft möglich.

Die Informationstiefe der AES wird durch die mittlere freie Weglänge der niederenergetischen Augerelektronen im Festkörper bestimmt. Sie beträgt in der Regel einige 10 nm. Die AES ist also ein oberflächensensitives Verfahren, das Informationen über die obersten Atomlagen der Probe liefert. Sie gehört zu den Standardverfahren der Oberflächenanalyse. Die Nachweisempfindlichkeit moderner Augerelektronen-Spektrometer liegt in der Größenordnung einer 1/100 Monolage. Auf Si eignet sich die AES besonders zum Nachweis von O, C, N und F [Bur93]. Weitere Details zur AES finden sich in [Bri90].

In Abb. 4.5 ist das differenzierte Augerelektronen-Spektrum einer Si(111)-Oberfläche vor und nach dem Abheizen der schützenden H-Passivierung zu sehen. Neben dem Si(LMM)-Signal bei einer Energie von 92 eV und dem der Si-Verbindungen bei kleineren Energien ist bei 272 eV eine Ver-

schmutzung mit Kohlenstoff (KLL) und bei 503 eV eine geringe Sauerstoff-Verunreinigung (KLL) zu erkennen. Die Kontamination nimmt nach dem Entfernen der Passivierung leicht ab. ESCA-Untersuchungen von Wafern, die nach dem selben Verfahren und unter vergleichbaren Bedingungen passiviert wurden [Dür02], zeigen, daß die Oxidschicht mit dieser Methode vollständig entfernt wird. Die Sauerstoff-Verunreinigung dürfte deshalb auf OH-Gruppen und auf organische Verbindungen zurückzuführen sein.

Wie andere Arbeiten zeigen [Vin94, Pie95, Bre99], kann der Grad der Kontamination noch weiter reduziert werden. Da eine Verschmutzung der verwendeten, hochreinen Chemikalien auszuschließen sein dürfte, kommen als Quelle der organischen Verunreinigungen zuallererst die Präparationsbedingungen in Betracht. Die Si-Wafer werden unter einem gewöhnlichen Abzug passiviert, alle anderen Schritte werden an Umgebungsluft durchgeführt. Das Abbrechen des Stiels, der Einbau in den Probenhalter, der Transfer der Probe vom Chemielabor zur Vakuumkammer und das Einschleusen ins Vakuum nehmen mindestens fünf bis zehn Minuten in Anspruch. Pietsch *et al.* benötigen für den Transfer ins Vakuum dagegen nur 10 s. Außerdem führen sie die Präparation in einer unter einem leichten Überdruck stehenden Abdeckung aus, die direkt mit der Vakuumkammer verbunden ist. Hier muß man ansetzen, um die Restkontamination der Oberfläche weiter zu reduzieren.

Wasserstoff ist mit AES zwar nicht direkt nachweisbar, passivierte und nicht passivierte Oberflächen lassen sich jedoch anhand einer Veränderung des Si-Spektrums unterscheiden. Dies wird in Abb. 4.6 deutlich. Beide Spektren sind sich sehr ähnlich, sie weichen jedoch bei Energien um 74 eV voneinander ab. Die Veränderung ist auf die bei passivierten Oberflächen vorhandenen Si-H-Bindungen zurückzuführen. Diese Beobachtung ist konsistent mit den Messungen von Madden [Mad81] und Niwa *et al.* [Niw90].

Quantitative Aussagen über den Bedeckungsgrad der erhitzten Oberfläche mit nicht desorbiertem Wasserstoff sind mit AES generell schwierig zu machen. Komeda *et al.* berichten jedoch von einer nahezu vollständigen Desorption des Wasserstoffs bei einem Erhitzen auf 490°C für 30 s [Kom96]. Thermodesorptions-Spektren von Pietsch [Pie95] zeigen, daß Monohydride bei 550°C, Di- und Trihydride dagegen bereits bei kleineren Temperaturen desorbieren. Durch ein Abheizen bei 550°C für 30 s dürfte deshalb praktisch der gesamte Wasserstoff desorbiert sein.

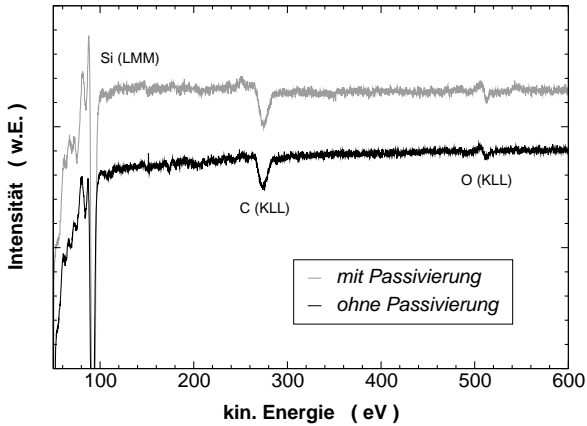


Abb. 4.5: Differenziertes Augerelektronen-Spektrum vor und nach dem Abheizen der H-Passivierung (Primärenergie 2,5 keV, Schrittweite 1,0 eV).

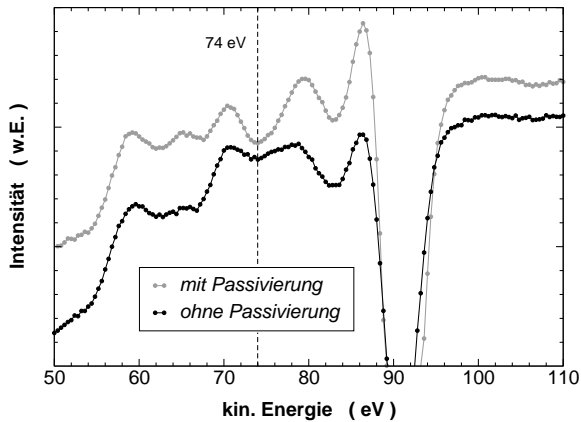
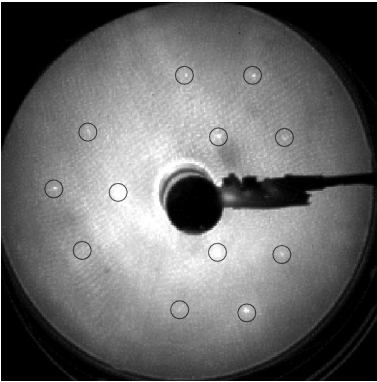


Abb. 4.6: Differenziertes Augerelektronen-Spektrum des Si-Signals mit und ohne H-Passivierung (Primärenergie 2,5 keV, Schrittweite 0,4 eV). Die beiden Spektren unterscheiden sich deutlich bei Energien um 74 eV.

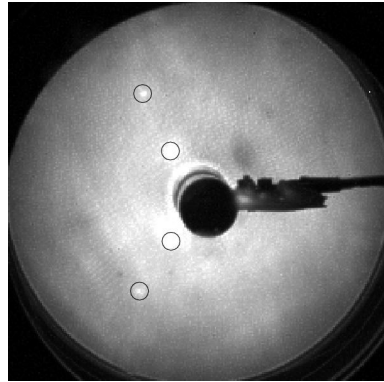
4.3.3 Rekonstruktion der Oberfläche

Die Si(111)-(1×1)-Oberfläche ist bei Raumtemperatur metastabil. Wird sie auf über 700°C erhitzt, erfährt sie eine vollständige Rekonstruktion in die niederenergetischere (7×7)-Oberfläche [Kom96]. Bei Temperaturen unterhalb von 700°C kann eine teilweise Rekonstruktion - auch in andere Überstrukturen - stattfinden. Eine vollständige (7×7)-Rekonstruktion konnte z.B. bereits bei 550°C beobachtet werden [Vin94]. Daß nach der thermischen Desorption der H-Passivierung in unserem Fall tatsächlich eine (1×1)-Oberfläche vorlag, konnte mit niederenergetischer Elektronenbeugung (LEED) gezeigt werden. Eine kurze Einführung in dieses Verfahren findet sich in [Zan96].

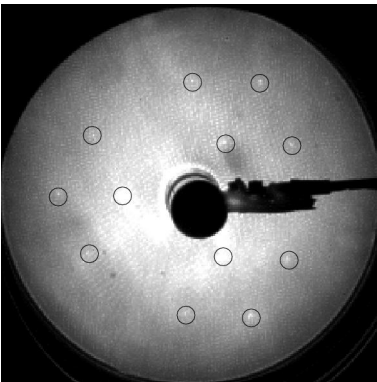
Abb. 4.7 zeigt jeweils zwei LEED-Bilder für eine Si(111)-Oberfläche mit und ohne H-Passivierung. Sie wurden bei Strahlenergien von 199 eV und 287 bzw. 284 eV aufgenommen. Bis auf die von der Elektronenkanone verdeckten LEED-Reflexe können alle für eine (1×1)-Rekonstruktion typischen Beugungsordnungen [Jon95] beobachtet werden. Die Reflexe werden links unten in Abb. 4.7 identifiziert. Daß die LEED-Reflexe bei unterschiedlichen Energien auftreten, ist auf die Terrassenstruktur der untersuchten Oberfläche zurückzuführen [Zan96]. Der einzige Unterschied, der sich nach dem Entfernen der Passivierung in den LEED-Bildern zeigt, ist ein leichter Kontrastverlust. Die H/Si(111)-(1×1)-Oberfläche dürfte deshalb größtenteils in eine Si(111)-(1×1)-Oberfläche übergegangen sein.



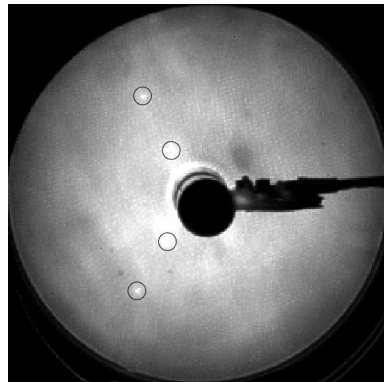
mit Passivierung, $E_b = 199$ eV



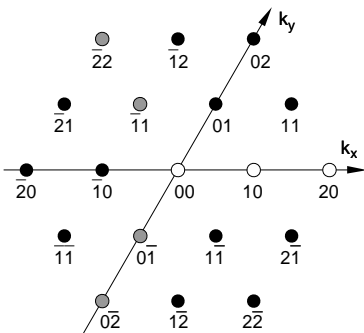
mit Passivierung, $E_b = 287$ eV



ohne Passivierung, $E_b = 199$ eV



ohne Passivierung, $E_b = 284$ eV



LEED-Bild (schematisch)

Abb. 4.7: LEED-Bilder für H/Si(111)-(1×1)- und Si(111)-(1×1)-Oberflächen bei verschiedenen Strahlenergien. Links unten wird die Beugungsordnung für jeden Reflex angegeben. Schwarz: 199 eV; grau: 287 bzw. 284 eV; weiß: von der Elektronenkanone verdeckt.

5 Messung der Auslenkung dünner Einkristalle

In diesem Kapitel wird demonstriert, daß eine Messung des Durchsackens dünner Einkristalle unter ihrem Eigengewicht für verbogene Kristalle möglich ist. Die von Müller und Kern vorgeschlagene, runde Probengeometrie [Mül94] ist dafür allerdings nicht geeignet. Mit ihr lassen sich in der Praxis keine definierten Randbedingungen realisieren. Diese Einschränkung besteht für schmale Einkristallstreifen jedoch nicht. Der Probenhalter wurde so konzipiert, daß mit ihm sowohl runde als auch streifenförmige Proben untersucht werden können.

5.1 Design des Probenhalters

Der Probenhalter soll nicht nur runde und streifenförmige Proben aufnehmen können, er soll auch zwei verschiedene Randbedingungen ermöglichen: am Rand *frei aufliegend* und *fest eingespannt*.

Der Aufbau des Halters ist in der Explosionszeichnung in Abb. 5.1 dargestellt. In einer Kapsel aus Edelstahl befinden sich zwei Ringe aus Marcor, einer Aluminiumoxid-Keramik, die durch eine Kupfer-Beryllium-Feder auseinandergedrückt werden. Zwischen diese Ringe kann entweder wie in Abb. 5.1 ein Wafer mit einem Durchmesser von 25,4 mm oder ein Streifen mit 25,4 mm Länge und 4 mm Breite gelegt werden. Letzteres wird in Abb. 5.2 gezeigt. Einer der Ringe besitzt dafür auf beiden Seiten eine Ausfräsung, in die der Streifen genau hineinpaßt. Die in Abb. 5.2 a) linke Ausfräsung ist in 5.2 b) im Detail zu sehen.

Wenn man den Halter mit einem Gewicht (s. Abb. 3.8) beschwert, wird die Kupfer-Beryllium-Feder zusammengedrückt, und die Probe wird zwischen beiden Marcor-Ringen am Rand bzw. an beiden Enden gleichmäßig eingespannt. So lassen sich zwei verschiedene Randbedingungen untersuchen. Das Abheizen der H-Passivierung erfolgt ohne Gewicht. Die Probe liegt dabei frei auf einem der Keramik-Ringe auf. Weder im beschwerten

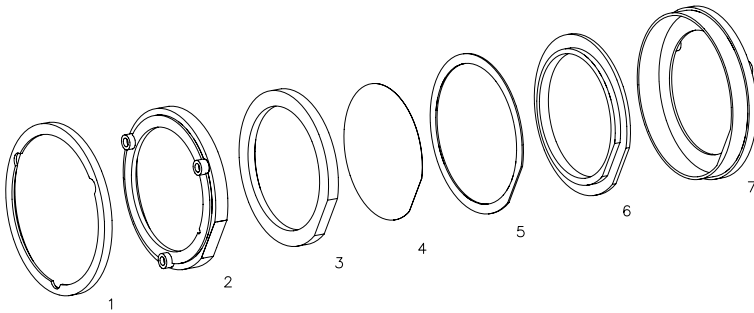


Abb. 5.1: Explosionszeichnung des Probenhalters. 1, 2 u. 7: Kapsel aus Edelstahl mit drei Auflagepunkten auf Ober- und Unterseite; 3 u. 6: Keramik-Ringe; 4: Probe mit 25,4 mm Durchmesser; 5: Kupfer-Beryllium-Feder.

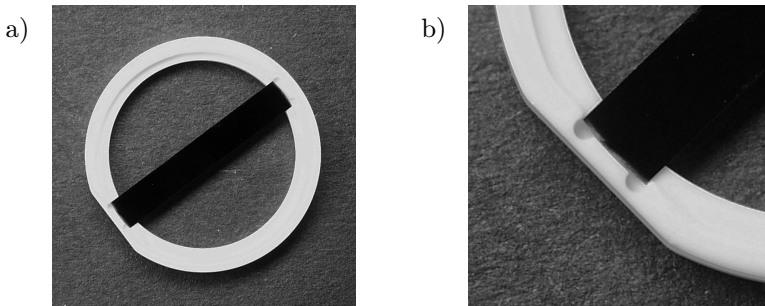


Abb. 5.2: Foto von Teil 3 aus Abb. 5.1 mit eingelegtem Streifen (a) und Detailansicht der linken Ausfräsung (b). Der Streifen hat eine Länge von 25,4 mm und eine Breite von 4 mm.

noch im unbeschwerten Zustand kann die Probe die Kapsel berühren. So kann eine Kontamination der Probe durch den Kontakt mit Edelstahl vermieden werden.

Die Kapsel besitzt auf beiden Seiten jeweils drei Auflagepunkte. Dadurch wird eine stabile Lagerung auf dem Interferometer gewährleistet, und die Probe kann auf der Ober- und Unterseite gemessen werden. Dies ist notwendig, um die Auslenkung intrinsisch verbogener Kristalle zu bestimmen. Das genaue Verfahren wird in Kap. 5.3 erläutert.

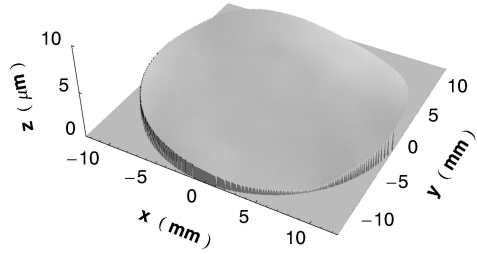
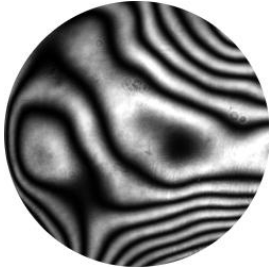
5.2 Messungen mit runden Plättchen

Es ist bekannt, daß Einkristalle mit einer Dicke von wenigen $10\ \mu\text{m}$ von sich aus verbogen sind. Das hat zwei Konsequenzen: Zum einen kann die Deformation der Probe durch die Schwerkraft nicht direkt gemessen werden. Die gemessene Form hängt vielmehr von der Auslenkung *und* der ursprünglichen Form ab. Zum anderen lassen sich definierte Randbedingungen für verbogene Proben schwerer realisieren.

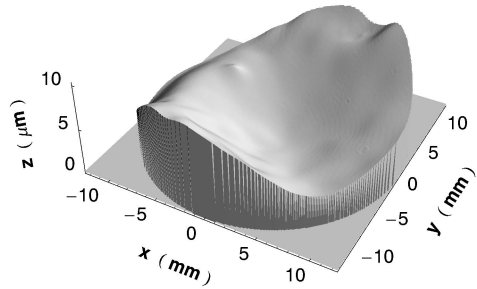
Um die intrinsische Verkrümmung der Probe besser abschätzen zu können, wurden drei Si(111)-Wafer mit einer Dicke von $50\ \mu\text{m}$ vermessen. Die Randbedingungen entsprachen dabei denen, die Müller und Kern in ihrem Modell für einen perfekten, nicht verbogenen Einkristall verwenden.

Abb. 5.3 zeigt die Form der Ober- und Unterseite der ersten Probe. Auf der linken Seite ist jeweils das erste von fünf Interferogrammen zu sehen, aus denen mit dem Hariharan-Algorithmus die Oberflächen rekonstruiert wurden. Im Vergleich zur Unterseite ist die Oberseite des ersten Wafers verhältnismäßig flach. Ein Teil der intrinsischen Verkrümmung wird hier durch die Auslenkung kompensiert. Auf der Unterseite verstärkt die Auslenkung dagegen die Verkrümmung. Aus beiden Messungen läßt sich die intrinsische Verbiegung von Probe I mit $5\text{-}10\ \mu\text{m}$ abschätzen. Das ist deutlich größer als die Auslenkung des Wafers aufgrund der Schwerkraft, die nur wenige μm beträgt.

Die Ober- und Unterseite von Probe II ist in Abb. 5.4 dargestellt. Probe II ist besonders stark verbogen. Der Abstand zwischen dem höchsten und dem tiefsten Punkt beträgt hier rund $15\ \mu\text{m}$, was auf eine Verbiegung zwischen 10 und $15\ \mu\text{m}$ schließen läßt. Da die Auslenkung die Form des



Probe I, Oberseite.



Probe I, Unterseite.

Abb. 5.3: Interferogramme und rekonstruierte Oberflächen für Probe I. Die Oberflächen wurden mit dem Hariharan-Algorithmus berechnet und über 100 Messungen gemittelt. Die Verkippung wurde mit Hilfe einer linearen Regression entfernt.

Wafers hier nur geringfügig beeinflusst, ist die Oberseite konvex und die Unterseite konkav. Für einen perfekt ebenen Einkristall müßten beide Seiten konkav sein. In der rechten unteren Ecke des Interferogramms der Unterseite wird die Steigung der Oberfläche so groß, daß der Abstand der Interferenzstreifen kleiner als die doppelte Breite der Bildpunkte wird. Das führt zu Fehlern beim Entfernen der Phasenumbrüche, die sich durch ein Ausfransen der Oberfläche an dieser Stelle bemerkbar machen.

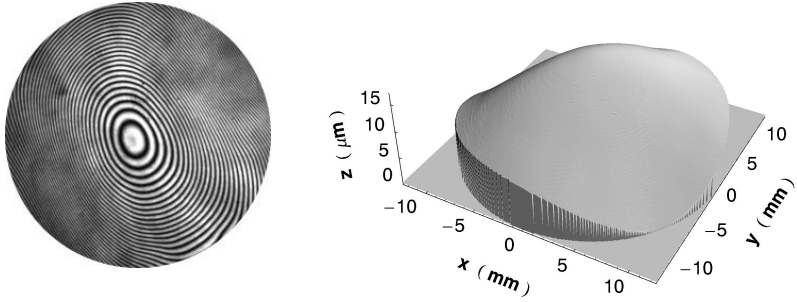
Wafer III ist der am wenigsten verbogene Einkristall. Er ist in Abb. 5.5 zu sehen. Die Verkrümmung dürfte hier nur rund $5\ \mu\text{m}$ betragen. Es fällt auf, daß die Unterseite recht uneben ist. Die Dicke des Kristalls ist also nicht homogen. Hieran wird deutlich: Um die Auslenkung verbogener Kristalle zu bestimmen, ist eine genaue Dickenmessung unerlässlich. Dazu kann eine interferometrische Methode verwendet werden, die von Degand, Müller und Kern [Deg97] vorgeschlagen wurde.

Bei allen drei Proben sind die Auflagepunkte des Wafers auf dem Keramik-Ring unbekannt und für Ober- und Unterseite unterschiedlich. Außerdem sind die Auflagepunkte nicht immer reproduzierbar. Wird der Probenhalter zwischen zwei Messungen bewegt, kann die Probe anders zu liegen kommen.

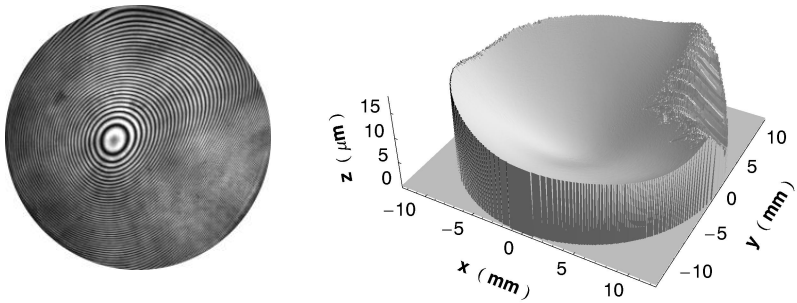
Es wurde untersucht, ob sich die Randbedingungen eindeutig festlegen lassen, wenn die Wafer am Rand gleichmäßig eingespannt werden. Dazu wurde der Probenhalter, nachdem er auf das Interferometer gelegt wurde, mit einem Gewicht beschwert, wodurch die beiden Marcor-Ringe aufeinander gedrückt wurden. Das Ergebnis wird an Probe II besonders deutlich. Die Interferogramme von Ober- und Unterseite werden in Abb. 5.6 gezeigt.

Idealerweise sollte die Steigung der Probe am Rand bei einer festen Einspannung klein werden, der Abstand der Interferenzstreifen also groß. Das Gegenteil ist der Fall. Am Rand ist der Abstand der Streifen fast überall kleiner als die doppelte Bildpunktbreite. Teilweise wird die Steigung sogar so groß, daß Objekt- und Referenzwelle nicht mehr aufeinander treffen. Daher kommen die dunklen Bereiche am Rand der Interferogramme in Abb. 5.6. Aufgrund der schlechten Qualität der Interferogramme wurde hier auf eine Rekonstruktion der Oberflächen verzichtet.

Zusammenfassend kann gesagt werden, daß runde Proben für eine Messung der absoluten Oberflächenspannung nach Müller und Kern nicht ge-

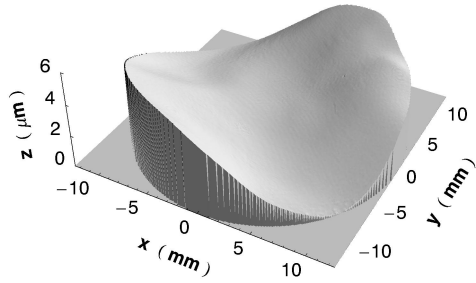


Probe II, Oberseite.

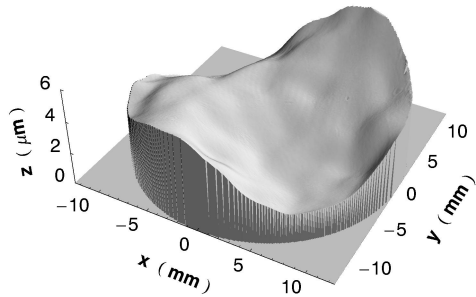


Probe II, Unterseite.

Abb. 5.4: Interferogramme und rekonstruierte Oberflächen für Probe II.
Die Auswertung erfolgte wie bei Abb. 5.3.



Probe III, Oberseite.



Probe III, Unterseite.

Abb. 5.5: Interferogramme und rekonstruierte Oberflächen für Probe III.
Die Auswertung erfolgte wie bei Abb. 5.3.

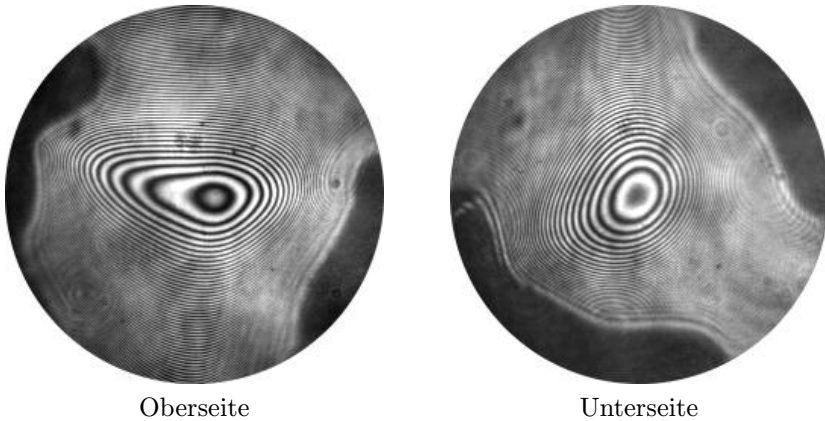


Abb. 5.6: Interferogramme von Probe II. Der Probenhalter wurde während der Aufnahmen mit einem Gewicht beschwert, so daß die Probe am Rand ringsherum eingespannt war.

eignet sind, da sich keine definierten Randbedingungen realisieren lassen. Das gilt sowohl für frei aufliegende als auch für fest eingespannte Einkristalle. Ob das auch für streifenförmige Proben gilt, soll nun überprüft werden.

5.3 Messungen mit schmalen Streifen

Im Gegensatz zu den runden Proben liegen die Streifen nicht am gesamten Rand, sondern nur an beiden Enden auf einem der Marcor-Ringe auf. Damit sind die Auflagepunkte bekannt, und die Randbedingungen sind eindeutig festgelegt. Ist die Breite des Streifens klein gegenüber seiner Länge, kann man den Streifen mit einem eindimensionalen Modell beschreiben: Dem Euler-Bernoulli-Balken. Dieser wird in Kap. 6 und Anh. B ausführlich behandelt. Daß sich die Auslenkung eines gekrümmten Streifens auf diese Weise messen läßt, wird im folgenden gezeigt. Dazu wurden zwei Streifen mit 25,4 mm Länge und 4 mm Breite vermessen.

Diese Messungen werden in Abb. 5.7 gezeigt. Auf der linken Seite befinden sich wieder die Interferogramme und auf der rechten Seite die rekonstruierte Form der Proben. Hierfür wurde der Zhang-Algorithmus verwendet, der sieben Interferogramme benötigt. Die Form der Streifen ergibt sich aus einer Mittelung über Punkte der Oberfläche mit gleichen x -Koordinaten.

Wie kann nun aus der Form der Ober- und Unterseite die intrinsische Krümmung des Streifens und seine Auslenkung durch die Schwerkraft bestimmt werden? Die Form der Oberseite z_1 und die der Unterseite z_2 kommen wie folgt zustande:

$$z_1(x) = z_0(x) - w_0(x) - \frac{1}{2} h(x) + t_1(x) \quad (5.1)$$

$$z_2(x) = -z_0(x) - w'_0(x) - \frac{1}{2} h(x) + t_2(x). \quad (5.2)$$

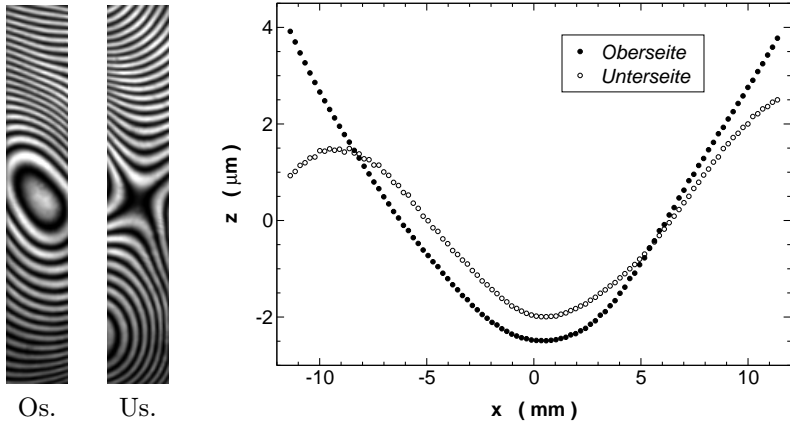
Dabei bezeichnet z_0 die Form der mittleren Faser *vor* der Auslenkung, w_0 bzw. w'_0 die Auslenkung, h die Dicke der Probe und $t_i = m_i x + c_i$ einen linearen Term, der auf die Meßmethode zurückzuführen ist. Die Ursache für die linearen Terme liegt darin, daß der Abstand und die Verkippung von Objekt und Referenzfläche zueinander variieren können. Wie in Anh. B gezeigt wird, ist die Auslenkung eines auf beiden Seiten lose aufliegenden Streifens von dessen Krümmung κ unabhängig. Es gilt daher:

$$w_0(x) = w'_0(x). \quad (5.3)$$

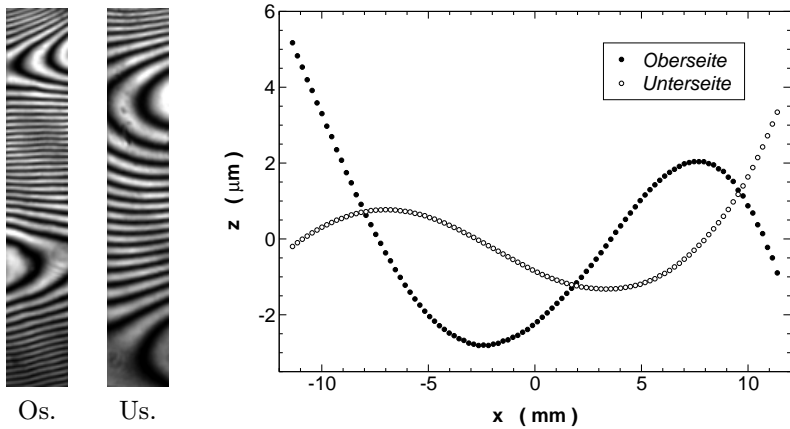
Mit Gl. 5.1, 5.2 und 5.3 folgt für die intrinsische Form der mittleren Faser:

$$z_0(x) = \frac{1}{2} (z_1(x) - z_2(x) - t_1(x) + t_2(x)). \quad (5.4)$$

Da ein linearer Untergrund für z_0 unerheblich ist, kann man z_0 sofort berechnen. Schwieriger ist die Bestimmung der Auslenkung. Mit Gl. 5.1, 5.2 und 5.3 folgt ebenso:



Probe IV, Ober- und Unterseite.



Probe V, Ober- und Unterseite.

Abb. 5.7: Interferogramme und die daraus rekonstruierten Streifenformen für die Ober- (Os.) und Unterseite (Us.) der Proben IV und V. Die Oberflächen wurden mit dem Zhang-Algorithmus berechnet und über 100 Messungen gemittelt. Die Streifenform ergibt sich durch eine zweite Mittelung über die Stützpunkte in y -Richtung. Der lineare Untergrund wurde bei allen vier Kurven entfernt.

$$w_0(x) = \frac{1}{2} (-z_1(x) - z_2(x) - h(x) + t_1(x) + t_2(x)). \quad (5.5)$$

Mit den Randbedingungen

$$w_0(-l/2) = 0 \quad \text{und} \quad w_0(l/2) = 0 \quad (5.6)$$

kann man t_1 und t_2 sowie den linearen Anteil von h eliminieren. Normalerweise wird die Dicke jedoch auch höhere Terme enthalten. Dann muß h separat gemessen werden. Das kann nach der Messung von z_1 und z_2 außerhalb des Vakuums geschehen.

Kennt man die Form der Ober- und Unterseite der Probe und die Proben Dicke, kann man also sowohl die Form der mittleren Faser als auch die Auslenkung bestimmen.

Zunächst soll die Geometrie der beiden Streifen untersucht werden. Dabei interessieren besonders die Parameter Krümmung und Dicke. Abb. 5.8 zeigt die Form der mittleren Faser, die aus den Daten in Abb. 5.7 mit Gl. 5.4 berechnet wurde. Im Vergleich zu den runden Proben ist der Streifen nur schwach verbogen. Die Differenz zwischen dem höchsten und dem tiefsten Punkt beträgt knapp $2 \mu\text{m}$. Die Krümmung des Streifens kann nun mit

$$\kappa = \frac{\frac{d^2 z_0}{dx^2}}{\left(1 + \left(\frac{dz_0}{dx}\right)^2\right)^{3/2}} \approx \frac{d^2 z_0}{dx^2} \quad (5.7)$$

berechnet werden [Bro93]. Um numerische Ableitungen zu vermeiden, wurde z_0 dafür zunächst durch ein Polynom approximiert. Auf der linken Seite ist Probe IV am stärksten verbogen. κ beträgt hier gut $0,3 \text{ m}^{-1}$, was einem Krümmungsradius von gut 3 m entspricht.

Wie im nächsten Kapitel gezeigt wird, kann ein auf beiden Seiten einfach aufliegender Streifen keine Information über die absolute Oberflächenspannung liefern, denn das Modell von Müller und Kern beschreibt die Auslenkung eines solchen Streifens nicht korrekt. Daher wird hier

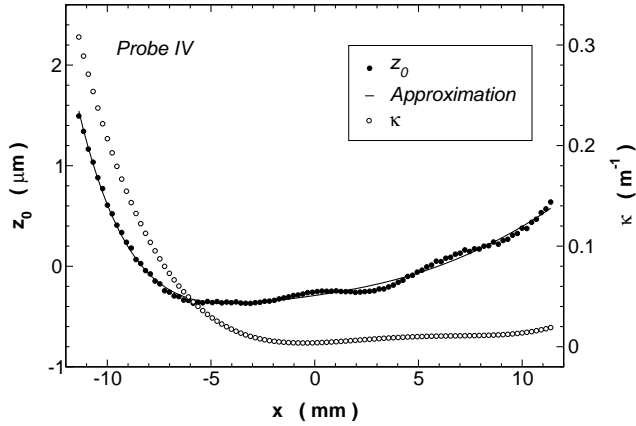


Abb. 5.8: Form der mittleren Faser des Streifens (z_0) und die aus einer Approximation gewonnene Krümmung (κ) von Probe IV.

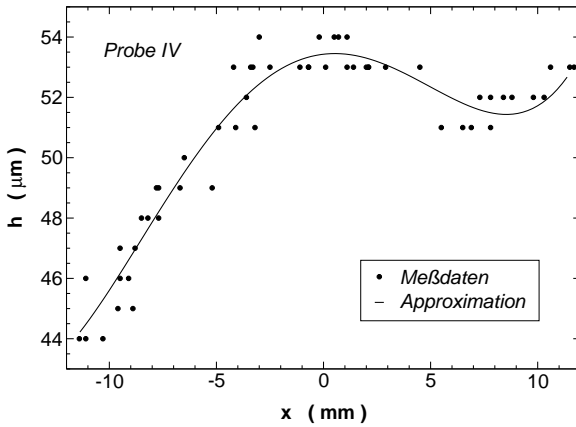


Abb. 5.9: Dicke h der Probe IV, gemessen mit einer Mikrometerschraube. Die Dicke wird durch ein Polynom vierten Grades approximiert.

auf eine exakte interferometrische Dickenmessung verzichtet. Stattdessen wurde die Dicke des Streifens an mehreren Stellen mit einer Mikrometerschraube gemessen. Der Fehler betrug dabei ca. $\pm 1 \mu\text{m}$. Das Ergebnis ist in Abb. 5.9 aufgetragen. Die Dicke des Streifens schwankt stark. Während sie in der Mitte in etwa $53 \mu\text{m}$ beträgt, fällt sie am linken Rand um $9 \mu\text{m}$ auf $44 \mu\text{m}$ ab. Die Dicke der Probe wurde durch ein Polynom vierten Grades approximiert, das mit der Methode der kleinsten Fehlerquadrate bestimmt wurde.

Das selbe Verfahren wurde bei Probe V angewandt. Abb. 5.10 zeigt Form und Krümmung der Probe, Abb. 5.11 ihre Dicke. Probe V ist ähnlich stark verbogen wie Probe IV. Die Krümmung ist am rechten Rand am größten und beträgt $-0,5 \text{ m}^{-1}$, der Krümmungsradius also 2 m. Die Dicke von Probe V liegt zwischen 50 und $55 \mu\text{m}$ und schwankt nicht so stark wie die von Probe IV. Deshalb soll die Bestimmung von w_0 exemplarisch für Probe V durchgeführt werden.

Berechnet man w_0 nach Gl. 5.5 mit den Daten aus Abb. 5.7 und 5.11 und berücksichtigt die Randbedingungen aus Gl. 5.6, erhält man die gepunktete Kurve in Abb. 5.12. Wie sollte w_0 theoretisch aussehen? In Kap. 6 wird gezeigt, daß im Widerspruch zu Müller uns Kern die absolute Oberflächenspannung für einen frei aufliegenden Balken keinen Einfluß auf w_0 hat. Man muß die Differentialgleichung 2.10 für $N_{xx} = 0$ lösen. Dabei ergibt sich ein Polynom vierten Grades. Analog zu Gl. 2.16 erhält man für einen bei $-h/2$ und $h/2$ gehaltenen Balken:

$$w_0(x) = \frac{q}{D} \left(\frac{5}{384} l^4 + \frac{1}{16} l^2 x^2 + \frac{1}{24} x^4 \right). \quad (5.8)$$

Die Auflagepunkte des Marcor-Rings sind $l = 22,8 \text{ mm}$ voneinander entfernt. Als einziger Fitparameter verbleibt somit q/D . Mit der Methode der kleinsten Fehlerquadrate erhält man $q/D = 753,3 \text{ m}^{-3}$. Die zugehörige Biegelinie ist in Abb. 5.12 als durchgezogene Kurve eingezeichnet. Sie gibt die Meßdaten in guter Übereinstimmung wieder.

Den theoretischen Wert für q/D erhält man aus

$$\frac{q}{D} = 12 \frac{1 - \nu^2}{E} \rho g \frac{1}{h^2}. \quad (5.9)$$

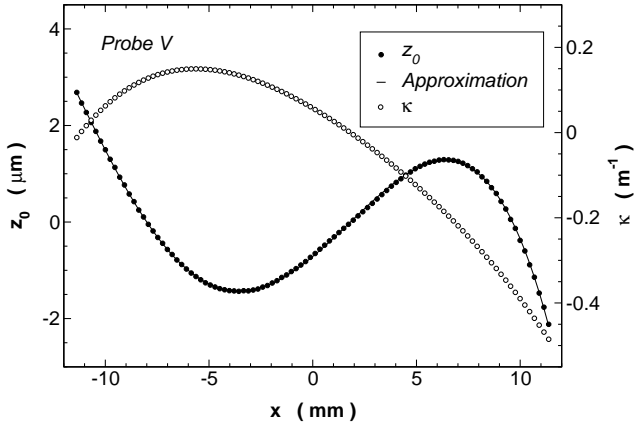


Abb. 5.10: Form der mittleren Faser (z_0) und Krümmung (κ) von Probe V. Die Krümmung wurde wie in Abb. 5.8 aus einer Approximation von z_0 gewonnen.

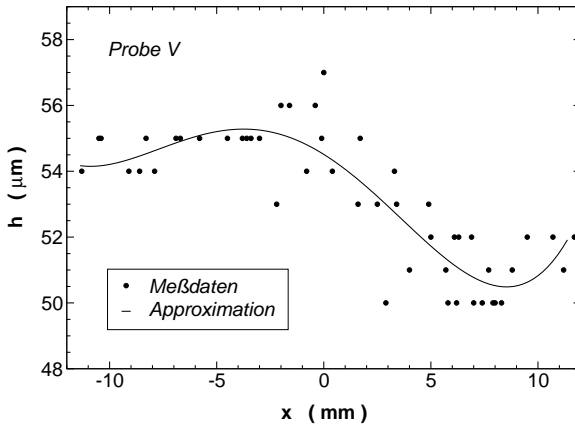


Abb. 5.11: Mit einer Mikrometerschraube gemessene Dicke h der Probe V. h wird wieder durch ein Polynom vierten Grades approximiert.

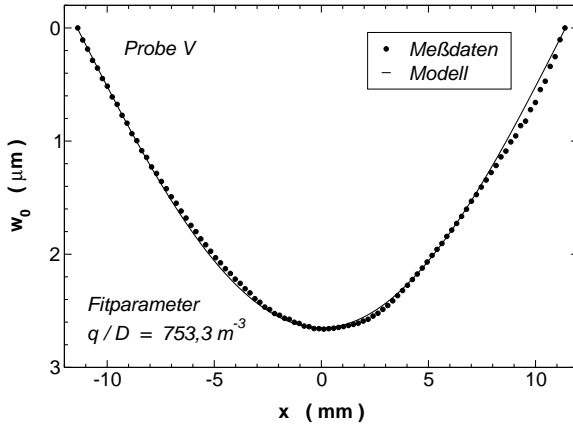


Abb. 5.12: Auslenkung des Streifens (w_0) für Probe V. w_0 wurde aus den Daten aus Abb. 5.7 und 5.11 ermittelt und entspricht in guter Übereinstimmung der theoretisch erwarteten Auslenkung eines Streifens mit 22,8 mm Länge und $q/D = 753,3 \text{ m}^{-3}$.

Silizium besitzt bei Raumtemperatur eine Dichte von $\rho = 2329 \text{ kg/m}^3$ [Oka99] und die elastischen Koeffizienten $s_{11} = 0,7691 \cdot 10^{11} \text{ Pa}^{-1}$, $s_{12} = -0,2142 \cdot 10^{11} \text{ Pa}^{-1}$ und $s_{44} = 1,2577 \cdot 10^{11} \text{ Pa}^{-1}$ [Geo99]. Letztere beziehen sich auf einen Kristall in (100)-Orientierung. Für eine (111)-Oberfläche erhält man s'_{11} , s'_{12} und s'_{44} durch eine Drehtransformation [Red99]. Dabei ergibt sich:

$$\begin{aligned}
 s'_{11} &= 0,5919 \cdot 10^{11} \text{ Pa}^{-1} \\
 s'_{12} &= -0,1551 \cdot 10^{11} \text{ Pa}^{-1} \\
 s'_{44} &= 1,4940 \cdot 10^{11} \text{ Pa}^{-1}.
 \end{aligned}
 \tag{5.10}$$

Der Elastizitätsmodul E und die Poissonzahl ν lauten dann:

$$E = \frac{1}{s'_{11}} = 1,689 \cdot 10^{11} \text{ N/m}^2 \quad (5.11)$$

$$\nu = -\frac{s'_{12}}{s'_{11}} = 0,2620. \quad (5.12)$$

Für eine Dicke von $50 \mu\text{m}$ müßte q/D nach Gl. 5.9 also $604,7 \text{ m}^{-3}$ betragen. Der Fitparameter weicht jedoch gut 25 % von diesem Wert ab. Dieser Fehler läßt sich leicht durch die Ungenauigkeiten bei der Messung der Probendicke erklären. Er könnte jedoch noch eine zweite Ursache haben: eine schlechte Reproduzierbarkeit der Randbedingungen.

Um diese Fehlerquelle ausschließen zu können, mußte sichergestellt werden, daß sich der Streifen nicht signifikant verschoben hat, während der Probenhalter bewegt oder umgedreht wurde. Dazu wurden die Messungen aus Abb. 5.7 für die Ober- und Unterseite von Probe V wiederholt. Die Differenz zwischen diesen beiden Messungen ist in Abb. 5.13 aufgetragen. Der Unterschied beträgt maximal 40 nm . Das ist im Vergleich zu einem Fehler von $\pm 1 \mu\text{m}$ bei der Dickenmessung völlig zu vernachlässigen.

Fazit

In diesem Kapitel wurde gezeigt, daß die Messung des Durchsackens unter Eigengewicht für in sich verbogene Einkristalle möglich ist. Dazu muß die Dicke des Kristalls an jeder Stelle und die Form der Ober- und Unterseite bekannt sein. Eine weitere Voraussetzung sind definierte und reproduzierbare Randbedingungen. Diese ließen sich für runde Proben nicht verwirklichen. Für schmale Streifen traten dabei jedoch keine Probleme auf.

Von rein technischer Seite steht einer Anwendung der Methode von Müller und Kern damit nichts mehr im Wege. In Kap. 6 stellt sich jedoch heraus, daß diese Methode auf falschen Annahmen beruht. Messungen von relaxierten Kristallen, wie sie in diesem Kapitel vorgestellt wurden, liefern keine Information über die absolute Oberflächenspannung.

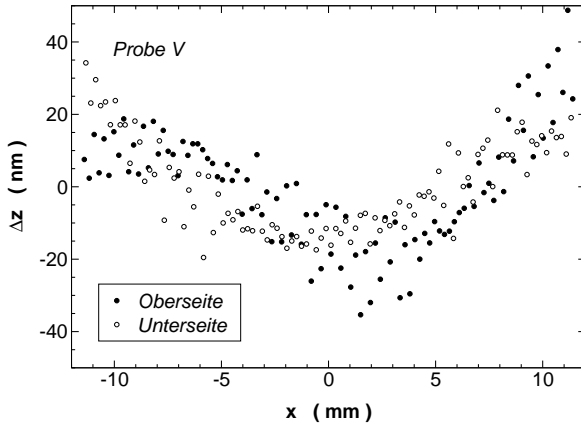


Abb. 5.13: Reproduzierbarkeit der Messungen in Abb. 5.7 für Probe V. Δz gibt die Differenz in z an, wenn der Probenhalter zwischen zwei Messungen bewegt wurde.

6 Modellrechnung für einen Euler-Bernoulli-Balken

Wie in Kap. 5 gezeigt wurde, beträgt die intrinsische Krümmung dünner Si(111)-Streifen einige $0,1 \text{ m}^{-1}$. Das ist ein Vielfaches der Verkrümmung durch Gravitation und Oberflächenspannung. Zunächst ist unklar, ob man den Einfluß der intrinsischen Krümmung auf die Auslenkung vernachlässigen kann oder ob das Modell von Müller und Kern an gekrümmte Einkristalle angepaßt werden muß.

In diesem Kapitel und in Anh. B zeigt sich zweierlei:

- Ob man die intrinsische Krümmung vernachlässigen kann, hängt von den Randbedingungen ab.
- Das Modell von Müller und Kern beschreibt den Einfluß der absoluten Oberflächenspannung auf die Deformation dünner Einkristalle i.a. nicht korrekt. Es gilt jedoch unter bestimmten Voraussetzungen näherungsweise für einen auf beiden Seiten fest eingespannten Streifen.

Nach einer kurzen Einführung in die Grundlagen der Elastizitätstheorie wird die klassische Näherung für dünne Platten erläutert. Anschließend werden die Euler-Lagrange-Gleichungen für einen Euler-Bernoulli-Balken abgeleitet. Dabei wird sich dieses Kapitel auf einen geraden Balken beschränken, der gekrümmte Balken wird in Anh. B behandelt. Die Euler-Lagrange-Gleichungen des geraden und des gekrümmten Balkens unterscheiden sich lediglich durch einen zusätzlichen, zur Krümmung proportionalen Term. Die Differentialgleichungen der mittleren Faser werden für einen beidseitig frei aufliegenden und für einen beidseitig fest eingespannten Balken aus den Euler-Lagrange-Gleichungen bestimmt. Anhand dieser Differentialgleichungen wird die Empfindlichkeit der Auslenkung gegenüber der absoluten Oberflächenspannung analysiert und

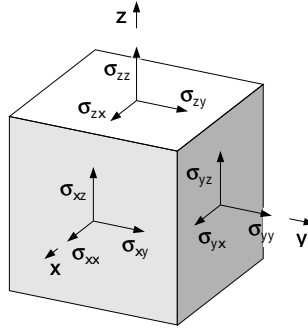


Abb. 6.1: Komponenten des Spannungstensors σ_{ij} auf einem infinitesimal kleinen Würfel. Die Koordinatenachsen stehen senkrecht auf den Seiten.

mit dem Modell von Müller und Kern verglichen. Dabei wird ein neues Probedesign vorgestellt, mit dem eine Messung der absoluten Oberflächenspannung im Prinzip möglich ist.

6.1 Allgemeine Elastizitätstheorie

Zunächst wird ein infinitesimal kleiner Würfel an einem beliebigen Punkt eines Körpers betrachtet, dessen Seiten senkrecht zu den Koordinatenachsen ausgerichtet sind. Steht der Körper unter einer mechanischen Spannung, kann man die Spannung, die auf jede Seite dieses Würfels wirkt, wie in Abb. 6.1 gezeigt in drei Komponenten zerlegen. Da der Würfel kein resultierendes Drehmoment erfahren soll, sind von diesen neun Komponenten jedoch nur sechs voneinander unabhängig. Sie bilden einen symmetrischen Tensor zweiter Stufe, den sog. *Spannungstensor*. In der Matrixschreibweise lautet der Spannungstensor:

$$\sigma_{ij} = \begin{pmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{yx} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{zx} & \sigma_{zy} & \sigma_{zz} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ \sigma_{xy} & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ \sigma_{xz} & \sigma_{yz} & \sigma_{zz} \end{pmatrix}, \quad (6.1)$$

wobei die Diagonalelemente als Normal- oder Zugspannungen und die Nicht-Diagonalelemente als Tangential- oder Scherspannungen bezeichnet werden. Mechanische Spannungen führen zu einer Deformation des Körpers. Dabei erfährt jeder Punkt eine Verschiebung \mathbf{u} , deren Komponenten man mit u , v und w bezeichnet. Es gilt:

$$\mathbf{u}(x, y, z) = \begin{pmatrix} u(x, y, z) \\ v(x, y, z) \\ w(x, y, z) \end{pmatrix}. \quad (6.2)$$

Um Verformungen wie Dehnungen oder Gleitungen vom Translations- und Rotationsanteil der Verschiebung unterscheiden zu können, führt man den sog. *Verzerrungstensor* ein. Dieser ist ebenfalls ein symmetrischer Tensor zweiter Stufe und wird wie folgt definiert:

$$\varepsilon_{kl} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_k}{\partial x_l} + \frac{\partial u_l}{\partial x_k} + \frac{\partial u_m}{\partial x_k} \frac{\partial u_m}{\partial x_l} \right). \quad (6.3)$$

Zur Beschreibung infinitesimaler Verschiebungen reichen die ersten beiden Terme in Gl. 6.3 aus [Lov89]. Für finite Verschiebungen muß man dagegen zusätzlich den dritten, nicht linearen Term verwenden. Dann nennt man ε_{kl} den Green-Lagrange-Verzerrungstensor [Red99]. In Matrixschreibweise lautet der Verzerrungstensor:

$$\varepsilon_{kl} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} & \varepsilon_{xy} & \varepsilon_{xz} \\ \varepsilon_{yx} & \varepsilon_{yy} & \varepsilon_{yz} \\ \varepsilon_{zx} & \varepsilon_{zy} & \varepsilon_{zz} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} & \varepsilon_{xy} & \varepsilon_{xz} \\ \varepsilon_{xy} & \varepsilon_{yy} & \varepsilon_{yz} \\ \varepsilon_{xz} & \varepsilon_{yz} & \varepsilon_{zz} \end{pmatrix}. \quad (6.4)$$

Die Diagonalelemente beschreiben die Dehnungen, die Nicht-Diagonalelemente die Gleitungen. Für kleine ε_{kl} kann nach dem verallgemeinerten Hook'schen Gesetz ein Zusammenhang zwischen σ_{ij} und ε_{kl} hergestellt werden. Dann gilt:

$$\sigma_{ij} = \mathbf{C}_{ijkl} \varepsilon_{kl}. \quad (6.5)$$

\mathbf{C}_{ijkl} ist ein Tensor vierter Stufe mit 81 Komponenten, von denen jedoch maximal 21 voneinander unabhängig sind. Diese allgemeine Form

muß benutzt werden, um nach einer Rotation des Koordinatensystems die neuen elastischen Konstanten bestimmen zu können [Red99]. Statt der Tensor-Notation wird in der Praxis jedoch häufig eine einfachere Schreibweise verwendet, die auch Voigt-Kelvin-Notation oder kontrahierte Notation genannt wird. Dazu werden die beiden sechs-dimensionalen Vektoren σ_i und ε_j verwendet, die über

$$\begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sigma_{xx} \\ \sigma_{yy} \\ \sigma_{zz} \\ \sigma_{yz} \\ \sigma_{xz} \\ \sigma_{xy} \end{pmatrix} \quad \text{und} \quad \begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} \\ \varepsilon_{yy} \\ \varepsilon_{zz} \\ 2\varepsilon_{yz} \\ 2\varepsilon_{xz} \\ 2\varepsilon_{xy} \end{pmatrix} \quad (6.6)$$

definiert sind. In der kontrahierten Notation schreibt sich Gl. 6.5:

$$\begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16} \\ C_{21} & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{26} \\ C_{31} & C_{32} & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36} \\ C_{41} & C_{42} & C_{43} & C_{44} & C_{45} & C_{46} \\ C_{51} & C_{52} & C_{53} & C_{54} & C_{55} & C_{56} \\ C_{61} & C_{62} & C_{63} & C_{64} & C_{65} & C_{66} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{pmatrix}. \quad (6.7)$$

Die Matrix \mathbf{C}_{ij} ist symmetrisch. Im allgemeinsten Fall stehen also nach wie vor 21 voneinander unabhängige Parameter zur Verfügung. Durch Materialsymmetrien kann sich die Anzahl der unabhängigen Parameter jedoch drastisch reduzieren. Für ein Material mit drei zueinander senkrechten Symmetrieebenen reduziert sich die Anzahl der Elastizitätskoeffizienten bereits auf neun. Solche Materialien nennt man *orthotrop* [Red99]. Für ein orthotropes Material nimmt Gl. 6.7 die Form

$$\begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{22} & C_{23} & 0 & 0 & 0 \\ C_{13} & C_{23} & C_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{55} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{66} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{pmatrix} \quad (6.8)$$

an. Für ein Material mit kubischer Symmetrie verbleiben nur noch drei Koeffizienten. Die höchste Symmetrie weist ein isotropes Material auf. Es kann mit zwei Koeffizienten beschrieben werden. Dazu werden meist der Elastizitätsmodul E und die Poissonzahl ν verwendet.

Für ein kubisches Material sind E und ν nicht isotrop [Nye72, Lov89]. Die Anisotropie fällt jedoch weg, wenn man nur Richtungen innerhalb der (111)-Ebene betrachtet [Bra73]. Ein dünner Streifen, der aus einem Einkristall mit kubischer Symmetrie entlang einer (111)-Ebene geschnitten wurde, kann daher in der klassischen Theorie dünner Platten wie sein isotropes Pendant behandelt werden. Im folgenden wird daher stets ein isotropes Material vorausgesetzt.

6.2 Klassische Theorie dünner Platten

Ist die Dicke einer Platte klein gegenüber ihren seitlichen Ausmaßen, können die Verschiebungen oft durch die Kirchhoff'sche Hypothese beschrieben werden. Dabei wird vorausgesetzt, daß die Verschiebungen klein im Vergleich zur Dicke der Platte sind. Die Kirchhoff'sche Hypothese lautet [Red99]:

- Geraden, die senkrecht auf der mittleren Ebene der Platte stehen, sog. *Traversen*, werden durch die Deformation wieder in Geraden überführt.
- Die Traversen behalten ihre Länge. Sie werden weder gestaucht noch gedehnt.
- Nach der Deformation der Platte stehen die Traversen erneut senkrecht auf der Mittelebene.

Der Euler-Bernoulli-Balken ist ein eindimensionales Beispiel für eine solche Deformation. Er ist in Abb. 6.2 zu sehen. Dieses Modell kann für die Herleitung der Verschiebungen benutzt werden, wenn die Breite der Platte klein gegenüber ihrer Länge ist. Dann gilt für die Verschiebung in y -Richtung $v = 0$, und die Verschiebungen in x - und z -Richtung sind in guter Näherung durch

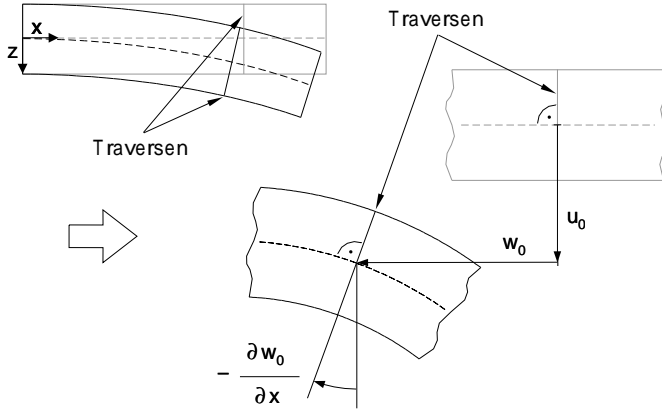


Abb. 6.2: Deformation eines Euler-Bernoulli-Balkens nach der klassischen Theorie dünner Platten. Die Auslenkungen sind übertrieben dargestellt.

$$\begin{aligned}
 u(x, z) &= u_0(x) - z \frac{\partial w_0}{\partial x}(x) \\
 w(x, z) &= w_0(x)
 \end{aligned}
 \tag{6.9}$$

gegeben [Red99]. u_0 und w_0 sind die Verschiebungen der mittleren Faser. Um den zu Gl. 6.9 gehörenden Verzerrungstensor zu erhalten, wird eine Näherung des Green-Lagrange-Verzerrungstensors aus Gl. 6.3 verwendet [Red99]:

$$\begin{aligned}
 \varepsilon_{xx} &= \frac{\partial u}{\partial x} + \frac{1}{2} \left(\frac{\partial w}{\partial x} \right)^2 \\
 \varepsilon_{zz} &= \frac{\partial w}{\partial z} \\
 2\varepsilon_{xz} &= \frac{\partial u}{\partial z} + \frac{\partial w}{\partial x}.
 \end{aligned}
 \tag{6.10}$$

Damit ergibt sich:

$$\begin{aligned}\varepsilon_{xx} &= \frac{du_0}{dx} + \frac{1}{2} \left(\frac{dw_0}{dx} \right)^2 - z \frac{d^2 w_0}{dx^2} \\ \varepsilon_{zz} &= 0 \\ 2\varepsilon_{xz} &= 0.\end{aligned}\tag{6.11}$$

Die Verzerrungen in Gl. 6.11 werden als *von-Kármán-Verzerrungen* bezeichnet. Sie werden in Kap. 6.3 dazu verwendet, um mit dem Prinzip der virtuellen Arbeit die Differentialgleichungen der mittleren Faser abzuleiten.

6.3 Euler-Lagrange-Gleichungen

Zunächst wird die Variation der inneren und der äußeren Energie ermittelt. Die innere Energie entspricht der im Körper gespeicherten elastischen Energie. Die äußere Energie setzt sich aus zwei Anteilen zusammen: einem Oberflächenterm, der die von der Oberflächenspannung am Körper verrichtete Arbeit beschreibt, und einem Volumenterm, der durch die potentielle Energie zustande kommt. Diese Rechnung unterscheidet sich durch den Oberflächenterm von der für einen gewöhnlichen Balken nach Reddy [Red99].

Für die Variation der inneren Energie eines Euler-Bernoulli-Balkens mit der Länge l , der Querschnittsfläche A und dem Volumen V gilt:

$$\begin{aligned}\delta U &= \int_V \sigma_{ij} \delta \varepsilon_{ij} dV = \int_V \sigma_{xx} \delta \varepsilon_{xx} dV \\ &= \int_0^l \int_A \sigma_{xx} \delta \left(\frac{du_0}{dx} + \frac{1}{2} \left(\frac{dw_0}{dx} \right)^2 - z \frac{d^2 w_0}{dx^2} \right) dA dx \\ &= \int_0^l \int_A \sigma_{xx} \left(\frac{d \delta u_0}{dx} + \frac{dw_0}{dx} \frac{d \delta w_0}{dx} - z \frac{d^2 \delta w_0}{dx^2} \right) dA dx.\end{aligned}\tag{6.12}$$

Eine zweifache partielle Integration liefert:

$$\delta U = \left[N_{xx} \delta u_0 + \left(N_{xx} \frac{dw_0}{dx} + \frac{dM_{xx}}{dx} \right) \delta w_0 - M_{xx} \delta \frac{dw_0}{dx} \right]_0^l - \int_0^l \frac{dN_{xx}}{dx} \delta u_0 + \left(\frac{dN_{xx}}{dx} \frac{dw_0}{dx} + N_{xx} \frac{d^2 w_0}{dx^2} + \frac{d^2 M_{xx}}{dx^2} \right) \delta w_0 dx. \quad (6.13)$$

Dabei bezeichnet N_{xx} die Schnittkraft und M_{xx} das Schnittmoment. Sie sind über

$$N_{xx} = \int_A \sigma_{xx} dA \quad \text{und} \quad M_{xx} = \int_A z \sigma_{xx} dA \quad (6.14)$$

definiert.

Wenn man die Oberflächenspannung auf der Oberseite des Balkens ($z = -h/2$) mit $\sigma^{(s_1)}$ und die auf der Unterseite ($z = +h/2$) mit $\sigma^{(s_2)}$ bezeichnet, kann man den Oberflächenterm, der Teil der Variation der äußeren Energie ist, wie folgt schreiben:

$$\delta V^{(s)} = - \int_V -\sigma_{ij}^{(s_1)} \delta(z + h/2) \delta \varepsilon_{ij} - \sigma_{ij}^{(s_2)} \delta(z - h/2) \delta \varepsilon_{ij} dV. \quad (6.15)$$

$\delta(z + h/2)$ und $\delta(z - h/2)$ bezeichnen hier keine Variation, sondern das Delta-Funktional. Die Oberflächenspannung $\sigma_{ij}^{(s)}$ sei dabei nach Ibach [Iba97] über

$$\sigma_{ij}^{(s)} = \int_{-\infty}^{+\infty} \sigma_{ij}(z) - \sigma_{ij}^{(b)} dz \quad (6.16)$$

definiert. $\sigma_{ij}^{(b)}$ entspricht dem Spannungstensor tief im Inneren des Materials. Analog zur Variation der inneren Energie erhält man durch Ausführen der Integration:

$$\delta V^{(s)} = \left[N_{xx}^{(s)} \delta u_0 + \left(N_{xx}^{(s)} \frac{dw_0}{dx} + \frac{dM_{xx}^{(s)}}{dx} \right) \delta w_0 - M_{xx}^{(s)} \delta \frac{dw_0}{dx} \right]_0^l - \int_0^l \frac{dN_{xx}^{(s)}}{dx} \delta u_0 + \left(\frac{dN_{xx}^{(s)}}{dx} \frac{dw_0}{dx} + N_{xx}^{(s)} \frac{d^2 w_0}{dx^2} + \frac{d^2 M_{xx}^{(s)}}{dx^2} \right) \delta w_0 dx. \quad (6.17)$$

Die durch die Oberflächenspannung hervorgerufene Schnittkraft und das Schnittmoment lauten für einen Balken mit der Breite b :

$$N_{xx}^{(s)} = b \left(\sigma^{(s_1)} + \sigma^{(s_2)} \right) = bs^+, \quad (6.18)$$

$$M_{xx}^{(s)} = \frac{1}{2} bh \left(\sigma^{(s_1)} - \sigma^{(s_2)} \right) = \frac{1}{2} bh s^-. \quad (6.19)$$

Es verbleibt der Volumenterm, der die Variation der potentiellen Energie beschreibt. Mit einer Kraft pro Volumen von $\mathbf{f} = \rho g \hat{\mathbf{e}}_z$ in z -Richtung, wobei ρ der Dichte und g der Erdbeschleunigung entspricht, lautet dieser:

$$\begin{aligned} \delta V^{(b)} &= - \int_V f_i \delta u_i dV = - \int_V \rho g \delta w dV \\ &= - \int_0^l \int_A \rho g \delta w_0 dA dx \\ &= - \int_0^l bh \rho g \delta w_0 dx. \end{aligned} \quad (6.20)$$

Nun kann man mit dem Prinzip der virtuellen Arbeit direkt die Euler-Lagrange-Gleichungen ableiten. Aus

$$\delta W = \delta U + \delta V^{(s)} + \delta V^{(b)} = 0 \quad (6.21)$$

folgt mit Gl. 6.13, 6.17 und 6.20 unmittelbar:

$$\delta u_0 : \quad \frac{dN_{xx}}{dx} = 0 \quad (6.22)$$

$$\delta w_0 : \quad (N_{xx} + bs^+) \frac{d^2 w_0}{dx^2} + \frac{d^2 M_{xx}}{dx^2} + bh\rho g = 0. \quad (6.23)$$

Die natürlichen Randbedingungen für $x = 0$ und $x = l$ lauten:

$$\delta u_0 : \quad N_{xx} + bs^+ = 0 \quad (6.24)$$

$$\delta w_0 : \quad (N_{xx} + bs^+) \frac{dw_0}{dx} + \frac{dM_{xx}}{dx} = 0 \quad (6.25)$$

$$\delta \frac{dw_0}{dx} : \quad M_{xx} + \frac{1}{2} bhs^- = 0. \quad (6.26)$$

Die Variablen u_0 , w_0 und $\frac{dw_0}{dx}$ werden als primäre Variablen bezeichnet, die Ausdrücke auf der linken Seite der Gleichungen 6.24, 6.25 und 6.26 als sekundäre Variablen. Bei Gl. 6.22 handelt es sich um eine Differentialgleichung zweiten Grades und bei Gl. 6.23 um eine Differentialgleichung vierten Grades. Man benötigt damit insgesamt sechs Randbedingungen, um das obige Differentialgleichungssystem eindeutig lösen zu können. Im einfachsten Falle sind das die primären Variablen, die für $x = 0$ und $x = l$ vorgegeben sind, wie es bei einem beidseitig fest eingespannten Balken der Fall ist. Oft sind die primären Variablen am Rand jedoch unbekannt. An einem freien Ende kann z.B. keine der drei primären Variablen angegeben werden. Immer dann, wenn eine der primären Variablen am Rand nicht bekannt ist, muß die zugehörige sekundäre Variable gleich null gesetzt werden. Auf diese Weise erhält man stets einen Satz von sechs Randbedingungen.

6.4 Diskussion der Randbedingungen

In diesem Unterkapitel wird das Differentialgleichungssystem 6.22 und 6.23 zunächst für einen beidseitig frei aufliegenden Balken, dann für einen beidseitig fest eingespannten Balken gelöst. Die Randbedingungen im ersten Fall entsprechen denen, die Müller und Kern für eine Scheibe verwendet haben [Mül94]. Sie sind experimentell am leichtesten umzusetzen. Es wird sich jedoch zeigen, daß s^+ unter diesen Randbedingungen nicht

gemessen werden kann. Dazu muß an beiden Enden des Balkens $\delta u_0 = 0$ gelten. Das ist für einen beidseitig fest eingespannten Balken der Fall.

6.4.1 Beidseitig frei aufliegend

An einem einfach aufliegenden Ende gilt:

$$w_0 = 0. \quad (6.27)$$

u_0 und $\frac{dw_0}{dx}$ sind dagegen unbekannt. Aus den natürlichen Randbedingungen in Gl. 6.24 und 6.26 erhält man:

$$N_{xx} = -bs^+ \quad \text{und} \quad M_{xx} = -\frac{1}{2}bhs^-. \quad (6.28)$$

Setzt man den Ausdruck für N_{xx} in Gl. 6.23 ein, so ergibt sich die Differentialgleichung:

$$\frac{d^2 M_{xx}}{dx^2} + bh\rho g = 0. \quad (6.29)$$

Um das Schnittmoment M_{xx} berechnen zu können, muß σ_{xx} bzw. σ_1 bekannt sein. Für einen ebenen Spannungszustand, also einen Spannungszustand, in dem σ_3 und σ_4 vernachlässigt werden können, gilt in einem orthotropen Körper $\sigma_1 = Q_{11}\varepsilon_1 + Q_{12}\varepsilon_2$ [Red99]. Mit $\varepsilon_2 = 0$ folgt daraus $\sigma_1 = Q_{11}\varepsilon_1$. Für ein isotropes Material ist $Q_{11} = E/(1 - \nu^2)$. Nach Gl. 6.14 und Gl. 6.11 ergibt sich dann für das Schnittmoment:

$$\begin{aligned} M_{xx} &= \int_A z \sigma_{xx} dA = \int_A z Q_{11} \varepsilon_{xx} dA \\ &= b Q_{11} \int_{-h/2}^{+h/2} z \left(\frac{du_0}{dx} + \frac{1}{2} \left(\frac{dw_0}{dx} \right)^2 \right) - z^2 \frac{d^2 w_0}{dx^2} dz \quad (6.30) \\ &= -b Q_{11} \frac{h^3}{12} \frac{d^2 w_0}{dx^2} = -D \frac{d^2 w_0}{dx^2}. \end{aligned}$$

D wird Biegesteifigkeit genannt. Identifiziert man $\frac{d^2 w_0}{dx^2}$ mit der Krümmung κ des Balkens, so ergibt sich aus Gl. 6.30 und 6.28:

$$\frac{d^2 w_0}{dx^2} = -\frac{M_{xx}}{D} = \frac{bh}{2D} s^- = \frac{6 s^-}{Q_{11} h^2} = \kappa. \quad (6.31)$$

Für $Q_{11} = E/(1 - \nu)$ ist das die Gleichung nach Stoney, für $Q_{11} = E/(1 - \nu^2)$ die nach Ibach [Iba97]. Die Krümmung am Rand eines beidseitig frei aufliegenden Balkens entspricht also der eines Balkens, auf den keinerlei äußere Kräfte wirken. Setzt man Gl. 6.30 in 6.29 ein, ergibt sich die Differentialgleichung:

$$D \frac{d^4 w_0}{dx^4} = bh\rho g. \quad (6.32)$$

Für einen Balken mit symmetrischer Oberflächenspannung, also für $s^- = 0$, lauten die Randbedingungen für $x = 0$ und $x = l$ hier:

$$w_0 = 0 \quad \text{und} \quad \frac{d^2 w_0}{dx^2} = 0. \quad (6.33)$$

Unter diesen Randbedingungen wurde Gl. 6.32 bereits in Kap. 2.2 gelöst. Die Lösung $w_0(x)$ hängt nicht von s^+ ab! Eine Messung von $w_0(x)$ enthält also keine Information über die absolute Oberflächenspannung. s^+ geht zwar in $u_0(x)$ ein, $u_0(x)$ kann aber weder mit dem in Kap. 3 beschriebenen Fizeau-Interferometer noch mit der häufig verwendeten Biegebalkenmethode gemessen werden. Um eine Abhängigkeit der Auslenkung $w_0(x)$ von s^+ zu erhalten, darf die natürliche Randbedingung in Gl. 6.24 weder am linken noch am rechten Rand zum Zuge kommen. u_0 muß also für $x = 0$ und $x = l$ vorgegeben werden. Das ist z.B. bei einem beidseitig fest eingespannten Balken der Fall. Hier gilt an beiden Enden $u_0 = 0$.

6.4.2 Beidseitig fest eingespannt

Für einen an beiden Enden fest eingespannten Balken muß die Differentialgleichung

$$D \frac{d^4 w_0}{dx^4} - (N_{xx} + bs^+) \frac{d^2 w_0}{dx^2} = bh\rho g \quad (6.34)$$

gelöst werden. Sie ergibt sich durch Einsetzen von Gl. 6.30 in 6.23. Die Randbedingungen für $x = 0$ und $x = l$ lauten:

$$w_0 = 0 \quad \text{und} \quad \frac{dw_0}{dx} = 0. \quad (6.35)$$

Die Schwierigkeit besteht dabei darin, den Wert der Konstanten N_{xx} zu bestimmen. Nach Gl. 6.14 und 6.11 gilt:

$$\begin{aligned} N_{xx} &= \int_A \sigma_{xx} dA = \int_A Q_{11} \varepsilon_{xx} dA \\ &= b Q_{11} \int_{-h/2}^{+h/2} \frac{du_0}{dx} + \frac{1}{2} \left(\frac{dw_0}{dx} \right)^2 - z \frac{d^2 w_0}{dx^2} dz \\ &= bh Q_{11} \left(\frac{du_0}{dx} + \frac{1}{2} \left(\frac{dw_0}{dx} \right)^2 \right). \end{aligned} \quad (6.36)$$

Setzt man diesen Ausdruck für N_{xx} und den aus Gl. 6.30 für M_{xx} in 6.22 und 6.23 ein, erhält man ein gekoppeltes System von Differentialgleichungen für $u_0(x)$ und $w_0(x)$:

$$\frac{d^2 u_0}{dx^2} + \frac{dw_0}{dx} \frac{d^2 w_0}{dx^2} = 0 \quad (6.37)$$

$$\left(bh Q_{11} \left(\frac{du_0}{dx} + \frac{1}{2} \left(\frac{dw_0}{dx} \right)^2 \right) + bs^+ \right) \frac{d^2 w_0}{dx^2} - D \frac{d^4 w_0}{dx^4} + bh\rho g = 0. \quad (6.38)$$

Hier wird die dritte Randbedingung benötigt:

$$u_0 = 0. \quad (6.39)$$

N_{xx} wurde für den Balken aus dem Beispiel auf S. 14 bestimmt. Dafür mußten Gl. 6.37 und 6.38 numerisch gelöst werden. Die resultierende Biegelinie der mittleren Faser ist in Abb. 6.3 zu sehen.

Vergleicht man Abb. 6.3 mit Abb. 2.3, fällt auf, daß die Auslenkung für einen beidseitig eingespannten Balken deutlich kleiner ist als für einen auf beiden Seiten frei aufliegenden. Sie beträgt für $\sigma^{(s)} = 0$ in der Mitte nur knapp 0,9 statt 4,3 μm . Dafür ist in Abb. 6.3 eine echte $\sigma^{(s)}$ -Abhängigkeit der Auslenkung vorhanden. Allerdings ist die Empfindlichkeit gegenüber Änderungen der absoluten Oberflächenspannung hier bedeutend geringer, als nach dem Modell von Müller und Kern für einen frei aufliegenden Balken vorhergesagt. Das zeigt ein Vergleich von Abb. 6.4 und Abb. 2.4. Die Steigung der Kurven im Ursprung ist von $-4,7 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2/\text{N}$ auf $-2,3 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2/\text{N}$ gesunken. Das ist mehr als eine Größenordnung! Um eine Auflösung von 0,1 N/m bei der Messung von $\sigma^{(s)}$ zu erzielen, muß w_0 jetzt auf gut 2 nm statt auf 47 nm genau gemessen werden.

Ein wesentlicher Aspekt wurde bisher noch nicht betrachtet: Die Euler-Lagrange-Gleichungen wurden unter der Annahme hergeleitet, daß der Euler-Bernoulli-Balken Gravitation und Oberflächenspannung erst ausgesetzt wird, *nachdem* er eingespannt wurde. In der Praxis ist das - besonders für die Oberflächenspannung - selten der Fall. Für einen beidseitig frei aufliegenden oder einen einseitig fest eingespannten Balken spielt dieser Sachverhalt keine Rolle. Er ist jedoch entscheidend für einen auf beiden Seiten fest eingespannten Balken. Das ist in Abb. 6.5 illustriert. Wird ein Balken nicht permanent an beiden Enden fixiert, kann er aufgrund der Oberflächenspannung in x -Richtung relaxieren. Dabei baut sich eine Vorspannung auf, die den Einfluß der Oberflächenspannung auf die Deformation des Balkens vollständig kompensiert. Das ist auch der Grund, warum die absolute Oberflächenspannung mit einem Balken, der nicht beidseitig eingespannt ist, prinzipiell nicht gemessen werden kann. Die Einspannung muß daher bereits bei der Probenpräparation berücksichtigt werden. Ein Probendesign, mit dem die Relaxation in x -Richtung verhindert wird, wird in Abb. 6.6 gezeigt.

Aus einem dicken Substrat muß eine dünne Membran herauspräpariert werden. Hierfür kann z.B. reaktives Ionenätzen verwendet werden. Die Dicke des dabei entstehenden Rahmens und die der Membran müssen so dimensioniert werden, daß der Einfluß der Oberflächenspannung auf den Rahmen vernachlässigt werden kann, der Einfluß auf die Form der

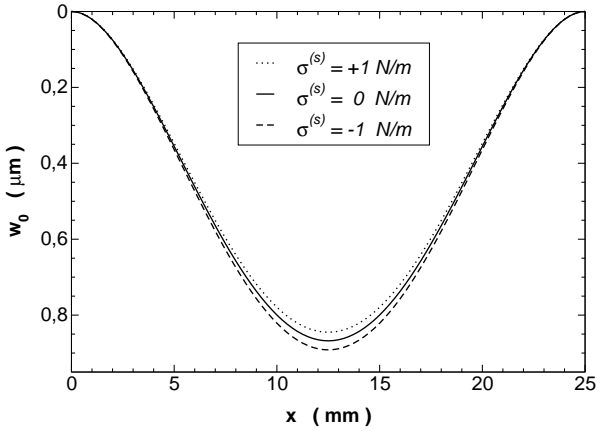


Abb. 6.3: Biegelinie eines beidseitig fest eingespannten Balkens für verschiedene Oberflächenspannungen. Der Balken hat eine Dicke von $50 \mu\text{m}$ und eine Länge von 25 mm . Der Elastizitätsmodul beträgt 10^{11} N/m^2 , die Poissonzahl $1/3$ und die Dichte 2000 kg/m^3 .

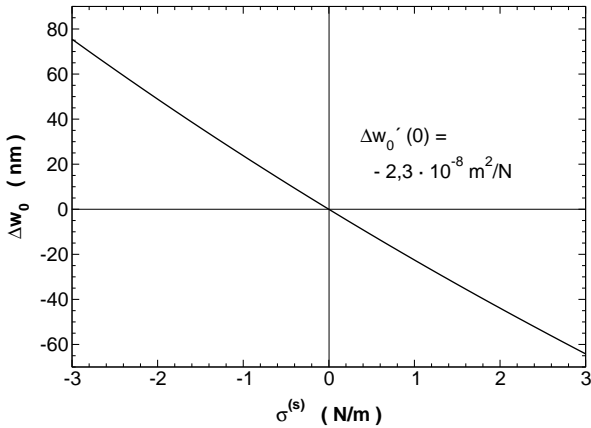


Abb. 6.4: Änderung der Auslenkung des Balkens an der Stelle $x = 12,5 \text{ mm}$ (Δw_0) in Abhängigkeit von der absoluten Oberflächenspannung ($\sigma^{(s)}$). Die Steigung im Ursprung beträgt $-2,3 \cdot 10^{-8} \text{ m}^2/\text{N}$.

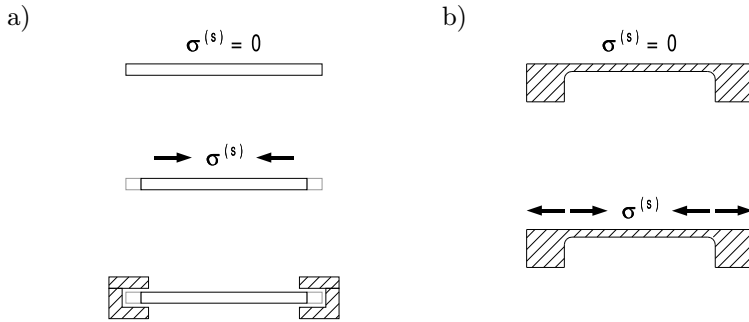


Abb. 6.5: Unterschied zwischen einem auf beiden Seiten eingeklemmten Streifen (a) und einer Membran (b). Der Streifen kann vor dem Einbau in den Halter in Längsrichtung relaxieren, wobei sich eine Vorspannung aufbaut, die die Oberflächenspannung vollständig kompensiert. Bei einer Membran ist dies nicht möglich. Durch den Rand wird eine Relaxation verhindert, denn dort baut sich eine gleichgroße Gegenspannung auf.

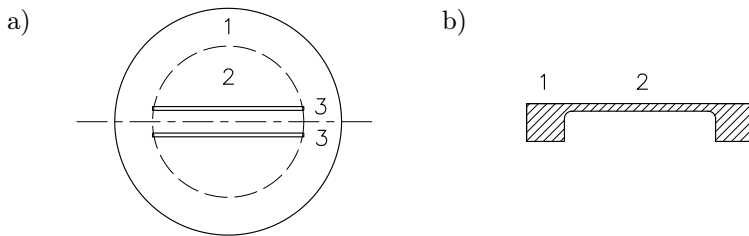


Abb. 6.6: Neues Probendesign zur Messung der absoluten Oberflächenspannung in der Aufsicht (a) und im Schnitt (b). 1: Rahmen; 2: Membran; 3: Schnitte durch die Membran (optional). Die Dicke der Membran ist übertrieben dargestellt.

Membran muß dagegen signifikant sein. Soll statt einer runden Membran der oben beschriebene beidseitig eingespannte Streifen untersucht werden, kann die Membran optional zweimal eingeschnitten werden. Da die Membran extrem zerbrechlich sein dürfte, empfiehlt sich hierfür z.B. ein Femtosekundenlaser, wie er bereits für den Zuschnitt der runden Proben in Kap. 4.1 verwendet wurde.

Auf diese Weise wird gleichzeitig das Problem der definierbaren und reproduzierbaren Randbedingungen gelöst, auch für eine runde Membran. Allerdings muß nun, wie in Anh. B gezeigt wird, unbedingt die intrinsische Krümmung der Membran berücksichtigt werden.

6.5 Vergleich mit Müller und Kern und Schlußfolgerungen

Nun sollen die aus den Euler-Lagrange-Gleichungen abgeleiteten Differentialgleichungen für einen beidseitig frei aufliegenden (6.32) und einen beidseitig fest eingespannten Balken (6.34) mit dem Modell von Müller und Kern verglichen werden. Es wird für einen schmalen Streifen durch Gl. 2.10 beschrieben.

Für einen auf beiden Seiten frei aufliegenden Balken versagt das Modell nach Müller und Kern völlig. Es sagt eine Abhängigkeit der Auslenkung von der absoluten Oberflächenspannung voraus, die nicht vorhanden ist. Die Biegelinie für $\sigma^{(s)} = 0$ wird jedoch richtig wiedergegeben.

Wie sieht es mit einem auf beiden Seiten fest eingespannten Balken aus? Statt des Terms $(N_{xx} + bs^+) \frac{d^2 w_0}{dx^2}$ taucht bei Müller und Kern der Ausdruck $bs^+ \frac{d^2 w_0}{dx^2}$ auf. N_{xx} wurde für das Beispiel auf S. 14 wie in Kap. 6.4.2 in Abhängigkeit von der Oberflächenspannung numerisch berechnet. Die daraus resultierende spezifische Schnittkraft N_{xx}/b ist in Abb. 6.7 über s^+ aufgetragen. Für eine absolute Oberflächenspannung von 1 N/m (-1 N/m) beträgt $s^+ = 2 \sigma^{(s)}$ genau 2 N/m (-2 N/m). N_{xx}/b hat dann einen Wert von knapp 0,016 N/m (gut 0,017 N/m). $N_{xx} + bs^+$ und bs^+ unterscheiden sich in beiden Fällen um weniger als 1 %.

Der beidseitig eingespannte Balken wird also durch das Modell von Müller und Kern näherungsweise richtig beschrieben. Unter diesen Randbedingungen kann der Probenhalter tatsächlich eine Axiallast auf die

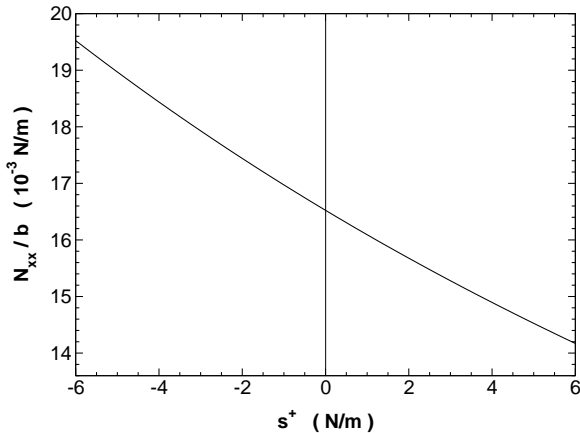


Abb. 6.7: Spezifische Schnittkraft N_{xx}/b in Abhängigkeit von s^+ für den Balken aus Abb. 6.3

Probe ausüben. Es ist die durch die Oberflächenspannung induzierte Gegenkraft, die die Probe am Relaxieren hindert. Dabei muß allerdings ein Probendesign, das zu dem in Abb. 6.6 äquivalent ist, verwendet werden. Dennoch eignet sich das Modell von Müller und Kern auch in diesem Fall nicht für die Praxis, da bei verbogenen Kristallen die Krümmung die Auslenkung mitbestimmt. Die entsprechenden Differentialgleichungen werden in Anh. B hergeleitet.

In Kap. 5.3 wurde gezeigt, daß sich das Durchsacken dünner, verbogener Einkristalle unter ihrem Eigengewicht leicht ermitteln läßt, wenn die Form der Probe in zwei Orientierungen und die Probendicke bekannt sind. Runde Proben sind für eine solche Messung zwar nur bedingt geeignet, da sich eine definierte Halterung für intrinsisch verbogene runde Einkristalle nur schwer realisieren läßt. Für verbogene Streifen, die nur an beiden Enden gehalten werden, besteht diese Einschränkung jedoch nicht. Wäre das Modell von Müller und Kern korrekt, könnte man aus einer solchen Messung die absolute Oberflächenspannung bestimmen. Vergleicht man das korrekte Modell mit dem von Müller und Kern, zeigen sich drei neue Schwierigkeiten:

1. Die Probenpräparation wird deutlich aufwendiger. Eine Relaxation der Probe parallel zur Oberfläche muß verhindert werden. Ein-

fache, dünne Einkristalle sind daher unbrauchbar. Man benötigt vielmehr eine dünne Membran, die aus einem sehr viel dickeren Substrat herauspräpariert werden muß. Dabei darf der Rand nicht entfernt werden. Er verhindert, daß der Einfluß der Oberflächenspannung durch eine Vorspannung der Membran kompensiert wird.

2. Die Auslenkungen für eine am Rand fest eingespannte Membran sind deutlich kleiner als die für eine mit frei aufliegendem Rand. In Abb. 2.4 und 6.4 wird deutlich, daß dabei die Empfindlichkeit gegenüber der absoluten Oberflächenspannung um mehr als eine Größenordnung sinken kann. Dieser Effekt kann u.U. dadurch ausgeglichen werden, daß mit der neuen Präparationsmethode dünnere Membranen hergestellt werden können.
3. Für eine am Rand fest eingespannte Probe ist die Krümmung von entscheidender Bedeutung. Das ergibt eine Rechnung für einen verbogenen Euler-Bernoulli-Balken, die in Anh. B zu finden ist. Denn je stärker eine Membran von sich aus verbogen ist, um so leichter kann sie relaxieren.

Dieses Prinzip wird bei langen Rohrleitungen ausgenutzt, die größeren Temperaturunterschieden und damit einer Längenänderung unterworfen sind. Die Leitungen werden nicht schnurgerade verlegt, sondern besitzen in regelmäßigen Abständen kleine Schlaufen, durch die sich mechanische Spannungen abbauen können.

Einerseits wird die Empfindlichkeit verbogener Membranen auf die Oberflächenspannung dadurch weiter reduziert, andererseits tut sich eine neue Fehlerquelle auf, wenn die Krümmung nicht exakt bekannt ist. Auf jeden Fall müssen die Differentialgleichungen nun i.a. numerisch - z.B. mit der Methode der finiten Elemente - gelöst werden.

Soll die absolute Oberflächenspannung über die Deformation dünner Einkristalle bestimmt werden, müssen diese *neuen* Probleme zunächst gelöst werden. Die Methode nach Müller und Kern ist für eine solche Messung nicht geeignet.

7 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Dissertation wurde ein Fizeau-Interferometer entwickelt, das den Einsatz der Phasenschiebungs-Interferometrie im Ultrahochvakuum erlaubt. Im Gegensatz zu kommerziellen Geräten verfügt es über eine im Vakuum montierte Referenzfläche. Dadurch ist es unempfindlich gegenüber Fehlern durch Variationen des Brechungsindex und durch spannungsinduzierte Doppelbrechung, die am Vakuumfenster auftreten können.

Die Wellenfrontdeformation durch den Absorptionsgraufilter und die Referenzfläche wurde kalibriert, und die zufälligen und systematischen Fehler des Interferometers wurden analysiert. Dadurch konnte eine Software für die Auswertung der Interferogramme geschrieben werden, die optimal an das Interferometer angepaßt ist. Die absolute Genauigkeit der rekonstruierten Oberflächen beträgt ± 4 nm.

Für den Betrieb des Fizeau-Interferometers wurde eine Vakuumkammer aufgebaut, die ein einfaches Ein- und Ausschleusen des Probenhalters, ein Heizen der Proben sowie eine Oberflächenanalyse mit Augerelektronen-Spektroskopie und der Beugung niederenergetischer Elektronen erlaubt.

Mit diesem Vakuumsystem wurden Messungen an dünnen Si(111)-Einkristallen durchgeführt. Die Oberflächenanalyse zeigte, daß sich mit Hilfe einer H-Passivierung, die im Vakuum abgeheizt wird, relativ saubere und nicht rekonstruierte Si(111)-Oberflächen präparieren lassen.

Die Form der Einkristalle wurde für zwei Probengeometrien interferometrisch ermittelt: für runde Plättchen und für schmale Streifen. Bei den Plättchen waren definierte und reproduzierbare Randbedingungen nicht zu realisieren. Für einen Streifen konnte dagegen das Durchsacken unter Eigengewicht trotz einer intrinsischen Verkrümmung erstmals gemessen werden.

Ein zweiter Schwerpunkt der Arbeit lag darin, die Biegelinie eines schmalen Streifens unter dem Einfluß von Gravitation und absoluter Ober-

flächenspannung theoretisch zu untersuchen. Sie wurde für einen geraden und für einen verbogenen Euler-Bernoulli-Balken mit dem Prinzip der virtuellen Arbeit hergeleitet. In dieser Rechnung konnte das allgemein akzeptierte Modell von Müller und Kern widerlegt werden.

Die von dem Modell vorhergesagte Abhängigkeit der Biegelinie von der absoluten Oberflächenspannung ist bei einem auf beiden Seiten frei aufliegenden Balken nicht vorhanden. Deshalb können die durchgeführten Messungen keine Informationen über die absolute Oberflächenspannung liefern. Das Durchsacken ist nur dann von der absoluten Oberflächenspannung abhängig, wenn der Balken nicht in Längsrichtung relaxieren kann. Das kann durch eine beidseitige feste Einspannung erreicht werden, die bereits bei der Ausdünnung der Proben vorhanden sein muß. Ein neues Probendesign, mit dem eine solche Messung möglich ist, wurde vorgeschlagen.

Zwar ergeben sich mit diesem Probendesign einige Schwierigkeiten: Zum einen ist das Durchsacken deutlich geringer und eine Messung dadurch schwieriger, zum anderen kann die intrinsische Krümmung nicht mehr vernachlässigt werden, wodurch i.a. eine numerische Modellierung notwendig wird. Im Gegensatz zu dem Verfahren nach Müller und Kern ist damit jedoch eine Messung der absoluten Oberflächenspannung prinzipiell möglich.

A Details der H-Passivierung

Das in dieser Arbeit verwendete Verfahren zur Wasserstoff-Passivierung stammt von Daum [Gro99] und eignet sich zur Präparation von Si(100)- und Si(111)-Oberflächen. Es stimmt im wesentlichen mit der von Higashi vorgeschlagenen Methode [Hig91] überein. Für Si(111) erhält man dabei eine H/Si(111)-(1×1)-Oberfläche. Das Verfahren setzt sich aus folgenden Schritten zusammen:

1. Entfetten der Probe nacheinander in Trichlorethylen, Aceton und Ethanol.
2. Entfernen von organischen Rückständen und Metallen durch 10-minütiges Auskochen in $\text{NH}_4\text{OH}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}$ (1:1:4) bei 80°C .
3. Ätzen in $\text{HCL}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}$ (4:1:4) für 5 min. bei 80°C . Dabei werden Schwermetalle, Alkalimetalle und Metallhydroxide beseitigt.
4. Gründliches Spülen mit deionisiertem Wasser.
5. Entfernen des restlichen Oxids für 5 min. mit Ammoniumfluorid-Ätzmischung ($\text{pH} = 5,0$).
6. Gründliches Spülen mit deionisiertem Wasser.
7. Oxidation in $\text{HCL}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}$ (1:1:4) für 10 min. bei 80°C .
8. Gründliches Spülen mit deionisiertem Wasser.
9. Entfernen der im vorletzten Schritt erzeugten Oxidschicht und H-Terminierung der Si-Oberfläche durch eine Ammoniumfluorid-Lösung in 6:30 min.
10. Letztes kurzes Spülen der Probe in deionisiertem Wasser für 10 s.

Bezeichnung	Reinheitsgrad	Produktnr.
Trichlorethylen, reinst	> 99,5%	1.00958.2500
Aceton, f. Spektroskopie	> 99,5%	1.00022.2500
Ethanol, absolut reinst, USP	> 99%	1.00986.2500
Wasserstoffperoxid 31%, VLSI	Selectipur	1.08552.2504
Salzsäure 30%	Suprapur	1.00318.1000
Ammoniumfluorid-Ätzmischung VLSI, AF 87,5-12,5	Selectipur	1.01171.2504
Ammoniumfluorid-Lösung 40%	Selectipur	1.01163.2504
Ammoniaklösung 25%	Suprapur	1.05428.1000
Wasser, f. HPLC	Rückst. < 0,0003%	Sigma-Aldrich 27,073-3

Tab. A.1: Liste der für die H-Passivierung verwendeten Chemikalien. Falls nicht anders angegeben, handelt es sich bei den Produktnummern um Bestellnummern der Firma Merck.

Die so präparierte Oberfläche ist hydrophob. Es dürfen im letzten Schritt also keine Wassertropfen an der Probe hängenbleiben. Ein Trocknen der Probe erübrigt sich damit.

Für die Schritte 5 und 9 muß ein Teflonbecher verwendet werden, denn im Gegensatz zu Glas ist Teflon resistent gegenüber Flußsäure. Zum Handhaben der Probe ist eine Teflonpinzette hervorragend geeignet. Sie ist ebenfalls unempfindlich gegenüber den verwendeten Chemikalien und außerdem verhältnismäßig weich, wodurch die Probe beim Greifen nicht so leicht bricht. Teflonbecher und -Pinzette müssen vor der Präparation wie in Schritt 2 beschrieben gereinigt werden.

Die für die Passivierung verwendeten Chemikalien sind in Tab. A.1 aufgelistet. Es werden der benötigte Reinheitsgrad und die Produktnummer (Merck oder Sigma-Aldrich) angegeben.

B Analyse eines gekrümmten Euler-Bernoulli-Balkens

B.1 Krummlinige Koordinaten

Um die Deformation eines gekrümmten Einkristallstreifens unter seiner Oberflächenspannung beschreiben zu können, muß man zunächst ein geeignetes Koordinatensystem wählen. In Abb. B.1 ist eine zweidimensionale Parametrisierung der xz -Ebene zu sehen. Sei (x, z) ein beliebiger Punkt innerhalb des Streifens und (x_0, z_0) der Fußpunkt des Lotes auf die mittlere Faser, so kann man (x, z) über die Bogenlänge ξ der mittleren Faser und den Abstand ζ zwischen (x, z) und (x_0, z_0) parametrisieren. Das Vorzeichen von ζ gibt dabei an, auf welcher Seite der mittleren Faser sich (x, z) befindet. Die Parametrisierung lautet:

$$\mathbf{r} = \begin{pmatrix} x(\xi, \zeta) \\ z(\xi, \zeta) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} x_0(\xi) - \zeta \frac{dx_0}{d\xi}(\xi) \\ z_0(\xi) + \zeta \frac{dz_0}{d\xi}(\xi) \end{pmatrix}. \quad (\text{B.1})$$

Für die Krümmung des Kristalls vor der Deformation durch die Oberflächenspannung gilt [Bro93]:

$$\kappa = \sqrt{\left(\frac{d^2x_0}{d\xi^2}\right)^2 + \left(\frac{d^2z_0}{d\xi^2}\right)^2} = \frac{d^2z_0}{d\xi^2}. \quad (\text{B.2})$$

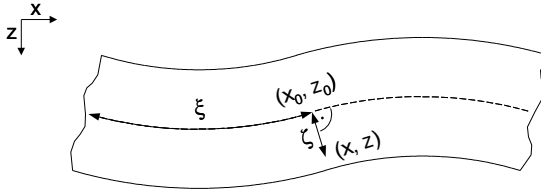


Abb. B.1: Zweidimensionale Parametrisierung der xz -Ebene. Jeder Punkt (x, z) innerhalb des Balkens wird eindeutig durch ξ und ζ bestimmt. ξ ist die Bogenlänge der mittleren Faser und ζ der Abstand zwischen (x, z) und dem Fußpunkt des Lotes (x_0, z_0) .

Die Einheitsvektoren der durch die Parametrisierung vorgegebenen Orthonormalbasis sind durch

$$\hat{\mathbf{e}}_\xi = \frac{1}{1 - \kappa\zeta} \frac{\partial}{\partial \xi} \mathbf{r} = \begin{pmatrix} \frac{dx_0}{d\xi} \\ \frac{dz_0}{d\xi} \end{pmatrix} \quad (\text{B.3})$$

$$\hat{\mathbf{e}}_\zeta = \frac{\partial}{\partial \zeta} \mathbf{r} = \begin{pmatrix} -\frac{dz_0}{d\xi} \\ \frac{dx_0}{d\xi} \end{pmatrix} \quad (\text{B.4})$$

und ihre Ableitungen durch

$$\frac{\partial}{\partial \xi} \hat{\mathbf{e}}_\xi = \kappa \hat{\mathbf{e}}_\zeta \quad \frac{\partial}{\partial \zeta} \hat{\mathbf{e}}_\xi = 0 \quad (\text{B.5})$$

$$\frac{\partial}{\partial \xi} \hat{\mathbf{e}}_\zeta = -\kappa \hat{\mathbf{e}}_\xi \quad \frac{\partial}{\partial \zeta} \hat{\mathbf{e}}_\zeta = 0 \quad (\text{B.6})$$

gegeben. Die Funktionaldeterminante hat den Wert

$$\begin{vmatrix} \frac{\partial x}{\partial \xi} & \frac{\partial x}{\partial \zeta} \\ \frac{\partial z}{\partial \xi} & \frac{\partial z}{\partial \zeta} \end{vmatrix} = 1 - \kappa\zeta. \quad (\text{B.7})$$

Der Gradient in krummlinigen Koordinaten lautet:

$$\nabla = \frac{1}{1 - \kappa\zeta} \hat{\mathbf{e}}_\xi \frac{\partial}{\partial \xi} + \hat{\mathbf{e}}_\zeta \frac{\partial}{\partial \zeta}. \quad (\text{B.8})$$

Wendet man den Gradienten auf ein Vektorfeld \mathbf{u} an, so muß man das Tensorprodukt von ∇ und \mathbf{u} bilden. Dabei ergibt sich:

$$\begin{aligned} \nabla \mathbf{u} &= \left(\frac{1}{1 - \kappa\zeta} \hat{\mathbf{e}}_\xi \frac{\partial}{\partial \xi} + \hat{\mathbf{e}}_\zeta \frac{\partial}{\partial \zeta} \right) (u \hat{\mathbf{e}}_\xi + w \hat{\mathbf{e}}_\zeta) \\ &= \frac{1}{1 - \kappa\zeta} \left(\frac{\partial u}{\partial \xi} - \kappa w \right) \hat{\mathbf{e}}_\xi \hat{\mathbf{e}}_\xi + \frac{1}{1 - \kappa\zeta} \left(\frac{\partial w}{\partial \xi} - \kappa u \right) \hat{\mathbf{e}}_\xi \hat{\mathbf{e}}_\zeta + \\ &\quad \frac{\partial u}{\partial \zeta} \hat{\mathbf{e}}_\zeta \hat{\mathbf{e}}_\xi + \frac{\partial w}{\partial \zeta} \hat{\mathbf{e}}_\zeta \hat{\mathbf{e}}_\zeta. \end{aligned} \quad (\text{B.9})$$

B.2 Green-Lagrange-Verzerrungstensor

Nun kann man den Green-Lagrange-Verzerrungstensor berechnen. Bezeichnet man die Verschiebung mit \mathbf{u} , so ist dieser wie folgt definiert:

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \frac{1}{2} \left(\nabla \mathbf{u} + (\nabla \mathbf{u})^t + \nabla \mathbf{u} \cdot (\nabla \mathbf{u})^t \right). \quad (\text{B.10})$$

In kartesischen Koordinaten ist Gl. B.10 äquivalent zu Gl. 6.3. In krummlinigen Koordinaten ergibt sich für die Komponenten des Verzerrungstensors mit Gl. B.9 dagegen:

$$\begin{aligned}
 \varepsilon_{\xi\xi} &= \frac{1}{1-\kappa\zeta} \left(\frac{\partial u}{\partial \xi} - \kappa w \right) + \frac{1}{2} \frac{1}{(1-\kappa\zeta)^2} \\
 &\quad \left(\left(\frac{\partial u}{\partial \xi} - \kappa w \right)^2 + \left(\frac{\partial w}{\partial \xi} + \kappa u \right)^2 \right) \\
 \varepsilon_{\zeta\zeta} &= \frac{\partial w}{\partial \zeta} + \frac{1}{2} \left(\left(\frac{\partial u}{\partial \zeta} \right)^2 + \left(\frac{\partial w}{\partial \zeta} \right)^2 \right) \\
 2\varepsilon_{\xi\zeta} &= \frac{\partial u}{\partial \zeta} + \frac{1}{1-\kappa\zeta} \left(\frac{\partial w}{\partial \xi} + \kappa u \right) + \frac{1}{1-\kappa\zeta} \\
 &\quad \left(\frac{\partial u}{\partial \zeta} \left(\frac{\partial u}{\partial \xi} - \kappa w \right) + \frac{\partial w}{\partial \zeta} \left(\frac{\partial w}{\partial \xi} + \kappa u \right) \right),
 \end{aligned} \tag{B.11}$$

wobei $\varepsilon_{\zeta\xi} = \varepsilon_{\xi\zeta}$ ist. Unter der Annahme $\kappa\zeta \ll 1$ und unter Vernachlässigung höherer Terme erhält man daraus:

$$\begin{aligned}
 \varepsilon_{\xi\xi} &= \frac{\partial u}{\partial \xi} - \kappa w + \frac{1}{2} \left(\frac{\partial w}{\partial \xi} \right)^2 \\
 \varepsilon_{\zeta\zeta} &= \frac{\partial w}{\partial \zeta} \\
 2\varepsilon_{\xi\zeta} &= \frac{\partial u}{\partial \zeta} + \frac{\partial w}{\partial \xi}.
 \end{aligned} \tag{B.12}$$

Das entspricht bis auf den Term $-\kappa w$ im Ausdruck für $\varepsilon_{\xi\xi}$ den Verzerrungen in Gl. 6.10. Nun benötigt man die Verschiebungen für einen Euler-Bernoulli-Balken in krummlinigen Koordinaten. Sie lauten analog zu Gl. 6.9:

$$\begin{aligned}
 u(\xi, \zeta) &= u_0(\xi) - \zeta \frac{dw_0}{d\xi} \\
 w(\xi, \zeta) &= w_0(\zeta).
 \end{aligned} \tag{B.13}$$

Das Anwenden von B.12 auf B.13 liefert:

$$\begin{aligned}
 \varepsilon_{\xi\xi} &= \frac{du_0}{d\xi} + \frac{1}{2} \left(\frac{dw_0}{d\xi} \right)^2 - \kappa w_0 - \zeta \frac{d^2 w_0}{d\xi^2} \\
 \varepsilon_{\zeta\zeta} &= 0 \\
 2\varepsilon_{\xi\zeta} &= 0.
 \end{aligned}
 \tag{B.14}$$

Das sind die von-Kármán-Verzerrungen in krummlinigen Koordinaten.

B.3 Euler-Lagrange-Gleichungen

Die Variation der inneren Energie und der beiden Terme der äußeren Energie kann nun wie in Kap. 6.3 berechnet werden. Für die Variation der inneren Energie erhält man:

$$\begin{aligned}
 \delta U &= \left[N_{\xi\xi} \delta u_0 + \left(N_{\xi\xi} \frac{dw_0}{d\xi} + \frac{dM_{\xi\xi}}{d\xi} \right) \delta w_0 - M_{\xi\xi} \delta \frac{dw_0}{d\xi} \right]_0^l - \\
 &\quad \int_0^l \frac{dN_{\xi\xi}}{d\xi} \delta u_0 + \\
 &\quad \left(\frac{dN_{\xi\xi}}{d\xi} \frac{dw_0}{d\xi} + N_{\xi\xi} \left(\frac{d^2 w_0}{d\xi^2} + \kappa \right) + \frac{d^2 M_{\xi\xi}}{d\xi^2} \right) \delta w_0 d\xi.
 \end{aligned}
 \tag{B.15}$$

Die Schnittkraft $N_{\xi\xi}$ und das Schnittmoment $M_{\xi\xi}$ lauten wieder:

$$N_{\xi\xi} = \int_A \sigma_{\xi\xi} dA \quad \text{und} \quad M_{\xi\xi} = \int_A \zeta \sigma_{\xi\xi} dA.
 \tag{B.16}$$

Ebenso erhält man für den Oberflächenterm der Variation der äußeren Energie:

$$\begin{aligned} \delta V^{(s)} = & \left[N_{\xi\xi}^{(s)} \delta u_0 + \left(N_{\xi\xi}^{(s)} \frac{dw_0}{d\xi} + \frac{dM_{\xi\xi}^{(s)}}{d\xi} \right) \delta w_0 - M_{\xi\xi}^{(s)} \delta \frac{dw_0}{d\xi} \right]_0^l - \\ & \int_0^l \frac{dN_{\xi\xi}^{(s)}}{d\xi} \delta u_0 + \\ & \left(\frac{dN_{\xi\xi}^{(s)}}{d\xi} \frac{dw_0}{d\xi} + N_{\xi\xi}^{(s)} \left(\frac{d^2 w_0}{d\xi^2} + \kappa \right) + \frac{d^2 M_{\xi\xi}^{(s)}}{d\xi^2} \right) \delta w_0 d\xi, \end{aligned} \quad (\text{B.17})$$

wobei

$$N_{\xi\xi}^{(s)} = bs^+ \quad \text{und} \quad M_{\xi\xi}^{(s)} = \frac{1}{2} bhs^-. \quad (\text{B.18})$$

Die Einheitsvektoren $\hat{\mathbf{e}}_\xi$ und $\hat{\mathbf{e}}_\zeta$ besitzen beide eine Komponente in z -Richtung. Eine Variation in u trägt daher ebenso zu einer Variation der potentiellen Energie bei wie eine Variation in w . Ist α der Winkel zwischen der mittleren Faser und der Horizontalen, ergibt sich mit

$$\begin{aligned} g_u(\xi) &= g \sin \alpha(\xi) = g \frac{dz_0}{d\xi}(\xi) \\ g_w(\xi) &= g \cos \alpha(\xi) = g \frac{dx_0}{d\xi}(\xi) \end{aligned} \quad (\text{B.19})$$

für die Variation der von der Schwerkraft am Körper verrichteten Arbeit:

$$\begin{aligned} \delta V^{(b)} &= - \int_V f_i \delta u_i dV = - \int_V \rho g_u \delta u + \rho g_w \delta w dV \\ &= - \int_0^l \int_A \rho g_u \left(\delta u_0 - \zeta \frac{d\delta w_0}{d\xi} \right) + \rho g_w \delta w_0 dA d\xi \\ &= - \int_0^l bh\rho (g_u \delta u_0 + g_w \delta w_0) d\xi. \end{aligned} \quad (\text{B.20})$$

Das Prinzip der virtuellen Arbeit

$$\delta W = \delta U + \delta V^{(s)} + \delta V^{(b)} = 0 \quad (\text{B.21})$$

liefert dann mit Gl. B.15, B.17 und B.20 wieder die Euler-Lagrange-Gleichungen des Systems. Sind $N_{\xi\xi}^{(s)}$ und $M_{\xi\xi}^{(s)}$ konstant, gilt:

$$\delta u_0 : \frac{dN_{\xi\xi}}{d\xi} + bh\rho g_u = 0 \quad (\text{B.22})$$

$$\begin{aligned} \delta w_0 : \quad & \frac{dN_{\xi\xi}}{d\xi} \frac{dw_0}{d\xi} + (N_{\xi\xi} + bs^+) \left(\frac{d^2 w_0}{d\xi^2} + \kappa \right) + \\ & \frac{d^2 M_{\xi\xi}}{d\xi^2} + bh\rho g_w = 0, \end{aligned} \quad (\text{B.23})$$

und die natürlichen Randbedingungen für $\xi = 0$ und $\xi = l$ sind:

$$\delta u_0 : \quad N_{\xi\xi} + bs^+ = 0 \quad (\text{B.24})$$

$$\delta w_0 : \quad (N_{\xi\xi} + bs^+) \frac{dw_0}{d\xi} + \frac{dM_{\xi\xi}}{d\xi} = 0 \quad (\text{B.25})$$

$$\delta \frac{dw_0}{d\xi} : \quad M_{\xi\xi} + \frac{1}{2} bhs^- = 0. \quad (\text{B.26})$$

Für kleine α gilt $g_w \approx g$, und man kann g_u vernachlässigen. Dann lautet Gl. B.22:

$$\frac{dN_{\xi\xi}}{d\xi} = 0. \quad (\text{B.27})$$

Ein Einsetzen von Gl. B.27 in Gl. B.23 liefert schließlich:

$$(N_{\xi\xi} + bs^+) \left(\frac{d^2 w_0}{d\xi^2} + \kappa \right) + \frac{d^2 M_{\xi\xi}}{d\xi^2} + bh\rho g = 0. \quad (\text{B.28})$$

Die Euler-Lagrange-Gleichungen in B.27 und B.28 und die in 6.22 und 6.23 unterscheiden sich jetzt nur noch durch den zusätzlichen Term

$(N_{\xi\xi} + bs^+) \kappa$ in Gl. B.28. Dieser beschreibt den Einfluß der Krümmung auf die Deformation des Balkens.

Wird u_0 nicht an beiden Enden vorgegeben, gilt wie für einen geraden Balken $N_{\xi\xi} + bs^+ = 0$. Damit ist auch $(N_{\xi\xi} + bs^+) \kappa = 0$, und die Auslenkung des Balkens ist von seiner Krümmung unabhängig. Die Deformation eines einseitig fest eingespannten oder auf beiden Seiten frei aufliegenden Balkens wird also weder durch seine absolute Oberflächenspannung noch durch seine Krümmung beeinflusst.

Das ändert sich, wenn man u_0 auf beiden Seiten vorgibt. Da nun $(N_{\xi\xi} + bs^+) \kappa \neq 0$ ist, hängt w_0 sowohl von s^+ als auch von κ ab. Anschaulich betrachtet kommt die κ -Abhängigkeit dadurch zustande, daß ein an beiden Enden fest eingespannter, gekrümmter Balken in x -Richtung leichter relaxieren kann als ein gerader. Da für die in Kap. 5.3 beobachteten Krümmungen $(N_{\xi\xi} + bs^+) \kappa$ nicht vernachlässigt werden kann, muß man bei einer Messung der absoluten Oberflächenspannung mit einem zu Abb. 6.6 äquivalenten Probendesign die Krümmung unbedingt berücksichtigen. Die resultierenden Differentialgleichungen werden sich oft nur numerisch lösen lassen. Hierfür kann z.B. die Methode der finiten Elemente verwendet werden.

Für einen Balken, der nicht nur gekrümmt ist, sondern auch eine variable Dicke besitzt, müssen die Euler-Lagrange-Gleichungen mit variablem $M_{\xi\xi}^{(s)}$ gelöst werden. Auch das ist i.a. nur numerisch möglich.

Literaturverzeichnis

- [Ai91] C. AI, J. C. WYANT, *Measurement of the inhomogeneity of a window*, Opt. Eng. **30**, 1399 (1991).
- [Bra73] W. A. BRANTLEY, *Calculated elastic constants for stress problems associated with semiconductor devices*, J. Appl. Phys. **44**, 534 (1973).
- [Bre99] G. BRETON, M. NOUAOURA, X. GRATENS, O. LAIRE, F. TOUHARI, S. CHARAR, M. AVEROUS, *Effect of chemical preparation of Si(111) surfaces on the CaF₂ growth*, Journal of Crystal Growth **200**, 112 (1999).
- [Bri90] D. BRIGGS, M. P. SEAH (Hg.), *Auger and X-ray Photoelectron Spectroscopy*, Bd. 1 von *Practical Surface Analysis*, 2. Aufl. (John Wiley & Sons, Chichester, Salle + Sauerländer, Frankfurt a. M., 1990).
- [Bro93] I. N. BRONSTEIN, K. A. SEMENDJAJEW, G. MUSIOL, H. MÜHLIG, *Taschenbuch der Mathematik* (Verlag Harri Deutsch, Thun und Frankfurt am Main, 1993).
- [Bur93] D. C. BURKMAN, D. DEAL, D. C. GRANT, C. A. PETERSON, in *Handbook of Semiconductor Wafer Cleaning Technology: Science, Technology and Applications*, herausgegeben von W. Kern, Kap. 3 (Noyes Publications, Park Ridge, New Jersey, U.S.A., 1993).
- [Car66] P. CARRÉ, *Installation et Utilisation du Comparateur Photo-electrique et Interferentiel du Bureau International des Poids de Mesures*, Metrologia **2**, 13 (1966).
- [Cop94] M. COPEL, R. J. CULBERTSON, R. M. TROMP, *Relaxation and H coverage of ammonium flouride treated Si(111)*, Appl. Phys. Lett. **65**, 2344 (1994).

- [Dah00] K. DAHMEN, S. LEHWALD, H. IBACH, *Bending of crystalline plates under the influence of surface stress - a finite element analysis*, Surf. Sci. **446**, 161 (2000).
- [Dah01] K. DAHMEN, H. IBACH, D. SANDER, *A finite element analysis of the bending of crystalline plates due to anisotropic surface and film stress applied to magnetoelasticity*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials **231**, 74 (2001).
- [Deg97] G. DEGAND, P. MÜLLER, R. KERN, *Measurement of surface stress: description of an interferometric method*, Surface Review and Letters **4**, 1047 (1997).
- [Dür02] R. DÜRR, *Silicon Wafer Cleaning by Wet Chemical Treatment*, Masterthesis, Department of Physics, University of Uppsala, Schweden (2002).
- [Dum90] P. DUMAS, Y. J. CHABAL, G. S. HIGASHI, *Coupling of an Adsorbate Vibration to a Substrate Surface Phonon: H on Si(111)*, Phys. Rev. Lett. **65**, 1124 (1990).
- [Fre90] K. FREISCHLAD, C. L. KOLIOPOULOS, *Fourier description of digital phase-measuring interferometry*, J. Opt. Soc. Am. **7**, 542 (1990).
- [Geo99] A. GEORGE, in *Properties of Crystalline Silicon*, herausgegeben von R. Hull, Kap. 3.2 (INSPEC, The Institution of Electrical Engineers, London, United Kingdom, 1999).
- [Gre92] J. E. GREIVENKAMP, J. H. BRUNING, in *Optical Shop Testing*, herausgegeben von M. Malacara, 2. Aufl., Kap. 14 (John Wiley & Sons, Inc., 1992).
- [Gro99] A. GROSSMANN, persönliche Kommunikation, Physikalisches Institut der Eberhard-Karls-Universität Tübingen, Rezept nach W. Daum, Forschungszentrum Jülich (1999).
- [Hai01] W. HAISS, *Surface stress of clean and adsorbate-covered solids*, Rep. Prog. Phys. **64**, 591 (2001).
- [Har87] P. HARIHARAN, B. F. OREB, T. EIJU, *Digital phase-shifting interferometry: a simple error-compensating phase calculation algorithm*, Appl. Opt. **26**, 2504 (1987).

- [Har97] P. HARIHARAN, *Interferometric testing of optical surfaces: absolute measurements of flatness*, Opt. Eng. **36**, 2478 (1997).
- [Har98] P. HARIHARAN, *Interferometric measurements of small-scale irregularities: highly reflecting surfaces*, Opt. Eng. **37**, 2751 (1998).
- [Hib97] K. HIBINO, *Susceptibility of systematic error-compensating algorithms to random noise in phase-shifting interferometry*, Appl. Opt. **36**, 2048 (1997).
- [Hig90] G. S. HIGASHI, Y. J. CHABAL, G. W. TRUCKS, Krishnan RAGHAVACHARI, *Ideal Hydrogen termination of the Si(111) surface*, Appl. Phys. Lett. **56**, 656 (1990).
- [Hig91] G. S. HIGASHI, R. S. BECKER, Y. J. CHABAL, A. J. BECKER, *Comparison of Si(111) surfaces prepared using aqueous solutions of NH_4F versus HF* , Appl. Phys. Lett. **58**, 1656 (1991).
- [Iba97] H. IBACH, *The role of surface stress in reconstruction, epitaxial growth and stabilization of mesoscopic structures*, Surf. Sci. Rep. **29**, 193 (1997).
- [Jia98] H.-B. JIANG, A. GROSSMANN, T. W. HÄNSCH, *Fast sub-micrometer interference lithography on Silicon*, Appl. Phys. B **66**, 523 (1998).
- [Jon95] F. JONA, W. A. THOMPSON, P. M. MARCUS, *Experimental determination of the atomic structure of a H-terminated Si{111} surface*, Phys. Rev. B **52**, 8226 (1995).
- [Kai01] S. KAISER, T. MAIER, A. GROSSMANN, C. ZIMMERMANN, *Fizeau interferometer for phase shifting interferometry in ultra-high vacuum*, Rev. Sci. Instr. **72**, 3726 (2001).
- [Ker94] R. KERN, P. MÜLLER, *Some crystal growth problems related to surface energy and surface stress*, Bulgarian Chemical Communications **27**, 24 (1994).
- [Koc85] R. KOCH, R. ABERMANN, *On the influence of thermal effects on internal stress measurements during and after deposition of silver, gold and copper films*, Thin Solid Films **129**, 63 (1985).

- [Kom96] T. KOMEDA, Y. MORITA, H. TOKUMOTO, *Surface roughening and metastable superstructures on wet-processed Si(111) surface induced by hydrogen desorption*, Surf. Sci. **348**, 153 (1996).
- [Lov89] D. R. LOVETT, *Tensor Properties of Crystals* (Adam Hilger, Bristol and New York, 1989).
- [Lüt98] H. LÜTH, *Surfaces and Interfaces of Solid Materials*, Kap. 3.2, 3. Aufl. (Springer-Verlag, 1998).
- [Mad81] H. H. MADDEN, *Chemical information from Auger electron spectroscopy*, J. Vac. Sci. Technol. **18**, 677 (1981).
- [Mai01] T. MAIER, *Absolute Oberflächenspannung von einkristallinen Halbleitern*, Diplomarbeit, Ludwig-Maximilians-Universität München, Sektion Physik, angefertigt am Physikalischen Institut der Eberhard-Karls-Universität Tübingen (2001).
- [Man92] M. V. MANTRAVADI, in *Optical Shop Testing*, herausgegeben von M. Malacara, 2. Aufl., Kap. 1.2 (John Wiley & Sons, Inc., 1992).
- [May68] C. W. MAYS, J. S. VERMAAK, D. KUHLMANN-WILSDORF, *On surface stress and surface tension*, Surf. Sci. **12**, 134 (1968).
- [Mea89] R. D. MEADE, D. VANDERBILT, *Origins of Stress on Elemental and Chemisorbed Semiconductor Surfaces*, Phys. Rev. Lett. **63**, 1404 (1989).
- [Mik98] K. MIKI, K. SAKAMOTO, T. SAKAMOTO, *Surface preparation of Si substrates for epitaxial growth*, Surf. Sci. **406**, 312 (1998).
- [Mül94] P. MÜLLER, R. KERN, *About the measurement of absolute isotropic surface stress of crystals*, Surf. Sci. **301**, 386 (1994).
- [Niw90] M. NIWA, H. IWASAKI, S. HASEGAWA, *Hydrogen terminated Si(100) surfaces studied by scanning tunneling microscopy, x-ray photon spectroscopy, and Auger electron spectroscopy*, J. Vac. Sci. Technol. A **8**, 266 (1990).
- [Nye72] J. F. NYE, *Physical Properties of Crystals* (Oxford at the Clarendon Press, 1972).

- [Oka99] Y. OKADA, in *Properties of Crystalline Silicon*, herausgegeben von R. Hull, Kap. 3.1 (INSPEC, The Institution of Electrical Engineers, London, United Kingdom, 1999).
- [Pie95] G. J. PIETSCH, *Hydrogen on Si: Ubiquitous surface termination after wet-chemical processing*, Appl. Phys. A **60**, 347 (1995).
- [Red99] J. N. REDDY, *Theory and Analysis of Elastic Plates* (Taylor & Francis Ltd., London, 1999).
- [Ric95] L. RICCI, M. WEIDEMÜLLER, T. ESSLINGER, A. HEMMERICH, C. ZIMMERMANN, V. VULETIC, W. KÖNIG, T. W. HÄNSCH, *A compact grating-stabilized diode laser system for atomic physics*, Opt. Com. **117**, 541 (1995).
- [San91] D. SANDER, H. IBACH, *Experimental determination of adsorbate-induced surface stress: Oxygen on Si(111) and Si(100)*, Phys. Rev. B **43**, 4263 (1991).
- [San95] D. SANDER, A. ENDERS, J. KIRSCHNER, *A simple technique to measure stress in ultrathin films during growth*, Rev. Sci. Instr. **66**, 4734 (1995).
- [Sch95] J. SCHMIT, K. CREATH, *Extended averaging technique for derivation of error-compensating algorithms in phase-shifting interferometry*, Appl. Opt. **34**, 3610 (1995).
- [Sha92] L. SHAO, *Absolute Testing of Flats Using Four Data Sets*, in *Interferometry: Surface Characterization and Testing*, herausgegeben von K. Creath, J. E. Greivenkamp, Bd. 1776 von *Proc. of SPIE* (SPIE, 1992), S. 94.
- [Shu50] R. SHUTTLEWORTH, *The Surface Tension of Solids*, Proc. Phys. Soc. A **63**, 444 (1950).
- [Sto09] G. G. STONEY, *The Tension of Metallic Films deposited by Electrolysis*, Proc. R. Soc. London Ser. A **82**, 172 (1909).
- [Sur96] Y. SURREL, *Design of algorithms for phase measurements by the use of phase stepping*, Appl. Opt. **35**, 51 (1996).
- [Sur97] Y. SURREL, *Additive noise effect in digital phase detection*, Appl. Opt. **36**, 271 (1997).

- [Sur98] Y. SURREL, *Design of algorithms for phase measurement*, Bd. 3407 von *Proc. of SPIE* (SPIE, 1998), S. 67.
- [Tan96] S. TANG, *Self-calibrating five-frame algorithm for phase shifting interferometry*, in *Laser Interferometry VIII: Techniques and Analysis*, herausgegeben von M. Kujawinska, R.J. Pryputniewicz, M. Takeda, Bd. 2860 von *Proc. of SPIE* (SPIE, 1996), S. 91.
- [Van87] D. VANDERBILT, *Absence of Large Compressive Stress on Si(111)*, *Phys. Rev. Lett.* **59**, 1456 (1987).
- [Ver68] J. S. VERMAAK, C. W. MAYS, D. KUHLMANN-WILSDORF, *On surface stress and surface tension, I. Theoretical considerations*, *Surf. Sci.* **12**, 128 (1968).
- [Vin94] L. T. VINH, M. EDDRIEF, C. A. SÉBENNE, P. DUMAS, A. TALEB-IBRAHIMI, R. GUNTHER, Y. J. CHABAL, J. DERRIEN, *Low temperature formation of Si(111)7×7 surfaces from chemically prepared H/Si(111)-(1×1) surfaces*, *Appl. Phys. Lett.* **64**, 3308 (1994).
- [Was70] H. J. WASSERMANN, J. S. VERMAAK, *On the determination of a lattice contraction in very small silver particles*, *Surf. Sci.* **22**, 164 (1970).
- [Was72] H. J. WASSERMANN, J. S. VERMAAK, *On the determination of the surface stress of copper and platinum*, *Surf. Sci.* **32**, 168 (1972).
- [Zan96] A. ZANGWILL, *Physics at surfaces*, Kap. 1.3 (Cambridge University Press, 1996).
- [Zha99] H. ZHANG, *Robust, accurate seven-sample phase-shifting algorithm insensitive to nonlinear phase-shift error and second-harmonic distortion: a comparative study*, *Opt. Eng.* **38**, 1524 (1999).

Danksagung

An dieser Stelle sei all jenen gedankt, die durch ihre Hilfe zum Gelingen meiner Doktorarbeit beigetragen haben. Dabei möchte ich einige besonders hervorheben.

Herrn Prof. Dr. Claus Zimmermann danke ich für die Stellung einer interessanten und technisch anspruchsvollen Aufgabe. Er konnte mich für eine Promotion in Tübingen begeistern. Dazu trug auch die Möglichkeit bei, beim Aufbau einer neuen Arbeitsgruppe mitzuwirken. Mit ihm habe ich zahlreiche, produktive Diskussionen geführt. Seine Anregungen bei Problemen aller Art weiß ich sehr zu schätzen. Er hat sich stets Zeit genommen und mir bei der Gestaltung des Projektes viele Freiheiten gelassen.

Die Idee für diese Arbeit stammt von Herrn Dr. Alexander Grossmann. Ihm danke ich für seine Hilfe in der Anfangsphase des Projektes.

Besonderer Dank gilt meinem Diplomanden Thomas Maier. Neben der ausgezeichneten Zusammenarbeit seien hier sein gutes Augenmaß und seine ruhige Hand erwähnt. Er war für die H-Passivierung der ersten Proben und für den Aufbau des Interferometers verantwortlich.

Bedanken möchte ich mich auch bei Herrn Prof. Dr. Harald Ibach vom Institut für Grenzflächenforschung und Vakuumphysik im Forschungszentrum Jülich. Er übernahm freundlicherweise die Aufgabe, das Zweitgutachten anzufertigen. Mit seinem Doktoranden Klaus Dahmen konnte ich mehrmals über das Modell von Müller und Kern und über die theoretischen Aspekte meiner Arbeit sprechen. Er war mir eine große Hilfe.

Susanne Kreim wirkte während ihres Praktikums wesentlich bei der Temperaturkalibrierung der Waferheizung mit. Sie hat die Transmissionsmessungen im Rohrofen durchgeführt.

Bei der Einrichtung meines Labors habe ich tatkräftige Unterstützung durch die Feinmechanik- und die Elektronikwerkstatt erhalten. Sie sind

ebenfalls für das Innenleben der Vakuumkammer bzw. für den Bau diverser elektronischer Schaltungen verantwortlich. Dafür danke ich Herrn Brodbeck, Herrn Schreyer und den Mitarbeitern beider Werkstätten.

Herr Dr. Stefan Raible half mir bei der Bedienung der Wafersäge. Er konnte mir gute Tips für das Zuschneiden der Si-Streifen geben. Danke.

Meiner Arbeitsgruppe möchte ich für die gute Stimmung auf dem fünften Stock und bei den Erlebnisseminaren danken. Das gilt insbesondere für Sonja, Ulrike, meinen Diplomanden Thomas, meinen Zimmer- und Labornachbarn Dietmar, Jozsef, Herwig, Gerald, Christian, Sebastian und Jan. Während dieser Zeit habe ich eine Einführung in die Geheimnisse der Diodenlaser und des Ultrahochvakuums erhalten.

Frau Lossa hat sich um zahlreiche organisatorische Dinge gekümmert und dadurch den Büroalltag erleichtert. Ich möchte mich bei ihr besonders für die vielen Veröffentlichungen bedanken, die sie für mich bestellt hat. Sie sorgte stets für Nachschub des in der Forschung wichtigsten Rohstoffs: Kaffee.

Ein Merci für die Durchsicht der Dissertation geht an Thomas Maier, Oliver Stoll, Henry Heidemeyer und an Gini. Für den orthografischen Feinschliff möchte ich mich ganz herzlich bei meiner Mutter bedanken.

Gini danke ich außerdem für die vielen schönen Stunden ohne Physik. Auf ihre Unterstützung konnte ich mich stets verlassen.

„Last but not least“ danke ich meinen Eltern. Sie waren immer für mich da und haben mir mein Studium ermöglicht.

Diese Arbeit wurde aus Mitteln der Deutschen Forschungsgemeinschaft finanziert (Az.: Gr 1700-2/1).