

Ortsaufgelöste Bestimmung von Gitterverzerrungen in
Silizium-Nanostrukturen mittels
Elektronenrückstreubeugung

Dissertation

zur Erlangung des
Doktorgrades der Naturwissenschaften (Dr. rer. nat.)

Der



Naturwissenschaftlichen Fakultät II
der Martin-Luther-Universität
Halle-Wittenberg

vorgelegt

von Herrn Michael Krause
geb. am 11.03.1981 in Halle

Gutachter: 1. Prof. Dr. Ralf B. Wehrspohn
2. PD Dr. Michael Hanke
3. PD Dr. Hartmut S. Leipner

eingereicht am: 22.01.2013

Tag der öffentlichen Verteidigung: 03.07.2013

Ortsaufgelöste Bestimmung von Gitterverzerrungen in Silizium-Nanostrukturen mittels Elektronenrückstreubeugung

Michael Krause

Juli 2013

Die vorliegende Dissertation wird im
Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM
als wissenschaftlicher Bericht mit folgender
Berichtsnummer geführt:

620/2013

Fraunhofer-Institut
für Werkstoffmechanik IWM
Walter-Hülse-Straße 1
06120 Halle (Saale)

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Motivation	1
1.2	Zielstellung der Arbeit	3
2	Stand der Wissenschaft	5
2.1	Röntgenbeugung	5
2.2	Elektronenmikroskopie und Elektronenbeugung	7
2.2.1	Transmissionselektronenmikroskopie	7
2.2.2	Elektronenrückstreubeugung	9
2.3	Optische Spektroskopie	10
2.3.1	Ramanspektroskopie	10
2.3.2	Kathodolumineszenz	12
2.3.3	Weitere optische Verfahren	12
2.4	Alternative Messverfahren	13
2.5	Zusammenfassung	14
3	Grundlagen	15
3.1	Mechanik	15
3.1.1	Verschiebung, Verzerrung und Rotation in kontinuumsmechanischer Beschreibung	15
3.1.2	Spannungen	19
3.1.3	Materialgesetz	20
3.2	Beugung rückgestreuter Elektronen	21
3.2.1	Geometrische Interpretation der Elektronenrückstreubeugung	22
3.2.2	Dynamische Theorie der Elektronenbeugung	23
3.2.3	Dynamische Simulation von Beugungsbildern rückgestreuter Elektronen	25
3.2.4	Analyse von Gitterverzerrung mittels Elektronenrückstreubeugung	26

3.3	Wechselwirkung von Ionen mit kondensierter Materie	28
3.3.1	Oberflächenerosion	29
3.3.2	Oberflächenstrukturierung	31
4	Geräte und Methoden	34
4.1	EBSD	34
4.1.1	Instrumentierung	34
4.1.2	Kalibrierung	35
4.2	Hochaufgelöste Strukturaufklärung	35
4.3	Oberflächenanalytik	37
5	Verzerrungsanalyse und Zielpräparation in Silizium-Strukturen	39
5.1	Analyse von Beugungsbildern	39
5.1.1	Segmentierung	39
5.1.2	Kreuzkorrelation	41
5.1.3	Qualität von Beugungsbildern	42
5.1.4	Filterung	45
5.1.5	Artefakte und Störgrößen	46
5.2	Zielpräparation	49
5.2.1	Aquisitions- und Präparationstrategien	49
5.2.2	Spannungsrelaxation	51
6	Ergebnisse	53
6.1	Ionenstrahlpräparation einkristalliner Silizium-Oberflächen	53
6.1.1	Zerstäubungsausbeuten	53
6.1.2	Topographie	55
6.1.3	Amorphisierung	60
6.1.4	Gitterverzerrung	64
6.1.5	Molekulardynamische Simulation der Ionen-Festkörper-Wechselwirkung	66
6.1.6	Bildqualität	68
6.2	Analyse des Verzerrungszustands einer Strained Silicon on Insulator-Schicht	70
7	Diskussion	75
7.1	Anwendbarkeit der „Pattern-Shift“ Methodik	75
7.1.1	Vergleichsmessungen	75

7.1.2	Referenzbilder	78
7.1.3	Aufnahmestrategien	79
7.1.4	Analyse von Verschiebungen in Beugungsbildern rückgestreuter Elektronen	80
7.2	Oberflächengüte ionenstrahlerodierter Silizium-Oberflächen	82
7.2.1	Gitterschädigung	82
7.2.2	Oberflächenstrukturierung	85
7.2.3	Zerstäubungsausbeute	86
7.2.4	Konsequenzen für die kombinierte Ionenstrahlpräparation und Elektronenrückstreubeugung	88
8	Zusammenfassung	89
9	Ausblick	91
	Anhang	i
	Literaturverzeichnis	x
	Angaben zur Person	xxvi
	Erklärung	xxvii

Abbildungsverzeichnis

1.1	Beispiele für Eigenspannungen in Silizium-Strukturen	2
2.1	Graphische Veranschaulichung der Sensitivität und Ortsauflösung ausgewählter Methoden zur Analyse von Eigenspannungen	14
3.1	Deformation eines materiellen Linienelements bei der Transformation eines Körpers	16
3.2	Entstehung von Kikuchiliniien durch konstruktive Interferenz diffus gestreuter Elektronen.	23
3.3	Anschauliche Interpretation des Blochwellen-Modells im Zweistrahlfall.	24
3.4	Vergleich eines simulierten und experimentellen Beugungsbilds einer Silizium-Struktur.	26
3.5	Schematische Darstellung der Verschiebung einer Zonenachse infolge einer Gitterverzerrung.	27
4.1	Schematische Darstellung des verwendeten EBSD-Detektors	34
4.2	Geometrische Kalibrierung des EBSD-Systems	36
4.3	Proben für die Analyse von Amorphisierungsdicken mittels HREM	37
5.1	Selektion von Bildausschnitten aus Beugungsbildern	40
5.2	Selektion von Bildausschnitten aus houghtransformierten Beugungsbildern	40
5.3	Berechnung der Bildverschiebung mittels Kreuzkorrelation	41
5.4	Nachweis der minimal detektierbaren Musterverschiebung für den Fall dynamisch simulierter Silizium-Beugungsbilder	43
5.5	Automatische Anpassung von Filtern	45
5.6	Detektion ortsfester Bildartefakte in Beugungsbildern	46
5.7	Verschiebung des Beugungsbilds durch Rasterung des Elektronenstrahls	48
5.8	Bildqualität bei elektronenstrahlinduzierter Polymerisation	49
5.9	Vergleichende Darstellung des EBSD-Informationsvolumens V_{Inf} und der Dicke d_S einer zu analysierenden Schicht	50

5.10	Vergleich der ionenstrahlbasierten Querschnitts- und Planarpräparation unter Kontrolle des Abtragsprozesses	50
5.11	FEM-Simulation zur Spannungsrelaxation einer sSOI-Schicht mit darüber befindlicher Deckschicht	52
6.1	Vergleich der zerstäubten Volumina und des Sputteryields für verschiedene Dosisdichten	54
6.2	AFM Abbildungen von Silizium-Oberflächen nach Erosion mittels 30 keV Ga ⁺ -Ionenstrahl	55
6.3	AFM Abbildungen und zugehörige PSD-Funktion von Silizium-Oberflächen nach Erosion mittels 25 keV Bi ⁺ -Ionenstrahl	56
6.4	AFM Abbildungen von Silizium-Oberflächen nach Erosion mittels Ar ⁺ -Ionenstrahl	57
6.5	AFM Abbildungen von Silizium-Oberflächen nach Erosion mittels Cs ⁺ -Ionenstrahl	58
6.6	AFM Abbildungen von Silizium-Oberflächen nach Erosion mittels O ₂ ⁺ -Ionenstrahl	59
6.7	PSD-Funktionen der in Abb. 6.6 (d)-(e) bzw. (g)-(i) dargestellten AFM-Aufnahmen	60
6.8	HREM-Abbildungen von Silizium (001)-Oberflächen nach Bestrahlung mittels (a) 500 eV Ar ⁺ -Ionenstrahl bzw. (b) 2 keV Ar ⁺ -Ionenstrahl	61
6.9	HREM-Abbildung einer Silizium (001)-Oberfläche nach Bestrahlung mittels (a) 2 keV Ga ⁺ -Ionenstrahl bzw. (b) 30 keV Ga ⁺ -Ionenstrahl	61
6.10	HAADF-Abbildung und chemische Zusammensetzung einer Silizium (001)-Oberfläche nach senkrechter Bestrahlung mittels 30 keV Ga ⁺ -Ionenstrahl	62
6.11	XPS-Oberflächenspektrum eines mittels Ga ⁺ -Ionen erzeugten Kraters in Silizium	62
6.12	HREM-Abbildungen von Silizium (001)-Oberflächen nach Bestrahlung mittels (a) 500 eV O ₂ ⁺ -Ionenstrahl bzw. (b)-(c) 2 keV O ₂ ⁺ -Ionenstrahl	63
6.13	HREM-Abbildungen (Querschnitt) von, mittels 500 eV bzw. 2 keV Cs ⁺ -Ionenstrahl erzeugten, Sputterkratern in einer (001)-Silizium-Oberfläche	64
6.14	TEM-Abbildung einer Silizium (001)-Oberfläche nach Bestrahlung mittels 25 keV Bi ⁺ -Ionenstrahl	65
6.15	Vergleich mittels TEM gemessener Amorphisierungsdicken für die Bestrahlung von Silizium (001)-Oberflächen unter Verwendung verschiedener Ionenpezies und Primärenergien.	65
6.16	Ramanspektren und Bandenverschiebungen von Silizium-Oberflächen nach Ionenbeschuss	66

6.17	Momentaufnahmen eines Silizium-Kristalls während des Beschusses mit Cäsium-Ionen bei einer Energie von $E = 2$ keV (MD-Simulation).	67
6.18	Graphische Darstellung der Ergebnisse der MD-Simulationen für verschiedene Ionenspezies und Primärenergien.	68
6.19	Vergleichende Darstellungen von Beugungsbildern und Bildqualitäten von erodierten Silizium-Oberflächen	69
6.20	Schematische Darstellung und Mikrostruktur des analysierten sSOI-Schichtsystems	70
6.21	TOF-SIMS Tiefenprofil (a) und Oberflächentopographie (b) eines Sputterkraters zur Freilegung einer unverspannten Referenzposition.	71
6.22	Pattern-Qualität Q_{LS} einer Strained Silicon Schicht/Referenzposition für verschiedene Beschleunigungsspannungen	71
6.23	Qualität der Beugungsbilder und mittlerer normierter Kreuzkorrelationskoeffizient entlang eines Linescans auf einer sSOI-Schicht	72
6.24	Vergleich der, mittels EBSD bestimmten, Normalverzerrung ε_{11} und der Bildqualität Q_{LS} der analysierten Beugungsbilder	73
6.25	Verzerrung und Rotation einer sSOI-Schicht entlang eines Linescans	73
7.1	Ramanspektren und Reciprocal Space Mapping einer Strained Silicon on Insulator Schicht	76
7.2	Vergleich der mittels Kreuzkorrelation im reziproken Raum (a) bzw. Houghraum (b)-(c) gemessenen Musterverschiebung entlang eines Beamskans auf einer Silizium-Oberfläche.	81
7.3	Vergleich experimentell bestimmter und mittels MD-Simulation berechneter Amorphisierungsdicken (a), sowie Phasendiagramm des Systems Silizium-Gallium (b).	83
7.4	Vergleich experimentell bestimmter und mittels MD-Simulationen berechneter Sputteryields (a), sowie via MD-Simulationen bzw. nach Yamamura berechneter Zerstäubungsausbeuten	87
8.1	Graphische Veranschaulichung des im Rahmen der Arbeit erreichten Fortschritts.	89

Abkürzungsverzeichnis

Abkürzung	Bedeutung
AFM	Rasterkraftmikroskopie (engl. Atomic Force Microscopy)
CBED	Konvergente Elektronenbeugung (engl. Convergent Beam Electron Diffraction)
DFT	Diskrete Fouriertransformation
EBSD	Elektronenrückstreubeugung (engl. Electron Backscatter Diffraction)
EBSP	Beugungsbild rückgestreuter Elektronen unter Beugung des ausfallenden Strahls (engl. Electron Backscatter Diffraction Pattern)
ECP	Beugungsbild rückgestreuter Elektronen unter Beugung des einfallenden Strahls (engl. Electron Channeling Pattern)
EDS	Energiedispersive Röntgenspektroskopie (engl. Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy)
FEM	Finite Element Simulation
FFT	Schnelle Fouriertransformation (engl. Fast Fourier Transform)
FIB	Fokussierter Ionenstrahl (engl. Focused Ion Beam)
GPA	Analyse der Geometrischen Phase (engl. Geometric Phase Analysis)
Holo Dark	Dunkelfeld-Elektronen-Holographie (engl. Dark-Field Electron Holography)
KL	Kathodolumineszenz
LMIS	Flüssigmetall-Ionenquelle (engl. Liquid Metal Ion Source)
NBD	Elektronenbeugung mit parallelem Strahl (engl. Nano Beam Diffraction)
NSOM	Faseroptikbasierte Nahfeld Mikroskopie (engl. Optical Fiber-Based Near-Field Scanning Optical Microscopy)

HREM	Hochauflösende Elektronenmikroskopie (engl. High-Resolution Electron Microscopy)
PR	Photo-Reflektometrie (engl. Photoreflectance)
PSD	Leistungsspektrumdichtefunktion (engl. Two Dimensional Power Spectral Density Function)
REM	Rasterelektronenmikroskopie (engl. Scanning Electron Microscopy)
RSM	Intensitätsverteilung im reziproken Raum (engl. Reciprocal Space Map)
SAD	Lokale Elektronenbeugung (engl. Selected-Area Electron Diffraction)
SERS	Oberflächenverstärkte Ramanspektroskopie (engl. Surface-Enhanced Raman Spectroscopy)
s-SNOM	Spitzenverstärkte IR Raster-Nahfeld-Mikroskopie (engl. Scattering-Type Scanning Near-Field Optical Microscopy)
SOI	engl. Silicon on Insulator
sSOI	engl. Strained Silicon on Insulator
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie (engl. Transmission Electron Microscopy)
TOF-SIMS	Flugzeit-Sekundärionenmassenspektrometrie (engl. Secondary Ion Mass Spectrometry)
TERS	Spitzenverstärkte Ramanspektroskopie (engl. Tip-Enhanced Raman Spectroscopy)
XPS	Röntgen-Photoelektronenspektroskopie (engl. X-Ray Photoelectron Spectroscopy)
XRD/HRXRD	(Hochauflösende) Röntgenbeugung (engl. (High-Resolution) X-Ray Diffraction)

Symbolverzeichnis

Symbol	Bedeutung
a	Reichweite des Energieeintrags
α	Einfallswinkel
A	Fläche
A_i	Wert im Akkumulatorarray an der i -ten Position
\mathbf{B}	linker Cauchy-Greenscher Verzerrungstensor
B	Koeffizient der thermisch induzierten Oberflächendiffusion
c_j	Koeffizient
\mathbf{C}	rechter Cauchy-Greenscher Verzerrungstensor
$C_g^{(j)}$	Koeffizient
C_m	Variable
d_{hkl}	Netzebenenabstand
D_{OF}	Oberflächendiffusionskonstante
\mathbf{e}	Vektorbasis
e	Elementarladung
ε	infinitesimaler Verzerrungstensor
ε_{ij}	Komponenten des infinitesimalen Verzerrungstensors (Verzerrung)
E	Energie
E_0	Initialenergie
E_n	übertragener Energiebetrag
E_{V}	Verschiebungsenergie
E_{ijkl}, E_{mn}	Elastizitätskonstanten
ΔE	Aktivierungsenergie der Oberflächendiffusion
f_x, f_y	Frequenz entlang der x - bzw. y -Richtung
\mathbf{F}	Kraft
$\hat{\mathbf{F}}$	Deformationsgradient
$F(E_n, E_0)$	Rückstoßdichte
$F_{\text{V}}(E, \theta, 0)$	in Oberfläche eingebrachte Energie

\mathbf{g}	reziproker Gittervektor
\mathbf{G}	rechter Cauchy-Lagrangescher Verzerrungstensor
\mathbf{G}^l	linker Cauchy-Lagrangescher Verzerrungstensor
γ	Energietransferfaktor
$\hat{\gamma}$	freie Oberflächenenergie pro Flächeneinheit
Γ	Parameter der atomaren Wechselwirkung
$\Gamma_{x,y}$	räumliche Variation der Zerstäubungsausbeute
h	Plancksches Wirkungsquantum
$h(x, y, t)$	Oberflächenprofil
h_i	Häufigkeit des Grauwerts
$h_k(x)$	korrigiertes Oberflächenprofil
$h(q_x, q_y, t), h_q$	Fouriertransformierte des Oberflächenprofils
$\hat{\mathbf{H}}$	räumlicher Verschiebungsgradient
$\hat{\mathbf{H}}_0$	materieller Verschiebungsgradient
i	Grauwert
\mathbf{I}	Einheitstensor
I	Trägheit des Leistungsspektrums
J	Flux
k_B	Boltzmannkonstante
\mathbf{k}	Wellenvektor der gebeugten Welle
\mathbf{k}_0	Wellenvektor der einfallenden Welle
$\mathbf{k}^{(j)}$	Wellenvektor der Blochwelle
\mathbf{K}_0	Wellenvektor der einfallenden Welle (dynamische Theorie)
$\boldsymbol{\kappa}$	Konfiguration
$\boldsymbol{\kappa}_0$	Bezugskonfiguration
κ	Skalierungsfaktor
λ	charakteristische Wellenlänge der Oberflächenstruktur
λ_E	Wellenlänge des Elektrons
λ_{Laser}	Anregungswellenlänge des Lasers
λ_m	dimensionslose Variable
λ_{PSD}	charakteristische Wellenlänge der Oberflächenstruktur (aus PSD)
Λ	Materialkonstante
L	Länge des Linienprofils
m_E	Masse des Elektrons
M	Masse des Atoms; alternativ: ganze Zahl
∇, ∇_0	Nabla-Operator
n	eine ganze Zahl

$\nu(E_n, E_0)$	Anzahl in Bewegung versetzter Atome
\mathbf{N}	Nachgiebigkeit
N	eine ganze Zahl
N_f	Anzahl an Punkten mit konstantem Abstand
ω_{ij}	Komponenten des infinitesimalen Verzerrungstensors (Rotation)
Ω	atomares Volumen
$\psi(\mathbf{r})$	Wellenfunktion
$P^{(l)}(x)$	Legendrepolynom
\mathbf{r}	Ortsvektor
\mathbf{q}	projizierter Verschiebungsvektor; alternativ: Wellenvektor des fouriertransformierten Höhenprofils
\mathbf{q}_{mess}	bei Filteroptimierung gemessene Verschiebung
\mathbf{q}_{theo}	bei Filteroptimierung eingebrachte Verschiebung
\mathbf{Q}	Verschiebungsvektor
\mathbf{Q}_D	charakteristische Koordinaten der Diamantstruktur
\mathbf{Q}_i	charakteristische Koordinaten des i-ten Atoms
Q_E	Parameter der Bildqualität aus Grauwertverteilung (Erwartungswert)
Q_{Ex}	Parameter der Bildqualität aus Grauwertverteilung (Exzess)
Q_{Hough}	Parameter der Bildqualität aus Houghtransformation
Q_{LS}	Parameter der Bildqualität aus Leistungsspektrum
Q_S	Parameter der Bildqualität aus Grauwertverteilung (Schiefe)
Q_V	Parameter der Bildqualität aus Grauwertverteilung (Varianz)
Q_X	Parameter der Bildqualität aus Betrag des Kreuzkorrelations-Koeffizienten
\mathbf{R}	Versor
R_q	Wachstumsfaktor
R_q^2	quadratische Rauheit
$\boldsymbol{\sigma}$	Spannungstensor
$S(f)$	radial gemittelte Leistungsspektrumdichtefunktion
$S(f_x, f_y)$	zwei-dimensionale Leistungsspektrumdichtefunktion
$S(u, v)$	Leistungsspektrum
$S_K(E)$	Bremsquerschnitt der Kernwechselwirkung
$S_{x,y}$	Koeffizient

t	Zeit
t_0	Anfangszeit
θ	Einfallswinkel
θ_B	Braggwinkel
T	Temperatur
\hat{T}	übertragene Rückstoßenergie
\mathbf{u}	Verschiebungsvektor
\mathbf{U}	rechter Strecktensor
$U(r)$	allgemeines Potential
$U^c(\mathbf{r})$	skaliertes Potential
$iU'(\mathbf{r})$	imaginäres Kristallpotential
$v_0(\theta)$	winkelabhängige Erosionsgeschwindigkeit der flachen Oberfläche
\mathbf{V}	linker Strecktensor
V	Volumen
$V(\mathbf{r})$	allgemeines Potential
V_g	Kristallpotential
\mathbf{x}	Ortsvektor in der Referenzkonfiguration
Δx_{\parallel}	Ortsauflösung parallel zur Kipprichtung
Δx_{\perp}	Ortsauflösung senkrecht zur Kipprichtung
Δx_T	Informationstiefe
\mathbf{X}	Ortsvektor in der Momentankonfiguration
Y	Zerstäubungsausbeute
$Y_0(\theta)$	Zerstäubungsausbeute der flachen Oberfläche
ζ	Korrelationslänge
Z_i	lokale Koordination des i-ten Atoms

1 Einleitung

1.1 Motivation

Die Beherrschung lokaler mechanischer Spannungszustände technischer Werkstoffe ist Grundvoraussetzung dafür, dass diese bestimmten Herstellungs- und Verarbeitungsprozessen unterzogen werden können. Besonderes Augenmerk bedürfen hierbei vor allem *Eigenspannungen*, welche im Inneren von Materialien auch ohne äußere Krafteinwirkungen und bei uniformer Temperatur wirken. Da die Ursachen von Eigenspannungen ebenso vielfältig sind wie deren Einfluss auf die Leistungsfähigkeit und Belastbarkeit von Bauteilen, kommt ihrer quantitativen Ermittlung und gezielten Beeinflussung große Bedeutung zu [1][2].

Nach [1] können Eigenspannungen gemäß ihrer Reichweite in drei Kategorien unterschieden werden: Eigenspannungen erster Art (makroskopische Eigenspannungen), Eigenspannungen zweiter Art (Eigenspannungen auf mikroskopischer Längenskala) und Eigenspannungen dritter Art (Eigenspannungen auf atomarer Längenskala). Ist ein Bauteil verspannt, so beeinflusst die Überlagerung der intrinsischen Spannungen mit den Betriebsspannungen zunächst dessen Festigkeitsverhalten. Ob dieser Einfluss positiv oder negativ ist, hängt maßgeblich von der Natur der jeweiligen Eigenspannungen ab. So können beispielsweise Druckeigenspannungen die Festigkeit eines Bauteils erhöhen, während Zugeigenspannungen diese reduzieren [3]. Betrachtet man Spannungszustände auf nanoskopischer Längenskala, so kann deren Intensität die gleichartiger makroskopischer Strukturen bei weitem übersteigen [4][5][6]. Im Fall kristalliner Halbleiter können hieraus signifikante Änderungen sowohl der elektronischen, als auch optischen Eigenschaften resultieren, wodurch verbesserte Produkte im Bereich der integrierten Halbleiterschaltungen und lichtemittierenden Dioden möglich werden [7].

Der Grad zwischen nutzbaren, hohen Verspannungen, Relaxationseffekten und der unerwünschten Bildung von Defekten wie beispielsweise Poren oder Rissen ist sehr schmal [8]. Besonders augenscheinlich ist diese Tatsache unter anderem im Bereich der Silizium-basierten Mikroelektronik, der mikromechanischen Systeme (engl. MEMS) und der Photovoltaik. Die Relevanz von Eigenspannungen reicht dabei von der Herstellung des Halbleiterbasismaterials bis hin zur Gewährleistung der Zuverlässigkeit ganzer Baugruppen im technologischen Prozess und Einsatz. Abbildung 1.1 veranschaulicht spannungsbezogene, versagenskritische Effekte für den Fall von Si_3N_4 bzw. SiC Ausscheidungen in polykristallinem Silizium und

Kupfer-gefüllter Durchkontaktierungen in integrierten Halbleiterschaltungen (engl. Through Silicon Vias kurz TSV). In beiden Fällen resultiert die mechanische Verspannung des Kristallgitters aus den unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten des lokal inhomogenen Materialsystems, welche infolge unvermeidlicher Temperaturunterschiede während Prozessierung bzw. Betrieb, zum strukturellen Versagen führen können [9] [10].

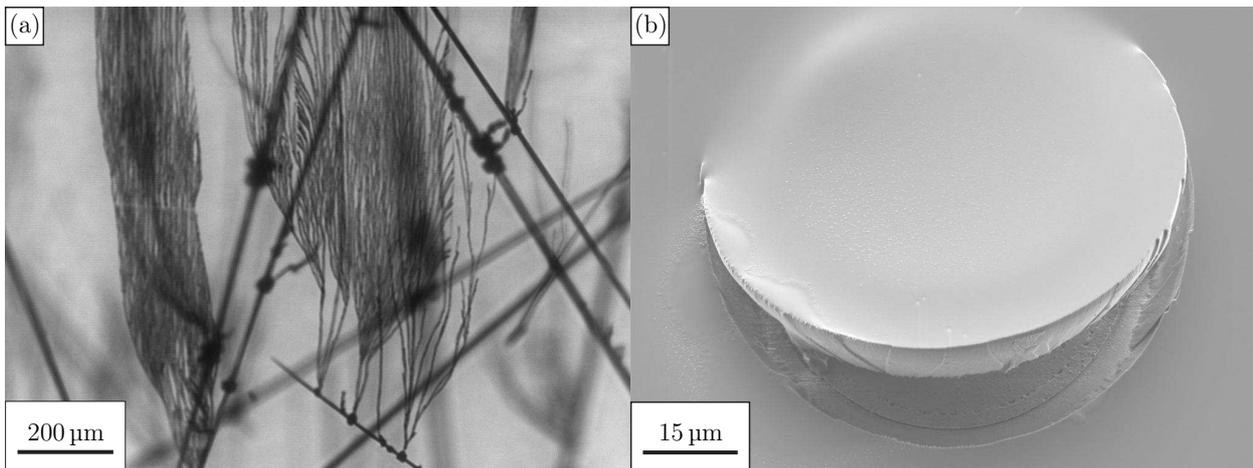


Abb. 1.1: Beispiele für Eigenspannungen in Silizium-Strukturen: (a) IR-mikroskopische Abbildung von Si_3N_4 bzw. SiC Ausscheidungen in poly-kristallinem Silizium, (b) Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme einer delaminierten, Kupfer-gefüllten Durchkontaktierung in einem Silizium-Wafer.

Auf Grund der großen Relevanz von Eigenspannungen für die Materialentwicklung und Bauteilfertigung existiert eine Vielzahl von Messtechniken, mit denen der intrinsische Spannungszustand einer Probe qualitativ oder quantitativ bewertet werden kann (siehe Kapitel 2). Mechanische Spannungen an sich sind dabei im Allgemeinen weder auf nano- noch makroskopischer Längenskala direkt messbar, weshalb sie üblicherweise aus den experimentell zugänglichen *Verzerrungen* berechnet werden müssen (siehe Abschnitt 3.1). Die Analyse von Verzerrungen im Bereich der Silizium-Technologie hat mit Blick auf die stetige Steigerung der Integrationsgrade und Packungsdichten besonders hohe Ansprüche an Empfindlichkeit, Auflösung und Reproduzierbarkeit zu erfüllen. Da all diesen Anforderungen mit keinem der derzeit verfügbaren Verfahren entsprochen werden kann, bedarf es stetiger Verbesserungen der zur Verfügung stehenden Messmethoden.

Einen neuartigen, aussichtsreichen Ansatz zur hochaufgelösten Analyse von Gitterverzerrungen stellt die Anwendung der *Elektronenrückstreuung* (engl. Electron Backscatter Diffraction kurz EBSD) dar. Um deren Vorteile abseits klassischer Anwendungsfälle wie Orientierungsmikroskopie, Phasenverifikation und Texturanalyse nutzen zu können bedarf es jedoch einer methodischen Weiterentwicklung. An deren Ende steht dann eine Technik zur Verfügung, welche die Vorteile hoher Ortsauflösung und Empfindlichkeit mit der Möglichkeit der automatischen Analyse großer Probenbereiche bei vergleichsweise geringem experimen-

tellem Aufwand kombiniert. Der derzeit vielversprechenste Ansatz zur Verzerrungsanalyse mittels Elektronenrückstreubeugung wurde von Wilkinson et al. vorgestellt [11]. Er beruht auf der vergleichenden Analyse von Beugungsbildern an verzerrten und unverzerrten Probenpositionen, deren spannungsinduzierte Verschiebung mittels Bildkorrelation analysiert, und zur Berechnung von acht der neun Freiheitsgrade des Verschiebungsgradienten genutzt werden. Die Anwendung der Methodik auf Probensysteme ohne Modellcharakter steht in Ermangelung einer geeigneten Zielpräparation und Beschränkungen infolge der notwendigen Referenzposition jedoch noch aus.

1.2 Zielstellung der Arbeit

Das Ziel der vorliegenden Dissertation war die Erarbeitung einer wissenschaftlichen und technischen Basis für die EBSD-basierte Verzerrungsanalyse in nanoskaligen Halbleiterstrukturen. Hierfür sollten neben neuartigen Methoden für die Analyse und Bewertung von Beugungsbildern rückgestreuter Elektronen (engl. Electron Backscatter Diffraction Pattern kurz EBSP) auch geeignete Verfahren zur Zielpräparation unter Verwendung *fokussierter Ionenstrahlen* (engl. Focused Ion Beam kurz FIB) erarbeitet werden. Da über weite Teile der Arbeit keine Software zur Quantifizierung von Verzerrungen auf Grundlage von EBSP zur Verfügung stand, mußte ein entsprechendes Programm erstellt werden. Besonderes Augenmerk sollte hierbei auf die Möglichkeit der schnellen, automatischen Analyse großer Datensätze (> zehntausend Beugungsbilder) gelegt werden. Dies war notwendig, da die Vermessung von Gesichtsfeldern größer als der Sondendurchmesser des Elektronenstrahls grundsätzlich nur durch rasterförmige Anordnung einzelner Messpunkte realisiert werden kann. Ausgehend vom bereits erreichten Stand der Wissenschaft sollten nachfolgende Verbesserungen umgesetzt werden:

- Steigerung der Nachweisgrenzen
- Erhöhung der Reproduzierbarkeit
- Entwicklung von Prozeduren zur Vermeidung von Artefakten .

Damit nanoskalige Strukturen überhaupt hinsichtlich ihrer Verzerrung analysiert werden können, müssen sie der jeweiligen Messtechnik zugänglich gemacht werden. Da die meisten der ortsaufgelösten Verfahren nur sehr geringe Wechselwirkungsvolumina aufweisen, macht die Untersuchung verborgener Probenbereiche eine geeignete Zielpräparation notwendig. Die Anforderungen an die Probenpräparation für die Verzerrungsanalyse mittels EBSD sind dabei besonders hoch. Der Grund hierfür kann sowohl in der geringen Wechselwirkungstiefe im Bereich weniger zehn Nanometer, als auch der großen Sensitivität gegenüber Probenrauheit

infolge des flachen Einfallswinkel bzw. Austrittswinkel der Elektronen gesehen werden. Die Anwendung höherenergetischer, fokussierter Ionenstrahlen auf Halbleiterkristalle ist auf Grund der ausgeprägten Amorphisierung und Strukturierung der Oberfläche besonders schwierig. Nichtsdestotrotz stellen sie das derzeit geeignetste Verfahren zur zielgenauen Freilegung nanoskaliger Strukturen dar. Aus diesem Grund sollte der Einfluss verschiedener Ionenspezies und Bestrahlungsbedingungen auf die Defektstruktur und Morphologie für verschiedene Ionenspezies und Bestrahlungsbedingungen systematisch untersucht werden. Auf Grundlage der mittels hochauflösender Strukturaufklärung und theoretischen Vorhersagen gewonnenen Datenbasis sollte ferner eine geeignete Präparationsstrategie entwickelt und umgesetzt werden.

Zielstellung der vorliegenden Arbeit war somit die Entwicklung von Verfahren zur kombinierten Ionenstrahlpräparation und Verzerrungsanalyse mittels Elektronenrückstreuung. Mit Blick auf die zahlreichen Anwendungsfälle und Herausforderungen im Bereich der Analyse mikro- und nanoskopischer Silizium-Strukturen, erfolgte eine Beschränkung auf dieses Materialsystem.

2 Stand der Wissenschaft

Die Weiterentwicklung von Messtechnik und Auswerteverfahren war stets eine treibende Kraft auf dem Gebiet der Eigenspannungsforschung. Dennoch sind allen derzeit verfügbaren Messverfahren bestimmte, inhärente Schwächen gemein, welche einer universellen Anwendbarkeit des jeweiligen Verfahrens entgegenstehen. Diese vergleichend zu bewerten wird vor allem durch eine inkonsistente Definition der Ortsauflösung bzw. nicht einheitliche Nomenklatur bei der Beschreibung von Spannungen und Verzerrungen erschwert. Um diese Verschiedenheit zu dokumentieren, wurde im nachfolgenden Kapitel auf eine Angleichung der Nomenklatur bewusst verzichtet.

2.1 Röntgenbeugung

Die Analyse von Gitterverzerrungen mittels *Röntgenbeugung* (engl. X-Ray Diffraction kurz XRD) stellt eine weithin etablierte Methodik dar. Als Grund hierfür kann neben der hohen Genauigkeit auch die im Labormaßstab einfache Instrumentierung sowie die Möglichkeit der zerstörungsfreien Analyse bisweilen verborgener Strukturen angesehen werden.

Eines der am weitesten verbreiteten Verfahren der röntgenbasierten Verzerrungsmessung stellt die sogenannte $\sin^2 \psi$ -Methode dar. Sie basiert auf der Analyse der Netzebenenabstände eines Kristalls anhand verschiedener *Braggreflexe* bei veränderlichem azimuthalem Winkel ϕ und Kippwinkel ψ [12]. Existiert, wie im Fall eines biaxialen Spannungszustands, keine Anhängigkeit vom azimuthalen Winkel ϕ , müssen lediglich Messungen bei variablem Kippwinkel ψ durchgeführt werden. Da in jedem Fall zunächst nur das Verschiebungsfeld des analysierten Volumens experimentell zugänglich wird, bedarf es für die Berechnung der eingepprägten Verzerrung der Kenntnis der entsprechenden Gitterparameter der unverzerrten Struktur. Sind diese mit hinreichender Genauigkeit bekannt, so kann eine Dehnungssensitivität im Bereich von 10^{-4} erreicht werden [13]. Auf Grund der typischerweise großen Strahldurchmesser konventioneller Röntgenstrahlungsquellen im Bereich von 100 μm bis 1000 μm muss die Verzerrungsanalyse via $\sin^2 \psi$ -Methode als Mittelung im angeregten Volumen angesehen werden. Ist der Verzerrungszustand im angeregten Volumen dabei inhomogen, so ergibt sich eine Verbreiterung der Braggreflexe, welche nur mit Hilfe spezieller Auswerteroutinen das *zweite Moment* der Verzerrungsverteilung experimentell zugänglich macht [14].

Im Gegensatz zu vielen optischen bzw. elektronenoptischen Verfahren resultiert das große strukturelle Auflösungsvermögen röntgenographischer Methoden nicht notwendiger Weise aus einer engen Begrenzung des Wechselwirkungsvolumens im Ortsraum. Vielmehr ermöglicht auch eine sehr hohe Auflösung im *reziproken Raum* (engl. Reciprocal Space) die zuverlässige Quantifizierung des Verzerrungszustands nanoskaliger Strukturen. Abseits der Analyse dünner Schichten, bedarf es dabei neben einer hohen Kohärenz der Anregung auch einer periodischen Anordnung der zu analysierenden Objekte [15] [16]. Ist eine Struktur elastisch verzerrt, so ergeben sich für die *Intensitätsverteilung im reziproken Raum* (engl. Reciprocal Space Map kurz RSM) charakteristische Einhüllende und Feinstrukturen um die jeweiligen Braggreflexe, welche dann den beugenden Einzelstrukturen zugewiesen werden können [17]. Die direkte Quantifizierung des Verzerrungsfeldes anhand der gemessenen Intensitätsverteilung ist infolge des Verlustes an Phaseninformation nicht möglich. Vielmehr bedarf es begleitender Simulationen auf Basis analytischer Modelle [18] oder *Finite Element Simulationen* (FEM) [19] mit deren Hilfe die Beugungsintensität für ein gegebenes Verschiebungsfeld vorhergesagt bzw. an das experimentelle Ergebnis angepasst werden kann. Darüber hinaus existieren Algorithmen [20] mit deren Hilfe die Phaseninformation für bestimmte Fälle rekonstruiert werden kann, wodurch zumindest homogene Verzerrungen von geringem Ausmaß direkt analysiert werden können [21]. Die Analyse hochaufgelöster Reciprocal Space Maps ermöglicht dabei die Quantifizierung von Gitterverzerrungen mit einer Sensitivität $<10^{-4}$ [22].

Die zuvor beschriebenen, hochauflösenden Röntgenbeugungsexperimente (engl. High-Resolution X-Ray Diffraction kurz HRXRD) sind üblicherweise durch einen großen Einfallswinkel und Austrittswinkel relativ zur Probenoberfläche charakterisiert. Trifft der Analysestrahl hingegen unter sehr flachem Winkel auf die zu analysierende Probe (engl. Grazing Incidence Diffraction kurz GID), so bedingt der Effekt der externen Totalreflexion eine signifikant höhere Oberflächenempfindlichkeit. Die Methode eignet sich daher vor allem für die Analyse kleiner, periodischer Objekte nahe der Kristalloberfläche [23][24][25]. Der Beugungsvektor besitzt dabei nur eine sehr kleine Komponente senkrecht zur Oberfläche, weshalb im Allgemeinen lediglich horizontale Gitterdeformationen experimentell zugänglich werden [26]. Nichtsdestotrotz ist es zumindest in bestimmten Fällen möglich, die eingeprägte vertikale Deformation qualitativ abzuschätzen [27]. Die Analyse der Daten erfolgt weitestgehend analog zur hochauflösenden Weitwinkelbeugung. Die geringe Intensität der diffusen Streuung nanoskaliger Objekte macht jedoch sehr brillante Röntgenstrahlungsquellen erforderlich, welche üblicher Weise nur an Synchrotron-Messplätzen verfügbar sind.

Wenngleich technisch schwierig, so ist die Fokussierung von Röntgenstrahlung mit Hilfe geeigneter Röntgenoptiken doch möglich [28][29]. Die hieraus resultierenden Sondendurchmesser im Bereich von $0,1\ \mu\text{m}$ bis $1\ \mu\text{m}$ können als besondere Errungenschaft bei der Entwicklung von Synchrotron-Quellen der 3. Generation angesehen werden. Grundsätzlich exis-

tieren verschiedene Verfahren, welche die Analyse von Gitterverzerrungen unter Verwendung fokussierter Röntgenstrahlen ermöglichen. Eine der prominentesten, die Mikro-Laue-Beugung (engl. Micro-Laue-Diffraction), nutzt hierfür eine breitbandige Röntgenanregung (engl. White Beam), deren gebeugte, monochromatische Einzelstrahlen auf einem 2D-Detektor aufgezeichnet werden. Durch Abgleich der daraus experimentell bestimmten Gitterparameter mit denen einer unverspannten Referenzstruktur ist es dann möglich, den *deviatorischen Verzerrungstensor* mit einer Genauigkeit von bis zu 1×10^{-4} zu bestimmen [22]. Die exakte Geometrie der Versuchsanordnung muss dafür jedoch mit hinreichender Genauigkeit bekannt sein.

2.2 Elektronenmikroskopie und Elektronenbeugung

2.2.1 Transmissionselektronenmikroskopie

Bedarf es bei der Analyse intrinsischer Spannungen höchster Ortsauflösung, so kann auf spezielle Messverfahren auf Grundlage der Elektronenmikroskopie zurückgegriffen werden. Im Allgemeinen ermöglichen nur wenige dieser Techniken die direkte Quantifizierung von Verzerrungen im Sinne der Kontinuumsmechanik. Vielmehr werden Variationen der Gitterparameter mit geeigneten Verzerrungsmaßen verknüpft. Im Fall der *Transmissionselektronenmikroskopie* (engl. Transmission Electron Microscopy kurz TEM) kann dies sowohl auf Grundlage hochauflösender Bildgebung (engl. High-Resolution Electron Microscopy kurz HREM) als auch mit Hilfe von Beugungsexperimenten erfolgen.

Die Analyse von Verzerrungen mittels HREM-Bildern nebst zugehöriger Simulationen bedarf neben eines guten Signal/Rausch-Verhältnisses infolge sehr dünner Proben (Dicken < 50 nm) vor allem homogener Kontraste über den gesamten Bildbereich. Die Anwendbarkeit dieses Verfahrens konnte sowohl für epitaktisch gewachsene, verspannte Dünnschichten [30][31], als auch Verbundhalbleiter gezeigt werden [32][33]. Die erreichbare Genauigkeit liegt hierbei nach [34] bei $0,1 \text{ \AA}$. Durch Kombination von HREM und lokaler Elektronenbeugung (engl. Selected-Area Electron Diffraction kurz SAED) kann diese auf $0,02 \text{ \AA}$ gesteigert werden [35]. Neben der obigen Methodik kann die Verschiebung eines Kristallgitters auch mit Hilfe der geometrischen Phase (engl. Geometric Phase Analysis kurz GPA) erfolgen [36][37][38]. Dieser Ansatz kombiniert Informationen des Ortsraums mit denen des Fourierraums durch „lokale“ Fouriertransformation im Bereich ausgezeichneter Netzebenen. Hierfür werden die Bildinformationen des gesamten Bildes durch Filterung auf die Phaseninformationen zweier, nicht-kollinearer reziproker Gittervektoren begrenzt und das Verschiebungsfeld in Abhängigkeit beider Phasenbilder und der zugehörigen Basisvektoren im Ortsraum berechnet. Nach [38] ermöglicht dieses Verfahren eine Ortsauflösung von bis zu 4 nm im Fall FIB-präparierter Halbleiterstrukturen. Das analysierbare Gesichtsfeld ist durch die Notwendigkeit von Hoch-

auflösung auf ca. $150 \text{ nm} \times 150 \text{ nm}$ begrenzt [39]. Darüber hinaus empfiehlt sich für die Bildaufnahme die Korrektur der sphärischen Abberation, sowie die geometrische Kalibrierung von Bildverzerrungen des optischen Systems [40].

Eine Weiterentwicklung der zuvor genannten Methodik stellt die Dunkelfeld-Elektronen-Holographie (engl. Dark-Field Electron Holography kurz Holo Dark) dar [41][42][43]. Sie kombiniert die Moirétechnik mit der Elektronenholographie (engl. Off-Axis Electron Holography) und ermöglicht die Analyse von Gitterverzerrungen auf Gesichtsfeldern von ca. $1500 \text{ nm} \times 400 \text{ nm}$ [39]. Hierfür wird ein entsprechender Probenbereich unter der Bedingung konstruktiver Interferenz für eine ausgezeichnete Netzebenenschar kohärent beleuchtet, wobei der Analysebereich sowohl unverspanntes Material als auch verzerrte Bereiche in gleicher Orientierung und Beugungsbedingung umfasst. Unter Verwendung eines elektrostatischen Strahlteilers (Biprisma) werden die gebeugten Strahlen beider Probenbereiche interferiert. Ihre Phasendifferenz hängt dabei nur von der dynamischen, elastischen Streuung bzw. der geometrischen Phase ab und kann direkt aus den Interferenzstreifen bestimmt werden. Die Abstände der Interferenzstreifen können unmittelbar durch die Spannung am Strahlteiler variiert werden und ermöglichen gleichzeitig die Validierung der erreichten Ortsauflösung, welche nach [41] 4 nm beträgt. Für die Quantifizierung des gesamten Verschiebungsfelds bedarf es der Vermessung von mindestens zwei Netzebenenscharen bzw. Beugungsbedingungen.

Neben der Analyse auf Basis geeigneter bildgebender Verfahren, kann die Verzerrung eines Kristalls auch mittels lokaler Elektronenbeugung bestimmt werden. Hierbei können grundsätzlich zwei Verfahren unterschieden werden: Elektronenbeugung mit parallelem Strahl (engl. Nano Beam Diffraction kurz NBD) sowie konvergente Elektronenbeugung (engl. Convergent Beam Electron Diffraction kurz CBED). Im Fall von NBD können Änderungen der Gitterparameter auf Basis charakteristischer Beugungsreflexe quantifiziert werden. Die erreichbare Ortsauflösung ist dabei, neben der Auflösung des Mikroskops selbst, maßgeblich durch die verwendete Kondensorblende bestimmt. Im Fall eines Blendendurchmesser von $50 \mu\text{m}^1$ wurde in [44] ein Sondendurchmesser von $2,7 \text{ nm}$ ermittelt. Für Mikroskope mit geringerer Auflösung wurde diese zu 12 nm bestimmt [45] (Blendendurchmesser $1 \mu\text{m}$)². Die erreichbare Dehnungssensitivität beträgt $6,4 \times 10^{-4}$ [44]. Die Analyse von Gitterverzerrungen mittels konvergenter Elektronenbeugung beruht auf der Vermessung spannungsinduzierter Verschiebungen von Beugungslinien höherer Ordnung (engl. High Order Laue Zones kurz HOLZ), welche in der zentralen Reflexscheibe detektiert werden. Die erreichbare Empfindlichkeit beträgt hierbei nach [46] bis zu 2×10^{-4} , die erreichbare Ortsauflösung bis zu 1 nm [47]. Die Verzerrungsanalyse mittels CBED bedarf grundsätzlich begleitender Simulationen in quasi-kinematischer Näherung, woraus unmittelbar die Forderung nach Analysen an *Zonenachsen* ohne dynamische Wechselwirkung folgt. Sofern diese Forderung verletzt wird oder

¹Cs-korrigiertes FEI Titan bei 300 kV im μ Probe--Modus

²FEI Tecnai F20ST bei 200 kV im STEM/nanoprobe-Modus

sich in der Projektion der Beugung Bereiche unterschiedlicher Verzerrung überlagern, kommt es zur sogenannten Linienaufspaltung, welche die Analyse des Verzerrungszustandes enorm erschwert. Ungeachtet dessen können auch für diesen Fall geeignete Verfahren gefunden werden [48][49][50]. Darüber hinaus finden sich in der Literatur weitere, speziellere Methoden für die Analyse des Verzerrungszustands mittels Transmissionselektronenmikroskopie [51].

Allen TEM-basierten Methoden ist die Forderung möglichst dünner, kristalliner Probenbereiche gemein. Die hierfür notwendige, sehr aufwändige Probenpräparation muss demnach als Nachteil dieser Techniken gesehen werden. Ferner ist die erforderliche Gerätetechnik teuer in Anschaffung und Unterhalt. Neben diesen eher wirtschaftlichen Gesichtspunkten bleibt die Frage, inwiefern mittels TEM analysierte Probenbereiche den Verzerrungszustand des ausgedehnten Festkörpers überhaupt repräsentieren. Hierbei ist neben der statistischen Absicherung der Ergebnisse vor allem die Spannungsrelaxation infolge der Rückdünnung maßgeblich [52][53]. Im Fall dickerer, zu analysierender Probenbereiche, wie es bei CBED oder Holo Dark der Fall ist, kann dabei nach [54][41] von schwächerer Spannungsrelaxation ausgegangen werden als beispielsweise bei Proben für HREM oder NBD. Weiterhin ist die Relaxation in einphasigen Proben geringer als in Querschnittsproben mit *Überstruktur* [33][55].

2.2.2 Elektronenrückstreubeugung

Im Gegensatz zur Verzerrungsanalyse mittels Transmissionselektronenmikroskopie, stellt die Analyse von Gitterverzerrungen via Elektronenrückstreubeugung keine Standardtechnik dar. Nichtsdestotrotz birgt sie das Potential einer robusten, hochauflösenden Technik, welche die automatisierte Analyse größerer Analysebereiche mit sehr guter Ortsauflösung ermöglicht. Aufgrund der vergleichsweise schlechten Winkelauflösung typischer EBSD-Systeme kann hierbei keine direkte Analyse durch Vermessung der Gitterkonstanten aus experimentellen Beugungsbildern analog zu NBD oder CBED erfolgen [56][57]. Um diese Einschränkung zu überwinden, entwickelten Maurice et al. die sogenannte 3D-Houghtransformation [58], welche der hyperbolischen Natur der *Kikuchibänder* Rechnung trägt und deren exaktere Positionsbestimmung ermöglicht. Unter Verwendung dieses Ansatzes konnten die Autoren eine Dehnungssensitivität von 2×10^{-4} im Fall geometrisch simulierter Beugungsbilder belegen. Eine Übertragung der 3D-Houghtransformation auf experimentelle Beugungsbilder erfolgte bislang nicht, was u.a. der deutlich erschwerten Konditionierung experimenteller Beugungsbilder im Vorfeld der Houghtransformation geschuldet sein mag (Kantenfilter zur Binarisierung der Kikuchibänder). Neben Ansätzen, welche elastische Verzerrungen mit einer Abschwächung der zugehörigen Beugungsbilder korrelieren [59][60][61], kann vor allem der Analyse spannungsinduzierter Verschiebungen von Zonenachsen und Bändern großes Anwendungspotential attestiert werden. Erstmals beschrieben durch Troost et al.

[62] wurde dieser Ansatz von Wilkinson et al. [11] weiterentwickelt wodurch nunmehr die Formulierung des gesamten Verschiebungsfelds (siehe Abschnitt 3.2.4) mit einer Reproduzierbarkeit von 2×10^{-4} [11] und einer Sensitivität von 10^{-4} möglich wird [63]. Gewisse Verbesserungen der Numerik wurden in [63] vorgeschlagen. Die mittels EBSD erreichbare Ortsauflösung hängt stark vom Material und den jeweiligen experimentellen Bedingungen (Beschleunigungsspannung, Strahlstrom, Probenkipfung, Auswertalgorithmus) ab. Sie liegt bei Verwendung von Elektronenmikroskopen mit Feldemissionskathode im Bereich weniger zehn Nanometer [64][65][66][67]. Wenngleich der obige Ansatz auch für die Anwendung im Bereich Materialentwicklung, Prozesskontrolle und Fehleranalyse geeignet erscheint, so beschränken sich die bislang publizierten Materialsysteme im Wesentlichen auf Systeme mit Modellcharakter. Ein häufig analysiertes Materialsystem sind hierbei speziell strukturierte SiGe/Si Mesa-Strukturen [62][68][11][63]. Darüber hinaus wurden Spannungsfelder um Härteeindrücke und nach Mikrodrucktests untersucht [69][70][71]. Anwendungen an Strukturen im Bereich Mikroelektronik/Mikrosystemtechnik wurden bislang nicht veröffentlicht. Die Bewertung von Verschiebungen in Beugungsbildern setzt eine Referenzposition mit bekanntem Verzerrungszustand und eine zu analysierende Position gleicher Orientierung voraus. Somit beschränkt sich das Einsatzgebiet derzeit auf einkristalline Probenbereiche oder epitaktische Dünnschichtsysteme.

2.3 Optische Spektroskopie

Für die Analyse von Gitterverzerrungen mittels optischer Spektroskopie stehen ebenfalls verschiedene Techniken zur Verfügung. Allgemein werden dabei keine Gitterparameter, sondern vielmehr der Einfluss von Spannungen auf bestimmte physikalische Eigenschaften vermessen.

2.3.1 Ramanspektroskopie

Die Grundlage der *Ramanspektroskopie* bildet der sogenannte Ramaneffekt [72], welcher eine inelastische Streuung elektromagnetischer Strahlung an periodisch veränderlichen Strukturen eines Mediums beschreibt. Ist ein Kristall verspannt, so bedeutet dies eine Veränderung seiner mittleren Atomabstände, was eine Verschiebung der zugehörigen Phonon-Eigenfrequenzen zur Folge hat. Grundsätzlich sind nur maximal drei Frequenzverschiebungen messtechnisch erfassbar, wodurch nicht alle sechs Dehnungs- oder Spannungstensorkomponenten berechnet werden können. Im Fall von Silizium sind die Frequenzverschiebungen der optischen Phononen zudem entartet. Da diese Entartung erst bei sehr hohen mechanischen Spannungen aufgehoben wird, sind die messbaren Frequenzverschiebungen wesentlich kleiner als die Halbwertsbreite einer Ramanbande. Ein direktes Vermessen der drei Frequenzverschiebungen ist dadurch unmöglich. Abhilfe schaffen polarisationsabhängige Messungen

bei denen jeweils eine der drei Moden so stark angeregt wird, dass die Intensität der beiden anderen vernachlässigt werden kann. Darüber hinaus existieren weitere Verfahren, mit deren Hilfe mehrere mechanische Spannungskomponenten in Einkristallen der Diamantstruktur bestimmt werden können [73][74][75][76][77]. Frequenzverschiebungen in Ramanbanden sind nicht notwendigerweise Folge von Eigenspannungen. Auch das Vorhandensein schwerer Isotope oder das Zulegieren von Fremdatomen verursacht eine Veränderung von Phonon-Eigenfrequenzen. Darüber hinaus können auch Temperaturänderungen infolge der Laserbestrahlung, die Drift des optischen Gitters und Effekte durch die Rauheit der Oberfläche der spannungsinduzierten Ramanfrequenzverschiebung überlagert sein.

Eigenspannungsanalytik mit Hilfe der Ramanspektroskopie kann in vielen Bereichen als Standardverfahren angesehen werden. Besonders im Bereich der Mikroelektronik und Mikrosystemtechnik findet das Verfahren weithin Anwendung [78]. Infolge der typischerweise sehr einfachen Kristallstrukturen existieren bei Metallen keine optischen Phononmoden, wodurch lediglich niederfrequente Brillouinstreuung an den akustischen Moden zur Analyse genutzt werden könnte. Hierfür bedarf es jedoch spektral sehr hochauflösender Spektrometer mit schmalbandigen Filtern. Demnach beschränkt sich der Einsatzbereich der Ramanspektroskopie im Wesentlichen auf Keramiken, Polymere und Halbleiter. Im Fall von Mikro-Ramanspektroskopie kann durch Fokussierung des Erregerlichts mittels Mikroskopobjektiven eine Ortsauflösung $<1 \mu\text{m}$ erreicht werden [79]. Diese kann durch Ausnutzung elektromagnetischer Resonanzen an Oberflächen (engl. Surface-Enhanced Raman Spectroscopy kurz SERS) [80] oder Nahfeld-Techniken noch gesteigert werden. Letztgenannte können in zwei verschiedene Varianten unterschieden werden: spitzenverstärkte Ramanspektroskopie (engl. Tip-Enhanced Raman Spectroscopy kurz TERS) oder aber faseroptikbasierte Nahfeld Mikroskopie (engl. Optical Fiber-Based Near-Field Scanning Optical Microscopy kurz NSOM) [81]. Die Ortsauflösung von NSOM ist hierbei durch die geringe einkoppelbare Intensität sowie den kleinen Streuquerschnitt infolge der kleinen Aperturen auf ca. 150 nm begrenzt [82]. Im Gegensatz hierzu ermöglicht TERS die Analyse ausgedehnter Halbleiteroberflächen mit einer Ortsauflösung von 50 nm [83]. Bedingt durch das sehr schlechte Signal/Rausch-Verhältnis, welches durch die Überlagerung des Nahfeldsignals mit dem des Fernfeldes verursacht wird, können jedoch nur spannungsinduzierte Verschiebungen $>3 \text{ cm}^{-1}$ nachgewiesen werden [83]. Somit ermöglicht TERS bislang lediglich die Analyse sehr großer Verzerrungen. Die Erhöhung des Kontrasts (Verhältnis aus Intensität des Nahfeldes und Intensität des Fernfeldes) durch Depolarisation des einfallenden Laserlichts mittels Silber beschichteter Spitzen [84] könnte jedoch in Zukunft neben der Steigerung der Ortsauflösung auch zu einer Verbesserung der Sensitivität führen. Sowohl NSOM, als auch TERS wurden unlängst erfolgreich für die ortsaufgelöste Abbildung verzerrter Probenbereiche genutzt [85][86][87]. Die Reproduzierbarkeit von TERS-Messungen hängt jedoch stark von der Beschaffenheit der

zu analysierenden Oberfläche, der Geometrie und Kornstruktur der Spitze sowie etwaiger Oxidation der Spitzenoberfläche ab.

2.3.2 Kathodolumineszenz

Verzerrungsinduzierte Verschiebungen charakteristischer Banden können nicht nur bei der Ramanspektroskopie sondern auch bei Kathodolumineszenzmessungen (KL) zur Analyse des Verzerrungszustandes von Isolatoren und Halbleitern genutzt werden [88][89][90][91][92][93]. Die physikalische Grundlage hierfür bildet der Piezospektroskopische Effekt [94]. Die Methodik zur Verknüpfung von Spannungen mit Verschiebungen und Verbreiterungen der entsprechenden Absorptions- oder Fluoreszenzlinien wurde erstmalig in [95] beschrieben. Die erreichbare Genauigkeit der Spannungsmessung hängt wesentlich von der spektralen Auflösung des verwendeten Spektrometers sowie dem Signal/Rausch-Verhältnis der Messung ab. Für ein Spektrometer mit einer Auflösung von 0,15 nm und einer Detektorauflösung von 0,01 nm konnte in [96] eine Genauigkeit von 100 MPa erzielt werden. Die Ortsauflösung ist maßgeblich durch das jeweilige Elektronenmikroskop bestimmt. Sie kann nach [97] bei Verwendung von Feldemissionsmikroskopen 20 nm betragen. Die Rekombination der durch Elektronenbeschuss generierten Elektronen-Loch-Paare kann sowohl intrinsisch, als auch extrinsisch, also durch bestimmte elektronische Zustände an Defekten und Einschlüssen im Kristallgitter erfolgen. Im letztgenannten Fall ist die Signalausbeute sehr gering. Zudem müssen die Messzeiten relativ kurz gehalten werden, damit eine lokale Temperaturerhöhung durch den Elektronenstrahl vermieden wird.

2.3.3 Weitere optische Verfahren

Neben den zuvor genannten optischen Messverfahren existieren weitere Techniken, welche für die Analyse von Eigenspannungen genutzt werden können. Einen neuartigen Ansatz bietet hierbei die spitzenverstärkte IR Raster-Nahfeld-Mikroskopie (engl. Scattering-Type Scanning Near-Field Optical Microscopy kurz s-SNOM) [98][99]. Analog zu TERS wird hierbei die verzerrungsinduzierte Frequenzverschiebung im IR-Bereich zur Unterscheidung von Zug- und Druckspannungen genutzt. In Ermangelung einer theoretischen Verknüpfung der Frequenzverschiebungen mit geeigneten Verzerrungsmaßen ist dieser Ansatz jedoch nur semi-quantitativ. Ist die laterale Auflösung von untergeordneter Bedeutung, so kann der Einfluss von Spannungen auf die Bandstruktur von Halbleitern auch mittels Modulationsspektroskopie validiert werden. Eine häufig genutzte Variante stellt hierbei die Photo-Reflektometrie (engl. Photoreflectance kurz PR) dar [100][101][102][103][104]. Sie beruht auf der Analyse der verzerrungsinduzierten Valenzbandaufspaltung, deren Ausmaß (Energiedifferenz) zur Berechnung der jeweiligen Spannungen genutzt werden kann. Weitgehend unabhängig von thermischen Effekten ermöglicht PR die Analyse kristalliner, halbleitender Schichten

<100 nm mit einer Ortsauflösung von bis zu 20 μm [105]. Ferner können Verzerrungen durch Analyse nichtlinearer optischer Effekte infolge der Änderungen der strukturellen Symmetrie eines Materials untersucht werden [106][107][108][109]. Die Durchführung vieler der zuvor beschriebenen Techniken ist mit gewissem experimentellem Aufwand verbunden, was deren Anwendung im Bereich der Prozesskontrolle und Fehleranalyse erschwert. Nutzt man hingegen die Spannungsdoppelbrechung bestimmter Materialien zur Analyse des vorliegenden Spannungszustandes, so erhält man einen praktikablen, experimentellen Zugang zu Eigenspannungen auf mikroskopischer Längenskala [110][111][9].

2.4 Alternative Messverfahren

Die Fülle an Messtechniken zur Eigenspannungsanalyse kann u.a. durch geeignete Techniken der Neutronenstreuung komplettiert werden. Zudem existieren zahlreiche Methoden auf Grundlage der Grauwertanalyse, mit deren Hilfe Verschiebungsfelder in Grauwertbildern bestimmt werden können. Angewandt auf *rasterkraftmikroskopische Abbildungen* (engl. Atomic Force Microscopy kurz AFM)[112][113][114] ermöglichen diese eine Ortsauflösung im Nanometerbereich. Da diese Art der Analyse stets den Abgleich eines Bildes mit einer Referenzkonfiguration nötig macht, müssen ein Versatz der Bildbereiche, Kontraständerungen im Bild und nichtlineare Effekte des abbildenden Systems (z.B. Hysterese) als schwerwiegende Störgrößen betrachtet werden. Eine spezielle Form der Korrelationsanalyse stellt das sogenannte FIB-Bohrlochverfahren dar [115][116][117][118]. Hierbei werden die mechanischen Randbedingungen einer verspannten Oberflächenschicht durch lokalen Materialabtrag mittels fokussierender Ionenstrahltechnik geändert, woraus eine Verschiebung der Schicht im Randbereich des erodierten Bereichs resultiert. Diese Verschiebung wird anschließend mittels Grauwertanalyse quantifiziert. Um die gemessene Verschiebung mit der zugrunde liegenden Eigenspannung der Schicht zu korrelieren, bedarf es dann geeigneter analytischer Lösungen bzw. Finite Element Modellierungen, deren freie Parameter iterativ an die experimentellen Ergebnisse angepasst werden, und somit den Spannungszustand der Schicht zugänglich machen. Beschränkungen hinsichtlich der Kristallinität der Schicht existieren hierbei nicht. Die erreichbare Ortsauflösung wird zum einen durch den kleinsten erodierbaren Probenbereich (z.B. Lochdurchmesser oder Grabenbreite) und zum anderen durch die Auflösung des verwendeten Rasterelektronenmikroskops bestimmt. Werden moderne FIB-Zweistrahlanlagen genutzt, so können Strukturen <100 nm erzeugt und mit einer Ortsauflösung <1 nm abgebildet werden.

Die Änderung der Bandstruktur kann nicht nur mit Hilfe optischer Spektroskopie mit Verzerrungen korreliert werden. Vielmehr kann auch die Änderung der Austrittsarbeit, gemessen mittels Rasterkraftmikroskopie, für die Analyse des Verzerrungszustandes genutzt werden [119][120][121][112][122][123].

2.5 Zusammenfassung

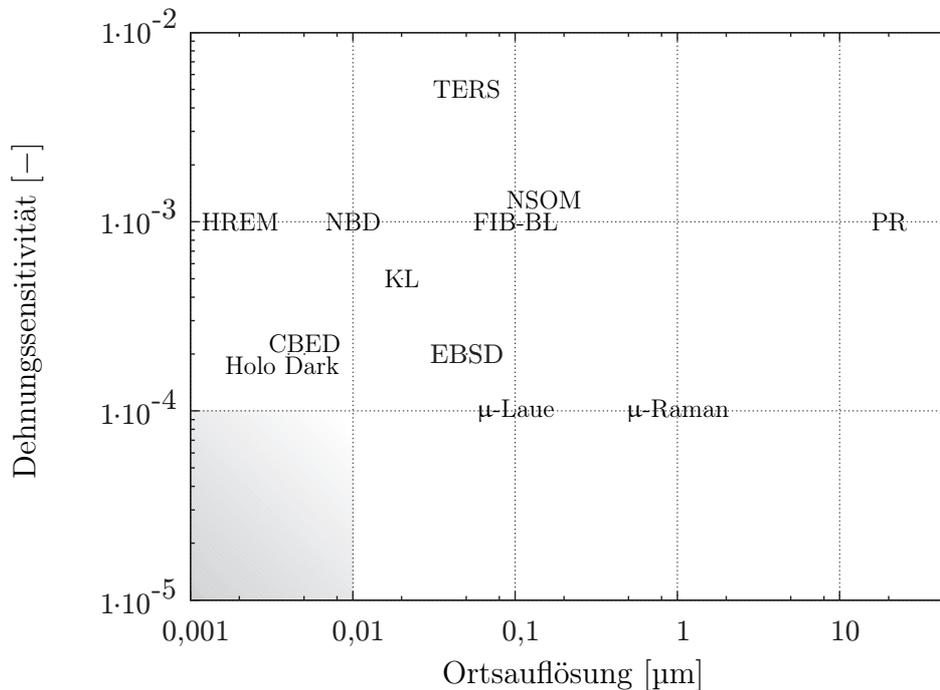


Abb. 2.1: Graphische Veranschaulichung der Sensitivität und Ortsauflösung ausgewählter Methoden zur Analyse von Eigenspannungen (Abkürzungen siehe Text). Der Zielkorridor für die Weiterentwicklung geeigneter Techniken ist grau hinterlegt.

Die schlichte Vielzahl der zuvor dargestellten Techniken zur Analyse von Eigenspannungen mag täuschen. Jedes einzelne Verfahren unterliegt bestimmten Limitierungen. Nahe liegender Weise können beispielsweise Beugungsverfahren nur an kristallinen Strukturen durchgeführt werden, bzw. bedürfen AFM basierte Techniken sehr ebener, nahezu defekt- und kontaminationsfreier Oberflächen. Weiterhin sind viele Techniken auf bestimmte Materialsysteme begrenzt bzw. tragen nur sehr wenige Verfahren dem tensoriellen Charakter von Verzerrungen und Spannungen Rechnung.

Naturgemäß ist die Entwicklung der einzelnen Techniken zum jetzigen Zeitpunkt nicht abgeschlossen. Nach wie vor werden große Anstrengungen unternommen, sowohl die Ortsauflösung, als auch die Nachweisgrenze verschiedener Verfahren zu steigern [124]. Mit Blick auf die Relevanz von Eigenspannung erscheint hierbei eine Dehnungssensitivität im Bereich von 10^{-5} bei einer Ortsauflösung von einigen wenigen Nanometern wünschenswert (siehe Abb. 2.1). Der derzeitige Entwicklungsstand im Bereich der Elektronenrückstreubeugung lässt dabei erwarten, dass diese Forderung in absehbarer Zeit erfüllt werden kann.

3 Grundlagen

3.1 Mechanik

Wie in Kapitel 2 gezeigt, kann dem tensoriellen Charakter mechanischer Kenngrößen nicht durch alle derzeit verfügbaren Messtechniken entsprochen werden. Nicht selten resultieren hieraus Unwägbarkeiten bei der Bewertung von Spannungszuständen mit Hilfe theoretischer Modelle *und* experimenteller Daten. Sofern möglich, sollte die Beschreibung von Spannungen und Verzerrungen stets im Rahmen der Kontinuumsmechanik erfolgen. Die wesentlichen Zusammenhänge der einzelnen Größen, werden daher im nächsten Abschnitt kurz zusammengefasst.

3.1.1 Verschiebung, Verzerrung und Rotation in kontinuumsmechanischer Beschreibung

Im Folgenden wird die Verformung eines Körpers K als Übergang von dessen unverformter Referenzkonfiguration zur Zeit t_0 hin zu einer Momentankonfiguration zu einer beliebigen Zeit t betrachtet. Die zugehörigen Raumbereiche seien durch Ω_0 und Ω gegeben, die zur quantitativen Beschreibung notwendige Vektorbasis $\mathbf{e} = \{\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2, \mathbf{e}_3\}$ durch die orthonormierte Basis eines kartesischen Koordinatensystems. Ferner soll mit Hilfe der Bezugskonfiguration $\boldsymbol{\kappa}_0$ gemäß

$$\mathbf{X} = \boldsymbol{\kappa}_0(X, t_0) \tag{3.1}$$

einem jeden Punkt zur Zeit t_0 die Lage \mathbf{X} zugeordnet werden können. Analog sei mittels

$$\mathbf{x} = \boldsymbol{\kappa}(X, t) \tag{3.2}$$

die räumliche Lage \mathbf{x} eines materiellen Punkts $X \in K$ zu einer beliebigen Zeit t in der Momentankonfiguration definiert. Unter der Voraussetzung der Invertierbarkeit von $\boldsymbol{\kappa}_0$ ergibt sich für Gl. 3.2 zunächst formal $\mathbf{x} = \boldsymbol{\kappa}[\boldsymbol{\kappa}_0^{-1}(\mathbf{X}, t_0), t]$. Mit $\boldsymbol{\kappa}[\boldsymbol{\kappa}_0^{-1}(\mathbf{X}, t_0), t] := \boldsymbol{\chi}(\mathbf{X}, t)$ folgt schließlich für den funktionellen Zusammenhang zwischen den beiden Ortsvektoren der Referenz- und Momentankonfiguration nach [125]

$$\mathbf{x} = \boldsymbol{\chi}(\mathbf{X}, t) \quad . \tag{3.3}$$

Werden die noch zu definierenden Größen wie *Verschiebung*, *Verzerrung*, *Spannung* usw. als Funktionen des Ausgangszustandes angesehen, so spricht man von der Lagrangeschen Betrachtungsweise. Eine solche Betrachtungsweise bietet vor allem dann Vorteile, wenn wie zunächst vorausgesetzt, der Ausgangszustand bekannt ist und die Bewegung der einzelnen Teilchen verfolgt werden soll. Diese Situation ist bei der Untersuchung von Festkörpern in der Regel gegeben. Ist hingegen die Verfolgung der Bahn eines einzelnen Teilchens viel zu aufwendig oder nicht von Interesse, so ist es unter Umständen zweckmäßiger, die Koordinaten des Kontrollvolumens als unabhängige Ortsvariablen zu wählen. Man spricht dann von der Eulerschen Betrachtungsweise, welche häufig in der Strömungsmechanik Anwendung findet.

Wird ein Kontinuum bewegt, so erfahren alle materiellen Punkte eine Verschiebung, welche durch den *Verschiebungsvektor* \mathbf{u} (Abb. 3.1) beschrieben werden kann:

$$\mathbf{u}(X, t) = \mathbf{x} - \mathbf{X} \quad . \quad (3.4)$$

Er ist beiden Konfigurationen in gleicher Weise zugeordnet und kann durch

$$\begin{aligned} \mathbf{u}(X, t) &= \mathbf{u}(\mathbf{X}, t) = \mathbf{x} - \mathbf{X} = \boldsymbol{\chi}(\mathbf{X}, t) - \mathbf{X} \\ \mathbf{u}(X, t) &= \mathbf{u}(\mathbf{x}, t) = \mathbf{x} - \mathbf{X} = \mathbf{x} - \boldsymbol{\chi}^{-1}(\mathbf{x}, t) \end{aligned} \quad (3.5)$$

sowohl in der Lagrangeschen, als auch der Eulerschen Betrachtungsweise verwendet werden [125]. Die Gesamtheit aller Verschiebungsvektoren eines Körpers ergeben das so genannte

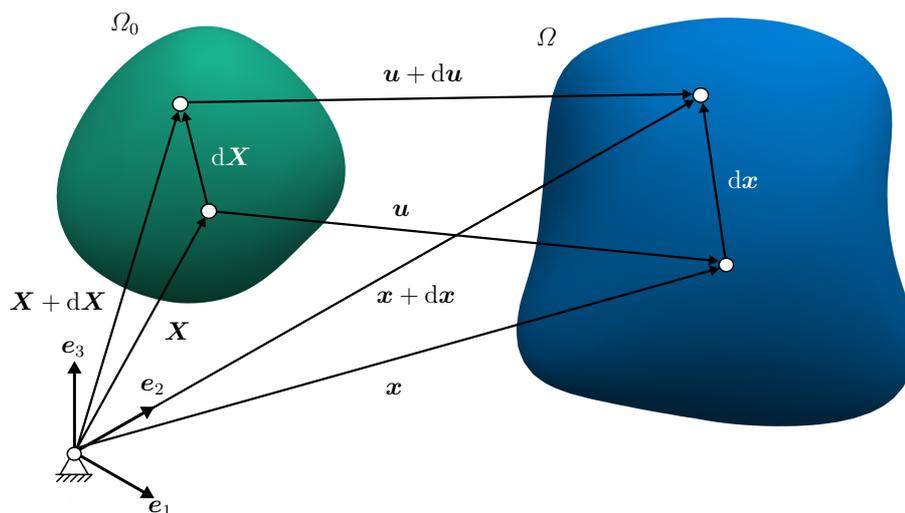


Abb. 3.1: Schematische Darstellung der Deformation eines materiellen Linienelements bei der Transformation eines Körpers K beschrieben in einem gemeinsamen Koordinatensystem mit den Basisvektoren $\mathbf{e} = \{\mathbf{e}_1, \mathbf{e}_2, \mathbf{e}_3\}$.

Verschiebungsfeld. Neben der Verschiebung ist insbesondere die Verzerrung ein wichtiges Maß für die Deformation eines materiellen Teilchens. Zu deren Herleitung wird zunächst der

Übergang eines materiellen Linienelements $d\mathbf{x}$ in der Momentankonfiguration betrachtet. Durch Bildung des totalen Differentials der Bewegung für einen festen Zeitpunkt t erhält man

$$d\mathbf{x} = d[\boldsymbol{\chi}(\mathbf{X}, t)] = \frac{\partial \boldsymbol{\chi}}{\partial \mathbf{X}} \cdot d\mathbf{X} \quad . \quad (3.6)$$

Hierbei resultiert aus der Ableitung des Ortsvektors \mathbf{x} nach dem Ortsvektor \mathbf{X} ein Tensor zweiter Stufe, welcher der Deformation zugeordnet und als Deformationsgradient $\hat{\mathbf{F}} = \mathbf{x}\nabla_0$ bezeichnet wird. Für Gl. 3.6 folgt dann

$$d\mathbf{x} = \hat{\mathbf{F}} \cdot d\mathbf{X} = (\mathbf{x}\nabla_0) \cdot d\mathbf{X} \quad . \quad (3.7)$$

Für die Verknüpfung des Deformationsgradienten mit dem Verschiebungsfeld ist es nützlich, den *materiellen* bzw. *räumlichen Verschiebungsgradienten* $\hat{\mathbf{H}}_0$ bzw. $\hat{\mathbf{H}}$ gemäß

$$\hat{\mathbf{H}}_0 := \mathbf{u}\nabla_0 \quad \text{bzw.} \quad \hat{\mathbf{H}} := \mathbf{u}\nabla \quad (3.8)$$

zu definieren. Werden alle Größen in Gl. 3.8 bezüglich einer kartesischen Basis \mathbf{e} dargestellt, so ergibt sich hierfür in indizistischer Form

$$\hat{\mathbf{H}}_0 = H_{ij}^0 \mathbf{e}_i \mathbf{e}_j = \frac{\partial u_i}{\partial X_j} \mathbf{e}_i \mathbf{e}_j \quad \text{bzw.} \quad \hat{\mathbf{H}} = H_{ij} \mathbf{e}_i \mathbf{e}_j = \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \mathbf{e}_i \mathbf{e}_j \quad . \quad (3.9)$$

In Matrixschreibweise folgt analog

$$[\hat{\mathbf{H}}_0] = \begin{bmatrix} \frac{\partial u_1}{\partial X_1} & \frac{\partial u_1}{\partial X_2} & \frac{\partial u_1}{\partial X_3} \\ \frac{\partial u_2}{\partial X_1} & \frac{\partial u_2}{\partial X_2} & \frac{\partial u_2}{\partial X_3} \\ \frac{\partial u_3}{\partial X_1} & \frac{\partial u_3}{\partial X_2} & \frac{\partial u_3}{\partial X_3} \end{bmatrix} \langle \mathbf{e}_i \mathbf{e}_j \rangle \quad \text{bzw.} \quad [\hat{\mathbf{H}}] = \begin{bmatrix} \frac{\partial u_1}{\partial x_1} & \frac{\partial u_1}{\partial x_2} & \frac{\partial u_1}{\partial x_3} \\ \frac{\partial u_2}{\partial x_1} & \frac{\partial u_2}{\partial x_2} & \frac{\partial u_2}{\partial x_3} \\ \frac{\partial u_3}{\partial x_1} & \frac{\partial u_3}{\partial x_2} & \frac{\partial u_3}{\partial x_3} \end{bmatrix} \langle \mathbf{e}_i \mathbf{e}_j \rangle \quad . \quad (3.10)$$

Wenngleich der Deformationsgradient keine translatorischen Anteile der Bewegung mehr enthält, so sind in $\hat{\mathbf{F}}$ eventuelle Starrkörperrotationen noch enthalten. Da eine starre Drehung eines materiellen Teilchens jedoch nicht zu einer Verzerrung führt, ist es für die Berechnung von Verzerrungen nötig, diese Anteile zu trennen. Ausgehend vom polaren Zerlegungstheorem [125] kann $\hat{\mathbf{F}}$ in das Produkt eines orthogonalen Tensors \mathbf{R} und eines positiv definiten symmetrischen Tensors \mathbf{U} bzw. \mathbf{V} gemäß

$$\hat{\mathbf{F}} = \mathbf{R} \cdot \mathbf{U} = \mathbf{V} \cdot \mathbf{R} \quad \text{mit} \quad \mathbf{R}^{-1} = \mathbf{R}^T \quad (3.11)$$

zerlegt werden. Hierbei enthalten die beiden Tensoren \mathbf{U} und \mathbf{V} die Deformation des Teilchens, wobei entsprechend dem Aufbau von Gl. 3.11 \mathbf{U} und \mathbf{V} als rechter bzw. linker Strecktensor bezeichnet werden. Diese können so interpretiert werden, dass das materielle Teilchen

zuerst gedreht und anschließend in der momentanen Position gestreckt wird oder umgekehrt, zuerst in der Ausgangslage gestreckt und danach starr in die Momentanlage gedreht wird.

Für die Festlegung eines geeigneten Verzerrungsmaßes ist es zweckmäßig, von den Transformationen der Quadrate der Linienelemente und nicht von den Linienelementen selbst auszugehen [126]:

$$\begin{aligned} (dx)^2 &= d\mathbf{x} \cdot d\mathbf{x} = (\hat{\mathbf{F}} \cdot d\mathbf{X}) \cdot (\hat{\mathbf{F}} \cdot d\mathbf{X}) = d\mathbf{X} \cdot (\hat{\mathbf{F}}^T \cdot \hat{\mathbf{F}}) \cdot d\mathbf{X} \\ (dX)^2 &= d\mathbf{X} \cdot d\mathbf{X} = (\hat{\mathbf{F}}^{-1} \cdot d\mathbf{x}) \cdot (\hat{\mathbf{F}}^{-1} \cdot d\mathbf{x}) = d\mathbf{x} \cdot (\hat{\mathbf{F}}^{-T} \cdot \hat{\mathbf{F}}^{-1}) \cdot d\mathbf{x} \quad . \end{aligned} \quad (3.12)$$

Hierbei definieren

$$\begin{aligned} \mathbf{C} &:= \hat{\mathbf{F}}^T \cdot \hat{\mathbf{F}} \\ \mathbf{B} &:= \hat{\mathbf{F}} \cdot \hat{\mathbf{F}}^T \end{aligned} \quad (3.13)$$

den rechten bzw. linken Cauchy-Green'schen Verzerrungstensor, welche im Fall einer reinen Starrkörperbewegung in den Einheitstensor übergehen. Da jedoch für einige kontinuumsmechanische Konzepte Verzerrungsmaße bevorzugt werden, die für Starrkörperbewegungen nicht den Wert Eins, sondern Null annehmen, betrachtet man üblicherweise die Differenz der Quadrate der Linienelemente. Hierbei gelangt man zu

$$(d\mathbf{x})^2 - (d\mathbf{X})^2 = 2d\mathbf{X} \cdot \mathbf{G} \cdot d\mathbf{X} \quad , \quad (3.14)$$

wobei der Ausdruck

$$\mathbf{G} := \frac{1}{2} (\mathbf{C} - \mathbf{I}) = \frac{1}{2} (\mathbf{U}^2 - \mathbf{I}) \quad (3.15)$$

den rechten Green-Lagrange'schen Verzerrungstensor bezeichnet. Analog lässt sich durch

$$\mathbf{G}^l := \frac{1}{2} (\mathbf{B} - \mathbf{I}) = \frac{1}{2} (\mathbf{V}^2 - \mathbf{I}) \quad (3.16)$$

der linke Green-Lagrange'sche Verzerrungstensor definieren.

Die bislang eingeführten Verzerrungstensoren gelten für beliebig große Verzerrungen. Für viele praktische Anwendungsfälle ist es jedoch ausreichend, sich auf kleine Verzerrungen zu beschränken, wodurch sich die bisherigen Verzerrungsmaße vereinfachen lassen. Durch Einsetzen von $\hat{\mathbf{F}} = \mathbf{I} + \hat{\mathbf{H}}_0$ in Gl. 3.13 erhält man

$$\begin{aligned} \mathbf{C} &= \mathbf{I} + \hat{\mathbf{H}}_0 + \hat{\mathbf{H}}_0^T + \hat{\mathbf{H}}_0^T \cdot \hat{\mathbf{H}}_0 = \mathbf{I} + \mathbf{u}\nabla_0 + \nabla_0\mathbf{u} + (\nabla_0\mathbf{u}) \cdot (\mathbf{u}\nabla_0) \\ \mathbf{B} &= \mathbf{I} + \hat{\mathbf{H}}_0 + \hat{\mathbf{H}}_0^T + \hat{\mathbf{H}}_0 \cdot \hat{\mathbf{H}}_0^T = \mathbf{I} + \mathbf{u}\nabla_0 + \nabla_0\mathbf{u} + (\mathbf{u}\nabla_0) \cdot (\nabla_0\mathbf{u}) \quad . \end{aligned} \quad (3.17)$$

Weiteres Einsetzen von Gl. 3.17 in Gl. 3.15 bzw. Gl. 3.16 ergibt den rechten und linken Greenschen Verzerrungstensor zu

$$\begin{aligned}\hat{\mathbf{G}} &= \frac{1}{2} \left(\hat{\mathbf{H}}_0 + \hat{\mathbf{H}}_0^T + \hat{\mathbf{H}}_0^T \cdot \hat{\mathbf{H}}_0 \right) = \frac{1}{2} [\mathbf{I} + \mathbf{u}\nabla_0 + \nabla_0\mathbf{u} + (\nabla_0\mathbf{u}) \cdot (\mathbf{u}\nabla_0)] \\ \hat{\mathbf{G}}^l &= \frac{1}{2} \left(\hat{\mathbf{H}}_0 + \hat{\mathbf{H}}_0^T + \hat{\mathbf{H}}_0 \cdot \hat{\mathbf{H}}_0^T \right) = \frac{1}{2} [\mathbf{I} + \mathbf{u}\nabla_0 + \nabla_0\mathbf{u} + (\mathbf{u}\nabla_0) \cdot (\nabla_0\mathbf{u})] \quad .\end{aligned}\quad (3.18)$$

Hierbei ist zu erkennen, dass die Tensoren \mathbf{C} , \mathbf{B} , $\hat{\mathbf{G}}$ und $\hat{\mathbf{G}}^l$ infolge der Produkte $(\nabla_0\mathbf{u}) \cdot (\mathbf{u}\nabla_0)$ bzw. $(\mathbf{u}\nabla_0) \cdot (\nabla_0\mathbf{u})$ jeweils nicht-lineare Funktionen des materiellen Verschiebungsgradienten sind. Mit Bezug auf eine orthonormierte Basis \mathbf{e} ergibt sich aus dem rechten Greenschen Verzerrungstensor die Verschiebungs-Verzerrungsgleichung in kartesischer Koordinatenschreibweise zu

$$\hat{G}_{ij} = \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial X_j} + \frac{\partial u_j}{\partial X_i} \right) + \frac{1}{2} \frac{\partial u_k}{\partial X_i} \frac{\partial u_k}{\partial X_j} \quad . \quad (3.19)$$

Hieraus ist ersichtlich, dass die Hauptdiagonal- bzw. Nebendiagonalelemente des Greenschen Verzerrungstensors auch von den Quadraten der Verschiebungsableitungen bzw. von bilinearen Termen abhängen. Beschränkt man sich hingegen auf kleine Verformungen, so sind die Verschiebungsableitungen klein gegen Eins, also $\partial u_i / \partial X_j \ll 1$, und damit Terme n -ter Ordnung gegenüber $(n-1)$ -ter Ordnung vernachlässigbar. Somit folgt nach [125] für den *infinitesimalen Verzerrungstensor* allgemein

$$\text{lin}[\hat{\mathbf{G}}] = \text{lin}[\hat{\mathbf{G}}^l] = \boldsymbol{\varepsilon} = \frac{1}{2} (\mathbf{u}\nabla_0 + \nabla_0\mathbf{u}) \quad (3.20)$$

bzw. bezüglich einer kartesischen Basis

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{21} & \varepsilon_{22} & \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{31} & \varepsilon_{32} & \varepsilon_{33} \end{bmatrix} \langle \mathbf{e}_i \mathbf{e}_j \rangle = \begin{bmatrix} \frac{\partial u_1}{\partial X_1} & \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_1}{\partial X_2} + \frac{\partial u_2}{\partial X_1} \right) & \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_1}{\partial X_3} + \frac{\partial u_3}{\partial X_1} \right) \\ \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_1}{\partial X_2} + \frac{\partial u_2}{\partial X_1} \right) & \frac{\partial u_2}{\partial X_2} & \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_2}{\partial X_3} + \frac{\partial u_3}{\partial X_2} \right) \\ \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_1}{\partial X_3} + \frac{\partial u_3}{\partial X_1} \right) & \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_2}{\partial X_3} + \frac{\partial u_3}{\partial X_2} \right) & \frac{\partial u_3}{\partial X_3} \end{bmatrix} \langle \mathbf{e}_i \mathbf{e}_j \rangle \quad . \quad (3.21)$$

3.1.2 Spannungen

In einem unverformten Körper entspricht die Anordnung der Moleküle seinem thermischen Gleichgewicht. Wirken auf den Körper äußere Lasten, so ändert sich die Anordnung der Moleküle, und der Körper wird aus seinem ursprünglichen Gleichgewichtszustand gebracht. Im Ergebnis entstehen im Körper Kräfte, deren Einfluss sich in Abständen zwischenmolekularer Größenordnung bemerkbar macht. Betrachtet man zunächst die auf einen bestimmten Körper wirkende resultierende Kraft \mathbf{F} , so ist diese gleich der Summe aller Kräfte, die auf jedes Element des betrachteten Teilvolumens wirken. Da die Kräfte der verschiedenen Teile,

welche innerhalb des Teilvolumens aufeinander wirken, keine von Null verschiedene Resultierende bilden können, kann die gesuchte Gesamresultierende nur als Summe der Kräfte betrachtet werden, die auf das gegebene Teilvolumen von seiner Umgebung aus wirken [127]. Diese Kräfte wirken dabei auf das betrachtete Teilvolumen über dessen Oberfläche, wodurch jede der drei Komponenten F_i der Resultierenden eines beliebigen Volumens unter Verwendung des Gauss'schen Integralsatzes [127] in ein Integral über dessen Oberfläche überführt werden kann. Formal ist hieran die Bedingung geknüpft, dass sich die entsprechende skalare Funktion als Divergenz eines Vektors darstellen lässt. Im vorliegenden Fall muss F_i daher als Divergenz eines Tensors zweiter Stufe darstellbar sein:

$$F_i = \frac{\partial \sigma_{ik}}{\partial x_k} \quad . \quad (3.22)$$

Dann kann die, auf ein Volumen wirkende Kraft als Integral über eine, das Volumen umspannende, geschlossene Fläche gemäß

$$\int F_i dV = \int \frac{\partial \sigma_{ik}}{\partial x_k} dV = \oint \sigma_{ik} df_k \quad (3.23)$$

formuliert werden, wobei df_i den Komponenten des Flächenelements entsprechen, einem Vektor, der stets in Richtung der äußeren Normalen der Fläche liegt. Der Tensor σ wird als *Spannungstensor* bezeichnet. Wie aus Gl. 3.23 ersichtlich, ist $\sigma_{ik} df_k$ die i -te Komponente der auf das Flächenelement df wirkenden Kraft.

3.1.3 Materialgesetz

Alle bislang angestellten Betrachtungen gelten unabhängig vom Materialverhalten für jedes Kontinuum. Da jedoch nicht alle unbekannt Funktionen auf Grundlage der bisher aufgestellten Gleichungen ermittelt werden können, bedarf es weiterer Beziehungen, welche die Spannungsgrößen mit den Verformungsgrößen ins Verhältnis setzen. Diese Beziehungen, welche im Sprachgebrauch der Kontinuumsmechanik als Stoffgesetze oder konstitutive Gleichungen bezeichnet werden, beschreiben allgemein das Verhalten individueller Materialien. Im Fall der Festkörpermechanik sind diese in erster Linie mechanische Stoffgleichungen, welche die Spannungen mit kinematischen Variablen verknüpfen.

Ohne Beschränkung der Allgemeinheit wird im Weiteren nur auf *linear-elastisches Materialverhalten* eingegangen, im Falle dessen der Zusammenhang zwischen Spannung und Dehnung durch das *Hookesche Gesetz* gemäß

$$\sigma_{ij} = E_{ijkl} \varepsilon_{kl} \quad (3.24)$$

beschrieben werden kann. Hierbei bilden die $3^4 = 81$ *Elastizitätskonstanten* E_{ijkl} einen polaren Tensor vierter Stufe, wobei sich aus der Symmetrie des Verzerrungstensors bzw. Spannungstensors die Symmetrieeigenschaften

$$E_{ijkl} = E_{jikl} = E_{ijlk} = E_{jilk} \quad (3.25)$$

und damit eine Symmetriereduktion auf nur 21 unabhängige Komponenten ergibt. Infolge der elastischen Symmetrie der verschiedenen Kristallsysteme ergeben sich weitere Beziehungen zwischen den Komponenten des *Elastizitätstensors* und somit eine weitere Reduktion der Zahl der unabhängigen Konstanten. Da die Eigensymmetrie aller Tensoren gerader Stufe ein Inversionszentrum enthält, ist die Zahl der auf Grund kristallographischer Symmetrie unterscheidbaren Tensoren höchstens gleich der Anzahl an Lauegruppen [128]. Die Überführung der Tensorschreibweise in eine Matrixschreibweise unter Verwendung der Indextransformation

$$E_{ijkl} = E_{mn} \quad (i, j, k, l = 1, 2, 3; m, n = 1, \dots, 6) \quad (3.26)$$

liefert

$$\sigma_m = E_{mn} \varepsilon_n \quad . \quad (3.27)$$

Im Fall kubischer Symmetrie (Lauegruppen $m\bar{3},4/m\bar{3}$) lässt sich dann das Hookesche Gesetz in Vektor-Matrix-Schreibweise gemäß

$$\begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} E_{1111} & E_{1122} & E_{1122} & 0 & 0 & 0 \\ & E_{1111} & E_{1122} & 0 & 0 & 0 \\ & & E_{1111} & 0 & 0 & 0 \\ & & & E_{1212} & 0 & 0 \\ & & & & E_{1212} & 0 \\ & & & & & E_{1212} \end{bmatrix} \cdot \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ 2\varepsilon_{23} \\ 2\varepsilon_{13} \\ 2\varepsilon_{12} \end{bmatrix} \quad (3.28)$$

darstellen. Analoge Betrachtungen können für die Darstellung unter Verwendung der *Nachgiebigkeit* \mathbf{N} angestellt werden. Hierfür sei jedoch auf die Literatur verwiesen [129].

3.2 Beugung rückgestreuter Elektronen

Die exakte Beschreibung des Einflusses elastischer und inelastischer Wechselwirkung eines Elektronenstrahls mit den Elektronen und Atomen eines Festkörpers kann als eine der grundlegendsten Fragestellung der Beugungstheorie angesehen werden. Infolgedessen existiert eine Vielzahl physikalischer Modelle und Theorien, mit deren Hilfe bestimmte Aspekte der Elektronenstreuung und Elektronenbeugung interpretiert oder vorhergesagt werden können. Mit

Blick auf deren Bedeutung für das Verständnis der Elektronenrückstreubeugung sollen die wichtigsten Formalismen im Folgenden kurz skizziert werden.

3.2.1 Geometrische Interpretation der Elektronenrückstreubeugung

Wenngleich eine exakte Beschreibung von Beugungsbildern rückgestreuter Elektronen Betrachtungen auf Grundlage der *dynamischen* Beugungstheorie erforderlich macht, so ist deren geometrische Interpretation doch auch unter Verwendung vereinfachter Modelle möglich. Aus diesem Grund soll in diesem Abschnitt zunächst eine vereinfachte Deutung der zugrunde liegenden Effekte vorgestellt werden, bevor diese in Abschnitt 3.2.2 um entsprechende quantenmechanische Konzepte erweitert werden.

Trifft ein Elektronenstrahl auf einen ausgedehnten Festkörper, so wird dieser zunächst *inkohärent* gestreut, wodurch Elektronen erzeugt werden, welche ihrerseits in einem weiten Bereich durch den Festkörper diffundieren. Deren Ursprungsort kann hierbei als kleines Volumen inmitten des Kristalls angesehen werden, innerhalb dessen stets Elektronen zu finden sind, welche die Lauebedingung [130]

$$\mathbf{k} - \mathbf{k}_0 = \mathbf{g} \quad (3.29)$$

(\mathbf{g} -reziproker Gittervektor, \mathbf{k}_0 -Wellenvektor der einfallenden Welle, \mathbf{k} -Wellenvektor der gebeugten Welle) für jede Schar von Netzebenen erfüllen. Gleichung 3.29 beschreibt die Impulsänderung bei einer Streuung im Kristall und kann unter Berücksichtigung von $|\mathbf{k} - \mathbf{k}_0| = 2 \sin \theta_B / \lambda_E$ und $|\mathbf{g}| = 1/d_{hkl}$ in die bekannte *Braggbedingung* [130]

$$n \lambda_E = 2 d_{hkl} \sin \theta_B \quad (3.30)$$

(n -Ordnung der Beugung, λ_E -Wellenlänge des Elektrons, d_{hkl} -Netzebenenabstand, θ_B -*Braggwinkel*) überführt werden. Für die Ortskurve der gebeugten Elektronen ergeben sich hierbei symmetrische Konusse (bekannt als *Kosselkonusse*) mit großem Öffnungswinkel von $180^\circ - 2\theta_B$, deren Achsen senkrecht auf den jeweiligen Netzebenen stehen (Abb. 3.2). Schneiden diese Konusse einen Detektorschirm, welcher senkrecht zur Ausbreitungsrichtung positioniert ist, so ergeben sich darauf Hyperbeln, welche üblicherweise als *Kikuchi-* oder *Kossellinien* bezeichnet werden. Das vollständige Beugungsbild des Kristallgitters ergibt sich dann durch konstruktive Interferenz *verschiedener* Netzebenenscharen.

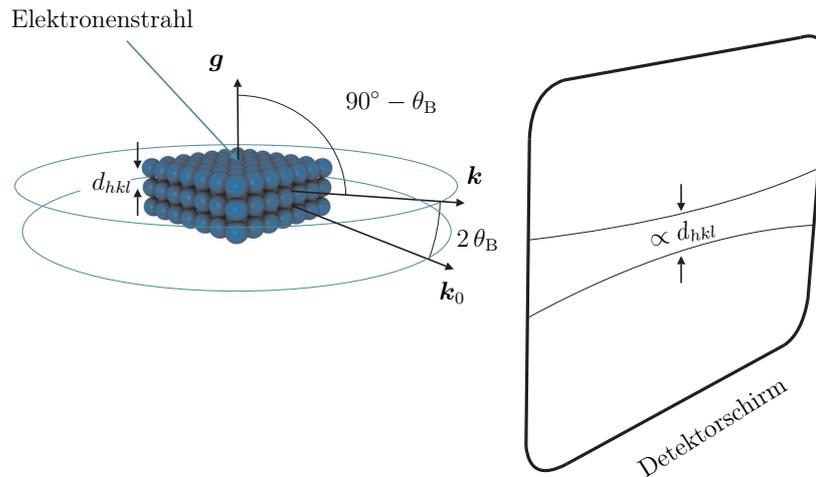


Abb. 3.2: Entstehung von Kikuchilini durch konstruktive Interferenz diffus gestreuter Elektronen.

3.2.2 Dynamische Theorie der Elektronenbeugung

Im Allgemeinen ist die Beobachtung separierter, scharfer Kikuchilini nur für Netzebenen höherer Ordnung in Transmissions-Kikuchimustern möglich [131]. Typische Beugungsbilder rückgestreuter Elektronen im Rasterelektronenmikroskop sind hingegen durch kontrastreiche Kikuchibänder gekennzeichnet. Das zugehörige, im Verhältnis zum einfallenden Elektronenstrahl, breite Energiespektrum der Elektronen kann im Rahmen der kinetischen Theorie nicht beschrieben werden. Vielmehr bedarf es weiterführender Modelle auf Grundlage der dynamischen Beugungstheorie, mit deren Hilfe das Problem kombinierter elastischer und inelastischer Mehrfachstreuung beschrieben werden kann.

Ausgangspunkt der folgenden Betrachtungen sei die Schrödingergleichung, welche zur Beschreibung eines einfallenden Elektronenstrahls der Form $\exp(i \mathbf{K}_0 \cdot \mathbf{r})$ wie folgt formuliert werden kann [132]:

$$-\frac{\hbar^2}{8 \pi^2 m_E} \nabla^2 \psi(\mathbf{r}) - |e| V(\mathbf{r}) \psi(\mathbf{r}) = \frac{\hbar^2 K_0^2}{2 m_E} \psi(\mathbf{r}) \quad (3.31)$$

(m_E -Masse des Elektrons, $V(\mathbf{r})$ -Potential, e -Elementarladung). Sie ist für den Spezialfall eines räumlich periodischen Potentials $V(\mathbf{r})$ zu lösen, welches infolge seiner Translationsinvarianz als Fourierreihe entwickelt werden kann. Die Raumfrequenzen sind hierbei die Vektoren des reziproken Gitters [133]. Unter Verwendung eines skalierten Potentials U^c folgt

$$U^c(\mathbf{r}) = \sum_g U_g^c \exp(2 \pi i \mathbf{g} \cdot \mathbf{r}) \quad (3.32)$$

($U_g^c = 2 m_E |e| V_g / \hbar^2$ - komplexer Strukturfaktor unter Verwendung der Fourierkoeffizienten des Kristallpotentials V_g) [134]. Infolge verschiedener inelastischer Streuvorgänge scheiden

stets einige Elektronen aus dem kohärenten Elektronenstrom aus. Der Einfluss der inelastischen Wechselwirkung kann jedoch unter Verwendung eines Gesamtpotentials

$$U(\mathbf{r}) = U^c(\mathbf{r}) + iU'(\mathbf{r}) \quad (3.33)$$

formal berücksichtigt werden [134]. Hierbei werden die inelastischen Verluste mit Hilfe des zusätzlichen imaginären Kristallpotentials $iU'(\mathbf{r})$ beschrieben. Wie aus der Literatur bekannt [134], kann die Wellenfunktion im Kristall nach *Blochwellen* mit Wellenvektoren $\mathbf{k}^{(j)}$ entwickelt werden:

$$\psi(\mathbf{r}) = \sum_j c_j \exp(2\pi i \mathbf{k}^{(j)} \cdot \mathbf{r}) \sum_g C_g^{(j)} \exp(2\pi i \mathbf{g} \cdot \mathbf{r}) \quad (3.34)$$

Setzt man Gl. 3.32 und Gl. 3.34 mit dem verallgemeinerten Potential (Gl. 3.33) in die Schrödingergleichung ein, so erhält man mittels Koeffizientenvergleich die dynamischen Gleichungen von Bethe [135]:

$$[\mathbf{K}_0^2 - (\mathbf{k}^{(j)} + \mathbf{g})^2] C_g^{(j)} + \sum_h U_{g-h} C_h^{(j)} = 0 \quad (3.35)$$

(\mathbf{K}_0 -Wellenvektor der einfallenden Elektronenwelle im Kristall), welche die Komponenten der Blochwellen, die betrachteten reziproken Gittervektoren und das Kristallpotential miteinander verbinden. Hierfür kann Gl. 3.35 in ein Eigenwertproblem überführt werden, dessen Eigenvektoren die Koeffizienten $C_g^{(j)}$ beinhalten. Die Randbedingungen an der Oberfläche definieren die Koeffizienten c_j . Außer der Periodizität des Kristallpotentials wurden keine weitergehenden Annahmen zur Umformung der Schrödingergleichung gemacht, so dass Gleichung Gl. 3.35 für diesen Fall allgemein gültig ist. Eine anschauliche Interpretation des

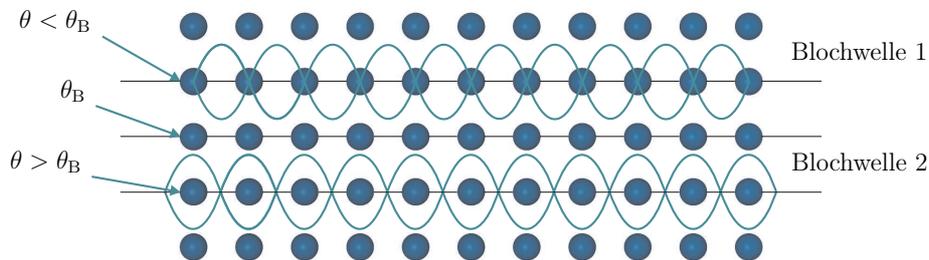


Abb. 3.3: Anschauliche Interpretation des Blochwellen-Modells im Zweistrahlfall.

Blochwellen-Modells kann anhand des sogenannten Zweistrahlfalls erfolgen, wie er in Abb. 3.3 gezeigt ist. Fällt ein Elektronenstrahl in der Nähe der Braggreflexion auf einen Satz Gitterebenen, so resultiert das Wellenfeld aus der Überlagerung zweier Blochwellen. Ist der

Einfallswinkel hierbei größer oder kleiner als der Braggwinkel, so wird im Wesentlichen nur eine einzige der beiden möglichen Blochwellen stark angeregt. Im Falle kleinerer Einfallswinkel besitzt die hauptsächlich angeregte Blochwelle Maxima in der Nähe der Atompositionen. Ist der Einfallswinkel größer als der Braggwinkel, so dominiert eine Blochwelle, die Minima an den Atompositionen besitzt. Da die quasielastische Rückstreuung ihren Ursprung an den Atompositionen besitzt, ergibt sich demnach für Winkel kleiner als der Braggwinkel eine erhöhte Rückstreuung. Durch die Beugung kommen in diesem Fall mehr Elektronen in die Nähe der Atomkerne und können rückgestreut werden.

3.2.3 Dynamische Simulation von Beugungsbildern rückgestreuter Elektronen

In der Literatur existieren verschiedene Modelle, mit deren Hilfe die Intensitäten in Beugungsbildern rückgestreuter Elektronen, vorrangig Electron-Channeling-Mustern (engl. Electron Channeling Patterns kurz ECP) simuliert werden können [136][137][138]. Wenngleich sich die dominierenden physikalischen Mechanismen für die Entstehung von ECPs (Beugung des einfallenden Strahls) und EBSPs (Beugung des ausfallenden Strahls) grundlegend unterscheiden, so können doch viele der, für die Simulation von ECPs entwickelten, Formalismen auf die Berechnung von EBSPs übertragen werden. Die Berechtigung hierfür ist durch das Reziprozitätsprinzip gegeben [139].

Einen Meilenstein der numerischen Simulation von EBSPs markiert die Methode von Winkelmann [140][141][142]. Sie stellt im Kern eine konsequente Anwendung des Blochwellen-Ansatzes dar und kann anschaulich in drei wesentliche Stufen unterteilt werden: i) elastische und inelastische Streuung des, mit einer bestimmten Winkeldivergenz auf eine Kristalloberfläche einfallenden, Elektronenstrahls unter Berücksichtigung von Channelling-Effekten, ii) quasi-elastische Rückstreuung der Elektronen an den Atomkernen und iii) Beugung der ausfallenden Elektronenwelle an den Netzebenen des Kristalls, wobei deren Amplitude durch den inelastischen Wechselwirkungsquerschnitt gegeben ist. Eine maßgebliche Vereinfachung stellt hierbei die fehlende Kohärenz zwischen der einfallenden und gebeugten Elektronenwelle dar, infolgedessen beide Ereignisse getrennt voneinander behandelt werden können. Da auch Elektronen mit größerem Energieverlust zum Beugungsbild beitragen, stellt die quasi-elastische Rückstreuung mit punktförmigem Ursprung ebenfalls nur eine Näherung dar.

Eine Steigerung der Übereinstimmung experimenteller und simulierter Beugungsbilder kann durch Berücksichtigung der energetischen Bandbreite der rückgestreuten Elektronen sowie der winkelabhängigen inelastischen Streuung erreicht werden [143][144]. Die auf diese Weise berechneten Beugungsbilder spiegeln in hervorragender Weise die Intensitätsverläufe experimenteller Kikuchibänder wider (Abb. 3.4) und ermöglichen somit systematische Untersuchungen zum Einfluss der Kristallstruktur auf das jeweilige Beugungsbild.

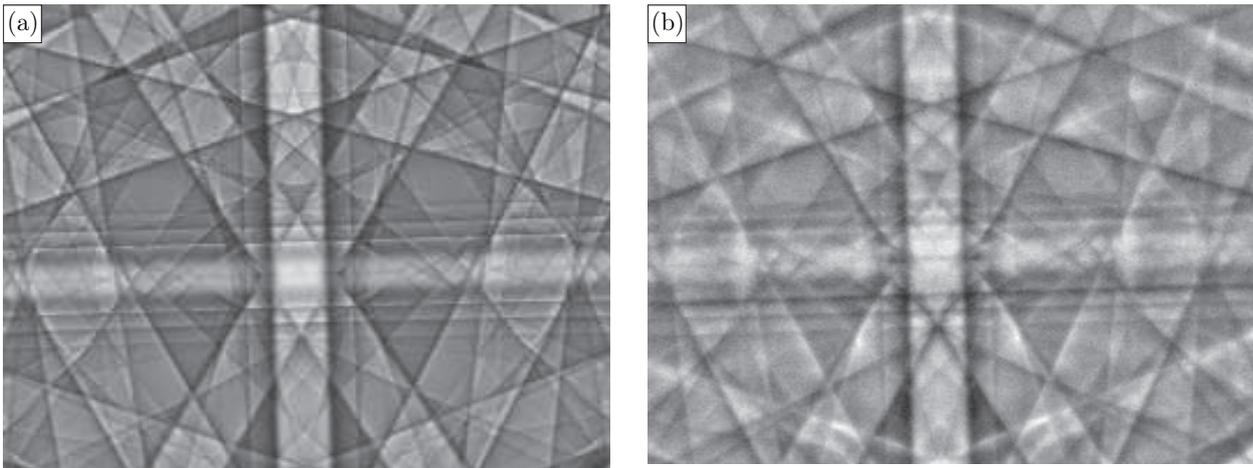


Abb. 3.4: Vergleich eines simulierten (a) und experimentellen Beugungsbilds (b) einer Silizium-Struktur. Die Aufnahme des experimentellen EBSPs erfolgte bei einer Primärenergie von 20 keV und unter verringertem Aufnahmewinkel des Detektors.

3.2.4 Analyse von Gitterverzerrung mittels Elektronenrückstreuung

Die Verknüpfung kontinuumsmechanischer Kenngrößen mit Strukturmerkmalen, welche aus Beugungsbildern rückgestreuter Elektronen bestimmt werden, kann grundsätzlich auf verschiedene Art und Weise erfolgen (siehe Abschnitt 2.2.2). Die derzeit gebräuchlichste Methodik basiert auf der Analyse spannungsinduzierter Verschiebungen von Zonenachsen und Kikuchibändern, welche relativ zu einer definierten Referenzposition gemessen und mit dem Verschiebungsgradienten $\hat{\mathbf{H}}$ (siehe Abschnitt 3.1) in Relation gesetzt werden [11]. Da dieser Ansatz den Kern der im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Methodenentwicklung darstellt, sollen dessen Grundzüge kurz skizziert werden.

Betrachtet man zunächst den Mittelpunkt einer beliebigen Zonenachse und das zugehörige Pixel der Projektion auf dem Detektorschirm, so ist dessen Position durch den Vektor \mathbf{r} gegeben. Als Folge einer beliebigen Verzerrung bzw. Rotation verändert sich dessen Position von \mathbf{r} zu \mathbf{r}' , wobei die zugehörige Verschiebung unter Verwendung des Verschiebungsgradienten gemäß

$$\mathbf{r} = \nabla \mathbf{u} \mathbf{r}' \quad (3.36)$$

dargestellt werden kann. Die zugrunde liegende Veränderung des Kristallgitters kann ebenfalls mit Hilfe einer Verschiebung beschrieben werden, welche durch

$$\mathbf{Q} = \mathbf{r}' - \mathbf{r} = \nabla \mathbf{u} \mathbf{r} \quad (3.37)$$

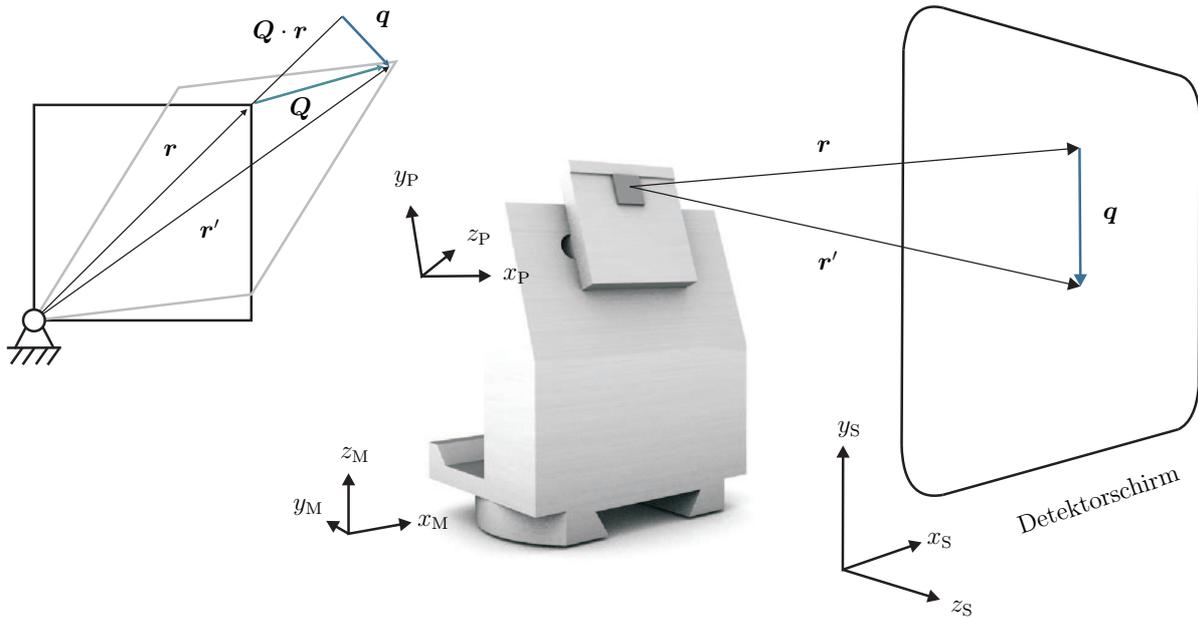


Abb. 3.5: Schematische Darstellung der Verschiebung einer Zonenachse infolge einer Gitterverzerrung. Die Positionsänderung des zugehörigen Pixels auf dem Detektorschirm kann als Verschiebungsvektor \mathbf{q} gemessen werden.

gegeben ist und als Projektion \mathbf{q} senkrecht zu der Zonenachse auf dem Schirm abgebildet wird (Abb. 3.5). Hieraus folgt

$$\mathbf{q} = \mathbf{Q} - \mathbf{r} = \mathbf{Q} - (\mathbf{Q} \cdot \mathbf{r}) \mathbf{r} \quad . \quad (3.38)$$

Der zweite Term in Gl. 3.38 kann hierbei nicht direkt als Verschiebung auf dem Detektorschirm registriert werden. Es ist jedoch möglich, durch Messung von \mathbf{q} an verschiedenen Positionen \mathbf{r} diesen als Parameter zu eliminieren. Für das zugehörige Gleichungssystem ergibt sich

$$\begin{aligned} r_1 r_3 \left[\frac{\partial u_1}{\partial x_1} - \frac{\partial u_3}{\partial x_3} \right] + r_2 r_3 \frac{\partial u_1}{\partial x_2} + r_3^2 \frac{\partial u_1}{\partial x_3} - r_1^2 \frac{\partial u_3}{\partial x_1} - r_1 r_2 \frac{\partial u_3}{\partial x_2} &= r_3 q_1 - r_1 q_3 \\ r_2 r_3 \left[\frac{\partial u_2}{\partial x_2} - \frac{\partial u_3}{\partial x_3} \right] + r_1 r_3 \frac{\partial u_2}{\partial x_1} + r_3^2 \frac{\partial u_2}{\partial x_3} - r_1 r_2 \frac{\partial u_3}{\partial x_1} - r_2^2 \frac{\partial u_3}{\partial x_2} &= r_3 q_2 - r_2 q_3 \quad . \end{aligned} \quad (3.39)$$

Durch Messung von vier Pixelverschiebungen und den zugehörigen \mathbf{r} können auf diese Weise die Werte von $\partial u_1/\partial x_2$, $\partial u_2/\partial x_1$, $\partial u_1/\partial x_3$, $\partial u_3/\partial x_1$, $\partial u_2/\partial x_3$ und $\partial u_3/\partial x_2$ sowie $[\partial u_1/\partial x_1 - \partial u_3/\partial x_3]$ und $[\partial u_2/\partial x_2 - \partial u_3/\partial x_3]$ berechnet werden. Unbestimmt bleiben hingegen $\partial u_1/\partial x_1$, $\partial u_2/\partial x_2$ und $\partial u_3/\partial x_3$, da diese lediglich einer *hydrostatischen* Streckung oder Stauchung des Kristallgitters entsprechen, welche zu keiner Änderung der interplanaren Winkel und damit zu keiner Verschiebungen im aufgenommenen Beugungsbild führen. Somit kann auch durch Messung zusätzlicher \mathbf{q} bzw. \mathbf{r} der verbleibende Freiheitsgrad von $\hat{\mathbf{H}}$

nicht bestimmt werden. Ungeachtet dessen ist die Analyse des Verzerrungszustands unter Berücksichtigung weiterer Pixelverschiebungen sinnvoll, da hierdurch eine bessere statistische Absicherung gewährleistet werden kann. Das zugehörige, überbestimmte Gleichungssystem kann dann nicht mehr exakt, sondern mit Hilfe numerischer Verfahren nur noch näherungsweise gelöst werden [145]. Nach [11] erfolgt die Bestimmung der Pixelverschiebungen auf Basis einer Kreuzkorrelation für verschiedene, um charakteristische Bildpunkte zentrierte Bildausschnitte, wobei die Berechnung der zugehörigen Ortsvektoren \mathbf{r} die exakte Kenntnis der geometrischen Gegebenheiten und somit eine Kalibrierung des Detektorsystems notwendig macht.

Auch wenn mit Hilfe der zuvor vorgestellten Methodik per se keine volumenändernden Anteile der Verformung bestimmt werden können, so ist es doch möglich, die unbestimmten Komponenten des Deformationsgradienten zu berechnen. Hierfür wird angenommen, dass keine Kraft senkrecht zur Oberfläche wirkt, infolgedessen durch

$$\sigma_{33} = 0 = C_{33kl} e_{kl} \quad (3.40)$$

eine weitere Gleichung zur Verfügung steht, welche die Separation der verbliebenen Unbekannten gestattet. Die Rechtfertigung für die Annahme dieses *ebenen Spannungszustands* ist hierbei durch die extreme Oberflächensensitivität der Technik gegeben. Da die elastischen Konstanten in Gl. 3.40 im Koordinatensystem der Probe definiert sind, muss das entsprechende Gleichungssystem ebenfalls in diesem Achsensystem formuliert und gelöst werden.

3.3 Wechselwirkung von Ionen mit kondensierter Materie

Die Modellierung der Wechselwirkung zwischen Ionen und einer Festkörperoberfläche kann auf Grundlage verschiedener Theorien erfolgen. Abseits quantenmechanischer *ab initio* Berechnungen, welche in Anbetracht des enormen Rechenaufwandes bislang nur Systemen mit einer vergleichsweise geringen Anzahl an Atomen vorbehalten sind, ermöglichen vor allem semi-empirische Modelle eine praktikable Beschreibung der Partikelwechselwirkung auf einer, für diese relevanten Längenskala [146][147]. Im Hinblick auf die, für die kombinierte Ionenstrahlpräparation/EBSD-Analyse relevanten, Prozesse beschränken sich die nachfolgenden Betrachtungen auf die Erosion, Schädigung und Strukturierung von Oberflächen. Für alles Weitere sei auf die Literatur verwiesen [148][149][150].

3.3.1 Oberflächenerosion

Penetriert ein Ion einen Festkörper, so erfährt es eine Reihe von Kollisionen mit dessen Atomen und Elektronen. Die hierbei pro zurückgelegter Wegstrecke übertragene Energie ist im Wesentlichen eine Zufallsgröße, welche maßgeblich von der Energie, Masse und Ordnungszahl der beiden Stoßpartner abhängt. Grundsätzlich können zwei Mechanismen des Energieübertrags unterschieden werden: i) Kollisionen der Atomkerne, bei denen Energie als translatorische Bewegung des Gesamtsystems übertragen wird und ii) elektronische Kollisionen, welche zu einer Anregung oder Freisetzung von Elektronen führen. Kollisionen der Kerne können dabei zu großen Energieverlusten und Ablenkwinkeln entlang der Ionentrajektorie führen, wodurch sich häufig große Verschiebungen der Festkörperatome und zahlreiche Defekte ergeben. Kollisionen der Elektronen haben hingegen vergleichsweise geringe Auswirkungen auf den Festkörper. Welcher der beiden Mechanismen überwiegt, hängt stark von der Energie und der Ordnungszahl der Partikel ab. Während die Verlangsamung durch Wechselwirkung der Kerne für geringe Energien dominiert, so ist es bei steigender Energie und abnehmender Ordnungszahl die der Elektronen [151].

Im praktisch relevanten Energiebereich von 1 keV bis 1000 keV kann von einem Übertrag der Energie an den umliegenden Festkörper auf Grund von Stößen der Atomkerne ausgegangen werden. Ist dieser von hinreichender Größe, so kommt es zu einem Herauslösen von Atomen aus dem Festkörper. Die zur Bildung eines Frenkel-Paares¹ notwendigerweise übertragene Energie muss dabei mindestens der, für das Herauslösen notwendigen, Energie E_V entsprechen. Anderenfalls findet lediglich eine vibronische Anregung der umliegenden Atome statt.

Erfolgt die Emission eines Teilchens ausschließlich auf Grund eines direkten Übertrags des Primärteilchens auf Festkörperatome, so wird dies als Primary Knock-On bezeichnet. Sofern die verbliebene Energie des verdrängten Atoms dabei groß genug ist, kann auch dieses den Stoßprozess fortsetzen und weitere Frenkel-Defekte höherer Ordnung generieren. Die resultierende Überlagerung einzelner Stoßprozesse in einem räumlich begrenzten Gebiet wird üblicherweise als *Stoßkaskade* bezeichnet. Schneidet eine solche Stoßkaskade die freie Oberfläche, so kommt es zu einer Zerstäubung (engl. Sputtern) des Festkörpers. Zur physikalischen Beschreibung der Stoßkaskade und der resultierenden Defektbildung wird häufig die mittlere Anzahl der durch ein Primary Knock-On der Energie E in Bewegung versetzten Atome $\nu(E_n, E_0)$ genutzt, welche für $\gamma E_n \gg E_0$ (γ -Energietransferfaktor) durch

$$\nu(E_n, E_0) \approx \Gamma \frac{E_n}{E_0} \quad (3.41)$$

¹Leerstelle bzw. Zwischengitteratom, welches durch Diffusion eines Ions oder Atoms vom regulären Gitterplatz zu einer unbesetzten Position im Kristallgitter entsteht

genähert werden kann (E_0 -Initialenergie des Primärions oder des Rückstoßes, E_n -Anteil der Initialenergie, welcher durch elastische Stöße übertragen wurde, Γ -Parameter der atomaren Wechselwirkung). Die mittlere Zahl der rückstoßenden Atome $F(E_n, E_0)dE_0$ im Energieintervall $[E_0, dE_0]$ ergibt sich nach [148] aus der Rückstoßdichte

$$F(E_n, E_0) \approx \Gamma \frac{E_n}{E_0^2} . \quad (3.42)$$

Darüber hinaus ist es nach [152] und [153] unter Berücksichtigung der Elektronenwechselwirkung möglich, die mittlere Zahl an Frenkel-Paaren und die damit einhergehende Schädigung des Festkörpers abzuschätzen. Hierfür gilt

$$\nu(\hat{T}, E_V) \cong \begin{cases} 0 & \text{für } \hat{T} < E_V \\ 1 & \text{für } E_V \leq \hat{T} < 2 E_V \\ 0,8 T/2 E_V & \text{für } \hat{T} \geq 2 E_V \end{cases} \quad (3.43)$$

(\hat{T} -übertragene Rückstoßenergie). Zur Quantifizierung der pro Primärteilchen im Mittel aus der Festkörperoberfläche herausgelösten Atome dient die *Zerstäubungsausbeute* Y (engl. Sputteryield). Diese hängt wesentlich vom Energieübertrag innerhalb der Stoßkaskade ab, welcher grundsätzlich in drei verschiedene Regime unterteilt werden kann: i) Near-Threshold, ii) lineare Stoßkaskade und iii) nichtlineare Stoßkaskade (engl. Spike). Hierbei ist das Near-Threshold-Regime infolge geringer Energien des Primärteilchens durch wenige, isolierte Rückstöße gekennzeichnet, wie es insbesondere beim niederenergetischen Sputtern unter Verwendung leichter Ionen (z.B. H^+ , D^+ und He^+ mit $E < 10$ keV) der Fall ist [148]. Demgegenüber steht die Stoßkaskade, welche im Fall begrenzter in Bewegung befindlicher Atome als linear bezeichnet wird und mittels geeigneter Transportgleichungen analytisch beschrieben werden kann [153]. Für große, nichtlineare Stoßkaskaden, welche bei Beschuss mit *Cluster-Ionen* vorliegen, bedarf es hingegen alternativer Konzepte für deren Beschreibung [148]. Infolge des großen Gültigkeitsbereiches des Modells der linearen Stoßkaskade, soll dieses im Weiteren kurz vorgestellt werden.

Unter der Annahme einer isotropen Verteilung der Flussdichte der Rückstöße, sowie einer von der Oberfläche des Festkörpers unbeeinflussten Stoßkaskade, kann die resultierende Ausbeute an zerstäubten Atomen mittels

$$Y(E, \theta) = \Lambda F_V(E, \theta, 0) \quad (3.44)$$

genähert werden (θ -Einfallswinkel der Ionen; $F_V(E, \theta, 0)$ -in die Oberfläche eingebrachte Energie, Λ -Materialkonstante). Die Dichte der eingebrachten Energie $\int F_V(E, \theta, x) dx$ skaliert hierbei mit der, in der Stoßkaskade verfügbaren Energie E_n (siehe Gl. 3.41). Somit stellt F_V eine orts aufgelöste Variante der Rückstoßdichte $F(E, E_i)$ dar (siehe Gl. 3.42), wobei

E_i die Energie der rückstoßenden Atome bezeichnet. Für die Berechnung von Λ bedarf es zusätzlicher Informationen hinsichtlich der Potentialbarriere an der Oberfläche, sowie des Bremsquerschnitts. Unter Verwendung einer planaren Potentialbarriere U ergibt sich nach [153] hierfür

$$\Lambda = \frac{\Gamma_m}{8(1-2m)} \frac{1}{N C_m U^{1-2m}} \quad (3.45)$$

(N -atomare Dichte der Probe, C_m -Konstante). Die durch ein einfallendes Ion eingebrachte Energie kann dann durch

$$F_V(E, \theta, 0) = \alpha N S_K(E) \quad (3.46)$$

ausgedrückt werden ($S_K(E)$ -Bremsquerschnitt der Kernwechselwirkung)[153]. Hierbei bezeichnet α eine dimensionslose Konstante, welche vom Einfallswinkel, sowie dem Massenverhältnis M_2/M_1 abhängt und durch Anpassung an experimentelle Daten berechnet werden kann. Kombiniert man Gl. 3.44, Gl. 3.45 und Gl. 3.46, so gelangt man auf Basis von $m = 0$ und $C_0(\lambda_0)$ für den senkrechten Einfall des Primärions zum *totalen Sputteryield*

$$Y(E, \theta) = 0,042 \frac{\alpha S_K(E)}{U} \quad , \quad (3.47)$$

dessen gute Übereinstimmung mit experimentellen Werten durch genauere Berechnung von λ_m und C_m noch gesteigert werden kann [154] [155]. Betrachtet man das Auftreffen des Primärions unter einem bestimmten Winkel, so gelangt man für moderate Winkel zu

$$\frac{Y(E, \theta)}{Y(E, 0)} = (\cos \theta)^{-b} \quad (3.48)$$

(b -Funktion von M_2/M_1). Für $M_2/M_1 > 5$ ergibt sich hierbei $b \approx 1$ bzw. $b \approx 5/3$ für $M_2/M_1 < 3$, wobei die maximale Sputter-Ausbeute für Winkel zwischen 60° und 80° gefunden werden kann [154].

3.3.2 Oberflächenstrukturierung

Die Bestrahlung von Festkörpern mit fokussierten Ionenstrahlen hat nicht notwendigerweise homogene und glatte Oberflächen zur Folge. Vielmehr ergeben sich in Abhängigkeit von Primärenergie, Einfallswinkel, Temperatur und Zusammensetzung des beschossenen Festkörpers topographische Veränderungen der Oberfläche, welche einerseits durch zufällige Rauheiten, andererseits durch ausgeprägte, periodische Strukturen gekennzeichnet sein können. Entstehen wellen- oder stäbchenartige Strukturen (engl. Ripples bzw. Dots), so können deren Periodizität und Orientierung mithilfe von Kontinuumstheorien beschrieben werden. Eine der ersten und gleichsam bedeutendsten wurde hierbei von Bradley und Harper formuliert [156][157]. Sie kombiniert die Krümmungsabhängigkeit der Zerstäubungsausbeute mit der

Oberflächenglättung durch thermisch aktivierte Oberflächendiffusion und ermöglicht damit die Beschreibung des zeitlich veränderlichen Oberflächenprofils $h(x, y, t)$ gemäß

$$\frac{\partial h}{\partial t} \cong -v_0(\theta) + v'_0(\theta) \frac{\partial h}{\partial x} + S_x \frac{\partial^2 h}{\partial x^2} + S_y \frac{\partial^2 h}{\partial y^2} - B \nabla^2 \nabla^2 h \quad (3.49)$$

($v_0(\theta)$ -winkelabhängige Erosionsgeschwindigkeit der flachen Oberfläche). Der Koeffizient der thermisch induzierten Oberflächendiffusion ergibt sich hierbei zu

$$B = \frac{D_{\text{OF}} \hat{\gamma} \Omega^2 N}{k_{\text{B}} T} \exp[-\Delta E/k_{\text{B}} T] \quad (3.50)$$

(D_{OF} -Oberflächendifusionskonstante, $\hat{\gamma}$ -freie Oberflächenenergie pro Flächeneinheit, Ω -atomares Volumen, ΔE -Aktivierungsenergie der Oberflächendiffusion, k_{B} -Boltzmannkonstante, T -Temperatur), wohingegen für die material- und winkelabhängigen Koeffizienten $S_{x,y}$

$$S_{x,y} = \frac{J a}{N} Y_0(\theta) \Gamma_{x,y}(\theta) \quad (3.51)$$

(J -Flux; a -Reichweite des Energieeintrags; $Y_0(\theta)$ -Zerstäubungsausbeute der flachen Oberfläche; $\Gamma_{x,y}$ -räumliche Variation der Zerstäubungsausbeute nach [156]) gilt. Gemäß [158] entsprechen die ersten beiden Terme der rechten Seite in Gl. 3.49 einer lateralen Verschiebung der Strukturen auf der Oberfläche. Da sie keinen Einfluss auf die Charakteristik der Struktur selbst haben, werden sie häufig vernachlässigt. Der Koeffizient S_y ist für alle Winkel negativ, wohingegen S_x nur für bestimmte Inklinationen negative Werte annimmt [159]. Grund hierfür sind von der Topographie abhängige Energieüberträge [156]. Aufgrund der Linearität von Gl. 3.49 können die gekoppelten Anteile aus Materialabtrag und Rekombination mittels Fouriertransformation umgeschrieben werden [159]. Definiert man h_q als die Fouriertransformierte des Höhenprofils und \mathbf{q} als den entsprechenden Wellenvektor, so folgt

$$\frac{dh_q}{dt} = - (S_x q_x^2 + S_y q_y^2) h_q - B (q_x^2 + q_y^2)^2 h_q \quad (3.52)$$

Die Lösung von Gl. 3.52 ist von der Form

$$h(q_x, q_y, t) = h_q(0) \exp[R_q t] \quad (3.53)$$

($h_q(0)$ -Startamplitude), wobei

$$R_q = - (S_x q_x^2 + S_y q_y^2) - B (q_x^2 + q_y^2)^2 \quad (3.54)$$

einen Wachstumsfaktor darstellt. Ist dieser positiv, so nimmt die Rauheit zu, wohingegen die Oberfläche für negative Werte geglättet wird. Der Faktor R_q hat ein Maximum bei

$\tilde{q} = (S_{\text{Max}}/2B)^{1/2}$, wobei S_{Max} den jeweilig größeren Wert von $-S_x$ bzw. $-S_y$ bezeichnet. Da die Amplitude für diesen Wert schneller als für alle anderen ansteigt, ergibt sich für die Oberfläche eine Periodizität der Wellenlänge \tilde{q} . Die Ausrichtung des Wellenvektors hängt dabei vom Verhältnis der Koeffizienten $S_{x,y}$ ab. Ist $-S_x > -S_y$, so folgt eine Ausrichtung entlang der x-Achse, während für eine Ausprägung entlang der y-Achse $-S_y > -S_x$ gilt [159]. Aus der Abhängigkeit beider Koeffizienten vom Einfallswinkel ergibt sich unmittelbar die Bestätigung eines wesentlichen experimentellen Befunds: die Rotation des Wellenvektors für unterschiedliche Einfallswinkel. Für die charakteristische Wellenlänge folgt nach [159]

$$\lambda = \frac{2\pi}{\tilde{q}} = 2\pi \left(\frac{2B}{S_{\text{Max}}} \right)^{1/2} . \quad (3.55)$$

Die thermisch induzierte Oberflächendiffusion kann nur für hohe Temperaturen als dominierender Mechanismus angesehen werden. Um dieser Unzulänglichkeit Rechnung zu tragen, wird in [158] eine Substitution des in Gl. 3.49 vorhandenen Diffusionsterms durch Wechselwirkungsterme vierter Ordnung vorgeschlagen, welche einer Glättung der Oberfläche ohne realem Materialtransport entsprechen. Die zuvor angestellten Überlegungen lassen sich dabei in analoger Weise übertragen. Alternativ kann die Relaxation der Oberfläche mithilfe viskosen Fließens berücksichtigt werden [160] [161][162].

Ungeachtet des großen Vorhersagepotentials der *Bradley-Harper-Theorie* können einige experimentelle Befunde, wie beispielsweise die Ausprägung von Wellenkämmen entlang von Richtungen, welche nicht durch den Ionenstrahl oder dessen Senkrechte vorgegeben sind, nicht modelliert werden. Ebenso wenig kann ein unendlicher, exponentieller Zuwachs der Amplitude experimentell bestätigt werden. Diesem Umstand kann jedoch durch Anwendung nichtlinearer Kontinuumsmodelle, wie beispielsweise der Kuramoto-Sivashinsky-Gleichung [163] [164] [165] oder Kardar-Parisi-Zhang-Gleichung [166][167], Rechnung getragen werden.

4 Geräte und Methoden

4.1 EBSD

4.1.1 Instrumentierung

Für die Aufnahme von Beugungsbildern rückgestreuter Elektronen zur Analyse von Gitterverzerrungen kam im Rahmen der vorliegenden Arbeit ein Channel 5 System der Firma OXFORD INSTRUMENTS zum Einsatz. Das genutzte Kamerasystem Nordlys S, montiert in einer ZEISS Crossbeam[®] 1540 EsB, ermöglichte dabei die Aufnahme von Beugungsbildern mit einer Auflösung von bis zu 1344 Pixel \times 1024 Pixel bei einer Informationstiefe von 12 bit. Die maximal erreichbare Akquisitionsrate bei reduzierter Bildauflösung beträgt 106 Hz. Die wichtigsten Bestandteile des Detektorsystems sind in Abb. 4.1 veranschaulicht. Der Detektorschirm besteht aus einer, mit Aluminium beschichteten und auf einem Glas-

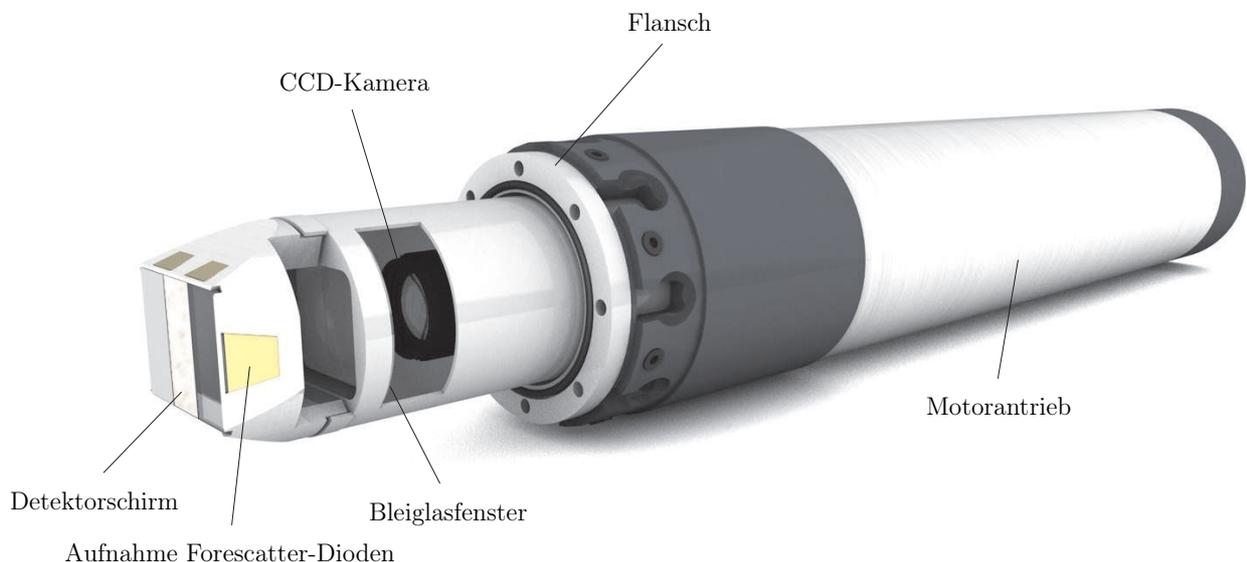


Abb. 4.1: Schematische Darstellung des verwendeten EBSD-Detektors. Infolge geometrischer Restriktionen erfolgte dessen Montage an der Probenkammer der ZEISS Crossbeam[®] mit Hilfe eines zusätzlichen, winkelverstellbaren Flanschs.

träger befindlichen Phosphorschicht, deren Emissionscharakteristik speziell auf die spektrale Empfindlichkeit des zur Bildaufzeichnung verwendeten CCD-Chips abgestimmt wurde. Um die im Hochvakuum befindlichen Komponenten von der Peripherie zu trennen, befinden sich

sowohl der CCD-Chip, als auch die zur Abbildung notwendige Optik hinter einer Bleiglas-scheibe außerhalb der evakuierten Detektorfront. Für die exakte Positionierung des Detektors entlang der optischen Achse verfügt das Kamerasystem über einen Motorantrieb (Positioniergenauigkeit ca. 100 μm), mit dessen Hilfe der vom Detektorschirm erfasste Raumwinkel, und damit die erreichbare Winkelauflösung, definiert variiert werden kann. Durch geometrische Beschränkungen bei der genutzten Zweistrahlanlage, infolge derer die Proben nicht weiter als 63° gekippt werden können, wurden die Proben unter Verwendung vorgekippter Halter analysiert. Der Winkel zwischen Probenoberfläche und einfallendem Elektronenstrahl betrug hierbei 20° .

4.1.2 Kalibrierung

Sowohl die Bestimmung von Kristallorientierungen, als auch die Analyse von Gitterverzerrungen erfordern exakte Kenntnisse hinsichtlich der geometrischen Beziehungen zwischen der Quelle der gebeugten Elektronen und der Position des Detektorschirms. Diese können zumeist nur mit Hilfe von Kalibrierungen unter Verwendung von Proben mit bekannter Kristallstruktur bestimmt werden [168][169][170][171][172][173]. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden Kalibrierungen mittels speziell angefertigter Probenhalter und Kalibrierproben durchgeführt (siehe Abb. 4.2). Die angewandte Kalibrieroutine umfasste dabei folgende Schritte: i) Aufkleben der Kalibrierprobe entlang der Zentrieranschlüge des Probenträgers, ii) Ausrichten des Probenträgers senkrecht zur Kammerwand des Elektronenmikroskops mit Hilfe eines selbst zentrierenden Winkels, iii) exakte Positionierung der strukturierten Kalibrierprobe anhand der elektronenmikroskopischen Abbildung, iv) Aufnahme eines Beugungsbildes im Zentrum des Scanbereichs, v) Indizierung der Kristallstruktur unter Verwendung manuell detektierter Kikuchibänder und vi) Berechnung der Projektionsparameter mit Hilfe der EBSD-Software. Diese Routine wurde für unterschiedliche Arbeitsabstände und Detektorpositionen gesondert durchgeführt. Die für die Kenntnis der Experimentgeometrie hinreichenden Parameter waren dabei das *Zentrum des Beugungsbildes* (engl. Pattern Center) mit den Koordinaten (PC_x, PC_y) , sowie der *Detektorabstand* (engl. Detector Distance) DD, jeweils ausgedrückt in Einheiten der entsprechenden Bildgröße¹ (engl. Pattern Units).

4.2 Hochaufgelöste Strukturaufklärung

Für die mikrostrukturelle Bewertung von Gitterdefekten wurde neben Rasterelektronenmikroskopie vor allem hochaufgelöste Transmissionselektronenmikroskopie eingesetzt. Die

¹Die Dimensionen des Beugungsbildes werden auf 1 normiert, wodurch die Position des Zentrums des Beugungsbildes nicht in Pixeln, sondern unabhängig vom Binning in Werten zwischen 0 bis 1 angegeben werden kann.

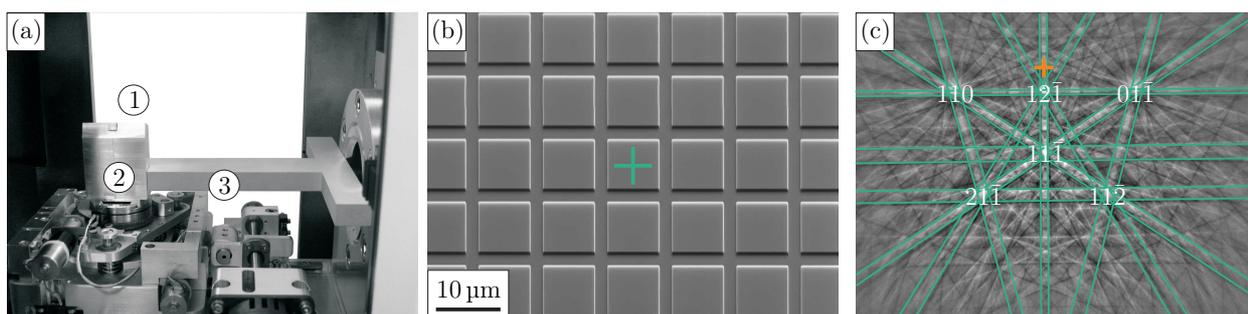


Abb. 4.2: Geometrische Kalibrierung des EBSD-Systems: (a) Einbringung der Kalibrierprobe (1) auf einem speziellen Probenhalter (2), welcher mittels passendem Anschlag (3) senkrecht zur Kammerwand des REM ausgerichtet wurde. Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der strukturierten Si-Kalibrierprobe (b) und indiziertes Beugungsbild mit zugehöriger Position dessen Zentrums (orange) (c).

hierfür notwendigen, elektronentransparenten Lamellen wurden mittels Fokussierender Ionenstrahltechnik in einer FEI QuantaTM3D Dual BeamTM bzw. ZEISS Crossbeam[®] NVision 40 Zweistrahlanlage präpariert. Hierbei wurden sowohl ex-situ lift-out als auch mittels KLEINDIEK Lift-out Shuttle transferierte Proben analysiert. Die hochauflösende Bildgebung erfolgte unter Verwendung eines FEI TecnaiTMF20.

Für die Analyse ionenstrahlinduzierter Gitterdefekte wurden spezielle Balkenstrukturen ($2,5 \text{ mm} \times 100 \text{ } \mu\text{m} \times 525 \text{ } \mu\text{m}$) aus einkristallinem Silizium untersucht, welche mittels Fadensäge aus $5 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$ großen Stücken eines $525 \text{ } \mu\text{m}$ dicken (100)-Silizium-Wafers (p-Typ) herauspräpariert und via Zweikomponentenkleber auf einem Kupferhalbring ($\varnothing 3 \text{ mm}$) fixiert wurden. Diese *Sägestege* wurden anschließend in einem speziellen, miniaturisierten Schraubstock montiert und in die Analysekammer der entsprechenden Ionenstrahlanlage eingebracht, wo sie unter definiertem Winkel mit einer Primärionen-Dosisdichte von $\Phi \propto 10^{18} \text{ cm}^{-2}$ der jeweiligen Ionenspezies bestrahlt wurden (siehe Abb. 4.3). Im nächsten Schritt wurden die Proben samt Probenhalter in eine RF-Magnetron-Sputteranlage transferiert und eine 100 nm dicke Schicht nanokristallinen Platins aufgebracht. Im Anschluss wurden die zu analysierenden Bereiche mittels fokussiertem 30 keV bzw. 5 keV Ga^+ -Ionenstrahl rückgedünnt. Zur Verbesserung der Oberflächenqualität und zusätzlichen Reduzierung der Lamellendicken wurden diese abschließend in einer FISCHIONE 1040 NanoMill[®] unter einem Winkel von $\pm 10^\circ$ relativ zur Probenoberfläche mittels 900 eV Ar^+ -Ionenstrahl poliert.

Die vergleichende Bewertung des Verzerrungszustandes ausgewählter Proben erfolgte unter Verwendung von Ramanspektrometern vom Typ HORIBA Scientific LabRAM HR bzw. SPECTROSCOPY AND IMAGING TriVista 557. Darüber hinaus kam ein Röntgendiffraktometer D8 Discover der Firma BRUKER AXS zum Einsatz.

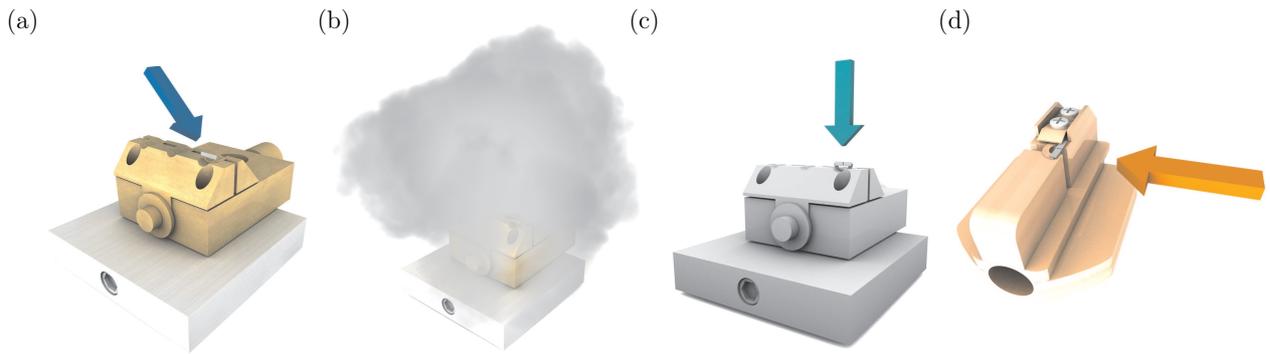


Abb. 4.3: Probenherstellung für die Analyse von Amorphisierungsdicken mittels HREM: (a) Bestrahlung spezieller Si-Sägestegproben mit der jeweiligen Ionenspezies, (b) Beschichtung mit einer 100 nm dicken Schicht nanokristallinen Platins, (c) Präparation einer elektronentransparenten Probenstelle mittels fokussiertem 30 keV bzw. 5 keV Ga^+ -Ionenstrahl und (d) Verbesserung der Oberflächenqualität durch Politur via 900 eV Ar^+ -Ionenstrahl.

4.3 Oberflächenanalytik

Neben der Defektbildung im Probenvolumen, wurde auch die oberflächennahe Elementverteilung mit Hilfe hochauflöser *Röntgen-Photoelektronenspektroskopie* (engl. X-Ray Photoelectron Spectroscopy kurz XPS) untersucht. Hierfür kam ein KRATOS AXIS Ultra DLD zum Einsatz.

Die gezielte Planarpräparation in verspannten Halbleiter-Dünnschichtsystemen erfolgte unter Verwendung eines *Flugzeitmassenspektrometers* TOF.SIMS 5-100 der Firma ION-TOF. Die zum Materialabtrag genutzte *Doppel-Quellen-Ionensäule* gestattet den Einsatz unterschiedlicher Ionenspezies (Ar^+ , Cs^+ und O_2^+), deren Energien zwischen 500 eV und 2 keV variiert wurden. Die zur simultanen Elementanalyse genutzte Bi-Cluster-Primärionenquelle wurde bei einer Beschleunigungsspannung von 25 keV betrieben.

Die hochauflöste morphologische Bewertung der beim Kathodenstrahlzerstäuben entstandenen Oberflächen erfolgte mit Hilfe eines JPK NanoWizard[®]2 Rasterkraftmikroskops sowie einem Profilometer vom Typ AMBIOS TECHNOLOGY XP-2. Die mittels Profilometrie gemessenen Daten wurden zudem unter Verwendung der Weißlichtinterferometereinheit eines POLYTEC MSA-400-TPM-2-20-D Micro System Analyzers verifiziert. Die jeweiligen Probenrauheiten wurden in Übereinstimmung mit [174][175][176] durch Angabe der *quadratischen Rauheit*

$$R_q^2 = \lim_{L \rightarrow \infty} \frac{1}{L} \int_{-L/2}^{+L/2} [h_k(x)]^2 dx \quad (4.1)$$

($h_k(x)$ -korrigiertes Oberflächenprofil, L -Länge des Linienprofils) quantifiziert. Da auf diese Weise jedoch keine Aussagen zu Homogenität, Periodizität oder Strukturbildung getroffen werden können, bedurfte es zusätzlicher Parameter, mit deren Hilfe die laterale Verteilung der Oberflächentopologie analysiert werden kann. Eine Möglichkeit besteht dabei

im Gebrauch der *zwei-dimensionalen Leistungsspektrumdichtefunktion* (engl. Two Dimensional Power Spectral Density Function kurz 2D-PSD) [177][178], welche nachfolgend als *PSD* bezeichnet werden soll. Diese ergibt sich nach [179] aus der zwei-dimensionalen, diskreten Fouriertransformation (2D-FFT) zu:

$$S(f_x, f_y) = \lim_{A \rightarrow \infty} \frac{1}{A} \left| \int \int_A \exp [2 \pi i (f_x x + f_y y)] h(x, y) dx dy \right|^2 \quad (4.2)$$

(f_x, f_y -Frequenzen entlang der x - bzw. y -Richtung). Im Fall isotroper Rauheit kann diese durch radiale Mittelung aller Frequenzen mit konstantem Abstand $f^2 = f_x^2 + f_y^2$ gemäß

$$S(f) = \frac{1}{N_f} \sum S(f_x, f_y) |_{f^2=f_x^2+f_y^2} \quad (4.3)$$

(N_f -Anzahl der Punkte mit dem konst. Abstand f) vereinfacht werden [180]. Sofern infolge des Ionenbeschusses Strukturbildung entlang ausgezeichneter Richtungen stattfindet, ist die Annahme isotroper Topologie nicht erfüllt. Gleichwohl werden auch in diesem Fall die zugehörigen Frequenzen wesentlich stärker zur PSD beitragen als der Rest, wodurch die Vereinfachung berechtigt bleibt. Als charakteristisches Maß für die Wellenlänge der Strukturen wird entweder die Position λ_{PSD} des ersten Maximums oder die Korrelationslänge ζ genutzt, wobei letztere aus der Halbwertsbreite des ersten Maximums der PSD abgeleitet werden kann [180]. Der Vollständigkeit halber sei an dieser Stelle erwähnt, dass die quadratische Rauheit (Gl. 4.1) auch durch Integration der PSD entlang des gesamten Spektralbereiches berechnet werden kann [179].

5 Verzerrungsanalyse und Zielpräparation in Silizium-Strukturen

Damit die Elektronenrückstreubeugung zur Verzerrungsmessung auch im Rahmen der Halbleiter-Metrologie eingesetzt werden kann, bedarf es sowohl robuster Auswerterroutinen als auch universell anwendbarer Messstrategien. Um diese bereitzustellen, wurden zum einen bestehende Methoden angepasst und zum anderen neue Verfahren entwickelt. Die Ergebnisse dieser methodischen Weiterentwicklung werden nachfolgend vorgestellt.

5.1 Analyse von Beugungsbildern

Die für die Verzerrungsanalyse mittels Elektronenrückstreubeugung entwickelten Verfahren umfassen sowohl Routinen für die Segmentierung, Filterung und Grauwertanalyse, als auch neuartige Konzepte zur Vermeidung von Artefakten. Um diese auch für die automatische Analyse großer Datensätze nutzbar zu machen, wurden alle Prozeduren in einer Auswertesoftware mit graphischer Benutzeroberfläche- **STRATO** (engl. **S**train **A**nalysis **T**ool)-zusammengefasst (siehe Anhang).

5.1.1 Segmentierung

Die, für den Bildvergleich notwendigen, Bildausschnitte der Dimension $2^N \times 2^N$ ($N=6,7,8,9$) können prinzipiell an beliebigen Positionen des Beugungsbildes extrahiert werden. Es ist jedoch darauf zu achten, dass der abgedeckte Bildbereich möglichst viele kontraststarke Bildelemente (Zonenachsen oder Kikuchibänder) enthält. In jedem Fall dürfen die zugehörigen Ortsvektoren, welche durch die Mittelpunkte der Bildausschnitte bestimmt sind, keine Abhängigkeit im Sinne der Vektoralgebra aufweisen. Um dies zu gewährleisten, wurde eine optimierte Segmentierung der Beugungsbilder durch definierte *Rotation* um die Mittelpunkte der einzelnen Bildausschnitte entwickelt (siehe Abb. 5.1). Diese kann sowohl auf rasterförmige, als auch konzentrische Segmentierungen angewandt werden. In Anbetracht der gnomonischen Projektion und dem daraus resultierenden Intensitätsverlauf im Beugungsbild ist die letztgenannte Variante jedoch grundsätzlich zu bevorzugen.

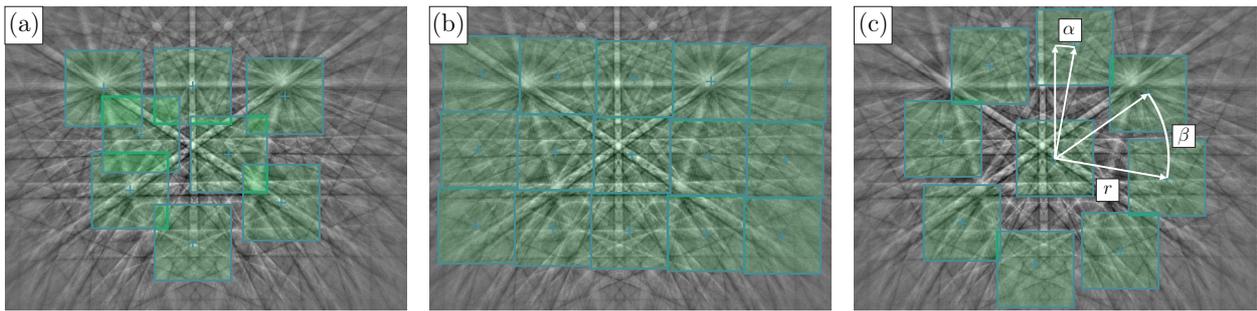


Abb. 5.1: Varianten zur Selektion von Bildausschnitten aus Beugungsbildern für eine Ausschnittgröße von 256×256 Pixel²: (a) händisch im Bereich von Zonenachsen und charakteristischen Kikuchibändern, (b) rasterförmig und (c) radialsymmetrisch und äquidistant. Der Winkel $\beta = 360^\circ/N$ hängt hierbei von der Anzahl der zu analysierenden Bildausschnitte ab, wohingegen α eine zunächst frei wählbare Rotation aller Bildausschnitte gegenüber dem Anfangspunkt darstellt.

Neben der Korrelationsanalyse im reziproken Raum sollte die Messung der Verschiebung von Kikuchibändern auch auf Basis houghtransformierter Beugungsbilder möglich sein. Aus diesem Grund wurden Algorithmen für die *normierte* Houghtransformation [181] sowohl von Grauwertbildern, als auch binarisierten Beugungsbildern erarbeitet und implementiert. Für deren Berechnung wurde die Größe der aufgenommenen Beugungsbilder zunächst von $1344 \text{ Pixel} \times 1024 \text{ Pixel}$ auf $1024 \text{ Pixel} \times 1024 \text{ Pixel}$ reduziert, und das resultierende Bild mittels Gauss-Hochpass gefiltert. Anschließend wurden die einzelnen Bildpunkte per Schwellwertoperation binarisiert und das auf diese Weise gewonnene Bild transformiert. Im Fall der Houghtransformation von Grauwertbildern wurde das entsprechende Akkumulatorarray¹ direkt berechnet, wobei die jeweiligen Bildpunkte gemäß ihres Grauwerts gewichtet wurden. Die Extraktion der für die Verschiebungsanalyse genutzten Bildbereiche erfolgte in beiden Fällen im Bereich lokaler Maxima im Akkumulatorarray (siehe Abb. 5.2).

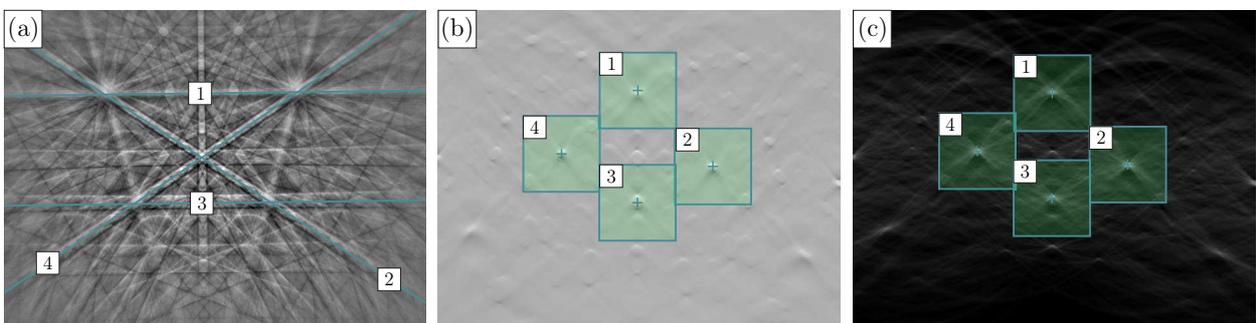


Abb. 5.2: Extraktion von Bildausschnitten direkt aus dem Beugungsbild rückgestreuter Elektronen (a) oder aus dessen Houghtransformierten (b)-(c). Die Selektion der, für die Korrelationsanalyse genutzten, Bildbereiche erfolgt im Bereich lokaler Maxima houghtransformierter Grauwertbilder (b) oder binarisierter Beugungsbilder (c).

¹oftmals auch als Houghraum bezeichnet

5.1.2 Kreuzkorrelation

Für die Berechnung der Pixelverschiebungen wurde ein Algorithmus auf Basis von [182] erarbeitet, welcher eine theoretische Genauigkeit von 0,01 Pixel bei gleichzeitig hoher Effizienz ermöglicht. Grundlage der angewandten Methode ist eine zweidimensionale Fouriertransformation bzw. Kreuzkorrelation mit initialer Abschätzung des Korrelationsmaximums und dessen anschließender sub-Pixel genauen Lokalisierung. Hierfür wird zunächst eine um Faktor zwei hochskalierte FFT berechnet und mittels inverser FFT das initiale Maximum der Korrelation und damit die Verschiebung der beiden zugehörigen Bildausschnitte ermittelt. Anschließend wird in einer $1,5 \text{ Pixel} \times 1,5 \text{ Pixel}$ umfassenden Nachbarschaft (in Einheiten der ursprünglichen Pixelgröße) eine Hochskalierung um einen Faktor κ vorgenommen und neuerlich eine Kreuzkorrelation durchgeführt. Die Skalieren um κ wird dabei durch das Produkt dreier Matrizen der Dimension $(1,5\kappa; N)$, $(N; M)$ und $(N; 1,5\kappa)$ realisiert. Sub-Pixel Genauigkeit wird anschließend durch Berechnung des Maximums im hochskalierten Unterbereich (in Einheiten der hochskalierten Pixelgröße) erreicht und die Gesamtverschiebung mit einer Genauigkeit von $1/\kappa$ eines Pixels als Summe der initialen Verschiebung und der sub-Pixel Verschiebung berechnet.

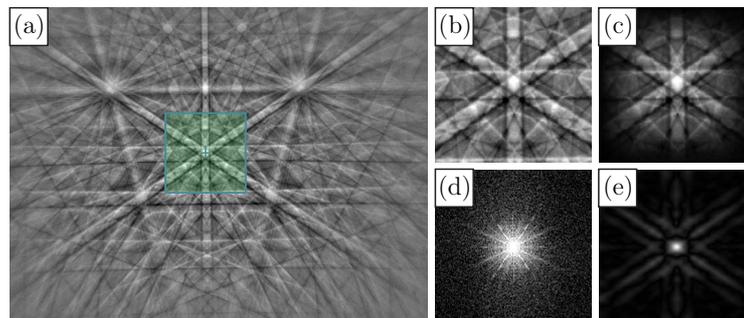


Abb. 5.3: Berechnung der Bildverschiebung mittels Kreuzkorrelation: Die Randbereiche des zu analysierenden Bildausschnitts (a)-(b) werden zunächst mit Hilfe einer Fensterfunktion progressiv auf null gebracht (c), die Fouriertransformierte berechnet (d) und das Maximum der Kreuzkorrelation mit dem Bildausschnitt des Referenzbildes bestimmt (e).

Abbildung 5.3 veranschaulicht exemplarisch die wesentlichen Schritte der Korrelationsanalyse zweier, um die [111]-Zonenachse eines Silizium-Beugungsbilds zentrierter Bildausschnitte. Nachdem die jeweiligen Bildausschnitte selektiert wurden, werden diese zunächst um ihren Gleichanteil korrigiert und anschließend fouriertransformiert. Infolge des diskreten Datensatzes bleibt eine wesentliche Forderung der diskreten Fouriertransformation hierbei zunächst unerfüllt: die Periodizität der Signalfunktion entlang jeder Koordinatenrichtung. Hieraus resultieren für Übergänge an den Bildrändern steile Diskontinuitäten von hoher Bandbreite, deren zugehörige Signalenergie im Fourierspektrum über viele Frequenzen entlang der Koordinatenachsen verteilt ist. Diese breitbandige Energieverteilung kann dazu führen, dass andere signalrelevante Komponenten völlig überdeckt werden. Durch Multi-

plikation der Bildfunktion mit einer geeigneten *Fensterfunktion* kann dieser Effekt jedoch vermindert werden. Aus diesem Grund werden alle Bildausschnitte im Vorfeld der Fouriertransformation mit einer entsprechenden Funktion (z.B. Hanning-Fenster, Gauss-Fenster, \sin^2 -Fenster) gewichtet, wodurch die Signalintensitäten zum Rand hin kontinuierlich auf Null abfallen und eine künstliche Periodisierung des Signals innerhalb der Fensterlänge erreicht wird. Abschließend wird die Lage und Höhe des Korrelationsmaximums zwischen dem aktuellen Beugungsbild und dem Referenzbild berechnet.

Die im Rahmen der zuvor vorgestellten Methodik erreichbare Dehnungssensitivität ist im Wesentlichen durch die minimal detektierbare Verschiebung charakteristischer Bildpunkte gegeben. Der Nachweis der erreichbaren Sensitivität erfolgte mit Hilfe dynamisch simulierter Beugungsbilder einer tetragonal verzerrten Silizium-Struktur. Hierfür wurde die zugrundeliegende Silizium-Elementarzelle definiert variiert und die zugehörige gnomonische Projektion in Übereinstimmung mit den experimentellen Gegebenheiten berechnet. Die in Abhängigkeit von der Verzerrung auftretende Verschiebung wurde anhand eines, um die [111]-Zonenachse zentrierten und $256 \text{ Pixel} \times 256 \text{ Pixel}$ umfassenden Bildausschnitts bestimmt. Die kleinste, im Rahmen des Auflösungsvermögens des verwendeten Kreuzkorrelationsalgorithmus nachweisbare, Verschiebung betrug dabei $0,01 \text{ Pixel}$ für den Fall einer Verzerrung von $\epsilon_{33} = 5 \times 10^{-5}$. Insgesamt ergab sich für das Verhältnis von aufgebrachtter Verzerrung zu gemessener Verschiebungen ein streng linearer Zusammenhang (siehe Abb. 5.4 mit logarithmischer x -Achse zur besseren Sichtbarkeit).

5.1.3 Qualität von Beugungsbildern

Die präzise Detektion kleinster Verschiebungen in Beugungsbildern rückgestreuter Elektronen macht hochaufgelöste, kontrastreiche Pattern zwingend erforderlich. Während bei der Texturanalyse auch vergleichsweise schwache Beugungsbilder eine zuverlässige Orientierungsbestimmung ermöglichen, so bedarf die Verzerrungsanalyse bestmöglicher Pattern mit einer größtmöglichen Anzahl an Pixeln. Hieraus ergibt sich unmittelbar die Folgerung nach geeigneten Parametern, mit deren Hilfe die Verschlechterung der Bildqualität durch Defekte, Kontaminationen oder strukturelle Unterschiede angemessen quantifiziert werden kann. Die nachfolgend aufgeführten Qualitätskenngrößen wurden im Rahmen der vorliegenden Arbeit zur Quantifizierung der Bildqualität erarbeitet:

Intensität im Houghraum Die Quantifizierung der Bildqualität mittels Houghtransformation ist fester Bestandteil nahezu jeder kommerziellen EBSD-Software. Sie stellt im Kern eine Summation über alle Einträge des Akkumulatorarrays dar, wobei die gemessene Intensität aller Einträge als proportional zur Intensität der ursprünglichen Kikuchibänder ange-

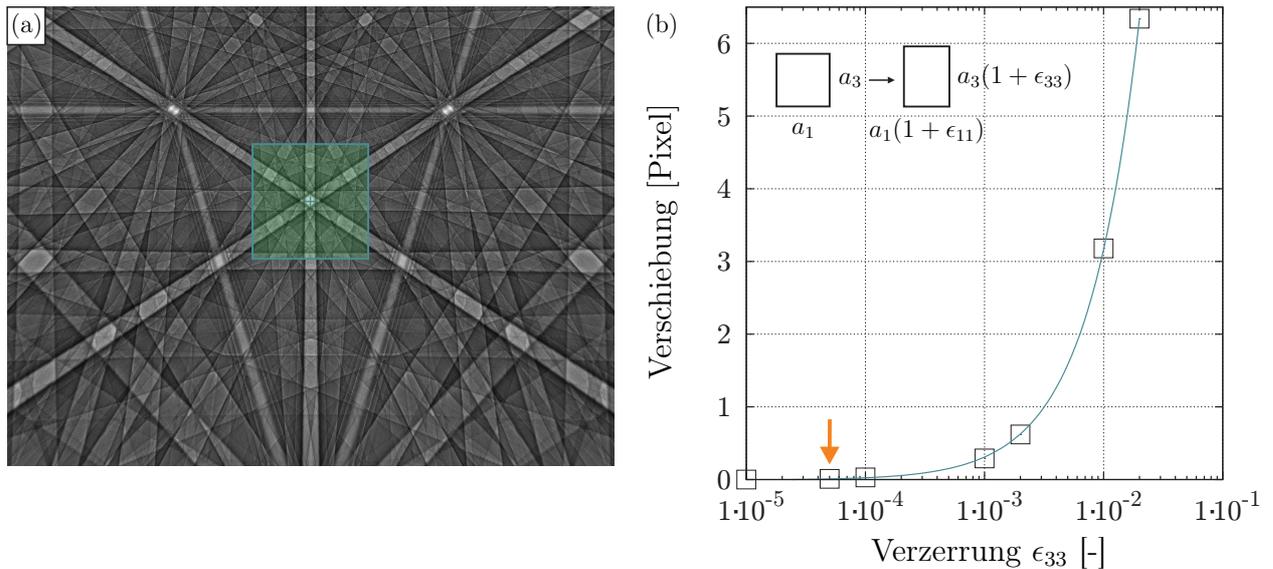


Abb. 5.4: Nachweis der minimal detektierbaren Verschiebung einer $[111]$ -Zonenachse für den Fall dynamisch simulierter Silizium-Beugungsbilder (a). Die zugrundeliegende Elementarzelle wurde hierbei definiert tetragonal verzerrt und die resultierende Verschiebung gemessen. Die kleinste detektierbare Verschiebung von 0,01 Pixel (orangener Pfeil in (b)) wurde für eine Verzerrung von $\epsilon_{33} = 5 \times 10^{-5}$ bestimmt. Darüber hinaus ergibt sich ein linearer Zusammenhang zwischen aufgebrachtter Verzerrung und gemessener Verschiebung (logarithmische x -Achse zur besseren Sichtbarkeit über alle Größenordnungen).

nommen wird. Der zugehörige Parameter wurde für die beiden zuvor genannten Varianten der Houghtransformation gemäß

$$Q_{\text{Hough}} = \frac{1}{n} \sum_{i=0}^n A_i \quad (5.1)$$

(A_i - Wert an der i -ten Position, n -Anzahl der Punkte) bestimmt.

Uniformität des Leistungsspektrums Nimmt der Rauschanteil in einem Beugungsbild zu, so ergibt sich für das zugehörige Leistungsspektrum $S(u, v)$ eine höhere Uniformität [169]. Im Grenzfall entspricht sie dem Spektrum eines *weißen Rauschens*. Eine praktikable Quantifizierung der Uniformität kann mit Hilfe der *Trägheit*

$$I = \sum_{u=-n/2}^{n/2-1} \sum_{v=-n/2}^{n/2-1} S(u, v) (u^2 + v^2) \quad (5.2)$$

erfolgen. Üblicherweise wird diese auf die Gesamtenergie des Spektrums gemäß

$$I' = I \left[\sum_{u=-n/2}^{n/2-1} \sum_{v=-n/2}^{n/2-1} S(u, v) \right]^{-1} \quad (5.3)$$

normiert und mit einem gleichförmigen Spektrum ins Verhältnis gesetzt. Es gilt

$$I'_{\text{Max}} = \frac{1}{n^2} \sum_{u=-n/2}^{n/2-1} \sum_{v=-n/2}^{n/2-1} (u^2 + v^2) \quad . \quad (5.4)$$

Der daraus ableitbare Qualitätsparameter ergibt sich zu

$$Q_{\text{LS}} = 1 - \frac{I'}{I'_{\text{Max}}} \quad . \quad (5.5)$$

Momente der Grauwertverteilung Neben der Änderung der Uniformität des Leistungsspektrums resultiert aus einem erhöhten Rauschanteil auch eine Verbreiterung oder Symmetrieveränderung des zugehörigen Histogramms. Die Änderung der Grauwertverteilung kann dabei mit Hilfe der k-ten Momente der Zufallsvariablen [183]- *Erwartungswert*, *Varianz*, *Schiefe* und *Exzess*- beschrieben werden. Das erste zentrale Moment (Erwartungswert) ergibt sich dabei zu

$$Q_{\text{E}} = i_{\text{E}} = \frac{1}{\sum_{i=0}^{255} h_i} \sum_{i=0}^{255} i h_i \quad (5.6)$$

(i -Grauwert, h_i - Häufigkeit des Grauwerts). Für das zweite zentrale Moment (Varianz) gilt:

$$Q_{\text{V}} = \sigma^2 = \frac{1}{\sum_{i=0}^{255} h_i} \sum_{i=0}^{255} (i - i_{\text{E}})^2 h_i \quad . \quad (5.7)$$

Analog lassen sich das dritte und vierte Moment (Schiefe bzw. Exzess) gemäß

$$Q_{\text{S}} = \frac{1}{\sigma^3} \sum_{i=0}^{255} (i - i_{\text{E}})^3 h_i \quad (5.8)$$

bzw.

$$Q_{\text{Ex}} = \frac{1}{\sigma^4} \sum_{i=0}^{255} (i - i_{\text{E}})^4 h_i \quad (5.9)$$

definieren.

Normierter Kreuzkorrelations-Koeffizient Während die Lage des Korrelations-Maximums ein Maß für die Verschiebung zweier Bilder darstellt, so kann dessen Betrag als ein Indikator für deren Übereinstimmung angesehen werden. In [184] wurde deshalb der Gebrauch der normierten Höhe des Kreuzkorrelations-Koeffizienten vorgeschlagen. Hierbei wird die Höhe eines jeden Maximums auf die Höhe der Autokorrelation des Referenzbildes normiert. Ein entsprechender Parameter Q_{X} wurde in die Auswerterroutinen implementiert.

5.1.4 Filterung

Wie eingangs erwähnt, hat die Qualität der aufgenommenen Beugungsbilder entscheidenden Einfluss auf die Anwendbarkeit der Methodik. Neben der Optimierung von Probenpräparation und Analysebedingungen kann der Forderung nach kontrastreichen Beugungsbildern in gewissen Grenzen auch durch nachträgliche Filterung entsprochen werden. Infolge ihrer Faltungseigenschaft ermöglicht die Fouriertransformation die effiziente Anwendung von Filteroperationen mit großer räumlicher Ausdehnung. Hierfür sind zunächst das Bild g und eine Filterfunktion h mithilfe der *diskreten Fouriertransformation* (kurz DFT) unabhängig in den Spektralraum zu transformieren und die resultierenden Spektren G und H punktweise zu multiplizieren. Das Ergebnis G' wird anschließend mit der inversen DFT in den Ortsraum zurücktransformiert und ergibt damit das gefilterte Bild g' .

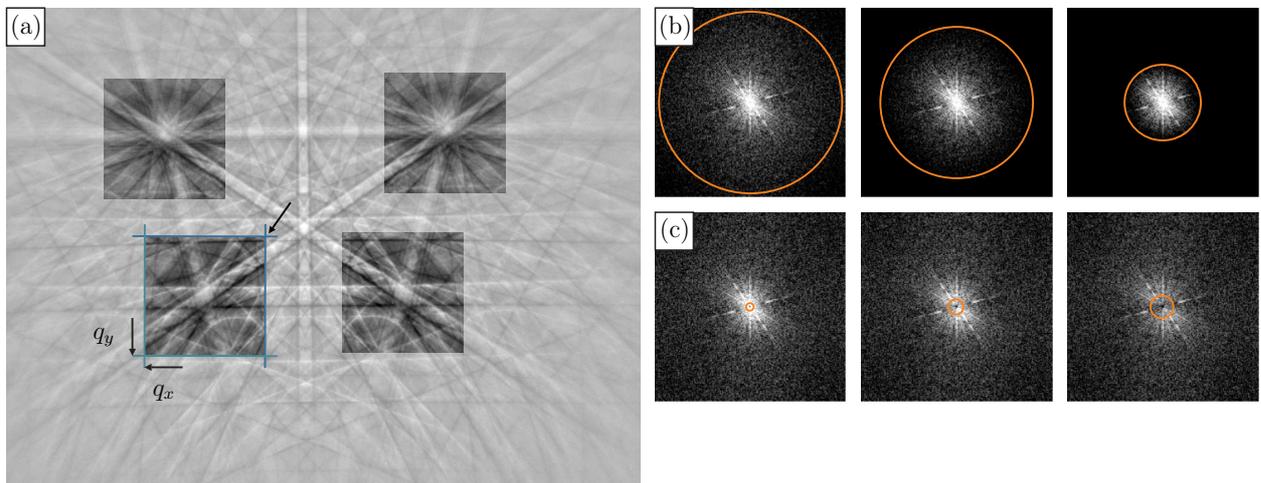


Abb. 5.5: Prozedur zur Optimierung der Kreuzkorrelation durch automatische Anpassung von Filtern: Der jeweilige Bildausschnitt wird mittels Fouriertransformation im sub-Pixel Bereich verschoben, wobei auslaufende Bildinformationen (grüne Kanten) durch Bildinformationen des gegenüberliegenden Bereichs ersetzt werden (blaue Kanten) (a). Die gewählten Filter (Gauss-Tiefpass (b), Gauss-Hochpass (c)) werden anschließend variiert, bis die Differenz zwischen aufgebrachtener und gemessener Verschiebung minimal ist.

Die Wirkung digitaler Bildfilter auf das Ergebnis der Kreuzkorrelation ist signifikant. Aus diesem Grund wurden im Rahmen der Arbeit ein Verfahren erarbeitet, anhand dessen die Filtereinstellungen optimiert und die Ergebnisse der Verzerrungsanalyse reproduzierbar gestaltet werden können. Hierbei werden zunächst die, für die Korrelation extrahierten, Bildausschnitte des Referenzbildes durch Multiplikation seiner Fouriertransformierten mit einem Phasenfaktor definiert in beiden Raumrichtungen verschoben. Die Berechtigung hierfür liefert die Verschiebungseigenschaft der Fouriertransformation [185]. Die Verschiebung im Spektralbereich ist dabei einer Verschiebung im Ortsraum äquivalent, wobei die aus dem endlichen Bildbereich entfallenden Bildpunkte an den jeweils gegenüberliegenden Bildbereichen durch Bildinformationen des Originalbilds aufgefüllt werden (Abb. 5.5). Die Verschiebung

des auf diese Weise erhaltenen Bildes wird anschließend mittels Kreuzkorrelation berechnet. Sofern Abweichungen zwischen aufgebrachtener und gemessener Verschiebung existieren, können diese durch schrittweise Filterung der Bilder verringert und der resultierende Differenzvektor $\|\mathbf{q}_{\text{theo}} - \mathbf{q}_{\text{mess}}\|$ minimiert werden. Diese Vorgehensweise, durchgeführt auf dem Referenzbild, ermöglicht die sub-Pixel genaue Optimierung beliebig vieler Filter (*Hochpass*, *Tiefpass* und *Bandpass*) für *jeden* segmentierten Bildausschnitt.

5.1.5 Artefakte und Störgrößen

Verschmutzung des Detektorschirms Auf Grund der typischerweise geringen Pixelverschiebungen kommt der Berücksichtigung oder Vermeidung von Störgrößen eine besondere Bedeutung zu. Insbesondere die Verschmutzung des Detektorschirms hat großen Einfluss auf die Kreuzkorrelation und damit das Ergebnis der Verzerrungsanalyse. Sofern der Schirm nicht gereinigt werden kann, müssen die darauf befindlichen Kontaminationen demnach in geeigneter Weise berücksichtigt werden. Anderenfalls verbleiben in den zu vergleichenden Bildausschnitten ortsfeste Muster, welche auch durch eine Untergrundkorrektur nicht kompensiert werden können. Aus diesem Grund wurde eine Methode erarbeitet, welche die Selektion

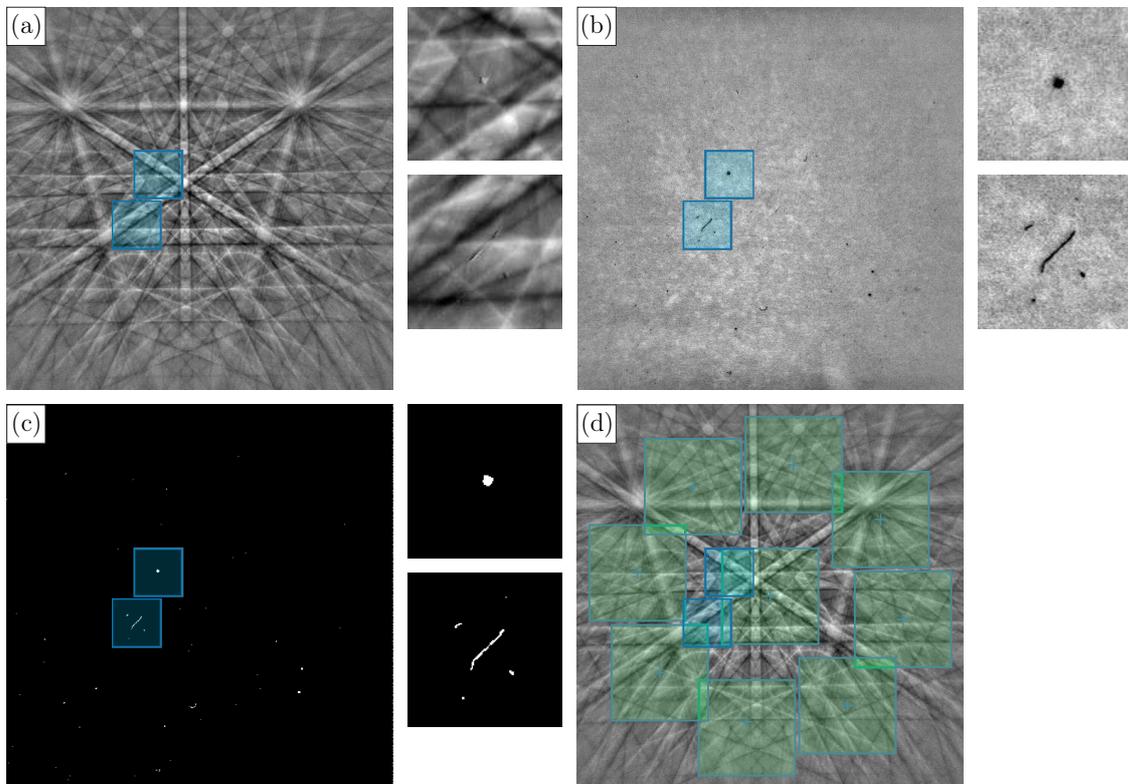


Abb. 5.6: Prozedur zur Detektion ortsfester Bildartefakte (a) am Beispiel zweier Schmutzpartikel: (b) Gauss-Tiefpass des Kamerauntergrunds und (c) Schwellwertoperation und Binarisierung. Die kontaminierten Bereiche liegen dann in maschinenlesbarer Form vor, wodurch die Selektion entsprechender Bildbereiche unterdrückt werden kann (d).

tion von Bildausschnitten im Bereich von Kontaminationen verhindert. Hierfür wird zunächst ein Kamerauntergrund aufgenommen und mittels Gauss-Tiefpass gefiltert. Da Kontaminationen eine Abschattung auf der Kamera bedeuten, erscheinen die entsprechenden Bereiche schwarz, wohingegen das übrige Bild eine Normalverteilung der Grauwerte aufweist. Durch eine Schwellwertoperation können anschließend kontaminierte Bereiche selektiert und das Bild binarisiert werden (siehe Abb. 5.6). Das auf diese Weise gewonnene Verschmutzungsbild stellt somit eine maschinenlesbare Matrix dar, deren Elemente die Kontamination eines jeden Pixels beschreiben und als Kriterium für die Positionierung der Bildsegmente genutzt werden können. In der Praxis bedeutet dies, dass keine Bildausschnitte selektiert werden können, innerhalb derer ortsfeste Bildartefakte vorhanden sind.

Strahlversatz Grundsätzlich kann die Aufnahme von Beugungsbildern rückgestreuter Elektronen mit Hilfe zweier unterschiedlicher Akquisitions-Regime erfolgen: Rasterung des Elektronenstrahls (engl. Beamscan) oder Verfahren des Probenstichs bei stationärem Strahl (engl. Stagescan). Wird die Abfolge von Beugungsbildern durch Ablenkung des Strahls erzeugt, so ergibt sich eine stetige Variation des Ursprungsorts der Beugung relativ zum Detektorschirm. Die resultierende Verschiebung des Beugungsbilds ist dabei ein geometrisches Charakteristikum der jeweiligen Messanordnung und kann mithilfe von Kalibriermessungen berücksichtigt werden. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden hierfür Linienscans auf Si-Kristallen sowohl in x- als auch y-Richtung durchgeführt und die zugehörige Bildverschiebung pro Längeneinheit (Pixel/ μm) mittels linearer Regression bestimmt. Wenngleich der lineare Zusammenhang zwischen Bildverschiebung und Scanlänge grundsätzlich für alle betrachteten Segmentgrößen bestätigt werden konnte, so ist für den Fall kleiner Bildausschnitte und großer Strahlauslenkung doch eine zunächst leichte und später abrupte Abweichung zu verzeichnen. Deren Ursache liegt in der Tatsache begründet, dass anfangs vorhandene Bildmuster aus dem ortsfesten Bildausschnitt "wandern", infolgedessen während der Korrelationsanalyse ungleiche Bildinformationen verglichen werden und keine korrekten Verschiebungen mehr bestimmt werden können (siehe Abb. 5.7b für den Fall einer Kantenlänge von 64 Pixel). Die für größere Bildausschnitte in x- und y-Richtung berechnete *Pixelgröße* kann zur entsprechenden Korrektur des Zentrums des Beugungsbildes genutzt werden, wobei für Scans senkrecht zur Kippachse auch eine Korrektur des Detektorabstands erfolgen muss.

Oberflächennahe Polymerisation Wird eine Probenoberfläche mit Elektronen bestrahlt, so kann die hierdurch eingetragene Energie zur Quervernetzung adsorbierter Kohlenwasserstoffe führen. Quellen dieser Verbindungen sind beispielsweise Vakuumfette innerhalb des Rezipienten, ausgasende Dichtungen oder aber präparationsbedingte Adsorbate auf der Probe. Grundsätzlich können die ursächlichen Bestrahlungsbedingungen nach [186] in drei Regime unterschieden werden: i) gleichmäßige Bestrahlung großer Gesichtsfelder, ii) Be-

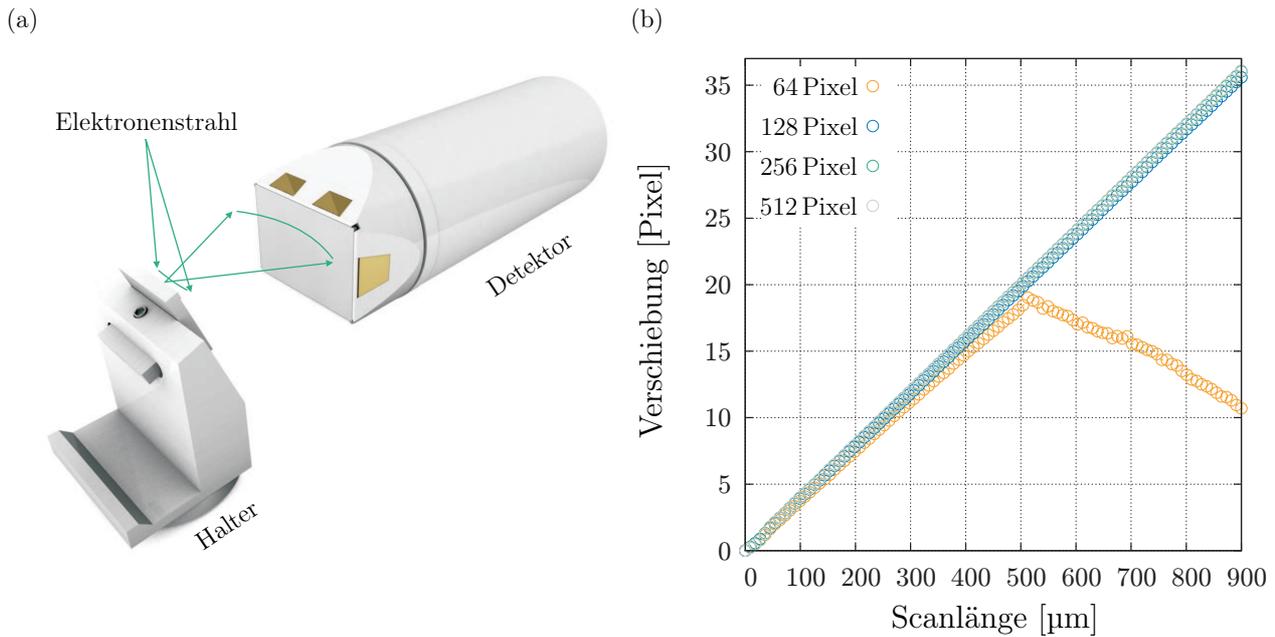


Abb. 5.7: Verschiebung des Beugungsbilds durch Rasterung des Elektronenstrahls: (a) schematische Darstellung und (b) Darstellung der gemessenen Bildverschiebung entlang eines Linienscans. Die Verschiebung des Zentrums des Beugungsbildes wurde hierbei anhand von Bildsegmenten unterschiedlicher Kantenlänge bestimmt.

strahlung kleiner Gesichtsfelder mit gleichmäßiger Stromdichte und iii) Bestrahlung mit einer Elektronensonde. Im Fall der Elektronenrückstreubeugung entsprechen diese Regime Kartierungen mit im Verhältnis zum Strahldurchmesser i) großen Schrittweiten (einige $10\ \mu\text{m}$), ii) mittleren Schrittweiten (wenige $100\ \text{nm}$) und iii) Spot-Analysen. Ist für eine Analyse höchste Ortsauflösung gefordert, so ergibt sich zwangsläufig eine Schrittweite im Bereich weniger zehn Nanometer. In diesem Fall können die einzelnen Punktmessungen innerhalb eines Scans die Bildqualität der Nachfolgenden unmittelbar beeinflussen. Abbildung 5.8 veranschaulicht diesen Effekt für 10×10 Punkte umfassende Scans einer einkristallinen Silizium-Struktur bei einer Schrittweite von $10\ \text{nm}$ bzw. $100\ \text{nm}$. Beträgt der Abstand benachbarter Messpunkte $10\ \text{nm}$, so ergibt sich eine kontinuierliche Abnahme der Bildqualität, welche am Ende auf $91,8\%$ des ursprünglichen Wertes abgefallen ist. Analoge Befunde können für beliebige Schrittweiten $< 50\ \text{nm}$ festgestellt werden. Ist die Schrittweite größer, ändert sich das Kontaminationsmuster hin zu einer in Vorwärtsrichtung verzerrten, ringförmigen Struktur, wobei die Differenz zwischen höchster und niedrigster Bildqualität für größer werdende Schrittweiten weiter abnimmt. Für den Fall einer Schrittweite von $100\ \text{nm}$ beträgt dieser Abfall noch $4,9\%$. Sofern die Quellen der Kontamination nicht durch Heizen/Kühlen der Probe oder Verwendung eines Kühlfingers eliminiert werden, kann der zuvor beschriebene Effekt demnach nur durch größere Schrittweiten zwischen den einzelnen Messpunkten verringert werden.

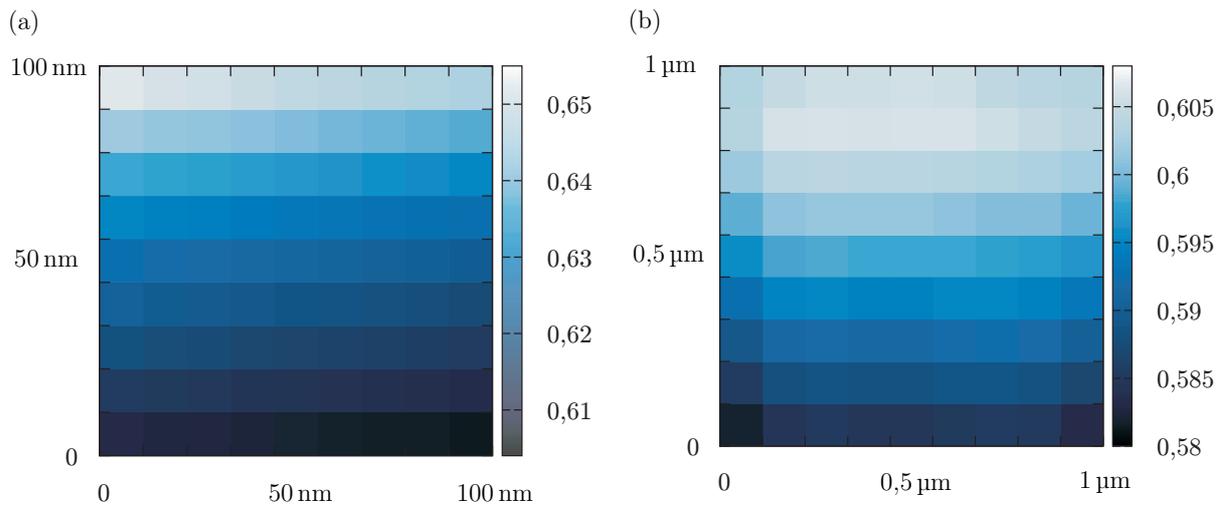


Abb. 5.8: Reduktion der Bildqualität infolge elektronenstrahlinduzierter Polymerisation. Für eine Schrittweite von (a) 10 nm ergibt sich ein kontinuierlicher Abfall des Qualitätsparameters Q_{LS} , wohingegen für (b) 100 nm ein in Vorwärtsrichtung verzerrtes, ringförmiges Kontaminationsmuster gemessen werden kann.

5.2 Zielpräparation

5.2.1 Aquisitions-und Präparationstrategien

Moderne halbleitertechnologische Verfahren stellen in den meisten Fällen Dünnschichtprozesse dar. Aus diesem Grund sollten die entwickelten Verfahren vor allem für die Analyse ausgedehnter oder strukturierter Schichten anwendbar sein. Sofern die Dicke der zu vermessenden Schicht in der Größenordnung der maximal erreichbaren Ortsauflösung der Elektronenrückstreubeugung liegt, kommt der grundlegenden Aquisitionsstrategie ein besonderer Stellenwert zu. Abbildung 5.9 veranschaulicht dies für den Fall einer dünnen Schicht, welche mit Hilfe von EBSD untersucht werden soll. Bedingt durch die starke Verkippung der Probe ergibt sich für das Informationsvolumen der Elektronenrückstreubeugung eine ausgeprägte Anisotropie. Hierbei ist die Ortsauflösung Δx_{\perp} senkrecht zur Kipprichtung üblicherweise zwei bis drei Mal größer als die Ortsauflösung Δx_{\parallel} parallel dazu. Da die Informationstiefe Δx_T im Vergleich zur Ortsauflösung Δx_{\parallel} typischerweise nochmals zwei bis drei Mal geringer ausfällt, können einkristalline Schichten selbst dann noch analysiert werden, wenn deren Dicke kleiner als die laterale Ortsauflösung der Elektronenrückstreubeugung ist. Hierfür müssen diese jedoch entlang ihrer Oberfläche und nicht im Querschnitt analysiert werden.

Aus den zuvor angestellten Überlegungen lassen sich unmittelbare Konsequenzen für die gekoppelte Zielpräparation und Beugungsanalyse von Dünnschichten in komplexen Mehrschichtstrukturen ableiten. Hierbei spielt es zunächst keine Rolle, ob die Präparation der Zielstelle mittels fokussiertem Ionenstrahl oder alternativen Verfahren durchgeführt wird. Ohne Beschränkung der Allgemeinheit sollen im Folgenden jedoch die Grundzüge der io-

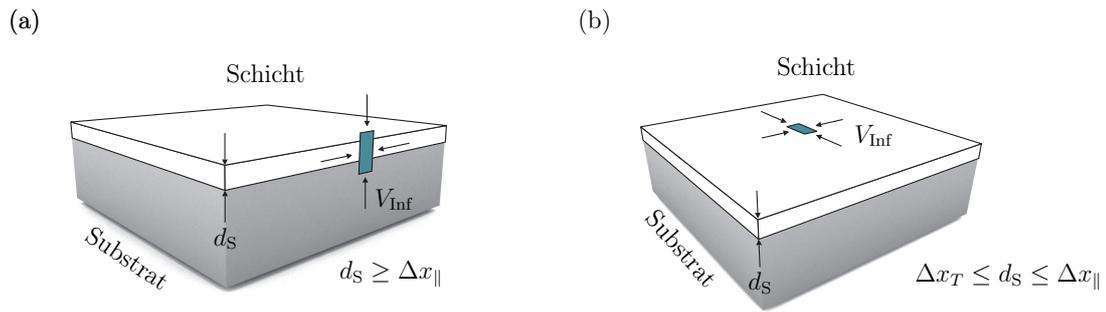


Abb. 5.9: Vergleichende Darstellung des EBSD-Informationsvolumens V_{Inf} und der Dicke d_s einer zu analysierenden Schicht für den Fall einer Messung an (a) deren Querschnitt und (b) deren Oberfläche. Infolge der starken Anisotropie der Ortsauflösung mit $\Delta x_T < \Delta x_{\parallel} < \Delta x_{\perp}$ ergibt sich eine bessere Ortsauflösung für Analysen an der Oberfläche, sofern die Schichtdicke und das Informationsvolumen annähernd gleich sind.

nenstrahlbasierten Zielpräparation für den Fall der Querschnitts- und Planarpräparation vorgestellt werden (siehe Abb. 5.10).

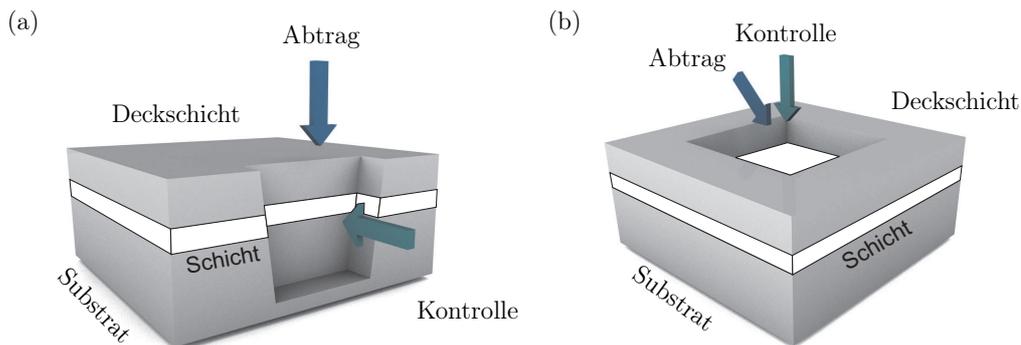


Abb. 5.10: Vergleich der kontrollierten, ionenstrahlbasierten Querschnittspräparation (a) und Planarpräparation (b).

Sind die Abtragsraten eines Materials bekannt und die Zustellgenauigkeit des Ionenstrahls hinreichend genau, so kann grundsätzlich auf eine Kontrolle des Abtragsprozesses verzichtet werden. Praktisch sind jedoch beide Kriterien kaum zu erfüllen, weshalb der Kontrolle des Abtragsprozesses eine besondere Bedeutung zukommt. Für die Präparation von Querschnittsflächen hat sich hierbei die Bildgebung der präparierten Fläche als sehr vorteilhaft erwiesen, infolgedessen moderne Fokussierte Ionenstrahlssysteme typischerweise als Zweistrahlanlagen ausgelegt werden. Die Kontrolle des Abtragfortschritts erfolgt dabei mit Hilfe eines separaten, bildgebenden elektronenoptischen Systems (Elektronenmikroskop und zugehörige Detektoren) mit dessen Hilfe die zu durchmusternde Struktur morphologisch analysiert werden kann. Für die gekoppelte FIB-basierte Querschnittspräparation und EBSD-Analyse müssen dabei besondere geometrische Randbedingungen berücksichtigt werden. Aufgrund des flachen Einfallswinkels der auftreffenden bzw. gebeugten Elektronen empfiehlt sich die Querschnittspräparation vor allem an Kanten. Anderenfalls müssen, in Ab-

hängigkeit von der Zieltiefe, große Probenvolumina im Vorfeld der zu vermessenden Struktur entfernt werden, wodurch der experimentelle Aufwand enorm gesteigert wird.

Wie eingangs erwähnt, kann durch Analysen entlang der Oberfläche die minimal analysierbare Schichtdicke weiter verringert werden. Die geeignetste Zielpräparation entsprechender Schichtsysteme stellt die Planarpräparation dar. Auch wenn diese grundsätzlich mit Hilfe konventioneller FIB-Systeme realisiert werden kann, so kann der Forderung nach hochaufgelöster Abtragskontrolle infolge fehlender Tiefenzuordnung nicht entsprochen werden. Aus diesem Grund wurde im Rahmen der vorliegenden Arbeit das Konzept der *chemisch kontrollierten Zielpräparation* erarbeitet. Hierbei erfolgt die Kontrolle des Abtragsprozesses auf Grundlage der chemischen Zusammensetzung der in Zerstäubung begriffenen Schichten, welche mit Hilfe oberflächenspektroskopischer Verfahren wie beispielsweise Flugzeit-Sekundärionen-Massenspektrometrie, Röntgen-Photoelektronenspektroskopie oder Auger-Elektronenspektroskopie bestimmt werden kann. Die Tiefenauflösung kann dabei durch geeignete Wahl der Primärionenenergie und Zyklenzahl bis auf wenige Nanometer reduziert werden, wodurch sich eine hohe Zustellgenauigkeit bei der Zielpräparation ergibt.

5.2.2 Spannungsrelaxation

Neben der maximal erreichbaren Ortsauflösung hat die Wahl der Präparationsstrategie auch Auswirkungen auf den messbaren Spannungs- bzw. Verzerrungszustand. In Anlehnung an die zuvor betrachteten Modellsysteme soll deshalb nachfolgend die Relaxation einer stark verspannten *Strained Silicon on Insulator-Schicht* (kurz sSOI) mit darüber befindlicher Si-Deckschicht exemplarisch betrachtet werden. Die Modellierung erfolgte mittels Finite Element Simulation (Software Packet ANSYS) unter Verwendung von Plane-Elementen (Plane183) und der Annahme eines *ebenen Dehnungszustands*. Die Dicke des Si-Substrats wurde als 500 μm , die der SiO_2 -Schicht 150 nm festgesetzt. Um den Einfluss der Dicke der verspannten Schicht d_S auf die Relaxation zu untersuchen, wurde diese variiert. Als Maß für die Spannungsrelaxation wurde die Dehnung e_x parallel zur Grenzfläche herangezogen. Abbildung 5.11a zeigt die berechnete Dehnung in Abhängigkeit von der Position zur Grenzfläche für den Fall einer Querschnittsanalyse. Die eingeprägte Spannung sollte 2500 MPa betragen. Die aus den geänderten mechanischen Randbedingungen resultierende Dehnung fällt hierbei in Richtung der Grenzfläche schnell ab, wobei deren Betrag mit zunehmender Schichtdicke ansteigt. Betrachtet man den Fall einer planar geöffneten Struktur (Abb. 5.11b), so ergibt sich eine zusätzliche Dehnung fast ausschließlich im Eckbereich der entstandenen Kavität. In beiden Fällen ist der Betrag der Dehnung sehr gering, infolgedessen keine signifikanten Verfälschungen des gemessenen Spannungszustandes zu erwarten sind.

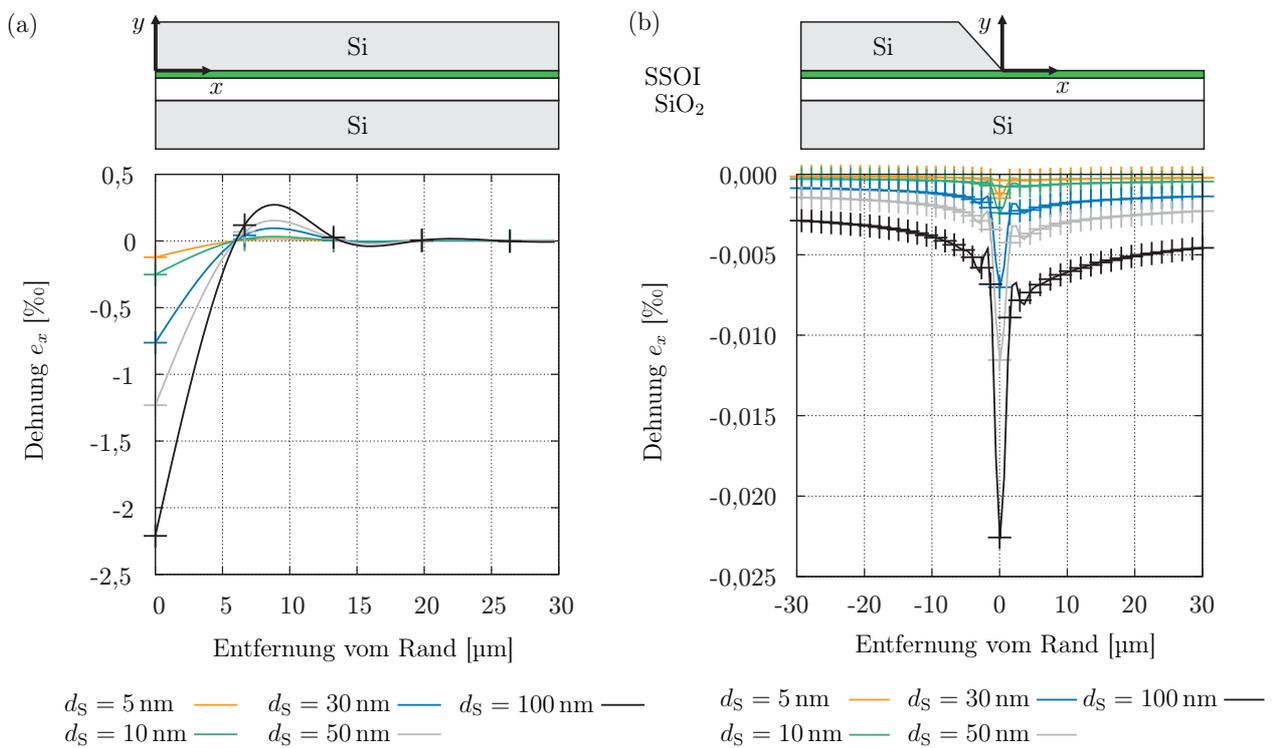


Abb. 5.11: FEM-Simulation zur Spannungsrelaxation einer sSOI-Schicht mit darüber befindlicher Deckschicht, ausgedrückt mit Hilfe der Dehnung e_x parallel zur Grenzfläche. Sowohl im Fall der Querschnittspräparation (a) als auch der Planarpräparation (b) ergeben sich für das betrachtete Modellsystem vernachlässigbare Relaxationseffekte.

6 Ergebnisse

6.1 Ionenstrahlpräparation einkristalliner Silizium-Oberflächen

Im nachfolgenden Abschnitt werden experimentelle Ergebnisse von Zerstäubungsexperimenten an unverspannten, einkristallinen Silizium-Proben vorgestellt. Hierbei wurden Testsubstrate mit verschiedenen Ionenspezies bei unterschiedlichen Primärenergien, Dosisdichten und Einfallswinkeln bestrahlt. Die resultierenden Krater wurden anschließend hinsichtlich erodiertem Volumen, Oberflächengüte und Eigenspannungen metrologisch analysiert. Ferner werden Daten zur zeitlichen Entwicklung oberflächennaher Amorphisierungen auf Grundlage molekulardynamischer Simulationen präsentiert.

6.1.1 Zerstäubungsausbeuten

Bedingt durch die verschiedenartigen Ionenquellen und die daraus resultierenden Unterschiede im maximal erreichbaren Probenstrom, bedarf der Vergleich von Zerstäubungsausbeuten verschiedener Ionenspezies einer geeigneten Normierung. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde diese durch Festlegung der Primärionen-Dosisdichte, welche sich als Quotient aus Dosis und bestrahlter Fläche ergibt, realisiert. Alle Zerstäubungsexperimente wurden auf $5\text{ mm} \times 5\text{ mm}$ großen Stücken eines $525\text{ }\mu\text{m}$ dicken (100)-Silizium-Wafers (p-Typ) durchgeführt. Es wurden Primärionen-Dosisdichten der Größenordnung $\Phi \propto 10^{17}\text{ cm}^{-2}$, $\Phi \propto 10^{18}\text{ cm}^{-2}$ und $\Phi \propto 10^{19}\text{ cm}^{-2}$ betrachtet. Da die Einfallswinkel der verschiedenen Ionenspezies durch das jeweilige Detektionsprinzip des Antwortsignals (Elektronen bzw. Sekundärionen) vorgegeben waren, wurde auf Experimente unter variablem Einfallswinkel bewusst verzichtet. Die zwischen Probenoberfläche und Ionenstrahl eingeschlossenen Winkel ergaben sich demnach zu 45° im Fall von Ar^+ , Cs^+ , Bi^+ und O_2^+ bzw. 90° für Experimente mittels Ga^+ -Ionenstrahl.

Abbildung 6.1 repräsentiert den experimentell bestimmten Sputteryield sowie die erodierten Probenvolumina in Abhängigkeit von der Ionenspezies und deren Primärenergie. Hierbei ist festzustellen, dass in den betrachteten Fällen eine Erhöhung der jeweiligen Primärionen Dosisdichte um eine Größenordnung, näherungsweise eine Erhöhung des erodierten Proben-

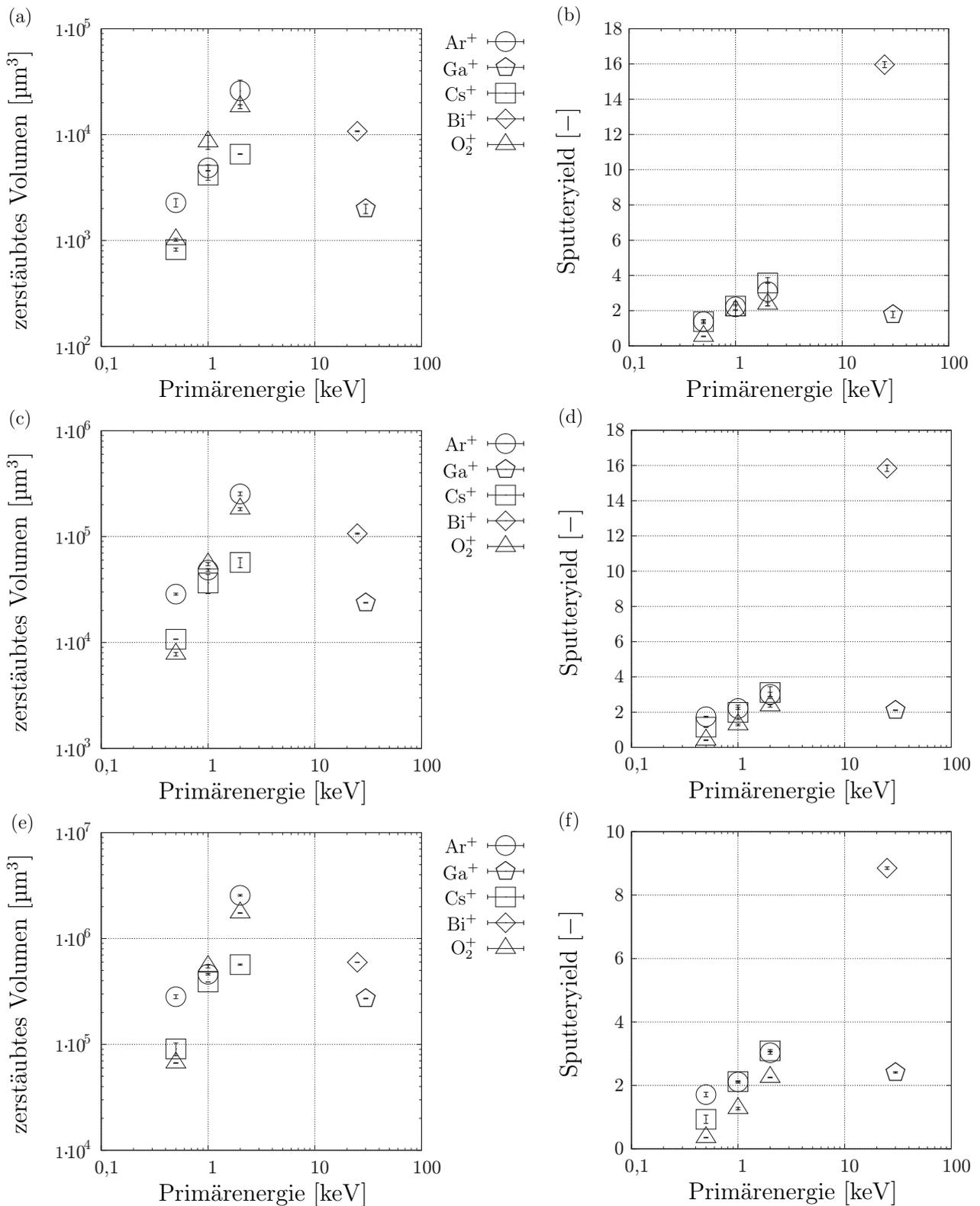


Abb. 6.1: Vergleich der zerstäubten Volumina und des Sputterields für Dosisdichten von: $\Phi \propto 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ (a)-(b), $\Phi \propto 10^{18} \text{ cm}^{-2}$ (c)-(d) und $\Phi \propto 10^{19} \text{ cm}^{-2}$ (e)-(f).

volumens um ebenfalls eine Größenordnung zur Folge hat. Darüber hinaus resultiert auch aus einer erhöhten Primärenergie eine signifikante Steigerung der Zerstäubungsausbeute. Ver-

gleicht man die zerstäubten Volumina der verschiedenen Ionenstrahlen, so ist festzustellen, dass die Bestrahlung der Oberfläche mit Ar^+ bzw. O_2^+ -Ionen zum höchsten Materialabtrag führt. Da die entsprechenden Werte für Cs^+ und Bi^+ -Bestrahlung jedoch nur geringfügig kleiner sind, konnten auch in diesen Fällen hohe Ablationsraten nachgewiesen werden. Im Gegensatz hierzu sind die Zerstäubungsausbeuten, welche mittels Ga^+ -Ionenstrahl realisiert werden können deutlich geringer. Betrachtet man die berechneten Sputteryields, so sind insbesondere die hohen Werte für Bi^+ -Ionen augenscheinlich. Ferner ergeben sich für Cs^+ -Ionen geringfügig höhere Werte als für Ar^+ und O_2^+ -Ionen. Darüber hinaus werden alle zuvor genannten Abhängigkeiten auch durch Angabe des Sputteryields korrekt wiedergegeben.

6.1.2 Topographie

Für die ortsaufgelöste, topographische Analyse der erodierten Silizium-Oberflächen wurden die Grundflächen der zuvor beschriebenen Sputtergräben rasterkraftmikroskopisch vermessen. Die Größe der Analysebereiche wurde hierbei mit Blick auf die jeweilig vorhandenen, charakteristischen Strukturmerkmale variiert. Alle Messungen wurden im *Intermittent-Contact-Modus* bei einer Auflösung von $1024 \text{ Pixel} \times 1024 \text{ Pixel}$ durchgeführt. Abbildung 6.2 veranschaulicht die Oberflächenmorphologie, mittels 30 keV Ga^+ -Ionenstrahl zerstäubter Silizium-Oberflächen in Abhängigkeit von der Primärionen-Dosisdichte. Der Einfluss der

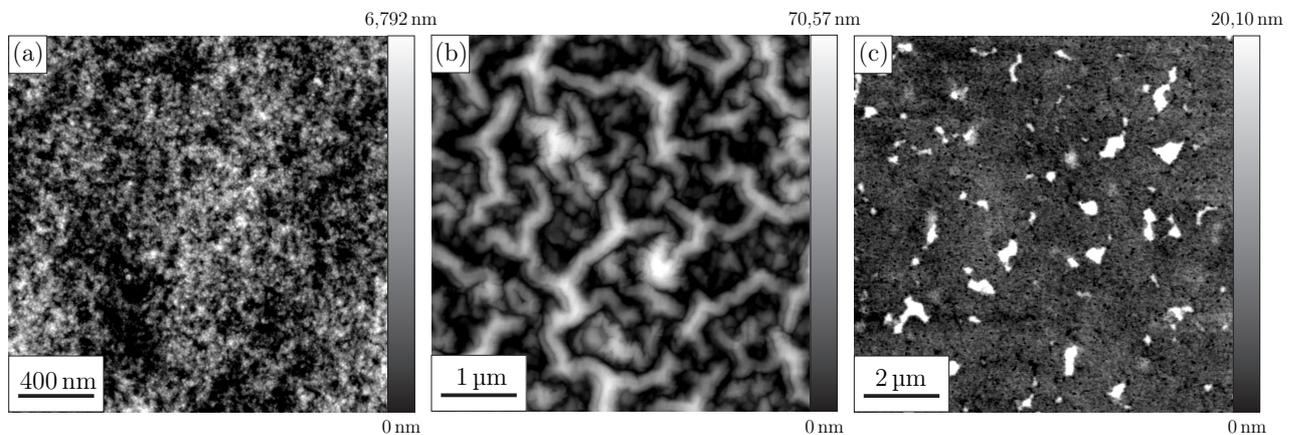


Abb. 6.2: Rasterkraftmikroskopische Abbildungen von Silizium-Oberflächen nach Erosion mittels 30 keV Ga^+ -Ionenstrahl ($\alpha=90^\circ$) bei einer Primärionen-Dosisdichte von (a) $\Phi \propto 10^{17} \text{ cm}^{-2}$, (b) $\Phi \propto 10^{18} \text{ cm}^{-2}$ und (c) $\Phi \propto 10^{19} \text{ cm}^{-2}$.

Dosisdichte auf die ausgeprägte Oberflächentopographie ist hierbei klar erkennbar. Während für Dosisdichten der Größenordnung 10^{17} cm^{-2} Oberflächen mit geringer Rauheit ermittelt werden konnten, so ist für Dosen im Bereich 10^{18} cm^{-2} eine deutliche Strukturbildung festzustellen. Diese ist durch eine mäandernde Oberflächenwelligkeit gekennzeichnet, wobei die maximal auftretenden Höhendifferenzen im Bereich einiger zehn Nanometer liegen. Für höhere Dosisdichten von 10^{19} cm^{-2} ergibt sich eine im Vergleich reduzierte Rauheit der Oberfläche.

Werden Silizium-Oberflächen mittels Bi^+ -Ionenstrahl bei 25 keV erodiert, so können charakteristische, periodische Oberflächenstrukturen nachgewiesen werden (siehe Abb. 6.3). Diese Strukturen sind durch wellenartige Aufwerfungen in Richtung des einfallenden Ionen-

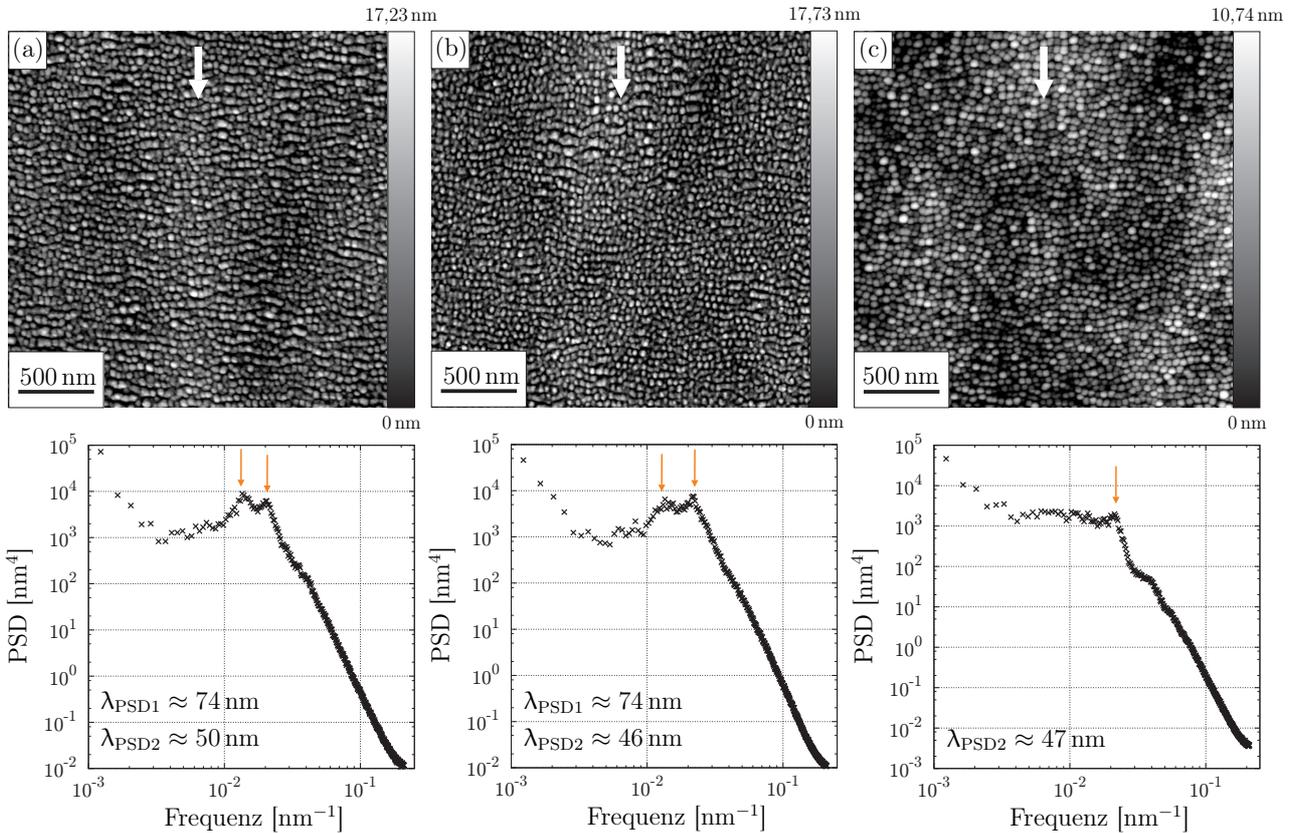


Abb. 6.3: AFM Abbildungen mittels 25 keV Bi^+ -Ionenstrahl unter $\alpha=45^\circ$ erodierter Silizium-Oberflächen. Die entstandenen Oberflächenstrukturen sind durch wellenartige Aufwerfungen in Richtung des einfallenden Ionenstrahls (weißer Pfeil) gekennzeichnet. Darüber hinaus ist eine säulenartige Feinstruktur der Wellenlänge λ_{PSD2} zu beobachten, welche mit Hilfe der zugehörigen PSD-Funktion berechnet werden kann. Die hierbei betrachteten Dosisdichten betragen (a) $\Phi \propto 10^{17} \text{ cm}^{-2}$, (b) $\Phi \propto 10^{18} \text{ cm}^{-2}$ und (c) $\Phi \propto 10^{19} \text{ cm}^{-2}$.

strahls gekennzeichnet, innerhalb derer eine säulenförmige Feinstruktur existiert. Die Überlagerung beider Strukturmerkmale erscheint in der zugehörigen zwei-dimensionalen Leistungsspektrum Dichtefunktion als *Doppelpeak*, wobei das erste Maximum die Wellenstruktur und der nachfolgende Peak die Strukturgröße der Feinstruktur beschreibt. Wird die Dosisdichte erhöht, so verringert sich die Wellenstruktur, infolgedessen auch das erste Maximum der PSD verschwindet. Da die Feinstruktur davon offenbar unbeeinflusst ist, bleiben die jeweiligen Werte für die charakteristische Wellenlänge nahezu konstant.

Betrachtet man *Sputterkrater*, welche durch Beschuss mit Ar^+ -Ionen verschiedener Energie und Primärionen-Dosisdichte erzeugt wurden, so kann für keinen der untersuchten Fälle eine Strukturierung der Probenoberfläche nachgewiesen werden (siehe Abb. 6.4). Vielmehr

sind alle resultierenden Oberflächen durch eine geringe Topographie mit Höhenunterschieden im Bereich weniger hundert Pikometer gekennzeichnet.

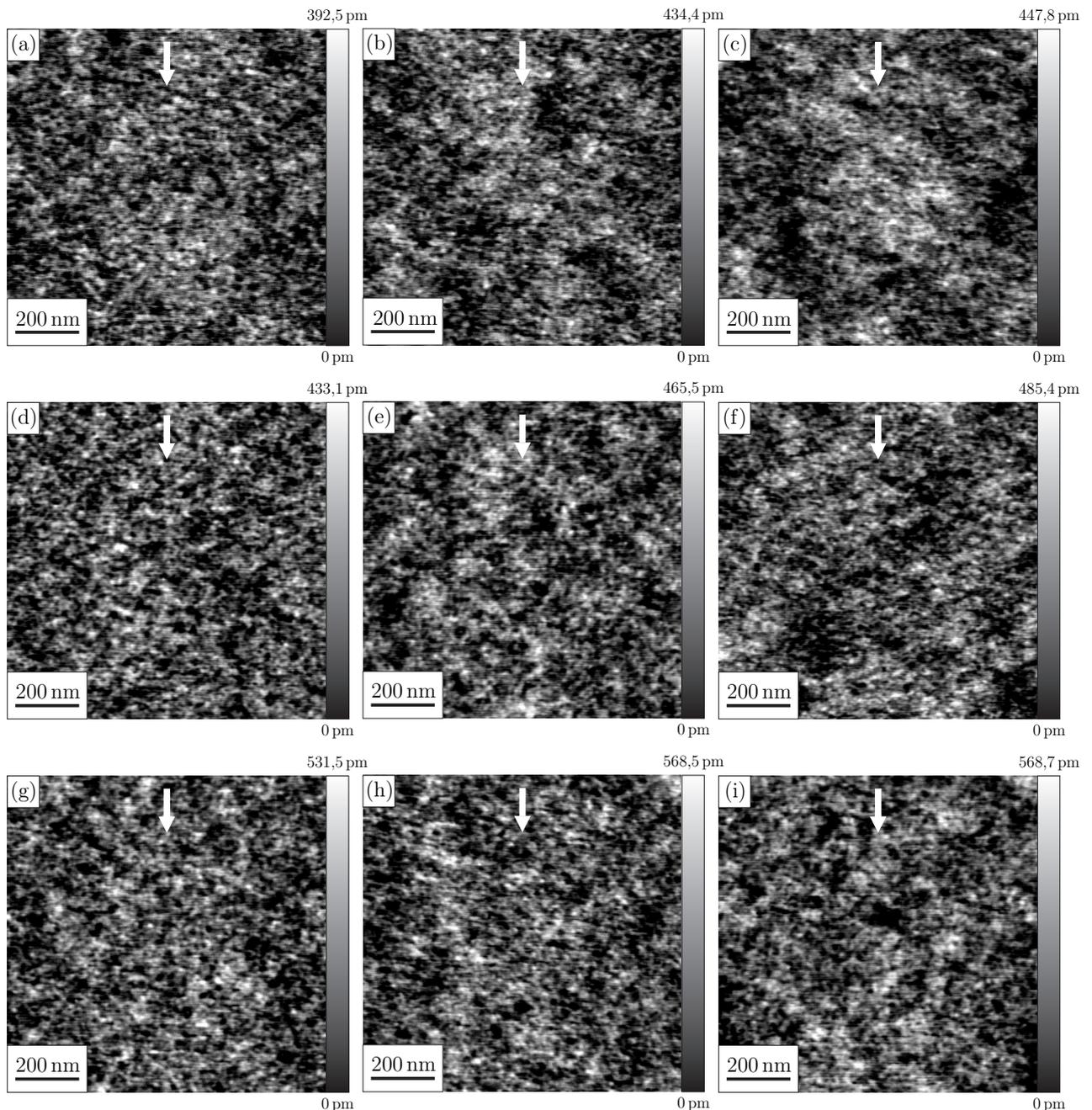


Abb. 6.4: Rasterkraftmikroskopische Abbildungen von Silizium-Oberflächen nach Erosion mittels Ar^+ -Ionenstrahl ($\alpha=45^\circ$) bei Primärenergien von (a)-(c) 500 eV, (d)-(f) 1 keV und (g)-(i) 25 keV. Die Primärionen-Dosisdichte betrug hierbei jeweils (links) $\Phi \propto 10^{17} \text{ cm}^{-2}$, (Mitte) $\Phi \propto 10^{18} \text{ cm}^{-2}$ und (rechts) $\Phi \propto 10^{19} \text{ cm}^{-2}$. Die Einfallsrichtung des Ionenstrahls ist durch den weißen Pfeil gekennzeichnet.

Auch die Erosion mit niederenergetischen Cs^+ -Ionen hat für alle betrachteten Primärenergien und Dosisdichten ebene Kraterflächen zur Folge (Abb. 6.5). Im Gegensatz zur Bestrah-

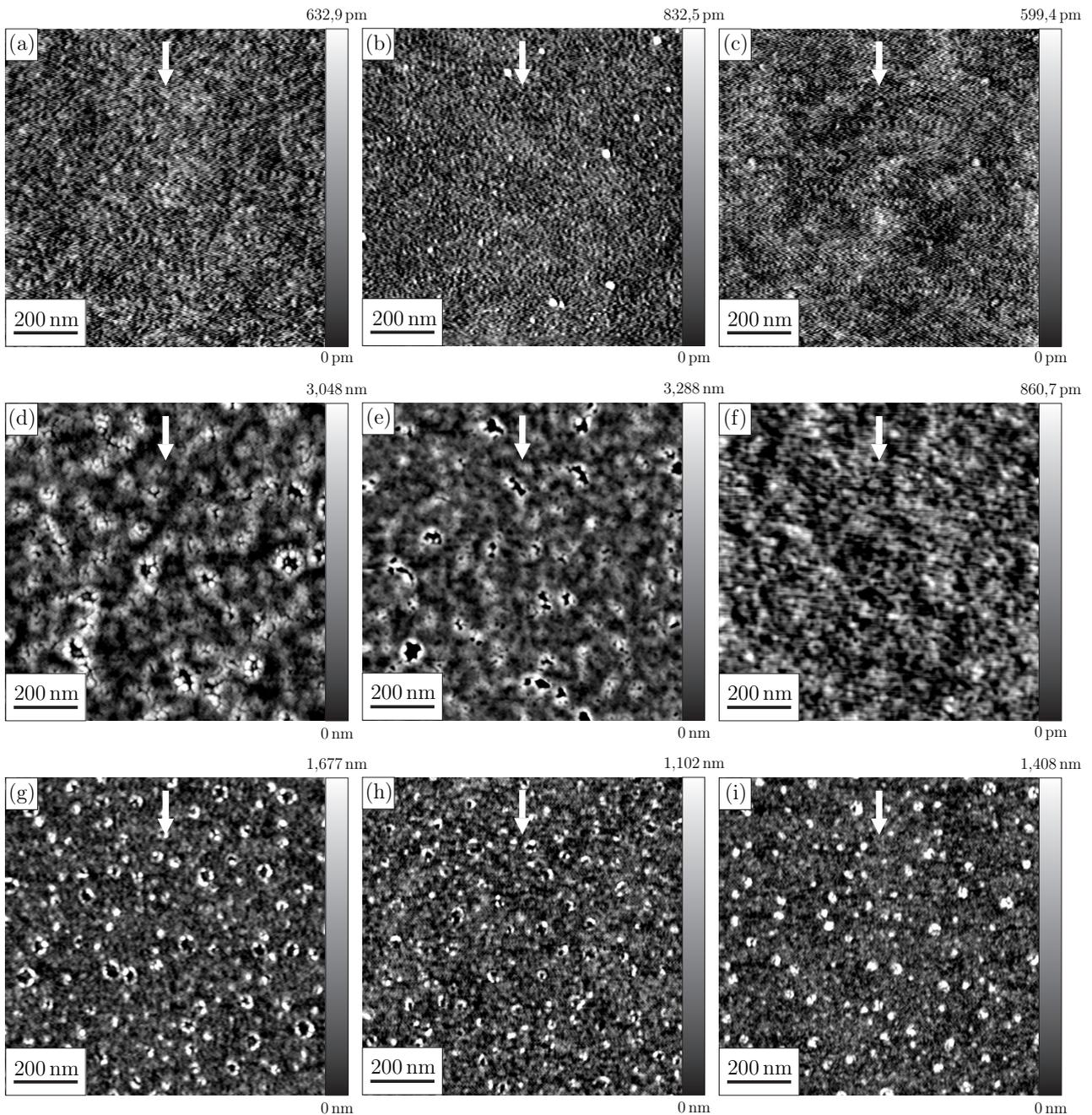


Abb. 6.5: AFM-Abbildungen von Silizium-Oberflächen nach Beschuss mit Cs^+ -Ionen der Energie 500 eV (a)-(c), 1 keV (d)-(f) und 2 keV (g)-(i). Die betrachteten Dosisdichten betragen hierbei $\Phi \propto 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ (links), $\Phi \propto 10^{18} \text{ cm}^{-2}$ (Mitte) und $\Phi \propto 10^{19} \text{ cm}^{-2}$ (rechts). Die Einfallrichtung des Ionenstrahls ist durch den weißen Pfeil gekennzeichnet.

lung mit Ar^+ -Ionen konnten jedoch für Energien von 1 keV bzw. 2 keV charakteristische Inhomogenitäten nachgewiesen werden, welche als lokale Einschusskrater einiger weniger Cs^+ -Ionen bzw. Cs^+ -Ionencluster interpretiert werden können. Deren Ausprägung nimmt hierbei mit steigender Dosisdichte ab, infolgedessen für große Sputterzeiten homogene Oberflächen erzeugt werden.

Die größte Strukturbildung aller untersuchten Ionenspezies konnte bei der Erosion von Silizium-Oberflächen mittels O_2^+ -Ionenstrahl beobachtet werden (Abb. 6.6). Betrachtet man

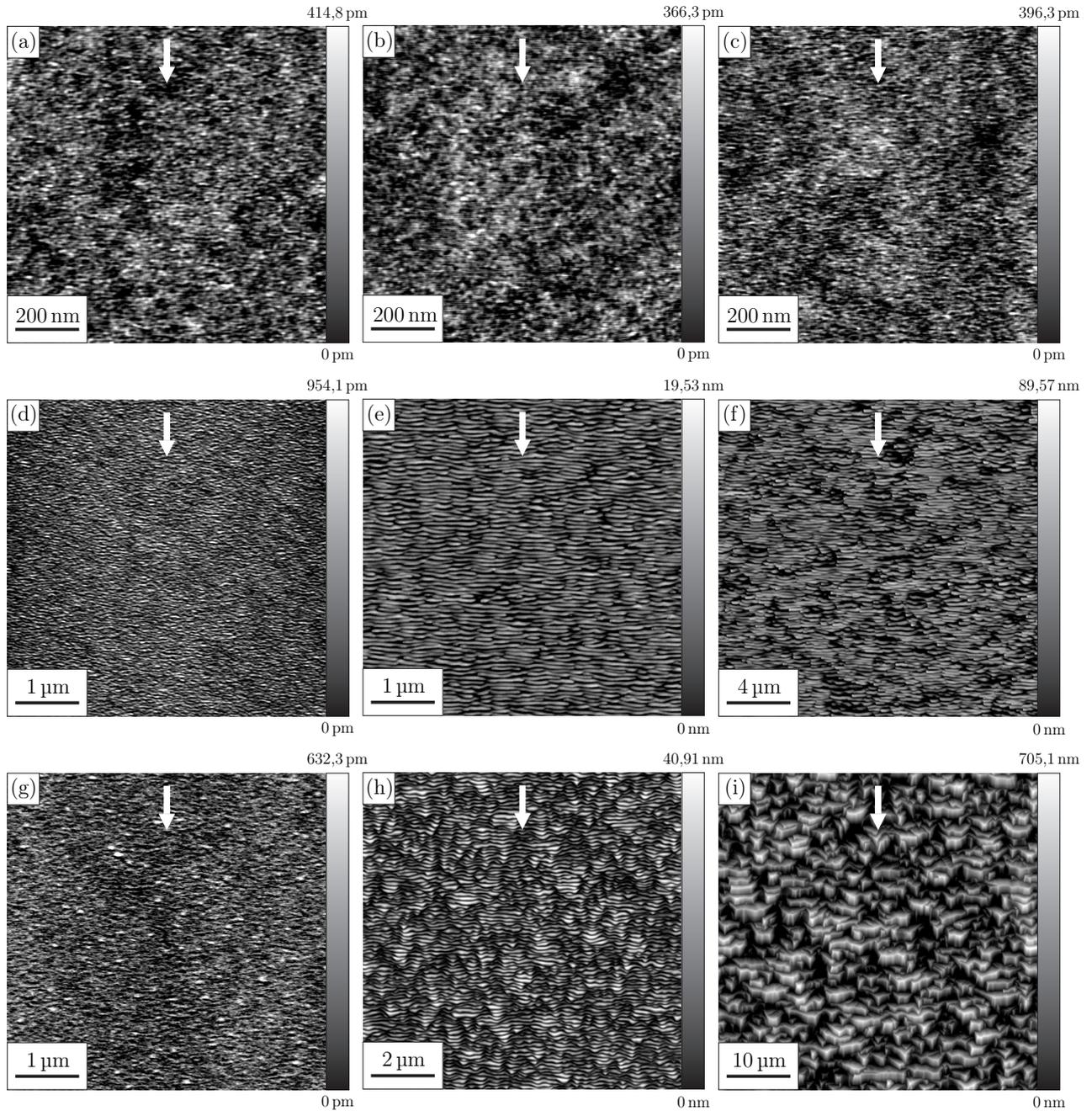


Abb. 6.6: Rasterkraftmikroskopische Abbildungen von Silizium-Oberflächen nach O_2^+ -Ionenbeschuss der Energie 500 eV (a)-(c), 1 keV (d)-(f) und 2 keV (g)-(i). Die betrachteten Dosisdichten betragen hierbei $\Phi \propto 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ (links), ($\Phi \propto 10^{18} \text{ cm}^{-2}$ Mitte) und $\Phi \propto 10^{19} \text{ cm}^{-2}$ (rechts). Die Einfallrichtung des Ionenstrahls ist durch den weißen Pfeil gekennzeichnet.

zunächst Oberflächen nach der Bestrahlung mit Ionen der Energie $E = 500 \text{ eV}$, so sind diese für alle untersuchten Dosisdichten ebenmäßig und von sehr geringer Rauheit. Im Gegensatz hierzu kann sowohl für Zerstäubungsexperimente bei 1 keV als auch 2 keV eine stetige Struk-

turbildung beobachtet werden. Die Ausprägung ist für beide Primärenergien wellenartig in Richtung des einfallenden Ionenstrahls, wobei die jeweiligen Kämmen senkrecht zur Einfallsrichtung unterbrochen sind. Die periodische Strukturierung der Kristalloberfläche ist hierbei erst für Dosisdichten größer 10^{18} cm^{-2} signifikant. Auch weisen die PSD-Funktionen nur für diese Dosisdichten ein enger begrenztes Maximum auf.

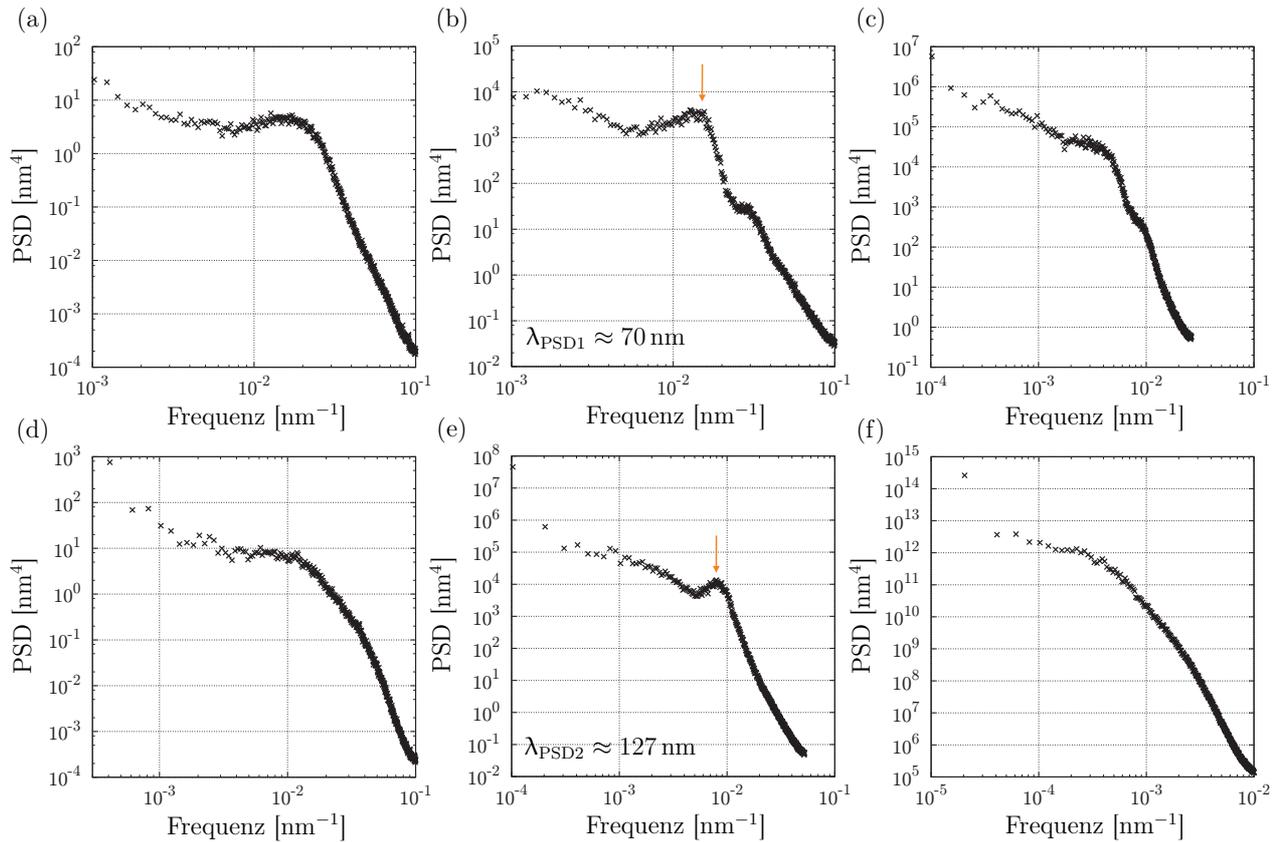


Abb. 6.7: PSD-Funktion der in Abb. 6.6 (d)-(e) bzw. (g)-(i) dargestellten AFM-Aufnahmen. Für die betrachteten Primärenergien von 1 keV (a)-(c) und 2 keV (d)-(f) kann nur für Dosisdichten von 10^{18} cm^{-2} ein lokales Maximum nachgewiesen werden.

6.1.3 Amorphisierung

Die Analyse oberflächennaher Gitterschädigungen erfolgte mit Hilfe spezieller Sägestegproben (siehe Abb. 4.3), welche nach Bestrahlung mit der jeweiligen Ionenspezies transmissionselektronenmikroskopisch analysiert wurden. Ziel der Analysen war hierbei sowohl die Vermessung der amorphen Oberflächenschichten, als auch die chemische Analyse strukturell auffälliger Bereiche mittels *Energiedispersiver Röntgenspektroskopie* (engl. Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy kurz EDS). Abbildung 6.8 zeigt HREM-Aufnahmen von Silizium (001)-Oberflächen nach Bestrahlung mit Ar^+ -Ionen mit einer Energie von 500 eV bzw. 2 keV. In beiden Fällen konnte eine Amorphisierung der Oberfläche nachgewiesen werden. Die Di-

cke der amorphen Schichten, welche aus den jeweiligen Aufnahmen durch Mittelung über 1000 Pixel ermittelt wurde, betrug 2 nm bzw. 7 nm.

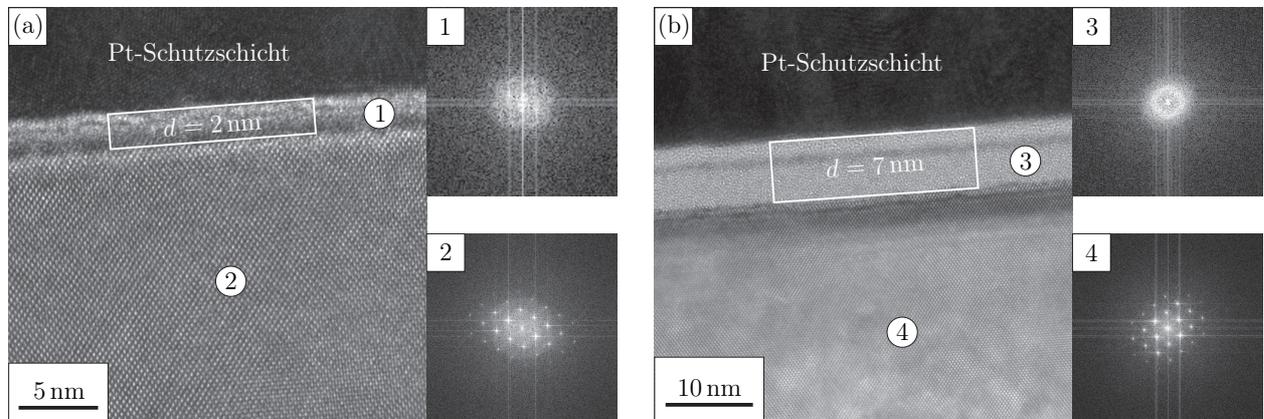


Abb. 6.8: HREM-Abbildungen (Querschnitt) von Silizium (001)-Oberflächen nach Bestrahlung mittels (a) 500 eV Ar^+ -Ionenstrahl und (b) 2 keV Ar^+ -Ionenstrahl. Die im Bereich der weißen Box gemittelten Schichtdicken ergaben sich hierbei zu 2 nm bzw. 7 nm.

Werden Proben mittels 2 keV und 30 keV Ga^+ -Ionenstrahl erodiert, so ergeben sich Amorphisierungsdicken von 8 nm und 54 nm (Abb. 6.9). Darüber hinaus konnte für Probenoberflächen, welche bei Primärenergien von 30 keV senkrecht bestrahlt wurden die Ausbildung einer nanokristallinen Schicht nahe der Oberfläche nachgewiesen werden. Die Größe der entsprechenden Kristallite variierte hierbei zwischen einigen zehn bis wenigen hundert Nanometern. Auf Grund des inhomogenen Abbildungscontrasts der oberflächennahen Störschicht wurde

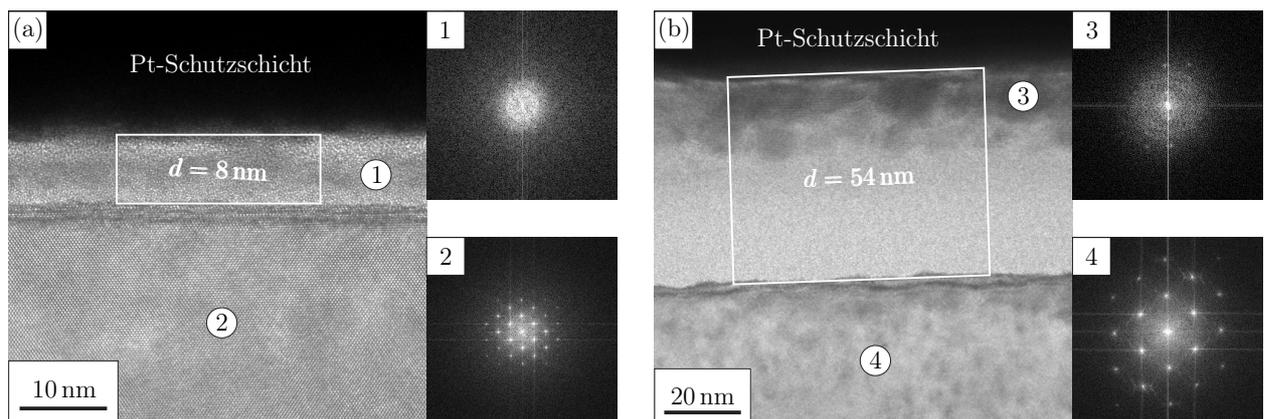


Abb. 6.9: HREM-Abbildung (Querschnitt) einer Silizium (001)-Oberfläche nach Bestrahlung mittels (a) 2 keV Ga^+ -Ionenstrahl und (b) 30 keV Ga^+ -Ionenstrahl. Die über 1000 Pixel gemittelten Dicken ergaben sich hierbei zu 8 nm bzw. 54 nm.

der gesamte Schichtaufbau mittels STEM-EDS hinsichtlich seiner chemischen Zusammensetzung analysiert. Hierbei konnte eine im Vergleich zur darunter befindlichen Schicht erhöhte Ga-Konzentration des nanokristallinen Bereichs nachgewiesen werden. Abbildung 6.10 ver-

anschaulicht exemplarisch die Ergebnisse der Punktanalysen für die Ga K_{α} -Linie im Bereich des Silizium-Substrats sowie des amorphen und nanokristallinen Bereichs.

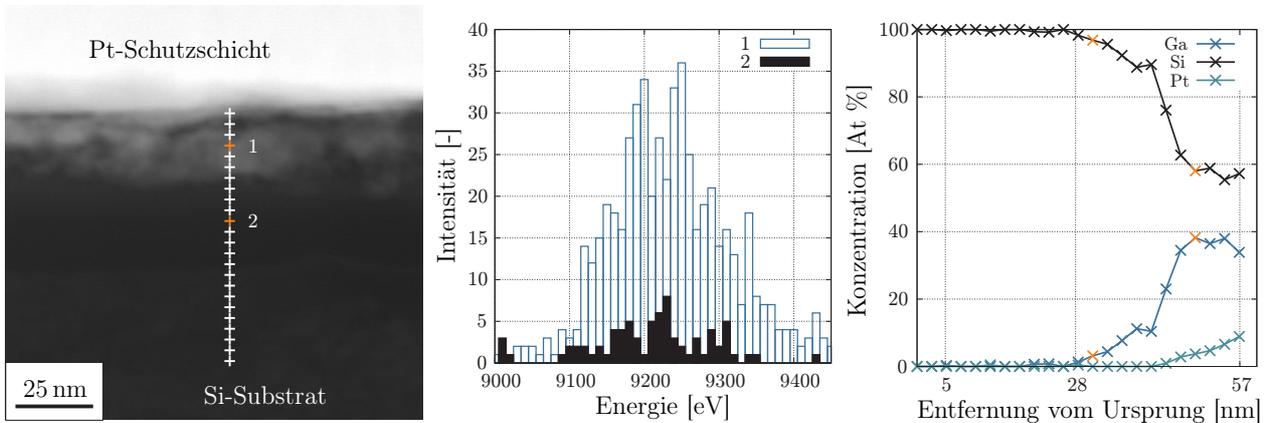


Abb. 6.10: HAADF-Abbildung einer Silizium (001)-Oberfläche nach senkrechter Bestrahlung mittels 30 keV Ga^+ -Ionenstrahl. Die durchgeführten EDS-Linienprofile belegen eine erhöhte Gallium-Konzentration der nanokristallinen Schicht (1) im Vergleich zum darunter befindlichen, amorphen Bereich (2).

Zur statistischen Absicherung der mittels TEM durchgeführten chemischen Analysen wurden weiterhin Krateroberflächen mittels Röntgen-Photoelektronenspektroskopie untersucht. Infolge der geringen Kraterabmessungen wurde der Messbereich der XPS-Analysen

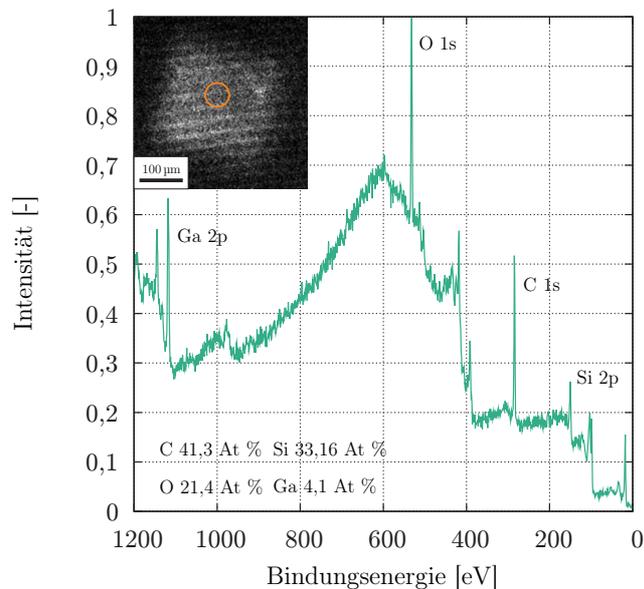


Abb. 6.11: Quantifiziertes XPS-Spektrum einer, mittels Ga^+ -Ionen erodierten, Silizium-Oberfläche.

hierbei mit Hilfe einer Apertur (Durchmesser 55 μm) begrenzt. Auf diese Weise wurde sichergestellt, dass keine Signale außerhalb des erodierten Bereichs bei der Quantifizierung der

chemischen Zusammensetzung berücksichtigt wurden. Abbildung 6.11 zeigt ein exemplarisches Spektrum einer senkrecht mit Ga^+ -Ionen ($E = 30 \text{ keV}$) bestrahlten Silizium (001)-Oberfläche. Die berechneten Elementkonzentrationen belegen einen hohen Gehalt an Sauerstoff und Kohlenstoff, wohingegen der Gehalt an Silizium und Gallium, verglichen mit Ergebnissen der TEM-EDS Analysen, deutlich geringer ausfällt.

Wenngleich das Vorhandensein nanokristalliner Bereiche innerhalb der Ionenstrahlinduzierten Störschicht nur für den Beschuss mit Gallium-Ionen nachgewiesen werden konnte, so ergeben sich doch auch für alle übrigen Ionenspezies oberflächennahe Schädigungen des Kristallgitters. Ist die Probenoberfläche hierbei nanoskopisch glatt, so sind auch die zugehörigen amorphen Bereiche ebenmäßig und homogen. Da der Beschuss der Silizium (001)-Oberfläche mit O_2^+ -Ionen bei einer Energie größer 500 eV jedoch eine Strukturierung zur Folge hat, ergibt sich auch für die Dicke der strukturell geschädigten oberflächennahen Schicht eine Anisotropie, welche bei deren Vermessung berücksichtigt werden muss. Somit bedarf es bei

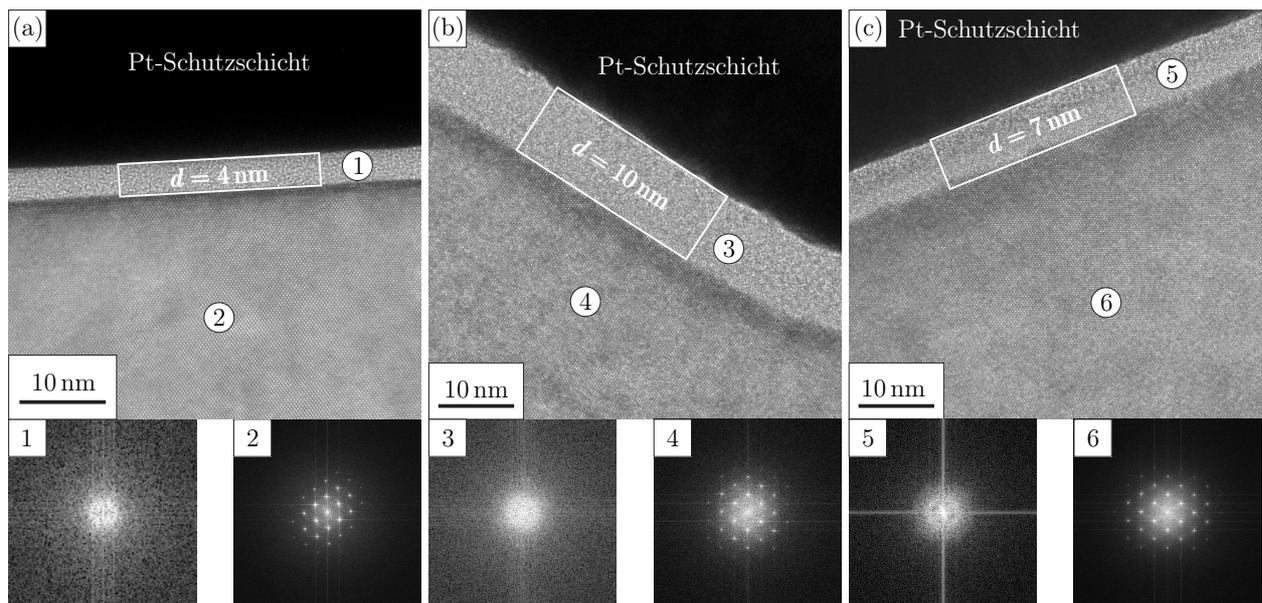


Abb. 6.12: HREM-Abbildung von Silizium (001)-Oberflächen nach Bestrahlung mittels (a) 500 eV O_2^+ -Ionenstrahl bzw. (b)-(c) 2 keV O_2^+ -Ionenstrahl. Infolge der ausgeprägten Oberflächentopologie ergibt sich für die amorphe Schicht eine Abhängigkeit vom Oberflächenprofil. Ihre Dicke beträgt für abfallende Flanken 10 nm bzw. 7 nm im Falle ansteigender Flanken. Für Experimente bei 500 eV konnte eine Amorphisierungsdicke von 8 nm nachgewiesen werden.

der Betrachtung von Sputterexperimenten bei einer Energie von 2 keV einer Fallunterscheidung. Für die, in Einstrahlrichtung abfallende, Flanke der Wellenkämme konnte hierbei eine Amorphisierungsdicke von 10 nm bestimmt werden (Abb.6.12b), wohingegen im Fall der ansteigenden Flanke diese nur 7 nm betrug. Werden die Oberflächen hingegen bei einer Energie von 500 eV bestrahlt, so ergibt sich die Dicke der amorphen Schicht zu 8 nm.

Auch die Zerstäubung unter Verwendung von Cs^+ -Ionenstrahlen hat strukturelle Schädigungen der Probenoberfläche zur Folge. Deren Dicke ist mit 2 nm bzw. 4 nm jedoch sowohl für Primärenergien von 500 eV, als auch 2 keV sehr gering.

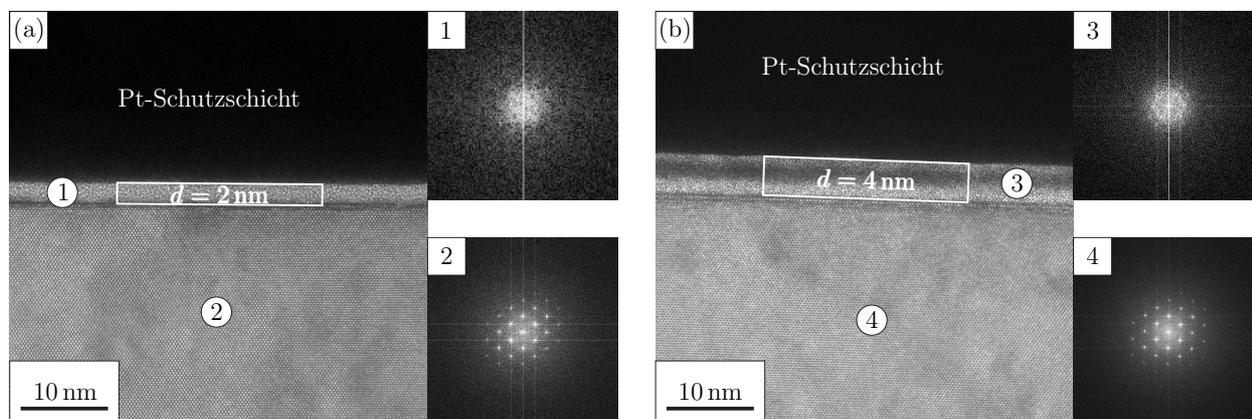


Abb. 6.13: HREM-Abbildungen (Querschnitt) von, mittels (a) 500 eV bzw. (b) 2 keV Cs^+ -Ionenstrahl erzeugten, Sputterkratern in einer (001)-Silizium-Oberfläche. Die Dicken der strukturell geschädigten Schichten ergaben sich zu 2 nm bzw. 4 nm.

Die Vermessung amorpher Oberflächenschichten, welche durch Beschuss mit Bi^+ -Ionen bei einer Energie von 25 keV erzeugt wurden, muss analog zu den Betrachtungen bei O_2^+ und 2 keV erfolgen. Da auch in diesem Fall die Dicke der Amorphisierung vom Profil der Oberfläche abhängt, ist bei deren Analyse grundsätzlich zwischen verschiedenen Bereichen zu unterscheiden. So ergab sich die Dicke der amorphen Schicht zwischen den ausgebildeten Säulen zu 18 nm, wohingegen für Bereiche auf den Säulen eine Dicke von 47 nm nachgewiesen wurde.

Vergleicht man die Dicken der amorphisierten Oberflächenschichten, welche durch Beschuss verschiedener Ionenspezies und Primärenergien erzeugt wurden, so zeigt sich eine signifikante Abhängigkeit der Störschichtdicke von deren Energie. Die geringsten strukturellen Schädigungen resultieren hierbei aus der Bestrahlung mit Cs^+ - und Ar^+ -Ionen bei einer Energie von 500 eV. Dem stehen sehr große Amorphisierungsdicken bei Verwendung hochenergetischer Ga^+ - und Bi^+ -Ionen gegenüber.

6.1.4 Gitterverzerrung

Neben der Ausbildung oberflächennaher, amorpher Schichten, kann aus der strukturellen Schädigung des Kristallgitters grundsätzlich auch eine elastische Verzerrung resultieren. Aus diesem Grund wurden die Oberflächen verschiedener Sputterkrater mittels Ramanspektroskopie hinsichtlich etwaiger Eigenspannungen untersucht. Hierfür wurden Ramanspektren im Zentrum von Kratern aufgenommen, welche durch Erosion mit einer Primärionen-Dosisdichte von $\Phi \propto 10^{18} \text{ cm}^{-2}$ generiert wurden. Zur Kompensation gerätespezifischer Abweichungen

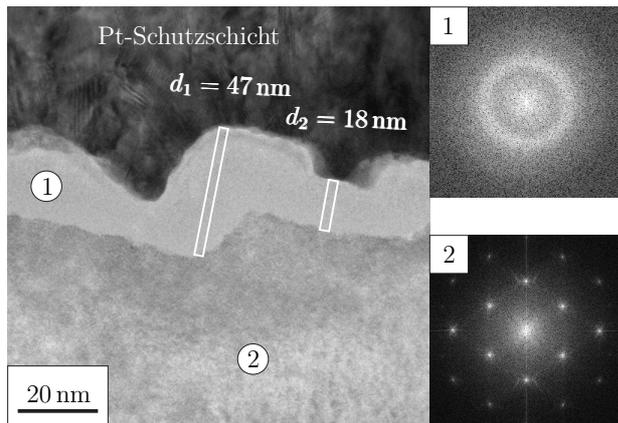


Abb. 6.14: TEM-Abbildung einer Silizium (001)-Oberfläche nach Bestrahlung mittels 25 keV Bi^+ -Ionenstrahl. Die Dicke der amorphen Schicht wurde in Abhängigkeit vom Oberflächenprofil zu 18 nm bzw. 47 nm bestimmt.

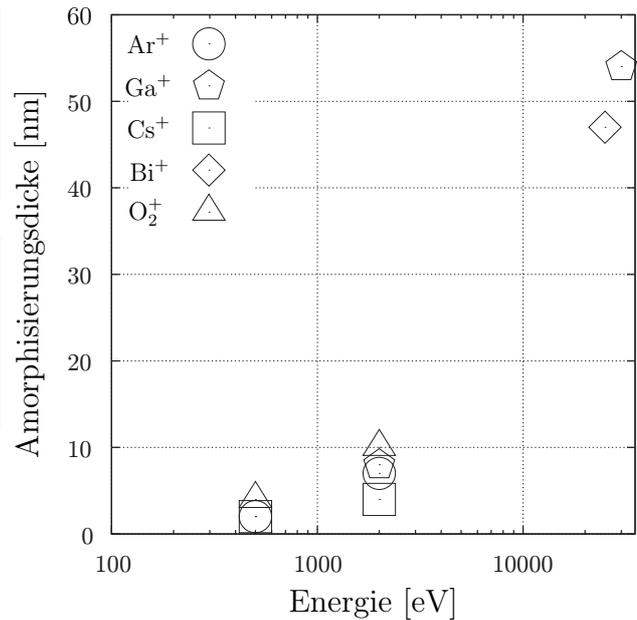


Abb. 6.15: Vergleich mittels TEM gemessener Amorphisierungsdicken für die Bestrahlung von Silizium (001)-Oberflächen unter Verwendung verschiedener Ionenspezies und Primärenergien.

wurden alle Spektren mit Hilfe von Referenzspektren an unbehandelten Probenpositionen korrigiert. Die Anregungswellenlänge betrug $\lambda_{\text{Laser}} = 325 \text{ nm}$ bzw. $\lambda_{\text{Laser}} = 488 \text{ nm}$. Da für die Untersuchungen mittels Ar-Laser kein geeigneter Kantenfilter zur Verfügung stand, wurden die zugehörigen Spektren im dreifach-additiven Modus gemessen. Die Analyse mittels HeCd-Laser erfolgte mit Hilfe eines optischen Bypasses in der Endstufe des Spektrometers. Die spektrale Auflösung der beiden Konfigurationen betrug $0,3 \text{ cm}^{-1}$ bzw. $0,7 \text{ cm}^{-1}$.

Abbildung 6.16 zeigt die, bei einer Anregungswellenlänge von $\lambda_{\text{Laser}} = 325 \text{ nm}$ gemessenen, Ramanbanden für verschiedene Krateroberflächen. Infolge der geringen Wechselwirkungstiefe dieser Anregung konnte für Krater mit hoher Amorphisierung der Oberfläche (Bestrahlung mit Ga^+ bzw. Bi^+) keine Ramanbanden bei 521 cm^{-1} gemessen werden. Diese wurden erst durch eine Anregung von $\lambda_{\text{Laser}} = 488 \text{ nm}$ messtechnisch zugänglich. Die auf die Referenzpositionen bezogenen Verschiebungen der Banden sind in allen betrachteten Fällen sehr gering. Für Oberflächen nach Beschuss mit Ar^+ , O_2^+ , Cs^+ und Bi^+ -Ionenstrahl sind diese sogar unterhalb der spektralen Auflösungsgrenze der jeweiligen Spektrometerkonfiguration. Werden die Verschiebungen, wie sie im Falle von Ga^+ gemessen werden konnten, unter der Annahme eines *einachsigen Spannungszustands* in Eigenspannungen überführt, so ergeben sich Werte $< 350 \text{ MPa}$ [187].

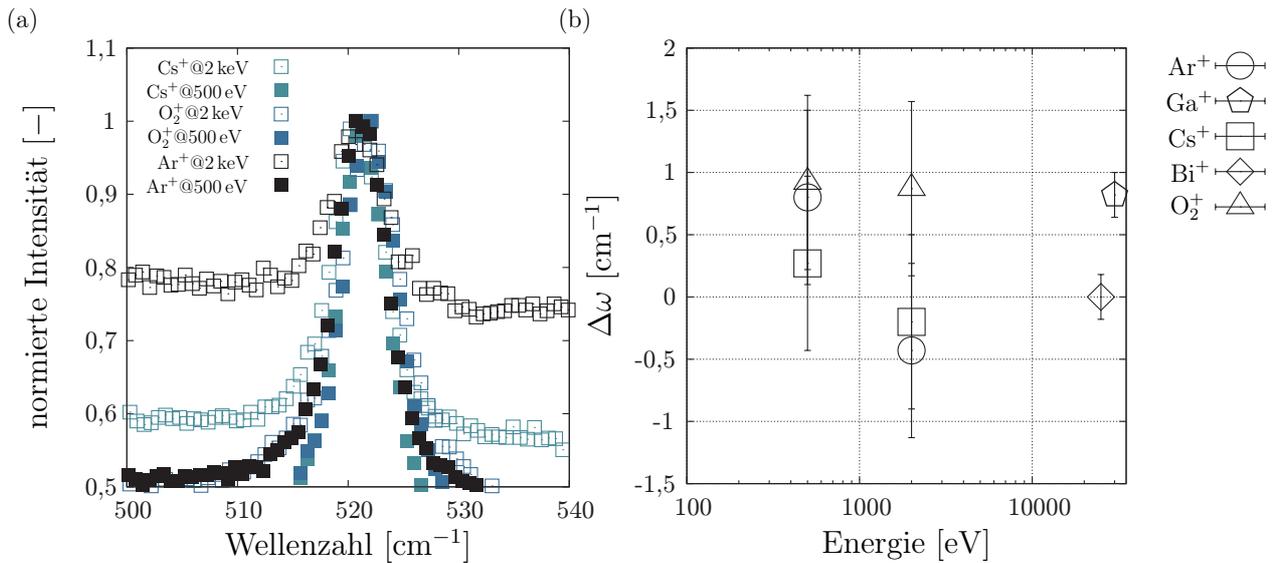


Abb. 6.16: Ramanspektren von Krateroberflächen, welche durch Beschuss mit verschiedenen Ionenspezies und Primärenergien erzeugt wurden. Die Anregungswellenlänge der in (a) gezeigten Spektren betrug $\lambda_{\text{Laser}} = 325 \text{ nm}$. Die auf Referenzspektren bezogene Verschiebung der Ramanbanden (b) ist in allen betrachteten Fällen nahe der spektralen Auflösungsgrenze der jeweiligen Spektrometerkonfiguration.

6.1.5 Molekulardynamische Simulation der Ionen-Festkörper-Wechselwirkung

Die deterministische Beschreibung der Wechselwirkung des einfallenden Ions mit den Atomen der Kristallstruktur erfolgte mit Hilfe *molekulardynamischer Simulationen* (kurz MD). Hierfür wurden die Trajektorien verschiedener Primärionenspezies, welche unter einem Winkel von 45° auf die (001)-Oberfläche eines Silizium-Gitters gelangten, berechnet und deren Einfluss auf die Oberfläche der Kristallstruktur bestimmt. Die Modellierung der Wechselwirkung benachbarter Silizium-Atome erfolgte dabei unter Verwendung eines *Tersoff III*-Potentials, die des einfallenden Ions mit den Atomen des Silizium-Gitters mithilfe eines *Ziegler-Biersack-Littmark* Potentials (kurz ZBL). Die Dissipation der Stoßenergie erfolgte mittels *Langevin-Thermostat*, wodurch alle Atome, welche sich in einer Umgebung von 1,8 nm parallel zur Trajektorie des penetrierenden Ions befanden, auf eine Temperatur von 300 K erhitzt wurden. Der zugehörige Verlustfaktor ergab sich direkt aus der Debye-Frequenz von Silizium zu $0,044 \text{ fs}^{-1}$. Die numerische Integration erfolgte mittels dynamisch angepasster Zeitschritte, wobei die maximale, pro Berechnungsschritt auftretende Verschiebung $0,05 \text{ \AA}$ betrug. Der exakte Auftreffpunkt eines jeden einfallenden Ions wurde zufällig variiert und die zugehörige

Trajektorie für 15 ps verfolgt. Die lokale Kristallstruktur wurde mithilfe der charakteristischen Koordination Q_i des i -ten Atoms gemäß

$$Q_i^{(l)} = \frac{1}{Z_i} \left(\sum_{j \neq i} \sum_{k \neq i} P^{(2l)} \cos \theta_{jik} \right)^{1/2} \quad (6.1)$$

($P^{(l)}(x)$ -Legendrepolynom, Z_i -lokale Koordination des i -ten Atoms) bestimmt [188]. Summation erfolgte hierbei in einer Nachbarschaft von $2,6 \text{ \AA}$. Ein Atom befand sich per Definition in einer Diamantstruktur, sofern für dessen kartesischen Abstand $|Q - Q_D| < 0,2$ galt ($Q_D^{(l=1..6)} = (0, 0; 0, 509; 0, 629; 0, 213; 0, 650; 0, 415)$ -charakteristische Koordinaten der Diamantstruktur). Die Grenze zwischen der amorphen Schicht und dem ungestörten Kristall wurde als die Position angenommen, an welcher die Anzahl in ungestörter Umgebung befindlicher Atome 50 % betrug.

Den Ausgangspunkt aller Simulationen bildeten perfekte Kristallvolumina der Größe $10,9 \text{ nm} \times 5,4 \text{ nm} \times 24,9 \text{ nm}$, deren (001)-Oberfläche unter einem Winkel von 45° mit Ionen der jeweiligen Spezies beschossen wurde. Wie in Abb. 6.17 für den Einfall von Cäsium-Ionen bei $E = 2 \text{ keV}$ veranschaulicht, resultierte hieraus neben der strukturellen Schädigung auch eine Zerstäubung der Oberfläche. Ausgedehnte Defekte im Volumen konnten, im Gegensatz zu einem hohen Maß an Implantation, nicht festgestellt werden. Für alle betrachteten

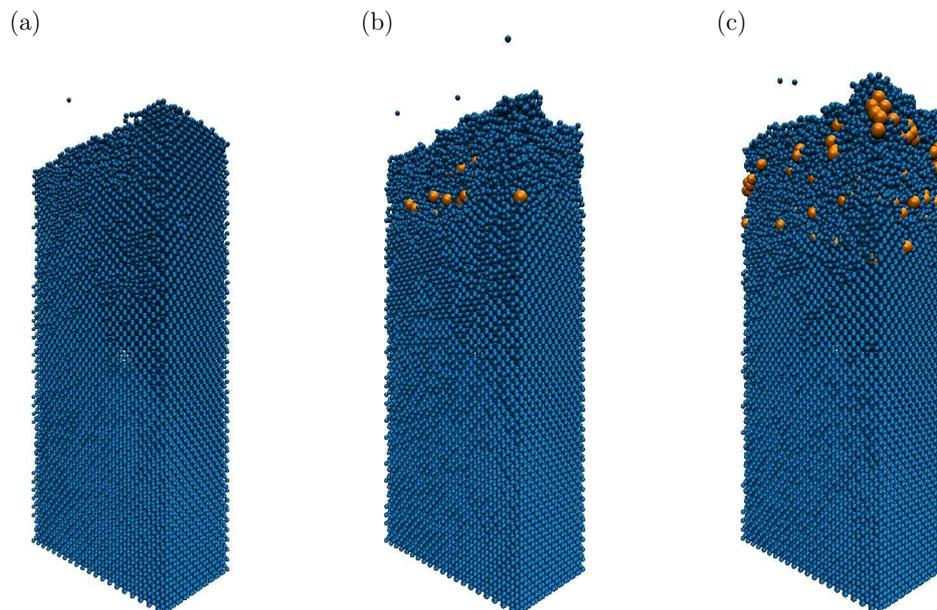


Abb. 6.17: Momentaufnahmen eines Silizium-Kristalls während des Beschusses mit (a) 10, (b) 100 und (c) 1000 Cäsium-Ionen bei einer Energie von $E = 2 \text{ keV}$ (MD-Simulation). Die unter einem Winkel von 45° auf die (001)-Oberfläche treffenden Ionen bewirken sowohl eine Amorphisierung als auch eine Zerstäubung der Oberfläche.

Ionenspezies ergibt sich nach einer gewissen Anzahl an Schüssen ein Gleichgewicht zwischen

Zerstäubung und Amorphisierung (siehe Abb. 6.18). Infolgedessen verschiebt sich die Grenzfläche zwischen geschädigter Schicht und Volumen im gleichen Maß in dem die Oberfläche zerstäubt wird. Die durchgeführten Simulationen belegen einen signifikanten Einfluss der Primärenergie auf die Dicke der geschädigten Schicht bzw. den Sputteryield. Die größten Amorphisierungsdicken konnten hierbei bei Beschuss durch Ar^+ - Ionen der Energie 2 keV bestimmt werden, die geringsten für den Fall von Cs^+ - Ionen bei 100 eV. Auch aus dem Beschuss mit Cs^+ - Ionen der Energie 2 keV resultieren nur geringe Schädigungstiefen.

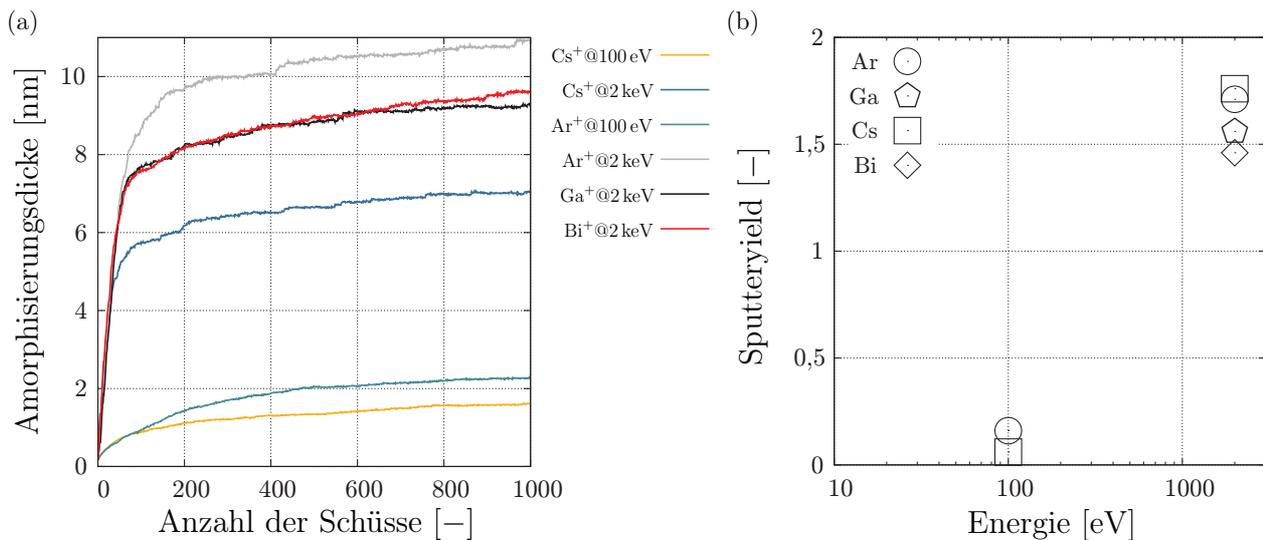


Abb. 6.18: Graphische Darstellung der Ergebnisse der MD-Simulationen für verschiedene Ionenspezies und Primärenergien: (a) Fortschritt der Amorphisierung in Abhängigkeit von der Anzahl eingefallener Ionen und (b) Sputteryield.

6.1.6 Bildqualität

Die Homogenität und Defekttiefe einer mittels Kathodenstrahlzerstäubung erzeugten Probenoberfläche kann nur als notwendiges Kriterium für deren Qualität angesehen werden. Im Hinblick auf die Anwendbarkeit der Elektronenrückstreubeugung ist vielmehr die resultierende Qualität der Beugungsbilder das entscheidende Maß. Aus diesem Grund wurden ionenstrahlerodierte Silizium-Oberflächen mittels Elektronenrückstreubeugung vermessen und die jeweilige Bildqualität der aufgenommenen Pattern analysiert (Abb. 6.19). Betrachtet man zunächst die Güte der Beugungsbilder in Abhängigkeit von der Primärenergie der Sputterspezies, so kann im Fall steigender Energie eine Reduktion des Parameters Q_{LS} festgestellt werden. Ein signifikanter Einfluss der Ionenspezies konnte dabei nur für Energien >500 eV festgestellt werden. Auffällig ist insbesondere die hohe Bildqualität für Krateroberflächen, welche mittels Ar^+ und Cs^+ -Ionen erzeugt wurden. Entgegengesetzte experimentelle Befunde ergaben sich für Oberflächen nach Beschuss mit höherenergetischen O_2^+ bzw. Bi^+ -Ionen, deren zugehörige Bildqualität infolge von Abschattungen (Sauerstoff) bzw. ausgedehnter

struktureller Defekte (Bismut) deutlich reduziert waren. Darüber hinaus konnte nach Beschuss mit Sauerstoff-Ionen bei höheren Primärenergien und Dosisdichten $\propto 10^{19} \text{ cm}^{-2}$ eine erhöhte Streuung der Messwerte festgestellt werden.

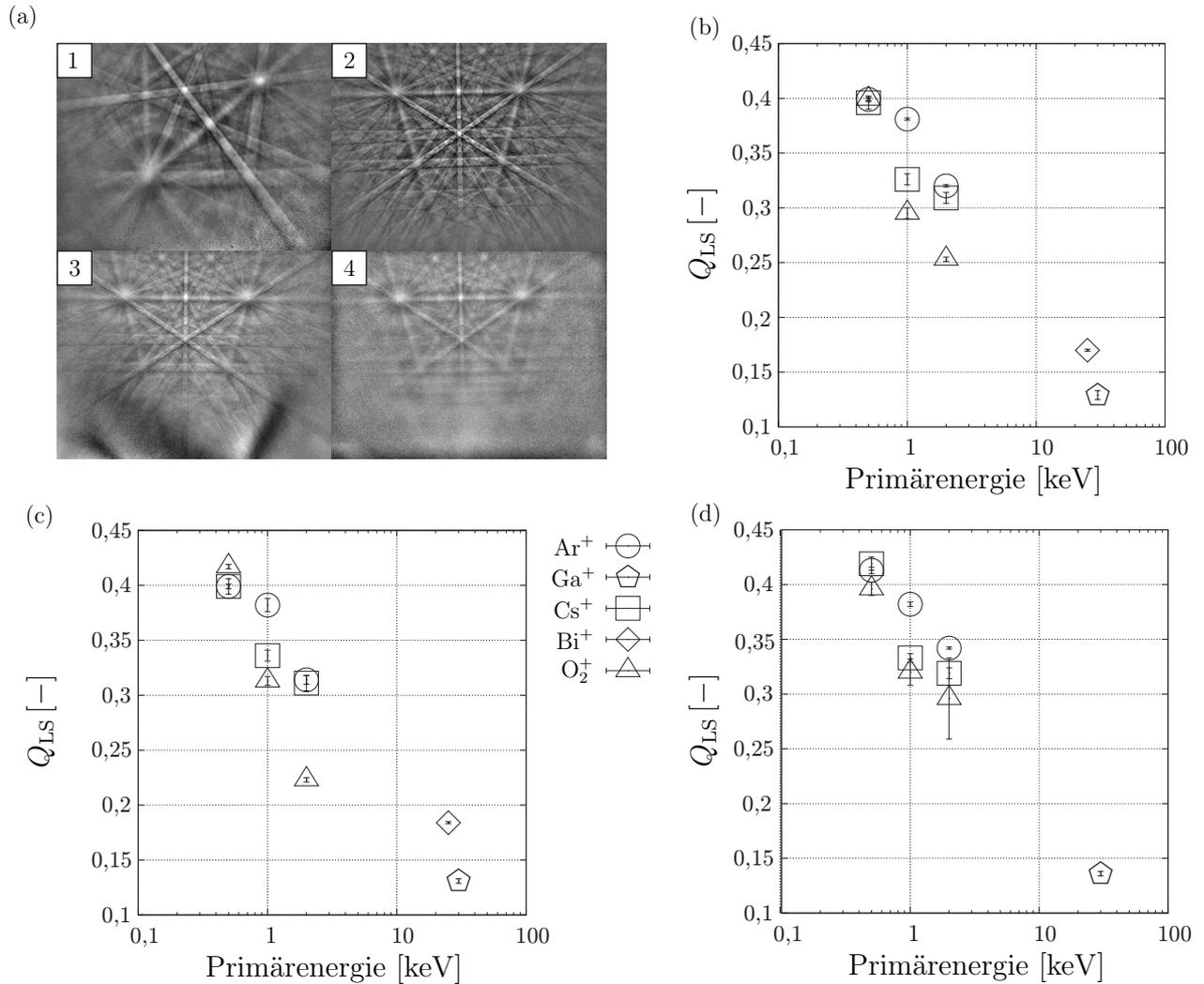


Abb. 6.19: Vergleichende Darstellungen der Beugungsbildqualität mittels Ga⁺ (1), Cs⁺ (2), O₂⁺ (3) und Bi⁺ erodierter Silizium-Oberflächen. Die zugehörigen Werte der Bildqualität Q_{LS} resultieren aus Messungen von Krateroberflächen, welche bei Dosisdichten von $\Phi \propto 10^{17} \text{ cm}^{-2}$ (a)-(b), $\Phi \propto 10^{18} \text{ cm}^{-2}$ (c)-(d) und $\Phi \propto 10^{19} \text{ cm}^{-2}$ (e)-(f) erzeugt wurden.

Vergleicht man die Beugungsbilder von Silizium-Oberflächen, welche durch senkrechten Beschuss mit Ga⁺ bei einer Energie von 30 keV erzeugt wurden mit denen aller übrigen Experimente, so ergibt sich für alle betrachteten Primärionen-Dosisdichten eine Abweichung von der zu erwartenden (001)-Orientierung (Abb. 6.19a-1). Die punktweise bestimmten Orientierungen variieren zudem von Messpunkt zu Messpunkt, wodurch die zugrundeliegende Kristallstruktur polykristallin sein muss. Die zugehörige Qualität der Beugungsbilder ist hierbei gering, da typischerweise Ausläufer mehrerer Beugungsbilder zum jeweiligen Pattern beitragen. Die aufgezeichneten Beugungsbilder zeigten eine kubische Kristallsymmetrie.

6.2 Analyse des Verzerrungszustands einer Strained Silicon on Insulator-Schicht

Das Anwendungspotential kombinierter Ionenstrahlpräparation und Verzerrungsanalyse mittels EBSD soll nachfolgend am Beispiel einer unstrukturierten, verspannten Silizium-Dünnschicht demonstriert werden. Der prinzipielle Aufbau des betrachteten Mehrschichtsystems ist in Abb. 6.20 gezeigt. Für dessen Herstellung wurde zunächst eine 60 nm dicke Silizium-Schicht auf einer SiGe Substratschicht abgeschieden und anschließend mittels Smart CutTM-Prozess [189] auf einen Silizium-Kristall mit darauf befindlicher SiO₂-Schicht (engl. Silicon on Insulator kurz SOI) transferiert. Sowohl das 525 μm dicke Substrat, als auch die auf dem amorphen Siliziumdioxid befindliche Strained Silicon-Schicht (kurz sSOI) waren in [001]-Richtung orientiert.

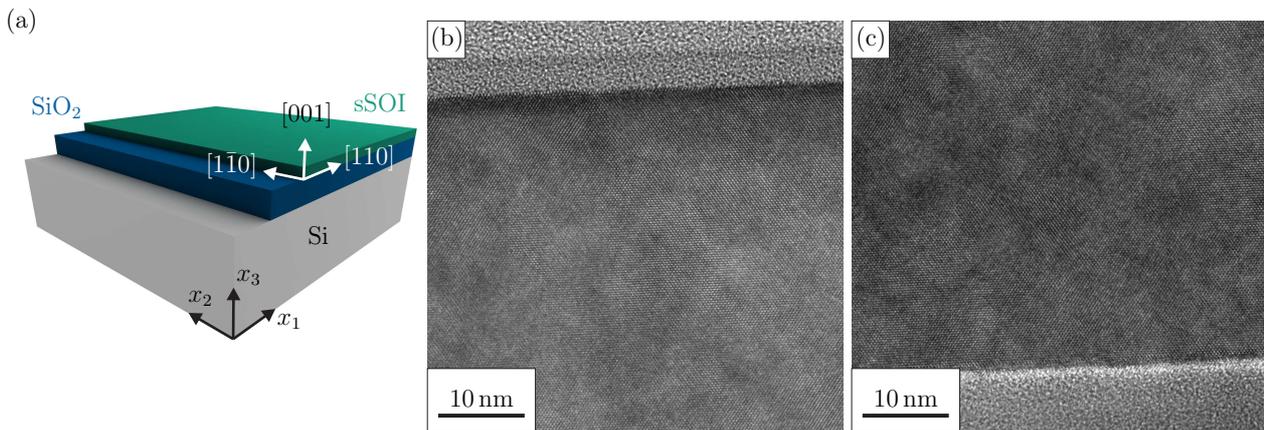


Abb. 6.20: Schematische Darstellung des analysierten sSOI-Schichtsystems (a) sowie HREM-Abbildungen der Grenzfläche sSOI/Luft (b) bzw. sSOI/SiO₂ (c).

Damit die Struktur überhaupt mittels Elektronenrückstreubeugung analysiert werden konnte, wurde das unverspannte Silizium-Substrat durch niederenergetisches Sputtern mittels Cs⁺-Ionenstrahl bei einer Energie von 2 keV freigelegt. Die Kontrolle des Abtragprozesses erfolgte hierbei durch sequentielle Analyse der chemischen Zusammensetzung der exponierten Oberfläche in Form eines TOF-SIMS-Tiefenprofils (Abb. 6.21a). Um die verstärkte strukturelle Schädigung der Kristallstruktur durch den unvermeidlichen Beschuss mit höherenergetischen Bi⁺-Ionen im letzten Sputter-/Analyse-Zyklus zu entfernen, wurde die entstandene Kavität durch kurzzeitige Bestrahlung mit Cs⁺-Ionen überpoliert. Der auf diese Weise entstandene Krater der Größe 350 μm \times 350 μm \times 500 nm ist durch einen ebenen Boden und flach ansteigende Seitenwände gekennzeichnet (Abb. 6.21b). Die Qualität der Beugungsbilder, welche sich im Bereich des freigelegten Substrats und des umgebenden Strained Silicon für Beschleunigungsspannungen von 10 kV, 20 kV und 30 kV ergibt ist in Abb. 6.22 vergleichend dargestellt. Es ist festzustellen, dass für alle drei Messbedingungen augenscheinlich

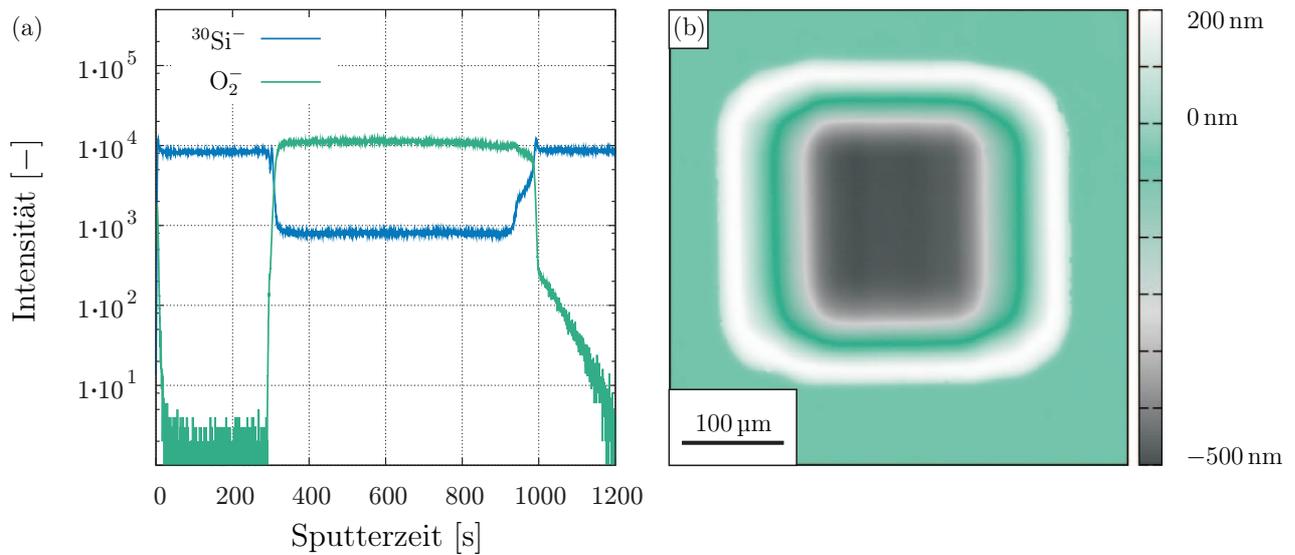


Abb. 6.21: TOF-SIMS Tiefenprofil (a) und Oberflächentopographie (b) eines Sputterkraters zur Freilegung einer unverspannten Referenzposition.

scharfe und kontrastreiche Beugungsbilder gemessen werden konnten. Da die flachen Seitenwände des Sputterkraters auch das per se verborgene, amorphe SiO_2 einer Messung zugänglich machen, ergeben sich in den jeweiligen Verteilungsdarstellungen ebenso Bereiche mit sehr geringer Bildqualität (hier grau). Bedingt durch die hohe Oberflächensensitivität der Elektronenrückstreubeugung können ferner auch Strahlungsschäden abseits des eigentlichen Kraters nachgewiesen werden. Für die Analyse des Verzerrungszustands der verspannten Si-

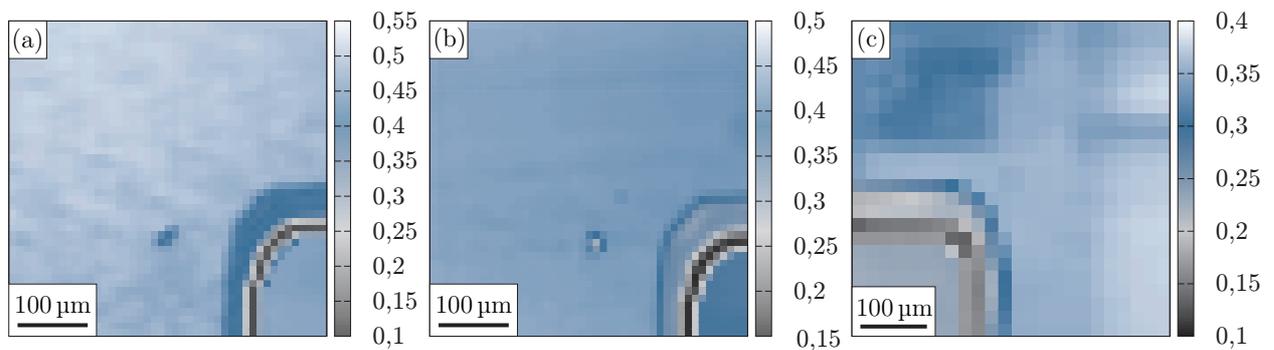


Abb. 6.22: Pattern-Qualität Q_{LS} einer Strained Silicon Schicht für Beschleunigungsspannungen von (a) 30 kV (b) 20 kV und (c) 10 kV. In allen betrachteten Fällen konnte eine hohe Qualität der Beugungsbilder sowohl innerhalb der Schicht, als auch im Bereich der freigelegten Referenzposition gemessen werden.

litzium-Schicht wurden Linienscans bei unterschiedlichen Beschleunigungsspannungen beginnend im freigelegten Substrat durchgeführt. Die zugehörige Qualität der Beugungsbilder und der mittlere normierte Kreuzkorrelationskoeffizient sind in Abb. 6.23 dargestellt. Vergleicht man hierbei die gemessenen Verläufe, so können signifikante Unterschiede in der Sensitivität der einzelnen Qualitätsparameter festgestellt werden. Während mittels Summation im

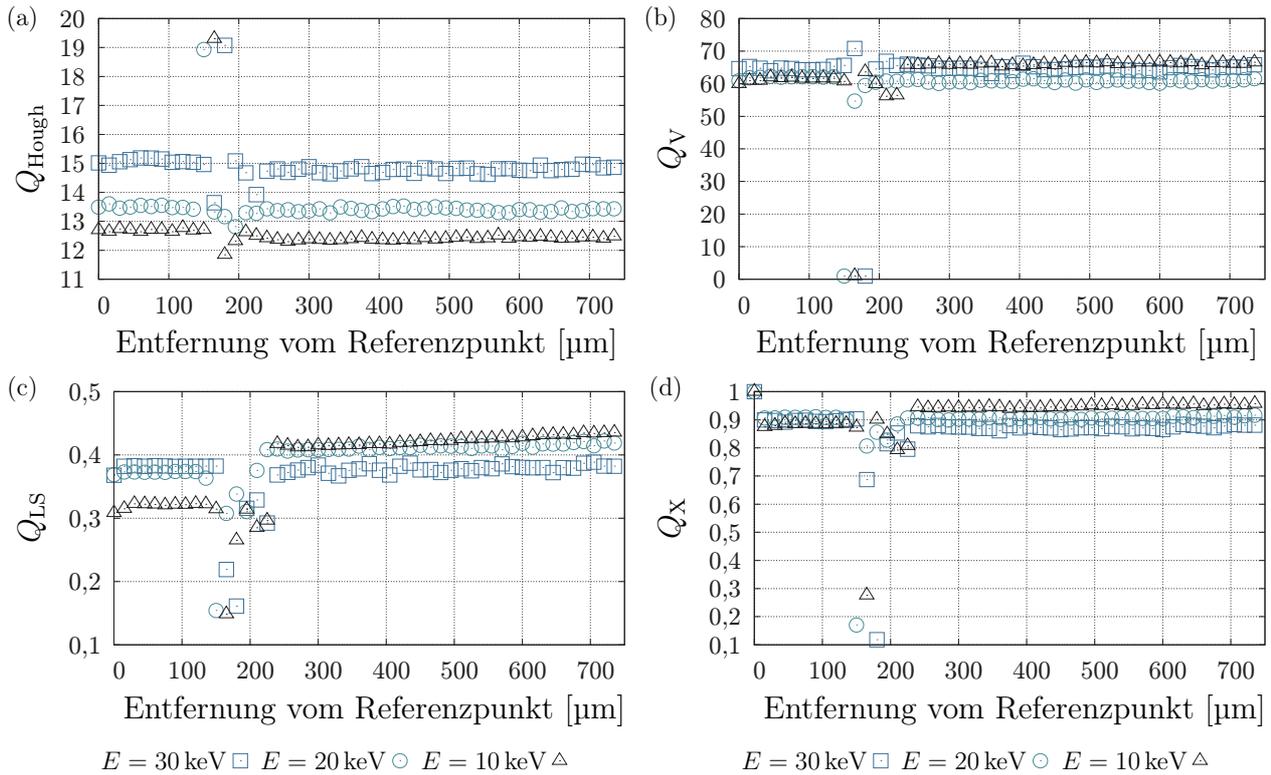


Abb. 6.23: Qualität der Beugungsbilder (a)-(c) und mittlerer normierter Kreuzkorrelationskoeffizient (d) entlang eines Linescans auf einer sSOI-Schicht.

Houghraum (Q_{Hough}) nur Kontrastunterschiede infolge der unterschiedlichen Anregungsbedingungen unterschieden werden können, ermöglicht die Uniformität des Leistungsspektrums (Q_{LS}) auch die Unterscheidung zwischen der Ionenstrahlpräparierten Referenzposition und der Oberflächenschicht. Gleiches gilt für den mittleren normierten Kreuzkorrelationskoeffizienten (Q_X) bzw. die Varianz der Grauwertverteilung (Q_V), wenngleich deren Sensitivität geringer ausfällt. Die hohe Korrelation zwischen Q_{LS} und den berechneten Komponenten des Verzerrungstensors ist in Abbildung 6.24 für den Fall von ε_{11} dargestellt. Betrachtet man die mittels EBSD gemessenen Normalverzerrungen der verspannten Dünnschicht, so ist festzustellen, dass der biaxiale Verzerrungszustand für jeden einzelnen Messpunkt und bei jeder Beschleunigungsspannung korrekt wiedergegeben wird (Abb. 6.25). Die positiven Werte der Komponenten ε_{11} und ε_{22} spiegeln dabei die Streckung des Silizium-Gitters auf Grund der kleineren Gitterkonstante des virtuellen SiGe-Substrats wider. Im Gegensatz hierzu entspricht die Verzerrung ε_{33} einer Kompression des Kristallgitters entlang der Probennormale. Da im Übergangsbereich des Kraters infolge der reduzierten Qualität der Beugungsbilder fehlerhafte Verschiebungen berechnet werden, wurden diese Punkte per Schwellwertoperation für den Parameter Q_{LS} von der Analyse ausgeschlossen. Wie aus Abb. 6.25 ersichtlich, unterscheiden sich die gemessenen Verzerrungen in Abhängigkeit von der Wechselwirkungstiefe der einfallenden Elektronen. So sind die berechneten Verzerrungen, auf Basis von Experi-

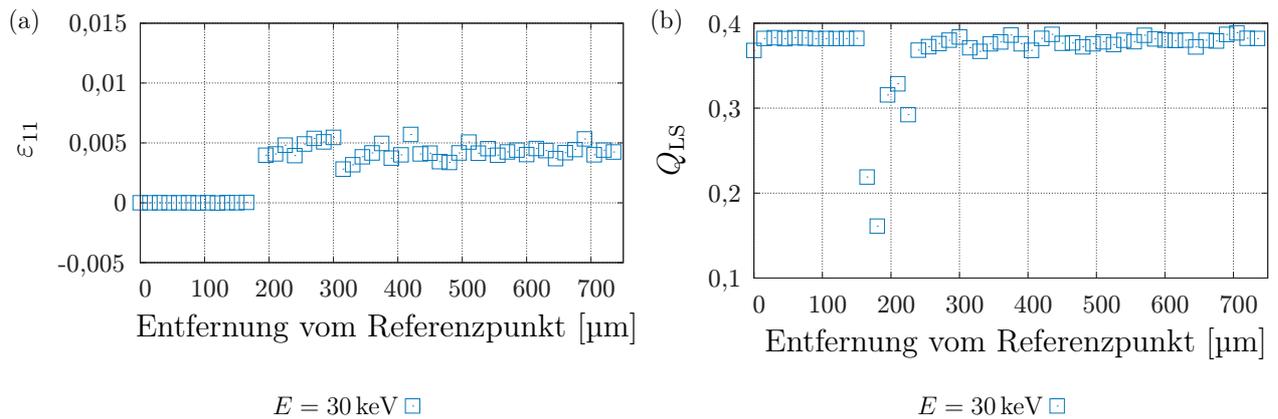


Abb. 6.24: Vergleich der, mittels EBSD bestimmten, Normalverzerrung ϵ_{11} und der Bildqualität Q_{LS} der analysierten Beugungsbilder. Die Skalierung in (a) wurde so gewählt, dass extreme Ausreiser im Bereich der freigelegten Oxidschicht zu Gunsten besserer Lesbarkeit aller anderen Punkte nicht abgebildet werden.

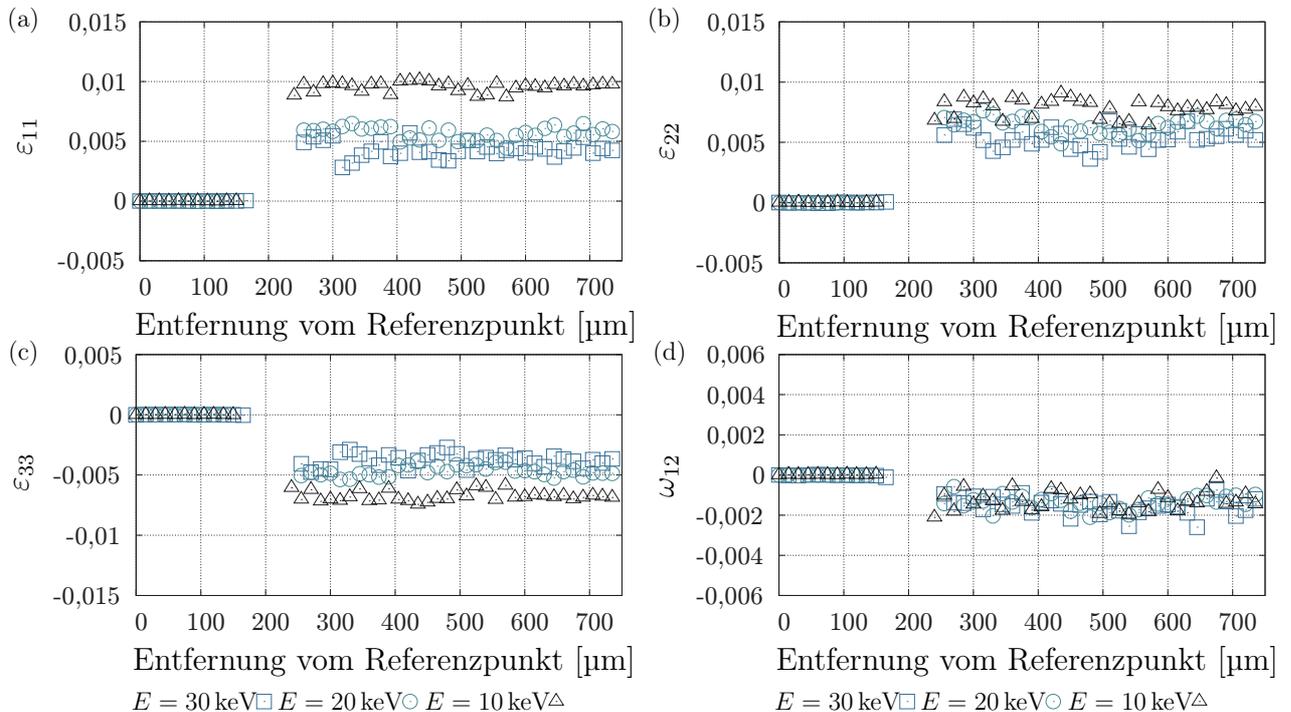


Abb. 6.25: Normalverzerrungen (a)-(c) und Rotation (d) einer sSOI-Schicht welche entlang eines Linescans bei Primärenergien von $E = 10 \text{ keV}$, $E = 20 \text{ keV}$ und $E = 30 \text{ keV}$ bestimmt wurden.

menten bei Primärenergien von $E = 10 \text{ keV}$ höher als die bei $E = 30 \text{ keV}$ bzw. $E = 20 \text{ keV}$. In jedem Fall liegen die Standardabweichungen der einzelnen Normalverzerrungen in der Größenordnung von 10^{-4} und somit eine Größenordnung geringer als deren Mittelwerte. Da mit Hilfe der angewandten Methode neben Aussagen bezüglich der Verzerrungen auch Erkenntnisse über etwaige Rotationen des Kristallgitters relativ zum Referenzpunkt gewonnen können, war es im Rahmen der durchgeführten Analysen ferner möglich, eine geringfügige

Rotation ω_{12} der verspannten Schicht experimentell nachzuweisen. Diese Rotation konnte für alle betrachteten Elektronenenergien bestätigt werden. Sie entspricht einer Rotation um die Probenormale.

7 Diskussion

7.1 Anwendbarkeit der „Pattern-Shift“ Methodik

Nachfolgend sollen mögliche Anwendungsbereiche der EBSD basierten Eigenspannungsmessung ionenstrahlpräparierter Silizium-Oberflächen diskutiert werden. Hierfür werden den Resultaten der in Abschnitt 6.2 vorgestellten Verzerrungsanalysen zunächst Ergebnisse aus Raman- und XRD-Untersuchungen gegenüber gestellt. Anschließend werden die Möglichkeiten des Einsatzes simulierter Referenzpattern sowie Vor- und Nachteile verschiedener Strategien zur Datenaufnahme diskutiert.

7.1.1 Vergleichsmessungen

Wie in Abschnitt 5.1.2 für den Fall dynamisch simulierter Beugungsbilder gezeigt, kann mit Hilfe der „Pattern-Shift“-Methodik der Verzerrungszustand einer Kristallstruktur mit großer Exaktheit quantifiziert werden. Vergleichbare Studien auf Grundlage experimenteller Beugungsbilder bedürfen entweder geeigneter in-situ Prüfexperimente (z.B. Dreipunkt- oder Vierpunktbiegeversuch, Zug-Druckversuch) oder aber eines gezielten *strain engineering*s spezieller Modellproben. Die praktische Umsetzung kann in beiden Fällen als außerordentlich aufwendig angesehen werden. Gründe hierfür sind u.a. die veränderliche Probengeometrie und unzureichende Zustellgenauigkeit bzw. unvermeidbare Prozessvariationen und Relaxationseffekte.

Die Tauglichkeit einer Analysetechnik kann auch durch geeignete Vergleichsmessungen validiert werden. Im vorliegenden Fall wurde die, in Abschnitt 6.2 betrachtete, sSOI-Schicht zusätzlich mittels Ramanspektroskopie und hochauflösender Röntgenbeugung analysiert. Die in Abhängigkeit von der Anregungswellenlänge detektierten Ramanbanden sind in Abb. 7.1a dargestellt. Die geänderte Gitterkonstante der oberflächlichen Dünnschicht bedingt hierbei eine zusätzliche Bande bei verringerter Wellenzahl, deren Intensität je nach Anregungswellenlänge variiert. Die Ursache hierfür liegt im unterschiedlichen Informationsvolumen begründet infolgedessen die verspannte Oberfläche bei Messung mit kürzerer Anregungswellenlänge stärker zum Signal beiträgt, als im Fall langwelligerer Anregung. Die Position der jeweiligen Ramanbanden bezogen auf das Referenzsignal bei 521 cm^{-1} blieb hiervon unbeeinflusst.

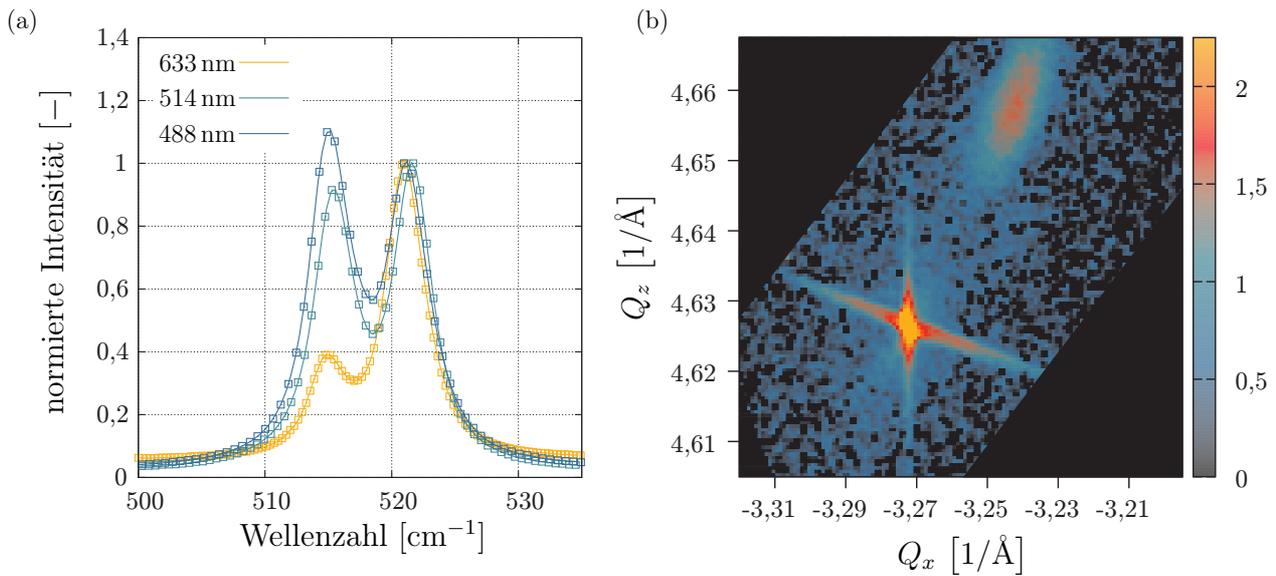


Abb. 7.1: Ramanspektren und XRD Reciprocal Space Mapping einer Strained Silicon on Insulator Schicht (siehe Abschnitt 6.2). Aus der, im Verhältnis zum Substrat geänderten, Gitterstruktur der Oberflächenschicht resultiert eine zusätzliche Ramanbande, deren Intensität je nach Anregungswellenlänge variiert (a). Auch im Fall der röntgenographischen Analyse anhand des asymmetrischen 224-Reflexes können die strukturellen Unterschiede zwischen Substrat (starker Peak) und verspannter Schicht (schwächerer Peak) klar diskriminiert werden (b).

Die röntgenographische Analyse des Schichtsystems erfolgte anhand von Reciprocal Space Mappings des symmetrischen 004-Reflexes sowie des asymmetrischen 224-Reflexes (siehe Abb. 7.1b). Die im Verhältnis zum Substrat geänderte Gitterstruktur der Oberflächenschicht resultiert hierbei in einem zusätzlichen Nebenmaximum geringerer Intensität, dessen Lage keiner pseudomorphen, sondern vielmehr der einer relaxierten Schicht entspricht. Dieser Umstand ist unmittelbar verständlich, da die verspannte Schicht nicht auf dem Substrat aufgewachsen, sondern nur darauf transferiert worden ist.

Vergleicht man die mittels Ramanspektroskopie, Röntgenbeugung und EBSD bestimmten Werte der *in-plane* Verzerrung ε_{11} , so ist zunächst festzustellen, dass alle drei Messmethoden die vorhandene tetragonale Verzerrung der sSOI-Schicht korrekt wiedergeben (siehe Tabelle 7.1). Da die Analyse mittels XRD per se einer Mittelung über die gesamte Struktur entspricht, entfällt die Angabe der Standardabweichung. Die mittels Elektronenrückstreuung im Rahmen der Messunsicherheit ermittelten Werte stimmen sehr gut mit den Ergebnissen der Röntgenbeugungsexperimente überein. Die schlechtere Übereinstimmung mit Ramanmessungen kann als Folge der dort, bei der Berechnung getroffenen, Vereinfachungen angesehen werden.

Neben der Quantifizierung von Verzerrungen ermöglicht die EBSD basierte „Pattern-Shift“ Methodik zusätzlich Aussagen über die Rotation des Kristallgitters relativ zum unverspannten Referenzpunkt. Vergleichbare Aussagen auf Grundlage der obig beschriebenen

Tabelle 7.1: Vergleich der mittels Ramanspektroskopie, XRD und Elektronenrückstreuung bestimmten Gitterverzerrung ε_{11} einer 60 nm dicken sSOI-Schicht. Mittelwert und Standardabweichung der Ramanmessungen beziehen sich hierbei auf Analysen bei einer Anregungswellenlänge von 488 nm, die der EBSD-Messungen auf eine Beschleunigungsspannung von 30 kV.

Raman	XRD	EBSD
$6,1 \times 10^{-3} \pm 2 \times 10^{-4}$	$4,4 \times 10^{-3}$	$4,3 \times 10^{-3} \pm 6 \times 10^{-4}$

XRD- und Raman-Messungen sind nicht möglich. Ungeachtet dessen konnte die in Abschnitt 6.2 beschriebene Rotation der analysierten Schicht mit Hilfe gesonderter XRD *Rocking-Kurven* experimentell abgeschätzt werden. Eine exakte Vermessung durch entsprechende Experimente mit breitbandiger Röntgenanregung [190] konnten leider nicht durchgeführt werden. Die mittels XRD gemessene Verdrehung zwischen verspannter Schicht und Substrat stimmt im Rahmen der Messunsicherheit ebenfalls gut mit den Ergebnissen der EBSD Analysen überein (siehe Tab. 7.2). Sie kann als Folge einer geringfügigen Abweichung in der Ausrichtung der beiden Silizium-Scheiben während des Schichttransfers verstanden werden.

Tabelle 7.2: Vergleich der mittels XRD und Elektronenrückstreuung bei 30 kV bestimmten Rotation ω_{12} einer 60 nm dicken sSOI-Schicht.

EBSD	XRD
$0,86^\circ \pm 0,02^\circ$	$0,67^\circ \pm 0,14^\circ$

Vergleicht man die Ergebnisse der XRD- und Ramanmessungen mit EBSD-Messungen bei einer Beschleunigungsspannung von 10 kV, so ist deren Übereinstimmung geringer. Die Ursache hierfür liegt in der, im Verhältnis zur sSOI-Schicht schlechteren, Bildqualität im Bereich der Ionenstrahlpräparierten Referenzposition, infolge derer größere Ungenauigkeiten bei der Kreuzkorrelation entstehen. Da der Effekt von Gitterstörungen auf Kontrast und Rauschen der einzelnen Pattern mit geringerer Wechselwirkungstiefe zunimmt, ist dieses Ergebnis unmittelbar verständlich. Er zeigt gleichzeitig, dass die Ionenstrahlpräparation einer Oberfläche nicht gänzlich ohne Einfluss auf das Ergebnis der Verzerrungsmessung ist. Die große Oberflächenempfindlichkeit der Elektronenrückstreuung kann auch als wesentliche Ursache für die vorhandene Streuung der einzelnen Messwerte angesehen werden. Sie lag im Rahmen der zuvor beschriebenen Messungen mit 6×10^{-4} geringfügig höher als für Messungen von SiGe in der Literatur beschrieben [11]. Ungeachtet dessen bestätigen die durchgeführten Messungen sowohl die große Genauigkeit, als auch Reproduzierbarkeit der kombinierten Ionenstrahlpräparation und Verzerrungsmessung mittels Elektronenrückstreuung.

7.1.2 Referenzbilder

Die Notwendigkeit einer unverspannten Referenzposition identischer Orientierung beschränkt die Anwendbarkeit der „Pattern-Shift“ Methodik zunächst auf einkristalline Materialsysteme. Auch die Forderung nach bestmöglicher Qualität der Beugungsbilder kann üblicherweise nur für Materialien mit geringer Defektdichte, wie beispielsweise durch Einkristalle, erfüllt werden. Wenngleich beiden Randbedingungen im Bereich klassischer Strukturmechanik nur schwer entsprochen werden kann, so existiert im Bereich der Silizium-basierten mikromechanischen Systeme und integrierten Halbleiterschaltungen doch eine Vielzahl praktisch relevanter Probensysteme, welche mittels „Pattern-Shift“ Methodik hinsichtlich ihres Verzerrungszustandes analysiert werden können.

Beschränkt man die Analyse auf den grundsätzlichen Nachweis von Verformungsgradienten oder aber die Dichte *geometrisch notwendiger Versetzungen*, so entfällt die Notwendigkeit absoluter Referenzwerte, wodurch auch einzelne Körner polykristalliner Materialien untersucht werden können [191]. Die grundsätzliche Limitierung der Kreuzkorrelations-basierten Patternanalyse ist in diesen Fällen jedoch nicht ausschließlich an das Fehlen ausgezeichneter Referenzpunkte geknüpft. Vielmehr resultiert aus der üblicherweise erhöhten Versetzungsdichte plastisch verformter Bereiche eine Reduktion der zugehörigen Patternqualität, infolgedessen sich die Genauigkeit der Korrelationsanalyse verringert. Die Ursache hierfür liegt in der fehlenden Invarianz der Kreuzkorrelation gegenüber Änderungen der Bildkontraste und Bildhelligkeit begründet. Demnach resultieren auch aus vergleichsweise geringen Änderungen der Bildqualität, wie am Beispiel der analysierten sSOI-Schicht im Randbereich des Sputterkraters ersichtlich (Abb. 6.22), Unterschiede bei der Berechnung der Position des Korrelationsmaximums. Diese Tatsache stellt gleichsam eine grundsätzliche Limitierung bei der Verwendung simulierter Referenzbilder dar, deren Einsatz im Rahmen der EBSD-basierten Verzerrungsanalyse derzeit kontrovers diskutiert wird [192][172][193][194]. Auch in diesen Fällen ist davon auszugehen, dass der ungleiche Bildkontrast des simulierten Referenzbildes im Vergleich zu den experimentellen Beugungsbildern zu einer verminderten Genauigkeit der Kreuzkorrelation führt. Das Ausmaß der Abweichung sollte hierbei maßgeblich von der qualitativen Übereinstimmung der berechneten Pattern bestimmt sein. Demnach kann für den Fall dynamisch simulierter Pattern ein geringerer Fehler erwartet werden als beispielsweise im Fall kinematisch simulierter Beugungsbilder (siehe auch [194]). Ein möglicher Lösungsansatz könnte in der Faltung dynamisch simulierter Beugungsbilder mit einer geeigneten Detektorfunktion bestehen. Da diese nur den Anforderungen der genutzten Bildverarbeitungsprozeduren entsprechen müsste, könnte dabei grundsätzlich auf rein mathematische Modelle zurückgegriffen werden. Eine Faltung mit dem Untergrundsignal der Kamera ist in jedem Falle ungenügend.

Neben Unzulänglichkeiten bei der Verschiebungsmessung mittels Kreuzkorrelation existieren weitere Faktoren, welche dem Einsatz simulierter Referenzpattern widersprechen. Hierzu zählen neben Abbildungsfehlern der Detektoroptik vor allem Messunsicherheiten bei der Bestimmung des Zentrums des Beugungsbildes. Die hieraus resultierenden Fehler in der Verzerrungsanalyse liegen nach [172] und [194] in der Größenordnung von 10^{-3} .

In gewisser Weise führt die Verwendung simulierter Beugungsbilder an den Anfangspunkt der Verzerrungsanalyse mittels EBSD zurück: der Bestimmung von Absolutwerten aus experimentellen Beugungsbildern (siehe Abschnitt 2.2.2). Infolge der damit einhergehenden Fehler unterliegt deren Anwendbarkeit zum derzeitigen Zeitpunkt großen Beschränkungen. Im Gegensatz hierzu ermöglicht die Verschiebungsanalyse auf Grundlage experimenteller Referenzbilder die zuverlässige Quantifizierung des Verzerrungszustands einkristalliner Materialsysteme. Die gute Übereinstimmung mit etablierten Techniken der Eigenspannungsanalyse wurde im vorangegangenen Abschnitt gezeigt.

7.1.3 Aufnahmestrategien

Im Gegensatz zur Präparationsstrategie beeinflusst die Methode, mit der die einzelnen Beugungsbilder aufgenommen werden die erreichbare Genauigkeit der EBSD-basierten Verzerrungsanalyse maßgeblich. Werden verspannte Probenoberflächen durch weitreichende Rasterung des Elektronenstrahls analysiert, so bedürfen die zugehörigen Verschiebungen im Beugungsbild präziser geometrischer Korrekturen auf Grundlage von Kalibriermessungen (siehe Abschnitt 5.1.5). Da diese Korrekturen zunächst nur für identische Kippwinkel gelten, müssen die zu analysierenden Proben in reproduzierbarer Weise auf dem jeweiligen Probenträger und der Probenbühne fixiert werden können. Hierfür wurden im Rahmen der vorliegenden Arbeit spezielle Probenträger mit Langschlitz entwickelt, welche anders als Standard Stifthalter keine zusätzliche Verdrehung oder Verkippung durch Klemmung im Probenhalter erfahren. Neben Einhaltung des Kippwinkels (Rotation um x-Achse) muss bei Einbringung der Probe ferner dafür Sorge getragen werden, dass die x-Achse der Probe und die x-Richtung des rasternden Elektronenstrahls parallel sind. Anderenfalls resultiert aus einer entsprechenden Rasterung des Elektronenstrahls eine zusätzliche Bewegung entlang der Probennormale, welche ihrerseits einer Verschiebung des Zentrums des Beugungsbildes entspricht. Diese Fehlerquelle kann immer dann als kritisch angesehen werden, wenn eine azimutale Rotation der Probe nicht möglich ist. Da die Verwendung vorgekippter Probenhalter exakt diesem Fehlerbild entspricht, wurde ein monolithischer Probenhalter realisiert, welcher mittels selbstzentrierendem Winkel exakt senkrecht zur Kammerwand des verwendeten Elektronenmikroskops ausgerichtet werden kann (siehe Abschnitt 4.1.2).

Grundsätzlich kommen alle zuvor genannten Fehlerquellen nur für große Strahlauslenkungen zum Tragen. Im Falle der hochauflösenden Verzerrungsanalyse mit Rasterlängen $< 2 \mu\text{m}$

kann auf entsprechende geometrische Korrekturen verzichtet werden. Die damit einhergehenden geringeren Abstände einzelner Messpunkte können jedoch ihrerseits zu einer reduzierten Genauigkeit der Verzerrungsmessung infolge oberflächennaher Polymerisation beitragen (siehe Abschnitt 5.1.5). Wenngleich diese Tatsache keine allgemeine Limitierung des Verfahrens darstellt, so beschränkte sie die Durchführung Artefakt freier Messungen im Rahmen der vorliegenden Arbeit doch auf Experimente mit Schrittweiten $\geq 1 \mu\text{m}$.

Bewegt man die Probenbühne zur Aufzeichnung positionsabhängiger Beugungsbilder, so entfällt gleichsam die Notwendigkeit geometrischer Korrekturen. Gleichzeitig wird die erreichbare Ortsauflösung durch die Positioniergenauigkeit des Bewegungssystems definiert. Einer der wesentlichen Vorteile der Elektronenrückstreubeugung -die ausgezeichnete laterale Auflösung im Bereich von 50 nm-wird damit auf wenige Mikrometer reduziert. Wenngleich die ausgezeichnete Tiefenauflösung hiervon unbeeinflusst bleibt, empfiehlt sich diese Aquisitionsstrategie nur für sehr homogene Proben oder große Scanlängen. Eine allgemeine Empfehlung bezüglich der optimalen Aquisitionsstrategie ist nur schwer möglich. Folgt man der Maßgabe größtmöglicher Ortsauflösung, so kann dieser nur mit Hilfe von Beamskans entsprechen werden. Ist hingegen die Ausprägung von Gitterverzerrungen über weite Bereiche einer Probe von Interesse, empfiehlt sich die Analyse mittels Stagescans.

7.1.4 Analyse von Verschiebungen in Beugungsbildern rückgestreuter Elektronen

Grundsätzlich ermöglichen alle im Rahmen der vorliegenden Arbeit vorgeschlagenen Methoden zur Segmentierung der Beugungsbilder eine konsistente Bestimmung von Verschiebungen mit Hilfe der Kreuzkorrelation. Ungeachtet dessen sind die radialsymmetrische und händische Segmentierung der rasterförmigen Selektion von Bildausschnitten vorzuziehen (siehe Abschnitt 5.1.1). Die Begründung hierfür liefert die gnomische Projektion als Schnitt einer Kugel mit einer Ebene, infolgedessen stets schwächere Bildkontraste im Randbereich der Beugungsbilder zu finden sind. Auch wenn dieser Effekt mit Hilfe der sogenannten *dynamischen Untergrundkorrektur*, einem modifizierten Gauss-Profil, augenscheinlich reduziert werden kann, so bleibt die Informationstiefe im Bereich der Bildränder doch geringer. Als vorteilhaft hat sich die Rotation der einzelnen Bildausschnitte gegenüber dem Anfangspunkt erwiesen, da auf diese Weise eine Koplanarität der zugehörigen Ortsvektoren wirkungsvoll verhindert und die Zuverlässigkeit der numerischen Lösung des zugehörigen, überbestimmten Gleichungssystems gesteigert werden kann.

Neben der Verschiebungsmessung auf Grundlage üblicher Beugungsbilder wurde im Rahmen der vorliegenden Arbeit auch die Korrelationsanalyse auf Basis houghtransformierter Bilder untersucht. Da diese ungleich robuster auf veränderliche Bildkontraste reagiert, könnte diese Vorgehensweise vor allem im Fall reduzierter Bildqualität Anwendung finden. Auch

wenn die zugehörige Transformation von Beugungsbildern zum Portfolio nahezu jeder kommerziell verfügbaren EBSD-Software gehört, wurden hierfür eigenständige Berechnungsvorschriften in die Auswertesoftware STRATO implementiert. Dies war notwendig, da die im Rahmen von EBSD-Systemen genutzten Algorithmen üblicherweise eine Skalierung der zugrundeliegenden Beugungsbilder beinhalten. Ist nur die Lage des Maximums im Akkumulator-Array von Interesse, so kann der damit einhergehende Informationsverlust vernachlässigt werden. Da die Genauigkeit der Korrelationsanalyse jedoch auch von der Feinstruktur des Maximums beeinflusst wird, wurde auf entsprechende Vereinfachungen verzichtet. Wie in Abb. 7.2 gezeigt, kann der lineare Zusammenhang zwischen Bildverschiebung und Scanlänge im Fall von Beamscaans entlang einer Silizium-Oberfläche auch für Analysen auf Grundlage von Houghbildern nachgewiesen werden. Dies gilt sowohl für grauwertgewichtete als auch binarisierte Bilder. Da die Berechnung eines kantengefilterten und binarisierten Bildes im Vorfeld der Houghtransformation ebenfalls einem Informationsverlust gleichkommt, erscheint die leicht höhere Streuung der gemessenen Verschiebungen plausibel. Ungeachtet dessen ergeben sich für beide Verfahren nahezu identische mittlere Anstiege. Dass diese nicht mit denen des ursprünglichen Patterns übereinstimmen stellt keinen Fehler dar, sondern lediglich eine unmittelbare Folge der unterschiedlichen Auflösung der jeweiligen Bilder.

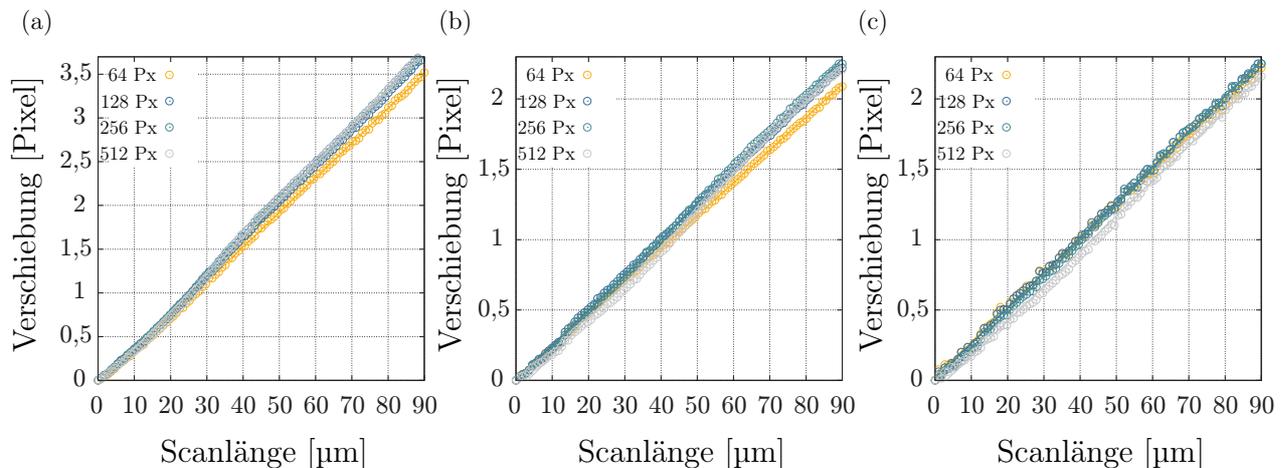


Abb. 7.2: Darstellung der mittels Kreuzkorrelation gemessenen Verschiebung entlang eines $90,9\ \mu\text{m}$ langen Beamscaans auf einer Silizium-Oberfläche. Die auf Grundlage einer grauwertgewichteten (b) bzw. binarisierten Houghtransformation (c) für verschiedene Segmentgrößen bestimmten Positionsänderungen eines Kikuchibands geben den linearen Zusammenhang zwischen geometrisch bedingter Verschiebung und Länge des Scans ebenso gut wider, wie die Analyse der [111]-Zonenachse in den zugehörigen Originalbildern (a).

Ist bei der durchzuführenden Korrelationsanalyse eine größtmögliche Auflösung erforderlich, so bedarf es im Vorfeld bestimmter Bearbeitungsschritte der entsprechenden Bildsegmente. Die wesentlichsten stellen hierbei die Korrektur des Gleichanteils sowie die Fensterung dar. Merkbliche Unterschiede zwischen den einzelnen Fensterfunktionen konnten hierbei nicht festgestellt werden. Im Gegensatz hierzu kann eine übertriebene Filterung der Bilder zu einer

signifikanten Verfälschung der Ergebnisse der anschließenden Kreuzkorrelation führen. Da deren Festlegung bis dato nur anhand von Erfahrungswerten oder Intuition erfolgen konnte, kann die in Abschnitt 5.1.4 vorgestellte Methodik zur automatischen Parameteranpassung als wesentliche Verbesserung des Verfahrens angesehen werden. Gleiches gilt für die in Abschnitt 5.1.5 vorgestellte Prozedur zur Detektion von Bildverschmutzungen. Grundsätzlich könnte diese noch erweitert werden, indem kontaminierte Bildbereiche nicht ausgeschlossen, sondern die dafür gemessenen Verschiebungen bei der Berechnung des Verschiebungsgradienten entsprechend dem Grad der Verschmutzung geringer gewichtet werden.

Da die Berechnung von Bildverschiebungen auf Grundlage einer Kreuzkorrelation maßgeblich vom Kontrast oder mehr noch dem Kontrastunterschied der einzelnen Bilder abhängt, bedarf es geeigneter Parameter, mit deren Hilfe etwaige Fehler in der Korrelationsanalyse bewertet werden können. Mehr noch als der in [184] vorgeschlagene mittlere normierte Kreuzkorrelationskoeffizient, empfiehlt sich hierfür die Nutzung der Uniformität des Leistungsspektrums, da diese nicht nur die Höhe des Maximums sondern vielmehr das komplette Fourierspektrum eines Bildes bewertet. Auf diese Weise können Ungenauigkeiten während der Kreuzkorrelation zuverlässig detektiert und fehlerbehaftete Messpunkte gegebenenfalls von der Analyse ausgeschlossen werden. Die Anwendung der üblichen houghbasierten Qualitätsparameters ist hierfür nur bedingt geeignet.

7.2 Oberflächengüte ionenstrahlerodierter Silizium-Oberflächen

Die oberflächennahe Defektdichte und Topographie einer kristallinen Probe haben maßgeblichen Einfluss auf die Qualität der zugehörigen Beugungsbilder. Da die kreuzkorrelationsbasierte Verschiebungsanalyse selbst keine verlässliche Quantifizierung der Oberflächenqualität ermöglicht, bedarf es alternativer Methoden, mit deren Hilfe die Güte ionenstrahlerodierter Silizium-Oberflächen bewertet werden kann. Im Folgenden sollen nunmehr die Vor- und Nachteile der in Abschnitt 6.1.2 und 6.1.4 angewandten Verfahren diskutiert werden. Darüber hinaus wird der Einfluss der Ionenspezies und Primärenergie auf die Strukturbildung erörtert.

7.2.1 Gitterschädigung

Da die, durch den Beschuss mit fokussierten Ionenstrahlen gestörten, Bereiche einer Probe üblicherweise sehr klein sind, muss auch die Methode zur Quantifizierung der Gitterschädigung auf kleine Volumina begrenzt sein. Dieser Forderung kann mittels Transmissionselektronenmikroskopie sehr gut entsprochen werden. Infolge des ausgeprägten Kontrastunterschieds zwischen amorphen und kristallinen Bereichen kann dabei gut zwischen Schädigungs-

zone und ungestörtem Kristall unterschieden werden. Andererseits ist es auf diesem Weg kaum möglich, zwischen organischen Kontaminationen, welche vor der Platin-Beschichtung auf der Oberfläche adsorbieren, Oxidation und Amorphisierung der Oberfläche zu unterscheiden. Auch die unvermeidbare Implantation in das vermeintlich ungestörte Volumen bleibt bei der Vermessung der amorphen Bedeckung unberücksichtigt. Für die Abschätzung deren Genauigkeit sind bei hinreichendem Auflösungsvermögen des Mikroskops vor allem dessen Kalibrierung und die Exaktheit, mit der die Vermessungsmarker gesetzt werden können entscheidend. Insbesondere der letzte Punkt führte dazu, dass die Dicke der Störschichten nur mit einer Genauigkeit von 1 nm bestimmt wurde.

Vergleicht man die mittels molekulardynamischen Simulationen und TEM-Messungen bestimmten Amorphisierungsdicken, so sind zwei wesentliche Punkte festzustellen. Zum einen wird der Trend steigender Gitterschädigung mit steigender Primärenergie sowohl vom Experiment, als auch von der theoretischen Vorhersage übereinstimmend wiedergegeben (Abb. 7.3a). Auf der anderen Seite wird die exakte Dicke der Schicht durch die MD-Simulation stets überschätzt. Eine mögliche Ursache hierfür kann im experimentell schwer zu realisierenden, konstanten Einfallswinkel aller Ionen infolge der Fokussierung gesehen werden [195]. In Verbindung mit der nicht zu vernachlässigenden Rauheit der Festkörperoberfläche vor und insbesondere während des Abtrags kann es hierdurch zu signifikanten Unterschieden im Impulsübertrag senkrecht zur Probenoberfläche und mithin Störung des Kristallgitters kommen. Weiterhin konnte keine nennenswerte Rekristallisation der amorphen Schicht durch die MD-Simulation gezeigt werden.

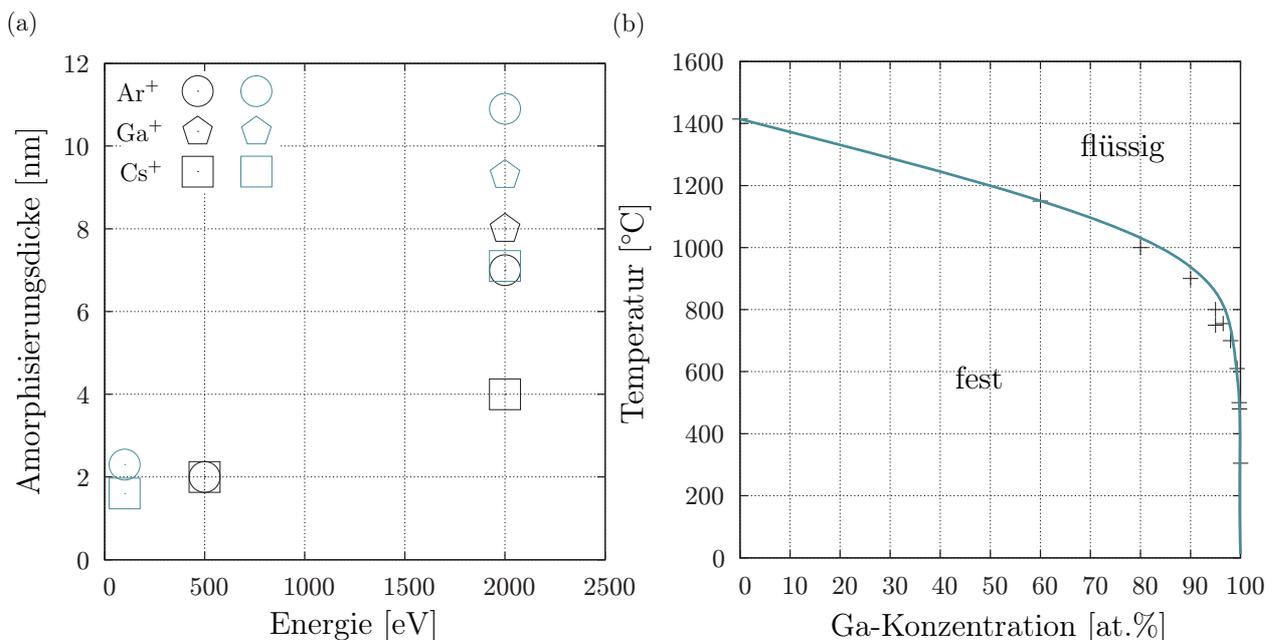


Abb. 7.3: Vergleichende Darstellung experimentell bestimmter (schwarz) und mittels MD-Simulation berechneter (grün) Amorphisierungsdicken (a); Phasendiagramm des Systems Gallium-Silizium nach [196] (b).

Dass jedoch grundsätzlich Rekristallisation stattfinden kann, belegen die Bestrahlungsexperimente mit Ga^+ -Ionen bei einer Primärenergie von $E = 30 \text{ keV}$ und senkrechtem Einfall auf die Silizium-Oberfläche. Das ausschlaggebende Indiz für diese These stellt hierbei die Bedeckung der Oberfläche mit Kristalliten von weinigen 10 nm Grösse dar, welche sowohl mittels Transmissionselektronenmikroskopie, als auch Elektronenrückstreubeugung nachgewiesen werden konnte (siehe Abb. 6.9 bzw. Abb. 6.19). Betrachtet man zunächst das binäre Phasendiagramm beider Stoffe (Abb. 7.3), so ist erkennbar, dass keine intermetallischen Phasen sondern lediglich eine eutektische Verbindung bei $29,7741 \text{ }^\circ\text{C}$ und einer Ga-Konzentration von $99,994 \text{ at.}\%$ gebildet werden könnte. Das Letztere nicht die Ursache der Kristallisation ist, belegen die durchgeführten chemischen Analysen der Schicht, welche eine Ga-Konzentration von ca. $4 \text{ at.}\%$ (XPS) bzw. $40 \text{ at.}\%$ (TEM-EDX) belegen. Für die Erklärung des signifikanten Unterschieds in beiden Verfahren können verschiedene Argumente gefunden werden. Zum einen kann eine Diffusion von Gallium während der initialen Schritte der TEM-Zielpräparation unter Verwendung eines fokussierten Ga^+ -Ionenstrahls (siehe Abschnitt 4.2) nicht ausgeschlossen werden, zum anderen erscheint eine Substitution von Gallium und Wasserstoff in Silanol-Molekülen an der Silizium-Oberfläche sehr wahrscheinlich [197]. Die Adsorption von Silanolen an der Oberfläche ist hierbei unmittelbare Folge des Probenverkehrs an Luft. Sie bewirkt eine Absättigung der Ga-Konzentration in den ersten Nanometern der Probe, was seinerseits die Anreicherung an der Oberfläche begrenzt [198]. Berücksichtigt man zudem die hohe Oberflächensensitivität der Photoelektronenspektroskopie, so erscheint die dort gemessene, geringere Ga-Konzentration in den ersten Nanometern der Oberfläche plausibel.

Die obig formulierte Hypothese der Rekristallisation amorphen Siliziums bei Ionenimplantation konnte kürzlich für den Beschuss einer Silizium-Oberfläche mit Cerium-Ionen bei einer Primärenergie von $E = 20 \text{ keV}$ und Primärionen Dosisdichte von $\Phi \propto 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ untermauert werden [199]. Wenngleich die hierbei mittels HRSTEM beobachteten Ce-Cluster erst nach thermischer Auslagerung bei $700 \text{ }^\circ\text{C}$ beobachtet werden konnten, so erscheint der dort vorgestellte Mechanismus doch in gewissen Grenzen übertragbar. Demnach kommt es zu einer thermisch induzierten Substitution implantierter Ionen im Silizium-Gitter wobei die Symmetrie des Gitters erhalten bleibt. Dadurch wird einerseits die Grenzfläche Matrix/Cluster stabilisiert und andererseits die Segregation der Fremdatome begünstigt. Will man dieses Modell auf den Fall der Ga^+ -Implantation übertragen, so ist vor allem die Frage der Diffusion ohne anschließender thermischer Nachbehandlung zu klären. Wie in [198] durch Synchrotron basierte XPEEM Experimente bei variabler Proben temperatur gezeigt, kann für mittels Ga^+ -Ionen erodierte Silizium-Oberflächen bereits bei einer Temperatur von $150 \text{ }^\circ\text{C}$ eine signifikante Diffusion von Gallium beobachtet werden. Da die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Experimente bei signifikant höheren Dosisdichten und damit Sputterzeiten durchgeführt wurden, ist ein Temperaturanstieg im Bereich des erzeugten Kraters durch Akkumulation der eingebrachten Wärme zumindest denkbar. Die daraus resultieren-

de Diffusion von Gallium könnte zudem durch die Verzerrungen des Kristalls unterhalb der amorphen Schicht (siehe Abb. 6.16) weiter begünstigt werden. Die tatsächliche Größenordnung der Erwärmung in einem derart kleinen Probenvolumen sicher zu messen, stellt jedoch eine enorme experimentelle Herausforderung dar und konnte im Rahmen dieser Studien nicht realisiert werden.

7.2.2 Oberflächenstrukturierung

Nicht nur die Amorphisierung der Oberflächen bedingt eine Abschwächung der Beugungsbilder. Auch die Abschattung des Beugungskegels infolge großer Oberflächenrauheit reduziert die Qualität der Beugungsbilder signifikant. Aus diesem Grund muss bei der Wahl der geeigneten Ionenstrahlparameter neben der oberflächennahen Defektbildung auch eine etwaige Strukturierung berücksichtigt werden. Ob eine Probenoberfläche während des Ionenbeschusses strukturiert wird, hängt von einer Vielzahl von Faktoren ab: der Ionenspezies, der Primärenergie, dem Einfallswinkel, der Dosisdichte, der Fokussierung des Ionenstrahls aber auch von den Eigenschaften der Festkörperoberfläche selbst.

Betrachtet man zunächst den Einfluss der Ionenspezies, so ist vor allem deren Masse und damit die Verteilung der in die Oberfläche eingetragenen Energie bzw. die daraus resultierende Verlangsamung der Primärionen von großer Bedeutung. Darüber hinaus beeinflusst der Energietransfer sowohl die kinetische Energie der aus dem Festkörperverbund gelösten Teilchen als auch die Anzahl rückgestreuter Primärionen. Der funktionelle Zusammenhang zwischen der kinetischen Energie gesputterter Teilchen und der Masse der Primärionen wurde in [200] anhand von TRIM-Simulationen¹ [146][150] untersucht. Hierbei konnte gezeigt werden, dass die Energie aus der Oberfläche emittierter Teilchen mit sinkender Primärionenmasse steigt, infolgedessen es zu einem erhöhten Abtrag lokaler Erhebungen und einer Glättung der Oberfläche kommt.

Auch der Winkel unter dem Ionen auf die Probenoberfläche treffen bedingt eine Variation des Energieübertrags. Wie in [201] gezeigt, können dabei bereits geringe Modulationen des Einfallswinkels einen abrupten Übergang verschiedener Oberflächenmuster zur Folge haben. Da im Rahmen dieser Arbeit stets Experimente unter festen geometrischen Randbedingungen durchgeführt wurden, wurde auf eine Variation des Einfallswinkels bewusst verzichtet.

Neben den zuvor genannten Größen beeinflusst vor allem die Energie der auftreffenden Ionen die Ausprägung einer Oberflächenstruktur maßgeblich. Eine konsistente Beschreibung des Zusammenhangs zwischen Oberflächenmuster und Primärionenenergie auf Grundlage von Kontinuumsmodellen konnte bislang nicht erfolgen. Ungeachtet dessen belegen experimentelle Arbeiten zumindest in einem beschränkten Energiebereich die theoretische Vorher-

¹Stopping and Range of Ions in Matter-www. srim.org

sage einer, mit steigender Primärionenenergie wachsenden, charakteristischen Wellenlänge der Oberflächenstruktur [202].

Auch die experimentellen Ergebnisse dieser Arbeit belegen die Komplexität im Zusammenwirken der verschiedenen Einflussgrößen, infolgedessen einige der zuvor genannten Abhängigkeiten sowohl gestützt, als auch widerlegt werden. Betrachtet man beispielsweise die wellenartige Struktur welche sich bei der Bestrahlung von Silizium-Oberflächen mit O_2^+ -Ionen verschiedener Energie ergibt, so wird die Vergrößerung der charakteristischen Wellenlänge mit steigender Energie zwar für Primärionen-Dosisdichten von $\Phi \propto 10^{18} \text{ cm}^{-2}$, nicht aber für $\Phi \propto 10^{19} \text{ cm}^{-2}$ bestätigt. Gleiches gilt für die These der, für geringe Primärionenmassen stärker ausgeprägten, Glättung der Oberfläche, welche im Fall von Ar^+ -Ionen bestätigt, der für Cs^+ -Ionen aber widersprochen wird. Darüber hinaus konnte, anders als in [203] beschrieben, eine Verringerung der System-Korrelation mit steigender Dosisdichte für die Bestrahlung mit O_2^+ -Ionen nachgewiesen werden. Die Ursache hierfür ist in der starken Zerklüftung der Oberfläche senkrecht zur Einfallrichtung des Ionenstrahls zu sehen, auf Grund derer sich der Anteil von Frequenzen im Leistungsspektrum, welche nicht zur eigentlichen Wellenfront gehören erhöht und wodurch das ausgezeichnete Maximum der PSD-Funktion verschwindet.

Eine exakte Modellierung der ausgeprägten Strukturierung von Silizium-Oberflächen bei Beschuss mit O_2^+ -Ionen erfolgte bislang nicht. In [203] wurde jedoch ein Mechanismus vorgeschlagen, welcher zumindest die qualitative Beschreibung der ablaufenden Prozesse erlaubt. Hierbei wird, gestützt durch oberflächenspektroskopische Verfahren, zunächst eine Oxidation der Oberfläche nahe der Zwei-Phasengrenze zwischen Silizium und Sauerstoff angenommen, infolgeder eine Phasentrennung in SiO_2 und Si prinzipiell möglich wird. Aufgrund der geringfügig verschiedenen Zerstäubungsausbeuten von SiO_2 und SiO_x könnte es dann zu einem preferentiellen Materialabtrag und damit einer Aufrauung der Oberfläche kommen. Die Ausprägung von Wellenkämmen mit höherem Anteil an SiO_2 entspräche dann, verglichen mit einer flachen SiO_x -Oberfläche, einem energetisch günstigeren Zustand.

7.2.3 Zerstäubungsausbeute

Während Oberflächenstrukturierung und Amorphisierung vor allem die grundsätzliche Anwendbarkeit der Elektronenrückstreubeugung bestimmen, kann die Zerstäubungsausbeute als Maß für die Effizienz des Abtrags angesehen werden. Vergleicht man zunächst die theoretischen Vorhersagen des Sputteryields aus MD-Simulationen mit denen des empirischen Modells nach *Yamamura* [204], so kann eine gute Übereinstimmung zwischen beiden Methoden festgestellt werden (siehe Abb. 7.4b). Gleichwohl wird der experimentell bestimmte Sputteryield, infolge der getroffenen Modellannahmen, durch beide Methoden stets unterschätzt (Abb. 7.4a). Besonders auffällig ist dies beim Vergleich experimenteller und theoretischer Ausbeuten bei Bestrahlung mit Bi^+ -Ionen der Energie $E = 25 \text{ keV}$. Die Ursache hierfür

kann vor allem im Vorhandensein von Clusterionen Bi_n^q -Ionen ($n = 3, 5, 7$) gesehen werden, welche im Rahmen der theoretischen Vorhersage keine Berücksichtigung finden, deren höhere Masse jedoch zu einem verstärkten Abtrag der Oberfläche führt.

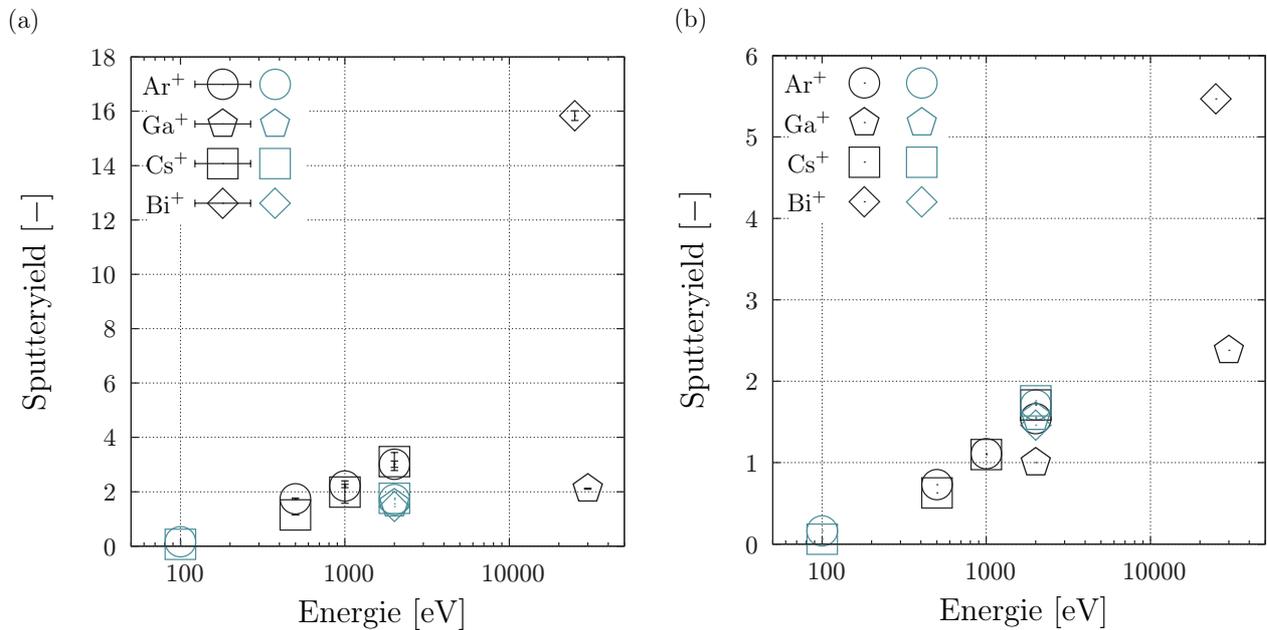


Abb. 7.4: Vergleich experimentell bestimmter (schwarz) und mittels MD-Simulationen berechneter Sputter yields (grün) (a), sowie mittels MD-Simulationen (grün) und nach Yamamura [204] (schwarz) berechneter Zerstäubungsausbeuten (b).

Die Bewertung der Effizienz anhand des zerstäubten Probenvolumens stellt stets eine Subsumierung des jeweiligen Ionensäulenkonzepts und des Sputter yields der verwendeten Ionenspezies dar. Ungeachtet dessen kann das erodierte Volumen als ein praktikables Kriterium bei der Wahl eines Bestrahlungsregimes angesehen werden. Da die Menge des aus dem Festkörperverbund gelösten Materials wesentlich vom Strahlstrom der Ionenkanone abhängt, muss zur Einhaltung einer vorgegebenen Primärionen-Dosisdichte notwendiger Weise die bestrahlte Fläche variiert werden. Demnach erhöht sich bei gegebener Ionenspezies und Energie das erodierte Volumen mit steigendem Ionenstrom, was im Fall der mit Argon, Sauerstoff oder Cäsium betriebenen Hochstrom-Doppel-Quellen-Ionensäule experimentell bestätigt werden konnte. Die im Vergleich hierzu deutlich geringeren Zerstäubungsausbeuten bei Bestrahlung mit einem fokussierten Ga-Ionenstrahl resultieren demnach vor allem aus dem deutlich geringeren Strahlstrom der Ionenkanone, welcher seinerseits Folge eines grundlegend anderen Säulen- bzw. Ionenquellenkonzepts ist. So zeichnet sich die verwendete FEITMSidewinder Ionensäule mit Flüssigmetallquelle vor allem durch eine deutlich höhere Ortsauflösung aus, wohingegen die zuvor genannte Doppel-Quellen-Ionensäule vor allem auf große Strahlströme hin optimiert wurde. Auch die verwendete Ionensäule mit Bi-Flüssigmetallquelle ist durch eine vergleichsweise hohe Ortsauflösung im Bereich weniger Mikrometer gekennzeichnet. Im Gegensatz zur ähnlich aufgebauten Sidewinder Ionensäule können jedoch, bedingt durch

den signifikant höheren Sputteryield der Bismut-Ionen bzw. Ionencluster, deutlich höhere Zerstäubungsausbeuten erzielt werden. Dieser experimentelle Befund verdeutlicht das Dilemma einer, vom Sputteryield der Ionenspezies unabhängigen, Bewertung auf Grundlage des zerstäubten Probenvolumens.

7.2.4 Konsequenzen für die kombinierte Ionenstrahlpräparation und Elektronenrückstreubeugung

Wie im Rahmen dieser Arbeit gezeigt, ist die Strategie, mit welcher Beugungsbilder in verspannten bzw. unverspannten Probenbereichen aquiriert und analysiert werden können, üblicherweise eng mit der Art der genutzten Zielpräparation verknüpft. Da die verspannten Probenbereiche und Referenzposition im Fall der „Pattern-Shift“ Methodik definitionsgemäß aus dem gleichen Material in nahezu identischer Orientierung bestehen, muß bei der Wahl der Präparationsroutine nicht zwischen beiden Positionen unterschieden werden. Im Umkehrschluss bedeutet dies, dass jede geeignete Form der Präparation sowohl zur Freilegung der Referenzposition als auch der zu analysierenden Probenstelle genutzt werden kann.

Für die Analyse an Querschnittsflächen empfiehlt es sich, die unverspannte Referenzposition in großer räumlicher Entfernung vom verspannten Probenbereich zu definieren. Die Voraussetzung einer unverspannten Referenz ist dann durch die vergleichsweise starke räumliche Begrenzung von Verzerrungsfeldern erfüllt. Im Fall planar präparierter Probensysteme können relaxierte oder per se unverspannte Schichten zur Referenzierung der Verzerrungsmessung genutzt werden. Für den wichtigen Anwendungsfall integrierter Halbleiterschaltungen empfiehlt sich hierbei, in Übereinstimmung mit Abschnitt 5.2, insbesondere die Rückseitenpräparation, da ein präferentieller Abtrag auf Grund unterschiedlicher Materialien (Dielektrika/Metallisierungen) entfällt.

In jedem Fall bedarf die Verzerrungsanalyse mittels Elektronenrückstreubeugung bestmöglicher Beugungsbilder. Welcher Mechanismus zu einer Reduktion der Beugungsbildqualität führt ist aus Sicht der praktischen Anwendung zunächst von untergeordneter Bedeutung. Auf Grundlage der durchgeführten Experimente kann jedoch eine klare Empfehlung bezüglich der Wahl der Ionenspezies und Primärenergie ausgesprochen werden. Sowohl die geringe Oberflächenrauheit als auch der hohe Sputteryield und die geringe Dicke der amorphen Schicht machen demnach die Ionenstrahlpräparation von Silizium-Kristallen unter Verwendung von Cs^+ -Ionen bei einer Energie von 2 keV zur Methode der Wahl. Als gänzlich ungeeignet hat sich hingegen der lokale Materialabtrag mittels Ga^+ -Ionenstrahl herausgestellt, was sowohl in der ausgeprägten Amorphisierung der Oberfläche (30 keV), als auch der äußerst geringen Zerstäubungsausbeute (2 keV) begründet liegt.

8 Zusammenfassung

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden Verfahren zur kombinierten Ionenstrahlpräparation und EBSD- basierten Verzerrungsanalyse in Silizium-Strukturen erarbeitet. Hierfür wurde zunächst eine spezielle Auswertesoftware mit graphischer Benutzeroberfläche erstellt, mit deren Hilfe spannungsinduzierte Verschiebungen in Beugungsbildern rückgestreuter Elektronen mit einer Genauigkeit von 0,01 Pixel detektiert werden können. Verglichen mit den bis dato eingesetzten Kreuzkorrelationsalgorithmen, welche eine Genauigkeit von 0,05 Pixel aufweisen, ergibt sich für den Fall dynamisch simulierter Beugungsbilder eine Verbesserung der Nachweisgrenze um eine halbe Größenordnung. Zur Steigerung der Reproduzierbarkeit von Verzerrungsmessungen wurden zudem neuartige Methoden zur automatischen Optimierung digitaler Bildfilter im Vorfeld der Korrelationsanalyse sowie zur Detektion von Verschmutzungen des Phosphorschirms entwickelt. Zusammen mit Verfahren zur Korrektur der geometrischen Verschiebungen bei Beamskans und Quantifizierung der Bildqualität der Beugungsbilder steht nunmehr ein leistungsstarkes Werkzeug für die automatisierte Analyse verzerrter Silizium-Strukturen anhand von Punktmessungen, Linescans und Mappings zur Verfügung. Der Fortschritt im Bereich der Elektronenrückstreubeugung, bezogen auf den Stand der Wissenschaft im Vorfeld dieser Arbeit, ist in Abb. 8.1 graphisch veranschaulicht.

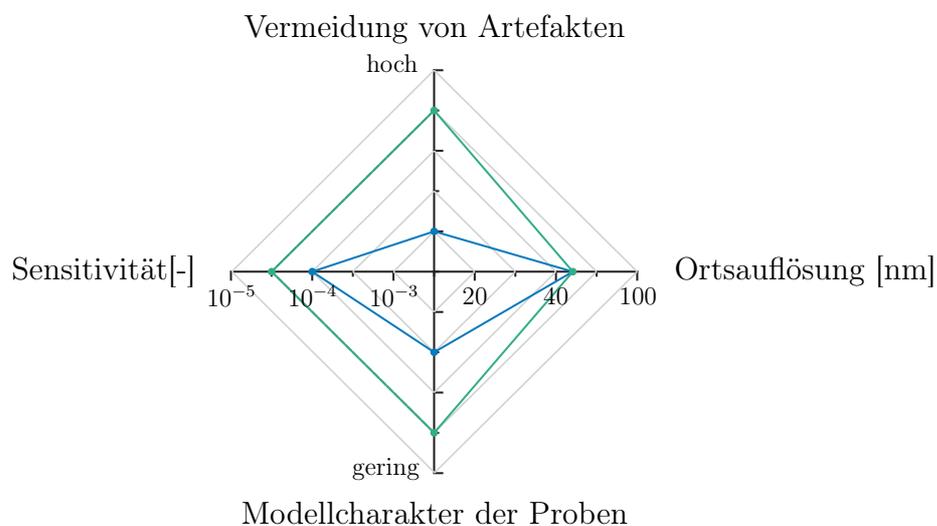


Abb. 8.1: Graphische Veranschaulichung des Stands der Wissenschaft vor (blau) und nach der Arbeit (grün).

Die hohen Anforderungen der „Pattern Shift“ Methodik an die Qualität der zu analysierenden Beugungsbilder macht Präparationsverfahren mit möglichst geringer Kristallschädigung zwingend erforderlich. Um dieser Forderung auch im Rahmen der ionenstrahlbasierten Zielpräparation zu entsprechen, wurden systematische Untersuchungen zum Einfluss der Ionenspezies, Primärenergie und Dosisdichte auf die Oberflächengüte durchgeführt. Die entstandenen Oberflächen wurden dabei zunächst mit Hilfe rasterkraftmikroskopischer Abbildung und nachfolgender Spektralanalyse hinsichtlich einer möglichen Oberflächenstrukturierung analysiert. Hierbei konnte erstmals die Ausbildung einer säulenartigen Aufräuhung von Silizium-Oberflächen durch Beschuss mit Bi^+ -Ionen bei einer Energie von 25 keV und unter einem Winkel von 45° nachgewiesen werden. Analoge experimentelle Befunde konnten für die Erosion mittels O_2^+ -Ionen der Energie 1 keV bzw. 2 keV gewonnen werden. Da die Aufnahme kontrastreicher und rauscharmer Beugungsbilder neben nanoskopisch glatten Oberflächen auch eine geringe Schädigung des Kristallgitters voraussetzt, wurden die erzeugten Oberflächen zudem mit Hilfe hochauflösender Transmissionselektronenmikroskopie analysiert. Hierbei konnte gezeigt werden, dass insbesondere der Oberflächenabtrag unter Verwendung niederenergetischer Ar^+ und Cs^+ sehr geringe Amorphisierungsdicken zur Folge hat. Dieses Ergebnis konnte auch im Rahmen der durchgeführten molekulardynamischen Simulationen bestätigt werden. Eine mögliche Verfälschung des Verzerrungszustands auf Grund der Ionenstrahlerosion wurde mit Hilfe hochaufgelöster Ramanspektroskopie experimentell überprüft. Hierbei konnten nur für den Fall des Beschusses mit Ga^+ -Ionen bei einer Energie von 30 keV signifikante Eigenspannungen nachgewiesen werden. Darüber hinaus wurde erstmals der experimentelle Beweis für die Rekristallisation von Silizium-Oberflächen infolge des Beschusses mit Gallium-Ionen erbracht. Weiterhin wurden Vor- und Nachteile verschiedener Präparations- und Aquisitionstrategien diskutiert und Empfehlungen für die Anwendung der Methodik in praktisch relevanten Probensystemen abgeleitet.

Das große Anwendungspotential kombinierter Ionenstrahlpräparation und Verzerrungsanalyse mittels Elektronenrückstreubeugung wurde exemplarisch für den Fall einer 60 nm dünnen Strained Silicon on Insulator-Probe demonstriert. Bislang publizierte Analysen waren lediglich auf deren technologische Vorstufe, lithographisch strukturierte SiGe begrenzt. Die gute Übereinstimmung mit Ergebnissen aus Raman- und XRD-Messungen konnte sowohl für die eigentlichen Verzerrungen, als auch die nachgewiesene Rotation relativ zum Substrat gezeigt werden.

9 Ausblick

In weiterführenden Arbeiten sollte die Überführung der erarbeiteten Methoden auf komplexere Probensysteme im Vordergrund stehen. Ein möglicher Fokus könnte dabei auf Durchkontaktierungen in dünnen Silizium-Chips- den sogenannten Through Silicon Vias liegen. Die Möglichkeit zur orts aufgelösten Analyse komplexer Spannungszustände könnte hierbei einen wesentlichen Beitrag zur Prozessoptimierung und Fehleranalyse komplexer, dreidimensional integrierter Bauteile leisten. Der Einsatz der Elektronenrückstreubeugung zur Analyse des Verzerrungszustandes in Transistoren aktueller und zukünftiger Technologiestufen ist hingegen unwahrscheinlich, da die Anforderungen bezüglich der zu erreichenden Ortsauflösung nach wie vor nicht erfüllt werden können. Ungeachtet dessen erscheint ein Einsatz im Bereich der flüchtigen Speicher möglich. Auch in diesen Fällen ermöglicht ein gezieltes strain engineering eine deutliche Verbesserung der elektrischen Eigenschaften, wobei die typischen Strukturbreiten einen Einsatz der Elektronenrückstreubeugung derzeit noch zulassen.

Einen weiteren viel versprechenden Anknüpfungspunkt stellt die gerätetechnische Optimierung von Ionensäulen dar. Besonderes Augenmerk sollte hierbei auf die Entwicklung fein fokussierter Hochstromsäulen unter Verwendung von Edelgasen gelegt werden. Eine besonders aussichtsreiche Konzept stellen dabei vor allem Plasma-Ionenquellen dar. Darüber hinaus könnte auch die Modifikation aktueller Flüssigmetall-Ionenquellen (engl. Liquid Metal Ion Source kurz LMIS) verfolgt werden. Insbesondere der Einsatz spezieller Cluster-Ionenquellen könnte zu einer wesentlichen Erhöhung der Sputterausbeute und damit Effizienz der Ionenstrahlpräparation führen.

Verbesserungen im Bereich der EBSD-Kameras können vor allem durch Steigerung der Empfindlichkeit und Vergrößerung der CCD-Detektoren erreicht werden. Um die Vorteile der schnellen Fouriertransformation optimal nutzen zu können, sollten dabei stets Chip-Größen der Dimension $2^N \times 2^N$ angestrebt werden. Die methodische Weiterentwicklung der EBSD-basierten Verzerrungsanalyse könnte die Entwicklung geeigneter Faltungsfunktionen umfassen, mit deren Hilfe die Kontraste dynamisch simulierter Beugungsbilder derart verändert werden können, dass ihr Einsatz als Referenzbild möglich wird. Gleichzeitig müssen verbesserte Kalibrierprotokolle entwickelt werden, mit deren Hilfe die Genauigkeit von EBSD-Messungen gesteigert und die Qualität der Eingangsgrößen für die Simulation erhöht werden kann.

Anhang

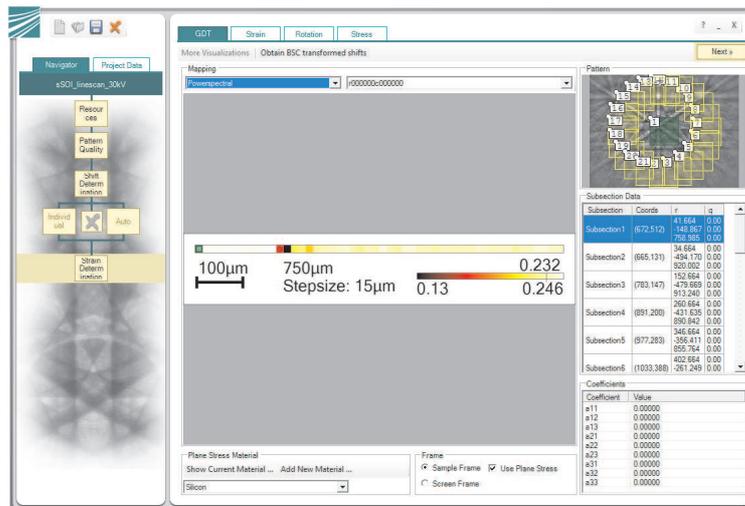
Strahlströme der verwendeten Ionenquellen

Vergleich der typischen Strahlströme der verwendeten Ionenquellen.

Ionenspezies	Energie [keV]	Probenstrom [nA]
Ar ⁺	2	675
	1	175
	0,5	80
O ₂ ⁺	2	650
	1	300
	0,5	100
Cs ⁺	2	130
	1	90
	0,5	30
Ga ⁺	30	65
	2	0,5
Bi ⁺	25	15

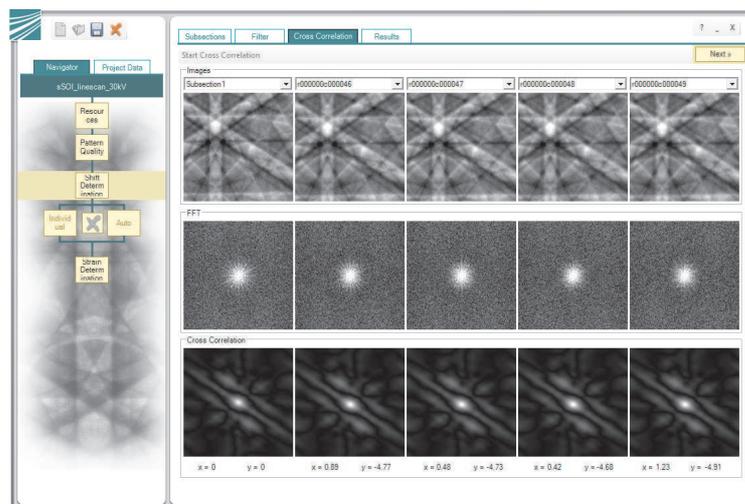
Pseudocode

In diesem Teil des Anhangs werden ausgewählte Programmabläufe der, im Rahmen der vorliegenden Arbeit erstellten, Auswertesoftware STRATO anhand von Pseudocode beschrieben. Die zugehörigen graphischen Benutzeroberflächen werden zudem durch Bildschirmansichten der jeweiligen Programmteile veranschaulicht. Grundlage aller Berechnungen sind Beugungsbilder rückgestreuter Elektronen, wie sie mit allen derzeit kommerziell verfügbaren EBSD-Systemen aufgezeichnet werden können. Notwendige Zusatzinformationen wie Experimentgeometrie oder Art und Größe der jeweiligen Scans können entweder händisch oder durch Import der jeweiligen Projekt-Dateien in die entsprechenden Datensätze überführt werden. Infolge des teilweise erheblichen Rechenaufwands bei der Bestimmung einzelner Parameter sowie den üblicherweise großen zu analysierenden Datensätzen wurden alle relevanten Programmabläufe parallelisiert.



Bildschirmansicht der Auswertesoftware STRATO: Komponenten des Verschiebungsgradienten.

Kreuzkorrelation



Bildschirmansicht der Auswertesoftware STRATO: Ergebnis der Kreuzkorrelation für ausgewählte Punkte.

algorithm: *CrossCorrelation*

input: die Bilder *reference* und *correlate* deren gegenseitige Verschiebung festgestellt werden soll; die Einstellung *upscale*, die die Genauigkeit des Algorithmus angibt sowie optional einen Filtersatz *filter* und eine Fensterfunktion *window*

output: ein Paar *shift* = (x, y) das den Versatz

der beiden Eingangsbilder enthält.

```

begin
  if window then
    — soweit vorhanden die Fensterfunktion window
    auf reference und correlate anwenden.
  end
  — Ermitteln der Fouriertransformierten fftRef
  und fftCor aus den beiden Eingangsbildern
  if filter then
    — Anwenden des Filtersatzes filter
    auf fftRef und fftCor
  end
  — Upsampling der vorhandenen Daten um den Faktor 2,
  um erste Näherung für die Position des Kreuz-
  korrelationspeaks zu erhalten: Erstellen einer
  Matrix fftTmp der Größe size(fftRef), welche
  mit dem punktweisen Produkt von fftRef und
  conjugate(fftCor) gefüllt wird
  for each i in fftTmp do
    fftTmp at i := (fftRef at i) *
      (conjugate(fftCor) at i)
  end
  — Einbetten der Matrix fftshift(fftTmp) in die Mitte
  einer Matrix fftCC der Größe  $2 * \text{size}(fftRef)$ 
  — Berechnen der Kreuzkorrelation in fftCC:
  fftCC := inverseFft(inverseFftShift(fftCC))
  — Ermitteln des Maximums in fftCC, dessen Position
  der Ausgangspunkt für eine weitere Verfeinerung
  des Ergebnisses ist
  shift := (col/2, row/2) within (row, col, value)
    where value = max(fftCC)
  if upscale <= 2 then
    — Ausgeben des aktuellen Ergebnisses
    out shift
  else
    — das Upsampling auf Größe upscale wird nur um die
    erste Näherung shift herum erstellt
    — zuerst die Matrix fftTmp erneut
    punktweise befüllen
    for each i in fftTmp do

```

```

    fftTmp at i := (fftCor at i) *
      (conjugate(fftRef) at i)
  end
— Berechnen der diskreten Fouriertransformierten dftCC
durch Matrixmultiplikation von fftTmp mit
speziellen Zeilen- und Spaltenkernen kernr
und kernc.
width := width(fftRef)
dftOffset := floor(ceiling(upscale * 1.5) / 2)
roff := dftOffset - y * upscale
coff := dftOffset - x * upscale
no := ceiling(upscale * 1.5)
i2pi := i*2*PI / (width*upscale)
kernr := exp(-i2pi * (transpose((0, ... width/2-1,
  -width/2, ... , -1))) *
  ((0-coff, ... , (no-1)-coff))
kernc := exp(-i2pi * (transpose((0-roff, ... ,
  (no-1)-roff))) *
  ((0, ... width/2-1, -width/2, ... , -1)))
dftCC := conjugate(kernr * fftTmp * kernc) /
  ((width*width/ 4) * upscale*upscale)
— Ermitteln des Maximums in dftCC und Ausgeben des
Ergebnisses shift.
shift := shift + (col/upscale, row/upscale) within
  (row, col, value)
  where value = max(dftCC)
out shift
end
end

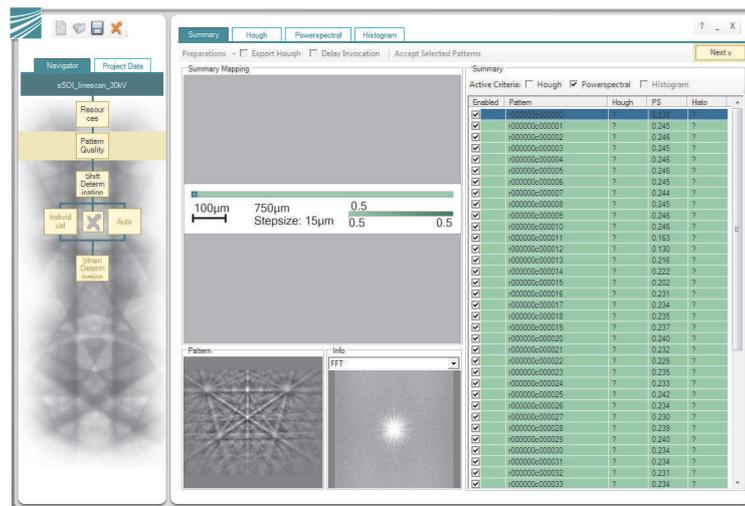
```

Bewertung der Qualität von Beugungsbildern

```

algorithm: PatternQuality
input: ein Bild img sowie die Optionen hough,
powerspectral und histogram, die angeben,
welche der Qualitätsmerkmale für img
berechnet werden sollen
output: eine Liste criteria der bezüglich img
ermittelten Qualitätsmerkmale

```



Bildschirmansicht der Auswertesoftware STRATO: Übersicht der verschiedenen Qualitätsparameter.

begin

if *powerspectral* **then**

— Ermitteln der Fouriertransformierten *fft* des Eingangsbildes *img*.

— Nullsetzen der Summe der komplexen Moduli *sumMod*, der Summe der Positionsquadrate *sumPos* und der Summe der gewichteten Moduli *sumWeights*.

— Durchlaufen des Bildes *fft* und Berechnen der Summen.

for each (*u*, *v*, *value*) **in** *fft* **do**

mod := **modulus**(*value*)

pos := *u***u* + *v***v*

sumMod := *sumMod* + **mod**

sumPos := *sumPos* + *pos*

sumWeights := *sumWeights* + **mod** * *pos*

end

sumWeights := *sumWeights* / *sumMod*

sumPos := *sumPos* / (**width**(*img*) * **height**(*img*))

Q := 1 - (*sumWeights* / *sumPos*)

— Ausgeben des ermittelten Leistungsspektrumwertes *Q*

out *Q*

end

if *hough* **then**

— Berechnen der Houghtransformierten *houghImg* des

```

Eingangsbildes img
houghImg := call ParHoughTransform(img)
— Sei  $R := 0$ 
R := sum of value
    within ((row, col, value) in houghImg)
— Normieren des Wertes auf die Bildgröße
size := width(houghImg) * height(houghImg)
R := R / size
— Ausgeben des ermittelten Houghkriteriums  $R$ 
out R
end
if histogram then
— Berechnen des Histogramms histo des Eingangsbildes img
— das Histogrammkriterium  $S$  setzt sich aus den folgenden statistischen Eigenschaften des Histogramms histo zusammen:
S := (stddeviation(histo), variance(histo),
        skewness(histo), kurtosis(histo))
— Ausgeben des ermittelten Histogrammkriteriums  $S$ 
out S
end
end

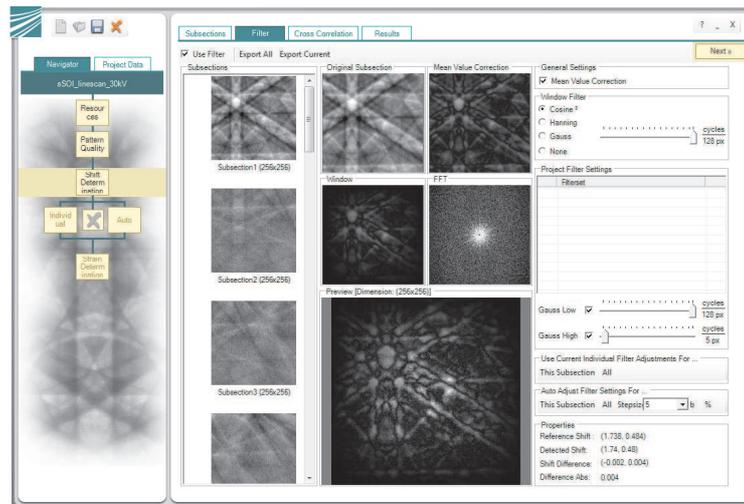
```

Automatische Anpassung digitaler Bildfilter

```

algorithm: DefinedShiftSimulation
input: ein Bildausschnitt sub sowie ein Paar
        shift = (x, y) dessen Komponenten den Versatz repräsentieren um den sub verschoben werden soll; es wird davon ausgegangen, dass der Ausschnitt sub im Originalbild genügend Kontext besitzt um einen weiteren Bildausschnitt context erhalten zu können, aus dem zusätzliche Informationen extrahiert werden können
output: das um den Versatz  $v$  verschobene Bild shiftedSub; der Bereich der normalerweise

```



Bildschirmansicht der Auswertesoftware STRATO: Auswahl und Anwendung der digitalen Bildfilter für beliebige Bildausschnitte.

beim zyklischen Verschieben eines Bildes auf der gegenüberliegenden Seite wieder auftritt wurde mit Informationen aus dem Kontext überschrieben, um die Simulation so real wie möglich zu machen

begin

```

— sei  $pos := (subx, suby)$  die Position des
Ausschnittes  $sub$  auf dem Originalbild  $original$ ,
so ist  $context$  der Ausschnitt gleicher Größe
von  $sub$  auf  $original$  aber an
der Position  $w := (subx-x, suby-y)$ 
for each  $img$  in  $(sub, context)$  do
  — Die Fouriertransformierte  $fftImg$  des Bildes  $img$ 
  wird um die subpixel Verschiebung manipuliert,
  um  $shift$  zu bewerkstelligen
   $dim := \mathbf{width}(fftImg)$ 
   $dim2 := dim / 2$ 
   $Nr := (0, 1, 2, \dots, dim2-1, -dim2, -(dim2 - 1),$ 
   $\dots, -2, -1)$ 
  for each  $(i, value)$  in  $fftImg$  do
    multiply  $fftImg$  at  $i$  with
       $\exp(i * 2 * \mathbf{PI} * ((y * Nr(i \mathbf{div} \ dim) / dim) +$ 
       $(x * Nr(i \mathbf{mod} \ dim) / dim))$ 
  end
— das aktuelle Bild  $img$  wird mit der invers Fourier-
```

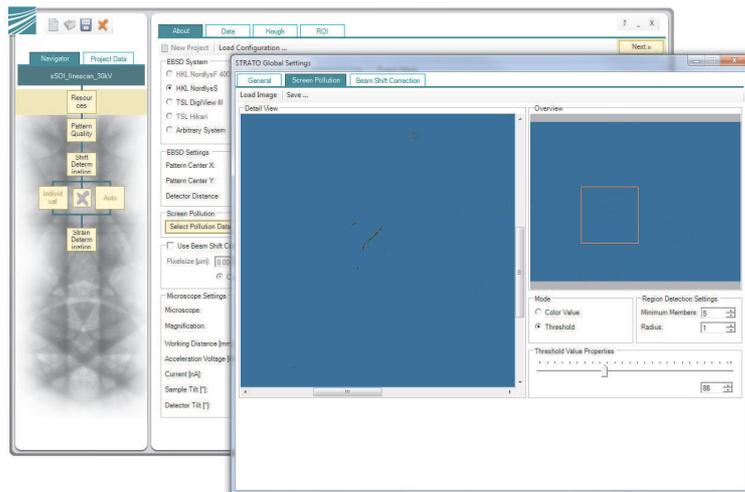
transformierten von $fftImg$ überschrieben und
anschließend mit einer bestimmten Phase
 phi punktweise multipliziert

end

- Kopieren von sub in neues Bild $shiftedSub$; sei $region$ das Gebiet auf sub , das nach der Verschiebung von sub um $shift$ Informationen der gegenüberliegenden Seiten enthält;
 - Auffüllen dieses Gebietes $region$ auf $shiftedSub$ mit den korrespondierenden Daten aus $context$
 - Ausgeben des verschobenen Bildes $shiftedSub$
- out** $shiftedSub$

end

Detektion von Verschmutzungen des Detektorschirms



Bildschirmansicht der Auswertesoftware STRATO: Festlegung verschmutzter Bildpositionen.

algorithm: *DetectPollutedRegion*

abstract: Es wird ein Bild mit Hilfe von drei Kennwerten auf Regionen von Verschmutzung untersucht. Die Verschmutzung wird hierbei durch eine Abweichung **in** der Helligkeit der Graustufenwerte abgebildet. Das Bild wird durchlaufen und an jeder Position überprüft, ob der Wert zulässig ist, also der allgemeine Schwellwert von ihm überschritten wird. Ist dies der Fall, werden die zulässigen Werte inmitten einer quadratischen Region um die

```

aktuelle Position gezählt. Falls diese Anzahl
einen lokalen Schwellwert überschreitet wird
die aktuelle Position als verschmutzt markiert.
input: das Bild img, ein Schwellwert threshold ab dem
ein Wert allgemein als verschmutzte Region
gilt, ein Wert radius, der den Abstand
auszeichnet in dem die Nachbarschaftsberechnung
durchgeführt wird sowie ein Wert minNeighbors,
der die Anzahl der Nachbarn bezeichnet, die
innerhalb der lokalen Region mindestens vorhanden
sein müssen.
output: ein Feld out, in dem für die jeweilige Position
angegeben ist, ob sie als verschmutzt
markiert ist

begin
— das Bild durchlaufen und alle Positionen betrachten,
deren Wert den allgemeinen Schwellwert übersteigen
for each (i, j, val) in img
  if val > threshold then
    — die zulässigen Nachbarn der Region des Einheits-
    quadrats mit Radius radius um die aktuelle
    Position herum aufsummieren;
    — Die aktuelle Position als verschmutzt markieren,
    wenn der lokale Schwellwert minNeighbors
    überschritten wird
    neighbors := count((k, 1, val2) in img
      where (k in [i-radius, i+radius-1])
      and (1 in [j-radius, j+radius-1]))
      and val2 > threshold
    if neighbors > minNeighbors then
      mark out at (i, j)
    end
  end
end
end
end

```

Literaturverzeichnis

- [1] P. J. WITHERS and H. K. D. H. BHADESHIA, *Materials Science and Technology* **17**, 355 (2001).
- [2] P. J. WITHERS and H. K. D. H. BHADESHIA, *Materials Science and Technology* **17**, 355 (2001).
- [3] E. ROOS and K. MAILE, *Werkstoffkunde für Ingenieure: Grundlagen, Anwendung, Prüfung*, Springer Berlin Heidelberg, 2011.
- [4] M. M. ROBERTS, L. J. KLEIN, D. E. SAVAGE, K. A. SLINKER, M. FRIESEN, G. CELLER, M. A. ERIKSSON, and M. G. LAGALLY, *Nature Materials* **5**, 388 (2006).
- [5] A. R. HALL, M. R. FALVO, R. SUPERFINE, and S. WASHBURN, *Nature Nanotechnology* **2**, 413 (2007).
- [6] J. SUHR, P. VICTOR, L. CI, S. SREEKALA, X. ZHANG, O. NALAMASU, and P. M. AJAYAN, *Nature Nanotechnology* **2**, 417 (2007).
- [7] K. BRUNNER, *Reports on Progress in Physics* **65**, 27 (2002).
- [8] C. HIMCINSCHI, R. SINGH, I. RADU, A. P. MILENIN, W. ERFURTH, M. REICHE, U. GÖSELE, S. H. CHRISTIANSEN, F. MUSTER, and M. PETZOLD, *Applied Physics Letters* **90**, 021902 (2007).
- [9] V. GANAPATI, S. SCHÖNFELDER, S. CASTELLANOS, S. OENER, R. KÖPGE, A. SAMPSON, M. A. MARCUS, B. LAI, H. MORHENN, G. HAHN, and T. BAGDAHN, J. BUONASSISI, *Journal of Applied Physics* **108**, 063528 (2010).
- [10] W. S. KWON, D. T. ALASTAIR, K. H. TEO, S. GAO, T. UEDA, T. ISHIGAKI, K. T. KANG, and W. S. YOO, *Applied Physics Letters* **98**, 232106 (2011).
- [11] A. J. WILKINSON, G. MEADEN, and D. J. DINGLEY, *Ultramicroscopy* **106**, 307 (2006).

-
- [12] L. SPIESS, R. SCHWARZER, H. BEHNKEN, and G. TEICHERT, *Moderne Röntgenbeugung*, B. G. Teubner Verlag, 2005.
- [13] O. THOMAS, persönliche Mitteilung.
- [14] E. J. MITTEMEIJER and P. SCARDI, *Diffraction analysis of the microstructure of materials*, Springer Berlin Heidelberg, 2003.
- [15] Q. SHEN, S. W. KYCIA, E. S. TENTARELLI, W. J. SCHAFF, and L. F. EASTMAN, *Physical Review B* **54**, 16381 (1996).
- [16] T. BAUMBACH, D. LÜBBERT, and M. GAILHANOU, *Journal of Applied Physics* **87**, 3744 (2000).
- [17] M. HANKE, M. SCHMIDBAUER, D. GRIGORIEV, H. RAIDT, P. SCHÄFER, and R. KÖHLER, *Physical Review B* **69**, 075317 (2004).
- [18] S. M. HU, *Journal of Applied Physics* **70**, R53 (1991).
- [19] M. GAILHANOU, A. LOUBENS, J. S. MICHA, B. CHARLET, A. A. MINKEVICH, R. FORTUNIER, and O. THOMAS, *Applied Physics Letters* **90**, 111914 (2007).
- [20] J. R. FIENUP, *Applied Optics* **21**, 2758 (1982).
- [21] M. A. PFEIFER, G. J. WILLIAMS, I. A. VARTANYANTS, R. HARDER, and I. K. ROBINSON, *Nature* **442**, 63 (2006).
- [22] O. THOMAS, O. ROBACH, S. ESCOUBAS, J. S. MICHA, N. VAXELAIRE, and O. PERRAUD, *Mechanical Stress on the Nanoscale: Simulation, Material Systems and Characterization Techniques*, chapter X-ray diffraction analysis of elastic strains at the nanoscale, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2011.
- [23] M. SCHMIDBAUER, D. GRIGORIEV, M. HANKE, P. SCHÄFER, T. WIEBACH, and R. KÖHLER, *Physical Review B* **71**, 115324 (2005).
- [24] M. HANKE, D. GRIGORIEV, M. SCHMIDBAUER, P. SCHÄFER, R. KÖHLER, U. W. POHL, R. L. SELLIN, D. BIMBERG, N. D. ZAKHAROV, and P. WERNER, *Physica E* **21**, 684 (2004).
- [25] M. HANKE, M. SCHMIDBAUER, D. GRIGORIEV, P. SCHÄFER, R. KÖHLER, T. H. METZGER, Z. M. WANG, Y. I. MAZUR, and G. J. SALAMO, *Applied Physics Letters* **89**, 053116 (2006).

-
- [26] M. HANKE, *Mechanical Stress on the Nanoscale: Simulation, Material Systems and Characterization Techniques*, chapter Diffuse X-ray Scattering at low-dimensional structures in the system SiGe/Si, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2011.
- [27] I. KEGEL, T. H. METZGER, J. PEISL, J. STANGL, G. BAUER, K. NORDLUND, W. V. SCHOENFELD, and P. M. PETROFF, *Physical Review B* **63**, 03531 (2001).
- [28] F. PFEIFFER, C. DAVID, M. BURGHAMMER, C. RIEKEL, and T. SALDITT, *Science* **297**, 230 (2002).
- [29] N. TAMURA, R. CELESTRE, A. MACDOWELL, H. PADMORE, R. SPOLENAK, B. VALEK, A. MEIER CHANG, N. AND MANCEAU, and J. PATEL, *Review of Scientific Instruments* **73**, 1369 (2002).
- [30] R. BIERWOLF, H. HOHENSTEIN, F. PHILIPP, O. BRANDT, G. CROOK, and K. PLOOG, *Ultramicroscopy* **49**, 273 (1993).
- [31] P. BAYLE, T. DEUTSCH, B. GILLES, F. LANCON, A. MARTY, and J. THIBAUT, *Ultramicroscopy* **56**, 94 (1994).
- [32] P. JOUNEAU, A. TARDOT, B. FEUILLET, H. MARIETTE, and J. CIBERT, *Journal of Applied Physics* **75**, 7310 (1994).
- [33] M. D. ROBERTSON, J. E. CURRIE, J. M. CORBETT, and J. B. WEBB, *Ultramicroscopy* **58**, 175 (1995).
- [34] G. MÖBUS and O. KIENZLE, *Ultramicroscopy* **85**, 183 (2000).
- [35] T. E. WEIRICH, R. RAMLAU, A. SIMON, S. HOVMOLLER, and X. ZOU, *Nature* **382**, 144 (1996).
- [36] M. J. HYTCH, E. SNOECK, and R. KILAAS, *Ultramicroscopy* **74**, 131 (1998).
- [37] M. J. HYTCH, J.-L. PUTAUX, and PÉNISSON, *Nature* **423**, 270 (2003).
- [38] F. HUE, M. J. HYTCH, H. BENDER, F. HOUELIER, and A. CLAVERIE, *Physical Review Letters* **100**, 156602 (2008).
- [39] M. J. HYTCH, N. CHERKASHIN, S. REBOH, F. HOUELIER, and A. CLAVERIE, *Physica Status Solidi A* **208**, 580 (2011).
- [40] F. HUE, C. L. JOHNSON, S. LARTIGUE-KORINEK, G. WANG, P. R. BUSECK, and M. J. HYTCH, *Journal of Electron Microscopy* **54**, 181 (2005).
- [41] M. J. HYTCH, F. HOUELIER, F. HUE, and E. SNOECK, *Nature* **453**, 1086 (2008).

-
- [42] M. J. HYTCH, F. HOUELIER, F. HUE, and E. SNOECK, *International Patent Application PCT Nr PCT/FR2008/00130*, 2008.
- [43] A. OURMAZD, *Nature Nanotechnology* **3**, 381 (2008).
- [44] A. BÉCHÉ, J. L. ROUVIÈRE, L. CLÉMENT, and J. M. HARTMANN, *Applied Physics Letters* **95**, 123114 (2009).
- [45] A. ARMIGLIATO, S. FRABBONI, and G. C. GAZZADI, *Applied Physics Letters* **93**, 161906 (2008).
- [46] A. ARMIGLIATO, R. BALBONI, G. P. CARNEVALE, G. PAVIA, D. PICCOLO, S. FRABBONI, A. BENEDETTI, and A. G. CULLIS, *Applied Physics Letters* **82**, 2172 (2003).
- [47] A. ARMIGLIATO, R. BALBONI, and S. FRABBONI, *Applied Physics Letters* **86**, 1855408 (2005).
- [48] F. HOUELIER, C. ROUCAU, L. CLÉMENT, J. L. ROUVIÈRE, and M. J. CASANOVE, *Ultramicroscopy* **106**, 951 (2006).
- [49] F. HOUELIER, F. ALTIBELLI, C. ROUCAU, and M. J. CASANOVE, *Ultramicroscopy* **108**, 426 (2008).
- [50] C. A. ALFONSO, *Ultramicroscopy* **110**, 285 (2010).
- [51] A. PONCHET, M. CABIE, and A. ROCHER, *European Physical Journal-Applied Physics* **26**, 87 (2004).
- [52] M. M. J. TREACY, J. M. GIBSON, and A. HOWIE, *Philosophical Magazine A* **51**, 389 (1985).
- [53] M. M. J. TREACY and J. M. GIBSON, *Journal of Vacuum Science & Technology B* **4**, 1458 (1986).
- [54] V. SENEZ, A. ARMIGLIATO, I. DE WOLF, G. P. CARNEVALE, R. BALBONI, S. FRABBONI, and A. BENEDETTI, *Journal of Applied Physics* **94**, 5574 (2003).
- [55] C. GATEL, H. TANG, C. CRESTOU, A. PONCHET, N. BERTRU, F. DORÉ, and H. FOLLIOT, *Acta Materialia* **58**, 3238 (2010).
- [56] A. J. WILKINSON, *Materials Science and Technology* **13**, 79 (1997).
- [57] A. J. WILKINSON, *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, chapter Measuring strains using electron backscatter diffraction, pp. 231–246, Kluwer Academic / Plenum Publishers, 2000.

-
- [58] C. MAURICE and R. FORTUNIER, *Journal of Microscopy* **230**, 520 (2008).
- [59] R. R. KELLER, A. ROSHKO, R. H. GEISS, K. A. BERTNESS, and T. P. QUINN, *Microelectronic Engineering* **75**, 96 (2004).
- [60] J. F. LUO, Y. JI, T. X. ZHONG, Y. Q. ZHANG, J. Z. WANG, J. P. LIU, N. H. NIU, J. HAN, X. GUO, and J. D. SHEN, *Microelectronics Reliability* **46**, 178 (2006).
- [61] L. X. FAN, D. L. GUO, F. REN, X. H. XIAO, G. X. CAI, Q. FU, and C. Z. JIANG, *Journal of Physics D* **40**, 7302 (2007).
- [62] K. Z. TROOST, P. VAN DER SLUIS, and D. J. GRAVESTIJN, *Applied Physics Letters* **62**, 1110 (1993).
- [63] S. VILLERT, C. MAURICE, C. WYON, and R. FORTUNIER, *Journal of Microscopy* **233**, 290 (2009).
- [64] T. C. ISABELL and V. P. DRAVID, *Ultramicroscopy* **67**, 59 (1997).
- [65] S. ZAEFFERER, *Ultramicroscopy* **107**, 254 (2007).
- [66] D. R. STEINMETZ and S. ZAEFFERER, *Materials Science and Technology* **26**, 640 (2011).
- [67] D. CHEN, J.-C. KUO, and W.-T. WU, *Ultramicroscopy* **XX**, XX (2011).
- [68] A. J. WILKINSON, *Ultramicroscopy* **62**, 237 (1996).
- [69] A. J. WILKINSON, G. MEADEN, and D. J. DINGLEY, *Superlattices and Microstructures* **45**, 285 (2009).
- [70] M. D. VAUDIN, Y. B. GERBIG, S. J. STRANICK, and R. F. COOK, *Applied Physics Letters* **93**, 193116 (2008).
- [71] X. MAEDER, W. M. MOOK, C. NIEDERBERGER, and J. MICHLER, *Philosophical Magazine* **91**, 1097 (2011).
- [72] C. V. RAMAN and K. S. KRISHNAN, *Nature* **121**, 501 (1928).
- [73] S. NARAYANAN, S. R. KALIDINDI, and L. S. SCHADLER, *Journal of Applied Physics* **82**, 2595 (1997).
- [74] G. H. LOECHELT, N. G. CAVE, and J. MENENDEZ, *Journal of Applied Physics* **86**, 6164 (1999).

-
- [75] P. PUECH, S. PINEL, R. G. JASINEVICIUS, and P. S. PIZANI, *Journal of Applied Physics* **88**, 4582 (2000).
- [76] E. BONERA, M. FANCIULLI, and D. N. BATCHELDER, *Applied Physics Letters* **81**, 3377 (2002).
- [77] E. BONERA, M. FANCIULLI, and D. N. BATCHELDER, *Journal of Applied Physics* **94**, 2729 (2003).
- [78] I. DE WOLF, H. E. MAES, and S. K. JONES, *Journal of Applied Physics* **79**, 7148 (1996).
- [79] B. DIETRICH and K. F. DOMBROWSKI, *Journal of Raman Spectroscopy* **30**, 893 (1999).
- [80] N. HAYAZAWA, M. MOTOHASHI, Y. SAITO, and S. KAWATA, *Applied Physics Letters* **86**, 263114 (2005).
- [81] D. W. POHL, W. DENK, and M. LANZ, *Applied Physics Letters* **44**, 651 (1984).
- [82] A. TARUN, N. HAYAZAWA, and S. KAWATA, *Analytical and Bioanalytical Chemistry* **394**, 1775 (2009).
- [83] W. X. SUN and Z. X. SHEN, *Ultramicroscopy* **94**, 237 (2003).
- [84] V. POBORCHII, T. TADA, and T. KANAYAMA, *Japanese Journal of Applied Physics* **44**, 202 (2005).
- [85] S. WEBSTER, D. N. BATCHELDER, and D. A. SMITH, *Applied Physics Letters* **72**, 1478 (1998).
- [86] C. GEORGI, M. HECKER, and E. ZSCHECH, *Applied Physics Letters* **90**, 171102 (2007).
- [87] L. ZHU, C. GEORGI, M. HECKER, J. RINDERKNECHT, A. MAI, Y. RITZ, and E. ZSCHECH, *Journal of Applied Physics* **101**, 104305 (2007).
- [88] F. CLÉTON, B. SIEBER, A. LEFEBVRE, A. BENZAADA, R. A. MASUT, J. M. BONARD, J. D. GANIÈRE, and M. AMBRI, *Journal of Applied Physics* **80**, 827 (1996).
- [89] C. E. NORMAN, R. A. HOGG, A. J. SHIELDS, and N. IIZUKA, *Physica Status Solidi B* **216**, 375 (1999).
- [90] G. PEZZOTTI, K. WAN, M. C. MUNISSO, and W. ZHU, *Applied Physics Letters* **89**, 041908 (2006).

-
- [91] G. PEZZOTTI, K. HOSOKAWA, M. C. MUNISSO, A. LETO, and W. ZHU, *Journal of Physical Chemistry A* **111**, 8367 (2007).
- [92] A. LETO, A. A. PORPORATI, W. ZHU, M. GREEN, and G. PEZZOTTI, *Journal of Applied Physics* **101**, 093514 (2007).
- [93] G. PEZZOTTI, A. A. PORPORATI, A. LETO, and W. ZHU, *Journal of Applied Physics* **104**, 023514 (2008).
- [94] A. KAPLYANSKI, *Optische Spektroskopie* **16**, 602 (1964).
- [95] L. GRABNER, *Journal of Applied Physics* **49**, 580 (1978).
- [96] C. P. OSTERTAG, L. H. ROBINS, and L. P. COOK, *Journal of the European Ceramic Society* **7**, 109 (1991).
- [97] A. A. PORPORATI, Y. TANAKA, A. MATSUTANI, W. ZHU, and G. PEZZOTTI, *Journal of Applied Physics* **100**, 083515 (2006).
- [98] A. J. HUBER, A. ZIEGLER, T. KÖCK, and R. HILLENBRAND, *Nature Nanotechnology* **4**, 153 (2009).
- [99] A. M. GIGLER, A. J. HUBER, M. BAUER, A. ZIEGLER, R. HILLENBRAND, and R. W. STARK, *Optics Express* **17**, 22351 (2009).
- [100] T. E. A. KANATA, *Physical Review B* **41**, 2936 (1990).
- [101] M. DUTTA, H. SHEN, S. M. VERNON, and T. M. DIXON, *Applied Physics Letters* **57**, 1775 (1990).
- [102] A. DIMOULAS, P. TZANETAKIS, A. GEORGAKILAS, O. J. GLEMOCKI, and A. CHRISTOU, *Journal of Applied Physics* **67**, 4389 (1990).
- [103] R. KUZMENKO, A. GANSHA, J. SCHREIBER, W. KIRCHER, A. HILDEBRANDT, S. MO, and E. PEINER, *Physica Status Solidi A* **152**, 133 (1995).
- [104] M. MOTYKA, L. GELCZUK, M. DABROWSKA-SZATA, J. SERAFINCZUK, R. KUDRAWIEC, and J. MISIEWICZ, *Optica Applicata* **39**, 561 (2009).
- [105] R. KUZMENKO, A. V. GANZHA, E. P. BOCHUROVA, DOMASHEVSKAYA, J. SCHREIBER, S. HILDEBRANDT, E. MO, S. PEINER, and A. SCHLACHETZKI, *Semiconductors* **34**, 73 (2000).
- [106] S. V. GOVORKOV, N. I. KOROTEEV, G. I. PETROV, I. L. SHUMAY, and V. V. YAKOVLEV, *Applied Physics A* **50**, 439 (1990).

-
- [107] C. SCHRIEVER, C. BOHLEY, and R. B. WEHRSPHON, *Optics Letters* **35**, 273 (2010).
- [108] C. SCHRIEVER, C. BOHLEY, and R. B. WEHRSPHON, *Mechanical stress on the nanoscale*, chapter Strain induced nonlinear optics in silicon, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2011.
- [109] J.-H. ZHAO, W. SU, Q.-D. CHEN, Y. JIANG, Z.-G. CHEN, G. JIA, and H.-B. SUN, *Journal of Quantum Electronics* **47**, 55 (2011).
- [110] T. CHU, M. YAMADA, J. DONECKER, M. ROSSBERG, V. ALEX, and H. RIEMANN, *Microelectronic Engineering* **66**, 327 (2003).
- [111] G. HORN, J. LESNIAK, T. MACKIN, and B. BOYCE, *Review of Scientific Instruments* **76**, 045108 (2005).
- [112] X. LI, W. XU, M. A. SUTTON, and M. MELLO, *Materials Science and Technology* **22**, 835 (2006).
- [113] Y. SUN and J. H. L. PANG, *Nanotechnology* **17**, 933 (2006).
- [114] Y. SUN, J. H. L. PANG, and W. FAN, *Nanotechnology* **18**, 395504 (2007).
- [115] N. SABATÉ, D. VOGEL, A. GOLLHARDT, J. KELLER, C. CANÉ, I. GRÀCIA, J. R. MORANTE, and B. MICHEL, *Journal of Micromechanics and Microengineering* **16**, 254 (2006).
- [116] A. KORSUNSKY, M. SEBASTIANI, and E. BEMPORAD, *Materials Letters* **63**, 1961 (2009).
- [117] A. KORSUNSKY, M. SEBASTIANI, and E. BEMPORAD, *Surface and Coatings Technology* **205**, 2393 (2010).
- [118] Q. WANG, H. XIE, Z. LIU, X. LOU, J. WRANG, K. XU, Z. ZHANG, J. LIAO, and C. GU, *Optics and Lasers in Engineering* **48**, 1113 (2010).
- [119] D. Y. LI, *Physica Status Solidi A* **191**, 427 (2002).
- [120] W. LI, Y. WANG, and D. Y. LI, *Physica Status Solidi A* **201**, 2005 (2004).
- [121] W. LI, M. CAI, Y. WANG, and S. YU, *Scripta Materialia* **54**, 921 (2006).
- [122] S. SHUSTERMANN, A. RAIZMAN, A. SHER, Y. PALTIEL, A. SCHWARZMANN, E. LEPKIFKER, and Y. ROSENWAKS, *Nano Letters* **7**, 2089 (2007).
- [123] K. UNAL and H. K. WICKRAMASINGHE, *Applied Physics Letters* **90**, 113111 (2007).

-
- [124] P. MÜLLER, M. HANBUECKEN, and R. B. WEHRSPHON, editors, *Mechanical Stress on the Nanoscale*, Wiley-VCH Verlag & Co KGaA, Weinheim, 2011.
- [125] G. SILBER and F. STEINWENDER, *Bauteilberechnung und Optimierung mit der FEM*, B. G. Teubner Verlag Wiesbaden, 2005.
- [126] H. G. HAHN, *Elastizitätstheorie*, B.G. Teubner Stuttgart, 1985.
- [127] L. D. LANDAU, E. M. LIFSCHITZ, and P. ZIESCHE, *Mechanik*, Verlag Harri Deutsch, 1997.
- [128] W. KLEBER, *Einführung in die Kristallographie*, Verlag Technik GmbH Berlin, 1990.
- [129] J. ALTENBACH and H. ALTENBACH, *Einführung in die Kontinuumsmechanik*, B.G. Teubner Stuttgart, 1994.
- [130] C. KITTEL, *Einführung in die Festkörperphysik*, Oldenbourg Verlag München Wien, 2002.
- [131] S. KIKUCHI, *Japanese Journal of Physics* **5**, 83 (1928).
- [132] J. C. H. SPENCE and J. M. ZUO, *Electron microdiffraction*, Plenum Press, New York and London, 1992.
- [133] H. ALEXANDER, *Physikalische Grundlagen der Elektronenmikroskopie*, B. G. Teubner, Stuttgart, 1997.
- [134] C. J. HUMPHREYS, *Reports on Progress in Physics* **42**, 1825 (1979).
- [135] H. BETHE, *Annalen der Physik* **5**, 325 (1930).
- [136] K. MARTHINSEN and R. HØIER, *Acta Crystallographica A* **42**, 484 (1986).
- [137] C. J. ROUSSOUW and P. R. MILLER, *Philosophical Magazine A* **70**, 985 (1994).
- [138] S. L. DUDAREV, P. REZ, and M. J. WHELAN, *Physical Review B* **51**, 3397 (1995).
- [139] A. P. POGANY and P. S. TURNER, *Acta Crystallographica Section A* **24**, 103 (1968).
- [140] A. WINKELMANN, B. SCHRÖTER, and W. RICHTER, *Ultramicroscopy* **98**, 1 (2003).
- [141] A. WINKELMANN, C. TRAGER-COWAN, F. SWEENEY, A. P. DAY, and P. PARBROOK, *Ultramicroscopy* **107**, 414 (2007).
- [142] A. WINKELMANN, *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, chapter Dynamical simulation of electron backscatter diffraction patterns, pp. 21–33, Springer Science + Business Media, LLC, 2009.

-
- [143] A. WINKELMANN, *Ultramicroscopy* **108**, 1546 (2008).
- [144] A. WINKELMANN and G. NOLZE, *Ultramicroscopy* **110**, 190 (2010).
- [145] A. J. WILKINSON, G. MEADEN, and D. J. DINGLEY, *Materials Science and Technology* **22**, 1271 (2006).
- [146] A. ZIEGLER, J. P. BIERSACK, and U. LITTMARK, *The stopping and range of ions in solids*, Pergamon Press, 1985.
- [147] M. NASTASI and J. W. MAYER, *Ion implantation and synthesis of materials*, Springer Berlin Heidelberg New York, 2006.
- [148] H. GNASER, Springer Tracts in Modern Physics, in *Low-energy ion irradiation of solid surfaces*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York, 1999.
- [149] R. BEHRISCH and W. ECKSTEIN, *Sputtering by particle bombardment*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2007.
- [150] J. F. ZIEGLER, J. P. BIERSACK, and A. D. ZIEGLER, *SRIM-The stopping and range of ions in matter*, Lulu Press Co., 2008.
- [151] R. SMITH, M. JAKAS, D. ASHWORTH, B. OVEN, M. BOWYER, I. CHAKAROV, and R. WEBB, *Atomic and ion collisions in solids and at surfaces*, Cambridge University Press, 1997.
- [152] G. H. KINCHIN and R. S. PEASE, *Reports on Progress in Physics* **18**, 1 (1955).
- [153] P. SIGMUND, *Physical Review* **184**, 383 (1969).
- [154] H. H. ANDERSEN and H. L. BAY, *Sputtering by particle bombardment I. Physical sputtering of single-element solids*, chapter Sputtering yield measurements, pp. 145–218, Springer Berlin Heidelberg New York, 1981.
- [155] H. H. ANDERSEN, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* **33**, 466 (1988).
- [156] R. M. BRADLEY and J. M. E. HARPER, *Journal of Vacuum Science & Technology* **6**, 2390 (1988).
- [157] R. M. BRADLEY, *Physical Review E* **54**, 6149 (1996).
- [158] M. A. MAKEEV, R. CUERNO, and A.-L. BARABÁSI, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* **197**, 185 (2002).

-
- [159] E. CHASON and M. J. AZIZ, *Scripta Materialia* **49**, 953 (2003).
- [160] C. HERRING, *Journal of Applied Physics* **21**, 301 (1950).
- [161] W. W. MULLINS, *Journal of Applied Physics* **30**, 77 (1959).
- [162] S. E. ORCHARD, *Applied Scientific Research* **11**, 451 (1962).
- [163] R. CUERNO and A.-L. BARABÁSI, *Physical Review Letters* **74**, 4746 (1995).
- [164] R. CUERNO, H. A. MAKSE, S. TOMASSONE, S. T. HARRINGTON, and H. E. STANLEY, *Physical Review Letters* **75**, 4464 (1995).
- [165] H. CHATÉ and P. MANNEVILLE, *Physical Review Letters* **58**, 112 (1987).
- [166] M. KARDAR, G. PARISI, and Y.-C. ZHANG, *Physical Review Letters* **56**, 889 (1986).
- [167] J. VILLAIN, *Journal de Physique I* **1**, 19 (1991).
- [168] N. C. KRIEGER LASSEN and J. B. BILDE-SÖRENSEN, *Journal of Microscopy* **170**, 125 (1993).
- [169] N. C. KRIEGER LASSEN, *Automated determination of crystal orientations from electron backscattering patterns*, PhD thesis, Technical University of Denmark, 1994.
- [170] N. C. KRIEGER LASSEN, *Journal of Microscopy* **195**, 204 (1999).
- [171] D. A. CARPENTER, J. L. PUGH, and G. D. RICHARDSON, *Journal of Microscopy* **227**, 246 (2007).
- [172] M. MAURICE, D. KRZYSZTOF, and R. FORTUNIER, *Ultramicroscopy* **111**, 140 (2011).
- [173] K. MINGARD, A. DAY, C. MAURICE, and P. QUESTED, *Ultramicroscopy* **111**, 320 (2011).
- [174] D. E. I. 4287, *Geometrische Produktspezifikation (GPS) - Oberflächenbeschaffenheit: Tastschnittverfahren - Benennungen, Definitionen und Kenngrößen der Oberflächenbeschaffenheit*.
- [175] D. E. I. 4288, *Geometrische Produktspezifikation (GPS) - Oberflächenbeschaffenheit: Tastschnittverfahren - Regeln und Verfahren für die Beurteilung der Oberflächenbeschaffenheit*.
- [176] D. E. I. 25178, *Geometrische Produktspezifikation (GPS) - Oberflächenbeschaffenheit: Flächenhaft*.

-
- [177] A. DUPARRÉ, J. FERRE-BORRULL, S. GLIECH, G. NOTNI, J. STEINERT, and J. M. BENNETT, *Applied Optics* **41**, 154 (2002).
- [178] P. DUMAS, B. BOUFFAKHREDDINE, C. AMRA, O. VATEL, E. ANDRE, R. GALINDO, and F. SALVAN, *Europhysics Letters* **22**, 717 (1993).
- [179] A. F1811-97, *Standard practice for estimating the power spectral density function and related finish parameters from surface profile data*.
- [180] Y. ZHAO, G.-C. WANG, and T.-M. LU, *Characterization of amorphous and crystalline rough surface: Principles and applications*, volume 37, Academic Press, San Diego, 2001.
- [181] P. V. C. HOUGH, A method and means for recognizing complex patterns, U.S. Patent 3,069,654, 1962.
- [182] M. GUIZAR-SICAIROS, S. T. THURMAN, and J. R. FIENUP, *Optics Letters* **33**, 156 (2008).
- [183] L. SACHS and J. HEDDERICH, *Angewandte Statistik-Methodensammlung mit R*, Springer Dordrecht Berlin Heidelberg New York, 2009.
- [184] A. J. WILKINSON, D. J. DINGLEY, and G. MEADEN, *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, chapter Strain mapping using electron backscatter diffraction, pp. 231–249, Springer Science + Business Media, LLC, 2009.
- [185] T. BUTZ, *Fouriertransformation für Fußgänger*, B.G. Teubner Verlag / GWV Fachverlage GmbH, 2007.
- [186] L. REIMER, *Transmission Electron Microscopy*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York London Paris Tokyo, 1989.
- [187] I. DE WOLF, *Spectroscopy Europe* **15**, 6 (2003).
- [188] P. J. STEINHARDT, D. R. NELSON, and M. RONCHETTI, *Physical Review B* **28**, 784 (1983).
- [189] M. BRUEL, B. ASPAR, and A. J. AUBERTON-HERVE, *Japanese Journal of Applied Physics* **36**, 1636 (1997).
- [190] R. E. A. BARABASH, *Applied Physics Letters* **79**, 749 (2001).
- [191] T. B. BRITTON, S. BIROSCA, M. PREUSS, and A. J. WILKINSON, *Scripta Materialia* **62**, 639 (2010).

-
- [192] J. KACHER, C. LANDON, B. L. ADAMS, and D. FULLWOOD, *Ultramicroscopy* **109**, 1148 (2009).
- [193] C. MAURICE, R. FORTUNIER, J. DRIVER, A. DAY, K. MINGARD, and G. MEADEN, *Ultramicroscopy* **110**, 758 (2010).
- [194] T. B. BRITTON, C. MAURICE, R. FORTUNIER, J. H. DRIVER, A. P. DAY, G. MEADEN, D. J. DINGLEY, K. MINGARD, and A. J. WILKINSON, *Ultramicroscopy* **110**, 1443 (2010).
- [195] L. PASTEWKA, R. SALZER, A. GRAFF, F. ALTMANN, and M. MOSELER, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* **267**, 3072 (2009).
- [196] R. W. OLESINSKI, N. KANANI, and G. J. ABBASCHIAN, *Bulletin of Alloy Phase Diagrams* **6**, 362 (1985).
- [197] Z. A. TAHA, E. W. DEGUNS, S. CHATTOPADHYAY, and S. L. SCOTT, *Organometallics* **25**, 1891 (2006).
- [198] A. MIKKELSEN, E. HILNER, J. N. ANDERSEN, S. GHATNEKAR-NILSSON, L. MONTELIUS, and A. A. ZAKHAROV, *Nanotechnology* **20**, 325304 (2009).
- [199] M. COUILLARD, G. RADTKE, A. P. KNIGHTS, and G. A. BOTTON, *Physical Review Letters* **107**, 176104 (2011).
- [200] W. ECKSTEIN, *Computer simulation of ion-solid interactions*, Springer Verlag Berlin Heidelberg, 1991.
- [201] B. ZIBERI, F. FROST, and B. RAUSCHENBACH, *Applied Physics Letters* **88**, 173115 (2006).
- [202] B. ZIBERI, F. FROST, T. HÖCHE, and B. RAUSCHENBACH, *Physical Review B* **72**, 235310 (2005).
- [203] J. J. VAJO, R. E. DOTY, and E. H. CIRLIN, *Journal of Vacuum Science and Technology A* **14**, 2710 (1996).
- [204] Y. YAMAMURA, N. MATSUNAMI, and N. ITOH, *Radiation Effects and Defects in Solids* **68**, 83 (1982).

Zu dieser Arbeit gehörende Publikationen

K. Tapily, H. Baumgart, D. Gu, A. Elmustafa, M. Krause, M. Petzold, Effect of wafer bonding and layer splitting on nanomechanical properties of standard and strained SOI films, *ECS Transactions* **16**, 337 (2008).

M. Krause, A. Graff, F. Altmann, Strain determination using electron backscatter diffraction, *Proceedings of 11th International Workshop on Stress-Induced Phenomena in Metallization*, Bad Schandau, Deutschland, 139 (2010).

V. A. Sivakov, G. Bronstrup, B. Pecz, A. Berger, G. Z. Radnoczi, M. Krause, S. H. Christiansen, Realization of vertical and zigzag single crystalline silicon nanowire architectures, *Journal of Physical Chemistry C* **114**, 3798 (2010).

M. Krause, M. Petzold, R. B. Wehrspohn, *Mechanical Stress on the Nanoscale* chapter *Determination of elastic strains using electron backscatter diffraction in the scanning electron microscope*, pp. 213-231, Wiley-VCH Verlag & Co KGaA, Weinheim, 2011

R. B. Wehrspohn, M. Krause, C. Schriever, Measuring residual stress on the nanometer scale- novel tools for fundamental and applied research, *MRS Proceedings*, 1424, DOI: <http://dx.doi.org/10.1557/opl.2012.236>, 2012

Weitere Publikationen

M. Krause, M. Müller, M. Petzold, S. Wiese, K.-J. Wolter, Scaling effects on grain size and texture of lead free interconnects- investigations by electron backscatter diffraction and nanoindentation, *Proceedings of 58th Electronic Components and Technology Conference (ECTC) IEEE*, Lake Buena Vista, USA, 75 (2008).

M. Krause, B. März, S. Bennemann, M. Petzold, High resolution analysis of intermetallic compounds in microelectronic interconnects using electron backscatter diffraction and transmission electron microscopy, *Proceedings of 60th Electronic Components and Technology Conference (ECTC) IEEE*, Las Vegas, USA, 591 (2010).

M. Krause, F. Altmann, C. Schmidt, S. Brand, M. Petzold, D. Malta, D. Temple, Characterization and failure analysis of TSV interconnects: from non-destructive defect localization to material analysis with nanometer resolution, *Proceedings of 61th Electronic Components*

and Technology Conference (ECTC) IEEE, Lake Buena Vista, USA, 1452 (2011) - ausgezeichnet mit dem Best Session Paper Award 2011.

H. Ikeno, M. Krause, T. Höche, C. Patzig, Y. Hu, A. Gawronski, C. Rüssel, I. Tanaka, Variation of Zr – L_{2,3} XANES in tetravalent zirconium oxides, *Journal of Physics: Condensed Matter* **25**, 165505 (2013).

C. Patzig, M. Krause, T. Höche, M. Dittmer, A. Gawronski, C. Rüssel, Y. Hu, H. Ikeno, I. Tanaka, G. Henderson, Zr coordination change during crystallization of MgO – Al₂O₃ – SiO₂ – ZrO₂ glass ceramics, *Journal of Non-Crystalline Solids* **384**, 47 (2013).

Danksagung

Ich möchte mich an dieser Stelle bei all jenen bedanken, ohne deren Hilfe diese Arbeit nicht zustande gekommen wäre. Prof. Dr. R. B. Wehrspohn danke ich für die interessante Aufgabenstellung, die Unterstützung bei deren Umsetzung und den mir gewährten Freiraum bei der Verwirklichung meiner Ideen. Ferner danke ich PD Dr. Michael Hanke und PD Dr. Hartmut S. Leipner für die Begutachtung dieser Arbeit.

Mein besonderer Dank für die kollegiale Arbeitsatmosphäre und stete Hilfsbereitschaft gilt Prof. Dr. M. Petzold und F. Altmann. Darüber hinaus möchte ich Ihnen für das in mich gesetzte Vertrauen und die zahlreichen Möglichkeiten zur persönlichen Weiterentwicklung herzlich danken.

Dr. A. Graff und L. Berthold danke ich für die Durchführung der TEM-Untersuchungen, M. Menzel für seine Unterstützung bei den zahlreichen AFM-Messungen. Für die Durchführung der XRD-Referenzmessungen sei Dr. C. Eisenschmidt ebenso gedankt, wie Dr. L. Pastewka für die Durchführung der MD-Simulationen und Dr. A. Winkelmann für die zur Verfügung gestellten, dynamisch simulierten Beugungsbilder.

Herrn Prof. H. Baumgart möchte ich für die Bereitstellung der sSOI-Probe ebenso danken, wie Dr. R. Gerbach für seine Hilfe bei der FEM.

Großer Dank gilt auch M. Feineis, der im Rahmen seiner Tätigkeit als studentischer Mitarbeiter wesentlich zur softwareseitigen Umsetzung der Auswerteroutinen beigetragen hat. Die fast schon legendären Gespräche über die Lage des Physiker- bzw. Informatiker-Koordinatensystems werden mir fehlen. Wer hätte gedacht, das STRATO diesen Umfang annehmen würde?

Ohne jeden Zweifel bedarf die Anfertigung einer Dissertation neben fachlichem Beistand auch des Rückhalts durch Familie und Freunde. Mein besonderer Dank gilt hierbei vor allem meiner Frau Anett, deren Ausdauer und Leidenschaft in den zurückliegenden Jahren gleichsam auf die Probe gestellt wurden. Deine Unterstützung bedeutet mir viel.

Nicht zuletzt danke ich meinen Eltern, die in jeglicher Hinsicht die Grundsteine für meinen Weg gelegt haben.

Tabellarischer Lebenslauf

Persönliche Daten

Michael Krause
geboren am 11.03.1981 in Halle
wohnhaft in der Talamtstr. 3, 06108 Halle
verheiratet, keine Kinder

Schulausbildung

1987 - 1991 Grundschule *Glauchau-Schule* (Polytechnische Oberschule), Halle
1991 - 1999 Gymnasium *Latina August Hermann Francke* (Landesgymnasium), Halle

Wehrdienst

09/1999 - 06/2000 Grundwehrdienst *Luftwaffe der Bundeswehr*, Bayreuth, München, Holz-
dorf

Studium

10/2000 - 04/2006 Studium der Physik *Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg*, Halle;
Diplomarbeit *Arbeitsgruppe Glasphysik/Festkörpermechanik*, Thema: Ge-
fügeentwicklung und lokale mechanische Eigenschaften von Lotkontaktie-
rungen mikroelektronischer Bauelemente

Beruflicher Werdegang

seit 05/2006 wissenschaftlicher Mitarbeiter *Fraunhofer Institut für Werkstoffmecha-
nik*, Halle

Halle, 22.01.2013

Erklärung

Hiermit erkläre ich, dass ich meine Arbeit ohne fremde Hilfe verfasst, andere als die von mir angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und die den benutzten Werken wörtlich oder inhaltlich entnommenen Stellen als solche kenntlich gemacht habe.

A handwritten signature in blue ink, reading "Michael Fausc". The signature is written in a cursive style with a prominent flourish at the end.

Halle, 22.01.2013