



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
WIEN

Dissertation

Optische Schichtdickenbestimmung auf granularen Materialien

ausgeführt zum Zwecke der Erlangung des akademischen Grades eines Doktors der
technischen Wissenschaften (Dr. techn.) eingereicht an der TU Wien, Fakultät für Physik von

Dipl.-Ing. Harald MAHR

unter der Leitung von

Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Christoph Eisenmenger-Sittner

Institut für Festkörperphysik, E138

begutachtet von

Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr. Herbert Hutter

Institut für Chemische Technologien und Analytik

Technische Universität Wien

Getreidemarkt 9, 1060 Wien, Austria

Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr. Christian Mitterer

Lehrstuhl für Funktionale Werkstoffe und

Werkstoffsysteme

Montan Universität Leoben

Franz-Josef-Straße 18, 8700 Leoben

Diese Arbeit wurde vom Fonds zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung (FWF) im Rahmen des Projektes „T-SCAN“ (TRP 6) unterstützt.

Ich nehme zur Kenntnis, dass ich zur Drucklegung meiner Arbeit unter der Bezeichnung

Optische Schichtdickenbestimmung auf granularen Materialien

nur mit Bewilligung der Prüfungskommission berechtigt bin.

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass die vorliegende Arbeit nach den anerkannten Grundsätzen für wissenschaftliche Abhandlungen von mir selbstständig erstellt wurde. Alle verwendeten Hilfsmittel, insbesondere die zugrunde gelegte Literatur, sind in dieser Arbeit genannt und aufgelistet. Die aus den Quellen wörtlich entnommenen Stellen, sind als solche kenntlich gemacht.

Das Thema dieser Arbeit wurde von mir bisher weder im In- noch Ausland einer Beurteilerin/einem Beurteiler zur Begutachtung in irgendeiner Form als Prüfungsarbeit vorgelegt. Diese Arbeit stimmt mit der von den Begutachterinnen/Begutachtern beurteilten Arbeit überein.

Wien, Februar, 2023

Unterschrift

Kurzfassung

In verschiedenen technologischen Prozessen spielen Zwischenschichten mit Schichtdicken im Nanometer Bereich (0.5-100nm) eine entscheidende Rolle. In „klassischen“ Anwendungen wie Multilayer-Systemen in der Mikroelektronik oder in magnetischen Speichern werden derartige Schichten auf planar, wohl definierten Oberflächen aufgebracht. Die physikalischen Eigenschaften dieser Schichtsysteme werden maßgeblich durch die Schichtdicke der aufgetragenen Schichten beeinflusst. Die Messung der Schichtdicke ist in diesen Fällen, wenn auch nicht einfach, doch gut entwickelt.

In neueren Anwendungen werden derartige Schichtsysteme in zunehmendem Maße auch dazu verwendet, um Oberflächeneigenschaften von fibrösen, granularen oder unregelmäßig geformten Partikeln zu verändern. Diese Anwendungen reichen von der Erzeugung spezieller Nanostrukturen mit Hilfe von Pulvermetallurgie hin zur Veränderung von thermischen und mechanischen Eigenschaften durch Aufbringen von Zwischenschichten in Kompositmaterialien. Als Beispiel seien hier z.B. Kupfer-Diamant Verbundwerkstoffe aufgeführt, deren thermische und mechanische Eigenschaften auf großes Potential in der Anwendung als Heat Sink Materialien schließen lassen. Zur Verbesserung des thermischen Kontaktwiderstandes am Diamant-Kupfer Interface werden Zwischenschichten mit Dicken in der Größenordnung < 100 nm aufgebracht. Eine weitere konkrete Anwendung sind Glashohlkugeln, die zur Wasserstoffspeicherung herangezogen werden können. Diese werden mit Schichten bestehend aus z.B. Platin und Titanoxid überzogen, um katalytische Reaktionen an den Oberflächen zu ermöglichen.

Ziel der Arbeit ist es, die optischen Eigenschaften der aufgetragenen Schichten (Semi-Transparenz im sichtbaren Wellenlängenbereich, gegeben auch bei metallischen Schichten mit Schichtdicken unterhalb von 100 nm) und der Substratsysteme auszunützen, um Informationen über die Schichtdicken und deren Verteilungen am Granulat und über das gesamte Granulatensemble zu erhalten. Hauptaufgabe ist die Entwicklung eines schnellen, kosteneffizienten Verfahrens zur Bestimmung der Schichtdicke von metallischen und dielektrischen Schichtsystemen mit entsprechender Ortsauflösung an transparenten und semi-transparenten Substratpartikeln in der Größenordnung von 10 – 500 μm Durchmesser. Hierbei soll nicht nur die Schichtdicke an Einzelpartikeln bestimmt werden, sondern auch statistische Auswertungen an signifikanten Ensembles durchgeführt werden, um Aussagen über

Schichtverteilung und Gleichmäßigkeit des Beschichtungsprozesses tätigen zu können. Neben der Konstruktion und Implementierung der dazu notwendigen optischen Geräte wird auch ein Softwarepaket (ThinFilmInspect) bestehend aus Objekterkennung, Messbereichserosion, Modellbildung und Dickenberechnung entwickelt, um eine Charakterisierung und Vermessung des granularen und fibrösen Substratmaterials zu ermöglichen. Ebenso wird anhand von planen und granularen Proben das Messverfahren getestet und die Ergebnisse mit den Messergebnissen anderer Methoden (SEM, TEM, gravimetrische und taktile Schichtdickenmessung) verglichen. Es wird gezeigt, dass mit der in dieser Arbeit entwickelten Hard- und Software Schichtdicken und Schichtdickenverteilungen von semi-transparenten Schichten auf granularen Materialien im Schichtdickenbereich von 5 - 100 nm bestimmt werden können.

Abstract

Interlayers with thicknesses in the nm range (0.5 – 100nm) play a crucial role in various technological processes. In classical applications, like multilayer-systems in microelectronics or magnetic storage, such films get deposited on plane, well-defined surfaces. The thickness of the deposited films influences the physical properties of those multilayer-systems considerably. The measurement of the thickness of those films is well established, although not trivial.

In more recent applications, single- and multi-layered coating systems are used to alter the surface properties of fibrous, granular or irregular shaped particles. Those applications span from the production of specialized Nano structures in powder metallurgy to the alteration of the thermal and mechanical behaviour of composite materials via deposition of interlayers. Examples include copper-diamond composite materials, which provide interesting thermal and mechanical properties for a potential use in heatsinks. To increase the thermal conductivity on the copper-diamond interface, interlayers of the magnitude < 100 nm are getting deposited. Another example are hollow glass microspheres, which can be used for hydrogen storage. Those microspheres are getting coated with platinum and titanium oxide to enable catalytic reactions on the surface.

The purpose of this work is to use the optical properties of the deposited films and substrates (mainly semi-transparency in the visible spectral-range, present also for metallic layers with film thicknesses below 100 nm) to gather information about film-thickness and film-distribution on a granulate-particle and over the whole granulate-ensemble.

The main emphasis is on the development of a fast, cost-efficient process to measure the thickness of metallic and dielectric multi-layered systems, with appropriate spatial resolution on transparent and semi-transparent substrate-particles, with diameters in the magnitude of 10 – 500 μm . By doing so, not only the film-thickness on a single particle shall be measured, but also the film-thickness distribution and film-thickness uniformity in significant particle-ensembles shall be determined, to allow statements on film-thickness distribution and uniformity of the coating process.

Beside the construction and implementation of the therefore necessary optical tools, a software package (ThinFilmInspect), consisting of object recognition, measurement area erosion, modelling and thickness calculation, shall be developed to allow for characterization

and measurement of the film thickness on coated granular and fibrous substrate materials. The measurement process is tested on plane and granular samples and the results are compared to the results obtained with other methods (SEM, TEM, gravimetric and tactile film thickness measurement). It is shown that it is possible to determine the film thickness and the film thickness distribution of semitransparent coatings on granular substrates for thicknesses in the range from 5 - 100 nm with the hardware and software developed in this thesis.

Danksagung

Zuallererst möchte ich meinem Betreuer Professor Christoph Eisenmenger-Sittner danken, der mir die Verwirklichung dieser Arbeit ermöglichte. Ich danke ihm dafür, dass er jederzeit mit Rat und Hilfe zur Verfügung stand und mich immer wieder mit neuen Anregungen ansprach.

Ebenso danke ich meinen Kollegen in der Arbeitsgruppe Dünne Schichten, allen voran Herrn Andreas Eder und Herrn Gerwin Drexler-Schmid, mit denen ich viele fruchtbringende Diskussionen führen durfte und die mich in der Arbeit immer wieder ermutigten. Gleicher Dank gilt allen weiteren Diplomanden, Dissertanten und Mitarbeitern der Arbeitsgruppe die ich im Laufe meiner Arbeit kennen und schätzen gelernt habe.

Ich danke der Universitären Service-Einrichtung für Transmissionselektronenmikroskopie der Technischen Universität Wien (USTEM) für die komplikationslose und hilfreiche Zusammenarbeit bei der elektronenmikroskopischen Charakterisierung ausgewählter Proben.

Dank gilt auch dem Fonds zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung (FWF) für die finanzielle Unterstützung im Rahmen des Projektes „T-SCAN“ (TRP 6).

Weiters danke ich noch allen Personen, die durch ihr Lektorat, ihre Korrekturen, Anmerkungen und Vorschläge einen Beitrag zu dieser Arbeit geleistet haben.

Zu guter Letzt danke ich meiner Familie, meinen Eltern, meiner Frau und meinen beiden kleinen Töchtern. Sie gaben mir die Möglichkeit, die Zeit, den Freiraum aber vor allem die Zuversicht, diese Arbeit zu einem Abschluss zu bringen. Danke.

Inhaltsverzeichnis

Abkürzungsverzeichnis	VII
1 Einleitung	1
1.1 Problemstellung	1
1.2 Zielsetzung	2
2 Stand der Technik	2
2.1 Schichtdickenbestimmung an dünnen Schichten.....	2
2.1.1 Gravimetrische Methoden.....	3
2.1.2 Taktile Methoden.....	4
2.1.3 Optische Schichtdickenbestimmung.....	5
2.1.4 Mikroskopische Schichtdickenbestimmung.....	6
2.1.4.1 Lichtmikroskopie.....	6
2.1.4.2 Teilchenbasierte Mikroskopie	6
2.1.5 Elektrische Methoden	7
2.1.6 Gegenüberstellung der Methoden	7
2.2 Übersicht der Messkette zur Schichtdickenbestimmung mittels Bildsensoren.....	8
2.3 Optische Bildsensoren.....	12
2.3.1 Der CCD-Sensor	12
2.3.1.1 Aufbau eines CCD-Chips.....	12
2.3.1.2 Arten von CCD-Chips.....	15
2.3.1.2.1 Unterscheidung bzgl. der Belichtung:	15
2.3.1.2.2 Unterscheidung bzgl. Elektronen Transport:	16
2.3.2 Der CMOS-Sensor.....	18
2.3.3 Farbsensoren – Detektion von Farben	20
2.3.3.1 Räumliche Separation	20
2.3.3.2 Spektrale Separation / Filter Sensoren	21
2.3.3.3 Zeitliche Separation	23
2.3.4 Auswahl des geeigneten Bildsensors	24
2.3.5 Anwendung von Bildsensoren im Digitalspektrometer.....	25
2.3.6 Anwendung von Bildsensoren im Scanner.....	26
2.4 Methoden der Bildverarbeitung.....	28
2.4.1 Grundlegendes.....	28
2.4.2 Graustufenbilder.....	29

2.4.3	<i>Bildvorverarbeitung</i>	31
2.4.4	<i>Detektion von Objektkonturen</i>	32
2.4.5	<i>Detektion von geschlossenen Objekten</i>	36
2.5	Interpretation der gewonnenen Bildinformationen und konkrete Umsetzung in TFI	.38
2.5.1	<i>Objekterkennung in TFI</i>	38
2.5.1.1	Pixelorientierte Segmentierung	38
2.5.1.2	Kantenorientierte Segmentierung	40
2.5.1.3	Kombination von pixel- und kantenorientierter Segmentierung in TFI.....	41
3	Modellbildung zur Schichtdickenbestimmung	47
3.1	Theoretische Grundlagen der Schichtdickenberechnung.....	47
3.1.1	<i>Modell zur optischen Schichtdickenbestimmung an Einfach- und Mehrschichten</i>	47
3.1.1.1	Grundlagen.....	47
3.1.1.2	Übergang von Wellen an einfachen Grenzflächen	49
3.1.1.3	Realistisches Probenmodell.....	51
3.1.1.4	Durchgang von Wellen durch eine dünne Schicht - Kohärente Reflexion.....	53
3.1.1.5	Schichtsystem aus dünnen Schichten.....	55
3.1.1.6	Durchgang von Wellen durch dicke Schichten - Inkohärente Reflexion	55
3.2	Einfluss von Fehlerquellen auf Bildsynthetisierung und Schichtdickenberechnung, sowie deren Korrektur	60
3.2.1	<i>Methoden der Ausleuchtungs- und Bildfehlerkorrektur</i>	61
3.2.1.1	Korrektur mittels Kalibrationsbild.....	61
3.2.1.2	Korrektur mittels Bias-, Dark- und Flatframe (B/D/F)	62
3.2.1.2.1	Biasframe Korrektur	62
3.2.1.2.2	Darkframe (Dunkelbild) Korrektur	63
3.2.1.2.3	Flatframe (Weißbild) Korrektur	64
3.2.2	<i>Umwandlung der Graustufen eines Graustufenbildes in wellenlängenabhängige Transmissionswerte</i>	65
3.2.3	<i>Diskretisierung mittels ADC und Quantisierungsfehler</i>	67
3.2.3.1	Einfluss der Auflösung des ADC auf die maximal messbare Schichtdicke	67
3.2.3.2	Abschätzung der maximalen Schichtdicke für verschiedenen Materialien.....	71
3.2.3.3	Abschätzung des Quantisierungsfehlers durch die Bildsynthetisierung	72
3.2.4	<i>Einfluss der Kalibrierung und Bedeutung der 2-Punkt Kalibrierung</i>	75
3.2.5	<i>Verfahren zur numerischen Schichtdickenberechnung (Näherung der Schichtdicke in ThinFilmInspect)</i>	81

4	Zusammenfassung der experimentellen Grundlagen	84
4.1	Methoden zur Herstellung dünner Schichten	84
4.1.1	<i>Herstellen dünner Schichten mittels Bedampfen</i>	84
4.1.2	<i>Herstellung dünner Schichten mittels Kathodenerstäubung (Sputtern)</i>	85
4.1.3	<i>Herstellen dünner Schichten auf granularen Materialien</i>	87
4.1.3.1	Planetenschalen-Sputteranlage (Johannes Hell)	88
4.1.3.2	Mischschale „TK-Hai“ (Gerwin Schmid)	90
4.1.3.3	Großserien TK–Schale mit Stoßplatte (Andreas Eder)	92
4.2	Methoden zur Schichtdickenbestimmung	93
4.2.1	<i>Taktile Schichtdickenmessung (Profilometrie)</i>	93
4.2.2	<i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	94
4.2.3	<i>Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)</i>	97
4.2.3.1	Electron Energy Loss Spectroscopy (EELS).....	98
5	Machbarkeitsstudie	100
5.1	Herstellung planer Einfachschichten mit Schichtdickenverlauf.....	101
5.1.1	<i>Programmierung der Treiberstufe</i>	103
5.2	Bestimmung der Messwellenlängen als Systemparameter	104
5.2.1	<i>Fabry-Pérot-Interferenzfilter</i>	104
5.2.2	<i>Zusammenwirken von Fabry-Pérot-Interferenzfilter im Strahlengang mit der Farbgewinnung am Bildsensor</i>	106
5.2.3	<i>Herstellung rampenförmiger Fabry-Pérot-Interferenzfilter</i>	112
5.2.4	<i>Gescannte Fabry-Pérot-Interferenzfilter und ortsauflöste Spektralanalyse</i> 116	
5.2.5	<i>Ergebnisse der ortsauflösten Spektralanalyse des Interferenzfilters</i>	117
5.2.6	<i>Messwellenlängen Nikon Super CoolScan 9000 ED und iDS UI-1465 LE - C122</i>	
5.2.7	<i>Überprüfung der Messwellenlängen anhand eines Fabry-Pérot-Interferenzfilters mit Maxima höherer Ordnung</i>	125
5.3	Vergleich der Schichtdickenmessungen mittels TFI mit anderen Messmethoden	130
5.3.1	<i>Herstellung der Stufen- und Rampenproben</i>	131
5.3.2	<i>Vermessung der Einzelstufen mittels TFI</i>	132
5.3.2.1	Vergleich der berechneten Transmissionskurven mit den Transmissionswerten in den Farbkanälen	134
5.3.2.2	Linescans der Transmissionsbilder	137
5.3.2.3	Experimentelle Überprüfung der Schichtdickenmessbereiche für metallische Einfachschichten an Rampenproben	139
5.3.3	<i>Vermessung der Kalibrationsstufe mittels Profilometer</i>	143

5.3.4 Vermessung der Probenmatrix mittels FEG SEM.....	144
5.3.5 Gegenüberstellung der Messergebnisse	145
5.3.6 Conclusio	147

6 Granulate 148

6.1 Diamantgranulat	150
6.1.1 Herstellung von synthetischen Diamanten.....	151
6.1.1.1 HPHT-Verfahren	151
6.1.1.2 CVD-Verfahren	151
6.1.2 Diamantmorphologie	152
6.1.3 Probenpräparation	154
6.1.4 Brechungsindex von synthetischen Diamanten	157
6.1.4.1 Bestimmung des Extinktionskoeffizienten aus der Absorption.....	159
6.1.4.1.1 Physikalisches Modell zur Bestimmung des Extinktionskoeffizienten aus den Messergebnissen	160
6.1.4.1.2 Messaufbau	162
6.1.4.1.2.1 Transmissionsmessung	162
6.1.4.1.2.2 Reflexionsmessung	164
6.1.4.1.2.3 Absorption und berechneter Extinktionskoeffizient	168
6.1.4.1.3 Zusammenfassung der Messergebnisse	169
6.2 Für Granulate notwendige Erweiterungen von TFI	171
6.2.1 Morphologische Filterung	171
6.2.2 Randentfernung und Bereichsextraktion.....	175
6.2.2.1 Fixed Steps-Erosion.....	176
6.2.2.2 Zielwertgerichtete Erosion	176
6.2.2.3 Gradientenbasierte Erosion	177
6.2.2.4 Zentralbereichsextraktion.....	177
6.2.2.5 Schwellwertbasierte Partikelentfernung.....	177
6.2.3 Datenextraktion	178
6.2.3.1 Pixelstatistik	178
6.2.3.2 Objektstatistik.....	178
6.3 Vermessung von Diamantgranulat mittels TFI	180
6.3.1 Beispiel zielwertgerichtete Erosion	184
6.3.2 Beispiel iterative Randentfernung	190
6.3.3 Schichtdickenberechnung.....	193
6.3.4 Unbeschichtete Mesh 40/50 Diamantproben	195
6.3.5 Beschichtete Mesh 40/50 Diamantproben	197
6.4 Vermessung von Diamantgranulat mit SEM und TEM.....	199

6.4.1	<i>SEM-Messungen</i>	199
6.4.2	<i>TEM-Messungen</i>	201
6.4.2.1	TEM-Messung Probe Ag	201
6.4.2.2	TEM-Messung Probe Cu.....	202
6.4.2.3	TEM-Messung Probe Mo.....	202
6.4.2.4	TEM-Messung Probe Cr	204
6.4.2.5	TEM-Messung Probe W	206
6.5	Vergleich der Messmethoden und Conclusio	208
7	Systemskalierung	211
7.1	Grenzen des Scannersystems.....	211
7.2	Skalierung zu kleineren Granulatgrößen durch optische Mikroskopsysteme	212
7.2.1	<i>Adaptierung des Mikroskopsystems</i>	212
7.3	Überprüfung der Messmethode an Mikroglashohlkugeln.....	219
7.3.1	<i>Morphologie und Modellbildung</i>	221
7.3.2	<i>Beschreibung des Messprozesses am Mikroskop</i>	225
7.3.3	<i>Beschreibung des Messprozesses in TFI</i>	227
7.3.4	<i>Vergleich der Messergebnisse von Messungen mit und ohne Kollimator</i>	227
7.3.5	<i>Einfluss der Partikelgröße auf die Schichtdickenverteilung</i>	233
7.3.6	<i>Vergleich mit weiteren Messmethoden</i>	239
7.4	Mischungen	241
7.5	Conclusio.....	245
8	Conclusio	247
9	Literaturverzeichnis	250
10	Abbildungsverzeichnis	258
11	Tabellenverzeichnis	273
12	Anhang	274
A	Herleitung der Reflexion und Transmission von Mehrschichtsystemen mit inkohärenter Reflexion	274

B Probenmatrix	285
C Beschreibung der Messwerkzeuge und Geräte	288
D Handbuch ThinFilmInspect	295

Abkürzungsverzeichnis

ADC	Analog-to-Digital Converter
BSE	Backscattered Electrons
CCD	Charge-Coupled Device
CMOS	Complementary Metal-Oxide-Semiconductor
CVD	Chemical Vapor Deposition
DC	Direct Current (Gleichstrom)
dpi	Dots Per Inch
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
EELS	Electron Energy Loss Spectroscopy
FEG	Field Emission Gun
FIB	Focused Ion Beam
HDR	High Dynamic Range
HGM	Hollow Glass Microsphere
LED	Light-Emitting Diode
MBD	Metal Bond Diamond
PALM	Photoactivated Localization Microscopy
Pixel	Picture Element
PVD	Physical Vapor Deposition
QE	Quanteneffizienz
QM	Qiming
RGB	Rot, Grün, Blau
RF	Radio Frequency (Hochfrequenz)
SC	SumiCrystal
SE	Sekundärelektronen
SEM	Scanning Electron Microscopy (Rasterelektronenmikroskopie)
SNR	Signal-to-Noise Ratio, Signal-Rausch-Verhältnis
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie
TFI	ThinFilmInspect – Im Zuge der Arbeit entwickelte Auswertesoftware zur Schichtdickenbestimmung
USTEM	Universitäre Service-Einrichtung für Transmissionselektronenmikroskopie der Technischen Universität Wien

1 Einleitung

1.1 Problemstellung

Granulare Materialien besitzen ein hohes Oberflächen-zu-Volumen-Verhältnis. Dadurch bestimmen die Oberflächen derartiger Materialien in hohem Maße verschiedenste physikalische Eigenschaften. Es ist möglich durch entsprechende Oberflächenbeschichtungen die elektrischen, thermischen oder mechanischen Eigenschaften solcher Materialien signifikant zu verändern bzw. für den jeweiligen Anwendungsfall zu optimieren z.B. um Hafteigenschaften zu verbessern oder katalytische Reaktionen zu fördern [1],[2],[3],[4],[5]. Die Beschichtungen liegen zumeist in Schichtdickengrößenordnungen von 100 nm und darunter. Diese geringen Schichtdicken führen dazu, dass selbst metallische Schichten noch als optisch transparent bzw. semitransparent betrachtet werden können. Damit kann optische Transmissionsmessung als Mittel der Schichtdickenbestimmung herangezogen werden [6]. Jedoch ist es notwendig eine solche Transmissionsmessung mit einer hohen bzw. der Granulatgröße angepassten Ortsauflösung zu kombinieren, um tatsächlich Transmission am Granulat bzw. an zur Schichtdickenmessung geeigneten Regionen am Granulat durchführen zu können. Weiters hilft eine orts aufgelöste Messung dabei, Verteilungen über Partikelensembles zu gewinnen, die für Aussagen über die Beschichtungsgleichmäßigkeit notwendig sind.

Die Kombination von Transmissionsmessung und hoher örtlicher Auflösung sind bereits in optischen Digitalscannern realisiert. Diese Geräte haben den Vorteil, in hoher Stückzahl und damit kostengünstig erhältlich, und durch langjährige Erprobung ausgereift und robust zu sein. Digitalscanner liefern die Transmissionsdaten der gescannten Probe als digitale Graustufenbilder. Diese Graustufenbilder sind das Ergebnis einer örtlich aufgelösten, optischen Transmissionsmessung. Die örtliche Auflösung macht die Bilder einer automatisierten Merkmalsextraktion zugänglich. Das Zusammenspiel von geeigneten Objekterkennungsalgorithmen und physikalischer Modellbildung erlaubt die quantitative und qualitative Bestimmung von Schichtdickenverläufen und Verteilungen an Einzelproben, Einzelgranulaten oder Granulat Ensembles.

Dieselben physikalischen Prinzipien kommen bei allen digitalen Bilderfassungssystemen wie z.B. in der optischen Mikroskopie integrierten Kameras zum Einsatz. Dies ermöglicht eine Übertragung des physikalischen Messprinzips auf alle derart gestaltete Systeme und erlaubt es, die Bildverarbeitung, Objekterkennung und nachfolgende Merkmalsextraktion in Form der

Schichtdickenberechnung von der zugrundeliegenden Implementierung des physikalischen Messprinzips zu entkoppeln. Die Schichtdickenbestimmung wird damit unabhängig vom jeweiligen Mess-Endgerät und kann als eigenständiges Softwarepaket implementiert werden.

1.2 Zielsetzung

Ziel dieser Arbeit war es die Anwendbarkeit von Digitalscannern und deren Messprinzip zur Schichtdickenbestimmung an granularen Materialien zu überprüfen und mit anderen Messverfahren zu vergleichen. Ebenso galt es zu bestimmen, welche Schritte notwendig sind, um qualitative und quantitative Aussagen über die Schichtdicken und deren Verteilung an Granulat Ensembles zu erhalten, und diese Schritte in weiterer Folge auch zu realisieren. Einschränkungen und Grenzen solcher Systeme sollten quantifiziert werden und Konzepte zur etwaigen Ausweitung des Messbereichs gefunden werden. Weiters sollte ein Softwaresystem entwickelt werden, welches all die erforderlichen Messschritte implementiert und zu einem leicht bedienbaren und schnell zu Ergebnissen führenden Ganzen zusammenfasst.

2 Stand der Technik

2.1 Schichtdickenbestimmung an dünnen Schichten

Einer der wichtigsten Parameter dünner Schichten lässt sich bereits am Namen "dünne Schichten" ablesen. Es ist dies die Dicke der Schicht. Sie bestimmt und beeinflusst, neben Zusammensetzung und Struktur, maßgeblich die physikalischen Eigenschaften der Schicht. Bereits geringe Änderungen der Schichtdicke können die gewünschten Schichteigenschaften stark verändern. Z. B. ändert die Schichtdicke stark das wellenlängenabhängige Reflexionsverhalten optischer Filter [7]. Dementsprechend ist eine Kontrolle und Steuerung des Parameters Schichtdicke sowohl während (in situ Schichtdickenmonitoring) als auch nach dem Beschichtungsvorgang erforderlich, unabhängig vom gewählten Beschichtungsprozess.

Hierzu steht eine Vielzahl an etablierten Mess- und Prüfmethode zur Verfügung, die auf den unterschiedlichsten physikalischen Eigenschaften beruhen. Jede dieser Methoden besitzt ihre Vor- und Nachteile und kommt daher in verschiedenen Anwendungsfällen zum Einsatz. Es soll hier ein Überblick über verbreitete Schichtdickenmessverfahren gegeben und diese

miteinander verglichen werden. Besonderes Augenmerk gilt der Anwendbarkeit der Methoden zur Schichtdickenbestimmung an granularen Materialien.

2.1.1 Gravimetrische Methoden

Gravimetrische Methoden beruhen auf der Bestimmung einer Masse m . Aus bekannter Materialdichte ρ und Substratgeometrie dargestellt durch die Oberfläche A lässt sich so auf die Schichtdicke d schließen [8], [9]. Es gilt

$$d = \frac{m}{A\rho}. \quad (2-1)$$

Als Voraussetzung gilt, dass sowohl A als auch ρ hinreichend gut bekannt sein müssen, wobei besonders ρ aufgrund der morphologischen und strukturellen Eigenschaften dünner Schichten stark vom Bulkmaterial abweichen kann [8].

Eine einfache gravimetrische Methode ist die Wägung. Das Substratmaterial wird vor und nach der Beschichtung gewogen und aus der Massendifferenz auf die Dicke der aufgetragenen Schicht geschlossen. Die Schichtdickenbestimmung durch Wägung stellt bis auf die Kenntnis der Substratgeometrie keine Anforderungen an Substrat- oder Schichtmaterial. Damit ist sie auch für granuläre Materialien verwendbar. Bei den zu erwartenden Schichtdicken müssen jedoch sehr hohe Anforderungen an die Waage und auch an den Wägeprozess gestellt werden, oder entsprechend große Mengen des unbeschichteten und des beschichteten Granulates gewogen werden, um mögliche Fehlerquellen zu minimieren [3]. Es darf nur wenig vom Substratgranulat verloren gehen, da dieser Gewichtsverlust den Gewichtszuwachs durch die Beschichtung verschleiern kann. Ebenso können Adsorbate auf der Probe oder einfache Benetzung mit Wasserdampf aus der Umgebungsluft die Messergebnisse verfälschen. Bei entsprechender Sorgfalt und Ausführung der Waage sind Schichtdicken bis zu 0,1 nm [3] auflösbar. Die Wägung von Granulaten erlaubt nur das Bestimmen von Ensemblemittelwerten. Dickenverteilungen oder Dicken an Einzelteilchen lassen sich jedoch nicht feststellen.

In den Bereich der Wägung fällt auch die Ratenbestimmung mittels Schwingquarz. Hierbei wird die Resonanzfrequenz f eines dem Beschichtungsstrahl ausgesetzten Quarzoszillators vermessen [8]. Die mittels Beschichtung zusätzlich auf die dem Beschichtungsstrahl

exponierte Quarzoberfläche A aufgebrachte Masse Δm verschiebt diese Resonanzfrequenz und es gilt mit gegebener Wäageempfindlichkeit C , Materialdichte ρ und Schichtdicke d für die Verschiebung der Resonanzfrequenz Δf

$$\Delta f = -C\rho d . \quad (2-2)$$

Es lassen sich Schichtdicken zwischen 0,1 nm und 100 nm auflösen. Die Schwingquarzmethode bedarf keines großen Messaufwandes oder Vorbereitung. Weiters hat sie den Vorteil in situ verwendet werden zu können. Als Nachteil ist anzuführen, dass diese Methode nur indirekt Rückschlüsse auf die Schichtdicke am Substrat erlaubt, da die Beschichtungsrate nicht an der Probe selbst, sondern am Quarz bestimmt wird. Daher lässt sich nur auf eine Beschichtungsrate in der geometrischen Nähe des Probenortes schließen. Durchmischung im Granulatensemble kann gar nicht berücksichtigt werden. Für direkte Schichtdickenmessung an Granulaten ist diese Methode daher nur bedingt, nach Durchführung einer geeigneten Kalibrierung, geeignet.

2.1.2 Taktile Methoden

Methoden dieser Kategorie tasten die Oberfläche der zu untersuchenden Schicht ab und dienen in erster Linie zur Rauigkeitsmessung [10]. Es wird eine kleine Prüfspitze aus hartem Material (z.B. Saphir oder Diamant) auf die zu vermessende Oberfläche aufgesetzt, sodass die Spitze mittels ihres Eigengewichts aufliegt. Durch lineare, gleichförmige Bewegung der Prüfspitze über die Oberfläche zeichnet diese das Höhenprofil der Oberfläche nach. Die Höhenänderungen werden mittels Sensor (induktiv, kapazitiv oder piezoelektrisch) erfasst, digitalisiert und in ein Oberflächenprofil umgewandelt. Zur Vermessung von Schichtdicken muss eine scharfe Kante zwischen Schicht und Substrat vorhanden sein, aus deren Signifikanz im Höhenprofil auf die Schichtdicke geschlossen werden kann. Um das Vorhandensein einer solchen Kante zu gewährleisten, muss vor der Beschichtung die Probe dementsprechend präpariert werden, z.B. durch Abdecken eines Substratbereiches mittels Blende. Vorteile dieser Methode sind ihr einfacher Messaufbau, das relativ kostengünstige Equipment und die geringen Messzeiten. Weiters ist die Methode durch das mechanische Abtasten relativ unabhängig vom Schichtmaterial. Einschränkend wirkt jedoch die Härte des Schichtmaterials. Zu weiche Materialien werden durch das Eindringen der Prüfspitze in die Schicht zerkratzt, schlecht haftende Schichten können sich ablösen und das Messergebnis wird verfälscht.

Damit ist die Methode nicht notwendigerweise zerstörungsfrei. Weiters muss ein flacher, genügend großer Probenbereich zur Verfügung stehen, um eine lineare Prüfspitzenbewegung zuzulassen. Damit ist die Methode für Granulate nicht geeignet. Je nach Empfindlichkeit der eingesetzten Sensorik und abhängig von der Schicht- und Substratrauhigkeit sind Schichtdicken bis zu 5 nm (bei aufwändigeren Ausführungen bis 1 nm) noch auflösbar.

2.1.3 Optische Schichtdickenbestimmung

Optische Methoden beruhen auf der Reflexion und Transmission von Licht an Grenzflächen zwischen Materialien unterschiedlicher optischer Eigenschaften und auf Absorption der Lichtintensität innerhalb von Materialien [7]. Die optischen Eigenschaften werden mittels reellem Brechungsindex n und Extinktionskoeffizienten κ dargestellt und sind von der Wellenlänge der verwendeten elektromagnetischen Strahlung abhängig. Durch Auswertung des reflektierten und/oder transmittierten Strahls kann auf die Dicke der Schicht geschlossen werden. Dies beruht zum einen auf Absorption des Lichts innerhalb der Schicht bei Medien mit nichtverschwindendem κ (Metalle) oder auf der Auswertung von Interferenzerscheinungen bei transparenten Medien (Dielektrika), entstehend durch mehrmalige Reflexion von Teilstrahlen an jeder Grenzfläche der Schicht. Optische Methoden bieten den Vorteil zerstörungsfrei zu sein. Weiters sind sie leicht anwendbar und besitzen geringe Messzeiten. In situ Messungen können ebenfalls realisiert werden [11], [12]. Je nach den verwendeten Schichtmaterialien kann ein großer Messbereich mit Auflösungen bis zu 1 nm abgedeckt werden. Der Nachteil besteht in der notwendigen Kenntnis der optischen Materialeigenschaften aller im Schichtsystem vorkommenden Materialien, einschließlich des Substrates [7]. Sind diese nur vage bekannt, ergeben sich rasch große Fehler in den aus den Messergebnissen berechneten Schichtdicken. Die optischen Eigenschaften einer dünnen Schicht können sich stark von denen des Bulkmaterials unterscheiden. Weiters ergibt sich für Materialien mit großem κ eine natürliche Obergrenze für die maximal zu vermessende Schichtdicke, die bei Metallen bei 40 -70 nm liegt.

Derartige Messungen sind mit optischen Spektrometern realisierbar, finden sich jedoch auch in prinzipiell gleicher Form in optischen Geräten wie Scannern, Mikroskopen oder Digitalkameras wieder. Letztere setzen dabei auf die Intensitätsmessungen mittels ortsaufgelöster Bildsensoren (siehe 2.3) und sind daher im Vergleich zu optischen Spektrometern zu ortsaufgelösten Messungen in einem einzigen Messschritt in der Lage.

2.1.4 Mikroskopische Schichtdickenbestimmung

2.1.4.1 Lichtmikroskopie

Die zu vermessende Probe wird im Querschliff präpariert und wird unter dem Lichtmikroskop betrachtet. Bei genügend hohem Kontrast zwischen Schicht und Substrat kann unter Berücksichtigung der optischen Vergrößerung des Mikroskops die Schichtdicke bestimmt werden. Die maximale Auflösung wird bestimmt durch das Abbe-Limit

$$d = \frac{\lambda}{2NA}, \quad (2-3)$$

wobei d den Abstand zwischen 2 noch unterscheidbaren Punkten, λ die Lichtwellenlänge und NA die numerische Apertur des optischen Systems darstellt [13]. Für moderne Mikroskope ergibt sich für kurzwelliges, blaues Licht damit eine Auflösung von maximal 200 nm, die nicht unterschritten werden kann. Um zu geringeren Schichtdicken zu gelangen, müsste die Lichtwellenlänge verkürzt oder zu anderen Verfahren (z.B. Immersionsmikroskopie, photoaktivierte Lokalisationsmikroskopie (PALM) [14]) übergegangen werden.

2.1.4.2 Teilchenbasierte Mikroskopie

Auf Teilchen-Interaktion basierende Mikroskopie wie z.B. Rasterelektronenmikroskopie (SEM) oder Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) erlauben durch die höheren Teilchenenergien auch höhere Auflösungen von 5 nm bei SEM und sogar 0,1 nm bei TEM [15], [16], [17]. Auch hier muss die Probe wieder im Querschliff präpariert werden. Dieser Vorgang stellt sich jedoch (insbesondere bei TEM Messungen) aufgrund der verfahrensbedingten geringeren Probendicke als weitaus aufwändiger als bei Lichtmikroskopie dar [10, S. 47 ff.]. Hinzu kommen die sehr hohen Anschaffungskosten und die Aufrechterhaltung des für den laufenden Betrieb dieser Messgeräte notwendigen Hochvakuums ($<10^{-6}$ mbar). Damit wird dieses Verfahren äußerst kostspielig und zeitaufwendig und ist damit für schnelle Probenuntersuchung in Fertigungsprozessen nicht einsetzbar, sondern nur in Spezialfällen für besonders ausgewählte Proben oder Stichproben praktikabel. Demgegenüber steht hingegen das hohe Auflösungsvermögen. Gepaart mit gekoppelten Methoden zur chemischen Elementanalyse wie EDX (Energiedispersive Röntgenspektroskopie) oder EELS (Electron Energy Loss Spectroscopy) lassen sich detailliert

die Schichtverläufe entlang des Querschliffs verfolgen und es können so genaue Kenntnisse über die Zusammensetzung der Schicht und den Interfaces gewonnen werden. Für Granulate sind diese Methoden nur bedingt einsetzbar. Einzelpartikel lassen sich zwar präparieren und analysieren, Statistiken lassen sich aufgrund des enormen Aufwands aber nicht generieren.

2.1.5 Elektrische Methoden

Hierbei handelt es sich um Methoden, die auf den elektrischen Eigenschaften der Schicht beruhen. Eine einfache Methode ist die Widerstandsmessung an metallischen Schichten [18]. Es wird der Widerstand entweder zwischen zwei parallelen Kontaktstreifen (auch in situ möglich) oder mittels Vierpunktmessverfahren durch Aufbringen von Prüfspitzen auf die Probe nach dem Beschichtungsprozess bestimmt, wobei das Substrat ein Isolator sein sollte. Aus diesem Widerstandswert bzw. aus der Änderung des Widerstandes kann bei Kenntnis der elektrischen Eigenschaften auf die Schichtdicke geschlossen werden. Auch hier ist die genaue Kenntnis der elektrischen Eigenschaften der Schicht erforderlich, die sich von jenen des Bulkmaterials unterscheiden können. Ähnliche Methoden lassen sich abhängig vom verwendeten Schichtmaterial für weitere elektrische oder magnetische Eigenschaften ableiten. Für Granulate sind diese durch zusätzliche konstruktionstechnische Maßnahmen ebenfalls anwendbar, jedoch ohne die Möglichkeit der statistischen oder orts aufgelösten Auswertung [19], [20], [21], [22], [23].

2.1.6 Gegenüberstellung der Methoden

In Tabelle 2-1 sind die oben aufgeführten Messmethoden zusammengefasst und ihre Eigenschaften gegeneinander verglichen.

Methode	min. Schichtdicke	geschätzte Kosten	Zeitaufwand für		Geeignet für		
			Präparation	Messung	Dickenverläufe	Granulate	Verteilungen
Wägung	0,1nm	Mittel	Mittel	Mittel	Nein	Ja	Nein
Schwingquarz	0,1nm	Gering	Gering	Gering	Nein	Nein	Nein
Taktil	5nm	Gering	Mittel	Mittel	Ja	Nein	Nein
Optisch	1nm	Mittel	Gering	Gering	Ja	Nein	Nein
Lichtmikroskop	100nm	Mittel	Mittel	Gering	Ja	Ja	Nein
SEM	0,5nm	Hoch	Hoch	Hoch	Ja	Ja	Nein
TEM	0,1nm	Sehr hoch	Hoch	Sehr hoch	Nein	Ja	Nein
elektrische Verfahren	1nm	Gering	Gering	Gering	Nein	Nein	Nein
Bildsensoren	1nm	Gering	Gering	Gering	Ja	Ja	Ja

Tabelle 2-1 Gegenüberstellung von Schichtdickenmessmethoden in Hinblick auf Kosten, Zeitaufwand und Anwendbarkeit auf Granulate

Tabelle 2-1 zeigt, dass die orts aufgelöste optische Messung mittels Bildsensoren die hinsichtlich Schichtdickenmessung an Granulaten (mit Korngrößen im μm – mm Bereich) benötigten Anforderungen erfüllen kann und sich auch in den Bereichen Kosten und Zeitaufwand in erster Betrachtung gut schlägt. Sie vereint gegenüber den anderen Methoden die Möglichkeiten der örtlichen Auflösung, um einzelne Partikel unterscheiden (oder überhaupt erfassen) zu können, mit einem kalkulier- und realisierbaren Aufwand zur statistischen Erfassung von Partikelensembles. Gesucht wird daher nach einem Verfahren, das auf einer entsprechend großen Probenfläche orts aufgelöst die Möglichkeit bietet, Schichtdicken zu messen und dabei relativ unabhängig vom Substrat- und Granulattyp ist. Diese Anforderungen sind bereits in Form von digitalen Bildsensoren als physikalische Bauelemente realisiert.

Werden diese Messgeräte mit digitaler Erfassung gekoppelt, so sind Schichtdickenmessungen an Granulaten realisierbar und stellen den Beginn der Messkette zur Schichtdickenbestimmung dar.

2.2 Übersicht der Messkette zur Schichtdickenbestimmung mittels Bildsensoren

Zu Beginn der Messkette zur Bestimmung von Schichtdicken an granularen Materialien (siehe Abbildung 2-1) steht das eigentliche Messgerät, welches eine optische Transmissionsmessung realisiert. Dies kann im Konkreten ein digitaler Flachbettscanner mit Durchlichtfunktion, ein Diascanner oder ein optisches Mikroskop mit gekoppelter Digitalkammer und Durchlichteinheit zum Erreichen höherer optischer Auflösungen sein. All diese verschiedenen Realisierungen haben gemein, dass das emittierte Licht einer Quelle eine präparierte Probe trifft. Diese Probe reflektiert und absorbiert Licht je nach ihren optischen Eigenschaften. Das letztendlich die Probe verlassende transmittierte Licht wird von einem Bildsensor mit räumlicher Auflösung aufgenommen.

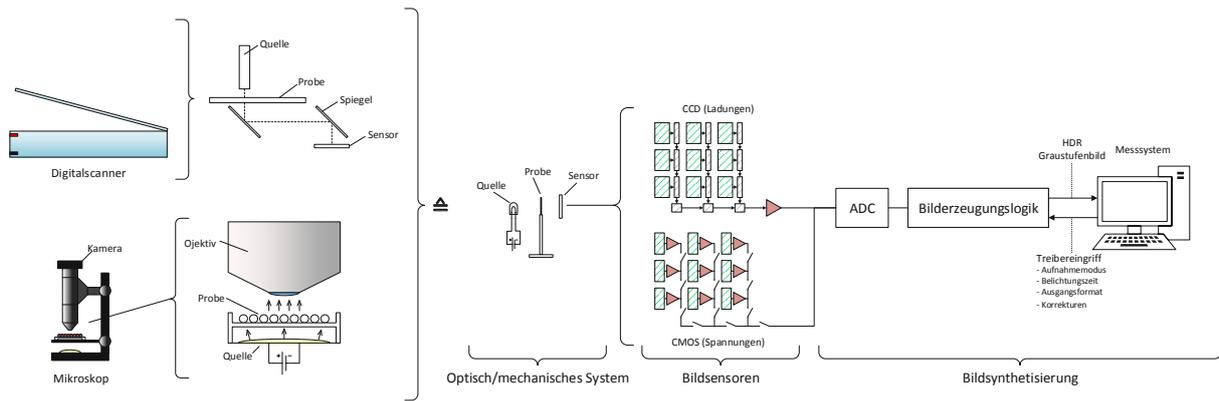
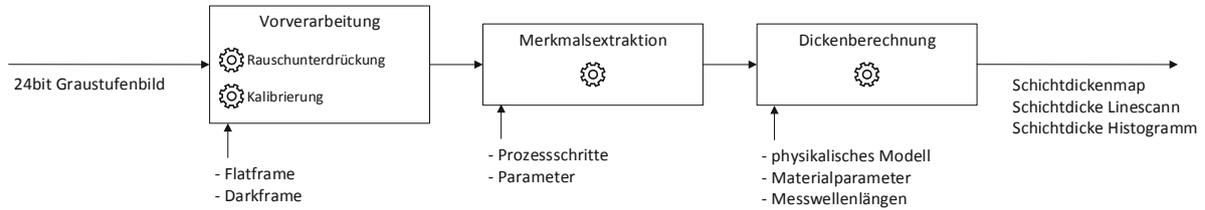


Abbildung 2-1 Übersicht des Messablaufes bis zur Verarbeitung am Rechensystem (Messaufbau, Transmissionsmessung, Digitalisierung durch Bildsensor, Bildsynthetisierung)

Die häufigste Realisierung solcher Bildsensoren sind CCD- und CMOS-Sensoren. Um eine räumliche Bildauflösung zu realisieren, sind in diesen Sensoren einzelne, photoaktive Zellen in Matrixform angeordnet. Weiters beruhen beide Varianten auf dem inneren photoelektrischen Effekt, der einfallende Lichtintensität in weiterverarbeitbare elektrische Ladungsmengen konvertiert. Einzelne Zellen können mit optischen Filtern überdeckt sein, um eine spektrale Empfindlichkeit der Sensoren zu erzeugen. Dieselben Filtertypen können sowohl für CCD als auch CMOS angewendet werden. Unterschiede liegen weitgehend in der Realisierung der Ladungs- / Spannungskonversion und der Parallelisierung der Ansteuerung einzelner Zellen. Diese Unterschiede drücken sich hauptsächlich in unterschiedlichen SNRs (Signal-to-Noise Ratios), Auslesegeschwindigkeiten, sowie Hell- und Dunkelströmen aus.

Die aus den Ladungspaketen erzeugten Spannungssignale werden mittels Analog-Digital-Konverter (ADC) digitalisiert und der Bilderzeugungslogik zugeführt. Die Bit-Breite der ADCs gibt die Genauigkeit der Quantisierung aber auch die Speichergröße der digitalisierten Spannungssignale (und damit der transmittierten Lichtintensität) vor. Die Bilderzeugungslogik ist meist in der dem Sensor nachgeschalteten Elektronik realisiert, welche über diverse Protokolle (z.B. USB) mit einem Computer-basierten Messsystem verbunden ist. Mögliche Eingriffe in die Bilderzeugung können vom Messsystem über die vom Sensor zur Verfügung gestellten Treiberschnittstellen durchgeführt werden. Zu den einstellbaren Parametern zählen meist Aufnahmemodus, Belichtungszeiten, Ausgabeformat der erzeugten Bilddatei und diverse hardwaregestützte Korrekturen. Als Ergebnis liefert die Bilderzeugungslogik ein zur weiteren Verarbeitung taugliches Graustufenbild in normaler oder hochauflösender Helligkeitsquantisierung (HDR, High Dynamic Range).

Zur Weiterverarbeitung der Graustufenbilder ist eine Auswertesoftware erforderlich. Im Zuge dieser Arbeit wurde die Auswertesoftware ThinFilmInspect (TFI) entwickelt und alle folgenden Verarbeitungskomponenten vollständig und ohne Verwendung von Fremdbibliotheken selbst entwickelt (siehe Abbildung 2-2).



**Abbildung 2-2 Übersicht der Weiterverarbeitung der Bildinformation am Rechensystem
(Vorverarbeitung, Merkmalsextraktion, Dickenberechnung)**

Das vom Bildsensor erzeugte Graustufenbild wird im ersten Schritt der Vorverarbeitung zugeführt. Hier werden von der messenden Person gewünschte Bildkorrekturen durchgeführt (Rauschunterdrückung, Korrektur ungleichmäßiger Ausleuchtung, siehe Abschnitt 3.2.1). Der Bildvorbereitung in der Messsoftware wurde der Bildkorrektur durch Treibereingriff im Sensor der Vorzug gegeben, da durch die eigene Implementierung sichergestellt wurde, dass keine, die Intensitätsinformation verfälschenden, nichtlinearen Korrekturalgorithmen angewendet werden.

Nach entsprechender Bildvorbereitung erfolgt die Merkmalsextraktion. Das für die Schichtdickenbestimmung relevante Merkmal ist die orts aufgelöste, wellenlängenabhängige Transmission, welche sich in den Helligkeiten der Farbkanäle der Bildpixel verbirgt. Weiters erfolgt im Schritt der Merkmalsextraktion die Separation der zu vermessenden Partikel vom Hintergrund und von Verunreinigungen. Diverse Extraktionsalgorithmen können über eine frei konfigurierbare Aneinanderreihung von Prozessschritten realisiert und mittels Script auch automatisiert werden.

Wurden die zur Schichtdickenbestimmung tauglichen (oder gewünschten) Pixel extrahiert und deren farbkanalabhängigen Transmissionen bestimmt, können daraus im Modul Dickenberechnung die zugehörigen Schichtdicken numerisch bestimmt und in gewünschter Weise ausgewertet und gespeichert werden. Grundlage der numerischen Schichtdickenberechnung ist das gewählte physikalische Modell. Es wurden die Berechnungen für optisch dünne Einfachschichten (siehe Abschnitt 3.1.1.6) auf planen

Substraten sowie Doppelschichten auf granularen Voll- und Hohlsubstraten implementiert (siehe Abschnitt 7.3.1). Diese Modelle sind frei parametrisierbar. Dies beinhaltet die zur Berechnung notwendigen optischen Materialparameter. Die optischen Materialparameter werden für die gängigsten Metalle und verwendeten Substrate zur Verfügung gestellt, können aber jederzeit um beliebige Materialien erweitert werden. Der Algorithmus zur numerischen Auswertung kann je nach geforderter Genauigkeit oder Laufzeit gewählt werden und dem Anwendungsfall angepasst werden.

Die Darstellung der generierten Schichtdicken bildet das Ende der Messkette. Die Schichtdicken und Schichtdickenverteilungen können in verschiedenen Formaten dargestellt und zur Weiterverarbeitung in anderen Programmen abgespeichert werden. Dies beinhaltet die Darstellung der Schichtdicken als zweidimensionalen Schichtdickenmaps, als Linescans zur Ansicht von Schichtdickenprofilen und als Objekt- oder Pixel-basierte Histogramme.

2.3 Optische Bildsensoren

Wie in Abschnitt 2.2 gezeigt, bilden die digitalen Bildsensoren die Grundlage und physikalische Basis der gesamten Messkette. Die Kenntnis der in den Bildsensoren ablaufenden physikalischen Prozesse stellt daher den Ausgangspunkt zur Ableitung einer quantitativen Beziehung zwischen Digitalbild und der die Probe durchdringenden Lichtintensität dar.

Es gibt zwei gängige Arten von Bildsensoren die kommerziell angewendet werden. Es sind dies der CCD (charge-coupled device) Sensor und der CMOS (complementary metal oxide semiconductor) Sensor. Beides sind Halbleitersensoren und basieren im ersten Schritt der Bilderzeugung auf dem inneren photoelektrischen Effekt. Bei der weiteren Verarbeitung der auf diese Weise entstehenden Ladungspakete unterscheiden sich die beiden Sensoren jedoch wesentlich.

2.3.1 Der CCD-Sensor

2.3.1.1 Aufbau eines CCD-Chips

Der grundlegende Aufbau eines CCD-Sensors entspricht einem Array einzelner, photonenempfindlicher Detektorzellen. Diese Detektorzellen sind als Metall-Oxid-Halbleiterzellen (Metal Oxide Semiconductor), so genannten MOS-Kondensatoren, aufgebaut [24], [25], [26]. Ein einzelner MOS-Kondensator setzt sich zusammen aus einem p-dotierten Siliziumsubstratkörper (beste Eignung für Detektion von Licht im Sichtbaren Bereich), einer dünnen Isolatorschicht (meist Siliziumdioxid, ca. 0,1 μm dick) und einem sich darauf befindenden Netz transparenter, elektrisch leitfähiger Elektroden, den Gates, bestehend aus Aluminium oder polykristallinem Silizium. Das Siliziumdioxid (SiO_2) wirkt hierbei als Isolierung zwischen den beiden Teilen des Kondensators (siehe Abbildung 2-3).

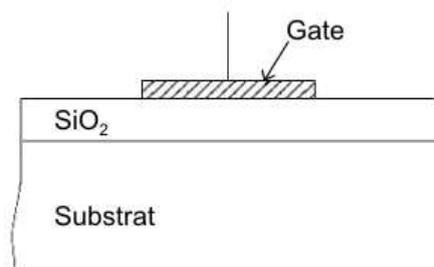


Abbildung 2-3 Schematischer Aufbau eines MOS-Kondensators [27]

Betrachtet man den gesamten Chip (siehe Abbildung 2-4), so sind auf dem Isolator bzw. der Siliziumdioxidschicht rasterförmig Streifen aus polykristallinem Silizium aufgebracht. Diese bilden die Reihen der Bildelemente (Pixel). Die letzte Pixelreihe am Rand des Chips dient als serielles Register zum Auslesen der Ladungen. Zusätzlich befindet sich noch ein Ausgangsverstärker auf dem Chip, der vor der Digitalisierung von den Ladungspaketen durchlaufen wird. Der Chip kann als ein zweidimensionales Array von Bildelementen verstanden werden. Die Pixel haben wohldefinierte (meist quadratische) geometrische Abmessungen. Damit ist eine Kalibrierbarkeit der Abmessungen eines Pixels im Bild auf Reallängen gegeben [27].

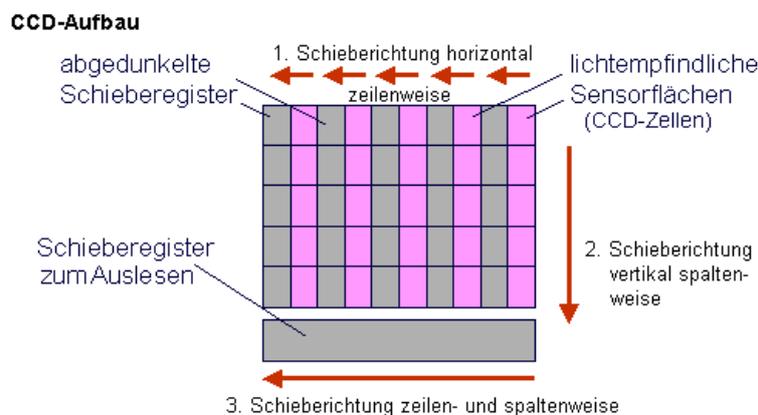


Abbildung 2-4 Ausleseprinzip eines CCD-Sensors [28]

Das Funktionsprinzip des CCD-Chips (siehe Abbildung 2-5) basiert auf dem inneren fotoelektrischen Effekt bei Halbleitern. Die auf das Material auftreffenden Photonen lösen mit ihrer Energie Elektronen aus dem Teilchenverbund heraus, die als freie Ladungen im Trägermaterial verbleiben. Bei der Belichtung des Chips wird an den Gates eine positive Spannung angelegt. Dadurch entsteht unterhalb der Isolatorschicht an der Oberfläche des Halbleiters ein Gebiet mit sehr geringer Konzentration der Majoritätsladungsträger. Dieses Gebiet wird als Potentialtopf oder -mulde bezeichnet. Photonen, deren Energie größer als die Bandlücke des Halbleiters ist, heben Elektronen vom Valenzband durch Aufbrechen der kovalenten Bindungen ins Leitungsband an. Minoritätsladungsträger sammeln sich dabei im Potentialtopf, während Majoritätsladungsträger ins Innere des Halbleiters abfließen. D.h. die positive Vorspannung am Gate drängt die Defektelektronen in das Substrat. Damit verarmt unter der Gate-Elektrode die p-Dotierung [27].

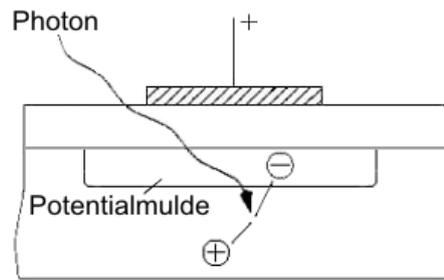


Abbildung 2-5 Auftreffende Elektronen lösen Elektronen aus dem Substrat; es bildet sich ein Elektron-Loch-Paar; das freie Elektron wandert in die Potentialmulde [27]

Dabei ist die Anzahl der freigesetzten Elektronen proportional zur Zahl der einfallenden Photonen [29], [30]. Diese lineare Empfindlichkeit der Pixel ist ein entscheidender Vorteil der CCD-Technik gegenüber der herkömmlichen Fotografie und wesentlich zur physikalischen Intensitätsmessung (linearer Photonendetektor). Je nach Wellenlänge der einfallenden Strahlung und dem damit eingebrachten Energiebetrag besitzt der CCD jedoch eine unterschiedlich hohe Empfindlichkeit. Je intensiver die Belichtung ist, umso größer ist die Elektronenzahl. D.h. am CCD entsteht ein Ladungsbild des Objektes. Die Quantenausbeute (Verhältnis der Anzahl der erzeugten Ladungsträger zur Anzahl der auftreffenden Photonen) ist dabei nicht konstant, sondern abhängig von der Wellenlänge der auftreffenden Photonen. Diese Information lässt sich jedoch nicht zur spektralen Analyse des einfallenden Lichts heranziehen. Lediglich die gesamte Photonenintensität über das gesamte Spektrum ist über die generierte Ladungsmenge einer Messung zugänglich. Zu beachten ist, dass hier diese Information noch nicht digitalisiert vorliegt.

Durch Variation der angelegten Spannung an benachbarten Elektroden kann die Potentialmulde so geformt werden, dass sich die darin befindlichen Ladungsträger in eine gewünschte Richtung (in Richtung Ausleseregister) bewegen lassen.

Zur Verbesserung der Funktionsweise des CCDs wird zusätzlich direkt unter der Isolatorschicht eine Schicht mit zum Bulk gegensätzlicher Dotierung eingebracht, der sog. „buried-channel“. Damit sammeln sich die durch einfallende Photonen erzeugten Minoritätsladungsträger nicht mehr direkt an der Grenzfläche zwischen Isolator und Halbleiter, sondern im Inneren des Halbleiters, wodurch die Kristalldefekte zwischen Halbleiter und Isolator keine Auswirkung (Verlust von Ladungsträgern durch Rekombination) mehr haben können [30]. „Buried-channel“ CCDs haben dadurch im Vergleich zu „surface-

channel“ CCDs geringeres Rauschen und eine wesentlich verbesserte Effizienz des Ladungstransfers.

In horizontaler Richtung wirken zwischen den einzelnen Pixelreihen eingefügte Trennkanäle (Channel Stops), bestehend aus stark positiv dotiertem Silizium (z.B. mit implantierten Boratomen), dem Auslaufen gespeicherter Elektronen in benachbarte Pixelreihen entgegen.

2.3.1.2 Arten von CCD-Chips

CCD-Chips werden in unterschiedlichen Ausführungen gefertigt. Grundsätzlich kann man hier nach der Seite des Lichteinfalls und der Art des Auslesevorgangs in verschiedene Typen unterteilen.

2.3.1.2.1 Unterscheidung bzgl. der Belichtung:

Bei „**Frontside-Illuminated-CCDs**“ (siehe Abbildung 2-6, links) fällt das Licht von vorne auf den Chip. Die auftreffenden Photonen durchdringen zuerst die transparente Elektrode und die Siliziumdioxidschicht und erzeugen im Siliziumsubstrat freie Ladungen [29], [24]. Photonen, die bereits vor Erreichen des Substrats in Elektrode und Siliziumdioxidschicht absorbiert werden, stehen nicht mehr zur Ladungserzeugung zur Verfügung.

Für indirekte Anregung von Elektronen aus dem Valenz- in das Leitungsband ist für Silizium bei einer Temperatur von 300K eine Energiedifferenz von $\Delta E = 1,12 \text{ eV}$ zu überwinden [31]. Hierdurch wird gleichzeitig die spektrale Empfindlichkeit des Chips eingeschränkt: Photonen ab ca. 1100 nm Wellenlänge ($E \approx 1,12 \text{ eV}$) besitzen nicht mehr genügend Energie, um freie Elektronen zu erzeugen. Andererseits kann Strahlung mit einer Wellenlänge kürzer als 400 nm ($E \approx 3,11 \text{ eV}$) nicht mehr tief genug in das Material eindringen [32], [33], um Elektronen in der Detektorschicht herauszulösen.

Bei „**Backside-Illuminated-CCDs**“ (siehe Abbildung 2-6, rechts) treffen die Photonen von hinten direkt auf das Siliziumsubstrat [34]. Dadurch gehen weniger Photonen verloren, da keine Absorption in den der Detektorschicht vorgelagerten Schichten auftritt. Um die freiwerdenden Elektronen auch in den Potentialmulden der Photozellen sammeln zu können, muss die kovalente Bindung möglichst nahe des Gates aufgelöst, sprich Elektronen in möglichst geringer Entfernung zu den Elektroden freigesetzt werden. Das Siliziumsubstrat

muss daher sehr dünn sein (ca. 10 μm) [29]. Die spektrale Empfindlichkeit von „Backside-Illuminated-CCDs“ reicht von 300 nm bis 1000 nm und ist daher größer als bei Frontside-CCDs. Die Quanteneffizienz kann ebenfalls deutlich (bis auf 90%, siehe Abbildung 2-7) gesteigert werden. Nachteilig sind jedoch die hohen Herstellungskosten, da aufgrund des dünneren Substrates feinere Strukturen gefertigt werden müssen.

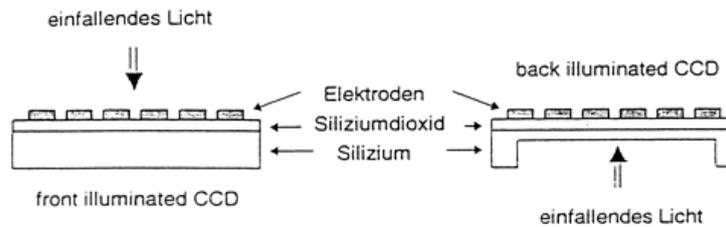


Abbildung 2-6 Front- und Backside-Illuminated CCD [27]

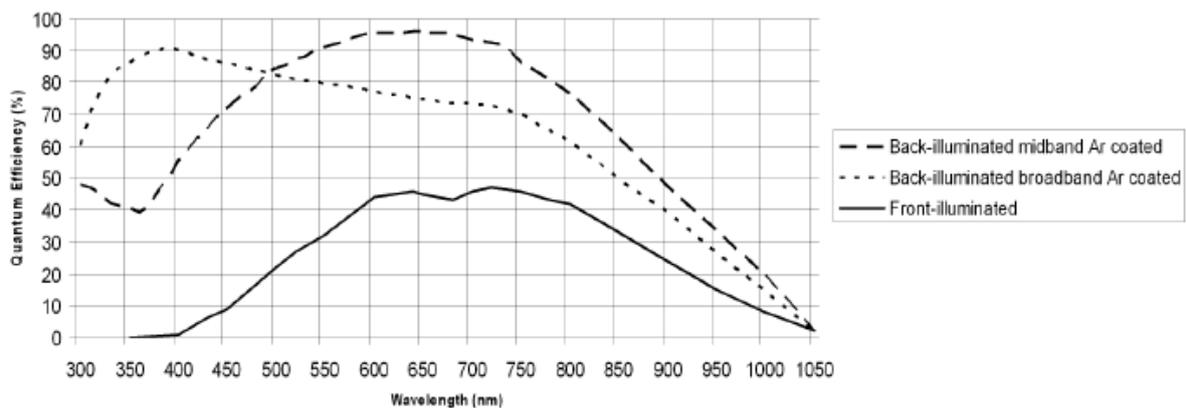


Abbildung 2-7 exemplarische Quanteneffizienz von Front- und Backside-Illuminated CCDs [24]

2.3.1.2.2 Unterscheidung bzgl. Elektronen Transport:

Bei **Interline-Transfer-CCDs** (siehe Abbildung 2-8, Abbildung 2-9 links) ist jede zweite vertikale Pixelreihe durch eine Aluminium-Maske abgedeckt und dient ausschließlich dem Ladungstransport. Nach der Belichtung werden die in den unverdeckten, lichtempfindlichen Pixeln gesammelten Ladungen alle gleichzeitig in ihr benachbartes, abgedecktes Pixel verschoben. Während die Ladungen aus den abgedeckten Reihen nacheinander ins serielle Ausleseregister gelangen, kann in der Zeit des Auslesevorgangs in den lichtempfindlichen Pixeln schon das nächste Bild aufgenommen werden. Zwischen der Aufnahme mehrerer Bilder entsteht keine Wartezeit. Dadurch wird jedoch die lichtempfindliche Fläche des Chips halbiert.

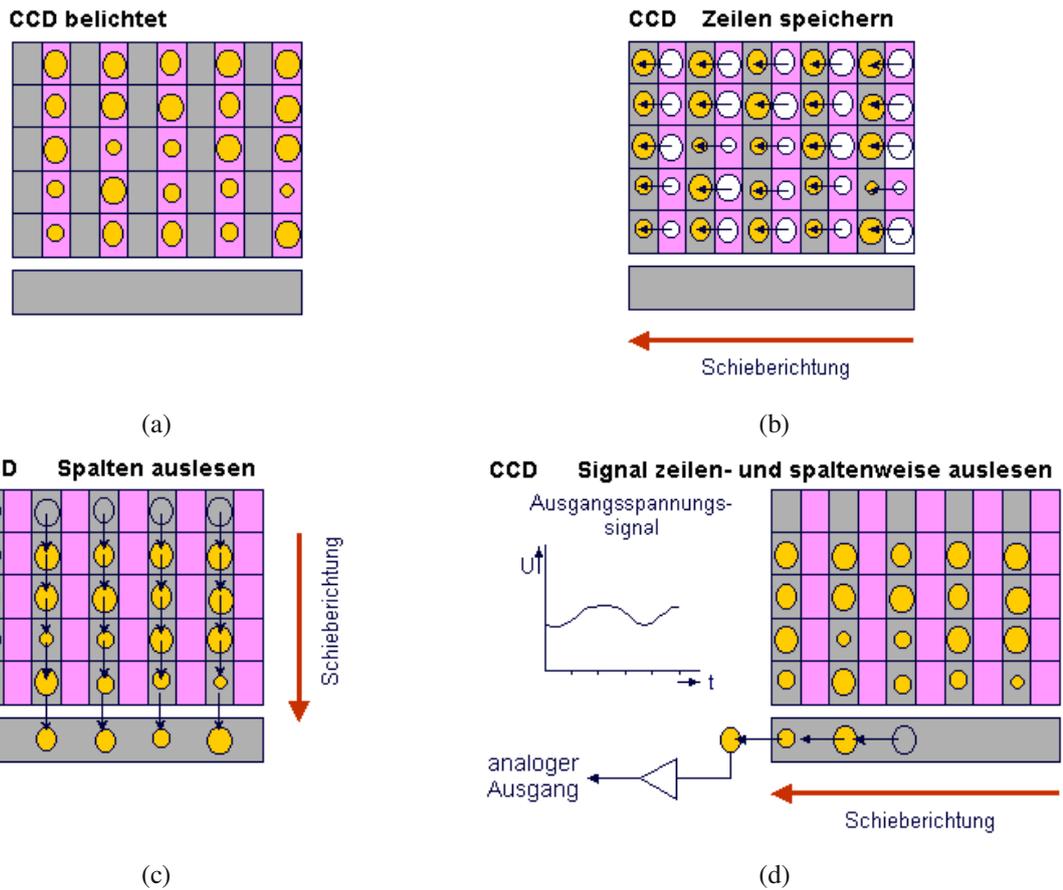


Abbildung 2-8 Ausleseprinzip eines Interline Transfer CCDs: a) CCD nach Belichtung d.h. Ladungsbild b) die Ladungen aller Pixel werden in angrenzende, lichtunempfindliche Zellen verschoben, c) die Ladungen der untersten Zeile werden in das serielle Ausleseregister verschoben. d) Die Ladungspakete im Ausleseregister werden seriell in ein Spannungssignal umgewandelt. [28]

Frame-Transfer-CCDs (siehe Abbildung 2-9 rechts) bieten bei ungeteilter, lichtempfindlicher Chipfläche die Möglichkeit mehrere Bilder in kurzen Abständen hintereinander aufzunehmen. Die Chipfläche wird dabei in zwei identische Zonen geteilt. Nachdem die Bildzone belichtet wurde, werden alle Ladungspakete gleichzeitig vertikal verschoben, bis sich das gesamte Bild in der Speicherzone befindet. Die Speicherzone ist durch eine Maske vor Lichteinfall geschützt. Die Ladungen werden über ein an die Speicherzone angrenzendes serielles Register ausgelesen. Nachteilig ist, dass während des Verschiebens der Ladungen weiterhin Licht auf den Chip einfällt. Ladungspakete, die bereits die Speicherzone erreicht haben, sind vor Veränderungen durch Lichteinfall geschützt. In der Bildzone werden während des Verschiebens allerdings weiterhin Elektronen freigesetzt und kommen zu den Ladungspaketen hinzu. Da der Verschiebevorgang einige hundert μs dauert, kann bei kurzen Belichtungszeiten ein Verschmieren des Bildes auftreten. Weiters wird die doppelte Chipgröße benötigt.

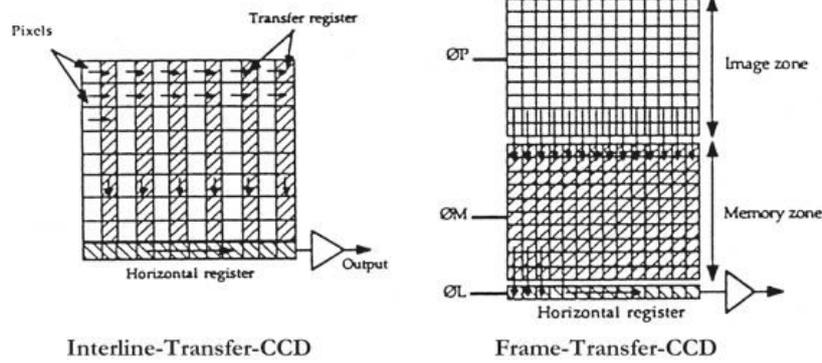


Abbildung 2-9 Interline- und Frame-Transfer-CCD [27]

Bei **Full-Frame-CCDs** ist die gesamte Chipfläche lichtempfindlich. Gegenüber Interline- und Frame-Transfer-CCDs verdoppelt sich daher die nutzbare Aufnahme­fläche. Während des Auslesevorgangs muss der CCD-Chip mit Hilfe eines mechanischen Verschlusses vor Lichteinfall geschützt werden, da es sonst zu einem Verschmieren des Bildes aufgrund unterschiedlicher Belichtungszeiten der Pixel kommt.

2.3.2 Der CMOS-Sensor

CMOS-Sensoren bestehen wie CCD-Sensoren aus einem Array von photosensitiven Zellen. CMOS-Sensoren unterscheiden sich jedoch von CCD-Sensoren dadurch, dass direkt in den photosensitiven Zellen nach Generierung der Ladungen diese in Spannungen umgewandelt werden (siehe Abbildung 2-10 rechts) [35]. Die direkte Spannungswandlung am Ort der Photozelle hat direkten Einfluss auf wichtige Kenngrößen des Bildsensors.

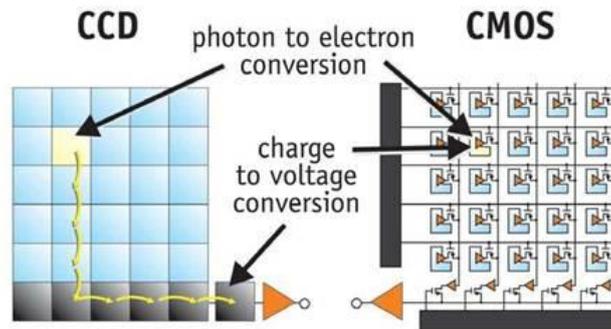


Abbildung 2-10 links) Transport der im Pixel freigesetzten Ladungsträger zu einer einzigen Auslese­einheit eines CCD-Sensors rechts) Ladungs/Spannung Konversion direkt in jedem Pixel eines CMOS-Sensors [36]

Empfindlichkeit:

CMOS-Sensoren besitzen eine sehr hohe Empfindlichkeit, da die Elektronen/Spannungswandlung direkt im Pixel stattfindet, wo sehr hoch verstärkende Transistoren eingesetzt werden können. Die Verstärkung in jedem Pixel bedingt jedoch, dass fertigungsbedingt Ungleichmäßigkeiten in der Verstärkung auftreten, so dass bei gleicher Beleuchtung nicht jeder Pixel das gleiche Signal liefert, was sich als Rauschen im Bild bemerkbar macht. Die Verschaltung des CMOS-Sensors ermöglicht eine sehr kompakte Bauweise.

Dynamikumfang:

Als Dynamikumfang eines Sensors bezeichnet man das Verhältnis des maximalen Signals (Sättigung) zum Rauschsignal [37]. Hier liegt der Vorteil beim CCD-Sensor. Er weist ein deutlich geringeres Rauschen auf. Der Grund dafür ist die externe Signalverarbeitung mit qualitativ besseren Komponenten.

Dunkelstrom:

Bei vollkommen abgedunkeltem Sensor wird aufgrund des thermischen Rauschens (durch thermische Energie aus dem Valenz- in das Leitungsband angehobene Elektronen) eine nicht verschwindende Ladungsmenge je Photozelle erzeugt [30]. Dieser Dunkelstrom ist beim CCD über die Fläche des Sensors auf etwa dem gleichen Niveau. Da beim CMOS die Verstärker auf den Pixeln in ihrer Qualität schwanken, ist dort der Dunkelstrom unterschiedlich.

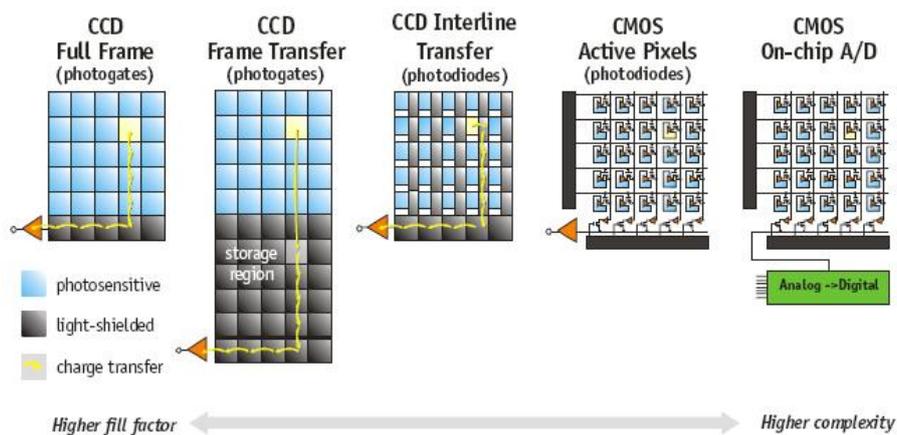


Abbildung 2-11 Übersicht und Vergleich der Ausleseverfahren verschiedener CCD- und CMOS-Sensortypen [36]

Abschließend sind noch einmal die verschiedenen Ausleseverfahren von CCD und CMOS zusammengefasst (siehe Abbildung 2-11) und die wichtigsten Kenngrößen zur Charakterisierung der Qualität von Bildsensoren aufgeführt:

- **Quantenausbeute:** Die Wahrscheinlichkeit, dass ein einfallendes Photon ein Elektron auslöst bzw. die Zahl der Elektronen, die pro einfallendem Photon generiert werden. Die Quantenausbeute ist Wellenlängenabhängig und kann bei CCDs bis zu 90% betragen [25].
- **Dunkelstrom der lichtempfindlichen Zellen:** Der Dunkelstrom ist stark temperaturabhängig und führt Aufgrund seiner statistischen Eigenschaft zum Dunkelstromrauschen. Er ist für alle Pixel unterschiedlich, es können auch einzelne „hot pixel“ mit besonders hohem Dunkelstrom auftreten.
- **Anzahl der maximalen Ladungsträger pro Pixel (full well capacity):** Werden durch Überbelichtung mehr Ladungsträger in einem Pixel erzeugt, als dieser aufnehmen kann, können diese Ladungen in benachbarte Pixel übertreten. Man spricht vom Blooming.
- **Effizienz des Ladungstransportes zum Ausleseverstärker (Charge Transfer Efficiency, bei CCDs)**
- **Rauschen des Ausleseverstärkers (readout noise)**

2.3.3 Farbsensoren – Detektion von Farben

Für die Erzeugung von Farbbildern (d.h. Detektion wellenlängenabhängiger Information) werden Sensoren mit Pixeln unterschiedlicher spektraler Empfindlichkeit benötigt. Diese kann über verschiedene Maßnahmen erreicht werden. Entscheidende Bedeutung kommt hierbei der Quantenausbeute des verwendeten Sensors zu.

2.3.3.1 Räumliche Separation

Bei der räumlichen Separation der Farbinformation werden die einzelnen spektralen Anteile des Lichtes räumlich separiert und auf unterschiedliche Zellen des CCDs gelenkt [38]. Damit steckt die Information über die Wellenlänge des die Ladungsträger freisetzenden Lichtes in der Zellenposition. Dieses Verfahren wird z.B. bei Digitalspektrometern eingesetzt (siehe Abschnitt 2.3.5). Durch ein Beugungsgitter wird der einfallende Lichtstrahl aufgespalten und auf ein an der Austrittsstelle verklebtes CCD-Linien-Element gebracht. Damit entspricht die

Position x der Sensorpixel der Frequenz des einfallenden Lichtes. Dieses Prismenverfahren ist jedoch ungeeignet zur Aufnahme von Bildern mit örtlicher Auflösung.

Ein weiteres Verfahren der räumlichen Separation ist die Aufspaltung des einfallenden Lichtes mittels dichroitischen Prismen (siehe Abbildung 2-12). Dichroitische Prismen spalten das Licht in drei Strahlen mit jeweils scharf definierter Wellenlänge (Rot, Grün, Blau) auf. An den Austrittspunkten (Farbauszug) jeder dieser Teilstrahlen befinden sich CCD-Sensoren gleicher Auflösung. Die Bilder dieser einzelnen Sensoren werden zu einem Gesamtbild kombiniert, wobei additive Farbmischung mit den Grundfarben Rot, Grün und Blau zur Gewinnung der Farbinformation eingesetzt wird. Vorteil dieses Verfahrens ist, dass die gesamte Auflösung der verwendeten CCDs im fertigen Bild zur Verfügung steht. Nachteile sind die großen Kosten gegeben durch drei CCD-Sensoren und das aufwendige dichroitische Prisma.

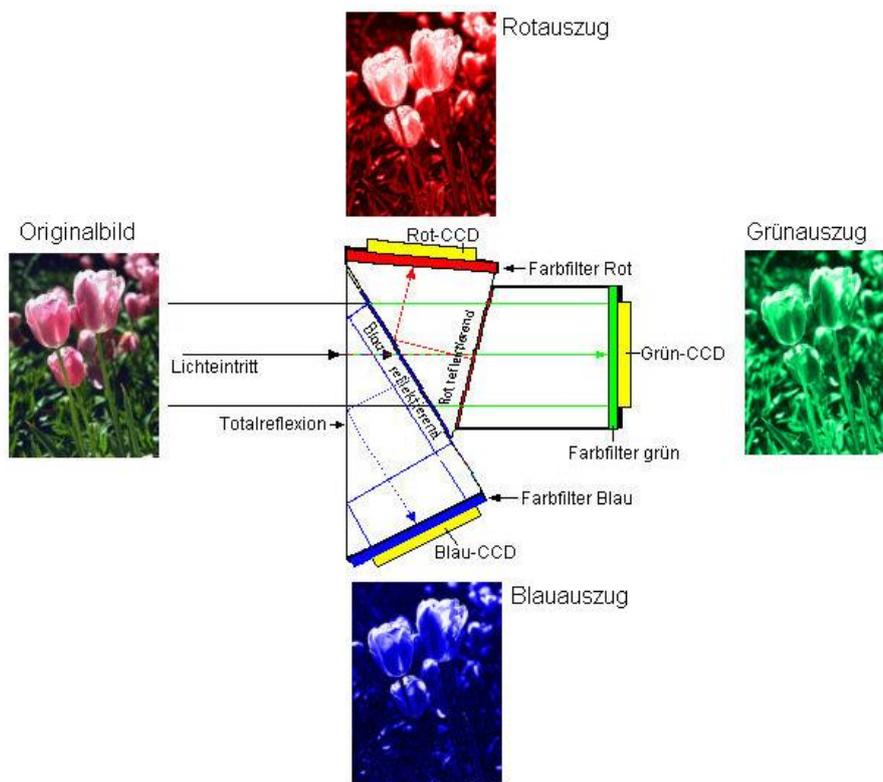


Abbildung 2-12 Prinzip-Darstellung eines Sensorsystems mit dichroitischem Filter [28]

2.3.3.2 Spektrale Separation / Filter Sensoren

Bei spektraler Separation erfolgt die Farbgewinnung durch optische Filter. Ein gängiges Verfahren hierbei ist wieder die Aufspaltung des Lichtes in drei festgelegte

Wellenlängenbereiche (meist die drei Grundfarben Rot, Grün, Blau) wie beim dichroitischen Prisma. Die Aufspaltung erfolgt jedoch direkt am Chip durch, den einzelnen Sensorzellen vorgeschaltete, Filter [38].

Um Farbinformation zu generieren, d.h. Wellenlängen abhängige Information ins Bild zu bekommen werden Filter verwendet, die den Wellenlängenbereich einschränken. Diese Farbfilter werden direkt auf die Oberfläche der CCD- oder CMOS-Sensoren durch fotolithographische Verfahren aufgebracht. Die Filterelemente bilden dabei eine Mosaikstruktur mit Einzelelementabmessungen in der Größe der Sensorpixel. Bei den Filterelementen selbst handelt es sich um Absorptionsfilter, erzeugt durch Fotolacke, denen Pigmente (z.B. Diazonaphthoquinone (DNQ)-novolac) beigemischt sind [39]. Die spektrale Empfindlichkeit derartiger Bildsensoren ist exemplarisch in Abbildung 2-13 dargestellt.

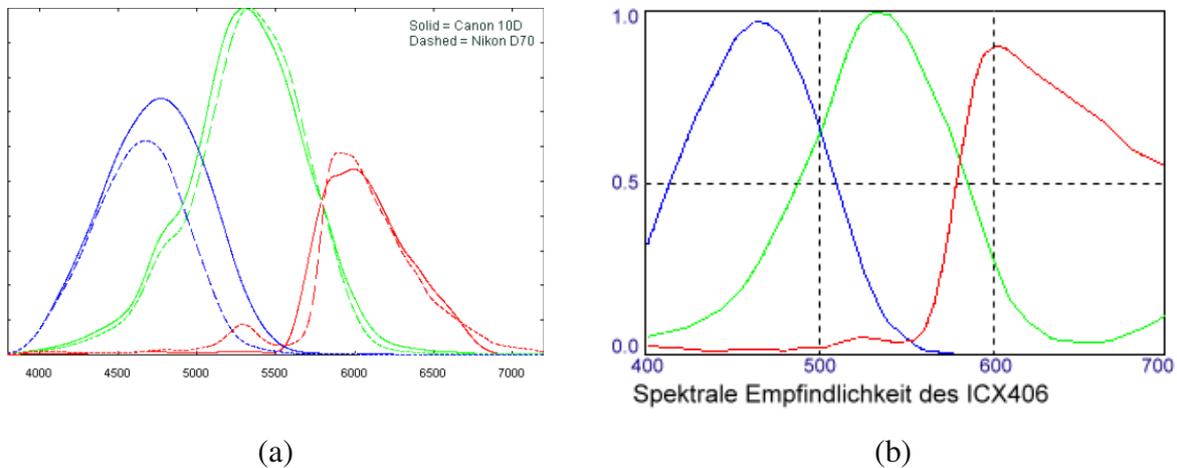


Abbildung 2-13 Spektrale Empfindlichkeit von 3 Kanal On-Chip Farbsensoren
a) Canon 10D und Nikon D70 [40] b) Sony ICX406AQF [41]

Es gibt hier verschiedenste Anordnungsmöglichkeiten der Farbmatrizen. Die gebräuchlichste ist die in Abbildung 2-14 dargestellte Bayermatrix [42].

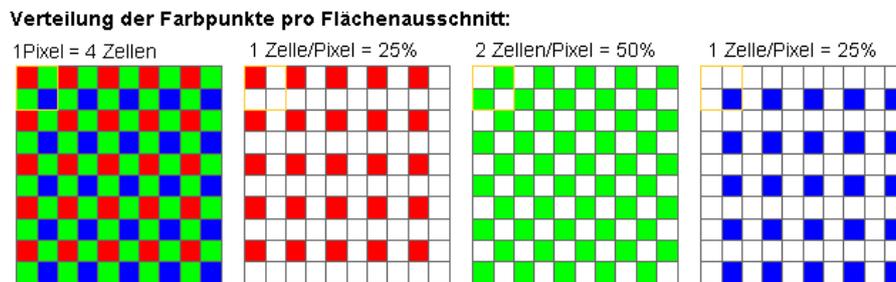


Abbildung 2-14 Prinzipieller Aufbau einer Bayermatrix [28]

Die Farbmatrizen in der Bayermatrix werden ähnlich wie die Verteilung der lichtempfindlichen Zellen im menschlichen Sehorgan zusammengestellt. Um die höhere

Empfindlichkeit des menschlichen Sehens im „grünen“ Wellenlängenbereich nachzubilden, ist die Anzahl der "Grün-Zellen" doppelt so groß wie jeweils die der Zellen für Rot und Blau. Weiters werden Antialias-Filter bei Bayer-Sensoren benötigt, um das Licht auf benachbarte, unterschiedlich farbempfindliche Pixel zu verteilen. Ohne diesen Filter könnte ein weißer heller Punkt oder eine Linie bei sehr scharfer Abbildung auf Pixel nur in einer Farbe abgebildet werden.

Zur gezielten Optimierung des Sensors für verschiedenste Anforderungen werden weitere, andersartige Filteranordnungen herangezogen. Der große Nachteil dieser Art der Farbauflösung ist der Verlust der maximalen örtlichen Auflösung des Sensors. Die Auflösung des Bildes entspricht (abhängig von der verwendeten Farbmatrize) meist nur mehr $\frac{1}{4}$ der maximalen Auflösung des Bild-Sensors. Weiters nutzen Ein-Chip-Sensoren das auftreffende Licht schlechter aus und liefern bei gleicher Größe Bilder mit schlechterem Signal-Rausch-Verhältnis als 3-Chip-Systeme.

2.3.3.3 Zeitliche Separation

Die zeitliche Separation beruht auf der Verwendung eines einzigen CCDs der zeitlich gestaffelt Licht unterschiedlicher Wellenlängen ausgesetzt wird. Dies kann entweder durch dem Bildsensor vorgelagerte mechanisch bewegbare Filter (wenn kein Einfluss auf die Lichtquelle genommen werden kann) geschehen [30], [38] oder durch Variation der Frequenz des emittierten Lichtes der Beleuchtungsquelle. Letzteres Verfahren wird häufig in Digitalscannern eingesetzt, in denen zeitlich separiert, abwechselnd die Probe durch „rote“, „grüne“ und „blaue“ LEDs beleuchtet wird. Vorteil dieser Methode ist der Erhalt der örtlichen Auflösung des Bildsensors, d.h. es stehen sämtliche Sensorpixel in jedem Farbkanal zur Verfügung. Nachteil dieser Methode ist der erhöhte zeitliche Aufwand zur Aufnahme eines Bildes.

2.3.4 Auswahl des geeigneten Bildsensors

Beide in 2.3.1 und 2.3.2 beschriebenen Bildsensoren sind durch die ihnen zugrunde liegenden physikalischen Gesetze zur Transmissionsmessung geeignet. Die Vorteile des jeweiligen Verfahrens im Vergleich zum anderen lassen sich wie folgt zusammenfassen [43], [44], [45].

CCD	CMOS
Geringes Rauschen	Geringerer Energieverbrauch
Geringere Pixelgröße	Eine einzige Versorgungsspannung
Geringerer Dunkelstrom	Hohe Integration des Sensors möglich
100% Füllfaktor	Geringere Kosten
Höhere Empfindlichkeit	Eine einzige Taktfrequenz
Elektronischer Shutter ohne Artefakte	Random Access möglich

Tabelle 2-2 Übersicht der Vorteile von CCD- und CMOS-Bildsensoren dem jeweils anderem Verfahren gegenüber

Aus Tabelle 2-2 ist ersichtlich, dass nach Möglichkeit CCD-Sensoren CMOS basierten Sensoren vorzuziehen sind. CCD-Sensoren besitzen bedingt durch ihren Aufbau geringeres Rauschen und geringere Dunkelströme, was die Auflösung von hohen Schichtdicken wesentlich erleichtert (siehe 3.2). Ebenso sind CCD-Sensoren durch ihre geringere Pixelgröße und ihrem höheren Füllfaktor und der damit verbundenen höheren Ortsauflösung den CMOS-Sensoren vorzuziehen. Auch sind die mit CCD-Sensoren erreichbaren Auslesegeschwindigkeiten mit 1000 Bildern je Sekunde [43 S. 442] mehr als ausreichend. Der finanzielle Mehraufwand, der durch die Verwendung von CCD-Sensoren und der damit gekoppelten Ansteuerelektronik entsteht, hält sich durch die weite Verbreitung und die hohen Stückzahlen an CCD-Sensoren in vertretbaren Grenzen.

Es soll jedoch darauf hingewiesen werden, dass CMOS-Sensoren sowohl prinzipiell als auch in ihrer praktischen Ausführung ebenfalls in der Lage sind, die für präzise Transmissionsmessung notwendigen Anforderungen zu erfüllen, wie in 7.2.1 gezeigt wird. Der große Vorteil der CMOS-Sensoren ist ihr geringerer Energieverbrauch [43] was hauptsächlich für portable Geräte ohne permanente Energiezufuhr von Bedeutung ist. Für ortsfeste Geräte wie Mikroskope oder Scanner ist dieser Aspekt eher vernachlässigbar. CMOS-Sensoren moderner Bauart sind in ihrer Qualität gleichwertig zu CCD-Sensoren.

2.3.5 Anwendung von Bildsensoren im Digitalspektrometer

Beim Digitalspektrometer wird das Licht einer Lichtquelle (z.B. Halogenlampe, Deuteriumlampe) mittels Lichtwellenleiter auf die Probe gebracht. An der Probe wird das einfallende Licht transmittiert und reflektiert. Je nach Aufbau und verwendetem Sensor wird der reflektierte oder transmittierte Teilstrahl wieder mittels Lichtwellenleiter zum Spektrometer geführt. Hier erfolgt eine wellenlängendispersive Aufspaltung des einfallenden Lichtes mittels Prisma und damit eine Umwandlung der Wellenlängenabhängigkeit des Intensitätsspektrums in eine Ortsabhängigkeit der Intensität an der Prisma-Oberfläche. An diese Oberfläche wird ein CCD-Chip befestigt. Jedem Pixel am Chip lässt sich so ein Wellenlängenbereich $\lambda \pm \Delta\lambda$ zuordnen. Aus den gemessenen elektrischen Spannungen der einzelnen Pixeln des Bildsensors (meist CCD-Liniensensor) lässt sich so das Spektrum rekonstruieren und in weiterer Folge aus dem Vergleich mit Referenzsignalen die wellenlängenabhängige Transmission oder Reflexion der Probe bestimmen. D.h. die Ortsauflösung des CCD-Chips wird mittels Prisma oder Beugungsgitter zur spektralen Auflösung genutzt.

Einen Sonderfall stellt die diskrete Spektralanalyse dar [46]. Diskrete Spektralanalyse kommt hauptsächlich in Form von „Lab on Chip“ Geräten in der laserinduzierten Fluoreszenzanalyse organischer Moleküle zum Einsatz. Diese Moleküle werden mit speziellen Fluoreszenzmarkern versehen, welche das eingebrachte Licht absorbieren und diese in einem anderen, eng abgegrenzten Wellenlängenbereich wieder emittieren. Die Emissionslinien legen typischerweise zwischen 500-700 nm und sind zueinander eng abgegrenzt ($\Delta\lambda \approx 50$ nm). Die für die Fluoreszenzanalyse verwendeten Bildsensoren benötigen eine spektrale Differenzierung daher nur für eine geringe Zahl gut abgegrenzter Emissionslinien. Diese Differenzierung wird, neben anderen Methoden, hauptsächlich durch eine Anzahl optischer Bandpassfilter erreicht und entspricht daher dem Funktionsprinzip beschrieben in 2.3.3.2.

2.3.6 Anwendung von Bildsensoren im Scanner

Digitalscanner funktionieren nach exakt demselben physikalischen Prinzip wie Spektrometer. Licht wird von einer Quelle mit charakteristischem Spektrum emittiert, auf die Probe (in dem Fall auf das abzubildende Bild) gebracht und das reflektierte (bei herkömmlichen Flachbettscannern) bzw. das transmittierte Licht (bei Durchlichtscannern) mittels Bildsensor ausgewertet (siehe Abbildung 2-15). Es gibt jedoch zwei wesentliche Unterschiede zum Spektrometer.

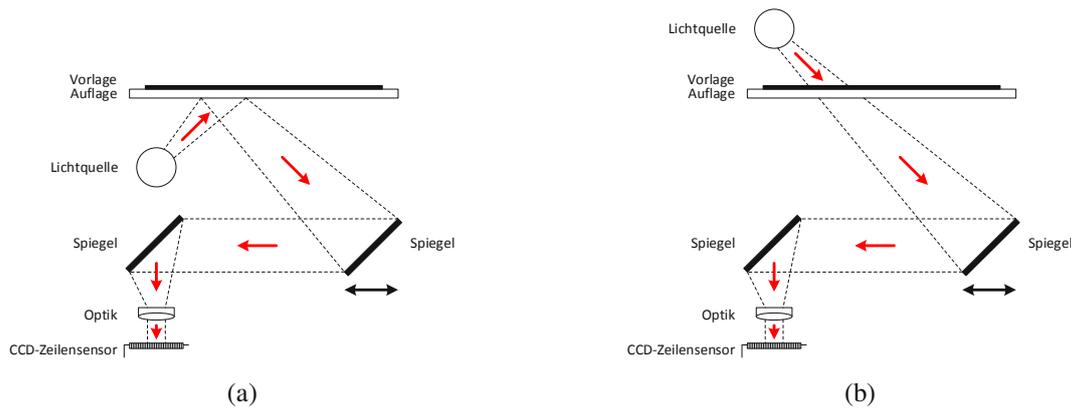


Abbildung 2-15 Schematische Übersicht der Funktionsweise (a) eines Auflichtscanners (Reflexionsmessung) (b) eines Durchlichtscanners (Transmissionsmessung)

Prinzip: Licht wird auf eine Probe gebracht dort reflektiert und transmittiert und schließlich vom Bild Sensor erfasst.

Erstens besitzt ein herkömmliches Spektrometer keine Ortsauflösung. Das Licht wird beim Spektrometer auf einen Punkt oder kleinen Bereich der Probe fokussiert. Damit erhält man Informationen nur über diesen Bereich, diese jedoch spektral hoch aufgelöst. Beim Scanner hingegen wird die gesamte Probe gleichzeitig oder zeilenweise parallelem Licht ausgesetzt und man erhält bei einem Scanvorgang Informationen über die gesamte Probe, je nach Bildsensor, mehr oder weniger gut ortsaufgelöst.

Zweitens besitzt ein Digitalscanner nur eine sehr eingeschränkte spektrale Auflösung. Die Hauptaufgabe eines Digitalscanners ist es, Fotos oder Dias zu digitalisieren, d.h. in Graustufenbilder zu verwandeln. Dazu wird der sichtbare Wellenlängenbereich auf drei charakteristische Wellenlängen reduziert, die den drei Grundfarben Rot, Grün und Blau zugeordnet werden. Diese werden zur Farbmischung während der Rekonstruktion des Bildes aus den Helligkeitsdaten herangezogen. D.h. es geht Information über die spektrale Verteilung verloren.

Durch die gegebene hohe örtliche Auflösung von Digitalscannern und der zwar minimalen, aber doch vorhandenen spektralen Auflösung, sind Digitalscanner zur Vermessung der Transmission und Reflexion von Granulaten geeignet. Aus den angestrebten Auflösungen zur Vermessung der in der Arbeitsgruppe verwendeten Granulate (neben anderen: Diamant Granulat Mesh 40/50 (Korngröße 297 – 400 μm); Diamant Granulat Mesh 70/80 (Korngröße 177 – 210 μm) [47]; Glashohlkugeln (Durchmesser 20 – 60 μm [3])) ergibt sich jedoch eine Einschränkung an die zu verwendende Scannertechnologie. Um Bildbearbeitungs- und Objekterkennungsalgorithmen vernünftig anwenden zu können, wird eine harte Untergrenze von mindestens zehn Pixel in jeder Dimension der Objekte im Digitalbild gefordert. Diese bedeutet für Mesh 70/80 Granulate eine Mindestauflösung von 1400 dpi. Diese Auflösungen werden nur von Diascannern erreicht (für Glashohlkugeln ist eine Mindestauflösung von 12000 dpi erforderlich, dies lässt sich ohne optisches System nicht mehr erreichen, siehe 7.1). Diascanner besitzen die für Granulate mit Korngrößen $> 100 \mu\text{m}$ geforderte örtliche Auflösung, beschränken sich jedoch auf die Vermessung des transmittierten Strahls. Daher folgt als einschränkende Bedingung an die verwendbaren Substrate, dass diese ausreichend transparent sein müssen um mittels Diascanner vermessen werden zu können. Dies lässt sich mit den in der Arbeitsgruppe verwendeten Granulaten vereinbaren. Kunstdiamanten und Mikroglashohlkugeln sind in ausreichendem Maße transparent.

2.4 Methoden der Bildverarbeitung

2.4.1 Grundlegendes

Das Bildverstehen ist ein hierarchischer Prozess [48 S. 14 ff.] und ist schematisch in Abbildung 2-16 dargestellt.

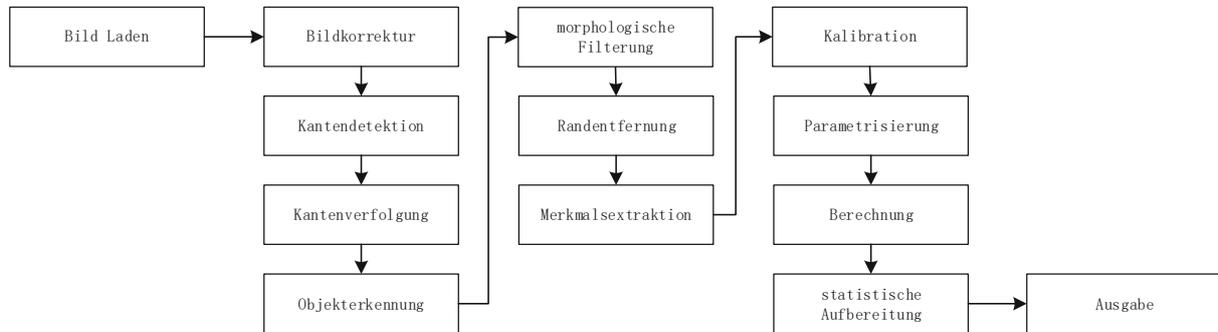


Abbildung 2-16 Schematische Darstellung der in TFI implementierten Prozessschritte, vom Laden des Bildes über die Bildvorverarbeitung, Segmentierung, Merkmalsextraktion bis zur Schichtdickenberechnung und Aufbereitung und Ausgabe der Resultate

Es beginnt mit Prozessschritten, die lediglich zu einer Vorbereitung des Ausgangsbildes dienen (Filterung des Bildes zur Störungsunterdrückung, Segmentierung, usw.), führt über die Detektion von Linien und Regionen (Objektkonturen) hin zur eigentlichen Merkmalsextraktion von geometrischen Eigenschaften oder Helligkeitsverteilungen einer Region. Aus diesen Merkmalen kann schließlich mit dem geeigneten Modell auf physikalische Größen geschlossen werden.

Die Bildinterpretation hängt stark von der gegebenen Fragestellung, aber auch von der Beschaffenheit des Ausgangsbildes ab. Das optimale Verfahren zur Merkmalsextraktion gibt es daher nicht. Es kann nur versucht werden, aus der Vielzahl an möglichen Prozessschritten und deren Reihenfolgen eine praktikable Auswahl zu treffen, die für den benötigten Anwendungsfall verwertbare Resultate liefert. Dieselben Prozessschritte können, angewendet auf eine andere Fragestellung oder auf unter anderen Umständen aufgenommene Bilder, gänzlich andere Ergebnisse liefern.

2.4.2 Graustufenbilder

Grundlage der digitalen Bildverarbeitung sind Graustufenbilder. Graustufenbilder sind Intensitätsbilder, die Intensitäten sowohl örtlich als auch im Betrag quantisiert in einem rechteckigen Schema darstellen [48 S. 31], [49]. Quantisierung bedeutet eine Diskretisierung kontinuierlicher Signale. Bei örtlicher Quantisierung erfolgt diese im Ortsbereich, meist entlang eines rechteckigen Schemas. Die kleinste Einheit der örtlichen Quantisierung wird als Pixel (Picutre Element) bezeichnet und hat üblicherweise eine quadratische Form (gegeben durch den Sensoraufbau, siehe Abschnitt 2.3). Die Anzahl der Pixel pro Längeneinheit (meist angegeben in Pixel je Zoll, dots per inch, dpi), wird als örtliche Auflösung bezeichnet und ihr Maximum ist durch die Auflösung des bildgebenden Sensors gegeben. Die örtliche Auflösung bestimmt die Größe der kleinsten, im Bild noch darstellbaren Objekte [48 S. 255 ff.]. In Abbildung 2-17 ist exemplarisch die Quantisierung einer mit dem Ort linear steigenden Intensitätsrampe gezeigt.

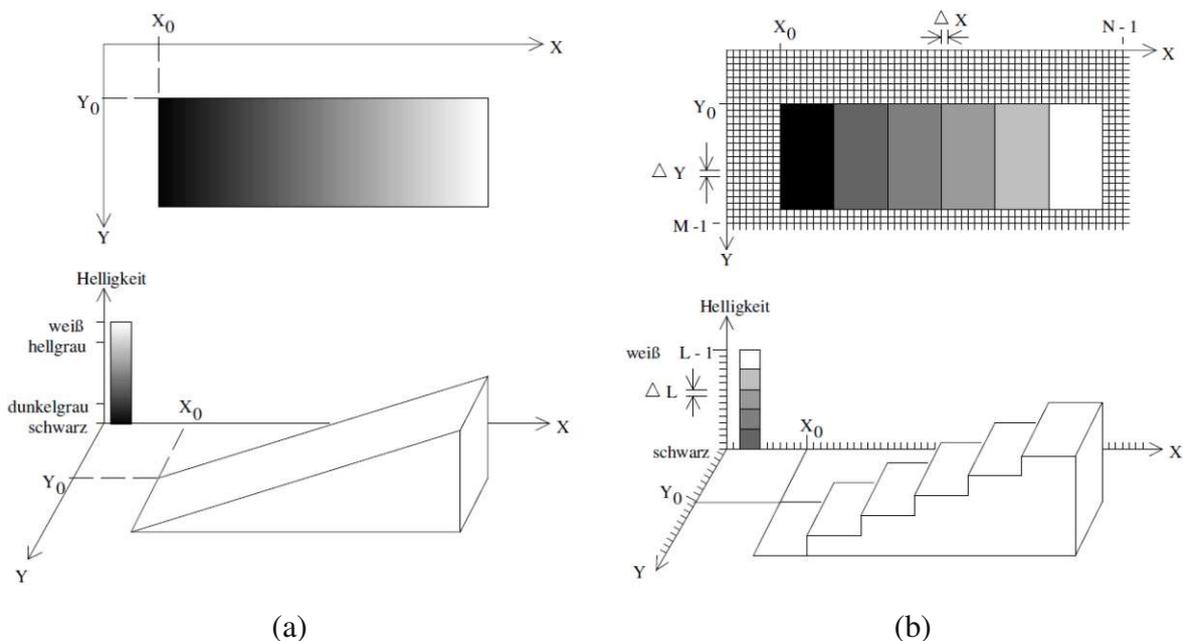


Abbildung 2-17 Digitalisierung eines Bildes (a) Analoges (stetiges) Bild, kontinuierlich sowohl in Helligkeit als auch in der Ortsauflösung (b) Digitales (diskretes) Bild mit quantisierter Helligkeit und Ortsauflösung als rechteckiges Schema [50]

Dies bedingt, dass etablierte Bildalgorithmen und deren Operatoren auf quadratischen Gittern aufbauen [48 S. 32], mit all den resultierenden Vor- und Nachteilen (z.B. Anisotropie, Definition der Nachbarschaft).

Die Quantisierung der Pixel-Intensität ist vorgegeben durch die Auflösung des Analog-Digital-Konverters (ADC) und ist meist mit 8 oder 16 Bit (Anzahl n der Binärstellen zur Darstellung möglicher Quantisierungsstufen) begrenzt. Damit ergeben sich 2^n Quantisierungsstufen je Pixel, d.h. die minimale und maximale Intensität eines Pixels eines mit 8 Bit quantisierten Bildes wird im Wertebereich [0, 255] (0...keine Intensität, 255 ... maximale Intensität) dargestellt. Die Intensitäten je Pixel werden im Digitalbild als Helligkeiten bezeichnet.

Die Quantisierung der Wellenlänge des zur Bildaufnahme verwendeten Lichtes schlägt sich in der Anzahl der im Bild vorhandenen Farbkanäle nieder. Ist nur ein einziger Farbkanal vorhanden, d.h. gibt es nur einen Helligkeitswert je Pixel, spricht man von einem Graustufenbild. Üblicherweise besitzen Digitalbilder jedoch drei Farbkanäle, d.h. jedes Pixel besitzt drei Helligkeitswerte, die, je nach verwendetem Farbraum, unterschiedlichen Farben und damit unterschiedlichen Spektralbereichen zugeordnet werden [48 S. 170 ff.], [49]. Aus diesen Farbkanälen können, abhängig vom gegebenen Farbraum, durch additive oder subtraktive Farbmischung durch das Anzeigesystem Farbinformationen rekonstruiert werden. In dieser Arbeit wird einzig auf Bilder Bezug genommen, deren Farbkanäle die Grundfarben Rot, Grün und Blau darstellen. Man spricht dabei von RGB Bildern.

Eine Sonderstellung nimmt das Binärbild ein. Es kann als Graustufenbild mit einer Intensitätsauflösung von nur einem Bit angesehen werden. Es dient hauptsächlich zur Darstellung von Ergebnissen einzelner Prozessschritte in der Bildverarbeitung, z.B. zur Separation von Hintergrundpixel und Objektpixel.

2.4.3 Bildvorverarbeitung

Der erste Schritt Richtung Merkmalsextraktion ist die Bildvorverarbeitung, i.A. eine Transformation

$$I(u, v) \rightarrow I^*(u, v), \quad (2-4)$$

bei der das Ergebnis wieder ein Bild ist und welche den Informationsgehalt des Bildes in Hinblick auf spätere Auswertung nicht verändert. Ziel dabei ist es, eine Vereinfachung nachfolgender Verarbeitungsschritte zu erreichen [48 S. 276, S. 282, S. 284]. Zur Anwendung kommen hier Prozessschritte wie

- Kontrastverstärkung
- Glättung (Reduzierung des Rauschanteils)
- Dunkelstromkorrektur (Dark Frame Calibration)
- Korrektur von inhomogener Beleuchtung (Flat Frame Calibration)

Ein weiterer möglicher Schritt zur Bildvorverarbeitung ist die Umwandlung des Graustufenbildes in ein Binärbild durch Einführen eines Schwellwertes (threshold) S . Dabei ergibt sich das Binärbild $B(u, v)$ aus dem Graustufenbild $G(u, v)$ durch die Transformation

$$B(u, v) = \begin{cases} 0, & G(u, v) \leq S \\ 1, & G(u, v) > S \end{cases} \quad (2-5)$$

Diese Transformation kann zur Separation von Objekten und Hintergrund herangezogen werden, wenn diese sich deutlich in Ihrer Helligkeit unterscheiden. Für die in dieser Arbeit betrachteten Objekte (Diamantgranulate, Glashohlkugeln) reicht dieser Ansatz jedoch nicht aus. Entweder heben sich die Objekte zu wenig vom Hintergrund ab (gering oder unbeschichtete Glashohlkugeln), oder besitzen in ihrem Inneren noch Strukturen, die zu seltsam geformten und damit falsch detektierten Objekten führen können (Diamantgranulat).

Die beste Bildbearbeitung nützt jedoch nichts ohne entsprechende Qualität der Aufnahme. Daher ist es wichtig bereits auf eine sorgfältige Präparation der Bildaufnahme, d.h. des physikalisch-optischen Experiments, zu achten. Für eine detaillierte Beschreibung des Einflusses möglicher Fehler während der Bildsynthetisierung auf das Graustufenbild und die Schichtdickenberechnung und deren Korrektur siehe Abschnitt 3.2.

2.4.4 Detektion von Objektkonturen

Zur zuverlässigen Detektion von Objektkonturen werden lokale Merkmale (z.B. Kantenpunkte) erfasst und zu strukturellen Merkmalen (z.B. Konturen) zusammengefasst. Auf diese Weise ist es möglich, homogene Regionen bzgl. ihrer Helligkeiten oder Farben zu separieren. Diese Detektion von Merkmalen ist noch nicht das Ziel des Bildverstehens, sondern nur ein wichtiger Zwischenschritt. Daher lässt sich die Qualität der detektierten Merkmale nur anwendungsspezifisch im Kontext der anschließenden Interpretation bewerten. Konturlinien markieren Grenzen zwischen Bildbereichen unterschiedlicher Charakteristika, die sich in Bereichen unterschiedlicher Helligkeiten darstellen. Ursachen dieser Konturen können sein:

- Orientierungsänderungen einer Oberfläche (siehe Abschnitt 6.1.2)
- Änderung der Reflexion oder Transmission von Objekten (z.B. durch Änderung der Materialien oder Schichtdicken)
- Schattenwurf
- Spiegelungen, Glanzlichter

Basis für die Detektion von Konturen ist das Auffinden einzelner Kantenpunkte an den Übergängen dieser Bereiche. Eine allgemeine Vorgehensweise zur Detektion der Kantenpunkte besteht in den Teilschritten:

- Optionale Bildglättung
- Berechnung der Kantensignifikanz
- Lokalisierung der Kantenpunkte
- Kantenverdünnung
- Schwellwertoperation

Am Kantenpunkt erreicht die erste Ableitung der Pixelhelligkeit ihr Maximum. Dabei wird die Kantenstärke in m diskreten Richtungen quantisiert (repräsentiert durch m Masken). Für jeden Bildpunkt wird diejenige Maske bestimmt, welche den größten Betrag als Ergebnis einer Faltung am Pixelort liefert. Dieser Wert entspricht der gesuchten Kantenstärke. Die Richtung der Kante ist durch die verwendete Maske vorgegeben. Als Masken stehen viele verschiedene in der Literatur zu findende Varianten zur Verfügung (Robinson, Sobel, Prewitt Kompass, Kirsch) [48, S. 345 ff].

Die Faltung (siehe Abbildung 2-18) definiert eine lineare Nachbarschaftsoperation der Form

$$I' = H * I; \quad I'(u, v) = \sum_i \sum_j I(u+i, v+j) \cdot H(i, j), \quad (2-6)$$

mit

- $I(u, v)$... Ursprungsbild,
- $I^*(u, v)$... gefaltetes Bild,
- $H(i, j)$... Faltungskern (Maske).

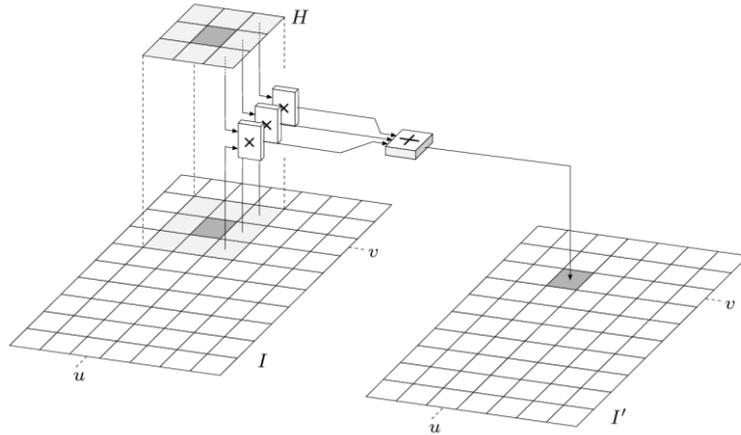


Abbildung 2-18 Prinzip der Anwendung eines Faltungskerns H auf einen Pixel im Ursprungsbild I [50]

Zu beachten ist, dass durch Anwendung einer Matrix auf ein Bild mit endlichen Abmessungen die Ränder speziell berücksichtigt werden müssen (siehe Abbildung 2-19). Durch die Form der Operation kann der Faltungskern an Randpixel im Abstand der halben Matrixgröße vom Rand des Bildes nicht angewendet werden, d.h. bei Faltung mit einer Maske der Größe $(2k + 1) \times (2k + 1)$ ist das Ergebnis der Faltung für k Randzeilen und -spalten nicht definiert.

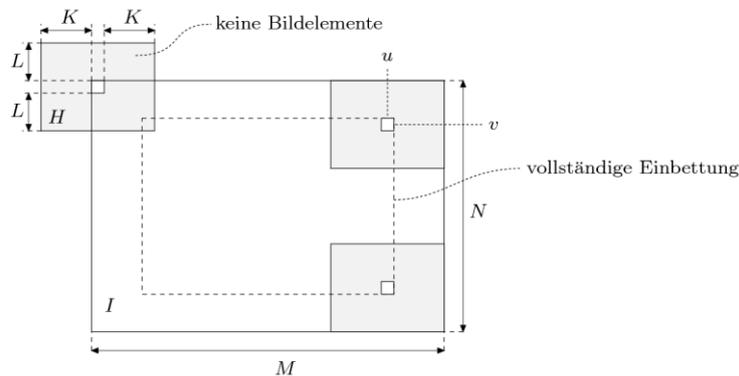


Abbildung 2-19 Begrenzung der Faltung an den Bildrändern [50]

Dies bedeutet, das gefaltete Bild würde kleiner werden. Um dies zu umgehen gibt es die Möglichkeiten

- das Bild periodisch an den Rändern fortzusetzen (zyklische Indexierung),
- das Bild an den Rändern zu spiegeln (reflektierte Indexierung),
- das Bild in den Randbereichen unverändert zu lassen,
- die Pixel in den Randbereichen auf einen fixen Wert zu setzen,
- den Faltungskern anzupassen.

Die Kantendetektion kann auch als Ableitung der Helligkeit des Bildes nach dem Ort interpretiert werden. Eine Kante liegt immer dann vor, wenn die Ableitung ein Maximum aufweist, denn Kanten sind Bildorte, an denen sich die Helligkeit auf kleinem Raum stark ändert. Zu beachten ist jedoch, dass die Ableitungsrichtung eine große Rolle spielt und die Kantenintensität von der Ableitungsrichtung abhängt. Es werden daher Ableitungsoperatoren in Vorwärts, Rückwärts und in symmetrischer Form definiert (siehe Abschnitt 2.5.1.2). Diese Operatoren lassen sich als Filter definieren und entsprechen in dieser Form, wie bereits beschrieben, den Faltungsmasken zur Kantendetektion (siehe Abbildung 2-20).

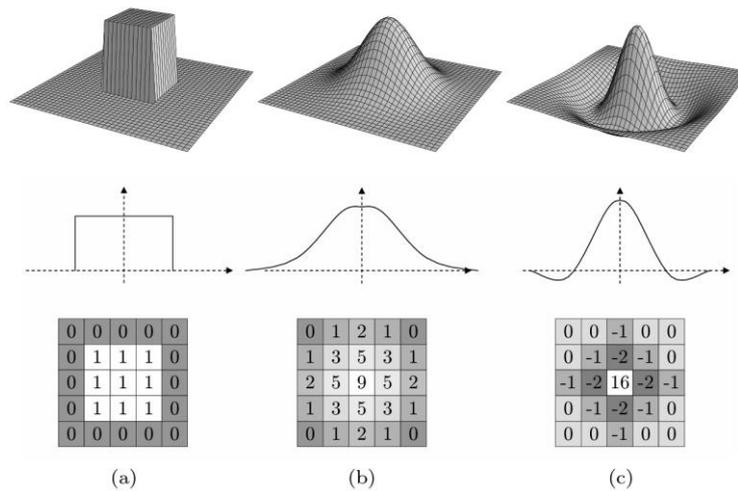


Abbildung 2-20 Beispiele für Faltungskerne (Lineare Filter): a) Mittelwertfilter b) Gauß Filter (Glättung) c) Laplace Filter (2. Ableitung) [50]

Ein Beispiel eines symmetrischen Ableitungsoperators in x und y Richtung sind

$$H_x = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} -1 & 0 & 1 \end{bmatrix}, \quad (2-7)$$

$$H_y = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} -1 \\ 0 \\ 1 \end{bmatrix}. \quad (2-8)$$

Die Maxima der ersten Ableitung entsprechen Nulldurchgängen der zweiten Ableitung. Somit können Kantenpunkte auch als Nulldurchgänge der zweiten Ableitung erkannt werden (siehe Abbildung 2-21 und Abbildung 2-22).

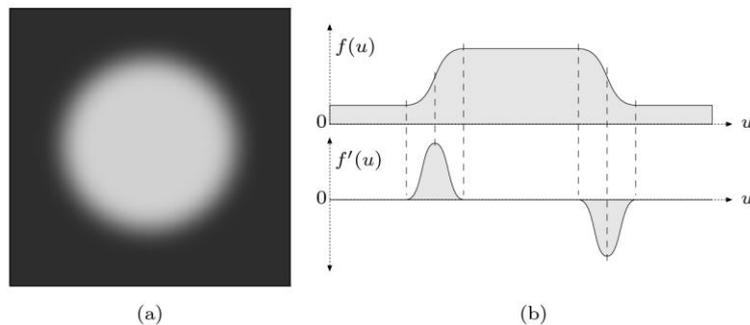


Abbildung 2-21 a) Kreisförmiges Objekt im Graustufenbild b) Helligkeitsverlauf und erste Ableitung des Graustufenbildes [50]

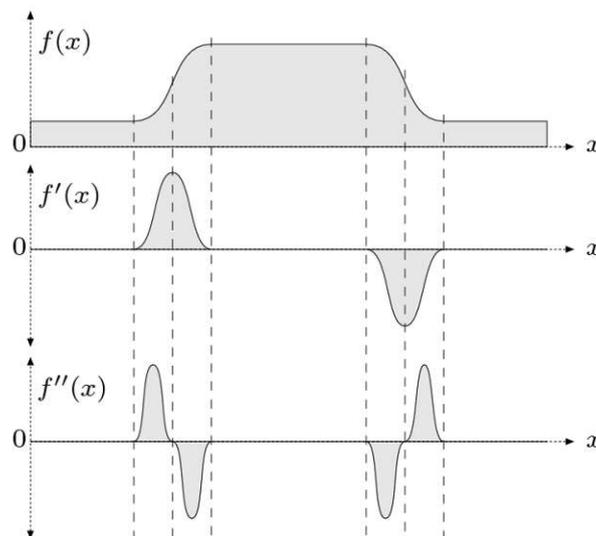


Abbildung 2-22 Helligkeitsverlauf, erste und zweite Ableitung eines Graustufenbildes [50]

Steilheit und Amplitude eines Nulldurchganges entsprechen Steilheit und Amplitude des zugehörigen Kantenelements. Insignifikante Kanten, d.h. Nulldurchgänge geringer Steilheit und Amplitude, lassen sich durch Schwellwertoperationen unterdrücken. Vorteil der Kantendetektion mittels zweiter Ableitung ist, dass sich auch Kanten mit sich langsam ändernden Helligkeitswerten genau lokalisieren lassen. Die zweite Ableitung ist jedoch empfindlicher gegen Rauschen, d.h. zusätzliche Bildvorbereitungsschritte (z.B. Glättung) sind erforderlich.

2.4.5 Detektion von geschlossenen Objekten

Anschließend an die Detektion der Kanten erfolgt das Zusammenfügen der Kanten zu geschlossenen Konturen und damit zu Objekten. Dies erfolgt durch Verbinden einzelner Kantenpunkte zu Konturlinien. Eine Linie ist eine Folge von p_1, p_2, \dots, p_n Pixeln, wobei p_k und p_{k+1} benachbart sind. Von großer Bedeutung ist hier die Definition des Begriffes Nachbarschaft bzw. ob die Nachbarschaft über Pixelkante oder Pixelecke definiert wird. Bei rechteckförmigen Pixeln besitzt jeder Pixel jeweils vier Nachbarn an den Kanten und vier Nachbarn an den Ecken. Definiert man als Nachbarschaft alle Pixel, die Kante an Kante liegen, so spricht man von einer 4er Nachbarschaft. Definiert man als Nachbarschaft alle Pixel, die Kante an Kante und Ecke an Ecke liegen, so spricht man von einer 8er Nachbarschaft.

Die Wahl der Nachbarschaft bestimmt die Objektzuordnung eng aneinander liegender Konturlinien (siehe Abbildung 2-23).

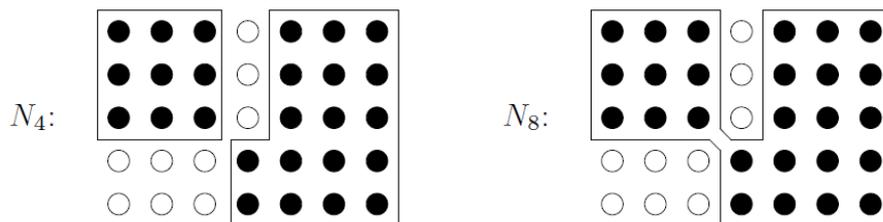


Abbildung 2-23 N_4 : Zwei getrennte Objekte in einer 4er Nachbarschaft; N_8 : Ein zusammenhängendes Objekt in einer 8er Nachbarschaft [51]

Zur Konturerkennung wird an einer Kantenstelle x_s begonnen und ihrer Nachbarschaft auf weitere Kantenpunkte geprüft. Wird ein solcher Kantenpunkt gefunden, so wird dieser Punkt der Kontur hinzugefügt und als neuer Startpunkt herangezogen (siehe Abbildung 2-24).

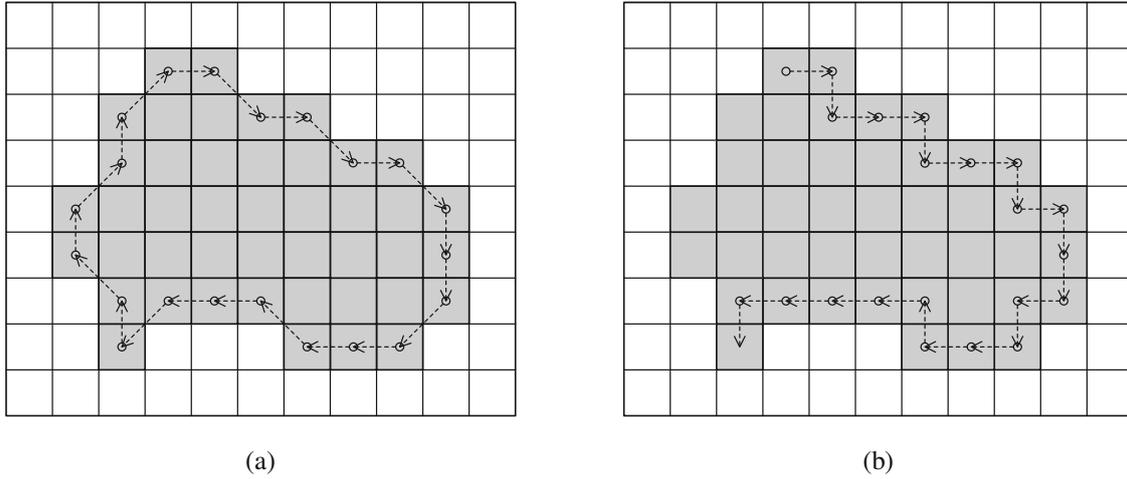


Abbildung 2-24 Kantenverfolgung zur Detektion einer Konturlinie eines Objektes beginnend vom selben Startpunkt: a) mit Hilfe einer 8er Nachbarschaft und Detektion eines geschlossenen Objektes b) mit Hilfe einer 4er Nachbarschaft und keiner Detektion eines geschlossenen Objektes

Dieser Vorgang wird solange wiederholt, bis entweder keine Kantenpunkte in der Umgebung gefunden werden (kein geschlossenes Objekt) oder wieder der ursprüngliche Startpunkt erreicht wird (geschlossenes Objekt). Sowohl die Wahl des Nachbarschaftsoperators als auch die Festlegung des Startpunktes haben großen Einfluss auf die Detektion einer Konturlinie.

2.5 Interpretation der gewonnenen Bildinformationen und konkrete Umsetzung in TFI

Die in 2.4 vorgestellten Verfahren der digitalen Bildverarbeitung werden zur Unterscheidung von Objekten vom Hintergrund oder von anderen Objekten wie Staub- und Schmutzpartikel angewendet. Diese Verfahren wurden im Zuge dieser Arbeit im Softwarepaket ThinFilmInspect (TFI) implementiert (für eine detaillierte Beschreibung der Software siehe Handbuch im Anhang D).

2.5.1 Objekterkennung in TFI

Es werden geeignete lokale Objektmerkmale aus den Bildern extrahiert, um eine Unterscheidung der Objekte und des Hintergrunds zu ermöglichen. Diese Operation wird allgemein als Segmentierung bezeichnet und ermöglicht jede weitere Analyse oder Verarbeitung der gefundenen Objekte. Die Segmentierung stellt damit den Übergang von der Bildverarbeitung zur Bildanalyse dar. Zum Einsatz kommen in TFI eine Kombination aus pixelorientierter Segmentierung (zur Verstärkung der Kantensignifikanz) und kantenbasierter Segmentierung.

2.5.1.1 Pixelorientierte Segmentierung

Die pixelorientierte (oder punktorientierte) Segmentierung berücksichtigt lediglich die Graustufen einzelner Pixel und beachtet die lokale Nachbarschaft überhaupt nicht. Sie stellt die einfachste Form der Segmentierung dar und dient hauptsächlich zur Unterscheidung der Objekte vom Hintergrund. Zuerst muss ein Merkmal ausgewählt werden, nach welchem unterschieden wird. Eine gute Wahl führt zu einem bimodalen Aufbau der Merkmalsverteilung. Im Falle der untersuchten Granulatbilder ist das ausgewählte Merkmal die Helligkeit im Rot-Kanal die deutlich zwischen Hintergrund und Objekten unterscheiden lässt (Abbildung 2-25).

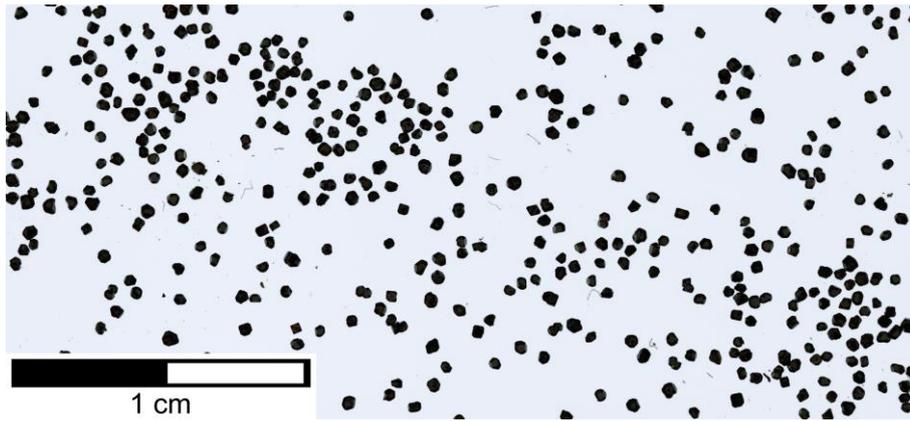


Abbildung 2-25 Diamantgranulat Mesh 40/50 auf Trägerfolie aufgenommen mittels Diascanner Nikon Super CoolScan 9000 ED

Anhand der in Abbildung 2-25 dargestellten Probe ist ersichtlich, dass zwei Maxima im Helligkeitshistogramm des Rot-Kanals vorhanden sind (siehe Abbildung 2-26).

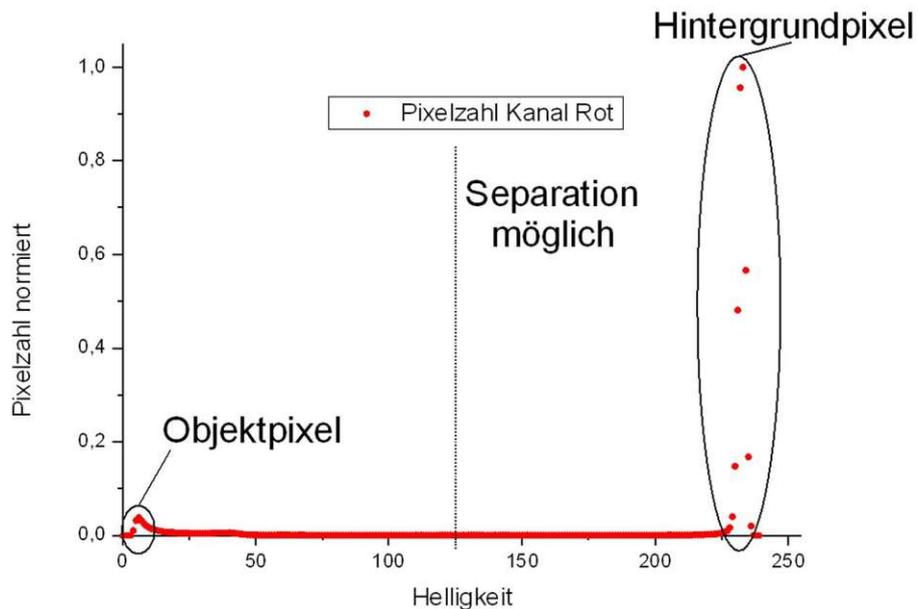


Abbildung 2-26 Bimodaler Bildaufbau ersichtlich im Helligkeitshistogramm der Diamantprobe und mögliche Separation zwischen Objekt- und Hintergrundpixel

Das größere Maximum an der Stelle mit hohem Helligkeitswert resultiert aus den Hintergrundpixeln (Bildbereich ohne Probenüberdeckung). Das weitaus kleinere Maximum an der Stelle geringer Helligkeit stammt von Pixeln, die den Diamanten zugeordnet werden können. Die Position dieses Maximums im Histogramm verschiebt sich je nach Beschichtungsmaterial und Schichtdicke am Granulat. Die Wahrscheinlichkeit für Graustufen zwischen den beiden Peaks ist nicht null, selbst wenn scharfe Objektkanten vorliegen. Dies resultiert aus dem endlichen Auflösungsvermögen des Aufnahmesystems. Der Übergang

zwischen Hintergrund und Objekt ist durch eine scharfe Grenzlinie gegeben. Durch das endliche Auflösungsvermögen fällt diese Grenzlinie in Pixel wohldefinierter räumlicher Ausdehnung. Damit stellt die Helligkeit in diesen Randpixeln eine Mittelung der Objekt- und Hintergrundhelligkeiten am Pixelort dar. Dies führt zur Graustufenverteilung zwischen den Objekt- und Hintergrundpeaks. Je kleiner die im Bild dargestellten Objekte bei gleichbleibender räumlicher Auflösung werden, desto größer wird der Anteil der Randpixel der abgebildeten Objekte an der absoluten und objektrelativen Graustufenverteilung.

Zur Segmentierung genügt es, einen Helligkeitsschwellwert festzulegen, der die beiden Maxima im Histogramm und damit die Objekte vom Hintergrund trennt. Ungleichmäßige Beleuchtung des betrachteten Bildes erschwert die Anwendung eines Schwellwertoperators zur Segmentierung, da für unterschiedliche Bildausschnitte unterschiedliche Schwellwerte festzulegen wären. Dies führt zu als zu groß geschätzten oder zu nur teilweise detektierten Partikeln. Dabei ist ersterer Fall vorzuziehen, da nachfolgende Erosionsalgorithmen zur Randentfernung angewendet werden können (siehe Abschnitt 4.2.6). Dieser Rechenschritt wird in ThinFilmInspect nur kombiniert mit kantenorientierter Segmentierung angewendet und dient lediglich zur Erhöhung der Kantensignifikanz.

2.5.1.2 Kantenorientierte Segmentierung

Zusätzlich zur pixelorientierten Segmentierung wird eine Variante der kantenorientierten Segmentierung angewendet. Kantenorientierte Segmentierung gründet auf der Detektion von Veränderungen im Bild. Dazu werden Ableitungsoperatoren auf das Bild angewendet und in den dabei entstehenden Ableitungsbildern entweder Maximalwerte bei Ableitung erster Ordnung (Kantenoperatoren) oder Nulldurchgänge bei Ableitungen zweiter Ordnung (Laplace Operator) detektiert (siehe Abschnitt 2.4.4). Ableitungsoperatoren sind Nachbarschaftsoperatoren, die Veränderungen verstärken und Bereiche konstanter Graustufen unterdrücken. Im Falle örtlich diskreter Bilder, wie es bei Digitalbildern der Fall ist, sind Ableitungsoperatoren durch diskrete Differenzbildung darzustellen. Diskrete Ableitungsoperatoren sind anisotrop, d.h. die Detektion einer Kante ist von der Richtung der Differenzbildung abhängig. Wie auch schon bei der pixelorientierten Segmentierung wird die kantenorientierte Segmentierung auf den Rot-Kanal angewendet, da aus dem Grün- und Blau-Kanal keine zusätzlichen Informationen gewonnen werden können.

Als Ableitungsoperator wird die symmetrische Differenz

$$d(x) = \frac{g(x + \Delta x, y) - g(x - \Delta x, y)}{2\Delta x} \quad (2-9)$$

herangezogen. Symmetrische Differenzen haben gegenüber nicht symmetrischen Differenzen den Vorteil keine Versetzungen der Kanten gegenüber den Originalbildpositionen zu bewirken. Zur Erhöhung der Kantensignifikanz kann der Ableitungsoperator für den Pixelort x zu einem Matrixoperator normal zur Ableitungsrichtung erweitert werden. Der in Gleichung (2-9) dargestellte symmetrische Ableitungsoperator in x Richtung schreibt sich damit in Form einer 3x3 Matrix als

$$D_x = \frac{1}{6} \begin{bmatrix} -1 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 1 \end{bmatrix}, \quad (2-10)$$

und für die y Richtung als

$$D_y = \frac{1}{6} \begin{bmatrix} 1 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 0 \\ -1 & -1 & -1 \end{bmatrix}. \quad (2-11)$$

2.5.1.3 Kombination von pixel- und kantenorientierter Segmentierung in TFI

Wie beschrieben sind Differenzoperatoren anisotrop. Abbildung 2-27 stellt einen mittels Diascanner gescannten, beschichteten Mesh 40/50 Diamanten dar.

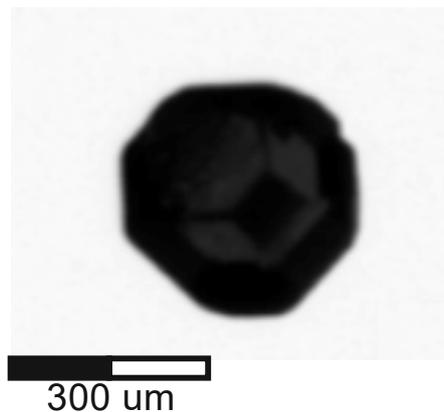


Abbildung 2-27 beschichteter Diamant Mesh 40/50

Durch Anwenden von Ableitungsoperatoren für x und y Richtung auf dieses Graustufenbild wird die dadurch verursachte Anisotropie deutlich sichtbar (siehe Abbildung 2-28 und Abbildung 2-29).

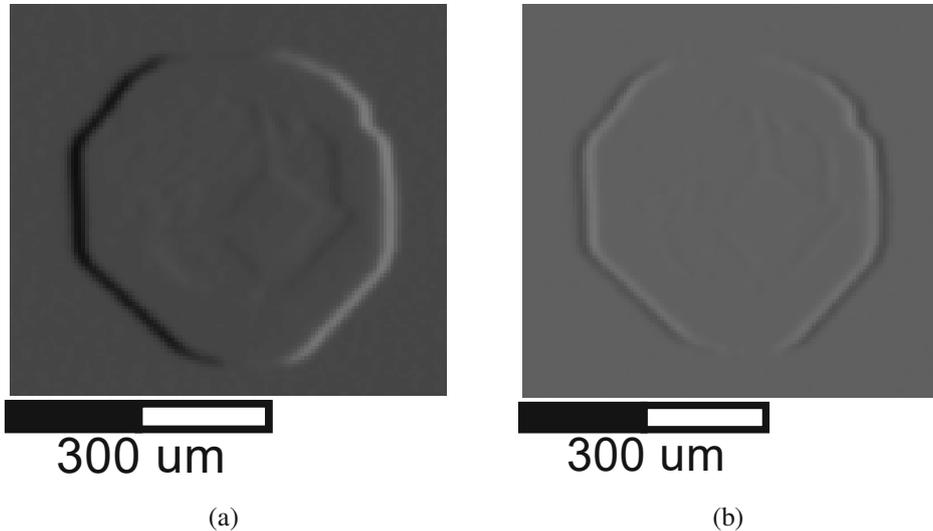


Abbildung 2-28 In x Richtung abgeleitetes Bild einer Diamantprobe (a) erste Ableitung (b) zweite Ableitung

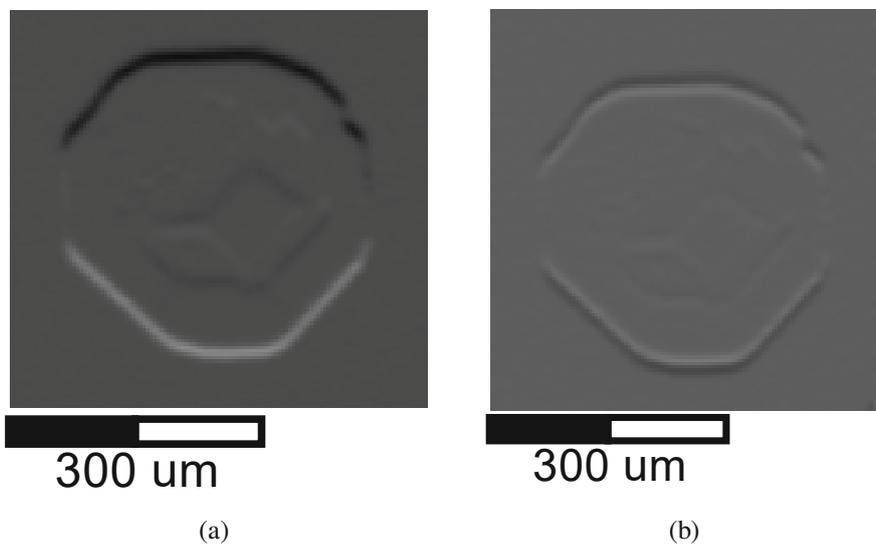


Abbildung 2-29 In y Richtung abgeleitetes Bild einer Diamantprobe (a) erste Ableitung (b) zweite Ableitung

An den resultierenden Bildern ist sehr schön die starke Kontrastierung an den linken und rechten Flanken des Diamanten bei Differentiation in x-Richtung zu sehen, während die normal dazu liegenden Kanten (oben und unten) überhaupt nicht detektiert werden können. Bei Anwendung desselben Differenzenoperators in y-Richtung zeigen die resultierenden

Bilder eindeutig komplementäres Verhalten. Um dies zu kompensieren und die Detektion geschlossener Objekte zu ermöglichen, müssen die Differentiationsrichtungen in einem Kombinationsoperator verknüpft werden. Der Kombinationsparameter stellt eine Anwendung der Operatoren (2-10) und (2-11) auf das Originalbild dar. Das betragsmäßig größere Ergebnis der beiden Operatoren wird am Pixelort der Ableitung eingetragen (siehe Abbildung 2-30).

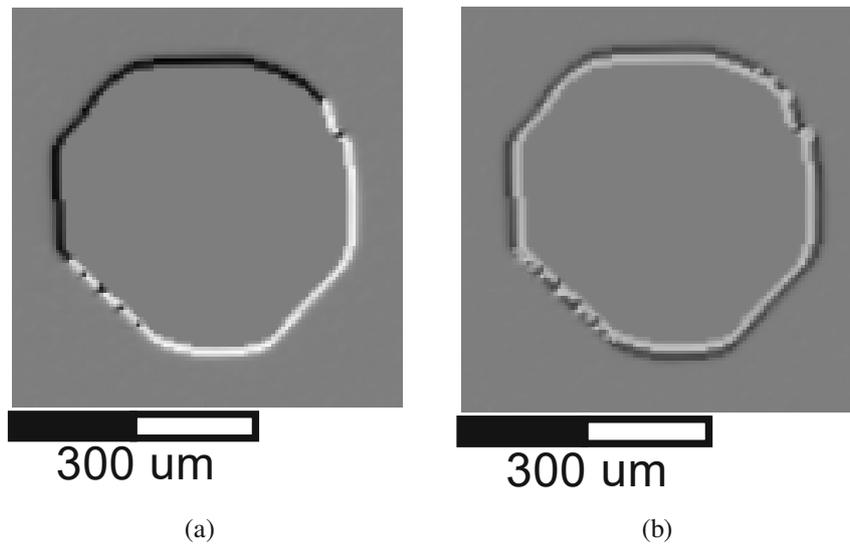


Abbildung 2-30 Ergebnisbild nach Anwenden des Kombinationsoperators (a) einmaliges Anwenden (b) zweimaliges Anwenden

Anhand der Graustufenkanten im Rot-Kanal kann die Kantendetektion erfolgen. Die Kanten sind in Abbildung 2-31 deutlich erkennbar. Die Helligkeit fällt von den Graustufen des Hintergrunds auf das Diamantinnere deutlich ab. Zu erkennen ist auch noch das endliche Helligkeitsrauschen im Hintergrundlevel und noch vorhandenen Konturen im Inneren des Diamanten.

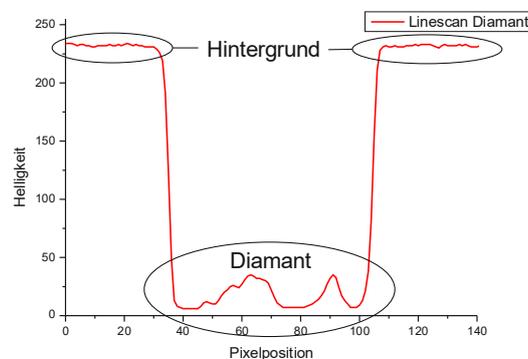


Abbildung 2-31 Linescan (Helligkeitsprofil) an einem Diamant

Die einfache Anwendung des Kombinationsoperators liefert deutlich zu erkennende Maxima und Minima. Diese Extremstellen befinden sich aufgrund der Symmetrie des Differenzenoperators an der Position der Kanten (siehe Abbildung 2-32).

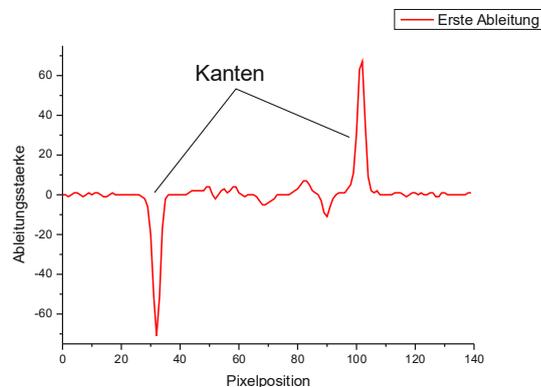


Abbildung 2-32 Linescan nach einmaliger Anwendung des Kombinationsoperators

Die zweimalige Anwendung des Kombinationsoperators liefert Nulldurchgänge an der Kantenposition (siehe Abbildung 2-33). In weiterer Folge wurde die zweite Ableitung des Bildes zur Kantendetektion herangezogen, wobei der Betrag der Maxima und Minima links und rechts von den jeweiligen Nulldurchgängen über einem gewissen, festzulegenden Schwellwert liegen muss, um eine signifikante Kante darzustellen.

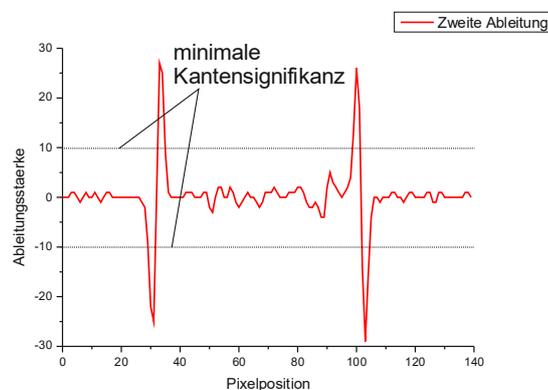


Abbildung 2-33 Linescan nach zweimaliger Anwendung des Kombinationsoperators mit minimaler Kantensignifikanz für die Objekterkennung

Wie aus den Linescans des Diamanten erkennbar (siehe Abbildung 2-31), ist die Amplitude des Rauschens des Hintergrundes deutlich kleiner als die Amplitude der signifikanten Kanten, während die Strukturen im Diamantinneren deutlichere Kanten (vor allem bei geringen Schichtdicken) verursachen können. Im ersten Schritt ist aber lediglich das Erkennen der Objekte (Diamanten, Mikroglasshohlkugeln) als solches von Bedeutung, Substrukturen im

Inneren werden ignoriert. Dies erlaubt es, einen Schwellwert zu definieren, der auf das Bild angewendet wird und zur Unterdrückung insignifikanter Kanten führt.

Zusätzlich wird eine maximale Helligkeit für die Objekte angegeben. Alles was dunkler ist, liegt innerhalb eines Objektes. Der Hintergrund bleibt unangetastet. Dies bewirkt, dass das Diamantinnere geglättet und gleichzeitig die Signifikanz der Außenkanten erhöht wird. Nach anwenden dieser oberen Schranken wird zuerst zweimal ein symmetrischer Differenzenoperator in x Richtung angewendet und die signifikanten Nulldurchgänge in einem Binärbild abgespeichert. Selbiges wird für die Ableitung in y Richtung wiederholt und Stellen signifikanter Nullstellen werden in dasselbe Binärbild abgelegt. Eine Nullstelle der zweiten Ableitung $d''(x, y)$ an der Stelle (x, y) liegt dann vor, wenn gilt

$$\left\{ \left(d''(x-1, y) < 0 \right) \wedge \left(d''(x+1, y) > 0 \right) \right\} \quad (2-12)$$

$$\vee$$

$$\left\{ \left(d''(x, y-1) < 0 \right) \wedge \left(d''(x, y+1) > 0 \right) \right\}$$

Aus diesem Binärbild können nun Objekte extrahiert werden. Hierzu werden gültige Pixel $b(x, y) \neq 0$ aus dem Binärbild gesucht und innerhalb einer 8er Nachbarschaft (siehe 2.4.4) versucht ein weiteres gültiges Pixel zu finden. Dies wird solange fortgesetzt bis entweder der Startpunkt wieder erreicht ist oder keine gültigen Pixel in der Nachbarschaft gefunden werden können. Gültige Objekte sind gegeben, wenn die Richtungskette geschlossen ist, d.h. wieder zum Startpunkt zurückkehrt.

Als nächster Schritt folgt die Klassifizierung der gefundenen, geschlossenen Objekte nach ihrer Größe, d.h. nach ihren linearen Abmessungen in x und y Richtung, um Einzelpartikel von Schmutz und Partikelclustern zu trennen.

Das auf diese Weise generierte Binärbild wird auf das Originalbild angewendet, d.h. mit diesem multipliziert. Alles was innerhalb der Grenzen der gefundenen Objekte, d.h. innerhalb der das Objekt beschreibenden Richtungskette liegt, bleibt erhalten. Dadurch werden die Objektgraustufen vom Hintergrund separiert und für eine Auswertung bzgl. Schichtdicke herangezogen. Es ist noch zu bedenken, dass durch unterschiedliche Schwellwerteinstellungen in der Segmentierung unterschiedliche Objektgrößen gegeben sind. Wichtig ist weiter, dass ein kleiner Randbereich durch die endliche Schärfe der Abbildung

(Fokussierung) erhalten bleibt, der sich als Stufe im Helligkeitshistogramm niederschlägt. Dieser Rand ist für die weitere Auswertung uninteressant und kann entfernt werden (siehe Abbildung 2-34).

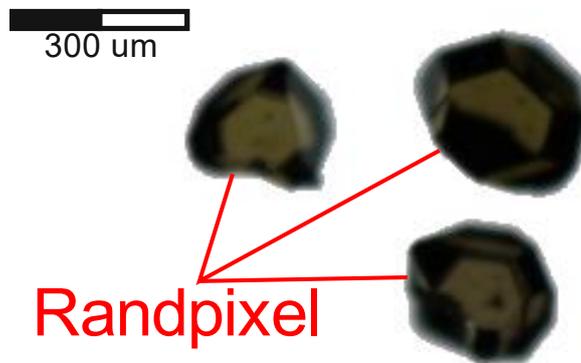


Abbildung 2-34 Randunschärfe ersichtlich an einer Diamantprobe (Mesh 40/50)

Dies geschieht durch schichtweises Entfernen (Erosion) der äußersten Pixel, d.h. aller Pixel, die durch eine 8er Nachbarschaft mit dem Objektäußeren verbunden sind (siehe Abschnitt 6.2.2).

3 Modellbildung zur Schichtdickenbestimmung

3.1 Theoretische Grundlagen der Schichtdickenberechnung

3.1.1 Modell zur optischen Schichtdickenbestimmung an Einfach- und Mehrfachschichten

3.1.1.1 Grundlagen

Zu Beginn jeder Überlegung bezüglich elektromagnetischer Strahlung stehen die Maxwell'schen Gleichungen [7 S.12]. Aus diesen kann bei Nichtvorhandensein einer freien elektrischen Ladungs- und Stromdichte eine Wellengleichung für das elektrische Feld \vec{E} und für das magnetische Feld \vec{H} abgeleitet werden [7 S.13]. Es gilt

$$\Delta \vec{E} = \varepsilon \mu \frac{\partial^2 \vec{E}}{\partial t^2} + \mu \sigma \frac{\partial \vec{E}}{\partial t}, \quad (3-1)$$

$$\Delta \vec{H} = \varepsilon \mu \frac{\partial^2 \vec{H}}{\partial t^2} + \mu \sigma \frac{\partial \vec{H}}{\partial t}.$$

Die Permittivität ε , die Permeabilität μ und die elektrische Leitfähigkeit σ geben die Eigenschaften des Materials wieder, durch welches sich die elektromagnetische Welle bewegt. Für diese Größen gelten die Zusammenhänge

$$\varepsilon = \varepsilon_r \varepsilon_0, \quad (3-2)$$

$$\mu = \mu_r / \mu_0, \quad (3-3)$$

$$\varepsilon_0 = 1 / (\mu_0 c^2). \quad (3-4)$$

Die Gleichungen (3-2) bis (3-4) stellen die Verknüpfung der Wellenausbreitung im materiefreien Raum d.h. im Vakuum mit jener in Materie dar. Die Größen ε_0 und μ_0 bezeichnen die Permittivität und Permeabilität des Vakuums, wohingegen ε_r und μ_r die dazu relativen Größen in Materie wiedergeben. c ist eine Konstante, welcher der Lichtgeschwindigkeit, d.h. der Geschwindigkeit der Wellenausbreitung im Vakuum, gleichgesetzt werden kann.

Als Lösung der Gleichung (3-1) kann eine ebene, harmonische Welle der Form

$$\vec{E} = E e^{i\varphi} e^{i\omega(t-x/v)} \quad (3-5)$$

angesetzt werden [7, S.14]. Sie beschreibt die Ausbreitung des Feldes in x Richtung mit der Phasengeschwindigkeit v . E beschreibt dabei die Amplitude der Welle, ω ihre Kreisfrequenz und φ eine relative Phase. Aus der Bedingung, dass Gleichung (3-5) Lösung für Gleichung (3-1) sein muss, lässt sich ein dimensionsloser, das Medium beschreibender Parameter N^2 ableiten:

$$N^2 = \frac{c^2}{v^2} = \varepsilon_r \mu_r - i \frac{\mu_r \sigma}{\omega \varepsilon_0}. \quad (3-6)$$

Aus Gleichung (3-6) ergibt sich der komplexe Brechungsindex N des Materials, in der Form

$$N = \frac{c}{v} = n - ik. \quad (3-7)$$

N gibt das Verhältnis der Ausbreitungsgeschwindigkeiten der Welle im Vakuum zu der Ausbreitungsgeschwindigkeit im Medium wieder [7 S.14]. n bezeichnet den Realteil des komplexen Brechungsindex, oft auch einfach nur Brechungsindex genannt. k wird als Extinktionskoeffizient bezeichnet und ist ein Maß für die Absorption der elektromagnetischen Welle im jeweiligen Medium. Weiters gilt für die hier betrachteten Wellen, dass die Felder \vec{E} und \vec{H} sowohl zueinander als auch zur Ausbreitungsrichtung \hat{s} normal stehen und es gilt

$$\frac{N}{c\mu} (\hat{s} \times \vec{E}) = \vec{H}. \quad (3-8)$$

Die Größe $N/c\mu$ hat hierbei die Dimension einer Admittanz und wird deshalb auch als charakteristische optische Admittanz y des Mediums bezeichnet [7, S.16]. Durch Einführen der optischen Admittanz des Vakuums Y und unter Berücksichtigung, dass bei den hier betrachteten Frequenzen der Strahlung (auch optische Frequenzen genannt) $\mu_r = 1$ gilt (magnetische Eigenschaften spielen keine Rolle), kann folgender Zusammenhang gefunden werden:

$$y = NY. \quad (3-9)$$

Um den Energietransport der elektromagnetischen Welle genauer betrachten zu können, wird der Poynting Vektor

$$\vec{S} = \vec{E} \times \vec{H} \quad (3-10)$$

eingeführt [7 S.17]. Seine Richtung beschreibt die Richtung des Energieflusses und der Mittelwert seines Betrages die sich übertragende Energiemenge, auch definiert als die Bestrahlungsstärke \vec{I} der Welle. Für ebene, harmonische Wellen lässt sich ein einfacher Ausdruck für die Bestrahlungsstärke finden:

$$\vec{I} = \frac{1}{2} n Y \vec{E} \vec{E}^* \hat{s}, \quad (3-11)$$

mit \vec{E}^* als das komplex konjugierte Feld zu \vec{E} . Der Betrag der Bestrahlungsstärke wird oft auch als Intensität I der Welle bezeichnet. Betrachtet man den Verlauf der Intensität einer Welle durch ein absorbierendes Medium, so lässt sich ein Absorptionskoeffizient α für die Absorption, d.h. für die Abnahme der Intensität pro Längeneinheit, definieren [7 S.18]. Es gilt

$$\alpha = 4\pi k / \lambda, \quad (3-12)$$

wobei λ die Wellenlänge der einfallenden Strahlung ist. Dieser Absorptionskoeffizient dient ebenfalls als Schwächungskoeffizient im Beer-Lambertschen Gesetz. Das Beer-Lambertsche Gesetz in der allgemeinen Form lautet [52 S. 184 – 185]

$$I(x) = I_0 e^{-\alpha x}. \quad (3-13)$$

Es beschreibt, dass die Intensität der einfallenden Strahlung nach Zurücklegen der Distanz $1/\alpha$ auf das $1/e$ -fache des ursprünglichen Wertes abgefallen ist. Zu beachten ist, dass Gleichung (3-13) nur für Intensitäten, nicht jedoch für Amplituden anwendbar ist.

3.1.1.2 Übergang von Wellen an einfachen Grenzflächen

Zu Beginn wird die Berechnung der Transmission und Reflexion elektromagnetischer Wellen an einer einfachen Grenzfläche zwischen zwei nicht absorbierenden Medien mit den komplexen Brechungsindizes N_0 und N_1 betrachtet. Für absorptionsfreie Medien, wie ideale Dielektrika, ist $k = 0$ und es bleibt nur mehr der Realteil n des komplexen Brechungsindex N übrig, so auch im Fall der beiden Medien N_0 und N_1 . Die eintreffende Welle wird beim

Übergang vom Medium N_0 in das Medium N_1 in eine reflektierte und eine transmittierte Welle aufgespalten. Die Indizes i , r und t bezeichnen im weiteren jeweils Größen der einfallenden (i), der reflektierten (r) und der transmittierten Welle (t). Aufstellen der Wellengleichungen für einfallende, reflektierte und transmittierte Welle und Berücksichtigung der Anschlussbedingungen der jeweiligen Feldkomponenten für \vec{E} und \vec{H} (die Tangentialkomponenten der Felder an der Grenzfläche sind beim Durchgang durch die Selbige konstant [7 S.19]) ergibt, dass sich die Frequenzen ω_m der Wellen nicht ändern und sie für alle drei Wellen identisch sind [7 S.19]. Es gilt:

$$\omega = \omega_i = \omega_r = \omega_t. \quad (3-14)$$

Weiters ergibt sich, dass der Einfallswinkel ϑ_i der ankommenden Welle gemessen zur Grenzflächennormale (Lot) gleich dem Ausfallswinkel ϑ_r der reflektierten Welle sein muss, d.h.

$$\vartheta_i = \vartheta_r. \quad (3-15)$$

Für den Winkel der transmittierten Welle ergibt sich der Zusammenhang

$$n_0 \sin \vartheta_i = n_1 \sin \vartheta_t, \quad (3-16)$$

auch bekannt als das Snelliussche Brechungsgesetz [7 S. 20]. Durch Beschränkung auf senkrechten Lichteinfall können Reflexions- wie auch Transmissionskoeffizienten sowohl für die Amplituden (ρ , τ) als auch für die Intensitäten (R , T) als Verhältnisgrößen der Amplituden und Intensitäten der einfallenden Welle (E_i , I_i) sowie der reflektierten und transmittierten Wellen (E_r , E_t , I_r , I_t) definiert werden. Es gilt für die Amplituden [7 S. 22]:

$$\rho = \frac{E_r}{E_i} = \frac{n_0 - n_1}{n_0 + n_1} \quad (3-17)$$

und

$$\tau = \frac{E_t}{E_i} = \frac{2n_0}{n_0 + n_1}, \quad (3-18)$$

sowie für die Intensitäten:

$$R = \frac{I_r}{I_i} = \left(\frac{n_0 - n_1}{n_0 + n_1} \right)^2 \quad (3-19)$$

und

$$T = \frac{I_t}{I_i} = \frac{4n_0n_1}{(n_0 + n_1)^2}. \quad (3-20)$$

Da in der Grenzfläche die Gesamtintensität nicht ab- oder zunehmen kann, gilt weiter

$$R + T = 1. \quad (3-21)$$

(3-21) gilt jedoch nur dann, wenn das Medium der einfallenden Welle N_0 absorptionsfrei ist bzw. eine vernachlässigbar kleine Absorption besitzt [7 S. 31]. Ist diese Bedingung nicht gegeben, können die Intensitäten der einfallenden, reflektierten und transmittierten Wellen nicht mehr als voneinander unabhängig betrachtet werden. Die Reflexion und Transmission der Amplituden bleiben davon gänzlich unbeeinflusst. D.h. für die Berechnung von Intensitäten muss das Einfallsmittel immer als hinreichend absorptionsfrei betrachtet werden können.

3.1.1.3 Realistisches Probenmodell

Zur Bestimmung von Schichtdicken an Granulatpartikeln mittels Transmissionsmessung ist die Betrachtung einfacher Grenzflächen nicht ausreichend. Es müssen die optischen Eigenschaften von Einzelschichten und Schichtsystemen betrachtet werden. Je nach Kohärenzlänge des zur Transmissionsmessung verwendeten Lichtes können Schichten als optisch dünn oder optisch dick betrachtet werden [7 S. 67]. Dies nimmt erheblichen Einfluss auf die jeweilige Rechenvorschrift zur Bestimmung der transmittierten Intensität. In realen Granulatproben (siehe Abschnitt 6) kann eine Kombination von optisch dünnen und optisch dicken Schichten in beliebiger Abfolge vorhanden sein (exemplarisch in Abbildung 3-1 dargestellt).

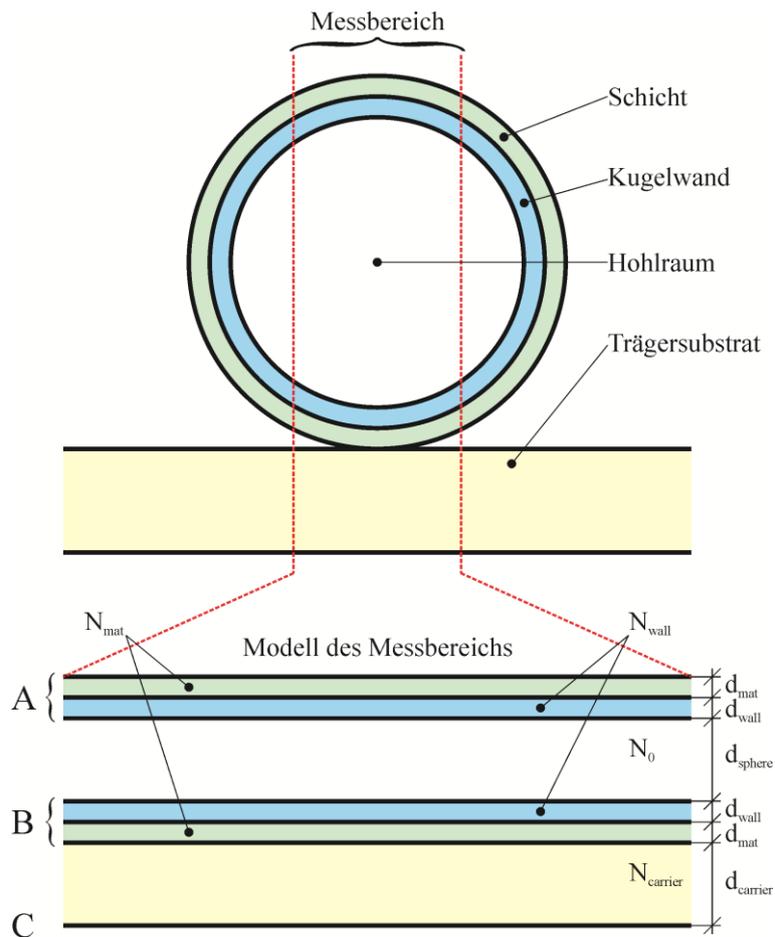


Abbildung 3-1 Schematischer Aufbau einer Hohlkugelprobe (siehe Abschnitt 7.3). Schicht und Kugelwand können als optisch dünn betrachtet und zu den Schichtsystemen A und B zusammengefasst werden. Trägersubstrat und Kugelhohlraum sind als optisch dick zu betrachten.

Die Abfolge von optisch dünnen und optisch dicken Schichten kann beliebig sein. Zur Vereinfachung der Berechnung der Transmission lässt sich die Berechnung in drei Teilschritte zerlegen:

- Durchgang von Wellen durch optisch dünne Schichten (z.B. kohärente Streuung an der Schicht);
- Durchgang von Wellen durch optisch dicke Schichten (z.B. inkohärente Streuung am Substrat);
- Kombination der Resultate (Abfolge von Schicht/Substrat Systemen).

Diese Teilschritte werden im Folgenden genauer betrachtet.

3.1.1.4 Durchgang von Wellen durch eine dünne Schicht - Kohärente Reflexion

Es wird der Durchtritt einer elektromagnetischen Welle durch eine dünne Schicht betrachtet, die durch zwei planparallele Ebenen (A und B) im Abstand d begrenzt ist (siehe Abbildung 3-2).

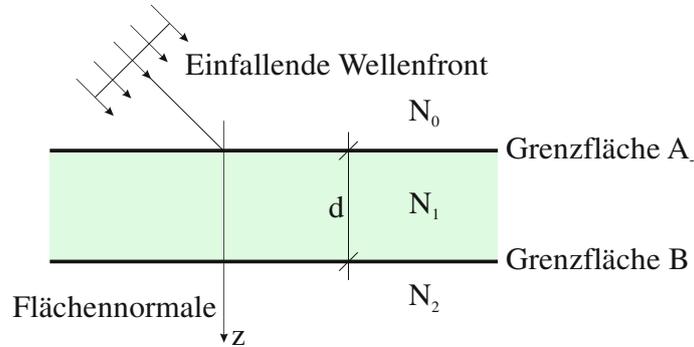


Abbildung 3-2 Durchgang einer elektromagnetischen Welle durch eine dünne Schicht

Hierbei erfolgt der Übergang der Welle zuerst vom Medium N_0 in das Medium N_1 und schließlich in das Medium N_2 . Das Medium N_1 wird dann als dünn betrachtet, wenn Interferenzerscheinungen in den transmittierten und reflektierten Wellen beobachtet werden können.

Um Interferenzerscheinungen messen zu können, muss eine feste Phasenbeziehung zwischen den interferierenden Teilstrahlen gegeben sein. Im gegebenen Fall interferiert der Strahl mit einer zeitverzögerten Version von sich selbst, d.h. es handelt sich um zeitliche Kohärenz. Betrachten wir senkrechten Lichteinfall, so legt der zweite Teilstrahl die Distanz $2d$ mehr zurück und benötigt dafür die Zeit $2d/c_1$, mit c_1 als die Lichtgeschwindigkeit im Medium N_1 . D.h. um Interferenzerscheinungen messen zu können, muss für die Kohärenzzeit der Lichtquelle t_k gelten:

$$t_k > \frac{2d}{c_1}, \quad (3-22)$$

oder anders ausgedrückt, die Schichtdicke d muss kleiner sein als die Länge der zeitlichen Kohärenz [7, S. 37]:

$$d < \frac{t_k \cdot c_1}{2}. \quad (3-23)$$

Für Sonnenlicht mit $T \approx 6\text{kK}$ gilt eine Kohärenzzeit von $\sim 2 \cdot 10^{-15}\text{s}$ und damit eine Kohärenzlänge von $\sim 0,6\mu\text{m}$ [53]. Für LEDs gelten Kohärenzzeiten von $\sim 5 \cdot 10^{-14}\text{s}$ [54], [55] und damit Kohärenzlängen von etwa $10\text{--}20\mu\text{m}$. D.h. abhängig von den Beleuchtungsverhältnissen kann ein und dieselbe Schicht sowohl optisch dünn als auch optisch dick erscheinen. Im Fall von Scanbildern ist bei Schichtdicken kleiner $10\mu\text{m}$ von optisch dünnen und ab Schichtdicken größer $10\mu\text{m}$ von optisch dicken Schichten auszugehen.

Ist der Fall der dünnen Schicht gegeben, kann es zur Verstärkung bzw. Auslöschung der Amplituden der Teilstrahlen kommen. Durch Aufsummieren der Teilfelder der vor- und rücklaufenden Wellen an den Grenzflächen A und B , im allgemeinen Fall schräger Inzidenz und unter Berücksichtigung des durch den unter dem Winkel ϑ_1 erfolgenden Durchlaufes der Wellen durch das Medium N_1 entstehenden Phasenfaktors [7 S. 38]

$$\delta = 2\pi N_1 \cos \vartheta_1 / \lambda, \quad (3-24)$$

ergibt sich die sogenannte charakteristische Matrix des Schichtsystems [7 S.40]. Es gilt:

$$\begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} E_A / E_B \\ H_A / E_B \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \delta & (i \sin \delta) / \eta_1 \\ i \eta_1 \sin \delta & \cos \delta \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 \\ \eta_2 \end{bmatrix}. \quad (3-25)$$

wobei die Größen η_1 und η_2 die verkippten optischen Admittanzen des jeweiligen Mediums darstellen. Es gilt allgemein für p-polarisiertes Licht (polarisiert parallel zur Einfallsebene):

$$\eta_p = \frac{y}{\cos \vartheta} = \frac{nY}{\cos \vartheta} \quad (3-26)$$

und

$$\eta_s = y \sin \vartheta = nY \sin \vartheta \quad (3-27)$$

für s-polarisiertes Licht (polarisiert senkrecht zur Einfallsebene) [7 S. 27]. Für senkrechten Welleneinfall vereinfachen sich diese zu den bekannten Größen y_1 und y_2 [7 S. 28].

3.1.1.5 Schichtsystem aus dünnen Schichten

Gleichung (3-25) lässt sich auf einfache Weise auf Vielschichtsysteme ausweiten. Für eine Ansammlung von q aufeinander folgenden Schichten ergibt sich die charakteristische Matrix zu [7 S. 41]

$$\begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix} = \left\{ \prod_{r=1}^q \begin{bmatrix} \cos \delta_r & (i \sin \delta_r) / \eta_r \\ i \eta_r \sin \delta_r & \cos \delta_r \end{bmatrix} \right\} \begin{bmatrix} 1 \\ \eta_m \end{bmatrix}. \quad (3-28)$$

Weiters lässt sich Gleichung (3-21) auf die Form

$$R + T + A = 1 \quad (3-29)$$

erweitern, wobei A das Absorptionsvermögen des Schichtsystems angibt. Damit lassen sich aus Gleichung (3-28) Ausdrücke für R , T und A ableiten. Es gilt [7 S. 43]

$$R = \left(\frac{\eta_0 B - C}{\eta_0 B + C} \right) \left(\frac{\eta_0 B - C}{\eta_0 B + C} \right)^* \quad (3-30)$$

$$T = \frac{4\eta_0 \operatorname{Re}(\eta_m)}{(\eta_0 B + C)(\eta_0 B + C)^*} \quad (3-31)$$

und

$$A = \frac{4\eta_0 \operatorname{Re}(BC^* - \eta_m)}{(\eta_0 B + C)(\eta_0 B + C)^*}. \quad (3-32)$$

η_0 stellt die verkippte optische Admittanz des Mediums der Einfallenden Welle dar. Auch diese reduziert sich bei senkrechtem Lichteinfall auf die optische Admittanz y_0 .

3.1.1.6 Durchgang von Wellen durch dicke Schichten - Inkohärente Reflexion

Im nächsten Schritt wird die inkohärente Reflexion an einem einfachen Schichtsystem betrachtet und die Reflexion und Transmission der Intensitäten abgeleitet. Ein solches Schichtsystem besteht aus zwei planparallelen Grenzflächen, wobei der Abstand zwischen diesen (gegenüber der Länge der zeitlichen Kohärenz) so groß ist, dass Interferenzerscheinungen ausgeschlossen werden können. Obwohl im Weiteren nur

senkrechter Lichteinfall betrachtet wird, werden zur übersichtlicheren Darstellung in den Abbildungen sämtliche Strahlen schräg einfallend gezeichnet (siehe in Abbildung 3-3).

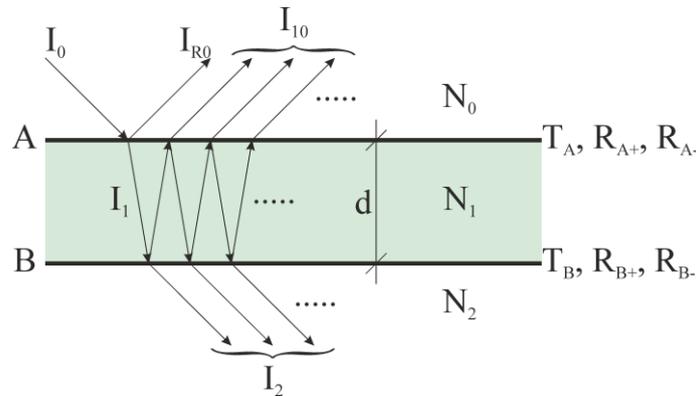


Abbildung 3-3 Inkohärente Reflexion zwischen zwei Grenzflächen

I_0	...	Einfallende Intensität
$I_{R0} + \sum_j I_{j0}$...	Reflektierte Intensität
I_2	...	Transmittierte Intensität
N_0, N_1, N_2	...	Dielektrizitätskonstanten der Medien 0, 1, 2
T_A, R_{A+}, R_{A-}	...	Transmission und gerichtete Reflexion an der Grenzfläche A
T_B, R_{B+}, R_{B-}	...	Transmission und gerichtete Reflexion an der Grenzfläche B
d	...	Abstand zwischen den Grenzflächen A und B

Der Abstand d ist groß relativ zur Kohärenzlänge des einfallenden Lichtes. Damit können Interferenzerscheinungen vernachlässigt und direkt mit den Strahlintensitäten gerechnet werden. Andernfalls müsste Amplitudenaddition betrieben werden.

Der aus Medium N_0 einfallende Lichtstrahl I_0 wird an der Grenzfläche A sowohl reflektiert als auch transmittiert. Der durch A transmittierte Teilstrahl wird an B wieder transmittiert und zurückreflektiert usw. Um die vollständigen Gleichungen für Transmission und Reflexion der Intensitäten zu finden, müssen alle Teilstrahlen, die zwischen den Grenzflächen A und B hin und her reflektiert, und durch Transmission in Richtung N_0 und N_2 ausgekoppelt werden, mitberücksichtigt werden.

Als Vorgriff auf die spätere Anwendung dieser Rechenmethode zur Berechnung der Transmission an granularem Material (siehe Abschnitt 7.3.1), müssen die Grenzflächen A und B als dünne Schichten mit Dicken im Bereich der Kohärenzlänge betrachtet werden.

D.h. zur Berechnung von R_A , T_A , R_B und T_B werden die Gleichungen (3-30) und (3-31) verwendet. Zur Berechnung der Gesamtreflexion und -transmission werden dann nur mehr diese Koeffizienten benötigt [56]. Weiters muss die Richtung der einfallenden Strahlen, wie in Abbildung 3-4 dargestellt, mit berücksichtigt werden. Der Index „+“ bezeichnet dabei Strahlen auf Seite des Lichteinfalls und der Index „-“ Strahlen auf Seite des Lichtausfalls.

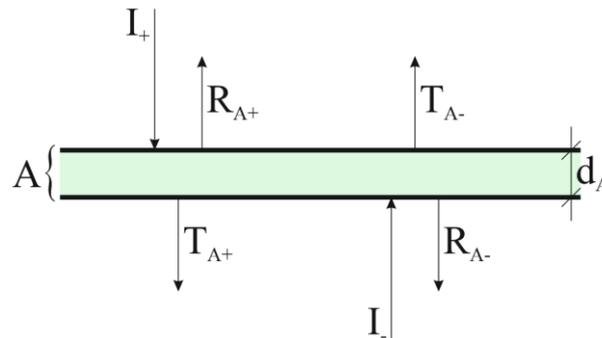


Abbildung 3-4 Richtungsabhängigkeit der Reflexion und Transmission am Interface A

Für die Transmission T_A gilt dabei die Vereinfachung [7 S. 68 ff.]

$$T_{A+} = T_{A-} = T_A . \quad (3-33)$$

Dies gilt jedoch nicht für die Reflexionen:

$$R_{A+} \neq R_{A-} . \quad (3-34)$$

D.h. die Transmission ist richtungsunabhängig, während die Reflexion richtungsabhängig ist. Damit müssen für die Reflexion die hin- und rücklaufenden Anteile gesondert betrachtet werden. Grund hierfür ist eine mögliche Absorption zwischen den Grenzflächen A und B. Damit muss neben N_0 auch N_1 als absorptionsfrei angenommen werden können. N_1 kann jedoch eine endliche, wenn auch kleine Absorption besitzen (z.B. bei Kunstdiamanten, siehe 6.1.4.1). Dabei muss gelten

$$\frac{k_1^2}{n_1^2} \ll d . \quad (3-35)$$

Diese endliche Absorption muss bei der Mehrstrahlberechnung und entsprechender Dicke d des Materials mitberücksichtigt werden, da jeder Teilstrahl bei Durchlauf durch das Medium N_1 Intensität verliert.

Die endliche Absorption wird formal über die Gleichung

$$\tilde{I} = I_0 \cdot e^{-\alpha d} \quad (3-36)$$

berücksichtigt, wobei I_0 die Ausgangsintensität und \tilde{I} die Intensität nach Durchlauf eines Mediums der Dicke d und mit Absorptionskoeffizienten α beschreibt. Durch Zusammenführen der Teilschritte, Aufsummierung der Teilstrahlen und Anwendung von Reihenentwicklung ergeben sich für die Reflexion R und für die Transmission T des in Abbildung 3-3 dargestellte Mehrschichtsystems

$$R = R_{A+} + \beta T_A^2 R_{B+}, \quad (3-37)$$

$$T = T_A T_B \beta e^{\alpha d} \quad (3-38)$$

mit

$$\beta = (e^{2\alpha d} - R_{B+} R_{A-})^{-1}. \quad (3-39)$$

Die Anordnung aus Abbildung 3-3 beschreibt den Fall eines einfach beschichteten, optisch transparenten Substrates wie z.B. ein metallisch beschichtetes Glassubstrat. Zur optischen Schichtdickenbestimmung an Granulaten muss jedoch noch eine weitere Grenzfläche mit berücksichtigt werden, da die Granulate auf einem Trägersubstrat aufgebracht werden, um einer Transmissions- oder Reflexionsmessung unterzogen werden zu können. Damit ergibt sich eine Schichtanordnung wie in Abbildung 3-5 dargestellt.

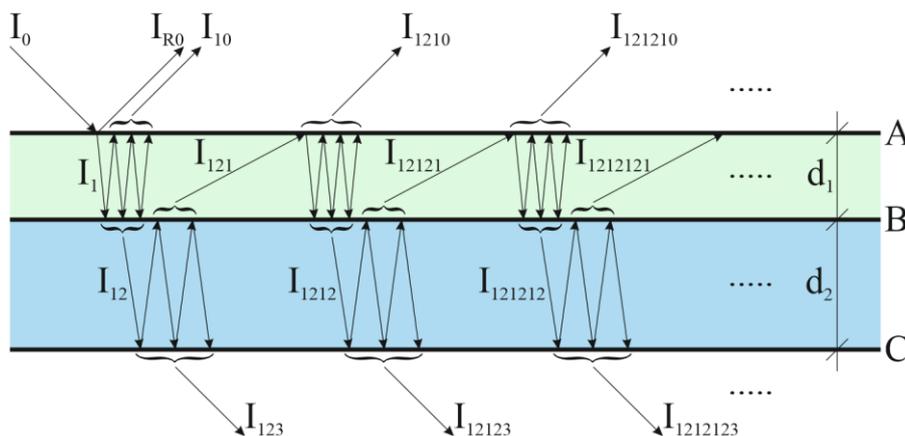


Abbildung 3-5 Inkohärente Reflexion zwischen drei Grenzflächen

Werden auf dieses System dieselben Schritte wie für die Herleitung von Gleichung (3-37) und Gleichung (3-38) angewendet, erhält man für die Reflexion R und die Transmission T

$$R = R_{A+} + T_A^2 \cdot \Phi_1 (R_{B+} + T_B^2 \cdot R_{C+} \Phi_2) \cdot M \quad (3-40)$$

$$T = T_A T_B T_C \cdot e^{(\rho_1 + \rho_2)} \cdot \Phi_1 \Phi_2 \cdot M \quad (3-41)$$

mit

$$M = (1 - T_B^2 R_{A-} R_{C+} \cdot \Phi_1 \Phi_2)^{-1}, \quad (3-42)$$

$$\Phi_1 = (e^{2\rho_1} - R_{A-} R_{B+})^{-1}, \quad (3-43)$$

$$\Phi_2 = (e^{2\rho_2} - R_{B-} R_{C+})^{-1}, \quad (3-44)$$

und

$$\rho_i = \alpha_i d_i. \quad (3-45)$$

Mit diesen Gleichungen sind die Reflexion und Transmission aller in dieser Arbeit vorkommenden Schichtsysteme als Kombination von kohärenter Reflexion an dünnen Schichten (Proben- bzw. Granulatbeschichtung) und inkohärenter Reflexion an dicken Schichten (Substrate in planer oder in Granulatform, Granulatträger) berechenbar.

Die vollständige Herleitung der Teilschritte und eine Verallgemeinerung für n-Schichtsysteme ist in Anhang A durchgeführt.

3.2 Einfluss von Fehlerquellen auf Bildsynthetisierung und Schichtdickenberechnung, sowie deren Korrektur

Folgend der in Abbildung 2-1 dargestellten Messkette, werden die Zusammenhänge zwischen der Ladungspaketgenerierung, Spannungswandlung, Quantisierung mittels ADC im Sensor, sowie Ausleuchtungskorrektur, Kalibrierung des Graustufenbildes und der Schichtdickenberechnung in TFI betrachtet. Mögliche Fehlerquellen sind in Abbildung 3-6 aufgeführt.

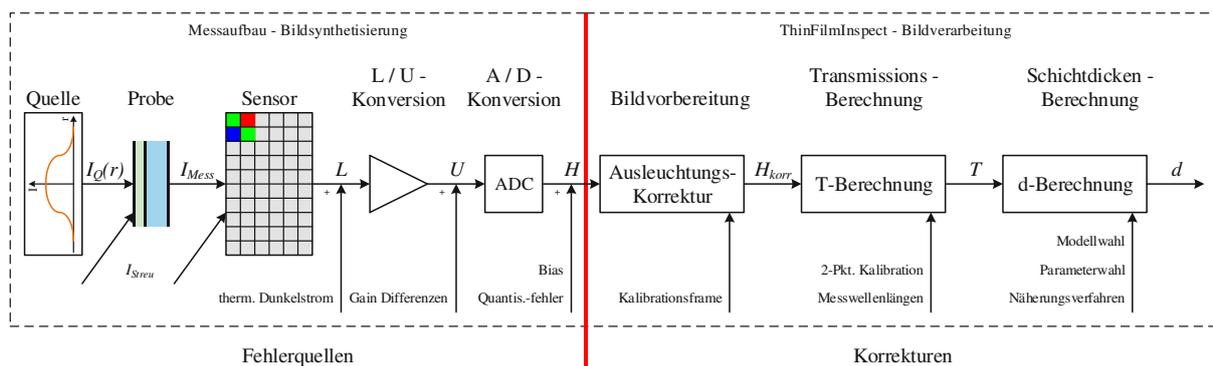


Abbildung 3-6 Fehlerquellen während der Bildsynthetisierung durch den Messaufbau (links) und deren Korrektur in der Bildverarbeitung durch ThinFilmInspect (rechts)

Mögliche Fehlerquellen sind ausgehend von der Lichtquelle eine ungleichmäßig beleuchtete Probe (korrigierbar durch die Ausleuchtungskorrektur, siehe Abschnitt 3.2.1), thermisch induzierte Dunkelströme und Streulichteinflüsse (korrigierbar durch die 2-Punkt Kalibration, siehe Abschnitt 3.2.4), Verstärkungsunterschiede in der Ladungs- / Spannungskonversion und Bias- / Quantisierungsfehler des ADCs (beides korrigierbar durch die B/D/F-Korrektur, siehe Abschnitt 3.2.1.2). Die Auswirkung der Fehlerquellen wird im Weiteren betrachtet.

3.2.1 Methoden der Ausleuchtungs- und Bildfehlerkorrektur

In diesem Abschnitt werden kurz verschiedene Methoden der Ausleuchtungskorrektur von Probenbildern erläutert.

3.2.1.1 Korrektur mittels Kalibrationsbild

Mittels Kalibrationsbild können ungleichmäßig ausgeleuchtete Bildbereiche korrigiert werden. Ursachen für einen ungleichmäßig ausgeleuchteten Bildbereich können sein:

- Randlichtabfall,
- ungleichmäßige Beleuchtung,
- unterschiedliche Quanteneffizienz einzelner Pixel.

Die Aufnahme des Kalibrationsbildes erfolgt durch Aufnahme einer ebenen, fokussierten Fläche bei etwa der Hälfte der maximalen Helligkeit, ohne einem Objekt im Strahlengang.

Die Korrektur des Rohbildes H erfolgt nach Gleichung (3-46):

$$H_{KC} = \frac{H}{R_K} = \frac{H}{H_K} \cdot \bar{H}_K \quad (3-46)$$

mit

$$\bar{H}_K = \frac{1}{n} \sum_i^n H_K^i \quad (3-47)$$

und

$$R_K = \frac{H_K}{\bar{H}_K}, \quad (3-48)$$

H_{KC}	...	Korrigiertes Bild,
H	...	Rohbild,
H_K	...	Kalibrationsbild,
\bar{H}_K	...	Mittelwert der Pixelhelligkeiten des Kalibrationsbildes,
R_K	...	Korrekturfaktor,
n	...	Anzahl der Pixel im Kalibrationsbild.

Zu beachten ist, dass obige Gleichungen für jedes Pixel gelten. Ebenso ist zu beachten, dass es sich bei \bar{H}_K um den Mittelwert der Pixelhelligkeit des Kalibrationsbildes und nicht um den Mittelwert mehrerer Kalibrationsbilder (wie im Abschnitt 3.2.1.2) handelt.

3.2.1.2 Korrektur mittels Bias-, Dark- und Flatframe (B/D/F)

Während die Bildkorrektur mittels Kalibrationsbild nur eingeschränkt (wenn auch in vielen Fällen ausreichend) die Korrektur von Bildfehlern erlaubt, bietet die Korrektur mittels Bias-, Dark- und Flatframe weitreichendere Möglichkeiten zur Korrektur von Fehlern aus verschiedenen Quellen [57].

3.2.1.2.1 Biasframe Korrektur

Zur Aufnahme des Biasframes wird der Bildsensor völlig abgedunkelt und Bilder mit der kürzest möglichen Belichtungszeit des Sensors aufgenommen. Der Biasframe enthält nur Fehler, die durch den Auslesevorgang hervorgerufen werden und systematischen Fehlern des A/D Konverters entsprechen. Der Biasframe wird wiederholt (bis zu 100 Mal) aufgenommen, und aus den Einzelbildern durch Mittelwertbildung der Masterbias generiert. Der Masterbias ist damit von groben Ausreißern bereinigt. Die Biaskorrektur erfolgt nach Gleichung (3-49) [57]:

$$H_{BC} = H - H_{MB}, \quad (3-49)$$

mit

$$H_{MB} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N H_{Bi} \quad (3-50)$$

und

H_{BC}	...	Biasframe korrigiertes Bild,
H	...	Rohbild,
H_{MB}	...	Masterbias,
H_{Bi}	...	i-te Biasbild ,
N	...	Zahl der Biasbilder.

3.2.1.2.2 Darkframe (Dunkelbild) Korrektur

Wie bei der Aufnahme des Biasframe wird der Darkframe bei völlig abgedunkeltem Bildsensor aufgenommen. Im Gegensatz zum Biasframe wird die Belichtungszeit möglichst lange gewählt. Der Darkframe wird zur Korrektur von zur Belichtungszeit und Chiptemperatur proportionalen Fehlern herangezogen. Ursache dieser Fehler ist ein lichtunabhängiger Elektronenfluss, der Dunkelstrom (siehe Abschnitt 2.3). D.h. bei der Darkframekorrektur handelt es sich um eine Korrektur des Dunkelstroms und des dadurch verursachten Bildrauschens. Bei der Aufnahme des Darkframes ist auf eine konstante Belichtungszeit der einzelnen Darkframe-Aufnahmen und auf eine konstante Temperatur des Sensors zu achten. Der Dunkelstrom verdoppelt sich mit je 7°C. Je länger die Belichtungszeit bei der Aufnahme des Darkframes ist, umso besser ist der Dunkelstromabgleich. Es empfiehlt sich, mehrere Darkframes aufzuzeichnen und daraus den Mittelwert zu bilden. Hieraus ergibt sich der Masterdark zu [57]:

$$H_{MD} = \frac{\bar{H}_D - H_{MB}}{t_D}, \quad (3-51)$$

mit

$$\bar{H}_D = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N H_{Di} \quad (3-52)$$

und

- H_{MD} ... Masterdark,
- \bar{H}_D ... Mittelwert der Darkframes,
- H_{MB} ... Masterbias,
- t_D ... Belichtungszeit der Darkframes,
- H_{Di} ... i-ter Darkframe,
- N ... Zahl der Darkframes.

Die Darkframe-Korrektur erfolgt nach Gleichung (3-53):

$$H_{B/DC} = H_{BC} - H_{MD} \cdot t \quad (3-53)$$

mit

- $H_{B/DC}$... Bias- und Darkframe korrigiertes Bild,
- H_{BC} ... Biasframe korrigiertes Bild,
- H_{MD} ... Masterdark,
- t ... Belichtungszeit des Rohbildes.

3.2.1.2.3 Flatframe (Weißbild) Korrektur

Wie die Korrektur mittels Kalibrationsbild dient die Flatframe Korrektur zum Ausgleich ungleichmäßig ausgeleuchteter Bildbereiche und zur Korrektur der in Abschnitt 3.2.1.1 angeführten Fehlerquellen. Diese Fehler führen zu einer prozentuellen Schwächung der Lichtausbeute. Die Aufnahme des Flatframes erfolgt ebenfalls durch Aufnahme einer ebenen, fokussierten, möglichst gleichmäßig ausgeleuchteten Fläche bei etwa der Hälfte der maximalen Helligkeit. Bei der Berechnung der Flatframe Korrektur wird wieder der Weg über die Bildung eines Master-Flatframes gegangen. Zu beachten ist, dass die einzelnen Flatframes vor Bildung des Masterflats einer Bias- und Darkframe Korrektur unterzogen werden. Der Masterflat ergibt sich aus folgender Gleichung [57]:

$$H_{MF} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (H_{Fi} - H_{MB} - H_{MD} \cdot t_F), \quad (3-54)$$

mit

H_{MF}	...	Masterflat,
H_{MB}	...	Masterbias,
H_D	...	Masterdark,
t_F	...	Belichtungszeit der Flatframes,
H_{Fi}	...	i-ter Flatframe,
N	...	Zahl der Flatframes.

Die Flatframe-Korrektur erfolgt nach Gleichung (3-55):

$$H_{B/D/FC} = \frac{H_{B/DC}}{H_{MF}}, \quad (3-55)$$

mit

$H_{B/D/FC}$...	Bias-, Dark- und Flatframe korrigiertes Bild,
$H_{B/DC}$...	Bias- und Darkframe korrigiertes Bild,
H_{MF}	...	Masterflat.

3.2.2 Umwandlung der Graustufen eines Graustufenbildes in wellenlängenabhängige Transmissionswerte

Als Ausgangsdaten zur Schichtdickenberechnung verarbeitet TFI 24 Bit Graustufenbilder. Ein 24 Bit Graustufenbild besitzt drei Farbkanäle je Pixel. Die Graustufen jedes Farbkanals sind mit 8 Bit aufgelöst, d.h. sie besitzen 2^8 mögliche Graustufenwerte $[0, 255]$. Diese Graustufen müssen zur weiteren Verarbeitung im Rechenmodellen in Transmissionen übergeführt werden. Dies geschieht über den linearen Zusammenhang

$$T_{mess} = \frac{H - H_S}{H_W - H_S}, \quad (3-56)$$

mit

- T_{mess} ... dem Pixelort zugeordnete Transmission, $T_{mess} \in [0,1]$,
- H ... am Pixelort gemessenen Helligkeit (Graustufe),
- H_S ... Helligkeit Schwarz, Helligkeit in einem völlig abgedunkelten Bereich,
- H_W ... Helligkeit Weiß, Helligkeit in Bereich ohne Objekt im Strahlengang.

Für die Umwandlung H in T_{mess} ist die Kenntnis von H_S und H_W zwingend erforderlich. In erster Näherung kann zwar $H_S=0$ und $H_W=255$ angenommen werden, bei realen Probenbildern weichen die Werte jedoch von diesen Maximalwerten ab. H_S und H_W werden über eine 2-Punkt Kalibration bestimmt (siehe Abschnitt 3.2.4).

Bei Durchtritt des von der Quelle emittierten Lichtes mit Intensität $I_Q(\lambda)$ durch die Probe wird ein Teil des Lichts reflektiert und ein weiterer in der Probe absorbiert. Dies resultiert in der Transmission $T_p(\lambda)$. Das die Probe verlassende Licht muss gegebenenfalls den Farbfilter des Bildsensors (siehe 2.3.3) passieren, bevor es von den einzelnen Zellen des Bildsensors erfasst werden kann. Dieser Filter besitzt ebenfalls eine endliche Transmission von $T_F(\lambda)$.

Die Gesamtladung $L_p(\tau)$, erzeugt durch das einfallende Licht in einer Sensorzelle, entspricht der Summierung aller in der Zelle akkumulierten Ladungen und kann, (ausgehend von [48 S. 174]) geschrieben werden als

$$L_p(\tau) = \tau \int_0^{\infty} \alpha(\lambda) I_Q(\lambda) T_P(\lambda) T_F(\lambda) d\lambda + L_D(\tau), \quad (3-57)$$

mit

- α ... wellenlängenabhängige Quantenausbeute,
- τ ... Belichtungszeit,
- $L_D(\tau)$... Ladungen generiert durch den Dunkelstrom.

Diese Ladungsmenge wird vom A/D Konverter zur Helligkeit H quantisiert. Die Maximalhelligkeit (Graustufe H_w) ergibt sich aus Zellen, die nicht durch die Probe abgedeckt wurden. Daher gilt

$$L_w(\tau) = \tau \int_0^{\infty} \alpha(\lambda) I_Q(\lambda) T_F(\lambda) d\lambda + L_D(\tau). \quad (3-58)$$

Für vollständig abgedunkelte Bereiche im Bild, d.h. Graustufe H_s bleibt die Ladungsmenge erzeugt durch den Dunkelstrom $L_D(\tau)$. Werden diese Integrale in Gleichung (3-57) für die Berechnung der Transmission eingesetzt, ergibt sich

$$T_{mess} = \frac{H - H_s}{H_w - H_s} = \frac{\int_0^{\infty} \alpha(\lambda) I_Q(\lambda) T_P(\lambda) T_F(\lambda) d\lambda}{\int_0^{\infty} \alpha(\lambda) I_Q(\lambda) T_F(\lambda) d\lambda}. \quad (3-59)$$

Durch Festlegen einer exakten Durchlasswellenlänge λ' für das Farbfilter in der Form

$$T_F(\lambda) = A\delta(\lambda - \lambda') \quad (3-60)$$

reduziert sich Ausdruck (3-60) auf

$$T_{mess} = \frac{H - H_s}{H_w - H_s} = \frac{I_Q(\lambda') T_P(\lambda')}{I_Q(\lambda')} = T_P(\lambda'). \quad (3-61)$$

Dies wird für jeden Farbkanal (Rot, Grün, Blau) analog durchgeführt. λ' steht hierbei für die Wellenlänge die dem jeweiligen Farbkanal zugeordnet wird (für die Bestimmung von λ' siehe Abschnitt 5.2). Die Reduktion der Wellenlängenabhängigkeit der Transmission des Farbfilters auf eine Deltafunktion ist ein entscheidender Schritt in der Modellierung des bildgebenden Systems. Es erlaubt direkt aus den Graustufen in den einzelnen Farbkanälen auf die Transmission bestimmter, wohlunterscheidbarer Spektralbereiche an einem bestimmten Probenort zu schließen. Damit reduziert Gleichung (3-60) den benötigten Rechenaufwand zur Ermittlung der Schichtdicken durch die Reduktion der in der Variationsrechnung zu berücksichtigenden Parameter (Variation der Wellenlängenwerte der Stützstellen der Fitfunktionen) enorm, bedingt jedoch eine scharfe Abgrenzung und ausgeprägte Maxima der spektralen Empfindlichkeit der Farbkanäle durch geeignete messtechnische Maßnahmen (siehe 2.3.3). Sind diese Bedingungen nicht gegeben, können die Helligkeiten in den Farbkanälen nicht mehr als voneinander unabhängige Intensitäten interpretiert werden.

3.2.3 Diskretisierung mittels ADC und Quantisierungsfehler

3.2.3.1 Einfluss der Auflösung des ADC auf die maximal messbare Schichtdicke

Moderne Bildsensoren besitzen meist A/D Konverter mit einer Auflösung von 10 bis 16 Bit. Die mit 10 bis 16 Bit quantisierten Graustufen werden in der Nachbehandlung per Software auf 8 Bit reduziert. Diese Transformation geschieht streng linear, d.h. der Wertebereich der Transmission T von maximal $[0,1]$ wird auf einen Bildbereich von maximal $[0,255]$ im erzeugten Graustufenbild abgebildet. Den Bildbereich reduzierende Faktoren wie Dunkelstrom ($H_s > 0$) und Belichtungszeit ($H_w < 255$) sind zu berücksichtigen.

Die transmittierte Intensität einer metallischen Schicht der Dicke d verhält sich prinzipiell nach dem Beer-Lambertschen Gesetz [52]

$$I(d) = I_0 e^{-\alpha d}. \quad (3-62)$$

Die im bildgebenden Sensor erzeugte Ladungsmenge ist proportional zur auftreffenden Intensität. Diese Ladungsmenge wird wiederum linear proportional in eine Spannung gewandelt, bevor sie der Diskretisierung durch den ADC zugeführt wird (siehe Abschnitt 2.3). Die Digitalisierung im ADC erfolgt durch Komparatoren, die die Eingangsspannung mit

diskreten Spannungswerten vergleichen [58], [59]. Die Anzahl dieser Spannungswerte wird bestimmt durch die Auflösung des ADC, d.h. wandelt der ADC Spannungen mit einer Auflösung von n Bit, so ergeben sich $2^n - 1$ Spannungswerte als Referenzspannungen für die Komparatoren [60 S. 686 ff.]. Die Spannungsdifferenz ΔU zwischen den Komparatorspannungen ist konstant und ergibt sich bei einer maximalen Eingangsspannung U_{\max} des ADC zu

$$\Delta U = \frac{U_{\max}}{2^n - 1}. \quad (3-63)$$

Die Diskretisierung der Spannungswerte durch den ADC führt zu Fehlern in den digitalisierten Spannungswerten je Pixel (Quantisierungsrauschen) und damit auch zu Fehlern in der Schichtdickenberechnung. Es gilt dabei: Je geringer die Intensität am Sensor und damit auch die Eingangsspannung am ADC, umso größer ist der Fehler der Digitalisierung und der Schichtdickenberechnung (siehe Abbildung 3-7).

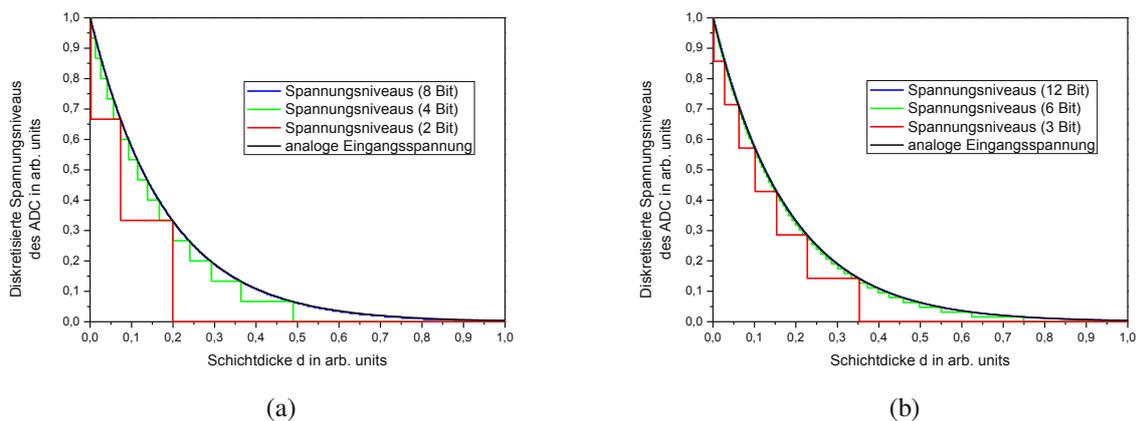


Abbildung 3-7 Diskretisierung der Eingangsintensität bei steigender Schichtdicke durch den ADC bei verschiedenen Auflösungen des ADC a) ADC Auflösung 2/4/8 Bit b) ADC Auflösung 3/6/12 Bit. (Die Schichtdicke ist auf die Maximalschichtdicke bei 8 Bit Quantisierung normiert)

Die Obergrenze der Schichtdickenbestimmung wird somit durch die Auflösung des ADC wesentlich mitbestimmt. Dabei bestimmt der geringste noch mögliche detektierbare Spannungswert ΔU die größtmögliche noch auflösbare Schichtdicke. Eingangssignale unterhalb von ΔU können nicht mehr aufgelöst werden (siehe Abbildung 3-8).

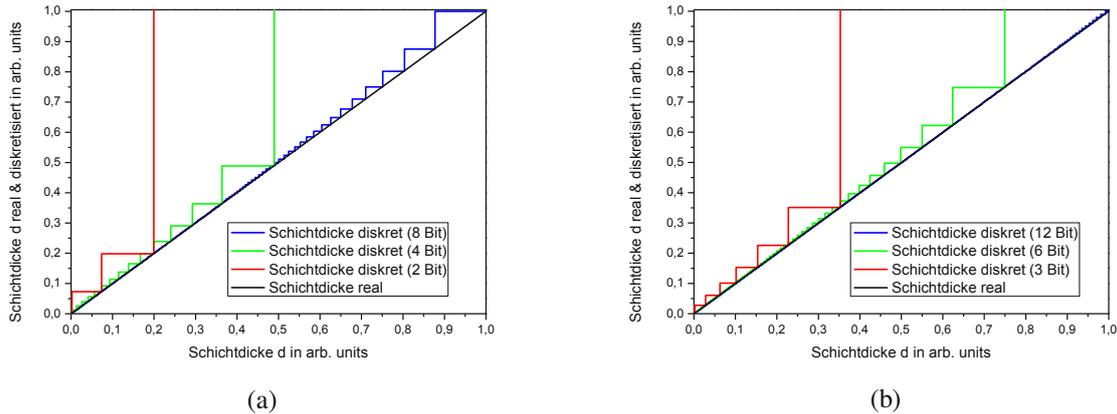


Abbildung 3-8 Berechnete Schichtdicken nach Spannungsdiskretisierung durch den ADC bei ansteigender realer Schichtdicke a) ADC Auflösung 2/4/8 Bit b) ADC Auflösung 3/6/12 Bit; die jeweils letzte senkrechte Linie gibt die maximal detektierbare Schichtdicke an. (Die Schichtdicke ist auf die Maximalschichtdicke bei 8 Bit Quantisierung normiert)

Doch auch bereits unterhalb der Schichtdickenobergrenze sind die berechneten Schichtdicken mit Fehlern, bedingt durch die endliche Auflösung des ADC, behaftet. Diese Fehler steigen mit sinkendem Eingangssignal an. Wie aus Abbildung 3-9 ersichtlich, ist der relative Fehler der Schichtdickenberechnung auch bei Stufen unterhalb der Schichtdickenobergrenze bereits signifikant, sinkt aber deutlich mit steigender ADC Auflösung.

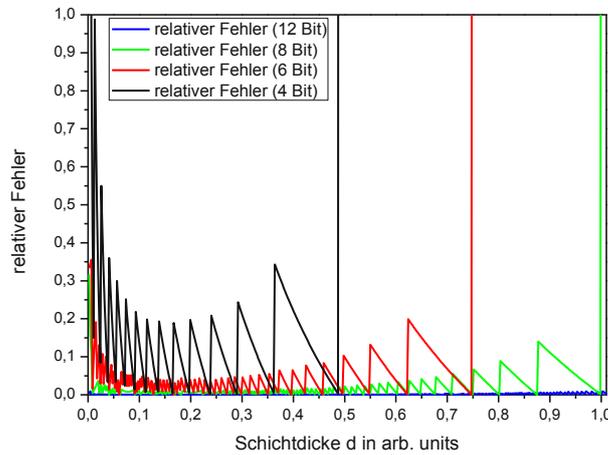


Abbildung 3-9 Relativer Fehler der gemessenen Schichtdicke zur tatsächlichen Schichtdicke; Die letzte senkrechte Linie stellt den divergierenden Fehler durch die Schichtdickenobergrenze dar. (Die Schichtdicke ist auf die Maximalschichtdicke bei 8 Bit Quantisierung normiert)

Aus Gleichung (3-56) und Gleichung (3-62) ergibt sich ein allgemeiner Ausdruck für die Schichtdicke als Funktion der Helligkeit

$$d = \frac{1}{\alpha} \left[\ln(H_w - H_s) - \ln(H - H_s) \right]. \quad (3-64)$$

Damit lässt sich die Schichtdickenobergrenze

$$d_{\max} = \frac{1}{\alpha} (\ln H_{\max} - \ln H_{\min}) \quad (3-65)$$

berechnen. H_{\max} entspricht dabei dem Maximalwert der Helligkeit bei gegebener Auflösung (z.B. 8 Bit = 255) und H_{\min} dem Minimalwert durch Quantisierung mit der Spannung ΔU , d.h. H_{\min} ist immer 1. Damit ist die materialrelative Schichtdickenobergrenze nur von H_{\max} abhängig.

Einsetzen von $H_{\max} = 2^n - 1$ liefert für große n einen linearen Zusammenhang zwischen der maximalen Schichtdicke d_{\max} und der ADC Auflösung n :

$$d_{\max} = \frac{1}{\alpha} n \ln 2. \quad (3-66)$$

D.h. konkret bewirkt eine Verdoppelung der ADC Auflösung eine Verdoppelung der maximal detektierbaren Schichtdicke (siehe Abbildung 3-10).

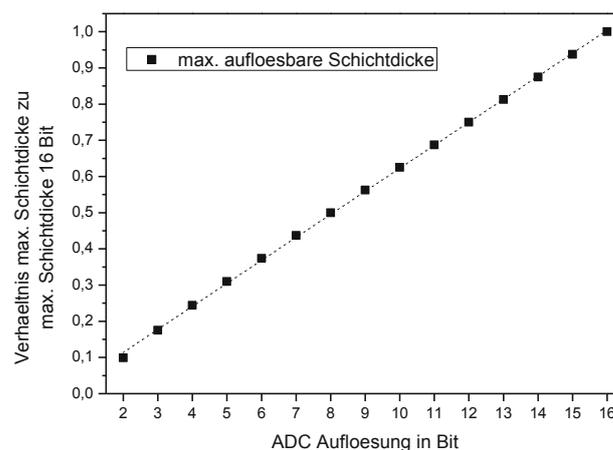


Abbildung 3-10 Linearer Zusammenhang zwischen maximal messbarer Schichtdickenobergrenze und ADC-Auflösung

Auf Grund des allgemein sinkenden Fehlers über den gesamten Messbereich und Anstieg der maximal detektierbaren Schichtdicke ist der Schritt zu einer möglichst hoch aufgelösten A/D Wandlung (mindestens 8 Bit und darüber) auch trotz des damit verbundenen höheren Speicherbedarfs und steigender Rechenzeiten gerechtfertigt.

3.2.3.2 Abschätzung der maximalen Schichtdicke für verschiedenen Materialien

Weiters können aus Gleichung (3-66) und Gleichung (3-12), durch Einsetzen der Materialkonstanten für die Messwellenlängen (siehe Abschnitt 5.2), Absolutwerte für die Maximalschichtdicken bzw. der Schichtdickensättigung abgeschätzt werden. Es handelt sich dabei aufgrund der Einfachheit von Gleichung (3-62) um eine simple Näherung. Eine Übersicht dieser Schätzung für die in dieser Arbeit verwendeten Schichtmaterialien ist Tabelle 3-1 zu entnehmen.

Material	Bereich der Schichtdickensättigung in nm
Al	36,2 – 36,7
Ti	87,5 – 95,9
Cr	63,2 – 86,1
Cu	78,2 – 94,2
Mo	57,3 – 80,1
Ag	68,1 – 80,1
W	78,8 – 97,4
Au	88,9 – 105,8

Tabelle 3-1 Übersicht der abgeschätzten Schichtdickensättigung für verschiedenen Materialien

Die Aufweitung der Abschätzung zu Schichtdickenbereichen ergibt sich aus der Wellenlängenabhängigkeit der Extinktionskoeffizienten. Diese Maximalwerte wurden in Abschnitt 5.3 experimentell an Stufen- und Rampenproben überprüft (siehe hierzu Abschnitt 5.3.2.3). Es zeigte sich, dass die Messmethode mittels TFI diese Maximalwerte durchaus erreichen kann, die in diesem Kapitel beschriebenen Fehlerquellen (z.B. Dunkelstrom) jedoch reduzierend wirken können.

3.2.3.3 Abschätzung des Quantisierungsfehlers durch die Bildsynthetisierung

Ausgehend von Gleichung (3-64) zur Berechnung der Schichtdicke als Funktion der Helligkeit, wird der Einfluss des Messfehlers der Helligkeit H auf den Fehler der Schichtdicke quantifiziert. Dieser einfache Zusammenhang ist nur bei Einfachschichten bestehend aus zwei Grenzflächen getrennt durch die Materialdicke d gültig (siehe 3.1.1.6), reicht jedoch aus, um den Einfluss von Quantisierungsfehlern in der Bildsynthetisierung auf die berechnete Schichtdicke darzustellen.

Der Einfluss des Messfehlers beim Erfassen der Helligkeit auf die berechnete Schichtdicke lässt sich als vollständiges Differential der Form

$$\Delta d(H) = \left| \frac{dd}{dH} \right| \Delta H = \frac{1}{\alpha(H - H_s)} \quad (3-67)$$

ausdrücken. Wird Δd in Beziehung zur Schichtdicke d gesetzt, so ergibt sich für den relativen Fehler dp

$$dp = \frac{\Delta d}{d} = \frac{1}{(H - H_s) [\ln(H_w - H_s) - \ln(H - H_s)]}. \quad (3-68)$$

Durch festlegen von H_s und H_w auf ihre Maximalwerte, d.h. $H_s = 0$, $H_w = 255$ und betrachten der kleinstmöglichen Änderung der Helligkeitswerte (d.h. $\Delta H = 1$, dies entspricht der Änderung des „least significant Bits“ (LSB), d.h. einer Graustufe im Farbkanal), so ergibt sich für den Quantisierungsfehler

$$dp = \frac{\Delta d}{d} = \frac{1}{H \cdot (\ln 255 - \ln H)}. \quad (3-69)$$

Der relative Quantisierungsfehler dp ist in Abbildung 3-11 dargestellt.

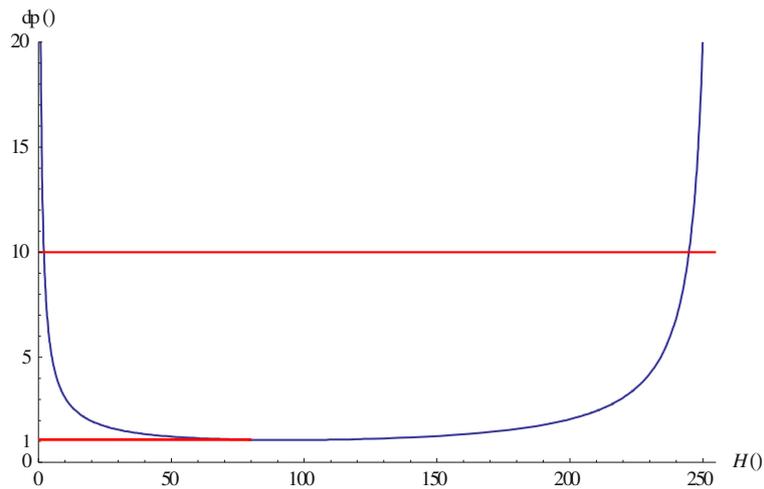


Abbildung 3-11 Berechneter relativer Fehler ϕ_p (in %) der Schichtdicke als Funktion der Helligkeit H mit Kennzeichnung von 1% und 10% relativem Fehler als rote Linien

Für hohe Helligkeitswerte ergibt sich ein sehr großer Anstieg des Fehlers. Dies folgt aus der sehr geringen Schichtdicke in diesem Bereich. Eine Änderung um nur eine Helligkeitsstufe beeinflusst die berechnete Schichtdicke stark.

Für sehr niedrige Helligkeitswerte zeigt sich ebenfalls ein großer Anstieg des Fehlers. Dies liegt an der sehr geringen Transmission. Bei gleicher Belichtungszeit bleiben die Helligkeitswerte konstant, selbst bei sehr starker Änderung der Schichtdicke. Wenn sich in diesem Bereich die Helligkeit noch ändert, ist bereits eine starke Änderung der Schichtdicke erfolgt.

Dieses Verhalten wurde an einer Ag – Rampenprobe (siehe 5.3.2.2) überprüft. Entlang der Rampe wurden im sehr hellen und im sehr dunklen Bereich Schichtdicken berechnet und die dabei auftretenden Quantisierungssprünge der Schichtdicke bei Änderung der Helligkeit erfasst. Der gemessene relative Fehler zeigt sich in guter Übereinstimmung mit dem in Gleichung (3-69) abgeschätzten Fehler der Helligkeitsquantisierung (siehe Abbildung 3-12).

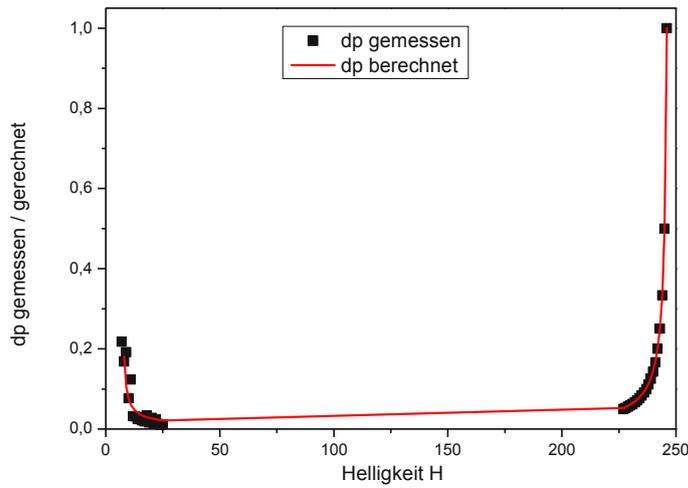
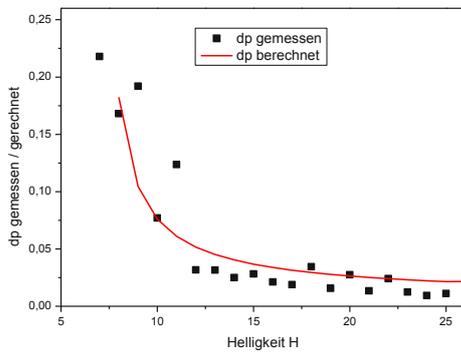
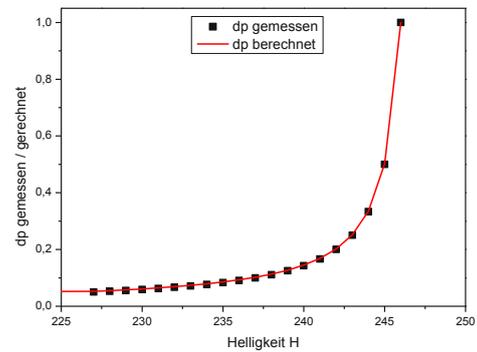


Abbildung 3-12 Gemessener relativer Fehler dp der Schichtdicke als Funktion der Helligkeit H einer Ag - Rampenprobe

Sowohl für hohe als auch niedrige Helligkeitswerte divergiert der relative Fehler (siehe Abbildung 3-13).



(a)



(b)

Abbildung 3-13 Relativer Fehler dp gemessen / gerechnet (a) für niedrige Helligkeitswerte (b) für hohe Helligkeitswerte

3.2.4 Einfluss der Kalibrierung und Bedeutung der 2-Punkt Kalibrierung

Bei dem mit der Bildaufnahme verbundenen Digitalisierungsprozess erfolgt eine Abbildung des maximalen Wertebereichs der Transmission von $T = [0,1]$ auf den Bildbereich der Helligkeitswerte $H = [0,255]$. Dieser Bildbereich ist von der Digitalisierungsbreite des ADC abhängig. Die Grenzen dieser Abbildung dürfen jedoch nicht als gegeben hingenommen werden.

Als den Bildbereich reduzierende Faktoren sind zu berücksichtigen:

- **Dunkelstrom:** Selbst bei Transmission $T=0$ der Probe bleibt eine gewisse Resthelligkeit H_s am Sensor, verursacht durch Streulicht oder internes thermisches Rauschen, vorhanden.
- **Belichtungszeit:** Wurde die Belichtungszeit so kurz gewählt, dass die nicht durch die Probe abgedunkelten Pixel des Sensors nicht in Sättigung geraten¹, wird die Maximalhelligkeit von 255 bei $T=1$ nicht erreicht sondern nur der Wert H_w .

ADCs besitzen lineare Quantisierungstufen [60 S. 686 ff], damit herrscht ein linearer Zusammenhang zwischen Transmission T und Helligkeit H der Form:

$$T = \alpha H + \beta . \quad (3-70)$$

Um α, β bestimmen zu können, muss eine 2-Punkt Kalibrierung vorgenommen werden. Dazu werden zwei Stellen bekannter Transmission im Probenbild gesucht, und auf diese jeweils ein Kalibrationspunkt gesetzt. In Abbildung 3-14 sind zwei mögliche Kalibrationspunkte eines Probenbildes aufgeführt.

¹ In der Praxis sollten messrelevante Bildbereiche nicht in Sättigung sein, da sonst Helligkeitsinformation verloren geht. Es sei denn, es sollen sehr dunkle Bereiche vermessen werden. Dies ist jedoch bei der Kalibrierung zu beachten.

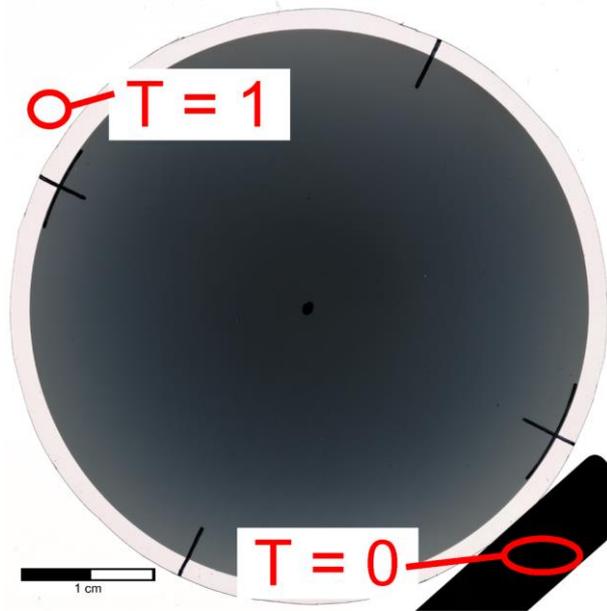


Abbildung 3-14 Graustufenbild einer beschichteten Kunststoffolie zur Bestimmung der Beschichtungsratenverteilung einer Sputterquelle; Auswahl von zwei möglichen Kalibrierungspunkten für $T=1 (H_1, T_1)$ und $T=0 (H_2, T_2)$

Die genaue Prozedur der 2-Punkt Kalibration in TFI ist Anhang D zu entnehmen. Aus den Kalibrierungspunkten (T_1, H_1) und (T_2, H_2) können nun α , β und β berechnet werden. Damit ergibt sich für die Transmission:

$$T = \frac{T_1 - T_2}{H_1 - H_2} \cdot (H - H_2) + T_2. \quad (3-71)$$

Bei Kalibrierung unter optimalen Beleuchtungsbedingungen und optimaler Belichtungszeit gilt: $T_1 = 1$ bei $H_1 = H_w$ und $T_2 = 0$ bei $H_2 = H_s$. Damit reduziert sich Gleichung (3-60) zu Gleichung (3-56).

Wird auf eine 2-Punkt Kalibrierung verzichtet und nur eine 1-Punkt Kalibrierung durchgeführt, kann es zu sehr großen Fehlern in der Schichtdickenberechnung kommen, insbesondere dann, wenn keine explizite Dunkelstromkorrektur (siehe Abschnitt 3.2.1.2) durchgeführt wurde.

Zur Abschätzung des Fehlers durch eine fehlende 2-Punkt Kalibrierung wird im Folgenden eine auf einem Glassubstrat aufgedampfte Silberlampe betrachtet (siehe Abbildung 3-15).

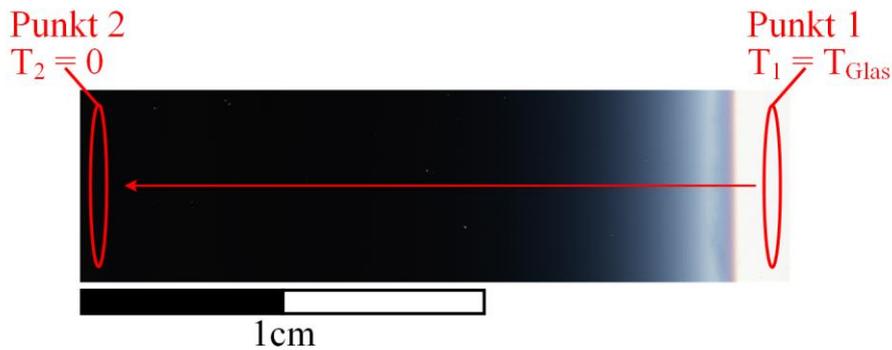


Abbildung 3-15 2-Punkt Kalibrierung an einer Silberrampe mit den Kalibrierungspunkten 1 und 2

Diese Probe wurde in der Aufdampfanlage der Arbeitsgruppe Dünne Schichten der TU Wien bei konstanter Abscheiderate mit Hilfe einer vor dem Substrat mit konstanter Geschwindigkeit bewegten Blende erzeugt (siehe Abschnitt 5).

Als Kalibrierungspunkte wurden die in Abbildung 3-15 eingezeichneten Stellen (Punkt 1, Punkt 2) gewählt. Damit sind (T_1, H_1) und (T_2, H_2) für die 2-Punkt Kalibrierung festgelegt. Für die 1-Punkt Kalibrierung wird Punkt 2 weggelassen und nur auf Punkt 1 (d.h. im gegebenen Beispiel $T_1 = T_{Glas}$ und $H_2 = 0$) kalibriert. Im Folgenden werden für die 1-Punkt und 2-Punkt Kalibrierung die Schichtdicken entlang der im Bild eingezeichneten Linie berechnet (siehe Abbildung 3-16).

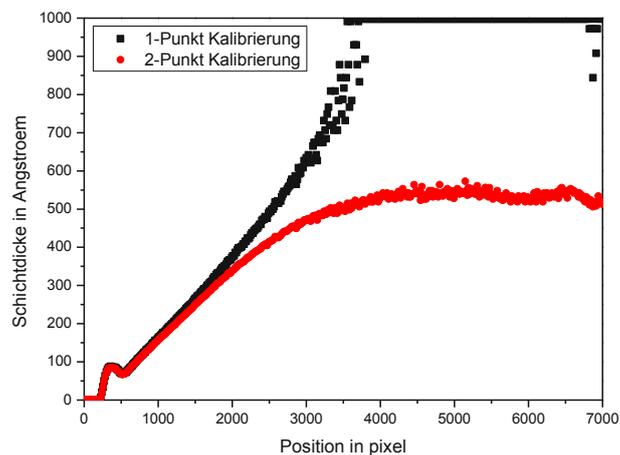


Abbildung 3-16 Berechneter Schichtdickenverlauf für 1-Punkt und 2-Punkt Kalibrierung

Es sind deutliche Unterschiede zwischen 1-Punkt und 2-Punkt Kalibrierung bei steigender Position am Linescan (und damit mit steigender Schichtdicke) zu erkennen. Bei der 2-Punkt Kalibrierung wird eine linear steigende Schichtdicke aus den Helligkeitswerten ermittelt. Die

Schichtdicke steigt linear an, gerät bei sinkenden Helligkeitswerten aber immer mehr in Sättigung, sodass die Schichtdickenwerte überproportional rasch ansteigen und bei der Maximalschichtdicke von 100 nm in die Sättigung geraten. Für die 1-Punkt Kalibrierung (d.h. kein Dunkelstromabgleich, keine Kalibrierung auf Bereiche geringer Transmission) ist das Verhalten bei geringen Helligkeitswerten gänzlich anders. Zu Beginn stimmt der Schichtdickenverlauf mit der 2-Punkt Kalibrierung überein. Für sinkende Helligkeitswerte, und damit verbundener Sättigung der Rechenmethode, steigt die Schichtdicke nicht überproportional stark an, sondern nähert sich einem endlichen Wert. Grund hierfür ist der nicht verschwindende bzw. berücksichtigte Dunkelstrom. Die mittleren Helligkeitswerte im Bereich von Punkt 2 sind in etwa 7, d.h. ungleich 0. Bei 1-Punkt Kalibrierung wird der Transmissionsbereich $[T_1 = 0, T_2 = T_{Glas}]$ auf den Helligkeitsbereich $[0, H_2]$ abgebildet. Da jedoch die Helligkeit nicht bei $H = 0$ sondern bei $H \approx 7$ sättigt, bedeutet dies, dass für die Rechenmethode im dunklen Bereich $T = 0$ und damit die Sättigung noch nicht erreicht ist. $H \approx 7$ entspricht damit einer endlichen, nicht korrekten Schichtdicke.

Für die 2-Punkt Kalibrierung wird hingegen der Transmissionsbereich $[T_1 = 0, T_2 = T_{Glas}]$ auf den Helligkeitsbereich $[H_1 \approx 7, H_2]$ abgebildet. Damit erreicht die Rechenvorschrift bei Helligkeitswerten von $H \approx 7$ die Sättigung und liefert bis zum Überhandnehmen der Quantisierungssprünge (= Anstieg $\Delta d(H)$ bei gegebenem ΔH und kleiner werdendem H , siehe Abschnitt 3.2.3.3) die korrekte Schichtdicke. Daraus folgt, dass eine 1-Punkt Kalibrierung nur dann korrekt ist, wenn der Dunkelstrom entweder tatsächlich 0, d.h. $H \approx 0$ beträgt oder dieser durch vorhergehende Korrektur entfernt wurde. Ansonsten ist immer eine 2-Punkt Kalibrierung durchzuführen. Durch die 2-Punkt Kalibrierung ist auch durch das Sättigen der Schichtdicke beim Maximalwert das Sättigen der Rechenmethode in den Resultaten klar ersichtlich.

Im Weiteren wird der Fehler der Schichtdickenberechnung der Silberrampe zwischen 1-Punkt und 2-Punkt Kalibrierung betrachtet (siehe Abbildung 3-17).

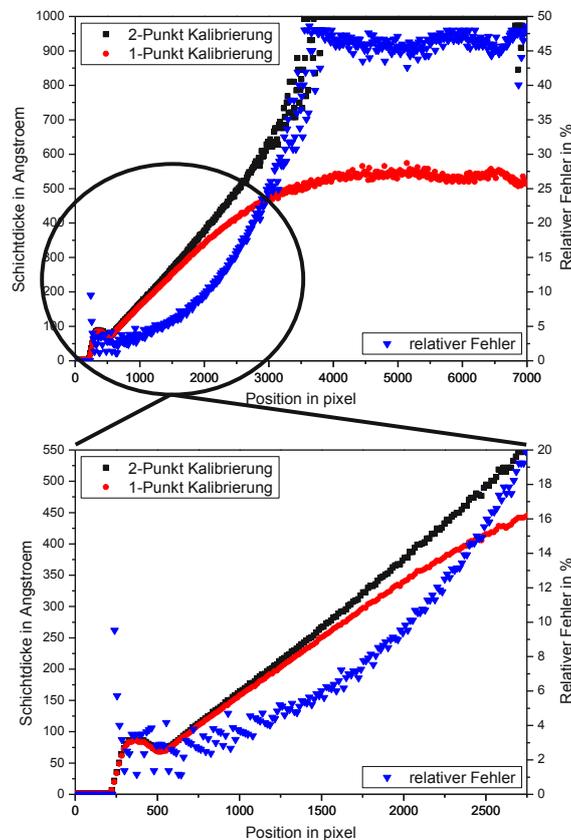


Abbildung 3-17 Schichtdicken für 1-Punkt und 2-Punkt Kalibrierung mit relativem Fehler

Der relative Fehler steigt sehr rasch an und sättigt, wenn die beiden Schichtdicken sättigen. Bei Schichtdicken um 55nm beträgt der Unterschied zwischen den beiden Varianten etwa 20%. Weiters ist ersichtlich, dass zuverlässige Schichtdickenwerte, bei korrekt durchgeführter Kalibrierung, noch bei weit höheren Schichtdicken als bei 50nm der hier dargestellten Silberrampe bestimmt werden können (siehe 3.2.3.1).

In Abbildung 3-18 und Abbildung 3-19 werden die berechneten Schichtdicken für 1-Punkt und 2-Punkt Kalibrierung mit dem linearen Verlauf der Silberrampe verglichen.

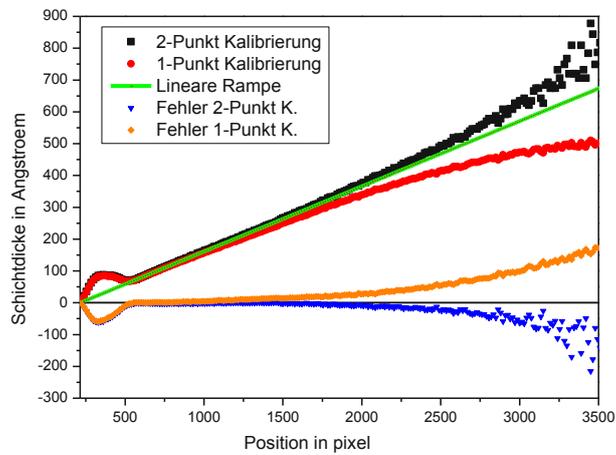


Abbildung 3-18 Schichtdicken der 1-Punkt und 2-Punkt Kalibrierung verglichen mit der linearen Rampe (mit den zugehörigen absoluten Fehlern)

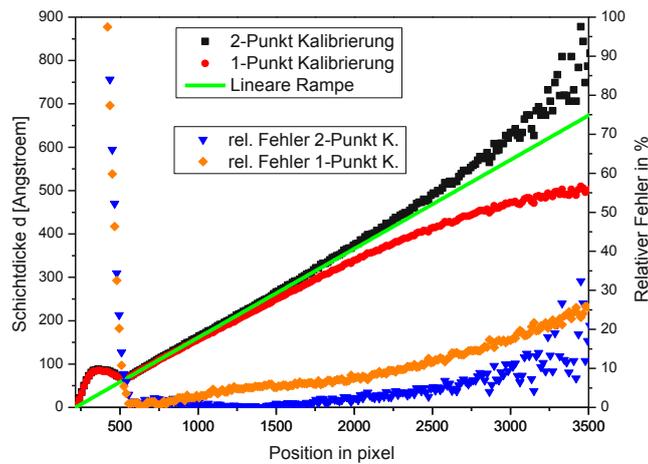


Abbildung 3-19 Relative Fehler der 1-Punkt und 2-Punkt Kalibrierung bezogen auf die lineare Rampe

Es zeigt sich, dass sowohl Schichtdicken bestimmt bei 1-Punkt als auch 2-Punkt Kalibrierung von der linearen Rampe bei zunehmender Position auf der Probe (und damit mit abnehmender Helligkeit) immer stärker abweichen. Zu beachten ist, dass der dabei auftretende, relative Fehler bei der 2-Punkt Kalibrierung deutlich geringer ist als bei der 1-Punkt Kalibrierung. Dies unterstreicht nochmals die Bedeutung einer korrekt durchgeführten Kalibrierung.

3.2.5 Verfahren zur numerischen Schichtdickenberechnung (Näherung der Schichtdicke in ThinFilmInspect)

Um die Schichtdicke für ein Pixel ermitteln zu können, wird im für die Probe gewählten physikalischen Modell, die Schichtdicke für die in Punkt 3.2.3.3 ermittelten Transmissionswerte variiert. Dem Modell zu Grunde liegen sowohl die Kenntnis des schichtweisen Aufbaus der Probe als auch Kenntnis der wellenlängenabhängigen Brechungsindizes der an der Messung beteiligten Materialien. In der Auswertesoftware ThinFilmInspect wird aus dem Modell durch Variation der Schichtdicke d jene Transmission $T^*(d, \lambda, n_i, k_i)$ bestimmt, welche die aus der Helligkeit $H_{r,g,b}(x, y)$ am Pixelort bestimmte Transmission $T_{r,g,b}(x, y, H_w, H_s)$ am besten nähert. Dabei entsprechen die Indizes r, g, b den Wellenlängen, die dem jeweiligen Farbkanal zugeordnet werden können

$$\begin{aligned} r: \lambda &= \lambda_r & (3-72) \\ g: \lambda &= \lambda_g . \\ b: \lambda &= \lambda_b \end{aligned}$$

Die Werte für $\lambda_r, \lambda_g, \lambda_b$ sind für jedes Messinstrument zu bestimmen (siehe Abschnitt 5.2). Die Qualität der Näherung von $T^*(d, \lambda, n_i, k_i)$ an $T_{r,g,b}$ wird ausgedrückt durch die Summe der Fehlerquadrate in der Form

$$f(d) = |T_r(x, y) - T^*(d, \lambda_r)|^2 + |T_g(x, y) - T^*(d, \lambda_g)|^2 + |T_b(x, y) - T^*(d, \lambda_b)|^2. \quad (3-73)$$

Ist $f(d)$ minimal, so nähert d die gesuchte Schichtdicke im gegebenen Modell am besten an (siehe Abbildung 3-20).

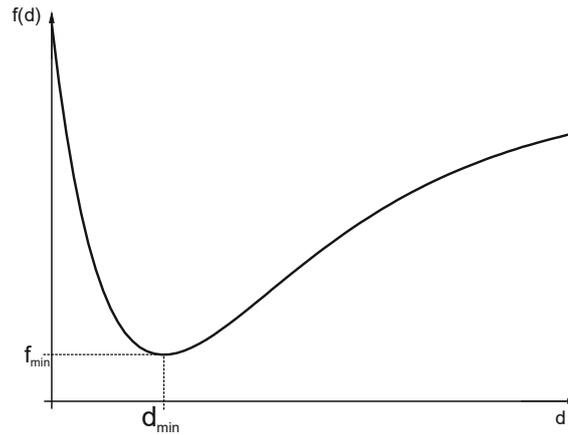


Abbildung 3-20 Typischer Verlauf der Fehlergröße $f(d)$ mit gesuchtem Minimum

Aus der Vielzahl der dafür möglichen Verfahren wurden in TFI Verfahren basierend auf progressiver Näherung, Bisektion der Fehlergröße und Bisektion der Ableitung implementiert (siehe Anhang D). Es wird hier explizit das Verfahren basierend auf der Bisektion der Ableitung der Fehlergröße betrachtet, da sich dieses als das effizienteste Verfahren gezeigt hat. Alle Schichtdickenberechnungen in dieser Arbeit wurden mit diesem Verfahren durchgeführt. Da die Fehlergröße $f(d)$ für Einfachschichten nur ein einziges Minimum besitzt, besitzt $f'(d)$ auch nur eine Nullstelle, die es möglichst effizient zu finden gilt (siehe Abbildung 3-21).

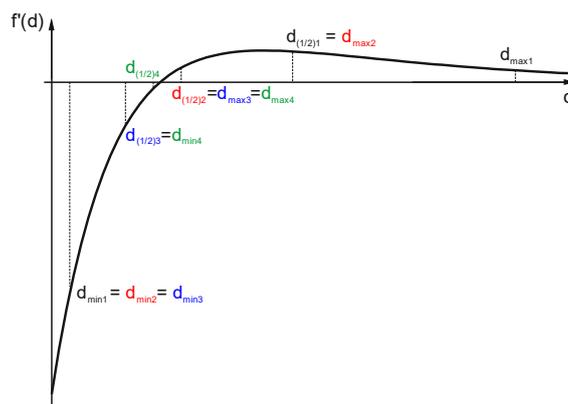


Abbildung 3-21 Ableitung der Fehlergröße $f'(d)$ mit gekennzeichneten Stützstellen (die farbliche Kodierung der Stützstellen stellt den zugehörigen Iterationsschritt dar)

Im ersten Schritt muss der Wertebereich W der Schichtdicke d festgelegt werden. Innerhalb von W wird $d \in W$ soweit variiert, dass $f(d)$ minimal, d.h. $f'(d)=0$ wird. Hierbei ist auf eine vernünftige Begrenzung von W innerhalb sinnvoller physikalischer Grenzen zu achten (z.B. für metallische Einfachschichten ist $W = [0 \text{ nm}, 200 \text{ nm}]$ völlig ausreichend, da dickere Schichten nicht mehr aufgelöst werden können (siehe 3.1.1 und 3.2.3.1)).

Nach Wahl des Wertebereichs W werden innerhalb dessen drei Stützstellen in der Mitte und an den Rändern des Wertebereiches für die Schichtdicke d festgelegt ($d_{\min}, d_{\max}, d_{1/2}$). An diesen drei Stützstellen wird numerisch die Ableitung von $f(d)$ berechnet (die Berechnung der Ableitung nur an den Stützstellen reduziert wesentlich den Rechenaufwand). Die gesuchte Nullstelle von $f'(d)$ muss zwischen zwei der drei Stützstellen liegen, falls sich die Schichtdicke d innerhalb des Wertebereiches befindet. Dies zeigt sich an der Änderung des Vorzeichens von $f'(d)$ zwischen diesen beiden Stützstellen. Sind diese beiden Stützstellen identifiziert, werden diese als neue d_{\min} und d_{\max} festgelegt und dazwischen ein neues $d_{1/2}$ berechnet. Dieser Vorgang wird eine bestimmte (in ThinFilmInspect konfigurierbare, siehe Anhang D) Anzahl an Iterationen durchgeführt und damit der Bereich in dem die Nullstelle liegt, auf einen sehr kleinen Bereich eingeschränkt. Nach Erreichen der letzten Iteration wird progressiv, beginnend beim letzten d_{\min} , die Schichtdicke in minimalen Schritten (1 \AA) erhöht, solange bis das berechnete $f(d)$ sein Minimum erreicht. Befindet sich die gesuchte Schichtdicke d nicht innerhalb des festgelegten Wertebereiches, so konvergiert das Verfahren bereits nach einer Iteration an die jeweilige Bereichsgrenze. Dieses kombinierte Verfahren erwies sich bei den untersuchten Proben als robust und effizient.

4 Zusammenfassung der experimentellen Grundlagen

4.1 Methoden zur Herstellung dünner Schichten

Im Zuge dieser Arbeit wurden zwei Verfahren aus dem Bereich der Physical Vapor Deposition (PVD) zur Erzeugung dünner Schichten bzw. zur Beschichtung verschiedener Substrate (Glasplättchen, Folien, Diamantgranulat, Mikroglasshohlkugeln) verwendet. Diese beiden Verfahren waren das Bedampfen und die Kathodenzerstäubung.

4.1.1 Herstellen dünner Schichten mittels Bedampfen

Beim Bedampfungsprozess wird das Verdampfungsgut in ein hochschmelzendes, elektrisch leitfähiges Gefäß (z.B. Wolfram-Schiffchen) gelegt, und die Aufdampfanlage auf ein Hochvakuum (üblicher Druck $p < 10^{-5}$ mbar) evakuiert (siehe Abbildung 4-1).

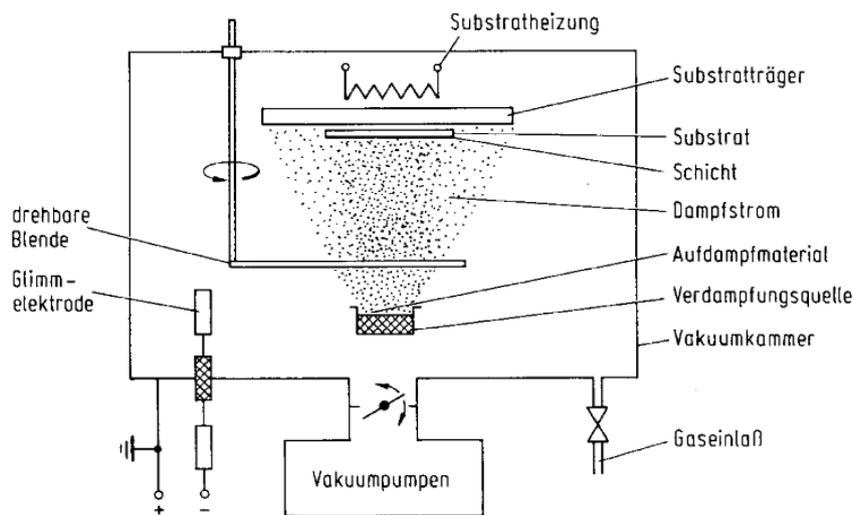


Abbildung 4-1 Schematische Darstellung einer Aufdampfanlage [8 S. 73]

Das Gefäß wird von einem elektrischen Strom durchflossen und dadurch erwärmt (elektrische Widerstandsheizung). Durch diese Energiezufuhr wird das Aufdampfmaterial auf eine ausreichend hohe Temperatur gebracht, sodass die Sublimationsenergie des Verdampfungsgutes erreicht wird. Die Atome oder Moleküle bewegen sich, ausgehend von der Verdampfungsquelle, geradlinig durch die Vakuumpumpe, streuen an Restgasatomen und kondensieren am Substrat oder an den Wänden der Vakuumpumpe. Durch das in der Kammer gegebenen Hochvakuum werden die Beschichtungsteilchen kaum gestreut und die geradlinige Teilchenbewegung zwischen zwei Streueignissen führt zu sich scharf

abzeichnenden Schichtkanten am Substrat, wenn dieses teilweise durch eine (nicht notwendigerweise bündig aufliegende) Maske abgedeckt wird. Weiters gewährleistet das Hochvakuum auch eine ausgezeichnete Reinheit der sich am Substrat abscheidenden Schicht. Für das gleichzeitige Aufdampfen von unterschiedlichen Materialien zur Erzeugung von Kompositschichten können mehrere Quellen in der Vakuumkammer gleichzeitig betrieben werden.

4.1.2 Herstellung dünner Schichten mittels Kathodenzerstäubung (Sputtern)

Das Sputtern (oder Kathodenzerstäuben) ist ebenfalls ein Prozess aus der Gruppe der PVD Verfahren. Es beruht auf dem Abscheiden von energetischen Neutralatomen aus der Gasphase auf dem Substrat. Für das Kathodenzerstäuben wird eine Prozesskammer auf Hochvakuum ($p < 10^{-5}$ mbar) gebracht. Nach dem Erreichen dieses Druckes wird ein Arbeitsgas, meist ein Edelgas (Ne, Ar, Kr) mit einem Arbeitsdruck von etwa $10^{-3} - 10^{-2}$ mbar in die Prozesskammer eingelassen. Dieses Arbeitsgas wird zwischen dem Target (fungiert als Materialquelle und entspricht der Kathode) und dem Substrat (ist das zu beschichtende Material und entspricht der Anode) zu einem Plasma in Form einer anomalen Glimmentladung gezündet (Abbildung 4-2), d.h. es liegen freie Elektronen und Arbeitsgasionen vor, wobei das Gesamtsystem quasineutral bleibt.

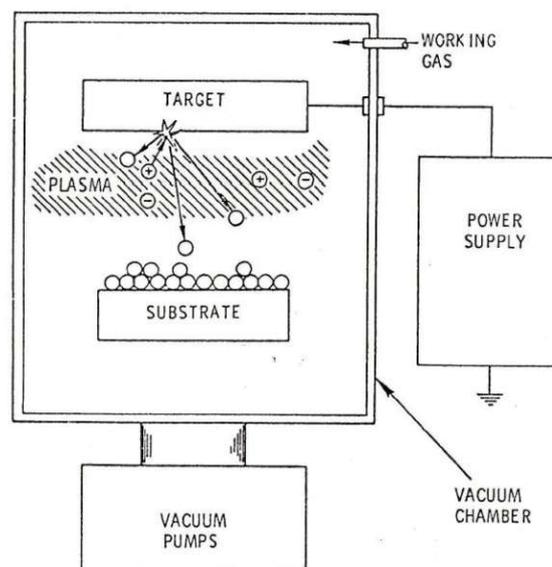


Abbildung 4-2 Schematische Darstellung des DC Sputterprozesses [90]

Durch Erzeugung eines geeigneten elektrischen Feldes in der Prozesskammer werden Arbeitsgasionen in Richtung des Targets beschleunigt. Diese energetischen Ionen werden beim Auftreffen auf das Target in das Targetmaterial implantiert und lösen eine Stoßkaskade aus. Diese Stoßkaskade im Gitter des Targetmaterials führt zu einer Impulsumkehr in Richtung Targetoberfläche, wodurch es zu einem Ablösen einzelner Targetatome oder Targetatomcluster an der Oberfläche kommen kann. Bei typischen Ionenenergien von 200–400 eV beträgt dabei die mittlere Energie der ausgeschlagenen Targetatome in etwa 5–10 eV. Der Sputteryield (die Effektivität des Ablöseprozesses) ist stark von den Prozessparametern (Ionenenergie, Auftreffwinkel der Arbeitsgasionen, Massenverhältnis Arbeitsgas- und Targetatome, Bindungsenergie im Targetmaterial) abhängig. Die an jedem Targetflächenelement abgelösten Atome lassen sich als winkelabhängiger Massenstrom beschreiben und folgen der sog. Knudsen Verteilung. Der Massestrom ist Großteils nicht ionisiert und wird daher nicht von den \vec{E} und \vec{B} Feldern in der Prozesskammer beeinflusst, sondern breitet sich geradlinig, vom Target ausgehend, aus. Auf dem Weg durch die Prozesskammer kann der Massestrom am Arbeitsplasma streuen. Diese Wechselwirkung führt zu einer Reduktion der Beschichtungsrate und beeinflusst auch die Schichtstruktur negativ (geringere Schichthaftung, höhere Porosität).

Durch konstruktive Maßnahmen und Prozessoptimierung lässt sich der Arbeitsgasdruck soweit reduzieren, dass die mittlere freie Weglänge der Targetatome ausreicht um einen signifikanten Streubeitrag im Arbeitsplasma auszuschließen. Die häufigste Prozessoptimierung stellt dabei das sog. Magnetronsputtern dar. Hierbei wird hinter dem Targetmaterial ein Magnetsystem angebracht. Das so entstandene Magnetfeld zwingt freie Elektronen auf Spiralbahnen entlang der magnetischen Feldlinien oberhalb der Targetoberfläche. Die so erreichte Erhöhung der Elektronendichte erhöht die Stoßwahrscheinlichkeit zwischen Elektronen und Arbeitsgasatomen, sodass wiederum eine erhöhte Ionendichte erreicht werden kann. Damit kann der Arbeitsgasdruck reduziert werden, ohne an Sputterrate zu verlieren.

Trifft der Massenstrom das Substrat, so implantieren sich die Targetatome in der Substratoberfläche. Die Energie der auftreffenden Neutralteilchen ist dabei nicht hoch genug, um tief ins Substrat einzudringen oder am Substrat Stoßkaskaden auszulösen, die ihrerseits zum Abtrag von Substratmaterial führen würden. Sie reicht jedoch aus, um ein effektives Eindringen der Targetatome in der Gitterstruktur des Substrates zu gewährleisten. Diese

Verankerung der Targetatome im Substrat führt zu einer ausgesprochen guten Schichthftung von Sputterschichten am Substrat im Vergleich zu mittels anderer Methoden erzeugten Schichten. Ein weiterer Vorteil des Sputterns ist, dass Substrateigenschaften hinsichtlich elektrischer oder thermischer Leitfähigkeit kaum einschränkend auf den Sputterprozess wirken, d.h. eine Schichtabscheidung am Substrat verhindern. Die neutralen Targeteteilchen durchlaufen zwischen eventuellen Stößen mit den Arbeitsgasatomen geradlinig die Prozesskammer und lagern sich überall dort an wo sie auftreffen. Auch sind die Anforderungen an das Targetmaterial gering. Elektrische oder thermische Leitfähigkeit sind keine Voraussetzungen und können prozesstechnisch ausgeglichen werden (z.B. Hochfrequenz (HF) Sputtern bei elektrisch isolierenden Targets).

Mittels Sputtern ist es durch eine Prozesserweiterung möglich, Schichten chemischer Verbindungen mit exzellent steuerbarer Stöchiometrie am Substrat abzuschneiden. So wird z.B. beim reaktiven Sputtern ein weiteres Reaktionsgas in die Probenkammer eingelassen, welches mit den Targetatomen nach dem Abscheiden am Substrat reagieren, z.B. Abscheiden von TiN_2 Schichten mittels Sputtern eines Ti Targets und N als Reaktionsgas.

4.1.3 Herstellen dünner Schichten auf granularen Materialien

Granulate sind ein wesentlicher Bestandteil moderner Verbundmaterialien und werden gezielt als Beimengung zu diversen Matrixmaterialien eingesetzt. Dadurch können unter anderem die thermischen, mechanischen oder auch katalytischen Eigenschaften beeinflusst werden. Die dabei zum Einsatz kommenden Granulate bedürfen in vielen Fällen einer vorbereitenden Oberflächenbehandlung, um das Matrixmaterial optimal beeinflussen zu können. Zu erwähnen sind hier Beschichtungen zur Verbesserung von Haftfähigkeit, Benetzbarkeit, Kopplung von elektrischen oder thermischen Widerständen, aufbringen katalytischer Schichten, und vieles mehr. Klassische Granulatbeschichtungsverfahren aus dem Bereich der Chemical Vapor Deposition (CVD) erweisen sich in zweierlei Hinsicht als nicht optimal. Zum einen schränken CVD Verfahren durch Anforderungen an die Schichtmaterialien die Klasse der zur verwendbaren Materialien ein, was der großen Bandbreite an gewünschten Optimierungsparametern entgegenläuft. Zum anderen bringen CVD Verfahren auch eine hohe thermische Energiemenge in das granulare Substrat ein, was bei einigen Granulaten zu unerwünschten Umformungseffekten bis hin zur Zerstörung führen kann.

Verfahren aus dem PVD Bereich, insbesondere die Beschichtung mittels Kathodenzerstäuben, erlauben eine Lösung dieser Problematik. Sputtern hat keine Einschränkung bzgl. des Beschichtungsmaterials und bringt, auf Grund der geringen Energien der Beschichtungspartikel, geringen thermischen Stress in das Substratgranulat ein. Das Beschichten granularer Materialien ist jedoch keine triviale Aufgabe und bedarf einer Vielzahl an konstruktionstechnischen Lösungen um den Prozess effizient und zielführend zu gestalten. Die zu lösenden Probleme betreffen:

- Erzeugung gleichverteilter Schichten sowohl im Granulatensemble als auch am einzelnen Korn durch Gewährleistung einer ausreichenden Durchmischung
- Vermeidung von Abschattungseffekten und damit Reduktion der Beschichtungsrate durch geometrische Formgebung des Mischsystems
- Effizienzsteigerung durch Reduktion der Evakuierungsvorgänge auf ein Mindestmaß durch optimale Skalierung des Systems
- Vermeidung von Granulatverlust während Befüllung, Entleerung und während des Mischvorgangs
- Vermeidung von Clusterbildung im Granulat (verursacht durch Verklumpen von beschichteten Granulatteilchen) mittels Schlag-, Rühr- oder Schüttelwerken
- Vermeidung der Beschädigung des Granulates durch den Mischvorgang

Die Beschichtung von granularen Materialien ist ein Forschungsschwerpunkt der Arbeitsgruppe Dünne Schichten am Institut für Festkörperphysik der Technischen Universität Wien. Es wurden verschiedene Mischwerke für den Einsatz in Sputteranlagen zur Beschichtung granularer Materialien entwickelt und für bestimmte Granulattypen optimiert [61], [62], [3]. Die entwickelten Mischwerke kamen im Zuge dieser Arbeit zur Herstellung von diversen Referenzproben zum Einsatz.

4.1.3.1 Planetenschalen-Sputteranlage (Johannes Hell)

Die Planetenschalen-Sputteranlage (Abbildung 4-3, [61]) wurde zur Beschichtung von Diamantgranulaten mit Durchmessern von 100 – 600 μm in Probenmengen von 1 – 3 cm^3 entwickelt. Das Beschichtungsgut wird in abnehmbare, und damit außerhalb der Anlage befüll- und entleerbare, Schalen gefüllt. Die Schale rotiert unterhalb des in die Schale gerichteten Sputtertargets. Durch eine einstellbare Verkippung und austauschbare Mischblätter innerhalb der Schale wird eine ausreichende Durchmischung sichergestellt. Dem

Verklumpen des Granulates wirkt ein optionaler Schlagmechanismus, basierend auf der Schlagwirkung von Blattfedern, entgegen. Die Blattfedern versetzen der Schale bei jedem Umlauf einen Stoß und lösen so mögliche Verklumpungen. Neben der Rotationsbewegung um die Schalenachse, lässt sich die Schalenposition innerhalb der Beschichtungskammer mittels Elektromotor verstellen. Damit ist eine Positionierung der Mischschale unterhalb verschiedener Sputtertargets und die Herstellung von Multilayersysteme möglich, ohne die Beschichtungskammer belüften und Umbauarbeiten vornehmen zu müssen.

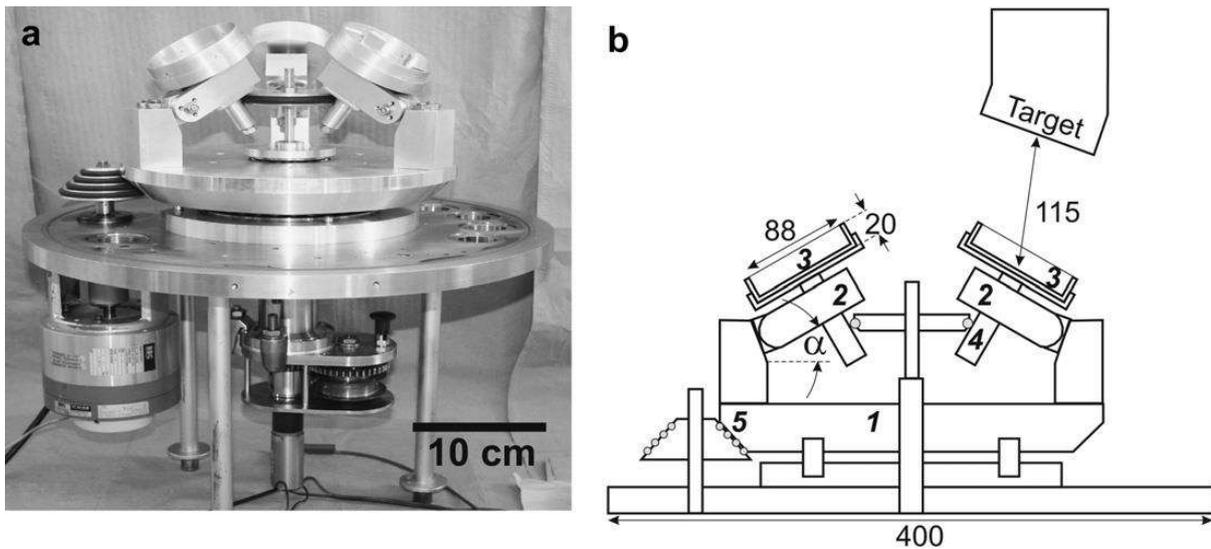


Abbildung 4-3 Planetenschalen-Sputteranlage, montiert am Deckel der Vakuumkammer (a) Photographie (b) Prinzipzeichnung (Längenangaben in mm) [61]

Es wurden Diamantgranulatproben in den Siebgrößen Mesh 40/50 (Korngrößen von 0,3 - 0,4 mm) und Mesh 70/80 (Korngrößen von 0,18 – 0,21 mm) beschichtet (siehe Abbildung 4-4).

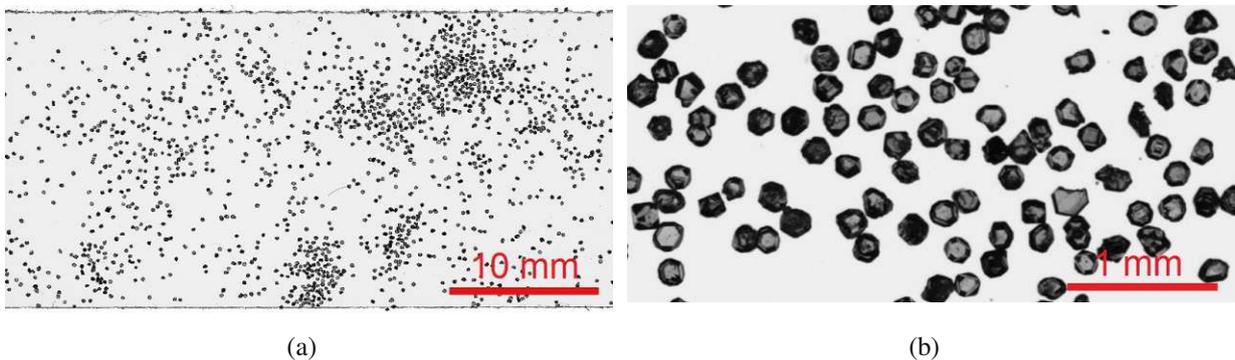


Abbildung 4-4 (a) Unbeschichtetes Mesh 70/80 Diamantgranulat (b) Vergrößerte Ansicht des selben Granulates

4.1.3.2 Mischschale „TK-Hai“ (Gerwin Schmid)

Die „TK-Hai“ (Trichter-Kegel) Mischschale (siehe Abbildung 4-5, [62]) ermöglicht das Beschichten feinerer und leichter Granulate.

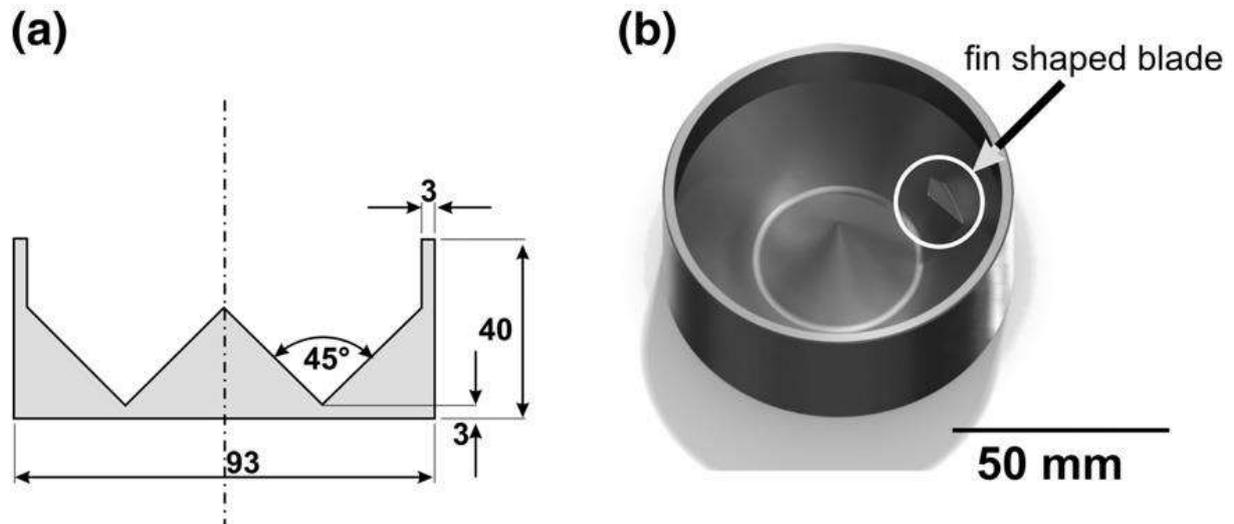


Abbildung 4-5 TK-Hai Schale zu Beschichtung von Mikroglasshohlkugeln (a) Querschnitt (b) Prinzipzeichnung [62]

Exemplarisch ist hier das Beschichten von Mikroglasshohlkugeln mit Durchmessern von 10-60 μm angeführt (siehe Abbildung 4-6). Diese Granulatform neigt weit stärker zum Verklumpen als Diamantgranulat. Als Grund hierfür wird die vergrößerte Oberfläche, die geringere Masse aber hauptsächlich die Fragilität des Granulates angeführt. Glashohlkugeln können durch Stoß untereinander brechen, die verbleibenden Fragmente können sich ineinander verzahnen und sind somit schwieriger voneinander zu lösen. Um diesem Verzahnen entgegenzuwirken, wurde die Schale so optimiert, dass das Granulat in ständiger Rieselbewegung gehalten wird [62]. Dies wird durch Minimierung von scharfen Kanten in der Schaleninnenfläche, an denen sich Granulat sammeln kann, erreicht. Weiters ist zu beachten, dass ein einziges Mischblatt (Mischfinne - Hai) genügt, um eine ausreichende Durchmischung des Granulates zu gewährleisten. Wie bei der Planetenschalen-Sputteranlage werden Blattfedern (befestigt an der Rotationsachse und an der Kammerwand) zur Erschütterung der Schale und damit zum Auflösen von Granulatagglomeraten eingesetzt.

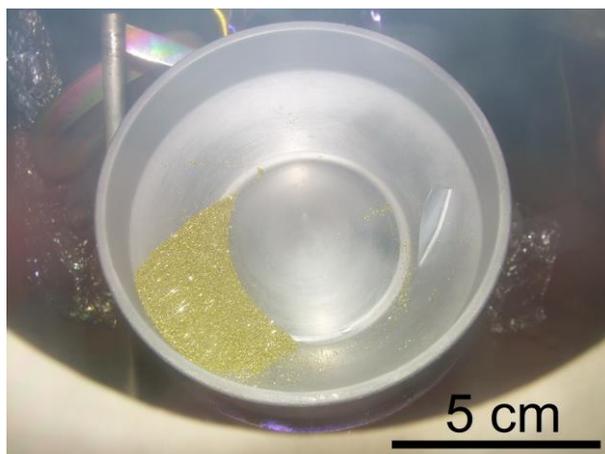


Abbildung 4-6 TK- Hai Schale mit Diamantgranulatfüllung in der Beschichtungskammer

Der Stoßmechanismus mittels Blattfedern wurde in späteren Arbeiten von Schmid durch einen Stoßmechanismus basierend auf der Fallbewegung der Schale innerhalb einer Stoßplatte (siehe Abbildung 4-7) ersetzt, was sich vorteilhaft auf die Granulatmobilität und damit auf die Gleichförmigkeit der Beschichtung auswirkte [63].

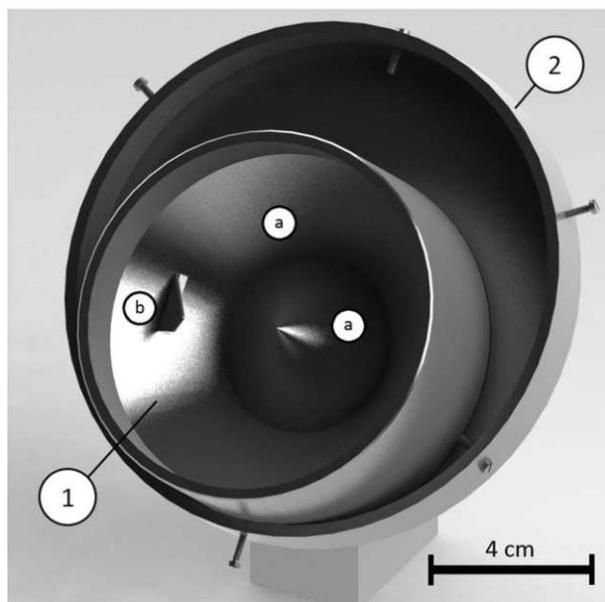


Abbildung 4-7 3D Rendering der Beschichtungschale (1) mit steilen Innenwänden (a) und Mischfinne (b) sowie der Stoßplatte (2) [63]

4.1.3.3 Großserien TK-Schale mit Stoßplatte (Andreas Eder)

Die vorangestellten Mischschalen erlauben die Beschichtung von Granulatmengen von einigen wenigen cm^3 innerhalb eines Beschichtungsvorganges. Zur Steigerung der Verfahrenseffizienz bei Beibehaltung der guten Schichteigenschaften wurde die TK-Schale für Granulatmengen von bis zu 1 dm^3 aufskaliert [3]. Durch die Vergrößerung der TK-Schale konnte der Rotationsmechanismus der Planetenschalen-Sputteranlage nicht mehr eingesetzt werden. Das Rotationssystem wurde durch eine einzige, verkippbare Platte ersetzt. Innerhalb dieser Platte ist die Schale frei beweglich gelagert und wird durch Bolzen gehalten (siehe Abbildung 4-8).

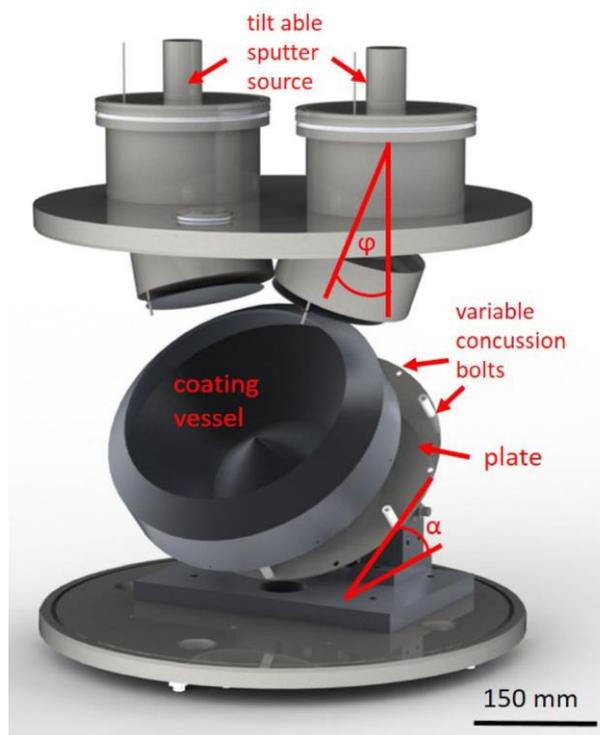


Abbildung 4-8 3D Modell der Großserien TK-Schale mit Stoßplatte [3]

Bei Rotation der Platte wird die Schale durch diese Bolzen mitgeführt und angehoben. Ab einer bestimmten Hebung der Schale, fällt diese eine kurze Wegstrecke nach unten bis sie wieder durch die Bolzen aufgefangen wird. Der dabei der Schale versetzte Stoß dient zur Verhinderung des Verbackens und ersetzt den Schlagmechanismus. Durch Vergrößerung des Kippwinkels der Platte lässt sich die Hebung und damit der resultierende Stoß erhöhen. Weiters bietet die Skalierung der Schale die Möglichkeit Magnetsysteme in der Schale selbst unterzubringen. Ein derartiges Magnetsystem erlaubt es, das Plasma in der

Beschichtungskammer zu beeinflussen, um damit weitere Oberflächenbehandlungen (z.B. Plasmaätzen) am Granulat durchzuführen (siehe Abbildung 4-9).

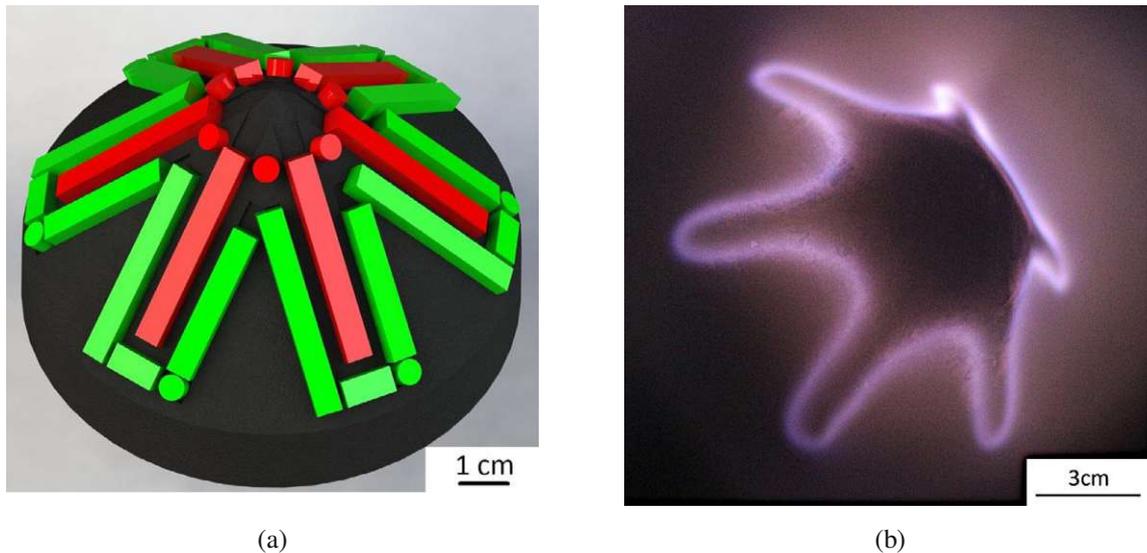


Abbildung 4-9 (a) Magnetsystem im Schalenkegel zur Plasmaätzung am Granulat (b) Gezündetes Plasma oberhalb des Magnetsystems [3]

4.2 Methoden zur Schichtdickenbestimmung

4.2.1 Taktile Schichtdickenmessung (Profilometrie)

Bei der Profilometrie handelt es sich um Messverfahren zur morphologischen Untersuchung von Festkörperoberflächen [10]. Diese können sowohl berührungsfrei (z.B. optische Methoden) als auch taktile (berührend) ausgeführt sein. Eine Variante der taktilen Profilometrie ist das Auflegen und Führen eines Tastkopfes über die Probenoberfläche. Vertikale Auslenkungen des Tastkopfes werden mittels Wegegeber aufgenommen und in ein Digitalsignal gewandelt. Dieses Digitalsignal kann zur Bestimmung von morphologischen Oberflächeneigenschaften herangezogen werden. Häufigste Anwendung dabei ist die Bestimmung der Oberflächenrauigkeit. Als Tastkopf wird meist ein Diamant- oder Saphirkristall verwendet, welcher in eine geeignete geometrische Form geschliffen wird. Zu beachten ist, dass durch die endliche Rundung und die endlichen Abmessungen des Tastkopfes Strukturen, die kleiner sind als die Spitze des Selbigen, nicht erfasst werden können, d.h. der Tastkopf kann in Einbuchtungen kleiner als seine eigenen Abmessungen nicht eindringen. Dies wirkt sich als scheinbare Glättung der Probenoberfläche im Ausgangssignal aus [64].

Um taktile Profilometrie zur Schichtdickenbestimmung heranziehen zu können, muss ein freiliegender Übergang von Schicht zu Substrat gegeben sein (siehe Abbildung 4-10).

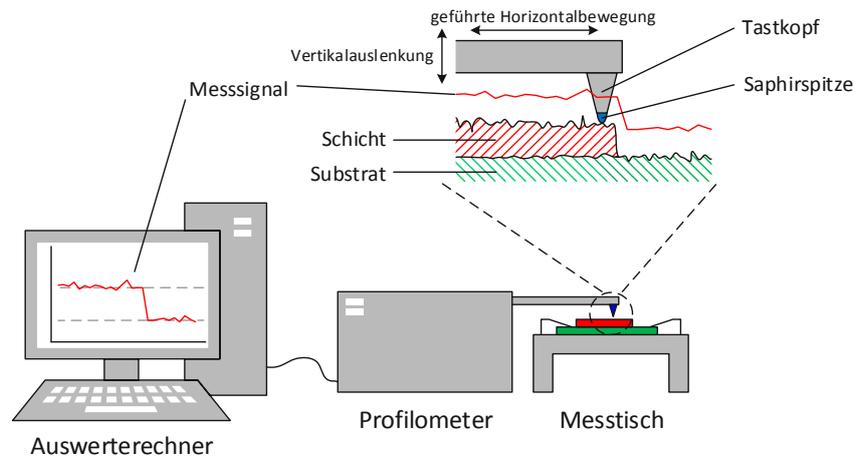


Abbildung 4-10 Übersicht taktile Profilometrie

Je abrupter der Übergang zwischen Schicht und Substrat auf der Probe erfolgt, umso einfacher ist er im Ausgangssignal zu identifizieren. Um einen derartigen Übergang zu gewährleisten ist es in den meisten Fällen erforderlich die zu vermessende Probe zu präparieren, z.B. durch Abdecken eines Substratbereiches mittels einer Halterung bzw. mittels einer eigens angefertigten Schattenmaske. Zu beachten ist, dass das Aufbringen von Schichtdicken mittels Aufdampfen zu schärfer abgezeichneten Konturen im Gegensatz zu gesputterten Schichten führt. Grund hierfür ist die größere mittlere freie Weglänge der Beschichtungsteilchen aufgrund des geringeren Arbeitsdruckes in der Beschichtungskammer.

4.2.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Das Grundprinzip des SEM besteht in der Erzeugung eines Elektronenstrahls definierter Energie, der in einem Raster über die zu untersuchende Probe geführt wird [15]. Die Elektronen wechselwirken mit den Elektronenhüllen der Probenatome. Die Wechselwirkungsprodukte werden sensorisch ausgewertet. Zur Minimierung der Wechselwirkung des Probenstrahls mit unerwünschten Fremdatomen findet der Prozess im Hochvakuum statt.

Die Erzeugung des Elektronenstrahls erfolgt durch Emission von Elektronen aus einer Quelle. Im einfachsten Fall ist die Quelle als Glühkathode realisiert (siehe Abbildung 4-11a). Als Quellmaterial dient ein haarnadelförmig gebogener Wolfram Draht oder (gebräuchlicher) ein

spitz zulaufender Lanthanhexaborid Kristall. Durch Erhitzen der Quelle werden Elektronen zum Austritt aus dem Quellmaterial gebracht. Alternativ werden in modernen Geräten Feldemissionskathoden (field emission gun, FEG) eingesetzt (siehe Abbildung 4-11b).

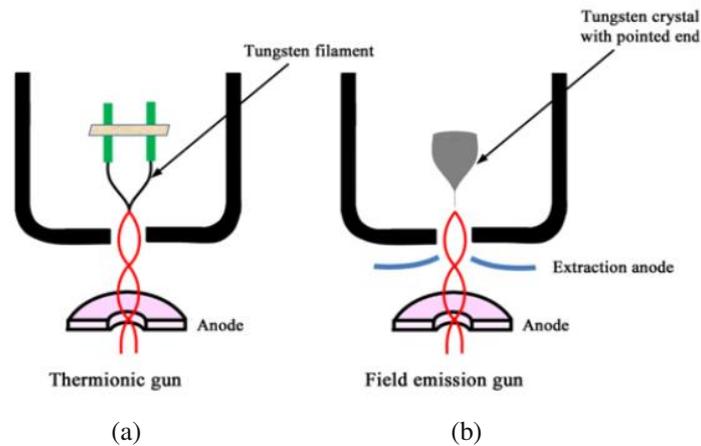


Abbildung 4-11 Elektronenkanonen (a) Wolfram Wehnelt (b) FEG [65]

Der Emissionsmechanismus bei FEGs besteht darin, dass der Quellkristall einem elektrischen Feld hoher Feldstärke ausgesetzt wird und dadurch Elektronen aus dem Quellkristall heraustunneln. Die auf diese Weise gewonnenen Elektronen besitzen ein engeres Energiespektrum, was sich in einer erhöhten Bildqualität ausdrückt.

Der so erzeugte Elektronenstrahl wird mit Hilfe von Magnetspulen (magnetische Linsen) auf einen Punkt auf der Probenoberfläche fokussiert. Dieser Fokuspunkt wird durch Variation der Linsen über die Oberfläche der Probe geführt, d.h. gerastert. An der Probenoberfläche treten die Elektronen in Wechselwirkung mit der Probe und es werden verschiedenen Wechselwirkungsprodukte erzeugt, die zur Analyse der Probe am Fokuspunkt herangezogen werden können (siehe Abbildung 4-12).

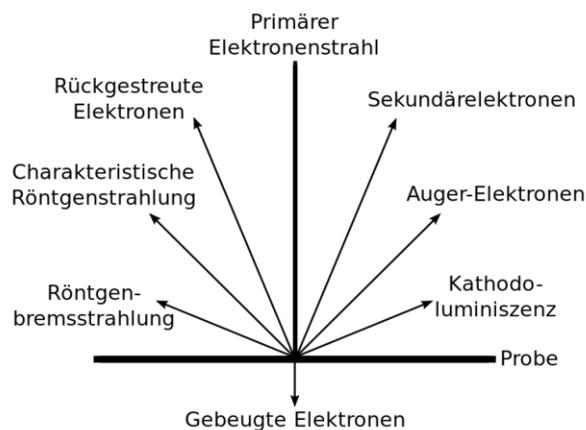


Abbildung 4-12 Wechselwirkungsprodukte des Elektronenstrahls mit der Probenoberfläche [66]

Zur topografischen Untersuchung der Probenoberfläche werden hauptsächlich die Sekundärelektronen (SE) herangezogen. Diese werden oberflächennahe (wenige nm) mit Energien von wenigen eV emittiert. SE aus tieferen Schichten haben nicht genügend Energie bis zur Oberfläche vorzudringen und die Probe zu verlassen. Sie können nicht detektiert werden, d.h. das durch den Primärstrahl angeregte Volumen ist größer als das durch SE analysierbare.

Zur Untersuchung von Materialverteilungen an der Probenoberfläche werden die rückgestreuten Elektronen (backscattered electrons, BSE) herangezogen. Hierbei handelt es sich um rückgestreute Primärelektronen mit Energien im keV Bereich. Da die Intensität des rückgestreuten Strahls hauptsächlich von der Ordnungszahl des Probenmaterials abhängt, eignen sich die so erzeugten Materialkontrastbilder hervorragend zur Untersuchung von Elementverteilungen an der Probenoberfläche. Die Rückstreuung ist umso höher, je höher die Ordnungszahl des Elementes ist, d.h. Elemente mit hohen Ordnungszahlen erscheinen heller im Materialkontrastbild als Elemente mit niedrigen Ordnungszahlen. Zu beachten ist, dass die Probentopografie die detektierte BSE Intensität beeinflusst (Verkipfung von Flächen hin zum oder weg vom Detektor) und nicht gegebenen Materialkontrast vortäuschen kann. Zum Ausschluss dieser Effekte sollte die Probe entsprechend präpariert werden, z.B. durch Schliff der Probe an Materialinterfaces. Die Auflösung von BSE Bildern ist geringer als die von SE Bildern und liegt bei etwa 1µm. Grund hierfür ist die höhere Elektronenenergie der BSE, was wiederum zu einem höheren Wechselwirkungsvolumen führt.

Als drittes, wichtiges Wechselwirkungsprodukt wird die charakteristische Röntgenstrahlung zur Probenanalyse herangezogen. Diese eignet sich hervorragend zur tatsächlichen Qualifizierung der Probenzusammensetzung am Fokuspunkt an der Probenoberfläche. Charakteristische Röntgenstrahlung wird durch das Herausschlagen von Elektronen aus den inneren Elektronenschalen der Probenatome hervorgerufen. Diese Elektronenlücken werden durch Elektronen aus höheren Schalen aufgefüllt. Die dabei induzierten Übergänge führen zur Emission von Röntgenquanten, deren Energien von der Ordnungszahl des Probenmaterials abhängen. Durch Vergleich der so ermittelten Anregungsspektren der Probe mit materialspezifischen Referenzspektren lässt sich die chemische Zusammensetzung und deren Verlauf mit hoher örtlicher Auflösung quantifizieren. Diese Form der Röntgenanalyse

(unabhängig vom Anregungsmechanismus) lässt sich unter dem Begriff energiedispersive Röntgenfluoreszenzanalyse (EDX) zusammenfassen.

4.2.3 Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)

Die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) beruht, so wie die SEM, auf der Erzeugung, Beschleunigung und Fokussierung eines Elektronenstrahls auf die Probenoberfläche und auf der Auswertung der Wechselwirkungsergebnisse [17]. Hauptunterscheidungsmerkmale zur SEM sind dabei die weit höhere Elektronenstrahlenergie (100 – 400 keV), der höhere Aufwand zur Strahlfokussierung sowie die Auswertung von Beugungsbildern zur Probenanalyse. Wie auch die SEM findet die TEM im Hochvakuum statt. In der TEM wird ein Elektronenstrahl durch eine Elektronenquelle (Filament, FEG) erzeugt und auf Energien bis zu 400keV beschleunigt. Durch magnetische Kondensoren wird der Elektronenstrahl so aufbereitet, dass die Elektronen in einem kleinen Radius senkrecht auf die Probe fallen (siehe Abbildung 4-13).

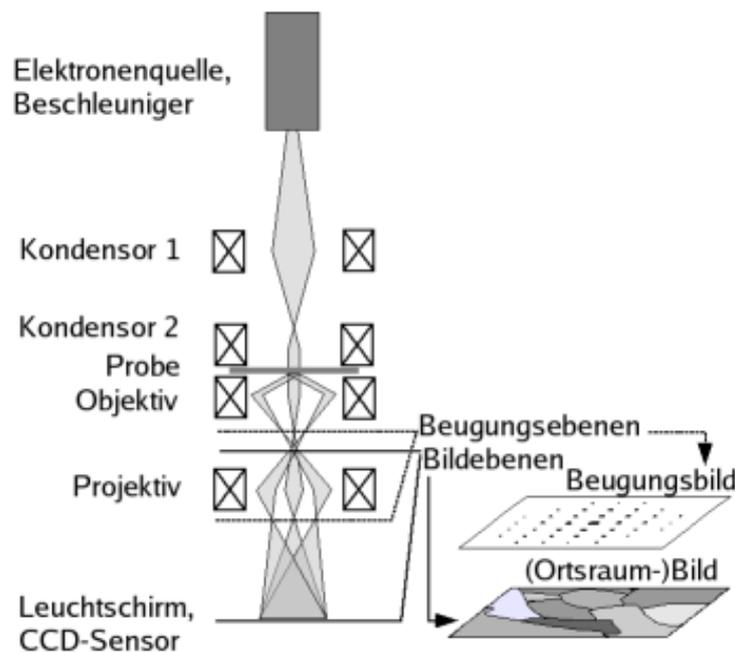


Abbildung 4-13 Übersicht des Strahlengangs eines TEM [67]

In der Probe werden diese Elektronen elastisch und inelastisch an den Probenatomen gestreut. Nach Verlassen der Probe werden die unter demselben Austrittswinkel elastisch gestreuten Elektronen durch die Objektivlinse in deren hinteren Brennebene auf einem Punkt fokussiert. Das so entstandene Zwischenbild wird durch das Projektivlinsensystem weiter vergrößert und

auf den Detektor (Leuchtschirm, Bildsensor mit vorgeschaltetem Elektronen zu Photonen Konverter) gebracht und erzeugen dort das Bild. Die Auflösungen können so bis zu 0,5 Angström erreichen.

Neben den so erzeugten Probenbildern lassen sich mittels Erweiterung des TEM auch chemische Elementanalysen durchführen. Zentraler Mechanismus ist hierbei die inelastische Streuung des Elektronenstrahls an den Probenatomen. Dies führt zum einen zur Anregung von Röntgenübergängen innerhalb der Probenatome, welche mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) ausgewertet werden können, und zum anderen zu einem Energieverlust des Elektronenstrahls, welcher ebenfalls materialspezifisch ist und mittels Electron Energy Loss Spectroscopy (EELS) zur chemischen Elementanalyse herangezogen werden kann (siehe Abschnitt 4.2.3.1).

Im TEM kommen nur die Elektronen zur Auswertung, die die Probe durchdringenden. Dementsprechend dünn (10 – 100 nm) muss die Probe präpariert werden, um ein durchdringen des Elektronenstrahls in ausreichender Intensität zu gewährleisten. Da derartige Dicken nur durch mehrere verschiedenen Schleif- und Polierschritte erzeugbar sind, ist die Probenpräparation für TEM Untersuchungen zeit- und kostenintensiv. Moderne Probenpräparation mittels Focused Ion Beam (FIB) Schnitten ist in weit praktikableren Zeiten durchführbar, bleibt jedoch geräteintensiv.

4.2.3.1 Electron Energy Loss Spectroscopy (EELS)

Bei Electron Energy Loss Spectroscopy (EELS) handelt es sich um ein Messverfahren zur örtlich sehr hoch aufgelösten (bis zu 0,1nm) Bestimmung von Elementkonzentrationen, Kristallstruktur, Elektronenstruktur und Chemie der zu untersuchenden Probe [68]. EELS basiert auf der inelastischen Streuung eines monochromatischen Elektronenstrahls mit den Probenatomen. Mittels Spektrometer wird die Energieverteilung im gestreuten Strahl mit Auflösungen von 100 meV (oder besser) bestimmt [68]. Die Energieverluste im Elektronenstrahl sind charakteristisch für das jeweilige Probenmaterial, d.h. nach Abzug von Bremsstrahlung und Plasmonanregung ermöglichen die aufgezeichneten Energiespektren die Bestimmung der chemischen Zusammensetzung am Ort der Strahl-Probe-Wechselwirkung.

Sehr häufig wird EELS in Kombination mit TEM und STEM eingesetzt. In diesen Fällen spricht man von Transmission EELS. Es wird das Energiespektrum des Elektronenstrahls nach Durchtritt durch die auf 50 – 100 nm dick präparierte Probe bestimmt. Energien des einfallenden Elektronenstrahls sind hierbei etwa 100 – 300 keV. Damit ist EELS neben EDX

ein weiteres Verfahren zur chemischen Elementanalyse in TEM-Geräten. Im Gegensatz zu EDX ist EELS jedoch in der Lage auch leichte Elemente ($Z < 10$) gut sichtbar zu machen.

Die in diesem Kapitel angeführten Analysemethoden wurden im Laufe der Arbeit zur Schichtcharakterisierung und Schichtdickenmessung von planen und granularen Proben herangezogen und zur Kalibrierung der Schichtdickenbestimmung mittels Transmissionsmessung in TFI verwendet. Dabei kamen Profilometrie, SEM und TEM hauptsächlich zur Schichtdickenmessung und EDX und EELS bei der Analytik der Schichten zum Einsatz.

5 Machbarkeitsstudie

Das in Abschnitt 3 entwickelte Verfahren zur Schichtdickenbestimmung sollte im ersten Schritt auf seine praktische Anwendbarkeit überprüft werden. Hierfür wurden metallische Einfachschichten in Stufen- und Rampenform auf planen Glassubstraten hergestellt und ihre Schichtdicken mittels unterschiedlicher Messverfahren bestimmt und verglichen. Die zur Anwendung kommenden Messverfahren waren das in Abschnitt 3 entwickelte Verfahren der Schichtdickenbestimmung mittels optischen Bildsensoren, realisiert in der Messsoftware ThinFilmInspect (TFI), sowie FEG SEM Messungen an im Querschnitt präparierten Proben und taktile Profilometrie.

Als Messgerät zur optischen Schichtdickenbestimmung kam ein Nikon Super CoolScan 9000 ED Diascanner zum Einsatz. Die Auswahl des Nikon Super CoolScan 9000 ED erfolgte nach den in Abschnitt 2.3 festgelegten Kriterien. Der Nikon Super CoolScan 9000 ED ist ein Multiformat-Filmscanner mit 4000 dpi (dots per inch) echter optischer Auflösung. Dies entspricht einer örtlichen Auflösung von $6,35 \mu\text{m}$ je Pixel. Als Lichtquelle dient ein LED Ensemble mit Stabstreuelement. Das LED Ensemble besteht aus LEDs mit Intensitätsmaxima im Rot-, Grün- und Blau-Bereich. Das Spektrum des LED Leuchtelements bei Aktivierung aller LEDs ist Abbildung 5-1 zu entnehmen.

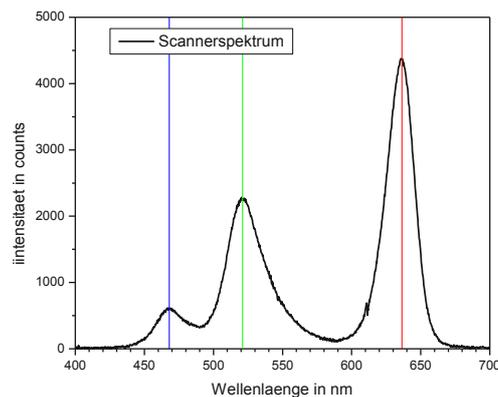


Abbildung 5-1 Spektralverteilung der Lichtquelle des Nikon Super CoolScan 9000 ED

Die Messung der Intensität des transmittierten Lichts erfolgt mittels monochromatischem 3-Zeilen CCD-Sensor. Die Farberzeugung im Scanbild erfolgt durch sequentielles aktivieren der LEDs für den Rot-, Grün- und Blau-Kanal.

5.1 Herstellung planer Einfachschichten mit Schichtdickenverlauf

Zur effizienten Herstellung von Schichten mit variablen Schichtdickenverläufen auf planen Substraten wurden in Zusammenarbeit mit D. Feiertag zwei Substrathalter für den Einsatz in Sputter- und Aufdampfanlagen konstruiert [69]. Der prinzipielle Aufbau dieser Substrathalter ist in Abbildung 5-2 und Abbildung 5-3 ersichtlich.

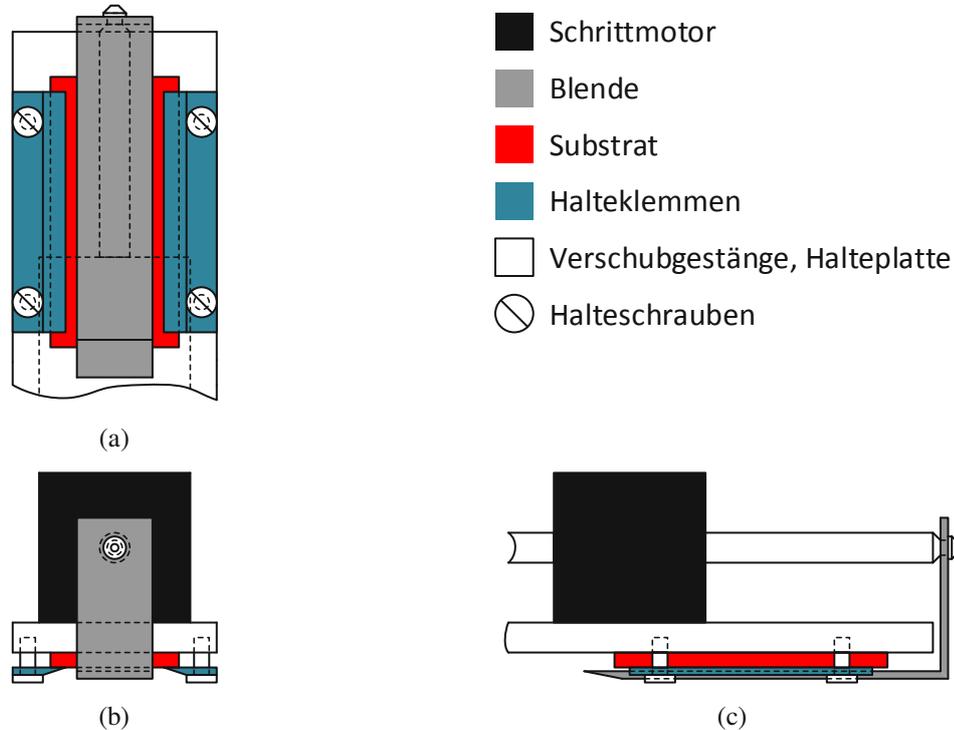


Abbildung 5-2 Prinzipskizze des Substrathalters (a) Draufsicht aus Sicht der Verdampfungsquelle (b) Frontansicht (c) Seitenansicht



Abbildung 5-3 Foto des Substrathalters für die Sputteranlage

In diesen Substrathaltern können plane Substrate mit einer maximal exponierbaren Fläche von ca. $2 \times 2 \text{ cm}^2$ mittels verschraubbarer Halteklemmen befestigt werden. Diese Substratfläche ist durch eine bewegliche Blende abgedeckt. Die Blende lässt sich mittels Schrittmotor feinstufig (Minimalvorschub bei den verwendeten Schrittmotoren ist $3 \mu\text{m}$) bewegen. Der

Schrittmotor selbst ist am Substrathalter befestigt, d.h. er befindet sich innerhalb der Vakuumkammer. Es ist daher bei der Wahl des Schrittmotors auf die Vakuumtauglichkeit des Schrittmotors zu achten. Es wurden Haydon Kerk Schrittmotoren eingesetzt (Aufdampfanlage: Haydon Kerk Serie 35000, 35H4R-05-925; Sputteranlage: Haydon Kerk Serie 21000, 21H4AE-2.5-912; siehe Anhang C). Die Spannungsversorgung und Steuerleitungen des Schrittmotors werden über das Substrathaltergestänge und eine Vakuumschleuse nach außen geführt und mit einer programmierbaren Treiberstufe verbunden. Als Treiberstufe wurde eine Schrittmotorsteuerung von LAM Technologies (DS3041, siehe Anhang C) gewählt. Diese Treiberstufe ist über eine USB-Schnittstelle (UDP30, LAM Technologies) programmierbar. Der Gesamtaufbau ist in Abbildung 5-4 dargestellt.

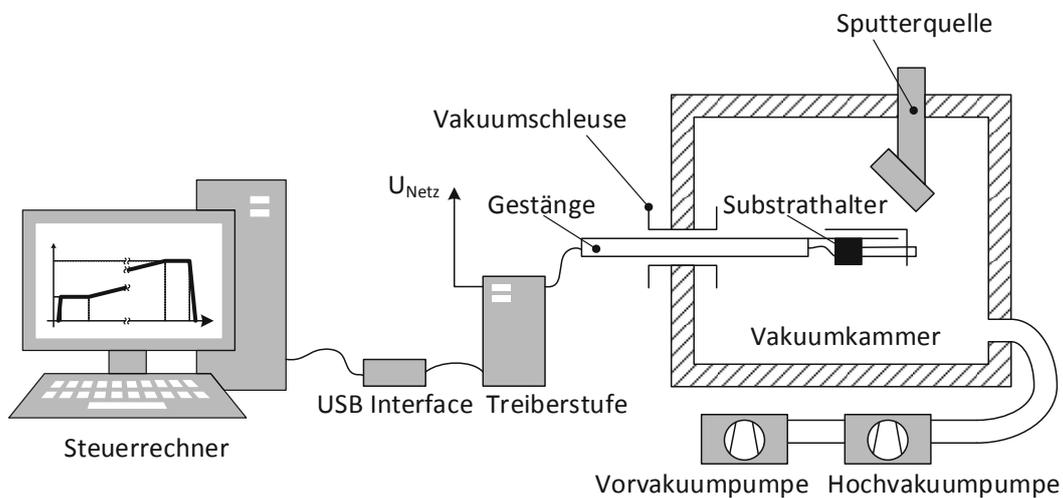


Abbildung 5-4 Skizze der Vakuumkammer mit Substrathalter, Vakuumdurchführung, Treiberstufe, USB Interface und PC

Damit ist es möglich über die Variation des Blendenvorschubes und der Blendenposition eine Vielzahl von Schichtdickenprofilen zu erzeugen (siehe Abschnitt 5.2.3).

Zur Verwendung desselben Substrathalters in der Aufdampfanlage, wurde die Halterung leicht modifiziert. Es wurde auf das Gestänge verzichtet und der Substrathalter fix in der Aufdampfkammer montiert. Die Zuleitungen wurden über eine elektrische Durchführung nach außen geführt. Treiberstufe und Ansteuerung blieben dabei gleich.

5.1.1 Programmierung der Treiberstufe

Die Programmierung der Schrittmotor-Treiberstufe erfolgte über das USB Interface mittels der Software UDP Commander. Es wurden Programme zur Erzeugung von zwei verschiedenen Schichtdickenprofilen entwickelt.

Ein Programm diente zum Erzeugen von "Stufenproben". Die Blende wird mit maximal möglichem Vorschub bewegt und nach Erreichen einer einstellbaren Blendenposition für eine einstellbare Zeit gestoppt. Nach Ablauf dieser Zeit wird die Blende wieder mit maximalem Vorschub zur nächsten Position verschoben, usw. Ist die Endposition der Blende erreicht, wird diese wieder mit Maximalvorschub vor das Substrat geschoben. Bei konstanter Beschichtungsrate über die Substratoberfläche entsteht so eine stufenförmige Materialschicht am Substrat und somit auch Flächen konstanter Schichtdicke. Die Stufenform bietet die Möglichkeit effizient und rasch eine Vielzahl von Schichtdicken zu generieren die sich leicht und reproduzierbar einer Schichtdickenmessung unterziehen lassen können. Besonders für die taktile Profilometrie erweist sich die Stufenform bei entsprechender Präparation der Schichtaußenkanten als vorteilhaft, da die Kanten so am einfachsten zugänglich sind. Durch den endlichen Maximalvorschub des Schrittmotors ist der Übergang zwischen den Stufen leicht verschmiert.

Die zweite Profilvariante ist die Erzeugung von Rampenproben. Die Blende wird mit konstanter Geschwindigkeit während der Beschichtung über das Substrat bewegt und bei Erreichen der Endposition wieder maximal schnell über das Substrat geschoben. Dadurch entsteht bei (räumlich und zeitlich) konstanter Beschichtungsrate eine rampenförmige Schicht mit maximaler Schichtdicke am Startpunkt der Blende. Die Steigung der Rampe kann über Vorschub und Beschichtungsrate eingestellt werden. Selbstverständlich ist eine Kombination der Schichtdickenprofile möglich. Es muss lediglich die Treiberstufe umprogrammiert werden. Dies ist bei geschlossener Beschichtungskammer möglich, d.h. diese muss nicht belüftet und neu evakuiert werden.

5.2 Bestimmung der Messwellenlängen als Systemparameter

Wie in Abschnitt 3.1.1 dargestellt, ist aufgrund der Abhängigkeit des Brechungsindex von der Lichtwellenlänge die Kenntnis der Messwellenlängen des Sensorsystems zur Dickenmessungen mittels Bildsensoren notwendig. Die Bestimmung dieser Messwellenlängen wird mit Hilfe von Transmissionsmessung an rampenförmigen Fabry-Pérot-Interferenzfiltern im Sensorsystem realisiert.

5.2.1 Fabry-Pérot-Interferenzfilter

Interferenzfilter sind optische Resonatoren, welche den Spektralbereich des reflektierten bzw. transmittierten Lichts einschränken. Sie beruhen im Wesentlichen auf Amplitudeninterferenz. Das Fabry-Pérot-Interferenzfilter stellt dabei den Spezialfall eines nicht durchstimmbaren (d.h. mit unveränderbarem Spiegelabstand) Fabry-Pérot-Interferometers dar. Der prinzipielle Aufbau eines Fabry-Pérot-Interferenzfilters ist in Abbildung 5-5 dargestellt.

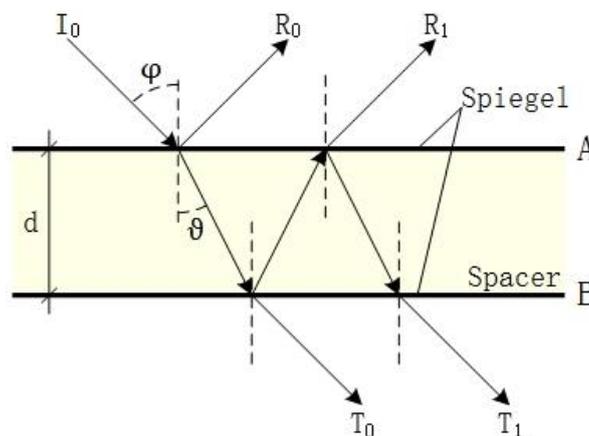


Abbildung 5-5 Prinzipieller Strahlengang innerhalb eines Fabry-Pérot-Interferenzfilters

Es besteht aus zwei halbdurchlässigen Spiegelschichten, welche durch eine Spacerschicht aus transparentem Material auf einem festgelegten Abstand d gehalten werden.

Der einfallende Strahl wird durch den ersten halbdurchlässigen Spiegel in zwei Teilstrahlen zerlegt. Diese Teilstrahlen durchlaufen unterschiedlich lange Wegstrecken bevor sie wieder an einem Schirm oder Sensor zur Interferenz gebracht werden. Das Auftreten von Interferenzerscheinungen ist von der Lichtwellenlänge λ , der Wegdifferenz der Teilstrahlen Δ aber auch von der Kohärenzzeit τ der verwendeten Lichtquelle abhängig. Für alle weiteren Überlegungen ist die Kohärenzlänge $l = c \cdot \tau$ groß gegenüber der Wegdifferenz Δ .

Die Herstellung erfolgt meist durch Aufbringen einer Spiegelschicht auf einem dicken, transparenten Substrat (z.B. Glas) und nachfolgendem Aufbringen der Spacerschicht (z.B. durch Aufdampfen oder Sputtern). Die Herstellung des Interferenzfilters wird durch das Aufbringen der zweiten Spiegelschicht abgeschlossen.

Die mathematische Beschreibung des Auftretens von Interferenzmaxima kann einfach über das Snelliussche Brechungsgesetz (siehe Gleichung (3-16)) erfolgen. Ein das Interferenzfilter unter dem Winkel φ treffender Lichtstrahl wird an der ersten Spiegeloberfläche A sowohl reflektiert, als auch transmittiert, d.h. es erfolgt eine Strahlteilung. An Zeit und Ort der Strahlteilung besteht eine feste Phasenbeziehung zwischen den beiden Teilstrahlen. Der transmittierte Teilstrahl durchläuft die Spacerschicht mit reellem Brechungsindex n unter dem Winkel ϑ . Beim Auftreffen auf die zweite Spiegelfläche kommt es wieder zur Strahlteilung mit fester Phasenbeziehung. Der nun in die Spacerschicht reflektierte Strahl wird nochmals an Spiegelfläche A reflektiert und an Spiegelfläche B transmittiert. Es wird der Fall schwacher Reflexion betrachtet, d.h. Mehrfachreflexion in der Spacerschicht wird nicht berücksichtigt.

Die transmittierten Teilstrahlen werden auf der Rückseite des Filters zur Interferenz gebracht. Die Wegdifferenz Δ zwei benachbarter Teilstrahlen beträgt

$$\Delta = \frac{2nd}{\cos \vartheta}. \quad (5-1)$$

Durch die feste Phasenbeziehung zwischen den Teilstrahlen zum Zeitpunkt der Strahlteilung und unter Berücksichtigung des Kohärenzkriteriums lassen sich Interferenzerscheinungen im Spektrum des transmittierten Lichts in Abhängigkeit der Spacerdicke d beobachten. Für das Auftreten eines Interferenzmaximums bei der Wellenlänge λ lässt sich folgender Zusammenhang herleiten:

$$\frac{2nd}{\cos \vartheta} = k\lambda, \quad (5-2)$$

mit

- n ... Brechungsindex der Spacerschicht,
- d ... Dicke der Spacerschicht (Spiegelabstand),
- ϑ ... Strahlwinkel zum Lot gemessen,
- k ... Ordnung des Interferenzmaximums,
- λ ... Wellenlänge bei der das Interferenzmaximum beobachtet wird.

Gleichung (5-2) gilt auch für die reflektierten Teilstrahlen. Durch das genaue Festlegen der Dicke der Spacerschicht während des Herstellungsprozesses, lässt sich so ein optischer Bandpass erzeugen, der nur in einem engen Wellenlängenbereich um das Interferenzmaximum Transmission ermöglicht, während weiter entfernte Wellenlängen unterdrückt werden. Die Breite dieses Durchlassbereiches und das Verhältnis der transmittierten zur unterdrückten Intensität legen die Güte des Bandpasses fest. Das Intensitätsverhältnis ist vom Reflexionsgrad der Metallschichten abhängig. D.h. je höher die Reflektivität der Spiegelschichten und je geringer die Absorption der Spacerschicht ist, umso mehr Teilstrahlen können zur Interferenz gebracht werden und umso schärfer stellen sich die Interferenzmaxima dar. Dies wird über die Finesse F charakterisiert [7, S. 181].

5.2.2 Zusammenwirken von Fabry-Pérot-Interferenzfilter im Strahlengang mit der Farbgewinnung am Bildsensor

Ein digitales Graustufenbild enthält wellenlängenabhängige Intensitätsinformation in den drei Farbkanälen. Die Gewinnung der Farbinformation und die Zuordnung des jeweiligen Spektralbereichs zum Farbkanal kann auf verschiedene Weise erfolgen (siehe Abschnitt 2.3.3). Jedem der Farbkanäle wird im Zuge der Modellbildung (siehe Abschnitt 3.2.2) eine einzige, repräsentative Messwellenlänge zugeordnet. Diese Messwellenlängen stellen den im jeweiligen Farbkanal erfassten Spektralbereich dar. Wie diese Zuordnung messtechnisch realisiert ist, wird im Weiteren nicht betrachtet, sondern das bildgebende System in dieser Hinsicht als Black Box angesehen. In Abbildung 5-6 ist schematisch die Farbgewinnung am Bildsensor dargestellt.

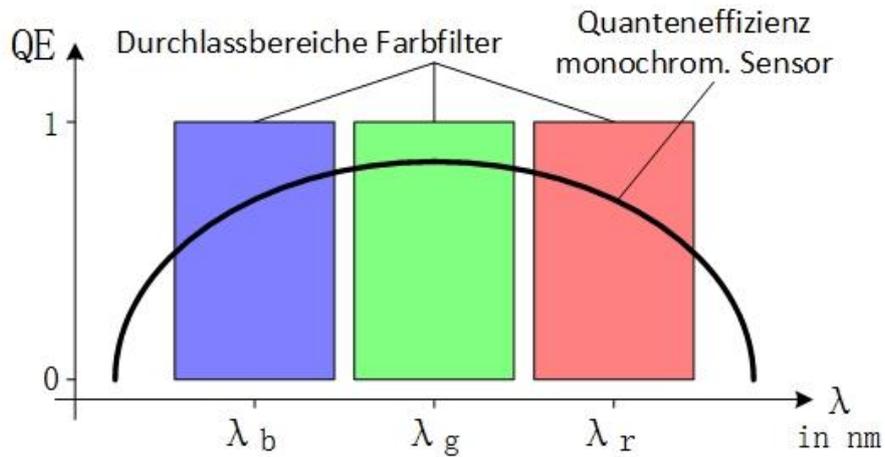


Abbildung 5-6 Schematische Darstellung der Farbgewinnung am Bildsensor anhand der wellenlängenabhängigen Quanteneffizienz (QE) und der spektralen Breite der Farbfilter

Der Bildsensor besitzt eine wellenlängenabhängige Quanteneffizienz (QE, erzeugte Ladungsmenge je einfallendem Photon). Die messbaren Ladungspakete stellen jedoch ein Integral über die gesamte spektrale Empfindlichkeit des Sensors dar und besitzen keine Spektralinformation mehr, d.h. die durch die Sensorzellen erzeugten Graustufenbilder sind monochrom. Zur Gewinnung von Spektralinformation wird der detektierte Wellenlängenbereich stark eingeschränkt, z.B. durch das Vorschalten von Farbfiltern. Diese Wellenlängenbereiche sind den Farbkanälen in den Graustufenbildern zugeordnet. Die Messwellenlängen des Bildsensors sind jene Wellenlängen, die diesen Spektralbereich am besten nähern.

Wie in Abschnitt 5.2.1 dargestellt, besitzen Fabry-Pérot-Interferenzfilter einen engen spektralen Durchlassbereich und fungieren als optischer Bandpass. Wird eine Transmissionsmessung an einem Fabry-Pérot-Filter mittels Bildsensor durchgeführt, so kommt es zu einer Überlagerung der Durchlassbereiche des Interferenzfilters und der Spektralbereiche der Farbkanäle. Eine solche Überlagerung ist in Abbildung 5-7 dargestellt.

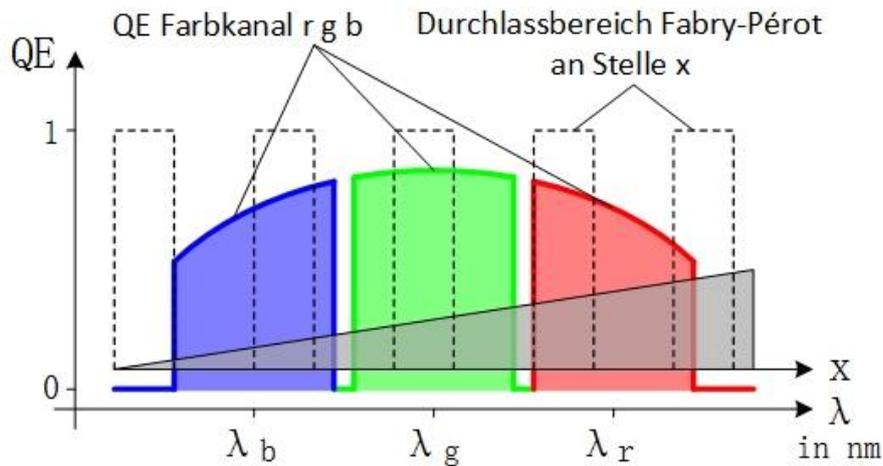


Abbildung 5-7 Überlagerung der Durchlassbereiche eines rampenförmigen Fabry-Pérot-Filters und der Spektralbereiche der einzelnen Farbkanäle

Der spektrale Durchlassbereich des Fabry-Pérot-Filters ist linear abhängig von der Schichtdicke der Spacerschicht des Filters (siehe Gleichung (5-2)). Durch Realisierung einer rampenförmigen Spacerschicht (rampenförmiges Filter) kann einem Ort x am Filter eine Durchlasswellenlänge λ zugewiesen werden. Die Transmission dieses rampenförmigen Fabry-Pérot-Interferenzfilters wird mittels Bildsensor vermessen. Durch die Rampenform kann nun die örtliche Auflösung des Bildsensors direkt zur spektralen Analyse verwendet werden. Durch ansteigende Schichtdicke der Spacerschicht im Filter durchwandert (bei richtiger Wahl der Beschichtungsparameter) der Durchlassbereich des Fabry-Pérot-Filters kontinuierlich die Spektralbereiche der Farbkanäle. Liegt der Durchlassbereich des Filters neben dem Spektralbereich eines Farbkanales, so wird im Farbkanal keine bzw. minimale Intensität gemessen. Liegt der Durchlassbereich des Filters jedoch vollständig innerhalb des Spektralbereiches des Farbkanals, so ist die gemessene Intensität maximal. Daraus ergibt sich im erzeugten Graustufenbild ein Intensitätsverlauf in Rampenrichtung mit ausgeprägten Maxima bei Übereinstimmung der Farbkanalspektralbereiche mit den Fabry-Pérot-Durchlassbereichen (siehe Abbildung 5-8, Abbildung 5-9, Abbildung 5-10).

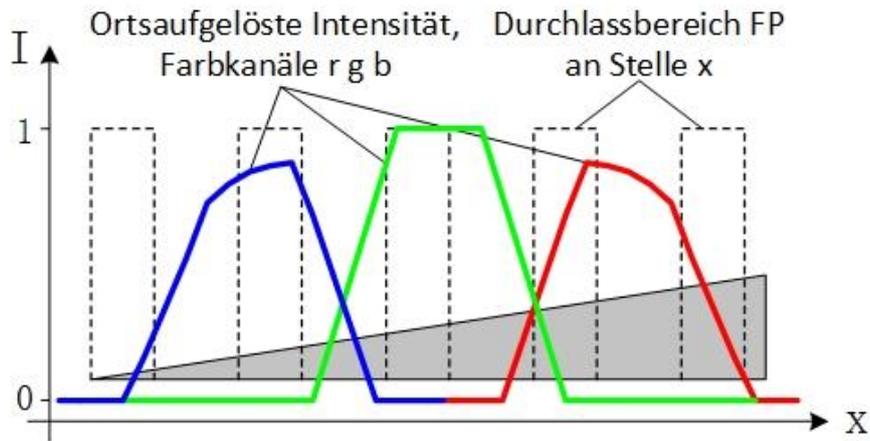


Abbildung 5-8 Ortsaufgelöster Intensitätsverlauf in den einzelnen Farbkanälen bei Transmissionsmessung an einem rampenförmigen Fabry-Pérot-Interferenzfilter

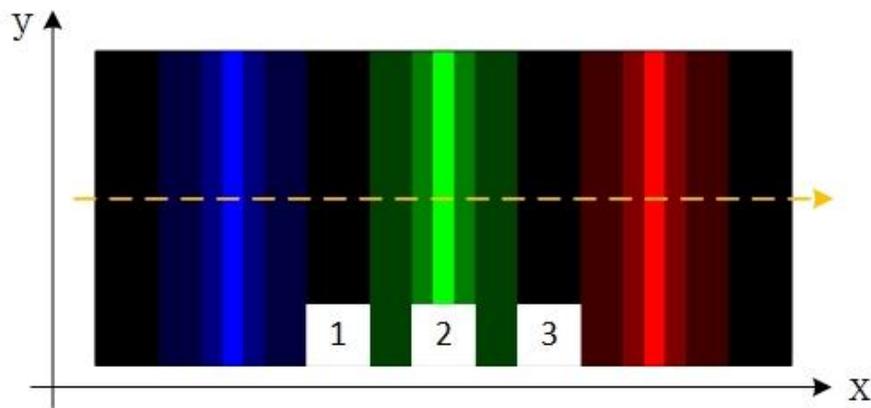


Abbildung 5-9 Schematische Darstellung des idealen Aussehens eines Graustufenbildes bei Transmissionsmessung an einem rampenförmigen Fabry-Pérot-Filter mittels 3-Kanal-Bildsensor. Die drei Maxima in den Farbkanälen sind räumlich völlig separiert (die in Abbildung 5-12 - Abbildung 5-14 dargestellten Transmissionen entsprechen den Transmissionen an den Positionen 1 - 3).

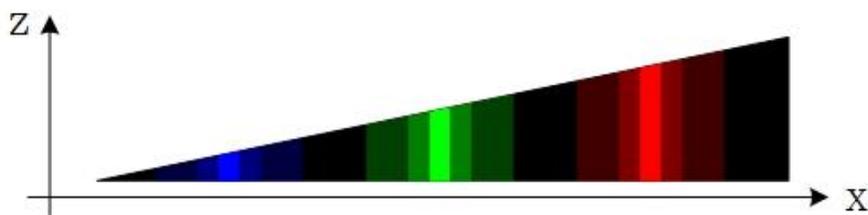


Abbildung 5-10 Schematische Darstellung des Dickenverlaufs der Spacerschicht des rampenförmigen Fabry-Pérot-Filters. Farbmaxima der Farbkanäle sind hier nur als Markierung eingezeichnet, sie sind in realen Proben nicht zu sehen.

Die Stellen maximaler Intensität in derart erzeugten Graustufenbildern werden als bestmögliche Übereinstimmung der Durchlasswellenlänge des Fabry-Pérot-Filters an der Stelle x und des Spektralbereiches des jeweiligen Farbkanals interpretiert.

Konkreter wird im Folgenden ein Fabry-Pérot-Filter mit Spiegelschichten aus Ag und einer Spacerschicht aus MgF_2 betrachtet. Die Transmission eines derartigen Fabry-Pérot-Filters folgt schematisch dem in Abbildung 5-11 dargestellten Transmissionsverlauf, wobei die gezeigten Maxima bei unterschiedlicher Spacerdicke d auftreten.

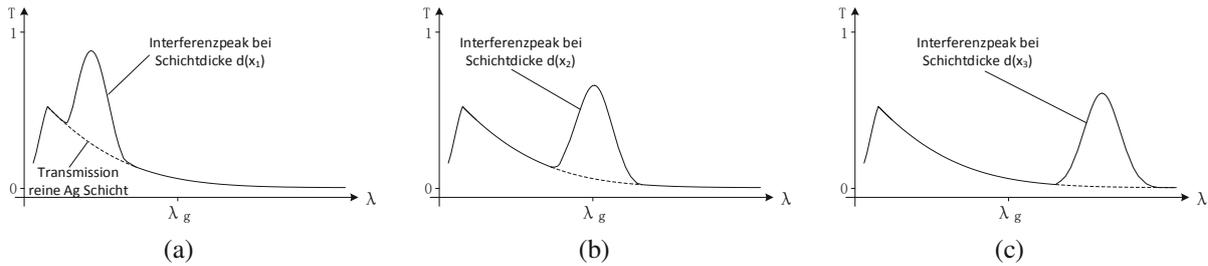


Abbildung 5-11 Schematische Darstellung des Transmissionspektrums eines rampenförmigen Fabry-Pérot-Interferenzfilters an drei verschiedenen Positionen (a,b,c) am Filter. Die Spacerdicke d steigt von Position x_1 hin zu Position x_3 linear an

Die drei in Abbildung 5-11 eingezeichneten Maxima entsprechen den jeweiligen Maxima der Transmission bei einer bestimmten Dicke d der Spacerschicht. Je Schichtdicke d ist jeweils nur ein Maximum gegeben, mit steigender Schichtdicke der Rampe läuft der Transmissionsbereich von niedrigen zu höheren Wellenlängen. Durch die Rampenform des Interferenzfilters ist die Schichtdicke d linear mit der Position x an der Filteroberfläche verknüpft. Wird das Interferenzfilter gescannt (d.h. einer Transmissionsmessung mittels digitalem Bildsensor unterzogen), kommt es je nach lateraler Filterposition zu einer Überlagerung des Filter-Durchlassbereiches mit den Durchlassbereichen der Farbkanäle, schematisch dargestellt für den Grün-Kanal in Abbildung 5-12 bis Abbildung 5-14.

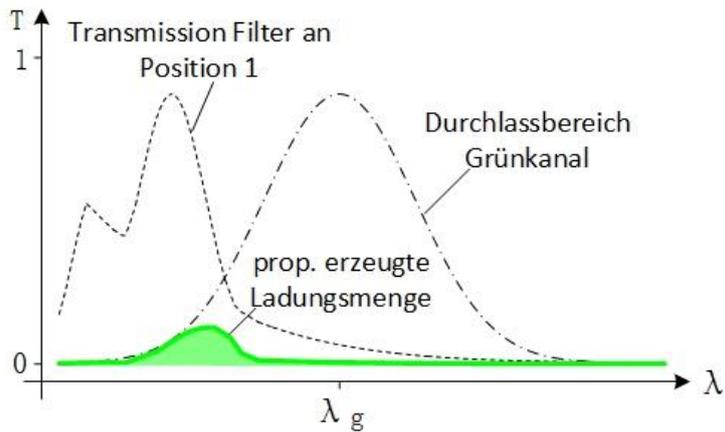


Abbildung 5-12 Überlagerung der Durchlassbereiche des Fabry-Pérot-Filters an Position 1 (siehe Abbildung 5-9) und des Spektralbereiches des Grün-Kanals

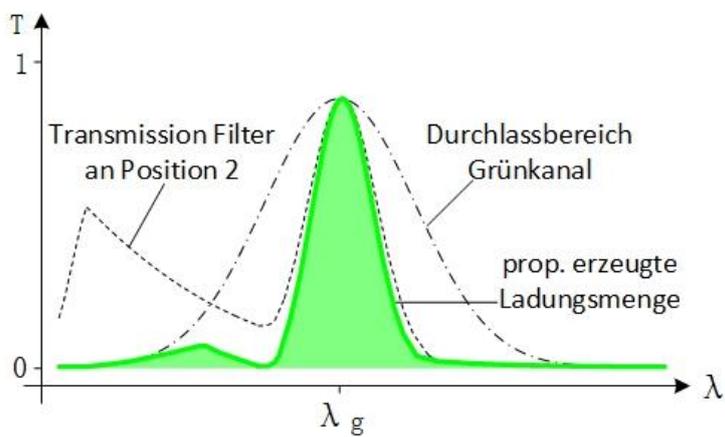


Abbildung 5-13 Überlagerung der Durchlassbereiche des Fabry-Pérot-Filters an Position 2 (siehe Abbildung 5-9) und des Spektralbereiches des Grün-Kanals

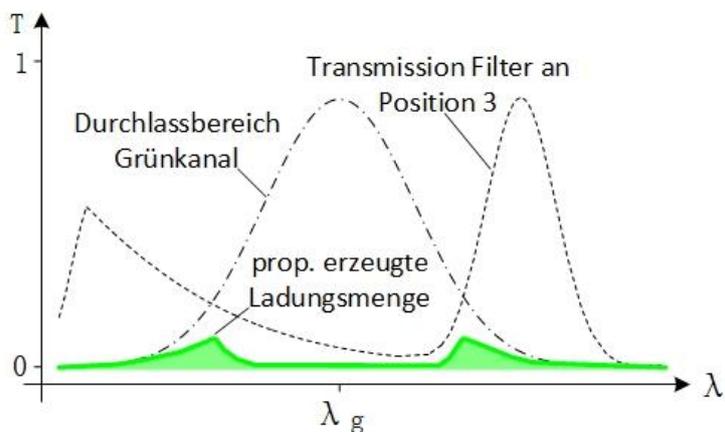


Abbildung 5-14 Überlagerung der Durchlassbereiche des Fabry-Pérot-Filters an Position 3 (siehe Abbildung 5-9) und des Spektralbereiches des Grün-Kanals

Die geringe Überlagerung der Durchlassbereiche in Abbildung 5-12 und Abbildung 5-14 führt zu einer geringen erzeugten Ladungsmenge in der Sensorzelle. Die Ladungsmenge ist proportional zum Integral der Produktkurve. Die maximale Überschneidung, dargestellt in Abbildung 5-13, führt zur maximal erzeugten Ladungsmenge in der Sensorzelle. Dieser Verlauf der Überlagerung ist im Verlauf der Helligkeitskurve im Probenbild zu erkennen (siehe Abbildung 5-15).

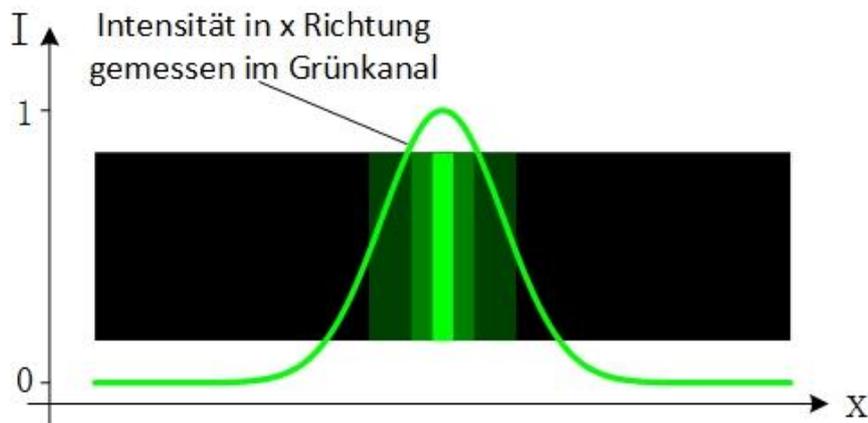


Abbildung 5-15 Schematische Darstellung der in x Richtung gemessenen Intensität im Grün-Kanal des Bildsensors.

An der Stelle der maximalen Überlagerung des Durchlassbereichs des Fabry-Pérot-Filters und des Spektralbereichs des Grün-Kanals ist die gemessene Intensität ebenfalls maximal. Aus Kenntnis der x Position des Intensitätsmaximums im Graustufenbild und des Spektralverlaufs der Rampenprobe in x Richtung kann jedem Farbkanal eines Messsystems eine Messwellenlänge zugeordnet werden.

5.2.3 Herstellung rampenförmiger Fabry-Pérot-Interferenzfilter

Zur Bestimmung der Messwellenlängen wurden rampenförmige Fabry-Pérot-Interferenzfilter hergestellt. Der lineare Anstieg der Schichtdicke der Spacerschicht am Fabry-Pérot-Filter erlaubt ein Durchstimmen der Durchlasswellenlänge des Rampenfilters und des Farbfilters des Bildsensors abhängig von der Lateralposition (siehe Abschnitt 5.2.1).

Die Herstellung derartiger Filter erfolgte in einem mehrstufigen Beschichtungsverfahren, durchgeführt mit der am Institut für Festkörperphysik (Arbeitsgruppe Dünne Schichten) vorhandenen Aufdampfanlage unter Zuhilfenahme des unter Kapitel 5.1 beschriebenen Substrathalters. Die Aufdampfanlage besitzt zwei separat ansteuerbare Quellen. Damit ist das Aufdampfen der Spiegelschichten und der Spacerschicht in einem Evakuierungszyklus

möglich. Die Beschichtungsraten können während der Beschichtung in situ mittels Schwingquarz bestimmt werden.

Nach Einbringen des Glassubstrates in die Aufdampfanlage und nachfolgendem Evakuieren, wurde am Glassubstrat zuerst die erste halbdurchlässige Spiegelschicht aufgebracht. Das Spiegelmaterial war Ag mit einer Zielschichtdicke von 20 – 25 nm. Während der Spiegelbeschichtung war der Shutter am Substrathalter vollständig geöffnet.

Anschließend wurde die aus MgF_2 bestehende Spacerschicht aufgebracht. Hierzu wurde vor dem Erhitzen der MgF_2 Quelle der Shutter vollständig geschlossen. Nach Erreichen der MgF_2 Sollrate wurde mit dem Rampenprogramm des Shutters (siehe Abschnitt 5.1.1) gestartet. Der Shutter wurde mit Maximalvorschub aus der Endposition C in die Stufenposition B bewegt. Hier verweilte der Shutter die Zeit t_c , um eine Referenzstufe zu erzeugen. Nach Ablauf von t_c wurde der Shutter zur Erzeugung der Rampe mit endlichem Vorschub zur Rampenendposition A bewegt. Dort wurde er die Zeitdauer t_a gehalten, um eine Offsetschicht aufzutragen. Nach Ablauf von t_a wurde der Shutter wieder mit Maximalvorschub an Stelle C bewegt, um die Rampenerzeugung abzuschließen. Diese Bewegung ist Anhand des Positionsprofils in Abbildung 5-16 und schematisch in Tabelle 5-1 dargestellt.

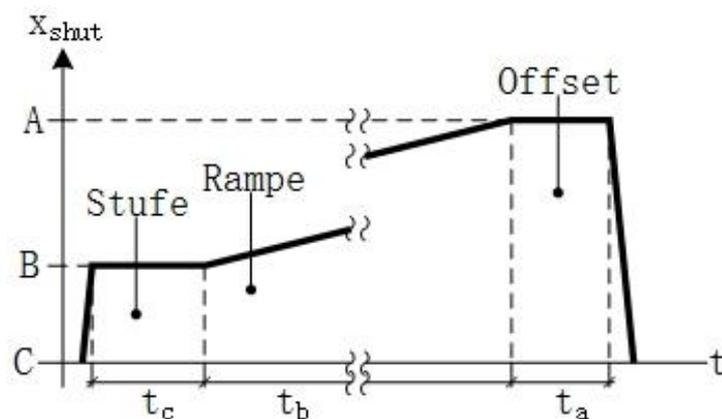


Abbildung 5-16 Profil der Shutterposition als Funktion der Zeit während der Rampenbeschichtung

Zeitpunkt	Verfahrensschritt	Shutterbewegung
0	Bewege Shutter zu Position B mit Maximalvorschub v_{\max} ($dt_1 = \frac{\overline{CB}}{v_{\max}}$)	
dt_1	Warte t_c Bewege Shutter zu Position A mit Rampenvorschub v_{ramp} ($t_b = \frac{\overline{BA}}{v_{ramp}}$)	
$dt_1 + t_c + t_b$	Warte t_a Bewege Shutter zu Position C mit Maximalvorschub v_{\max} ($dt_2 = \frac{\overline{AC}}{v_{\max}}$)	
$dt_1 + t_c + t_b + t_a + dt_2$		

Tabelle 5-1 Schematische Übersicht der Shutterposition während der Rampenbeschichtung

Die Abscheiderate in Sputter- oder Aufdampfanlagen ist aufgrund der geometrischen Eigenschaften des Abscheidegesetzes nicht räumlich konstant [70 S.26 – S.36]. Aufgrund des großen Abstandes des Substrates von der Sputterquelle (ca. 30 cm) im Verhältnis zur kleinen Dimension des Substrates (ca. 2x2 cm²) kann die Abscheiderate am Substrat aber als konstant angesehen werden. Das Verschieben des Shutters (außerhalb der Rampenbewegung) erfolgte mit größtmöglicher Geschwindigkeit (ca. 60mm/sec, siehe Anhang C). Die damit erzielten Bewegungszeiten sind vernachlässigbar klein gegenüber den Stehzeiten des Shutters an den fest vorgegebenen Kantenpositionen. Anschließend wurde die Spacerschicht nochmals mit einer 20 – 25 nm dicken Ag Spiegelschicht versiegelt. Das derart erzeugte Schichtprofil ist schematisch in Abbildung 5-17 dargestellt.

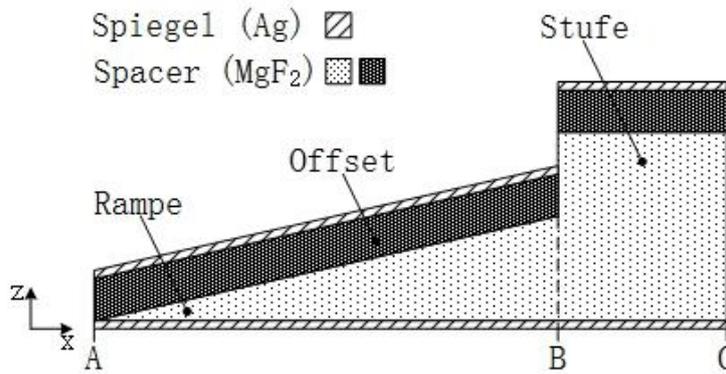


Abbildung 5-17 Schematische Darstellung des Schichtprofils der erzeugten Fabry-Pérot Interferenzfilter

Die zuerst erzeugte Referenzstufe wurde als Referenz zur genauen lateralen Positionsbestimmung auf der Filteroberfläche herangezogen. Um in den Graustufenbildern der Proben eine möglichst hohe Ortsauflösung der Interferenzmaxima zu erhalten, wurde der Vorschub des Shutters so eingestellt, dass die Interferenzmaxima erster Ordnung auf eine Länge von ca. 2 cm ausgedehnt wurden. Die nachträglich aufgebrachte Offsetschicht diente zur Verschiebung der ersten Interferenzmaxima in die Mitte des Rampenbereiches (siehe Abbildung 5-18). Die derart hergestellten Schichtprofile ermöglichten eine effiziente und möglichst exakte Bestimmung der Interferenzspektren an gegebener Lateralposition auf der Filteroberfläche.

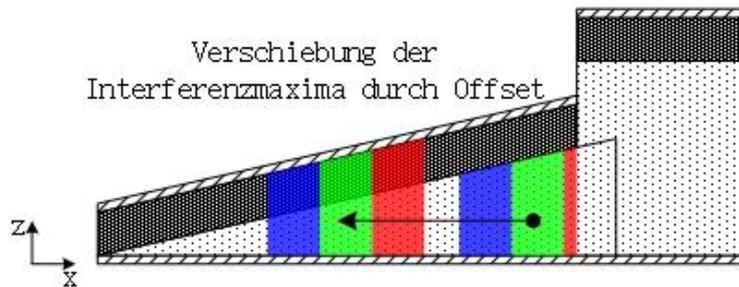


Abbildung 5-18 Verschiebung der Interferenzmaxima in die Mitte der Rampe durch die Offsetschicht

5.2.4 Gescannte Fabry-Pérot-Interferenzfilter und orts aufgelöste Spektralanalyse

Die in Abschnitt 5.2.3 erzeugten Fabry-Pérot-Filter wurden mit dem Scanner Nikon Super CoolScan 9000 ED eingescannt. Wie in Abschnitt 5.2.2 beschrieben, wurden ortsabhängige Maxima in den Graustufenwerten der RGB Kanäle erwartet, während die Intensität dazwischen verschwinden sollten. Bei Maxima höherer Ordnung überschneiden sich die Durchlassbereiche der Farbkanäle teilweise, d.h. die Farben Rot, Grün und Blau waren nicht mehr scharf separiert, die Helligkeitsmaxima in den einzelnen Farbkanälen sind jedoch trotzdem deutlich erkennbar (siehe Abbildung 5-19).

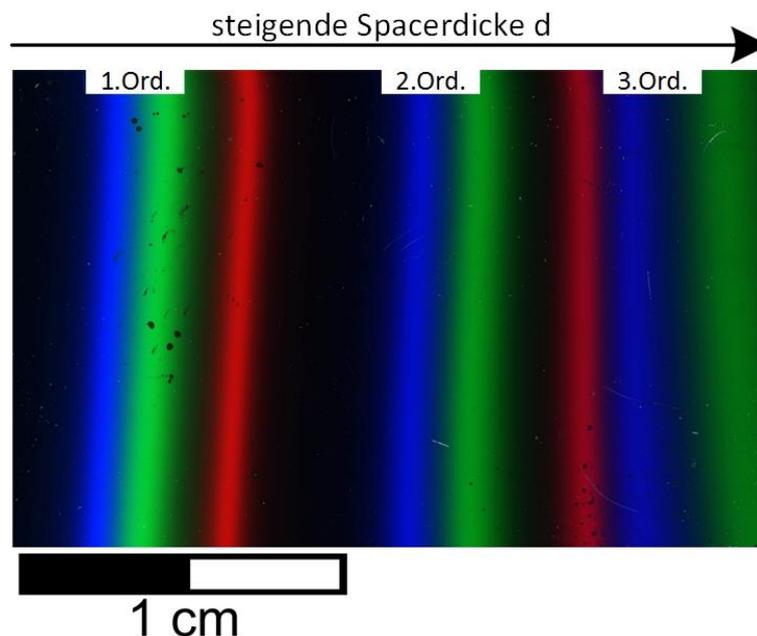


Abbildung 5-19 Transmissionsbild eines rampenförmigem Fabry-Pérot-Filters, gescannt mit Nikon Super CoolScan 9000 ED; Die Maxima in den Farbkanälen sind deutlich sichtbar

Die spektrale Analyse erfolgte durch Erfassung von Transmissionsspektren mittels einem Spektrometer der Firma Ocean Optics (UV/VIS/IR - Spektrometer HR4000, siehe Anhang C) unterstützt durch die Software Spektra Suite. Als Lichtquelle kam eine Deuterium / Halogen Kombinationslampe (DT-MINI-2_GS, siehe Anhang C) zum Einsatz. Um eine präzise Ortsauflösung zu erzielen, wurde ein Probenhalter konstruiert, welcher die Probe mittels Schrittmotor (Haydon Kerk Serie 35000; 35H4R-05-925) in Richtung des Rampengradienten verschieben konnte. Die Ansteuerung des Schrittmotors erfolgt wie in Abschnitt 5.1 beschrieben über eine programmierbare Treiberstufe der Firma LAM Technologies. Der Probenhalter wurde zusammen mit dem Stativ des Spektrometers fix auf einer Halteplatte

montiert. Die Montage erfolgte so, dass zu vermessende Proben durch den Schrittmotor normal zur Strahlrichtung in den Messbereich zwischen den beiden Stativen verschoben werden konnten (siehe Abbildung 5-20).

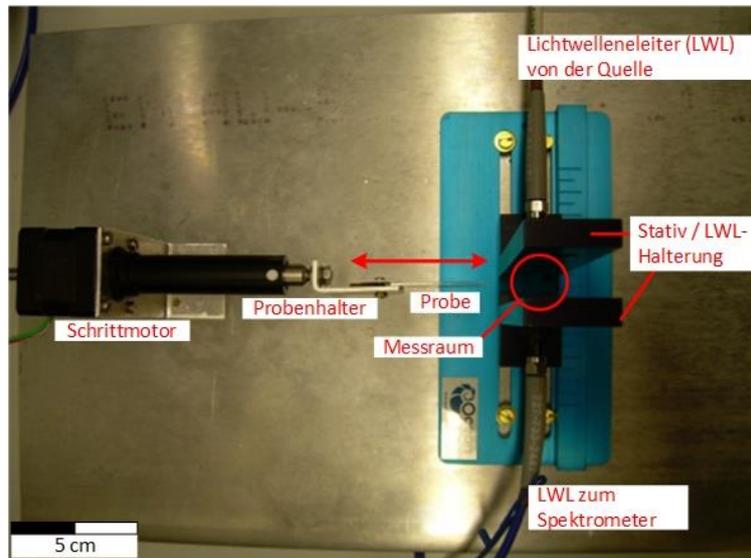


Abbildung 5-20 Messaufbau zur ortsaufgelösten Spektralanalyse; Schrittmotor und Spektrometerstative sind fest auf der Messplatte montiert

Das zu vermessende Interferenzfilter wurde mittels Schrittmotor im Messbereich verschoben. Das von der Lichtquelle emittierte Licht wurde mittels Lichtwellenleiter normal zur Probenoberfläche auf die Probe gebracht, während der transmittierte Anteil mittels Lichtwellenleiter zum Spektrometer weitergeleitet wurde. Mit der Messsoftware wurden vor der Messung Hell- und Dunkel-Spektren aufgezeichnet und als Referenzen zum Streulicht- und Dunkelstromabgleich der Transmissionsmessung herangezogen. Die Messungen wurden in Zusammenarbeit mit M. Smolle durchgeführt [71].

5.2.5 Ergebnisse der ortsaufgelösten Spektralanalyse des Interferenzfilters

Die ortsaufgelöste Spektralanalyse am Filter erfolgte in drei Serien (S1 – S3) in einem äquidistanten Messraster von 1,15 mm, beginnend mit der Stufenkante der Referenzstufe (siehe Abbildung 5-21). Die Schichtdicken des in Abbildung 5-21 gezeigten Interferenzfilters ergeben sich aus nominell den gewählten Beschichtungsparametern (Aufdampfzeiten, Vorschubgeschwindigkeiten) zu: $d_{\text{Spiegel}} = 18\text{nm}$, $d_{\text{Rampe}_{\text{min}}} = 37,5\text{nm}$, $d_{\text{Rampe}_{\text{max}}} = 190\text{nm}$.

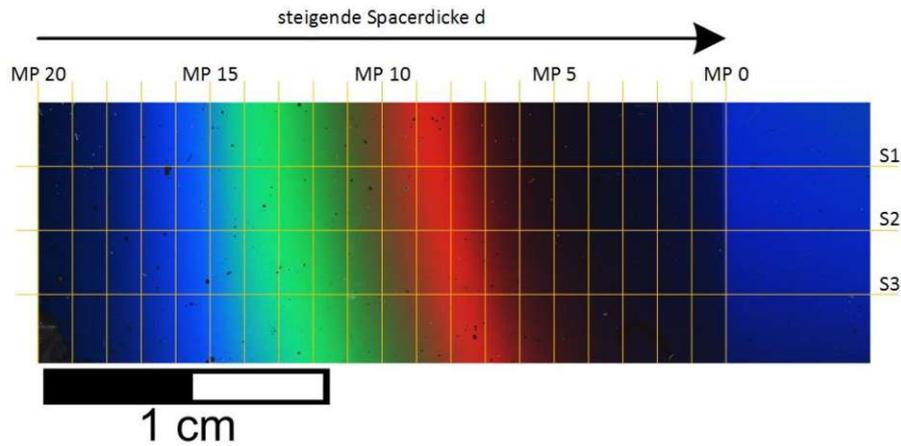


Abbildung 5-21 Rampenförmiges Fabry-Pérot-Interferenzfilter gescannt mit Nikon Super CoolScan 9000 ED mit eingezeichnetem Messraster der ortsauflösten Spektralanalyse (Kalibrationsstufe an MP 0, dünnste Spacer Schicht an MP 20)

Die derart erfassten Transmissionsspektren werden exemplarisch für Serie S1 in Abbildung 5-22 dargestellt. Zu beachten ist, dass die Schichtdicke des Spacers von Messpunkt 20 (MP20) in Richtung MP1 zunimmt.

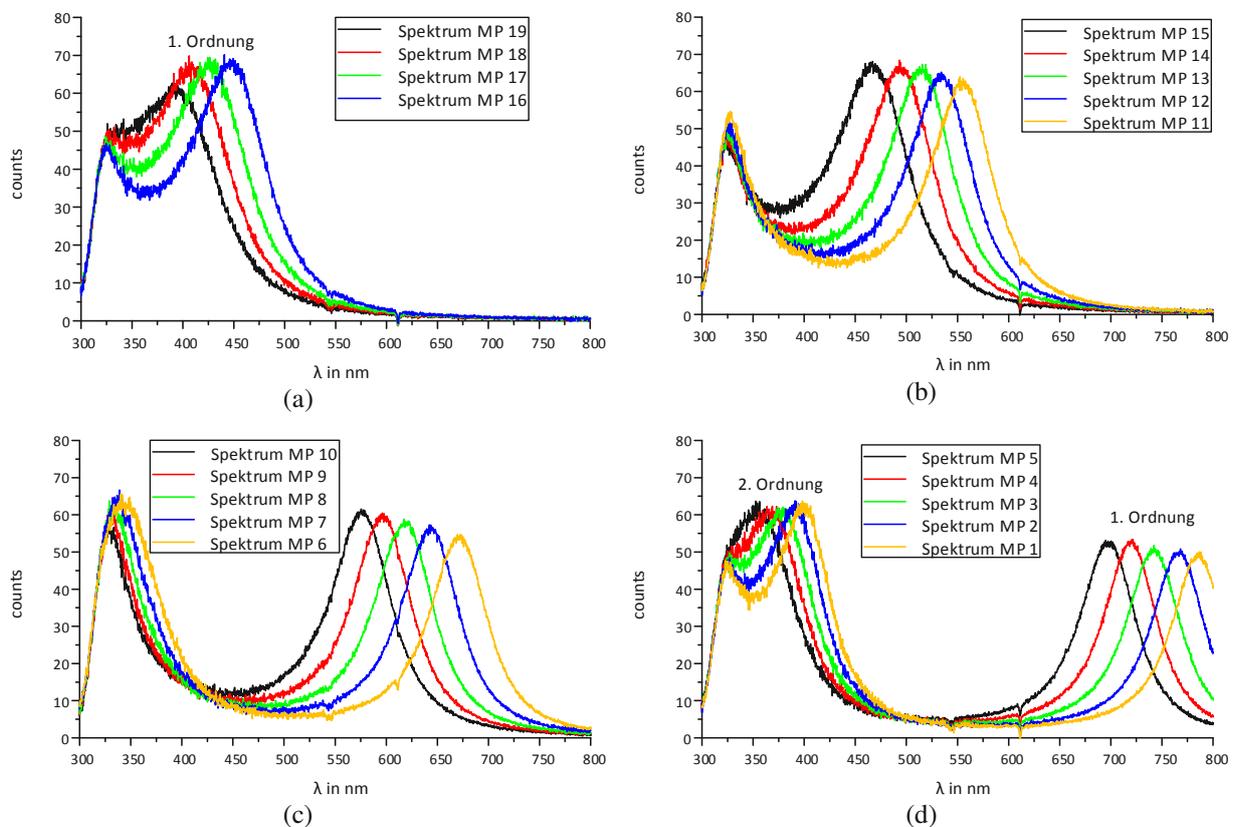


Abbildung 5-22 Transmissionsspektren des Fabry-Pérot-Interferenzfilters an den Messpunkten MP 19 – MP 1 der Serie S1 a) MP16-19 b) MP11-15 c) MP6-10 d) MP1-5

An den Transmissionsspektren ist deutlich die Verschiebung der Interferenzmaxima zu erkennen. Die Vermessung beginnt an der Stufenkante (MP 0) und damit am Ort größter Spacerdicke. Damit liegt das Interferenzmaximum (1. Ordnung) für MP 1 auch an der Stelle mit höchster Wellenlänge der Messserie. Die Wellenlänge des Maximums nimmt mit steigendem Messpunkt (und damit sinkender Spacerdicke) weiter ab. Zu erkennen ist auch das Erscheinen der Maxima 2. Ordnung in den Spektren für steigende Spacerdicke (siehe Abbildung 5-22d).

Die in Abbildung 5-22 dargestellten Spektren sind eine Überlagerung sowohl der Interferenz der Teilstrahlen im Filter als auch der Transmissionsspektren der Ag Spiegel. Beide Anteile sind in Abbildung 5-23 hervorgehoben.

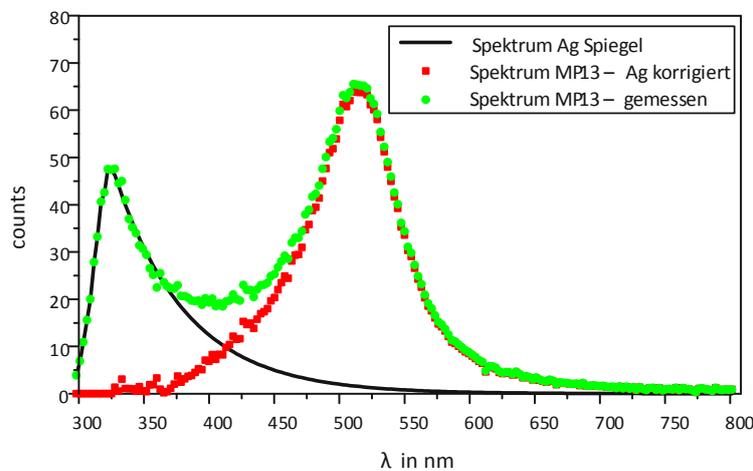


Abbildung 5-23 Anteil des Transmissionsspektrums der Ag Spiegel am Gesamtspektrum

Nach Abzug des Ag Spiegelanteils werden die Maxima 1. Ordnung mittels Gauss Glockenfunktion genähert. Die Wellenlänge des Maximums der Gauß Glockenfunktion wurde als repräsentativ für den Messpunkt herangezogen (siehe Abbildung 5-24).

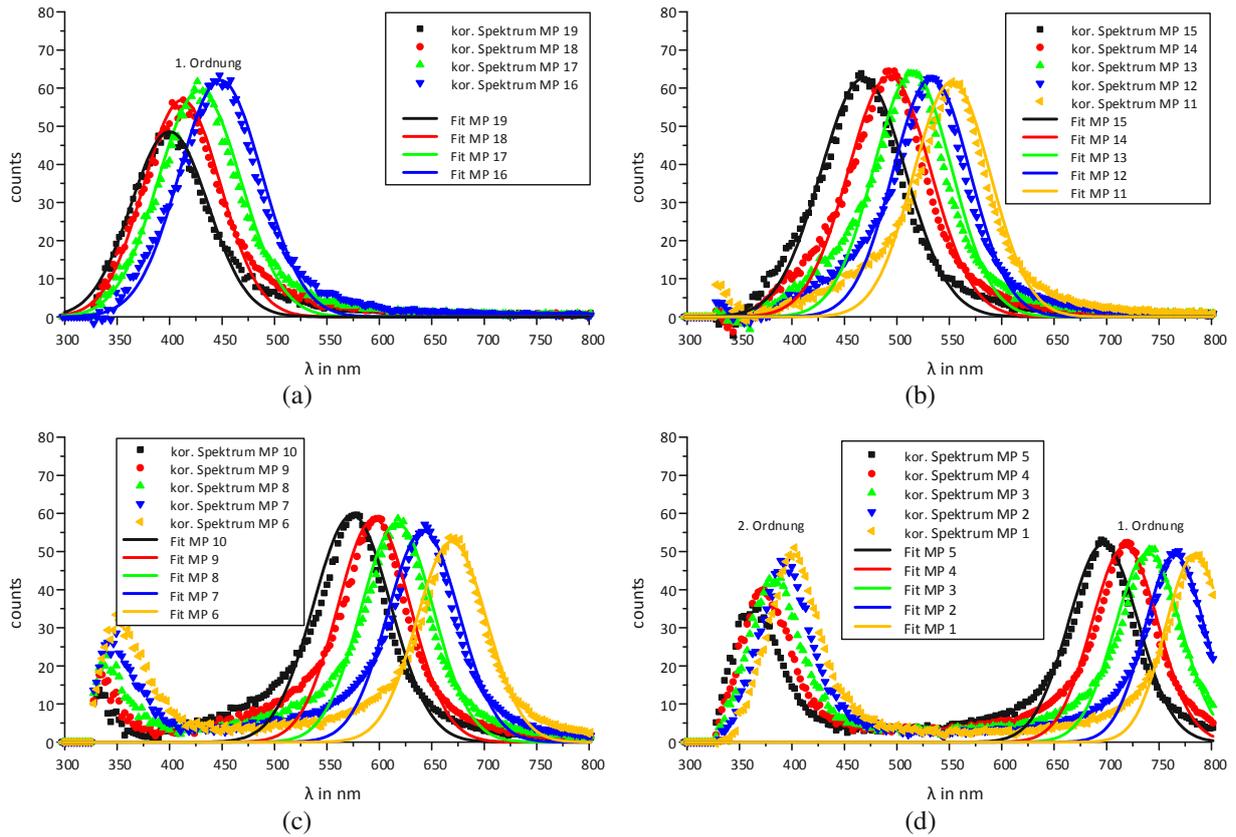


Abbildung 5-24 Transmissionsspektren des Fabry-Pérot-Interferenzfilters an den Messpunkten MP 19 – MP 1 nach Abzug des Ag Spiegelanteils und Fit der Maxima 1. Ordnung mittels Gauß Glockenfunktion

Durch den Messpunkt ist jedem Spektrum eine x Position auf der Filteroberfläche, gemessen von der Stufenkante, zugeordnet. Damit konnte die für das Spektrum repräsentative Wellenlänge (d.h. die Wellenlänge des Interferenzmaximums) als Funktion von x dargestellt werden (siehe Abbildung 5-25). Die so erhaltene Gerade wird im Weiteren als Kalibrationsgerade bezeichnet.

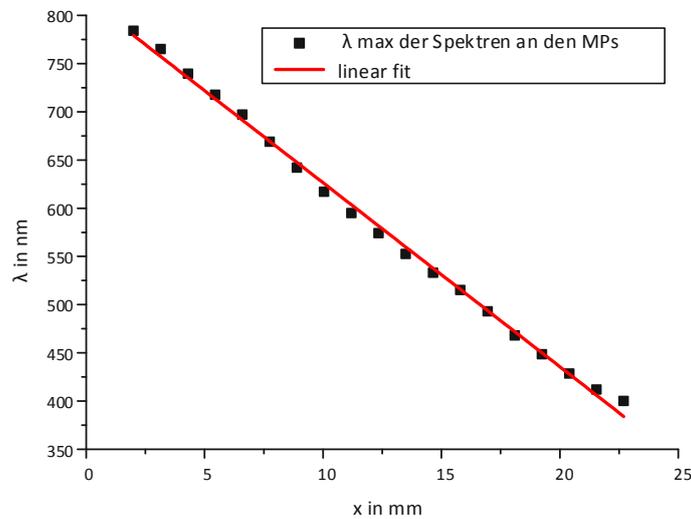


Abbildung 5-25 Kalibrationsgerade für die Serie 1 des Fabry-Pérot-Interferenzfilters

Im Anschluss wurde mittels Software ThinFilmInspect (TFI) das gescannte Probenbild ausgewertet. Es wurde ein Linescan entlang der jeweiligen Serienlinie durchgeführt (siehe Abbildung 5-26 und Abbildung 5-27).

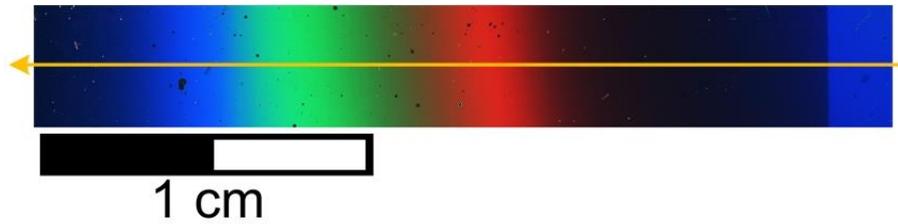


Abbildung 5-26 Linescan entlang Serie S1 in ThinFilmInspect (TFI)

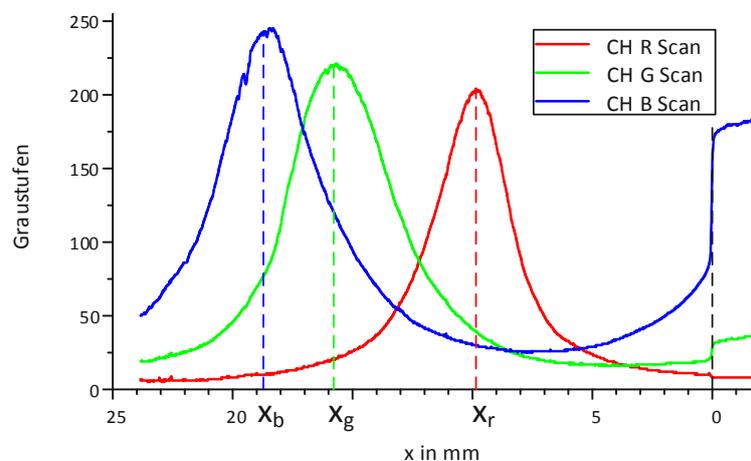


Abbildung 5-27 Helligkeitsverlauf entlang der Linescanlinie S1 in den drei Farbkanälen. Die Stufe ist an Position 0 erkennbar.

In den Helligkeitsverläufen der drei Farbkanäle war je Farbkanal ein ausgeprägtes Maximum erkennbar. Diese Maxima wurden, wie in Abschnitt 5.2.2 beschrieben, durch die maximale Überdeckung der Durchlassbereiche des Fabry-Pérot-Interferenzfilters und des Durchlassbereiches des jeweiligen Farbkanals erzeugt. Die x Positionen dieser Maxima wurden abgelesen (x_r, x_g, x_b) und in die Kalibrationsgerade des Fabry-Perot-Filters eingesetzt (siehe Abbildung 5-28). Die so erhaltenen Wellenlängen ($\lambda_r, \lambda_g, \lambda_b$) stellen die Messwellenlängen des jeweiligen Farbkanals und damit des bildgebenden Sensors dar.

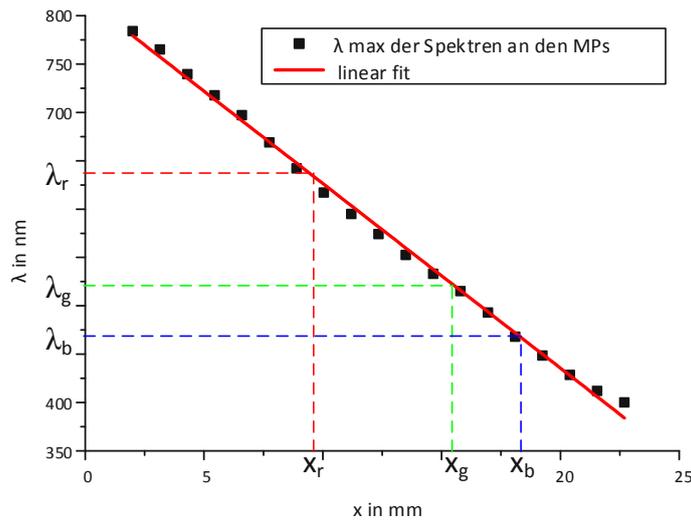


Abbildung 5-28 Kalibrationsgerade für die Serie 1 des Fabry-Pérot-Interferenzfilters mit eingezeichneten Maximaposition der Farbkanäle ermittelt mittels Linescan in ThinFilmInspect

5.2.6 Messwellenlängen Nikon Super CoolScan 9000 ED und iDS UI-1465 LE - C

Als Vorgriff auf Abschnitt 6 werden die Messwellenlängen des Scanners Nikon Super CoolScan 9000 ED mit den Messwellenlängen des in Abschnitt 6 zum Einsatz kommenden bildgebenden Sensors iDS UI-1465 LE – C verglichen. Der iDS UI-1465 LE – C ist ein in den RGB Farbraum abbildender CMOS-Sensor mit einer Auflösung von 7937 dpi. Dieser Sensor war am Mikroskop Reichert-Jung Polyvar Met verbaut, welches in Abschnitt 6 zur Betrachtung der Hohlkugelsubstrate verwendete wurde.

Zur Bestimmung der Messwellenlängen wurde das selbe rampenförmige Fabry-Pérot-Interferenzfilter wie in Abschnitt 5.2.5 vermessen, d.h. das Interferenzfilter wurde im Mikroskop mittels Durchlicht betrachtet und die entstehenden Bilder mittels bildgebendem Sensor aufgezeichnet. Der exakte Messaufbau ist Abschnitt 6 zu entnehmen. Aufgrund der optischen Vergrößerung des Mikroskops und der höheren Auflösung des Sensors war für einen Vergleich der Linescans an der in Abbildung 5-26 dargestellten Bildaufnahmen mit den Mikroskopaufnahmen das Zusammensetzen eines Gesamtbildes aus Einzelaufnahmen erforderlich (siehe Abbildung 5-29).

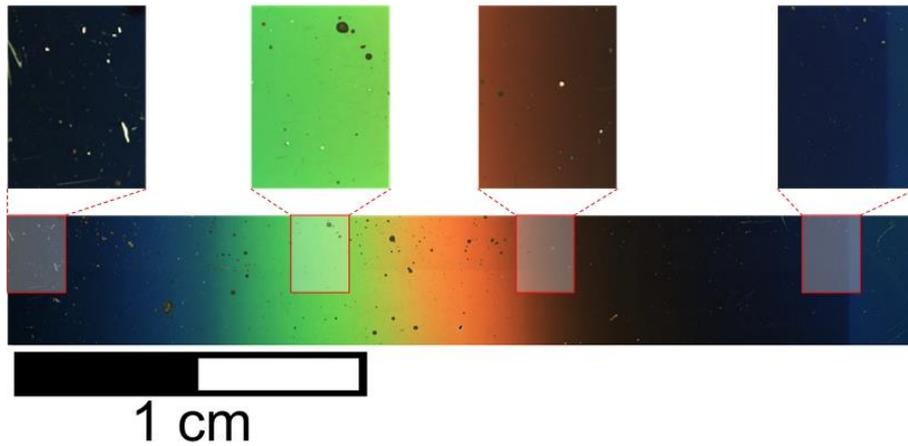


Abbildung 5-29 Rampenförmiges Fabry-Pérot-Interferenzfilter aufgenommen mittels iDS UI-1465 LE – C am Reichert-Jung Polyvar Met; Gesamtbild zusammengesetzt aus Einzelmessungen

Das derart zusammengesetzte Probenbild wurde wie in Abschnitt 5.2.5 beschrieben mittels ThinFilmInspect einer Helligkeitsmessung entlang eines Linescans unterzogen (siehe Abbildung 5-30 und Abbildung 5-31).

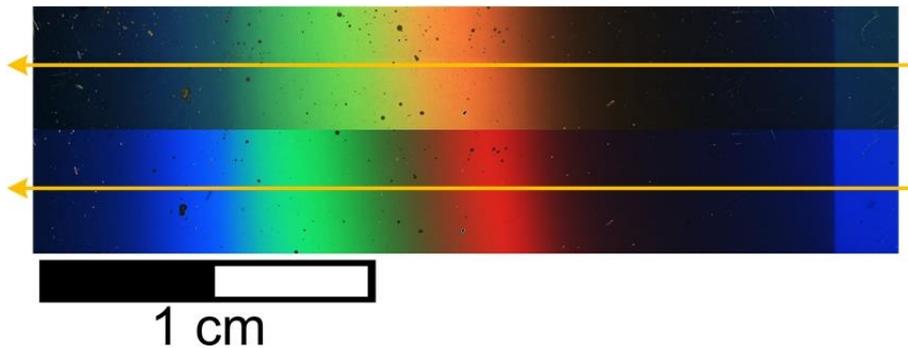


Abbildung 5-30 Linescans in ThinFilmInspect der Transmissionsbilder aufgenommen mit iDS UI-1465 LE – C (oben) und Nikon Super CoolScan 9000 ED (unten)

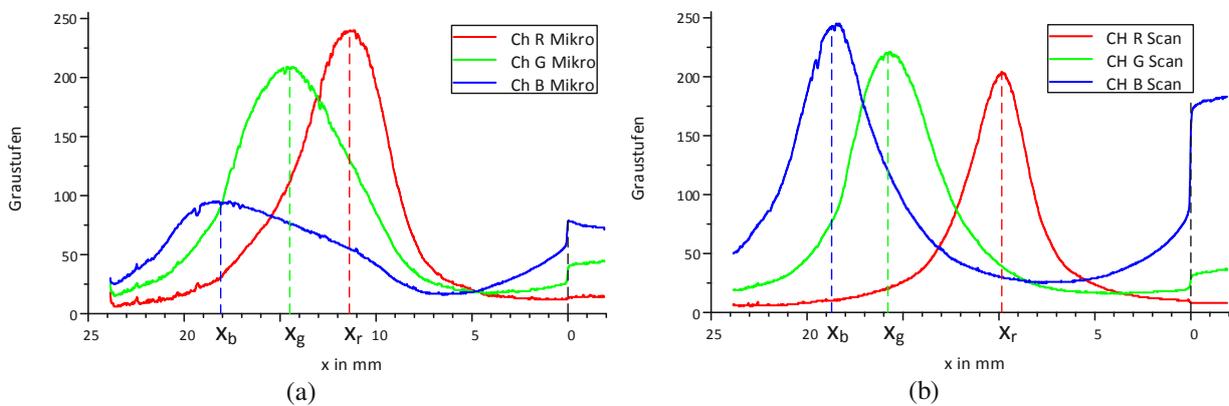


Abbildung 5-31 Helligkeitsverlauf entlang der Linescanlinie (a) iDS UI-1465 LE – C (b) Nikon Super CoolScan 9000 ED

Die Helligkeitsprofile der beiden bildgebenden Systeme entlang der Scanlinien unterschieden sich deutlich. Sowohl die Positionen als auch die Breite der Maxima sind unterschiedlich. Besonders augenfällig ist die hohe Breite des Helligkeitsmaximums im Blau-Kanal des Sensors iDS UI-1465 LE – C. Die Maximapositionen des Sensors iDS UI-1465 LE – C wurden in die Kalibrationsgerade des Fabry-Pérot-Filters eingesetzt (siehe Abbildung 5-28). Die sich so ergebenden Messwellenlängen der beiden bildgebenden Systeme sind in Tabelle 5-2 zusammengefasst.

Bildgebendes System	λ_r in nm	λ_g in nm	λ_b in nm
Nikon Super CoolScan 9000 ED	637	521	469
iDS UI-1465 LE – C	604	542	504

Tabelle 5-2 Übersicht der Messwellenlängen der bildgebenden Systeme Nikon Super CoolScan 9000 ED und iDS UI-1465 LE-C

Diese Messwellenlängen können in TFI für die angeführten Sensoren eingegeben und, bei Auswertung von Bildern aufgenommen mit dem jeweiligen Sensor, ausgewählt werden. Die Bestimmung der Messwellenlängen sollte nach Möglichkeit für jeden neu verwendeten Sensor nach oben beschriebenem Schema durchgeführt werden, um eine möglichst korrekte Schichtdickenbestimmung zu ermöglichen².

² Als Defaultwerte der Messwellenlängen sind in TFI die Messwellenlängen des Nikon Super CoolScan 9000 ED hinterlegt

5.2.7 Überprüfung der Messwellenlängen anhand eines Fabry-Pérot-Interferenzfilters mit Maxima höherer Ordnung

TFI erlaubt die Berechnung der Schichtdicken von Spiegel und Spacerschichten von Fabry-Pérot-Interferenzfiltern aus den Graustufenwerten entsprechender Transmissions- oder Reflexionsbilder. Zur Überprüfung der in Abschnitt 5.2.6 aufgeführten Messwellenlängen wurde ein rampenförmiges Fabry-Pérot-Interferenzfilter mit Maxima mehrerer Ordnungen mittels Nikon Super CoolScan 9000 ED gescannt und mit TFI vermessen (siehe Abbildung 5-32).

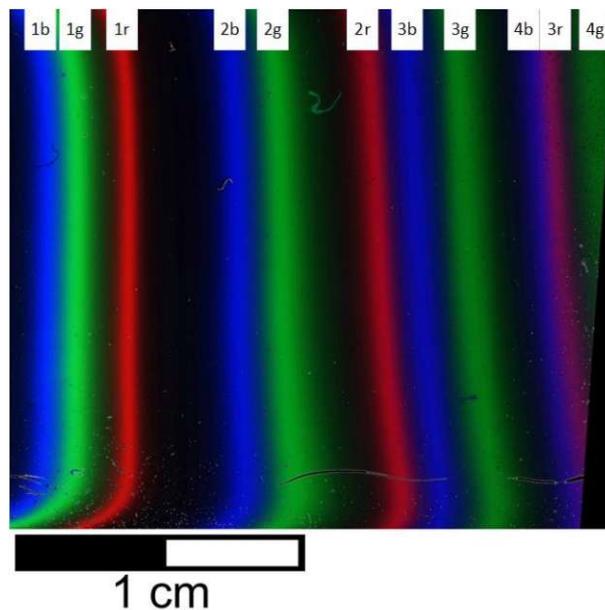


Abbildung 5-32 Transmissionsbild eines rampenförmigen Fabry-Pérot-Interferenzfilter mit mehreren Interferenzmaxima verschiedener Ordnungen (1-4)

Die nominelle Ag Spiegeldicke betrug beidseitig $d_{\text{Spiegel}} = 25 \text{ nm}$, die nominelle MgF_2 Rampendicke betrug $d_{\text{Rampe}} = 0 - 455 \text{ nm}$. Zum einen wurden die Schichtdicken an äquidistanten Positionen in x Richtung an der Probenoberfläche gemessen, zum anderen wurden die Maxima-Positionen in den drei Farbkanälen bestimmt. Mit Gleichung (5-1) und mit Hilfe der Messwellenlängen für den jeweiligen Farbkanal wurde die Schichtdicke an den Maxima-Positionen ein zweites Mal als Kontrolle berechnet werden.

An Abbildung 5-32 zu beachten ist die Änderung der Reihenfolge der Maximaabfolge in den Farbkanälen für Maxima höherer Ordnung. Das Maximum der 4. Ordnung im blauen Farbkanal (4b) erscheint noch vor dem Maximum der 3. Ordnung im roten Farbkanal (3r).

Dies ist deutlich im Linescan des Multi-Maxima Interferenzfilters (siehe Abbildung 5-33) ersichtlich.

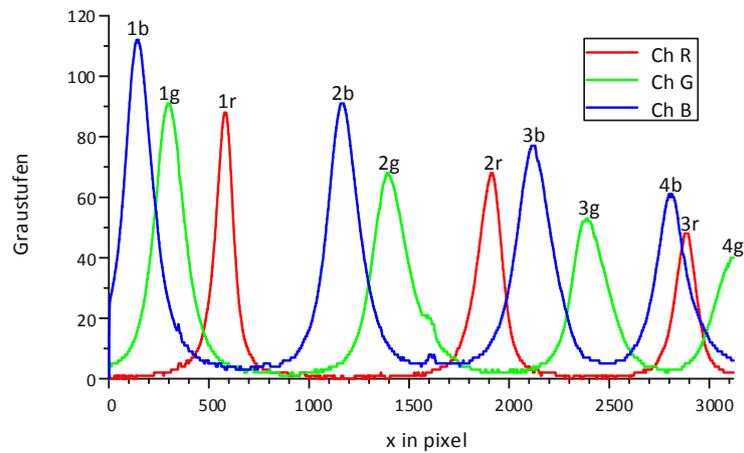


Abbildung 5-33 Linescan des in Abbildung 5-32 dargestellten rampenförmigen Fabry-Pérot-Interferenzfilters

Grund für die Änderung der Maximaabfolge ist, dass das spektrale Maximum 4. Ordnung des Fabry-Pérot-Interferenzfilters den Durchlassbereich des Blau-Kanals erreicht, noch bevor das Maximum 3. Ordnung den Durchlassbereich des Rot-Kanals erreicht (siehe Abbildung 5-36 (l) und (m)). Die Einzelmessschritte sind in den Abbildung 5-34, Abbildung 5-35 und Abbildung 5-36 dargestellt.

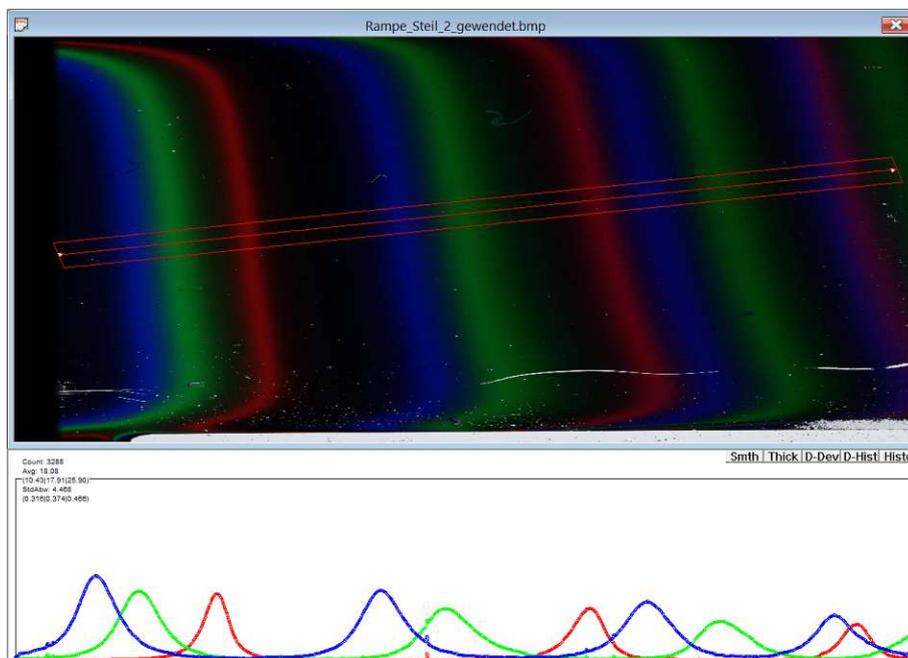


Abbildung 5-34 Oberfläche von ThinFilmInspect bei Auswertung des rampenförmigen Fabry-Pérot-Interferenzfilters aus Abbildung 5-32. Der Helligkeitsverlauf der Farbkanäle ist entlang des Linescans dargestellt.

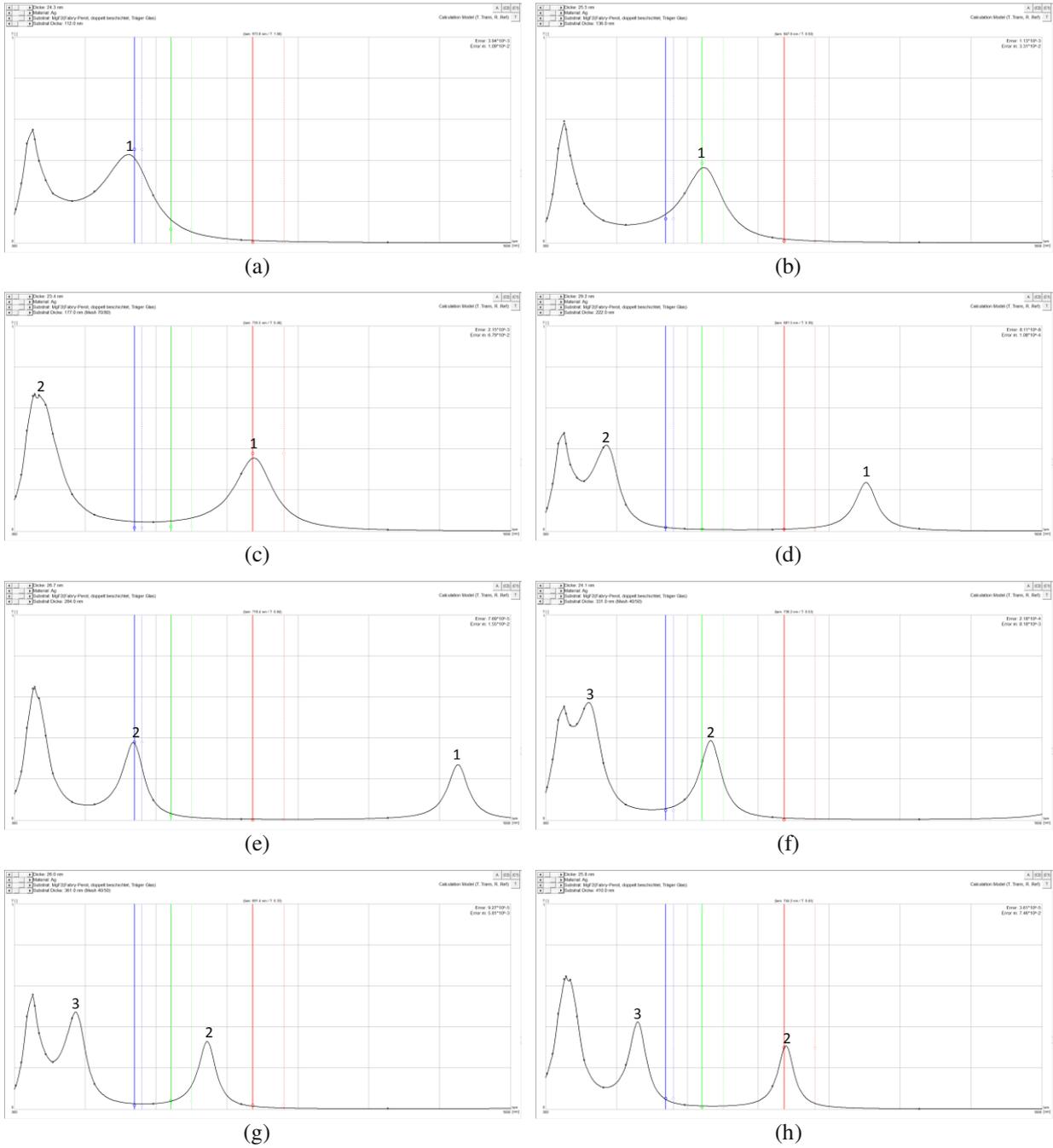


Abbildung 5-35 Berechnungsfenster (Modul DielectricCalc) von TFI; Es zeigt die berechneten Transmissionskurven nach bestmöglichem Fit an die Transmissionen an den Messwellenlängen entlang der Linescanpositionen (Teil 1 a-h). Die Ordnung des Interferenzmaximums ist über dem Maximum eingefügt.

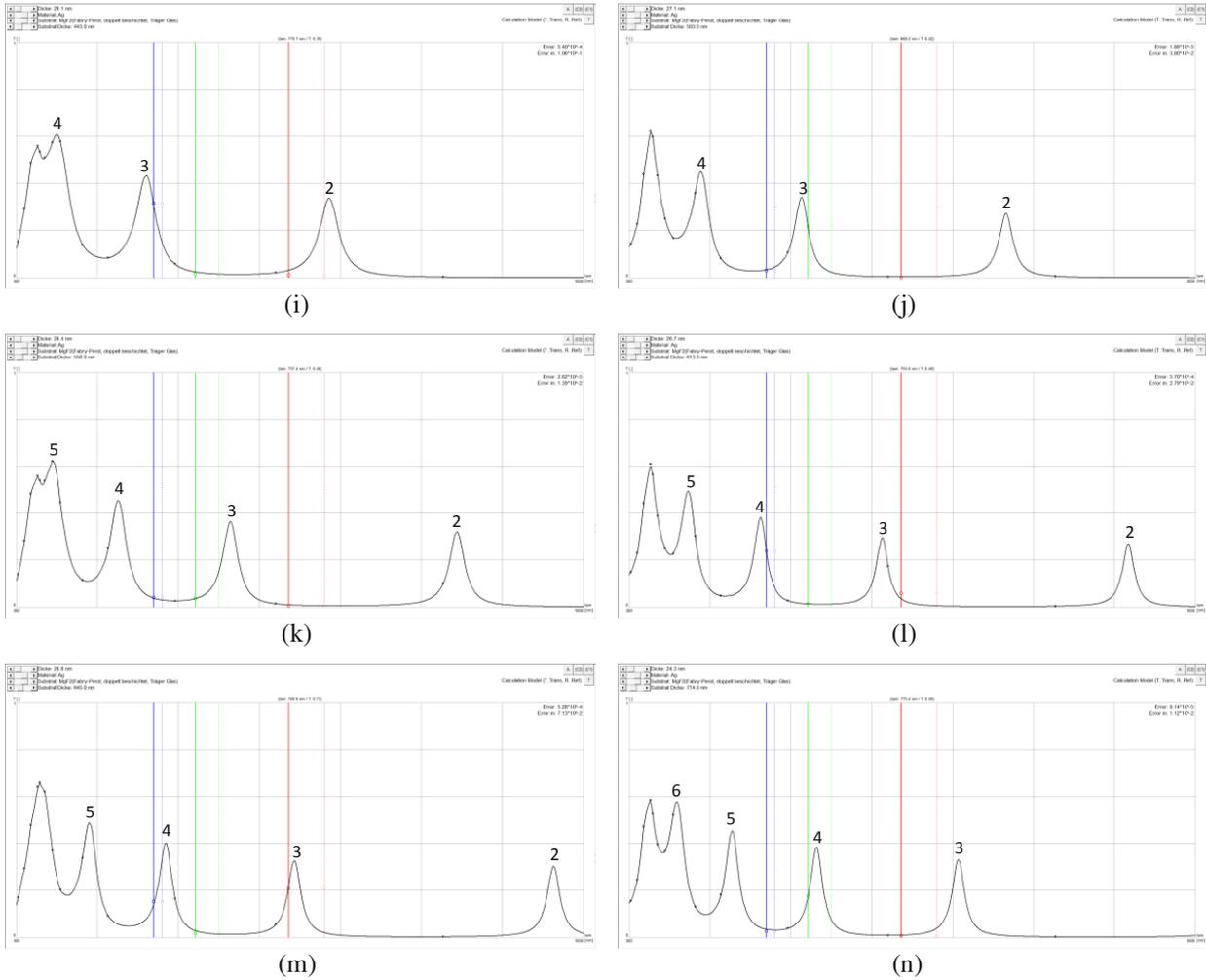


Abbildung 5-36 Berechnungsfenster (Modul DielectricCalc) von TFI; Es zeigt die berechneten Transmissionskurven nach bestmöglichem Fit an die Transmissionen an den Messwellenlängen entlang der Linescanpositionen (Teil 2 i-n). Die Ordnung des Interferenzmaximums ist über dem Maximum eingefügt.

Abbildung 5-35 und Abbildung 5-36 stellen das Berechnungsfenster (Modul DielectricCalc) von TFI dar (siehe Anhang D). Nach Auswahl des zutreffenden Berechnungsmodells für die Transmission des Fabry-Pérot-Interferenzfilters und Auswahl der Spiegel- und Spacermaterialien erfolgte die Berechnung und Fit der Transmissionkurve an die bereitgestellten Transmissionswerte. Die Transmissionswerte waren entlang des Linescans in den Farbkanälen (nach entsprechender Kalibration, siehe Abschnitt 3.2) gegeben. Im Gegensatz zu metallischen Einfachschichten erfolgt der Fit an die Transmissionswerte nicht vollautomatisch. Da mit Spacerdicke und Spiegeldicke zwei Variationsparameter zur Verfügung stehen, und da das Interferenzfilter Maxima verschiedener Ordnung aufweist, ist vom Benutzer eine vorausschauende Vorauswahl für die Spiegeldicke, aber vor allem für die Spacerdicke zu treffen, um dem Fitprozess das Erreichen des richtigen Ergebnisses zu

ermöglichen (siehe 3.2.5). Anhand der in Abbildung 5-36 dargestellten Transmissionskurven ist das Überlappen der Messbereiche der Farbkanäle (dargestellt durch die senkrechten Linien an den Positionen der Messwellenlängen) durch die Durchlassbereiche verschiedener Ordnung des Interferenzfilters gut ersichtlich.

Neben den so ermittelten Schichtdicken wurde mittels Gleichung (5-1) die Schichtdicke an den Maximapositionen berechnet. Die Ergebnisse sind in Abbildung 5-37 und Abbildung 5-38 dargestellt.

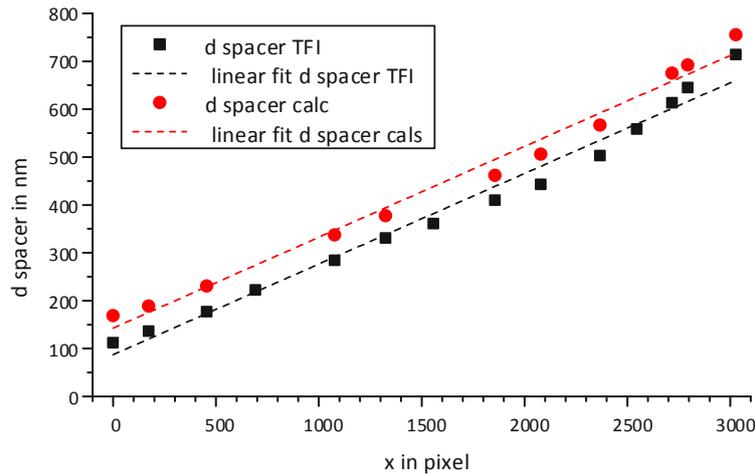


Abbildung 5-37 Schichtdickenberechnung der Spacerschicht des Multi-Maxima Fabry-Pérot-Interferenzfilters mittels Fit durch ThinFilmInspect (d_{spacer} TFI) und mittels einfacher Rechnung (d_{spacer} calc)

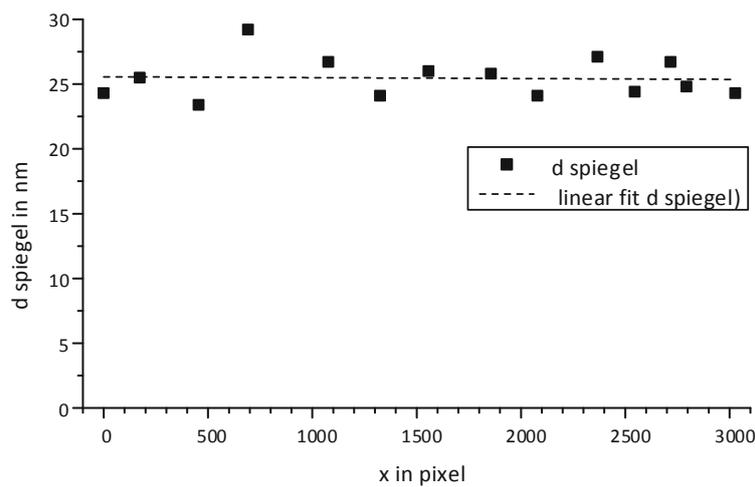


Abbildung 5-38 Schichtdickenberechnung einer Spiegelschicht des rampenförmigen Fabry-Pérot-Interferenzfilters mittels Fit durch ThinFilmInspect

Abbildung 5-38 stellt die Dicke einer einzelnen Spiegelschicht, ermittelt durch TFI, dar. Genähert über eine Gerade entspricht sie der während der Beschichtung mittels Rate (in situ mittels Schwingquarz gemessen) und Beschichtungsdauer eingestellten Spiegeldicke von ca. 25 nm.

Auch Abbildung 5-37 gibt den linearen Anstieg der Spacerdicke, erreicht durch kontinuierlichen Verschiebung des Shutters während der Beschichtung, sehr gut wieder. Dieser lineare Verlauf trifft sowohl für die mittels TFI bestimmte Schichtdicke als auch auf die manuell errechnete Schichtdicke zu. Die beiden Näherungsgeraden verlaufen parallel. Es ist jedoch ein konstant bleibender Unterschied in der Absolutschichtdicke gegeben. Dieser Unterschied wird auf das Gleichung (5-1) zugrunde liegende Rechenmodell zurückgeführt, welches die Spiegelschichten als reine Reflektoren ohne innere Struktur und damit Absorption betrachtet. Das in TFI zur Anwendung kommende Rechenmodell wird in Abschnitt 3.1 ausführlich erklärt. Es berücksichtigt die innere Struktur der Spiegelschichten und damit sowohl die Absorption als auch eine mögliche Amplitudeninterferenz in den Spiegelschichten.

5.3 Vergleich der Schichtdickenmessungen mittels TFI mit anderen Messmethoden

Nach Bestimmung der Messwellenlängen für die Messsysteme Nikon Super CoolScan 9000 ED und iDS UI-1465 LE – C wurde die Schichtdickenmessung mittels Transmissionsmessung und Auswertesoftware TFI mit anderen Messmethoden verglichen. Hierzu wurden metallische Einfachschichten auf planen Glassubstraten mittels Sputtern aufgebracht. Das Beschichten der Substrate erfolgte in einer Magnetron - Sputteranlage der Arbeitsgruppe Dünne Schichten des Instituts für Festkörperphysik der TU Wien. Als Substrathalter kam der in Abschnitt 5.1 beschriebene Substrathalter zur Erzeugung variabler Schichtprofile zum Einsatz. Die so erzeugten Schichten wurden mittels Transmissionsmessung am Nikon Super CoolScan 9000 ED und TFI, FEG SEM und taktile Profilometrie vermessen und die Ergebnisse verglichen.

5.3.1 Herstellung der Stufen- und Rampenproben

Die zu vermessenden metallischen Einfachschichten wurden so präpariert, dass sie einen treppenförmigen Schichtdickenverlauf aufwiesen. Dieser treppenförmige Schichtdickenverlauf ermöglichte es, Bereiche klar unterscheidbarer Schichtdicken mittels unterschiedlicher Schichtdickenmessmethoden zu untersuchen. Die Herstellung der Treppenverläufe erfolgte analog zu dem in Abschnitt 5.1 beschriebenen Verfahren. Der Shutter wurde mit maximalem Vorschub (siehe Abschnitt 5.1.1) von Treppenposition zu Treppenposition im Abstand von ca. 5mm verschoben und dort eine gewisse, über alle Treppenstufen konstante und der Beschichtungsrate und dem Beschichtungsmaterial angepasste, Zeit t_i gehalten. Bei konstanter Beschichtungsrate ließ sich so ein in z Richtung treppenförmiger Schichtverlauf am Substrat herstellen. Zusätzlich wurden für bestimmte Materialien einfache Rampenverläufe analog zur Rampenform der Spacerschicht für Fabry-Pérot-Interferometer (siehe Abschnitt 5.2.3) als metallische Einfachschichten hergestellt.

Die Messung der Schichtdicken der Stufenproben wurde mittels taktilen Verfahren (Profilometer), optischem Verfahren (Transmissionsmessung und TFI) und FEG SEM durchgeführt. Die unterschiedlichen Messbereiche dieser Verfahren mussten entsprechend bei der Schichterzeugung berücksichtigt werden. Die optische Transmissionsmessung an metallischen Schichten hat aufgrund der endlichen Absorption von Metallen einen Messbereich nicht grösser als 50 nm bis maximal 100 nm je nach Material, während Profilometer Messungen erst ab 100 nm und darüber sinnvoll sind. Dieses Problem wurde dadurch umgangen, dass die erste Stufe des Stufenprofils ungleich länger exponiert blieb als die nachfolgenden Stufen. Damit wurde die erste, weitaus dickere Stufe, als Kalibrationsstufe herangezogen und mittels Profilometer vermessen. Aus der daraus resultierenden Schichtdicke wurde die Rate des Beschichtungsprozesses bestimmt. Unter Annahme der Konstanz der Rate bei konstanten Beschichtungsparametern wurde auf die Schichtdicke der nachfolgenden Stufen zurückgerechnet. Diese nachfolgenden Stufen waren selbst nur relativ kurz dem Partikelstrahl exponiert, sodass sich semi-transparente Schichten ergaben, die einer optischen Transmissionsmessung unterzogen werden konnten. Die Materialauswahl für die erzeugten Stufen- und Rampenproben erfolgte durch Auswahl eines Querschnittes durch die Übergangs- (Al, Ti, Cr, Mo, W) und Edelmetalle (Cu, Ag, Au).

5.3.2 Vermessung der Einzelstufen mittels TFI

Zum Scannen der Probe mittels Nikon Super CoolScan 9000 ED wurde das beschichtete Glassubstrat in einem handelsüblichen Diaträger befestigt und gescannt. Als Scansoftware kam die Software SilverFast 6.5.0(HDR) zum Einsatz. Vor der Auswertung der 48 Bit HDR Bilder durch TFI mussten diese in 24 Bit Bitmaps (oder äquivalente pixelbasierte Bildformate) umgewandelt werden. Eine derartige Umwandlung ist eine rein lineare Operation, die zwar den Informationsgehalt reduziert, aber die bei der Bildaufnahme herrschenden Transmissionsverhältnisse nicht verfälscht. Es wurde darauf geachtet, dass keine Bild- oder Gammakorrekturen durch den Scanner oder die Aufnahmesoftware durchgeführt wurden. Diese Operationen sind nicht linear, d.h. nach ihrer Anwendung kann von der Bildhelligkeit nicht mehr auf Transmissions- oder Reflexionswerte geschlossen werden und müssen daher vermieden werden. Nach Scannen der Stufenproben erfolgte die Vermessung der Einzelstufen in der Software TFI. Einzelne Bereiche der Probe wurden als Stufen interpretiert und ihnen aus dem Flächenmittelwert der Pixel-Helligkeiten eine Schichtdicke zugeordnet. Die Einzelstufen waren in den Graustufenbildern als Bereiche konstanter Helligkeit gut zu erkennen (siehe Abbildung 5-39).



Abbildung 5-39 Ansicht einer Ag Stufenprobe im Anzeigefenster von ThinFilmInspect mit Linescan über eine Stufe

Nach Auswahl der Einzelstufen in TFI über Linescans mit Pixelbreiten von 200 Pixel innerhalb der einzelnen Stufen erfolgte die Auswertung mittels des Modules DielectricCalc. Besonders ist hier nochmal die Wichtigkeit und der Einfluss der Kalibrierung auf die Schichtdickenbestimmung, wie in Abschnitt 3.2.4 beschrieben, hervorzuheben. Die Transmissionsbilder der zur Vermessung gekommenen Stufenproben sind in Abbildung 5-40 aufgeführt.

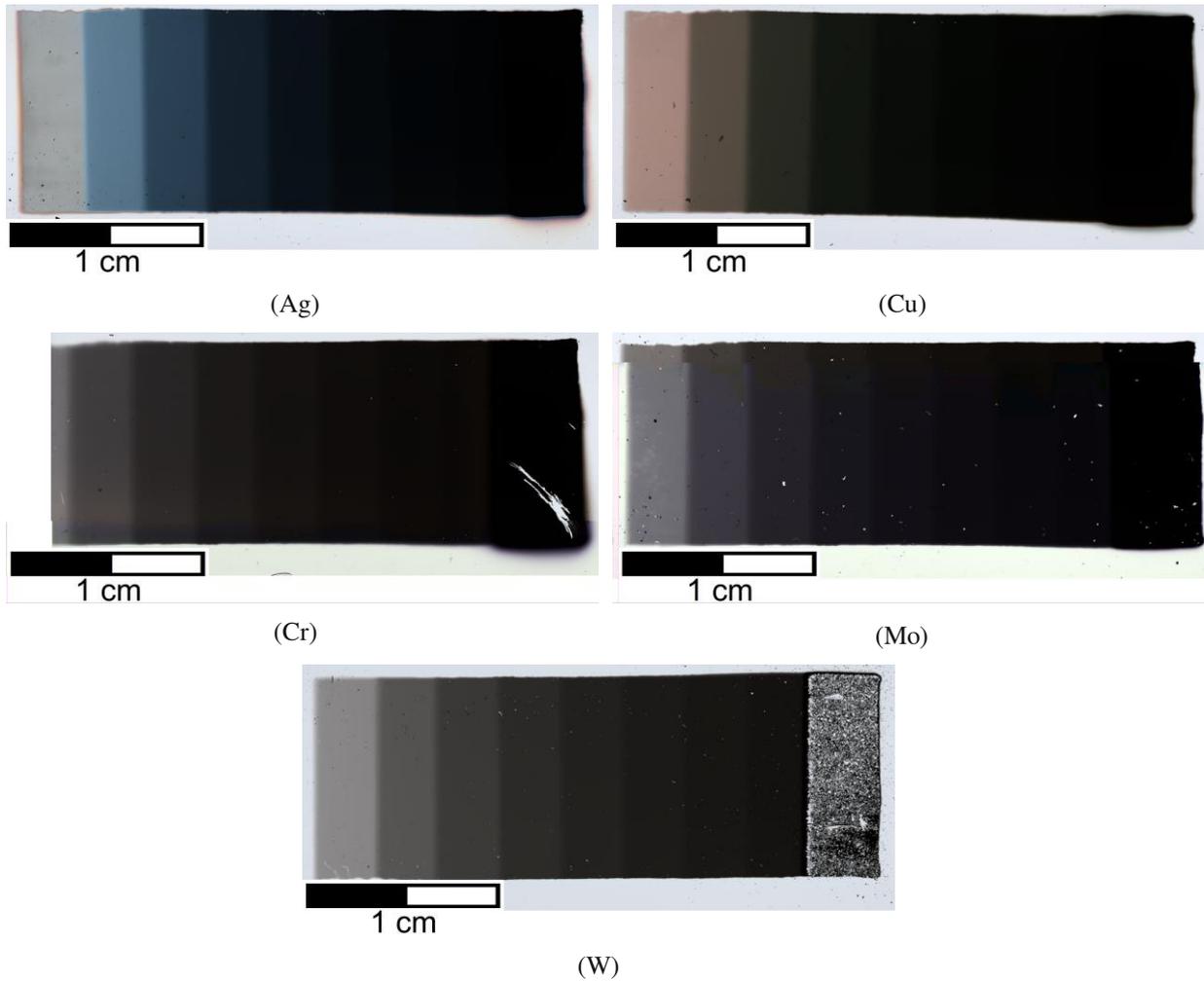


Abbildung 5-40 Transmissionsbilder der mittels TFI vermessenen Stufenproben mit Schichtmaterial (Ag) Stufe Ag_20_8_5_25W, (Cu) Stufe Cu_20_8_5_100W, (Cr) Stufe Cr_20_8_5_200W, (Mo) Stufe Mo_20_8_5_200W, (W) Stufe W_20_8_5_200W_II

Zu beachten ist, dass an der Kalibrationsstufe der W-Probe deutliche Delaminationen zu erkennen sind, was eine spätere Profilometermessung an dieser Kalibrationsstufe nicht ermöglichte (siehe Abschnitt 5.3.3). Die Transmissionsbilder der zur Vermessung gekommenen Rampenproben sind in Abbildung 5-41 aufgeführt.

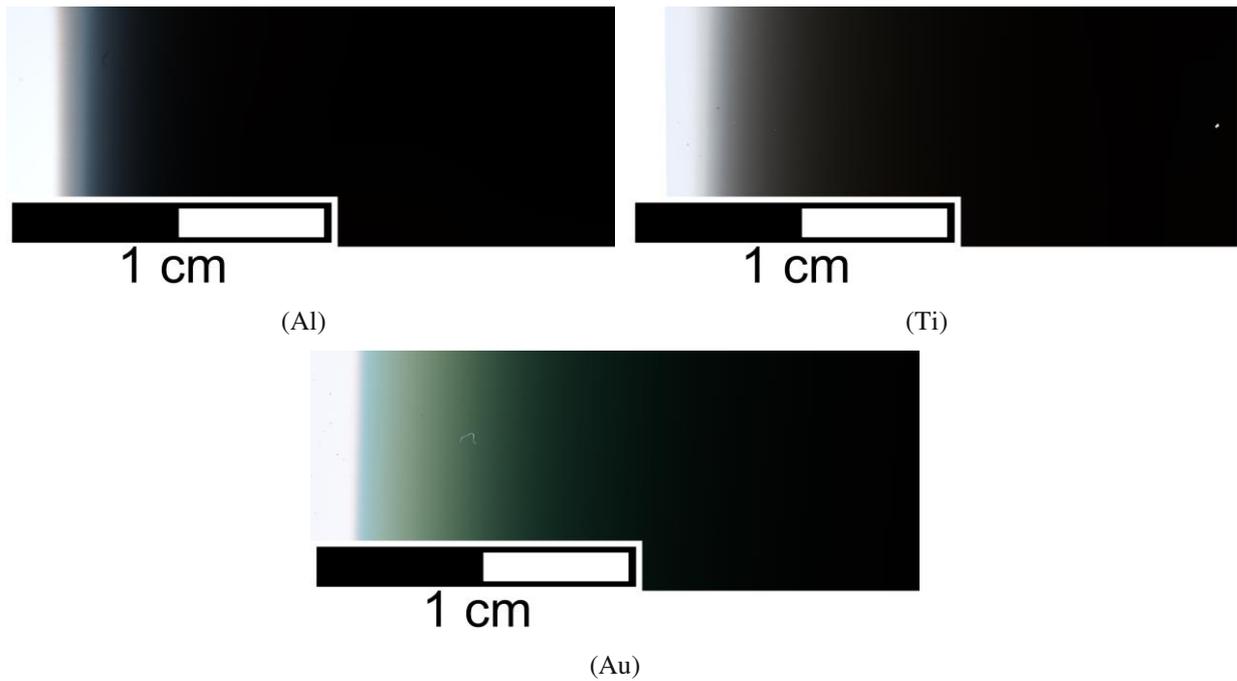


Abbildung 5-41 Transmissionsbilder der mittels TFI vermessenen Rampenproben mit Schichtmaterial
(Al) Rampe_Al, (Ti), Rampe_Ti, (Au), Rampe_Au

5.3.2.1 Vergleich der berechneten Transmissionskurven mit den Transmissionswerten in den Farbkanälen

Rückgreifend auf Abschnitt 5.2 wurde im ersten Auswerteschritt darauf geachtet, wie gut die Transmissionswerte an den drei Messwellenlängen mittels gerechneter, materialspezifischer Kurven genähert werden können. Die dabei verwendeten wellenlängenabhängigen Brechungsindizes der Schichtmaterialien wurden aus [72] und [73] entnommen und der Materialdatenbank von TFI hinzugefügt (für die hierzu notwendigen Schritte siehe Handbuch Anhang D). Für die Ermittlung der Kurven in Abbildung 5-42 und Abbildung 5-43 wurden, wie in 5.3.2 beschrieben, bei Stufenproben an jeder Stufe bzw. bei Rampenproben an ausgewählten, äquidistanten Positionen normal zum Rampengradienten, Linescans in TFI durchgeführt. Die daraus ermittelten Transmissionswerte wurden im Modul DielectricCalc je nach Material unter Variation der Schichtdicke durch eine Transmissionskurve genähert. Die Ergebnisse dieser Näherungen sind in Abbildung 5-42 und Abbildung 5-43 dargestellt.

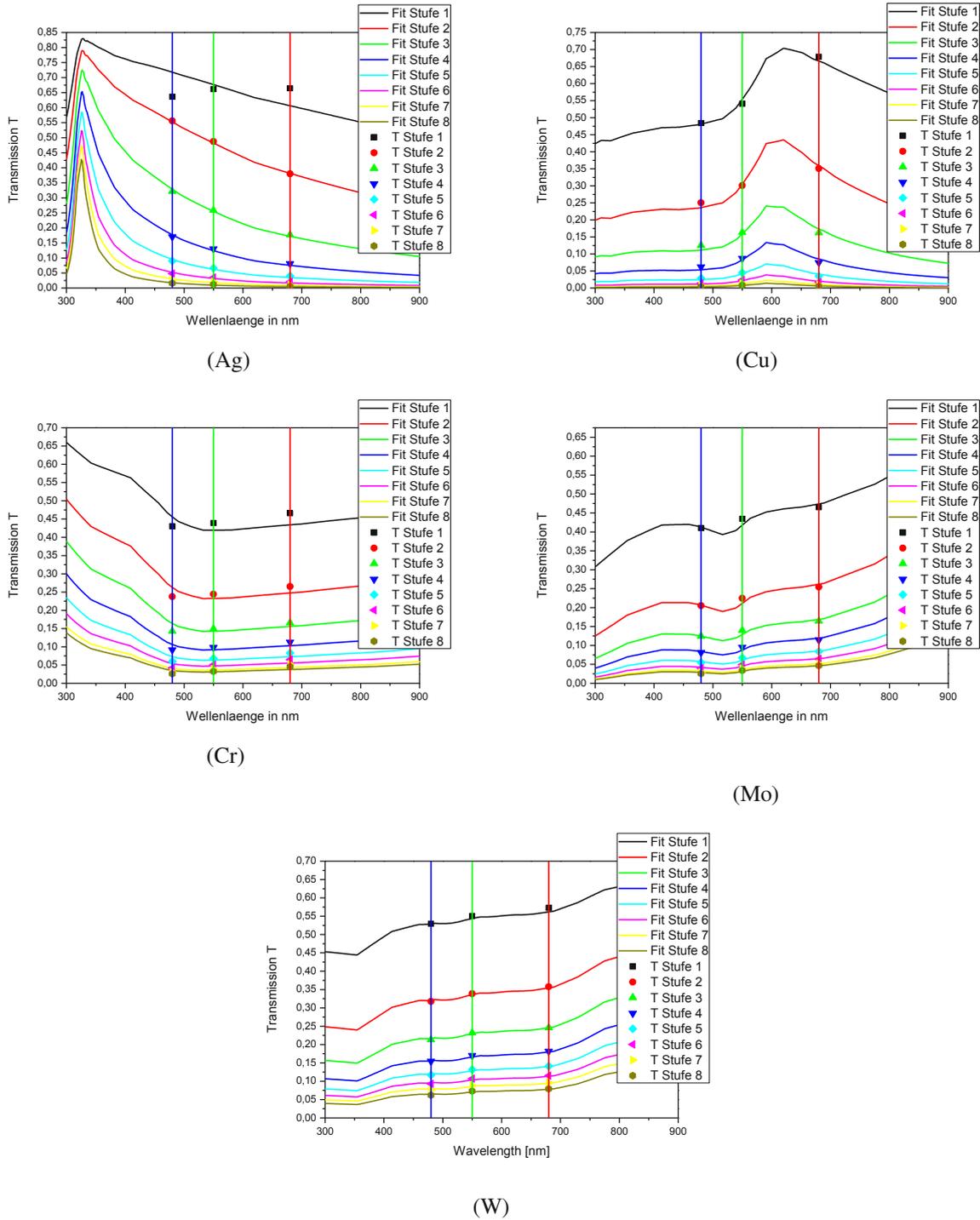
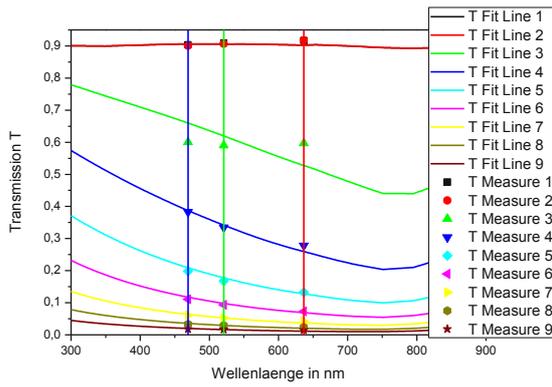
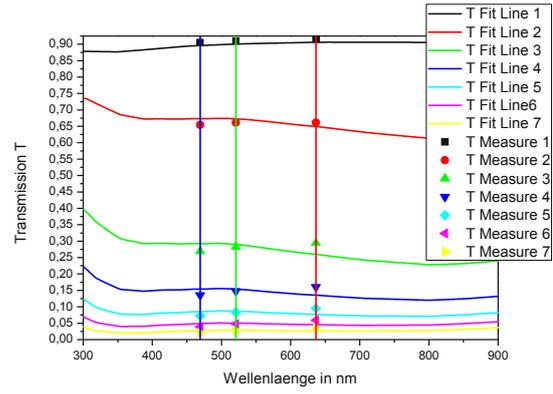


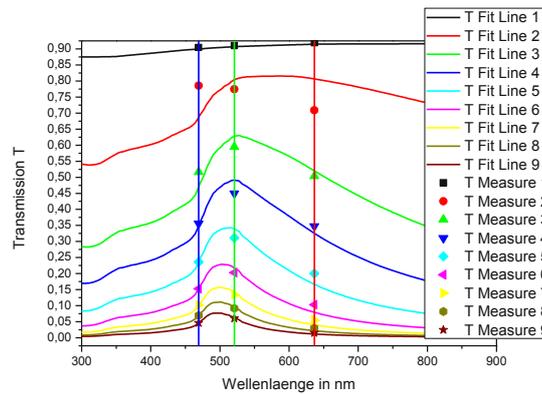
Abbildung 5-42 Näherung der Transmissionskurven der Proben (Ag) Stufe Ag_20_8_5_25W, (Cu) Stufe Cu_20_8_5_100W, (Cr) Stufe Cr_20_8_5_200W, (Mo) Stufe Mo_20_8_5_200W, (W) Stufe W_20_8_5_200W_II



(Al)



(Ti)



(Au)

Abbildung 5-43 Näherung der Transmissionskurven der Proben (Al) Rampe_Al, (Ti) Rampe_Ti, (Au) Rampe_Au

Für jedes der verwendeten Probenmaterialien zeigt sich eine sehr gute Übereinstimmung der mittels Schichtdickenvariation in TFI aus dem Probenmodell berechneten Transmissionspektren und den mittels Scanner ermittelten Transmissionswerten an den drei Messwellenlängen. Für die erste Stufe (oder im Falle der Rampen die Bereiche des Rampenbeginns) und Bereiche geringer Schichtdicke zeigt sich die deutlichste Abweichung von der berechneten Transmissionskurve, vor allem auch in qualitativer Hinsicht. Besonders stark zeigt sich dies bei der Probe Stufe Ag und bei den Proben Rampe Al und Au. Der spektrale Verlauf der gemessenen Transmissionen der ersten Stufe dieser Proben unterscheidet sich jedoch auch sehr stark von dem der folgenden Stufen. Als Grund hierfür werden die Schichtmorphologie dieser dünnen Schichten und der für die Berechnung der Transmissionskurven herangezogene Brechungsindex angesehen (siehe Abschnitt 5.3.2.3). Diese Brechungsindizes beziehen sich auf Bulk Materialien und wurden am Bulk Material bestimmt. Ist die Schicht jedoch noch zu dünn und unterscheidet sie sich morphologisch noch

signifikant vom Bulk Material (z.B. durch Inselbildung), so sind für sehr geringe Schichtdicken die Brechungsindizes für das Bulk Material ungeeignet.

5.3.2.2 Linescans der Transmissionsbilder

Die einfachste Art der Schichtdickenauswertung der Transmissionsbilder ist die Berechnung der Schichtdicken entlang des Schichtdickengradienten. Dies ist in TFI sehr einfach mittels Linescan möglich (siehe Anhang D). Die Ergebnisse für die Probenmatrix sind in Abbildung 5-44 und Abbildung 5-45 aufgeführt.

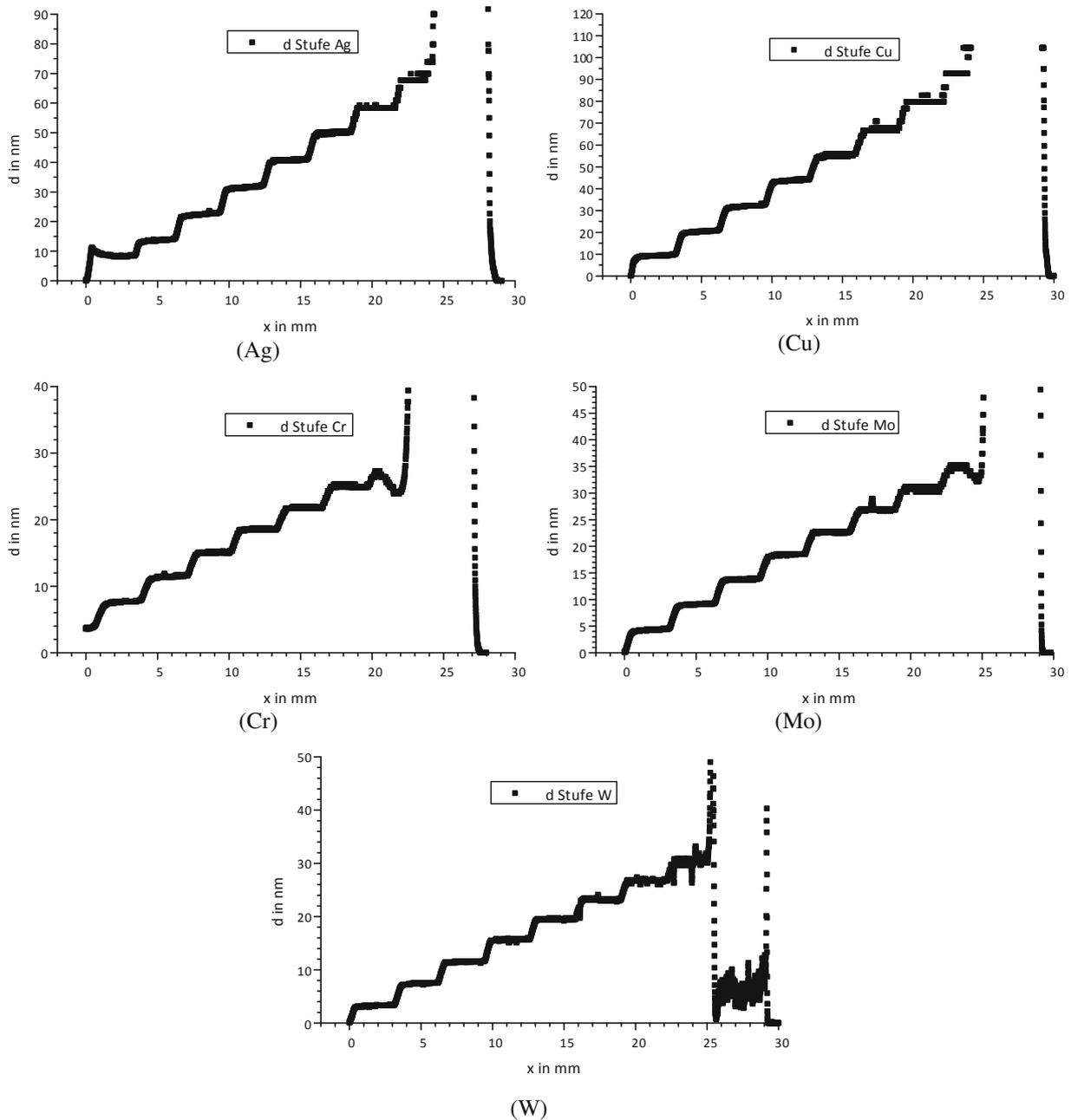


Abbildung 5-44 Berechnete Schichtdicken entlang der Linescans der Proben (Ag) Ag_20_8_5_25W, (Cu) Cu_20_8_5_100W, (Cr) Cr_20_8_5_200W, (Mo) Mo_20_8_5_200W, (W) W_20_8_5_200W_II

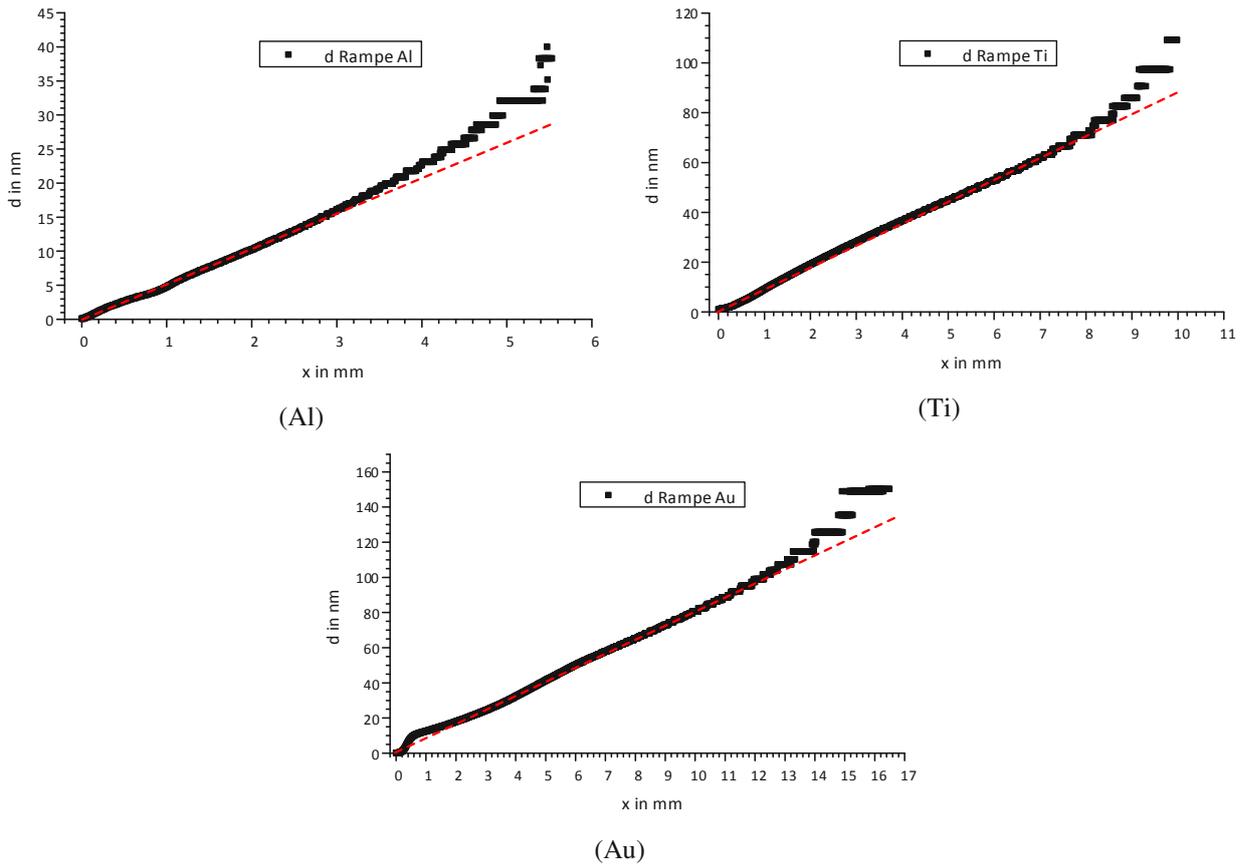


Abbildung 5-45 Berechnete Schichtdicken entlang der Linescans der Proben (Al) Rampe_Al, (Ti) Rampe_Ti, (Au) Rampe_Au

Es lassen sich anhand der Schichtdickenverläufe als Funktion der Stufennummer die Grenzen der Messmethode erkennen. Werden die Schichten zu dick, sodass nur unzureichend viel oder gar kein Licht die Probe durchdringen kann, gerät die Schichtdickenberechnung in Sättigung (siehe Abschnitt 3.2.3.1). Die berechneten Schichtdicken weichen immer mehr vom vorhergesagten linearen Anstieg der Schichtdicken mit der Stufenzahl bzw. Rampenposition ab. Damit lassen sich Schichtdickenmessbereiche formulieren. Diese Messbereiche sind materialabhängig und können stark variieren. Eine experimentelle Überprüfung der Schichtdickenmessbereiche wird in Abschnitt 5.3.2.3 dargestellt.

5.3.2.3 Experimentelle Überprüfung der Schichtdickenmessbereiche für metallische Einfachschichten an Rampenproben

In Abschnitt 3.2.3.2 wurden Schichtdickenobergrenzen für die Bestimmung der Schichtdicken aus digitalisierten Transmissionsmessungen (Graustufenbildern) analytisch abgeleitet. In Abschnitt 5.3.2 wurde ein Verfahren zur Präparation von rampenförmigen Einfachschichten dargestellt. Diese rampenförmigen Schichten können zur Überprüfung der Messbereiche herangezogen werden.

Es wurden Rampen aus den Materialien Al, Ti, Cu, Mo, Ag, Au auf Glasobjektträgern, mit dem in Abschnitt 5.3.2 beschriebenen Verfahren, hergestellt. Die Prozessparameter wurden so eingestellt, dass die Rampengradienten zu Schichtdicken führten, die weit über den erwarteten Messbereichsobergrenzen liegen, wodurch die Schichtdickenmessung mit TFI auf jeden Fall in Sättigung gehen muss. In Abbildung 5-46 ist ein Satz an erzeugten Rampenproben dargestellt.

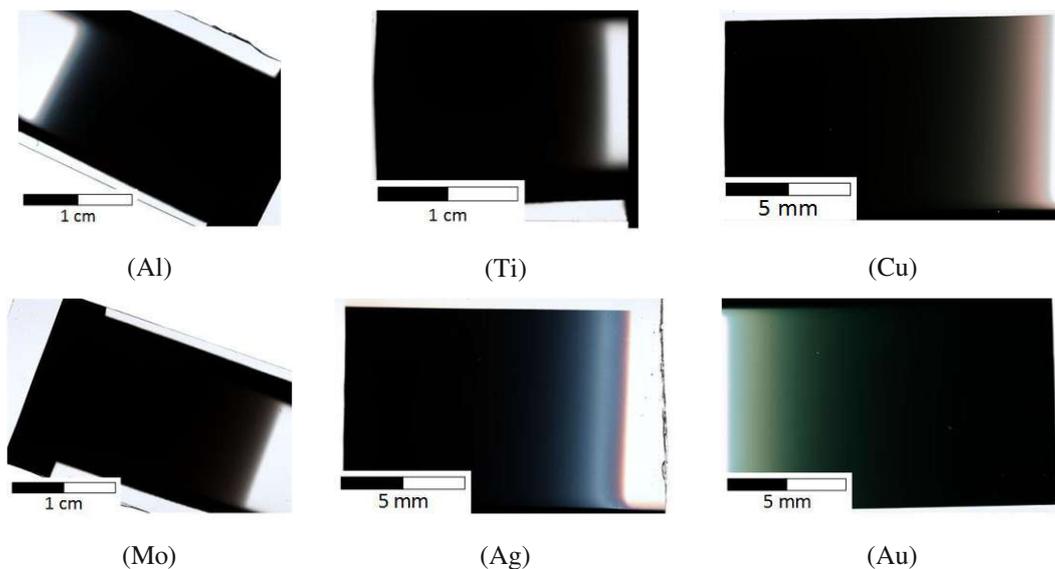


Abbildung 5-46 Probenbilder von metallischen, rampenförmigen Einfachschichten für die Materialien Al, Ti, Cu, Mo, Ag, Au; aufgenommen mit dem Nikon Super CoolScan 9000 ED

Nach dem Scannen der Rampenproben mit dem Nikon Super CoolScan 9000 ED, wurden die Probenbilder mit TFI ausgewertet (siehe exemplarisch Abbildung 5-47).

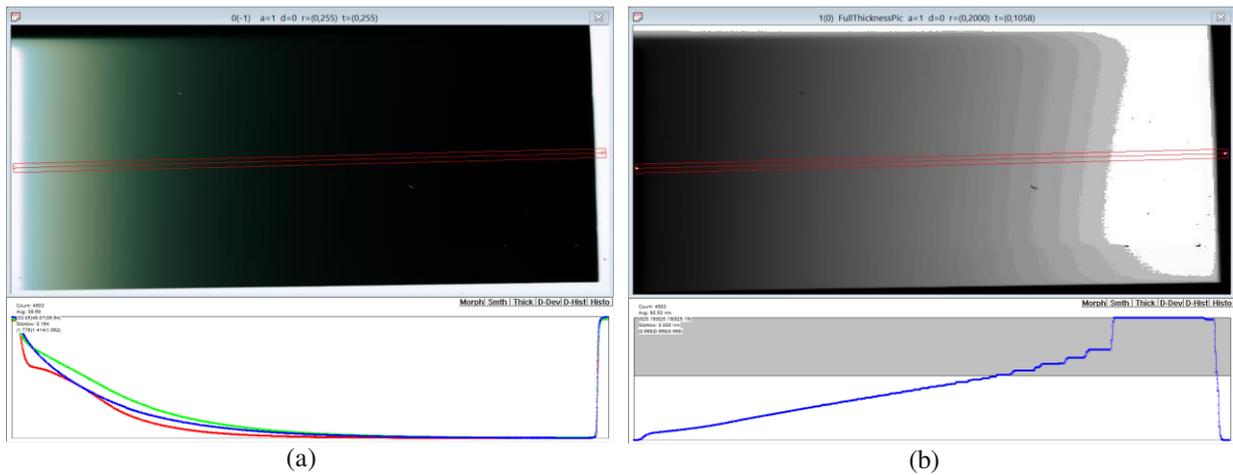


Abbildung 5-47 Au-Rampenprobe in TFI a) Probenbild und Helligkeitsverlauf entlang des markierten Linescans b) Schichtdickenbild und berechnete Schichtdicke entlang des Linescans (die errechnete Schichtdickenobergrenze für Au (105,8nm) ist ausgegraut eingezeichnet)

Das Sättigen der Schichtdickenberechnung für dunkler werdende Probenbereiche ist deutlich zu sehen. Die Schichtdicke sättigt bei der in TFI festgelegten Obergrenze von 200nm. Ebenfalls ist der immer stufenförmiger werdende Zuwachs der Schichtdicke zu erkennen. Diese Stufenform wird durch die Quantisierungssprünge verursacht. Für dunkler werdende Probenbereiche resultieren einzelne Quantisierungssprünge in immer größeren Schichtdickensprüngen.

Für die Edelmetalle Cu, Ag und Au konnte für kleine Schichtdicken ebenfalls eine Abweichung der gemessenen Schichtdicke von der Rampenform beobachtet werden. Dies ist exemplarisch für eine sehr dünne Ag-Rampe in Abbildung 5-48 dargestellt und ist auf das Inselwachstum dieser Materialien zurückzuführen, welches zu Plasmonenresonanzen führt [74], [75].

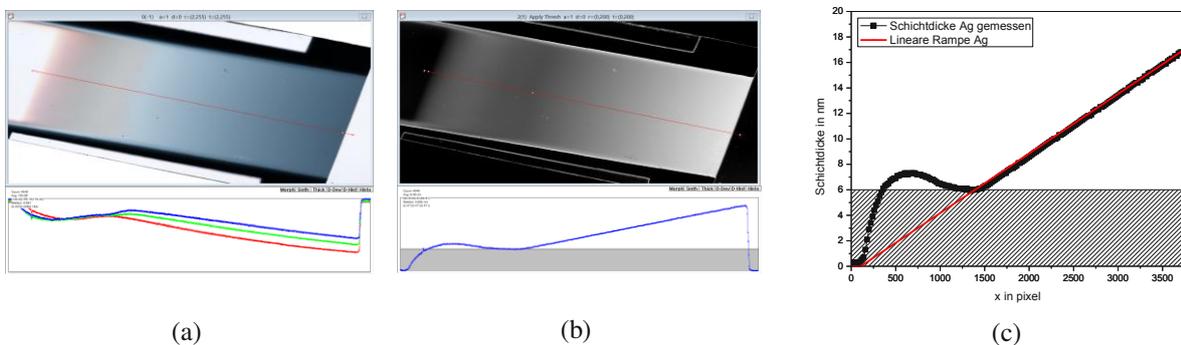


Abbildung 5-48 Ultradünne Ag-Rampenprobe in TFI a) Probenbild und Helligkeitsverlauf entlang des markierten Linescans b) Schichtdickenbild und berechnete Schichtdicke entlang des Linescans c) Vergleich mit der lineareren Rampe (die Schichtdickenuntergrenze für Ag (6-12nm) ist ausgegraut/schraffiert eingezeichnet)

Für alle anderen Rampenmaterialien konnte dieses Verhalten nicht beobachtet werden. Dieser Effekt wird auf Inselbildung der Materialien Cu, Ag und Au bei geringen Schichtdicken und damit auf eine Abweichung von der Bulk-Konfiguration zurückgeführt.

In die so gemessenen Schichtdickenverläufe wurde für das jeweilige Material die Schichtdickenober- und untergrenze eingezeichnet und mit dem linearen Verlauf der Rampen verglichen. Die Resultate sind in Abbildung 5-49 und Abbildung 5-50 dargestellt.

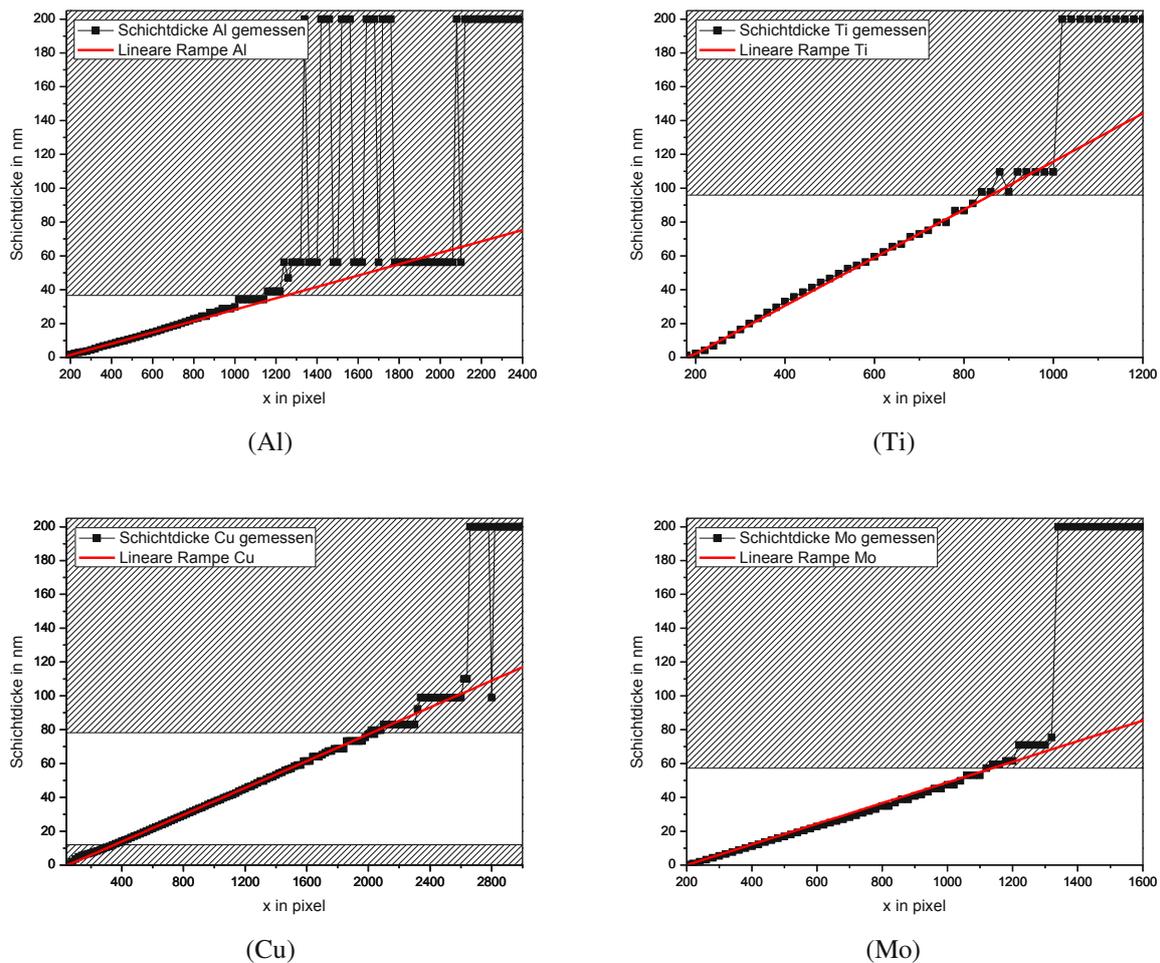
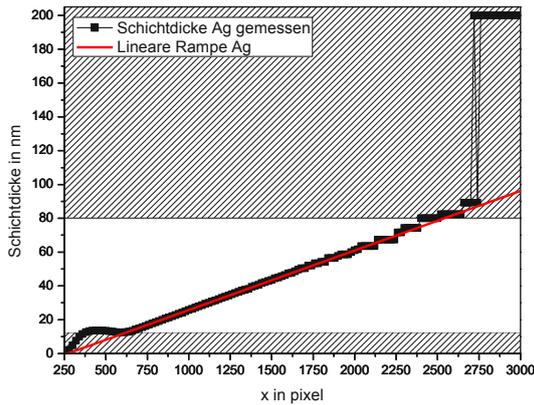
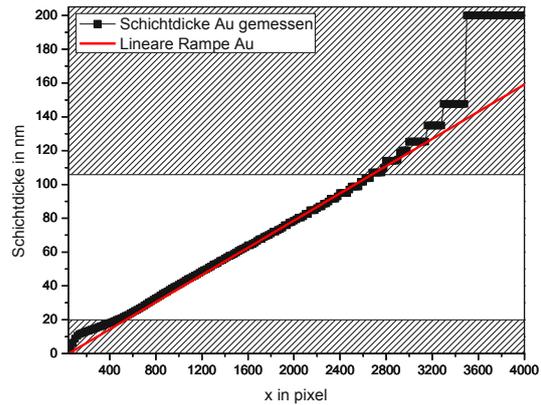


Abbildung 5-49 Messbereichsgrenzen der Schichtdickenmessung dargestellt an metallischen Einfachschichten in Rampenform (Teil 1). Bereiche außerhalb des Messbereichs sind schraffiert dargestellt.



(Ag)



(Au)

Abbildung 5-50 Messbereichsgrenzen der Schichtdickenmessung dargestellt an metallischen Einfachschichten in Rampenform (Teil 2). Bereiche außerhalb des Messbereichs sind schraffiert dargestellt.

Es ist deutlich die sehr gute Übereinstimmung der Rampenverläufe mit den gemessenen Schichtdickenverläufen zwischen den Schichtdickengrenzen zu sehen. Oberhalb der Schichtdickenobergrenzen werden die gemessenen Schichtdickenverläufe immer stufenförmiger und gehen bei dem Maximalwert von 200 nm in Sättigung.

Unterhalb der Schichtdickenuntergrenzen für die Edelmetalle Cu, Ag, Au weichen die gemessenen Schichtdicken aufgrund des verstärkten Inselwachstums dieser Materialien teils deutlich von den realen Schichtdicken ab.

Durch ausreichend gute Kalibrierung (siehe Abschnitt 3.2.4) sind die in Abschnitt 3.2.3.2 errechneten Schichtdickenobergrenzen auch in der Praxis erreichbar, in manchen Fällen sogar überschreitbar.

5.3.3 Vermessung der Kalibrationsstufe mittels Profilometer

Die Stufenproben wurden einer taktilen Schichtdickenbestimmung mittels Profilometer unterzogen. Wie bereits erwähnt, wurde die erste Stufe (Kalibrationsstufe) jeder Probe so präpariert, dass sie leicht einer Profilometermessung unterzogen werden konnte. Die Profilometermessung erfolgte normal zur Stufenrichtung, d.h. von der Stufe hin zum Probenrand (siehe Abbildung 5-51).

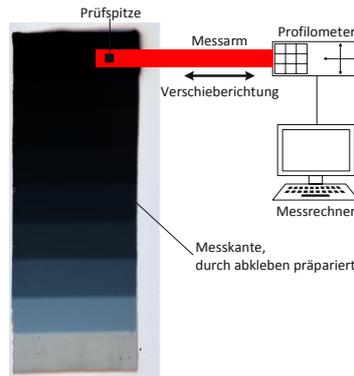


Abbildung 5-51 Schematischer Messaufbau einer Profilometermessung einer Stufenprobe; die Prüfspitze ist über der Kalibrierstufe positioniert

Durch Kenntnis der Shutteröffnungszeiten konnte durch Vermessung der Dicke der Kalibrationsstufe die Rate des Beschichtungsprozesses und damit auch die Schichtdicke jeder einzelnen Stufe berechnet werden. Die Profilometermessungen wurden für jedes Stufenmaterial durchgeführt. Einzig die W Proben entzogen sich einer profilometrischen Untersuchung, da sich bei diesen Proben die Kalibrationsstufe bereits bei Entnahme aus der Vakuumkammer vom Substrat zu lösen begann (siehe Abbildung 5-41).

5.3.4 Vermessung der Probenmatrix mittels FEG SEM

Ausgewählte Proben wurden einer Schichtdickenbestimmung mittels FEG SEM am USTEM der TU Wien unterzogen. Die Untersuchung erfolgte durch Aufnahme von Bildern des Querschliffs entlang des Stufengradienten. Probenpräparation und Erstellung der mikroskopischen Bilder wurde von USTEM durchgeführt. Ein exemplarisches Bild mit Messmarkierungen ist in Abbildung 5-52 dargestellt.

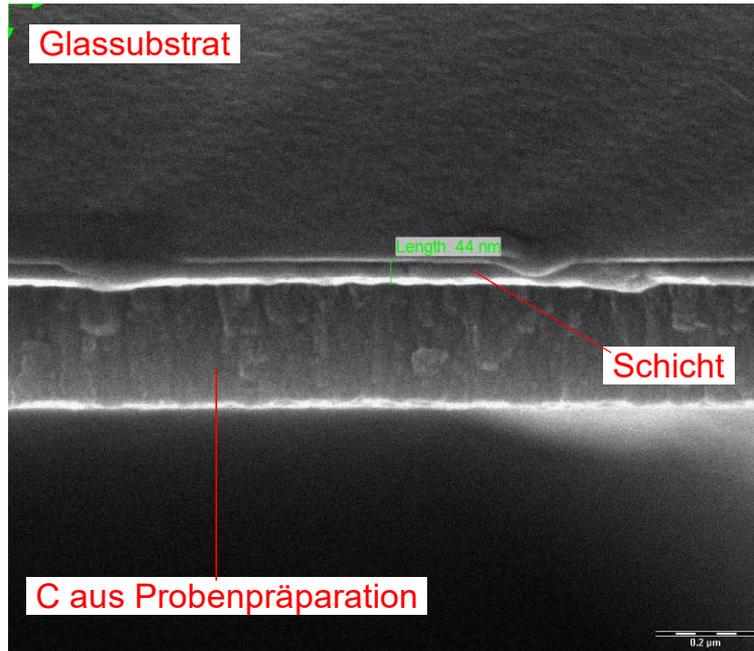


Abbildung 5-52 SEM Aufnahme von Stufe 5 der Probe Ag 20_8_5 25W im Querschliff

Aus den so erzeugten Bildern wurde zum einen versucht, die Dicke jeder einzelnen Stufe separat zu bestimmen als auch noch einmal die Dicke der Kalibrationsstufe zu ermitteln und wie bei den Profilometermessungen daraus die zu erwartende Schichtdicke an den Stufenpositionen zu berechnen.

5.3.5 Gegenüberstellung der Messergebnisse

Die mittels der in den Abschnitten 5.3.2, 5.3.3 und 5.3.4 beschriebenen Messmethoden ermittelten Schichtdicken der Stufenproben sind in Abbildung 5-53 zusammengefasst.

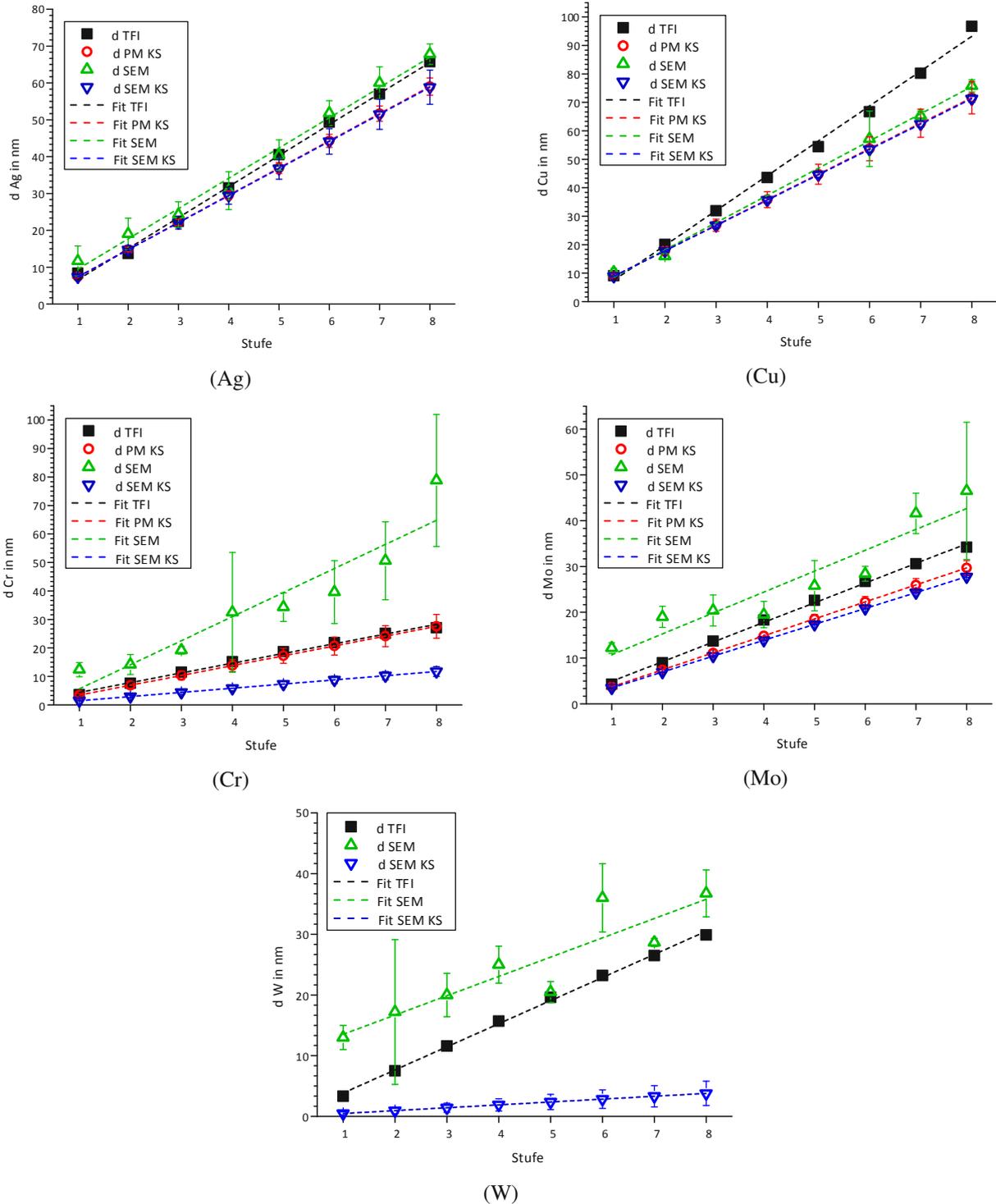


Abbildung 5-53 Vergleich der mittels FEG SEM (d SEM), Kalibrierstufenmessung SEM (d SEM KS), Kalibrierstufenmessung Profilometer (d PM KS) und TFI (d TFI) ermittelten Schichtdicken der einzelnen Stufen der Stufenproben Ag, Cu, Cr, Mo und W

Die Schichtdickenverläufe der Ag Probe zeigen, dass die Kalibrationsstufenmessungen (KS) mittels Profilometer und mittels FEG SEM Messungen, und die daraus berechneten Stufendicken, sehr gut übereinstimmen. Die mittels FEG SEM ermittelten Schichtdicken am tatsächlichen Stufenort liegen dazu etwas höher. Die TFI Messungen liegen hierzu genau in der Mitte.

Die Cu Stufenprobe verhält sich sehr ähnlich zur Ag Stufenprobe. Profilometer und FEG SEM KS Messungen stimmen wieder sehr gut überein, diesmal aber auch sehr gut mit den FEG SEM Messungen an den Stufenpositionen. Die TFI Messungen sind auch hier wieder in guter Übereinstimmung. Bei höherer Stufenzahl und damit höherer Schichtdicke weichen die TFI Messungen aber immer mehr von den Ergebnissen der anderen Methoden ab. Die Linearität des Anstieges von Stufe zu Stufe wird jedoch beibehalten. Es ist also noch nicht davon auszugehen, dass die Messmethode bei diesen Schichtdicken bereits in Sättigung geht (siehe Abschnitt 3.2).

Die Cr Probe zeigt ein etwas anderes Verhalten. Die FEG SEM KS Messungen und die mittels FEG SEM am Stufenort gemessenen Schichtdicken liegen weit auseinander. Die TFI Messwerte und die Profilometer Ergebnisse sind jedoch in sehr guter Übereinstimmung und liegen zwischen den FEG SEM Ergebnissen.

Selbes Verhalten lässt sich auch für die Mo Probe beobachten. Zusätzlich ist hier festzustellen, dass die mittels FEG SEM am Stufenort gemessenen Schichtdicken zwar linear ansteigen, aber bei Verlängerung der Fit Geraden, diese nicht durch den Ursprung geht. Dies kann bei konstanter Beschichtungsrate nicht der Fall sein und weist auf einen systematischen Fehler hin.

Die W Probe stellt einen Sonderfall dar. Wie bereits erwähnt, löste sich die zur Profilometermessung vorgesehene Kalibrationsstufe bereits bei Entnahme der Probe aus dem Probenhalter vom Glassubstrat. Grund dafür ist die schlechte Benetzung von W auf dem Glassubstrat sowie hohe Druckspannungen in der Schicht. Damit war keine profilometrische Bestimmung der Schichtdicken möglich. Dies stellte auch ein großes Problem für die Messung der Kalibrationsstufe mittels FEG SEM dar.

5.3.6 Conclusio

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die mittels TFI ermittelten Schichtdicken im selben Dickenbereich wie die Ergebnisse der anderen Messmethoden liegen. Aufgrund der Streuung der Schichtdicken zwischen den einzelnen Methoden und dem (bis auf die Cu Probe) genau dazwischen liegenden Ergebnissen der TFI Messung ist von einer guten quantitativen Aussagekraft der TFI Messungen auszugehen. Ebenfalls gibt TFI den linearen Anstieg der Schichtdicke bis hin zu sehr geringen Transmissionen und damit hohen Schichtdicken ausgezeichnet wieder. Bereits hier zeigt sich auf Grund der Einfachheit, Schnelligkeit und Präzision der Vorteil dieser Messmethode.

6 Granulate

In den Abschnitten 3 bis 5 wurde die Anwendung von Bildsensoren zur optischen Schichtdickenmessung betrachtet. Im Zuge dessen wurde das theoretische Modell zur Reflexions- und Transmissionsberechnung in Mehrschichtsystemen unter Berücksichtigung von kohärenter und inkohärenter Reflexion abgeleitet (Abschnitt 3.1). Weiters wurden die an der Bilderzeugung beteiligten physikalischen Messprozesse in bildgebenden Sensoren (Abschnitt 2.3), sowie die spektrale Quantifizierung von Strahlungsintensitäten untersucht (Abschnitt 2.3.3 und 5.2). Ebenso wurden die Möglichkeiten der digitalen Bildverarbeitung von HDR Graustufenbildern hinsichtlich Segmentierung, Objekterkennung und Merkmalsextraktion evaluiert (Abschnitt 2.4).

Diese Erkenntnisse flossen zum einen in die Entwicklung eines Messsystems zur Schichtdickenbestimmung mittels Digitalscanner, und zum anderen in die Entwicklung des Softwaresystems ThinFilmInspect (TFI) ein.

Die Konzeptvalidierung wurde an metallischen Einfachschichten auf planen Glassubstraten durchgeführt und die Ergebnisse mit etablierten Messverfahren (SEM, TEM, Taktill) verglichen (Abschnitt 5.3).

Im nächsten Schritt wurde das entwickelte Messverfahren auf Granulatproben angewendet. Dazu waren die folgenden vier Zusatzschritte notwendig.

1. Das Bestimmen der Substratmorphologie und Abgleich des zur Schichtdickenmessung verwendete Rechenmodells mit selbiger. Das Rechenmodell musste an die Granulat Morphologie angepasst, bzw. einschränkende Parameter an die Objekterkennung festgelegt werden.
2. Die Probenpräparation des Granulatmaterials. Das Granulatmaterial musste so präpariert werden, dass es einer Transmissions- und Reflexionsmessung zugänglich war. Weiters musste die Exposition des Granulates im Strahlengang überprüft werden.
3. Die Überprüfung der Brechungsindizes aller im Rechenmodell zum Einsatz kommenden Materialien, insbesondere der Brechungsindizes des Granulatmaterials.
4. Die Erweiterung der Rechen- und Auswertelgorithmen von TFI, um eine hohe Effizienz der Schichtdickenmessung, auch für granulare Substrate, zu gewährleisten.

In der Arbeitsgruppe Dünne Schichten am Institut für Festkörperphysik der TU Wien werden verschiedenste Granulate für den eigenen Forschungsbedarf oder auf Anfrage externer Partner beschichtet. Ein typisches Beispiel solcher Granulatsubstrate sind synthetische Diamanten mit Siebgrößen von Mesh 40/50, Mesh 70/80 und darunter (siehe Abbildung 6-1a). Wie in Abschnitt 1 erklärt, findet derartige Diamantgranulat z.B. Verwendung in Metall-Diamant-Kompositmaterialien zur Herstellung von Spezialkühlkörpern mit hoher thermischer Leitfähigkeit und reduzierter thermischer Ausdehnung (bis zu 650 W/mK bei nur 6-12 ppm/K Ausdehnung [76], [92]). Ein weiteres Beispiel stellen Mikroglasshohlkugeln (Hollow Glass Microspheres, HGMs z.B. Typ S38 der Firma 3M, siehe Abbildung 6-1b) dar. Versehen mit katalytischen Schichten finden HGMs in Wasserstoff-Festkörperspeichern Verwendung.

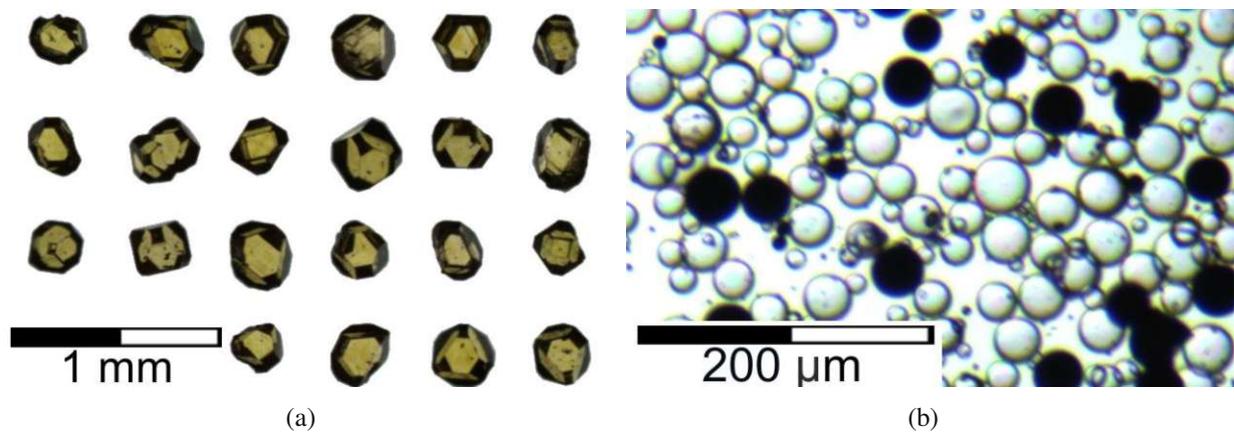


Abbildung 6-1 (a) Auswahl unbeschichteter Mesh 40/50 Diamanten, sortiert durch TFI (b) Mischung Cu-beschichteter und unbeschichteter HGMs (hollow glass microspheres) im Durchlichtmikroskop

Diese Substratgranulate sind transparent bzw. semitransparent für sichtbares Licht und damit einer Transmissionsmessung (beschrieben in Abschnitt 2.3) zugänglich. Im Weiteren werden die vier oben genannten Punkte je Granulattyp betrachtet. Die praktische Ausführung von Schichtdickenmessungen an granularen Materialien mittels TFI wird im Folgenden exemplarisch für Diamantgranulat betrachtet. Die Prozessschritte bei anderen Granulatsorten unterscheiden sich nur in der Wahl und Feinjustierung der im Folgenden erklärten Prozessparameter.

6.1 Diamantgranulat

Im Folgenden wird Diamantgranulat der Firma Luoyang Qiming Superhard Material Co. vom Typ QM MBD4³ und der Firma SumiCrystal vom Typ SumiCrystal Type ECO Ib <100> betrachtet (siehe Abbildung 6-2). Beide Diamanttypen werden mittels HPHT Verfahren hergestellt. Das Granulat war in den Siebgrößen Mesh 40/50, 70/80 und 325/400 und im Falle des SumiCrystal ECO als Einzeldiamant vorhanden.



Abbildung 6-2 Diamantgranulat QM MBD4 Mesh 40/50 in Probenbehälter a) unbeschichtet b) Ag beschichtet (Maßstab im Hintergrund in mm)

Das Mesh ist eine Einheit zur Angabe von Gewebefeinheiten [47]. Im Fall von Sieben gibt sie die Anzahl der Siebedrähte je Zoll an. In gängigen Siebverfahren durchläuft das Siebgut nacheinander Siebe mit ansteigender Meshzahl. Die Angabe der Meshzahl in der Form Mesh x/y bedeutet, dass es sich um Siebgut handelt, welches ein Sieb mit Mesh x noch passiert hat, aber im Sieb mit Mesh y hängengeblieben ist. Meshzahlen sind genormt. Die Drahtstärken der Siebedrähte sind von Norm zu Norm unterschiedlich, d.h. zur Umrechnung von Mesh Zahlen in Korngrößen ist die zugrunde liegende Norm zu berücksichtigen. Im Falle der Siebgrößen Mesh 40/50 ergeben sich nach US Standard Mesh Korngrößen von 300 – 425 µm [47].

³ MBD4 (Metal Bond Diamond) beschreibt eine Klassifizierung synthetischer Diamanten von „regulärer Form, genauer Körnung, gelber Farbe, geringen Verunreinigungen, guter Transparenz und perfekter thermischer Stabilität“ geeignet für die Anwendung in Metallverbund-Werkzeugen, galvanisierten Werkzeugen und Schleifen von nichtmetallischen Materialien wie Keramiken [91].

6.1.1 Herstellung von synthetischen Diamanten

Es gibt zwei etablierte Verfahren zur Herstellung synthetischer Diamanten: HPHT (High Pressure, High Temperature) und CVD (Chemical Vapor Deposition). Das oben genannte Granulat wird im HPHT (High Pressure, High Temperature) Verfahren hergestellt.

6.1.1.1 HPHT-Verfahren

Beim HPHT-Verfahren werden Keimdiamantkristalle in einer Metallmatrix eingebettet. Diese Matrix dient als Lösungsmittel. Hierbei kommen meist Reinmetalle wie Fe, Ni oder Cu zum Einsatz, es können auch Zusätze wie z.B. P als Katalysatoren beigemischt sein [77], [78], [79]. Diese Metallmatrix ist von einer reinen C-Schicht in Form von Graphit ummantelt. Dieser Graphitmantel dient als C-Quelle für die Diamantkristallisation. Eine solcherart aufgebaute Zelle wird in eine beheizbare Hochdruckpresse verbracht und dort, unter Erhitzen auf 1200-2000°C, Drücken von etwa 6 GPa ausgesetzt [80]. Die Metallmatrix schmilzt und nimmt Kohlenstoff aus der Graphitummantelung auf. Dieser Kohlenstoff kondensiert an den Keimkristallen aufgrund des aufgebracht Druckes in Diamantmodifikation. Es sind so Diamanten von bis zu 25 Karat (je nach Färbung) möglich [80]. Neben der Kristallisation an den Keimen kann es auch zu Kristallisation von Diamantkristallen direkt aus der Schmelze kommen. Diese sind jedoch aufgrund hoher Fremdatomeinschlüsse und Gitterfehlstellen von sehr geringer Qualität und lassen sich prozesstechnisch vermeiden.

6.1.1.2 CVD-Verfahren

Bei der Herstellung von Kunstdiamanten mittels CVD-Verfahren werden wie beim HPHT-Verfahren ungebundene C-Atome an Keimkristallen in Diamantmodifikation abgeschieden. Das Abscheiden erfolgt beim CVD-Verfahren direkt aus der Gasphase bei weit geringeren Drücken als beim HPHT-Verfahren [80]. Es werden Diamant-Keimkristalle in einer Reaktionskammer als Substrat verbracht und in der Abscheidephase auf Temperaturen > 700°C erhitzt. Die Kammer wird evakuiert und mit einem C- und H-hältigen Arbeitsgas (meist CH₄-H₂ Mixturen) geflutet. Über dem Substrat befindet sich ein auf ca. 2000°C erhitztes Filament, welches das Arbeitsgas in seine Komponenten aufspaltet und ionisiert. Bei Temperaturen ab 700°C scheidet sich C aus dem Arbeitsgas unter Abgabe von H am Substrat ab und kristallisiert in Diamantstruktur. Bilden sich am Substrat Phasen in Graphit

Modifikation, so werden diese selektiv vom H-Anteil des Arbeitsgases weggeätzt und es verbleibt nur C in Diamantstruktur am Substrat.

6.1.2 Diamantmorphologie

Zur Ableitung des Schichtmodells für Granulate ist die Granulatmorphologie, d.h. Tracht⁴ und Habitus⁵ der einzelnen Partikel, zu beachten. Wie in Abschnitt 3.1.1 beschrieben ist neben der Schichtabfolge auch die räumliche Lage der Schichten zueinander, insbesondere deren Verkippungswinkel, von großer Bedeutung für die Modellrechnung.

Das Kristallsystem des Diamanten ist kubisch flächenzentriert, dies gilt auch für synthetisch hergestellte Diamanten [77, S. 4 ff.]. Kristalle mit kubisch flächenzentriertem Kristallsystem wachsen meist in hexagonaler oder oktogonaler Form [80], d.h. die Tracht ist angelegt zwischen Hexaeder, Oktaeder und deren Mischformen mit gleichseitigem Habitus [81] (siehe Abbildung 6-3).

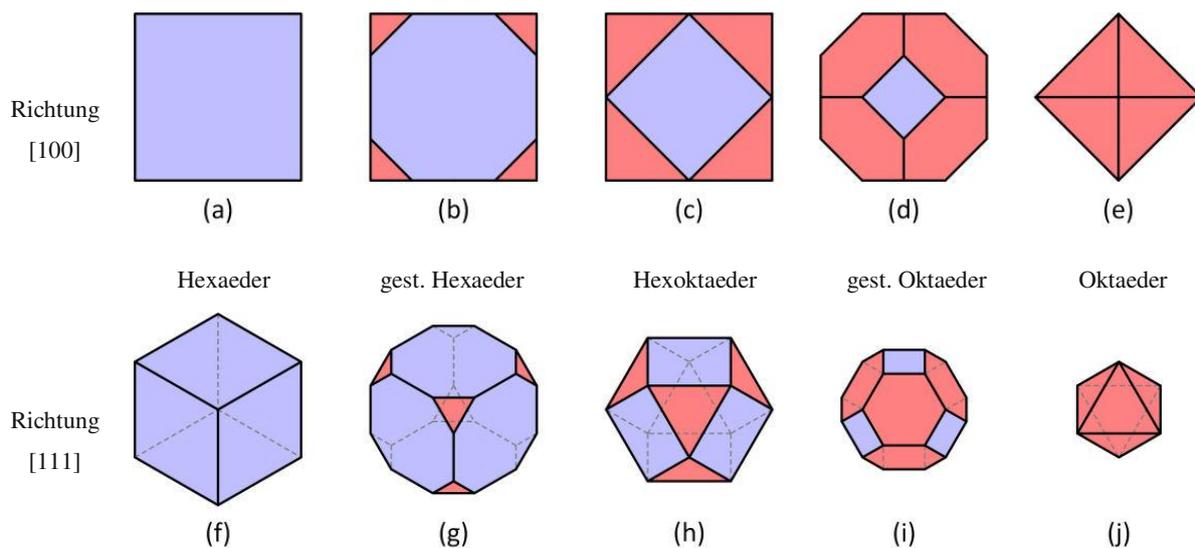


Abbildung 6-3 Unterschiedliche Diamantmorphologien, mit gleichseitigem Habitus und verschiedener Tracht: (a, f) Hexaeder, (b, g) gestutzter Hexaeder, (c, h) Hexoktaeder, (d, i) gestutzter Oktaeder und (e, j) Oktaeder, gesehen jeweils aus Richtung $[1,0,0]$ (a, b, c, d, e) und Richtung $[1, 1, 1]$ (f, g, h, i, j)

⁴ Gesamtheit der an einem Kristall entwickelten Kristallflächen, d.h. alle als Begrenzung der Wachstumsform möglichen Flächen

⁵ Größenverhältnisse der einzelnen Flächen einer polyedrischen Wachstumsform, z.B. Isometrisch, Nadelig (1D gestreckte Form), Tafelig (2D gestreckte Form)

Hexaeder und Oktaeder sind zueinander duale Polyeder. Der Übergang von Hexaeder- zu Oktaederformen erfolgt durch das Einschneiden von parallelen, antipodalen Ebenen, ansetzend an den Hexaederecken, mit Flächennormalen in Richtung der Hexaederdiagonalen (z.B. in $[111]$ Richtung). Bei Verringerung des Abstandes zwischen den einschneidenden Ebenen kommt es, ausgehend vom Hexaeder über die in Abbildung 6-3 dargestellten Zwischenform, zum Übergang zum Oktaeder (und vice versa). Daraus folgt, dass antipodale Oktaederflächen parallel sind. Dies erleichtert die Darstellung des Diamantgranulates im Schichtmodell enorm, da bei Annahme eines flächig auf einer Präparationsfläche aufliegenden Partikels die aufliegende und auch die antipodale Fläche normal zum Strahlengang stehen. Selber Zusammenhang gilt für den Übergang von Oktaeder zu Hexaeder. Anschaulich ist dem Hexaeder ein Oktaeder eingeschrieben und umgekehrt.

Die Mischformen waren in den Ensembles der betrachteten synthetischen Diamanten häufiger auffindbar als reine Hexaeder und Oktaeder und je nach Korngröße des Granulates unterschiedlich häufig verteilt (siehe Abbildung 6-4). Das Wachstum des Diamanten selbst ist dabei stark vom Herstellungsverfahren und dessen Parametern abhängig. Für im HPHT-Verfahren hergestellte Kunstdiamanten mit Siebgrößen von Mesh 40/50 überwiegt die Form des gestutzten Oktaeders und Hexoktaeders [82], während sich die morphologische Verteilung bei kleineren Siebgrößen in Richtung gestutztem Hexaeder verschiebt. Hexaedrische Tracht findet sich häufiger bei kleineren Siebgrößen.

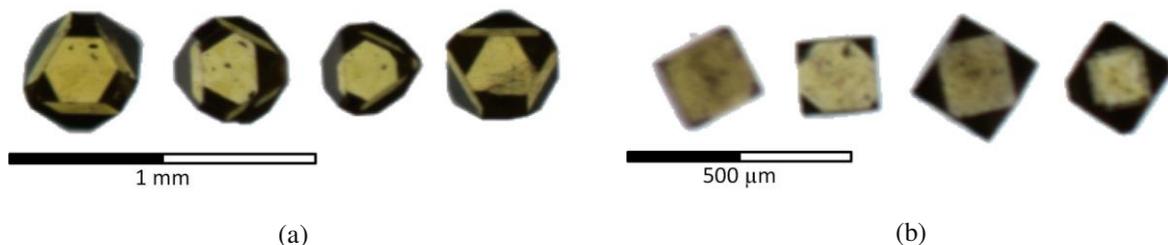


Abbildung 6-4 Typische Formen synthetischer Diamanten im Scannerbild (a) gestutzter Oktaeder in $[1, 1, 1]$ Richtung, nahezu ausschließlich auftretend in den Diamantproben mit Mesh 40/50 (b) Hexaedrische Tracht (Hexaeder bis Hexoktaeder) in $[1, 0, 0]$ Richtung, in geringen Beimengungen auftretend in Proben mit Mesh 70/80 (Hauptform weiterhin gestutzter Oktaeder)

Das in Abschnitt 3.1.1 hergeleitete Rechenmodell ist damit bei senkrechtem Lichteinfall auf antipodale Flächen ohne Korrektur anwendbar. Dies gilt jedoch nur in einem Bereich um die Raumdiagonale herum. Sich schiefwinkelig überdeckende Flächen sind ausgenommen und vor der Auswertung zu entfernen. Bei der Probenpräparation ist darauf zu achten, dass

antipodale Flächen normal zur Strahlrichtung im Strahlengang exponiert werden (siehe Abschnitt 6.1.3). Nach Aufnahme der Graustufenbilder ist mittels TFI der zentrale Bereich aus den Granulatprojektionen zu extrahieren und von den schiefliegenden Facetten zu separieren. Die hierfür notwendigen Verfahrensschritte werden unter dem Begriff Randentfernung zusammengefasst (siehe Abschnitt 6.2.2).

6.1.3 Probenpräparation

Plane Einfachschichten lassen sich, wie in Abschnitt 5 gezeigt, einfach einer Schichtdickenmessung basierend auf Transmissionsmessung mittels Scanner zuführen. Zur Vermessung des Diamantgranulates wurde die Messhalterung basierend auf einem Diaträger (beschrieben in Abschnitt 5.3.2) leicht modifiziert. Der unbestückte Diaträger wurde einseitig mit Klebeband der Marke 3M Scotch Crystal Clear (siehe Anhang C) beklebt und auf der klebenden Seite mit Diamantgranulat bestreut (siehe Abbildung 6-5). Es ist jedes, transparente Klebeband geeignet, solange dessen Brechungsindex bekannt ist. Klebeband der Marke 3M Scotch Crystal Clear wurde gewählt, da es sich durch hohe Reinheit und eine geringe Zahl von Verunreinigungen und makroskopischen Einschlüssen im Klebestreifen auszeichnet. Diese Verunreinigungen können jedoch softwaretechnisch durch entsprechende morphologische Filterung mittels TFI (siehe Abschnitt 6.2.1) weggefiltert werden.

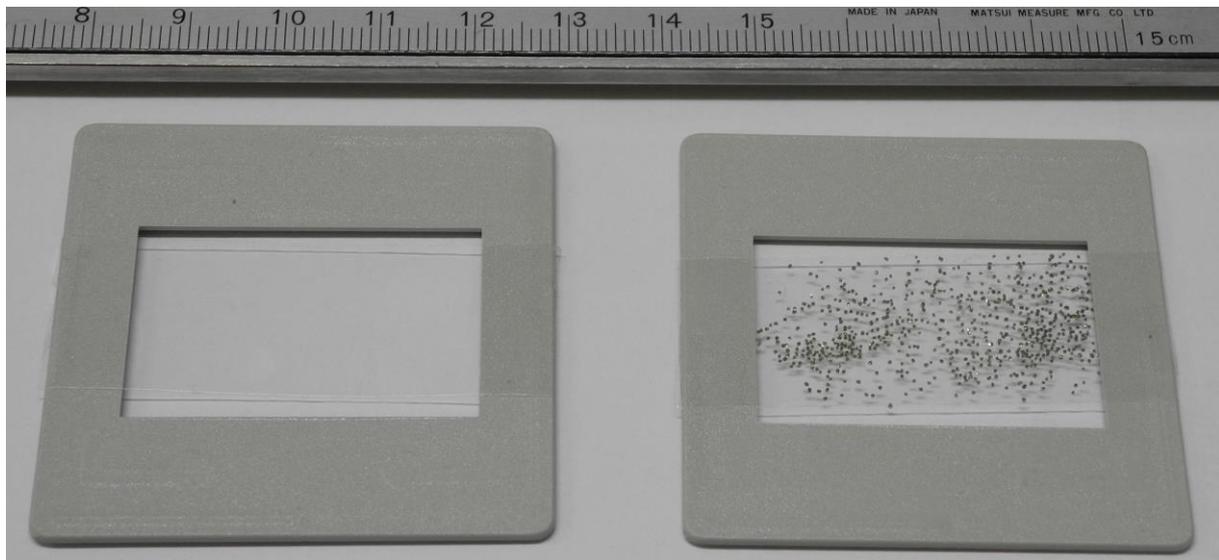


Abbildung 6-5 Diaträger mit beklebtem Klebeband, ohne und mit Bestreuung von Mesh 40/50 Diamanten
(Maßstab am Bildrand in cm)

Bei der Probenpräparation ist zu beachten, dass das Klebeband möglichst straff am Diaträger gespannt ist, um so die gleichzeitige Fokussierung der Scanneroptik über dem gesamten Messbereich zu ermöglichen. Eine bewährte Methode hierfür ist das Fixieren des Klebestreifens am Untergrund und dann darauffolgend ein großzügiges Bekleben des Diaträgers unter gleichzeitigem gespannthalten des Klebestreifens. Überschüssiges Band wird beidseitig per Schnitt entfernt. Anschließend wird der Klebestreifen mit Granulat bestreut, welches zuvor in kleiner Menge (z.B. per Messerspitze) aus dem Granulatbehältnis entnommen wurde. Hierbei ist auf eine optimale Bestreudichte zu achten (siehe Abbildung 6-6 bis Abbildung 6-8). Diese liegt im Ermessen des Operators. Eine geringe Bestreudichte führt zu schlechter statistischer Signifikanz der Messergebnisse, wobei diese durch Kombination mehrerer Scanbilder verbessert werden kann. Eine zu hohe Streudichte führt zu dicht liegenden Partikeln. Die so entstehenden Granulatagglomerate können von der Auswertesoftware TFI nicht als Einzelgranulate (festgelegt durch Wahl der morphologischen Filterparameter) erkannt und einer Auswertung zugeführt werden. Granulatagglomerate können jedoch in TFI (durch Erosionsoperatoren im Binärbild) teilweise wieder aufgelöst werden (siehe Abschnitt 7.4). Dies geht jedoch zur Lasten der Pixelzahl je Partikel und damit wieder zu Lasten der statistischen Signifikanz. Weiters kann es bei sehr dicht liegenden Granulaten dazu kommen, dass nicht die Granulatpartikel sondern die dazwischen liegenden Löcher als Objekte erkannt werden, falls diese den morphologischen Filterparametern genügen.

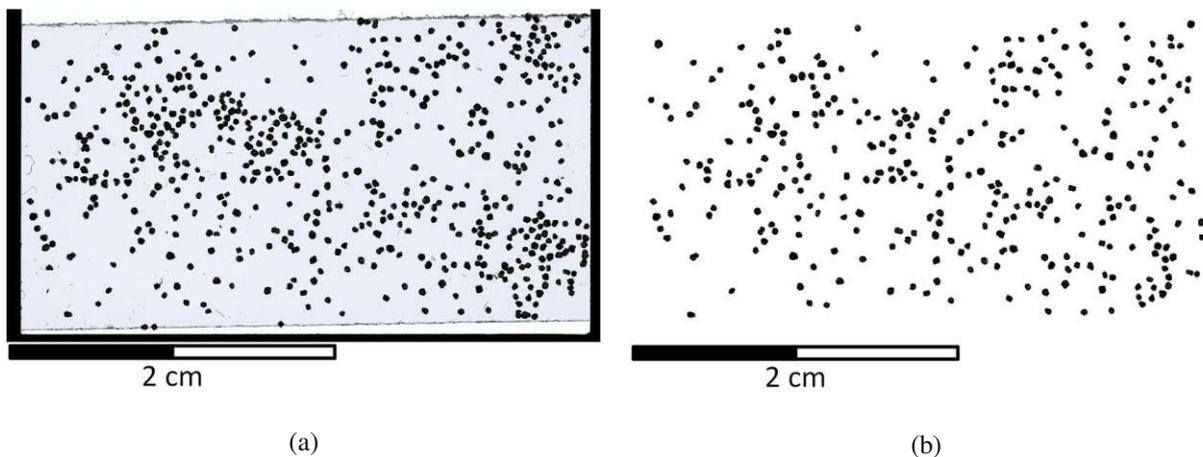


Abbildung 6-6 Günstig gewählte Bestreudichte für Mesh 40/50 Diamanten (a) im Scanbild (b) nach der Objekterkennung

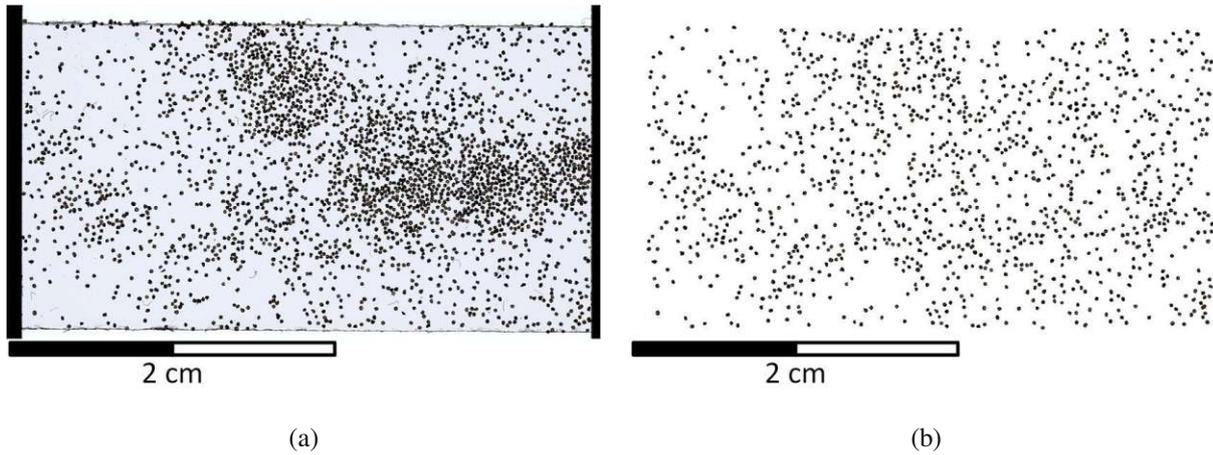


Abbildung 6-7 Noch günstig gewählte Bestreuungsdichte für Mesh 70/80 Diamanten (a) im Scanbild (b) nach der Objekterkennung. Es ist bereits ein deutlicher Wegfall von dicht liegenden Objekttagglomeraten zu erkennen

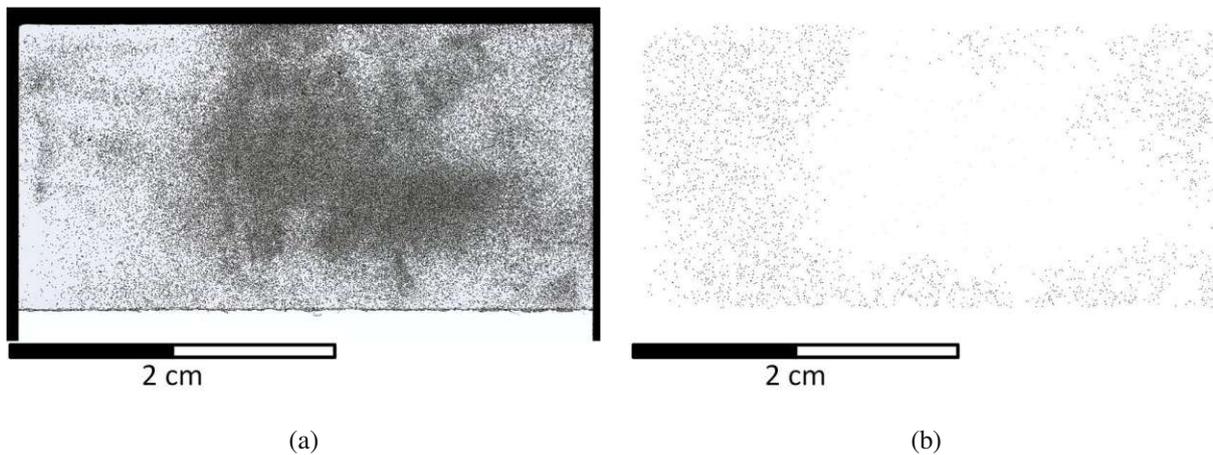


Abbildung 6-8 Ungünstig gewählte Bestreuungsdichte für Mesh 325/400 Diamanten (a) im Scanbild (b) nach der Objekterkennung. Die Objekte im Zentrum liegen so dicht, dass sie nicht mehr aufgelöst werden können.

Die verwendeten Klebestreifen der Firma 3M: Scotch Tape Crystal Clear 600 sind etwa 50 μm dick, wobei etwa ein Drittel auf den Polymerträger und zwei Drittel auf den darauf aufgetragenen Kleber entfallen (siehe Anhang C). Die darauf aufgestreuten Mesh 40/50 Diamanten besitzen Feret-Durchmesser⁶ von 300 – 400 μm . Auch ohne genaue Kenntnis der Verformungseigenschaften des Klebers ist aus den geometrischen Gegebenheiten bereits ersichtlich, dass die Verkippung der am Kleber aufliegenden Diamantflächen nur sehr gering sein kann (siehe Abbildung 6-9). Auch zeigt sich in den Scanbildern, dass eine gleichmäßig

⁶ Normalabstand zwischen zwei antipodalen, parallelen Tangenten an die konvexe Hülle (siehe Abbildung 6-29)

gute Fokussierung der Scanneroptik auf die Ränder der exponierten Diamantflächen möglich ist. Die Verkipfung am Klebeband wird daher vernachlässigt.

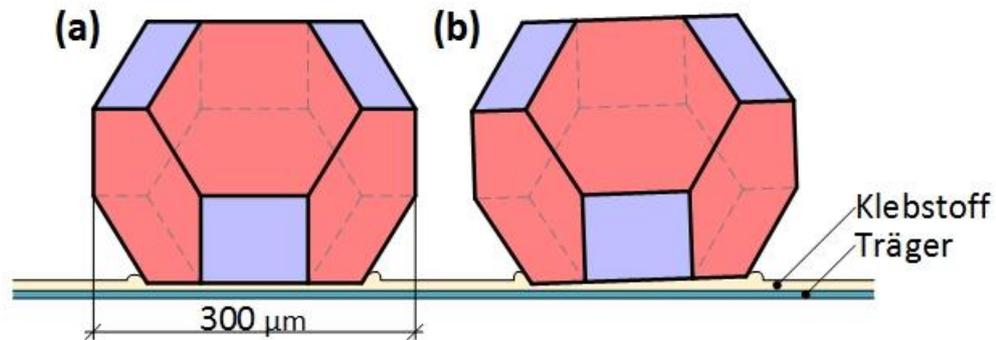


Abbildung 6-9 Seitenansicht von synthetische Diamanten in Form von gestutzten Oktaedern liegend am Klebeband mit realistischen Größenverhältnissen für Mesh 40/50 Diamanten (a) mit vollkommen plan aufliegender Oktaederfläche (b) leicht verkippt durch zufälliges Auftreffen am Klebestreifen

Weiters ist die richtige Wahl der Beleuchtungsstärke zu beachten. Für die allermeisten Proben wurde sie so gewählt, dass sowohl die Helligkeiten der zu vermessenden Granulatpartikel als auch die Helligkeit der für die 2-Punkt Kalibration (siehe Abschnitt 3.2.4) ausgewählten Bildbereiche nicht in Sättigung geraten sind, d.h. die Helligkeiten in diesen Bereichen erreichten die maximale Helligkeit (bei 8 Bit Farbtiefe = 255) nicht. Interessieren nur bestimmte Bereiche der Probe, so kann es sinnvoll sein die Beleuchtungsstärke soweit zu erhöhen, dass zwar der interessante Bereich mit maximalem Kontrast ausgeleuchtet ist, andere Bereiche der Probe aber bereits in Sättigung liegen. Die Kalibrationspunkte dürfen weiterhin nicht in Sättigung liegen.

Derart präparierte Proben wurden, wie in Abschnitt 5.3.2 beschrieben, eingescannt und die entstehenden Graustufenbilder der Auswertesoftware TFI zugeführt.

6.1.4 Brechungsindex von synthetischen Diamanten

Natürlich vorkommenden Diamanten werden bezüglich ihrer Reinheit in sog. Diamanttypen eingeteilt (Typ Ia, Ib, IIa, IIb) [77]. Die einzelnen Typen unterscheiden sich bezüglich des jeweils vorhandenen Fremdatomanteils und damit in ihrer Färbung. Der Fremdatomanteil hat jedoch nur sehr geringen Einfluss auf die Brechungsindizes, die sich zwischen den einzelnen Diamanttypen nur minimal unterscheiden [77]. Diese Brechungsindizes sind in ausreichender Genauigkeit vermessen und bekannt [77].

Für den Brechungsindex synthetischer Diamanten kann der Brechungsindex natürlicher Diamanten als Basis herangezogen werden. Der reelle Anteil des Brechungsindex unterscheidet sich nur minimal zwischen natürlichem und synthetischem Diamant [77]. Es zeigte sich jedoch in den Experimenten, dass sich die Transmissions- und Reflexionsspektren des verwendeten Diamantgranulates (sowohl QM MBD4 als auch Einzeldiamant SC ECO Ib) deutlich von den aus den Literaturwerten erwarteten Spektren unterschieden (siehe Abbildung 6-10).

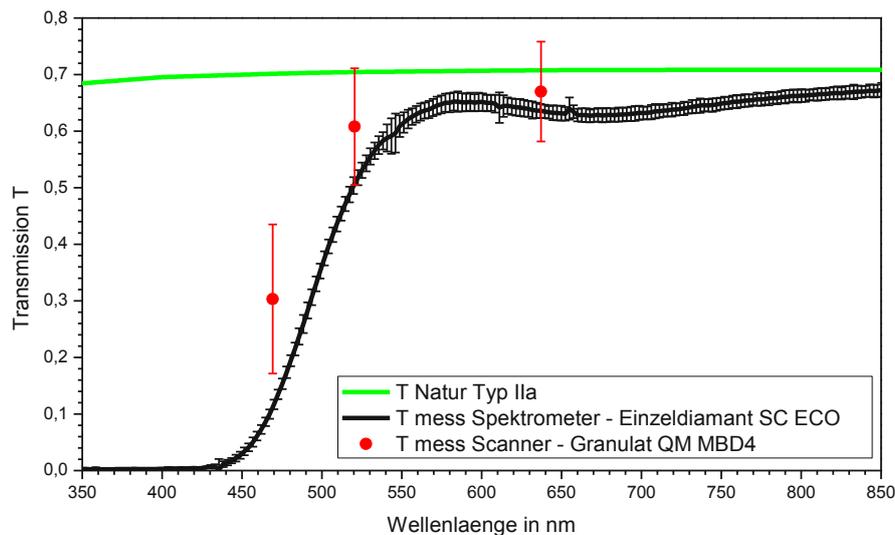


Abbildung 6-10 Vergleich berechnete Transmission eines Naturdiamanten Typ IIa und der gemessenen Transmission an synthetischem Diamanten vom Typ SumiCrystal ECO und QM MBD4

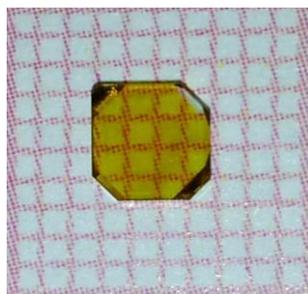
Vor allem bei kürzeren Wellenlängen (ab 550nm) fiel die Transmission der Kunstdiamanten stark ab, was auf eine endliche Absorption der Kunstdiamanten zurückgeführt wurde. Dieses Verhalten ließ sich aus den in der Literatur vorhandenen Werten für den reellen Brechungsindex nicht erklären.

Jeglicher Kunstdiamant ist aufgrund realer Herstellungsbedingungen mit Unreinheiten durch Fremdatome und Fehlstellen im Gitter versehen. Häufigstes Fremdmaterial stellt dabei der Stickstoff dar. Es gibt keine synthetischen Diamanten ohne N Anteil [77]. Die N Fehlstellen führen jedoch nicht zur beobachteten Absorption bei kürzeren Wellenlängen [77]. Als Ursache für die beobachtete Absorption wurde Raleigh-Streuung an den Grenzen von Mikrokristalliten innerhalb des Diamantgefüges angesehen. Diese Mikrokristallite entstehen während der Diamantsynthesierung [77].

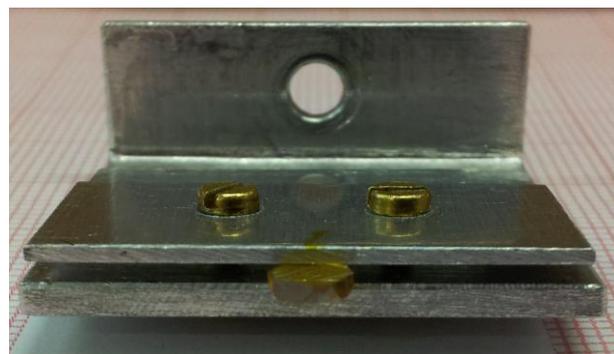
Addieren sich die an den einzelnen Streuzentren (Mikrokristalliten) gestreuten Strahlen inkohärent, so kann die Strahlabschwächung durch Streuung mit der Strahlabschwächung durch Absorption zusammengefasst und im entsprechend modifizierten Extinktionskoeffizienten des Materials dargestellt werden [48, S. 192 ff]. Der Streuteil führt jedoch nicht zu einer Absorption von Photonen im klassischen Sinn durch Energieübertrag, sondern zu einer Verminderung der Strahlintensität in einem bestimmten Raumwinkel. Die ausgestreuten Anteile können nicht mehr zur Intensität in Strahlrichtung beitragen, d.h. Absorption führt zu einem Verlust von Strahlenergie, während Streuung zu einem Verlust von Strahlintensität in einem bestimmten Raumwinkel führt. Streuung verändert die Strahlenergie nicht.

6.1.4.1 Bestimmung des Extinktionskoeffizienten aus der Absorption

Um den Extinktionskoeffizienten des gegebenen Diamantgranulates zu bestimmen, wurde die Absorption eines Einzeldiamanten aus vergleichbarer HPHT-Herstellung (SumiCrystal (SC) Type ECO Ib) bestimmt. Die Absorption wurde aus Transmissions- und Reflexionsmessung am Einzeldiamanten ($4 \times 4 \times 2 \text{ mm}^3$, siehe Abbildung 6-11) abgeleitet und hieraus der komplexe Brechungsindex des verwendeten Diamantmaterials bestimmt. Der reelle Anteil des Brechungsindex wurde aus der Literatur entnommen und daraus, zusammen mit den Messergebnissen, der Extinktionskoeffizient k bestimmt.



(a)



(b)

Abbildung 6-11 Kunstdiamant $4 \times 4 \times 2 \text{ mm}^3$ (a) in Draufsicht und (b) in der Halterung zur Reflexions- und Transmissionsmessung (Maßstab im Hintergrund in mm)

6.1.4.1.1 Physikalisches Modell zur Bestimmung des Extinktionskoeffizienten aus den Messergebnissen

Der vermessene Einzeldiamant hatte eine Dicke von 2mm, es wurde daher bei gegebener Lichtquelle (siehe Abschnitt 5.2.5) für die Modellbildung von inkohärenter Reflexion an den Grenzflächen und damit Addition der Strahlintensitäten zwischen den Diamantgrenzflächen ausgegangen. Die dabei gegebenen Transmissions- und Reflexionsverhältnisse lassen sich durch das in Abbildung 6-12 dargestellte Modell beschreiben.

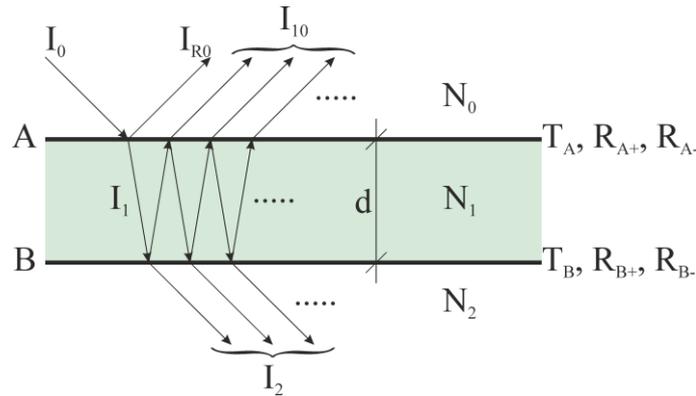


Abbildung 6-12 Transmission und Reflexion an und zwischen den beiden Diamantgrenzflächen A und B

Die Ableitung von T und R aus den in Abbildung 6-12 gegebenen Verhältnissen wurde bereits in Abschnitt 3.1.1.6 behandelt. Daraus ergibt sich T und R eines Diamanten bestehend aus zwei planparallelen Oberflächen unter Berücksichtigung der inkohärenten Reflexion und senkrechtem Lichteinfall zu

$$T = T_A T_B \cdot \beta M \quad (6-1)$$

und

$$R = R_{A+} + \beta T_A^2 R_{B+}, \quad (6-2)$$

mit

$$\beta = (M^2 - R_{B+} R_{A-})^{-1} \quad (6-3)$$

und

$$M = e^{\alpha d}. \quad (6-4)$$

Es wurde ein unbeschichteter Diamant untersucht, d.h. die Grenzflächen A und B sind Grenzflächen zwischen Luft und Diamant. Daraus folgt

$$R_{A+} = R_{A-} = R_{B+} = R_{B-} = R_{int} \quad (6-5)$$

und

$$R_{int} = \frac{(n_0 - n_1)^2 + (k_0 - k_1)^2}{(n_0 + n_1)^2 + (k_0 + k_1)^2}. \quad (6-6)$$

Mit Näherung des komplexen Brechungsindex für Luft mit $n_0 = 1$ und $k_0 = 0$ vereinfacht sich die Gleichung (6-6) zu

$$\left. \begin{array}{l} n_0 = 1 \\ k_0 = 0 \end{array} \right\} \Rightarrow \begin{array}{l} R_{int} = 1 - \frac{4n_1}{(1+n_1)^2 + k_1^2} \\ T_{int} = \frac{4n_1}{(1+n_1)^2 + k_1^2} \end{array}. \quad (6-7)$$

Der Realteil des komplexen Brechungsindex des Kunstdiamanten n_1 wird gleich dem eines natürlichen Diamanten gesetzt. Die Absorption durch Streuung an den Mikrokristalliten wurde als gering, aber nicht als verschwindend angenommen, d.h. der imaginäre Anteil des komplexen Brechungsindex k_1 ist zwar sehr klein, aber nicht 0. Damit lassen sich die Gleichungen bei kleinem k weiter vereinfachen:

$$k_1 \ll 1 \Rightarrow k_1^2 \lll 1 \Rightarrow \begin{cases} R_{int} = 1 - T_{int} \\ T_{int} = \frac{4n_1}{(1+n_1)^2} \end{cases}. \quad (6-8)$$

Einsetzen von (6-8) in (6-1) und (6-2) liefert

$$T = T_{int}^2 M \beta \quad (6-9)$$

und

$$R = 1 - T_{int} + \beta T_{int}^2 (1 - T_{int}) = 1 - T_{int} + \beta (T_{int}^2 - T_{int}^3) \quad (6-10)$$

Für die aus den Transmissions- und Reflexionsmessungen zugängliche Absorption A_M der Probe gilt

$$A_M = 1 - T - R = T_{int} (1 - \beta T_{int} (1 + M - T_{int})). \quad (6-11)$$

Einsetzen von (6-9) und (6-10) in (6-11) und umformen mit Hilfe von (6-3) gibt

$$A_M = T_{int} \frac{M - 1}{T_{int} + M - 1}. \quad (6-12)$$

Einsetzen von (6-8) und umformen nach M liefert

$$M = 1 - \frac{4A_M n_1}{A_M (n_1 + 1)^2 - 4n_1}. \quad (6-13)$$

Die Größe $M = e^{\alpha d}$ lässt sich als Absorption in der Form des Beer-Lambertschen Gesetzes interpretieren [52, S. 184-185]. Wiedereinführen des imaginären Anteils des Brechungsindex des Mediums führt zur Gleichung

$$\alpha = \frac{4\pi k_1}{\lambda}. \quad (6-14)$$

Damit kann $k_1(A_M)$ bestimmt werden:

$$k_1 = \frac{\lambda}{4\pi d} \cdot \ln \left[1 - \frac{4A_M n_1}{A_M (n_1 + 1)^2 - 4n_1} \right]. \quad (6-15)$$

6.1.4.1.2 Messaufbau

Der Einzeldiamant wurde einer Transmissions- und Reflexionsmessung mittels Digitalspektrometer unterzogen und daraus die Absorption A_M des Diamanten zwischen seinen Grenzflächen bestimmt. Daraus wurde, wie in Abschnitt 6.1.4.1.1 gezeigt, der Extinktionskoeffizient errechnet. Als Spektrometer kam das in Abschnitt 5.2.5 beschriebene System aus Spektrometer OceanOptics HR4000, Deuterium / Halogen Kombinationslampe und Schrittmotor Linearvershub zur Probenpositionierung zum Einsatz.

6.1.4.1.2.1 Transmissionsmessung

Der in Abbildung 6-11 gezeigte Kunstdiamant wurde in gezeigter Halterung an das Gestänge des Schrittmotors montiert und die Achse des Linearvershubs mittels Messwinkel normal zur optischen Achse der Spektrometeroptik ausgereichtet. Der Schrittmotor wurde mit derselben Steuersoftware, wie in Abschnitt 5.1 beschrieben, angesteuert. Dadurch war es möglich den

Kunstdiamanten exakt im Messbereich des Spektrometers so zu positionieren und auszurichten, dass der Lichtstrahl senkrecht und mittig auf die Diamantenoberfläche fiel. Der experimentelle Aufbau ist in Abbildung 6-13 dargestellt.

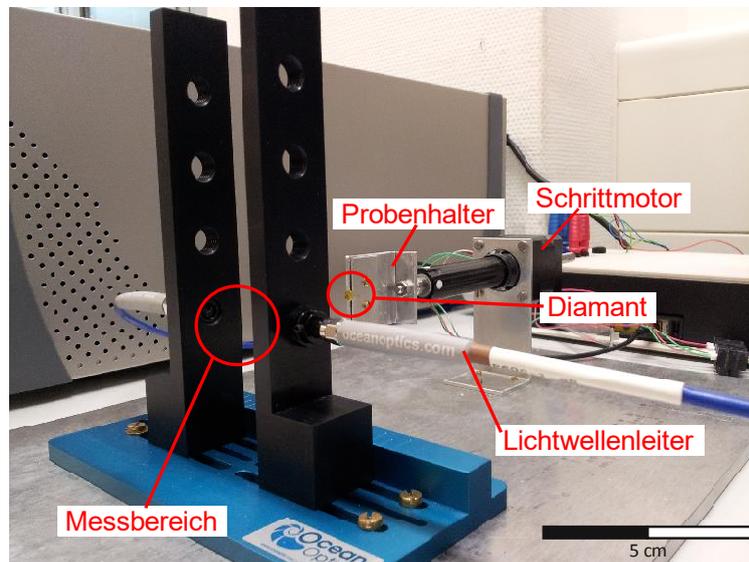


Abbildung 6-13 Messaufbau zur Transmissionsmessung

Nach Aufnahme der Kalibrationsspektren für $T = 0$ und $T = 1$ wurde aus dem Spektrum mit Diamant im Strahlengang die Transmission des Diamanten bestimmt. Die Messergebnisse der Transmissionsmessung sind in Abbildung 6-14 dargestellt.

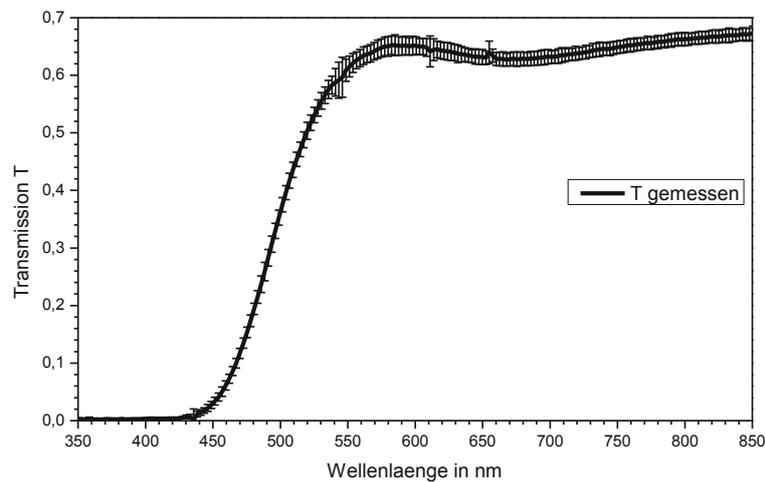


Abbildung 6-14 Transmissionsmessung am Kunstdiamant SC Typ ECO Ib; Bei kürzeren Wellenlängen sinkt die Transmission deutlich

6.1.4.1.2.2 Reflexionsmessung

Im Gegensatz zur Transmissionsmessung ist für die Messung der Reflexion ein Referenzreflektor mit bekannter Reflektivität notwendig. Reflexionsmessung mittels Referenz erfolgt dadurch, dass Licht, ausgesendet von einer Lichtquelle, von einem Referenzspiegel reflektiert wird. Die Spektralverteilung dieses reflektierten Lichts wird aufgezeichnet. Nachfolgend wird die zu vermessende Probe bestrahlt und ebenfalls das Spektrum des reflektierten Lichtes vermessen und relativ zum Referenzspektrum angegeben. Durch Kenntnis der optischen Konstanten des Referenzmaterials kann hieraus die Reflektivität der Probe berechnet werden.

Die Reflexionsmessung erfolgte wieder mittels Spektrometer OceanOptics HR4000, versehen mit einem Kombinationsmesskopf für die Reflexionsmessung (siehe Abbildung 6-15).

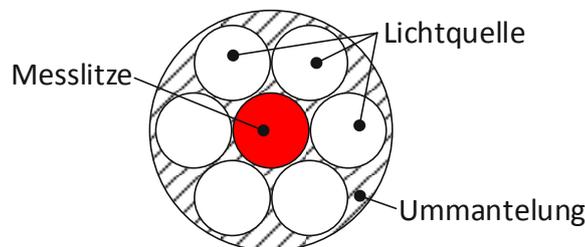
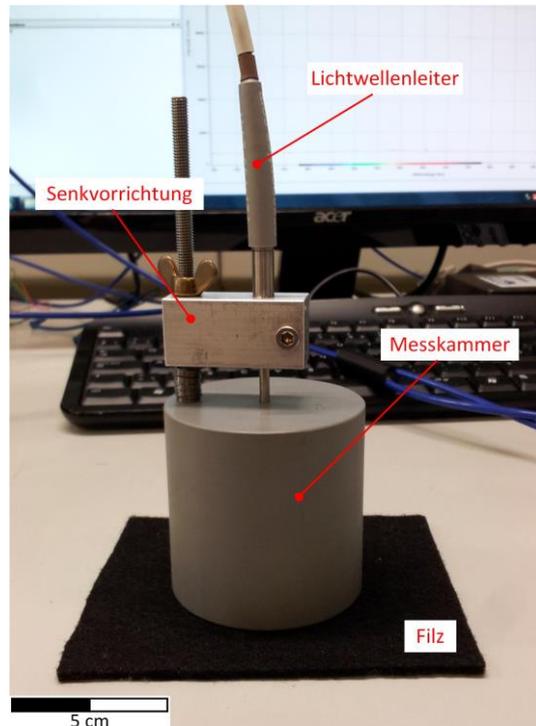
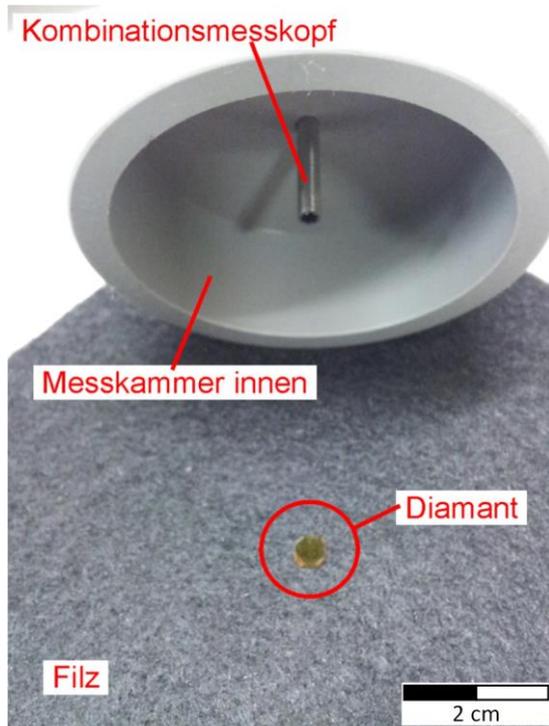


Abbildung 6-15 Schematischer Aufbau des Kombinationsmesskopfs in Draufsicht

Die Einleitung des Lichts erfolgte durch ringförmig im Messkopf positionierte Quelllitzen. Diese waren mit der Lichtquelle verbunden und brachten die Quellintensität auf die Probe. In der Mitte befindet sich die Messlitze, welche die reflektierten Intensitäten zum Spektrometer transportiert. Der Kombinationsmesskopf wurde vertikal beweglich mittels Senkvorrichtung an einer lichtdichten Messkammer montiert (siehe Abbildung 6-16).



(a)

(b)

Abbildung 6-16 Messaufbau Reflexionsmessung (a) Messkammer innen (b) Messkammer außen. In dieser Abbildung nicht zu erkennen sind am Filz und an der Außenseite der Messkammer angebrachte Markierungen zur reproduzierbaren Positionierung des Messkopfes, sowie eine Markierung am Filz zur exakten Positionierung des Diamanten unter dem Messkopf.

Die Messkammer wurde über die zu vermessende Probe gestülpt. Um den Dunkelstrom möglichst gering zu halten, wurde als Unterlage schwarzer Filz verwendet. Zur reproduzierbaren, korrekten Positionierung des Messgutes und des Messkopfes waren am Filz und an der Außenseite der Messkammer Markierungen angebracht. Nach Ausrichtung der Messkammer an den Markierungen wurde die vertikale Position des Messkopfes mittels Senkvorrichtung solange variiert, bis das vom Spektrometer aufgezeichnete Spektrum maximale Intensität aufwies. Die Bestimmung der Reflektivität der Probe erfolgte durch Messung der Probenreflexion, des Dunkelstromspektrums und eines Referenzspektrums gegeben durch Spiegel bekannter Brechungsindizes (Ag, Cu, Al, Si Spiegel). Die Berechnung der Reflektivität aus diesen drei Spektren wird schematisch in Abbildung 6-17 dargestellt und ist im Folgenden erklärt.

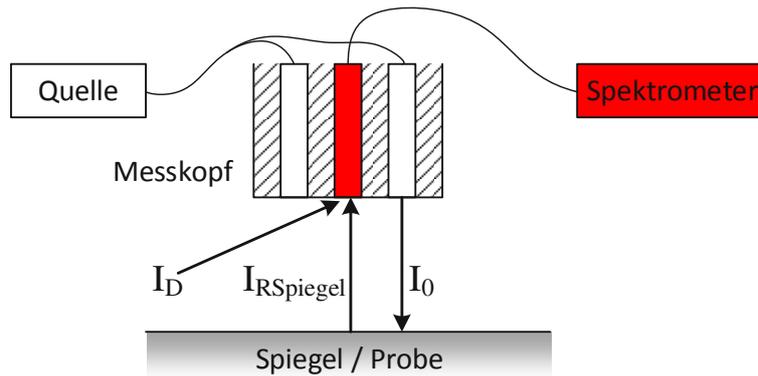


Abbildung 6-17 Schematischer Ablauf der Reflexionsmessung mit Referenzspiegel

Von der Lichtquelle wird die Intensität I_0 ausgesandt. Bei der Spiegelmessung wird vom Sensor die Intensität

$$I_{M\text{Spiegel}} = I_{R\text{Spiegel}} + I_D \quad (6-16)$$

gemessen, wobei I_D durch Streulicht zustande kommt und durch eine Dunkelmessung bestimmt wird. Weiters gilt

$$I_{R\text{Spiegel}} = R_{\text{Spiegel}} I_0 \quad (6-17)$$

R_{Spiegel} ist durch Kenntnis des Spiegelmaterials (und damit des Brechungsindex) berechenbar.

Bei der Reflexionsmessung an der Probe wird wieder die Intensität I_0 von der Quelle ausgesendet. Am Sensor wird die Intensität

$$I_{M\text{Probe}} = I_{R\text{Probe}} + I_D \quad (6-18)$$

gemessen, wobei wieder gilt

$$I_{R\text{Probe}} = R_{\text{Probe}} I_0 \quad (6-19)$$

Die von der Spektrometersoftware gemessene Reflektivität R_M ergibt sich aus dem Verhältnis der Messintensitäten nach Abzug der Dunkelintensität zu

$$R_M = \frac{I_{M\text{Probe}} - I_D}{I_{M\text{Spiegel}} - I_D} \quad (6-20)$$

Mit den Gleichungen (6-17) und (6-19) folgt aus Gleichung (6-20) die tatsächliche Reflektivität der Probe

$$R_{Probe} = R_M \cdot R_{Spiegel} \quad (6-21)$$

mit

- R_{Probe} ... tatsächliche Reflektivität der Probe,
- R_M ... gemessene Reflektivität, relativ zur Spiegelreflektivität,
- $R_{Spiegel}$... aus Literatur und Rechnung bekannte Reflektivität des Referenzspiegels.

Dieses Messprinzip wurde auf die Kunstdiamantprobe angewendet. Es wurden dabei unterschiedliche Referenzspiegel aus Si, Ag, Al und Cu verwendet. Ag- und Cu-Spiegel wurden durch Aufdampfen hergestellt, Al- und ein weiterer Ag-Spiegel durch Sputtern. Als Si-Spiegel diente ein Si-Einkristall-Wafer. In Abbildung 6-18 sind die gemessenen Reflexionsspektren (R_M) und die daraus berechneten Diamant-Reflektivitäten (R_{Probe} , nach Korrektur mit der jeweiligen Spiegelreflektivität) zusammengefasst.

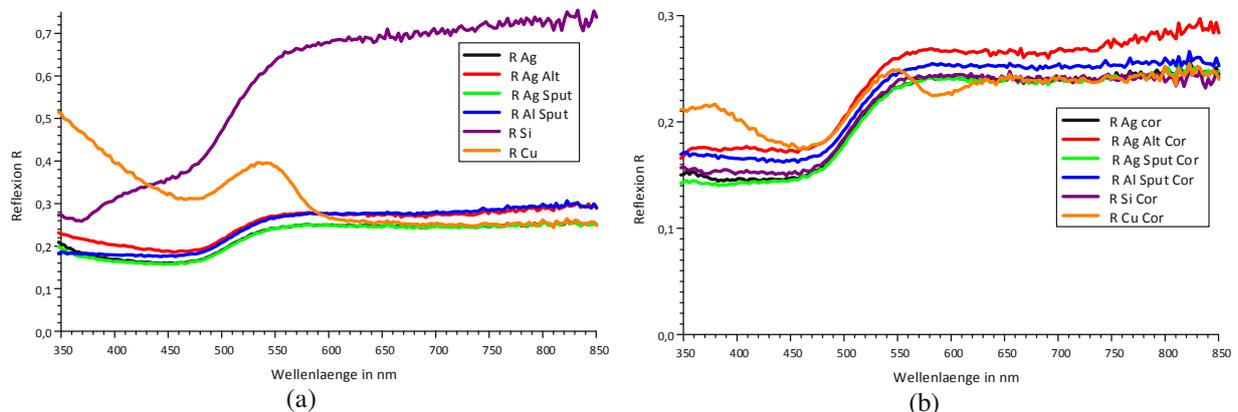


Abbildung 6-18 Reflexionsmessung am Kunstdiamanten SC Typ ECO Ib gemessen mit dem jeweiligen Referenzspiegel (a) nicht korrigiert (b) korrigiert um die Reflexion des Referenzspiegels

Bis auf die Probenreflexion gemessen mit dem Cu-Spiegel waren die unterschiedlichen Messergebnisse sehr ähnlich. Die Unterschiede zur Cu-Probe wurden auf zum Messzeitpunkt unbekannte Oberflächenveränderungen des Cu-Spiegels zurückgeführt. Die aus den Einzelmessungen zusammengefasste Reflexion ist in Abbildung 6-19 dargestellt.

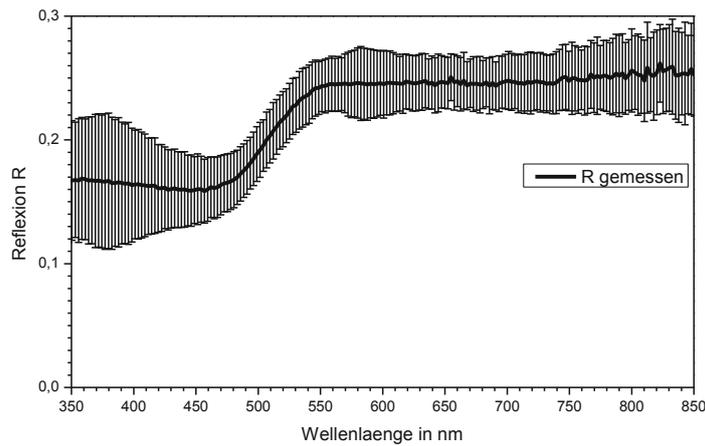


Abbildung 6-19 Gemittelte gemessene Reflexion des Kunstdiamanten SC Typ ECO Ib

6.1.4.1.2.3 Absorption und berechneter Extinktionskoeffizient

Aus den in den Abschnitten 6.1.4.1.2.1 und 6.1.4.1.2.2 ermittelten Transmissions- und Reflexionsmessungen wurde die Probenabsorption ermittelt und ist in Abbildung 6-20 dargestellt.

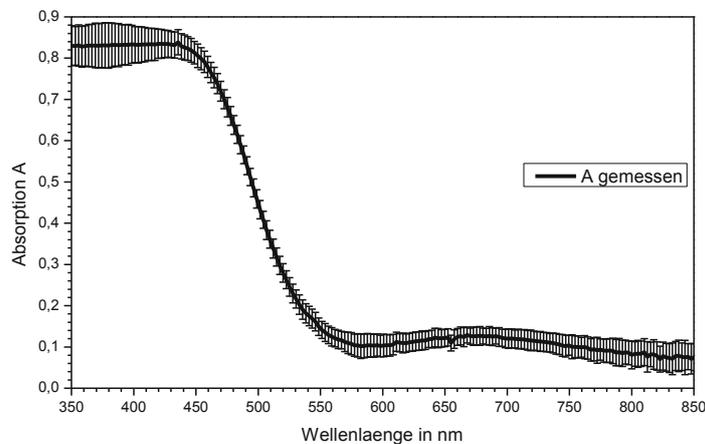


Abbildung 6-20 Aus gemessener Reflexion und Transmission ermittelte Absorption des Kunstdiamanten SC Typ ECO Ib

Auf diese gemessene Absorption wurde das in 6.1.4.1.1 entwickelte Rechenschema angewandt und so der wellenlängenabhängige Extinktionskoeffizient, erweitert um die Streuanteile an den Mikrokristalliten im Diamanten, berechnet. Die Ergebnisse sind in Abbildung 6-21 dargestellt.

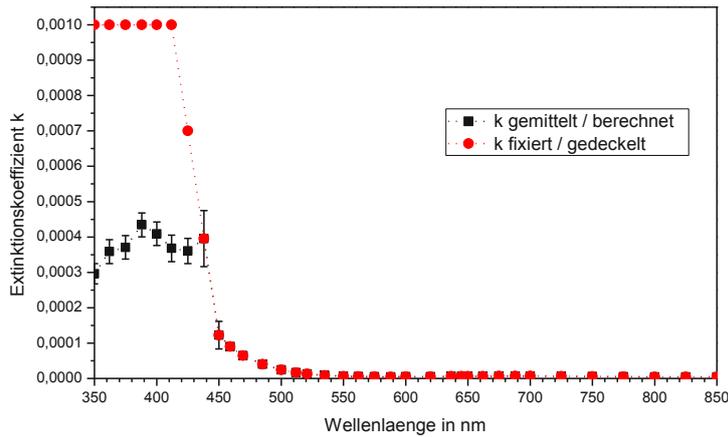


Abbildung 6-21 Berechneter Extinktionskoeffizient und Deckelung des Extinktionskoeffizienten

Ab Wellenlängen unter 440nm stagnierte der berechnete Extinktionskoeffizient. Dies war auf die bereits sehr starke Absorption und damit kaum mehr vorhandene transmittierte Intensität ab diesem Wellenlängenbereich zurückzuführen. Um dieser starken Absorption Rechnung zu tragen, wird der Extinktionskoeffizient bei dem Wert $k_1 = 0,001$ gedeckelt. Aus dem Verlauf des Extinktionskoeffizienten zwischen 450nm und 550nm, ließ sich ein exponentieller Anstieg für kleinere Wellenlängen extrapolieren, jedoch waren durch die hohe Absorption bei kurzen Wellenlängen keine besseren Messergebnisse möglich und ein gedeckelter k_1 Wert bildete die Messergebnisse ausreichend gut ab.

6.1.4.1.3 Zusammenfassung der Messergebnisse

Ausgehend vom solcherart ermittelten Extinktionskoeffizienten wurde mit den Gleichungen (6-1) und (6-2) auf die Transmission und Reflexion der Probe zurückgerechnet. Diese wurden mit den Messergebnissen verglichen. Die Ergebnisse sind in Abbildung 6-22 dargestellt.

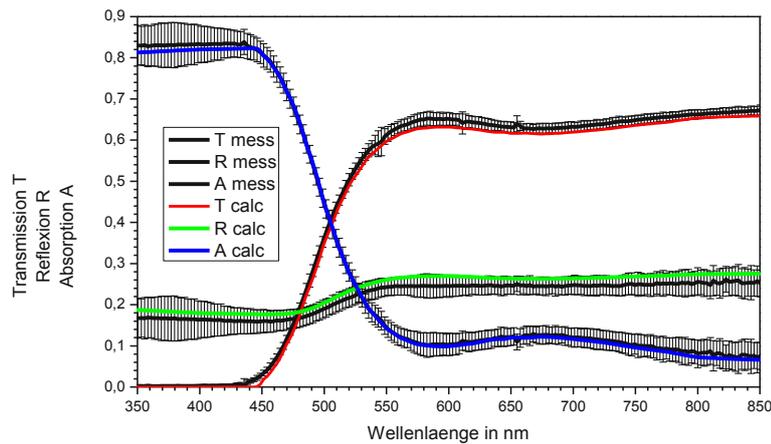


Abbildung 6-22 Gesamtübersicht und Vergleich der mittels Spektrometer gemessenen und der mittels Extinktionskoeffizienten berechneten Transmission, Reflexion und Absorption

Es zeigte sich eine gute Übereinstimmung zwischen gemessenen und aus dem Extinktionskoeffizienten berechneten Spektren. Es wurde daher auf eine gute Näherung des komplexen Brechungsindex des Kunstdiamanten im betrachteten Wellenlängenbereich geschlossen. Der derart bestimmte Brechungsindex wurde in TFI übernommen und für die Substratmodellierung herangezogen. Ein Vergleich der mittels TFI berechneten Transmissionsspektren an den oberen und unteren Substratdickengrenzen für Mesh 40/50 (300-400 μm) und Mesh 70/80 (170-210 μm) Diamanten mit den mittels Scanner ermittelten Transmissionswerten ist in Abbildung 6-23 dargestellt.

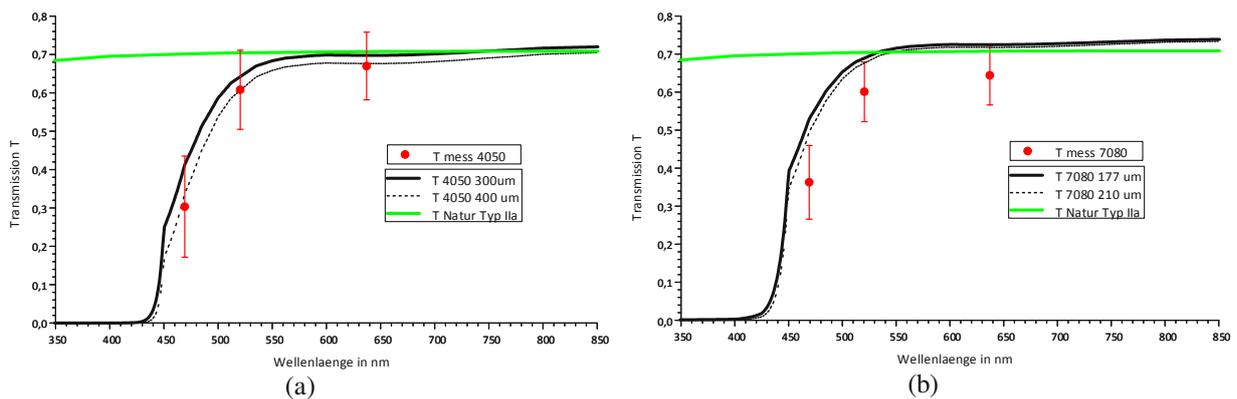


Abbildung 6-23 Vergleich der Transmission von synthetischen Diamanten gemessen mittels Scanner, von synthetische Diamanten berechnet mittels TFI und von Naturdiamanten Typ IIa für jeweils a) QM MBD4 Mesh 40/50 und b) QM MBD4 Mesh 70/80

6.2 Für Granulate notwendige Erweiterungen von TFI

Zur effizienten Schichtdickenbestimmung wurden in TFI zusätzlich zur reinen Objekterkennung (siehe Abschnitt 2.5.1) zwei weitere Verfahrensschritte hinzugefügt. Das ist zum einen das Filtern der Objekte nach morphologischen Parametern sowie die Randentfernung.

6.2.1 Morphologische Filterung

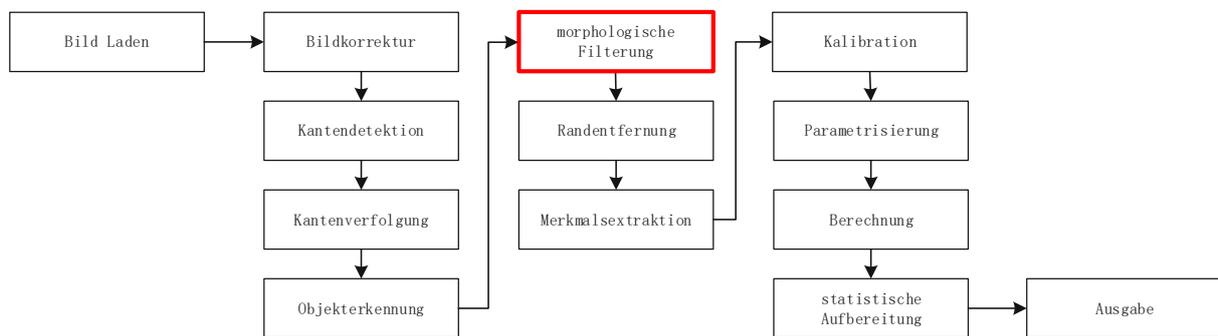


Abbildung 6-24 Übersicht Prozessschritte - Morphologische Filterung

Unter morphologischer Filterung (siehe Abbildung 6-24) ist eine Selektion von Objekten basierend auf einem Satz von vorher definierten Parametern zu verstehen. Die Selektion ermöglicht die Unterscheidung von Granulatpartikeln und Schmutz, Einzelgranulaten und Granulatagglomeraten, aber auch die Selektion von Granulatensembles bestimmter morphologischer Eigenschaften. Zu beachten ist, dass der Begriff Morphologie hier für die Form der Granulatprojektionen im Graustufenbild steht und nicht mit den in Abschnitt 6.1.2 verwendeten Begriff der Diamantmorphologie verwechselt werden darf. Die Diamantmorphologie und Abbildungsmorphologie sind jedoch über die Parallelstrahlprojektion während des Abbildungsprozesses miteinander verknüpft.

Die morphologische Filterung erfolgt nach durchgeführter Objekterkennung und vor der Merkmalsextraktion, d.h. nach Kantendetektion, Kantenverfolgung und Detektion geschlossener Objekte. Eine typische Abfolge von Kantendetektion, –verfolgung, Objekterkennung und Filterung ist in Abbildung 6-25 dargestellt.

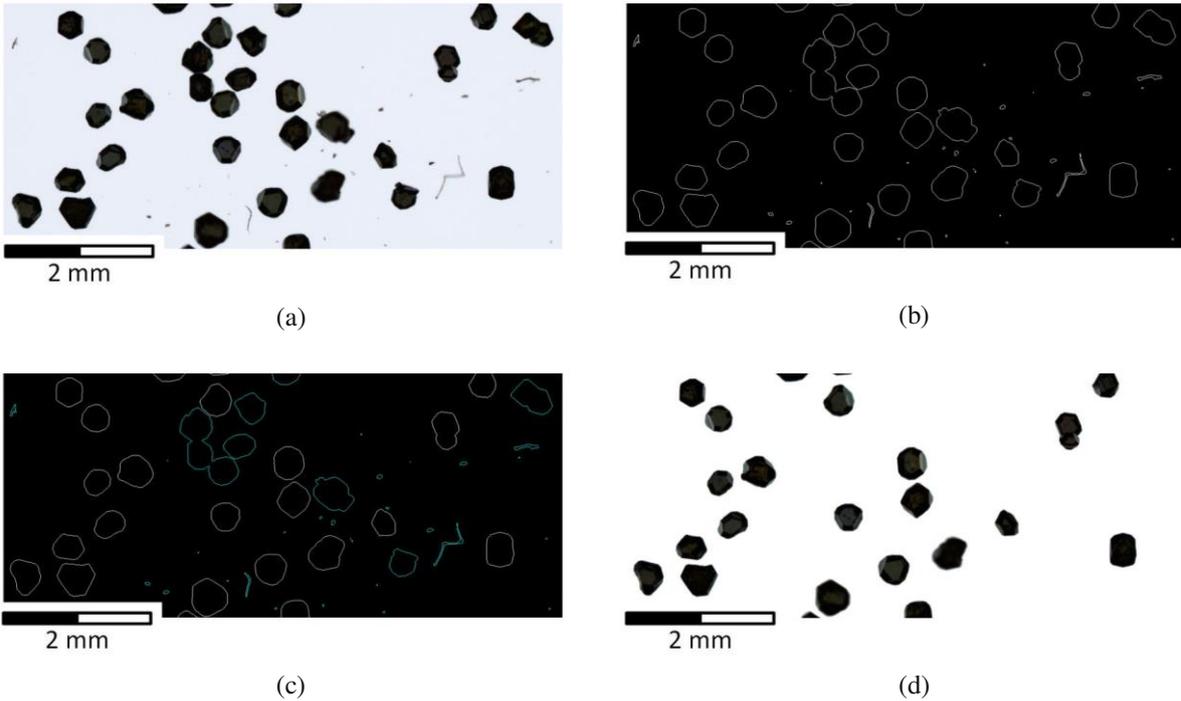


Abbildung 6-25 Ausschnitt eines Scanbildes einer Mesh 40/50 Probe Ag beschichtet
(a) Rohbild mit Schmutz (b) Detektierte Kanten (c) Durch morphologische Filterung verworfene Agglomerate und Staubpartikel grün markiert (d) zur Auswertung selektierte Partikel

Für die morphologische Filterung wurde ein Satz an Filterparametern in TFI implementiert. Diese sind:

- Position des geometrischen Mittelpunktes \vec{r}_{geo} : Es wird der geometrische Mittelpunkt des Objektes mit Gleichung (6-22) bestimmt und überprüft, ob er innerhalb oder außerhalb der Partikelkontur liegt.

$$\vec{r}_{geo} = \frac{\sum_{i=1}^n \vec{r}_i}{n} . \quad (6-22)$$

Auf diese Weise ist es möglich, stark konkave Objekte zu erkennen und zu verwerfen (siehe Abbildung 6-26).

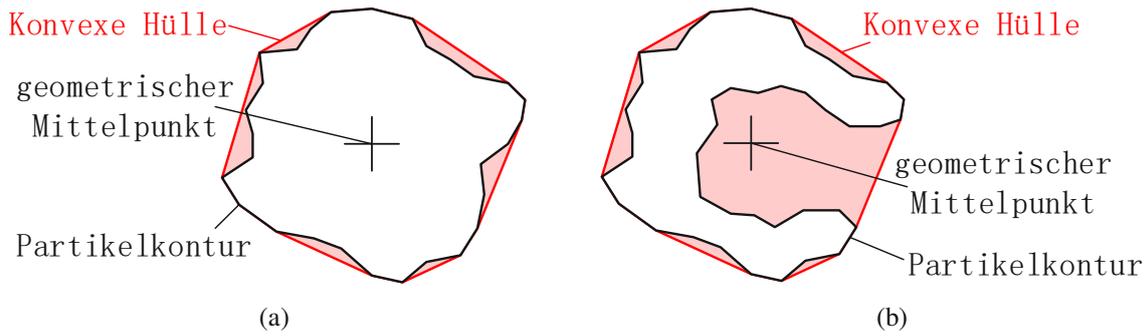


Abbildung 6-26 Partikel dargestellt durch Konturlinie mit geometrischem Mittelpunkt und konvexer Hülle (a) geometrischer Mittelpunkt liegt im inneren der Objektkontur (b) geometrischer Mittelpunkt liegt außerhalb der Objektkontur

- Mittlerer Partikelradius r_{avg} : Die Abstände aller Punkte der Objektkontur zum geometrischen Mittelpunkt werden aufsummiert und über die Punktzahl gemittelt (siehe Gleichung (6-23)).

$$r_{avg} = \frac{\sum_{i=1}^n |\vec{r}_{geo} - \vec{r}_i|}{n} . \quad (6-23)$$

Das Ergebnis entspricht dem mittleren Objektradius und ermöglicht eine Selektion der Objektgrößen. In der Literatur werden eine Vielzahl verschiedener Radien angeführt (z.B. Äquivalenzradius der Objektfläche, Äquivalenzradius des Objektumfangs, usw. [83]). Es wurde sich auf die in Gleichung (6-23) angeführte Definition des mittleren Radius (siehe Abbildung 6-27) beschränkt, da sie für die gegebenen Granulate völlig ausreichend war.

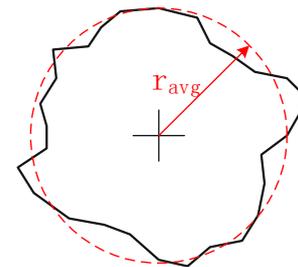


Abbildung 6-27 Mittlerer Partikelradius r_{avg}

- Rundheit t : Die Rundheit ist eine genormte Größe aus der Fertigungskunde und wurde auf die Morphologie der Partikelprojektionen übertragen. Bei der Rundheit handelt es sich um die Differenz der Radien von Inkreis und Umkreis der Objektkontur mit dem geometrischen Mittelpunkt als Mittelpunkt (siehe Gleichung (6-24)).

$$t = \max \left(\left| \vec{r}_i - \vec{r}_{geo} \right| \right) - \min \left(\vec{r}_i - \vec{r}_{geo} \right). \quad (6-24)$$

Je kleiner die Differenz der Radien ist, umso „runder“ ist das Objekt bzw. umso eher entspricht es einem idealen Kreis (siehe Abbildung 6-28). Mit diesem Parameter ist es möglich die Regelmäßigkeit der Form zu selektieren.

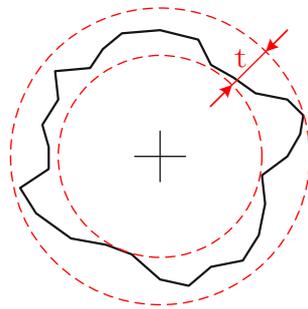


Abbildung 6-28 Rundheit t

- Feret-Durchmesser: Der Feret-Durchmesser ist bestimmt durch den Normalabstand zwischen zwei antipodalen, parallelen Tangenten an die konvexe Hülle des Objektes, wie in Abbildung 6-29 fixiert. Bildlich gesehen entspricht er damit jenem Abstand, den eine Schiebelehre messen würde. Es ist üblich zwei zueinander normal stehende Feret-Durchmesser anzugeben. Diese sind in Form des Minimal- und Maximaldurchmessers direkt mit der Siebgröße des Granulates verknüpft.

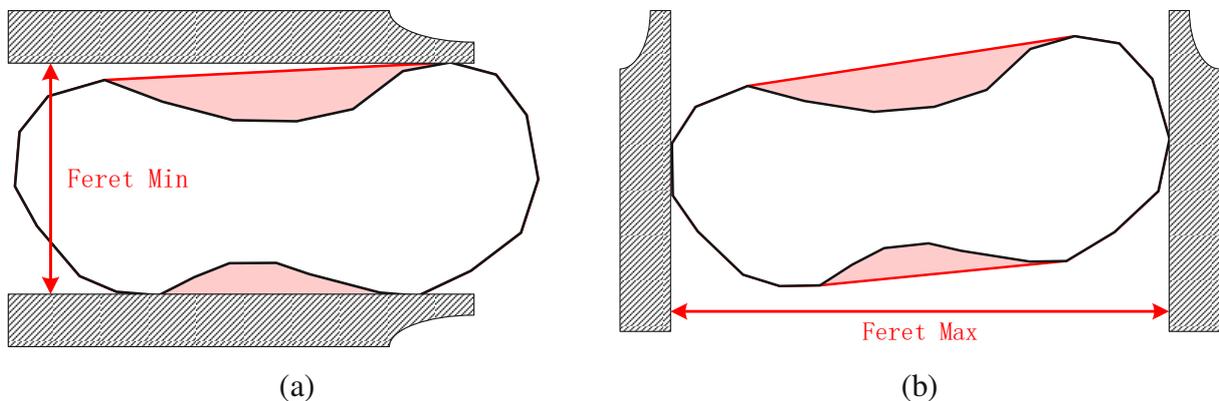


Abbildung 6-29 Feret-Durchmesser der gezeigten Objektkontur (a) Minimaler Feret-Durchmesser (b) Maximaler Feret-Durchmesser

TFI ermöglicht die Auswahl keines, eines oder mehrerer Filterparameter mit Minimal-, Maximalwerten oder Wertebereichen. Die derart morphologisch selektierten Partikel stehen zur weiteren Aufbereitung zur Verfügung.

Die angeführten Parameter sind nur eine Auswahl aus einer Vielzahl an möglichen morphologischen Parametern. Für die untersuchten Granulatsorten waren diese ausreichend. Weichen die Granulatformen zu stark von den in dieser Arbeit beschriebenen ab (z.B. elongierte Granulate), so ist der Satz an morphologischen Parametern dementsprechend zu erweitern.

6.2.2 Randentfernung und Bereichsextraktion

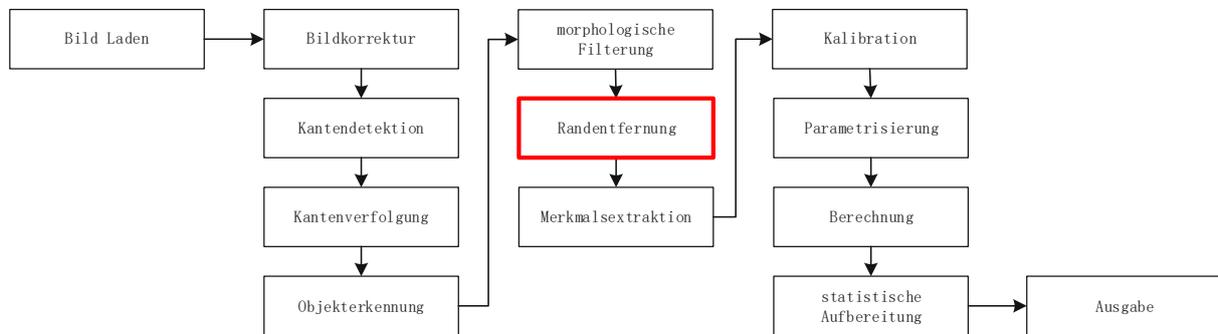


Abbildung 6-30 Übersicht Prozessschritte - Randentfernung

Die Randentfernung (siehe Abbildung 6-30) ist ein essentieller Verfahrensschritt bei der Berechnung von Schichtdicken aus Granulatbildern. Egal welches Granulat vorliegt, es ist immer in bestimmter Weise eine Extraktion von Granulatbereichen erforderlich bevor sie einer Schichtdickenmessung zugänglich sind. Dies kann bei einfachen Kugelgranulaten die simple Extraktion eines Zentralbereiches um den Kugelmittelpunkt sein (siehe Abschnitt 7.3.1), oder, wie bei Diamantgranulat, ein aufwändiger, mehrstufiger und iterativer Prozess zum Entfernen von Fokusunschärfe an den Rändern, schiefliegenden Facetten und schlecht ausgeleuchteten Bereichen (siehe Abbildung 6-31).

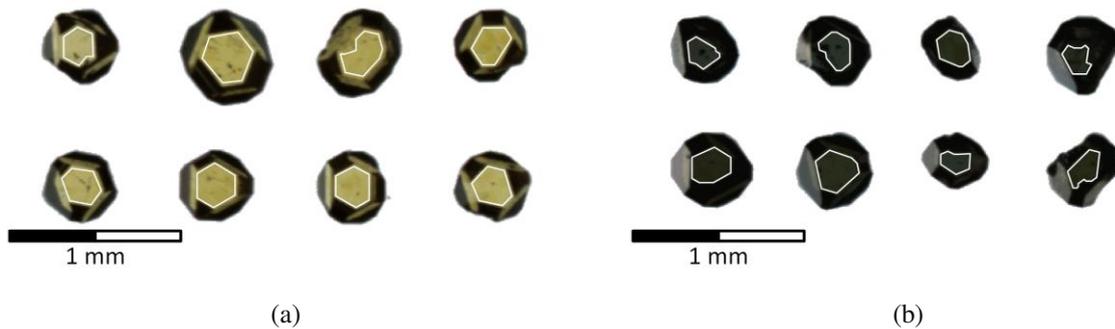


Abbildung 6-31 Unbeschichtete (a) und Ag beschichtete (b) Mesh 40/50 Diamanten mit manuell weiß umrandeten Auswerteflächen. Die Auswerteflächen sind zur Schichtdickenberechnung geeignet, da sie antipodale Flächen darstellen, die umliegenden Facetten nicht.

Es wird hier ein kurzer Überblick über die in TFI zur Verfügung stehenden Mechanismen gegeben (siehe Anhang D). Die konkrete Anwendung ist in Abschnitt 6.3 dargelegt.

6.2.2.1 Fixed Steps-Erosion

Bei der Fixed Steps-Erosion wird der Rand in einer 4er oder 8er Nachbarschaft (siehe Abschnitt 2.4.1) in fixer Iterationszahl entfernt. Dies entspricht anschaulich dem schalenförmigen Entfernen einer fixen Anzahl von Randpixel, ausgewählt durch die Zahl der Iterationen.

6.2.2.2 Zielwertgerichtete Erosion

Bei der zielwertgerichteten Erosion wird zu einer Zielhelligkeit hineroiert. Einstellbar über die Iterationszahl wird eine Maximalzahl von Randpixel entfernt, bis die mittlere Helligkeit des jeweiligen Partikels innerhalb von angebbaren Grenzen liegt. Dieses Verfahren ist dann zielführend, wenn bereits Kenntnis über die Schichtdickenverteilung am Granulat vorliegt. Wird die Iterationszahl hoch genug angesetzt, werden Partikel, deren mittlere Helligkeit nicht im Zielbereich liegt, vollständig entfernt. So kann schnell ein gewisses Granulatensemble über die Zielhelligkeit selektiert werden. Zu beachten ist jedoch, dass die gewählten Zielhelligkeiten eine Einschränkung an das Granulatensemble darstellen und diese mit Bedacht gewählt werden müssen, da sonst der Beitrag verworfener Partikelensembles gänzlich unterdrückt wird. Ist der Operateur hingegen mit der Probensorte vertraut, ist diese Form der Randerosion äußerst zielführend.

Die zielwertgerichtete Erosion kann so parametrisiert werden, dass nicht der Mittelwert der Partikelhelligkeit, sondern die Helligkeit jedes einzelnen Pixels im Partikelrand betrachtet wird.

6.2.2.3 Gradientenbasierte Erosion

Bei der gradientenbasierten Erosion wird entlang des Helligkeitsgradienten erodiert. In einer 4er oder 8er Nachbarschaft wird der Rand iterativ entfernt. Nach jedem Iterationsschritt wird die mittlere Helligkeit des Partikels sowie dessen Standardabweichung berechnet. Ändert sich einer der beiden Werte oder beide gemeinsam nicht in gewünschtem Maße, wird die Erosion gestoppt bzw. bei entsprechender Auswahl das Partikel verworfen. Dieses Verfahren eignet sich besonders bei Mischungen. Es wird jedes Partikel solange erodiert, bis es seinen Zielzustand erreicht, oder die begrenzende Anzahl an Iterationen erreicht wurde.

6.2.2.4 Zentralbereichsextraktion

Um einen Zentralpixel wird ein Bereich mit einstellbarem Radius extrahiert. Als Zentralpixel wird entweder der geometrische Mittelpunkt oder der „Helligkeitsschwerpunkt“ herangezogen. Der „Helligkeitsschwerpunkt“ entspricht ähnlich einem Massenmittelpunkt der Gewichtung der Pixelpositionen mit der Helligkeit am Pixelort. Bei Partikeln mit dunklen Randbereichen und hellen Messbereichen ist der „Helligkeitsschwerpunkt“ zu bevorzugen, da dieser in diesen Fällen mehr in Richtung Messbereich gezogen wird.

6.2.2.5 Schwellwertbasierte Partikelentfernung

Bei schwellwertbasierter Partikelentfernung wird nicht der Rand einzelner Partikel entfernt, sondern ganze Partikel. Die Selektion erfolgt über die Parameter mittlere Helligkeit und Standardabweichung der Helligkeit, für die obere und untere Schwellwerte angegeben werden können. Jene Partikel, deren entsprechende Parameter je nach Auswahl darunter, darüber oder dazwischen zu liegen kommen, werden verworfen.

Wie auch die Objekterkennung lässt sich die Randentfernung über abspeicherbare Skripte in TFI automatisieren. Jedes dieser Verfahren hat je nach Probe sein Für und Wider und seine Einsetzbarkeit ist stark vom jeweiligen Granulat und dessen Beschichtung abhängig. Es gibt

ebenso, wie bereits in Abschnitt 2.4 beschrieben, kein allgemeingültiges Kriterium, welche Form der Randentfernung wann einzusetzen ist. Die richtige Auswahl, Parametrisierung und Abfolge der Verfahren, liegt im Ermessen und in der Erfahrung des Operateurs.

6.2.3 Datenextraktion

Die in Abschnitt 6.2.2 beschriebenen Verfahren zur Bereichsextraktion stellen die Grundlage zur Weiterverarbeitung in der Schichtdickenberechnung dar. Die so gewonnenen Daten lassen sich am effektivsten in Form von Pixel- und Objektstatistiken darstellen.

6.2.3.1 Pixelstatistik

Unter Pixelstatistik ist im Kontext von TFI die Darstellung von Helligkeits- oder Schichtdickenverteilungen über das gesamte Pixelensemble zu verstehen. Die so gewonnenen Daten ignorieren die Zugehörigkeit von Pixel zu Partikel und stellen Verteilungen als Histogramme konstanter Klassenbreite im Wertebereich [0,255] dar, siehe Abbildung 6-32.

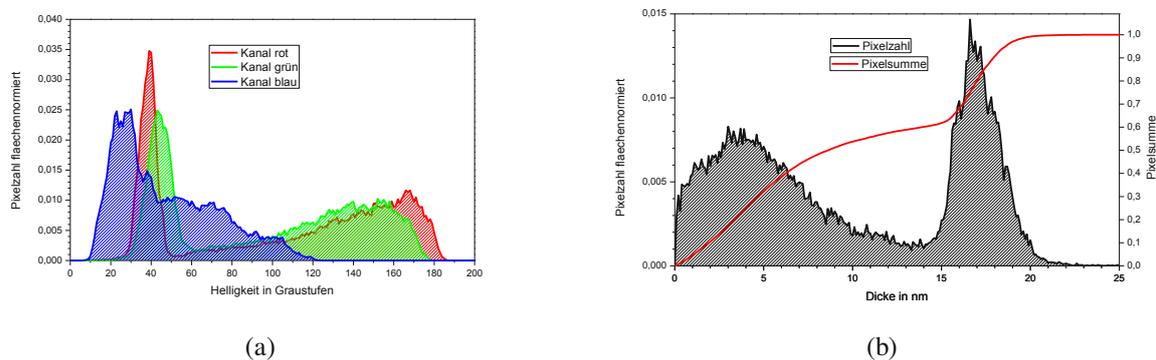
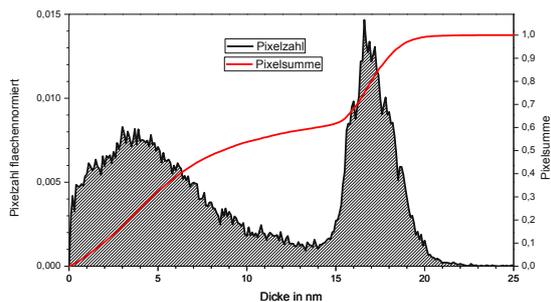


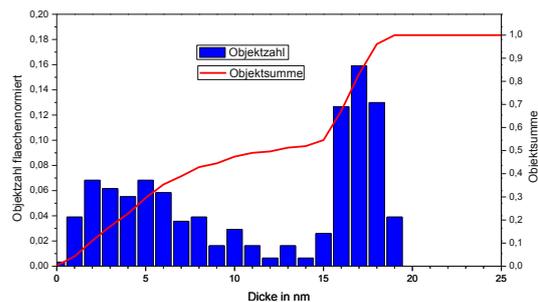
Abbildung 6-32 Pixelstatistiken (Verteilungen je Pixel) einer Mesh 40/50 Diamant Mischprobe (unbeschichtet, Ag beschichtet, Mischverhältnis 1:1), extrahiert aus TFI (a) Helligkeitsverteilung nach Randerosion (b) berechnete Schichtdicken

6.2.3.2 Objektstatistik

Bei der Objektstatistik wird die Zuordnung der Pixel zu einzelnen Partikeln berücksichtigt, d.h. zur Erzeugung der Objektstatistik wird der Mittelwert und die Standardabweichung des extrahierten Merkmals aller einem Partikel zugeordneten Pixel gebildet und so die Verteilung dieser Mittelwerte über das Partikelensemble dargestellt (siehe Abbildung 6-33 b).



(a)



(b)

Abbildung 6-33 Gegenüberstellung der Schichtdickenverteilung in (a) Pixel- und (b) Objektstatistik einer Mesh 40/50 Diamant Mischprobe (unbeschichtet, Ag beschichtet, Mischverhältnis 1:1)

Pixelstatistiken über das gesamte Ensemble gesehen sind für theoretische Abschätzungen brauchbar, während Objektstatistiken in der Praxis und Industrie weit häufigere Anwendung finden, da sie Charakteristika des Schüttgutes besser abbilden. Weiters ist aus der in Abbildung 6-33 dargestellten Objektstatistik der Schluss auf zwei unterschiedlich stark beschichtete Granulatspezies in der betrachteten Probe eindeutig möglich.

6.3 Vermessung von Diamantgranulat mittels TFI

Die in den vorangestellten Abschnitten beschriebenen Prozessschritte wurden zur Vermessung von beschichtetem und unbeschichtetem Mesh 40/50 Diamantgranulat herangezogen. Das Diamantgranulat wurde wie in Abschnitt 6.1.3 beschrieben präpariert und mittels Scanner vermessen, d.h. ein 24 Bit Graustufenbild der Transmission der Probe erzeugt und mittels TFI ausgewertet. Die Bildaufnahme erfolgte mittels Scanner Nikon Super CoolScan 9000 ED. Eine typische Aufnahme ist in Abbildung 6-34 und das zugehörige Helligkeitshistogramm in Abbildung 6-35 zu sehen.

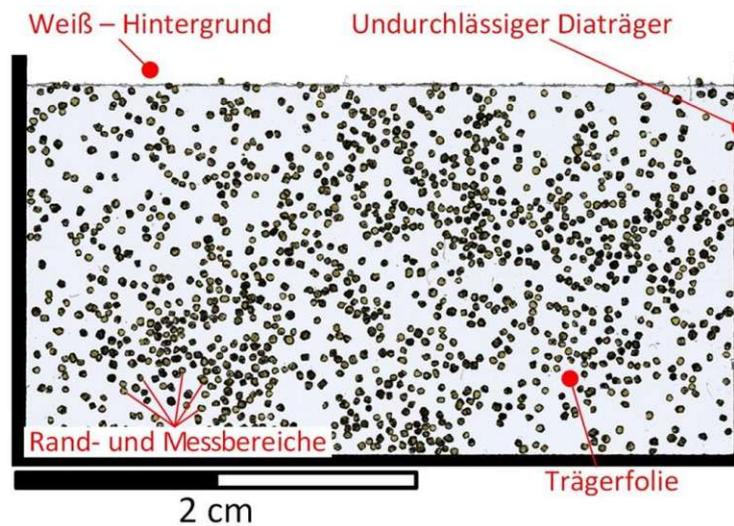


Abbildung 6-34 Typische Scanbild einer unbeschichteten Diamant Mesh 40/50 Probe, aufgenommen mittels Nikon Super CoolScan 9000ED

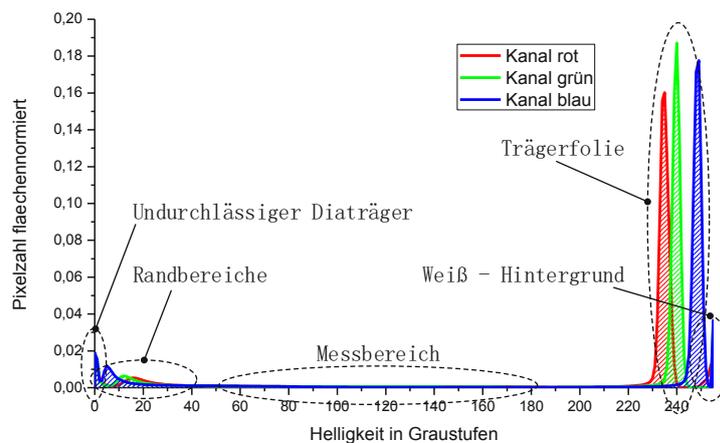


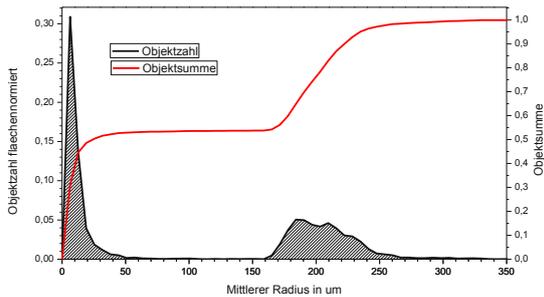
Abbildung 6-35 Typische Helligkeitsverteilung in einem Diamant Mesh 40/50 Scanbild, aufgenommen mittels Nikon Super CoolScan 9000ED

Ein typisches Scanbild war in fünf Bereiche unterteilbar (siehe Abbildung 6-34 und Abbildung 6-35). Diese wurden folgendermaßen klassifiziert:

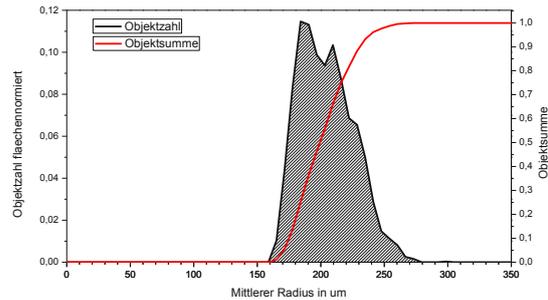
- a) Der lichtundurchlässige Diaträger, der einer Transmission $T = 0$ entsprach. Dieser Bereich eignete sich hervorragend für einen Kalibrationspunkt der Zweipunkt Kalibration (siehe Abschnitt 3.2.4).
- b) Der Weiß-Hintergrund. In diesem Bereich befand sich kein Objekt im Strahlengang (weder Partikel noch Trägerfolie). Wurde die Beleuchtungsstärke so gewählt, dass das zu untersuchende Granulat für eine maximale Helligkeitsauflösung ausgeleuchtet war, war die Helligkeit in diesen Bereichen meist in Sättigung (Helligkeitswerte von $H = 255$ bei 8 Bit Auflösung je Farbkanal). Der Weiß – Hintergrund war daher meist nicht zur Kalibration geeignet.
- c) Die Trägerfolie. Die Trägerfolie als Bereich bekannter Transmission (bei Kenntnis der Brechungsindizes des Folienmaterials) eignete sich gut als zweiter Kalibrationspunkt. Die Belichtungszeit wurde daher so gewählt, dass die Helligkeitswerte im Bereich der Folie möglichst groß, jedoch nicht in Sättigung waren.
- d) Die Randbereiche der Diamanten. Bei diesen Bereichen handelte es sich um die im Strahlengang verkippten Facetten der Diamantpartikel und um durch die Fokusunschärfe beeinflussten Pixel. Sie waren vor der Schichtdickenauswertung zu entfernen (siehe Abschnitt 6.2.2).
- e) Der eigentliche Messbereich. Am Ende aller Objekterkennungs-, Filterungs- und Erosionsverfahren waren es die Helligkeitsverteilungen in diesem Bereich, die einer Schichtdickenberechnung zugeführt wurden. Durch schrittweises Abarbeiten vorangestellter Verfahrensschritte ließen sich diese extrahieren.

Helligkeitsbeiträge etwaiger Schmutz- und Staubpartikel waren über den gesamten Helligkeitswertebereich verteilt.

Um Einzeldiamanten im Graustufenbild von Schmutz und Diamantagglomeraten zu separieren, erfolgte nach der Kantendetektion eine morphologische Filterung für den mittleren Radius der Partikel (siehe Abbildung 6-36). Es wurden Partikel mit mittleren Radien um 200 μm selektiert (siehe Abschnitt 6.2.1).



(a)

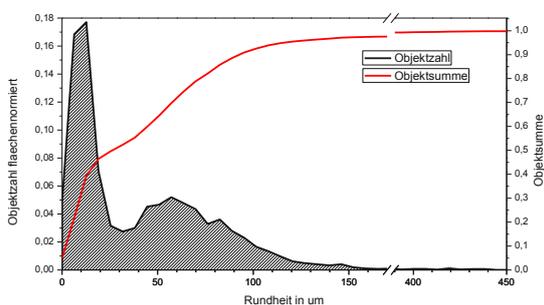


(b)

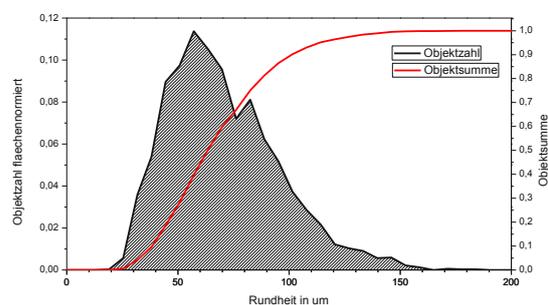
Abbildung 6-36 Verteilung des mittleren Partikelradius (a) vor der morphologischen Filterung (b) nach der Filterung, d.h. Elimination von Staub, Schmutz und Agglomeraten

In der Verteilung aus Abbildung 6-36a war ein äußerst dominanter Peak bei mittleren Radien unterhalb von 50 μm zu sehen. Dieser Peak war von Staub und Schmutz am Klebestreifen verursacht. Kaum zu sehen, aber an der Objektsumme doch ersichtlich, war ein Anteil der Verteilung bei mittleren Radien von 300 μm und darüber. Dieser Anteil stammte von Agglomeraten, d.h. dicht liegenden Diamanten. Trotz der großen Zahl der ein Agglomerat konstituierenden Diamanten wird ein Agglomerat in der Objekterkennung nur als einzelnes Objekt erkannt. Daher erschien der Anteil im Objekthistogramm sehr gering, an reiner Pixelzahl konnte er jedoch beträchtlich sein. Der Bereich zwischen 50 μm und 300 μm war durch die zur Auswertung geeigneten Diamanten besetzt. Diese Diamanten wurden durch die morphologische Filterung selektiert, was sich im resultierenden Histogramm Abbildung 6-36b deutlich zeigt.

Die Separation der Diamanten von Staub und Schmutz schlug sich auch in der Verteilung der Rundheit, wie in Abbildung 6-37 dargestellt, nieder.



(a)



(b)

Abbildung 6-37 Verteilung der Partikelrundheit (a) vor der morphologischen Filterung (b) nach der Filterung, d.h. Elimination von Staub und Schmutz und Agglomeraten

Nach durchgeführter morphologischer Filterung waren die Rand- und Messbereiche in den Helligkeitshistogrammen im Vergleich zur ungefilterten Probe bereits deutlich auszumachen (siehe Abbildung 6-38).

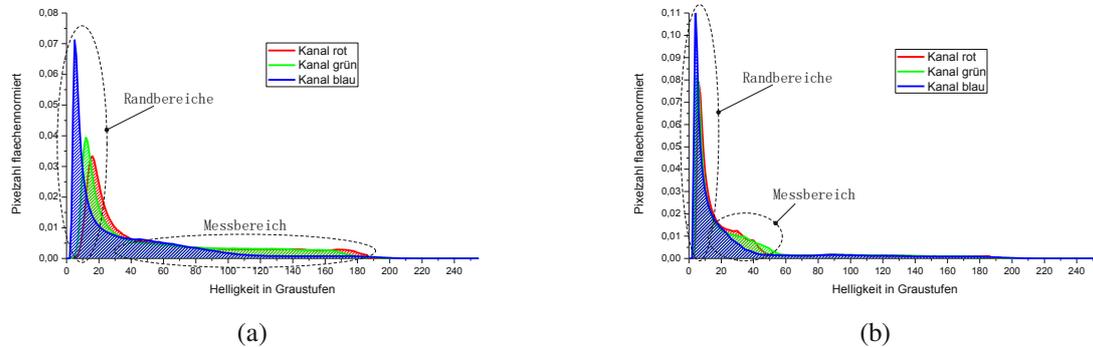


Abbildung 6-38 Helligkeitsverteilung in den drei Farbkanälen (r, g, b) von Probenbildern von a) unbeschichteten b) mit ~20nm Ag beschichteten Mesh 40/50 Diamanten

Abbildung 6-38 zeigt die Helligkeitsverteilung der Farbkanäle Rot, Grün und Blau von Probenbildern für unbeschichtete und beschichtete Mesh 40/50 Diamanten. Zu sehen war ein dominanter Peak in der Helligkeitsverteilung bei geringen Helligkeitswerten. Dieser Peak wurde durch die dem „Rand“ zugehörigen Pixel verursacht. Weiters ist in Abbildung 6-38 ein Unterschied in der Maximalhelligkeit zwischen beschichteten und unbeschichteten Partikeln zu sehen. Diese Unterschiede waren durch die Beschichtung verursacht und waren Grundlage der Schichtdickenbestimmung. Die Helligkeitsverteilungen in diesen Bereichen waren herauszuarbeiten.

Je nach Bedarf kann aus dem Arsenal an Erosionsalgorithmen gewählt und diese kombiniert werden (siehe 6.2.2), bis die messbaren Bereiche ausreichend gut herausgearbeitet sind. Es gibt kein Patentrezept. Die Wahl der Prozessschritte liegt im Ermessen des Operateurs und ist stark von den Gegebenheiten des Probenbildes und des Substratmaterials abhängig. Für den Vergleich von Messergebnissen aus unterschiedlichen Probenbildern war daher auf die konsistente Anwendung derselben Prozessschritte zu achten. Um Reproduzierbarkeit zu gewährleisten, ist eine Dokumentation der Erosionsschritte bzw. Automatisierung mittels Skript (siehe Anhang D) anzuraten.

Es wurden im Laufe der Entwicklung von TFI eine Vielzahl von möglichen Prozessschritten und zahlreiche Kombinationen an verschiedensten Proben getestet und überprüft. Eine vollständige Aufzählung all dieser Auswertungen würde den Rahmen dieser Arbeit sprengen

und scheint auch nicht sinnvoll. Im Folgenden werden exemplarisch Varianten der zielwertgerichteten und der iterativen Randentfernung und ihre Auswirkungen in der Objekt- und Pixelstatistik betrachtet. Beide Verfahren wurden sowohl auf unbeschichtete als auch auf Ag beschichtete Mesh 40/50 Diamanten angewendet.

6.3.1 Beispiel zielwertgerichtete Erosion

Zuerst wurde die zielwertgerichtete Erosion an Mesh 40/50 Diamanten betrachtet. Die Einzelschritte der Randentfernung sind für diesen Probenotyp zusammengestellt und zeigen eine mögliche Ausprägung der Randentfernung, die sinnvoll erschien. Bei den einzelnen Prozessschritten⁷ handelte es sich um:

- Schritt 1: Entfernung der Fokusunschärfe an den Diamanträndern mit fixer Pixelzahl
- Schritt 2: Zielwertgerichtete Randerosion bei festgelegter mittlerer Zielhelligkeit
- Schritt 3: Pixelbasierte zielwertgerichtete Randerosion
- Schritt 4: Glättungsschritt (Entfernen fixer Pixelzahl)

Die Auswirkungen der Randentfernung sind in Abbildung 6-39 dargestellt.

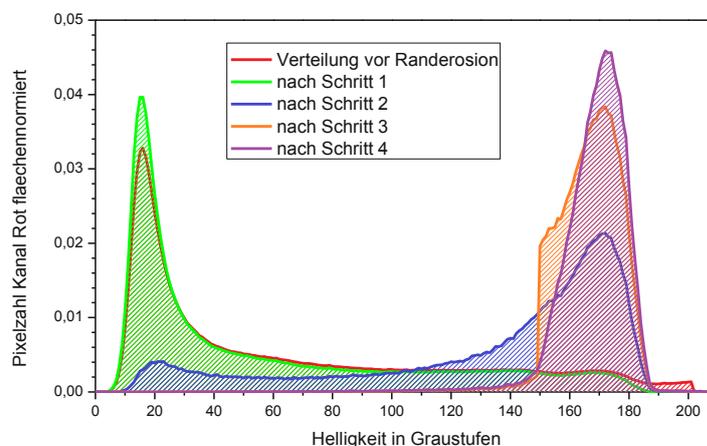


Abbildung 6-39 Helligkeitsverteilungen im Rot-Kanal eines Probenbildes von unbeschichteten Mesh 40/50 Diamanten bei zielwertgerichteter Randerosion

Es ist deutlich die Abnahme des dominanten Peaks während der ersten Prozessschritte zu beobachten und auch schon ein deutlicheres Heraustreten der messrelevanten Bereiche der

⁷ Anmerkung: Jeder einzelne Prozessschritt ist in TFI einzeln dargestellt und jederzeit rückgängig machbar, um eine möglichst große und einfache Kontrolle für den User zu ermöglichen.

Verteilung zu sehen. Die durch die Einzelschritte entfernten Randbereiche sind in Abbildung 6-40 und Abbildung 6-41 dargestellt und markiert.

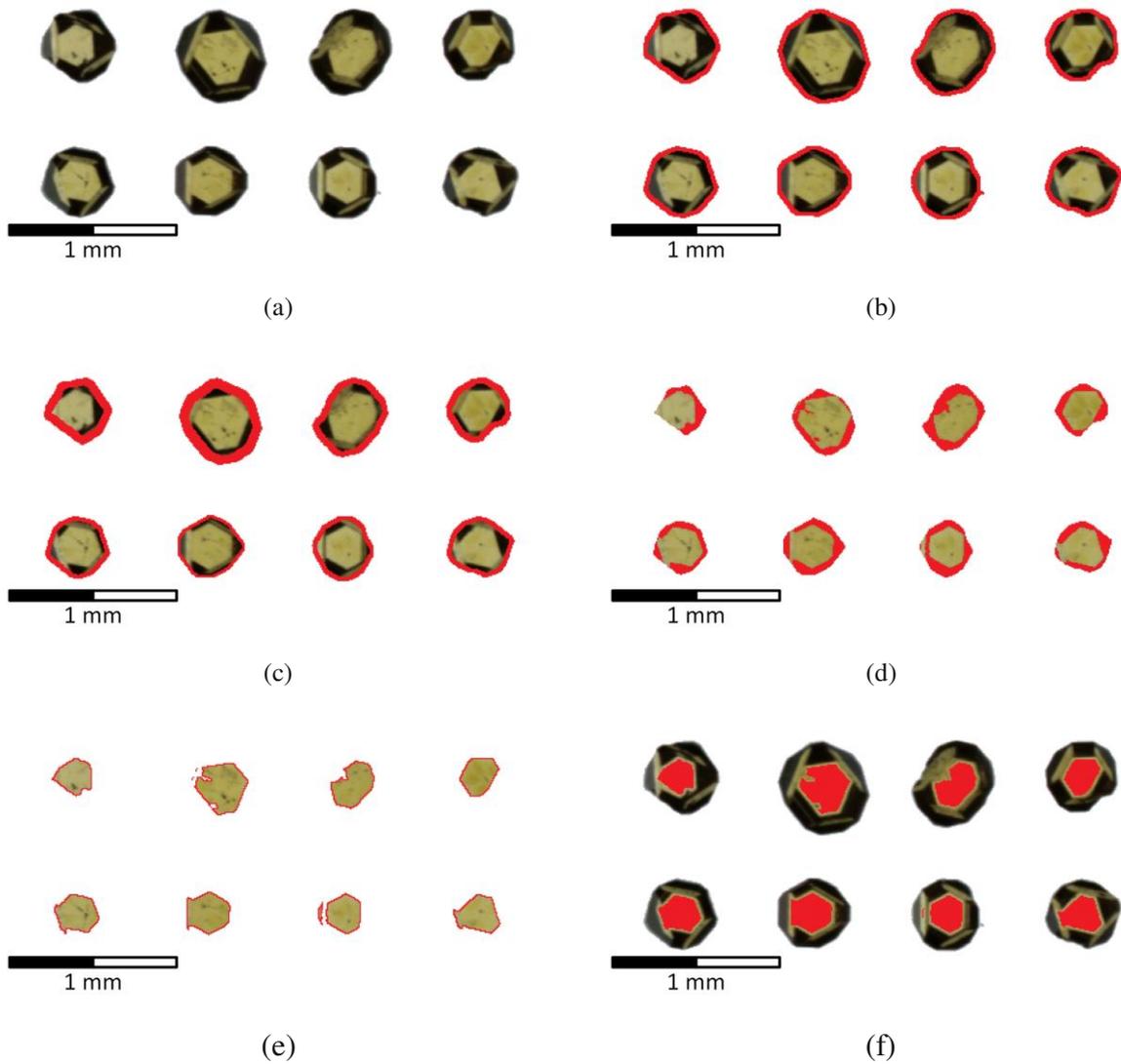
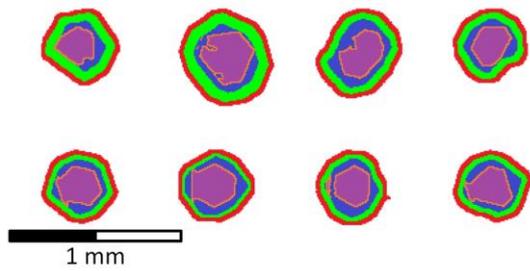
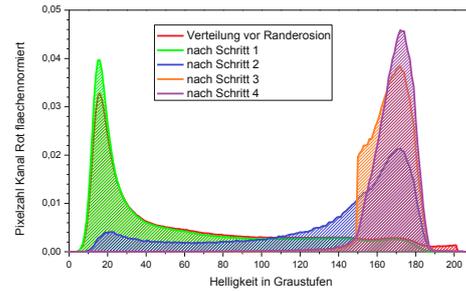


Abbildung 6-40 Erosionsschritte Mesh 40/50 unbeschichtet (a) Ausgangspartikel (b) Schritt 1: Entfernung Fokussierungsunschärfe (c) Schritt 2: Zielwertgerichtete Erosion mittlere Helligkeit (d) Schritt 3: Zielwertgerichtete Erosion Pixelbasiert (e) Schritt 4: Glättungsschritt (f) Erodierte Messbereiche gekennzeichnet im Ausgangspartikel



(a)



(b)

Abbildung 6-41 Ergebnisse der Partikelerosion, Schritte sind farbkodiert (a) Gesamtübersicht am Partikel (b) Helligkeitsverteilungen nah dem jeweiligen Erosionsschritt

Zu beachten ist, dass die Prozessschritte und deren Parameter nicht willkürlich, sondern durch Beobachtung des Graustufenbildes gewählt wurden. Durch entsprechende Prozessschrittauswahl konnten die den Innenbereichen der Diamanten zuordenbaren Bereiche herausgearbeitet werden.

Selbiger Erosionsprozess wurde im Folgenden für beschichtete Mesh 40/50 Diamanten verwendet. Auch bei dieser Auswertung, dargestellt in Abbildung 6-42, zeigte sich nach Anwenden der Erosionsschritte ein deutliches Heraustreten der messrelevanten Bereiche der Verteilung.

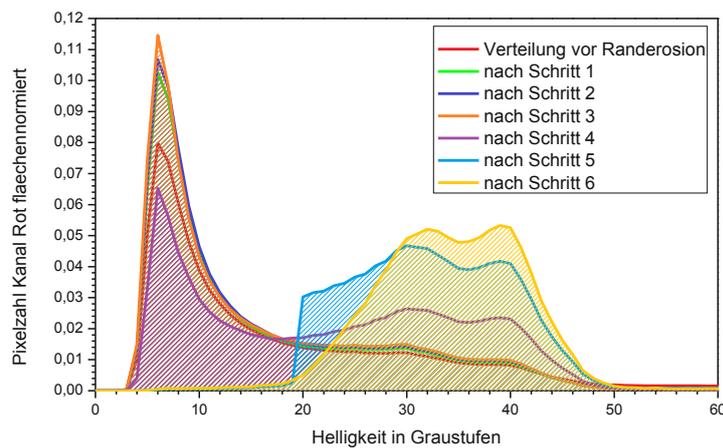


Abbildung 6-42 Helligkeitsverteilungen im Rot-Kanal eines Probenbildes von Ag-beschichteten Mesh 40/50 Diamanten bei zielwertgerichteter Randerosion

Bei den beschichteten Mesh 40/50 Diamanten waren zwei zusätzliche Prozessschritte (Schritt 2 und Schritt 3) zur Entfernung von reflektierenden Facetten erforderlich. Diese Facetten sind in Abbildung 6-43 (a) deutlich erkennbar. Die gesamte Prozessschritt-Übersicht lautet:

- Schritt 1: Entfernung der Fokusunschärfe an den Diamanträndern in fixer Pixelzahl
- Schritt 2: Pixelbasierte Randerosion zur Entfernung reflektierender Facetten
- Schritt 3: Glättungsschritt
- Schritt 4: Zielwertgerichtete Randerosion bei festgelegter mittlerer Zielhelligkeit
- Schritt 5: Pixelbasierte zielwertgerichtete Randerosion
- Schritt 6: Glättungsschritt

Die durch die Einzelschritte entfernten Bereiche sind in Abbildung 6-43 und Abbildung 6-44 dargestellt und markiert.

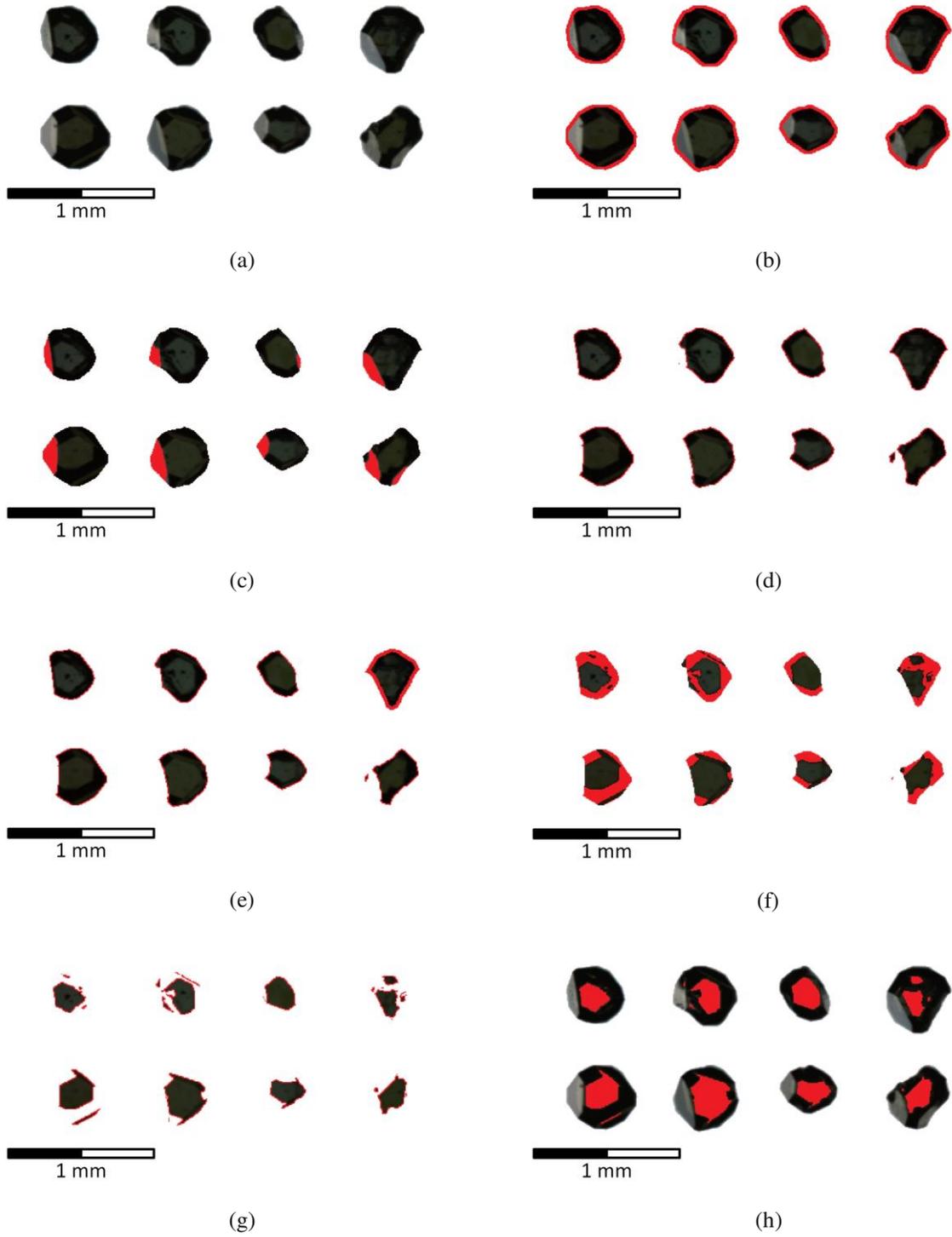


Abbildung 6-43 Erosionsschritte Mesh 40/50 Ag (100W 180s) beschichtet (a) Ausgangspartikel (b) Schritt 1: Entfernung Fokusierungsunschärfe (c) Schritt 2: Zielwertgerichtete Erosion Pixelbasiert für Entfernung reflektierender Facetten (d) Schritt 3: Glättungsschritt, (e) Schritt 4: Zielwertgerichtete Erosion mittlere Helligkeit (f) Schritt 5: Zielwertgerichtete Erosion Pixelbasiert (g) Schritt 6: Glättungsschritt (h) Erodierte Messbereiche gekennzeichnet im Ausgangspartikel

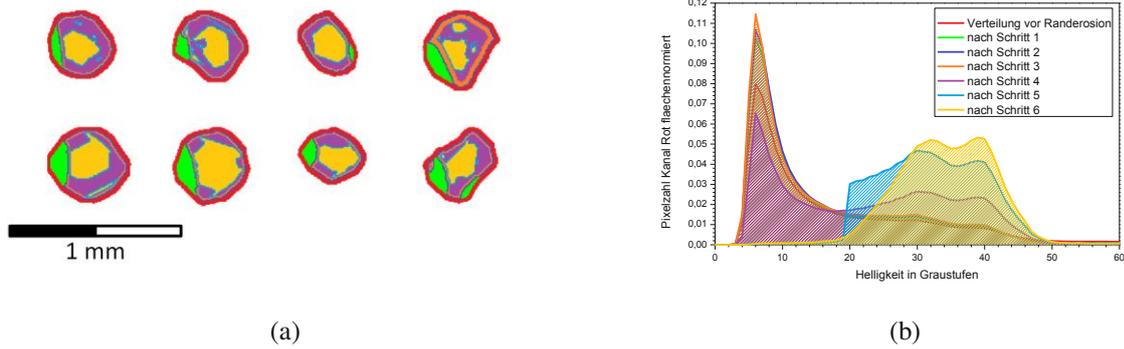


Abbildung 6-44 Ergebnisse der Partikelerosion, Schritte sind farbkodiert (a) Gesamtübersicht am Partikel (b) Helligkeitsverteilungen nah dem jeweiligen Erosionsschritt

Zur besseren Darstellung der am Ende der Prozessschritte übriggebliebenen Bereiche werden diese im Folgenden mit den [1, 1, 1] Flächen der gestutzten Oktaeder-Form und manuell gekennzeichneten Messbereichen verglichen (siehe Abbildung 6-45 und Abbildung 6-46).

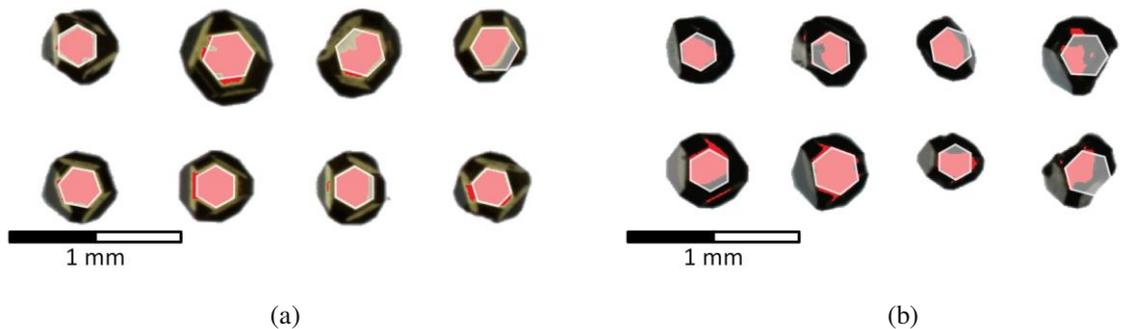


Abbildung 6-45 Erodierte Messbereiche mit überlagerten Sechseckflächen der gestutzten Oktaeder-Form (a) Mesh 40/50 unbeschichtet (b) Mesh 40/50 Ag-beschichtet

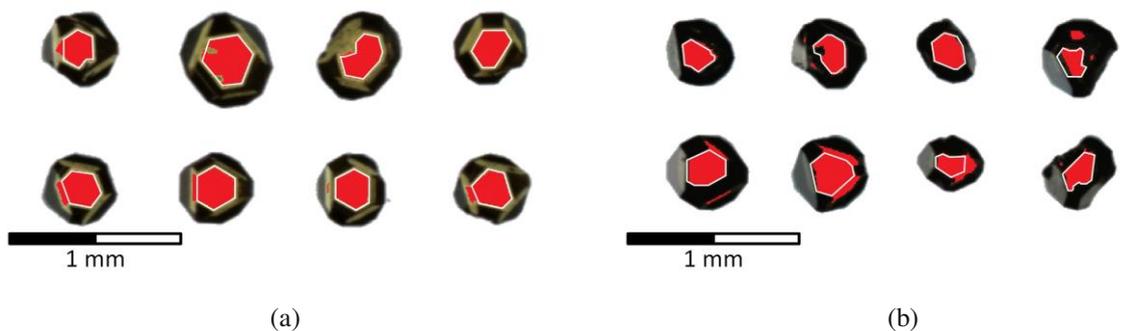


Abbildung 6-46 Erodierte Messbereiche mit manuell gekennzeichneten, erwarteten Messbereichen (a) Mesh 40/50 unbeschichtet (b) Mesh 40/50 Ag-beschichtet

In Abbildung 6-45 wurde für das Diamantgranulat die Form perfekter gestutzter Oktaeder angenommen. Es wurden die [1, 1, 1] Flächen dieser Oktaeder eingezeichnet und mit den

tatsächlich erodierten Messbereichen verglichen. In Abbildung 6-46 wurden unabhängig von den erodierten Messbereichen die erwarteten, realen Messbereiche markiert (siehe Abbildung 6-31). In beiden Abbildungen zeigte sich eine sehr gute Übereinstimmung der theoretisch anzunehmenden und der tatsächlich erodierten Messflächen.

Damit zeigte sich, dass die zielwertgerichtete Erosion qualitativ hochwertig ist und in wenigen Prozessschritten die Messflächen einer Probe extrahieren kann. Nachteil ist jedoch, dass die Zielhelligkeit im Messbereich bekannt sein muss und daher auch die Beschichtung entsprechend homogen sein sollte. Mischungen von Partikeln unterschiedlicher Helligkeit sind so nur mit großem Aufwand auflösbar.

6.3.2 Beispiel iterative Randentfernung

Im Gegensatz zur zielwertgerichteten Randentfernung wurde hier eine Prozessschrittabfolge ohne Kenntnis irgendwelcher Helligkeiten im Granulat betrachtet. Der Erosionsprozess setzte sich hauptsächlich aus gradientenbasierter Erosion (siehe 6.2.2.3) zusammen. Die Einzelschritte der Randentfernung waren für diesen Probenotyp zusammengestellt und zeigen eine mögliche Ausprägung der Randentfernung. Diese Einzelschritte waren:

- Schritt 1: Entfernung der Fokusunschärfe an den Diamanträndern in fixer Pixelzahl
- Schritt 2: Randerosion fixer Pixelzahl und Entfernung dabei dunkler werdender, d.h. in ihrer mittlerer Helligkeit abnehmender Diamanten
- Schritt 3: Randerosion bei steigender mittlerer Helligkeit
- Schritt 4: Zentralpixelerosion mit Durchmesser 20 Pixel
- Schritt 5-8: Iterative Entfernung von Diamanten mit ungleichmäßiger Helligkeit durch Selektion von Partikeln in der Verteilung der Standardabweichung der Objekthelligkeit.

Diese Extraktionsabfolge wurde für unbeschichtete und Ag-beschichtete QM MBD4 Mesh 40/50 Diamantproben angewendet. Die Parameter wurden hierbei unverändert belassen. Die Ergebnisse sind in Abbildung 6-47 und Abbildung 6-48 dargestellt.

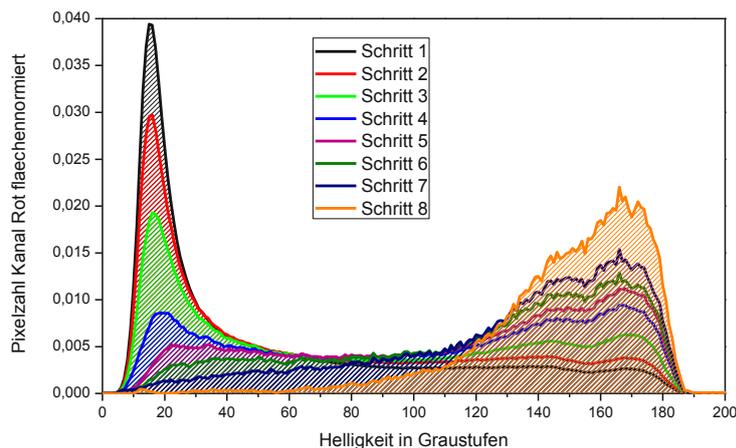


Abbildung 6-47 Helligkeitsverteilungen im Rot-Kanal eines Probenbildes bei iterativer Randentfernung von unbeschichteten QM MBD4 Mesh 40/50 Diamanten

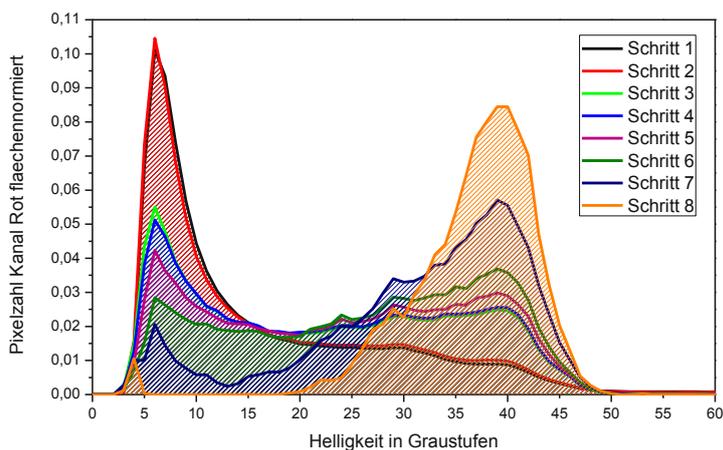


Abbildung 6-48 Helligkeitsverteilungen im Rot-Kanal eines Probenbildes bei iterativer Randentfernung von Ag-beschichteten QM MBD4 Mesh 40/50 Diamanten

Auch hier ist deutlich die Abnahme des dominanten Peaks während der ersten Prozessschritte zu beobachten und auch schon ein deutlicheres Heraustreten der messrelevanten Bereiche der Verteilung zu sehen. In weiteren Schritten (Schritte 5-8) wurden schief gekippte Diamanten oder Diamanten mit unregelmäßigen Innenbereichen entfernt. Zu beachten ist, dass diese Partikel nicht willkürlich entfernt wurden, sondern mittels Schwellwertbildung in der Verteilung der Standardabweichung der Objekthelligkeit und durch Beobachtung des Graustufenbildes. Die Schwellwertbildung erfolgte manuell. Anhand der Graustufenbilder war ersichtlich, dass es sich bei diesen Partikeln um schief liegende oder übereinanderliegende

Partikel handeln müsste, und damit um solche, deren Innenbereiche nicht als planparallele Platten betrachtet werden können. Durch eine entsprechende Prozessschrittauswahl kam es zu einem weiteren, signifikanten Heraustreten der Maxima in der Helligkeitsverteilung.

In Abbildung 6-49 werden die Helligkeitsverteilungen der unbeschichteten und Ag-beschichteten QM MBD4 Mesh 40/50 Diamantproben als Ergebnisse der zielwertgerichteten und der iterativen Randentfernungen gegenübergestellt.

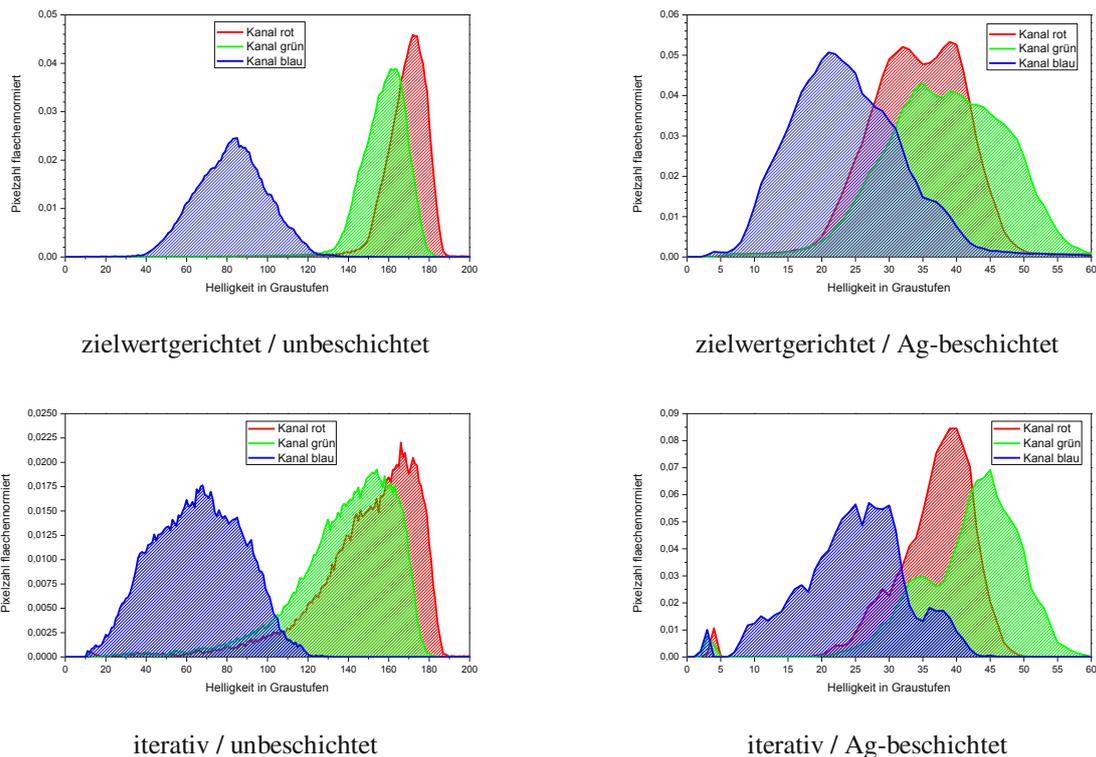


Abbildung 6-49 Gegenüberstellung der Helligkeitsverteilungen in den Farbkanälen Rot, Grün, Blau nach Abschluss der jeweiligen Messbereichserosion für unbeschichtete und Ag-beschichtete QM MBD4 Mesh 40/50 Diamanten

Es zeigte sich, dass durch gute Wahl der Extraktionsschritte mittels den beiden dargestellten Verfahren zur Messbereichserosion Helligkeitsverteilungen mit ausreichend glattem Verlauf, bei gleichzeitig scharfem Hervortreten der Verteilungsmaxima aus den Probenbildern extrahiert werden konnten. Die so erhaltenen Verteilungen in den Kanälen Rot, Grün und Blau waren nun der Schichtdickenberechnung zugänglich.

Durch geschickte Wahl der Prozessschritte ließen sich die Extraktionsschritte auf andere Proben typen übertragen. Durch die Vielzahl an möglichen Bild- und Probenbeschaffenheiten, Prozessschritten und Parametern ist aber immer Input durch den Operateur erforderlich. Ist

jedoch einmal eine passende Prozedur und Parametrisierung zur Messbereichserosion eines Probenotyps gefunden, so kann diese sehrwohl automatisiert werden.

6.3.3 Schichtdickenberechnung

In Abbildung 6-49 sind deutlich die Unterschiede in den Helligkeitsverteilungen für unbeschichtete und beschichtete Probenarten zu erkennen. Die Verschiebung der Maximapositionen in den Verteilungen war rein durch die Beschichtung verursacht. Diese Helligkeitsverteilungen werden nun dem in Abschnitt 3 hergeleiteten und in Abschnitt 5 überprüften Berechnungsmechanismus zugeführt. Hier ist nochmals auf die Notwendigkeit der in Abschnitt 3.2.4 beschriebenen 2 Punkt Kalibration hinzuweisen. Ohne korrekte Kalibration ist nicht von quantitativer Korrektheit der ermittelten Schichtdicken auszugehen. Als Kalibrationspunkte wurden der lichtundurchlässige Diaträger mit $T=0$ und das Trägerklebeband mit bekanntem Brechungsindex, und damit bekannter Transmission, herangezogen.

Die Schichtdickenberechnung an sich erfolgte je Pixel, wie in Abschnitt 3.2.5 beschrieben, durch Variation der Schichtdicke und Näherung an die aus den Helligkeitswerten ermittelte Transmission. Da, wie in Abschnitt 6.1.4. gezeigt, Kunstdiamanten zwar sehr geringe, aber endliche Absorption besitzen, war die Substratdicke für Kunstdiamanten kein vernachlässigbarer Parameter. Diese kann in TFI als Länge (Einheit μm) oder, falls bekannt, gleich in Form von Siebgrößen angegeben werden. Nach Abschluss der Schichtdickenberechnung wird die berechnete Schichtdicke an den Diamanten sowohl als Graustufenbild (die Schichtdicke ist in der Helligkeit abgebildet) als auch (wie in Abschnitt 6.2.3 aufgeführt) als Pixel- und Objektstatistik ausgegeben.

Zuerst wurde der Einfluss der unterschiedlichen Erosionsprozesse auf die resultierende Schichtdickenverteilung betrachtet. Dies ist anhand der in Abschnitt 6.3.1 verwendeten Ag-beschichteten Mesh 40/50 Diamantprobe in Abbildung 6-50 und Abbildung 6-51 dargestellt.

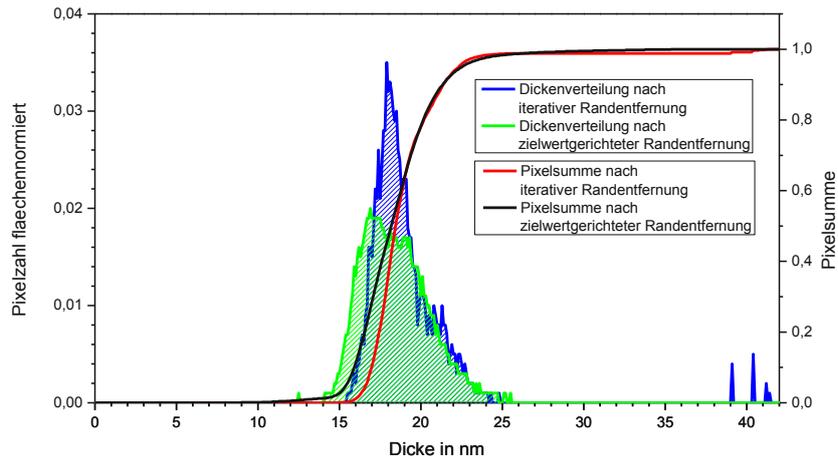


Abbildung 6-50 Schichtdickenverteilung einer Ag-beschichteten Mesh 40/50 Diamantprobe nach unterschiedlichen Erosionsprozessen in Pixelstatistik

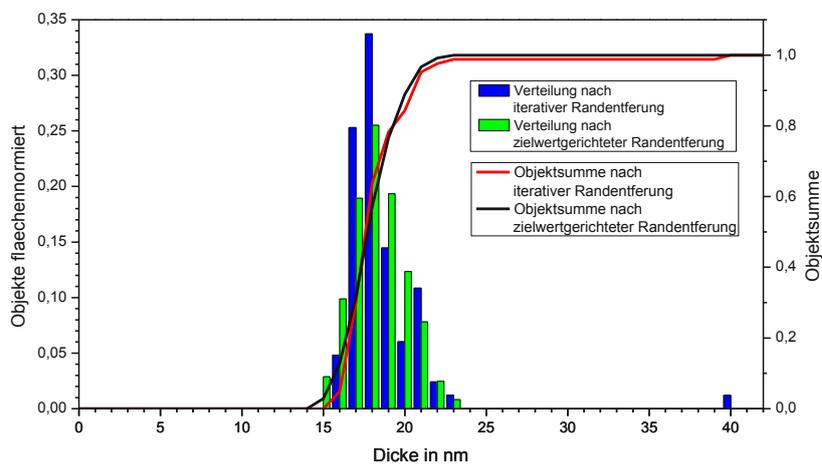


Abbildung 6-51 Schichtdickenverteilung einer Ag-beschichteten Mesh 40/50 Diamantprobe nach unterschiedlichen Erosionsprozessen in Objektstatistik

Die Schichtdickenverteilungen der verschiedenen Messbereichserosionen unterschieden sich nur geringfügig. Die Pixelverteilung nach zielwertgerichteter Erosion war etwas breiter als nach iterativem Erosionsprozess, die daraus ermittelbare häufigste Schichtdicke und mittlere Schichtdicke lagen innerhalb von 1-2 nm Schwankungsbreite. In der Objektstatistik verminderten sich die Unterschiede in der Verteilung weiter und die Verteilungen waren beinahe ident. Im Weiteren erfolgte daher eine Einschränkung auf die Ermittlung von Schichtdickenverteilungen nach iterativer Randentfernung.

Auch ist aus Abbildung 6-50 und Abbildung 6-51 die Ähnlichkeit zwischen Pixel- und Objektstatistik ersichtlich. Da die physikalisch und verfahrenstechnisch aussagekräftigere

Verteilung die Schichtdicke je Objekt und damit die Objektstatistik darstellt, wurde im Weiteren je Auswertung nur die Objektstatistik betrachtet.

6.3.4 Unbeschichtete Mesh 40/50 Diamantproben

Zuerst wurde die Schichtdicke je Schichtmaterial an unbeschichteten Mesh 40/50 Diamanten berechnet. Es sollte festgestellt werden, ob und um wieviel die von TFI berechneten Dickenverteilungen bei unbeschichteten Proben von 0 abweichen. Die Ergebnisse sind in Abbildung 6-52 und Abbildung 6-53 dargestellt.

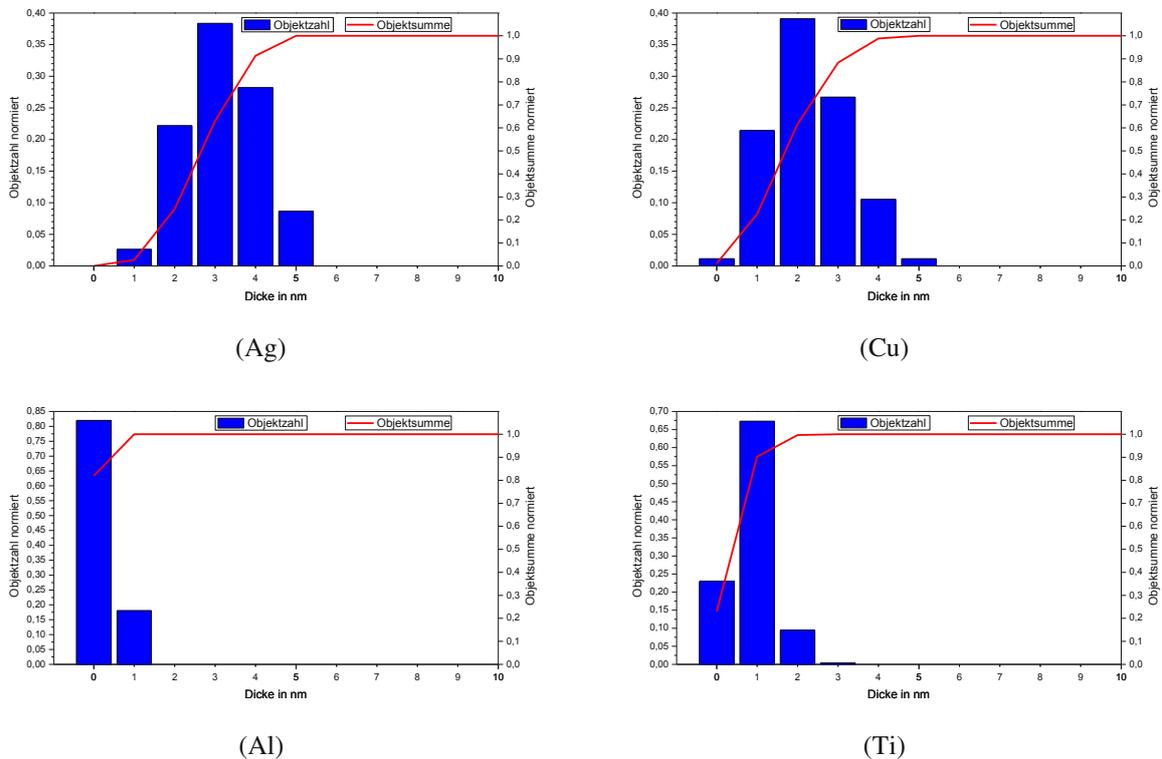
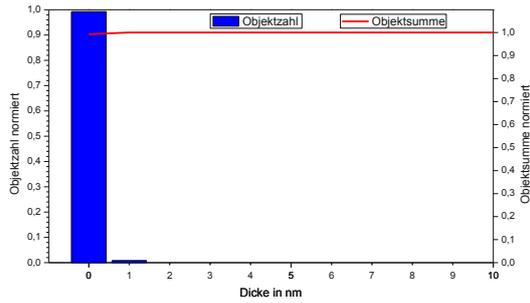
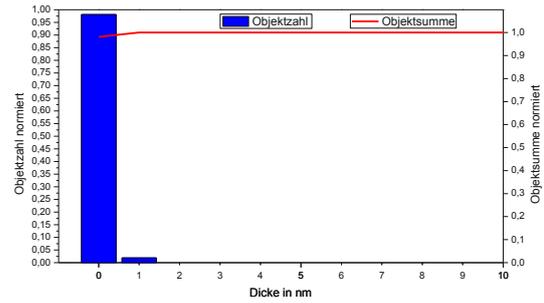


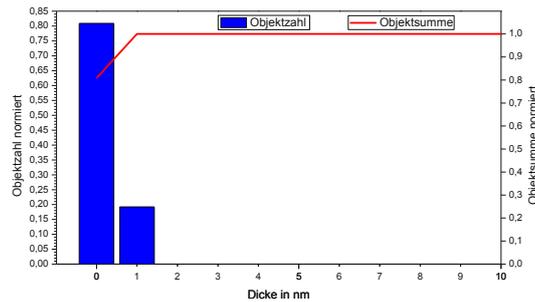
Abbildung 6-52 Berechnete Schichtdicke an unbeschichteten Mesh 40/50 Diamanten, (Teil 1: Vorauswahl Schichtmaterialien Ag, Cu, Al, Ti)



(Cr)



(Mo)



(W)

Abbildung 6-53 Berechnete Schichtdicke an unbeschichteten Mesh 40/50 Diamanten, (Teil 2: Vorauswahl Schichtmaterialien Cr, Mo, W)

Aus Abbildung 6-52 ist ersichtlich, dass trotz nicht vorhandener Beschichtung am Diamant, die Maxima in den Schichtdickenverteilungen nicht exakt bei 0 zu liegen kamen. Die Maxima befanden sich je nach Wahl des Schichtmaterials bei unterschiedlichen Schichtdicken von 0-3 nm. Dies wurde mit nicht 100% exakter Ausrichtung der Diamanten im Strahlengang, Oberflächenrauigkeiten und geringfügiger Abweichung der Brechungsindizes bzw. der Näherung des Absorptionskoeffizienten (siehe 6.1.4) begründet. Die Ergebnisse aus Abschnitt 5 zeigen, dass unterhalb einer Mindestschichtdicke quantitative Aussagen des Messverfahrens nur bedingt möglich sind. Damit lässt sich auch hier eine Mindestschichtdicke angeben, unter der die Diamanten minimal bis gar nicht beschichtet sind. D.h. Peaks in Schichtdickenverteilungen unterhalb dieser Schwellwerte sind als unbeschichtet zu bewerten bzw. sind nicht quantifizierbar.

6.3.5 Beschichtete Mesh 40/50 Diamantproben

Es wurde QM MBD4 Mesh 40/50 Diamantgranulat mit metallischen Einfachschichten beschichtet. Die Beschichtung erfolgte durch Sputtern in der in Abschnitt 4.1.3.1 beschriebenen Planetenschalen-Sputteranlage. Diese Sputteranlage kam auch für die Beschichtung der in Abschnitt 5.3.1 hergestellten Stufenproben zum Einsatz und die Beschichtung des Diamantgranulats erfolgte im jeweils selben Evakuierungszyklus wie die zugehörige Stufenprobe. Die Sputterparameter wurden zwischen Stufenproben und Granulatbeschichtung konstant gehalten. Es wurde eine Probenmatrix mit den Schichtmaterialien Ag, Cu, Cr, Mo, W und in Diamantfüllmengen von c.a. 3cm³ hergestellt. Arbeitsgas war Argon. Aus Ermangelung eines exakten Modells zur Vorhersage der Schichtdicke am Granulat, wurde nach einigen Probeserien eine Beschichtungszeit von 180s für alle Schichtmaterialien gewählt, da so die Schichten noch semi-transparent waren und Schichtdicken von 10-20nm zu erwarten waren. Die Beschichtungsparameter sind Tabelle 6-1 und Anhang B zu entnehmen.

Substrat	Füllmenge in cm ³	Schichtmaterial	Sputterleistung in W	Beschichtungszeit in s
QM MBD4 Mesh 40/50	3	Ag	100	180
QM MBD4 Mesh 40/50	3	Cu	100	180
QM MBD4 Mesh 40/50	3	Cr	200	180
QM MBD4 Mesh 40/50	3	Mo	200	180
QM MBD4 Mesh 40/50	3	W	200	180

Tabelle 6-1 Probenmatrix der metallischen Einfachschichten auf Mesh 40/50 Diamantgranulat

Die Ergebnisse der Schichtdickenmessungen mittels TFI an diesen Proben sind als Objektstatistiken in Abbildung 6-54 zusammengefasst.

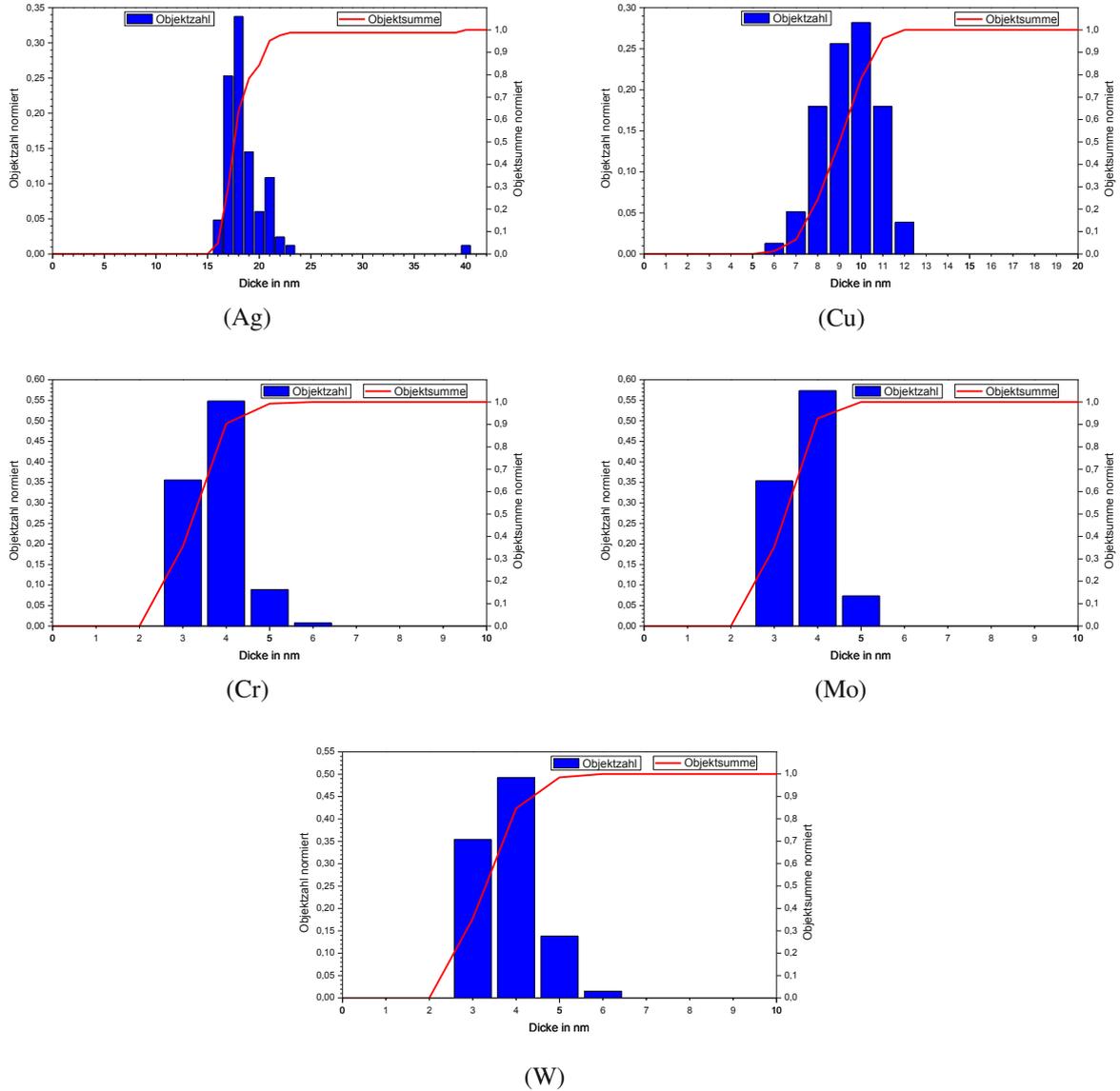


Abbildung 6-54 Aus Transmessungen mittels TFI berechnete Schichtdicke an beschichteten Mesh 40/50 Diamanten, (Schichtmaterial Ag, Cu, Cr, Mo, W). Man beachte die unterschiedlichen Skalierungen der x Achse.

Bis auf die Ag-Probe zeigen sich bei allen Proben geringe bis sehr geringe Schichtdicken. Vor allem mittlere Schichtdicken bei Cr, Mo und W zeigen zwar quantitativ das Vorhandensein von Schichten an (siehe zum Vergleich Abbildung 6-52), sind aber quantitativ genauer zu betrachten und mittels anderer Messmethoden zu überprüfen.

6.4 Vermessung von Diamantgranulat mit SEM und TEM

Die mittels TFI erhaltenen Schichtdicken wurden mittels alternativen Messverfahren überprüft. Es wurden hierzu Messung von im Querschnitt präparierten Diamantpartikeln mittels SEM und TEM durchgeführt. Im Weiteren werden die Ergebnisse der SEM- und TEM-Messungen dargestellt und zusammengefasst, sowie ein Vergleich der Ergebnisse der unterschiedlichen Messmethoden diskutiert. Besonders wird auf die systematischen Unterschiede der einzelnen Messmethoden und die daraus resultierenden Schichtdickenunterschiede eingegangen.

6.4.1 SEM-Messungen

Nach Einbettung der Granulatproben wurden diese mittels FIB-Schnitt geöffnet und im SEM-Bild untersucht. Ein FIB-Schnitt und die dabei freigelegte Schicht ist anhand einer Ag-Probe in Abbildung 6-55 dargestellt.

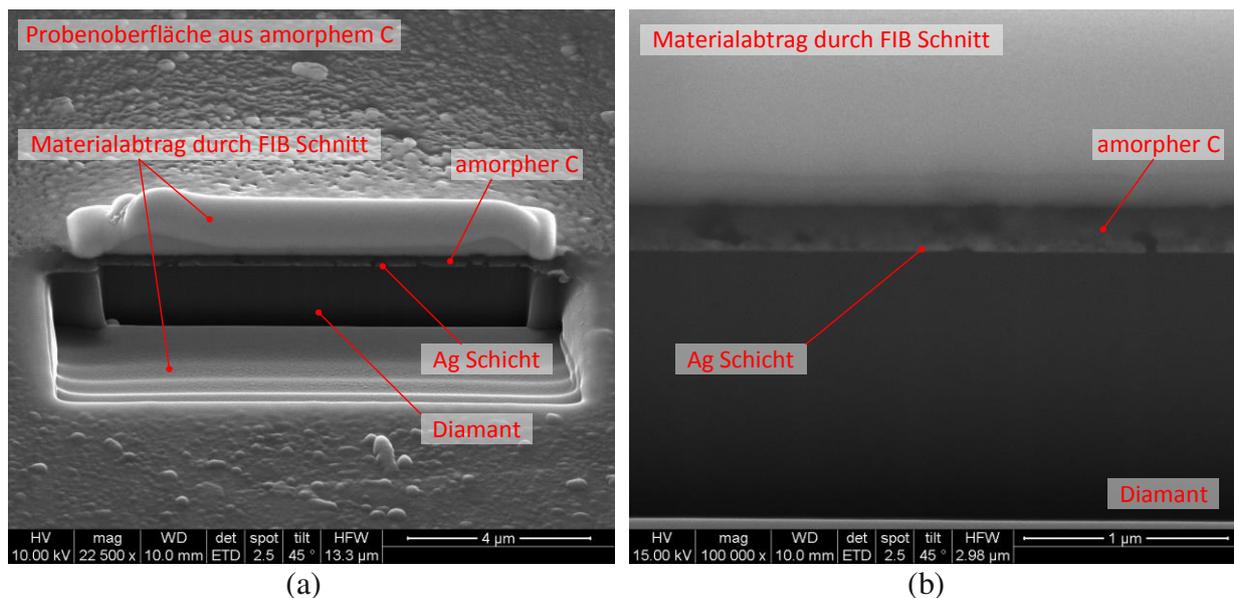


Abbildung 6-55 SEM-Messung einer Ag-Probe a) Übersicht des gesamten FIB Schnitts b) Vergrößerung des freigelegten Querschnitts

Für die Ag, Cu, Mo, Cr und W Proben wurden jeweils an drei Stellen FIB-Schnitte durchgeführt und in den so freigelegten Schichtquerschnitten die Schichtdicken an mehreren Stellen gemessen. Exemplarisch sind in Abbildung 6-56 je Probe jeweils Querschnittsbilder mit gekennzeichneten Messpunkten dargestellt.

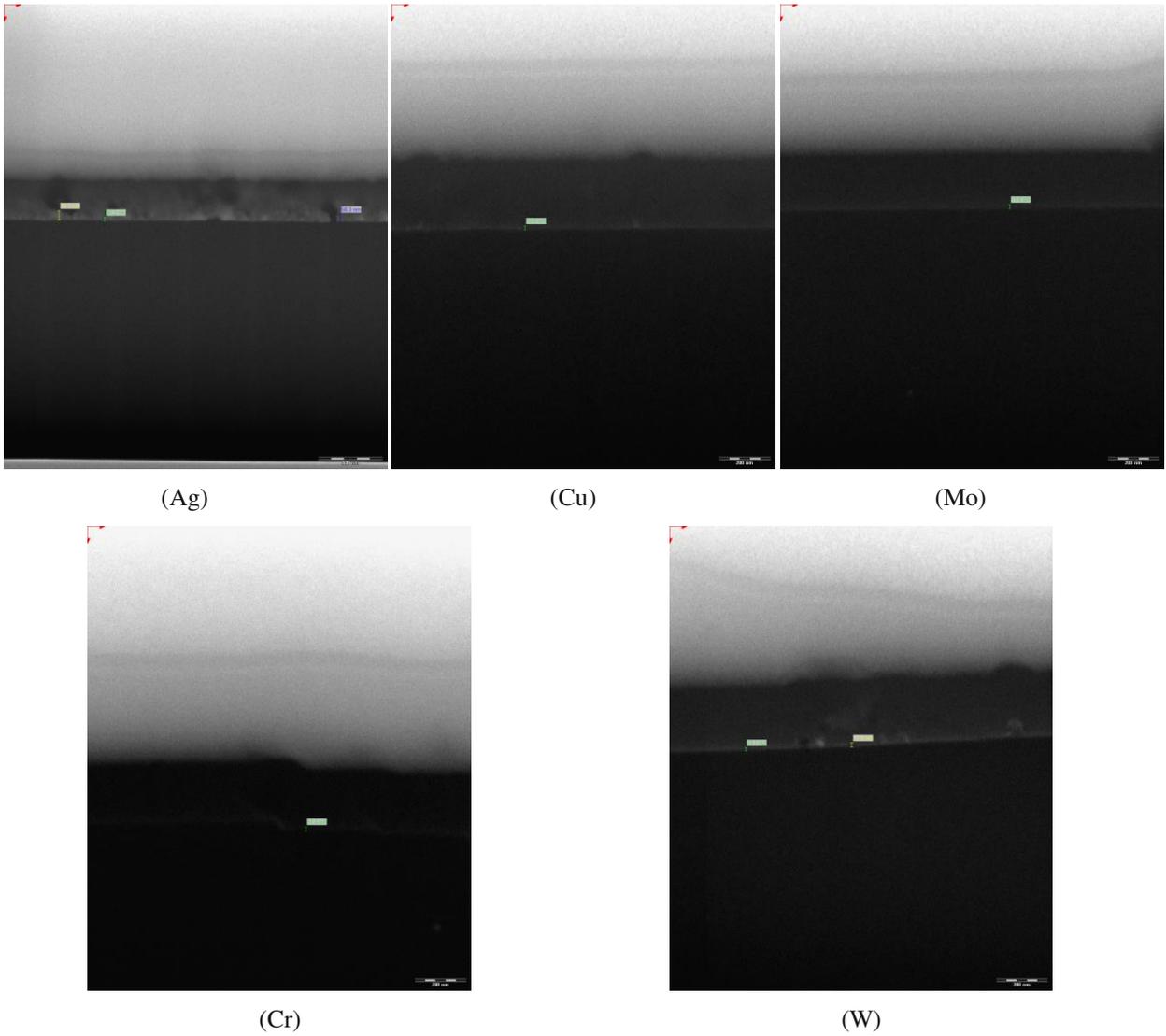


Abbildung 6-56 Verschiedene Schichtdickenmesspunkte an den Querschnittsbildern Probe Ag, Cu, Mo, Cr und W

Die jeweiligen Schichtmaterialien heben sich im Querschnittsbild deutlich vom C-Hintergrund ab und ließen sich leicht vermessen. Die Ergebnisse dieser Messungen sind Abschnitt 6.5 zu entnehmen.

6.4.2 TEM-Messungen

Dieselben Proben deren Dicke mittels SEM vermessen wurde, kamen nach weiteren Präparationsschritten zur Verdünnung der Proben in den TEM-Messungen zum Einsatz. Im Gegensatz zu den SEM-Messungen waren in den TEM-Querschnittsbildern nicht alle Schichten einfach zu identifizieren. Die einzelnen TEM-Messungen werden daher im Folgenden explizit betrachtet.

6.4.2.1 TEM-Messung Probe Ag

Die Ag-Schicht war im HAADF (High-Angle Annular Dark Field) Bild gut zu erkennen und gut zu vermessen (siehe Abbildung 6-57).

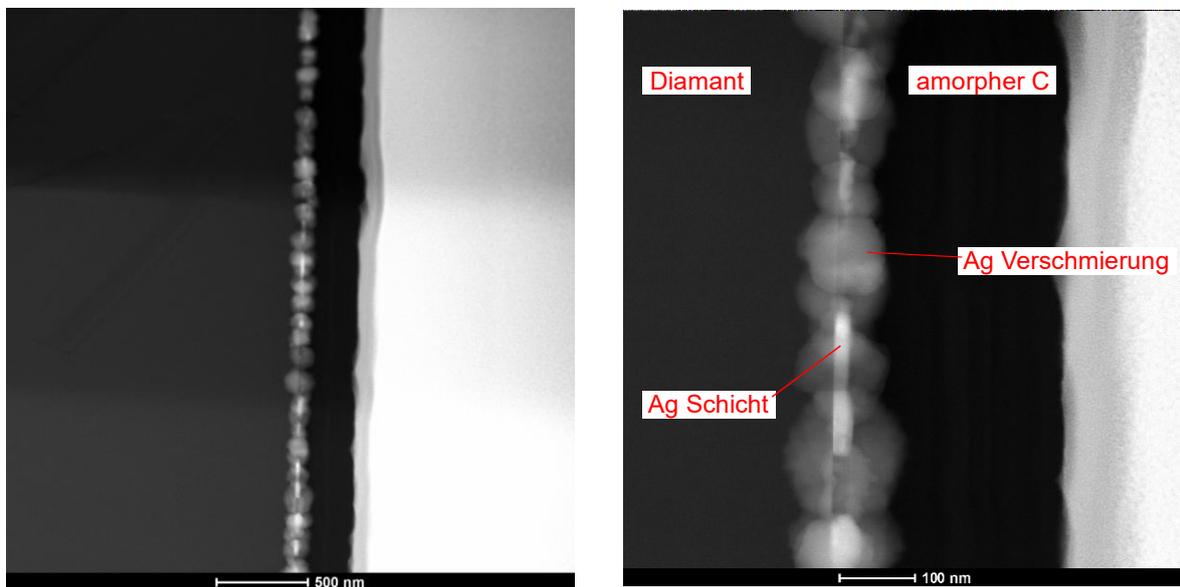


Abbildung 6-57 Querschnitt der Probe Ag im HAADF-Bild. Die hellen Schatten wurden als Verschmierung des Ag-Materials aus der Ag-Schicht, entstanden bei der Probenpräparation, interpretiert

Die wolkenförmigen, hellen Schatten die über der Ag-Schicht zu liegen schienen, wurden als Verschmierungen des Ag-Materials an der Präparationsgrenzfläche interpretiert.

6.4.2.2 TEM-Messung Probe Cu

Die Cu-Schicht war bereits im Kontrastbild gut vom Diamant-Grundsubstrat und dem zur Präparation aufgebracht Kohlenstoff zu unterscheiden (siehe Abbildung 6-58). Eine HAADF-Untersuchung für besseren Z-Kontrast war daher nicht notwendig.

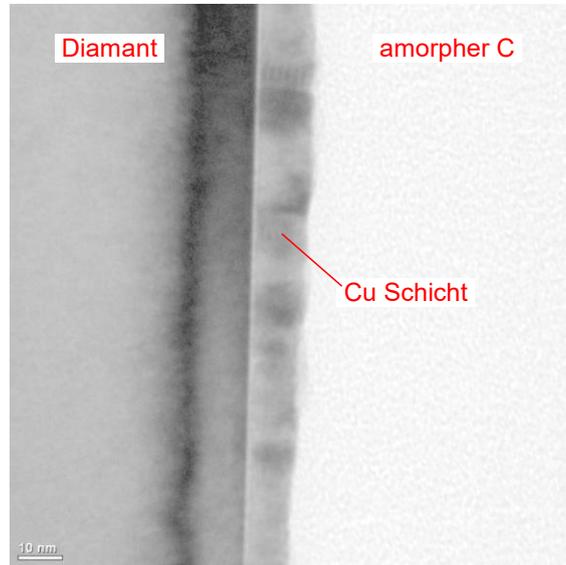


Abbildung 6-58 Querschnitt der Probe Cu im Kontrastbild.

6.4.2.3 TEM-Messung Probe Mo

Sowohl im Kontrastbild als auch im HAADF-Bild des Querschliffs der Mo-Probe war die Mo-Schicht nicht eindeutig zu erkennen (siehe Abbildung 6-59).

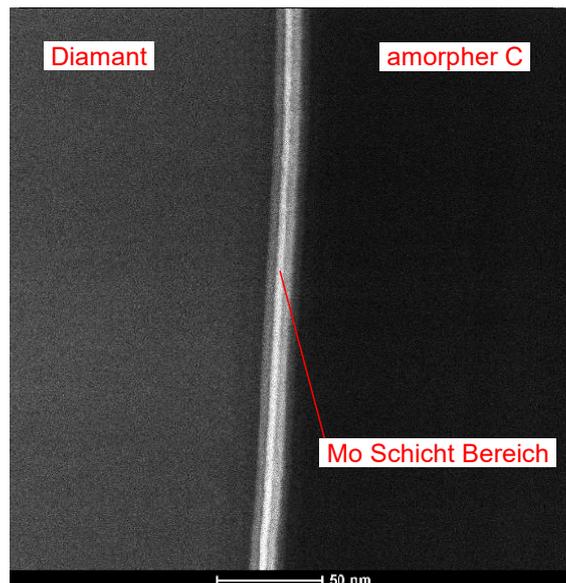


Abbildung 6-59 HAADF-Bild der Mo-Probe, die Mo-Schicht ist nicht eindeutig zu erkennen

Es wurde daher zur EDX Auswertemethode gegriffen um weiteren Aufschluss über die Mo-Lokalisierung zu erhalten (siehe Abbildung 6-60).

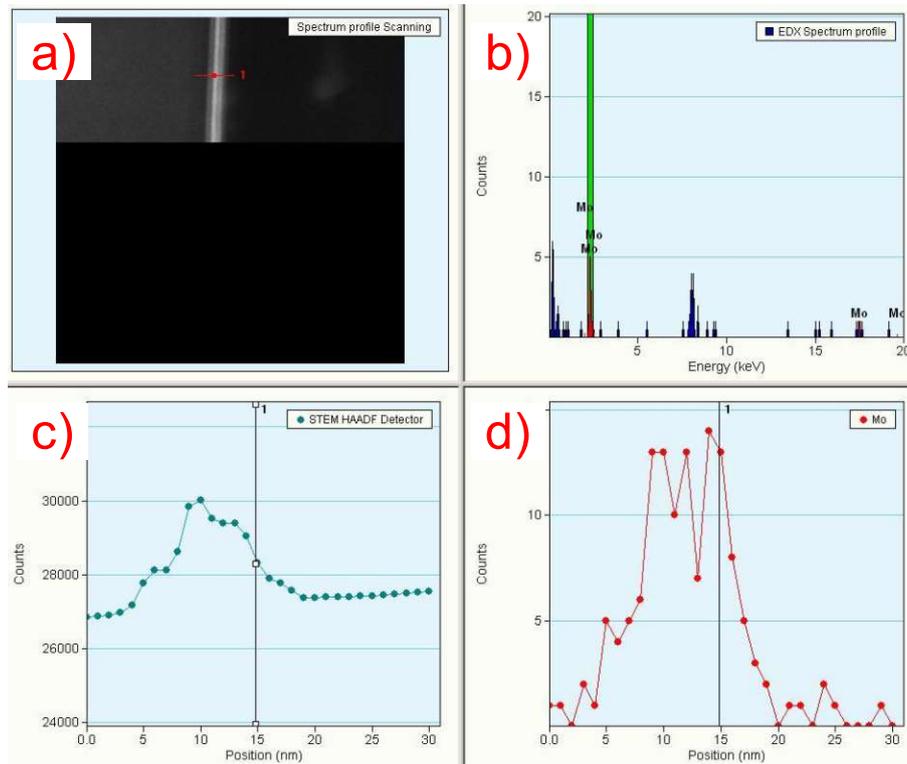


Abbildung 6-60 EDX-Auswertebild des Mo-Querschnitts. (a) HAADF-Bild mit Markierung des EDX-Auswertebereichs; (b) Aufgenommenes EDX-Spektrum mit markiertem Mo-Peak; (c) Intensität im HAADF-Bild entlang des Linescans im HAADF-Bild; (d) Anzahl der Mo-Peak-Counts entlang des Linescans

Entlang des Linescans des Mo-Peaks in der EDX-Messung wurde die maximale Peakhöhe ermittelt. Auf 1/3 dieser Höhe wurde die Breite des Peaks gemessen. Diese Breite wurde als Dicke der Mo-Schicht interpretiert.

6.4.2.4 TEM-Messung Probe Cr

Auch bei der Cr-Probe war im HAADF eine eindeutige Identifizierung der Cr-Schicht nicht möglich (siehe Abbildung 6-61).

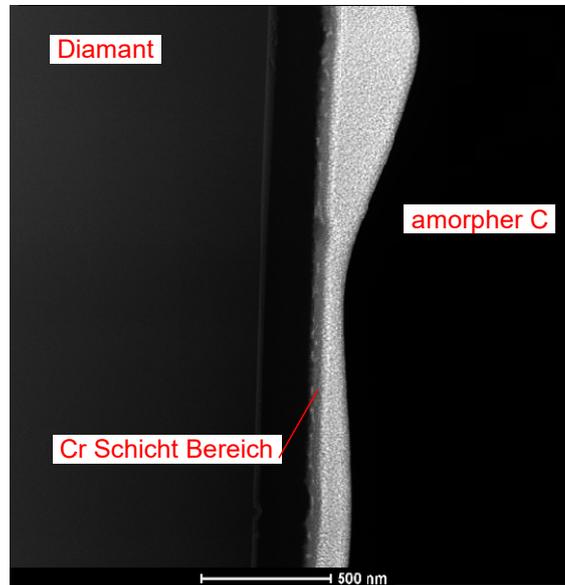


Abbildung 6-61 HAADF-Bild des Querschnitts der Cr-Probe

Da auch die EDX-Messung kein eindeutiges Resultat zeigte, wurde zur weiteren Untersuchung das EELS-Verfahren gewählt, in der sich die Cr-Schicht etwas deutlicher abzeichnete (siehe Abbildung 6-62).

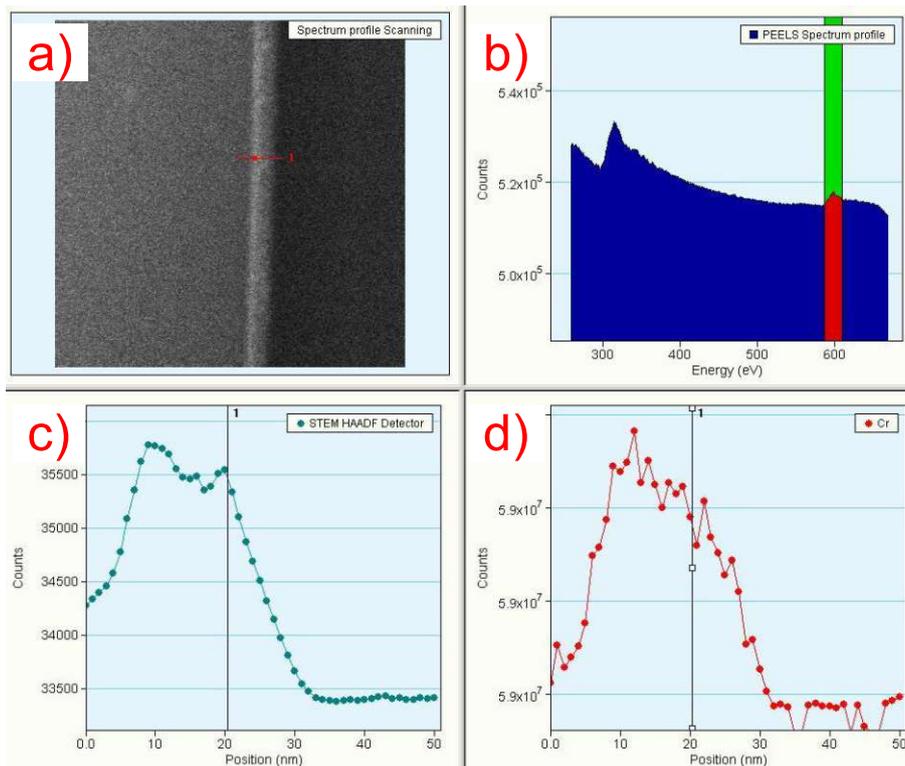


Abbildung 6-62 EELS-Auswertebild des Cr-Querschnitts. (a) HAADF-Bild mit Markierung des EELS-Auswertebereichs (b) Aufgenommenes EELS-Spektrum mit markiertem Cr-Peak; (c) Elektronenintensität im HAADF-Bild entlang des Linescans im HAADF-Bild; (d) Anzahl der Cr-Peak-Counts entlang des Linescans

Die EELS-Bilder wurden so ausgewertet, dass die maximale Countzahl der Peakintensität (Cr-Peak im EELS-Spektrum) vermessen wurde. Auf 1/3 dieser Höhe wurde die Breite des Peaks gemessen. Diese Breite wurde als Dicke der Cr-Schicht interpretiert.

6.4.2.5 TEM-Messung Probe W

Die W-Probe verhielt sich analog zur Cr-Probe. Auch hier war im HAADF-Bild die W Schicht nicht eindeutig zu identifizieren (siehe Abbildung 6-63).

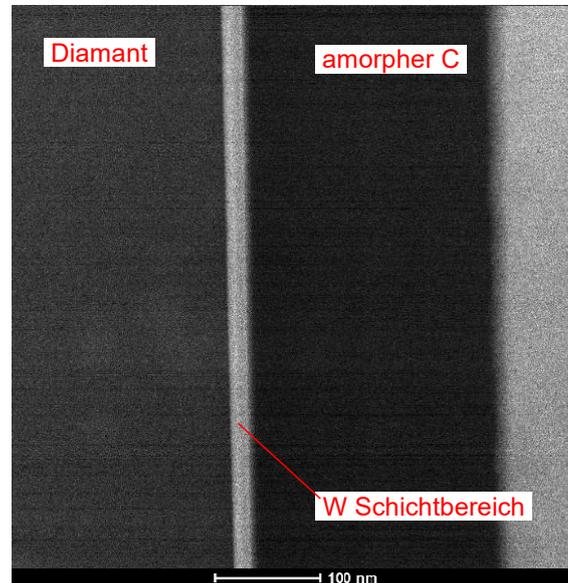


Abbildung 6-63 HAADF-Bild des Querschnitts der W-Probe

Da eine EDX-Untersuchung wieder keine eindeutigen Ergebnisse lieferte, wurde wieder zu EELS gegriffen, um den W-Gradient im Schichtbereich aufzulösen und eine Verbesserung der Auswertung zu erreichen. Die Auswertung der W-EELS-Bilder gestaltete sich schwierig, da mittels EELS W nur sehr schwer identifiziert werden kann (siehe Abschnitt 4.2.3.1). EELS erlaubt jedoch durch Analyse der Feinstruktur der Ionisationskanten eine Auflösung der kristallographischen Umgebung, und so eine Unterscheidung des in Diamantstruktur vorliegenden Kohlenstoffs des Substrates und des amorphen Kohlenstoffs der Präparationsschutzschicht.

Es wurde der umgekehrte Weg gewählt und versucht den C-Diamant-Peak, und damit das Vorhandensein des Grundsubstrates, zu detektieren. Der C-Diamant-Peak ist als C₂-Peak im EELS-Spektrum markiert. Messungen der Intensität dieses Peaks ergeben links von der Schicht relativ zum Intensitätsverlauf gesehen die höchste Intensität. Die Intensität nimmt in der Schicht deutlich ab und steigt rechts von der Schicht wieder an. Dieser Anstieg ist zwar signifikant, die Intensität erreicht aber nicht das Niveau wie links von der Schicht. Dies wurde so interpretiert, dass der Anstieg rechts durch amorphen C, aufgebracht während der Probenpräparation, verursacht wurde (siehe Abbildung 6-64).

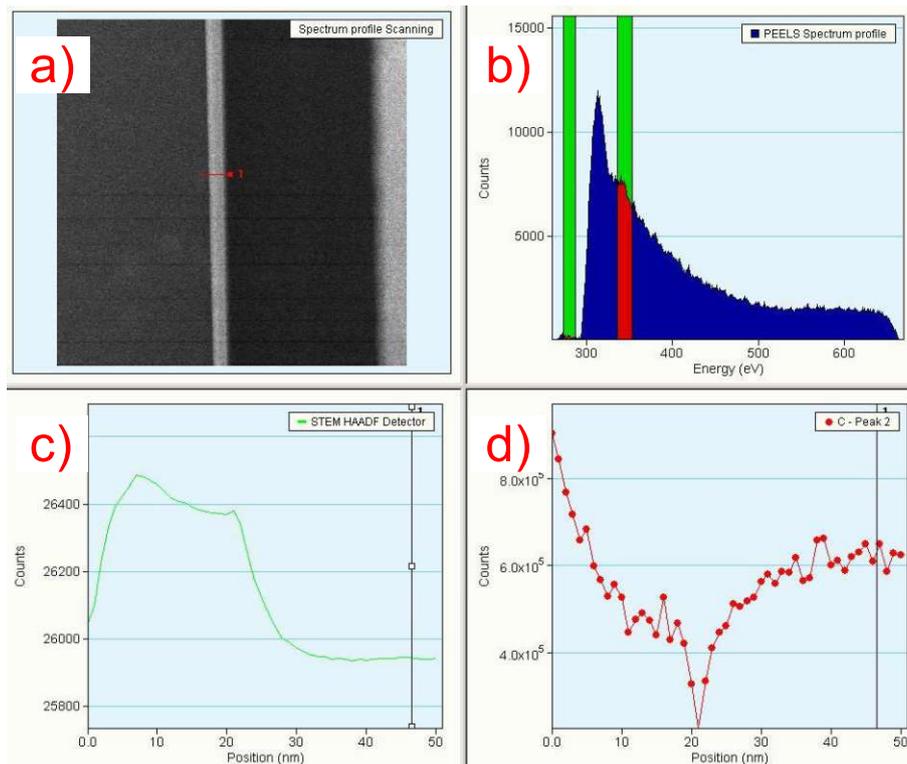


Abbildung 6-64 EELS-Auswertebild des W Querschnitts. (a) HAADF-Bild mit Markierung des EELS-Auswertebereichs; (b) Aufgenommenes EELS-Spektrum mit markiertem C-Diamant-Peak; (c) Intensität im HAADF-Bild entlang des Linescans im HAADF-Bild; (d) Anzahl der C-Diamant-Peak-Counts entlang des Linescans

Zur Auswertung wurde das rechte Niveau der C2-Peak-Intensität auf seine Höhe vermessen. 2/3 dieser Höhe werden als sicheres Maß für einen W-Anteil angesehen. Selbiges geschah mit dem linken Niveau. Die Breite zwischen diesen beiden Höhen wurde als Bereich mit sicherem W-Anteil angesehen und als Schichtdicke interpretiert.

6.5 Vergleich der Messmethoden und Conclusio

Im Weiteren wurden die Ergebnisse der unterschiedlichen Messmethoden verglichen. Als Referenz wurde die zu erwartende Schichtdicke abgeschätzt. Aus Ermangelung eines Modells zur Vorhersage der Absolutschichtdicke am Diamantgranulat aus den Sputterparametern und der Abscheidegeometrie, wurde die Schichtdicke aus den relativen Beschichtungsraten, bezogen auf die Rate der Silberbeschichtung, abgeschätzt. Die Beschichtungsraten wurden aus den in Abschnitt 5.3.1 beschriebenen Stufenproben abgeleitet (siehe Abbildung 6-65).

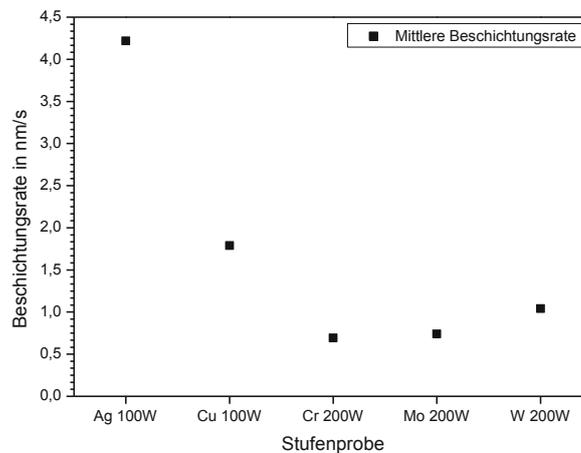


Abbildung 6-65 Beschichtungsraten der in Abschnitt 5.3.1 beschriebenen Stufenproben

Die Beschichtungsraten wurden für die Materialien Ag, Cu, Cr, Mo aus den Profilometermessungen abgeleitet. Da die Kalibrationsstufe der W-Probe deutliche Delaminationen zeigte, war diese für die Profilometermessung nicht zugänglich. Die Beschichtungsrate für W wurde daher aus den SEM- und TFI-Messungen abgeleitet. Da die Ag-Schicht an den Ag-beschichteten Diamanten mittels TEM gut zu identifizieren war (siehe Abschnitt 6.4.2.1), wurde die mittels TEM gemessene Ag-Schichtdicke als Referenz herangezogen, und mit Hilfe der in Abbildung 6-65 dargestellten Raten die zu erwartenden Absolutschichtdicken der anderen Materialien relativ zu Ag abgeschätzt. Ein Vergleich der mittels SEM, TEM und TFI gemessenen Schichtdicken und den abgeschätzten Schichtdicken ist in Abbildung 6-66 dargestellt.

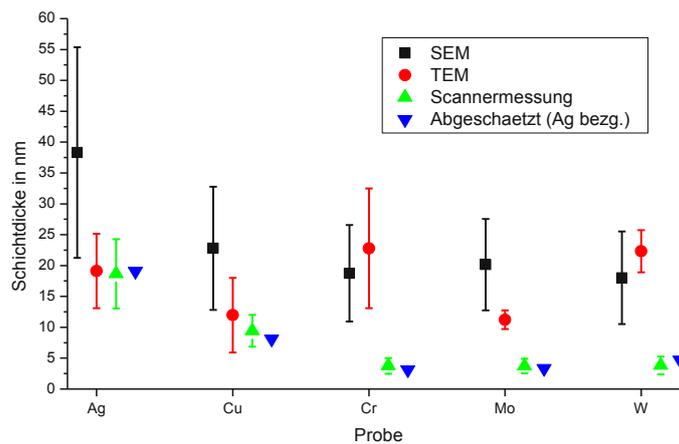


Abbildung 6-66 Vergleich der absoluten Schichtdicken an den Mesh 40/50 Diamanten und der Schichtdickenabschätzung bezogen auf die Ag-beschichtete Mesh 40/50 Probe

Für die Edelmetalle Ag und Cu zeigte sich eine gute Übereinstimmung der ermittelten Schichtdicke aller angewendeten Verfahren. Es gilt jedoch zu bedenken, dass Schichtdicken gemessen mittels TEM und SEM lediglich die Schichtdicke auf einem ausgewählten, präparierten Partikel repräsentieren (und sogar nur in einem Teilbereich der gesamten Oberfläche desselben). Im Gegensatz dazu liefert TFI eine gute Statistik über ein ganzes Partikelensemble.

Für die Cr, Mo und W Schichten wurde die Schichtdicke durch SEM und TEM gegenüber den TFI-Ergebnissen beträchtlich höher geschätzt. Die TFI-Messung zeigt weiters eine sehr gute Übereinstimmung mit den, aus den Ratenmessungen abgeleiteten, erwarteten Schichtdicken. Betrachtet man die TEM-Resultate für Cr, Mo und W genauer, erkennt man an den Interfaces ein deutliches Abweichen der tatsächlich vorhandenen Schichtzusammensetzung, von der im Berechnungsmodell gewählt. Es zeigten sich in den TEM-Messungen für Cr, Mo und W keine scharfen Grenzflächen zwischen Substrat und Schicht. Stattdessen waren Übergangsbereiche zu erkennen, in denen nicht exakt zwischen Schicht und Substrat unterschieden werden konnte, sondern lediglich ein gradueller Anstieg des Schichtmaterials mit Beimengungen des Substratmaterials vorhanden war. Dies war besonders bei der W-Probe zu erkennen. Als Grund hierfür wurde die Möglichkeit zur Carbidbildung angesehen, da Cr, Mo und W zu den Carbidbildern gehören. Weiters wurde während der Präparation der TEM-Lamellen eine Schutzschicht aus amorphen C auf die metallischen Probenoberflächen aufgebracht. Diese Präparationsmethode bringt die Möglichkeit eines weiteren Einbringens von C in die metallischen Schichten mit sich,

wodurch sich auch an diesem Interface metallische Carbide in Form von Einlagerungsmischkristallen als Präparationsartefakte bilden könnten.

Die optischen Eigenschaften von Carbiden unterscheiden sich signifikant von denen der jeweiligen Reinmetalle. Dieser vom Modell möglicherweise unterschiedliche Schichtaufbau und das Fehlen sich exakt abzeichnender Grenzflächen könnte zu den von den SEM- und TEM-Messungen höher geschätzten Schichtdicken führen. Damit unterstreicht dieses Ergebnis zum einen die Wichtigkeit der Kenntnis der Schichtzusammensetzung und der richtigen Modellierung des Probenaufbaus, es zeigt aber auch zum anderen die Robustheit der TFI-Messung gegenüber diesen Artefakten, besonders in Bezug auf die aus den Beschichtungsdaten abgeschätzten Schichtdicken.

7 Systemskalierung

7.1 Grenzen des Scannersystems

Wie aus Abschnitt 6 ersichtlich, ist eine minimale Pixelzahl je Partikel notwendig, um eine Zerlegung der Partikel in Randbereich und Messbereich durchführen zu können. Weiters sind bei Granulatgrößen unterhalb der optischen Auflösung des verwendeten Scannersystems die Konturen einzelner Objekte nicht mehr unterscheidbar und die Objektextraktion kann nicht mehr durchgeführt werden. In beiden Fällen ist die Auflösung des optischen Aufnahmegeräts ungeeignet für die untersuchte Granulatgröße und TFI liefert keine oder verfälschte Messergebnisse. D.h. die minimale Auflösung des bildgebenden Systems bestimmt die noch auswertbare mittlere Granulatgröße.

Die minimale Pixelzahl je Achse sind in etwa 25-30 Pixel im Scanbild. Dieser Wert ist ein Richtwert und keine absolute Grenze. Bei einer Auflösung von 7000 dpi des Nikon Super CoolScan 9000 ED ergeben sich für Aufnahmen von Mesh 40/50 und Mesh 70/80 Diamanten Pixelzahlen von 82-110 Pixel bzw. 48-57 Pixel (siehe Abschnitt 6.1) in der Aufnahme und damit genügend große Pixelzahlen für eine vernünftige Auswertung. Bei der Auswertung von Granulaten aus Hollow Glass Microspheres (\varnothing 18 μ m – 60 μ m, siehe Abschnitt 7.3) reduziert sich die Pixelzahl je Linearabmessung eines Partikels jedoch auf 4-16 Pixel und eine Auswertung des Granulats ist nicht oder nur unzureichend möglich. Um dies trotzdem zu ermöglichen, muss die Auflösung im Scanbild erhöht werden.

Da Scanner kommerziell nur bis zu bestimmten Auflösungen erhältlich sind, wurde ein Lichtmikroskop als Basis für das Erreichen der notwendigen Auflösung für geringere Granulatgrößen herangezogen. Dieses Mikroskop wurde für eine orts aufgelöste Bildgenerierung adaptiert.

7.2 Skalierung zu kleineren Granulatgrößen durch optische Mikroskopsysteme

Um die Auflösung der Probenbilder zu erhöhen, wurde die optische Vergrößerung von Mikroskopen ausgenutzt. Um Granulatbilder erzeugen zu können, muss das Mikroskop mit einem bildgebenden Sensor ausgerüstet sein. Als Basis-Mikroskop diente ein Reichert-Jung Polyvar Met Mikroskopsystem mit Objektivvergrößerungen von 2x - 100x (siehe Anhang C). Dieses Mikroskop befand sich bereits am Institut für Festkörperphysik der TU Wien. Das Mikroskop war mit einer Digitalkamera vom Typ iDS UI-1465 LE - C ausgestattet. Der bildgebende Sensor der iDS UI-1465 LE - C ist ein in den RGB-Farbraum abbildender CMOS-Sensor mit einer Auflösung von 2048 x 1536 Pixel (7937 dpi in beiden Linearabmessungen, siehe Anhang C). Die Messwellenlängen der CMOS-Kamera iDS UI-1465 LE - C wurden, wie in Abschnitt 5.2.6 beschrieben, bestimmt und betragen $\lambda_r=604\text{nm}$, $\lambda_g=542\text{nm}$, $\lambda_b=504\text{nm}$ (siehe Tabelle 5-2). Durch die Montage der Kamera im Strahlengang des Mikroskops entfällt bei Aufnahmen mittels Kamera die Okularvergrößerung.

7.2.1 Adaptierung des Mikroskopsystems

Die beim Scansystem angewendete Methode für das Aufbringen des Probengranulats auf einem an einem Diaträger befestigten Klebestreifen stellte sich für das Mikroskopsystem als nicht mehr zweckmäßig heraus. Auch bei größtmöglicher Sorgfalt beim Aufbringen des Klebestreifens am Diaträger war ein „Durchhängen“ des Klebestreifens nie ganz vermeidbar. Dieses Durchhängen des Klebestreifens führte zu variablen Fokusebenen und damit zu teilweise unscharfen Mikroskopaufnahmen. Um dieses Problem zu umgehen, wurde das Granulat auf einem Glas-Objekträger aufgebracht. Dazu wurde eine Objekträgeraufnahme gefertigt, die Erstens das Fokussieren auf eine einzige Ebene und Zweitens verschüttungsfreies Einbringen des Granulats in den Mikroskopbereich ermöglichte.

Weiters wurde der Messbereich des Mikroskops um einen piezogetriebenen Kreuztisch⁸ (siehe Abbildung 7-1) erweitert. Mit einer minimalen Schrittweite von 0,3 μm und einem

⁸ Kreuztisch PI M-686.D64 mit PILine Piezomotorenantrieb, siehe Anhang C

Stellweg von 25 x 25 mm ermöglichte der Kreuztisch ein ausreichend präzises Verschieben der Probe im Strahlengang über die gesamte Fläche des Objektträgers.



Abbildung 7-1 Kreuztisch PI M-686.D64 1) Obere Platte (Y-Achse) 2) Untere Platte (X-Achse) 3) Grundkörper 4) Anschlusskabel (siehe Anhang C)

Da das verwendete Reichert-Jung Polyvar Met Mikroskopsystem nicht über die zur Transmissionsmessung notwendige Durchlichtquelle verfügte, wurde weiters eine Lichtquelle für die Durchlichtmikroskopie montiert. Um eine Ausleuchtung gleichmäßiger Intensität über den gesamten Probenbereich zu ermöglichen, wurde im ersten Schritt mit großflächigen OLEDs als Lichtquellen experimentiert. Diese stellten sich aber als zu leuchtschwach heraus. Es wurde daher als Lichtquelle auf leuchtstarke LED-Arrays vom Typ Sharp Mega Zenigata (20x24 mm Package Größe, siehe Anhang C) zurückgegriffen. Um für diese Lichtquelle eine möglichst gleichmäßige Ausleuchtung im Messbereich zu ermöglichen, wurde versucht mittels Milchglasplatte als Diffusor zwischen LED-Array und Objektträger den gleichmäßig ausgeleuchteten Bereich möglichst zu vergrößern. Hierzu wurde eine Halterung konstruiert, die drei Aufgaben erfüllen sollte: a) Montage der Lichtquelle am PI Kreuztisch unterhalb des Mikroskopobjektivs, b) Funktion als Heatspreader zur Aufnahme der Abwärme des LED-Arrays und c) Halterung für die Milchglas-Diffusorplatte (siehe Abbildung 7-2).

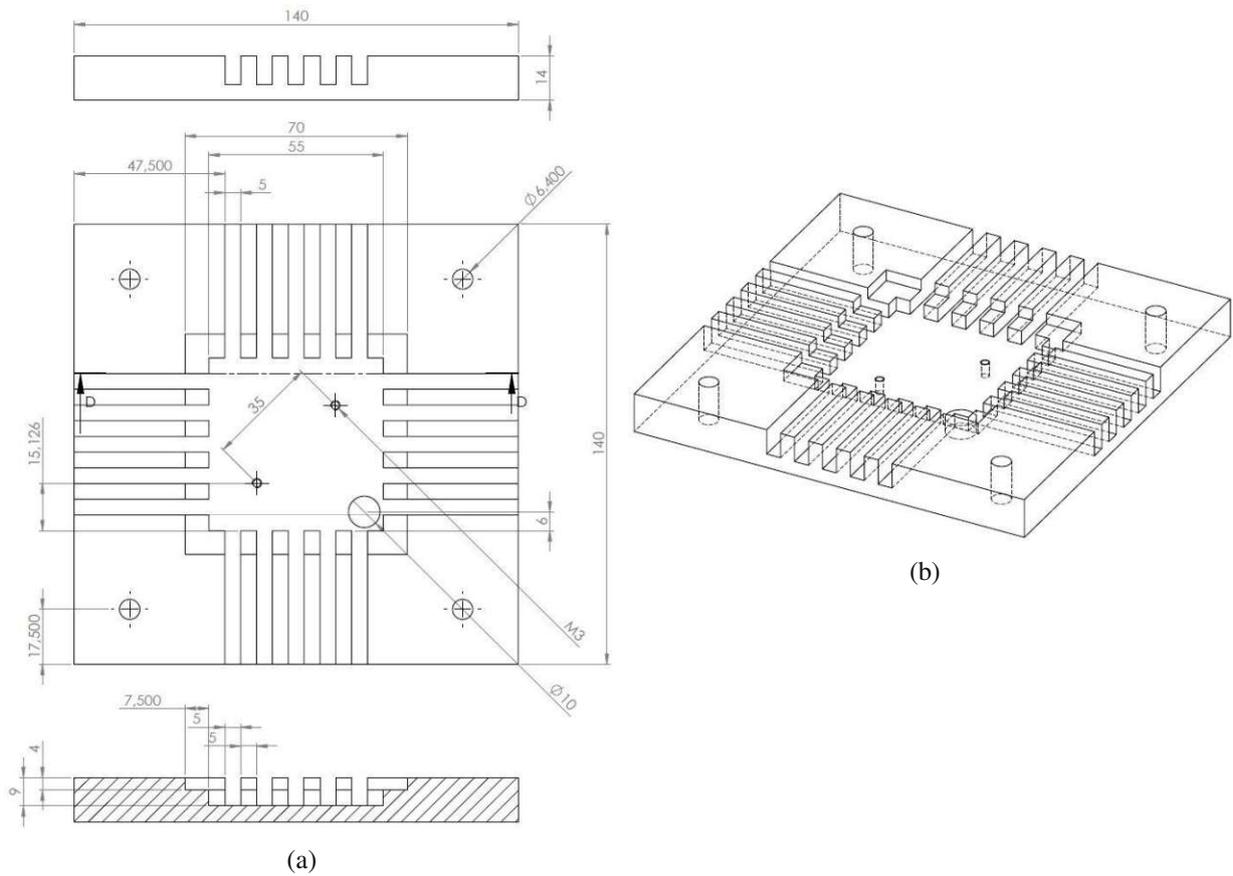


Abbildung 7-2 LED-Grundplatte a) Konstruktionszeichnung (Maße in mm) b) Schrägriss

Durch diese Halterung bildeten Lichtquelle und Probenaufgabe eine Einheit am Kreuztisch und konnten mit diesem im Messbereich verschoben werden (siehe Abbildung 7-3 und Abbildung 7-4).

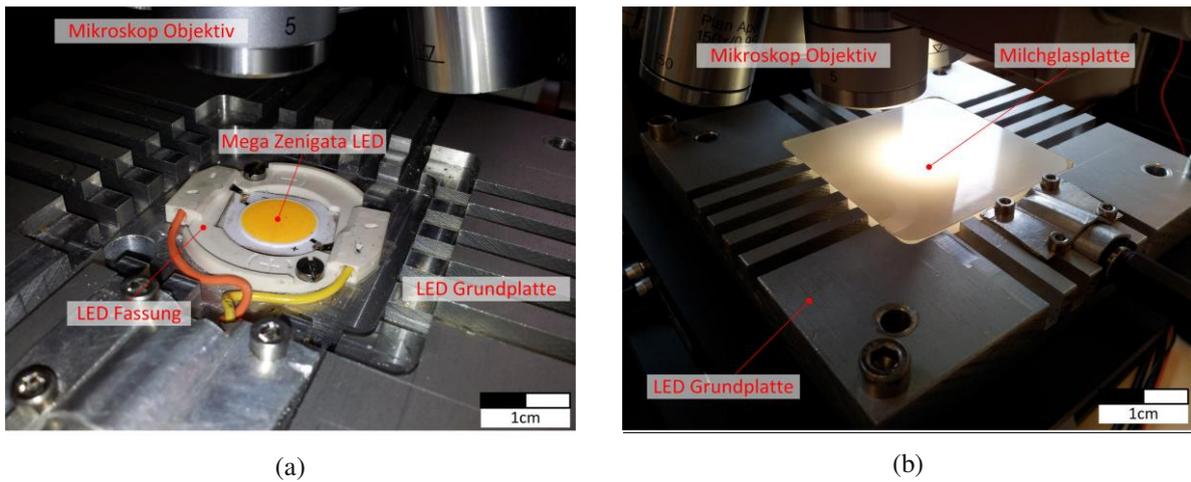


Abbildung 7-3 LED-Grundplatte a) mit Mega Zenigata LED ohne Glasplatte b) mit aufgesetzter Milchglasplatte und eingeschalteter Mega Zenigata LED

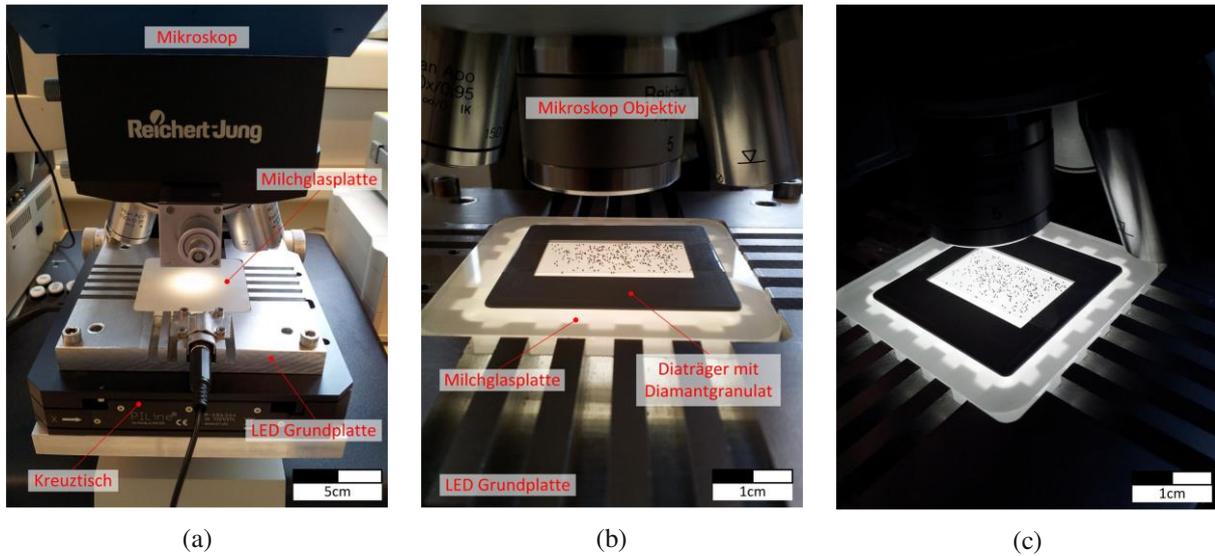


Abbildung 7-4 a) LED-Grundplatte montiert auf dem Reicht-Jung Polyvar b) modifiziertes Reicht-Jung Polyvar mit aufgelegtem Diaträger c) Messbereich des modifizierten Reicht-Jung Polyvar mit aufgelegtem Diaträger im Hochkontrast fotografiert

Es wurde bereits nach den ersten Probenaufnahmen und Messversuchen erkannt, dass oben beschriebenes Messsetup unzulänglich ist. In den in TFI implementierten Rechenmodellen zur Schichtdickenbestimmung wird von senkrecht auf die Probe einfallenden Lichtstrahlen ausgegangen. Durch die über dem LED-Array angebrachte Milchglasplatte wird an der der Probe zugewandten Fläche diffuse Strahlung erzeugt, d.h. je Flächenelement ist die Strahldichte in alle Raumrichtungen gleich. Es kann daher in keinem Fall mehr von auf die Probe senkrecht einfallendem Licht ausgegangen werden. Um das entwickelte Rechenmodell weiter anwenden zu können, musste daher der umgekehrte Weg in Richtung Parallelisierung der vom LED-Array emittierten Strahlung mittels Kollimator gegangen werden. Da diese Strahlparallelisierung zu einem stark inhomogen ausgeleuchteten Messbereich führten (siehe Abbildung 7-13), mussten in TFI starke Algorithmen zur Korrektur dieser ungleichmäßigen Ausleuchtung implementiert werden (siehe Abschnitt 3.2.1).

Als Kollimator wurde zum einen ein vereinfachtes Söller Kollimator [84], bestehende aus einem Al Zylinder mit einer Bohrung (\varnothing 2mm), und zum anderen eine Lochblende mit Bohrung (\varnothing 2mm) zur Strahlparallelisierung gefertigt (siehe Abbildung 7-5).

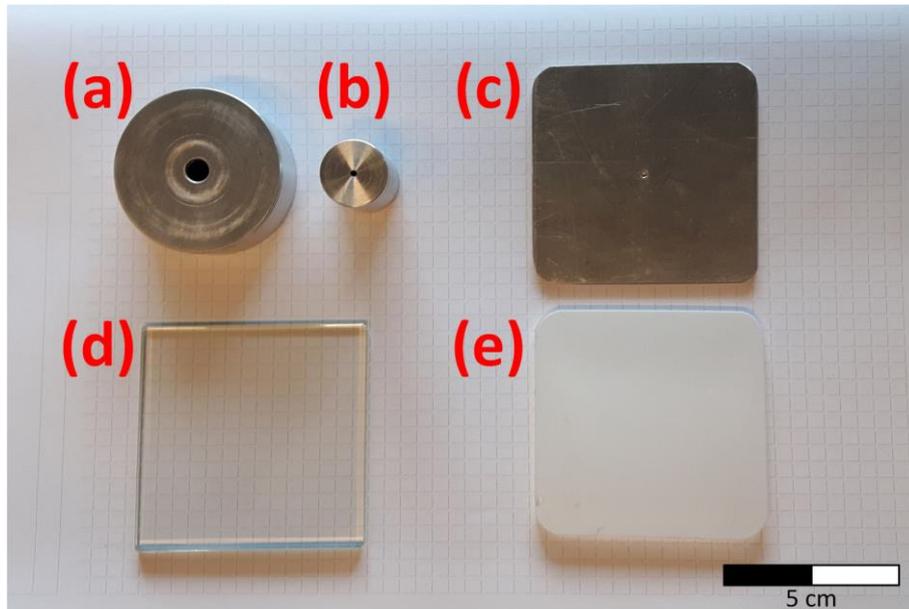


Abbildung 7-5 a) Hülse b) Kollimator-Zylinder, c) Lochblende d) Klarglasplatte e) Milchglasplatte für den LED-Aufsatz (Papierraster = 5mm)

Um den Kollimator im Strahlengang zwischen LED-Array und Probe unterbringen zu können, musste die LED-Grundplatte modifiziert werden.

Es wurde eine zweite LED-Grundplatte zur Montage direkt am Mikroskopisch gefertigt (siehe Abbildung 7-6 a). Auf diese neue Grundplatte wurde der PI Kreuztisch und auf diesem wiederum die Halterung für die Probenaufgabe montiert. Die Halterung der Probenaufgabe wurde gleich zur ersten LED-Montageplatte mit einer Aussparung für den Austausch der eigentlichen Probenaufgabe versehen. Als neue Probenaufgabe wurde eine Klarglasplatte verwendet.

Zur Einbringung des Kollimatorzylinders in den Strahlengang wurde zuerst eine Al-Hülse mit Bohrung (\varnothing 8mm) auf das LED-Array aufgesetzt (siehe Abbildung 7-6 b), auf welche der Kollimatorzylinder so gesetzt wurde, dass der parallelisierte Strahl möglichst mittig ins Objektiv fiel (siehe Abbildung 7-6 c). Sowohl Hülse als auch Kollimatorzylinder waren frei beweglich und konnten so jederzeit justiert werden. In dieser Montageweise war die Lichtquelle fix unterhalb des Kreuztisches montiert, während die Probe durch den Kreuztisch darüber hinweg bewegt werden konnte. Weiters wurden Hülsen- und Zylinderaußendurchmesser so gewählt, dass selbst bei Ausnützen des maximalen Verfahrweges des Kreuztisches Hülse und Zylinder vom Kreuztisch nicht berührt wurden. An der Oberseite des Kreuztisches wurde nun die Halterung für die verschiedenen Probenaufgaben

angebracht (siehe Abbildung 7-6 d), auf die der Probenhalter zu liegen kam (siehe Abbildung 7-7).

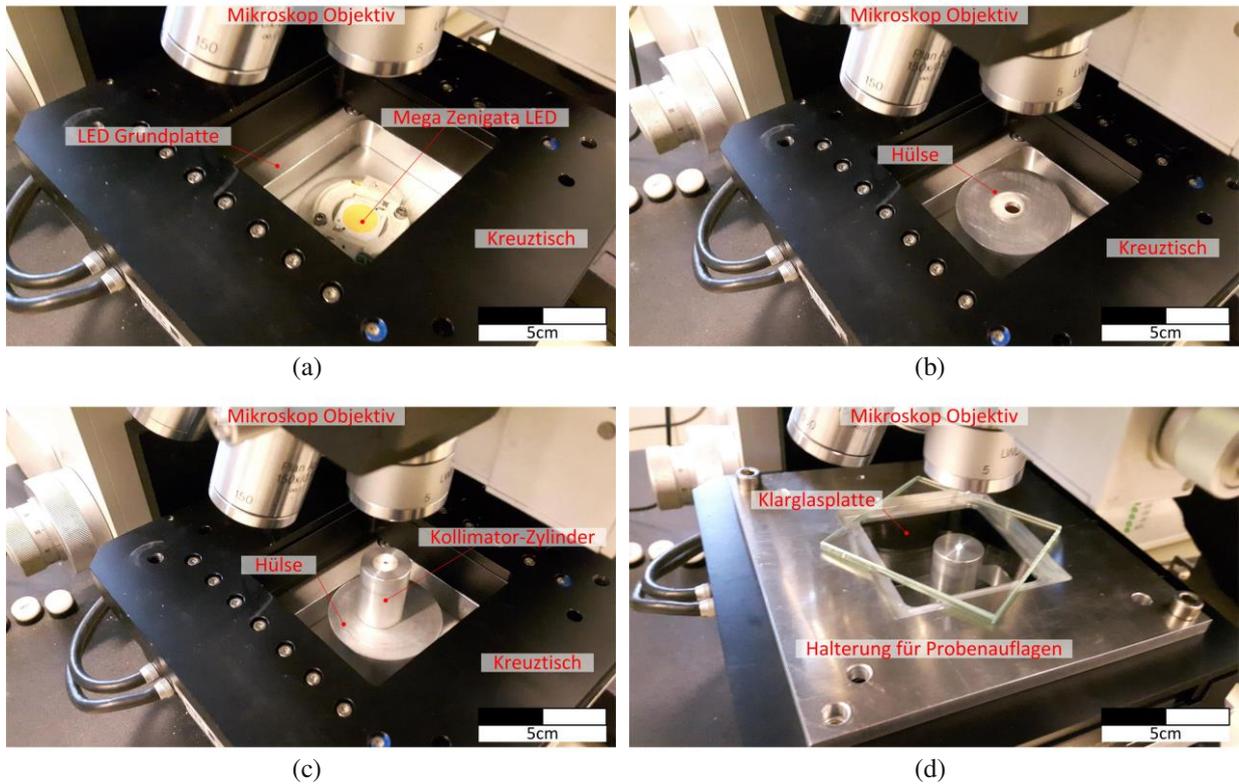


Abbildung 7-6 a) Montage des Kreuztisches auf der LED-Grundplatte b) Al-Hülse mit großer Bohrung (\varnothing 8mm) über dem LED-Array c) Kollimator-Zylinder mit feiner Bohrung (\varnothing 2mm) auf der Hülse d) Glasplatte in der Halterung über dem Kollimator-Zylinder und bei eingeschaltetem LED-Array (die Glasplatte ist um ca. 45° zur Halterung gedreht)

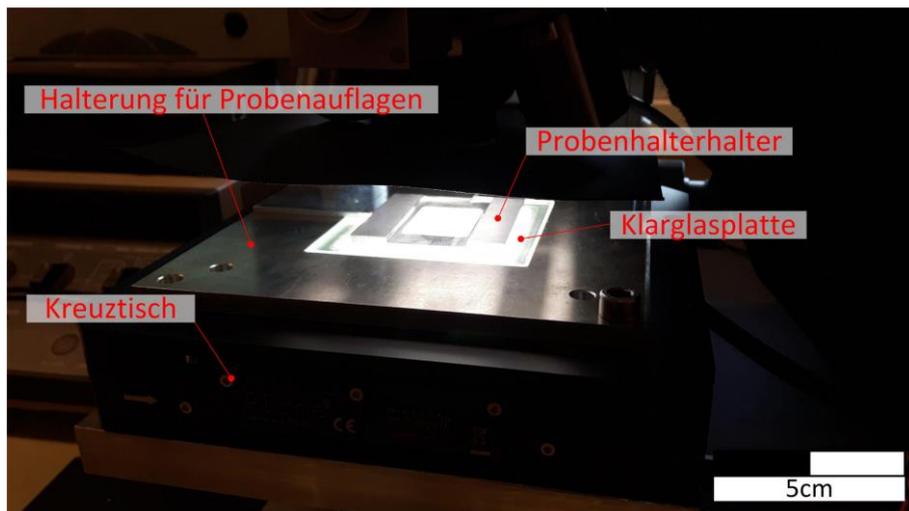


Abbildung 7-7 Kreuztisch mit eingelegter Glasplatte und Probenhalter

Zur weiteren Verringerung möglicher Streulichtquellen wurde zum einen die Objektivereinheit des Mikroskops mittels Fotokarton vom Messbereich abgeschirmt (siehe Abbildung 7-8), zum anderen das gesamte Mikroskop durch einen Überhang aus schwarzem Filz überdeckt (siehe Abbildung 7-9).

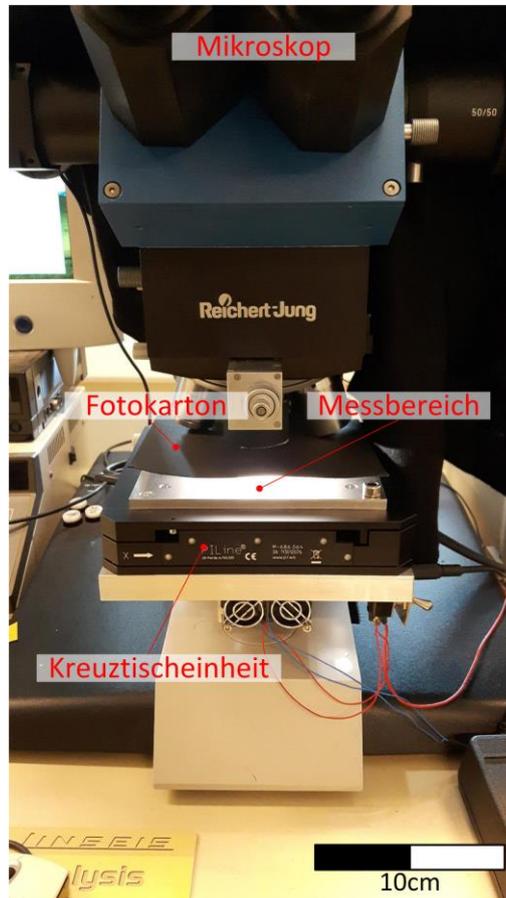


Abbildung 7-8 Abdeckung der Objektivereinheit durch schwarzen Fotokarton

Das Gesamtsystem aus Mikroskop, Kreuztisch, Treiberstufen und Modifikationen ist in Abbildung 7-9 dargestellt und das so gestaltete Setup diente als Basis für die weiteren Vermessungen.

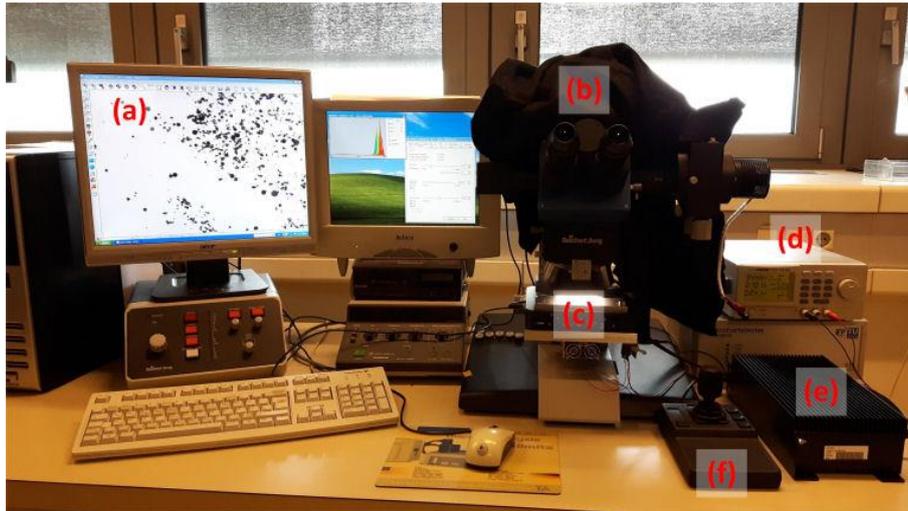


Abbildung 7-9 Gesamtmessaufbau am Reichert-Jung Polyvar a) Messrechner mit Kamerasoftware, b) Mikroskop mit Kamera und Streulichtabdeckung, c) Kreuztisch mit LED-Halterung und Probenaufgabe, d) Netzteil für das LED-Array, e) Treiberstufe für den Kreuztisch, f) Kreuztischsteuerung

7.3 Überprüfung der Messmethode an Mikroglashohlkugeln

Wie in Abschnitt 6 erwähnt, war ein in der Arbeitsgruppe Dünne Schichten der TU Wien häufig verwendetes Granulatsubstrat Mikroglashohlkugeln (Hollow Glass Microspheres, HGMs) vom Typ S38 der Firma 3M. HGMs sind meist aus Borsilikat- oder Kalknatrongläsern hergestellte Hohlkugeln mit Durchmessern von einigen Mikrometern und Wandstärken im Bereich von etwa einem Mikrometer. HGMs kommen in verschiedenen industriellen Anwendungen zum Einsatz, wie z.B. [85]:

- Zusatz in Außenwandfarbe zum Reflektieren von Infrarotstrahlung
- Füllmaterial in der Kunststoffherstellung zur Gewichtsreduktion
- Schwimmkörper bei der Verlegung von Hochsee-Erdölpipelines
- Isolierung von Pipelines
- Zusatzstoffe in Klebstoffen und Silikon

Ein weiterer Anwendungsbereich für HGMs findet sich in der Speicherung von Wasserstoff [86]. Hierzu werden HGMs erhitzt und mit Wasserstoff mit 70 MPa bedrückt. Nach Sättigung der HGMs mit Wasserstoff, werden die HGMs abgekühlt, der Wasserstoffdruck aber aufrechterhalten. Bei Erreichen von Raumtemperatur kann der Wasserstoffdruck reduziert werden und die HGMs bleiben mit Wasserstoff beladen. [87]. Der eingeschlossene Wasserstoff kann so ohne größere Sicherheitsvorkehrungen aufbewahrt werden. Um den

Wasserstoff wieder freizusetzen, müssen die HGMs auf 250 °C erhitzt werden. Die dazu notwendige Wärme kann durch die Hydrolyse von Natriumbohrhydrid freigesetzt werden. Der dazu notwendige Katalysator muss auf den HGMs aufgebracht werden, wozu die in Abschnitt 4.1.3 beschriebenen, in der Arbeitsgruppe Dünne Schichten entwickelten Sputteranlagen, zum Einsatz kommen.

Die im Weiteren verwendeten Mikroglasskugeln S38 haben einen ungefähren Durchmesser von 18-60 µm bei einer Wandstärke von etwa 0,8 - 1,2 µm. Sie bestehen aus Borsilikatglas und sind im unbeschichteten Zustand von einem Anti-Caking-Agent aus Kieselsäure bedeckt. Die typische Zusammensetzung von Borsilikatgläsern kann aus Tabelle 7-1 entnommen werden.

Element	Gewichts%
SiO ₂	81
B ₂ O ₃	13
Na ₂ O + K ₂ O	4
Al ₂ O ₃	3

Tabelle 7-1 Mengenverhältnisse in der chemischen Zusammensetzung von typischem Borsilikatglas [88]

7.3.1 Morphologie und Modellbildung

In Abbildung 7-10 ist das Modell eines beschichteten Hohlsubstrats (in Kugelform) am Trägersubstrat dargestellt.

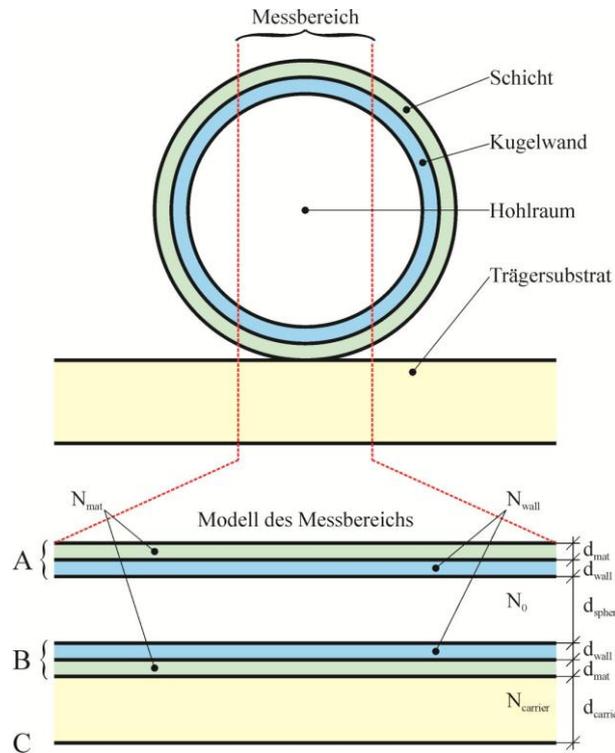


Abbildung 7-10 Schematische Darstellung des Berechnungsmodells für Hohlsubstrate

Zu beachten ist die nicht maßstabsgetreue Darstellung des Kugelsubstrates für HGMs. Mikrogaskugeln haben eine ungefähre Größe von $60 \mu\text{m}$ bei einer Wandstärke von etwa $0,8 - 1,2 \mu\text{m}$. Die Schichtdicke für optische Schichtdickenbestimmung geeigneter, metallischer Schichten liegt nochmals mindestens eine Größenordnung unterhalb der Wandstärke bei etwa 50 nm . Demzufolge wäre für eine maßstabsgetreue Darstellung in der Skizze bei Beibehaltung des Kugeldurchmessers die tatsächliche Wandstärke etwa so dick wie eine Umrisslinie, die sich darauf befindende Schicht nochmals ein Zehntel dünner.

Im Schichtdickenmodell wird für die Berechnung nur ein kleiner Bereich um die vertikale Achse des Kugelsubstrates herangezogen. Dieser zentrale Bereich wird in Form von planparallelen Platten genähert. Die Krümmung der Kugel wird nicht berücksichtigt. Diese Krümmung verursacht bei senkrechtem Lichteinfall und wachsendem radialem Abstand von der Kugelachse a) einen Anstieg der effektiven Schicht- und Substratdicke, b) ein schiefwinkeliges Auftreffen der Lichtstrahlen auf die Tangentialfläche an die Kugel und c)

das Auftreten einer neuen Zwischenschicht, verursacht durch das Abheben der Kugeloberfläche vom Substrat. Diese Effekte werden nicht mitberücksichtigt, da das Modell der planparallelen Platten, wie es beim Diamantgranulat zum Einsatz kommt (siehe 3.1.1), weiterverwendet und erweitert wird. Dieses Modell wird mit konstanten Substratparametern zur Schichtdickenberechnung auf die Helligkeit einzelner Pixel angewendet. Für Kugelsubstrate wäre dies nicht mehr zulässig, da für Pixel in unterschiedlichen radialen Abständen unterschiedliche Substratparameter angewendet werden müssten. Es ist daher wichtig, dass vor einer Schichtdickenbestimmung am Kugelsubstrat die Randbereiche der Kugel entfernt werden (siehe 2.5.1.3). Die Größe des Bereichs um die vertikale Achse, bis zu dem erodiert werden muss, lässt sich mit den Strahlengängen des transmittierten Lichtes durch die Kugelschalen herleiten (siehe Abbildung 7-11 und Abbildung 7-12).

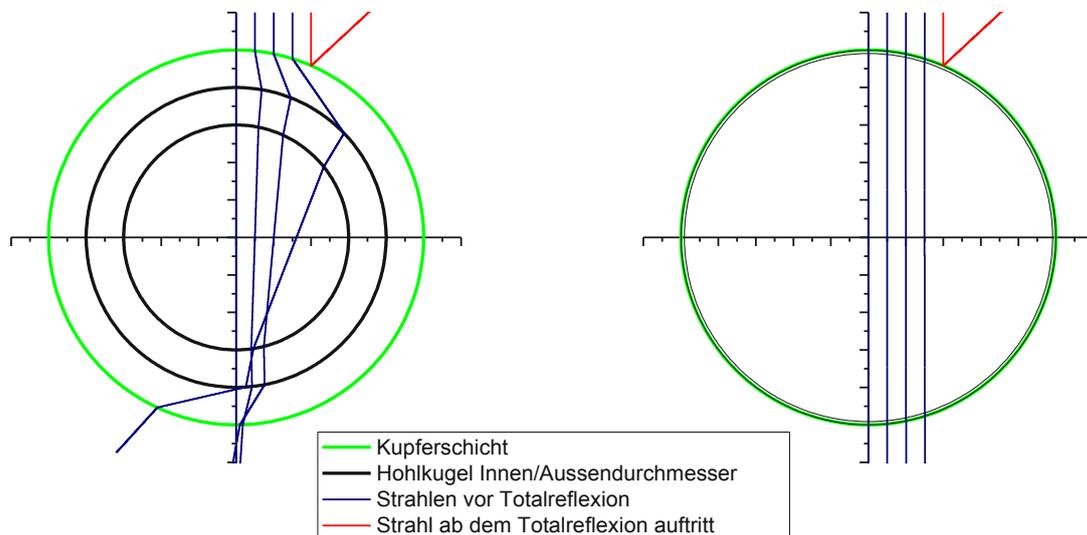


Abbildung 7-11 Simulierter Strahlengang durch ein Cu-beschichtetes Hohlkugelsubstrat aus SiO₂ bei einer Wellenlänge von 604nm. (links) illustrative Abmessungen (rechts) realistische Abmessungen von HGMs

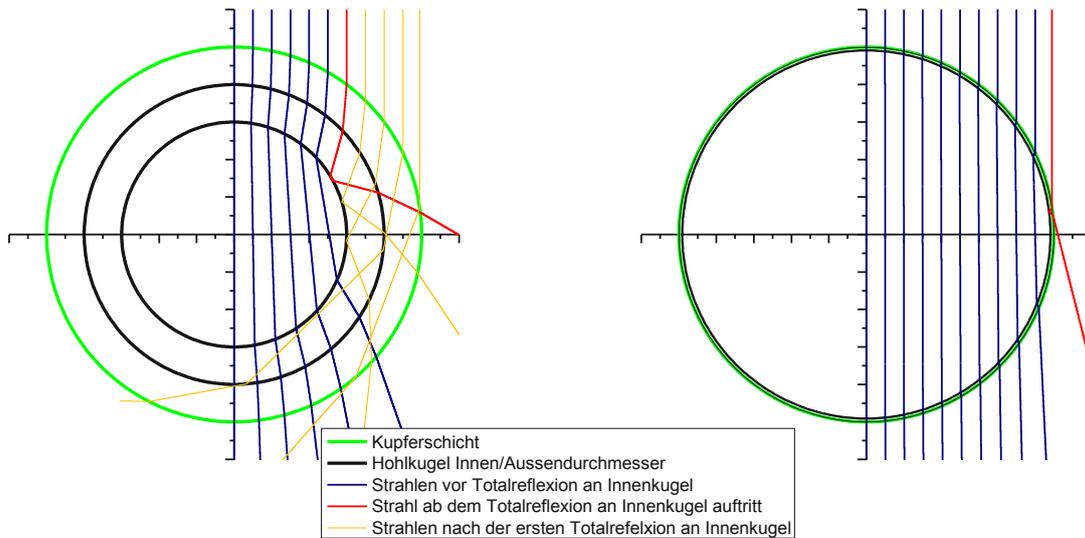


Abbildung 7-12 Simulierter Strahlengang durch ein Cu-beschichtetes Hohlkugelsubstrat aus SiO₂ bei einer Wellenlänge von 504nm. (links) illustrative Abmessungen (rechts) realistische Abmessungen von HGMs

In Abbildung 7-11 und Abbildung 7-12 sind die Strahlengänge durch Cu-beschichtete Hohlkugelsubstrate bei senkrechtem Lichteinfall (senkrecht zur x Achse) dargestellt. Zur Veranschaulichung des Strahlengangs sind neben die Darstellungen mit realistischen Abmessungen von HGMs (rechts) auch Simulationen mit unrealistisch großen Schichtdicken und Wandstärken gestellt (links). Die dargestellten Strahlengänge sind für die Wellenlängen $\lambda_R = 604\text{nm}$ und $\lambda_B = 504\text{ nm}$ berechnet, welches den Messwellenlängen des Rot- und Blau-Kanals der CMOS-Kamera am Mikroskop entspricht.

Für realistische Abmessungen ist der Anstieg der effektiven Wegstrecke durch das Kugelsubstrat mit steigendem radialem Abstand gering. Ebenso bleibt die Parallelität der Austrittsstrahlen nahezu erhalten. Eine scharfe Grenze stellt jedoch die Totalreflexion des einfallenden Strahls an der Cu-Schicht dar. Totalreflexion kann nur dann auftreten, wenn das Eintrittsmedium optisch dünner als das Austrittsmedium ist. Als Grenzwinkel für die Totalreflexion wird jener Einfallswinkel (gemessen zum Lot) definiert, bei dem die ausfallende Welle parallel zur Grenzfläche, d.h. mit einem Austrittswinkel von $\pi/2$ gebrochen werden würde.

Bei Anwendung dieser Definition auf das Snelliussche Brechungsgesetz (siehe Gleichung (3-16)) ergibt sich der Grenzwinkel der Totalreflexion zu

$$\vartheta_{Total} = \arcsin\left(\frac{n_1}{n_0}\right). \quad (7-1)$$

Dieser Winkel ist unabhängig von der Schichtdicke und der Wandstärke des Hohlkugelsubstrates und ist rein abhängig vom radialen Abstand zur Kugelachse (bei parallelem Lichteinfall), von der Messwellenlänge und vom Brechungsindex des Schichtmaterials bei dieser Wellenlänge. Damit gilt: Je kleiner n_1 ist, umso kleiner ist ϑ_{Total} und damit auch der radiale Abstand bei dem Totalreflexion auftritt. So kann der radiale Abstand der Totalreflexion als Grenze für die Anwendung des Modells bei jener Messwellenlänge mit dem niedrigsten Brechungsindex für das jeweilige Schichtmaterial herangezogen werden. Über den Zusammenhang

$$\vartheta_{incident} = \arcsin\left(\frac{\rho}{r}\right) \quad (7-2)$$

mit $\vartheta_{incident}$ als Einfallswinkel des Lichtstrahls zum Lot auf die Kugeloberfläche und ρ als Abstand zur vertikalen Kugelachse bei Projektion in Achsenrichtung lässt sich die Gleichung

$$\rho = r \cdot \frac{n_1}{n_0} \quad (7-3)$$

für den Maximalradius des im Probenbild zur Auswertung geeigneten Bereiches aufstellen.

Wie aus Abbildung 7-10 ersichtlich ist, wird dieses Modellsystem in drei Grenzflächen A, B und C zerteilt. Die Grenzflächen A und B sind dabei keine einfachen Interfaces. Die Kohärenzlänge der zeitlichen Kohärenz des LED-Arrays beträgt $\sim 10-20 \mu\text{m}$ [54], [55], d.h. Kugelwand und Schicht können als optisch dünn betrachtet und zu den Doppelschichten A und B zusammengefasst werden. Transmission und Reflexion dieser Doppelschicht werden über Amplitudenaddition berechnet (siehe Abschnitt 3.1.1.4).

Der Abstand zwischen den Grenzflächen A, B und C selbst ist so groß ($50 \mu\text{m}$ bis zu 1mm), dass er weit über der Kohärenzlänge des durch das LED-Array erzeugten Lichtes liegt. Daher kommt es zwischen den Grenzflächen A, B und C zu keinen Interferenzerscheinungen und die Lichttransmission kann durch Betrachtung der Intensitäten berechnet werden. Hierfür müssen

die Transmissionen T_i und Reflexionen R_i der Grenzflächen A, B und C sowohl in Vorwärts- als auch in Rückwärtsrichtung (aufgrund möglicher Mehrfachstreuung) berechnet werden.

Die Grenzfläche C ist eine einfache Oberfläche zwischen Trägersubstrat und Luft. T und R kann daher einfach aus den Fresnel Gleichungen [7, S. 23] berechnet werden.

7.3.2 Beschreibung des Messprozesses am Mikroskop

Zur Vermessung von Granulaten am Mikroskop wird als erster Schritt die Leuchtstärke des LED-Arrays eingestellt. Hierbei sind zwei Dinge wesentlich.

1. Muss die Belichtungszeit der Mikroskopkamera und die Leuchtstärke der LED so aufeinander abgestimmt werden, dass bei freiem Strahlengang (keine Probe vor dem Objektiv) keiner der drei Farbkanäle in Sättigung ist. Ist einer der Farbkanäle im Graustufenbild bereits in Sättigung, kann eine 2-Punkt Kalibration nur mehr schwer durchgeführt werden und die daraus errechneten Transmissionswerte sind verfälscht.

2. Die Helligkeit des LED-Arrays variiert mit der Zeit und muss gegebenenfalls nachjustiert werden. Vor allem zu Beginn ist eine „Aufwärmphase“ der Lichtquelle zu beachten in der die Helligkeit der LED noch zunimmt und die Sättigung in der Kanalhelligkeit der Probenbilder erreicht werden könnte. In diesem Fall sind die Kalibrationsbilder ebenfalls neu aufzunehmen. D.h. es ist notwendig den thermischen Ausgleich des LED-Arrays abzuwarten.

Nach Abstimmen der LED-Helligkeit auf die Belichtungszeit wird das Kalibrationsbild (siehe Abschnitt 3.2.1.1) aufgenommen. Dieses Bild dient zur Korrektur der lateral ungleichmäßigen Ausleuchtung des Probenraums. Durch diese Korrektur ist eine einmalige 2 Punkt-Kalibration für den gesamten Probenraum ausreichend. Weiters ist damit der Konfigurationsaufwand für die Objekterkennung durch einmaliges Einstellen des Schwellwertes (siehe Abschnitt 2.5.1.3) stark reduzierbar. Die Korrektur mittels Kalibrationsbild stellt die einfachste Art der Ausleuchtungskorrektur dar (siehe Abbildung 7-13 und Abbildung 7-14). Die Auswirkung der Ausleuchtungskorrektur ist in den Linescans deutlich zu sehen.

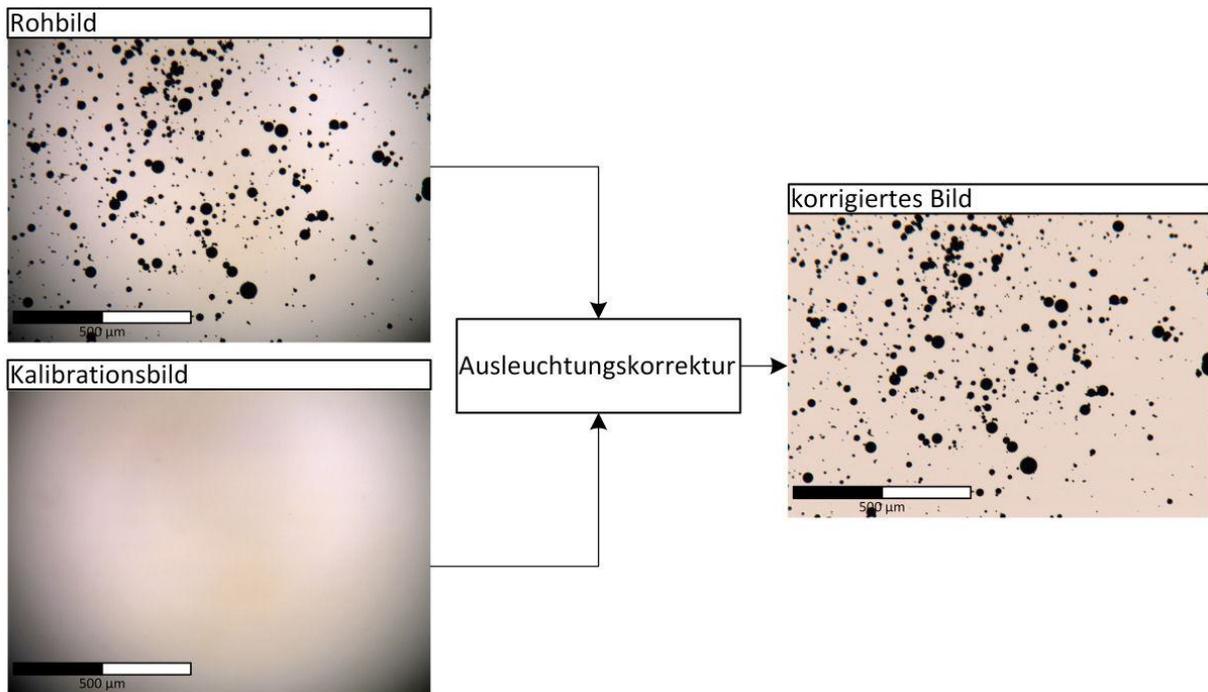


Abbildung 7-13 Ausleuchtungskorrektur mittels Kalibrationsbild am Beispiel einer Kugelprobe dargestellt

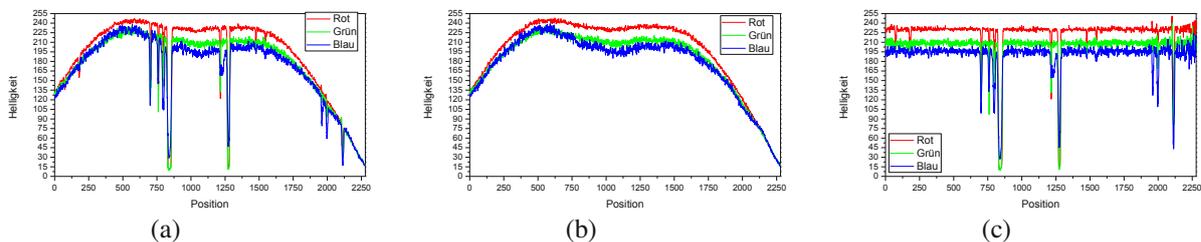


Abbildung 7-14 Linescans der in Abbildung 7-13 dargestellten Probenbilder a) unkorrigiertes Probenbild b) Kalibrationsbild c) korrigiertes Probenbild

In TFI wurde ebenfalls die Möglichkeit zur Korrektur mittels Bias-, Dark- und Flatframe implementiert (siehe 3.2.1.2). Diese Art der Korrektur ist zwar exakter und korrigiert Fehler, die mittels einfachem Korrekturbild nicht entfernt werden können (z.B. Korrektur toter Pixel im Sensor-Array), sie stellt aber einen Mehraufwand dar und benötigt die Kenntnis der Belichtungszeiten jedes einzelnen Bildes. Die Ausleuchtungskorrektur mittels Kalibrationsbild stellte sich im Weiteren als ausreichend heraus und wurde für nachfolgende Messungen verwendet.

Im nächsten Schritt wird das Probengranulat auf einen Objektträger in der Halterung gestreut, in den Strahlengang gebracht und die Messbilder aufgenommen. Hierbei wird mittels

Kreuztischsteuerung die Probe im Strahlengang verschoben, und es werden solange Einzelbilder aufgenommen, bis eine ausreichende Partikelzahl in den Bildern zur Charakterisierung der Probe gegeben ist. Zu beachten ist, dass ein Bild mit dem Probenhalter oder einem anderen Objekt mit $T=0$ im Strahlengang aufgenommen werden sollte, um eine Dunkelreferenz für die 2 Punkt Kalibration zur Verfügung zu haben.

7.3.3 Beschreibung des Messprozesses in TFI

Nachdem die Aufnahmen am Mikroskop abgeschlossen sind, werden die Bilder mittels TFI geladen. Die genaue Prozedur ist dem Handbuch (siehe Anhang D) zu entnehmen. Nach Laden des ersten Messbildes und Laden des Kalibrationsbildes ist es möglich, alle weiteren Messbilder als Batch zu laden. Alle Bilder werden dabei bereits mittels Kalibrationsbild korrigiert und zu einem einzigen, großen Auswertebild zusammengefügt.

Als nächster Schritt werden die Messwellenlängen für das verwendete Kamerasystem eingestellt und die 2 Punkt Kalibration mittels Hell- (Glas im Strahlengang) und Dunkelbereichen ($T=0$ durch Probenhalter im Strahlengang) durchgeführt.

Darauf schließt sich der bereits bekannte Prozess der Kantendetektion, Objekterkennung, morphologischen Filterung und Reduktion auf die Objektinnenbereiche an.

Nach Auswahl von Modell, Substrat- und Schichtmaterial können die Schichtdicken berechnet und die Resultate ausgegeben und zur Analyse durch nachfolgende Tools gespeichert werden.

7.3.4 Vergleich der Messergebnisse von Messungen mit und ohne Kollimator

Oben beschriebenes Verfahren wurde an mit Cu-beschichteten HGMs angewendet. Die beschichteten HGM-Cu-Proben wurden von Andreas Eder im Zuge seiner Dissertation [89] mit dem in Abschnitt 4.1.3.3 beschriebenen Verfahren hergestellt und dankenswerter Weise zur Vermessung mittels TFI zur Verfügung gestellt. Die zur Verfügung gestellten Proben variierten nur Hinsicht ihrer Beschichtungszeit, waren sonst in jeglicher Hinsicht (Substratmaterial, Substratmenge, Morphologie, Beschichtungsprozess, Sputterleistung, Arbeitsgas Schalenkipwinkel) identisch. Die Beschichtungszeiten variierten zwischen 1,5-13,5h (siehe Anhang B).

An der Probe mit der höchsten zu erwartenden Schichtdicke (Beschichtungszeit 13,5h) wurden die Auswirkungen der verschiedenen Probenauflagen (Milchglas, Klarglas, Kollimator, Lochblende) überprüft. Ein Vergleich der Strahlengänge für die verschiedenen Probenauflagen ist in Abbildung 7-15 dargestellt und zeigt die hohe Wirksamkeit der Strahlparallelisierung für Kollimator und Lochblende.

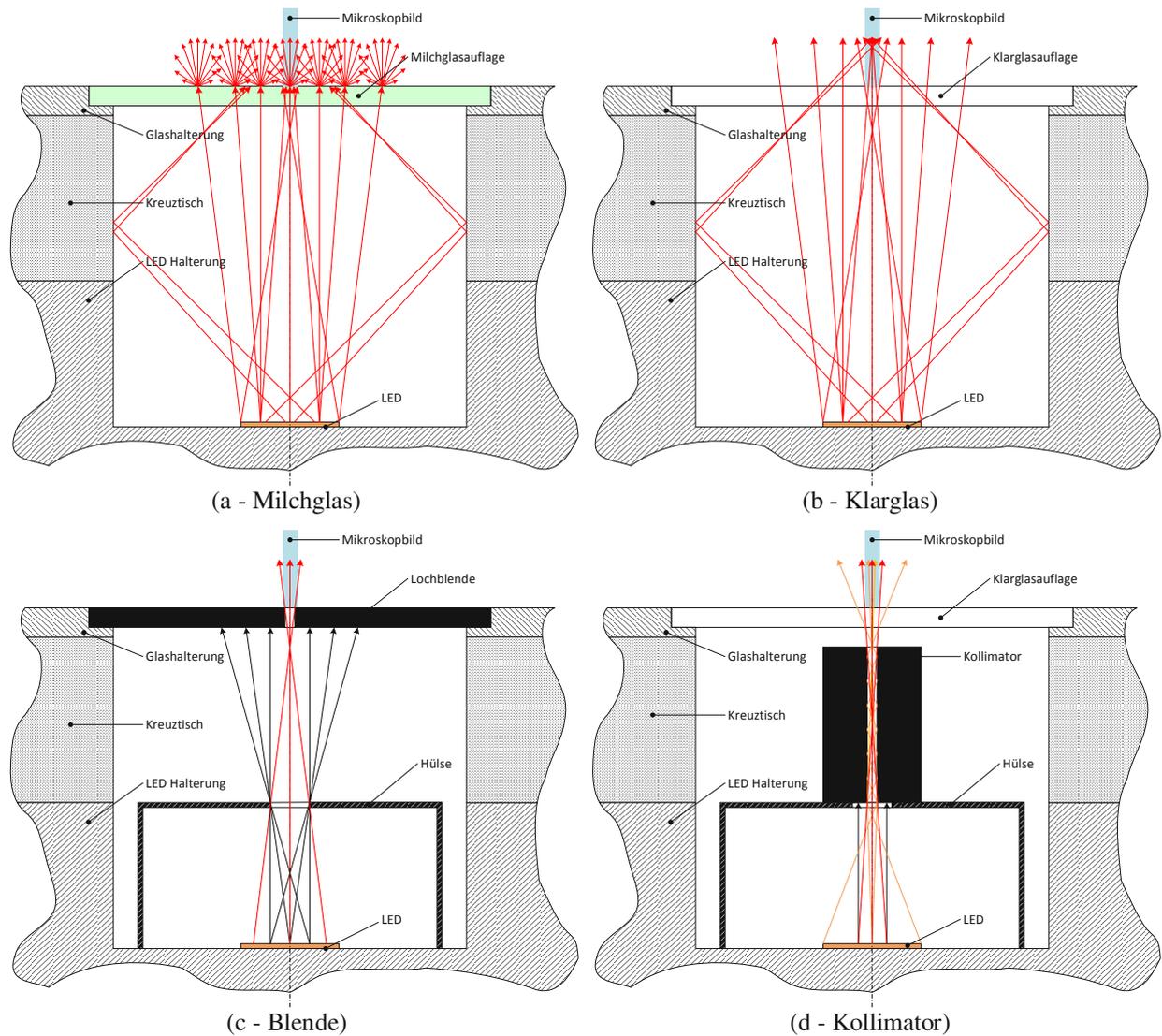


Abbildung 7-15 Gegenüberstellung des Strahlengangs von LED zur Probe für die Probenauflagen a) Milchglas b) Klarglas c) Lochblende d) Kollimator

Die durch die einzelnen Probenauflagen generierten Bilder unterschieden sich qualitativ stark (siehe Abbildung 7-16).

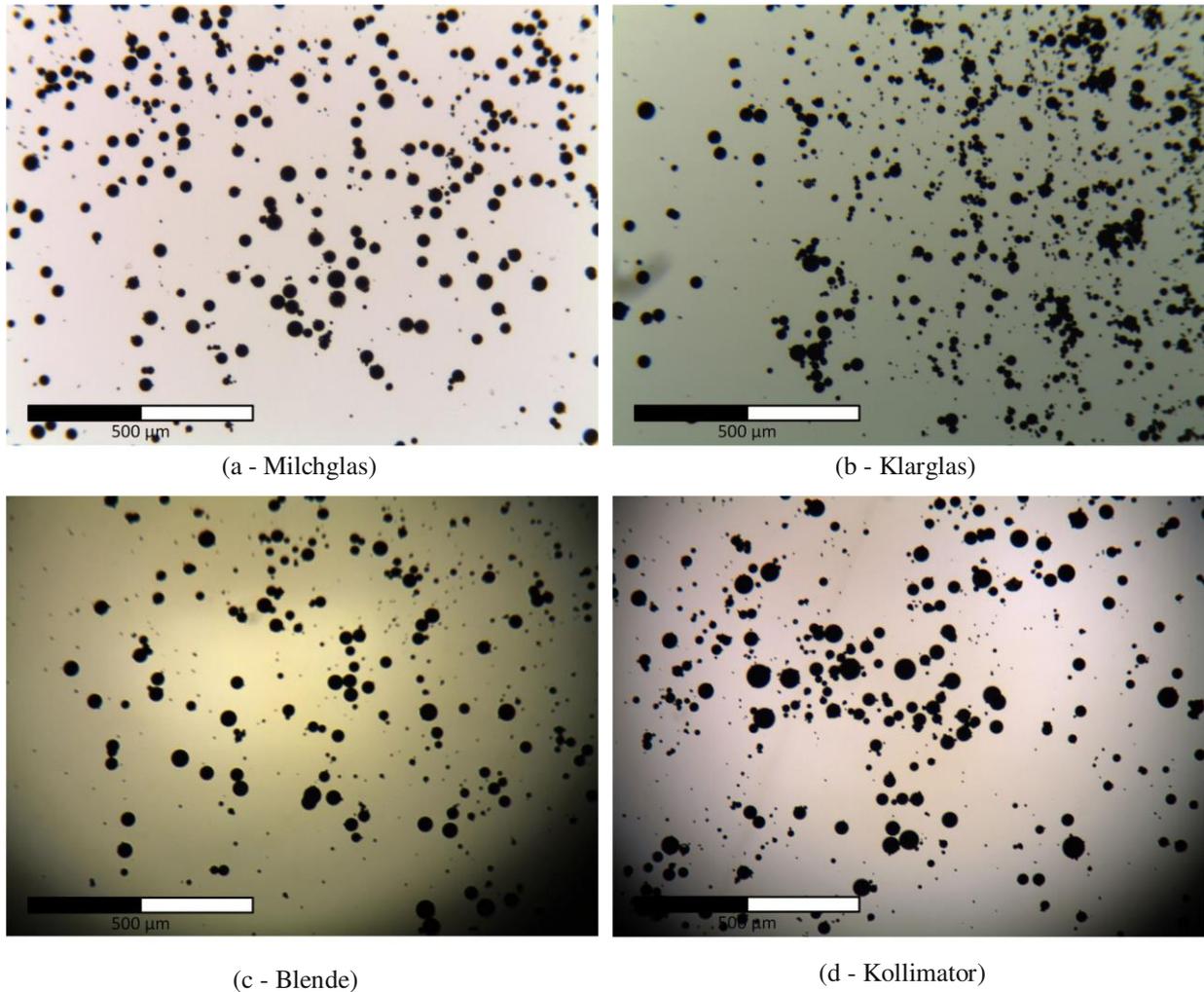
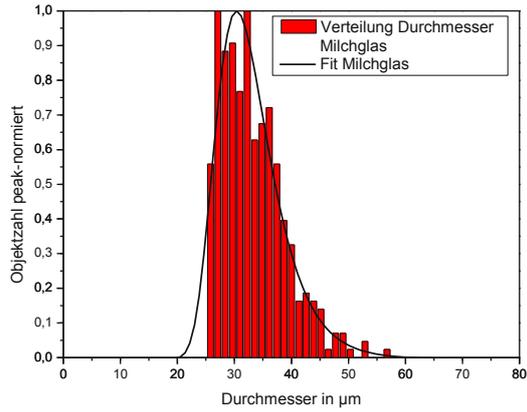


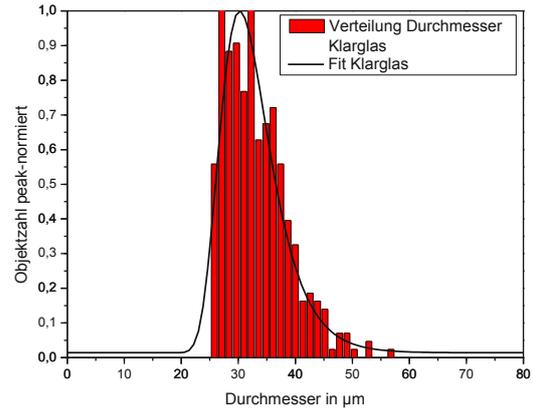
Abbildung 7-16 Übersicht von Probenbildern von Cu-beschichteten HGMs aufgenommen mit unterschiedlichen Probenauflagen a) Milchglas b) Klarglas c) Lochblende d) Kollimator

Die farblichen Unterschiede der in Abbildung 7-16 dargestellten Probenbilder entstehen durch Variation des Gains (Verstärkung) der Farbkanäle der Mikroskop-Kamera. Sie sind nicht ursächlich durch die jeweilige Probenaufgabe bedingt und sind durch die 2-Punkt Kalibration berücksichtigt und verfälschen die Messergebnisse nicht.

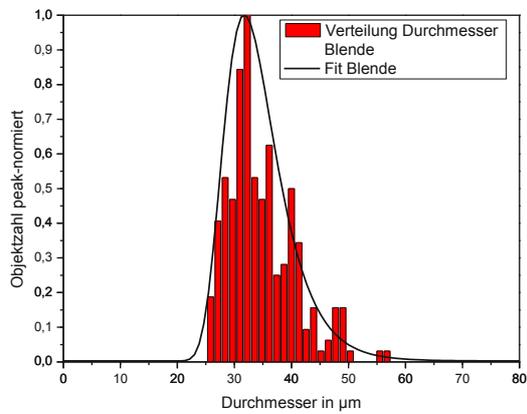
Als erstes wurde überprüft, ob die Probenaufgabe Einfluss auf die Objekterkennung hat. Die Verteilungen der Objektradien bei gleicher Wahl der morphologischen Filterkriterien (Radius = [20,120] Pixel, Rundheit = [0,35]%) unterschieden sich minimal (siehe Abbildung 7-17 und Abbildung 7-18). Nach erfolgter Ausleuchtungskorrektur hat damit die Wahl der Probenaufgabe keinen Einfluss auf die Objekterkennung.



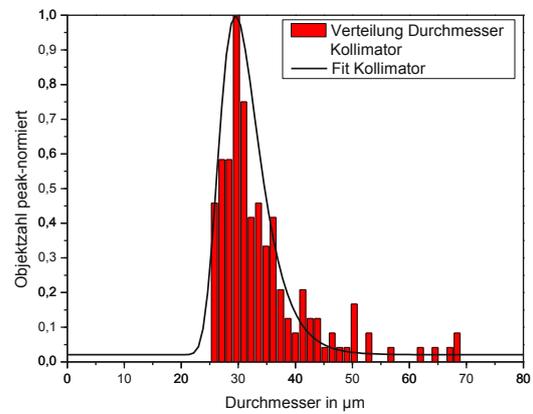
(a - Milchglas)



(b - Klarglas)

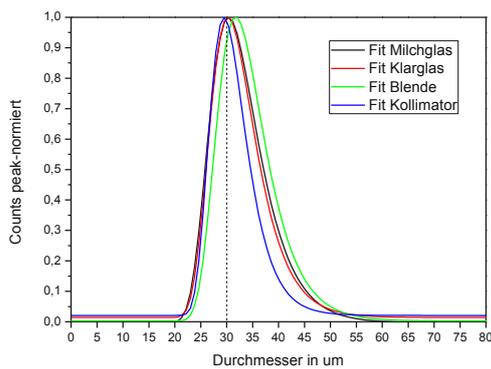


(c - Blende)

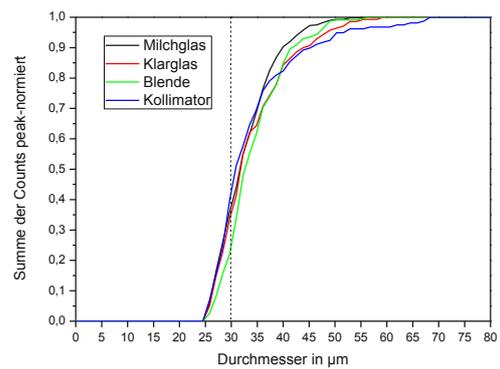


(d - Kollimator)

Abbildung 7-17 Verteilung der Objektdurchmesser nach der morphologischen Filterung a) Milchglas b) Klarglas c) Blende d) Kollimator



(a)



(b)

Abbildung 7-18 a) Fits an die Verteilungen der Objektdurchmesser; der häufigste Durchmesser aller Proben liegt bei ca. 30 µm. b) Summen der Verteilung der Objektdurchmesser

Anschließend wurde die Schichtdickenberechnung an den Granulaten nach bekanntem Rezept mittels TFI durchgeführt. In Abbildung 7-19 sind die Schichtdickenverteilungen für die einzelnen Probenauflagen dargestellt.

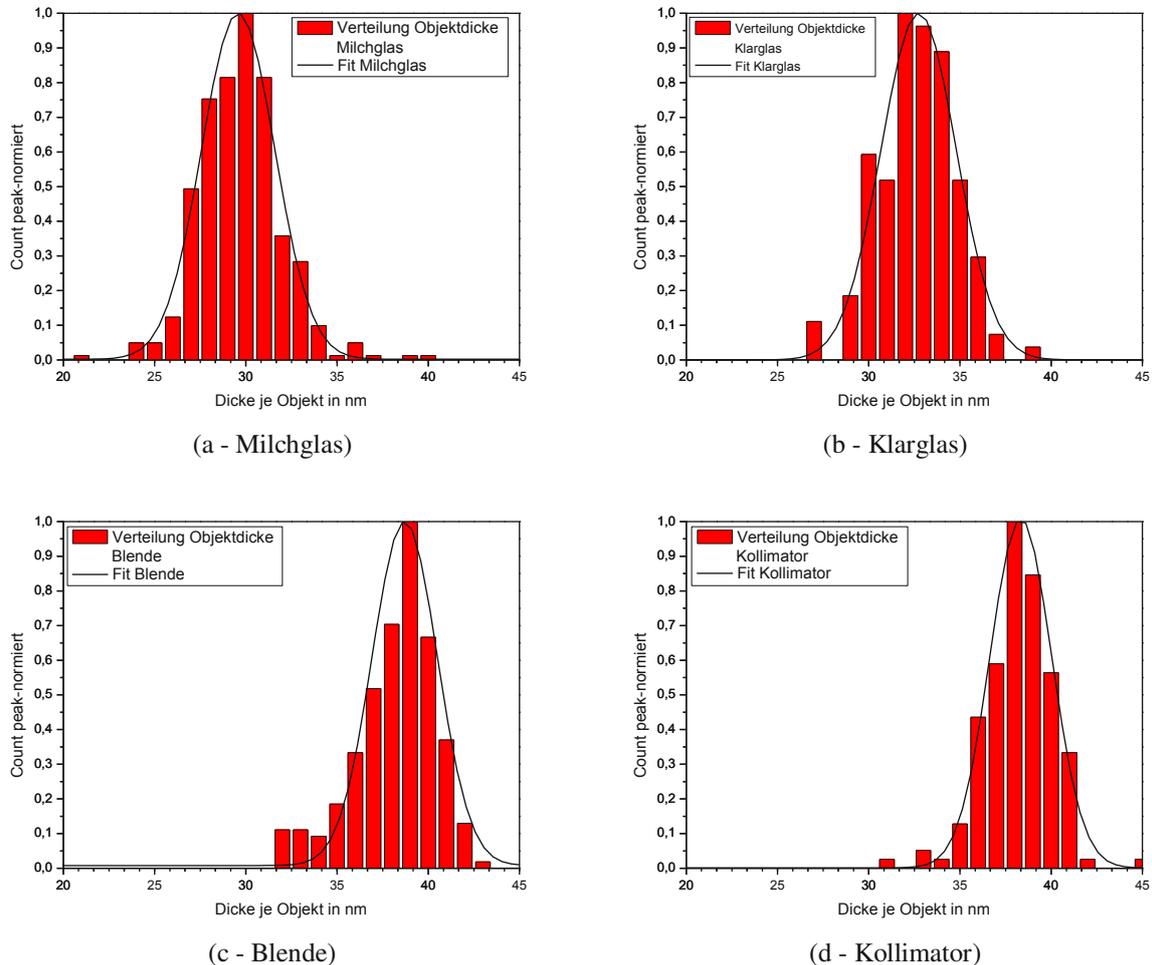
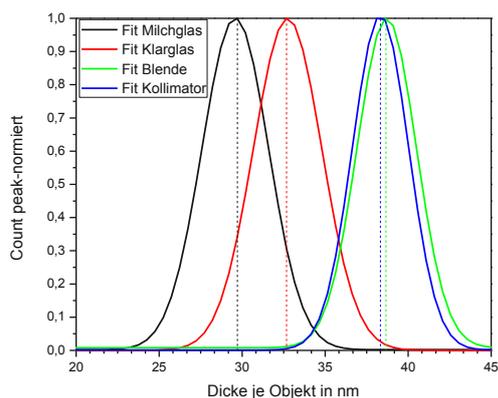
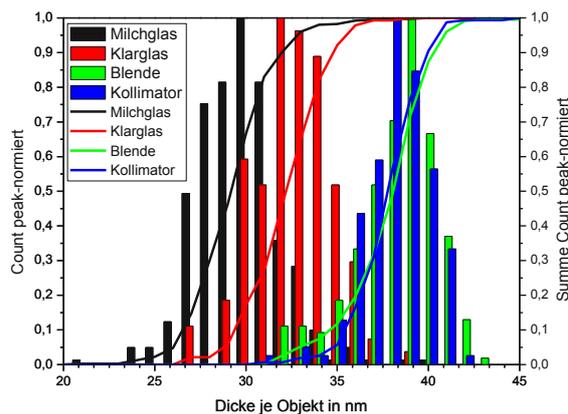


Abbildung 7-19 Verteilungen der Schichtdicken je Objekt a) Milchglas b) Klarglas c) Blende d) Kollimator

Es ist eine deutliche Verschiebung der Verteilungen zu höheren Schichtdicken für die Kollimator und Blendenproben zu sehen, während Milchglas und Klarglas (wenn auch etwas besser als Milchglas) deutlich geringere Schichtdicken zeigen. Dieses Ergebnis lässt sich durch direktes Gegenüberstellen der Verteilungen und deren Summen noch verdeutlichen (siehe Abbildung 7-20)



(a)



(b)

Abbildung 7-20 a) Fits an die Verteilungen der Schichtdicken je Objekt b) Verteilung der Schichtdicken je Objekt

Weiters zeigen Kollimator- und Blendenproben sehr ähnliche Verteilungen und sind in den daraus resultierenden Schichtdicken gleichwertig. Die reale Schichtdicke der HGM-Cu-Proben war durch alternative Messmethoden bekannt (siehe Abschnitt 7.3.6), wodurch die Messergebnisse mit Kollimator bzw. Lochblende als realistisch zu sehen sind. Es ist daher notwendig im Messaufbau auf ein Setup mit Kollimator oder Lochblende zurückzugreifen.

7.3.5 Einfluss der Partikelgröße auf die Schichtdickenverteilung

Als nächstes wurden die Proben unterschiedlicher Beschichtungsdauer untereinander verglichen. In diesen Bildern waren deutliche Inhomogenitäten der Helligkeiten zwischen den Partikeln zu sehen (siehe Abbildung 7-21).

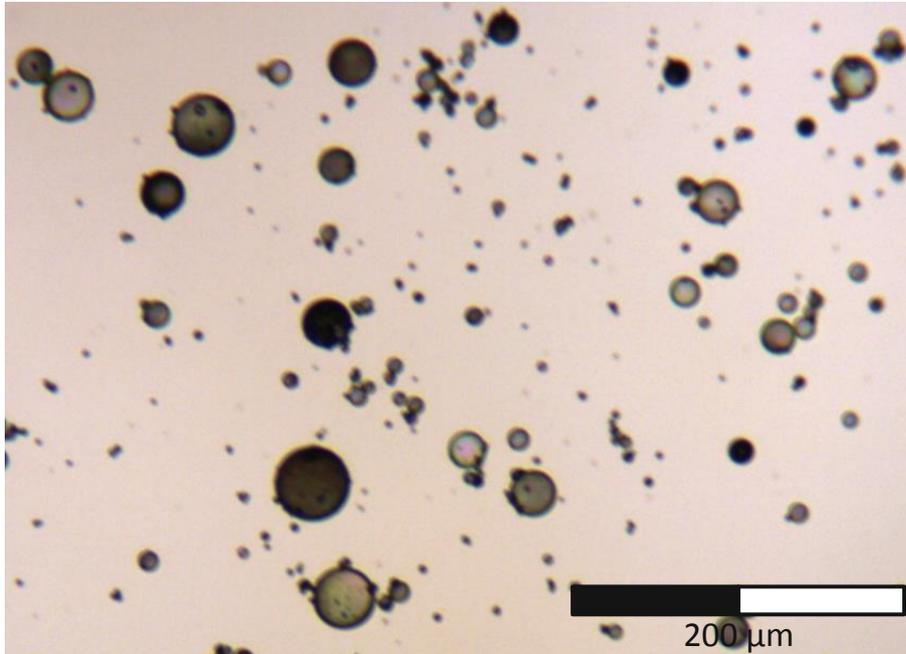


Abbildung 7-21 Probenbild mit deutlich unterschiedlichen Partikelhelligkeiten für eine Probe mit 1,5h Beschichtungszeit. Unterschiedliche Helligkeiten lassen auf unterschiedliche Schichtdicken schließen.

Dies schien vor allem bei Partikeln unterschiedlicher Größe und verstärkt bei geringen Beschichtungszeiten aufzutreten. Der Beschichtungsprozess mit Verwendung der Großserien TK-Schale (siehe Abschnitt 4.1.3.3) legt nahe, dass es zu Separation von Partikelensembles unterschiedlicher Größe (d.h. Durchmesser) kommen kann. Ein möglicher Prozess ist das „Aufschwimmen“ großer Partikel an der Oberfläche auf einem Grund kleinerer Partikel und Partikelfragmente, was zu einer stärkeren Exponierung der großen Partikel und damit auch zu höheren Schichtdicken auf diesen führen kann.

Im Folgenden wurden die einzelnen Proben durch morphologische Filterung in zwei Spezies unterschiedlicher Objektradien unterteilt. Objekte der Spezies 1 hatten einen Pixelradius von 10-19 Pixel [0,65-12,9 μm), Spezies 2 von 20-120 Pixel [12,9-77,1 μm]. Die Untergrenze von $R=10$ Pixel wurde gewählt, um die in Abschnitt 7.3.1 entwickelte Zentralbereichsextraktion

mit dem Radius der Totalreflexion als Grenze anwenden zu können⁹. In Abbildung 7-22 sind die Verteilungen der Objektradien von Spezies 1 und Spezies 2 in einer typischen Probe dargestellt.

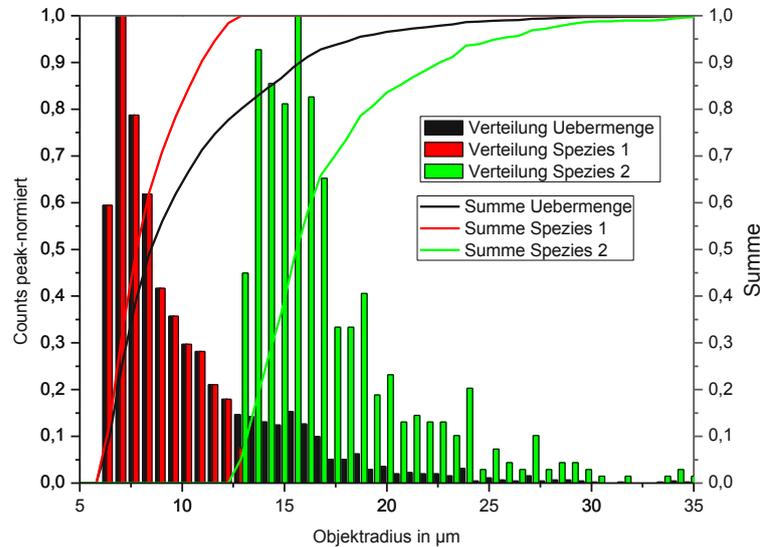


Abbildung 7-22 Verteilung der Objektradien bei Filterung nach Radius in Pixel: [10,120], [10,20), [20,120]. Die Verteilungen sind auf das Peakmaximum normiert.

Alle folgenden Auswertungen beziehen sich auf Aufnahmen mit der Probenaufgabe Klarglas mit Kollimator. Die Messungen erfolgten jeweils separat für Objekte der Spezies 1, Spezies 2 und der Uebermenge aus Spezies 1 + 2. Die Ergebnisse sind in den Verteilungen in Abbildung 7-23 dargestellt.

⁹ Brechungsindex n_l von Cu bei Messwellenlänge $\lambda_r = 604\text{nm}$ beträgt $n_l = 0,351$. Aus Gleichung (7-3) folgt damit $\rho = 6,3\mu\text{m}$, was bei gegebener Bildauflösung (1 Pixel = $0,645\mu\text{m}$) 10 Pixel entspricht.

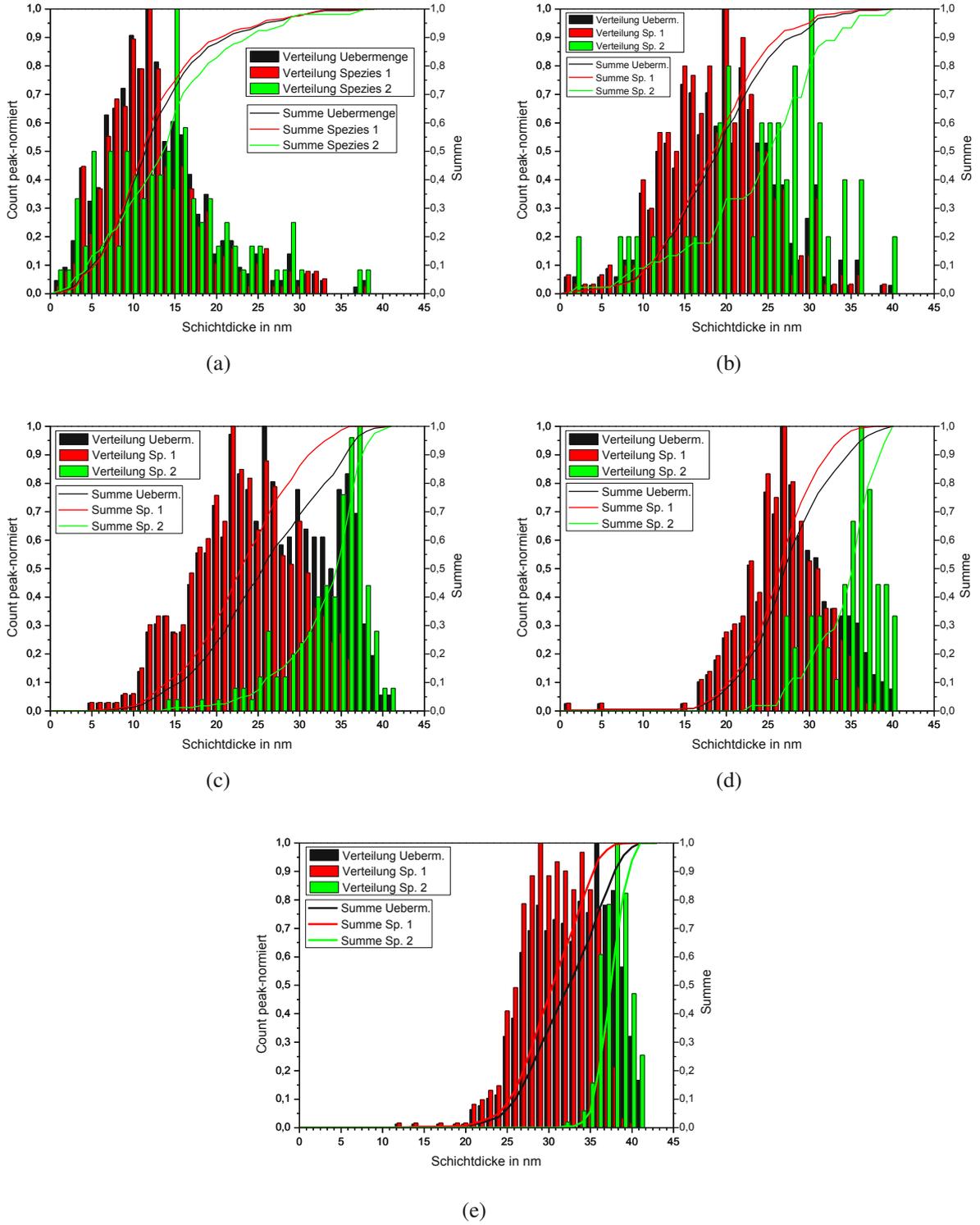


Abbildung 7-23 Verteilung der Schichtdicke für die Übermenge, Spezies 1 und Spezies 2 nach a) 1,5h b) 3,5h c) 5,5h d) 7,5h e) 13,5h Beschichtungszeit

Aus Abbildung 7-23 sind zwei Resultate ablesbar. (i) ist der zu erwartende Anstieg der Schichtdicke mit der Beschichtungsdauer sowohl für Spezies 1 als auch Spezies 2 erkennbar. (ii) ist ein deutlicher Unterschied in den Verteilungen sowohl zwischen Spezies 1 und 2 als auch für die verschiedenen Beschichtungszeiten ablesbar.

Während die Verteilung von Spezies 1 (kleine Partikel) bei kleiner Beschichtungszeit von einer rechtsschiefen Verteilung mit steigender Beschichtungszeit hin zu einer Gleichverteilung mit kleiner werdender Breite variiert, beginnt Spezies 2 (große Partikel) ebenfalls mit einer rechtsschiefen Verteilung, zeigt aber bereits bei der 5,5h Probe eine deutlich linksschiefe Verteilung. Die Verteilungen von Spezies 2 werden mit steigender Beschichtungszeit ebenfalls immer schmaler.

Eine mögliche Erklärung für das Verhalten von Spezies 2 ist ein „in Sättigung gehen“ der Transmissionsmessung, d.h. höhere Schichtdicken könnten nicht mehr aufgelöst werden. Dieses „in Sättigung gehen“ wurde in 3.2 beschrieben und tritt wie in Abschnitt 5.3.2 vermessen für einfache Cu-Schichten auf Glassubstrat bei Gesamtschichtdicken ab 90 nm auf (d.h. 45 nm Einfachschichtdicke am Kugelsubstrat). Dem widerspricht, dass die Maxima der Verteilungen nicht bei der Maximal-Schichtdicke zu liegen kommen. Ein in Sättigung gehen sollte sich, wie in Abschnitt 5.3.2 dargestellt, in einem scharfen Hervortreten der Maximalschichtdicke darstellen.

Ein weiterer Erklärungsansatz liegt im bereits vermuteten Verhalten des Granulates in der Mischschale. Große Partikel schwimmen oben auf, sind stärker exponiert und erreichen daher schneller höhere Schichtdicken. Das geringere Gesamtzahl der großen Kugeln im Vergleich zu der kleineren Spezies führt auch zu einer homogeneren Beschichtung aufgrund besserer Durchmischung, was sich in der engeren Verteilung niederschlägt. Die Form der linksschiefen Verteilung lässt sich im ersten Schritt mittels Abreibungseffekten ab einer gewissen Maximaldicke erklären. Hier sind jedoch noch weitere Überlegungen und Modellbildung notwendig, diese sind jedoch nicht Ziel dieser Arbeit.

Die kleineren Partikel bilden den Untergrund unter und zwischen den großen Kugeln, sind daher weniger häufig und lang exponiert, wodurch die mittlere Schichtdicke dieser Spezies langsamer steigt. Auch ist aufgrund des größeren Gesamtvolumens der kleinere Spezies mit einer längeren Dauer bis zur völligen Durchmischung zu rechnen, was sich in der größeren Breite der Schichtdickenverteilungen niederschlägt. In Abbildung 7-24 sind die Verteilungssummen noch einmal explizit herausgegriffen und die Unterschiede zwischen Spezies 1 (klein) und Spezies 2 (groß) noch einmal deutlich zu sehen.

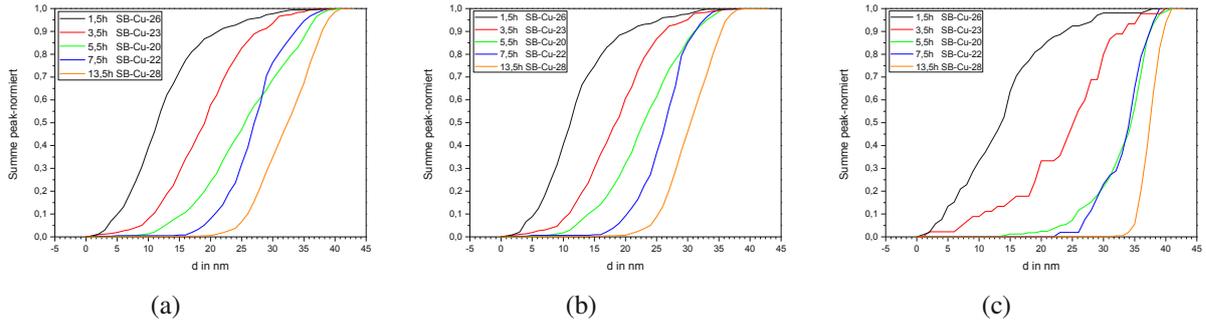


Abbildung 7-24 Verteilungssummen der Schichtdicken für die Radien a) [10,120], b) [10,20] c) [20,120]

In Abbildung 7-25 sind die mittleren Schichtdicken der beiden Spezies und der Übermenge als Funktion der Beschichtungszeit dargestellt.

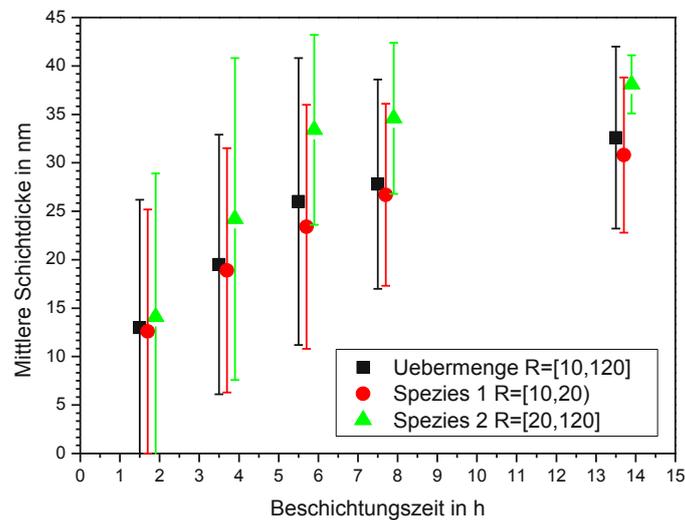


Abbildung 7-25 Einfluss der Radius Selektion auf die ermittelte Schichtdicke

Deutlich ist der schnellere Anstieg der mittleren Schichtdicke für Spezies 2 im Vergleich zu Spezies 1 zu sehen. Ebenso deutlich ist die Reduktion der Varianz für Spezies 2. Es scheint daher gerechtfertigt von zwei verschiedenen Spezies hinsichtlich des Beschichtungsverhaltens des Granulates in der Mischschale zu sprechen.

In Abbildung 7-26 sind die Schichtdickenverteilungen als Streudiagramme von Objektradius und zugeordneter Schichtdicke dargestellt.

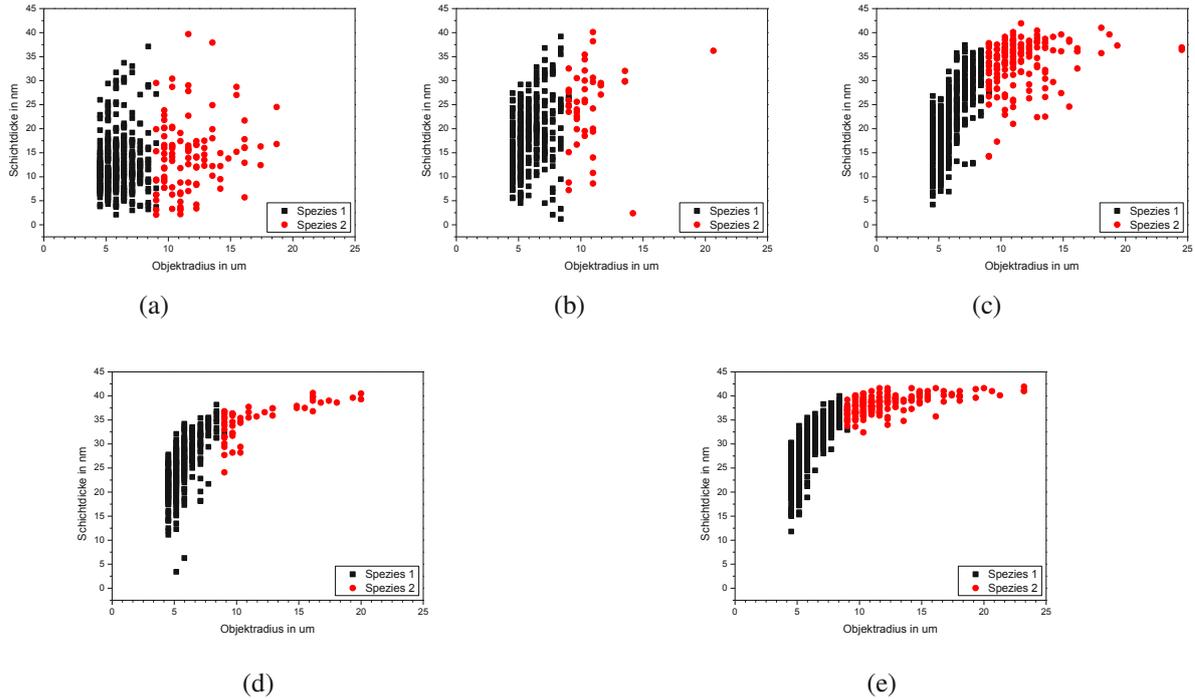


Abbildung 7-26 Streudiagramm der beschichteten Partikel als Scatter-Plot nach a) 1,5h b) 3,5h c) 5,5h d) 7,5h e) 13,5h Beschichtungszeit

Es ist deutlich der Anstieg der Schichtdicke mit der Beschichtungszeit sowie der schnellere Anstieg der Schichtdicke für Spezies 2 abzulesen. Ebenso ersichtlich ist eine Verdichtung der Punktwolken, was eine homogenere Beschichtung für längere Beschichtungszeiten ausweist. Dieses Resultat ist in Abbildung 7-27, welches die Punktwolkendichte der Verteilungen darstellt, noch einmal deutlich zu sehen.

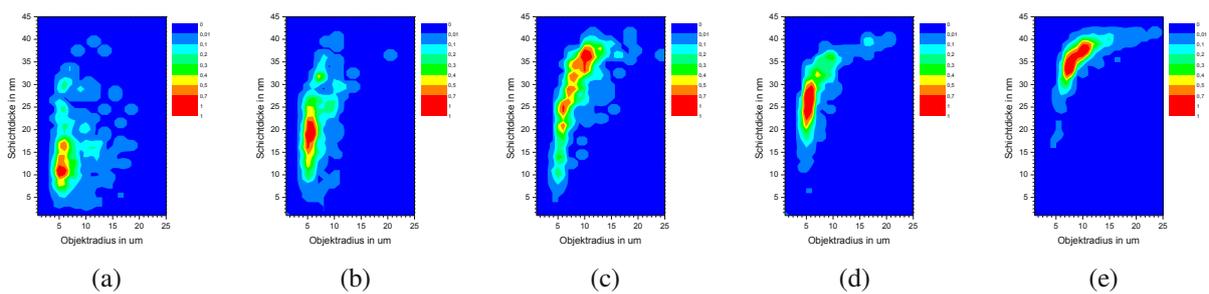


Abbildung 7-27 Partikeldichten der Streudiagramme der beschichteten Partikel als Kontour-Plot nach a) 1,5h b) 3,5h c) 5,5h d) 7,5h e) 13,5h Beschichtungszeit

Streudiagramme, wie in Abbildung 7-26 und Abbildung 7-27 dargestellt, sind ebenfalls direkt aus TFI heraus generierbar.

7.3.6 Vergleich mit weiteren Messmethoden

Die in Abschnitt 7.3.5 betrachteten Proben wurden im Zuge der Dissertation von Andreas Eder [89] mit den Methoden Mikrowägung, Volumsschätzung, SEM-Querschnittsmessung und EDX-Analyse hinsichtlich der Schichtdicke der auf dem Granulat aufgetragenen Cu-Schicht untersucht. Diese Ergebnisse werden mit den in Abschnitt 7.3.5 mittels TFI bestimmten Schichtdickenverteilungen verglichen. Dieser Vergleich erfolgte für die in Abschnitt 7.3.5 beschriebenen Spezies sowie deren Übermenge und die Ergebnisse sind in Abbildung 7-28 dargestellt.

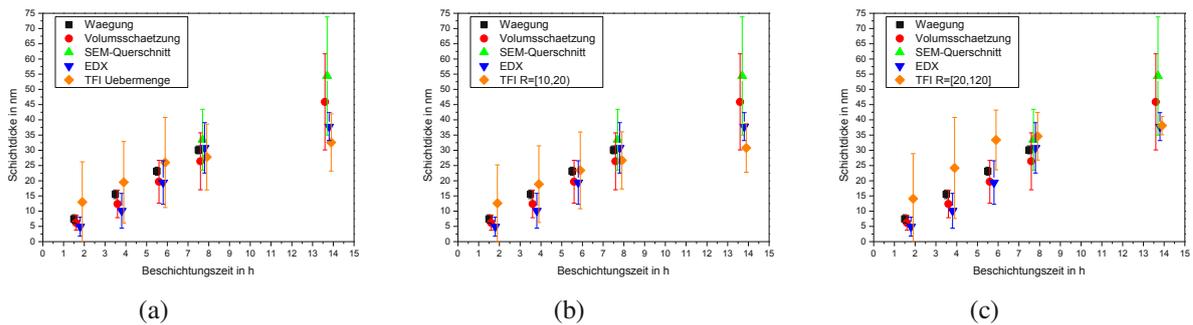


Abbildung 7-28 Vergleich TFI Messungen mit anderen Messmethoden a) Übermenge b) Spezies 1 c) Spezies 2

Erstes auffälliges Merkmal ist die deutlich breitere Varianz der TFI-Messung bei geringen bis mittleren Beschichtungszeiten im Vergleich zu den übrigen Messmethoden. Was auf den ersten Blick als Nachteil ausgelegt werden könnte, ist jedoch, wie in den vorangegangenen Abschnitten dargelegt, der eigentliche Vorteil der Messung mittels TFI. Im Vergleich zu anderen Messmethoden, die keine (Wägung, Volumsschätzung) bzw. nur geringe Möglichkeiten (SEM, EDX) zur statistischen Aufbereitung besitzen, liefert TFI echte Verteilungen und weist eindeutig die breite Verteilung der Schichtdicken aus. Auch ist durch TFI die Aufspaltung des Granulates in zwei Spezies ersichtlich, während diese durch Wägung und Volumsschätzung gar nicht und durch EDX- und SEM-Messungen nur durch großen Aufwand (und dabei auch nur durch zufällig richtiges Auswählen einzelner Granulate) erkannt werden kann. TFI liefert diese Ergebnisse mit jeder Messung automatisch mit.

Auch sind die durch TFI ermittelten Schichtdicken im selben Bereich zu den herkömmlichen Messmethoden und stimmen mit diesen qualitativ und quantitativ überein. Werden die einzelnen Messungen für Spezies 1 und Spezies 2 den übrigen Messmethoden gegenübergestellt, ist in diesem Fall sogar ein Rückschluss auf die Objektselektion in anderen Messmethoden möglich (Vergleich EDX-Messung und TFI Spezies 2).

In Abbildung 7-29 ist der Schichtdickenvergleich der Messmethoden zur TFI-Messung der Übermenge noch einmal abschließend hervorgehoben.

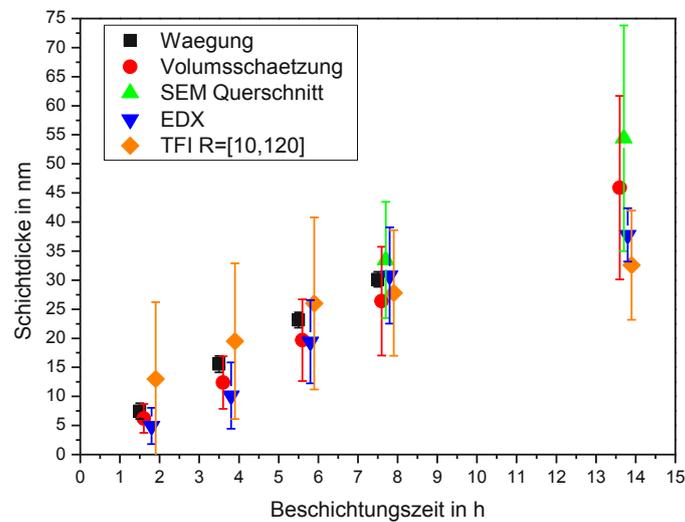


Abbildung 7-29 Vergleich TFI-Messungen mit anderen Messmethoden für die Übermenge

Die gute Vergleichbarkeit der mittleren Schichtdicken zu anderen Methoden ist deutlich zu sehen. Ebenso zeigt die Messung mittels TFI kleiner werdende Varianz, gestützt durch tatsächlich ermittelte Verteilungen, während die Varianz der übrigen Messmethoden anzusteigen scheint.

7.4 Mischungen

Wie in Abschnitt 7.3.5 angedeutet, erlaubt die orts aufgelöste Schichtdickenmessung die Berechnung von Schichtdickenverteilungen und Rückschlüsse auf Beschichtungsgrad und Prozesseigenschaften, sowie die Auflösung einzelner Spezies in den Partikelensembles. Dieses Separieren von Mischungen wird im Weiteren exemplarisch dargestellt.

Hierzu wurden Cu-beschichtete HGMs mit unbeschichteten HGMs im Verhältnis 1:2 (beschichtet : unbeschichtet) gemischt (HGM Sorte siehe Abschnitt 7.3) und mit dem Polyvar Lichtmikroskop und TFI vermessen. Ein Probenbild einer solchen Mischung wie es in TFI angezeigt wird, ist in Abbildung 7-30 zu sehen.

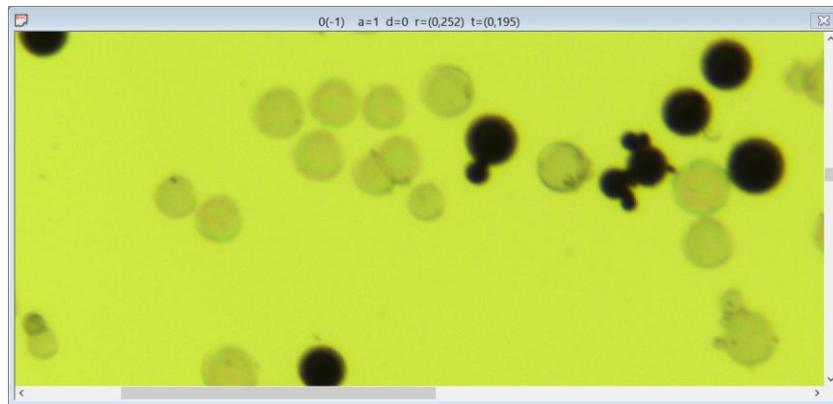


Abbildung 7-30 Probenbild beschichteter (dunkel) und unbeschichteter (hell) HGMs (Bild direkt aus TFI entnommen)

Deutlich sind die beiden Spezies (unbeschichtet = hell, beschichtet = dunkel) zu sehen. Wie an einem Linescan über unbeschichtete HGMs in Abbildung 7-31 dargestellt, sind die Helligkeiten der unbeschichteten HGMs sehr nahe an der Helligkeit des Hintergrundes und die Konturen nicht in jedem Farbkanal gleich deutlich zu sehen.

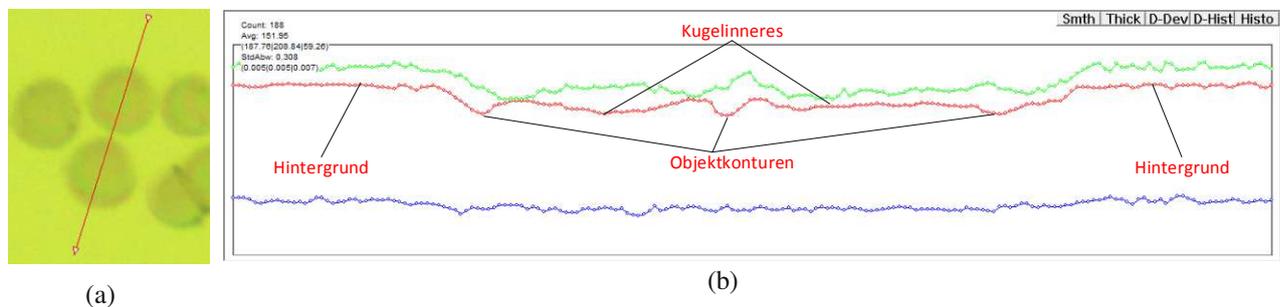


Abbildung 7-31 a) Linescan über unbeschichtete HGMs b) Helligkeiten entlang des Linescans in den Farbkanälen Rot, Grün und Blau. Die Helligkeiten der unbeschichteten Kugeln sind vom Hintergrund kaum zu unterscheiden

Damit sind die unbeschichteten Kugeln für die Kantendetektion und Objekterkennung nur schwer vom Hintergrund zu separieren. Die Helligkeitsschwelle muss trotzdem knapp zwischen Hintergrund und Objektinnerem gewählt werden, um Objekte vom Hintergrund zu unterscheiden. Dies führt aber dazu, dass eng beieinander liegende Kugeln als Agglomerat erkannt werden und dadurch bei einer morphologischen Selektierung durchfallen und damit nicht mehr in der Auswertung aufscheinen. Um diesen Effekt zu reduzieren, kann die Kantensignifikanz durch herabsetzen der Helligkeitsschwelle erhöht werden. Damit fallen aber wieder zu viele unbeschichtete Kugeln bereits bei der Objekterkennung durch und sind wieder nicht in der Auswertung enthalten (siehe Abbildung 7-32).

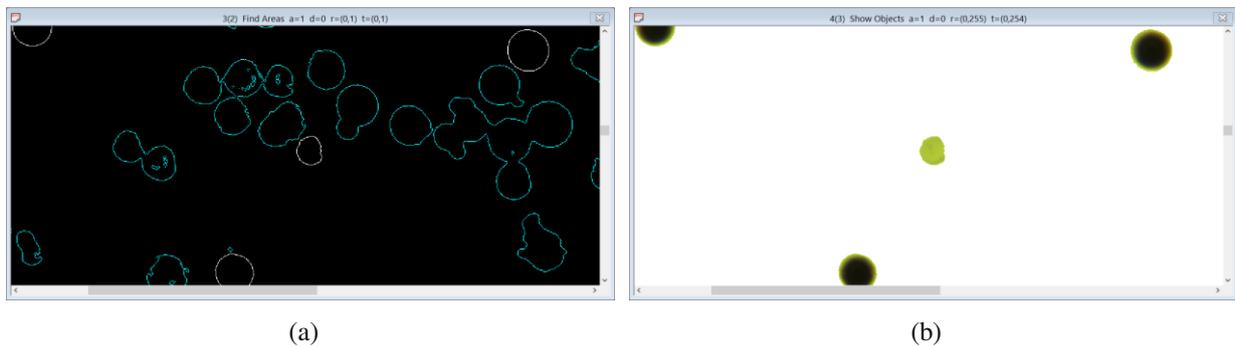


Abbildung 7-32 a) Kanten detektierter Objekte in TFI b) Nach Radius- und Rundheitsfilterung übrigbleibende Objekte

Werden aus den so verarbeiteten Bildern die Schichtdicken berechnet, sind zwar zwei verschiedene Spezies einwandfrei feststellbar (siehe Abbildung 7-33), aber das Mischverhältnis wird falsch dargestellt. Das detektierte Mischverhältnis beträgt 1:1 (beschichtet : unbeschichtet) und nicht 1:2 wie es laut Probenmischung sein sollte.

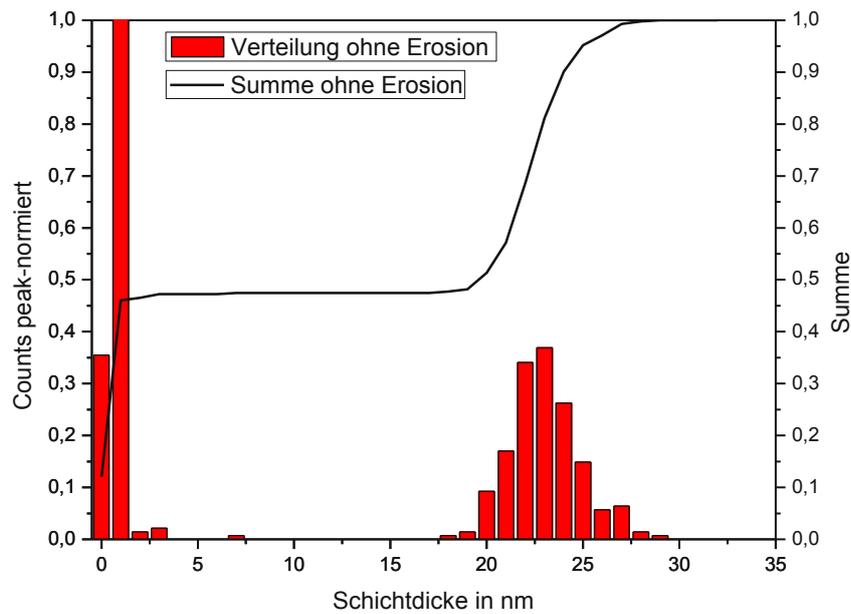


Abbildung 7-33 Schichtdickenverteilung und Objektsumme nach Schichtdickenauswertung mit TFI. 2 unterschiedliche Spezies sind erkennbar, aber im Verhältnis 1:1.

Wird ein solches Problem erkannt, bietet TFI, durch ein breites Spektrum an implementierten Bildoperationen, Lösungsmöglichkeiten. Eine Möglichkeit wird hier exemplarisch aufgeführt. Das Probenbild wird mittels einer definierbaren Detektionsschwelle in ein Binärbild umgewandelt, d.h. Pixel die dunkler als die Schwelle sind, werden auf 0 gesetzt, der Rest auf 1 (siehe Abbildung 7-34a). Danach wird iterativ ein Erosionsoperator auf das Binärbild angewendet¹⁰. Dadurch werden die Ränder der Objekte Schritt für Schritt erodiert und die einzelnen Kugeln eines Agglomerates voneinander getrennt (siehe Abbildung 7-34b). Multiplikation dieses Binärbildes mit dem ursprünglichen Probenbild lässt die unbeschichteten Kugeln separiert hervortreten (siehe Abbildung 7-34c) und diese können ebenso einfach wie die dunkleren, d.h. beschichteten Kugeln, mittels Kantendetektion erfasst werden.

¹⁰ Ist ein Pixel mit Wert 1 in einer 8er Nachbarschaft nicht vollständig durch Pixel mit Wert 1 umgeben, wird es auf 0 gesetzt.

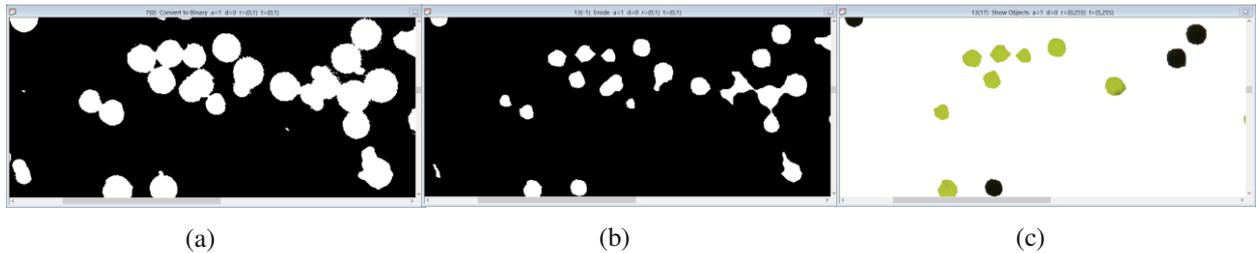


Abbildung 7-34 a) Übertrag des Probenbildes in ein Binärbild b) Erfolgte Erosion des Binärbildes c) daraus resultierende Objekte nach Multiplikation des erodierten Binärbildes mit dem Ausgangsbild

In Abbildung 7-35 ist dasselbe Probenbild nach der Objekterkennung ohne erfolgter Binärbilderosion (a) und mit erfolgter Binärbilderosion (b) dargestellt. Der Unterschied der Zahl der unbeschichteten Kugeln ist ersichtlich.

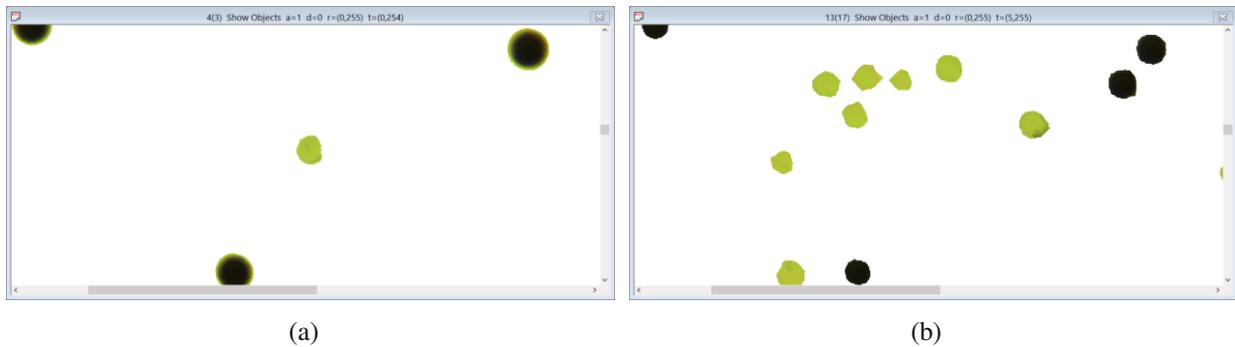


Abbildung 7-35 Vergleich der Probenbilder nach a) reiner Objekterkennung b) Objekterkennung mit vorhergehender Binärbilderosion

Wird die Objekterkennung und Schichtdickenberechnung auf das Probenbild mit erfolgter Binärbilderosion angewendet, ergibt sich ein detektiertes Mischverhältnis von 1:2 (beschichtet : unbeschichtet), was der tatsächlichen Probenmischung entspricht (siehe Abbildung 7-36). Auch hier sind wieder eindeutig zwei verschiedene Spezies beobachtbar.

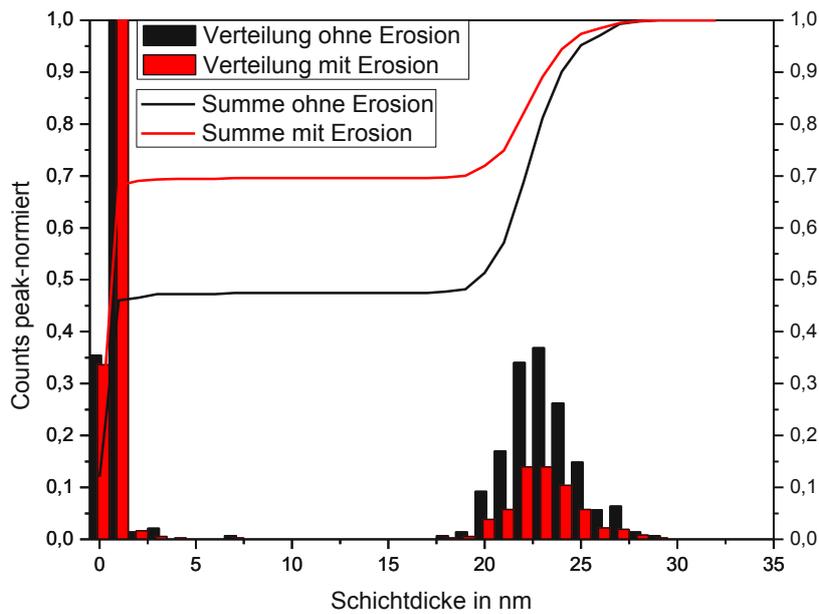


Abbildung 7-36 Vergleich der Verteilungen und Objektsummen ohne und mit erfolgter Binärbilderosion.
In beiden Fällen sind zwei Spezies zu erkennen. Mit erfolgter Binärbilderosion beträgt das
Mengenverhältnis korrekt 2:1.

Dieselben Versuche wurden auch für das Inverse Mischverhältnis durchgeführt und lieferten vergleichbare Resultate.

7.5 Conclusio

Wie im vorangegangenen Abschnitt gezeigt, kann eine Skalierung des Messsystems hin zu kleineren Partikelgrößen mittels Mikroskop erreicht werden. Bei der Verwendung eines Mikroskops als Transmissionsmessgerät ist auf die Parallelität der auf die Probe treffenden Lichtstrahlen zu achten, d.h. die Verwendung eines Kollimators zur Ausleuchtung der Probe ist erforderlich. Die dabei entstandene ungleichmäßige Ausleuchtung des Probenbereiches konnte durch Algorithmen zur Bildkorrektur in TFI ausgeglichen werden. Weiters sind Streulichtquellen möglichst zu minimieren. Die Verwendung eines Kollimators zusammen mit der Streulichtreduktion zeigten eindeutig ein Ansteigen der gemessenen Schichtdicke bei der nominell selben Schichtdicke und derselben vermessenen Probe. Durch entsprechende Vorüberlegungen war es möglich das Schichtdickenrechenmodell auch für HGMs zu erweitern.

TFI ist in der Lage aufgrund der orts aufgelösten Schichtdickenbestimmung und Objekterkennung detaillierte Verteilungen der Schichtdicken bereitzustellen und so auf Vorgänge im Beschichtungsprozess zurückzuschließen, die mittels der zum Vergleich herangezogenen Messmethoden nicht oder nur begrenzt möglich waren. Weiters ist die Messmethode mit TFI am Mikroskop qualitativ und auch quantitativ mit anderen Messmethoden sehr gut vergleichbar und bietet Zusatzinformationen, die anders nicht zugänglich wären.

Auch die Auflösung von Mischungen bekannter und unbekannter Mischverhältnisse in den Messresultaten ist mit TFI möglich und konnte anhand von wohldefinierter Mischproben gezeigt werden.

8 Conclusio

Im Zuge dieser Arbeit wurde ein Verfahren zur optischen Schichtdickenbestimmung an granularen Materialien aus transparentem bzw. semi-transparentem Material mit Korngrößen von 10-500 μm entwickelt. Das entwickelte Verfahren basiert auf optischer Transmissionsmessung am Granulat mittels CCD- und CMOS-Bildsensoren unter Ausnützung der Ortsauflösung dieser Sensoren zur Separation einzelner Granulatpartikel.

Zur Durchführung der Schichtdickenmessungen wurde die Software ThinFilmInspect (TFI) entwickelt. In TFI wurden alle zur Schichtdickenmessung notwendigen Prozessschritte in einem Softwarepaket zusammengefasst. Dies beinhaltet die Aufbereitung und Vorverarbeitung der aus dem Messprozess entstandenen Messbilder (Ausleuchtungskorrektur, Kalibration, Objekterkennung- und filterung und Merkmalsextraktion), die Schichtdickenberechnung (Implementierung verschiedener Probenmodelle, Berechnungsalgorithmen und Materialelektion) sowie die statistische Auswertung und Speicherung der Messresultate.

Da bildgebende Sensoren in CCD- oder CMOS-Technologie zwar ausgezeichnete räumliche Auflösung aber intrinsisch keine spektrale Auflösung besitzen, wird die spektrale Auflösung bei Farbsensoren z.B. durch vorgeschaltete Filter erzeugt. Die so erzeugte spektrale Auflösung beschränkt sich auf drei Wellenlängenbereiche, die sich in den drei Farbkanälen der, mittels solcher Sensoren erzeugten, RGB – Bildern wiederfinden. Es wurde ein Verfahren zur Ermittlung der Wellenlängen dieser Spektralbereiche mittels rampenförmiger Fabry-Pèrot-Interferenzfilter entwickelt. Dieses Kalibrierverfahren ermöglicht eine Zuordnung der Farbkanal-Intensität zu einer exakten Messwellenlänge.

Als Messwerkzeuge kamen handelsübliche Durchlichtscanner für Granulatgrößen von minimal 180 μm und für kleinere Granulatgrößen ein mit einer CMOS-Kamera bestücktes Lichtmikroskop zum Einsatz. Mit diesen Messwerkzeugen wurde gezeigt, dass die optische Transmissionsmessung mittels bildgebender Sensoren zur Schichtdickenbestimmung an planen, metallischen Einfachschichten eingesetzt werden kann. Dies wurde experimentell an Stufen- und Rampenproben aus den Materialien Cu, Ag, Au, Cr, Ti, Mo, W im Schichtdickenbereich von 0 – 200 nm gezeigt und die so erhaltenen Messergebnisse mit den Ergebnissen alternativer Messverfahren (Profilometrie, SEM) überprüft. Es zeigte sich eine

ausgezeichnete Übereinstimmung der ermittelten Schichtdicken. Weiters wurden schichtmaterialspezifische Messbereichsgrenzen abgeschätzt und am Experiment überprüft.

Das entwickelte Messverfahren wurde zur Schichtdickenmessung sowohl an Diamantgranulat in den Siebgrößen Mesh 40/50 und Mesh 70/80 als auch an Mikroglashohlkugeln mit Durchmessern von 18-60 μm , beschichtet mit metallischen Einfachschichten (Cu, Ag, Cr, Mo, W), angewendet. Als Erweiterung zur Schichtdickenmessung an planen Proben wurden für granulare Materialien in TFI Algorithmen zur Messbereichsextraktion bzw. Erosion unerwünschter Bereiche an den Einzelpartikeln implementiert. Die Messergebnisse wurden mittels alternativer Messverfahren (SEM, TEM) überprüft und zeigten gute Übereinstimmung.

Der Vorteil der orts aufgelösten Schichtdickenbestimmung, ausgedrückt in Kosten- und Zeiteffizienz, Einfachheit der Messmethode und Sichtbarmachung von Schichtdickenverteilungen am Einzelgranulat und Granulatensembles, war über alle Probensorten evident. Es konnte auch gezeigt werden, dass die einfache Zugänglichkeit der Schichtdickenverteilungen über das gesamte Granulatensemble zur Detektion und Charakterisierung von Partikelmischungen angewendet werden kann und so Rückschlüsse auf den Beschichtungsprozess gewonnen werden können.

Als die Messmethode hauptsächlich einschränkende Faktoren konnten die optische Auflösung des bildgebenden Systems, das verwendete Schichtdickenmodell und die optischen Konstanten der Schichtmaterialien identifiziert werden. Eine zu geringe optische Auflösung für das jeweilige Granulatmaterial verhindert das Identifizieren einzelner Granulatpartikel aber auch die Extraktion der Messbereiche. Dem kann aber durch den Übergang zu Mikroskopsystem entgegengewirkt werden.

Abweichungen des realen Probegranulates vom gewählten Schichtmodell (z.B. durch Existenz vorher unbekannter Zwischenschichten) bzw. Abweichung der Brechungsindizes einer Schicht (z.B. durch unbekannte Mikrostruktur der Schicht) können die Messergebnisse quantitativ verfälschen. Qualitative Aussagen (z.B. über die relativen Schichtdicken in einem Granulatensemble) können aber auch in diesen Fällen getroffen werden.

Es ist noch wichtig zu erwähnen, dass die Berechnung der Reflexion bereits im Rechenmodell enthalten und in TFI implementiert ist. Es spricht grundsätzlich nichts gegen das Anwenden

des im Zuge dieser Arbeit entwickelten Messverfahrens auf Reflexionsmessungen (z.B. auf Mikroskopbilder aufgenommen im Auflichtverfahren), was eine neue Klasse an erfassbaren Substraten und Schichten, nämlich sämtliche nicht transparente Substrate mit semitransparenten Schichten (z.B. metallische Pulver, C-Fasern oder undurchsichtige Polymerpulver), ermöglicht. Die Reflexionsmessungen wurden jedoch im Rahmen dieser Arbeit noch nicht durchgeführt.

Abschließend kann festgestellt werden, dass sich mit der Methode der optischen Schichtdickenbestimmung eine große Klasse an beschichteten Granulaten im Hinblick auf Schichtdicken und Schichtdickenverteilungen charakterisieren lässt. Auch die Forderung nach der Semi-Transparenz aller beteiligten Materialien kann durch die Messung in Reflexion fallengelassen werden, wodurch sämtliche Granulatsubstrate einer Schichtdickenmessung zugänglich sind.

9 Literaturverzeichnis

- [1] C. Eisenmenger-Sittner, C. Schrank, E. Neubauer, E. Eiper, J. Keckes, „Modification of wetting of copper (Cu) on carbon (C) by plasma treatment and molybdenum (Mo) interlayers“, Applied Surface Science, Vol. 252, S. 5343-5346 (2006).
- [2] J. Hell, M. Chirtoc, C. Eisenmenger-Sittner, H. Hutter, M. Kornfeind, P. Kijamnajsuk, M. Kitzmantel, E. Neubauer, K. Zellhofer, „Characterisation of sputter deposited niobium and boron interlayer in the copper–diamond system“, Surface & Coatings Technology, Vol. 208, S. 24-31 (2012).
- [3] A. Eder, G.H.S. Schmid, H. Mahr, C. Eisenmenger-Sittner, „Aspects of thin film deposition on granulates by physical vapor deposition“, European Physics Journal, Vol. 70, S.247 (2016).
- [4] A. Brendel, C. Popescu, T. Köck, H. Bolt, „Promising composite heat sink material for the divertor of future fusion reactors“, Journal of Nuclear Materials, Vol. 367-370, S. 1476-1480 (2007).
- [5] H. Kersten, P. Schmetz, G.M.W. Kroesen, „Surface modification of powder particles by plasma deposition of thin metallic films“, Surface and Coatings Technology Vol. 108-109, S. 507-512 (1998).
- [6] M. Horkel, H. Mahr, J. Hell, C. Eisenmenger-Sittner, E. Neubauer, „Determination of the thickness of metal coatings on granular diamond materials by spatially resolved optical methods“, Vacuum, Vol. 84, S. 57-60 (2010).
- [7] H.A. MacLeod, „Thin-Film Optical Filters (Third Edition)“, Institute of Physics Publishing, Bristol (2001).
- [8] R. A. Haefer, „Oberflächen- und Dünnschicht-Technologie; Teil I: Beschichtungen von Oberflächen“, Springer Verlag Berlin, Heidelberg (1987).
- [9] G.K. Weher, G.S. Andersen, “The Nature of physical Sputtering”, L.I .Maissel, R. Glang, Handbook of Thin Film Technology, McGraw-Hill Book Company, New York (1970).
- [10] E. Macherauch, H.W. Zoch, „Praktikum in Werkstoffkunde (11. Auflage)“, Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden (2011).
- [11] V.K. Arora, K.N. Chopra, „A simple in-situ optical film thickness monitor for infrared coatings“, Thin Solid Films, Vol. 304, S. 24-27 (1997).

- [12] G.K. Pribil, B. Johs, N.J. Ianno, „Dielectric function of thin metal films by combined in situ transmission ellipsometry and intensity measurements“, *Thin Solid Films*, Vol. 455, S. 443-449 (2004).
- [13] C. Cremer, „Lichtmikroskopie unterhalb des Abbe-Limits. Lokalisationsmikroskopie“, *Physik in unserer Zeit*, Vol 42, Nr. 1, S. 21-29 (2011).
- [14] E. Betzig, G.H. Patterson, R. Sougrat, O.W. Lindwasser, S. Olenych, J.S., Bonifacino, M.W. Davidson, J. Lippincott-Schwartz, H.F. Hess, „Imaging Intracellular Fluorescent Proteins at Nanometer Resolution“, *Science*, Vol. 313, Nr. 5793, S. 1642-1645 (2006).
- [15] D. McMullan, „Scanning electron microscopy 1928–1965“, *Scanning*, Vol. 17, Nr. 3, S. 175-185 (1995).
- [16] J. Goldstein, et al., „Scanning Electron Microscopy and X-ray microanalysis. (3. Auflage)“, Springer New York, New York (2003).
- [17] S.L. Flegler, J.W. Heckman, K.L. Klomparens, „Elektronenmikroskopie - Grundlagen, Methoden, Anwendungen“, Spektrum Akademischer Verlag, Heidelberg (1995).
- [18] „Technologie Dünner Schichten – Charakterisierung Dünner Schichten“ [Online]. Verfügbar:
https://static.ifp.tuwien.ac.at/homepages/Personen/duenne_schichten/german/index_g.htm [Zugriff am 14.12.2022].
- [19] D. Böhm, Diplomarbeit: „Widerstansmessung zur Schichtdickenbestimmung an beschichteten granularen Medien“, Wien: Technische Universität Wien (2017).
- [20] M. Stabentheiner, Bachelorarbeit: „Aufbau einer Anordnung zur Leitfähigkeitsmessung an beschichteten Mikrohohlglaskugeln“, Wien: Technische Universität Wien, (2015).
- [21] C. Tscherne, Bachelorarbeit: „Leitfähigkeitsmessungen an kupferbeschichteten Mikrohohlglaskugeln“, Wien: Technische Universität Wien, (2015).
- [22] M. Rössel, Bachelorarbeit: „Leitfähigkeitsmessung kupferbeschichteter Mikrohohlglaskugeln in Abhängigkeit der Messgeometrie“, Wien: Technische Universität Wien, (2015).
- [23] D. Böhm, Projektarbeit: „Automatisierung des Messstandes zur Widerstandsmessung an beschichteten Mikrohohlglaskugeln“, Wien: Technische Universität Wien, (2016).
- [24] N. Waltham, „CCD and CMOS sensors, Observing Photons in Space, A Guide to Experimental Space Astronomy“, ISSI, Springer, New York, Vol. 9, S. 423-442 (2013).

- [25] N. Blanc, „CCD versus CMOS – has CCD imaging come to an end?“, Photogrammetric Week, Vol. 01, S. 131-137 (2001).
- [26] C. Hülk, Dissertation: „Charakterisierung von CCD –Kamerasystemen in der Transmissionselektronenmikroskopie und deren Einsatz bei der Erstellung von Elementverteilungsbildern“, Münster: Westfälische Wilhelms-Universität Münster (1998).
- [27] „Grundlagen der CCD-Technik“ [Online].
Verfügbar: <http://www.pixelmask.de/ccd/kurs/index.html> [Zugriff am 15.12.2022].
- [28] „CCD-Technologie“ [Online].
Verfügbar: <http://www.bnhof.de/~didactronic/CCD/indexCCD.htm> [Zugriff am 15.12.2022].
- [29] P. Magnan, „Detection of visible photons in CCD and CMOS: A comparative view“, Nuclear Instruments and Methodes in Physics Research A, Vol. 504, S. 199-212 (2003).
- [30] M. Engelmann, N. Ahner, „CCD-Technik und Bildaufnahme“ [Online].
Verfügbar: <https://docplayer.org/15097658-Ccd-technik-und-bildaufnahme.html> [Zugriff am 15.12.2022].
- [31] J.L. Hudgins, „Wide and narrow bandgap semiconductors for power electronics: A new valuation“, Journal of Electronic Materials, Vol. 32, Issue 6, S. 471-477 (2002).
- [32] M.A. Green, M.J. Keevers, „Optical properties of intrinsic silicon at 300 K“, Progress in Photovoltaics: Research and Applications, Vol. 3, S 189-192 (1995).
- [33] M.A. Green, „Self-consistent optical parameters of intrinsic silicon at 300K including temperature coefficients“, Solar Energy Materials and Solar Cells, Vol. 92, S. 1305-1310 (2008).
- [34] J. Provoost, P. De Moor, „Backside-illuminated image sensors: Optimizing manufacturing for a sensitivity payoff“ [Online]. Verfügbar: <https://www.vision-systems.com/home/article/16744520/backsideilluminated-image-sensors-optimizing-manufacturing-for-a-sensitivity-payoff> [Zugriff am 14.12.2022].
- [35] B. Fowler, A. El Gamal, D. Yang, H. Tian, „A Method for Estimating Quantum Efficiency for CMOS Image Sensors“, Proc. SPIE 3301, Solid State Sensor Arrays: Development and Applications II (1998).

- [36] A. Theuwissen, „Image Sensor Architectures for Digital Cinematography“ [Online]. Verfügbar:
https://velocimetry.net/downloads/Image_Sensor_Architecture_Whitepaper_Digital_Cinema_00218-00_03-70.pdf [Zugriff am 14.12.2022].
- [37] A. Theuwissen, „Solid-State Imaging with Charge-Coupled Devices“, Springer, Dordrecht (2005).
- [38] F. Schmidt, U. Krüger, „Eigenschaften von digitalen 1-Chip-CCD-Kameras bei der Anwendung zur Farbbeurteilung und Farbdarstellung“ [Online]. Verfügbar:
https://www.technoteam.de/apool/tnt/content/e8549/e6009/e6310/e6142/pb_download_6306/jof2k_ger.pdf [Zugriff am 15.12.2022].
- [39] H.R. Miller, „Color filter array for CCD and CMOS image sensors using a chemically amplified, thermally cured, pre-dyed, positive-tone photoresist for 365 nm lithography“, SPIE Conference on Advances in Resist Technology and Processing XVI, Vol. 3678 (1999).
- [40] „Comperative Test Canon 10D / Nikon D70 in the filed of deep-sky Astronomy“ [Online]. Verfügbar: <http://www.astrosurf.com/buil/d70v10d/eval.htm> [Zugriff am 22.12.2022].
- [41] „Datenblatt Sony ICX406AQF“ [Online]. Verfügbar: <https://datasheetspdf.com/pdf-file/501146/Sony/ICX406AQF/1> [Zugriff am 1.12.2022].
- [42] D.H. Brainard, D.H. „Bayesian Method for Reconstructing Color Images from Trichromatic Samples“, Proceedings of the IS&T 47th Annual Meeting, S. 375-380 (1994).
- [43] M. Bigas, E. Cabruja, J. Forest, J. Salvi, „Review of CMOS image sensors“, Microelectronics Journal, Vol. 37, S. 433-451 (2006).
- [44] D. Göhring, „Digitalkameratechnologien Eine vergleichende Betrachtung – CCD kontra CMOS“ [Online]. Verfügbar: https://www.drgoehring.de/uni/papers/CCD-CMOS_08122002.pdf [Zugriff am 30.01.2023].
- [45] D. Litwiller, „CMOS vs. CCD: Maturing Technologies, Maturing Markets“ [Online]. Verfügbar:
https://www.photonics.com/Articles/CMOS_vs_CCD_Maturing_Technologies_Maturing/a22471 [Zugriff am 14.12.2022].

- [46] D. Ho, M.O. Noor, U.J. Krull, G. Gulak, R. Genov, “CMOS Tunable-Wavelength Multi-Color Photogate Sensor”, IEEE Transaction on biomedical circuits and systems, Vol. 7, I. 6, S. 805-819 (2013).
- [47] „Mesh to Micron conversion“ [Online]. Verfügbar: <https://fluideng.com/technical-engineering-information/mesh-to-micron-conversion/> [Zugriff am 15.12.2022].
- [48] B. Jähne, „Digitale Bildverarbeitung, 6. Auflage“, Springer Verlag Berlin, Heidelberg (2005).
- [49] L. Pries, „Computer Vision - Einführung in die Verarbeitung und Analyse digitaler Bilder“, Springer Verlag Berlin, Heidelberg (2015).
- [50] M.O. Franz, „Industrielle Bildverarbeitung“ [Online]. Verfügbar: https://www-home.htwg-konstanz.de/~mfranz/ibv_files/ [Zugriff am 15.12.2022].
- [51] „Grundlagen – Computer Vision“ [Online]. Verfügbar: <https://docplayer.org/13003706-Kapitel-2-grundlagen-computer-vision-even-a-journey-of-a-thousand-miles-begins-with-a-small-step.html> [Zugriff am 22.12.2022].
- [52] A. Rodger, G.C.K. Roberts, „Encyclopedia of Biophysics“, Springer Verlag Berlin, Heidelberg (2013).
- [53] A. Donges, „The coherence length of black-body radiation“, European Journal of Physics, Vol. 19, S. 245 (1998).
- [54] Y. Deng, D. Chu, „Coherence properties of different light sources and their effect on the image sharpness and speckle of holographic displays“, Sci Rep, Vol. 7, S. 5893 (2017).
- [55] D.S. Mehta, K. Saxena, S.K. Dubey, C. Shakher, „Coherence characteristics of light-emitting diodes“, Journal of Luminescence Volume, Vol. 130, S. 96-102 (2010).
- [56] P. Baumeister, R. Hahn, D. Harrison, „The Radiant Transmittance of Tandem Arrays of Filters“, Optica Acta, Vol. 19, No. 10, S. 853-864 (1972).
- [57] H. Tomsik, „Kalibrierung mittels Bias-, Dark- und Flatframe“ [Online]. Verfügbar: http://www.sternwarte-melle.de/index_htm_files/Kalib_1-2.pdf [Zugriff am 15.12.2022].
- [58] D. Bissieres, I. Campbell, Y. Lesperat, „Analog to Digital Converter“ [Online]. Verfügbar: <https://de.scribd.com/presentation/378456326/ADC-F04-ppt> [Zugriff am 14.12.2022].

- [59] M.F. Snoeij, A.J.P. Theuwissen, K.A.A. Makinwa, J.H. Huijsing, „Multiple-Ramp Column-Parallel ADC Architectures for CMOS Image Sensors“, IEEE Journal of Solid-State Circuits, Vol. 42, S. 2968-2977 (2007).
- [60] J.R. Janesick, „Scientific Charge-Coupled Devices“, SPIE Publications, Bellingham, USA (2001).
- [61] J. Hell, M. Horkel, E. Neubauer, C. Eisenmenger-Sittner, „Construction and characterization of a sputter deposition system for coating granular materials“, Vacuum, Vol. 84, S. 453-457 (2010).
- [62] G. Schmid, C. Eisenmenger-Sittner, J. Hell, M. Horkel, M. Keding, H. Mahr, „Optimization of a container design for depositing uniform metal coatings on glass microspheres by magnetron sputtering“, Surface & Coatings Technology, Vol. 205, S. 1929-1936 (2010).
- [63] G.H.S Schmid, C. Eisenmenger-Sittner, „A method for uniformly coating powdery substrates by magnetron sputtering“, Surface & Coatings Technology, Vol. 236, S. 353-360 (2013).
- [64] B. Bhushan, “Surface Roughness Analysis and Measurement Techniques”, Modern Tribology Handbook, CRC Press, Boca Rotan (2000).
- [65] V. Trivedi, N. Chaudhary, „Bioanalytical Techniques and Bioinformatics“ [Online]. Verfügbar: <https://nptel.ac.in/courses/102103044> [Zugriff am 22.12.2022].
- [66] „Rasterelektronenmikroskop“ [Online]. Verfügbar: <https://de.wikipedia.org/wiki/Rasterelektronenmikroskop> [Zugriff am 22.12.2022].
- [67] „Transmissionselektronenmikroskop“ [Online]. Verfügbar: <https://de.wikipedia.org/wiki/Transmissionselektronenmikroskop> [Zugriff am 22.12.2022].
- [68] R.K. Zheng, „Electron Energy Loss Spectroscopy“, Microscopy and Imaging Science: Practical Approaches to Applied Research and Education, Formatex Research Center (2017).
- [69] D. Feiertag, Diplomarbeit: „Anwendung von Standard-Scannertechnologie zur spektroskopischen Charakterisierung von metallischen und dielektrischen dünnen Schichten“, Wien: Technische Universität Wien (2011).
- [70] R. Glang, „Vakuum Evaporation“, L.I. Maissel, R. Glang, Handbook of Thin Film Technology, McGraw-Hill Book Company, New York (1970).

- [71] M. Smolle, Diplomarbeit: „Optische Eigenschaften von beschichteten transparenten Granulaten mit beliebiger Form“, Wien: Technische Universität Wien (2014).
- [72] J.H. Weaver, C. Krafka, D.W. Lynch, E.E. Koch, „Optical Properties of Metals“, Fachinformationszentrum Energie, Physik, Mathematik, Karlsruhe (1981)
- [73] „Brechungsindexdatenbank“ [Online].
Verfügbar: <https://www.filmetrics.de/refractive-index-database> [Zugriff am 22.12.2022].
- [74] E. Kretschmann, „Die Bestimmung optischer Konstanten von Metallen durch Anregung von Oberflächenplasmaschwingungen“, Zeitschrift für Physik, Vol. 241, S. 313-324 (1971).
- [75] E. Kretschmann „The angular dependence and the polarisation of light emitted by surface plasmons on metals due to roughness“, Optics Communications, Vol. 5, S. 331-336 (1972).
- [76] „DiaCool Heat Sinks - Innovative Heat Sink Materials“, RHP Technology, [Online].
Verfügbar: <https://www.rhp-technology.com/en/applications-products/thermal-management/diacool-heat-sinks> [Zugriff am 23.12.2022].
- [77] A.M. Zaitsev, „Optical Properties of Diamond“, Springer Verlag Berlin, Heidelberg (2001).
- [78] Y.N. Palyanov, I.N. Kupriyanov, A.G. Sokol, A.F. Khokhryakov, Y.M. Borzdov „Diamond Growth from a Phosphorus Carbon System at High Pressure High Temperature Conditions“, Crystal Growth Design, Vol. 11, S. 2599-2605 (2011).
- [79] H. Mei-Hua et al, „Effects of FeNi-phosphorus-carbon system on crystal growth of diamond under high pressure and high temperature conditions“, Chinese Phys. B, Vol. 24, No. 3 (2015).
- [80] S. Ferro, „Synthesis of diamond“, Journal of Materials Chemistry, Vol. 12, S. 2843-2855 (2002).
- [81] Y. N. Palyanov, A. F. Khokhryakov, Y.M. Borzdov, I.N. Kupriyanov, „Diamond Growth and Morphology under the Influence of Impurity Adsorption“, Crystal Growth Design, Vol. 13, S. 5411-5419 (2013).
- [82] I.N. Kupriyanov, A.F. Khokhryakov, Y.M. Borzdov, Y.N. Palyanov, „HPHT growth and characterization of diamond from a copper-carbon system“, Diamond & Related Materials, Vol. 69, S. 198-206 (2016).

- [83] M. Stieß, „Mechanische Verfahrenstechnik. Band 1: Partikeltechnologie. 3., vollständig neu bearbeitete Auflage“. Springer Verlag Berlin, Heidelberg (2009).
- [84] J. Balsam, M. Ossandon, Y. Kostov, H. A. Brucka, A. Rasooly, “Lensless CCD-based fluorometer using a micromachined optical Söller collimator”, Lab on a Chip, Vol. 11, S. 941-949 (2011).
- [85] „World Sustainable Energy Days 2015” [Online].
Verfügbar: <http://amanac.eu/workshops/wsed2015/?b5-file=1980&b5-folder=1981>
[Zugriff am 28. 12. 2022].
- [86] G.H.S Schmid, Dissertation: „A hybrid hydrolytic hydrogen storage system based on catalyst sputter-coated hollow glass microspheres“, Wien: Technische Universität Wien (2015).
- [87] G. Eklund, O. von Krusenstierna, “Storage and transport of merchant hydrogen,” International Journal of Hydrogen Energy, Vol. 8, S. 463-470 (1983).
- [88] „The role of Duran borsilicate glass 3.3 in laboratory applications” [Online].
Verfügbar: <https://www.dwk.com/resources/category/whitepapers> [Zugriff am 28. 12. 2022].
- [89] A. Eder, Dissertation: „Beschichtung fragiler Granulate im großen Maßstab - SuperBowl“ Wien: Technische Universität Wien (2017).
- [90] R.F. Bunshah, „Deposition Technologies for Films and Coatings: Developments and Applications“, Noyes Publications, New Jersey (1982).
- [91] „Metal Bond Diamond(MBD)“, Changsha 3Better Ultra-Hard Materials, [Online].
Verfügbar: <https://www.3betterdiamond.com/diamond-materials/synthetic-diamond-grits-and-powders/metal-bond-diamond.html> [Zugriff am 12.01.2023].
- [92] L. Weber, R. Tavangar, „Diamond-based Metal Matrix Composites for Thermal Management made by Liquid Metal Infiltration - Potential and Limits“, Advanced Materials Research, Vol. 59, S. 111-115 (2009).

10 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2-1 Übersicht des Messablaufes bis zur Verarbeitung am Rechensystem (Messaufbau, Transmissionsmessung, Digitalisierung durch Bildsensor, Bildsynthetisierung)	9
Abbildung 2-2 Übersicht der Weiterverarbeitung der Bildinformation am Rechensystem (Vorverarbeitung, Merkmalsextraktion, Dickenberechnung).....	10
Abbildung 2-3 Schematischer Aufbau eines MOS-Kondensators [27]	12
Abbildung 2-4 Ausleseprinzip eines CCD-Sensors [28].....	13
Abbildung 2-5 Auftreffende Elektronen lösen Elektronen aus dem Substrat; es bildet sich ein Elektron-Loch-Paar; das freie Elektron wandert in die Potentialmulde [27]	14
Abbildung 2-6 Front- und Backside-Illuminated CCD [27].....	16
Abbildung 2-7 exemplarische Quanteneffizienz von Front- und Backside-Illuminated CCDs [24]	16
Abbildung 2-8 Ausleseprinzip eines Interline Transfer CCDs: a) CCD nach Belichtung d.h. Ladungsbild b) die Ladungen aller Pixel werden in angrenzende, lichtunempfindliche Zellen verschoben, c) die Ladungen der untersten Zeile werden in das serielle Ausleseregister verschoben. d) Die Ladungspakete im Ausleseregister werden seriell in ein Spannungssignal umgewandelt. [28].....	17
Abbildung 2-9 Interline- und Frame-Transfer-CCD [27].....	18
Abbildung 2-10 links) Transport der im Pixel freigesetzten Ladungsträger zu einer einzigen Ausleseeinheit eines CCD-Sensors rechts) Ladungs/Spannungs Konversion direkt in jedem Pixel eines CMOS-Sensors [36].....	18
Abbildung 2-11 Übersicht und Vergleich der Ausleseverfahren verschiedener CCD- und CMOS-Sensortypen [36]	19
Abbildung 2-12 Prinzip-Darstellung eines Sensorsystems mit dichroitischem Filter [28]	21
Abbildung 2-13 Spektrale Empfindlichkeit von 3 Kanal On-Chip Farbsensoren	22
Abbildung 2-14 Prinzipieller Aufbau einer Bayermatrix [28].....	22
Abbildung 2-15 Schematische Übersicht der Funktionsweise (a) eines Auflichtscanners (Reflexionsmessung) (b) eines Durchlichtscanners (Transmissionsmessung)	26
Abbildung 2-16 Schematische Darstellung der in TFI implementierten Prozessschritte, vom Laden des Bildes über die Bildvorverarbeitung, Segmentierung, Merkmalsextraktion bis zur Schichtdickenberechnung und Aufbereitung und Ausgabe der Resultate.....	28

Abbildung 2-17 Digitalisierung eines Bildes (a) Analoges (stetiges) Bild, kontinuierlich sowohl in Helligkeit als auch in der Ortsauflösung (b) Digitales (diskretes) Bild mit quantisierter Helligkeit und Ortsauflösung als rechteckiges Schema [50]	29
Abbildung 2-18 Prinzip der Anwendung eines Faltungskerns H auf einen Pixel im Ursprungsbild I [50]	33
Abbildung 2-19 Begrenzung der Faltung an den Bildrändern [50]	33
Abbildung 2-20 Beispiele für Faltungskerne (Lineare Filter): a) Mittelwertfilter b) Gauß Filter (Glättung) c) Laplace Filter (2. Ableitung) [50]	34
Abbildung 2-21 a) Kreisförmiges Objekt im Graustufenbild b) Helligkeitsverlauf und erste Ableitung des Graustufenbildes [50]	35
Abbildung 2-22 Helligkeitsverlauf, erste und zweite Ableitung eines Graustufenbildes [50]	35
Abbildung 2-23 N4: Zwei getrennte Objekte in einer 4er Nachbarschaft; N8: Ein zusammenhängendes Objekt in einer 8er Nachbarschaft [51]	36
Abbildung 2-24 Kantenverfolgung zur Detektion einer Konturlinie eines Objektes beginnend vom selben Startpunkt: a) mit Hilfe einer 8er Nachbarschaft und Detektion eines geschlossenen Objektes b) mit Hilfe einer 4er Nachbarschaft und keiner Detektion eines geschlossenen Objektes	37
Abbildung 2-25 Diamantgranulat Mesh 40/50 auf Trägerfolie aufgenommen mittels Diascanner Nikon Super CoolScan 9000 ED	39
Abbildung 2-26 Bimodaler Bildaufbau ersichtlich im Helligkeitshistogramm der Diamantprobe und mögliche Separation zwischen Objekt- und Hintergrundpixel	39
Abbildung 2-27 beschichteter Diamant Mesh 40/50	41
Abbildung 2-28 In x Richtung abgeleitetes Bild einer Diamantprobe (a) erste Ableitung (b) zweite Ableitung	42
Abbildung 2-29 In y Richtung abgeleitetes Bild einer Diamantprobe (a) erste Ableitung (b) zweite Ableitung	42
Abbildung 2-30 Ergebnisbild nach Anwenden des Kombinationsoperators (a) einmaliges Anwenden (b) zweimaliges Anwenden	43
Abbildung 2-31 Linescan (Helligkeitsprofil) an einem Diamant	43
Abbildung 2-32 Linescan nach einmaliger Anwendung des Kombinationsoperators	44
Abbildung 2-33 Linescan nach zweimaliger Anwendung des Kombinationsoperators mit minimaler Kantensignifikanz für die Objekterkennung	44
Abbildung 2-34 Randunschärfe ersichtlich an einer Diamantprobe (Mesh 40/50)	46

Abbildung 3-1 Schematischer Aufbau einer Hohlkugelprobe (siehe Abschnitt 7.3). Schicht und Kugelwand können als optisch dünn betrachtet und zu den Schichtsystemen A und B zusammengefasst werden. Trägersubstrat und Kugelhohlraum sind als optisch dick zu betrachten.....	52
Abbildung 3-2 Durchgang einer elektromagnetischen Welle durch eine dünne Schicht.....	53
Abbildung 3-3 Inkohärente Reflexion zwischen zwei Grenzflächen.....	56
Abbildung 3-4 Richtungsabhängigkeit der Reflexion und Transmission am Interface A	57
Abbildung 3-5 Inkohärente Reflexion zwischen drei Grenzflächen.....	58
Abbildung 3-6 Fehlerquellen während der Bildsynthetisierung durch den Messaufbau (links) und deren Korrektur in der Bildverarbeitung durch ThinFilmInspect (rechts).....	60
Abbildung 3-7 Diskretisierung der Eingangsintensität bei steigender Schichtdicke durch den ADC bei verschiedenen Auflösungen des ADC a) ADC Auflösung 2/4/8 Bit b) ADC Auflösung 3/6/12 Bit. (Die Schichtdicke ist auf die Maximalschichtdicke bei 8 Bit Quantisierung normiert).....	68
Abbildung 3-8 Berechnete Schichtdicken nach Spannungsdiskretisierung durch den ADC bei ansteigender realer Schichtdicke a) ADC Auflösung 2/4/8 Bit b) ADC Auflösung 3/6/12 Bit; die jeweils letzte senkrechte Linie gibt die maximal detektierbare Schichtdicke an. (Die Schichtdicke ist auf die Maximalschichtdicke bei 8 Bit Quantisierung normiert)	69
Abbildung 3-9 Relativer Fehler der gemessenen Schichtdicke zur tatsächlichen Schichtdicke; Die letzte senkrechte Linie stellt den divergierenden Fehler durch die Schichtdickenobergrenze dar. (Die Schichtdicke ist auf die Maximalschichtdicke bei 8 Bit Quantisierung normiert).....	69
Abbildung 3-10 Linearer Zusammenhang zwischen maximal messbarer Schichtdickenobergrenze und ADC-Auflösung.....	70
Abbildung 3-11 Berechneter relativer Fehler dp (in %) der Schichtdicke als Funktion der Helligkeit H mit Kennzeichnung von 1% und 10% relativem Fehler als rote Linien.....	73
Abbildung 3-12 Gemessener relativer Fehler dp der Schichtdicke als Funktion der Helligkeit H einer Ag - Rampenprobe	74
Abbildung 3-13 Relativer Fehler dp gemessen / gerechnet (a) für niedrige Helligkeitswerte (b) für hohe Helligkeitswerte.....	74
Abbildung 3-14 Graustufenbild einer beschichteten Kunststoffolie zur Bestimmung der Beschichtungsratenverteilung einer Sputterquelle; Auswahl von zwei möglichen Kalibrationspunkten für $T=1 (H_1, T_1)$ und $T=0 (H_2, T_2)$	76

Abbildung 3-15 2-Punkt Kalibrierung an einer Silberrampe mit den Kalibrierungspunkten 1 und 2	77
Abbildung 3-16 Berechneter Schichtdickenverlauf für 1-Punkt und 2-Punkt Kalibrierung	77
Abbildung 3-17 Schichtdicken für 1-Punkt und 2-Punkt Kalibrierung mit relativem Fehler ..	79
Abbildung 3-18 Schichtdicken der 1-Punkt und 2-Punkt Kalibrierung verglichen mit der linearen Rampe (mit den zugehörigen absoluten Fehlern)	80
Abbildung 3-19 Relative Fehler der 1-Punkt und 2-Punkt Kalibrierung bezogen auf die lineare Rampe	80
Abbildung 3-20 Typischer Verlauf der Fehlergröße $f(d)$ mit gesuchtem Minimum	82
Abbildung 3-21 Ableitung der Fehlergröße $f'(d)$ mit gekennzeichneten Stützstellen (die farbliche Kodierung der Stützstellen stellt den zugehörigen Iterationsschritt dar)	82
Abbildung 4-1 Schematische Darstellung einer Aufdampfanlage [8 S. 73].....	84
Abbildung 4-2 Schematische Darstellung des DC Sputterprozesses [90].....	85
Abbildung 4-3 Planetenschalen-Sputteranlage, montiert am Deckel der Vakuumkammer (a) Photographie (b) Prinzipzeichnung (Längenangaben in mm) [61]	89
Abbildung 4-4 (a) Unbeschichtetes Mesh 70/80 Diamantgranulat (b) Vergrößerte Ansicht des selben Granulates	89
Abbildung 4-5 TK-Hai Schale zu Beschichtung von Mikroglashohlkugeln (a) Querschnitt (b) Prinzipzeichnung [62].....	90
Abbildung 4-6 TK- Hai Schale mit Diamantgranulatfüllung in der Beschichtungskammer ...	91
Abbildung 4-7 3D Rendering der Beschichtungschale (1) mit steilen Innenwänden (a) und Mischfinne (b) sowie der Stoßplatte (2) [63].....	91
Abbildung 4-8 3D Modell der Großserien TK-Schale mit Stoßplatte [3].....	92
Abbildung 4-9 (a) Magnetsystem im Schalenkegel zur Plasmaätzung am Granulat (b) Gezündetes Plasma oberhalb des Magnetsystems [3]	93
Abbildung 4-10 Übersicht taktile Profilometrie	94
Abbildung 4-11 Elektronenkanonen (a) Wolfram Wehnelt (b) FEG [65]	95
Abbildung 4-12 Wechselwirkungsprodukte des Elektronenstrahls mit der Probenoberfläche [66]	95
Abbildung 4-13 Übersicht des Strahlengangs eins TEM [67]	97
Abbildung 5-1 Spektralverteilung der Lichtquelle des Nikon Super CoolScan 9000 ED	100
Abbildung 5-2 Prinzipskizze des Substrathalters (a) Draufsicht aus Sicht der Verdampfungsquelle (b) Frontansicht (c) Seitenansicht	101

Abbildung 5-3 Foto des Substrathalters für die Sputteranlage	101
Abbildung 5-4 Skizze der Vakuumkammer mit Substrathalter, Vakuumdurchführung, Treiberstufe, USB Interface und PC.....	102
Abbildung 5-5 Prinzipieller Strahlengang innerhalb eines Fabry-Pérot-Interferenzfilters	104
Abbildung 5-6 Schematische Darstellung der Farbgewinnung am Bildsensor anhand der wellenlängenabhängigen Quanteneffizienz (QE) und der spektralen Breite der Farbfilter ...	107
Abbildung 5-7 Überlagerung der Durchlassbereiche eines rampenförmigen Fabry-Pérot-Filters und der Spektralbereiche der einzelnen Farbkanäle	108
Abbildung 5-8 Ortsaufgelöster Intensitätsverlauf in den einzelnen Farbkanälen bei Transmissionsmessung an einem rampenförmigen Fabry-Pérot-Interferenzfilter.....	109
Abbildung 5-9 Schematische Darstellung des idealen Aussehens eines Graustufenbildes bei Transmissionsmessung an einem rampenförmigen Fabry-Pérot-Filter mittels 3-Kanal-Bildsensor. Die drei Maxima in den Farbkanälen sind räumlich völlig separiert (die in Abbildung 5-12 - Abbildung 5-14 dargestellten Transmissionen entsprechen den Transmissionen an den Positionen 1 - 3).....	109
Abbildung 5-10 Schematische Darstellung des Dickenverlaufs der Spacerschicht des rampenförmigen Fabry-Pérot-Filters. Farbmaxima der Farbkanäle sind hier nur als Markierung eingezeichnet, sie sind in realen Proben nicht zu sehen.	109
Abbildung 5-11 Schematische Darstellung des Transmissionsspektrums eines rampenförmigen Fabry-Pérot-Interferenzfilters an drei verschiedenen Positionen (a,b,c) am Filter. Die Spacerdicke d steigt von Position x_1 hin zu Position x_3 linear an.....	110
Abbildung 5-12 Überlagerung der Durchlassbereiche des Fabry-Pérot-Filters an Position 1 (siehe Abbildung 5-9) und des Spektralbereiches des Grün-Kanals.....	111
Abbildung 5-13 Überlagerung der Durchlassbereiche des Fabry-Pérot-Filters an Position 2 (siehe Abbildung 5-9) und des Spektralbereiches des Grün-Kanals.....	111
Abbildung 5-14 Überlagerung der Durchlassbereiche des Fabry-Pérot-Filters an Position 3 (siehe Abbildung 5-9) und des Spektralbereiches des Grün-Kanals.....	111
Abbildung 5-15 Schematische Darstellung der in x Richtung gemessenen Intensität im Grün-Kanal des Bildsensors.....	112
Abbildung 5-16 Profil der Shutterposition als Funktion der Zeit während der Rampenbeschichtung.....	113
Abbildung 5-17 Schematische Darstellung des Schichtprofils der erzeugten Fabry-Pérot Interferenzfilter.....	115

Abbildung 5-18 Verschiebung der Interferenzmaxima in die Mitte der Rampe durch die Offsetschicht	115
Abbildung 5-19 Transmissionsbild eines rampenförmigem Fabry-Pérot-Filters, gescannt mit Nikon Super CoolScan 9000 ED; Die Maxima in den Farbkanälen sind deutlich sichtbar ...	116
Abbildung 5-20 Messaufbau zur orts aufgelösten Spektralanalyse; Schrittmotor und Spektrometerstative sind fest auf der Messplatte montiert	117
Abbildung 5-21 Rampenförmiges Fabry-Pérot-Interferenzfilter gescannt mit Nikon Super CoolScan 9000 ED mit eingezeichnetem Messraster der orts aufgelösten Spektralanalyse (Kalibrationsstufe an MP 0, dünnste Spacer Schicht an MP 20)	118
Abbildung 5-22 Transmissionsspektren des Fabry-Pérot-Interferenzfilters an den Messpunkten MP 19 – MP 1 der Serie S1 a) MP16-19 b) MP11-15 c) MP6-10 d) MP1-5...	118
Abbildung 5-23 Anteil des Transmissionsspektrums der Ag Spiegel am Gesamtspektrum ..	119
Abbildung 5-24 Transmissionsspektren des Fabry-Pérot-Interferenzfilters an den Messpunkten MP 19 – MP 1 nach Abzug des Ag Spiegelanteils und Fit der Maxima 1. Ordnung mittels Gauß Glockenfunktion	120
Abbildung 5-25 Kalibrationsgerade für die Serie 1 des Fabry-Pérot-Interferenzfilters	120
Abbildung 5-26 Linescan entlang Serie S1 in ThinFilmInspect (TFI).....	121
Abbildung 5-27 Helligkeitsverlauf entlang der Linescanlinie S1 in den drei Farbkanälen. Die Stufe ist an Position 0 erkennbar.....	121
Abbildung 5-28 Kalibrationsgerade für die Serie 1 des Fabry-Pérot-Interferenzfilters mit eingezeichneten Maximaposition der Farbkanäle ermittelt mittels Linescan in ThinFilmInspect	122
Abbildung 5-29 Rampenförmiges Fabry-Pérot-Interferenzfilter aufgenommen mittels iDS UI-1465 LE – C am Reichert-Jung Polyvar Met; Gesamtbild zusammengesetzt aus Einzelmessungen	123
Abbildung 5-30 Linescans in ThinFilmInspect der Transmissionsbilder aufgenommen mit iDS UI-1465 LE – C (oben) und Nikon Super CoolScan 9000 ED (unten).....	123
Abbildung 5-31 Helligkeitsverlauf entlang der Linescanlinie (a) iDS UI-1465 LE – C (b) Nikon Super CoolScan 9000 ED.....	123
Abbildung 5-32 Transmissionsbild eines rampenförmiges Fabry-Pérot-Interferenzfilter mit mehreren Interferenzmaxima verschiedener Ordnungen (1-4).....	125
Abbildung 5-33 Linescan des in Abbildung 5-32 dargestellten rampenförmigen Fabry-Pérot-Interferenzfilters	126

Abbildung 5-34 Oberfläche von ThinFilmInspect bei Auswertung des rampenförmigen Fabry-Pérot-Interferenzfilters aus Abbildung 5-32. Der Helligkeitsverlauf der Farbkanäle ist entlang des Linescans dargestellt. 126

Abbildung 5-35 Berechnungsfenster (Modul DielectricCalc) von TFI; Es zeigt die berechneten Transmissionskurven nach bestmöglichem Fit an die Transmissionen an den Messwellenlängen entlang der Linescanpositionen (Teil 1 a-h). Die Ordnung des Interferenzmaximums ist über dem Maximum eingefügt..... 127

Abbildung 5-36 Berechnungsfenster (Modul DielectricCalc) von TFI; Es zeigt die berechneten Transmissionskurven nach bestmöglichem Fit an die Transmissionen an den Messwellenlängen entlang der Linescanpositionen (Teil 2 i-n). Die Ordnung des Interferenzmaximums ist über dem Maximum eingefügt..... 128

Abbildung 5-37 Schichtdickenberechnung der Spacerschicht des Multi-Maxima Fabry-Pérot-Interferenzfilters mittels Fit durch ThinFilmInspect (d_{spacer} TFI) und mittels einfacher Rechnung (d_{spacer} calc)..... 129

Abbildung 5-38 Schichtdickenberechnung einer Spiegelschicht des rampenförmigen Fabry-Pérot-Interferenzfilters mittels Fit durch ThinFilmInspect..... 129

Abbildung 5-39 Ansicht einer Ag Stufenprobe im Anzeigefenster von ThinFilmInspect mit Linescan über eine Stufe..... 132

Abbildung 5-40 Transmissionsbilder der mittels TFI vermessenen Stufenproben mit Schichtmaterial (Ag) Stufe Ag_20_8_5_25W, (Cu) Stufe Cu_20_8_5_100W, (Cr) Stufe Cr_20_8_5_200W, (Mo) Stufe Mo_20_8_5_200W, (W) Stufe W_20_8_5_200W_II 133

Abbildung 5-41 Transmissionsbilder der mittels TFI vermessenen Rampenproben mit Schichtmaterial (Al) Rampe_Al, (Ti), Rampe_Ti, (Au), Rampe_Au 134

Abbildung 5-42 Näherung der Transmissionskurven der Proben (Ag) Stufe Ag_20_8_5_25W, (Cu) Stufe Cu_20_8_5_100W, (Cr) Stufe Cr_20_8_5_200W, (Mo) Stufe Mo_20_8_5_200W, (W) Stufe W_20_8_5_200W_II..... 135

Abbildung 5-43 Näherung der Transmissionskurven der Proben (Al) Rampe_Al, (Ti) Rampe_Ti, (Au) Rampe_Au 136

Abbildung 5-44 Berechnete Schichtdicken entlang der Linescans der Proben (Ag) Ag_20_8_5_25W, (Cu) Cu_20_8_5_100W, (Cr) Cr_20_8_5_200W, (Mo) Mo_20_8_5_200W, (W) W_20_8_5_200W_II..... 137

Abbildung 5-45 Berechnete Schichtdicken entlang der Linescans der Proben (Al) Rampe_Al, (Ti) Rampe_Ti, (Au) Rampe_Au 138

Abbildung 5-46 Probenbilder von metallischen, rampenförmigen Einfachschichten für die Materialien Al, Ti, Cu, Mo, Ag, Au; aufgenommen mit dem Nikon Super CoolScan 9000 ED	139
Abbildung 5-47 Au-Rampenprobe in TFI a) Probenbild und Helligkeitsverlauf entlang des markierten Linescans b) Schichtdickenbild und berechnete Schichtdicke entlang des Linescans (die errechnete Schichtdickenobergrenze für Au (105,8nm) ist ausgegraut eingezeichnet)	140
Abbildung 5-48 Ultradünne Ag-Rampenprobe in TFI a) Probenbild und Helligkeitsverlauf entlang des markierten Linescans b) Schichtdickenbild und berechnete Schichtdicke entlang des Linescans c) Vergleich mit der lineareren Rampe (die Schichtdickenuntergrenze für Ag (6-12nm) ist ausgegraut/schraffiert eingezeichnet).....	140
Abbildung 5-49 Messbereichsgrenzen der Schichtdickenmessung dargestellt an metallischen Einfachschichten in Rampenform (Teil 1). Bereiche außerhalb des Messbereichs sind schraffiert dargestellt.	141
Abbildung 5-50 Messbereichsgrenzen der Schichtdickenmessung dargestellt an metallischen Einfachschichten in Rampenform (Teil 2). Bereiche außerhalb des Messbereichs sind schraffiert dargestellt.	142
Abbildung 5-51 Schematischer Messaufbau einer Profilometermessung einer Stufenprobe; die Prüfspitze ist über der Kalibrierstufe positioniert	143
Abbildung 5-52 SEM Aufnahme von Stufe 5 der Probe Ag 20_8_5 25W im Querschliff...	144
Abbildung 5-53 Vergleich der mittels FEG SEM (<i>d SEM</i>), Kalibrierstufenmessung SEM (<i>d SEM KS</i>), Kalibrierstufenmessung Profilometer (<i>d PM KS</i>) und TFI (<i>d TFI</i>) ermittelten Schichtdicken der einzelnen Stufen der Stufenproben Ag, Cu, Cr, Mo und W	145
Abbildung 6-1 (a) Auswahl unbeschichteter Mesh 40/50 Diamanten, sortiert durch TFI (b) Mixtur Cu-beschichteter und unbeschichteter HGMS (hollow glass microspheres) im Durchlichtmikroskop.....	149
Abbildung 6-2 Diamantgranulat QM MBD4 Mesh 40/50 in Probenbehälter a) unbeschichtet b) Ag beschichtet (Maßstab im Hintergrund in mm)	150
Abbildung 6-3 Unterschiedliche Diamantmorphologien, mit gleichseitigem Habitus und verschiedener Tracht: (a, f) Hexaeder, (b, g) gestutzter Hexaeder, (c, h) Hexoktaeder, (d, i) gestutzter Oktaeder und (e, j) Oktaeder, gesehen jeweils aus Richtung [1,0,0] (a, b, c, d, e) und Richtung [1, 1, 1] (f, g, h, i, j)	152

Abbildung 6-4 Typische Formen synthetischer Diamanten im Scannerbild (a) gestutzer Oktaeder in [1, 1, 1] Richtung, nahezu ausschließlich auftretend in den Diamantproben mit Mesh 40/50 (b) Hexaedrische Tracht (Hexaeder bis Hexoktaeder) in [1, 0, 0] Richtung, in geringen Beimengungen auftretend in Proben mit Mesh 70/80 (Hauptform weiterhin gestutzer Oktaeder).....	153
Abbildung 6-5 Diaträger mit beklebtem Klebeband, ohne und mit Bestreuung von Mesh 40/50 Diamanten (Maßstab am Bildrand in cm).....	154
Abbildung 6-6 Günstig gewählte Bestreuungsdichte für Mesh 40/50 Diamanten (a) im Scanbild (b) nach der Objekterkennung	155
Abbildung 6-7 Noch günstig gewählte Bestreuungsdichte für Mesh 70/80 Diamanten (a) im Scanbild (b) nach der Objekterkennung. Es ist bereits ein deutlicher Wegfall von dicht liegenden Objektglomeraten zu erkennen.....	156
Abbildung 6-8 Ungünstig gewählte Bestreuungsdichte für Mesh 325/400 Diamanten (a) im Scanbild (b) nach der Objekterkennung. Die Objekte im Zentrum liegen so dicht, dass sie nicht mehr aufgelöst werden können.....	156
Abbildung 6-9 Seitenansicht von synthetische Diamanten in Form von gestutzten Oktaedern liegend am Klebeband mit realistischen Größenverhältnissen für Mesh 40/50 Diamanten (a) mit vollkommen plan aufliegender Oktaederfläche (b) leicht verkippt durch zufälliges Auftreffen am Klebestreifen	157
Abbildung 6-10 Vergleich berechnete Transmission eines Naturdiamanten Typ Iia und der gemessenen Transmission an synthetischem Diamanten vom Typ SumiCrystal ECO und QM MBD4	158
Abbildung 6-11 Kunstdiamant 4x4x2mm ³ (a) in Draufsicht und (b) in der Halterung zur Reflexions- und Transmissionsmessung (Maßstab im Hintergrund in mm)	159
Abbildung 6-12 Transmission und Reflexion an und zwischen den beiden Diamantgrenzflächen A und B.....	160
Abbildung 6-13 Messaufbau zur Transmissionsmessung	163
Abbildung 6-14 Transmissionsmessung am Kunstdiamant SC Typ ECO Ib; Bei kürzeren Wellenlängen sinkt die Transmission deutlich	163
Abbildung 6-15 Schematischer Aufbau des Kombinationsmesskopfs in Draufsicht	164
Abbildung 6-16 Messaufbau Reflexionsmessung (a) Messkammer innen (b) Messkammer außen. In dieser Abbildung nicht zu erkennen sind am Filz und an der Außenseite der Messkammer angebrachte Markierungen zur reproduzierbaren Positionierung des Messkopfs,	

sowie eine Markierung am Filz zur exakten Positionierung des Diamanten unter dem Messkopf.....	165
Abbildung 6-17 Schematischer Ablauf der Reflexionsmessung mit Referenzspiegel.....	166
Abbildung 6-18 Reflexionsmessung am Kunstdiamanten SC Typ ECO Ib gemessen mit dem jeweiligen Referenzspiegel (a) nicht korrigiert (b) korrigiert um die Reflexion des Referenzspiegels.....	167
Abbildung 6-19 Gemittelte gemessene Reflexion des Kunstdiamanten SC Typ ECO Ib.....	168
Abbildung 6-20 Aus gemessener Reflexion und Transmission ermittelte Absorption des Kunstdiamanten SC Typ ECO Ib	168
Abbildung 6-21 Berechneter Extinktionskoeffizient und Deckelung des Extinktionskoeffizienten.....	169
Abbildung 6-22 Gesamtübersicht und Vergleich der mittels Spektrometer gemessenen und der mittels Extinktionskoeffizienten berechneten Transmission, Reflexion und Absorption	170
Abbildung 6-23 Vergleich der Transmission von synthetischen Diamanten gemessen mittels Scanner, von synthetische Diamanten berechnet mittels TFI und von Naturdiamanten Typ Iia für jeweils a) QM MBD4 Mesh 40/50 und b) QM MBD4 Mesh 70/80.....	170
Abbildung 6-24 Übersicht Prozessschritte - Morphologische Filterung	171
Abbildung 6-25 Ausschnitt eines Scanbildes einer Mesh 40/50 Probe Ag beschichtet.....	172
Abbildung 6-26 Partikel dargestellt durch Konturlinie mit geometrischem Mittelpunkt und konvexer Hülle (a) geometrischer Mittelpunkt liegt im inneren der Objektkontur (b) geometrischer Mittelpunkt liegt außerhalb der Objektkontur.....	173
Abbildung 6-27 Mittlerer Partikelradius r_{avg}	173
Abbildung 6-28 Rundheit t	174
Abbildung 6-29 Feret-Durchmesser der gezeigten Objektkontur (a) Minimaler Feret-Durchmesser (b) Maximaler Feret-Durchmesser	174
Abbildung 6-30 Übersicht Prozessschritte - Randentfernung	175
Abbildung 6-31 Unbeschichtete (a) und Ag beschichtete (b) Mesh 40/50 Diamanten mit manuell weiß umrandeten Auswerteflächen. Die Auswerteflächen sind zur Schichtdickenberechnung geeignet, da sie antipodale Flächen darstellen, die umliegenden Facetten nicht.	176
Abbildung 6-32 Pixelstatistiken (Verteilungen je Pixel) einer Mesh 40/50 Diamant Mischprobe (unbeschichtet, Ag beschichtet, Mischverhältnis 1:1), extrahiert aus TFI (a) Helligkeitsverteilung nach Randerosion (b) berechnete Schichtdicken.....	178

Abbildung 6-33 Gegenüberstellung der Schichtdickenverteilung in (a) Pixel- und (b) Objektstatistik einer Mesh 40/50 Diamant Mischprobe (unbeschichtet, Ag beschichtet, Mischverhältnis 1:1).....	179
Abbildung 6-34 Typische Scanbild einer unbeschichteten Diamant Mesh 40/50 Probe, aufgenommen mittels Nikon Super CoolScan 9000ED	180
Abbildung 6-35 Typische Helligkeitsverteilung in einem Diamant Mesh 40/50 Scanbild, aufgenommen mittels Nikon Super CoolScan 9000ED	180
Abbildung 6-36 Verteilung des mittleren Partikelradius (a) vor der morphologischen Filterung (b) nach der Filterung, d.h. Elimination von Staub, Schmutz und Agglomeraten.....	182
Abbildung 6-37 Verteilung der Partikelrundheit (a) vor der morphologischen Filterung (b) nach der Filterung, d.h. Elimination von Staub und Schmutz und Agglomeraten.....	182
Abbildung 6-38 Helligkeitsverteilung in den drei Farbkanälen (r, g, b) von Probenbildern von a) unbeschichteten b) mit ~20nm Ag beschichteten Mesh 40/50 Diamanten	183
Abbildung 6-39 Helligkeitsverteilungen im Rot-Kanal eines Probenbildes von unbeschichteten Mesh 40/50 Diamanten bei zielwertgerichteter Randerosion	184
Abbildung 6-40 Erosionsschritte Mesh 40/50 unbeschichtet (a) Ausgangspartikel (b) Schritt 1: Entfernung Fokussierungsunschärfe (c) Schritt 2: Zielwertgerichtete Erosion mittlere Helligkeit (d) Schritt 3: Zielwertgerichtete Erosion Pixelbasiert (e) Schritt 4: Glättungsschritt (f) Erodierete Messbereiche gekennzeichnet im Ausgangspartikel.....	185
Abbildung 6-41 Ergebnisse der Partikelerosion, Schritte sind farbkodiert (a) Gesamtübersicht am Partikel (b) Helligkeitsverteilungen nah dem jeweiligen Erosionsschritt.....	186
Abbildung 6-42 Helligkeitsverteilungen im Rot-Kanal eines Probenbildes von Ag-beschichteten Mesh 40/50 Diamanten bei zielwertgerichteter Randerosion	186
Abbildung 6-43 Erosionsschritte Mesh 40/50 Ag (100W 180s) beschichtet (a) Ausgangspartikel (b) Schritt 1: Entfernung Fokussierungsunschärfe (c) Schritt 2: Zielwertgerichtete Erosion Pixelbasiert für Entfernung reflektierender Facetten (d) Schritt 3: Glättungsschritt, (e) Schritt 4: Zielwertgerichtete Erosion mittlere Helligkeit (f) Schritt 5: Zielwertgerichtete Erosion Pixelbasiert (g) Schritt 6: Glättungsschritt (h) Erodierete Messbereiche gekennzeichnet im Ausgangspartikel.....	188
Abbildung 6-44 Ergebnisse der Partikelerosion, Schritte sind farbkodiert (a) Gesamtübersicht am Partikel (b) Helligkeitsverteilungen nah dem jeweiligen Erosionsschritt.....	189
Abbildung 6-45 Erodierete Messbereiche mit überlagerten Sechseckflächen der gestutzten Oktaeder-Form (a) Mesh 40/50 unbeschichtet (b) Mesh 40/50 Ag-beschichtet.....	189

Abbildung 6-46 Erodierte Messbereiche mit manuell gekennzeichneten, erwarteten Messbereichen (a) Mesh 40/50 unbeschichtet (b) Mesh 40/50 Ag-beschichtet	189
Abbildung 6-47 Helligkeitsverteilungen im Rot-Kanal eines Probenbildes bei iterativer Randentfernung von unbeschichteten QM MBD4 Mesh 40/50 Diamanten.....	191
Abbildung 6-48 Helligkeitsverteilungen im Rot-Kanal eines Probenbildes bei iterativer Randentfernung von Ag-beschichteten QM MBD4 Mesh 40/50 Diamanten.....	191
Abbildung 6-49 Gegenüberstellung der Helligkeitsverteilungen in den Farbkanälen Rot, Grün, Blau nach Abschluss der jeweiligen Messbereichserosion für unbeschichtete und Ag-beschichtet QM MBD4 Mesh 40/50 Diamanten.....	192
Abbildung 6-50 Schichtdickenverteilung einer Ag-beschichteten Mesh 40/50 Diamantprobe nach unterschiedlichen Erosionsprozessen in Pixelstatistik	194
Abbildung 6-51 Schichtdickenverteilung einer Ag-beschichteten Mesh 40/50 Diamantprobe nach unterschiedlichen Erosionsprozessen in Objektstatistik.....	194
Abbildung 6-52 Berechnete Schichtdicke an unbeschichteten Mesh 40/50 Diamanten, (Teil 1: Vorauswahl Schichtmaterialien Ag, Cu, Al, Ti)	195
Abbildung 6-53 Berechnete Schichtdicke an unbeschichteten Mesh 40/50 Diamanten, (Teil 2: Vorauswahl Schichtmaterialien Cr, Mo, W).....	196
Abbildung 6-54 Aus Transmessungen mittels TFI berechnete Schichtdicke an beschichteten Mesh 40/50 Diamanten, (Schichtmaterial Ag, Cu, Cr, Mo, W). Man beachte die unterschiedlichen Skalierungen der x Achse.	198
Abbildung 6-55 SEM-Messung einer Ag-Probe a) Übersicht des gesamten FIB Schnitts b) Vergrößerung des freigelegten Querschnitts	199
Abbildung 6-56 Verschiedene Schichtdickenmesspunkte an den Querschnittsbildern Probe Ag, Cu, Mo, Cr und W	200
Abbildung 6-57 Querschnitt der Probe Ag im HAADF-Bild. Die hellen Schatten wurden als Verschmierung des Ag-Materials aus der Ag-Schicht, entstanden bei der Probenpräparation, interpretiert.....	201
Abbildung 6-58 Querschnitt der Probe Cu im Kontrastbild.....	202
Abbildung 6-59 HAADF-Bild der Mo-Probe, die Mo-Schicht ist nicht eindeutig zu erkennen	202
Abbildung 6-60 EDX-Auswertebild des Mo-Querschnitts. (a) HAADF-Bild mit Markierung des EDX-Auswertebereichs; (b) Aufgenommenes EDX-Spektrum mit markiertem Mo-Peak;	

(c) Intensität im HAADF-Bild entlang des Linescans im HAADF-Bild; (d) Anzahl der Mo-Peak-Counts entlang des Linescans	203
Abbildung 6-61 HAADF-Bild des Querschnitts der Cr-Probe	204
Abbildung 6-62 EELS-Auswertebild des Cr-Querschnitts. (a) HAADF-Bild mit Markierung des EELS-Auswertebereichs (b) Aufgenommenes EELS-Spektrum mit markiertem Cr-Peak; (c) Elektronenintensität im HAADF-Bild entlang des Linescans im HAADF-Bild; (d) Anzahl der Cr-Peak-Counts entlang des Linescans	205
Abbildung 6-63 HAADF-Bild des Querschnitts der W-Probe	206
Abbildung 6-64 EELS-Auswertebild des W Querschnitts. (a) HAADF-Bild mit Markierung des EELS-Auswertebereichs; (b) Aufgenommenes EELS-Spektrum mit markiertem C-Diamant-Peak; (c) Intensität im HAADF-Bild entlang des Linescans im HAADF-Bild; (d) Anzahl der C-Diamant-Peak-Counts entlang des Linescans	207
Abbildung 6-65 Beschichtungsdaten der in Abschnitt 5.3.1 beschriebenen Stufenproben	208
Abbildung 6-66 Vergleich der absoluten Schichtdicken an den Mesh 40/50 Diamanten und der Schichtdickenabschätzung bezogen auf die Ag-beschichtete Mesh 40/50 Probe.....	209
Abbildung 7-1 Kreuztisch PI M-686.D64 1) Obere Platte (Y-Achse) 2) Untere Platte (X-Achse) 3) Grundkörper 4) Anschlusskabel (siehe Anhang C).....	213
Abbildung 7-2 LED-Grundplatte a) Konstruktionszeichnung (Maße in mm) b) Schrägriss .	214
Abbildung 7-3 LED-Grundplatte a) mit Mega Zenigata LED ohne Glasplatte b) mit aufgesetzter Milchglasplatte und eingeschalteter Mega Zenigata LED	214
Abbildung 7-4 a) LED-Grundplatte montiert auf dem Reichert-Jung Polyvar b) modifiziertes Reichert-Jung Polyvar mit aufgelegtem Diaträger c) Messbereich des modifizierten Reichert-Jung Polyvar mit aufgelegtem Diaträger im Hochkontrast fotografiert	215
Abbildung 7-5 a) Hülse b) Kollimator-Zylinder, c) Lochblende d) Klarglasplatte e) Milchglasplatte für den LED-Aufsatz (Papierraster = 5mm)	216
Abbildung 7-6 a) Montage des Kreuztisches auf der LED-Grundplatte b) Al-Hülse mit großer Bohrung (Ø 8mm) über dem LED-Array c) Kollimator-Zylinder mit feiner Bohrung (Ø 2mm) auf der Hülse d) Glasplatte in der Halterung über dem Kollimator-Zylinder und bei eingeschaltetem LED-Array (die Glasplatte ist um ca. 45° zur Halterung gedreht).....	217
Abbildung 7-7 Kreuztisch mit eingelegter Glasplatte und Probenhalter	217
Abbildung 7-8 Abdeckung der Objektiveneinheit durch schwarzen Fotokarton	218
Abbildung 7-9 Gesamtmessaufbau am Reichert-Jung Polyvar a) Messrechner mit Kamerasoftware, b) Mikroskop mit Kamera und Streulichtabdeckung, c) Kreuztisch mit LED-	

Halterung und Probenaufgabe, d) Netzteil für das LED-Array, e) Treiberstufe für den Kreuztisch, f) Kreuztischsteuerung	219
Abbildung 7-10 Schematische Darstellung des Berechnungsmodells für Hohlsubstrate	221
Abbildung 7-11 Simulierter Strahlengang durch ein Cu-beschichtetes Hohlkugelsubstrat aus SiO ₂ bei einer Wellenlänge von 604nm. (links) illustrative Abmessungen (rechts) realistische Abmessungen von HGMs	222
Abbildung 7-12 Simulierter Strahlengang durch ein Cu-beschichtetes Hohlkugelsubstrat aus SiO ₂ bei einer Wellenlänge von 504nm. (links) illustrative Abmessungen (rechts) realistische Abmessungen von HGMs	223
Abbildung 7-13 Ausleuchtungskorrektur mittels Kalibrationsbild am Beispiel einer Kugelprobe dargestellt.....	226
Abbildung 7-14 Linescans der in Abbildung 7-13 dargestellten Probenbilder a) unkorrigiertes Probenbild b) Kalibrationsbild c) korrigiertes Probenbild	226
Abbildung 7-15 Gegenüberstellung des Strahlengangs von LED zur Probe für die Probenaufgaben a) Milchglas b) Klarglas c) Lochblende d) Kollimator	228
Abbildung 7-16 Übersicht von Probenbildern von Cu-beschichteten HGMs aufgenommen mit unterschiedlichen Probenaufgaben a) Milchglas b) Klarglas c) Lochblende d) Kollimator ...	229
Abbildung 7-17 Verteilung der Objektdurchmesser nach der morphologischen Filterung a) Milchglas b) Klarglas c) Blende d) Kollimator.....	230
Abbildung 7-18 a) Fits an die Verteilungen der Objektdurchmesser; der häufigste Durchmesser aller Proben liegt bei ca. 30 µm. b) Summen der Verteilung der Objektdurchmesser	230
Abbildung 7-19 Verteilungen der Schichtdicken je Objekt a) Milchglas b) Klarglas c) Blende d) Kollimator.....	231
Abbildung 7-20 a) Fits an die Verteilungen der Schichtdicken je Objekt b) Verteilung der Schichtdicken je Objekt	232
Abbildung 7-21 Probenbild mit deutlich unterschiedlichen Partikelhelligkeiten für eine Probe mit 1,5h Beschichtungszeit. Unterschiedliche Helligkeiten lassen auf unterschiedliche Schichtdicken schließen.....	233
Abbildung 7-22 Verteilung der Objektradien bei Filterung nach Radius in Pixel: [10,120], [10,20], [20,120]. Die Verteilungen sind auf das Peakmaximum normiert.....	234
Abbildung 7-23 Verteilung der Schichtdicke für die Übermenge, Spezies 1 und Spezies 2 nach a) 1,5h b) 3,5h c) 5,5h d) 7,5h e) 13,5h Beschichtungszeit	235

Abbildung 7-24 Verteilungssummen der Schichtdicken für die Radien a) [10,120], b) [10,20] c) [20,120].....	237
Abbildung 7-25 Einfluss der Radius Selektion auf die ermittelte Schichtdicke	237
Abbildung 7-26 Streudiagramm der beschichteten Partikel als Scatter-Plot nach a) 1,5h b) 3,5h c) 5,5h d) 7,5h e) 13,5h Beschichtungszeit	238
Abbildung 7-27 Partikeldichten der Streudiagramme der beschichteten Partikel als Kontour-Plot nach a) 1,5h b) 3,5h c) 5,5h d) 7,5h e) 13,5h Beschichtungszeit	238
Abbildung 7-28 Vergleich TFI Messungen mit anderen Messmethoden a) Übermenge b) Spezies 1 c) Spezies 2.....	239
Abbildung 7-29 Vergleich TFI-Messungen mit anderen Messmethoden für die Übermenge	240
Abbildung 7-30 Probenbild beschichteter (dunkel) und unbeschichteter (hell) HGMs (Bild direkt aus TFI entnommen).....	241
Abbildung 7-31 a) Linescan über unbeschichtete HGMs b) Helligkeiten entlang des Linescans in den Farbkanälen Rot, Grün und Blau. Die Helligkeiten der unbeschichteten Kugeln sind vom Hintergrund kaum zu unterschieden.....	241
Abbildung 7-32 a) Kanten detektierter Objekte in TFI b) Nach Radius- und Rundheitsfilterung übrigbleibende Objekte.....	242
Abbildung 7-33 Schichtdickenverteilung und Objektsumme nach Schichtdickenauswertung mit TFI. 2 unterschiedliche Spezies sind erkennbar, aber im Verhältnis 1:1.	243
Abbildung 7-34 a) Übertrag des Probenbildes in ein Binärbild b) Erfolgte Erosion des Binärbildes c) daraus resultierende Objekte nach Multiplikation des erodierten Binärbildes mit dem Ausgangsbild.....	244
Abbildung 7-35 Vergleich der Probenbilder nach a) reiner Objekterkennung b) Objekterkennung mit vorhergehender Binärbilderosion	244
Abbildung 7-36 Vergleich der Verteilungen und Objektsummen ohne und mit erfolgter Binärbilderosion. In beiden Fällen sind zwei Spezies zu erkennen. Mit erfolgter Binärbilderosion beträgt das Mengenverhältnis korrekt 2:1.....	245

11 Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1 Gegenüberstellung von Schichtdickenmessmethoden in Hinblick auf Kosten, Zeitaufwand und Anwendbarkeit auf Granulate	7
Tabelle 2-2 Übersicht der Vorteile von CCD- und CMOS-Bildsensoren dem jeweils anderem Verfahren gegenüber	24
Tabelle 3-1 Übersicht der abgeschätzten Schichtdickensättigung für verschiedenen Materialien	71
Tabelle 5-1 Schematische Übersicht der Shutterposition während der Rampenbeschichtung	114
Tabelle 5-2 Übersicht der Messwellenlängen der bildgebenden Systeme Nikon Super CoolScan 9000 ED und iDS UI-1465 LE-C	124
Tabelle 6-1 Probenmatrix der metallischen Einfachschichten auf Mesh 40/50 Diamantgranulat	197
Tabelle 7-1 Mengenverhältnisse in der chemischen Zusammensetzung von typischem Borsilikatglas [88]	220

12 Anhang

A Herleitung der Reflexion und Transmission von Mehrschichtsystemen mit inkohärenter Reflexion

12.1 Herleitung für eine Einzelschicht (Interfaces A-B)

Die Gesamtintensitäten des reflektierten und transmittierten Strahls werden durch Summieren der in die Medien N_0 (Reflexion) und N_2 (Transmission) emittierten Teilstrahlen errechnet (siehe Abbildung 12-1).

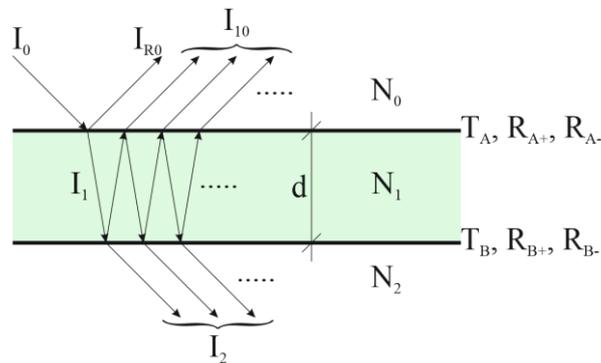


Abbildung 12-1 Inkohärente Reflexion zwischen zwei Grenzflächen

Für das Medium N_1 wird eine Abnahme der Teilstrahlintensität nach Gleichung (3-36) angesetzt. Teilstrahl I_1 ergibt sich zu

$$I_1 = I_0 \cdot T_A \quad (12-1)$$

Bei Übergang von N_1 zu N_2 wird I_1 wieder aufgespalten in einen reflektierten und einen transmittierten Anteil, hat aber bereits $e^{-\alpha d}$ Intensität verloren. Der in Richtung N_2 ausgekoppelte Teil beträgt

$$I_{2T1} = I_1 \cdot e^{-\alpha d} \cdot T_B \quad (12-2)$$

Der in die Schicht rückreflektierte Teil

$$I_{R1} = I_1 \cdot e^{-\alpha d} \cdot R_{B+} \quad (12-3)$$

Der in der Schicht verbleibende Teilstrahl I_{R1} wird nun immer wieder zwischen A und B mit R_{A-} und R_{B+} reflektiert und wird bei jedem Durchlauf der Steckle \overline{BAB} wieder um $e^{-2\alpha d}$ abgeschwächt. Beim Auftreffen auf die Grenzflächen A und B werden jeweils Intensitäten in die Medien N_0 und N_2 ausgekoppelt.

I_2 kann nun als Summe der Teilstrahlen I_{2Ti} in Medium N_2 errechnet werden und ergibt sich zu

$$I_2 = I_1 e^{-\alpha d} T_B + I_1 e^{-3\alpha d} R_{B+} R_{A-} T_B + I_1 e^{-5\alpha d} R_{B+} R_{A-} R_{B+} R_{A-} T_B + \dots \quad (12-4)$$

was sich zu

$$I_2 = I_1 \cdot T_B \sum_{n=0}^{\infty} e^{-(2n+1)\alpha d} (R_{B+} R_{A-})^n \quad (12-5)$$

vereinfachen lässt. Da gilt

$$e^{-(2n+1)\alpha d} < 1 \text{ und } R_{B+} R_{A-} < 1 \quad (12-6)$$

folgt unter Zuhilfenahme der geometrischen Reihe

$$\sum_{n=0}^{\infty} x^n = \frac{1}{1-x}, \text{ für } x < 1, \quad (12-7)$$

für $I_2 = I_T$

$$I_2 = I_T = I_1 T_B \frac{e^{\alpha d}}{e^{2\alpha d} - R_{B+} R_{A-}} \quad (12-8)$$

Eine ähnliche Rechnung kann für die reflektierte Intensität I_R durchgeführt werden. Sie ergibt sich zu

$$I_R = I_0 \left(R_{A+} + \frac{T_A^2 R_{B+}}{e^{2\alpha d} - R_{B+} R_{A-}} \right) \quad (12-9)$$

12.2 Herleitung für eine Doppelschicht (Interfaces A-B-C)

Selbige Ableitungen müssen auch für ein System von drei Grenzflächen (Abbildung 12-2) durchgeführt werden.

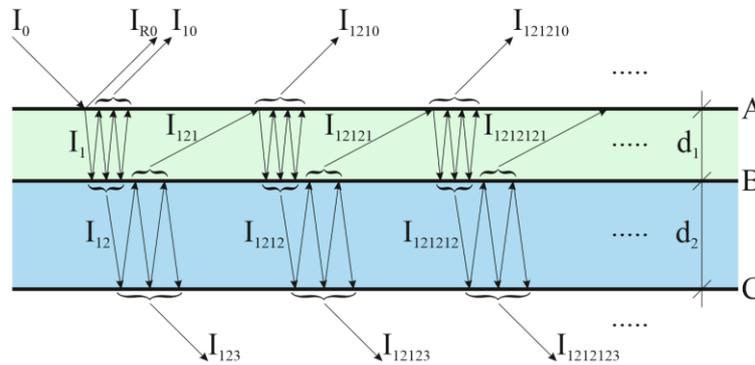


Abbildung 12-2 Inkohärente Reflexion zwischen drei Grenzflächen

Zum besseren Verständnis der Herleitung wird das Schema der Strahlleitung in Abbildung 12-3 dargestellt.

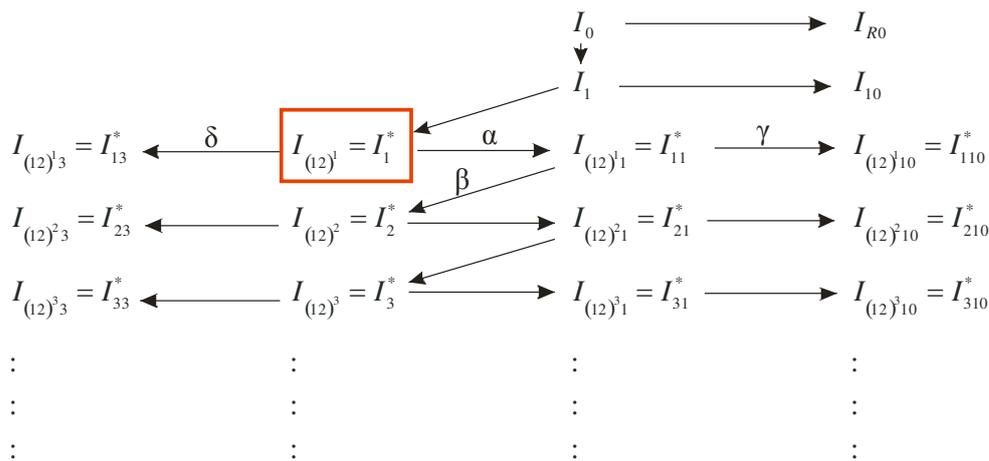


Abbildung 12-3 Schema zur Ableitung der Transmission eines Zweischichtsystems

Zentrales Element in diesem Schema ist I_1^* . Nachdem I_1^* errechnet ist, kann jedes weitere Element über Multiplikation mit den immer gleichen Faktoren erreicht werden. Es gilt

$$I_{i3}^* = \delta \cdot I_i^*, \quad (12-10)$$

$$I_{i1}^* = \alpha \cdot I_i^*, \quad (12-11)$$

$$I_{i10}^* = \gamma \cdot I_{i1}^*, \quad (12-12)$$

$$I_{(i+1)}^* = \beta \cdot I_{i1}^*. \quad (12-13)$$

Verkettung dieser Ausdrücke liefert nach n Iterationen

$$I_n^* = (\beta\alpha)^{n-1} I_1^*, \quad (12-14)$$

$$I_{n1}^* = \alpha^n \beta^{n-1} I_1^*, \quad (12-15)$$

$$I_{n10}^* = \gamma \cdot \alpha^n \beta^{n-1} I_1^*, \quad (12-16)$$

$$I_{n3}^* = \delta (\beta\alpha)^{n-1} I_1^*. \quad (12-17)$$

Für die reflektierte und transmittierte Intensität gilt

$$I_R = I_{R0} + I_{10} + \sum_{n=0}^{\infty} I_{(n+1)10}^* \quad (12-18)$$

und

$$I_T = \sum_{n=0}^{\infty} I_{(n+1)3}^*. \quad (12-19)$$

Damit ergeben sich reflektierte und transmittierte Intensität in Ausdrücken dieses Schemas zu

$$I_R = I_{R0} + I_{10} + I_1^* \gamma \sum_{n=0}^{\infty} \alpha^{n+1} \beta^n \quad (12-20)$$

und

$$I_T = I_1^* \delta \sum_{n=0}^{\infty} (\alpha\beta)^n. \quad (12-21)$$

Es gilt noch die einzelnen Terme dieser Gleichungen als Ausdrücke der Reflexionen und Transmissionen der einzelnen Grenzflächen genauer zu bestimmen. Es gilt

$$I_{R0} = I_0 R_{A+}, \quad (12-22)$$

$$I_1 = I_0 T_A, \quad (12-23)$$

$$I_{10} = I_1 T_A R_{B+} \Phi_1, \quad (12-24)$$

$$I_{12} = I_1^* = I_1 T_B e^{\rho_1} \Phi_1, \quad (12-25)$$

mit

$$\rho_1 = \alpha_1 d_1 \quad (12-26)$$

und

$$\Phi_1 = (e^{2\rho_1} - R_{B+} R_{A-})^{-1}. \quad (12-27)$$

Die Herleitungen für I_{R0} und I_1 sind leicht erkennbar. Für I_{10} und I_{12} wird dasselbe Prinzip wie für die Herleitung der Transmission des Systems zweier Grenzflächen verwendet. Im letzten Schritt müssen noch die Faktoren $\alpha, \beta, \gamma, \delta$ bestimmt werden. Es ergeben sich die Ausdrücke

$$I_{121} = I_{12} T_B R_{C+} \Phi_2 \Rightarrow \alpha = T_B R_{C+} \Phi_2, \quad (12-28)$$

$$I_{1212} = I_{121} T_B R_{A-} \Phi_1 \Rightarrow \beta = T_B R_{A-} \Phi_1, \quad (12-29)$$

$$I_{1210} = I_{121} T_A e^{\rho_1} \Phi_1 \Rightarrow \gamma = T_A e^{\rho_1} \Phi_1, \quad (12-30)$$

$$I_{123} = I_{12} T_C e^{\rho_2} \Phi_2 \Rightarrow \delta = T_C e^{\rho_2} \Phi_2, \quad (12-31)$$

mit

$$\rho_2 = \alpha_2 d_2 \quad (12-32)$$

und

$$\Phi_1 = (e^{2\rho_1} - R_{B+} R_{C-})^{-1}, \quad (12-33)$$

$$\Phi_2 = (e^{2\rho_2} - R_{C+} R_{B-})^{-1}. \quad (12-34)$$

Einsetzen und anwenden der Gleichung

$$\sum_{n=0}^{\infty} (\alpha\beta)^n = \frac{1}{1 - \alpha\beta} \quad (12-35)$$

wenn

$$\alpha\beta < 1 \quad (12-36)$$

ergibt

$$T = T_A T_B T_C e^{(\rho_1 + \rho_2)} \cdot \left(e^{2(\rho_1 + \rho_2)} - e^{2\rho_1} R_{B-} R_{C+} - e^{2\rho_2} R_{A-} R_{B+} + R_{A-} R_{C+} (R_{B-} R_{B+} - T_B^2) \right)^{-1}. \quad (12-37)$$

12.3 Herleitung für ein n-Interface System

Um die Transmission und Reflexion für ein n-Interface System zu berechnen, wird das Schichtsystem in Einzelblöcke zerlegt und, beginnend bei der letzten Schicht, rekursiv T und R des Mehrschichtsystems berechnet. Hierzu wird zuerst das Mehrschichtsystem bestehend aus n-Interfaces (z.B. Interfaces A - G) auf ein 2-Interface System reduziert, wobei das obere Interface sich aus den [1 bis (n-1)] Interfaces zusammensetzt. Das untere Interface entspricht dem Interface n (z.B. (AF) – G, siehe Abbildung 12-4).



Abbildung 12-4 Rekursive Auflösung eines Mehrschichtsystems mit den Interfaces A-G, welches zuvor in ein 2-Interface System mit den Interfaces (AF) und G vereinfacht wurde. (In Klammern gesetzte Interfaces beschreiben wiederum Mehrschichtsysteme)

Das obere Interface stellt damit wieder ein Mehrschichtsystem bestehend aus (n-1) Interfaces dar und kann seinerseits wieder in ein 2-Interface System überführt werden ((z.B. (AE) – F)). Dieser Vorgang wird rekursiv so lange fortgesetzt bis das obere Interface dem obersten Einzelinterface entspricht.

Die 2-Interface Systeme werden nun als Einzelblöcke modelliert. In diesen Einzelblöcken wird der Lichtstrahl durch die beiden Interfaces eingekoppelt und durch T und R an den Interfaces wieder ausgekoppelt (siehe Abbildung 12-5).

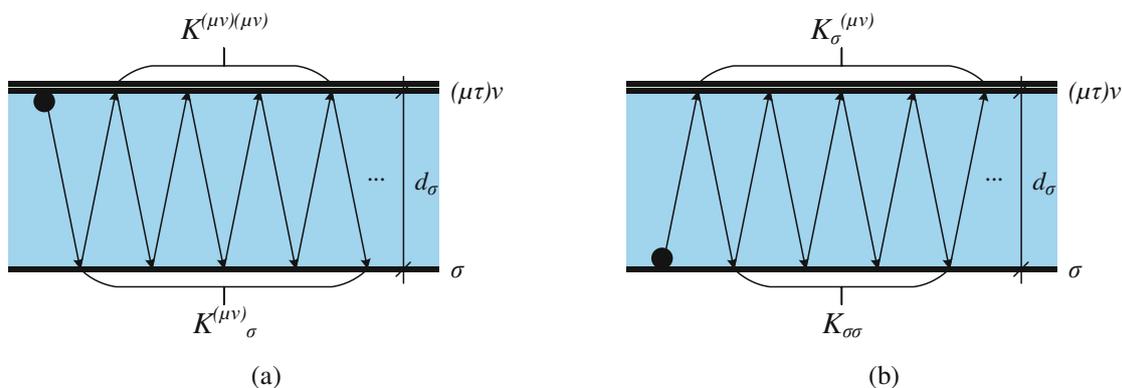


Abbildung 12-5 Skizze des Strahlengangs zwischen 2 Interfaces und deren ausgekoppelten Komponenten
 (a) Strahl wurde von oben durch das Interface $(\mu\nu)$ eingekoppelt (b) Strahl wurde von unten durch das Interface σ eingekoppelt

Die Einkopplung kann dabei entweder von oben oder unten erfolgen. Die ausgekoppelten Komponenten werden über die Größen $K^{(\mu\nu)(\mu\nu)}$, $K^{(\mu\nu)}_{\sigma}$, $K_{\sigma}^{(\mu\nu)}$ und $K_{\sigma\sigma}$ beschrieben. Die Indizes dieser Größen sind so zu lesen, dass der jeweils erste Index das Interface der Einkopplung und der zweite Index das Interface der Auskopplung beschreibt. Steht dabei der Index oben oder unten, erfolgt die Kopplung mit dem gegenüberliegenden Medium oben oder unten. z.B. beschreibt die Kopplungsgröße $K^{(\mu\nu)(\mu\nu)}$ eine Strahlauskopplung durch das Interface $(\mu\nu)$ nach oben, bei vorher erfolgter Einkopplung durch das Interface $(\mu\nu)$ ebenfalls von oben. Zu beachten ist, dass die Modellierung der Blöcke so erfolgt, dass der Lichtstrahl bereits in das Medium mit Schichtdicke d eingekoppelt ist, zwischen den beiden Grenzflächen hin und her reflektiert wird und bei jedem Auftreffen auf eine Grenzfläche Intensität an die benachbarten Medien abgibt. Das Medium wird mit geringer aber endlicher Absorption modelliert. Die sich so ergebenden Kopplungsgrößen sind im Weiteren aufgeführt:

Einkopplung nach Interface $(\mu\nu)$; Auskopplung durch Interface $(\mu\nu)$:

$$K^{(\mu\nu)(\mu\nu)} = T_{(\mu\nu)} R_{\sigma+} \Phi_{\sigma}. \quad (12-38)$$

Einkopplung nach Interface $(\mu\nu)$; Auskopplung durch Interface σ :

$$K^{(\mu\nu)}_{\sigma} = T_{\sigma} e^{\rho_{\sigma}} \Phi_{\sigma}. \quad (12-39)$$

Einkopplung nach Interface σ ; Auskopplung durch Interface $(\mu\nu)$:

$$K_{\sigma}^{(\mu\nu)} = T_{(\mu\nu)} e^{\rho_{\sigma}} \Phi_{\sigma}. \quad (12-40)$$

Einkopplung nach Interface σ ; Auskopplung durch Interface σ :

$$K_{\sigma\sigma} = T_{\sigma} R_{(\mu\nu)-} \Phi_{\sigma}. \quad (12-41)$$

mit

$$\Phi_{\sigma} = \left(e^{2\rho_{\sigma}} - R_{(\mu\nu)-} \cdot R_{\sigma+} \right)^{-1}. \quad (12-42)$$

Ein Lichtstrahl, der das Schichtsystem $(\mu\sigma)$ trifft, wird initial am Interface $(\mu\nu)$ mit $R_{(\mu\nu)+}$ reflektiert und mit $T_{(\mu\nu)}$ in das 2-Interface System eingekoppelt.

Mit den Kopplungsgrößen kann die Transmission $T_{(\mu\nu)\sigma}$ und Reflexion $R_{(\mu\nu)\sigma}$ des 2-Interface Systems folgendermaßen angeschrieben werden:

$$T_{(\mu\nu)\sigma} = T_{(\mu\nu)} K_{\sigma}^{(\mu\nu)}. \quad (12-43)$$

und

$$R_{(\mu\nu)\sigma} = R_{(\mu\nu)+} + T_{(\mu\nu)} K^{(\mu\nu)(\mu\nu)}. \quad (12-44)$$

Handelt es sich bei den Interfaces mit den Indizes μ und σ um die beiden äußeren Interfaces des Mehrschichtsystems, so entsprechen $T_{(\mu\nu)\sigma}$ und $R_{(\mu\nu)\sigma}$ der Gesamttransmission und Gesamtreflexion des Mehrschichtsystems.

Die Reflexionen $R_{(\mu\nu)-}$ und $R_{(\mu\nu)+}$ aus Gleichungen (12-42) und (12-44) entsprechen der Reflexion des Blockes $(\mu\sigma)$ bei Auftreffen des Strahls von unten oder oben. $R_{(\mu\nu)-}$ wird daher durch Initialreflexion $R_{\nu-}$ am Interface ν und Einkopplung in den Block $(\mu\nu)$ über T_{ν} berechnet. Es gilt daher für $R_{(\mu\nu)-}$:

$$R_{(\mu\nu)-} = R_{\nu-} + T_{\nu} \cdot K_{\nu\nu}. \quad (12-45)$$

$R_{(\mu\nu)+}$ entspricht der Initialreflexion des Blockes $(\mu\sigma)$ und kann daher als Reflexion des Blockes $(\mu\nu)$ verstanden werden:

$$R_{(\mu\nu)+} = R_{(\mu\nu)\nu}. \quad (12-46)$$

Mit diesem Satz an Gleichungen ist es möglich, die Transmission und Reflexion von Mehrschichtsystemen zu modellieren. Im Weiteren werden die in Abschnitt 12.1 und 12.2 hergeleiteten Rechenverfahren aus dem allgemeinen Ansatz des n-Interface Systems abgeleitet.

12.3.1 Beispiel Einfachschicht (Interfaces A-B)

Für ein System mit den Interfaces A-B ergeben sich die Kopplungsgrößen zu:

$$K^{AA} = T_A R_{B+} \Phi_B, \quad (12-47)$$

$$K_B^A = T_B e^{\rho_B} \Phi_B, \quad (12-48)$$

$$K_B^A = T_A e^{\rho_B} \Phi_B, \quad (12-49)$$

$$K_{BB} = T_B R_{A-} \Phi_B, \quad (12-50)$$

mit

$$\Phi_B = \left(e^{2\rho_B} - R_{A-} \cdot R_{B+} \right)^{-1}. \quad (12-51)$$

Daraus folgen die Transmission und Reflexion der Einfachschicht zu:

$$T_{AB} = T_A T_B e^{\rho_B} \Phi_B, \quad (12-52)$$

$$R_{AB} = R_{A+} + T_A^2 R_{B+} \Phi_B. \quad (12-53)$$

12.3.2 Beispiel Doppelschicht (Interfaces A-B-C)

Für ein System mit den Interfaces A-B-C ergeben sich die Kopplungsgrößen zu:

$$K^{(AB)(AB)} = T_{(AB)} R_{C+} \Phi_C. \quad (12-54)$$

$$K_C^{(AB)} = T_C e^{\rho_C} \Phi_C. \quad (12-55)$$

$$K_C^{(AB)} = T_{(AB)} e^{\rho_C} \Phi_C. \quad (12-56)$$

$$K_{CC} = T_C R_{(AB)-} \Phi_C. \quad (12-57)$$

mit

$$\Phi_C = \left(e^{2\rho_C} - R_{(AB)-} \cdot R_{C+} \right)^{-1}. \quad (12-58)$$

Daraus folgt die Transmission und Reflexion der Doppelschicht zu:

$$T_{(AB)C} = T_A T_B T_C e^{\rho_B + \rho_C} \Phi_B \Phi_C, \quad (12-59)$$

$$R_{(AB)C} = R_{A+} + T_A^2 \Phi_B (R_{B+} + T_B^2 e^{2\rho_B} R_{C+} \Phi_B \Phi_C), \quad (12-60)$$

mit

$$\Phi_B \Phi_C = (e^{2\rho_B} - R_{A-} R_{B+})^{-1} (e^{2\rho_C} - R_{(AB)-} R_{C+})^{-1}. \quad (12-61)$$

Aus Gleichung (12-61) ist die Notwendigkeit der Rekursion ersichtlich, da

$$R_{(AB)-} = R_{B-} + T_B K_{BB} = R_{B-} + T_B^2 R_{A-} \Phi_B \quad (12-62)$$

und $\Phi_B = f(R_{A-})$ Funktionen von R_{A-} sind. Es ist weiter zu beachten, dass die Größen Φ_B und Φ_C nicht mit den Größen Φ_1 und Φ_2 aus den Gleichungen (3-40), (3-41), (12-33), (12-34) übereinstimmen. Es kann jedoch gezeigt werden, dass gilt:

$$\Phi_B \Phi_C = \Phi_1 \Phi_2 M. \quad (12-63)$$

Für die Größe M siehe Gleichung (3-42).

12.3.3 Beispiel Dreifachschicht (Interfaces A-B-C-D)

Für ein System mit den Interfaces A-B-C-D ergeben sich die Kopplungsgrößen zu:

$$K^{(AC)(AC)} = T_{(AC)} R_{D+} \Phi_D. \quad (12-64)$$

$$K^{(AC)}_D = T_D e^{\rho_D} \Phi_D. \quad (12-65)$$

$$K_D^{(AC)} = T_{(AC)} e^{\rho_D} \Phi_D. \quad (12-66)$$

$$K_{DD} = T_D R_{(AC)-} \Phi_D. \quad (12-67)$$

mit

$$\Phi_D = (e^{2\rho_D} - R_{(AC)-} \cdot R_{D+})^{-1}. \quad (12-68)$$

Daraus folgt die Transmission und Reflexion der Dreifachschicht zu:

$$T_{(AC)D} = T_A T_B T_C T_D e^{\rho_B + \rho_C + \rho_D} \Phi_B \Phi_C \Phi_D, \quad (12-69)$$

$$R_{(AC)D} = R_{A+} + R_{B+} \cdot T_A^2 \Phi_B + R_{C+} \cdot T_A^2 T_B^2 e^{2\rho_B} \Phi_B^2 \Phi_C + \quad (12-70)$$

$$R_{D+} \cdot T_A^2 T_B^2 T_C^2 e^{2(\rho_B + \rho_C)} \Phi_B^2 \Phi_C^2 \Phi_D,$$

mit

$$\Phi_B \Phi_C \Phi_D = \left(e^{2\rho_B} - R_{A-} R_{B+} \right)^{-1} \left(e^{2\rho_C} - R_{(AB)-} R_{C+} \right)^{-1} \left(e^{2\rho_C} - R_{(AC)-} R_{D+} \right)^{-1} \quad (12-71)$$

Aus Gleichung (12-71) ist die Notwendigkeit der Rekursion ersichtlich, da

$$R_{(AB)-} = R_{B-} + T_B K_{BB} = R_{B-} + T_B^2 R_{A-} \Phi_B = f(R_{A-}) \quad (12-72)$$

und

$$R_{(AC)-} = R_{C-} + T_C K_{CC} = R_{C-} + T_C^2 R_{(AB)-} \Phi_C = f(R_{(AB)-}) \quad (12-73)$$

und $\Phi_C = f(R_{(AB)-})$ und $\Phi_B = f(R_{A-})$ Funktionen von R_{A-} sind.

Abschließend lassen sich Gleichungen (12-69) und (12-70) für ein System mit n Interfaces verallgemeinern, sodass gilt:

$$T = \left(\prod_{i=1}^n T_i \right) e^{\left(\sum_{j=2}^n \rho_j \right)} \left(\prod_{k=2}^n \Phi_k \right), \quad (12-74)$$

und

$$R = \sum_{i=1}^n \left[R_{i+} \left(\prod_{j=1}^{i-1} T_j^2 \right) e^{2 \left(\sum_{k=1}^{i-2} \rho_{k+1} \right)} \left(\prod_{m=1}^{i-2} \Phi_{m+1}^2 \right) \Phi_i \right], \quad (12-75)$$

Die notwendige Rekursion ist gegeben durch

$$\Phi_i = f(\Phi_{i-1}), \quad (12-76)$$

wobei $\Phi_1 = 1$ gilt.

B Probenmatrix

Es wird eine Übersicht aller in dieser Arbeit erwähnten Proben gegeben. Es handelt sich hierbei um einen kleinen Auszug aller im Zuge dieser Arbeit hergestellten und vermessenen Proben.

12.4 Stufenproben

Probe	Substrat	Schicht- material	Quelle	Sputterleistung in W	Öffnungszeit Stufe 1 in min	Öffnungszeit Stufe i in s	Anzahl Stufen
Stufe Cu 10_5_10 100W	Glas	Cu	ST20	100	10	10	5
Stufe Cu 20_8_5 100W	Glas	Cu	ST20	100	20	5	8
Stufe Cu 20_8_5 100W II	Glas	Cu	ST20	100	20	5	8
Stufe Ag 20_8_5 100W	Glas	Ag	ST20	100	20	5	8
Stufe Ag 20_8_5 50W	Glas	Ag	ST20	50	20	5	8
Stufe Ag 20_8_5 25W	Glas	Ag	ST20	25	20	5	8
Stufe Cr 20_8_5 50W	Glas	Cr	ST40	50	20	5	8
Stufe Cr 20_8_5 200W	Glas	Cr	ST40	200	20	5	8
Stufe Mo 20_8_5 200W	Glas	Mo	ST40	200	20	5	8
Stufe Mo 20_8_5 200W II	Glas	Mo	ST40	200	20	5	8
Stufe W 20_8_5 200W	Glas	W	ST40	200	20	5	8
Stufe W 20_8_5 200W II	Glas	W	ST40	200	20	5	8

Tabelle 12-1 Probenübersicht Stufenproben, beschichtet in Sputteranlage mit schrittmotorgesteuertem Substrathalter (siehe Abschnitt 5.1)

12.5 Rampenproben

Probe	Substrat	Schicht- material	I in A	p_V in mbar	p_N in mbar	v_Blende in mm/s	L in cm
Cu-02	Glas	Cu	213	1,80E-06	3,00E-05	0,6548	2,71
Cu-04	Glas	Cu	210	1,60E-06	6,00E-05	0,28646	2,69
Cu-05	Glas	Cu	200	1,80E-06	9,00E-05	0,28646	2,65
Cu-07	Glas	Cu	218	5,70E-07	6,00E-05	0,81845	2,58
Ag-01	Glas	Ag	164	6,80E-07	2,00E-05	0,45015	2,6
Ag-02	Glas	Ag	160	6,50E-06	5,00E-05	0,532	2,6
Ag-04	Glas	Ag	160	1,60E-06	5,00E-05	0,45015	2,7
Au-01	Glas	Au	220	2,00E-06	4,50E-05	0,57292	2,73
Au-02	Glas	Au	215	8,80E-07	5,40E-05	0,40922	2,74
Au-03	Glas	Au	220	1,80E-06	1,10E-04	0,5729	2,73

Tabelle 12-2 Probenübersicht Rampenproben, beschichtet in Aufdampfanlage mit schrittmotorgesteuertem Substrathalter (siehe Abschnitt 5.1, teilweise hergestellt von D. Feiertag)

Probe	Substrat	Schichtmaterial	P in W	U in V	I in A	p_V in mbar	p_W in mbar	p_N in mbar	v_Blende in mm/s	L in cm
Al-02	Glas	Al	200	470	0,43	2,00E-06	4,00E-03	1,70E-06	0,1637	2,26
Al-03	Glas	Al	200	480	0,43	2,00E-06	4,00E-03	1,50E-06	0,1637	2,29
Ti-01	Glas	Ti	200	448	0,45	2,00E-06	4,00E-03	1,50E-06	0,1637	2,3
Ti-02	Glas	Ti	200	439	0,46	2,00E-06	4,00E-03	1,50E-06	0,1637	2,3
Ti-03	Glas	Ti	200	440	0,46	2,00E-06	4,00E-03	1,50E-06	0,1228	2,3
Mo-02	Glas	Mo	200	390	0,52	2,20E-06	4,00E-03	1,20E-06	0,1637	2,37
Mo-03	Glas	Mo	200	391	0,52	1,70E-06	4,00E-03	1,50E-06	0,1228	2,3

Tabelle 12-3 Probenübersicht Rampenproben, beschichtet in Sputteranlage mit schrittmotorgesteuertem Substrathalter (siehe Abschnitt 5.1, teilweise hergestellt von D. Feiertag)

12.6 Rampenförmige Fabry-Pérot-Interferenzfilter

Probe	Substrat	Schichtmaterial			Beschichtungszeit in s			Beschichtungsrate in nm/s			Vorschub in mm/s	
		Spiegel	Spacer	Offset	Spiegel	Spacer	Offset	Spiegel	Spacer	Offset	Spacer	
FP_1	Glas	Ag	MgF ₂	-	2 x 250	910	-	0,1	1	-	0,04	
FP_2	Glas	Ag	MgF ₂	-	2 x 250	455	-	0,1	1	-	0,07	
FP_3	Glas	Ag	MgF ₂	MgF ₂	2 x 180	305	75	0,1	0,5	0,5	0,11	

Tabelle 12-4 Probenübersicht rampenförmige Fabry-Pérot-Interferenzfilter (siehe Abschnitt 5.2.3, teilweise hergestellt durch M. Smolle)

12.7 Diamantgranulate

Probe	Substrat	Mesh	Füllmenge in cm ³	Schichtmaterial	Quelle	P in W	Beschichtungszeit in s
Mesh 4050 Cu 30sec 100W	QM MBD4	40/50	3	Cu	ST20	100	30
Mesh 4050 Cu 60sec 100W	QM MBD4	40/50	3	Cu	ST20	100	60
Mesh 4050 Cu 90sec 100W	QM MBD4	40/50	3	Cu	ST20	100	90
Mesh 4050 Cu 180sec 100W	QM MBD4	40/50	3	Cu	ST20	100	180
Mesh 4050 Ag 90sec 100W	QM MBD4	40/50	3	Ag	ST20	100	90
Mesh 4050 Ag 180sec 100W	QM MBD4	40/50	3	Ag	ST20	100	180
Mesh 4050 Cr 90sec 150W	QM MBD4	40/50	3	Cr	ST40	150	90
Mesh 4050 Cr 180sec 150W	QM MBD4	40/50	3	Cr	ST40	150	180
Mesh 4050 Cr 90sec 200W	QM MBD4	40/50	3	Cr	ST40	200	90
Mesh 4050 Cr 180sec 200W	QM MBD4	40/50	3	Cr	ST40	200	180
Mesh 4050 Mo 90sec 200W	QM MBD4	40/50	3	Mo	ST40	200	90
Mesh 4050 Mo 180sec 200W	QM MBD4	40/50	3	Mo	ST40	200	180
Mesh 4050 W 90sec 200W	QM MBD4	40/50	3	W	ST40	200	90
Mesh 4050 W 180sec 200W	QM MBD4	40/50	3	W	ST40	200	180

Tabelle 12-5 Probenübersicht Mesh 40/50 Diamanten der Firma Luoyang Qiming Superhard Material Co. (QM), beschichtet in PSS-Anlage mit Einfachschalen (siehe Abschnitt 4.1.3.1)

Probe	Substrat	Mesh	Füllmenge in cm ³	Schicht- material	Quelle	P in W	Beschichtungszeit in s
Mesh 7080 Cu 90sec 100W	QM MBD4	70/80	3	Cu	ST20	100	90
Mesh 7080 Cu 180sec 100W	QM MBD4	70/80	3	Cu	ST20	100	180
Mesh 7080 Ag 90sec 100W	QM MBD4	70/80	3	Ag	ST20	100	90
Mesh 7080 Ag 180sec 100W	QM MBD4	70/80	3	Ag	ST20	100	180
Mesh 7080 Cr 90sec 200W	QM MBD4	70/80	3	Cr	ST40	200	90
Mesh 7080 Cr 180sec 200W	QM MBD4	70/80	3	Cr	ST40	200	180
Mesh 7080 Mo 90sec 200W	QM MBD4	70/80	3	Mo	ST40	200	90
Mesh 7080 Mo 180sec 200W	QM MBD4	70/80	3	Mo	ST40	200	180
Mesh 7080 W 90sec 200W	QM MBD4	70/80	3	W	ST40	200	90
Mesh 7080 W 180sec 200W	QM MBD4	70/80	3	W	ST40	200	180

Tabelle 12-6 Probenübersicht Mesh 70/80 Diamanten der Firma Luoyang Qiming Superhard Material Co. (QM), beschichtet in PSS-Anlage mit Einfachschaalen (siehe Abschnitt 4.1.3.1)

12.8 Hohlkugelgranulate

Probe	Substrat	Schicht- material	Quelle	P in W	Beschichtungszeit in h	Menge in ml	Schale	Schalenneigung in °
SB-Cu-20	3M Typ S38	Cu		2x1000	5,5	1000	SB	28
SB-Cu-22	3M Typ S38	Cu		2x1000	7,5	1000	SB	28
SB-Cu-23	3M Typ S38	Cu		2x1000	3,5	1000	SB	28
SB-Cu-26	3M Typ S38	Cu		2x1000	1,5	1000	SB	28
SB-Cu-28	3M Typ S38	Cu		2x1000	13,5	1000	SB	28
SB-Cu-29	3M Typ S38	Cu		2x1000	5,5	1000	SB	28

Tabelle 12-7 Probenübersicht HGMs der Firma 3M, beschichtet in PSS-Anlage mit Großserien-Schale (Superbowl SB) (siehe Abschnitt 4.1.3.3, hergestellt von Andreas Eder)

C Beschreibung der Messwerkzeuge und Geräte

12.9 Beschreibung Scanner und Bildsensoren

12.9.1 Nikon Super CoolScan 9000 ED

Der Nikon Super CoolScan 9000 ED ist ein Multiformat-Filmscanner der Firma Nikon mit 4000 dpi (=6,35 μm je pixel) echter optischer Auflösung (siehe Tabelle 12-8).

Bezeichnung	Super CoolScan 9000 ED
Hersteller	Nikon
Typ	3-Zeilen CCD-Linearsensor, monochrom
Scanfläche maximal	56,9 x 83,7 mm ²
Pixelgröße	6,35 x 6,35 μm^2
Auflösung	4000 dpi
Farbtiefe (Quantisierungsbreite)	16 Bit

Tabelle 12-8 Technische Daten Nikon Super SoolScan 9000 ED

Die Kenndaten aus Tabelle 12-8 sind der Produktspezifikation entnommen (zu finden unter https://imaging.nikon.com/lineup/scanner/scoolscan_9000_ed/spec.htm). Als Lichtquelle dient eine LED-Lampe mit Stabstreuelement. Das Spektrum der LED-Lampe ist Abbildung 12-6 zu entnehmen.

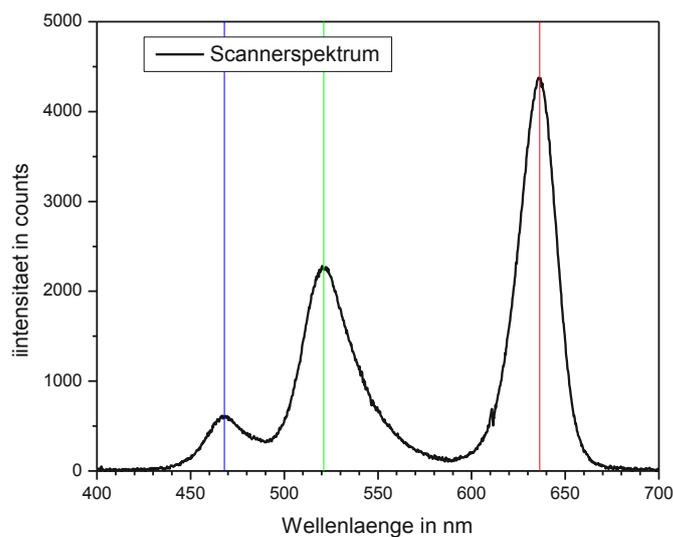


Abbildung 12-6 Spektralverteilung der Scannerlichtquelle des Nikon Super CoolScan 9000 ED

12.9.2 Beschreibung Mikroskop Sensor – iDS UI-1465 LE-C

Die iDS UI-1465 LE-C ist eine Kompaktkamera der Firma iDS mit Aptina CMOS-Sensor und 3,1 Megapixel Auflösung (siehe Tabelle 12-9).

Bezeichnung	UI-1465 LE-C
Hersteller	iDS
Typ	CMOS
Optische Größe	6,554 x 4,915 mm ²
Pixelgröße	3,2 x 3,2 µm ²
Auflösung	2048 x 1536 Pixel (7937,5 dpi)
Farbtiefe (Quantisierungsbreite)	8 Bit (10 Bit ADC)

Tabelle 12-9 Technische Daten iDS UI-1465 LE-C

Die Kenndaten aus Tabelle 12-9 sind dem Datenblatt entnommen (zu finden unter <https://de.ids-imaging.com/download-details/AB.0010.1.27200.00.html>). Zu beachten ist, dass im Zuge einer Produktumbenennung durch die Firma iDS im Jahr 2012, die Sensorbezeichnung von UI-1465 LE-C zu UI-1460 LE-C geändert worden ist. D.h. Sensoren mit diesen Bezeichnungen besitzen idente Kenndaten.

Die spektrale Empfindlichkeit des Sensors ist Abbildung 12-7 zu entnehmen.

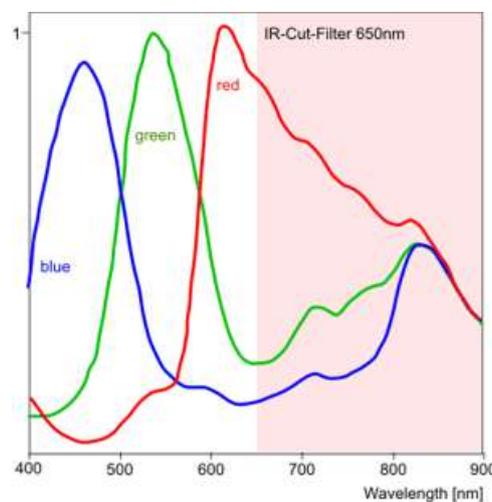


Abbildung 12-7 Spektrale Empfindlichkeit des Sensors iDS UI-1465 LE-C (entnommen aus dem Datenblatt)

12.10 Beschreibung Mikroskope

12.10.1 Beschreibung SEM - FEI Quanta 200 FEG SEM

SEM – FEI Quanta 200 am USTEM der TU Wien. Die technischen Daten sind Tabelle 12-10 zu entnehmen.

Bezeichnung	FEI Quanta 200 FEG SEM
Hersteller	FEI
Emitter	Schottky
Beschleunigungsspannung	0,2 – 30 kV
Auflösung	bis 1,2 nm (bei 30 kV im High Vakuum Mode)

Tabelle 12-10 Technische Daten FEI Quanta 200 FEG SEM

12.10.2 Beschreibung TEM - FEI Tecnai F20

TEM – FEI Tecnai F20 am USTEM der TU Wien. Zur genauen Materialuntersuchung stehen EELS und EDX zur Verfügung, als auch STEM zur Unterscheidung schwerer Elemente. Die technischen Daten sind Tabelle 12-11 zu entnehmen.

Bezeichnung	FEI Tecnai F20
Hersteller	FEI
Emitter	X-FEG
Betriebsspannung	60 – 200 kV
Gitterauflösung	0,14 nm
Punktauflösung TEM	0,24 nm
EELS/EFTEM	Gatan GIF Tridiem
STEM	Gatan DigiSTEM II mit HAADF
Punktauflösung STEM	0,15 nm
Kamera	Gatan Rio16, 30 fps full HD
EDX	EDAX-AMATEK Apollo XLTW SDD
Linienauflösung EDX	128 eV

Tabelle 12-11 Technische Daten FEI Tecnai F20

12.10.3 Beschreibung FIB - FEI Quanta 200 3D DBFIB

FIB - FEI Quanta 200 3D DBFIB am USTEM der TU Wien. Die technischen Daten sind Tabelle 12-12 zu entnehmen.

Bezeichnung	FEI Quanta 200 3D DBFIB
Hersteller	FEI
Emitter	W-Filament
Betriebsspannung	0,2 – 30 kV
Strahlstrom	1 μ A
Auflösung	bis 3,5 nm (bei 30 kV im High Vakuum Mode)

Tabelle 12-12 Technische Daten FEI Quanta 200 3D DBFIB

12.10.4 Beschreibung Reichert-Jung Polyvar Met Mikroskop

Reichert-Jung Polyvar Met Lichtmikroskop an der Arbeitsgruppe Dünne Schichten der TU Wien. Genauere Technische Daten sind dem Handbuch zu entnehmen (zu finden unter http://www.photonicmicrodevices.com/files/Reichert_Jung_Instructions_Manual.pdf).

12.11 Beschreibung Schrittmotore und Treiberstufe

Die Schrittmotore, die in den Substrathaltern zur Erzeugung von Schichten mit variablen Schichtdickenverläufen zu Einsatz kamen, sind in Tabelle 12-13 aufgelistet.

Hersteller	Serie	Bezeichnung	Size	Größe	Schrittwinkel	Schrittweite - linear
			in inch	in mm		in °
Haydon Kerk	21000	21H4AE-2.5-912	8	21	1,8	0,04
Haydon Kerk	35000	35H4R-05-925	14	35	1,8	0,0487

Tabelle 12-13 Übersicht Schrittmotore Haydon Kerk Size 8 und Size 14

Die Kenndaten aus Tabelle 12-13 sind den jeweiligen Datenblättern entnommen (zu finden unter <https://www.haydonkerkpittman.com/products/linear-actuators/hybrid-stepper>). Die zur Ansteuerung notwendigen Treiber- und Interfacemodule sind nachstehend zusammengefasst.

Treiberendstufe: LAM Technologies - DS3041

Das Datenblatt ist <https://www.lamtechnologies.com/Product.aspx?lng=EN&idp=DS3041> zu entnehmen.

USB-Schnittstellen-Modul: Lam Technologies - UDP30

Das Datenblatt ist <https://www.lamtechnologies.com/Product.aspx?lng=EN&idp=UDP30> zu entnehmen.

12.12 Beschreibung Digitalspektrometer Ocean Optics – HR4000

Hochauflösendes optisches Spektrometer an der Arbeitsgruppe Dünne Schichten der TU Wien. Die wichtigsten technischen Daten sind Tabelle 12-14 zu entnehmen.

Bezeichnung	Ocean Optics – HR4000
Hersteller	Ocean Optics
CCD-Sensor	Toshiba TCD1304AP
Spektralbereich	200 – 1000 nm
Optische Auflösung	~0,03 nm
ADC	14 Bit, 5 MHz
Integrationszeit	3,8ms – 10s
SNR	300 : 1

Tabelle 12-14 Technische Daten Ocean Optics – HR4000

Die Kenndaten aus Tabelle 12-14 sind dem Datenblatt entnommen (zu finden unter <https://www.labguide.com.tw/download/1579160600.pdf>). Als Lichtquelle diente eine kombinierte Leuchteinheit der Firma Ocean Optics mit den Leuchtquellen Deuterium und Wolfram Halogen. Die wichtigsten technischen Daten sind Tabelle 12-15 zu entnehmen.

Bezeichnung	Ocean Optics – DT-MINI-2-GS
Hersteller	Ocean Optics
Spektralbereich Deuterium	200 – 410 nm
Spektralbereich Wolfram Halogen	360 – 2000 nm
Leistung Deuterium	3,8 W
Leistung Wolfram Halogen	1,2 W
Stabilisierungszeit Deuterium	~10 min
Stabilisierungszeit Wolfram Halogen	~1 min
Betriebsspannung	12 V

Tabelle 12-15 Technische Daten Ocean Optics – DT-MINI-2-GS

Die Kenndaten aus Tabelle 12-15 sind dem Datenblatt entnommen (zu finden unter <https://spectraservices.com/mm5/graphics/00000001/DT-MINI-2-GS-Installation-and-Operation-Manual.pdf>).

12.13 Beschreibung 3M Scotch Crystal Clear Tape

Das 3M Scotch Crystal Clear Tape ist ein transparentes Mehrzweckklebeband zur Papierreparatur. Es zeichnet sich durch hohe Klarheit und günstige Alterungseigenschaften des Haftvermittlers aus. Die wichtigsten Kenndaten sind in Tabelle 12-16 zusammengefasst.

Bezeichnung	Scotch® Crystal Clear tape
Hersteller	3M
Material Trägerfolie	Unique Polyolefin Blend
Haftvermittler	Synthetic Acrylic
pH Wert des Haftvermittlers	6,8
Gesamtdicke	50 µm

Tabelle 12-16 Kenndaten 3M Scotch Crystal Clear Tape

Die Kenndaten aus Tabelle 12-16 sind dem Datenblatt entnommen (zu finden unter <https://docs.rs-online.com/3bd5/0900766b8108f701.pdf>).

12.14 Beschreibung Mega Zenigata

Das Sharp Mega Zenigata COB (Chip-OnBoard) LED-Array der Firma Sharp ist ein LED-Array zur leuchtstarken und gleichmäßigen Ausleuchtung in technischen Anwendungen.

Bezeichnung	Sharp Mega Zenigata COB
Hersteller	Sharp
Leistungsaufnahme	50-80 W
Betriebsspannung	37-38,5 V
Lichtstrom	> 6000
Bauform	20x24 mm ²

Tabelle 12-17 Auszug Technische Daten Sharp Mega Zenigata COB

Die Kenndaten aus Tabelle 12-17 sind dem Datenblatt entnommen (zu finden unter <https://www.farnell.com/datasheets/1813206.pdf>).

12.15 Beschreibung PI M-686.D64 Kreuztisch mit PLine Piezomotorantrieben

Der M-686.D64-Kreuztisch ist ein Piezolinearmotoren-getriebener Stelltisch der Firma PI (Physik Instrumente) zur präzisen Positionierung in der Mikroskopie. Die wichtigsten Kenndaten sind in Tabelle 12-18 zusammengefasst.

Bezeichnung	M-686.D64
Hersteller	Physik Instrumente
Aktive Achsen	XY
Verfahrensweg	25x25 mm ²
Min. Schrittweite	0,3 µm
Maximalgeschwindigkeit	100 mm/s

Tabelle 12-18 Auszug Technische Daten PI M-686.D64

Die Kenndaten aus Tabelle 12-18 sind dem Datenblatt (zu finden unter https://www.pi-usa.us/fileadmin/user_upload/pi_us/files/product_datasheets/M686_Precision_Positioning_Stage.pdf) und dem User Manual (zu finden unter <https://usermanual.wiki/Physik-Instrumente/M686UserManualMP67E130pdf.3465361300>) entnommen.

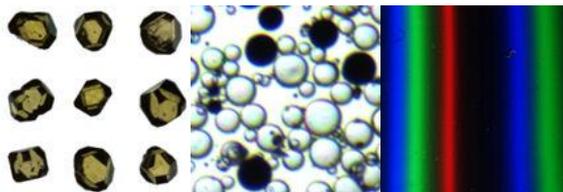
D Handbuch ThinFilmInspect

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Dissertation ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar.
The approved original version of this doctoral thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.



Handbuch ThinFilmInspect

Version 2.11



durch

DI Harald Mahr

Laaer Straße 12, 2135 Neudorf im Weinviertel

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	6
2	Das Hauptfenster und seine Unterteilung	7
3	Das Anzeigefenster	10
3.1	Datenexport	10
3.2	Der Linescan.....	12
4	Das Toolfenster	15
4.1	Das Anzeige- und Parameterfeld	15
4.1.1	Anzeigeelemente	16
4.1.2	Zoom	16
4.1.3	Button „Data Range“	17
4.1.4	Parameter.....	17
4.2	Operationen	19
4.2.1	Operation „Differentiate“	19
4.2.2	Operation „Absolute Value“	19
4.2.3	Operation „Find Edge“	20
4.2.4	Operation „Find Areas“ – Morphologische Filterung	21
4.2.5	Operation „Show Objects“	25
4.2.6	Operation „Remove Border“	26
4.2.7	Operation „Remove Objects“	27
4.2.8	Operation „Dielectric Calc“	28
4.2.9	Operation „Create Full Thickness Pic“	29
4.2.10	Operation „Load Calib Image“	31
4.2.11	Operation „Append File“	32
4.2.12	Operation „Load Script“	32
4.2.13	Operation „Execute Script“	33
4.2.14	Operation „Matrix Operator“	33
4.2.15	Operation „Zentralpixel Extraktion“	35
4.2.16	Operation „Smoothen“	36
4.2.17	Operation „Apply Thresh“	36
4.2.18	Operation „Remove Noise“	37

4.2.19	Operation „Calculate Avg“	37
--------	---------------------------------	----

5 Das Graphenfenster 38

5.1	Der Linescan Modus	39
5.2	Der Schichtdicken Modus	40
5.3	Der Histogramm Modus (Pixel Histogramm)	40
5.4	Der Objekt-Histogramm Modus	42
5.5	Histogramm der Standardabweichung	43
5.6	Histogramm der morphologischen Auswertung	43
5.7	Der Cursor	45
5.8	Anzeigefelder	46
5.8.1	Anzeigefeld „Allgemeine Daten“	47
5.8.2	Anzeigefeld „Cursor“	48
5.8.3	Anzeigefeld „Messung“	48
5.9	Messung	49
5.10	Export der Linescan / Histogramm Daten	49
5.11	Zusatz zum Histogramm	49

6 Das Bilderlistenfenster 51

7 Das Menü 54

7.1	Menü „Image Correction“	54
7.1.1	Load B(ias) / D(ark) / F(lat) Frame	54
7.1.2	B/D/F-Korrektur	55
7.1.3	Remove Image Border (Bildrandentfernung)	56
7.2	Menü „Edit“	58
7.2.1	Block „Skalenfaktor und Particle Pic“	58
7.2.1.1	Set Scale - Skalenfaktor	58
7.2.1.2	Prepare Particle Pic	60
7.2.1.3	Erase Particle Pic Header	61
7.2.2	Block „Operationen am Hauptbild“	61
7.2.2.1	Add to Main	61
7.2.2.2	Multiply with Main	62
7.2.2.3	Copy Data to Main	62
7.2.3	Block „Bildbearbeitung“	62

7.2.3.1	Convert to Binary	62
7.2.3.2	Erode.....	64
7.2.3.3	Invert [0] \leftrightarrow [255] / Invert [0] \leftrightarrow [2000].....	65
7.2.3.4	Find Edge (Robinson Compass).....	67
7.2.3.5	Convert to Transmission	68
7.3	Menü „Particle“	68
7.3.1	<i>Auto Erosion: Randentfernung – Partikelerosion</i>	68
7.3.1.1	Fixed Steps Erosion – „Fixed steps“.....	69
7.3.1.2	Zielwertgerichtete Erosion – „Target avg. Brightness“	70
7.3.1.3	Gradientenbasierte Erosion – „Increasing avg. Brightn. / Std Dev“	71
7.3.2	<i>Create Particle Pic: Export von „Partikelbildern“</i>	72
7.3.3	<i>Create 2D Map</i>	75
7.4	Menü „Help“	75
8	Das Dielectricfenster	76
8.1	Das Anzeigefeld.....	77
8.1.1	<i>Transmissionen und Wellenlängen</i>	77
8.1.2	<i>Schichtdicken und Fehler</i>	78
8.2	Das Buttonfeld	79
8.2.1	<i>Kalibrierung (C1)/(C2)</i>	79
8.2.2	<i>Berechnung (A)</i>	80
8.2.3	<i>Transmissions- und Reflexionsmessung (T/R)</i>	80
8.3	Das Parameterfeld.....	81
8.3.1	<i>Substrat / Substratdicke</i>	81
8.3.2	<i>Schichtmaterial / Schichtdicke</i>	82
8.4	Einlesen der Brechungsindizes	83
8.4.1	<i>RefractiveIndices.txt</i>	83
8.4.2	<i>RI-Dateien</i>	84
8.5	Automatische Schichtdickenberechnung	87
8.5.1	<i>Progressive Berechnung</i>	87
8.5.2	<i>Berechnung durch Bisection</i>	88
8.5.3	<i>Berechnung durch Bisection der Ableitung</i>	88
8.5.4	<i>Vergleich der Berechnungsmethoden</i>	89
9	Automatisierte Auswertung	91

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Dissertation ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar.
The approved original version of this doctoral thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.



1 Einleitung

ThinFilmInspect ist eine Software, die hauptsächlich für folgende Aufgabenstellungen entwickelt wurde:

- Öffnen, Anzeigen und Bearbeiten von Digitalbildern, die als Resultat physikalischer Messungen entstanden sind (optische Transmissions- / Reflexionsmessungen, Messungen von Intensitäten)
- Anwenden von Bildbearbeitungsalgorithmen zum Glätten / Schärfen / Differenzieren von einzelnen Bildbereichen
- Anwendung von Bildbearbeitungsalgorithmen zur Bereichsseparierung und Merkmalsextraktion
- Darstellen und Ausgeben von separierten Merkmalen in Form von Bildern, Textfiles, Linescans, Histogrammen
- Umwandlung der Helligkeiten der Digitalbilder in Transmissionswerte und anschließende numerische Berechnung von Schichtdicken, beruhend auf in der Software implementierten Modellen
- Einfaches und flexibles Hinzufügen von Materialien und Substraten in die Materialdatenbank zur Schichtdickenberechnung
- Automatisierung des Auswerteprozesses für die anwendungsnahe Verwendung in Fertigungsprozessen oder Qualitätssicherung

TFI ist für Windows PCs ab Windows 8 entwickelt und für eine Bildschirmauflösung von 1920 x 1080 optimiert.

TFI wurde im Zuge der Dissertation „Optische Schichtdickenbestimmung auf granularen Materialien“ von Harald Mahr am Institut für Festkörperphysik der Technischen Universität Wien und in nachfolgender selbstständiger Arbeit entwickelt.

2 Das Hauptfenster und seine Unterteilung

Das Hauptfenster ist ein Windows-übliches Dokumentenfenster. Als primäre Eingabe zur Auswertung von Daten muss mindestens ein Digitalbild geladen werden. Dies geschieht über die Menüleiste und den Menüpunkt „File“ → „Open“ (siehe Abbildung 2-1).

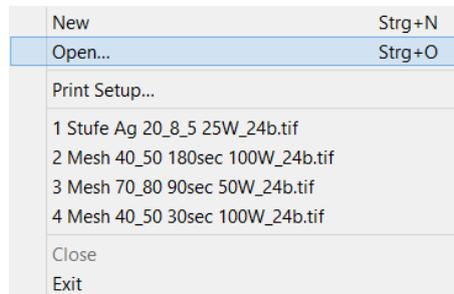


Abbildung 2-1 Menüpunkt File Open

Im sich darauf öffnenden Dialog ist die zu öffnende Bilddatei auszuwählen. Es werden alle gängigen Bildformate (bmp, tiff, jpg, gif) mit einer Farbtiefe von 24 Bit (d.h. 8 Bit je Farbkanal) unterstützt. Alternativ werden im Menüpunkt „Datei“ die letzten vier geöffneten Dateien angezeigt, die ebenfalls geöffnet werden können. Nach Auswahl der zu öffnenden Datei, öffnet sich der „Color Channel Selection“ Dialog (siehe Abbildung 2-2).



Abbildung 2-2 "Color Channel Selection" Dialog

Der „Color Channel Selection“ Dialog öffnet sich nur bei Mehrkanalbildern und dient zur Auswahl des zu ladenden Farbkanals bzw. aller Farbkanäle. Die Buttons „Red“, „Green“, „Blue“ stehen dabei für die Farbkanäle Rot, Grün und Blau, während der Button „All“ alle Farbkanäle auswählt. „All“ ist die Default Einstellung und kann durch Drücken der Enter Taste direkt gewählt werden. Zu beachten ist, dass Schichtdickenberechnungen nur durchgeführt werden können, wenn alle drei Farbkanäle geladen wurden. Nach Auswahl der zu ladenden Farbkanäle erscheint der „Exposure Time“ Dialog (siehe Abbildung 2-3).

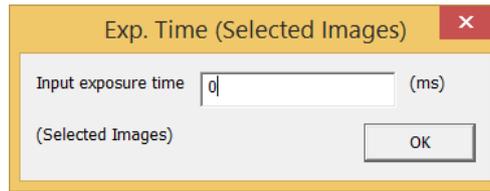


Abbildung 2-3 "Exposure Time" Dialog

Im „Exposure Time“ (Belichtungszeit) Dialog wird die Belichtungszeit in Millisekunden, mit der das Bild aufgenommen wurde, angegeben. Die Eingabe dieser Zeit ist nur notwendig, um nachfolgend eine Dunkelstromkorrektur des Bildes mittels B/D/F-Korrektur (siehe Abschnitt 7.1.2) durchführen zu können. Soll dies nicht geschehen, kann dieser Dialog ignoriert und durch Drücken der Enter-Taste quittiert werden. Wird eine B/D/F-Korrektur mit Belichtungszeiten = 0 versucht, bleibt die Korrektur wirkungslos.

Nach Eingabe der Belichtungszeit wird das Bild geladen und das Hauptfenster aufgebaut (siehe Abbildung 2-4).

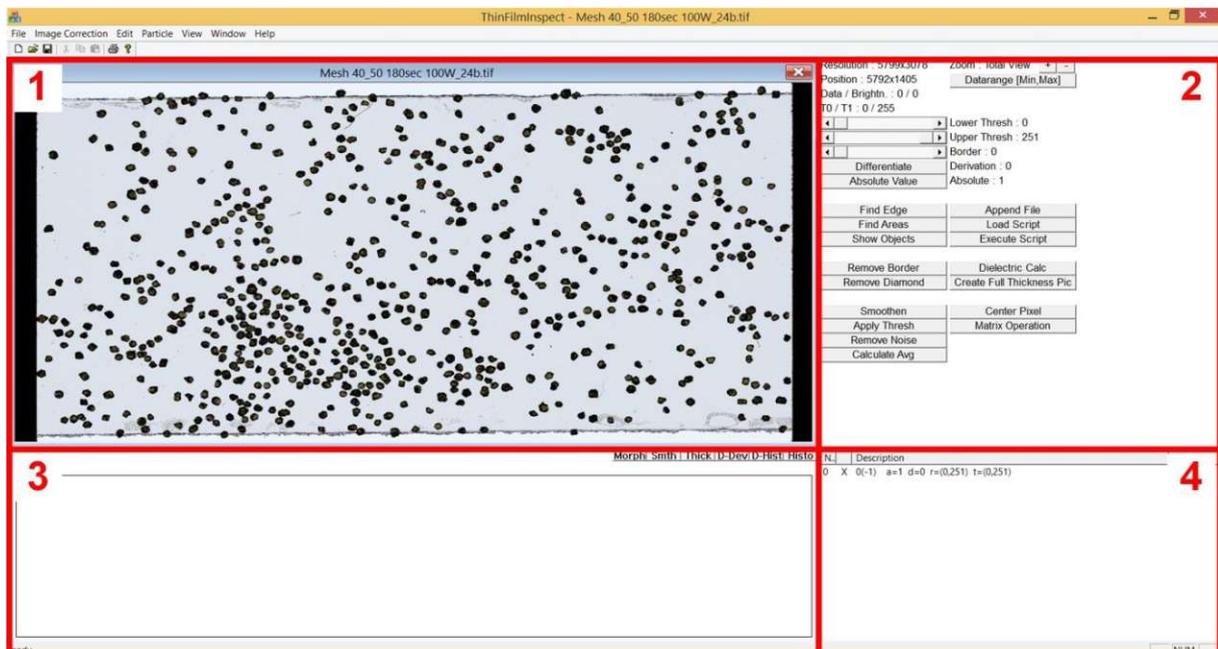


Abbildung 2-4 Hauptfenster bestehend aus (1) Anzeigefenster (2) Toolfenster (3) Graphfenster (4) Bilderlistenfenster

Das Hauptfenster besteht aus vier Einzelfenstern. Das Anzeigefenster (1) dient zur Anzeige der geladenen bzw. der generierten Bilder. Über das Toolfenster (2) ist der Großteil der Funktionalitäten von ThinFilmInspect zugänglich. Im Graphfenster (3) werden zusätzliche Informationen wie Linescans und Histogramme angezeigt. Das Bilderlistenfenster (4) zeigt

eine Liste aller geladenen und im Zuge von Berechnungen generierten Bilder an und macht sie so zugänglich.

Das aktuell dargestellte Bild im Anzeigefenster kann auch wieder gespeichert werden. Dazu ist im Menü „File“ → „Save As“ zu wählen (siehe Abbildung 2-5).

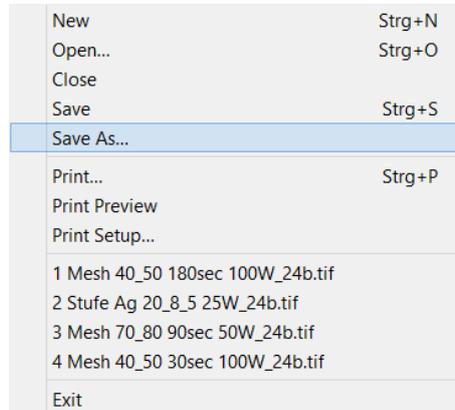


Abbildung 2-5 Menü „File“ → „Save As“

Der nachfolgend erscheinende Dialog erlaubt das Abspeichern des angezeigten Bildes in Form eines 24 Bit Bitmaps in bekannter Weise.

3 Das Anzeigefenster

Das Anzeigefenster dient zur graphischen Darstellung der Bildinformation aller in ThinFilmInspect vorkommenden Bildtypen (Digitalbild, Binärbild, Operatorbild, Schichtdickenbild). Hier werden die geladenen Bilder angezeigt. Egal welche Daten vorliegen, der Anzeigemodus entspricht immer einem 24 Bit Bitmap (d.h. jeweils 8 Bit für jeden Farbkanal). D.h. die vorliegenden Daten werden immer auf einen maximalen Wertebereich von [0, 255] im Farbraum des Anzeigemediums abgebildet. Wie die Daten auf dieses Intervall abgebildet werden, ist über den Button „Toolfenster“ → „Data Range“ beeinflussbar (siehe Abschnitt 4.1.3). Weiters lässt sich die Anzeigauflösung über den Zoom-Button oder das Mausrad variieren und den gewünschten Bedürfnissen anpassen (siehe Abschnitt 4.1.2).

3.1 Datenexport

Die dem angezeigten Bild zugrunde liegenden Daten lassen sich über das Anzeigefenster exportieren. Der Unterschied zum simplen Abspeichern des angezeigten Bildes (wie in Abschnitt 2 beschrieben) liegt zum einen daran, dass nicht das angezeigte Bild, sondern tatsächlich die zur Generierung der Anzeige herangezogenen Daten exportiert werden. Ein weiterer Unterschied liegt im Exportformat. Die Daten werden als „tab“ getrennte Liste im ASCII Format gespeichert und sind in jedem Tabellenverarbeitungsprogramm zur weiteren Verarbeitung sofort einlesbar. Das Exportieren geschieht über einen Rechtsklick in das Anzeigefenster. Zu beachten ist, dass in einen nicht ausgezeichneten Bereich geklickt werden muss, d.h. in einen Bereich der nicht von einem Linescan oder von einem Objekt besetzt ist. Es öffnet sich der „Export picture data“ Dialog (siehe Abbildung 3-1).

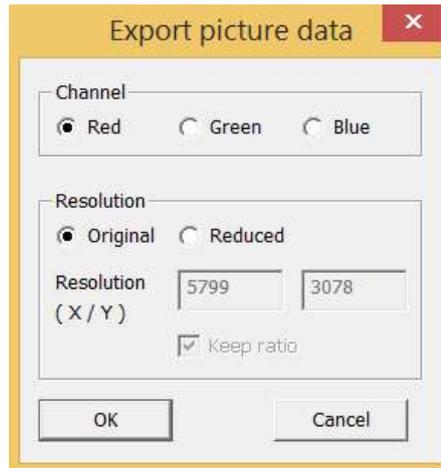


Abbildung 3-1 "Export picture data" Dialog

Über „Channel“ kann der zu exportierende Datenkanal ausgewählt werden. Bei Schichtdickenbildern, d.h. beim Export von Schichtdicken, ist diese Auswahl hinfällig. Im Bereich „Resolution“ kann die Auflösung der zu exportierenden Daten gewählt werden. Die Auswahl „Original“ behält die originale Auflösung des Bildes bei. Da gescannte Bilder oft sehr hohe Auflösungen besitzen ist es ratsam zur weiteren Verarbeitung die Auflösung zu reduzieren. Dies geschieht über die Option „Reduced“. In den Feldern für X und Y kann die neue Auflösung angegeben werden. Bei ausgewählter Check Box „Keep ratio“ wird bei Änderung eines Wertes der andere automatisch mitangepasst, um das Seitenverhältnis des Originals beizubehalten. Nach bestätigen mit „OK“ öffnet sich ein Dialog zur Auswahl der Ausgabedatei und der Export wird initiiert. Der Abschluss des Exports wird über eine Message Box angezeigt.

Die ausgegebene Datei entspricht einer Tab-getrennten Tabelle und kann direkt in Excel ohne Angabe weiterer Parameter gelesen werden. Zu berücksichtigen ist, dass die jeweils erste Spalte in x bzw. y Richtung die x und y Position im Bild in Pixel angeben. D.h. die jeweils erste Spalte und Zeile sind Koordinaten in Pixel. Die ausgegebenen Daten entsprechen den Helligkeitswerten oder Schichtdicken im jeweiligen Kanal an genau den Bildstellen, die durch den angegebenen Raster ausgewählt wurden. Es findet keine Bereichsmittelung statt (siehe Abbildung 3-2).

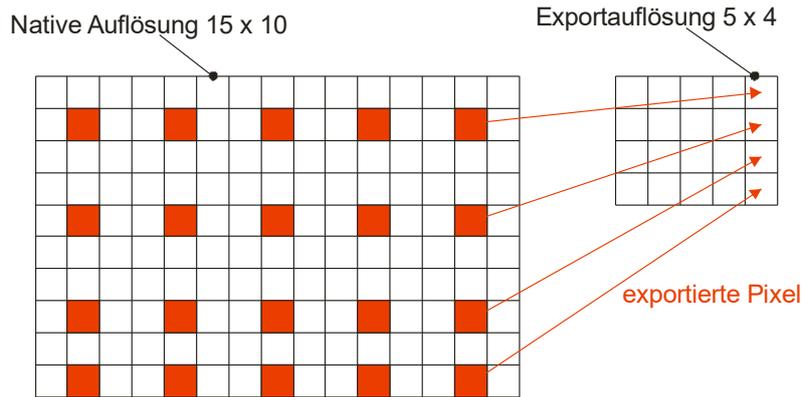


Abbildung 3-2 Exemplarische Umrechnung native Auflösung in exportierten Bildraster

3.2 Der Linescan

Ein Linescan dient zur Anzeige der dem aktuell angezeigten Bild zugrunde liegenden Daten, entlang einer im Bild ausgewählten Linie. Der Linescan wird durch Klicken und Halten der linken Maustaste im Anzeigefenster initiiert und der Startpunkt festgelegt. Bewegen der Maus mit gedrückter linker Maustaste an eine beliebige Position im Anzeigefenster und anschließendes Loslassen der linken Maustaste legt den Endpunkt des Linescans fest. Die daraufhin im Anzeigefenster gezeichnete Linie stellt die Achse dar, entlang derer die Daten ausgewertet werden. Die Pfeile zu Beginn und am Ende der Linescan-Linie zeigen dabei die Richtung der Auswertung an (siehe Abbildung 3-3). Die so festgelegten Daten werden im Graphfenster dargestellt (siehe Abschnitt 5).

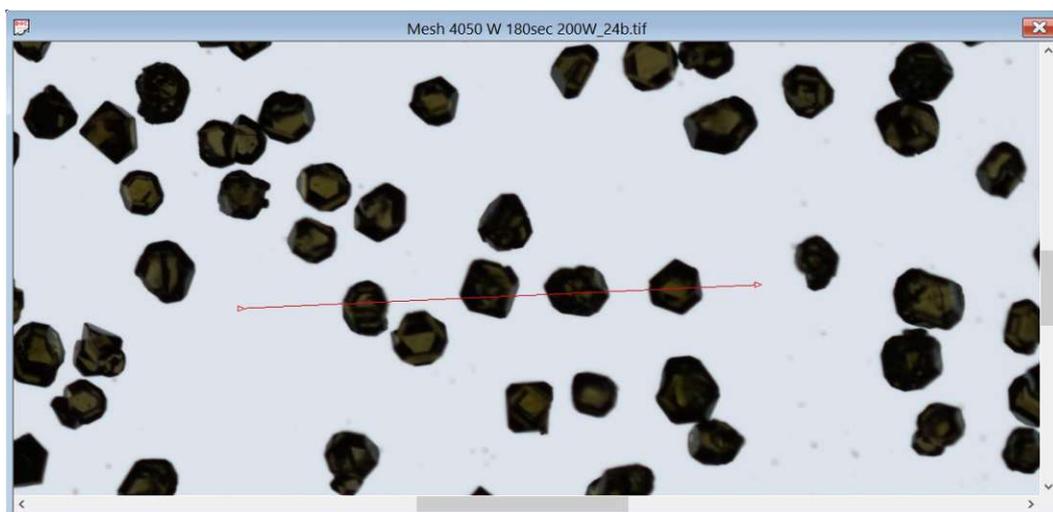


Abbildung 3-3 Anzeigefenster mit über mehrere Diamanten durchgeführten Linescan

Durch Auswahl und Festhalten eines Endpunktes der Linescan-Linie kann dieser Endpunkt verschoben werden. Ebenso kann durch Auswahl und Festhalten der Linescan-Linie, diese als

Ganzes verschoben werden. Damit kann der Linescan gut als Werkzeug zur Auswertung einzelner Bildabschnitte genutzt werden. Durch einen Linksklick in einen beliebigen (nicht durch die Linescan-Linie überdeckten) Bildbereich im Anzeigefenster wird der aktuelle Linescan wieder entfernt.

Durch Rechtsklick auf die Linescan-Linie öffnet sich der „Linescan Daten“ Dialog (siehe Abbildung 3-4).



Abbildung 3-4 "Linescan Daten" Dialog

Dieser Dialog erlaubt die Einstellung der Linescan-Breite (Width). Bei Breite 0 werden nur die Pixel zur Auswertung herangezogen, die durch die Linescan-Linie überdeckt werden. Bei Angabe einer Breite von n Pixel, wird für jede Position x entlang der Auswertachse der Mittelwert der Daten aller $2n$ Pixel gebildet, die normal zur Achsenrichtung liegen. Es wird dabei n Pixel sowohl in positive als auch in negative Richtung gezählt. Die einstellbare Linescan-Breite erlaubt so die Auswertung ausgewählter Flächen (siehe Abbildung 3-5).

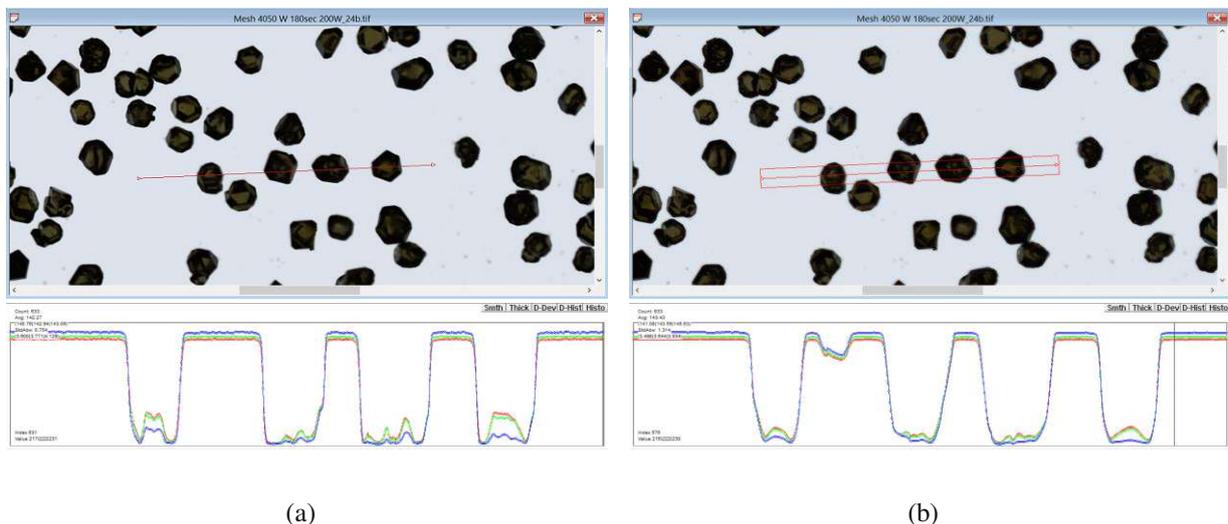


Abbildung 3-5 Anzeigefenster mit Linescan und zugehörigem Graphfenster (a) Linescan-Breite 0 (b) Linescan-Breite 20

Weiters lässt sich im „Linescan Daten“ Dialog mit den Feldern „Start (x/y)“ und „End (x/y)“ die exakte Position des Start- und des Endpunktes des Linescans festlegen. Damit ist präzise Positionierung möglich.

Linescandaten können exportiert und in Dateien abgelegt werden (siehe Abschnitt 5.10). Der Linescan kann auch zur Längenkalibrierung eingesetzt werden (siehe Abschnitt 7.2.1.1).

4 Das Toolfenster

Im Toolfenster sind die grundlegenden Informationen zum angezeigten Bild und die hauptsächlich verwendeten Funktionen zusammengefasst (siehe Abbildung 4-1).

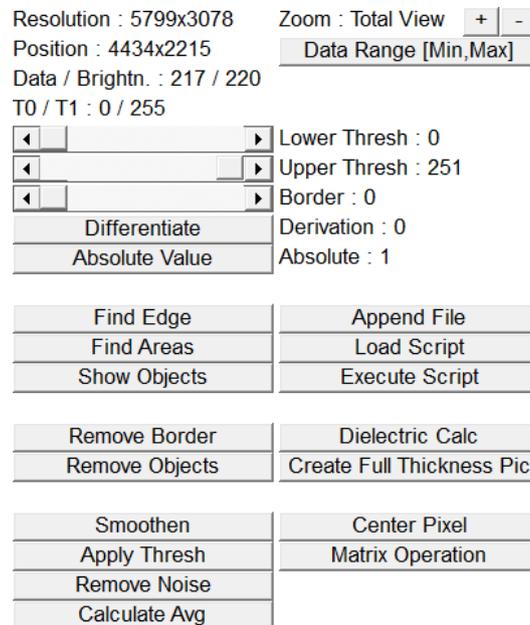


Abbildung 4-1 Toolfenster

4.1 Das Anzeige- und Parameterfeld

Wie der Name sagt, dient dieses Feld zur Darstellung grundsätzlicher Informationen und zur Eingabe von Zusatzparametern, die für diverse Operationen benötigt werden (siehe Abbildung 4-2).

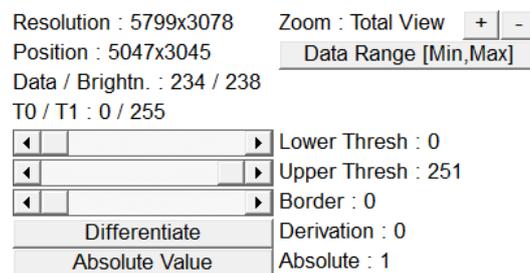


Abbildung 4-2 Anzeige- und Parameterfeld

4.1.1 Anzeigeelemente

Eine Liste der Anzeigeelemente und deren Beschreibung ist in Tabelle 4-1 aufgeführt.

Anzeigeelement	Beschreibung
Resolution	Stellt die Auflösung des geladenen Bildes dar.
Position	Stellt die Pixelposition im geladenen Bild dar, an der sich der Mauszeiger gerade befindet.
Data / Brighth.	Stellt für den Rot-Kanal die zugrundeliegenden Daten (Data) und den Helligkeitswert des angezeigten Bildes (Brighth.) an der Pixelposition des Mauszeigers dar.
T0 / T1	Ohne Bedeutung
Derivation	Stellt die Anzahl dar, wie oft auf dieses Bild bereits die Operation <i>Differenzieren</i> angewendet wurde.
Absolute	Stellt dar, ob die dem Bild zugrundeliegenden Daten negative Werte enthalten.

Tabelle 4-1 Anzeigeelemente im Anzeige- und Parameterfeld des Toolfensters

4.1.2 Zoom

Es ist möglich die geladenen Bilder in den Vergrößerungen 1x – 8x bzw. in der Totalansicht darzustellen (siehe Abbildung 4-3).

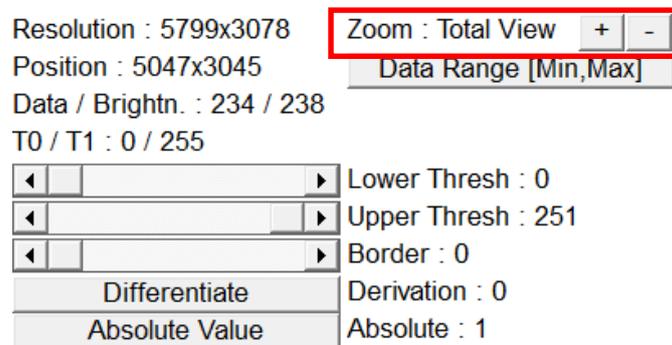


Abbildung 4-3 Zoom-Buttons +/- samt Anzeige aktueller Zoomstufe im Toolfenster

Die Schrittweite zwischen den Vergrößerungen beträgt 0,5. Umschalten der Vergrößerungen erfolgt durch die +/- Buttons im Toolfenster oder durch Drücken der Ctrl-Taste und Drehen des Mousrads. Ist kein Linescan aktiv, wird immer an die Stelle der aktuellen Mauszeigerposition gezoomt. Ist ein Linescan aktiv, erfolgt der Zoom an die Stelle des Linescan-Mittelpunktes. Achtung: Ist das Bildfenster nicht das ausgewählte Fenster, hat der Mousradzoom keinen Effekt. Die aktuelle Zoomstufe wird ebenfalls im Toolfenster angezeigt. Bei Zoomstufe 0 wird das gesamte Bild auf den am Bildschirm zur Verfügung stehenden

Bereich dargestellt (ohne Berücksichtigung der Seitenverhältnisse des Originalbildes). Dies wird im Toolfenster durch „Zoom: Total View“ gekennzeichnet (siehe Abbildung 4-4).

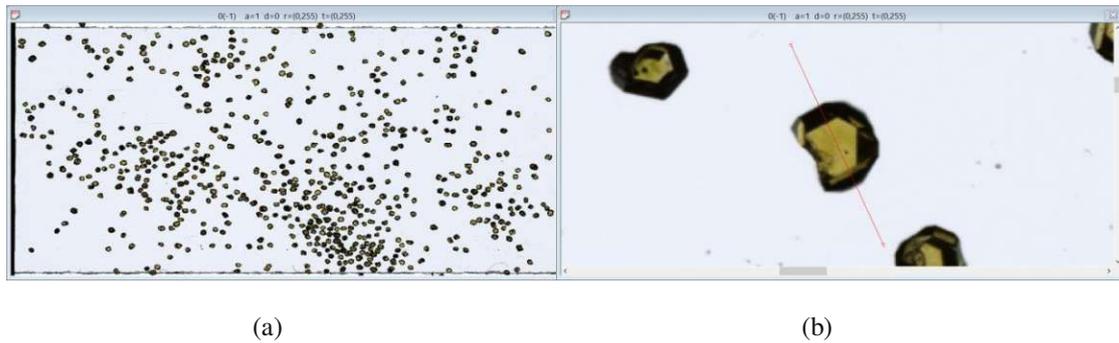


Abbildung 4-4 Bild einer Diamantprobe Mesh 40/50 a) in der Totalansicht ("Total View")
b) im 2,5-fachen Zoom

4.1.3 Button „Data Range“

Der Button „Data Range“ erlaubt die Auswahl des Anzeigemodus im Anzeigefenster. Es stehen dabei die beiden Modi [Min/Max] und [0,255] zur Verfügung. Zu beachten ist, dass jeweils der aktuelle Modus im Button angezeigt wird. Durch Drücken des Buttons wird in den jeweils anderen (nicht angezeigten) Modus geschaltet und die Anzeige im Button geändert, sodass immer der aktuell aktive Modus angezeigt wird.

Der Anzeigemodus [Min/Max] ist der Standard-Anzeigemodus nach Laden eines Bildes. Es werden dabei Minimal- und Maximalwert in den jeweiligen Farbkanälen der zugrundeliegenden Daten auf die Werte 0 und 255 in den Farbkanälen des Anzegebildes abgebildet. Werte dazwischen werden linear in der Form $[Min\ Daten, Max\ Daten] \rightarrow [0, 255]$ abgebildet. Dieser Anzeigemodus bewirkt bei Digitalbildern eine Kontrasterhöhung der Anzeige und bei Binär-, Operator- und Schichtdickenbildern eine sinnvolle Darstellung der berechneten Werte.

Der Anzeigemodus [0,255] lässt die zugrundeliegenden Daten unverändert, d.h. die Daten werden so wie sie sind als Helligkeiten für die Anzeige interpretiert. Dieser Anzeigemodus dient hauptsächlich zur Darstellung der geladenen Bilder im Originalkontrast.

4.1.4 Parameter

Die Parameter „Lower Thresh“ (Untergrenze), „Upper Thresh“ (Obergrenze) und „Border“ (Rand) werden mittels der zugehörigen Scrollbars eingestellt. Diese Parameter werden für

diverse Operationen benötigt. Bei den Beschreibungen dieser Operationen wird auf die notwendigen Einstellungen dieser Parameter explizit hingewiesen. Die aktuell eingestellten Werte sind rechts neben den Scrollbars dargestellt.

Der Parameter „*Border*“ stellt einen Universalparameter dar, der für verschiedene Funktionen verschiedene Auswahlmöglichkeiten übernimmt. Eine Zusammenstellung ist Tabelle 4-2 zu entnehmen. Der einstellbare Wertebereich des „*Border*“ Parameters beträgt [0, 40].

Funktion	Bedeutung des „ <i>Border</i> “ Parameters	Beschreibung
Operation „Remove Border“	Anzahl der zu entfernenden Randpixel	Abschnitt 4.2.6
Operation „Zentralpixel Extraktion“	Radius des zu extrahierenden Zentralbereichs in Pixel	Abschnitt 4.2.15
Objekt-Histogramm	Breite der äquidistanten Werteklassen in Å	Abschnitt 5.4

Tabelle 4-2 Zusammenstellung der funktionsabhängigen Bedeutung des „*Border*“ Parameters

Die einstellbaren Wertebereiche von „*Lower Thresh*“ und „*Upper Thresh*“ richten sich nach dem Minimal- bzw. Maximalwert der dem aktuellen Bild zugrundeliegenden Daten, d.h. es wird der gesamte Bereich der Daten abgedeckt. Die aktuell eingestellten Werte für „*Lower Thresh*“ und „*Upper Thresh*“ werden weiters im Graphenfenster als grau hinterlegte Bereiche dargestellt. Hierbei gilt, dass für der Graubereich für „*Lower Thresh*“ vom Minimalwert beginnend bis zur aktuellen Einstellung gezeichnet wird, während für „*Upper Thresh*“ der Graubereich vom Maximalwert bis zur aktuellen Einstellung gezeichnet wird. Ist das Graphenfenster im Modus *Histogramm* so wird der Graubereich für „*Lower Thresh*“ von links bis zur aktuellen Einstellung und für „*Upper Thresh*“ von rechts bis zur aktuellen Einstellung gezeichnet. Die Bereiche können sich auch überlappen (siehe Abbildung 4-5).

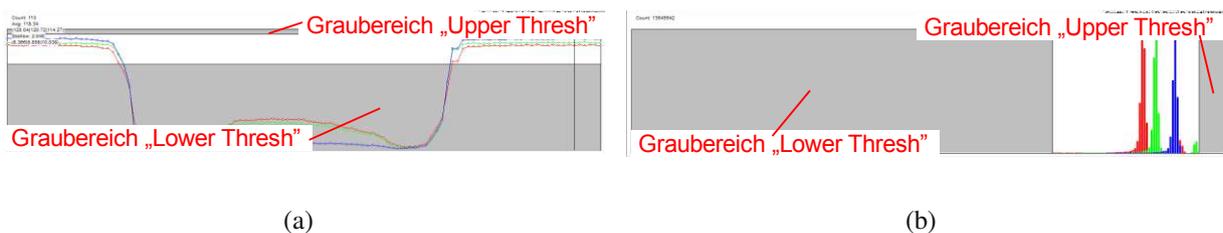


Abbildung 4-5 Graphenfenster einer Diamant Probe mit eingestelltem „*Upper Thresh*“ und „*Lower Thresh*“ (a) Linescan Modus (b) Histogramm Modus

4.2 Operationen

Im Weiteren werden die Operationen im Toolfenster erklärt.

4.2.1 Operation „Differentiate“

Über den Button „Differentiate“ wird die Operation Differenzieren ausgeführt. Dabei wird ein symmetrischer Ableitungsoperator der Form $g'(x) = \frac{g(x + \Delta x) - g(x - \Delta x)}{2\Delta x}$ auf den Rot-Kanal in x und in y Richtung angewendet und ein Ableitungsbild erzeugt. Die Beschränkung auf den Rot-Kanal beruht darauf, dass der Kontrast im Rot-Kanal bei Transmissionsbildern am höchsten ist. Durch die anderen beiden Farbkanäle wird keine weitere Information gewonnen. Als Ableitungswert wird der Wert mit höherem Absolutbetrag in x oder y Richtung genommen. Diese Werte können auch negativ sein. Das Ergebnis dieser Operation ist ein Ableitungsbild (siehe Abbildung 4-6).

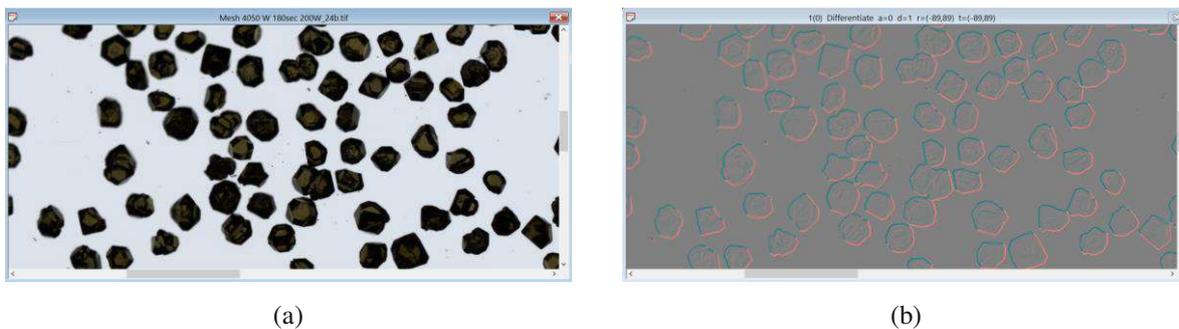


Abbildung 4-6 Diamantprobe (a) Graustufenbild (b) zugehöriges Ableitungsbild

4.2.2 Operation „Absolute Value“

Durch Drücken des Buttons „Absolute Value“ wird die gleichnamige Operation ausgeführt. Ausgangspunkt ist ein Bild beliebigen Typs. Es wird der Wert jedes Pixels durch den Betrag desselben ersetzt. Diese Operation bezieht sich nur auf den Rot-Kanal. Ergebnis dieser Operation ist ein Datenbild mit rein positiven Datenwerten (siehe Abbildung 4-7).

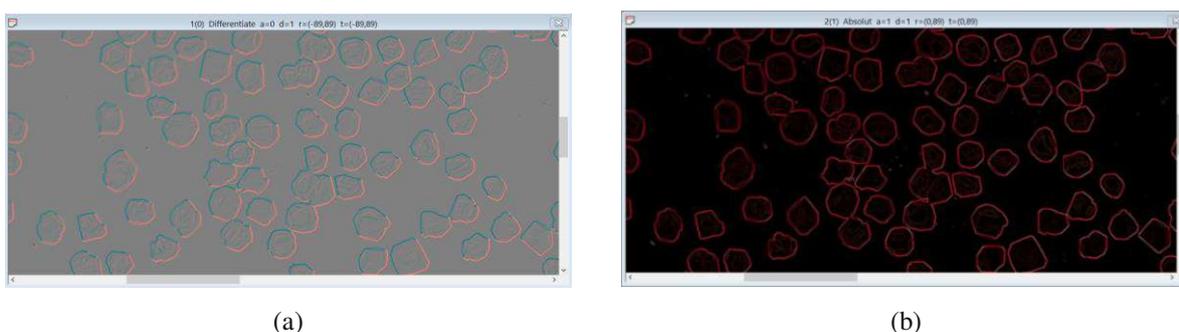


Abbildung 4-7 Diamantprobe (a) Ableitungsbild (b) zugehöriges Absolutbild

4.2.3 Operation „Find Edge“

Durch Drücken des Buttons „Find Edge“ wird die Operation „Find Edge“ (Finde Kanten) ausgeführt. Ausgangspunkt ist ein beliebiges Graustufenbild. Die Operation „Find Edge“ dient zum Auffinden von Kanten im Bild und kombiniert Schritte der ableitungsbasierten Kantendetektion mit Schwellwert-basierter Erhöhung der Kantensignifikanz. Die Einzelschritte, die von dieser Operation durchgeführt werden, werden immer nur auf den Rot-Kanal angewendet. In der Praxis hat sich erwiesen, dass durch zusätzliche Kantendetektion in anderen Farbkanälen keine Zusatzinformation mehr gewonnen werden kann. Die eigentliche Kantendetektion erfolgt durch zweimaliges Ableiten des Bildes in x und y Richtung und Detektion der Null Durchgänge.

Zur besseren Separation des Hintergrundes von den Objekten wird mittels Parameter „Lower Thresh“ (siehe Abschnitt 4.1.4) eine Separation Hintergrund / Objekt vorgenommen. Eine gute Vorgehensweise dabei ist einen Linescan (siehe Abschnitt 3.2) über ein bzgl. seiner Helligkeit durchschnittliches Objekt durchzuführen. Über die Anzeige im Graphenfenster (siehe Abschnitt 5) kann nun bezogen auf den Rot-Kanal die Einstellung des „Lower Thresh“ so durchgeführt werden, dass Objektbereiche unterhalb und Hintergrundbereiche oberhalb des „LowerThresh“-Bereiches liegen (siehe Abschnitt 4.1.4, Abbildung 4-8). Als Ergebnis dieser Operation wird ein Binärbild erzeugt, in dem detektierte Kantenübergänge mit dem Wert 1 gekennzeichnet sind. Diese Operation ist über die Automatisierung zugänglich (siehe Abschnitt 9).

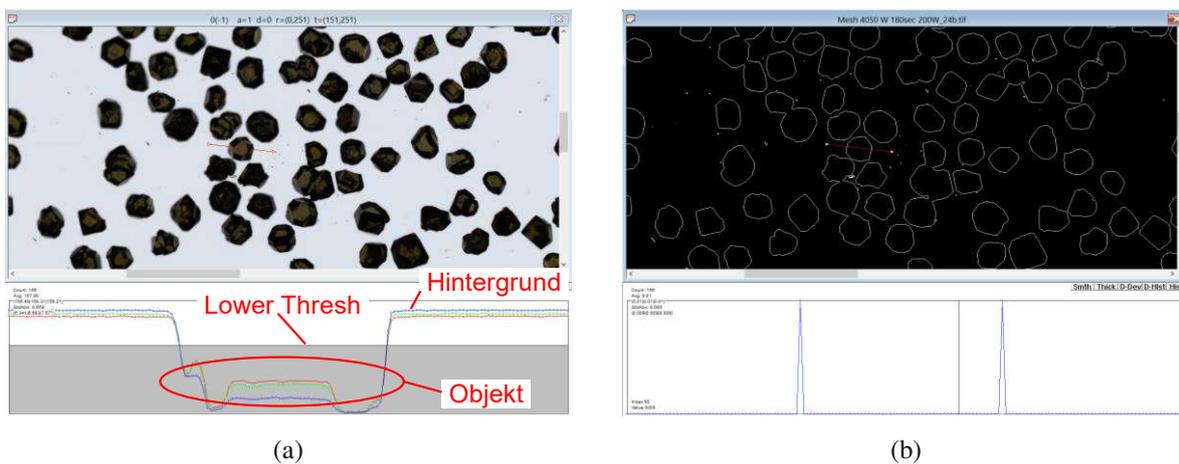


Abbildung 4-8 (a) Graustufenbild mit Linescan und zugehörigem Graphenfenster; die Einstellung des „Lower Thresh“ ist zwischen Hintergrund und Objekthelligkeit gesetzt.

(b) Binärbild nach der Kantendetektion; die weißen Linien stellen gefundene Kanten dar.

4.2.4 Operation „Find Areas“ – Morphologische Filterung

Durch Drücken des Buttons „Find Areas“ wird die Operation „Find Areas“ ausgeführt. Ausgangspunkt ist ein beliebiges Binärbild (z.B. das Resultat der Kantendetektion durch die Operation „Find Edge“). Die Operation „Find Areas“ dient zum Auffinden von geschlossenen Objekten mit bestimmten Linearabmessungen, d.h. zur Separation von gesuchten Objekten und Schmutz bzw. zusammenhängenden Objekten und nicht zuordenbaren Kanten.

Die Detektion geschlossener Objekte erfolgt dadurch, dass das Ausgangs-Binärbild nach Pixeln mit dem Wert 1 durchsucht wird. Ist das Ausgangsbild das Ergebnis einer Kantendetektion (siehe Abschnitt 4.2.3), so stellen Pixel mit dem Wert 1 Kanten mit genügend hoher Signifikanz dar. Wird ein solcher Pixel gefunden, so stellt er den Ausgangspunkt der nachfolgenden Kantenverfolgung dar, d.h. ausgehend vom Startpunkt wird innerhalb der 8er Nachbarschaft (alle den Pixel sowohl an Kanten als auch Ecken berührenden Pixel) der nächste Pixel mit dem Wert 1 gesucht und als neuer Ausgangspunkt herangezogen. Die Kantenverfolgung wird solange durchgeführt bis entweder kein Pixel in der 8er Nachbarschaft mit dem Wert 1 mehr gefunden wird (auslaufende Kante) oder wieder der Ausgangspixel erreicht wird (geschlossenen Kante). Pixel, die bereits Teil einer Kantenverfolgung waren, werden aus dem Bild entfernt. Auslaufende Kanten werden verworfen und geschlossene Kanten werden als in sich geschlossene Bereiche (Objekte) interpretiert.

Die morphologische Filterung findet als Prozessschritt nach der Kanten- und Objekterkennung als Letztschritt hin zum geschlossenen Objekt oder Partikel statt (siehe Abbildung 4-9).

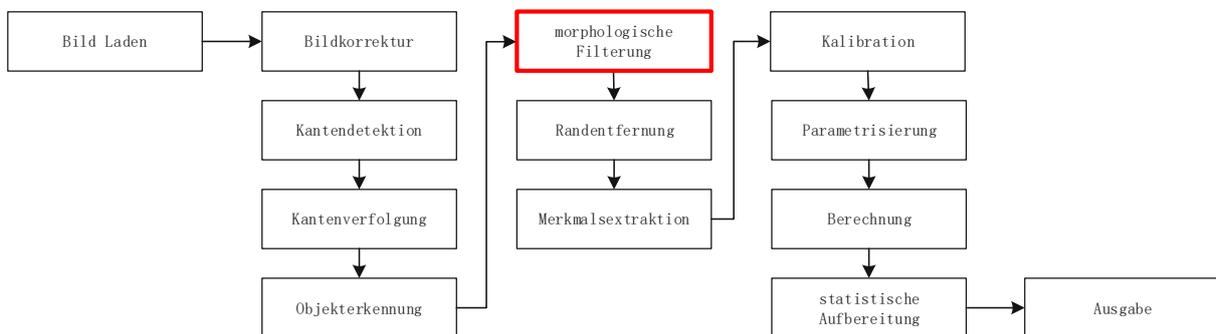


Abbildung 4-9 Übersicht Prozessschritte - Morphologische Filterung

Unter morphologischer Filterung ist eine Selektion von Objekten basierend auf einem Satz von vorher definierten Parametern zu verstehen. Die Selektion ermöglicht die Unterscheidung

von Granulatpartikel und Schmutz, Einzelgranulaten und Granulatkonglomeraten aber auch die Selektion von Granulatensembles bestimmter morphologischer Eigenschaften. Der Begriff Morphologie betrifft die Form der Granulatprojektionen im Graustufenbild. Die Morphologische Filterung erfolgt nach Durchgeführter Objekterkennung und vor der Merkmalsextraktion, d.h. nach Kantendetektion, Kantenverfolgung und Detektion geschlossener Objekte. Es ist ein Satz an Filterparametern in TFI implementiert. Nach bestätigen des „Find Areas“-Buttons im Toolfenster wird der „Find Areas Properties“ Dialog geöffnet (siehe Abbildung 4-10).

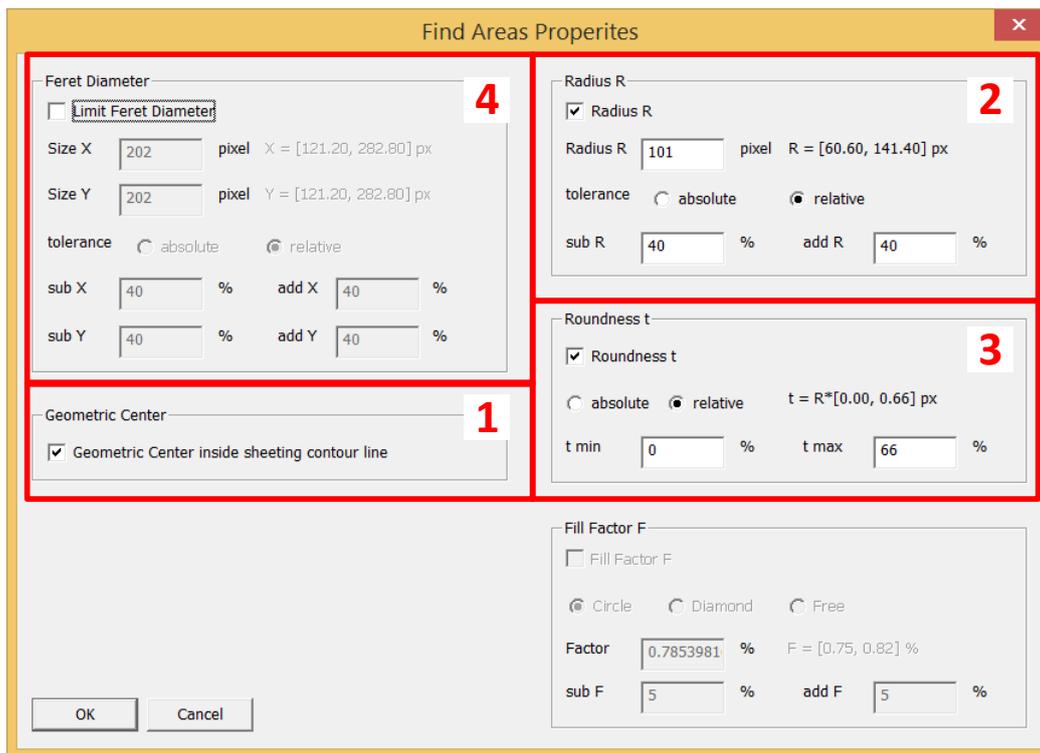


Abbildung 4-10 „Find Areas Properties“ Dialog mit Auswahlmöglichkeiten der morphologischen Kenngrößen

In diesem Dialog können die gewünschten morphologischen Kenngrößen ausgewählt werden. Sind mehrere Kenngrößen gleichzeitig aktiviert, so müssen die selektierten Partikel alle gewählten Kriterien erfüllen. Die wählbaren Kenngrößen werden im Folgenden erläutert.

1. Position des geometrischen Mittelpunkts:

Es wird der geometrische Mittelpunkt des Objektes bestimmt und überprüft, ob er innerhalb oder außerhalb der Objektgrenzen liegt. Auf diese Weise ist es möglich stark konkave Objekte zu erkennen und zu verwerfen (siehe Abbildung 4-11).

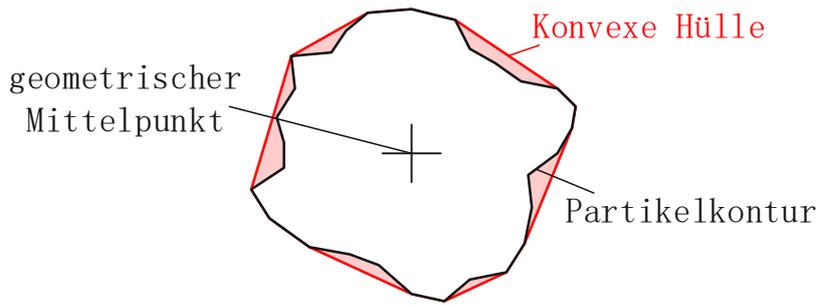


Abbildung 4-11 Partikel dargestellt durch Konturlinie mit geometrischem Mittelpunkt und konvexer Hülle

2. Mittlerer Partikelradius:

Die Abstände aller Punkte der Objektkontur zum geometrischen Mittelpunkt werden aufsummiert und über die Punktzahl gemittelt. Das Ergebnis entspricht dem mittleren Objektradius und ermöglicht eine Selektion der Objektgrößen (Dieser Radius ist nicht mit dem Äquivalenzradius zu verwechseln, der aus dem realen Objektumfang bestimmt wird, siehe Abbildung 4-12).

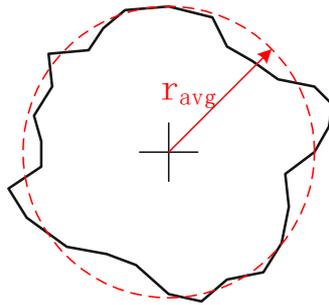


Abbildung 4-12 Mittlerer Partikelradius r_{avg}

Die mittleren Radien der beizubehaltenden Objekte werden als Intervall $r_{avg} \in [r_{min}, r_{max}]$ festgelegt. Der minimale und maximale Radius können als Absolutwerte oder als Prozentwert des Zielradius angegeben werden.

3. Rundheit:

Die Rundheit ist eine genormte Größe aus der Fertigungskunde und wurde auf die Morphologie der Partikelprojektionen übertragen. Bei der Rundheit handelt es sich um die Differenz zwischen Inkreis und Umkreis der Objektkontur mit dem geometrischen Mittelpunkt als Mittelpunkt. Je kleiner der Abstand, umso „runder“ ist das Objekt bzw.

umso eher entspricht es einem idealen Kreis. Mit diesem Parameter ist es möglich die Regelmäßigkeit der Form zu selektieren (siehe Abbildung 4-13).

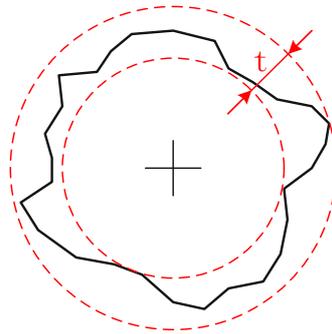


Abbildung 4-13 Rundheit t

Das Zielintervall der gewünschten Partikel-Rundheit kann in Form von Absolutzahlen oder als Prozentwert des mittleren Radius des jeweiligen Partikels angegeben werden.

4. Feret-Durchmesser:

Der Feret-Durchmesser ist bestimmt durch den Normalabstand zwischen zwei antipodalen, parallelen Tangenten an die konvexe Hülle des Objektes. Bildlich gesehen entspricht er damit jenem Durchmesser den eine Schiebelehre messen würde. Es sind zwei zueinander normal stehende Feret-Durchmesser anzugeben. Diese sind in Form des Minimal- und Maximaldurchmessers direkt mit der Siebgröße des Granulates verknüpft (siehe Abbildung 4-14). Die Zielintervalle der gewünschten Feret-Durchmesser in x und y Richtung können als Absolutzahlen oder als Prozentwerte der eingegebenen x und y Werte angegeben werden.

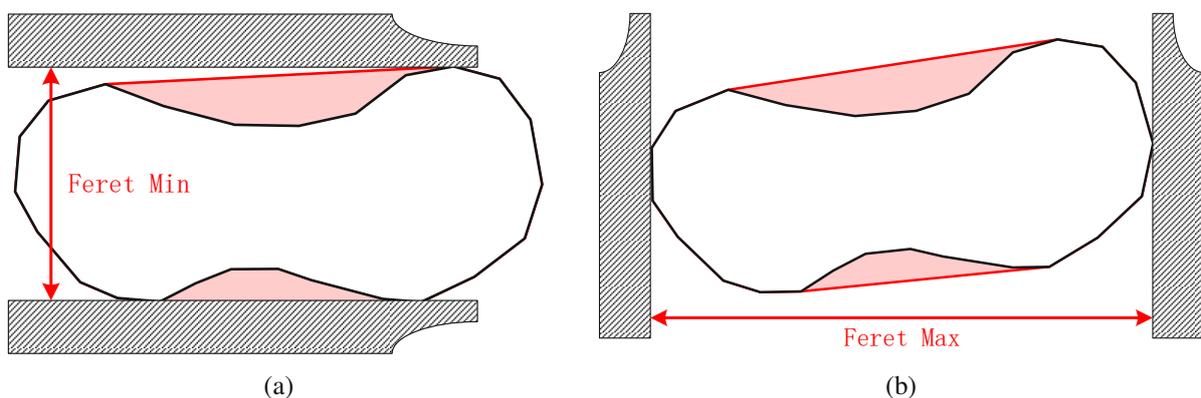


Abbildung 4-14 Feret-Durchmesser (a) Minimaler Feret-Durchmesser (b) Maximaler Feret-Durchmesser

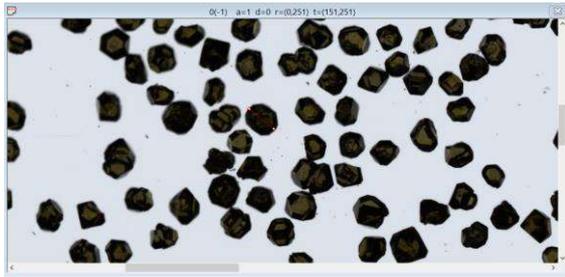
Nach der Detektion geschlossener Bereiche werden diese morphologisch gefiltert. Ergebnis der Operation ist wieder ein Binärbild, reduziert um nicht geschlossene Kanten und Objekte nicht zutreffender Filterkriterien (siehe Abbildung 4-15).



Abbildung 4-15 (a) Binärbild nach Kantendetektion; objekte gewünschter Größe sind mittels Linescan gekennzeichnet (b) Binärbild nach der Operation „Find Areas“; verworfenen Objekte sind mit grünem Rand gekennzeichnet

4.2.5 Operation “Show Objects”

Durch Drücken des Buttons „Show Objects“ wird die Operation „Show Objects“ ausgeführt. Ausgangspunkt dieser Operation **muss** ein durch die Operation „Find Areas“ (siehe 4.2.4) erzeugtes Binärbild sein, andernfalls kann die Operation nicht durchgeführt werden. Durch diese Operation werden die Objektkonturen, der durch die Operation „Find Areas“ gefundenen geschlossenen Objekte, auf das Originalbild (Index 0(-1) im Bilderlistenfenster, siehe 6) angewendet und der innere Bereich der Objektkonturen mit den Daten aus dem Originalbild aufgefüllt. Hintergrundpixel, d.h. Pixel die nicht innerhalb eines geschlossenen Objektes liegen, werden auf den Helligkeitswert 255 gesetzt. Dies geschieht für alle drei Farbkanäle. Die Operation „Show Objects“ ist der letzte Schritt der Objekterkennung und das Ergebnis ist ein Graustufenbild mit im Programmspeicher hinterlegten Objektinformationen (siehe Abbildung 4-16). Histogramminformationen, die sich auf Objektstatistiken beziehen (siehe Abschnitt 5), sind erst nach Durchführen dieser Operation zugänglich. Vorher besitzt ThinFilmInspect keine Information darüber was Objekt ist und was nicht.



(a)



(b)

Abbildung 4-16 (a) Ausgangsbild mit zusammenhängenden Objekten und Schmutz (b) Ergebnis der Objekterkennung und Separation; Es ist kein Schmutz und nur mehr deutlich separierbare Objekte enthalten; Der Hintergrund ist auf den Wert 255 gesetzt.

4.2.6 Operation „Remove Border“

Diese Operation ist veraltet und wurde durch die Partikelerosion (siehe Abschnitt 7.3.1) ersetzt.

Durch Drücken des Buttons „Remove Border“ wird die Operation „Remove Border“ ausgeführt. Ausgangspunkt der Operation „Remove Border“ muss ein Graustufenbild mit Objektinformationen sein (erzeugt durch die Operationen Show Objects, siehe Abschnitt 4.2.5). „Remove Border“ entfernt eine bestimmte Anzahl an Pixel am Rand aller Objekte. Die Anzahl der zu entfernenden Randpixel wird mittels Parameter „Border“ eingestellt (siehe Abschnitt 4.1.4). Das Entfernen der Randpixel erfolgt schalenartig, d.h. bei Angabe von n zu entfernenden Randpixel wird n mal die jeweils äußerste Pixelschale des Objektes entfernt. Das Entfernen der Randpixel selber erfolgt durch setzen des jeweiligen Pixels auf den Wert 255. Damit wird dieser Pixel dem Hintergrund zugeordnet (siehe Abschnitt 4.2.5).

Vor Ausführen der Operation wird von ThinFilmInspect mittels Dialog gefragt, ob dunkler werdende Objekte entfernt werden sollen (siehe Abbildung 4-17).

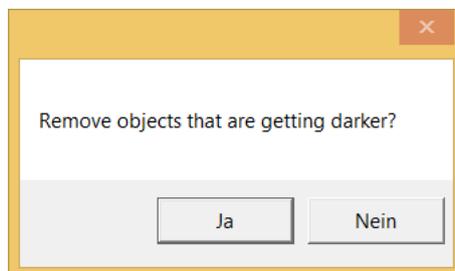


Abbildung 4-17 Dialog zur Entfernung von bei der Randentfernung dunkler werdender Objekte

Wird dieser Dialog mit „Ja“ quittiert, wird für jedes Objekt die mittlere Helligkeit vor und nach der Randentfernung berechnet. Ist der mittlere Helligkeitswert des jeweiligen Objektes nach der Randentfernung geringer als vor der Randentfernung, so wird das gesamte Objekt entfernt. Diese Option hat sich in der Praxis bewährt, um bei Diamantgranulaten jene Objekte zu entfernen, die ungünstig am Substrat zu liegen kommen und damit keine planparallelen Ebenen aufweisen, bzw. bei Objekten, die eine für die Transmissionsmessung und damit für die Schichtdickenbestimmung ungünstige Oberflächenbeschaffenheit besitzen. Der Prozess der Randentfernung kann und wird auch meistens iterativ angewendet. Ergebnis der Operation „Remove Border“ ist ein Graustufenbild mit Objektinformationen (siehe Abbildung 4-18 und Abbildung 4-19).



Abbildung 4-18 Anzeigefenster (a) vor und (b) nach einer Randentfernung von 10 Pixel ohne Entfernung dunkler werdender Objekte

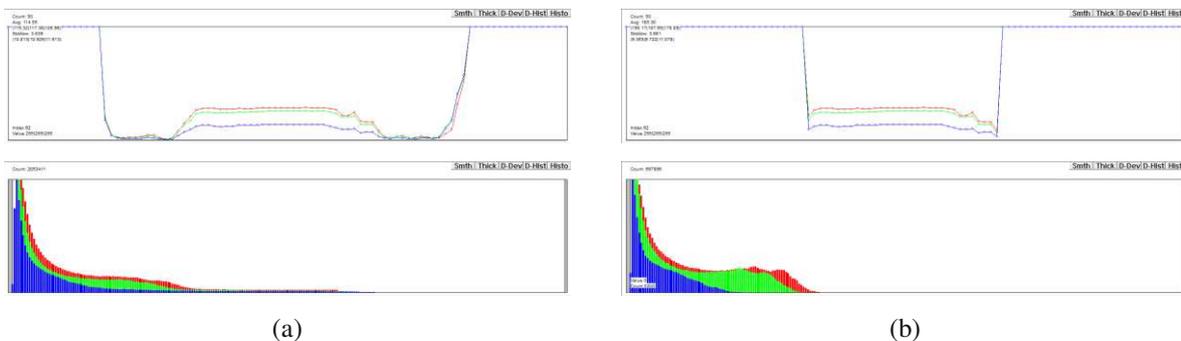
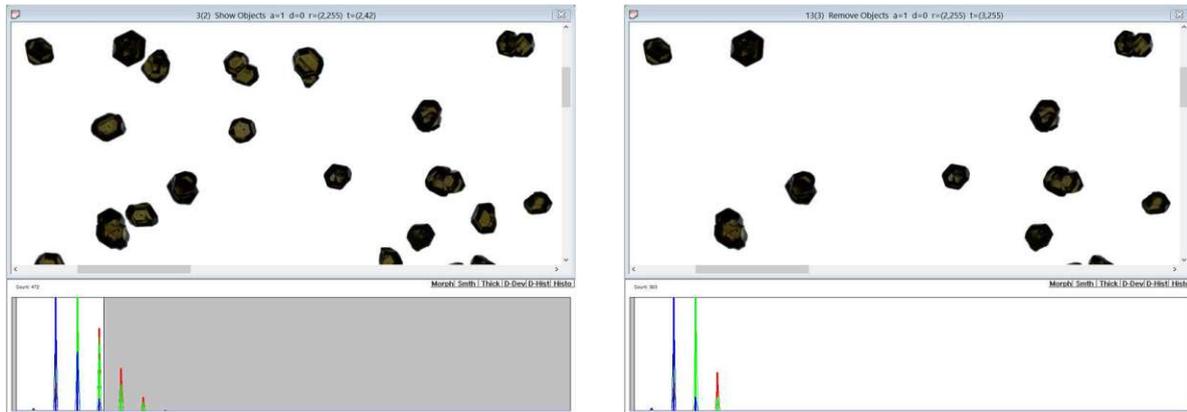


Abbildung 4-19 Linescan eines Einzelobjektes und Histogramm des Partikelensembles (a) vor und (b) nach einer Randentfernung von 10 Pixel ohne Entfernung dunkler werdender Objekte

4.2.7 Operation „Remove Objects“

Durch Drücken des Buttons „Remove Objects“ wird die Operation „Remove Objects“ ausgeführt. „Remove Objects“ entfernt nicht Pixel, sondern ganze Objekte. Es werden jene Objekte aus der Liste der erkannten Objekte entfernt, deren mittlere Helligkeit, mittlere Schichtdicke oder die jeweilige Standardabweichung außerhalb des mittels der Parameter Handbuch TFI

„Upper Thresh“ und „Lower Thresh“ eingestellten Bereiches liegen (siehe Abschnitt 4.1.4). Welches Partikelmerkmal (Helligkeit oder Schichtdicke) zur Auswahl herangezogen wird, hängt von der Bildart des aktuellen Bildes ab. Bei einem Graustufenbild wird die mittlere Helligkeit des Rot-Kanals selektiert, bei einem Schichtdickenbild die mittlere Schichtdicke je Objekt.



(a)

(b)

Abbildung 4-20 Anzeige und Graphenfenster einer Diamantprobe (a) vor und (b) nach erfolgter Objektentfernung. Auswahlkriterium für die Objektentfernung war die mittlere Helligkeit. In (a) ist im Graphenfenster der mittels Parameter „Upper Thresh“ eingestellte Bereich der mittleren Helligkeit zu sehen. Objekte die im Mittel heller sind als dieser Wert werden verworfen (b).

Ist im Graphenfenster das Histogramm der Standardabweichung gewählt (siehe Abschnitt 5.5), so wird auf die Standardabweichung der Datengröße (Helligkeit, Schichtdicke) gefiltert. Diese Option eignet sich gut, um Inhomogenitäten innerhalb von Objekten (z.B. Diamantgranulaten) auszuschließen.

4.2.8 Operation „Dielectric Calc“

Der Button „Dielectric Calc“ öffnet das Berechnungsfenster. Das Berechnungsfenster dient zur Wahl des Modells zur Schichtdickenberechnung und zur Modellparametrisierung. Es ist das zentrale Interface für die Schichtdickenberechnung und die Eingaben im Berechnungsfenster sind essenziell. Für eine detaillierte Beschreibung siehe Abschnitt 8.

4.2.9 Operation „Create Full Thickness Pic“

Mit der Operation „Create Full Thickness Pic“ wird die Schichtdicke für das gesamte Graustufenbild berechnet. Wurde bereits eine Objekterkennung durchgeführt, wird nur die Schichtdicke für die Objektpixel, nicht aber für den Hintergrund berechnet.

Bei Starten einer Berechnung für ein „Full Thickness Pic“ öffnet sich der gleiche Dialog wie für das Exportieren der Bilddaten im Anzeigefenster (siehe Abschnitt 3.1). Der einzige Unterschied ist, dass die Kanalauswahl ausgegraut ist. Es kann hier der Raster angegeben werden, in dem die Schichtdickenberechnung durchgeführt werden soll. Dies ermöglicht eine enorme Reduktion des Rechenaufwandes für Schichtdickenbilder und ist eine erhebliche Komfortsteigerung. Für Bilder mit erkannten Objekten ist die Rasterung irrelevant.

Bei der Rasterung ist die Angabe des Berechnungsrasters entweder in der nativen Auflösung, in reduzierter Auflösung mit Beibehaltung der Seitenverhältnisse oder freier, reduzierter Auflösung möglich. Bei reduzierter Auflösung wird in gleicher Weise ein Raster ausgewählt wie bei der Bilddatenexportierung und der zentrale Pixel der Rasterfelder bestimmt. Die Helligkeiten in den Feldern um diesen Zentralpixel wird gemittelt und an der Stelle des Zentralpixels abgelegt. Anschließend wird die Schichtdicke nur für diesen Zentralpixel berechnet. Diese Schichtdicke wird abschließend in allen Feldern des Rasterfeldes abgelegt (siehe Abbildung 4-21).

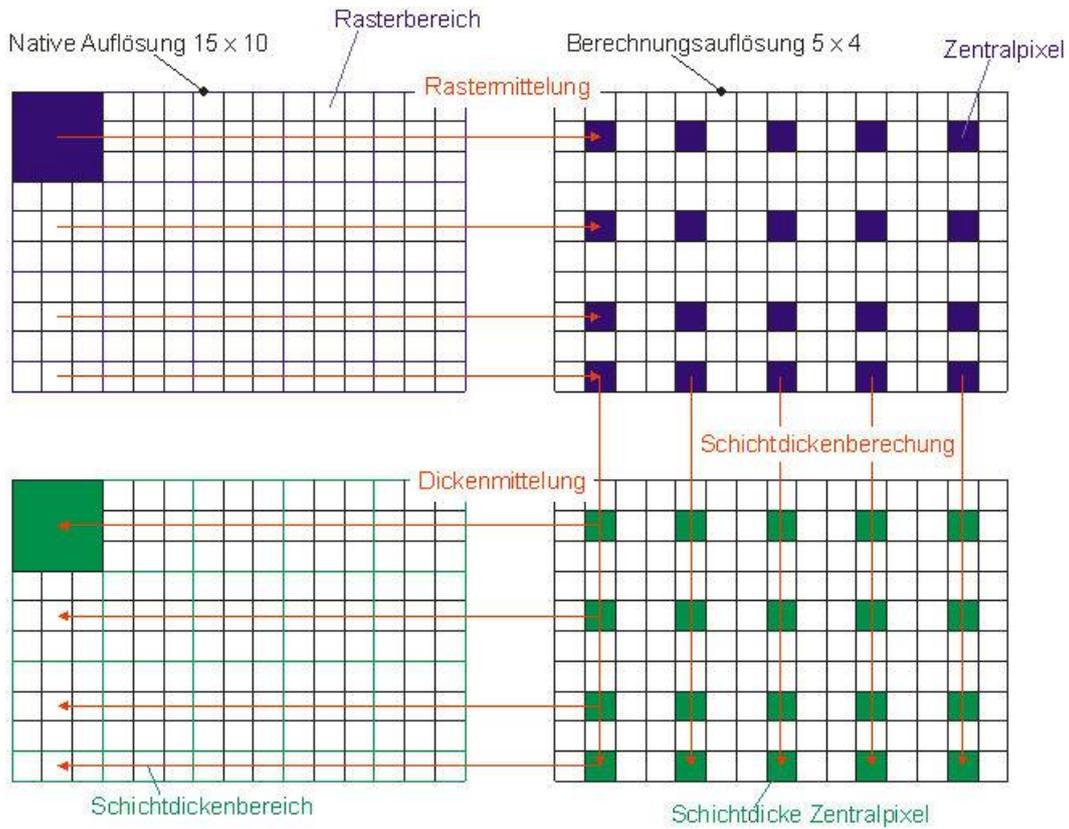


Abbildung 4-21 Berechnungsabfolge Bereichsmittelung, Schichtdickenberechnung im Zentralpixel, Bereichsaufweitung

Mit diesem Verfahren sind Schichtdickenverteilungen einfach und schnell berechenbar und so für numerische aber auch graphische / anschauliche Auswertungen zugänglich. Abbildung 4-22 zeigt ein Probenbild und das daraus berechnete Schichtdickenbild einer Nb beschichteten Kunststofffolie.

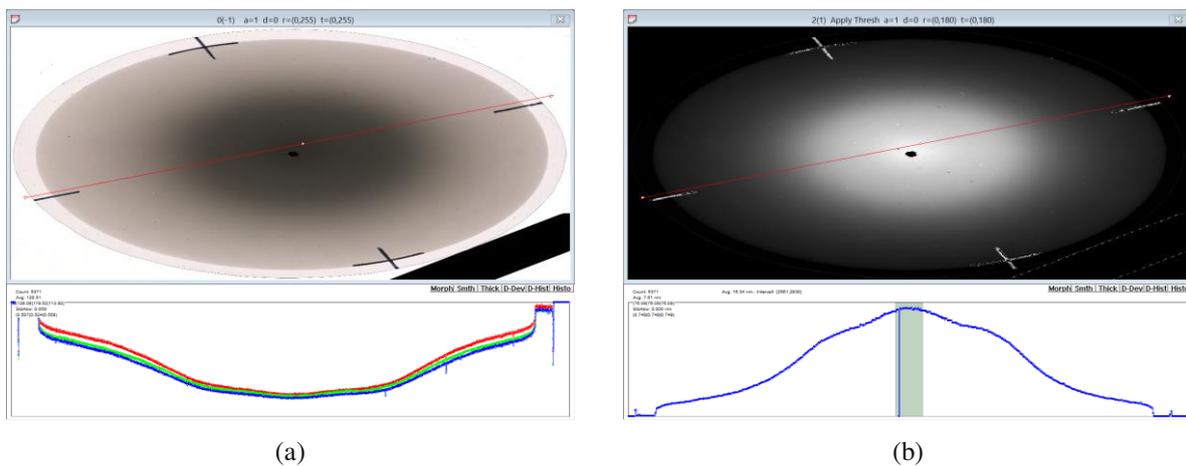


Abbildung 4-22 Nb beschichtete Kunststofffolie a) Probenbild mit Helligkeitsverlauf im Linescan b) berechnetes Schichtdickenbild mit Schichtdickenverlauf im Linescan

Hohe Schichtdicken werden im Schichtdickenbild hell dargestellt, geringe Schichtdicken dunkel. Linescans im Schichtdickenbild stellen im Graphenfenster den Schichtdickenverlauf entlang des Linescans dar.

Zu beachten ist, dass der Wertebereich von berechneten Schichtdicken von 0 bis 2000 nm geht. Zur Darstellung dieses Wertebereichs im Graustufenbild muss dieser Wertebereich auf das Helligkeitsintervall [0,255] gemappt werden. Daher ist für Schichtdickenbilder der Anzeigemodus [Min/Max] (über den Button „Data Range“ im Toolfenster) zu wählen (siehe Abschnitt 4.1.3). Andernfalls würden die im Schichtdickenbild gezeigten Schichtdicken auf den Maximalwert 25,5 nm beschränkt werden.

4.2.10 Operation „Load Calib Image“

Die Operation „Load Calib Image“ lädt das Kalibrationsbild zur Ausleuchtungskorrektur. Das Kalibrationsbild muss dieselben Abmessungen wie das Grundbild haben, andernfalls ist keine Ausleuchtungskorrektur möglich. Die Korrektur des Rohbildes H erfolgt nach Gleichung (4-1):

$$H_{KC} = \frac{H}{R_K} = \frac{H}{\bar{H}_K} \cdot \bar{H}_K \quad (4-1)$$

mit

$$\bar{H}_K = \frac{1}{n} \sum_i^n H_K^i \quad (4-2)$$

und

$$R_K = \frac{H_K}{\bar{H}_K} \quad (4-3)$$

H_{KC}	...	Korrigiertes Bild
H	...	Rohbild
H_K	...	Kalibrationsbild
\bar{H}_K	...	Mittelwert der Pixelhelligkeiten des Kalibrationsbildes
R_K	...	Korrekturfaktor
n	...	Anzahl der Pixel im Kalibrationsbild

Nach dem Laden des Kalibrationsbildes wird gefragt, ob die Ausleuchtungskorrektur für das bereits geladene Grundbild durchgeführt werden soll. Wird die Message Box mit „Ja“

quittiert, wird das Grundbild korrigiert. Auf alle weiteren Bilder, die mit der Operation „Append File“ (siehe Abschnitt 4.2.11) hinzugefügt werden, wird die Ausleuchtungskorrektur automatisch angewendet.

4.2.11 Operation „Append File“

Die Operation „Append File“ erlaubt es, weitere Bilder zu laden und diese mit dem Grundbild zu einem großen Auswertebild zusammenzufügen. Dadurch ist es möglich, die Schritte der Objekterkennung und Schichtdickenberechnung für ein ganzes Probenbildensemble auf einmal durchzuführen und so die Statistik der Ergebnisse zu verbessern.

Zu beachten ist, dass mit einem „Append File“ Befehl, gleichzeitig mehrere Dateien hinzugefügt werden können, aber nie mehr als acht auf einmal. Die Gesamtzahl der Einzelbilder im Auswertebild ist nur durch den Speicher des Rechners begrenzt.

Weiters sollten alle Bilder, die mit „Append File“ hinzugefügt werden, die gleiche Größe wie das Grundbild besitzen. Dies ist aber nicht zwingend erforderlich, jedoch in Hinsicht auf die Ausleuchtungskorrektur zu empfehlen. Im Normalfall besteht ein Bilder-Batch aus Aufnahmen derselben Probe aufgenommen mit demselben Aufnahmegerät, sodass diese Bedingung automatisch erfüllt wird.

Wurde vor Aufruf von „Append File“ bereits ein Kalibrationsbild geladen, so wird die Ausleuchtungskorrektur auf alle mit „Append File“ hinzugefügten Bilder automatisch ausgeführt (siehe Abschnitt 4.2.10).

4.2.12 Operation „Load Script“

Die Operation „Load Script“ erlaubt es ein ThinFilmInspect Script File zu laden, in welchem einzelne Operationen mit den zugehörigen Parametern abgespeichert sind. Diese Operationen können automatisch in der Reihenfolge ihrer Auflistung im Script File mit der Operation „Execute Script“ (siehe Abschnitt 4.2.13) abgearbeitet werden. Für genaueres, siehe Abschnitt 9.

4.2.13 Operation „Execute Script“

Die Operation „Execute Script“ erlaubt es Operationen, die mittels „Load Script“ (siehe Abschnitt 4.2.12) aus einem ThinFilmInspect Script File geladen wurden, automatisiert abzuarbeiten. Für genaueres, siehe Abschnitt 9.

4.2.14 Operation „Matrix Operator“

Die Operation „Matrix Operator“ erlaubt es einen Faltungsoperator auf die dem angezeigten Bild zugrunde liegenden Daten anzuwenden. Die Faltung definiert eine lineare Nachbarschaftsoperation der Form

$$I' = H * I; \quad I'(u, v) = \sum_i \sum_j I(u+i, v+j) \cdot H(i, j), \quad (4-4)$$

wobei $H(i, j)$ den Faltungskern (Maske) darstellt. Einfach ausgedrückt bedeutet eine Faltung, die Multiplikationen der Bildelemente um den Faltungspunkt (u, v) mit dem korrespondierenden Element im Faltungskern $H(i, j)$ und anschließende Summation der Produkte. Das Ergebnis wird am Faltungspunkt (u, v) im neu generierten Bild abgespeichert.

Viele in der Bildbearbeitung zur Anwendung kommende Algorithmen basieren auf der Operation der Faltung. Einige Beispiele sind in Tabelle 4-3 aufgeführt.

Operation	Faltungskern
Ableitung in x Richtung	$\begin{pmatrix} -1 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 1 \end{pmatrix}$
Bereichsmittelung	$\begin{pmatrix} 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 1 \end{pmatrix}$
Glättung mittels Gaussverteilung	$\begin{pmatrix} 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ 1 & 2 & 3 & 2 & 1 \\ 1 & 3 & 10 & 3 & 1 \\ 1 & 2 & 3 & 2 & 1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \end{pmatrix}$

Tabelle 4-3 Diverse Faltungskerne

Die Operation „Matrix Operator“ erlaubt es auf der Faltung basierende Operationen, die nicht als eigenständige Operation in ThinFilmInspect implementiert sind, auf das Bild anzuwenden. Der Faltungskern wird über den „Operator Matrix“ Dialog eingegeben (siehe Abbildung 4-23).

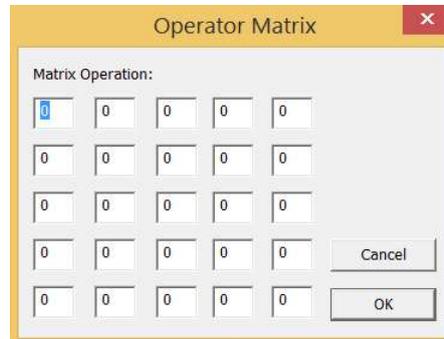


Abbildung 4-23 Dialog "Operator Matrix"

Dieser beschreibt den Faltungskern als 5x5 Matrix. Für kleinere Faltungskerne (z.B. 3x3) sind die verbleibenden Felder des „Operator Matrix“ Dialogs mit 0 zu befüllen. Die eingegebenen Elemente werden so normiert, dass die Summe der Absolutwerte den Betrag 1 ergibt. Nach Bestätigung der Eingabe des Faltungskerns wird nach der zu verwendenden Randbehandlung gefragt. Dies geschieht mittels Dialog (siehe Abbildung 4-24).



Abbildung 4-24 Dialog zur Auswahl der Randbehandlung bei Faltungsoperatoren

Der Randbereich des Bildes muss gesondert betrachtet werden, da aufgrund der Struktur der Faltungsoperation, der Faltungskern in diesem Bereich über die Grenzen des Bildes hinausragt und damit die Faltung nicht mehr definiert ist. Die Größe des Randbereiches ist von der Größe des Faltungskerns abhängig und beträgt bei einem $n \times n$ Faltungskern $(n-1)$ Pixel, d.h. für die Operation „Matrix Operator“ beträgt der Randbereich 2 Pixel. In ThinFilmInspect sind zwei Varianten der Randbehandlung implementiert. Entweder wird der Randbereich auf 0 gesetzt (quittieren des Dialogs mit „Ja“) oder er wird unverändert beibehalten (quittieren des Dialogs mit „Nein“).

4.2.15 Operation „Zentralpixel Extraktion“

Die Operation „Zentralpixel Extraktion“ ist über den Button „Center Pixel“ zugänglich und erlaubt es den Zentralbereich von Objekten zu extrahieren. Sie entspricht damit einer schnellen Randentfernung (siehe Abschnitt 4.2.6) mit festgelegtem Innenbereich. „Center Pixel“ berechnet den geometrischen Mittelpunkt jedes Objekts. Diese Mittelpunktsbestimmung geschieht auf die einfachste Art, es wird der Mittelwert der maximalen und minimalen Koordinaten in x, y Richtung berechnet. Für symmetrische, konvexe Objekte ist dies zulässig, d.h. für die meisten Diamant- und Glaskugelanordnungen. Für unförmige, konkave Objekte ist dies nicht zulässig, da der berechnete Mittelpunkt außerhalb des Objektes selber liegen kann. Dieses Problem ist bei normaler Randentfernung nicht gegeben, kann aber durch entsprechende morphologische Filterung verhindert werden. Nach Betätigen des Buttons „Center Pixel“ erscheint zusätzlich der Dialog „GetCenterPixel“ (siehe Abbildung 4-25).



Abbildung 4-25 „GetCenterPixel“ Dialog

Hier kann zusätzlich ausgewählt werden, ob bei der Berechnung des zentralen Pixels jeder Pixel des Objekts noch mit seiner Helligkeit gewichtet werden sollte, d.h. Pixel mit höherer Helligkeit (größeren Grauwerten) werden stärker gewichtet. Dies führt dazu, dass der zentrale Pixel hin zu helleren Bereichen im Partikel gezogen wird.

Ausgehend von diesem zentralen Pixel wird ein kreisförmiger Bereich, der Zentralbereich, des ursprünglichen Objekts im Bild belassen, der Rest entfernt. Mittels Parameter „Border“ (siehe 4.1.4) wird dieser Zentralbereich festgelegt. Der „Border“-Wert gibt den Radius des Zentralbereichs in Pixel an.

4.2.16 Operation „Smoother“

Die Operation „Smoother“ glättet das gerade ausgewählte Bild. Die Glättung erfolgt durch Faltung mit einer Glättungsmatrix (siehe Abschnitt 4.2.14)

4.2.17 Operation „Apply Thresh“

Die Operation „Apply Thresh“ setzt Pixelwerte kleiner als die untere Schwelle und größer als die obere Schwelle auf 0. Pixelwerte zwischen den beiden Schwellen werden nicht verändert. Die Schwellwerte sind über die beiden Parameter „*Lower Thresh*“ und „*Upper Thresh*“ im Toolfenster einzustellen (siehe Abschnitt 4.1.4). Die Operation „Apply Thresh“ kann für alle Bildtypen ausgeführt werden und die eingestellten Schwellwerte werden für alle Farbkanäle angewendet. Abbildung 4-26 zeigt das Ausführen der Operation „Apply Thresh“ mit eingestelltem oberem Schwellwert für das Schichtdickenbild einer Ag-Stufenprobe.

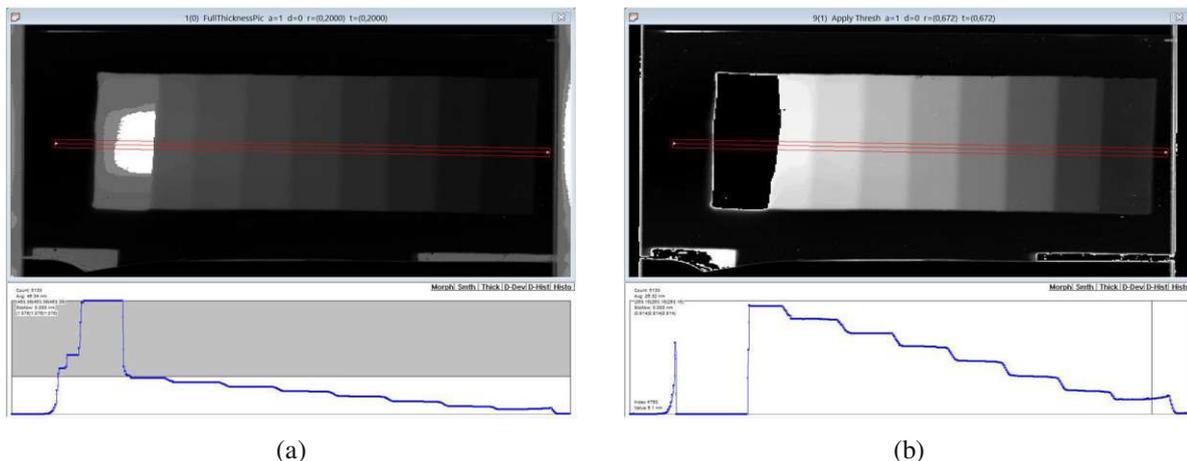


Abbildung 4-26 Schichtdickenbild einer Ag-Stufenprobe und Linescan in Stufenrichtung a) vor erfolgter „Apply Thresh“ Operation, der Bereich über dem Schwellwert ist im Linescan ausgegraut b) nach erfolgter „Apply Thresh“ Operation

Die in Abbildung 4-26a dargestellte Stufenprobe weist eine Stufe mit signifikant größerer Schichtdicke als die übrigen Stufen auf. Dadurch sind die übrigen Stufen schlecht unterscheidbar. Durch Anwenden der „Apply Thresh“ Operation kann die übersignifikante Stufe unterdrückt und so der Kontrast zwischen den übrigen Stufen deutlich erhöht werden.

4.2.18 Operation „Remove Noise“

Die Operation „Remove Noise“ funktioniert ähnlich wie die Operation „Apply Thresh“ (siehe Abschnitt 4.2.17). Sie dient zur Glättung von über den Pixelwert selektierbaren Bereichen im Probenbild. Dazu sind zwei Schwellwerte über die beiden Parameter „*Lower Thresh*“ und „*Upper Thresh*“ im Toolfenster einstellbar (siehe Abschnitt 4.1.4). Pixelwerte, die zwischen den beiden Schwellen liegen, werden auf den Mittelwert der beiden Schwellwerte gesetzt. Pixelwerte, die kleiner als die untere Schwelle oder größer als die obere Schwelle sind, werden nicht verändert. Die Operation „Apply Thresh“ kann für alle Bildtypen ausgeführt werden und die eingestellten Schwellwerte werden für alle Farbkanäle angewendet.

4.2.19 Operation „Calculate Avg“

Die Operation „Calculate Avg“ berechnet den arithmetischen Mittelwert des Rot-Kanals aller Probenbild-Pixel und stellt das Ergebnis in einem Dialog dar (siehe Abbildung 4-27).

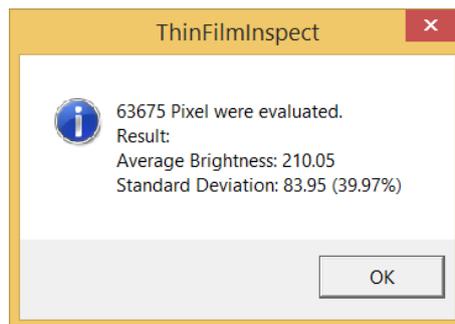


Abbildung 4-27 Berechneter Helligkeitsmittelwert eines Probenbildes

5 Das Graphenfenster

Das Graphenfenster dient zur Anzeige von Linescan- (siehe Abschnitt 3.2) oder von Histogramm-Daten. Sowohl im Linescan-Modus als auch im Histogramm-Modus werden immer die Daten aller im Bild zur Verfügung stehenden Farbkanäle angezeigt bzw. ausgewertet. Die Farbkodierung im Graphenfenster entspricht dabei der dem Farbkanal zuzuordnenden Farbe: Rote Line / Rotes Histogramm = Farbkanal Rot usw.

Das Graphenfenster besteht aus dem Hauptanzeige Feld, dem Buttonfeld sowie mehreren Bereichen zur Anzeige zusätzlicher Daten (Allgemeine Daten, Cursor Daten, Messdaten, siehe Abbildung 5-1).



Abbildung 5-1 Graphenfenster im Linescan Modus eines Graustufenbildes mit markierten Anzeigefeldern und Button Feld

Im Buttonfeld sind mehrere Optionen zum Umschalten zwischen den verschiedenen Anzeigemodi des Graphenfensters dargestellt. Die möglichen Anzeigemodi und die zugehörigen Buttons sind in Tabelle 5-1 aufgeführt.

Button	Anzeigemodus
---	Linescan
Histo	Histogramm
D-Hist	Objekthistogramm
D-Dev	Standardabweichung des Mittelwerts
Thick	Schichtdicke
Smth	Histogramm
Morph	Morphologisches Histogramm

Tabelle 5-1 Anzeigemodi im Graphenfenster

Durch Betätigen der in Tabelle 5-1 aufgeführten Buttons schaltet man das Graphenfenster in den jeweiligen Anzeigemodus. Der Standard-Anzeigemodus ist dabei der Linescan Modus.

Durch nochmaliges Drücken des Buttons des gerade aktiven Anzeigemodus schaltet man wieder in den Linescan Modus zurück.

5.1 Der Linescan Modus

Im Linescan Modus werden die Daten des aktuellen Linescans angezeigt (siehe Abschnitt 3.2). Jeder Farbkanal wird separat (in der ihm zugeordneten Farbe, Kanal Rot = Farbe Rot, usw.) dargestellt. Die x Achse entspricht der Linear-Position entlang der Linescan Linie, die Einheit ist Pixel. Die y Achse stellt den Wert, der dem aktuell angezeigten Bild zugrundeliegenden Daten, an der gegebenen Pixelposition dar und hat als Einheit die Einheit des dem Bild zugrundeliegenden Datentyps (siehe Tabelle 5-2).

Bildtyp	Datentyp	Einheit
Graustufen- / Helligkeitsbild	Graustufen	Keine
Binärbild	Logischer Wert	Keine
Schichtdickenbild	Schichtdicken	nm

Tabelle 5-2 Bild- und zugehörige Datentypen

Die Skala der y Achse im Linescan Modus ist abhängig vom gewählten Anzeigemodus des Anzeigefensters (siehe Abschnitt 4.1.3). Im Anzeigemodus „Min/Max“ wird der gesamte Wertebereich der Daten angezeigt. Im Anzeigetyp „[0,255]“ wird die Anzeige auf den Wertebereich [0, 255] beschränkt. Die Anzeige von negativen Werten (Ableitungsbildern) ist möglich. Obere und untere Grenzwerte (Eingestellt mit „Upper Thresh“ und „Lower Thresh“, siehe Abschnitt 4.1.4) werden durch grau hinterlegte, horizontal verlaufende Bereiche dargestellt (siehe Abbildung 5-2).



Abbildung 5-2 Graphenfenster im Linescan Modus mit aktiven "Lower Thresh" und "Upper Thresh"

5.2 Der Schichtdicken Modus

Falls im Berechnungsfenster (Dielectric Calc, siehe Abschnitt 8) ein Berechnungsmodell ausgewählt und parametrisiert wurde, können über den Button „Thick“ Helligkeitswerte entlang des Linescans in Schichtdicken umgewandelt werden (siehe Abbildung 5-3).

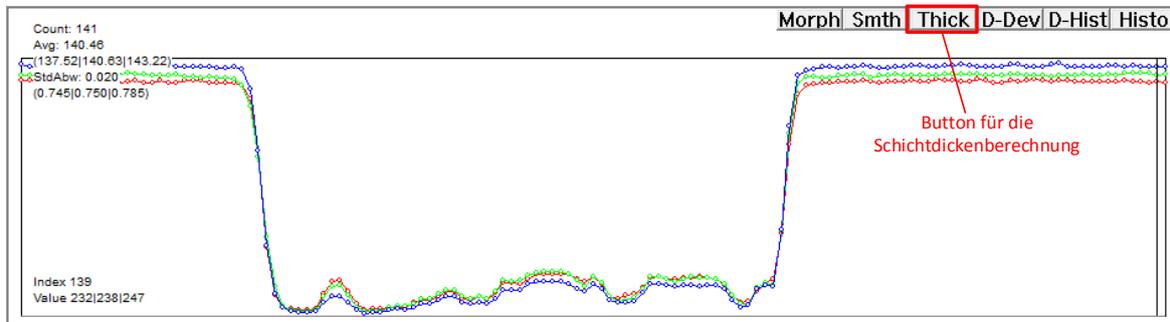


Abbildung 5-3 Linescan an einer Diamantprobe mit markiertem „Thick“ Button

Die berechnete Schichtdicke wird im Graphenfenster selbst angezeigt. Durch markieren eines Messbereichs (siehe Abschnitt 5.9) ist es möglich, Bereiche entlang der berechneten Schichtdicke auszuwerten (siehe Abbildung 5-4).

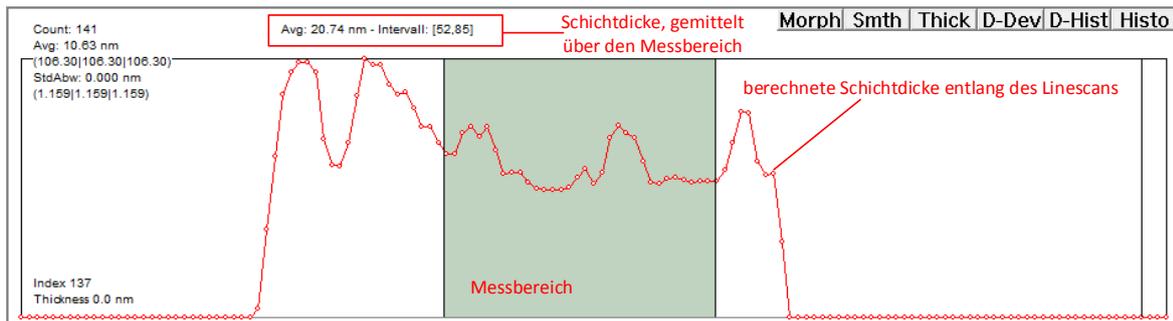


Abbildung 5-4 Berechnete Schichtdicke entlang des Linescans aus Abbildung 5-3. Ein Messbereich ist ausgewählt und die Messdaten werden angezeigt

5.3 Der Histogramm Modus (Pixel Histogramm)

Im Histogramm Modus wird die Häufigkeitsverteilung der im Wertebereich der Daten vorkommenden Einzelwerte angezeigt. Diese Verteilung wird über alle Pixel der Bilddaten gebildet ohne Unterscheidung der Objektzugehörigkeit. Die angezeigte Verteilung ist demnach eine „Pixelverteilung“. Die Unterteilung des Wertebereichs erfolgt in äquidistante Werteklassen. Diese werden entlang der x Achse angezeigt. Handelt es sich beim aktuell angezeigten Bild um ein Graustufenbild, ist die Breite der Werteklassen immer 1, d.h. es wird

ein Histogramm aller möglicher Helligkeitswerte, wie in der Bildverarbeitung üblich, angezeigt.

Der dargestellte Wertebereich der x Achse ist entweder $[0, 255]$ oder der maximale Wertebereich, der im Bild vorhandenen Einzelwerte. Gewählt wird der dargestellte Wertebereich über den Button „Data Range“ im Toolfenster (siehe Abschnitt 4.1.3). Auch bei Schichtdickenbildern ist es möglich zwischen diesen beiden Wertebereichen hin und her zu schalten. Histogramme für Daten mit negativen Einzelwerten werden nicht dargestellt.

Entlang der y Achse wird immer die Anzahl der, der jeweiligen Werteklasse zuordenbaren, Pixel angezeigt (genauer siehe Abschnitt 5.11). Die Skalierung erfolgt dabei so, dass das Maximum der Verteilung jedes Kanals dem Maximalwert der y Achse entspricht, d.h. die Säulenhöhen sind nicht absolut, sondern relativ zum Anzeigebereich dargestellt.

Wie im Linescan Modus werden auch im Histogramm Modus der obere Grenzwert (Graubereich von rechts) und der untere Grenzwert (Graubereich von links) dargestellt (siehe Abschnitt 4.1.4). Um eine bessere Übersicht und Lesbarkeit der Histogramme zu gewährleisten, werden jedoch Daten, die durch diese Grenzwerte ausgeblendet sind, nicht für die Histogramm-Auswertung und damit auch nicht für die Anzeige herangezogen. Damit können überhöhte Werteklassen ausgeblendet und die für den Benutzer interessanteren Werteklassen zugänglich gemacht werden, z.B. nach herkömmlicher Objekterkennung ist die Helligkeit der Hintergrundpixel im Graustufenbild auf 255 festgesetzt. Die Anzahl der Hintergrundpixel ist aber im Vergleich zu den Objektpixeln weitaus höher. Der Peak, erzeugt durch die Hintergrundpixel, macht damit eine vernünftige Skalierung unmöglich. Durch Ausblenden dieses Peaks (setzen des Parameters „Upper Thresh“ auf 254 und damit Ausblenden des Hintergrundes) werden die interessanten Histogrammbereiche zugänglich (siehe Abbildung 5-5).

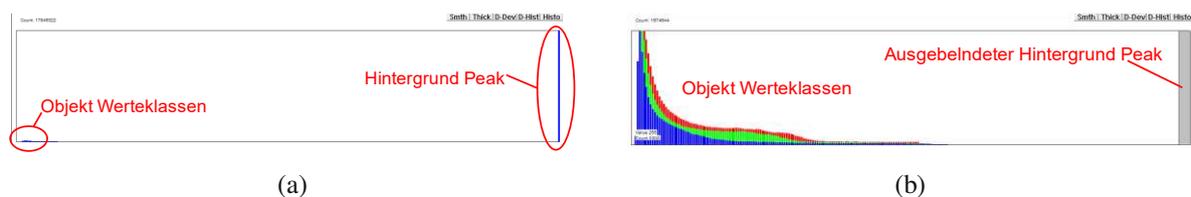


Abbildung 5-5 Histogramm mit (a) überdeutlichem Hintergrund Peak (b) ausgeblendetem Hintergrund Peak und damit ersichtlicher Objekt-Pixel-Verteilung

Wurde bereits eine Objekterkennung durchgeführt, so ist es durch Rechtsklick im Anzeigefenster auf ein erkanntes Objekt den Anteil dieses Objektes an der Gesamtverteilung im Graphenfenster durch eine schwarz gekennzeichnete Verteilung hervorzuheben (siehe Abbildung 5-6). Dies erlaubt es die Zugehörigkeit von Objekten zu den Werteklassen zu erkennen. Die Verteilung des Einzelpartikels wird ebenfalls wie die Gesamtverteilung auf das Maximum normiert.



Abbildung 5-6 Helligkeitsverteilung einer Diamantprobe dargestellt als Pixel Histogramm im Graphenfenster. Die Helligkeitsverteilung eines einzelnen Partikels ist schwarz gekennzeichnet.

5.4 Der Objekt-Histogramm Modus

Der Objekt-Histogramm Modus ist eine Erweiterung des Histogramm Modus. Er unterscheidet sich von diesem darin, dass die Häufigkeitsverteilungen nicht auf Pixelebenen sondern auf Objektebene berechnet werden. Dazu wird für jedes erkannte Objekt der Mittelwert der zugrundeliegenden Daten berechnet (Helligkeiten, Schichtdicken) und dies, wie gehabt, Werteklassen zugeordnet. D.h. über das Objekt-Histogramm ist die tatsächliche Verteilung der Daten über alle Objekte zugänglich (siehe Abbildung 5-7).

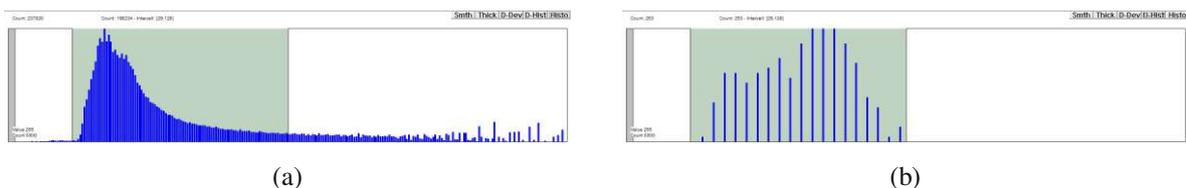


Abbildung 5-7 Statistische Auswertung der Schichtdickenverteilung auf einem Diamantensemble (a) Häufigkeitsverteilung als Pixel-Histogramm (b) Häufigkeitsverteilung alles Objekt-Histogramm

Die Breite der Werteklassen kann über den Button „D-Histo“ eingestellt werden. Handelt es sich beim aktuell angezeigten Bild um ein Bild mit hinterlegter Objektinformation (siehe Abschnitt 4.2.5), so kann über den Parameter „Border“ im Toolfenster (siehe Abschnitt 4.1.4) die Breite der äquidistanten Werteklassen eingestellt werden. Der Parameter „Border“ übernimmt hier die Rolle der Eingabe einer Schichtdickeneinstellung in der Einheit Å, d.h. sollen die Datenpixel in Werteklassen der Breite von 2 nm eingeteilt werden, so muss mit dem Parameter „Border“ der Wert 20 vor betätigen des Buttons „Histo“ eingestellt werden.

5.5 Histogramm der Standardabweichung

Durch Betätigen des „D-Dev“ Buttons im Graphenfenster wird die Verteilungen der Standardabweichung der dem Objekthistogramm zugrundeliegenden Daten angezeigt (siehe Abbildung 5-8).

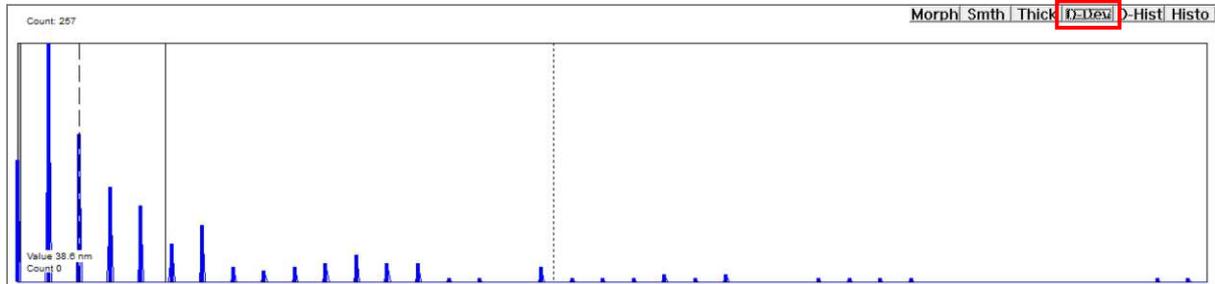


Abbildung 5-8 Verteilung der Standardabweichung der mittleren Schichtdicke einer beschichteten Diamantprobe

Auch hier ist die Werteklassenbreite mit dem „Border“ Parameter im Toolfenster (siehe Abschnitt 4.1.4) einzustellen. Je nach den, dem aktuellen Bild zugrundeliegenden Daten (Helligkeiten, Schichtdicken), wird die Standardabweichung der mittleren Helligkeit im Rot-Kanal oder der mittleren Schichtdicke je Objekt berechnet. Mit der Operation „Remove Objects“ können durch Auswahl von Ober- und Untergrenzen Objekte mit bestimmten Standardabweichungen aussortiert werden (siehe Abschnitt 4.2.7)

5.6 Histogramm der morphologischen Auswertung

Durch Betätigen des „Morph“ Buttons im Graphenfenster können die Verteilungen der morphologischen Kenngrößen angezeigt werden (siehe Abbildung 5-9).

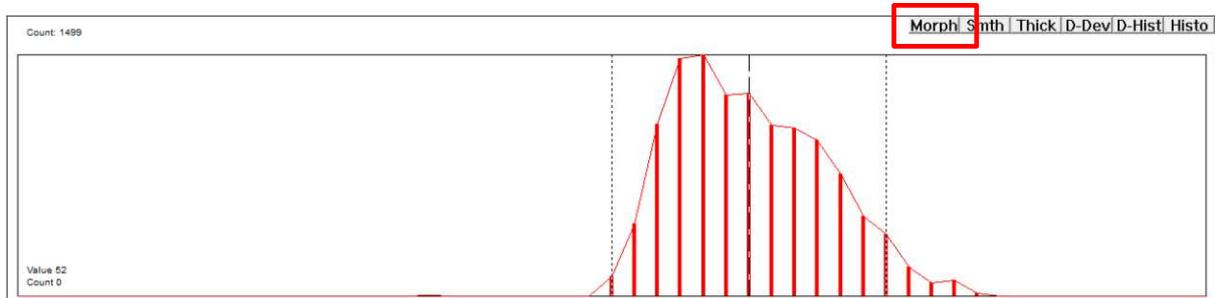


Abbildung 5-9 Darstellung der Verteilung der mittleren Partikelradien einer Mesh 40/50 Diamantprobe im Graphenfenster mit gekennzeichneten Morph Button

Es werden Verteilungen des mittleren Radius sowie der Rundheit unterstützt. Die Auswahl erfolgt im „Select Morphologic Histogram“ Dialog, welcher nach Betätigen des Morph Buttons erscheint (siehe Abbildung 5-10).

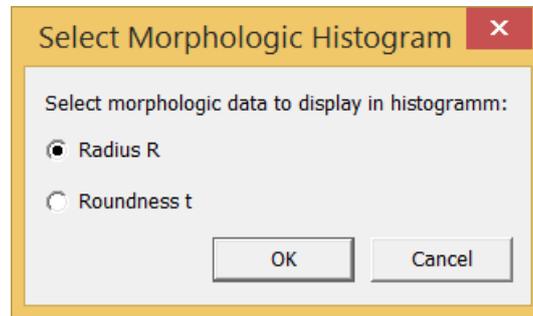


Abbildung 5-10 "Select Morphologic Histogram" Dialog zur Auswahl der gewünschten Kenngröße, für die die Verteilung ausgegeben werden soll

Zusätzlich zur Verteilung werden der arithmetische Mittelwert (durchgezogene Linie), der Median (strichlierte Linie) und die Grenzen des 95% Konfidenzintervalls um den Mittelwert (punktierte Linie) in der Verteilung angezeigt (siehe Abbildung 5-11 und Abbildung 5-12).

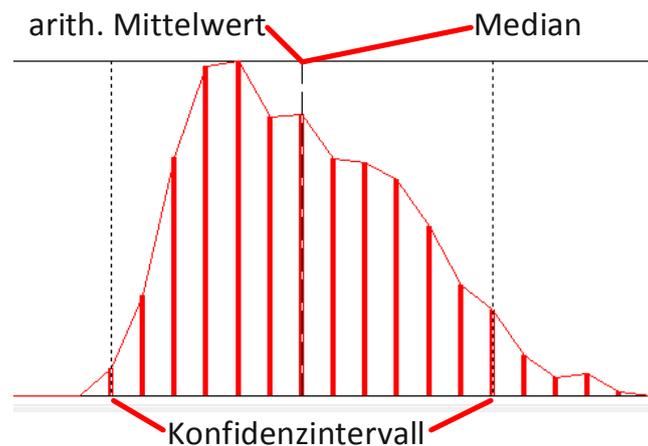


Abbildung 5-11 Anzeige des arithmetischen Mittelwertes (durchgezogene Linie), Median (strichlierte Linie) und 95% Konfidenzintervall (punktierte Linie) im Graphenfenster (Median und Mittelwert fallen hier zufälliger Weise zusammen)

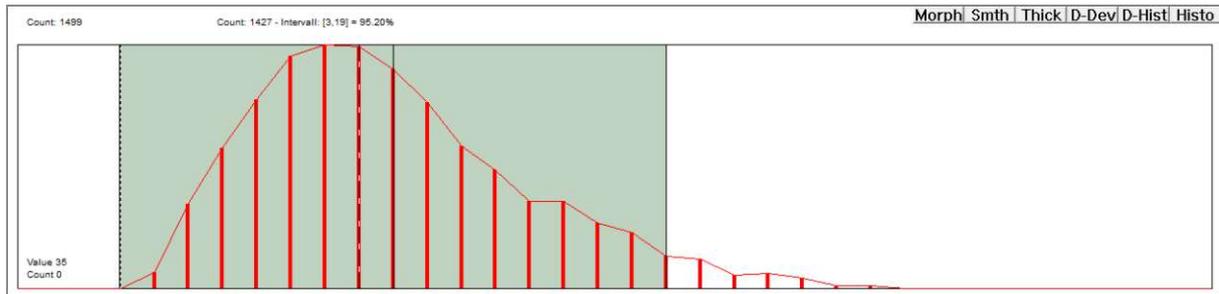


Abbildung 5-12 Darstellung der Verteilung der Rundheit einer Mesh 40/50 Diamant Probe im Graphenfenster mit markiertem Konfidenzintervall

Die Anzeige von Mittelwert, Median und Konfidenzintervall erfolgt auch im Objekthistogramm Modus (siehe Abschnitt 5.4).

5.7 Der Cursor

Die aktuelle Position der Maus im Graphenfenster wird als senkrechte Linie dargestellt. Die Daten an der Cursor-Stelle werden im Anzeigefeld „Cursor“ (siehe Abschnitt 5.8) dargestellt, d.h. im Linescan Modus werden hierzu die Daten an der Pixelposition ausgelesen, die mit der Cursorposition im Graphenfenster korrespondiert. Im Histogramm Modus werden die Daten der mit dem Cursor gewählten Werteklasse ausgegeben.

Zu beachten ist ein Unterschied bzgl. Anzeige eines Linescans auf einem Schichtdickenbild (Fall A: Anzeigemodus Linescan, Daten Schichtdickenbild) und Anzeige eines Linescans auf einem Graustufenbild im Modus Schichtdicke (Fall B: Anzeigemodus Schichtdicke, Daten Graustufenbild). Fall A: Dem Schichtdickenbild liegen als Daten bereits berechnete Schichtdickenwerte in der Einheit Å zugrunde. Diese Daten werden mittels Linescan dem Graphenfenster zur Verfügung gestellt. Fall B: Durch Drücken des Buttons „Thick“ wird in den Anzeigemodus „Schichtdicken“ gewechselt, woraufhin das Graphenfenster die ihm über einen Linescan zur Verfügung gestellten Daten (Helligkeitswerte der drei Farbkanäle) zur Berechnung der Schichtdicke entlang des Linescan Line (siehe Abschnitt 8) weiterleitet. Wie alle Schichtdickenberechnungen in ThinFilmInspect erfolgt auch diese in der Einheit Å.

Befindet sich das Graphenfenster im Anzeigemodus „Linescan“ oder „Schichtdicke“, kann durch einen Klick mit der linken Maustaste an die korrespondierende Stelle entlang der Linescan Linie im Anzeigefenster eine Markierung gesetzt werden. Diese dient zur manuellen

Markierung von speziell auffälligen Punkten. Durch Neuzeichnen der Linescan Linie im Anzeigefenster werden diese Markierungen wieder gelöscht.

Befindet sich das Graphfenster in einem der Histogramm Anzeige Modi (Histogramm, Objekthistogramm, Morphhistogramm) und wird die Maus auf einem Pixel des Anzeigefenster positioniert, so wird der Cursor des Graphfensters automatisch zu jener Werteklasse bewegt, dem der Datenwert (Rot-Kanal) des Pixels (Histogramm) oder der Durchschnittswert des Objektes (Objekthistogramm) zuordenbar ist. Dies ermöglicht es dem Benutzer eine Zuordnung einzelner Objekte zur korrespondierenden Werteklasse im Histogramm zu erkennen.

5.8 Anzeigefelder

Im folgenden werden die verschiedenen Anzeigefelder des Graphfensters betrachtet (siehe Abbildung 5-13).

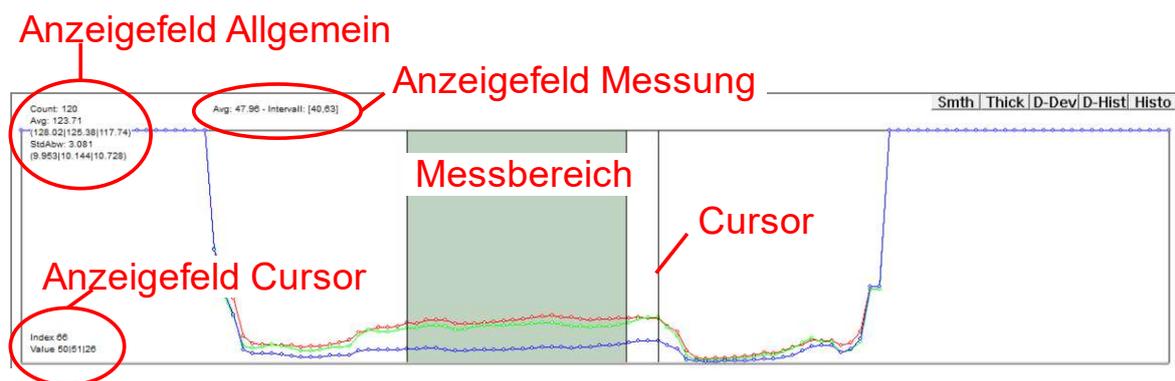


Abbildung 5-13 Darstellung des Graphfensters in Linescan Modus mit eingezeichneten Anzeigefeldern und gültigem Messbereich

5.8.2 Anzeigefeld „Cursor“

Im Anzeigefeld „Cursor“ werden Daten, die an der Cursorposition extrahiert werden, angezeigt. Die Daten sind folgendermaßen formatiert (siehe Abbildung 5-15):



Abbildung 5-15 Anzeigefeld Cursor (a) im Linescan Modus (b) im Histogramm Modus

Linescan Modus:

Index ... Position des Cursors innerhalb des Linescans
Value ... Datenwerte in den jeweiligen Farbkanälen (r|g|b)

Histogramm Modus:

Value ... Werteklasse an der Cursorposition
Count ... Anzahl der Pixel / Objekte in der Werteklasse je Farbkanal (r|g|b)

5.8.3 Anzeigefeld „Messung“

Im Anzeigefeld „Messung“ werden Daten, die durch die aktuelle Messung (siehe Abschnitt 5.9) extrahiert werden, angezeigt. Die Daten sind folgendermaßen formatiert (siehe Abbildung 5-16).



Abbildung 5-16 Anzeigefeld Messung (a) im Linescan Modus (b) im Histogramm Modus

Linescan Modus:

Avg ... Mittelwert der Daten im Messbereich
Intervall ... Indizes, die durch den Messbereich am Linescan abgedeckt werden

Histogramm Modus:

Count ... Summen der Häufigkeit der Pixel / Objekte in den durch den Messbereich
Intervall ... Intervall der durch den Messbereich abgedeckten Werteklassen

5.9 Messung

Ein weiteres Feature des Graphenfensters ist die schnelle Messung direkt im Graphenfenster. Eine Messung wird durch Linksklick und Halten der linken Maustaste im Graphenfenster initiiert. Durch bewegen der Maus kann nun ein Messbereich „aufgezogen“ werden (siehe Abbildung 5-17).

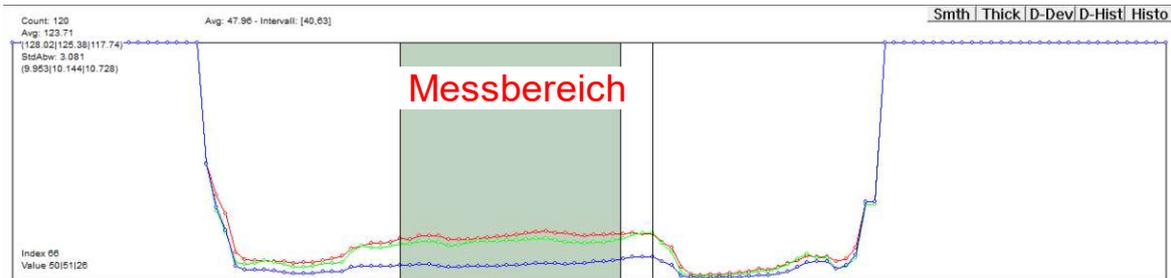


Abbildung 5-17 Graphenfenster im Linescan Modus mit aktivem Messbereich

Der Messbereich ist durch die Hinterlegung der Daten mittels grünem Rechteck markiert. Durch loslassen der linken Maustaste wird der Messbereich fixiert. Die Messung wird im Anzeige Feld Messung angezeigt (siehe Abschnitt 5.8.3) und entspricht in den Linescan-Modi einer Mittelwertbildung über die durch den Messbereich markierten Datenpunkte, und in den Histogramm Modi einer Summation der durch den Messbereich markierten Werteklassen. Der Messbereich bleibt bei neuzeichnen eines Linescans bestehen und ermöglicht so eine effiziente Einzelobjektauswertung. Durch Linksklick ins Graphenfenster wird der Messbereich freigegeben.

5.10 Export der Linescan / Histogramm Daten

Durch Rechtsklick in das Graphenfenster können die dort angezeigten Daten als Tab getrennte Liste im ASCII-Format exportiert werden. Ein Export ist in jedem Anzeigemodus (Linescan oder Histogramm) möglich und es werden die entsprechenden Daten ausgegeben.

5.11 Zusatz zum Histogramm

In ThinFilmInspect wird zwar immer wieder auf die Anzeige statistischer Verteilungen als Histogramme verwiesen. Im Grunde handelt es sich bei diesem Anzeigetyp nicht um Histogramme sondern um Säulendiagramme. Der Unterschied erklärt sich folgendermaßen.

Ausgangspunkt für die statistische Darstellung ist die Unterteilung des Wertebereichs der Gesamtverteilung der Einzelmesswerte in sogenannte Werteklassen. Jeder Einzelmesswert wird einer Werteklasse zugeordnet. Daraus ergibt sich eine Gesamtzahl an Messwerten in jeder Werteklasse, die als Häufigkeit interpretiert werden kann.

Beispiel: Die Schichtdickenbestimmung auf Granulat ergab einen Gesamtwertebereich von 10-100nm für die Verteilung der Schichtdicke. Dieser Gesamtwertebereich kann nun in einzelne Werteklassen der Form [0nm, 25nm), [25nm, 50nm), [50nm, 75nm), [75nm, 100nm] unterteilt werden. Jeder Einzelmesswert wird einer Werteklasse zugeordnet. Diese Zuordnung kann schließlich als Verteilung der Form „von 1000 Messwerten entfallen 312 auf die Klasse [0nm, 25nm)“ usw. interpretiert werden. Sowohl im Säulendiagramm als auch im Histogramm wird die Werteklasseinteilung auf der x Achse dargestellt.

Im Säulendiagramm wird auf der y Achse für jede Klasse (meist in mitten des zugehörigen Intervalls auf der x Achse) die Häufigkeit der diesem Intervall zugeordneten Messwerte dargestellt. Ein Histogramm hingegen ist eine flächenproportionale Darstellung der Häufigkeitsverteilung in den gewählten Werteklassen. Nicht die Höhe sondern der Flächeninhalt eines jeden Rechtecks im Histogramm entspricht der absoluten Anzahl der Klassenhäufigkeit. Es gilt dabei

$$n_i = c_i d_i. \quad (5-1)$$

mit

- n_i ... Anzahl der Messwerte in der Werteklasse i,
- c_i ... Wertedichte in der Werteklasse i,
- d_i ... Intervallbreite der Werteklasse i.

Somit wird auf der y Achse im Histogramm nicht n_i (wie im Säulendiagramm) sondern c_i dargestellt. Da jedoch in ThinFilmInspect nur äquidistante Werteklassen angewendet werden, hat dieser Unterschied keinen Einfluss auf die qualitative Interpretation der Verteilungen. Für die quantitative Analyse ist zu berücksichtigen, dass die Häufigkeit in den Werteklassen nicht durch die Fläche (echtes Histogramm) sondern durch die Säulenhöhe (Säulendiagramm) ausgedrückt ist.

6 Das Bilderlistenfenster

Das Bilderlistenfenster zeigt in Listenform eine Übersicht aller geladenen und mittels Operationen erzeugten Bilder bzw. Daten und deren Zusatzinformationen (siehe Abbildung 6-1).

Nr	Description
0	0(-1) a=1 d=0 r=(0,255) t=(195,255)
1	1(0) Find Edge a=1 d=0 r=(0,1) t=(0,1)
2	2(1) Find Areas a=1 d=0 r=(0,1) t=(0,1)
3	3(2) Show Objects a=1 d=0 r=(3,255) t=(3,255)
4	4(3) Auto Erode a=1 d=0 r=(3,255) t=(3,255)
5	X 5(4) FullThicknessPic a=1 d=0 r=(3,255) t=(3,255)

Abbildung 6-1 Bilderlistenfenster mit einigen Einträgen. Aktuell ist das Bild 5 ausgewählt (ersichtlich an der X Markierung). Das Bild 5 wurde mittels der Operation „FullThicknessPic“ aus dem Bild 4 erstellt.

Spalte 1 im Bilderlistenfenster gibt den eindeutigen Index des Bildes an. Es handelt sich hierbei um eine fortlaufende Nummer, die für jedes neue Bild hochgezählt wird. Das ursprünglich geladene Bild erhält den Index 0.

Spalte 2 zeigt das aktuell ausgewählte Bild durch die Markierung mit einem großen X an. Dieses aktuell ausgewählte Bild wird im Anzeigefenster angezeigt. Sollen Operationen ausgeführt werden, so beziehen sich diese immer auf das aktuell ausgewählte Bild, mit Ausnahme der Operationen „Show Objects“ (siehe Abschnitt 4.2.5) und „Multiply with Main“ (siehe Abschnitt 7) die noch das Ausgangsbild miteinbeziehen.

Jedes Bild in der Liste kann durch Doppelklick mit der linken Maustaste auf die erste Spalte (Index des Bildes) ausgewählt werden. Durch nochmaligen Doppelklick mit der linken Maustaste auf das gerade ausgewählte Bild, wird das zuletzt gewählte Bild wieder ausgewählt. Dies ermöglicht einen schnellen Vergleich zwischen zwei Bildern wenn z.B. Resultate von Operationen mit deren Ausgangsdaten verglichen werden sollen. Dementsprechend werden beim Wechsel des ausgewählten Bildes aktuelle Linescans beibehalten und die Daten im Graphenfenster entsprechend erneuert (siehe Abschnitt 5).

In Spalte 3 werden Zusatzinformationen zu jedem Bild angezeigt. Das Format ist hierbei:

$$\langle Index \rangle \langle Tag \rangle \langle Zusatzwerte \rangle. \quad (6-1)$$

$\langle Index \rangle$: Wie bereits erwähnt wird jedem erzeugten Bild eine fortlaufende Nummer zugeordnet und dazu verwendet, um die Abfolge der Operationsschritte, die zu diesem Bild geführt haben, nachzuverfolgen. Diese Nummer wird im Element $\langle Index \rangle$ in Spalte 3

zusätzlich zur Anzeige in Spalte 1 angezeigt. Nachstehend in runden Klammern steht die Nummer des Ausgangsbildes, aus dem dieses Bild generiert wurde. Nach Laden des Originalbildes hat dieses die Nummerierung 0(-1), d.h. es ist das Bild 0 und wurde aus keinem vorhergehenden Bild (-1) erzeugt.

<Tag>: Weiters wird in Spalte 3 mittels kurzem Text im Element <Tag> dargestellt, welche Operation zu diesem Bild geführt hat. Wird z.B. ein Ableitungsoperator auf das Bild angewendet, so wird ein neues Bild erzeugt und in die Liste eingetragen. Dieses Ableitungsbild hat die Nummer 1 (0) und ist zusätzlich mit dem Text „Differentiate“ in der Spalte 3 versehen, d.h. es handelt sich um das Bild 1 erzeugt aus dem Bild 0 durch die Operation „Differentiate“. Folgende Tags sind den Operationen zugeordnet (siehe Tabelle 6-1 und Tabelle 6-2).

Operation	Tag
Differenzieren	Differentiate
Absolutwerte	Absolut
Find Edge	Find Edge
Find Areas	Find Areas
Show Objects	Show Objects
Smoothen	Sharpen
Apply Thresh	Apply Thresh
Append File	---
Load Script	---
Execute Script	---
Dielectric Calc	---
Create Full Thickness Pic	FullThicknessPic
Center Pixel	Get Center Pixel
Matrix Operation	Matrix Operation
Load Calib Image	---
Bias Frame Laden	Mst_Bias
Dark Frame Laden	Mst_Dark
Flat Frame Laden	Mst_Flat
B Korrektur	Bias Cal
B/D Korrektur	Bias Cal + Dark Cal
B/D/F Korrektur	Bias Cal + Dark Cal + Flat Cal

Tabelle 6-1 Zuordnung Operator - Bilderlistenfenster Tags (Teil 1)

Operation	Tag
Add to Main	Add
Multiply with Main	Multiply
Copy Data to Main	---
Convert to Binary	Convert to Binary
Erode Binary	Erode
Inverte [0] <-> [255]	Inverte [0] <-> [255]
Inverte [0] <-> [2000]	Inverte [0] <-> [2000]
Find Edge (Rob. Compass)	Find Edge Robinson
Convert to Transmission	TransmissionPic
Auto Erosion	Auto Erode
Remove Objects	Remove Objects
Erase „Particle Pic“ Header	Remove Header

Tabelle 6-2 Zuordnung Operator - Bilderlistenfenster Tags (Teil 2)

<Zusatzwerte>: Das Element beinhaltet einige weitere Zusatzwerte des jeweiligen Bildes. Es handelt sich hierbei um folgende Informationen (siehe Tabelle 6-3).

Kürzel	Beschreibung
a	Kennzeichnung, ob dem Bild nur positive Daten Zugrunde liegen
d	Anzahl der auf das Bild angewendeten Ableitungsoperatoren
r	Wertebereich der Bilddaten
t	Wertebereich eingeschränkt durch die Parameter „Lower Thresh“ und „Upper Thresh“

Tabelle 6-3 Beschreibung der Zusatzwerte im Bilderlistenfenster

Das aktuell ausgewählte Bild kann durch Drücken der Entfernen-Taste (bei aktivem Bilderlistenfenster) aus der Liste entfernt werden. Dabei wird nicht nur das Bild aus der Liste entfernt, sondern auch sämtliche Daten freigegeben, die bzgl. dieses Bildes im Speicher gehalten wurden. Ebenso werden sämtliche Verknüpfungen mit anderen Bildern aufgelöst. Diese Funktion ist sinnvoll, falls nach einigen Prozessschritten Speicherplatz freigemacht werden soll. Diese Funktion ist auch über die automatisierte Auswertung zugänglich (siehe 9).

7 Das Menü

Einige weiterführende Operationen sind nicht im Toolfenster angeführt, sondern nur über das Menü am oberen Fensterrand von TFI zugänglich (siehe Abbildung 7-1).



Abbildung 7-1 Übersicht der Menüleiste

Diese Funktionen werden im Weiteren erklärt.

7.1 Menü „Image Correction“

Im Menü „Image Correction“ sind Funktionen zur Bias-, Dark- und Flatframe-Korrektur (B/D/F) zusammengefasst (siehe Abbildung 7-2)

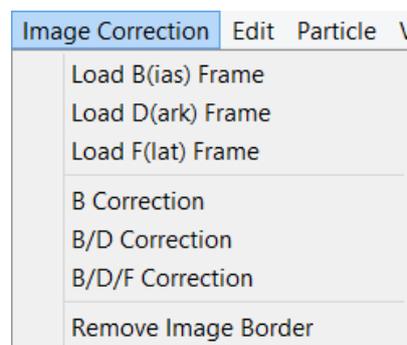


Abbildung 7-2 Menü „Image Correction“

Bei der B/D/F-Korrektur handelt es sich um eine erweiterte Bildkorrektur gegenüber der Korrektur mittels Kalibrationsbild. Die B/D/F-Korrektur bedarf aber eines weit höheren Aufwandes und setzt die Kenntnis der Belichtungszeit der Proben und Kalibrationsbilder voraus.

7.1.1 Load B(ias) / D(ark) / F(lat) Frame

Über die Menüpunkte „Load B(ias) / D(ark) / F(lat) Frame“ können die jeweiligen Bias-, Dark- oder Flatframe-Aufnahmen geladen werden. Beim Laden der B/D/F-Frames können jeweils mehrere Bilder geladen werden. Diese Bilder werden zu für die Korrektur notwendigen Master-Bias-, Master-Dark- und Master-Flat-Bildern zusammengefasst. Das Ergebnis dieser Kombination wird in einer MessageBox zusammengefasst (Abbildung 7-3).

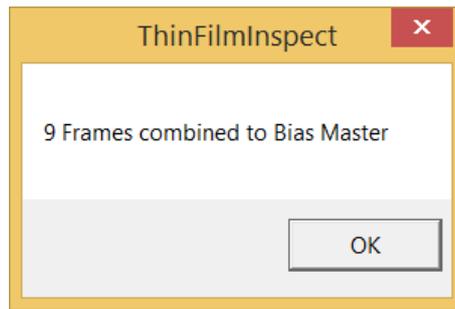


Abbildung 7-3 Message Box nach dem Laden und Kombinieren von einzelnen Bias-Frames zum Bias-Master

Es ist wichtig, dass die jeweiligen Einzelbilder mit denselben Belichtungszeiten aufgenommen werden. Die Belichtungszeiten sind für den Master-Dark und den Master-Flat anzugeben (siehe Abbildung 7-4).

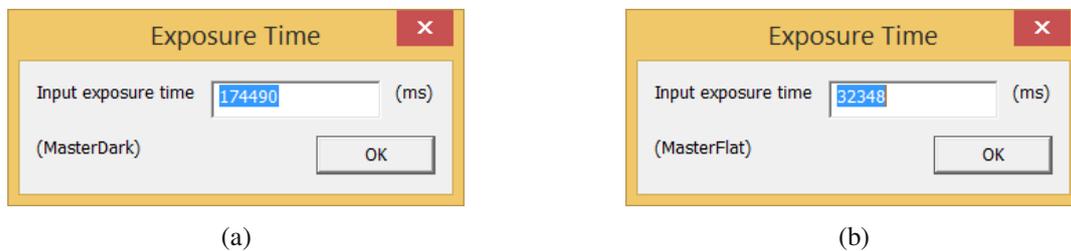


Abbildung 7-4 Eingabe der Belichtungszeiten für a) Master-Dark b) Master-Flat

Da auch Master-Dark und Master-Flat von Bildfehlern betroffen sind, müssen auch diese korrigiert werden. Dies geschieht automatisch beim Laden und erstellen der Master-Frames. Dazu ist es jedoch notwendig die korrekte Reihenfolge beim Laden der Korrekturbilder einzuhalten. Die Reihenfolge ist, wie im Menü von oben nach unten ersichtlich: Bias-Frame → Dark-Frame → Flat-Frame. Nach dem Laden der Frames werden die jeweiligen Master im Bilderlistenfenster angezeigt (siehe Abschnitt 6).

7.1.2 B/D/F-Korrektur

Die in Abschnitt 7.1.1 beschriebene B/D/F-Korrektur kann über die Menüpunkte B-Korrektur, B/D-Korrektur, B/D/F-Korrektur ausgeführt werden. Aus den Namen der Menüpunkte kann entnommen werden, bis zu welchem Schritt die Korrektur ausgeführt wird. D.h. die B-Korrektur führt nur eine Bias-Korrektur durch, während die B/D/F-Korrektur die gesamte Korrekturkette durchläuft.

Die Korrekturen werden dabei auf das gerade im Bilderlistenfenster ausgewählte Bild angewendet. Es gibt hier die Möglichkeit, die Daten des ausgewählten Bildes mit den Handbuch TFI

Korrigierten zu überschreiben oder ein neues Bild zu erstellen. Die Auswahl erfolgt über eine Message Box (siehe Abbildung 7-5).

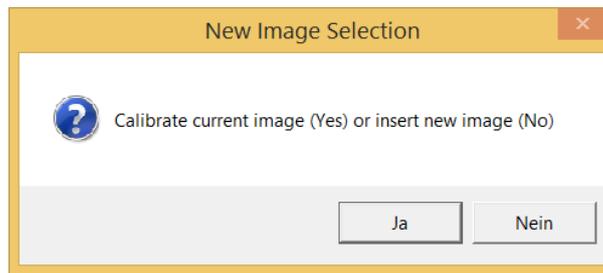


Abbildung 7-5 Auswahl zum Überschreiben der Daten des aktuellen Bildes mit den korrigierten Daten (Auswahl Ja/Yes) oder Erzeugen eines neuen Bildes (Auswahl Nein/No)

Das neu generierte Bild wird dabei im Bilderlistenfenster hinzugefügt (siehe Abschnitt 6). Für eine vollständige B/D/F-Korrektur ist dies für jeden Kalibrationsschritt separat zu beantworten. Abbildung 7-6 zeigt ein Probenbild vor und nach erfolgter B/D/F-Korrektur.

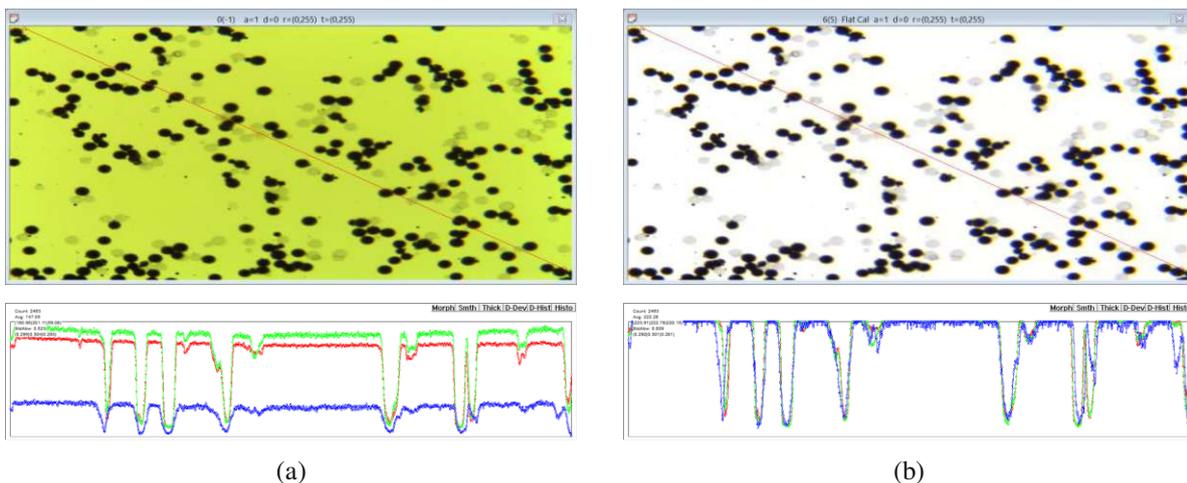


Abbildung 7-6 Probenbild und Linescan einer Mischung von beschichteten und unbeschichteten Mikroglasshohlkugeln a) vor der B/D/F-Korrektur b) nach der B/D/F-Korrektur

7.1.3 Remove Image Border (Bildrandentfernung)

Die Bildrandentfernung dient zum Stutzen von Probenbildern, die an ihren Rändern sehr stark ungleichmäßig ausgeleuchtet sind. Nach Aufruf der Bildrandentfernung kann über den „Remove Picture Border“ Dialog eine Pixelzahl für den oberen, unteren, linken und rechten Rand eingegeben werden (siehe Abbildung 7-7). Der so ausgewählte Bildrand wird entfernt bzw. beim Bildladen ignoriert.

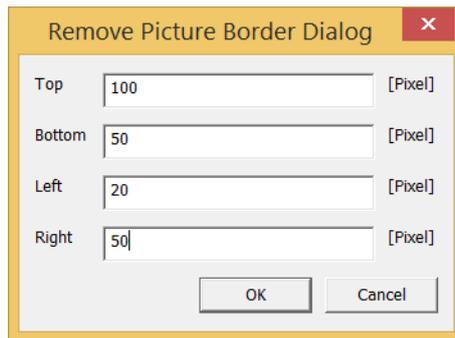
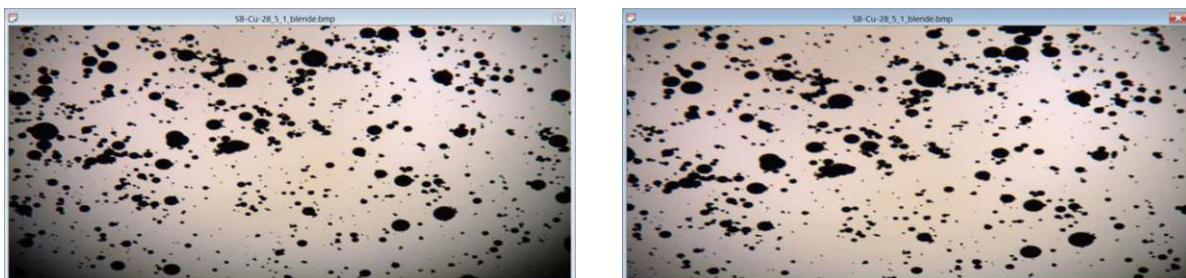


Abbildung 7-7 Dialog zur Auswahl des zu entfernenden Bildrandes

Da TFI intern für alle Bilder einer Probenserie (und deren Kalibrationsbilder) von der gleichen Bildgröße ausgeht, ist es nicht möglich den Bildrand für einzelne Bilder zu entfernen. Um mögliche Fehler diesbezüglich von vornherein zu vermeiden, werden nach Eingabe eines zu entfernenden Bildrandes alle gerade geöffneten Bilder geschlossen und müssen neu geladen werden um die Bildränder konsistent für alle Bilder zu entfernen.

Eine praktikable Vorgehensweise hierzu ist, nach erstmaligem Laden eines Probenbildes zu entscheiden, ob Bildränder entfernt werden müssen. Ist dies der Fall, werden die zu entfernenden Bildränder eingegeben und nach drücken von „OK“ das geladene Bild automatisch geschlossen. Die Einstellungen für die Bildrandentfernung bleiben dabei erhalten und sind durch neuerlichen Aufruf der Bildrandentfernung im Einstellungsdialog einseh- und änderbar. Nachfolgend kann nun das Probenbild wieder geladen werden, und es werden von TFI bereits beim Laden die gewünschten Ränder entfernt. Die selbe Randentfernung wird ebenfalls für alle im Weiteren geladenen Kalibrationsbilder und für die im Zuge von „Append File“ (siehe Abschnitt 4.2.11) geladenen Probenbilder angewendet. Die Randentfernung ist in Abbildung 7-8 für eine stark inhomogen ausgeleuchtete Probenaufnahme illustriert.



(a)

(b)

Abbildung 7-8 Probenbild von Cu-beschichteten Mikroglasshohlkugeln mit Kollimator im Strahlengang a) vor der Bildrandentfernung b) nach neuerlichem Laden mit Bildrandentfernung

7.2 Menü „Edit“

Das Menü „Edit“ enthält eine Vielzahl von allgemeinen und bildverändernden Operationen. Zum Zeitpunkt des Verfassens dieser Dokumentation sind nicht alle diese Operationen implementiert. Im Weiteren werden nur die bereits funktionalen Operationen behandelt. Alle nicht funktionalen Operationen sind im Menü ausgegraut.

7.2.1 Block „Skalenfaktor und Particle Pic“

Im Menü-Block „Skalenfaktor und Particle Pic“ sind Operationen zum Setzen des Skalenfaktors und zum Laden von Partikelbildern (siehe Abschnitt 7.3) zusammengefasst.



Abbildung 7-9 Menü-Block Skalenfaktor und Particle Pic

7.2.1.1 Set Scale - Skalenfaktor

Es ist möglich einen Skalenfaktor zur Umrechnung von Pixelzahlen in Längen einzugeben. Einstellen des Skalenfaktors geschieht über das Menü: Bearbeiten → Set Scale (siehe Abbildung 7-10).

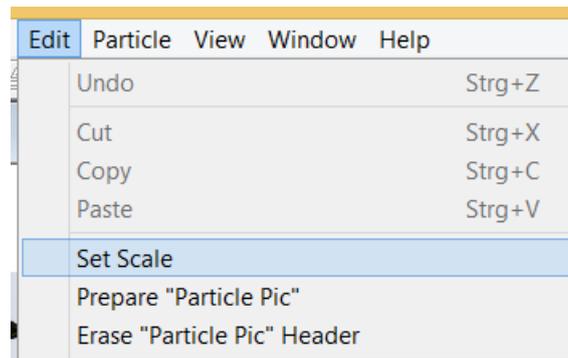


Abbildung 7-10 Set Scale Menü

Im darauf erscheinenden „Set Scale“ Dialog, kann der gewünschte Skalenfaktor eingestellt werden (siehe Abbildung 7-11).

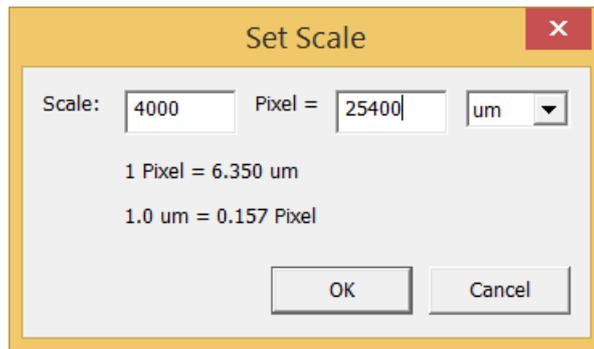


Abbildung 7-11 "Set Scale" Dialog mit Auswahl der Pixelzahl, Länge und Einheit

Die Eingabe des Skalenfaktors erfolgt durch die Eingabe $X \text{ pixel} = Y \text{ unit}$. X steht für Pixelzahl, Y und unit für die zugehörige Länge samt physikalischer Einheit. X und Y können als natürliche Zahlen frei eingegeben, unit aus einem Satz vorgefertigter Längeneinheiten gewählt werden. Aus diesen Eingaben wird der Skalenfaktor berechnet und in Form von Einheitswerten im unteren Dialogbereich dargestellt.

Ist beim Öffnen des „Set Scale“ Dialogs ein Linescan im Bildfenster vorhanden, so wird die Pixelzahl des Linescans als Größe X voreingestellt. Dies ermöglicht es, bei Messbildern (z.B. SEM-Aufnahmen) direkt den im Bild integrierten Maßstab per Linescan auszuwählen und durch Eingabe der zugehörigen Länge den Skalenfaktor einfach und schnell zu setzen (siehe Abbildung 7-12).

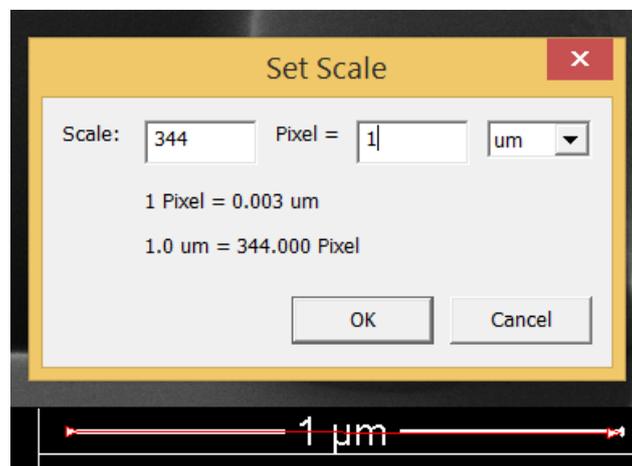


Abbildung 7-12 Set Scale durch Auswahl einer Länge im Bild mittels Linescan

Nach Einstellen des Skalenfaktors wird im Graphenfenster im Linescan Modus zusätzlich zur Pixelzahl auch die Länge laut Skalenfaktor angezeigt. Dies gilt auch für im Graphenfenster selektierte Teilbereiche des Linescans (siehe Abbildung 7-13).

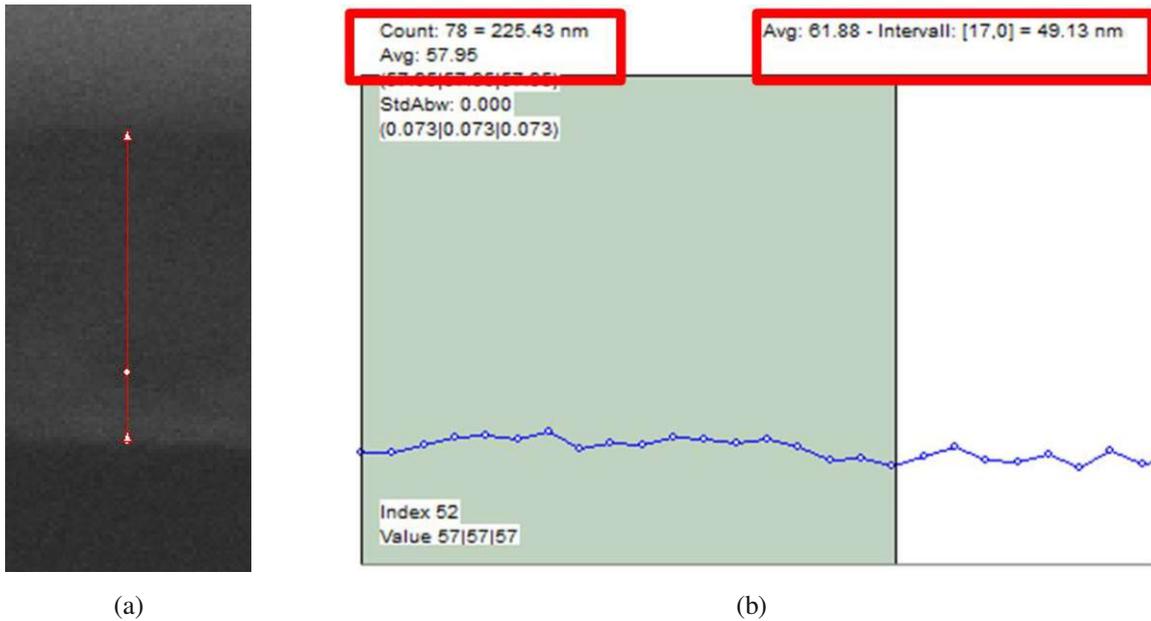


Abbildung 7-13 Längenmessung in einem SEM Querschnittsbild a) Auswahl eines Features mittels Linescan b) Anzeige der Länge des Linescans und eines Subbereichs nach Auswahl des Skalenfaktors

7.2.1.2 Prepare Particle Pic

Ein Partikelbild (Particle Pic) ist eine von TFI erzeugbare Bilddatei, die es erlaubt bereits durchgeführte Objekterkennung, Objektselektion, Kalibration, Messwellenlängen, Bildkorrektur, Skaleneinstellung und eventuelle Schichtdickenberechnung abzuspeichern. Für eine genauere Beschreibung zur Funktionsweise von Partikelbildern, siehe Abschnitt 7.3. Werden Particle Pics erneut mit TFI geladen, so können die Einzelobjekte nach dem Laden des Particle Pics einfach durch den Menüpunkt: Bearbeiten → Prepare Particle Pic (siehe Abbildung 7-14) ohne Datenverlust rückgewonnen werden.

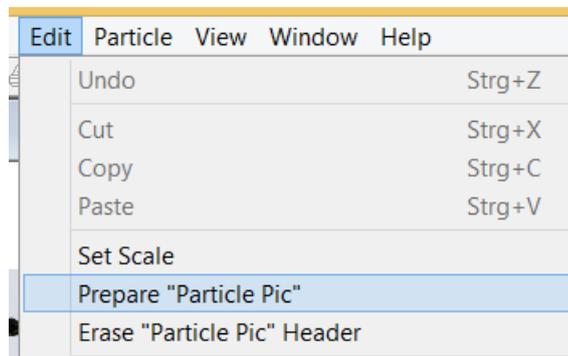


Abbildung 7-14 Menüpunkt Prepare Particle Pic

Hierzu werden nacheinander die Operationen „Remove Header“ (siehe Abschnitt 7.2.1.3), „Find Edge“, „Find Areas“ und „Show Objects“ ausgeführt. Die Einzelschritte sind über das Handbuch TFI

Bilderlistenfenster zugänglich. So ist eine vollständige Rückgewinnung der bereits selektierten und ausgewerteten Objekte mit einem einzelnen Prozessschritt möglich.

Handelt es sich beim geladenen Particle Pic um ein Bild generiert aus den Originaldaten, so können hierauf basierend, weitere morphologische Operation, Schichtdickenberechnungen usw. ohne Gefahr einer möglichen Verfälschung der Messdaten durchgeführt werden.

7.2.1.3 Erase Particle Pic Header

Über den Menü Punkt „Erase Particle Pic Header“ wird die Operation „Remove Header“ aufgerufen, die einfach den Particle Header (siehe Abschnitt 7.3) aus einem Particle Pic entfernt.

7.2.2 Block „Operationen am Hauptbild“

Unter diesem Menü-Block sind Operationen zusammengefasst, die die Daten des Hauptbildes verändern (siehe Abbildung 7-15).

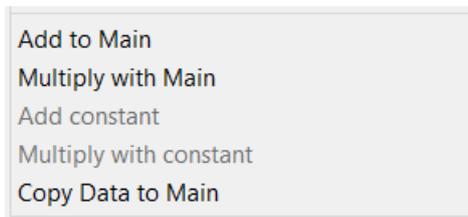


Abbildung 7-15 Menü-Block Operationen am Hauptbild

Diese Operationen haben gemeinsam, dass die Daten des gerade ausgewählten Bildes auf verschiedene Arten auf das Hauptbild angewendet werden und so ein neues Bild generiert wird.

7.2.2.1 Add to Main

Die Daten des gerade ausgewählten Bildes werden pixelweise zu den Daten des Hauptbildes hinzuaddiert. Es gibt bei der Addition keine Einschränkung des Wertebereichs.

7.2.2.2 Multiply with Main

Die Daten des gerade ausgewählten Bildes werden pixelweise mit den Daten des Hauptbildes multipliziert. Diese Operation kommt besonders dann zum Einsatz, wenn das gerade ausgewählte Bild ein Binärbild ist. Da die Daten eines Binärbildes entweder 0 oder 1 sein können, werden durch die Multiplikation mit dem Hauptbild Bereiche im Hauptbild auf 0 gesetzt (Binär 0) oder unverändert belassen (Binär 1). Dies eignet sich besonders für das Rückrechnen von Erosionsoperatoren, die nur auf Binärbilder angewendet werden können.

7.2.2.3 Copy Data to Main

Die Daten des gerade ausgewählten Bildes werden ins Hauptbild kopiert. Die ursprünglichen Daten des Hauptbildes gehen dabei verloren und es wird kein neues Bild generiert. Damit wird effektiv das Hauptbild durch das gerade ausgewählte Bild ersetzt.

7.2.3 Block „Bildbearbeitung“

In diesem Block sind verschiedene Operationen der Bildverarbeitung zusammengefasst, die sich in verschiedenen Anwendungen von TFI als nützlich erwiesen haben (siehe Abbildung 7-16).

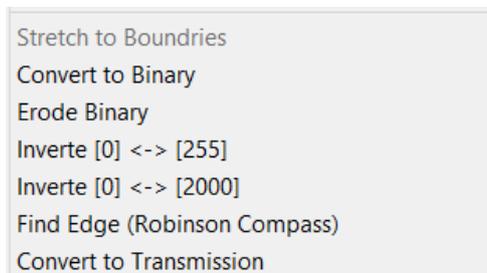


Abbildung 7-16 Menü-Block Bildbearbeitung

7.2.3.1 Convert to Binary

Mit der Operation „Convert to Binary“ kann ein Graustufenbild in ein Binärbild umgewandelt werden. Dazu können im Toolfenster über die Parameter „*Lower Thresh*“ und „*Upper Thresh*“ (siehe Abschnitt 4.1.4) ein unterer und ein oberer Schwellwert für die Helligkeiten im Graustufenbild zur Binärumwandlung angegeben werden.

Die Binärbildumwandlung folgt dabei folgenden Regeln:

- Ist die Kanalhelligkeit eines Pixels kleiner als der untere Schwellwert, wird der Pixelwert auf 0 gesetzt. Ist die Kanalhelligkeit größer als der untere Schwellwert, wird der Pixelwert auf 1 gesetzt.
- Ist die Kanalhelligkeit eines Pixels kleiner als der obere Schwellwert, wird der Pixelwert auf 1 gesetzt. Ist die Kanalhelligkeit größer als der obere Schwellwert, wird der Pixelwert auf 0 gesetzt.

Diese Regeln lassen sich im Graphenfenster einfach ablesen: Bereiche, die durch die Schwellwerte ausgegraut sind, werden auf 0 und nichtausgegraute Bereiche auf 1 gesetzt (siehe Abbildung 7-17).

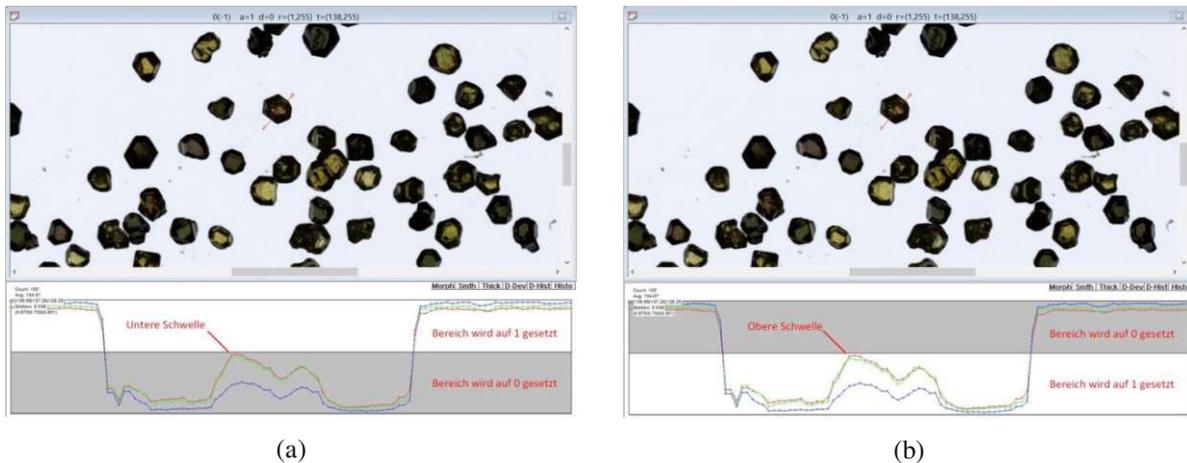


Abbildung 7-17 Festlegen der Schwellwerte für die Umwandlung eines Diamant-Probenbildes in ein Binärbild a) mit Hilfe des unteren Schwellwertes (alles was dunkler als der Schwellwert ist wird 0 gesetzt) b) mit Hilfe des oberen Schwellwertes (alles was heller als der Schwellwert ist wird 0 gesetzt)

Nach dem Festlegen der Schwellwerte und Start der Binärbildumwandlung, wird über den „Color Channel Selection“ Dialog ausgewählt, für welchen der drei Farbkanäle die gewählten Schwellwerte angewendet werden sollen (siehe Abbildung 7-18). Die Binärbildumwandlung selbst erfolgt in allen drei Farbkanälen. D.h. wird der Rot-Kanal gewählt, wird aufgrund des Kriteriums im Rot-Kanal der Pixelwert in allen drei Kanälen auf 0 oder 1 gesetzt.

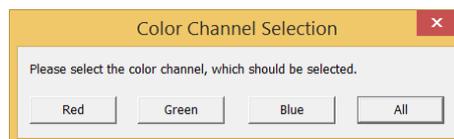


Abbildung 7-18 Kanalauswahl für die Anwendung des unteren und oberen Schwellwertes zur Binärbildumwandlung

In Abbildung 7-19 sind die Resultate der Binärbildumwandlung mit den in Abbildung 7-17 festgelegten Schwellwerten dargestellt.

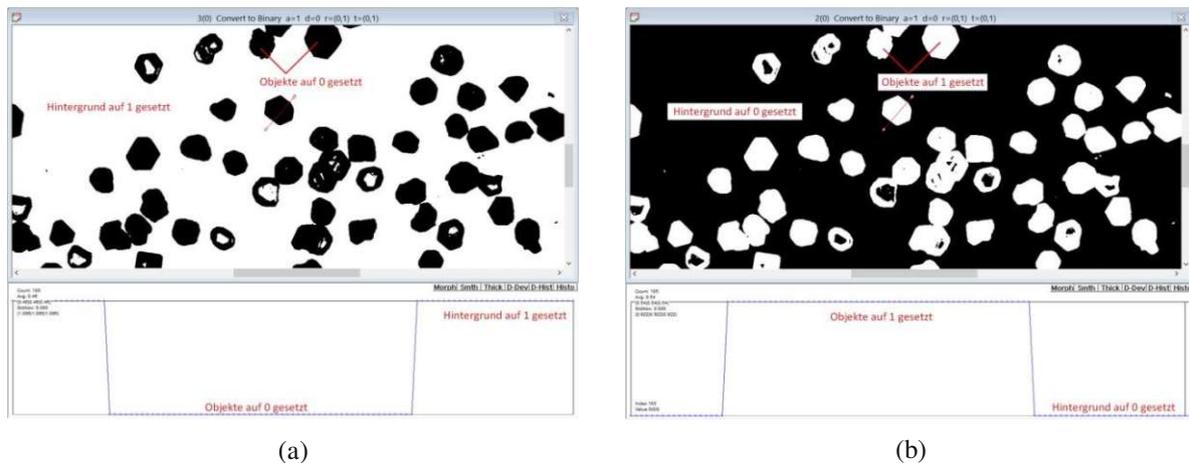


Abbildung 7-19 In ein Binärbild umgewandeltes Diamant-Probenbild a) durch den unteren Schwellwert - Objekte sind auf 0 gesetzt, der Hintergrund auf 1 b) durch den oberen Schwellwert - Objekte sind auf 1 gesetzt, der Hintergrund auf 0

Es ist ersichtlich, dass durch Festlegen des Schwellwertes durch die obere oder untere Schranke jeweils inverse Binärbilder (bei gleichem Schwellwert) generiert werden können. Dementsprechend sind je nach Schrankenwahl Objekte mit 1 oder 0 gekennzeichnet. D.h. sollen Objekte durch den Wert 1 und der Hintergrund durch den Wert 0 gekennzeichnet werden, ist die obere Schranke zur Bereichsseparation einzusetzen (siehe Abbildung 7-17b und Abbildung 7-19b). Ein Binärbild selber kann durch Binärbildumwandlung, und entsprechender Schrankenwahl, invertiert werden.

7.2.3.2 Erode

Durch die Operation „Erode“ kann eine Binärbild-Erosion durchgeführt werden. Sie dient in TFI hauptsächlich zum Trennen eng aneinander liegender Objekte. Bei der Erosion eines binären Bildobjektes wird für Pixel die den Wert 1 besitzen überprüft, ob alle benachbarten Pixel ebenfalls den Wert 1 besitzten. Ist dies der Fall, wird der Pixelwert 1 beibehalten, ansonsten wird er auf 0 gesetzt. Die Größe der betrachteten Nachbarschaft (4er, 8er und darüber hinaus) kann in TFI über den „Operator Matrix“ Dialog eingestellt werden (siehe Abbildung 7-20).

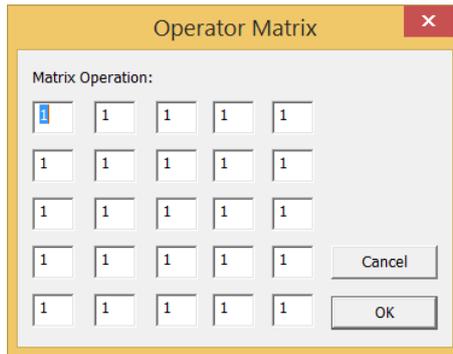


Abbildung 7-20 Dialog „Operator Matrix“ zur Selektion des binären Erosionsoperators (entspricht der Wahl der betrachteten Nachbarschaft)

Die Erosion (wie in TFI implementiert) wirkt schrumpfend auf Binärobjecte mit dem Wert 1. Sie wirkt damit aber auch expandierend auf den Hintergrund (mit Wert 0). Für die Expansion von Binärobjecten ist der Begriff Dilatation gebräuchlich. Dilatation und Erosion sind inverse Operationen. Auf eine explizite Implementierung der Dilatation in TFI wurde verzichtet, da durch Inversion des Binärbildes (siehe Abschnitt 7.2.3.1) Objekt und Hintergrund beliebig getauscht werden können. Damit ist eine Objektdilatation durch eine Hintergrunderosion durchführbar, und vice versa. In Abbildung 7-21 ist das Ergebnis einer Binärbilderosion dargestellt (weiß dargestellte Objekte besitzen den Wert 1).

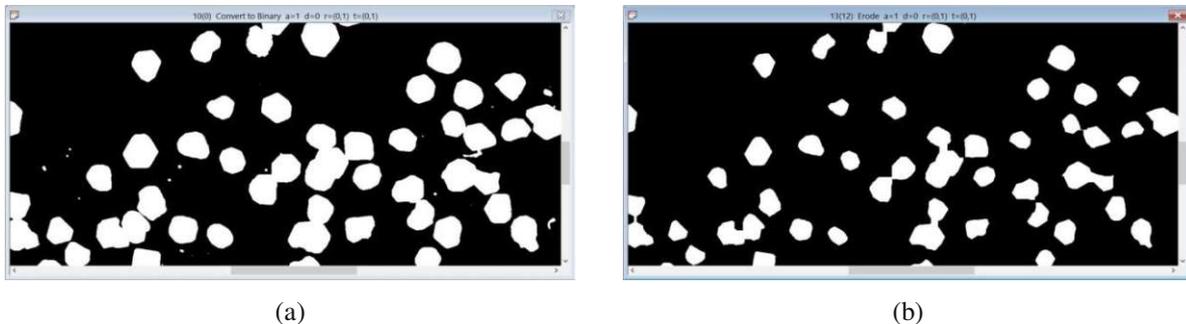


Abbildung 7-21 Erosion am Binärbild einer Diamantprobe a) Binärbild nach der Objekterkennung (weiß dargestellte Objekte besitzen den Wert 1) b) Binärbild nach Anwenden eines Erosionsoperators

7.2.3.3 Invert [0] \leftrightarrow [255] / Invert [0] \leftrightarrow [2000]

Die „Invert“ Operationen führen eine Inversion des gegebenen Bildes so durch, dass die jeweils dargestellten Helligkeitswerte getauscht werden. D.h. für Graustufenbilder mit dem Wertebereich [0, 255] werden alle Pixel (in allen drei Farbkanälen) mit dem Wert 0 auf 255 und alle Pixel mit dem Wert 255 auf 0 gesetzt. Für Schichtdickenbilder mit dem Wertebereich [0, 2000] erfolgt die Invertierung analog.

Diese Form der Invertierung ist deshalb notwendig, da in Probenbildern für gewöhnlich der Hintergrund „hell“ und Objekte „dunkel“ sind. Im Falle einer Objekttrennung durch Binärbildumwandlung und –erosion (siehe Abschnitt 7.2.3.2) wird zur Rekonstruktion der originalen Partikelhelligkeiten das erodierte Binärbild mit dem Ausgangsbild multipliziert (Operation „Multiply with Main“, siehe Abschnitt 7.2.2.2). Dadurch wird der Hintergrund jedoch auf den Wert 0 gesetzt. Helligkeitswerte die von 255 verschieden sind, werden von TFI als mögliche Schichten betrachtet und in der Schichtdickenberechnung mit berücksichtigt, was zu einer sehr großen Laufzeiterhöhung der Schichtdickenberechnung führt. Dementsprechend kann über die Operation „Invert $[0] \leftrightarrow [255]$ “ der Hintergrund wieder auf den gewünschten Wert von 255 zurückgesetzt werden. In Abbildung 7-22 ist eine typische Abfolge von Objekttrennung durch Binärbilderoseion und Rekonstruktion der Objekthelligkeiten aus dem Ausgangsbild dargestellt.

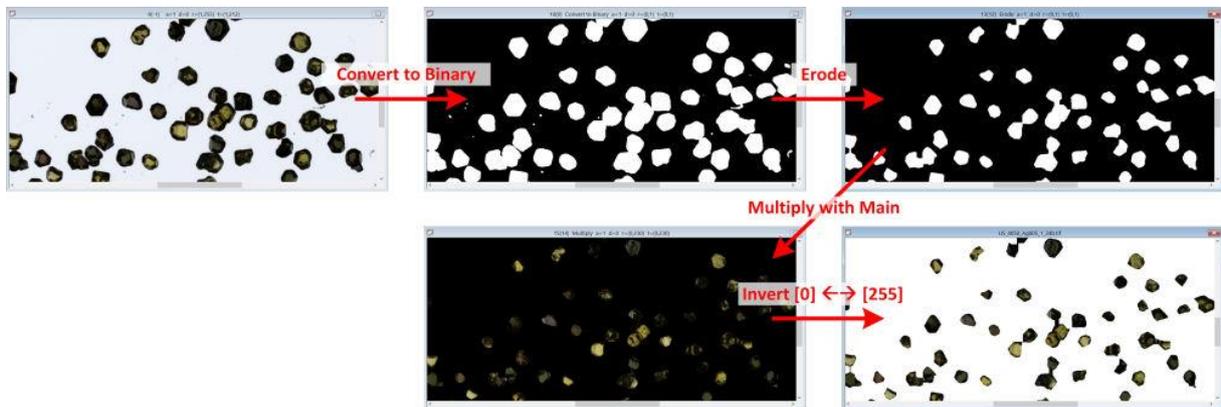


Abbildung 7-22 Ablauf einer typischen binären Erosion mit abschließendem Prozessschritt der Invertierung

Das Ausgangsbild wird durch die Operation „Convert to Binary“ in eine Binärbild umgewandelt. Das Binärbild wird durch die Operation „Erode“ erodiert und damit eine Objektrennung durchgeführt. Durch die Operation „Multiply with Main“ wird das Binärbild pixelweise mit dem Ausgangsbild multipliziert und so die auf 1 gesetzten Objekthelligkeiten wieder aus dem Ausgangsbild rekonstruiert. Durch die Operation „Invert $[0] \leftrightarrow [255]$ “ wird schließlich der auf 0 gesetzte Hintergrund wieder auf den Wert 255 korrigiert und eine Weiterverarbeitung der Bilddaten ist möglich.

7.2.3.4 Find Edge (Robinson Compass)

Bei der Operation „Find Edge (Robinson Compass)“ handelt es sich um die Implementierung eines alternativen Algorithmus zur Kantendetektion. In der aus dem Toolfenster zugänglichen Operation „Find Edge“ wird die Kantendetektion mittels zweimaliger Ableitung des Bildes und Detektion des 0-Durchgangs der zweiten Ableitung realisiert (siehe Abschnitt 4.2.3). „Find Edge (Robinson Compass)“ basiert auf dem Robinson-Kompass. Der Robinson-Kompass ist ein Set von acht Faltungsmasken. Die Masken sind jeweils in acht unterschiedliche Richtungen orientiert (siehe Tabelle 7-1).

$$\begin{array}{cccc}
 \begin{pmatrix} -1 & -1 & -1 \\ 0 & 0 & 0 \\ 1 & 1 & 1 \end{pmatrix} & \begin{pmatrix} -1 & -1 & 0 \\ -1 & 0 & 1 \\ 0 & 1 & 1 \end{pmatrix} & \begin{pmatrix} -1 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 1 \end{pmatrix} & \begin{pmatrix} 0 & 1 & 1 \\ -1 & 0 & 1 \\ -1 & -1 & 0 \end{pmatrix} \\
 \begin{pmatrix} 1 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 0 \\ -1 & -1 & -1 \end{pmatrix} & \begin{pmatrix} 1 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & -1 \\ 0 & -1 & -1 \end{pmatrix} & \begin{pmatrix} 1 & 0 & -1 \\ 1 & 0 & -1 \\ 1 & 0 & -1 \end{pmatrix} & \begin{pmatrix} 0 & -1 & -1 \\ 1 & 0 & -1 \\ 1 & 1 & 0 \end{pmatrix}
 \end{array}$$

Tabelle 7-1 Die acht Faltungsmasken des Robinson-Kompass. Die Richtungen der Masken in Zeile 2 stellen die inversen Richtungen der Masken aus Zeile 1 dar.

Die Masken werden nacheinander auf das Bild für jeden Pixel angewendet und das größte Absolutergebnis der jeweiligen Maske am Pixelort beibehalten. Auch bei „Find Edge (Robinson Compass)“ kann mittels Parameter „Lower Thresh“ eine Vorseparation Hintergrund / Objekt durchgeführt werden (siehe Abschnitt 4.2.3). Im Gegensatz zu dem in Abschnitt 4.2.3 beschriebenen Ableitungsoperator ist die Kante nicht eine eindimensionale Linie am Kantenort, sondern eine kleine Fläche diskreter Pixelwerte (siehe Abbildung 7-23). D.h. für die Anwendung des in TFI implementierten Algorithmus zur Kantenverfolgung (siehe Abschnitt 4.2.4) ist vorher noch ein Schritt zur Ausdünnung der Kantenbereiche vorzusehen.

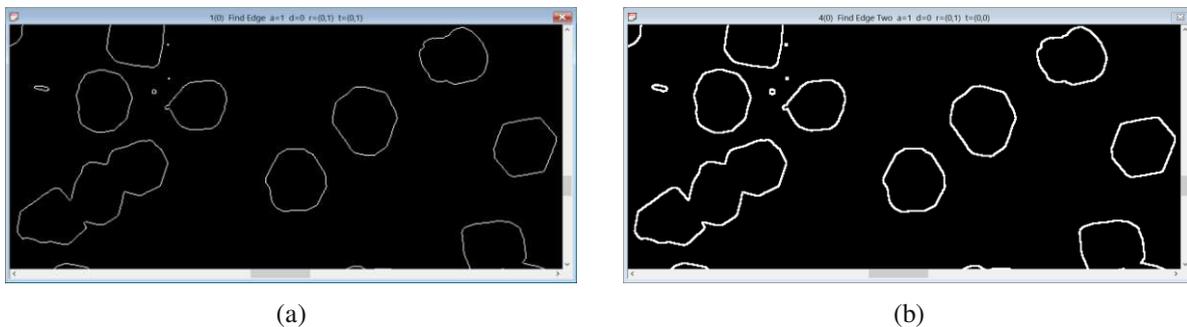


Abbildung 7-23 Kantendetektion an einem Diamantprobenbild a) durch zweimalige Ableitung (Operation „Find Edge“) b) durch den Robinson Kompass (Operation „Find Edge (Robinson Compass)“)

7.2.3.5 Convert to Transmission

Die Operation „Convert to Transmission“ wandelt die Helligkeitswerte eines Bildes in Transmissionswerte um. Die Umrechnung in Transmissionswerte kann erst nach erfolgter 2-Punkt Kalibration im Dielectricfenster erfolgen (siehe Abschnitt 8.2.1). Die Umrechnung in Transmissionswerte erfolgt so wie die Berechnung des Schichtdickenbildes (siehe Abschnitt 4.2.9) oder der Bilddatenexport (siehe Abschnitt 3.1) in einem festgelegten Raster entweder in der nativer oder reduzierter Auflösung.

7.3 Menü „Particle“

Im Menü „Particle“ sind alle Operationen zur Auswertung und Verarbeitung von bereits detektierten Partikeln zusammengefasst (siehe Abbildung 7-24).

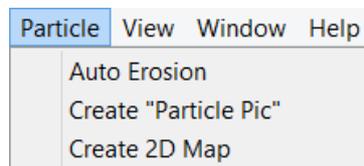


Abbildung 7-24 Menü Partikel

7.3.1 Auto Erosion: Randentfernung – Partikelerosion

Die Randentfernung ist ein essentieller Verfahrensschritt bei der Berechnung von Schichtdicken aus Granulatbildern (siehe Abbildung 7-25).

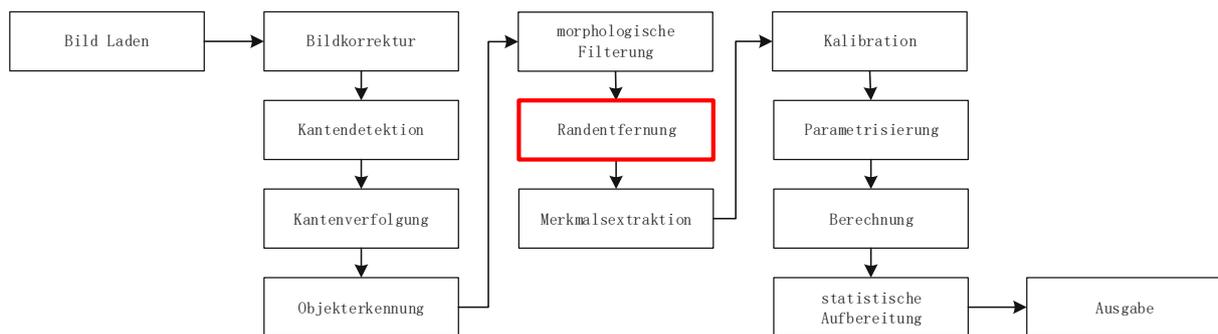


Abbildung 7-25 Übersicht Prozessschritte - Randentfernung

Egal welches Granulat vorliegt, es ist immer in bestimmter Weise eine Extraktion von Granulatbereichen erforderlich bevor sie einer Schichtdickenbestimmung zugänglich sind. Dies kann bei einfachen Kugelgranulaten die simple Extraktion eines Zentralbereiches um den Kugelmittelpunkt (siehe Abschnitt 4.2.6), oder wie bei Diamantgranulat ein aufwendiger,

mehrstufiger und iterativer Prozess zum Entfernen von Fokusunschärfe an den Ränder, schief liegender Facetten und schlecht ausgeleuchteter Bereiche.

Die Randentfernung kann über das Menü: Partikel → Auto Erosion gestartet werden. Im darauf folgenden „Auto Erode Properties“ Dialog können die verschiedenen Erosionsverfahren und deren Parameter eingestellt werden. Die Wahl des Erosionsverfahrens erfolgt durch Selektion des Radio-Buttons im Processing Segment in der obersten Zeile des Dialoges. Die möglichen Verfahren werden im Weiteren erklärt.

7.3.1.1 Fixed Steps Erosion – „Fixed steps“

Erosion in 4er oder 8er Nachbarschaft mit fixer Anzahl an Iteration: Es wird der Rand in einer 4er oder 8er Nachbarschaft in fixer Iterationszahl entfernt (siehe Abbildung 7-26).

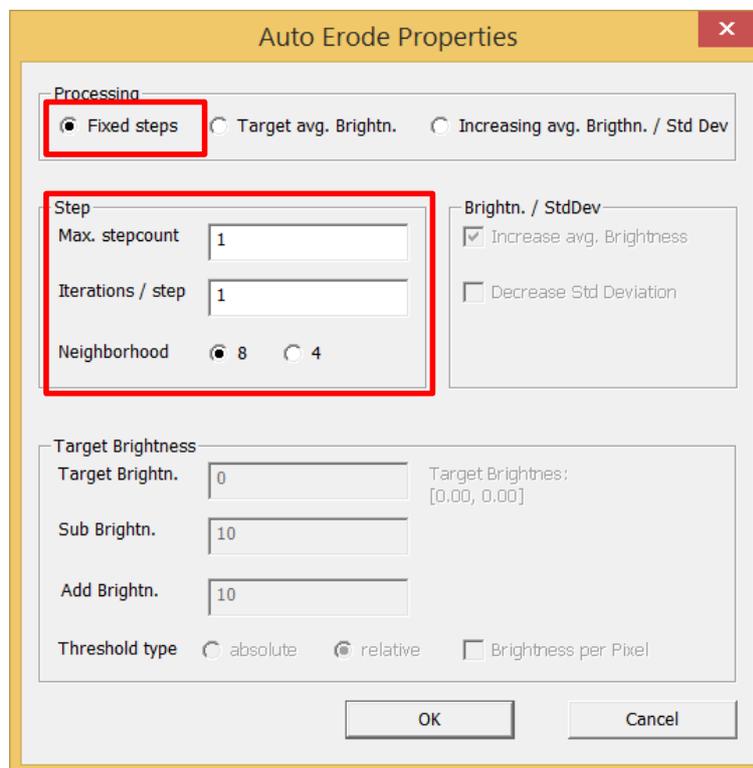


Abbildung 7-26 Auswahl Fixed Steps Erosion

Dies entspricht dem Entfernen einer fixen Anzahl von Randpixel, ausgewählt durch die Zahl der Iterationen. Die Parameter Neighborhood, Max Stepcount und Iterationen sind auch für die anderen Erosionsalgorithmen anzugeben.

Jegliche Art von Erosion basiert auf Erosionsoperatoren definiert in einer 4er und 8er Nachbarschaft. Weiters erfolgt die Auswertung von Erosionsparametern nach jedem Step, der

aus n Iterationen bestehen kann. Der maximale Stepcount bestimmt die Maximalzahl solcher Steps, bevor die Erosion abgebrochen wird.

7.3.1.2 Zielwertgerichtete Erosion – „Target avg. Brightness“

Gerichtete Erosion mit Zielhelligkeit: Einstellbar über die Iterationszahl wird eine Maximalzahl von Randpixel entfernt, bis die mittlere Helligkeit des jeweiligen Partikels innerhalb der angebbaren Grenzen liegt (siehe Abbildung 7-27).

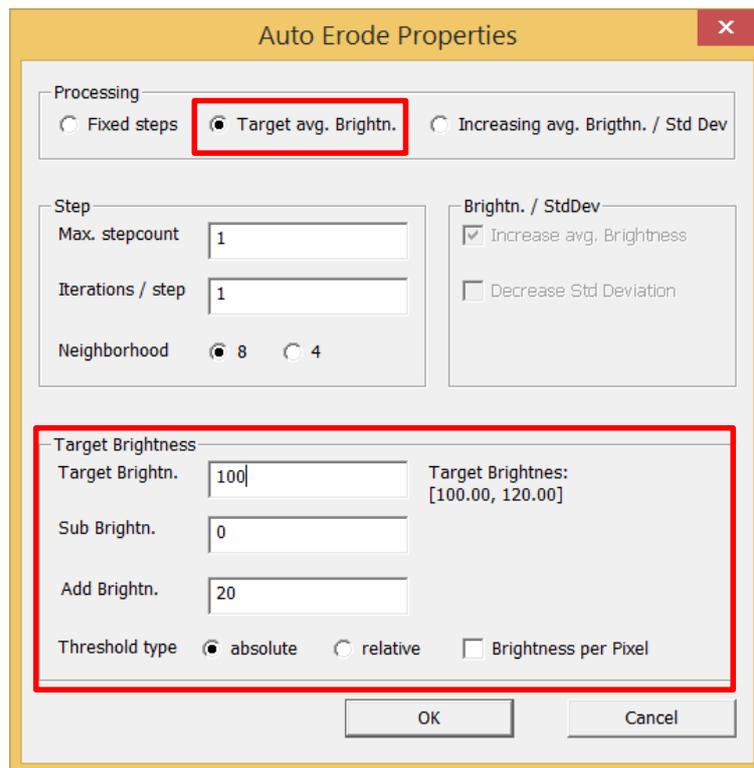


Abbildung 7-27 Auswahl der zielwertgerichteten Erosion

Dieses Verfahren ist dann zielführend, wenn bereits Kenntnis über die Schichtdickenverteilung am Granulat vorliegt bzw. die Helligkeiten der Schicht noch vom Rand unterscheidbar sind. Wird die Iterationszahl hoch genug angesetzt, werden Partikel, deren mittlere Helligkeiten nicht im Zielbereich liegen, vollständig entfernt.

Das Feld „Target Brightn.“ gibt hierbei die Zielhelligkeit und die Felder „Sub Brightn.“ und „Add Brightn.“ die Werte zum Berechnen der oberen und unteren Schranken des Zielbereiches an. Über die Radio-Buttons „absolute“ und „relative“ kann ausgewählt werden, ob die in „Sub“ und „Add“ angegebenen Werte Absolutwerte oder Prozentwerte sind. Der

sich aus diesen Einstellungen ergebende Helligkeitsbereich wird rechts unter „Target Brightness“ dargestellt.

Durch Auswahl des Feldes „Brightness per Pixel“ wird nicht nach jeder Iteration die mittlere Helligkeit des Partikels überprüft, sondern für jeden Pixel separat. Die Iterationszahl liegt hierbei immer bei 1. Die Kombination dieser Operationen ist sehr effektiv.

7.3.1.3 Gradientenbasierte Erosion – „Increasing avg. Brightn. / Std Dev“

Erosion unter Beachtung des Helligkeitsgradienten über die Iterationen: In einer 4er oder 8er Nachbarschaft wird der Rand iterativ erodiert (siehe Abbildung 7-28).

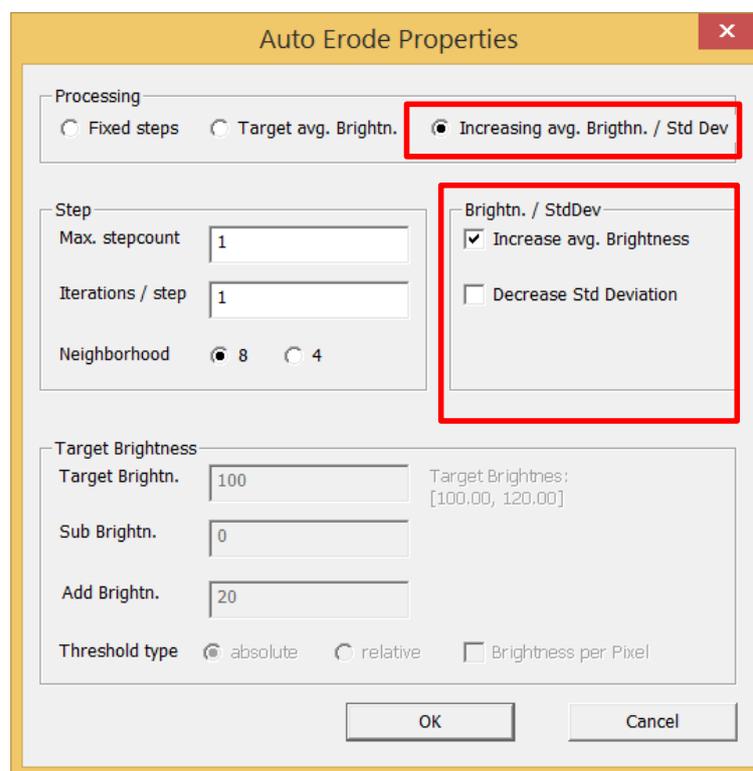


Abbildung 7-28 Auswahl der gradientenbasierten Erosion

Nach jedem Iterationsschritt wird die mittlere Helligkeit des Partikels sowie dessen Standardabweichung berechnet. Ändert sich eines der beiden oder beide gemeinsam nicht in gewünschtem Maße (die mittlere Helligkeit soll steigen → Partikel wird Heller, die Standardabweichung soll sinken → Partikel wird gleichmäßiger), wird die Erosion gestoppt. Über die Check Boxen „Increase avg. Brightness“ und „Decrease Std Deviation“ wird festgelegt, welches Kriterium (oder Beide) betrachtet werden soll. Die Kriterien für Helligkeit

und Standardabweichung sind „Und“ verknüpft, d.h. bei Auswahl beider führt das erste nicht zutreffende Kriterium zum Abbruch.

7.3.2 Create Particle Pic: Export von „Partikelbildern“

Es ist möglich nach der Objekterkennung sogenannte „Partikelbilder“ abzuspeichern. Das Partikel Pic erlaubt es bereits durchgeführte Objekterkennung, Objektselektion, Kalibration, Messwellenlängen, Bildkorrektur, Skaleneinstellung und eventuelle Schichtdickenberechnung abzuspeichern, was eine enorme Datenreduktion und Zeitersparnis bedeutet. Weiters wird die Reproduzierbarkeit von Messergebnissen stark erhöht. Das Abspeichern des Partikelbildes erfolgt über das Menü: Partikel → Create Particle Pic. Nach Auswahl des Menüpunktes wird der „Particle Pic Parameters“ Dialog geöffnet (siehe Abbildung 7-29).

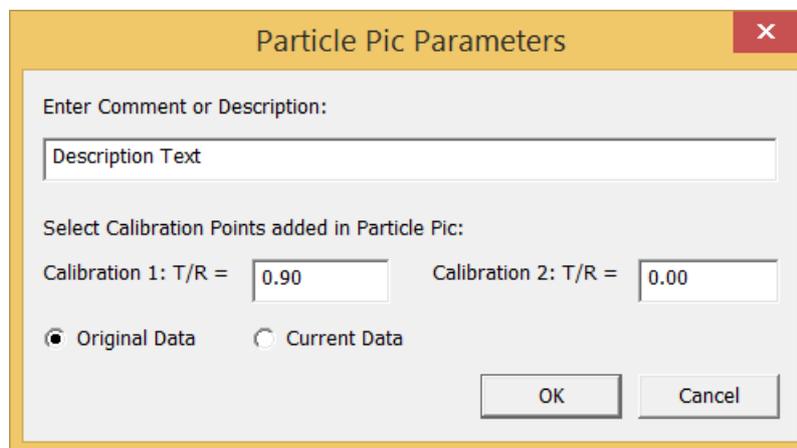


Abbildung 7-29 "Particle Pic Parameters" Dialog

In diesem Dialog kann eine Kommentarzeile sowie die beiden mit abzulegenden Kalibrationspunkte festgelegt werden. Die Kalibrationspunkte sind für eine Schichtdickenrechnung unerlässlich und müssen im Particle Pic separat abgelegt werden, da nach der Objekterkennung die Kalibrationsbereiche aus dem Originalbild nicht mehr vorhanden sind. Wurde vor dem Speichern des Particle Pic noch keine Kalibration durchgeführt, so werden auch keine Kalibrationsbereiche mit abgelegt. Weiters kann im Dialog ausgewählt werden, ob je Partikel die Daten aus dem Originalbild oder die Daten des aktuell angezeigten Bildes abgelegt werden sollen. Dies ist hilfreich, sollen z.B. nur die nach der Erosion übriggebliebenen Auswertebereiche oder aber bereits berechnete Schichtdicken aus dem Schichtdickenbild abgelegt werden.

Die Kalibrationspunkte, Kommentar, Skalenfaktor (falls vorher angegeben) sowie Mittelwerte und statistische Daten der morphologischen Untersuchung und der Schichtdickenberechnung werden in einem eigens am Kopf des Bildes eingefügten Header angezeigt (siehe Abbildung 7-30).



Abbildung 7-30 Header eines Particel Pic, eingeteilt in 1) das Datenfeld, 2) Kalibrationspunkt T1, 3) Kalibrationspunkt T2

Die Informationen werden dabei direkt in die Bilddaten integriert und nicht als Metadaten separat abgelegt, d.h. sie sind damit nicht maschinenlesbar. Maschinenlesbare Metadaten wurden aus Zeitgründen bislang noch nicht implementiert. Die im Header abgelegten Daten sind in Tabelle 7-2 zusammengefasst.

Parameter	Bedeutung
Comment	Kommentar zum Bild, beim Abspeichern frei wählbar
Number of Particles	Anzahl der im Bild enthaltenen Partikel
Wavelength	Messwellenlängen des optischen Sensors mit dem die Bildaufnahme erfolgte (wichtig für die Schichtdickenberechnung)
Calibration	Transmission bzw. Reflexion der beiden Kalibrationspunkte
Scale	Skalenfaktor
Morph	Mittelwert sowie minimaler und maximaler Partikelradius der im Bild vorhandenen Partikel. Wurde ein Skalenfaktor angegeben dann werden die Radien als physikalische Längen angegeben, sonst als Pixelzahl.
Thick	Ergebnisse der Schichtdickenberechnung, falls vorhanden, in Form der mittleren Schichtdicke und der Standardabweichung

Tabelle 7-2 Übersicht der im Datenfeld des Particle Pic Headers abgelegten Daten

Das Partikelbild selbst enthält alle detektierten Partikel, in einem Raster ausgerichtet und nach der mittleren Helligkeit sortiert (siehe Abbildung 7-31 und Abbildung 7-32).

Comment: Sb_Cu_28 Partikelradien [20,40]pixel
Number of Particles: 217
Wavelength: R=604.0 G=540.0 B=504.0
Calibration: T1=0.90 T2=0.00
Scale: 100 Pixel = 64.00 um
Morph: Ravg=16.4 um Min/Max=[12.8, 23.7] um
Thick: Davg=40.13 nm StdAbw=2.03 nm

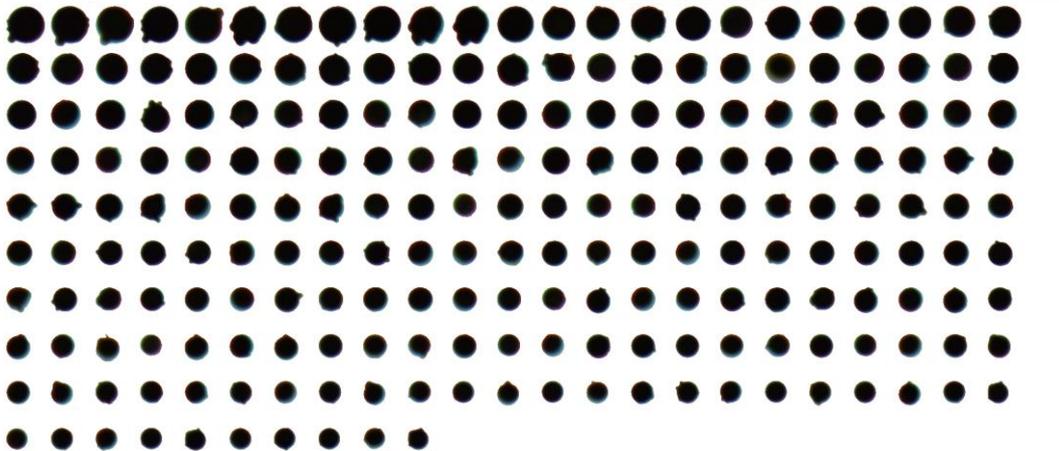


Abbildung 7-31 Vollständiges Particle Pic der Originaldaten einer Probe Cu beschichteter HGMs mit selektierten Objekttradien von 20 bis 40 Pixel und Maximalrundheit von 35%

Comment: Sb_Cu_28 Partikelradien [20,40]pixel Schichtdicken
Number of Particles: 217
Wavelength: R=604.0 G=540.0 B=504.0
Calibration: T1=0.90 T2=0.00
Scale: 100 Pixel = 64.00 um
Morph: Ravg=16.4 um Min/Max=[12.8, 23.7] um
Thick: Davg=40.13 nm StdAbw=2.03 nm

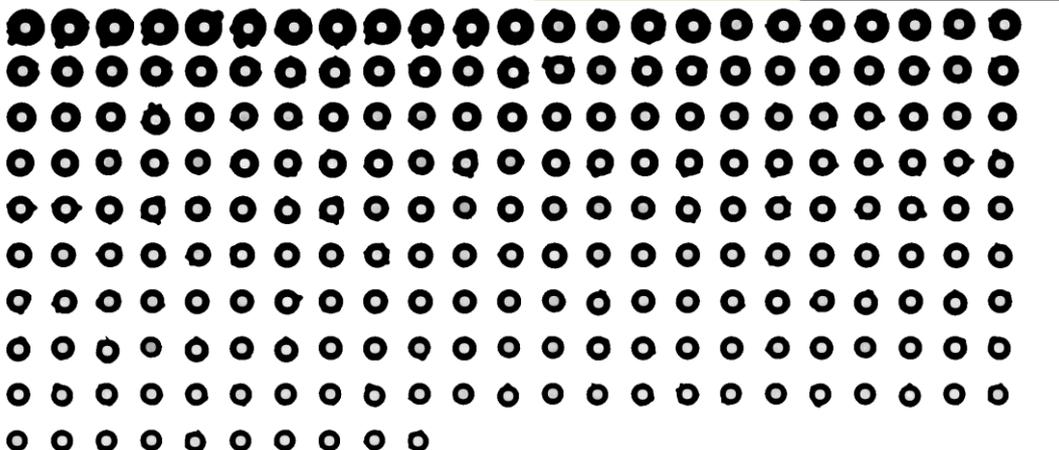


Abbildung 7-32 Vollständiges Particle Pic der Schichtdickendaten der Probe aus Abbildung 7-31

Abbildung 7-32 ist ein Particel Pic von Schichtdickendaten. Es ist deutlich der Bereich der Schichtdickenberechnung zu erkennen. Partikelbereiche die keiner Schichtdickenberechnung unterzogen wurden, werden auf den Schichtdickenwert 0 gesetzt, scheinen daher als absolut schwarz im Bild. Zu beachten ist, dass aus Bildern solcher Art nur aus dem Header die korrekte Schichtdicke ablesbar ist, nicht aus den Helligkeiten der Pixel. Die berechneten Handbuch TFI

Schichtdicken werden nämlich auf den Helligkeitsbereich [0, 255] gemapped, dadurch geht der tatsächliche Schichtdickenwert am Pixelort verloren. Die so erzeugten Bilder der Schichtdicken sind daher nur für Anschauungszwecke geeignet. Auch hier wurde ein Ablegen der Schichtdickendaten als Meta Daten aus Zeitgründen nicht realisiert.

Das Laden von Particle Pics erfolgt über die in Abschnitt 7.2.1.2 erklärte Funktion „Prepare Particle Pic“.

7.3.3 Create 2D Map

Über den Menüpunkt „Create 2D Map“ können Objektdaten in Form von Punktwolken exportiert werden. Der Export erfolgt in Form einer Tab getrennten Tabelle, wobei die Daten „Mittlerer Objektradius in Pixel“, „Mittlerer Objektradius in Skaleneinheit“ und „Mittlere Schichtdicke am Objekt in nm“ ausgegeben werden. Ein Export sinnvoller Daten ist erst nach erfolgter Objekterkennung und Schichtdickenberechnung möglich. Abbildung 7-33 stellt die Dichte einer durch die Operation „Create 2D Map“ exportierten Punktwolke dar.

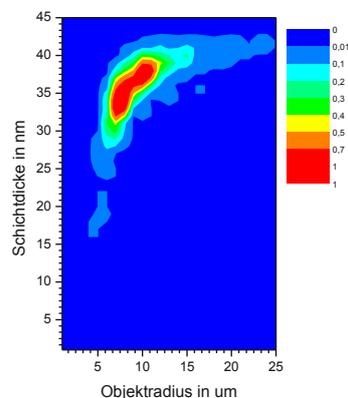


Abbildung 7-33 Schichtdickenverteilung einer Partikelprobe, dargestellt als Punktwolkendichte (erstellt durch „Create 2D Map“)

7.4 Menü „Help“

Über das Menü „Help“ → „Help“ wird das Handbuch von TFI geöffnet. Zum Lesen des Handbuchs ist ein vorinstalliertes Leseprogramm von pdf Dateien (z.B. Adobe Acrobat Reader) erforderlich.

8 Das Dielectricfenster

Das Dielectricfenster dient als zentrales Interface zur Schichtdickenbestimmung. Es beinhaltet die Wahl des Berechnungsmodells, dessen Parametrisierung, die Wahl der beteiligten Materialien und deren Brechungsindizes, Funktionalitäten zur Kalibrierung sowie Konfiguration der Messwellenlängen und Export der Daten. Es ist damit neben den Funktionalitäten zur Objekterkennung die wichtigste Komponente von TFI. Die Oberfläche des Dielectricfensters ist in Abbildung 8-1 dargestellt.

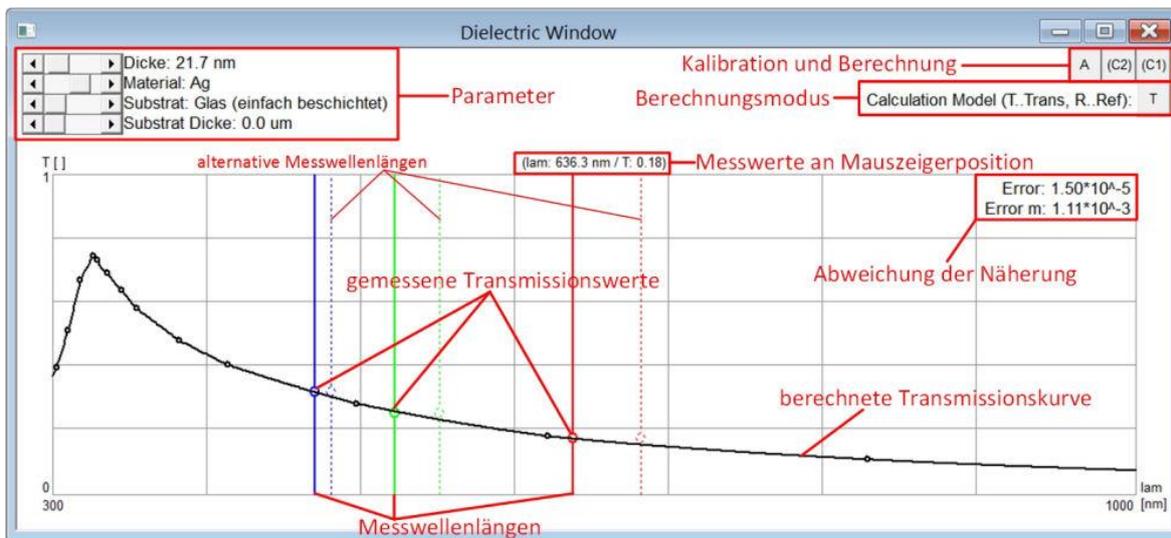


Abbildung 8-1 Dielectricfenster (Transmissionskurve einer Ag Einfachschicht auf Glassubstrat)

Das Dielectricfenster wird über den Button „Dielectric Calc“ (siehe Abschnitt 4.2.8) geöffnet. Zu beachten ist, dass das Dielectricfenster nur dann geöffnet wird, wenn ein gültiger Linescan vorhanden ist. Eine praktikable Vorgehensweise ist, einen Linescan auf einem Gebiet bekannter Transmission durchzuführen und anschließend das Dielectricfenster zu öffnen. Die Helligkeitswerte, gemittelt über den Linescan, dienen als Input zur Transmissionsberechnung für das Dielectricfenster. Das Dielectricfenster dient nicht nur zur Bestimmung der Schichtdicke an einem durch einen Linescan ausgezeichneten Bereich, sondern ist zentrales Konfigurationsinterface zur Parametrisierung des Berechnungsmodells. Das Dielectricfenster muss daher einmal geöffnet werden, bevor eine automatische Berechnung der Schichtdicke durchgeführt werden kann. Für derartige Schichtdickenbestimmungen werden immer die Modellparameter, wie sie gerade im Dielectricfenster eingestellt sind, herangezogen. Das Dielectricfenster besteht aus dem Anzeigefeld, dem Buttonfeld und dem Parameterfeld.

8.1 Das Anzeigefeld

Im Anzeigefeld wird die Transmission als Funktion der Wellenlänge dargestellt (siehe Abbildung 8-1). Es besteht aus drei Komponenten: Der Kennzeichnung der Messwellenlängen; der aus den Helligkeitswerten berechneten Transmission und der aus den Materialparametern berechnete Transmissionskurve. Als Input für die Transmissionen dienen die Helligkeitswerte aus dem mittels Linescan ausgewählten Bereich des Anzeigefensters. Aus diesen Helligkeitswerten werden nach erfolgter 2-Punkt Kalibration die Transmissionswerte berechnet.

Im Zentrum über dem Anzeigefeld wird die Wellenlänge und die Transmission an der aktuellen Mauszeigerposition dargestellt (siehe Abbildung 8-2).

(λ_m : 636.8 nm / T: 0.42)



Abbildung 8-2 Anzeige der Wellenlänge (λ_m) und Transmission (T) an der aktuellen Mauszeigerposition

8.1.1 Transmissionen und Wellenlängen

Die Helligkeitswerte jedes Farbkanals werden einer bestimmten Wellenlänge („Messwellenlänge“) zugeordnet. Im Modell wird die Quantenausbeute des im jeweiligen Messsystem verwendeten Bildsensors auf jeweils eine Wellenlänge pro Farbkanal reduziert. Diese Messwellenlängen sind im Anzeigefeld durch senkrechte, durchgezogene Linien in den Farben des Farbkanals gekennzeichnet (die gestrichelten Linien beziehen sich auf alternative Wellenlängen, entnommen aus der Literatur. Diese Wellenlängen dienen nur als Referenz und gehen nicht in die Berechnung ein).

Die aus den Helligkeitswerten des Linescans berechneten Transmissionen (unter Berücksichtigung der Kalibrierung) werden durch Kreise dargestellt. Diese sind den Messwellenlängen zugeordnet.

Sowohl Messwellenlängen als auch Helligkeitswerte können händisch eingegeben werden. Dazu wird mittels Klick mit der rechten Maustaste ins Anzeigefeld der Brightness Values Dialog (siehe Abbildung 8-3) geöffnet.

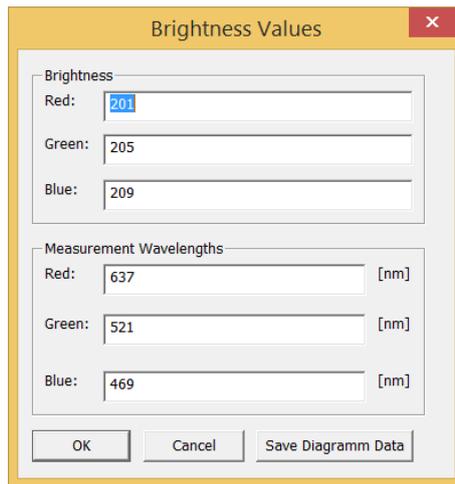


Abbildung 8-3 Brightness Values Dialog; Es können manuell die gemessenen Helligkeiten sowie die Messwellenlängen eingegeben werden; Die berechneten Daten können über "Save Diagramm Data" exportiert werden

Zu beachten ist, dass Änderungen an den Messwellenlängen für jede weitere Berechnung übernommen werden. Durch schließen und neu öffnen des Dielectricfenster werden die Messwellenlängen zurückgesetzt.

Die aus den Modellparametern berechnete Transmissionskurve wird als schwarze Linie dargestellt, wobei die schwarzen Kreise jene Punkte markieren, denen Brechungsindizes aus den RI-Dateien zugrunde liegen (siehe 8.4). Zwischen diesen Stützstellen werden die Brechungsindizes linear interpoliert.

Die Diagrammdaten können über den Button „Save Diagramm Data“ exportiert werden.

8.1.2 Schichtdicken und Fehler

Die Schichtdickenberechnung erfolgt auf Basis des aktuell gewählten Berechnungsmodells durch Berechnung der Transmission für die ausgewählten Modellparameter. Die Schichtdicke ist dabei ebenfalls ein Modellparameter und wird im Parameterfeld über den Parameter „Dicke“ eingestellt und angezeigt. Die daraus resultierende Transmissionskurve wird im Anzeigefeld dargestellt. Die Abweichung der berechneten Transmission an den Messwellenlängen von den gemessenen Transmissionswerten wird rechts oben im Anzeigefeld als Parameter „Error“ dargestellt (siehe Abbildung 8-4).

Error: $3.68 \cdot 10^{-2}$
Error m: $4.29 \cdot 10^{-2}$

Abbildung 8-4 Abweichung der berechneten Transmissionskurve an den Messwellenlängen von der gemessenen Transmission

Es handelt sich bei dem angezeigten Fehler um die Summe der Fehlerquadrate. Bei der automatischen Schichtdickenberechnung (siehe Abschnitt 8.2.2 und 8.5) wird dieser Fehler minimiert. Der Wert „Error m“ stellt die Abweichung an den alternativen Messwellenlängen dar und geht nicht in die Berechnung ein. Die alternativen Messwellenlängen sind durchschnittliche Wellenlängenwerte für den Rot- / Grün- / Blau-Kanal für gebräuchliche Bildsensoren und dienen nur zur Illustration.

8.2 Das Buttonfeld

Das Buttonfeld besteht aus den beiden Kalibrationsbuttons (C1) und (C2), dem Automatic Button (A) und dem Button zum Wechsel zwischen Transmissions- und Reflexionsmessung (T/R) (siehe Abbildung 8-5).



Abbildung 8-5 Das Buttonfeld

8.2.1 Kalibrierung (C1)/(C2)

Mittels der Kalibrationsbuttons wird eine Zuordnung Helligkeit im Bild zu Transmission in der Berechnung vorgenommen, mit deren Hilfe Dunkelstrom und Sättigung des Sensors ausgeglichen werden können. Hierzu wird mittels Linescan ein Bereich bekannter Transmission im Bild ausgewählt. Nachfolgend wird mittels Parametereingabe im Dielectricfenster die zugehörige Transmission eingestellt. Durch Drücken eines der beiden Kalibrationsbuttons werden diese Transmission und Helligkeit miteinander verknüpft. Selbiges wird an einer zweiten Stelle möglichst unterschiedlicher Transmission wiederholt und mit dem zweiten Kalibrationsbutton quittiert. Damit ist mittels Zweipunktkalibration die Umrechnungsgerade zwischen Helligkeiten und Transmissionen fixiert.

In der Praxis wird für eine gute Kalibration ein Bereich völliger Lichtundurchlässigkeit im Bild erzeugt (z.B. Blende im Strahlengang der Messung). Auf diesen Bereich wird der Handbuch TFI

Kalibrationspunkt mit Transmission $T=0$ gesetzt. Als zweiter Kalibrationspunkt wird der Bereich des Trägersubstrates gewählt (z.B. Glas) da dessen Transmissionseigenschaften gut bekannt sind. Zu beachten ist, dass die Helligkeitswerte in diesem Bereich unterhalb von 255 für jeden Farbkanal liegen müssen. Liegen sie bei 255 kann nicht ausgeschlossen werden, dass der Bildsensor bereits in Sättigung war. Dadurch würde die Kalibration verfälscht. Dementsprechend ist der Sättigung mittels Reduktion der Quellintensität während der Bildaufnahme entgegenzuwirken.

8.2.2 Berechnung (A)

Der Automatic Button stößt die automatische Schichtdickenberechnung an. Diese erfolgt wie bei der Schichtdickenberechnung im Graphenfenster (siehe Abschnitt 5) oder über „Full Thickness Pic“ (siehe Abschnitt 4.2.9). Die automatische Schichtdickenberechnung ist in Abschnitt 8.5 gesondert erklärt.

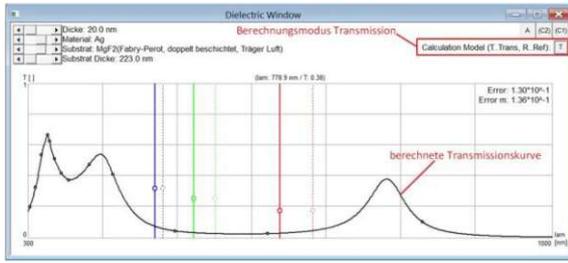
8.2.3 Transmissions- und Reflexionsmessung (T/R)

Über den Button (T/R) wird ausgewählt, ob das Berechnungsmodell zur Transmission- oder Reflexionsmessung herangezogen werden soll. Der aktuelle Modus wird im Button angezeigt (T = Transmission, R = Reflexion, siehe Abbildung 8-6).

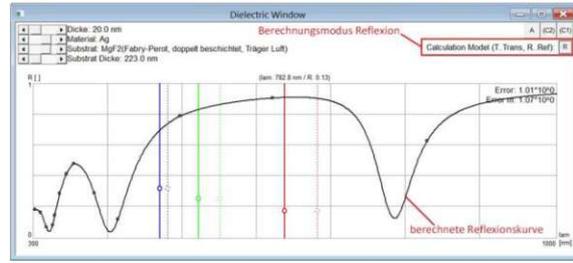
Calculation Model (T..Trans, R..Ref):

Abbildung 8-6 Wahl der Transmissions- oder Reflexionsberechnung im Dielectricfenster

Am ausgewählten Modell und dessen Parametrisierung ändert sich dabei nichts. Durch die Wahl der Reflexionsberechnung wird im Anzeigefeld im Dielectricfenster die Reflexion als Funktion der Wellenlänge dargestellt. Weiters werden aus den Helligkeitswerten Reflexionswerte berechnet, die Umrechnung ist dabei völlig gleich zur Umrechnung in Transmissionswerte. Ebenso wird die 2-Punkt Kalibration unverändert beibehalten. Auch bleiben die automatische Schichtdickenberechnung und die dazu notwendigen Näherungsverfahren unangetastet. Es wird lediglich die aus dem Modell errechnete Transmissionskurve durch die Reflexionskurve ersetzt (siehe Abbildung 8-7). Die Variation der Schichtdicke zur Näherung an den Messwellenlängen bleibt unangetastet.



(a)



(b)

Abbildung 8-7 Das Dielectricfenster, parametrisiert für ein Fabry-Perot-Interferenzfilter mit Ag Spiegel und MgF₂ Spacerschicht a) im Transmissionsmodus b) im Reflexionsmodus

Die Wahl des Transmissions- oder Reflexionsmodus wird für alle Schichtdickenberechnungsoptionen in anderen Fenstern (Graphenfenster (siehe Abschnitt 5), „Full Thickness Pic“ (siehe Abschnitt 4.2.9)) übernommen, so wie auch alle anderen Einstellungen aus dem Dielectricfenster. Damit erlaubt es der Button (T/R) mit nur einem Klick das Berechnungsmodell von Transmissions- zu Reflexionsmessung für alle TFI-Komponenten zu ändern.

8.3 Das Parameterfeld

Das Parameterfeld befindet sich oben links im Dielectricfenster und dient zur Modell-, Material- und Parameterwahl (siehe Abbildung 8-8).

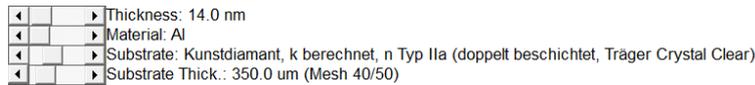


Abbildung 8-8 Parameterfeld

8.3.1 Substrat / Substratdicke

Über die Parameter „Substrate“ und „Substrate Thick“ kann das Substrat der Probe ausgewählt und parametrisiert werden. Die Wahl des Substrates bestimmt dabei nicht nur das Material des Substrates sondern legt auch das Berechnungsmodell fest. Substrate der Form „bulk“ (z.B. Objektträger) oder „hollow“ (z.B. HGMs) werden unterstützt. Ebenso wird durch die Substratwahl ein etwaiges Trägermaterial (z.B. Klebeband) oder, ob das Substrat einfach oder doppelt beschichtet ist, festgelegt. Für eine genauere Beschreibung, siehe Abschnitt 8.4.2. In Abbildung 8-9 sind die drei typischen Schicht- und Berechnungsmodelle dargestellt.

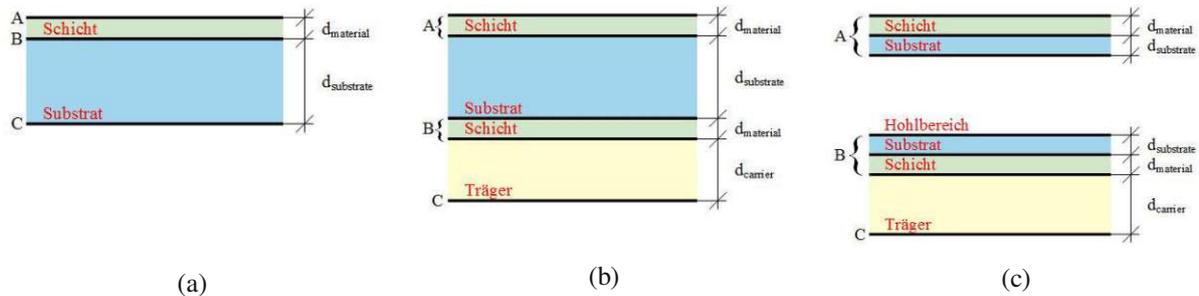


Abbildung 8-9 Typische Schichtmodelle realisiert über die Substratwahl im Dielectricfenster a) Bulk-Substrat mit einfacher Beschichtung (z.B. beschichteter Objektträger) b) Bulk-Substrat mit doppelter Beschichtung auf einem Träger (z.B. beschichtete Kunstdiamanten auf Klebeband) c) Hohlsubstrat mit doppelter Beschichtung auf einem Träger (z.B. beschichtete HGMs auf Glas)

Über den Parameter „Substrat Thick“ wird für die Substratform „bulk“ die Dicke des Substrates und für die Substratform „hollow“ die Wandstärke eingestellt. Die Einheiten sind hierfür für die Substratform „bulk“ μm und für die Substratform „hollow“ nm .

Bei Bulksubstraten wird davon ausgegangen, dass diese dick genug sind, um außerhalb der Kohärenzlänge der verwendeten Lichtquelle zu liegen. Die Substratdicke wird in diesem Fall deshalb berücksichtigt, um bei einer nicht verschwindenden Absorption des Substrate (z.B. Kunstdiamanten) diese in die Rechnung einfließen zu lassen. Der Wertebereich ist daher auf 0 - 2000 μm eingestellt. Für Hohlsubstrate ist der Sinn hinter der Substratdicke ein anderer. Sie soll die Wandstärke der Substrate berücksichtigen, um diese in der Amplituden- und Phasenrechnung berücksichtigen zu können. Die Wandstärke ist im Normalfall kleiner als die Kohärenzlänge der Lichtquelle von Scannern (1-3 μm), sodass Interferenzen auftreten. Der Wertebereich ist daher bei Hohlsubstraten auf 0 - 2000 nm eingestellt.

8.3.2 Schichtmaterial / Schichtdicke

Über den Parameter „Material“ wird das Material jener Schicht festgelegt, deren Schichtdicke zu bestimmen ist.

Der Parameter „Thickness“ legt die Schichtdicke fest, für die die Transmissions-Reflexionskurve gerechnet wird. Sie kann einerseits vom Benutzer manuell verstellt werden, um manuell im Dielectricfenster eine Schichtdickennäherung durchzuführen, andererseits wird sie bei der automatischen Schichtdickenberechnung (siehe Abschnitt 8.5) variiert.

8.4 Einlesen der Brechungsindizes

Alle im Parameterfeld wählbaren Materialien und Substrate werden aus einer in TFI enthaltenen Datenbank, bestehend aus den RI-Dateien (RefractiveIndex-Dateien), geladen. Die Namen der RI-Dateien sind, bis auf die Root Datei "RefractiveIndices.txt", frei wählbar. Die RI-Dateien liegen im selben Dateipfad wie die Applikation und werden mit TFI mitgeliefert. Es ist bereits ein Satz gebräuchlicher Materialien in der Datenbank enthalten, es können aber vom Benutzer manuell Materialien und Substrate in die Datenbank hinzugefügt werden. Hierzu müssen folgende Punkte beachtet werden:

- Alle Dateien, in den Brechungsindizes abgespeichert sind (RI-Dateien), müssen im Pfad der Applikation selbst liegen.
- Es muss die Datei "RefractiveIndices.txt" im Applikationspfad vorhanden sein.

8.4.1 RefractiveIndices.txt

- In der Datei "RefractiveIndices.txt" sind die Namen aller zu ladender RI (Refractive Indices) Dateien gespeichert.
- Diese RI-Dateien werden in der Reihenfolge geladen, in der sie in "RefractiveIndices.txt" angeführt sind. Dies ist bei der Angabe von Trägersubstraten zu beachten.
- In "RefractiveIndices.txt" ist es möglich Zeilen auszukommentieren. Dies geschieht durch "/" zu Beginn einer Zeile. Dies ist sinnvoll, um etwas Struktur in die Datei zu bekommen.
- Die Namen der RI-Dateien sind frei wählbar. Um die Übersicht zu bewahren, empfiehlt sich ein Format der Form „RI_Typ_Name.txt“.
- Von ThinFilmInspect wird die Datei "RefractiveIndices.txt" zuerst eingelesen und die darin angegebenen Dateien der Reihe nach abgearbeitet.
- Ist die Datei "RefractiveIndices.txt" nicht vorhanden, fehlerhaft, wurde nicht mindestens ein Schichtmaterial und ein Substrat angegeben oder konnten diese nicht eingelesen werden, wird der Berechnungsdialog "Dielectric Calc" nicht geöffnet.

8.4.2 RI-Dateien

- Eine gültige RI-Datei muss mindestens 7 Zeilen besitzen (5 Header-Zeilen und 2 Brechungsindex-Zeilen für Start- und Endwerte)
- Das Format der Datei ist Tabelle 8-1 zu entnehmen.

Zeile	Text	Bereich
1	name=	Head
2	substrate=	Head
3	energy=	Head
4	carrier=	Head
5	fixedtrans=	Head
6	λ tab n tab k	Body = Brechungsindizes
7	λ tab n tab k	Body = Brechungsindizes
...

Tabelle 8-1 Format einer Refractive Indices Datei (RI-Datei)

- **Header-Bereich** - Bedeutung der Felder
 - **name:** Der Name unter dem diese Liste an Brechungsindizes im Dielectricfenster angezeigt wird. Dies ist auch gleichzeitig der Name der für das Verlinken von Carrier Substraten verwendet wird und muss eindeutig sein.
 - **substrate:** Kann die Werte "bulk", "hollow" oder "no" annehmen. Ist der Wert entweder "bulk" oder "hollow" wird dieses Material den Substraten hinzugefügt, ansonsten den Schichtmaterialien.
 "bulk" bedeutet gefülltes Substrat wie z.B. Glasobjektträger. Wird automatisch angenommen wenn der Wert ungleich "no" ist
 "hollow" bedeutet ausgehöhltes, luft- bzw. vakuumgefülltes Substrat wie z.B. Glashohlkugeln. Bewirkt einen etwas anderen Berechnungszugang.
 - **energy:** "yes" oder "no". Bestimmt, ob die erste Spalte im Indizes Bereich als Wellenlängen in nm (bei "no") oder als Energien in eV (bei "yes") eingelesen werden. Die Umrechnung erfolgt dementsprechend programmintern beim Einlesen. Sinn dahinter ist es, einen schnellen Übertrag von Brechungsindizes aus verschiedenen Literaturen zu ermöglichen, ohne selbst eine Umrechnung per Hand durchführen zu müssen. Das Mischen von Energien und Wellenlängen in einer Datei ist nicht möglich.
 - **carrier:** "Name des Materials" oder "-1" für keine Träger. Bestimmt, ob für das angegebene Material ein Trägermaterial verwendet wird bzw. welches dies

ist, z.B. Diamantgranulat auf Klebeband oder auf Objektträger. Angabe eines Trägermaterials verändert das Berechnungsmodell. Der "Name des Materials" entspricht dem Namen der unter dem Feld "name" angegeben wurde und nicht dem Dateinamen. Es wird die Liste der bereits eingelesenen Substrate und Materialien durchsucht. Ist ein Träger mit dem Namen vorhanden, so wird dieser genommen. D.h. Substrate, die einen Träger benötigen, müssen nach diesem Träger in der Datei "RefractiveIndices.txt" angeführt werden, damit dieser Träger auch gefunden werden kann.

- **fixedtrans:** Fixiert die Transmission (und Reflexion) des Materials auf einen bestimmten Wert zwischen 0 und 1 im gesamten Wellenlängenbereich. Der Wert "-1" bedeutet keine fixierte Transmission.

- **Indizes-Bereich** - Bedeutung
 - Im Indizes-Bereich werden die Brechungsindizes angegeben
 - Format dabei ist eine dreispaltige, Tabulator getrennte Tabelle
 - Spalte 1: Wellenlänge in nm oder Energie in eV siehe Feld "energy"
 - Spalte 2: Realteil n des Brechungsindex
 - Spalte 3: Imaginärteil k des Brechungsindex
 - Dezimalstellen können als . oder , ausgeführt werden. Beides ist möglich und wird erkannt.

- **Berechnungszusatz bei Hohlsubstraten:** Es ist zu beachten, dass der Slider Substratdicke μm im Fenster Dielectric Calc bei Bulk Substraten die Dicke des Substrates in μm angibt. Dies ist bei Bulksubstraten nur relevant, wenn diese eine zwar geringe aber nicht verschwindende Absorption aufweisen (z.B. Kunstdiamant). Bei Hohlsubstraten wird über diesen Slider jedoch die Wandstärke des Hohlsubstrates in nm angegeben.

Die mit TFI mitgelieferten RI-Dateien sind in Tabelle 8-2 aufgeführt.

Typ	Name	Material	Träger	Fixwert	Beschichtung
Schicht	Al	Al	---	---	---
Schicht	Si	Si	---	---	---
Schicht	Sc	Sc	---	---	---
Schicht	Ti	Ti	---	---	---
Schicht	V	V	---	---	---
Schicht	Cr	Cr	---	---	---
Schicht	Mn	Mn	---	---	---
Schicht	Fe	Fe	---	---	---
Schicht	Co	Co	---	---	---
Schicht	Ni	Ni	---	---	---
Schicht	Cu	Cu	---	---	---
Schicht	Nb	Nb	---	---	---
Schicht	Mo	Mo	---	---	---
Schicht	Ru	Ru	---	---	---
Schicht	Ag	Ag	---	---	---
Schicht	W	W	---	---	---
Schicht	Pt	Pt	---	---	---
Schicht	Au	Au	---	---	---
Schicht	Bi Crystal	Bi	---	---	---
Schicht	Bi Thin Film	Bi	---	---	---
Schicht	MgF ₂	MgF ₂	---	---	---
Substrat	Luft (einfach beschichtet)	Luft	---	---	einfach
Substrat	Glas (einfach beschichtet)	Glas	---	---	einfach
Substrat	Klebeband Crystal Clear (einfach beschichtet)	Kunststoff	---	---	einfach
Substrat	Folie (einfach beschichtet)	Kunststoff	---	---	einfach
Substrat	Glas Spheres (einfach beschichtet)	Glas	---	---	einfach
Substrat	Naturdiamant Typ IIa (einfach beschichtet)	Diamant	---	---	einfach
Substrat	Kunstdiamant, k berechnet, n Typ IIa (einfach beschichtet)	Diamant	---	---	einfach
Substrat	Si no abs (einfach beschichtet)	Si	---	---	einfach
Substrat	Si (einfach beschichtet)	Si	---	---	einfach
Substrat	Glas Spheres (doppelt beschichtet, Träger Glas)	Glas	Glas (einfach beschichtet)	---	doppelt
Substrat	Glas Spheres (doppelt beschichtet, Träger Crystal Clear)	Glas	Klebeband Crystal Clear (einfach beschichtet)	---	doppelt
Substrat	Kunstdiamant, k berechnet, n Typ IIa (doppelt beschichtet, Träger Glas)	Diamant	Glas (einfach beschichtet)	---	doppelt
Substrat	Kunstdiamant, k berechnet, n Typ IIa (doppelt beschichtet, Träger Crystal Clear)	Diamant	Klebeband Crystal Clear (einfach beschichtet)	---	doppelt
Substrat	Kunstdiamant manuell Fac., k berechnet, n Typ IIa (doppelt beschichtet, Träger Crystal Clear)	Diamant	Klebeband Crystal Clear (einfach beschichtet)	---	doppelt
Substrat	Kunstdiamant manuell Off., k berechnet, n Typ IIa (doppelt beschichtet, Träger Crystal Clear)	Diamant	Klebeband Crystal Clear (einfach beschichtet)	---	doppelt
Hohlsubstrat	Hollow Glas Spheres (einfach beschichtet)	Glas	---	---	einfach
Hohlsubstrat	Hollow Glas Spheres (doppelt beschichtet, Träger Glas)	Glas	Glas (einfach beschichtet)	---	doppelt
Hohlsubstrat	Hollow Glas Spheres (doppelt beschichtet, Träger Crystal Clear)	Glas	Klebeband Crystal Clear (einfach beschichtet)	---	doppelt
Fabry-Perot	MgF ₂ (Fabry-Perot, doppelt beschichtet, Träger Glas)	MgF ₂	Glas (einfach beschichtet)	---	doppelt
Fabry-Perot	MgF ₂ (Fabry-Perot, doppelt beschichtet, Träger Luft)	MgF ₂	Luft (einfach beschichtet)	---	doppelt
Fixierter Wert	T/R=0	---	---	0	---
Fixierter Wert	T/R=0,5	---	---	0,5	---
Fixierter Wert	T/R=0,75	---	---	0,75	---
Fixierter Wert	T/R=0,9	---	---	0,9	---
Fixierter Wert	T/R=1	---	---	1	---

Tabelle 8-2 Übersicht der in TFI mitgelieferten Material- und Substrat Datenbank

8.5 Automatische Schichtdickenberechnung

Um die Schichtdicke für einen Pixel zu berechnen, wird mit Hilfe des zugrunde liegenden physikalischen Modells die Transmission (Reflexion) berechnet und die Schichtdicke solange variiert, bis die Fehlerfunktion (Summe der Fehlerquadrate an den Messwellenlängen) minimal wird. In TFI sind drei numerischem Verfahren zur Minimierung der Fehlerfunktion implementiert. Egal auf welche Weise die Schichtdickenberechnung initiiert wird, es ist immer das Berechnungsverfahren einzustellen. Dazu wird immer der „Calculation Method Selection“ Dialog aufgerufen (siehe Abbildung 8-10, Abbildung 8-11, Abbildung 8-12). Als Standard-Rechenmethode ist die Berechnung mittels Bisection der Ableitung und bewährter Parametrisierung gewählt. Die einzelnen Berechnungsmethoden sind im Weiteren aufgeführt.

8.5.1 Progressive Berechnung

Die progressive Schichtdickenberechnung wird über den Radio Button „Progressive“ ausgewählt (siehe Abbildung 8-10).

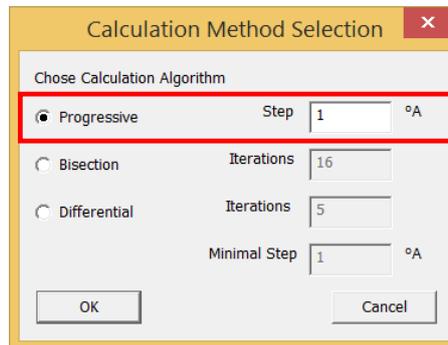


Abbildung 8-10 „Calculation Method Selection Dialog“ für progressive Berechnung

Beginnend bei der minimalen Schichtdicke $d_{\min} = 0$ wird die Schichtdicke in einstellbarer Schrittweite progressiv solange erhöht, bis der berechnete Fehler sein Minimum erreicht. Die Schrittweite wird als Step in der Einheit Å eingegeben. Dieses Verfahren durchläuft den gesamten Wertebereich von 0-200nm, d.h. für dicke Schichten ergeben sich sehr lange Rechenzeiten und bei Schichten außerhalb des Wertebereiches konvergiert es extrem langsam. Dieses Verfahren ist nur für große Schrittweiten zu empfehlen.

8.5.2 Berechnung durch Bisection

Die progressive Schichtdickenberechnung wird über den Radio Button „Bisection“ ausgewählt (siehe Abbildung 8-11).

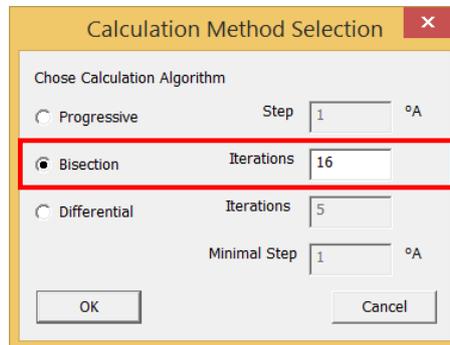


Abbildung 8-11 „Calculation Method Selection Dialog“ für Berechnung durch Bisection

Bei der Berechnung durch Bisection wird der gesamte Wertebereich der Schichtdicke im Verhältnis des Goldenen Schnitts in zwei Intervalle geteilt. Für die mittlere Schichtdicke des jeweiligen Intervalls wird der Fehler berechnet und das Intervall mit dem größeren Fehler verworfen. Dieselbe Teilung wird für das verbleibende Intervall wiederholt und die Bisection für die angegebene Anzahl an Iterationen fortgesetzt. Das Verfahren hat den Nachteil, dass das gesuchte Minimum sich in einem verworfenen Intervall befinden kann. Damit kann das Verfahren nur mehr an die dem Minimum nächst gelegenen Intervallgrenze konvertieren.

8.5.3 Berechnung durch Bisection der Ableitung

Die Schichtdickenberechnung durch Bisection der Ableitung wird über den Radio Button „Differential“ ausgewählt (siehe Abbildung 8-12).

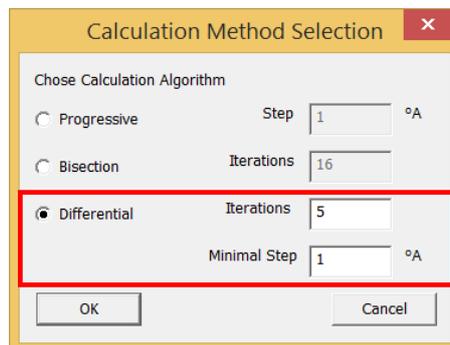


Abbildung 8-12 „Calculation Method Selection Dialog“ für Berechnung durch Bisection der Ableitung der Fehlerfunktion

Da die Fehlerfunktion $f(d)$ nur ein einziges Minimum besitzt, besitzt deren Ableitung $f'(d)$ auch nur eine Nullstelle. Im Wertebereich W der Schichtdicke werden drei Stützstellen in der Mitte und an den Rändern des Wertebereiches festgelegt. An diesen drei Stützstellen wird numerisch die Ableitung von $f'(d)$ berechnet. Liegt die gesuchte Nullstelle zwischen zwei Stützstellen, ändert sich des Vorzeichen von $f'(d)$ zwischen diesen beiden Stützstellen. Das durch diese Stützstellen aufgespannte Intervall wird beibehalten. Dieser Vorgang wird für die einstellbare Zahl der Iterationen wiederholt und damit der Bereich der Nullstelle auf einen sehr kleinen Bereich eingeschränkt. Nach Erreichen der letzten Iteration wird progressiv die Schichtdicke in minimalen Schritten (1 \AA) erhöht, solange bis das berechnete $f(d)$ sein Minimum erreicht. Da auf das Vorzeichen der Ableitung detektiert wird, kann das die Nullstelle enthaltene Intervall nicht verworfen werden. Befindet sich die gesuchte Schichtdicke d nicht innerhalb des festgelegten Wertebereiches, so konvergiert das Verfahren bereits nach einer Iteration an die jeweilige Bereichsgrenze. Dieses kombinierte Verfahren ist aufgrund seiner Effizienz und Robustheit zu empfehlen.

8.5.4 Vergleich der Berechnungsmethoden

Zum besseren Vergleich der Berechnungsmethoden ist für eine Nb beschichteten Folienprobe (siehe Abbildung 8-13) ein Vergleich der mit den drei Verfahren berechneten Schichtdicken dargestellt.

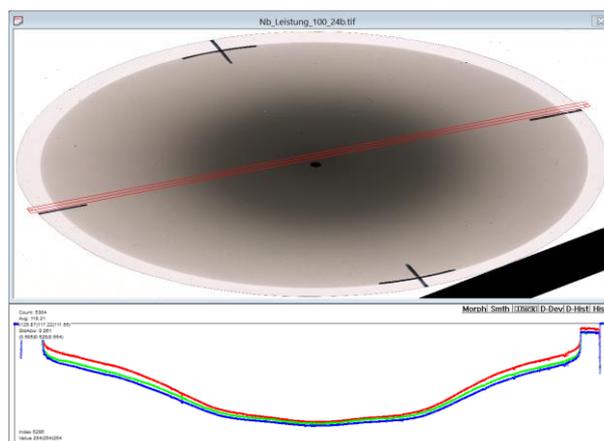


Abbildung 8-13 Probenbild und Linescan einer Nb beschichteten Folienprobe

Die für diese Probe berechneten Schichtdicken sind (von oben nach unten) in immer ungünstiger werdender Parametrisierung in (Abbildung 8-14) dargestellt. Die ungünstiger werdende Parametrisierung ist am stufiger werdenden Verlauf der Schichtdicke zu sehen.

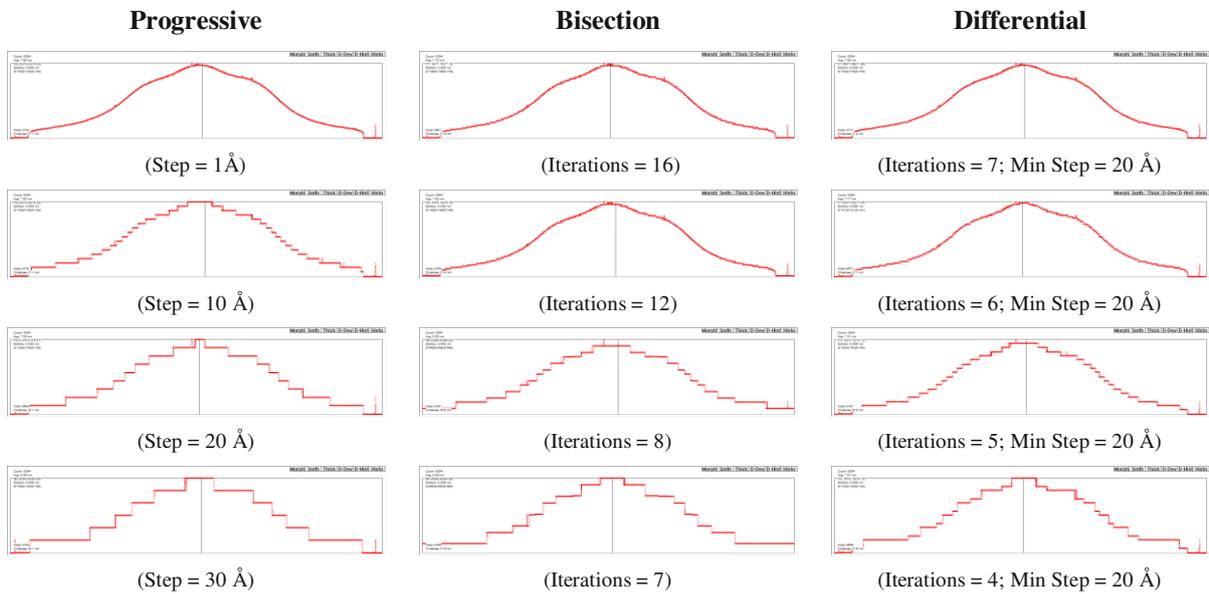


Abbildung 8-14 Vergleich zwischen den Schichtdickenberechnungsmethoden mit unterschiedlicher Parametrisierung

9 Automatisierte Auswertung

Prozessschritte können in TFI automatisiert und per Script zur Ausführung gebracht werden. Dies geschieht über TFI Script Files. Beim ThinFilmInspect Script File handelt es sich um eine ASCII Text Datei. Jede Zeile im Script File entspricht einer Operation und hat folgendes Format:

Operation\t<int>Parameter\t<string>Zusatzparameter\t<string>Löschen\n (9-1)

Die einzelnen Tags sind in Tabelle 9-1 aufgeführt.

Operation	Parameter	Zusatzparameter	Löschen
Kantendetektion	<int> Helligkeitsthreshold im Rot-Kanal.	---	<string> "delete" Gibt an, ob das Bild durch den Folgeschritt gelöscht werden soll
Objekterkennung	<int> Objektgröße in pixel	---	<string> "delete"
Randentfernung	<int> Zahl der Randpixel	<string> "ja" "nein" Gibt an, ob ein Objekt gelöscht werden soll wenn es im Mittel dunkler wird	<string> "delete"
Objektentfernung	<int> Helligkeitsthreshold Rot- Kanal, im mittel dunklere Objekte werden entfernt	---	<string> "delete"
Dickenberechnung	---	<string> "ja" "nein" Gibt an, ob die Berechnung „schnell“ erfolgen soll (obsolet)	<string> "delete"

Tabelle 9-1 Auflistung und Format der im ThinFilmInspect Script File anwendbaren Operationen

Nicht alle in TFI implementierten Operationen sind über das Script interface zugänglich. Ein Beispiel für eine übliche Auswertung, abgespeichert als ThinFilmInspect Script ist:

```

Kantendetektion      180          delete      ( 9-2 )
Objekterkennung      80
Randentfernung       2   nein   delete
Randentfernung       10   ja    delete
Objektentfernung     30
Dickenberechnung          ja
    
```

10 Verfahrensanweisungen zur Schichtdickenmessung mit TFI

Um neuen Benutzern die Bedienung von TFI zu erleichtern, wird in diesem Abschnitt eine kurze Verfahrensanweisung für die Vermessung an üblichen Granulat- und Flächenproben gegeben. Ein grober Überblick über die notwendigen Verfahrensschritte ist in Abbildung 10-1 dargestellt.

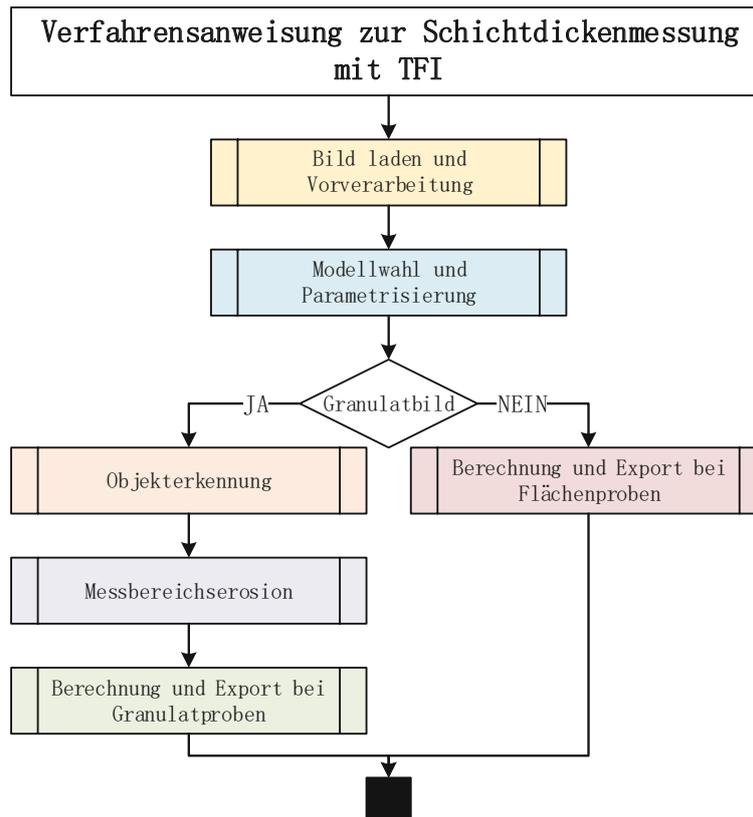


Abbildung 10-1 Gesamtübersicht der Verfahrensschritte zur Probenbildauswertung in TFI

Die Verfahrensschritte sind in Form von Flussdiagrammen dargestellt. Für eine zielführende und effiziente Vermessung der Probenbilder mit dem Ziel der Schichtdickenextraktion, ist den Flussdiagrammen von oben nach unten zu folgen und bei Entscheidungsmöglichkeiten der zutreffende Pfad fortzusetzen. In den Abbildungen Abbildung 10-2 bis Abbildung 10-7 sind die Verfahrensschritte im Detail spezifiziert. Verweise zu den entsprechenden Handbuchabschnitten sind in den Diagrammen angeführt.

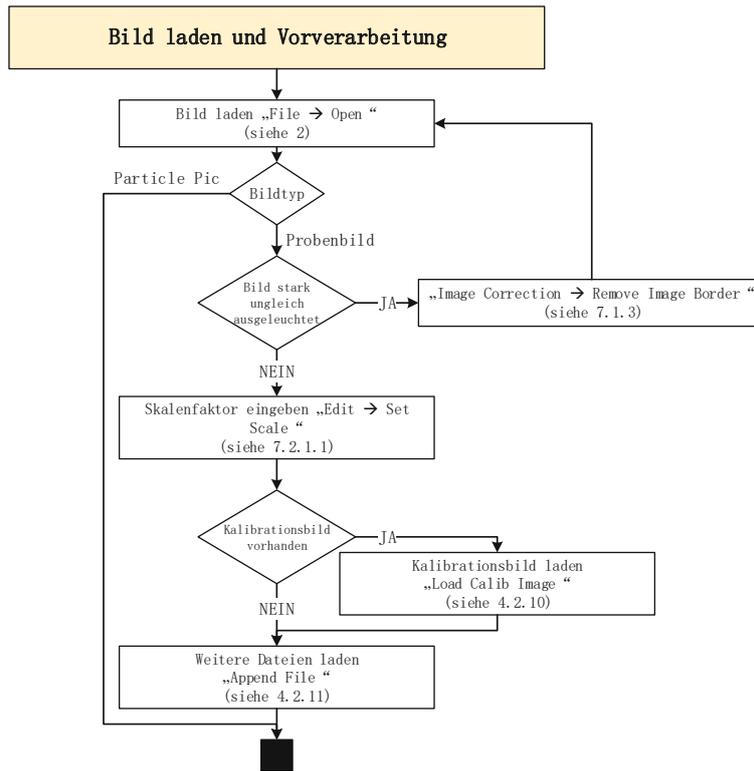


Abbildung 10-2 Verfahrensschritt „Bild laden und Vorverarbeitung“: Probenbilder werden geladen und nach Möglichkeit korrigiert

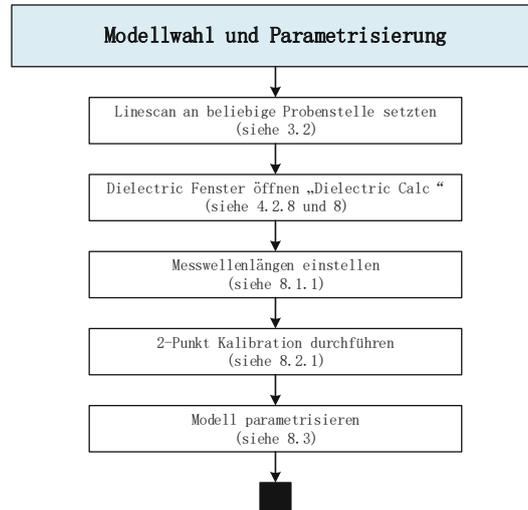


Abbildung 10-3 Verfahrensschritt „Modellwahl und Parametrisierung“: Das Rechenmodell wird ausgewählt und parametrisiert, sowie die 2-Punkt Kalibration durchgeführt

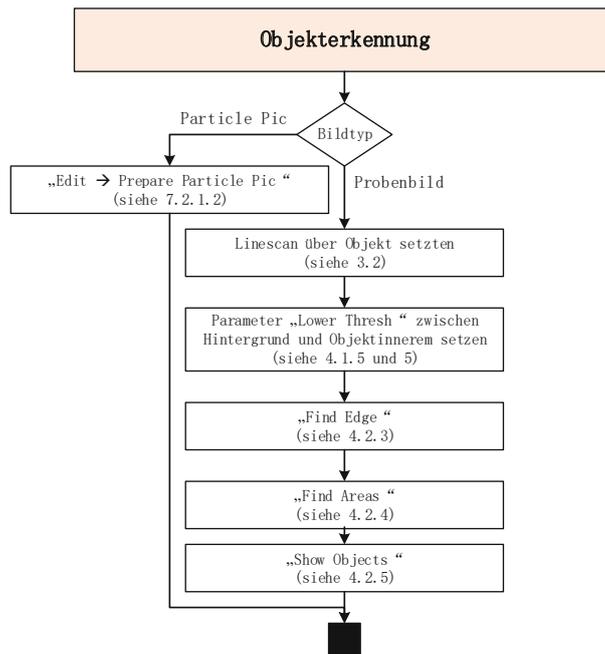


Abbildung 10-4 Verfahrensschritt „Objekterkennung“: Für Partikelproben wird die Objekterkennung ausgeführt und morphologisch gefiltert

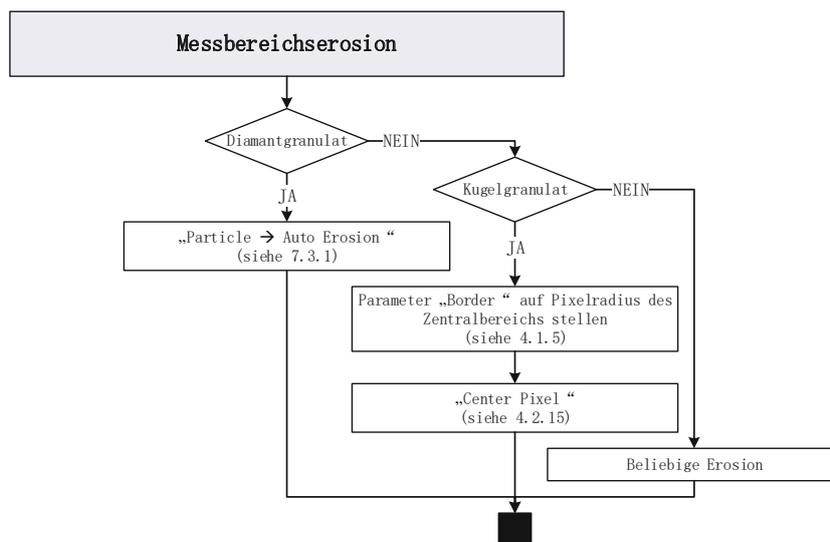


Abbildung 10-5 Verfahrensschritt „Messbereichserosion“: Für Partikelproben werden die messbaren Partikelbereiche freigeschnitten

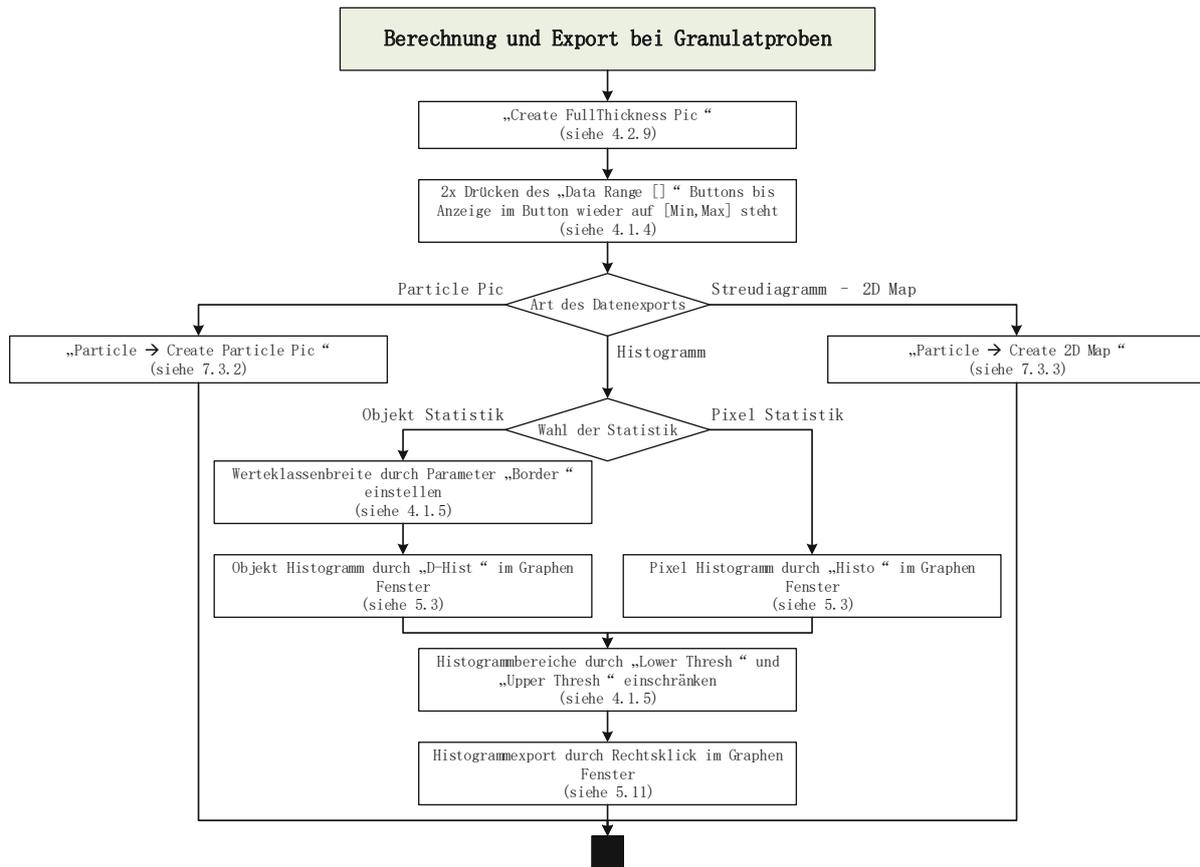


Abbildung 10-6 Verfahrensschritt „Berechnung und Export bei Granulatproben“: Für Partikelproben wird die Schichtdickenberechnung und der Datenexport angestoßen

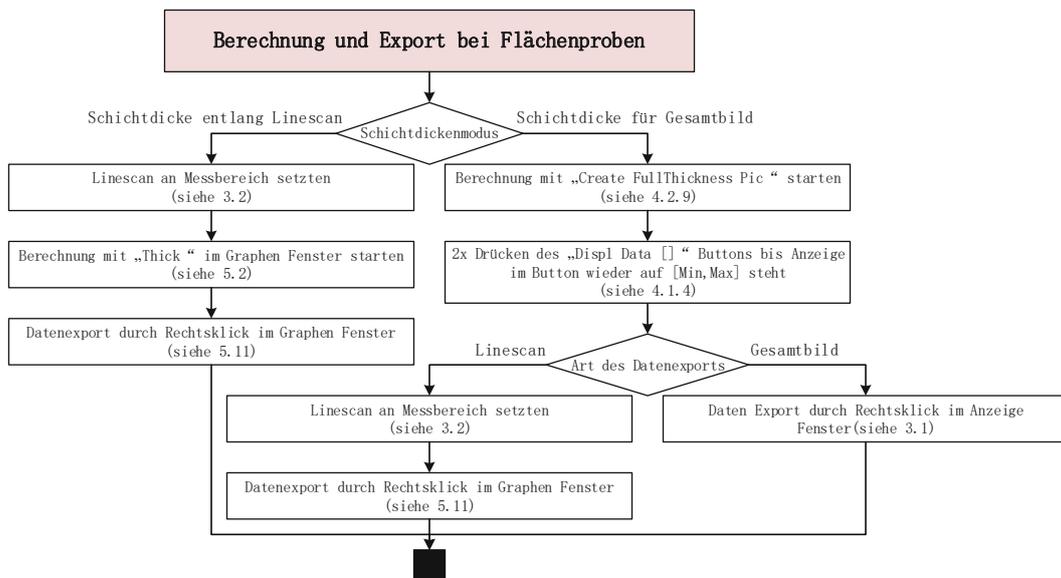


Abbildung 10-7 Verfahrensschritt „Berechnung und Export bei Flächenproben“: Für Flächenproben wird die Schichtdickenberechnung und der Datenexport angestoßen

Curriculum vitae

Persönliche Daten:

Name: Harald Mahr

Anschrift: [REDACTED]

Geburtsdatum: [REDACTED]

Staatsbürgerschaft: [REDACTED]

Schulbildung und Studium:

- | | |
|-----------|---|
| 1994-1999 | HTL Hollabrunn, Abteilung für Steuerungs- und Regelungstechnik, Abschluss mit Matura |
| 2003-2009 | Diplomstudium der Technischen Physik an der Technischen Universität Wien, Abschluss als Dipl.-Ing. |
| 2010-2014 | Doktoratsstudium der technischen Wissenschaften - Technische Physik an der Technischen Universität Wien. Die Einreichung zum Rigorosum erfolgt durch die hier vorliegende Dissertation. |
| 2022-2023 | |

Berufliche Tätigkeiten:

- | | |
|-----------|---|
| 2000-2003 | Software- und Systementwickler im Bereich der Telekommunikation, 4Call CT Technology AG |
| 2003-2008 | Software- und Systementwickler im Bereich der Telekommunikation, Frequentis GmbH |
| 2010-2014 | Projektassistent in der Arbeitsgruppe Dünne Schichten, Institut für Festkörperphysik, Technische Universität Wien |
| ab 2015 | Funktionsentwickler und Systemarchitekt in der Fahrzeug- und Steuergerätekommunikation im Automotive-Bereich, Robert Bosch AG |